

T.C.
AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ DOKTORA PROGRAMI
2023-DR-006

**BİYOAKTİF BİLEŞİKLER YÜKLENMİŞ AKTİF VE AKILLI
NANOKOMPOZİT FİLMLEİN GELİŞTİRİLMESİ,
KARAKTERİZASYONU VE GIDA UYGULAMALARI**

**DİLARA KONUK TAKMA
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Hilal ŞAHİN NADEEM
2. DANIŞMAN
Prof. Dr. Figen KOREL**

Bu tez Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Birimi tarafından MF-19005 proje numarası ile desteklenmiştir.

AYDIN-2023

TEŞEKKÜR

Doktora eğitimim süresince her konuda ilgi ve desteğini esirgemeyen, akademik bilgi birikimi ve tecrübeleri ile her daim bana yol gösteren çok değerli danışman hocam Prof. Dr. Hilal ŞAHİN NADEEM'e ve eş danışman hocam Prof. Dr. Figen KOREL'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez izleme komitemde bulunan, tez çalışmamın her aşamasında bilimsel katkılarıyla beni aydınlatan ve tezimin daha iyi olmasına önemli katkı sağlayan değerli hocam Doç. Dr. Mehmet KOÇ'a, çalışmalarımı takip ederek öneri ve yorumlarıyla katkı sağlayan değerli hocam Doç. Dr. Seher KUMCUOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım. Tez savunmamda bulunan jüri üyeleri Sayın Dr. Öğr. Üyesi Banu KOÇ ve Sayın Doç. Dr. Fatih Mehmet YILMAZ hocalarıma önerileri ve değerli katkıları için teşekkür ederim.

Tez çalışmamın başından sonuna kadar bütün aşamalarında yer alan, desteğini hiç bir zaman esirgemeyen değerli arkadaşım Semra BOZKURT'a çok teşekkür ederim.

Bu çalışmaya MF-19005 proje numarası ile verdiği destek için Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne teşekkürlerimi sunarım.

Doktora eğitimim süresince 2211-A Genel Yurt İçi Doktora Burs Programı ile sağlamış olduğu maddi destek için Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) Bilim İnsanı Destekleme Birimi Başkanlığı (BİDEB)'na teşekkürlerimi sunarım. Bu tez çalışmasının bir kısmı TÜBİTAK 119 O 334 numaralı proje kapsamında gerçekleştirilmiştir. Sağlamış olduğu maddi destekten dolayı TÜBİTAK'a teşekkürlerimi sunarım.

Akademik hayatımın tüm aşamasında gece gündüz demeden her zaman desteğini yanımda hissettiğim, tüm yoğunluğuma rağmen sabırla bana destek olan sevgili eşim Yusuf Baha TAKMA'ya en içten teşekkürlerimi ve sevgilerimi sunarım. Çalışmalarım sırasında aynı bedende koşturduğumuz ve bu süreçte ailemize katılan, gülümsemesiyle bana tüm dertlerimi unutturan canım oğlum Arel'e sonsuz sevgilerimi sunuyorum.

Son olarak hayatım boyunca maddi ve manevi desteğini esirgemeyen, her koşulda yanımda varlığını hissettiren, bu aşamaya gelmemde büyük emeği olan annem Hülya KONUK, babam Yaşar KONUK ve kardeşim Caner KONUK'a çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY	i
TEŞEKKÜR	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xvii
ÖZET	xxxiii
ABSTRACT	xxxvi
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ.....	3
2.1. Bioaktif Bileşiklerce Zengin Kabuk Atıkları.....	3
2.2. Nanopartikül Üretim Yöntemleri ve Nanopartiküllerin Fonksiyonel Özellikleri	7
2.3. Gıda Ambalajlama	11
2.4. Biyobozunur Gıda Ambalajları	13
2.4.1. Karbonhidrat Bazlı Biyobozunur Filmler.....	14
2.4.2. Protein Bazlı Biyobozunur Filmler	19
2.4.3. Lipid Bazlı Biyobozunur Filmler	22
2.4.4. Kompozit Biyobozunur Filmler	24
2.5. Aktif Nanokompozit Filmler ve Fonksiyonel Özellikleri	27
2.6. Akıllı Filmler	31
3. MATERYAL VE YÖNTEM	33
3.1. Materyal.....	33
3.2. Ekstraktlarda Özgün Fenolik Bileşiklerin Belirlenmesi.....	33
3.3. Zein Nanopartiküllerinin Üretimi, Karakterizasyonu ve Optimizasyonu	34

3.3.1. Zein Nanopartiküllerinin Üretimleri.....	34
3.3.2. Partikül Boyut Analizi, Polidispersite İndeksi ve Geçirgenlik (Transmittans) Ölçümü.....	39
3.3.3. Zeta Potansiyeli	40
3.3.4. Bulanıklık (Türbidite).....	40
3.3.5. Enkapsülasyon Etkinliği.....	40
3.4. Kompozit Film Materyallerinin Seçimi.....	41
3.4.1. Kompozit Filmlerin Üretimi.....	41
3.4.2. Film Kalınlığı	42
3.4.3. Su Buharı Geçirgenliği	42
3.4.4. Renk ve Opaklık Analizi	43
3.4.5. Mekanik Özellikler	44
3.5. Nanokompozit Filmlerin Üretimi, Karakterizasyonu ve Optimizasyonu.....	45
3.5.1. Nanokompozit Film Üretimleri	45
3.5.2. Filmlerin Fiziksel Özellikleri.....	48
3.5.3. Suda Çözünürlük ve Nem Tayini	48
3.5.4. Oksijen Geçirgenliği.....	48
3.5.5. Toplam Fenolik Madde	49
3.5.6. Antioksidan Kapasite Tayini	50
3.5.7. Antimikrobiyal Aktivite	50
3.5.8. DSC Analizi.....	51
3.5.9. FTIR Analizi.....	51
3.5.10. Uçucu Bileşenlerin Analizi.....	51
3.5.11. İstatistiksel Değerlendirme ve Optimizasyon.....	52
3.6. Aktif Nanokompozit Filmlere Akıllı Özellik Kazandırılması.....	53
3.7. Model Gıda Uygulamaları	54

3.7.1. Aktif ve Akıllı Paketleme ve Kaplama Uygulamaları.....	54
3.7.2. pH Analizi	58
3.7.3. Nem Tayini	58
3.7.4. Renk Analizi	59
3.7.5. Tekstür Analizi	59
3.7.6. Toplam Fenolik Madde Tayini	60
3.7.7. Toplam Canlı ve Küf-Maya Sayımı	60
3.7.8. TBA Analizi	61
3.7.9. Akıllı Filmlerin Renk Değişimi	61
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	62
4.1. Ekstraktlara Özgün Fenolik Bileşikler	62
4.1.1. Optimum Kestane Kabuğu Ekstraktı.....	62
4.1.2. Optimum Sedir Kabuğu Ekstraktı	64
4.1.3. Optimum Sığla Kabuğu Ekstraktı	66
4.2. Zein Nanopartiküllerinin Karakterizasyonu ve Optimizasyonu	68
4.2.1. Kestane Kabuğu Ekstraktı İçeren Zein Nanopartikülleri	68
4.2.1.1. Kestane Kabuğu Ekstraktı İçeren Nanopartiküllerin Özellikleri Üzerine Nanopartikül Üretim Yöntemlerinin ve Proses Değişkenlerinin Etkisi.....	75
4.2.1.1.1. Partikül Boyutu.....	75
4.2.1.1.2. Polidispersite İndeksi.....	80
4.2.1.1.3. Geçirgenlik (Transmittans) Değeri.....	86
4.2.1.1.4. Zeta Potansiyeli	91
4.2.1.1.5. Bulanıklık (Türbidite) Değeri.....	97
4.2.1.1.6. Enkapsülasyon Etkinliği.....	102
4.2.1.2. Optimizasyon ve Sonuçlarının Deneysel Doğrulanması	107
4.2.2. Sedir Kabuğu Ekstraktı İçeren Zein Nanopartikülleri.....	115

4.2.2.1. Sedir Kabuğu Ekstraktı İçeren Nanopartiküllerin Özellikleri Üzerine Nanopartikül Üretim Yöntemlerinin ve Proses Değişkenlerinin Etkisi.....	120
4.2.2.1.1. Partikül Boyutu.....	120
4.2.2.1.2. Polidispersite İndeksi.....	126
4.2.2.1.3. Geçirgenlik (Transmittans) Değeri.....	130
4.2.2.1.4. Zeta Potansiyeli	134
4.2.2.1.5. Bulanıklık (Türbidite) Değeri.....	138
4.2.2.1.6. Enkapsülasyon Etkinliği.....	142
4.2.2.2. Optimizasyon ve Sonuçlarının Deneysel Doğrulanması.....	147
4.2.3. Sığla Kabuğu Ekstraktı İçeren Zein Nanopartikülleri	154
4.2.3.1. Sığla Kabuğu Ekstraktı İçeren Nanopartiküllerin Özellikleri Üzerine Nanopartikül Üretim Yöntemlerinin ve Proses Değişkenlerinin Etkisi.....	159
4.2.3.1.1. Partikül Boyutu.....	159
4.2.3.1.2. Polidispersite İndeksi.....	165
4.2.3.1.3. Geçirgenlik (Transmittans) Değeri.....	171
4.2.3.1.4. Zeta Potansiyeli	177
4.2.3.1.5. Bulanıklık (Türbidite) Değeri.....	183
4.2.3.1.6. Enkapsülasyon Etkinliği.....	188
4.2.3.2. Optimizasyon ve Sonuçlarının Deneysel Doğrulanması.....	193
4.3. Kompozit Film Materyallerinin Seçimi.....	201
4.3.1. Kompozit Filmlerin Su Buharı Geçirgenliği	201
4.3.2. Kompozit Filmlerin Mekanik Özellikleri.....	206
4.3.3. Kompozit Filmlerin Opaklık Değeri	210
4.4. Aktif Nanokompozit Filmlerin Karakterizasyonu ve Optimizasyonu.....	213
4.4.1. Su Buharı Geçirgenliği	213
4.4.2. Renk ve Opaklık	223
4.4.3. Mekanik Özellikler	234

4.4.3.1. Su Buharı Geçirgenliği ve Mekanik Özelliklerin İlişkisi	247
4.4.4. Suda Çözünürlük	247
4.4.5. Toplam Fenolik Madde	249
4.4.6. Antioksidan Kapasitesi	254
4.4.7. Antimikrobiyal Aktivite	259
4.4.8. Termal Özellikler.....	264
4.4.9. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi	269
4.4.10. Uçucu Bileşiklerin Analizi	273
4.4.11. Optimizasyon ve Doğrulama Denemeleri	278
4.4.12. Oksijen Geçirgenliği.....	287
4.5. Nanokompozit Filmlere Akıllı Özellik Kazandırılması	289
4.6. Aktif ve Akıllı Nanokompozit Filmlerin Karakterizasyonu.....	293
4.7. Model Gıda Uygulamaları	298
4.7.1. pH	298
4.7.2. Renk.....	305
4.7.3. Tekstürel Özellikler	313
4.7.4. Ambalajda ve Gıdada Toplam Fenolik Madde Miktarı	324
4.7.5. Mikrobiyal Kalite	331
4.7.6. TBA Değeri	340
4.7.7. Akıllı Filmlerin Renk Değişimi.....	341
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	346
KAYNAKLAR.....	348
EKLER	375
Ek 1. Nanokompozit filmlerin FTIR analizi sonucu elde edilen FTIR Spektrumları	375
BİLİMSEL ETİK BEYANI.....	418
ÖZGEÇMİŞ.....	419

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

%	: Yüzde oran
AK	: Antioksidan kapasite
ANOVA	: Varyans analizi
AOCS	: Amerikan Petrol Kimyagerleri Topluluğu
C.V.	: Varyasyon katsayısı
CCRD	: Merkezi Tümleşik Tasarım
CMC	: Karboksimetil selüloz
CO₂	: Karbondioksit
dk	: Dakika
DPPH	: 2,2-difenil1-pikrilhidrazil
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
EE	: Enkapsülasyon etkinliği
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spektrometresi
GAE	: Gallik asit eşdeğeri
GC-MS	: Gaz kromatografisi kütle spektroskopisi
HPLC	: Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi
KH	: Karbonhidrat
KM	: Kurumadde
MDA	: Malondialdehit
meq	: Miliekivalen
MPa	: Megapaskal
mV	: Milivolt
nm	: Nanometre

O₂	: Oksijen
PRO	: Protein
R² adj	: Düzeltilmiş regresyon katsayısı
R²	: Regresyon katsayısı
rpm	: Dakikadaki devir sayısı
SBG	: Su buharı geçirgenliği
TFM	: Toplam fenolik madde
T_g	: Camsı geçiş sıcaklığı
UV	: Ultraviyole
V/V	: Hacim/hacim
W/V	: Kütle/hacim
W/W	: Kütle/kütle
WPI	: Peynir altı suyu proteini izolatu
ZNP	: Zein nanopartikülü

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 3.1. Nanoçöktürme yöntemi (Nanopompa) ile nanopartikül üretimi.....	35
Şekil 3.2. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretimi.....	36
Şekil 3.3. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretimi.....	37
Şekil 3.4. Aktif nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği analizi.....	43
Şekil 3.5. TA.XT tekstür analiz cihazında filmlerin analizi.....	44
Şekil 3.6. Aktif nanokompozit filmlerin üretim aşamaları.....	47
Şekil 3.7. Teflon tepside kurutularak paketlemeye uygun formda elde edilen film örneği. .	47
Şekil 3.8. Aktif nanokompozit filmlerin oksijen geçirgenliği analizi.	49
Şekil 3.9. Kaşar peyniri örneklerinde yapılan paketleme uygulamaları.....	55
Şekil 3.10. Kaşar peyniri örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.	56
Şekil 3.11. Mandalina örneklerinde yapılan paketleme uygulamaları.	56
Şekil 3.12. Mandalina örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.	56
Şekil 3.13. Salatalık örneklerinde yapılan paketleme uygulamaları.	57
Şekil 3.14. Salatalık örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.	57
Şekil 3.15. Tavuk eti örneklerinde yapılan paketleme uygulamaları.	58
Şekil 3.16. Tavuk eti örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.....	58
Şekil 4.1. Optimum koşullarda üretilen kestane kabuğu ekstraktı için sırasıyla 280 nm (a), 320 nm (b), ve 360 nm’de (c) elde edilen kromatogramlar.....	63
Şekil 4.2. 320nm’de elajik asit standard çözeltilerinden 80 mg/kg için elde edilen kromatogram.	64
Şekil 4.3. Optimum koşullarda üretilen sedir kabuğu ekstraktı için sırasıyla 280 nm (a), 320 nm (b), ve 360 nm’de (c) elde edilen kromatogramlar	65
Şekil 4.4. 320nm’de ferulik asit standard çözeltilerinden 50 mg/kg için elde edilen kromatogram.	66

Şekil 4.5. Optimum koşullarda üretilen sığla kabuğu ekstraktı için sırasıyla 280 nm (a), 320 nm (b), ve 360 nm’de (c) elde edilen kromatogramlar	67
Şekil 4.6. 320nm’de sinnamik asit standard çözeltilerinden 100 mg/kg için elde edilen kromatogram.	68
Şekil 4.7. Yüksek homojenizasyon hızı ve yüksek zein konsantrasyonlarında elde edilen nanopartikül çözeltileri.	77
Şekil 4.8. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b), ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin partikül boyutu (nm) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	79
Şekil 4.9. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin polidispersite indeksi (%) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	85
Şekil 4.10. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin geçirgenlik (%) değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	90
Şekil 4.11. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin zeta potansiyeli (mV) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	96
Şekil 4.12. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	101
Şekil 4.13. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	106

Şekil 4.14. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin partikül boyutu (nm) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	125
Şekil 4.15. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin polidispersite indeksi (%) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	130
Şekil 4.16. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin geçirgenlik (%) değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	134
Şekil 4.17. Yüksek hızda homojenizasyon (a) ve ultrasonik homojenizasyon (b) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin zeta potansiyelleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	138
Şekil 4.18. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin bulanıklık değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	142
Şekil 4.19. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.	146
Şekil 4.20. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin partikül boyutu (nm) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	164
Şekil 4.21. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin polidispersitesi (%) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	170

- Şekil 4.22.** Nanoçöktürme (a), (b) yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin geçirgenlik (%) değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri. 176
- Şekil 4.23.** Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin zeta potansiyeli (mV) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri. 182
- Şekil 4.24.** Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin bulanıklık üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri. 187
- Şekil 4.25.** Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri. 192
- Şekil 4.26.** %10 KM ve %15 gliserol içeren 10:90 KH:PRO oranına sahip olan karboksimetil selüloz-jelatin kompozit film çözeltisi. 202
- Şekil 4.27.** Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafiği. 217
- Şekil 4.28.** Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri. 220
- Şekil 4.29.** Sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri. 222

- Şekil 4.30.** Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri..... 227
- Şekil 4.31.** Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri..... 229
- Şekil 4.32.** Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri..... 230
- Şekil 4.33.** Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri..... 231
- Şekil 4.34.** Sığıla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri..... 232
- Şekil 4.35.** Sığıla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri..... 233
- Şekil 4.36.** Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri..... 238
- Şekil 4.37.** Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri. 240

Şekil 4.38. Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	242
Şekil 4.39. Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	243
Şekil 4.40. Sığıla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	245
Şekil 4.41. Sığıla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	246
Şekil 4.42. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	252
Şekil 4.43. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troluks/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.....	257
Şekil 4.44. Pektin, jelatin, zein ve gliserol bileşiklerinde yer alan fonksiyonel gruplar.	270
Şekil 4.45. Sabit karbonhidrat:protein (12,50:87,50) oranında değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan nanokompozit filmlerin çakıştırılmış FTIR spektrumları.	272
Şekil 4.46. Kestane ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram.....	274

Şekil 4.47. Sedir ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram.....	276
Şekil 4.48. Sığla ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram.....	277
Şekil 4.49. Uzama yüzdesi %90 değerinde olan aktif nanokompozit filmlerin yapısı.	279
Şekil 4.50. Ayçiçek yağı ve nanokompozit filmlerin peroksit sayısı değerleri.....	288
Şekil 4.51. %0,2, %0,3 ve %0,4 (w/w) konsantrasyonunda antosiyanin içeren filmler.	289
Şekil 4.52. Farklı konsantrasyonlarda antosiyanin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH aralıklarında renk değişimlerinin grafiği.....	290
Şekil 4.53. Farklı konsantrasyonlarda kurkumin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH aralıklarında renk değişimlerinin grafiği.....	291
Şekil 4.54. Farklı konsantrasyonlarda antosiyanin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH çözeltilerinde renk değişim görselleri.	293
Şekil 4.55. Farklı konsantrasyonlarda kurkumin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH çözeltilerinde renk değişim görselleri.	293
Şekil 4.56. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim.	303
Şekil 4.57. Mandalina örneklerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim.	304
Şekil 4.58. Salatalık örneklerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim.....	304
Şekil 4.59. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim.	305
Şekil 4.60. Kaşar peynirlerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.	327
Şekil 4.61. Mandalina örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.	327
Şekil 4.62. Salatalık örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.	330
Şekil 4.63. Tavuk eti örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.	330

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. CCRD deneme deseni için değişkenler ve seviyeleri.	35
Çizelge 3.2. Nanoçöktürme yöntemi ile nanopartikül üretiminde CCRD deneme planı.	37
Çizelge 3.3. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde CCRD deneme planı.	38
Çizelge 3.4. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde CCRD deneme planı.	39
Çizelge 3.5. Karışım ve proses değişkenlerin D-optimal birleşik dizayn için belirlenen sınır aralıkları.	45
Çizelge 3.6. Nanokompozit filmlerin üretiminde kullanılan D-optimal bileşik dizayn deneme deseni.	46
Çizelge 4.1. Nanoçöktürme yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.	69
Çizelge 4.2. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.	71
Çizelge 4.3. Ultrasonik homojenizasyon için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.	73
Çizelge 4.4. Nanoçöktürme yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	74
Çizelge 4.5. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	74
Çizelge 4.6. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	74
Çizelge 4.7. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	75

Çizelge 4.8. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	76
Çizelge 4.9. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	78
Çizelge 4.10. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	82
Çizelge 4.11. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	83
Çizelge 4.12. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu	84
Çizelge 4.13. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerde geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	87
Çizelge 4.14. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	88
Çizelge 4.15. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	89
Çizelge 4.16. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	92
Çizelge 4.17. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	94

Çizelge 4.18. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu	95
Çizelge 4.19. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	97
Çizelge 4.20. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	99
Çizelge 4.21. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	100
Çizelge 4.22. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	103
Çizelge 4.23. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	104
Çizelge 4.24. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	105
Çizelge 4.25. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile nanoçöktürme yönteminde belirlenen optimum noktalar.	108
Çizelge 4.26. Nanoçöktürme yönteminde optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	109
Çizelge 4.27. Nanoçöktürme yönteminde optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.....	109
Çizelge 4.28. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile yüksek hızda homojenizasyon yönteminde belirlenen optimum noktalar.	110

Çizelge 4.29. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları..	110
Çizelge 4.30. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	111
Çizelge 4.31. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile ultrasonik homojenizasyon yönteminde belirlenen optimum noktalar.	112
Çizelge 4.32. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	112
Çizelge 4.33. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	113
Çizelge 4.34. Kestane ekstraktı içeren ve üç farklı yöntem kullanılarak üretilen nanopartiküllerin özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar.	114
Çizelge 4.35. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde CCRD deneme desenine göre elde edilen deneysel sonuçlar.	116
Çizelge 4.36. Nanoçöktürme yönteminde CCRD deneme desenine göre elde edilen deneysel sonuçlar.	117
Çizelge 4.37. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde CCRD deneme desenine göre elde edilen deneysel sonuçlar.	118
Çizelge 4.38. Nanoçöktürme yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	119
Çizelge 4.39. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	120
Çizelge 4.40. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	120
Çizelge 4.41. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu (nm) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	121

Çizelge 4.42. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu (nm) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	122
Çizelge 4.43. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu (nm) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	123
Çizelge 4.44. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi (%) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	127
Çizelge 4.45. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi (%) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	128
Çizelge 4.46. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi (%) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	129
Çizelge 4.47. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	131
Çizelge 4.48. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	132
Çizelge 4.49. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	133
Çizelge 4.50. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	135
Çizelge 4.51. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	136

Çizelge 4.52. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	137
Çizelge 4.53. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	139
Çizelge 4.54. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	140
Çizelge 4.55. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	141
Çizelge 4.56. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	143
Çizelge 4.57. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	144
Çizelge 4.58. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	145
Çizelge 4.59. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.....	147
Çizelge 4.60. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	148
Çizelge 4.61. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	148
Çizelge 4.62. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.....	149
Çizelge 4.63. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	150
Çizelge 4.64. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	150
Çizelge 4.65. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.....	151

Çizelge 4.66. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	151
Çizelge 4.67. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	152
Çizelge 4.68. Sedir ekstraktı içeren ve üç farklı yöntem kullanılarak üretilen nanopartiküllerin özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar.	153
Çizelge 4.69. Nanoçöktürme yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.	155
Çizelge 4.70. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.	156
Çizelge 4.71. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.	157
Çizelge 4.72. Nanoçöktürme yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	158
Çizelge 4.73. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	158
Çizelge 4.74. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.	158
Çizelge 4.75. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	159
Çizelge 4.76. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	161
Çizelge 4.77. Partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	163
Çizelge 4.78. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	166

Çizelge 4.79. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	167
Çizelge 4.80. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	169
Çizelge 4.81. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerde geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	171
Çizelge 4.82. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	173
Çizelge 4.83. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	174
Çizelge 4.84. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	177
Çizelge 4.85. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	179
Çizelge 4.86. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	181
Çizelge 4.87. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	184
Çizelge 4.88. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	185

Çizelge 4.89. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	186
Çizelge 4.90. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	189
Çizelge 4.91. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	190
Çizelge 4.92. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.	191
Çizelge 4.93. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.	194
Çizelge 4.94. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	195
Çizelge 4.95. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	195
Çizelge 4.96. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.	196
Çizelge 4.97. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	197
Çizelge 4.98. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	197
Çizelge 4.99. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.	198
Çizelge 4.100. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	198
Çizelge 4.101. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	199
Çizelge 4.102. Sığla ekstraktı içeren ve üç farklı yöntem kullanılarak üretilen nanopartiküllerin özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar.	200
Çizelge 4.103. Farklı karbonhidratlar ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin kalınlık ve su buharı geçirgenlik değerleri.	202

Çizelge 4.104. Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin kalınlık ve su buharı geçirgenlik değerleri.	204
Çizelge 4.105. Farklı karbonhidratlar ve proteinler ile elde edilen kompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri.....	208
Çizelge 4.106. Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri.	209
Çizelge 4.107. Farklı karbonhidratlar ve proteinler ile elde edilen kompozit filmlerin opaklık değerleri.	211
Çizelge 4.108. Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin opaklık değerleri.	212
Çizelge 4.109. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m ² .h. kPa).	215
Çizelge 4.110. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m ² .h.kPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.....	217
Çizelge 4.111. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m ² .h.kPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.....	219
Çizelge 4.112. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m ² .h.kPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.....	222
Çizelge 4.113. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin renk farkı (ΔE) değerleri.....	224
Çizelge 4.114. Kestane. sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri.....	225

Çizelge 4.115. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	227
Çizelge 4.116. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	228
Çizelge 4.117. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	229
Çizelge 4.118. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	230
Çizelge 4.119. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	231
Çizelge 4.120. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	232
Çizelge 4.121. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (Mpa).	235
Çizelge 4.122. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin uzama yüzdesi (%).	236

Çizelge 4.123. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	237
Çizelge 4.124. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama (%) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	239
Çizelge 4.125. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	241
Çizelge 4.126. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama (%) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	242
Çizelge 4.127. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	244
Çizelge 4.128. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama(%) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	246
Çizelge 4.129. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin suda çözünürlük (%) ve nem içeriği değerleri.....	249
Çizelge 4.130. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde miktarı (mg galik asit/100g kuru ağırlık).....	250

Çizelge 4.131. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	251
Çizelge 4.132. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	253
Çizelge 4.133. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	254
Çizelge 4.134. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troloks/100g kuru ağırlık).	255
Çizelge 4.135. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troloks/100g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	256
Çizelge 4.136. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troloks/100g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	258
Çizelge 4.137. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troloks/100g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.	259
Çizelge 4.138. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin <i>Escherichia coli</i> 'e karşı antimikrobiyal aktivitesi (log cfu/g).	262

Çizelge 4.139. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin <i>Listeria monocytogenes</i> 'e karşı antimikrobiyal aktivitesi (log cfu/g).	263
Çizelge 4.140. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin <i>Staphylococcus aureus</i> ' a karşı antimikrobiyal aktivitesi (log cfu/g).	264
Çizelge 4.141. Kestane ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin termal özellikleri.	267
Çizelge 4.142. Sedir ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin termal özellikleri.	268
Çizelge 4.143. Sığla ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin termal özellikleri.	269
Çizelge 4.144. Sabit karbonhidrat ve protein oranında değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemeler.	270
Çizelge 4.145. Minimum karbonhidrat ve maksimum protein oranında (sabit) değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemeler.....	271
Çizelge 4.146. Maksimum karbonhidrat ve minimum protein oranında (sabit) değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemeler.....	272
Çizelge 4.147. Kestane ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerde tanımlanabilen uçucu bileşenler*.....	274
Çizelge 4.148. Sedir ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerde tanımlanabilen uçucu bileşenler*.....	276
Çizelge 4.149. Sığla ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerde tanımlanabilen uçucu bileşenler*.....	277
Çizelge 4.150. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.....	279
Çizelge 4.151. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	280
Çizelge 4.152. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	280
Çizelge 4.153. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.....	281

Çizelge 4.154. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	281
Çizelge 4.155. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	282
Çizelge 4.156. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.	283
Çizelge 4.157. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.	283
Çizelge 4.158. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.	284
Çizelge 4.159. Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit film denemeleri sonucunda belirlenen optimum noktalar.	285
Çizelge 4.160. Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit film denemeleri sonucunda belirlenen optimum noktalarda üretilen filmlerin analiz sonuçları.	286
Çizelge 4.161. Farklı konsantrasyonlarda kurkumin ve antosiyanin içeren nanokompozit film örneklerinin farklı pH aralıklarında renk farkı (ΔE) değerleri.	290
Çizelge 4.162. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit akıllı filmlerde gerçekleştirilen analizler ve sonuçları.	294
Çizelge 4.163. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca pH değerleri.	302
Çizelge 4.164. Mandalina örneklerinin depolama boyunca pH değerleri.	302
Çizelge 4.165. Salatalık örneklerinin depolama boyunca pH değerleri.	303
Çizelge 4.166. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca pH değerleri.	303
Çizelge 4.167. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca renk değerleri.	310
Çizelge 4.168. Mandalina örneklerinin depolama boyunca renk değerleri.	311
Çizelge 4.169. Salatalık örneklerinin depolama boyunca renk değerleri.	312
Çizelge 4.170. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca renk değerleri.	313
Çizelge 4.171. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.	321
Çizelge 4.172. Mandalina örneklerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.	322
Çizelge 4.173. Salatalık örneklerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.	323
Çizelge 4.174. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.	324

Çizelge 4.175. Kaşar peynirlerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.....	326
Çizelge 4.176. Mandalina örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.....	326
Çizelge 4.177. Salatalık örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.....	329
Çizelge 4.178. Tavuk eti örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.....	329
Çizelge 4.179. Kaşar peynirlerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.....	337
Çizelge 4.180. Mandalina örneklerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.....	338
Çizelge 4.181. Salatalık örneklerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.....	338
Çizelge 4.182. Tavuk eti örneklerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.....	339
Çizelge 4.183. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca TBA (mg MDA /kg) değerleri.....	340
Çizelge 4.184. Kaşar peynirlerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde ölçülen renk değerleri ve renk değişimi.....	344
Çizelge 4.185. Mandalina örneklerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde renk değerleri ve renk değişimi.....	344
Çizelge 4.186. Salatalık örneklerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde renk değerleri ve renk değişimi.....	345
Çizelge 4.187. Tavuk eti örneklerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde renk değerleri ve renk değişimi.....	345

ÖZET

BİYOAKTİF BİLEŞİKLER YÜKLENMİŞ AKTİF VE AKILLI NANOKOMPOZİT FİLMLEİN GELİŞTİRİLMESİ, KARAKTERİZASYONU VE GIDA UYGULAMALARI

Konuk Takma D., Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Programı, Doktora Tezi, Aydın, 2023.

Amaç: Bu tez çalışmasında kestane, sedir ve sığla kabuk atıklarının fonksiyonel özelliklerinin değerlendirildiği zein nanopartikülleri ile zenginleştirilmiş aktif ve akıllı biyokompozit filmlerin geliştirilmesi ve yenilikçi gıda ambalajlarının gıda uygulamalarında değerlendirilmesi amaçlanmıştır.

Materyal ve Yöntem: Bu çalışma, kabuk ekstraktlarının enkapsüle edildiği zein nanopartiküllerinin eldesi için en uygun yöntem ve koşulların belirlenmesi (I), nanokompozit filmlerin geliştirilmesinde kullanılacak en uygun karbonhidrat ve protein materyallerinin belirlenmesi (II), zein nanopartiküllerini içeren aktif nanokompozit filmlerin karakterizasyonu ve optimizasyonu (III), geliştirilen optimum aktif nanokompozit filmlere akıllı özellik kazandırılması (IV) ve en iyi özelliklere sahip film formülasyonları ile paketlenme ve yüzey kaplama olmak üzere iki farklı yöntemle model gıda uygulamalarının incelenmesi (V) olmak üzere beş aşamada gerçekleştirilmiştir.

Biyoaktif özellikleri baz alınarak optimum koşullarda elde edilmiş olan kestane, sedir ve sığla kabuk ekstraktlarının enkapsüle edildiği zein nanopartikülleri yüksek hızda homojenizasyon, ultrasonik homojenizasyon ve nanoçöktürme yöntemleri kullanılarak farklı karışım ve proses koşullarında üretilmiştir. Zein nanopartiküllerinin partikül boyutu, geçirgenlik, polidispersite indeksi, zeta potansiyeli değerleri ve enkapsülasyon etkinliği analiz edilmiş ve optimum nanopartikül üretim koşulları belirlenmiştir. En uygun yöntem ve koşullarda elde edilen zein nanopartikülleri, karbonhidrat ve protein bazlı film materyallerine dahil edilerek, aktif nanokompozit filmler üretilmiştir. Kompozit film formülasyonunun belirlenmesi amacıyla karbonhidrat bazlı biyopolimerlerden sodyum

aljinat, pektin, karboksimetil selüloz, protein bazlı ise jelatin, yumurta albumini ve sodyum kazeinat ile elde edilen filmlerin özellikleri belirlenerek en uygun karbonhidrat ve protein tipi seçilmiştir. Aktif nanokompozit filmlerin mekanik özellikleri, su buharı geçirgenliği ve opaklık değerleri baz alınarak optimum karbonhidrat/protein oranı, zein nanopartikül oranı ve gliserol konsantrasyonuna sahip nanokompozit film formülasyonu belirlenmiştir. Ayrıca biyonanokompozit filmlerin termal özellikleri, renk değerleri, nem miktarı, suda çözünürlüğü, antioksidan kapasitesi, toplam fenolik madde miktarı, antimikrobiyal özellikleri ve optimum film örneklerinde uçucu bileşikler ve oksijen geçirgenliği analiz edilmiştir. Optimum aktif nanokompozit filmlere gıda ile teması uygun indikatörler (antosiyenin ve kurkumin) eklenerek akıllı özellikleri test edilmiştir. Geliştirilen aktif ve akıllı nanokompozit filmlerin et, süt ve meyve-sebze grubundan seçilen taze gıdalarda paketlenme ve kaplama uygulamaları gerçekleştirilmiştir. Depolama süresince gıdaların pH değerleri, renk değerleri, tekstür özellikleri, toplam fenolik madde içerikleri ve mikrobiyolojik kalite değişimleri ile indikatörün kalite özellikleriyle uyumluluğu incelenmiştir.

Bulgular: Nanoçöktürme, yüksek hızlı homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri kullanılarak elde edilen kestane, sedir ve sıgla ekstraktları yüklenmiş zein nanopartiküllerinin enkapsülasyon etkinliği %34,03 ile %96,83 aralığında değişim göstermiştir. En düşük partikül boyutu, nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen sıgla kabuğu ekstraktı yüklü zein nanopartikülleri için 132,81 nm olarak tespit edilmiştir. Kestane ve sedir kabuğu ekstraktı yüklü nanopartiküllerin üretimi için nanoçöktürme yöntemi daha uygun olurken, sıgla kabuğu ekstraktı yüklü nanopartiküllerin üretimi için yüksek hızlı homojenizasyon yöntemi uygun bulunmuştur. Aktif nanopartiküllerin seçilen kompozit filmlere ilave edilmesi sonucu elde edilen aktif nanokompozit filmlerde minimum su buharı geçirgenliği, hedef uzama yüzdesi ve maksimum opaklık baz alınarak optimum üretim koşullarında her üç ekstrakt için de karbonhidrat:protein oranı 25:75 olup gliserol ve zein nanopartikül oranı farklılık göstermiştir. Kestane, sedir ve sıgla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde değerleri sırasıyla 7,56-37,55, 3,56-24,27 ve 2,82-24,08 mg gallik asit/100 g kuru ağırlık aralığında bulgulanmıştır. Her üç ekstrakt için de geliştirilen aktif nanokompozit filmler *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes* ve *Staphylococcus aureus* mikroorganizmalarına karşı antimikrobiyal aktivite göstermiştir. Zein nanopartikül oranının artması sonucu nanokompozit filmlerin camsı geçiş sıcaklığının (T_g) azaldığı tespit edilmiştir. Filmler arasından seçilen kestane ekstraktı yüklü zein

nanopartiküllerini (%5,78) içeren aktif ve akıllı nanokompozit filmler düşük su buharı geçirgenliği, düşük nem içeriği, düşük suda çözünürlük değeri, yüksek toplam fenolik madde içeriği, yüksek antioksidan kapasite değeri, uygun opaklık ve renk değerleri ile en iyi film özelliklerine sahip olmuştur.

Aktif ve akıllı nanokompozit paketleme ve kaplama uygulanan kaşar peynirlerinde kontrol ve kaplama uygulaması yapılan gruplar bozulmadan 21 gün muhafaza edilebilirken (Toplam aerobik mezofilik bakteri $>6 \log \text{ kob/g}$), paketleme yapılan örnekler 35 gün sonunda aynı ölçüde kalite kayıplarına uğramıştır. Mandalinalarda yapılan nanokompozit paketleme ve kaplama uygulamalarında her iki uygulamada pH, tekstürel özellikler ve toplam fenolik madde miktarının korunmasına destek olurken, kaplama uygulaması özellikle mikrobiyolojik bozulmaların sınırlandırılmasına büyük ölçüde katkı sağlamıştır. Salatalık ile yapılan nanokompozit paketleme ve kaplama uygulamalarında ise kontrol grubuna kıyasla belirgin farklılıklar gözlemlenmemiş, raf ömrünün 12-14 gün olduğu tespit edilmiştir. Tavuk etinde gerçekleştirilen nanokompozit film ile paketleme uygulaması örneklerde mikrobiyal yükün daha yavaş artış göstermesini sağlamıştır.

Sonuç: Tez çalışmasında kestane, sedir ve sıgla kabuk atıklarının fonksiyonel özelliklerinden yararlanılarak değerlendirilmesi ve gıda ambalajlamada katma değerli ürünlere dönüştürülmesi sağlanmıştır. Fenolik bileşiklerce zengin kabuk ekstraktlarının zein nanopartiküllerine yüklenmesi ve bu formda özelliklerini koruyarak nanokompozit filmlerde aktif özellik sağlaması için gereken en uygun koşullar elde edilmiştir. Ayrıca, aktif nanokompozit filmlere doğal renk indikatörleri aracılığı ile akıllı özellik kazandırılmıştır. Basit ve düşük maliyetli bu yöntem ile gıdaların depolanması süresince belirgin pH değerlerinde filmlerde ölçülebilir renk farkı belirlenmiştir. Kaşar peynirlerinde ve tavuk etinde aktif ve akıllı nanokompozit ambalaj ile paketleme, mandalinalarda aktif ve akıllı nanokompozit kaplama uygulamalarının gıdanın kalitesinin korunması ve mikrobiyal gelişmenin yavaşlatılması için etkin uygulamalar olduğu sonucuna varılmıştır. Salatalık gibi solunum hızı yüksek olan gıdalarda ise uygulamaların istenilen düzeyde etkili olmadığı görülmüştür. Geliştirilen aktif ve akıllı nanokompozit ambalaj veya kaplama uygulamasının sert peynirlerde paket olarak, solunum hızı düşük olan taze meyve ve sebzelerde kaplama olarak uygulanmasının etkili olacağı değerlendirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Kabuk ekstraktları, Nanopartikül, Biyonanokompozit paketleme, Aktif ambalajlama, Akıllı ambalajlama.

ABSTRACT

DEVELOPMENT, CHARACTERIZATION AND FOOD APPLICATIONS OF ACTIVE AND INTELLIGENT NANOCOMPOSITE FILMS LOADED WITH BIOACTIVE COMPOUNDS

Konuk Takma D., Aydın Adnan Menderes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Food Engineer Program, Doctorate Thesis, Aydın, 2023.

Objective: This thesis was carried out in order to develop active and intelligent bionanocomposite films enriched with zein nanoparticles in which the functional properties of chestnut, cedar and sweetgum shell wastes are evaluated and to evaluate innovative food packaging in food applications.

Material and Methods: In this study, it was carried out in five stages including determination of the most suitable method and conditions for the production of zein nanoparticles in which the shell extracts are encapsulated (I), determination of the most suitable carbohydrate and protein materials to be used in the development of nanocomposite films (II), the characterization and optimization of active nanocomposite films containing zein nanoparticles (III), giving smart properties to the developed optimum active nanocomposite films (IV) and examining the model food applications with film formulations having the best properties by two different methods as packaging and surface coating (V).

Zein nanoparticles encapsulated chestnut, cedar and sweetgum shell extracts, which are obtained under optimum conditions based on their bioactive properties, were produced under different mixtures and process conditions by using high-speed homogenization, ultrasonic homogenization and nanoprecipitation methods. Particle size, transmittance, polydispersity index, zeta potential values and encapsulation efficiency of zein nanoparticles were analyzed and optimum nanoparticle production conditions were determined. Active nanocomposite films were produced by incorporating zein nanoparticles obtained in the most suitable methods and conditions into carbohydrate and protein-based film materials. In

order to determine the composite film formulation, the properties of the films obtained with carbohydrate-based biopolymers as sodium alginate, pectin, carboxymethyl cellulose, and proteins as gelatin, egg albumin and sodium caseinate were defined and the most suitable carbohydrate and protein type was selected. Based on the mechanical properties, water vapor permeability and opacity values of the active nanocomposite films, the nanocomposite film formulation with the optimum carbohydrate/protein ratio, zein nanoparticle ratio and glycerol concentration was determined. In addition, thermal properties, color values, moisture content, water solubility, antioxidant activity, total phenolic content, antimicrobial properties of bionanocomposite films and volatile compounds and oxygen permeability in optimum film samples were analyzed. Intelligent properties were tested by adding indicators suitable for food contact (anthocyanin and curcumin) into optimum active nanocomposite films. Packaging and coating applications of the developed active and smart nanocomposite films were carried out in fresh foods selected from meat, milk and fruit-vegetable groups. During storage, the pH values, color values, texture properties, total phenolic content and microbiological quality changes of the foods and the compatibility of the indicator with the quality properties were examined.

Results: The encapsulation efficiency of zein nanoparticles loaded with chestnut, cedar and sweetgum shell extracts obtained by using nanoprecipitation, high speed homogenization and ultrasonic homogenization methods varied between 34,03% and 96,83%. The lowest particle size was determined as 132,81 nm for zein nanoparticles loaded with sweetgum shell extract obtained by nanoprecipitation method. While nanoprecipitation method was more suitable for the production of chestnut and cedar shell extract loaded nanoparticles, high speed homogenization method was found suitable for the production of sweetgum shell extract loaded nanoparticles. For the active nanocomposite films obtained by adding active nanoparticles to the selected composite films, the carbohydrate:protein ratio in the films was 25:75 under optimum production conditions for all three extracts, based on minimum water vapor permeability, target elongation percentage and maximum opacity, and the ratio of glycerol and zein nanoparticles differentiated. The total phenolic content values of the chestnut, cedar and sweetgum extract-based nanocomposite films were found in the range of 7,56-37,55, 3,56-24,27 and 2,82-24,08 mg gallic acid/100 g dry weight, respectively. Active nanocomposite films developed for all three extracts showed antimicrobial activity against *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes* and *Staphylococcus aureus* microorganisms. It was determined that the glass transition temperature (T_g) of the nanocomposite films

decreased as the zein nanoparticle ratio increased. Among the films, active and smart nanocomposite film containing chestnut shell extract loaded zein nanoparticles (5,78%) has the best film properties with low water vapor permeability, low moisture content, low water solubility value, high total phenolic content, high antioxidant capacity value, appropriate opacity and color values. For active and smart nanocomposite packaging and coating applied Kasar cheeses, while control and coating groups could be preserved for 21 days without spoiling (Total aerobic mesophilic bacteria $>6 \log \text{ cfu/g}$), the packaged samples lost their quality at the same extent at the end of 35 days. In nanocomposite packaging and coating applications made in mandarin fruit, pH, textural properties and total phenolic substance content were preserved in both applications, while the coating application especially contributed to the limitation of microbiological deterioration. In nanocomposite packaging and coating applications carried out with cucumber, no significant differences were observed compared to the control group, and it was determined that the shelf life of cucumbers was 12-14 days. The application of packaging with nanocomposite film in chicken meat provided a slower increase in microbial load of the samples.

Conclusion: In this thesis study, it was ensured that chestnut, cedar and sweetgum shell wastes were evaluated by using their functional properties and converted into value-added products in food packaging. Optimal conditions were obtained to maintain the properties of shell extracts which are rich in phenolic compounds and loaded into zein nanoparticles and to provide active properties in nanocomposite films. In addition, active nanocomposite films have been given smart properties by means of natural color indicators. With this simple and low-cost method, a measurable color difference was determined in the films at specific pH values during the storage of foods. It has been concluded that packaging application of Kasar cheeses and chicken meat with active and smart nanocomposite film and coating application in mandarin fruits with active and smart nanocomposite solution are effective applications for preserving the quality of food and slowing down microbial growth. It was observed that the applications were not effective at the desired level in foods with a high respiratory rate such as cucumber. It has been evaluated that the developed active and smart nanocomposite packaging or coating application will be effective as a package in hard cheeses and as a coating in fresh fruits and vegetables with low respiratory rate.

Keywords: Shell extracts, Nanoparticles, Bionanocomposite packaging, Active packaging, Intelligent packaging

1. GİRİŞ

Gıda kayıplarının azaltılması, güvenilir ve kaliteli gıdaların tüketiciye ulaştırılması gıda endüstrisi için öncelikli konulardan biridir. Bu bağlamda, gıda endüstrisi, depolama süresince gıda kalitesini ve güvenliğini korumak ve paketleme sisteminin performansını artırarak, gıdaların raf ömrünü uzatmak için aktif, akıllı ve sürdürülebilir paketleme teknolojilerine ihtiyaç duymaktadır. Son yıllarda, aktif paketleme, akıllı paketleme, yenilebilir kaplamalar, yenilebilir filmler, biyolojik olarak bozulabilen malzemeler ile paketleme ve nanokompozit malzemeler ile paketleme gibi birçok yeni paketleme teknolojisi ve malzemeleri geliştirilmiştir (Fang vd., 2017). Aktif ve akıllı özellikleri bir arada taşıyan ambalajlama sistemlerinin geliştirilmesi ile özellikle kısa sürede bozulan gıdaların kalitelerinin korunması ve raf ömrünün arttırılması sağlanabilmekte; uygunsuz koşullarda muhafaza sonucu mikrobiyal gelişmenin olduğu ve raf ömrü süresi sona eren gıdaların görsel olarak izlenmesiyle tüketiciler gıda kaynaklı hastalıklara karşı korunabilmektedir. Geleneksel yöntemlerle elde edilen aktif ambalaj filmlerinde, aktif maddeler depolama sırasında atmosfere uçucu madde olarak salındığından fonksiyonel özellikler yeterince korunamamaktadır. Bununla birlikte nanokompozit yapılar oluşturularak elde edilen ambalaj materyallerinde ise aktif maddelerin etkinliğinin korunduğu, kontrollü salınımın sağlandığı ve başta geçirgenlik özellikleri olmak üzere filmlerin birçok teknolojik özelliğinin geliştirildiği belirtilmektedir.

Nanoteknolojinin gıda ambalajlama teknolojisindeki uygulamalarına yönelik çalışmalar giderek artmakta ve nanoyapılı aktif bileşikler gıdalarda aktif ambalajlama teknolojilerine büyük ölçüde katkı sağlamaktadır. Özellikle nanoyapıda, artan yüzey alanına bağlı olarak, aktif bileşiklerin etkinliği yükselmektedir. Son yıllarda aktif nanokompozit filmlerin geliştirilmesi ve uygulanmasına yönelik çalışmalar artmıştır. Bu alanda özellikle nano ölçekli maddelerle güçlendirilmiş biyobozunur polimerlerin kullanımı, daha fazla çevre dostu ürünler için tüketicilerin taleplerine uyan sürdürülebilir ve fonksiyonel ambalajlar dikkat çekmektedir (Souza ve Fernando, 2016). Nanokompozit filmlerin geliştirilmesinde literatürdeki çalışmaların büyük bir kısmında nanokil (montmorillonit), silika ve Au, Ag, Zn, Al, Cu gibi metallerin oksitlerinin nanopartiküllerinden yararlanmıştır. Ancak, bu nanopartiküllerin ticari gıda ambalajlarında kullanımı, ambalajdan gıdaya

migrasyonu ve/veya olabilecek toksik etkileri nedeniyle tüketicilerde endişe uyandırmaktadır. Bu nedenle, gıda ambalajlama endüstrisi tarafından da tercih edilmemektedir. Bilimsel çalışmalarda, doğal polimerler ve biyoaktif bileşiklerin nanopartikülleri ile biyo-nanokompozit formda tasarlanmış gıda ambalajlarının geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır.

Aktif paketlenme sistemleri, antioksidan ve antimikrobiyal özellikler gösteren enzimler, doğal bitki ekstraktları, uçucu yağlar, organik asitler, vb. çeşitli aktif bileşiklerle oluşturulabilmektedir. Aktif paketlenme sisteminde, gıda ürünü, paketlenme malzemesi ve dış çevre pozitif olarak etkileşime girer ve aktif bileşiğin salınması ile gıdaların kalitesinin korunması ve raf ömrünün uzaması sağlanır (Ramos vd., 2013). Ambalajın aktif işlevinden sorumlu olan aktif maddeler ayrı bir şekilde ortamda bulunabilir veya doğrudan ambalaj malzemesine eklenebilir (Ribeiro-Santos vd., 2017). Tüketicilerin sentetik katkı içeren gıdaları tercih etmemesi nedeniyle, aktif ambalajlama uygulamaları ile gıdaların korunması, organik gıdalar ve çabuk bozulan taze gıdalar gibi ürünlerde avantaj sağlamaktadır. Ancak kullanılan aktif maddelerin de doğal bileşiklerden elde edilmesi büyük önem taşımaktadır. Bu açıdan doğal tarım atıklarında yer alan fenolik maddeler sahip oldukları geniş biyoaktivite spektrumlarından dolayı çekici katma değerli bileşikler olarak kabul edilmektedir. Yeşil ekonomi ilkelerine uymak için, fenolik bileşiklerin tarımsal gıda atıklarından geri kazanılmasının çevre dostu, sürdürülebilir ve düşük maliyetli prosedürler kullanılarak gerçekleştirilmesi gerekmektedir (Panzella vd., 2020).

Bu çalışmada kestane, sedir ve sığla kabuk atıklarının ekstraktları özgün gıda paketlenme sistemlerinin geliştirilmesi amacıyla düşük maliyetli aktif bileşik kaynağı olarak seçilmiştir. Aktif bileşikler zein nanopartiküllerinde enkapsüle edilerek nanokompozit filmlere hapsedilmiş ve aktif nanokompozit filmlere gıda ile teması uygun indikatörler eklenerek akıllı özellikleri test edilmiştir. Geliştirilen nanokompozit filmlerin taze gıdalarda (kaşar peyniri, mandalina, salatalık ve tavuk fileto) aktif ve akıllı ambalajlama ve kaplama uygulamaları gerçekleştirilmiştir. Et grubundan tavuk fileto, süt ve süt ürünleri grubundan kaşar peyniri, meyve-sebze grubundan solunum hızı ve yapıları farklı olan mandalina ve salatalık olmak üzere dört farklı model gıda denemesi yapılmıştır.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Bioaktif Bileşiklerce Zengin Kabuk Atıkları

Dünyada ve ülkemizde giderek önem kazanan konulardan biri atıkların değerlendirilmesidir. Son yıllarda artan nüfus için gerekli gıda miktarını sağlamak amacıyla tarım, gıda işleme ve gıda hizmetleri sektörlerinde üretim performansı artmaktadır. Artan bu üretim gerek gıda fabrikalarının üretim hatlarında gerekse tedarik zincirinde, perakende satışta veya tüketim aşamasında çok büyük hacimlerde atıkların oluşmasıyla ilişkilendirilmektedir (Gavahian vd., 2019). Özellikle yüksek ticari değere sahip farklı ürünlere dönüştürülebilen tarımsal veya sanayi atıklarının doğrudan çevreye atılması önemli bir kayıptır (Vendruscolo vd., 2008). Tarımsal sanayi atıklarının yönetimi, tarım ve sanayide karmaşık sorunlardan biridir. Bu atıklar, gıda, yem, yakıt, çeşitli kimyasallar ve biyoaktif bileşikler gibi değerli materyallerin büyük bir kaybı olmasının yanı sıra hem ekonomik hem de çevresel açıdan ciddi yönetim sorunları ortaya çıkarmaktadır (Ayala-Zavala vd., 2018). Bu bağlamda tarımsal işleme ve gıda endüstrisi atıkları kategorisinde çeşitli gıdaların üretiminde açığa çıkan kabuk atıkları önemli bir yer tutmaktadır. Kabuk atıkları özellikle lif, vitaminler, pigmentler, fenolikler ve antioksidanlar gibi değerli bileşenler bakımından zengindir. Bu bağlamda kestane işlemede açığa çıkan meyve kabukları, ormanda üretim kesimleri sonucu ortaya çıkan atık durumundaki Toros sediri gövde kabukları ve sığla yağı pres atığı olan günlük kabukları (buhur) biyoaktif bileşiklerce zengin olan değerli katı atıklardandır.

Kestane kışın yaprağını döken, Fagaceae familyasına ait önemli bir orman ağacıdır. Dünyada farklı kestane türleri olduğu bilinmektedir. Türkiye’de doğal olarak bulunan türü ise Anadolu kestanesi (*Castanea sativa* Mill)’dir. Türkiye kestane üretiminde dünyanın önde gelen ülkelerinden biridir. Tarım ve Orman Bakanlığı (TÜİK, 2019) verilerine göre ülkemizde yılda toplam 72.655 ton kestane üretilmektedir. Ülkemizde kestane üretiminin en yoğun olduğu bölgelerden birincisi Ege Bölgesi’dir ve bu bölge içinde Aydın ilinin önemli bir yeri vardır. Türkiye kestane üretiminin yaklaşık %44’ünü bu ilimiz karşılamaktadır. Dünya genelinde üretilen kestanenin %55’i taze olarak tüketilirken, %45’i de işlenmiş ürün olarak piyasaya sunulmaktadır. Kestane meyvesi besleyici özelliği yanı sıra, fonksiyonel

bileşiklere sahip olan ve meyve ağırlığının yaklaşık %10'luk kısmını oluşturan kahverengi kabuğu ve iç zarı ile de dikkat çekmektedir. Kestane kabuğu zengin fenolik madde bileşimi ve önemli ölçüde dikkat çeken antioksidan kapasitesi ile değerlendirilmeyi bekleyen bir yan ürün olarak gıda endüstrisinde karşımıza çıkmaktadır (Kasımoğlu vd., 2016). Bu nedenle, kestane kabukları, düşük maliyetli alternatif doğal antioksidan kaynağı olarak araştırmaların ana hedefi haline gelmiştir.

Kestane kabukları, başlıca selüloz, hemiselülozlar ve lignin gibi lignoselülozik bileşenlerden oluşmakla birlikte, yüksek polifenolik madde içeriği nedeniyle yüksek antioksidan kapasiteye de sahiptir. Kestane kabuğunda en fazla miktarda bulunan fenolik bileşiğin %13,2 oranıyla pyrogallol olduğu tespit edilmiştir (Gullón vd., 2018). Vella vd. (2018) tarafından kestane yapraklarından, ağaç yumrularından ve kabuklarından biyomoleküllerin ekstraksiyon işleminin etkili bir şekilde oluşturulması amacıyla su (1/40 w/v), %60 etanol (1/10 w/v) ve %60 metanol (1/10 w/v) olmak üzere üç farklı ekstrakt elde edilerek potansiyel antioksidan aktiviteleri değerlendirilmiştir. Ekstraktların toplam fenolik madde miktarı ve antioksidan aktiviteleri baz alınarak, kestane kabukları ve yumrularından polifenollerin etkili bir şekilde ekstraksiyonu için en iyi özütleme çözücüsünün su olduğu, buna karşın yapraklar için ise en etkin çözücünün %60 etanol olduğu belirlenmiştir. Squillaci vd. (2018) tarafından kestane kabuklarından biyoaktif bileşiklerin elde edilmesi amacıyla çevre dostu yöntemler kullanılarak iç ve dış kestane kabuklarından su ile %5 (w/v) oranında gerçekleştirilen ekstraksiyon sonucu gallik asit, protokateşuik asit ve elajik asit bakımından oldukça zengin ekstraktlar elde edilmiştir. Kestane kabuğunda bulunan gallik asit ve elajik asit gibi fenolik bileşikler antioksidan ve antikanser özellikleri ile iyi bilinmektedir. Kestane kabuğu özütlerinin doğal antioksidan özelliği, sentetik bir antioksidan olan bütil hidroksitoluen (BHT) ve doğal bir antioksidan olan askorbik asit ile kıyaslandığında, iç ve dış kestane kabuğu ekstraktının serbest radikal süpürücü aktivitesinin (%44) BHT ve askorbik asidin aktivitelerinden (7,2% ve 29%) çok daha güçlü olduğu görülmüştür (Squillaci vd., 2018). Kestane kahverengi kabuklarının su ekstraktının sprej (püskürtmeli) kurutma ile kurutulduğu bir çalışmada ise, sprej kurutulmuş tozların toplam fenolik içeriği 269,08 mg GAE/g, toplam flavonoid içeriği 39,75 mg/g olarak belirlenmiş ve sprej kurutma esnasında fenolik bileşiklerin büyük ölçüde korunduğu bildirilmiştir (Kasımoğlu vd., 2016). Bitkisel kaynakların yanı sıra, tarımsal hammaddelerin endüstriyel işlemlerinden üretilen yan ürünler, potansiyel olarak ucuz ve yenilenebilir bir biyoaktif bileşik kaynağı olarak kullanılabilir. Son yıllarda kestane şekerinin yanı sıra

glutensiz beslenme amacıyla kullanılan kestane ununun artan üretimi ile birlikte kestane endüstrisi belirgin bir şekilde büyüme göstermiş olup, önemli miktarlarda kestane kabuğu yan ürün olarak ortaya çıkmaya başlamıştır (Vella vd., 2018). Bu nedenle birçok fonksiyonel özelliğe sahip olan kestane kabuğu atığına katma değer kazandırılarak değerlendirilmesi önemlidir.

Ülkemizde doğal olarak özellikle Toros Dağları'nda yayılış gösteren Toros sediri (*Cedrus libani* A. Rich.) Orman Genel Müdürlüğü (OGM) tarafından özellikle tohum ekimi şeklinde geniş alanlarda ağaçlandırması yapılan bir orman ağacıdır (Gönültaş ve Sarıalan, 2017). Sedir yöresel halk tarafından “katran ağacı” olarak bilinir ve geleneksel yöntemlerle sedirden elde edilen katran yaraların ve bazı hastalıkların iyileştirmesinde ayrıca ahşap yapıları böceklerle, mantarlara ve bakterilere karşı korumak amacıyla kullanılır (Bal vd., 2012). Sedir odununun eski çağlarda bile çok kıymetli olduğu ve ülkeler arası ticarete konu olduğu bildirilmektedir. Aromatik yağ içeriği yüksek olan güzel kokulu sedir odunu bu özelliğinden dolayı antik dönemlerden beri saraylarda/mabetlerde taşıyıcı kiriş olarak, mobilya/eşya/gemi yapımı ve ağaç oymacılığı, gibi pek çok alanda değerli bir hammadde olarak tercih edilmekte, Antik Mısırda firavunların cesetlerinin mumyalanmasında sedirden elde edilen ekstraktların kullanıldığı bilinmektedir (Bal vd., 2011).Yapılan bir çalışmada hidrodistilasyon yöntemiyle farklı sedir odunlarından elde edilen uçucu yağın ana bileşenlerinin α -, β -, γ - himachalene izomerleri ve himachalol (%75) olduğu saptanmıştır (Saab vd., 2005). Ağaç gövdesinin odun kısmından sonraki ikinci önemli dokusu kabuktur. Tür, yaş ve yetiştirme şartları gibi değişkenlere bağlı olarak değişmekle birlikte gövdenin yaklaşık %10-20'si kabuk kısmından oluşmaktadır. Tomruk üretimi ve endüstriyel işleme sırasında ortaya çıkan kabuk önemli bir biyoatık durumundadır. Dünya genelinde ormancılık faaliyetleri sonucunda her yıl yaklaşık 350 milyon m³ yenilenebilir biyokütle olarak ağaç kabuğu ortaya çıktığı bildirilmektedir (Pástorzy vd., 2016). Toros sediri kabuklarından elde edilen su bazlı ekstraktlarda fenolik bileşiklerden tanenlerin önemli miktarda (27,7mg siyanidin eşdeğeri/g) bulunduğu rapor edilmekte, Doğu ladini ve meşe kabuğunun su bazlı ekstraktları ile karşılaştırıldığında sedir kabuğunun su bazlı ekstraktının daha yüksek fenolik bileşimine sahip olduğu bildirilmektedir (Gönültaş ve Sarıalan, 2017). Sedir ağacı yapraklarından elde edilen esansiyel yağların farklı türde bakterilere karşı yüksek antimikrobiyal aktiviteye sahip olduğu ortaya konmuştur (Derwich vd., 2010). Ormancılık alanında sedir pek çok araştırmaya konu olmuştur. Bunun yanı sıra, sedir ağacının farklı kısımlarından elde edilen ekstraktlarının etken bileşiklerinin ve bunların

antioksidan ve antimikrobiyal özelliklerinin belirlendiği araştırmalar mevcuttur (Derwich vd., 2010; Gönültaş ve Sarıalan, 2017). Bu bağlamda ağaç gövdesinin budanması veya işlenmesi sırasında açığa çıkan biyoaktif bileşiklerce zengin bir atık olan Toros sediri kabuğundan yararlanarak fonksiyonel özelliklere sahip ekstraktların elde edilmesi ve farklı alanlarda uygulanması atıkların verimli bir şekilde değerlendirilmesini sağlayabilir.

Dünyada farklı türleri bulunan, ülkemizde geleneksel olarak “günlük ağacı” olarak da bilinen Anadolu sığla ağacı (*Liquidambar orientalis* Miller) Hamamelidaceae familyasından, *Bucklandioideae* alt familyasının, *Liquidambar* cinsi olarak Türkiye’nin özellikle Muğla iline ait Marmaris, Fethiye, Köyceğiz, Dalaman ve Ula ilçelerinde yoğun yayılım göstermektedir. Daha az miktarda Aydın, Antalya, Denizli ve Burdur illerinin bazı bölgelerinde de yetişmektedir. Anadolu sığla ağacı, bir orman ürünü olarak değerlendirilen sığla yağı balsamı nedeniyle özellikle dikkat çekmektedir (Arslan ve Şahin, 2016). Sığla ağacı yaprakları, kabuğu ve yağı gibi ürünlerin özelliklerinin belirlendiği ve bitkisel tedavilerde doğal koruyucu madde olarak kullanıldığı bazı çalışmalar bulunmaktadır. Yapılan bir çalışmada, sığla yaprağı ekstraktı (%0,1, 0,5 ve 1’lik çözeltileri) içerisine daldırılan levrek balıklarında 4°C’de raf ömrünün 3 gün uzadığı, ekstraktın konsantrasyonu arttıkça koruyucu etkisinin de arttığı görülmüştür (Yapıcı vd., 2015). Ancak, gıda örneklerinin sığla yaprağı ve benzeri bitkisel kaynakların sulu ekstraktlarına daldırılması ürünün nem içeriğini de yükselteceğinden ekstraktan gelen fonksiyonel etki sınırlı kalabilir. Örnekleri ekstraktlara daldırma sonucu artan su aktivitesi nedeniyle gıdanın yüzeyi bakteri gelişimine daha uygun hale gelmektedir. Bu nedenle ekstraktların biyoaktif özelliklerinin değerlendirilmesi için kompozit filmlerde kullanımı avantajlı olabilmektedir. Diğer bir çalışmada ise Muğla ilinden toplanan sığla yapraklarından elde edilen metanol ekstraktlarının hıyar ve elmada fungal hastalık etmeni olan mikroorganizmalara karşı antifungal etkisi belirlenmiş ve sığla ağacı yaprak ekstraktlarının sentetik pestisitlerin yerine alternatif doğal mücadele yöntemi olabileceği vurgulanmıştır (Onaran, 2018). Sığla ağacı yapraklarından elde edilen etanol ekstraktının yüksek antioksidan aktiviteye (96,55%) sahip olduğu, toplam fenolik madde içeriğinin ortalama $333,14 \pm 7,96$ mg GAE/g ekstrakt olduğu ve bileşiminde bulunan majör fenolik asitlerin protokateşik asit, (-) epikateşin ve gallik asit olduğu belirlenmiştir (Saraç ve Şen, 2014). Aynı zamanda farklı çözücüler (aseton, etanol ve metanol) ile elde edilen sığla ağacı yaprakları ekstraktlarının geniş mikroorganizma çeşitliliğinde antimikrobiyal etki gösterdiği bulgulanmış, ve bu mikroorganizmalar *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli*, *Salmonella Typhimurium*, *Listeria monocytogenes*,

Staphylococcus aureus, *Candida albicans*, *Yersinia enterocolitica* ve *Enterococcus faecalis* olarak bildirilmiştir (Okmen vd., 2014). Sığla yağı, sığla ağacının gövde balsamından elde edilen ekonomik açıdan önemli bir üründür. Sığla yağı, parfüm endüstrisinde koku sabitleyici (fiksator), kozmetikte sabunların kokulandırılmasında, eczacılıkta bazı ilaçların hazırlanmasında, ciklet ve tütünlerin kokulandırılmasında, ayrıca sinamik asit, sinamik alkol gibi kimyasal maddelerin doğal kaynağı olarak kullanılmaktadır (Aydingöz ve Bulut, 2014). Yapılan çalışmalarda, Anadolu sığla yağının birçok bakteriye karşı antibakteriyel aktiviteye sahip olduğu (Sağdıç vd., 2005; Bayramoğlu, 2010) ve sığla balsamının antifungal etki gösterdiği (Lee vd., 2009) rapor edilmiştir. Sığla yağı üretiminde pres atığı olan kabuklar (buhur), kurutulduktan sonra tütsü olarak çeşitli etkinliklerde ve uygulamalarda kullanılmaktadır (Arslan ve Şahin, 2016). Sığla kabuk atıkları, üzerinde daha fazla çalışma yapılarak fonksiyonel özelliklerinin açığa çıkarılması ve elde edilen ürünlerin alternatif ve yenilikçi yöntemlerle değerlendirilmesi bakımından dikkat çeken doğal bir kaynaktır.

2.2. Nanopartikül Üretim Yöntemleri ve Nanopartiküllerin Fonksiyonel Özellikleri

Nanoteknoloji, maddeler üzerinde 100 nanometre ölçeğinden küçük boyutlarda gerçekleştirilen işleme, ölçüm, tasarım, modelleme ve düzenleme gibi çalışmalarla maddeye atom ve molekül düzeyinde gelişmiş ya da tamamen yeni fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikler kazandırarak işlevselliği geliştirmeyi hedefleyen, yeni ve hızla gelişen bir bilim ve teknoloji alanıdır (Sanguansri ve Augustin, 2006). Nutrasötikler, vitaminler, antimikrobikler, antioksidanlar gibi biyoaktif bileşenleri kapsüllemek, korumak ve aktarmak için koloidal dispersiyonların kullanılması konusuna gıda, ilaç, tarım ve diğer endüstrilerde büyük ilgi duyulmaktadır. Koloidal dispersiyonlar genellikle bir sıvı ortam içinde dağılmış nanopartiküllerin bir süspansiyonundan oluşur. Küçük partiküller daha büyük partiküller içeren sistemlere göre bir dizi potansiyel avantaja sahip olduğundan, bazı uygulamalar için, çok küçük partiküller (partikül yarıçapı < 100 nm) içeren koloidal dispersiyonların kullanılması arzu edilmektedir. Bu avantajlar; partikül agregasyonuna karşı daha iyi stabilite, optik olarak berrak veya az bulanık olması, belirli biyoaktif maddelerin biyoyararlanımını arttırabilmesi olarak sayılabilir (McClements, 2012). Nanoteknolojinin gıda sektöründeki kullanımı, gıdaların duyarlı ve karmaşık yapıda olmaları sebebiyle diğer bilim dallarına göre daha yavaş gelişme göstermektedir. Fakat bu

teknolojinin gıda endüstrisinde kullanımı ile yeni ambalaj ürünlerinin geliştirilerek gıdaların raf ömrünün uzatılması, biyoaktif maddelerin taşınması ve kontrollü salınımı, nano boyutta sensörler ve indikatörler aracılığıyla patojenlerin tespiti ve suların arıtılmasına yönelik çalışmalar hız kazanmıştır (Hazen, 2003; Chau vd., 2007). Ayrıca nanoteknoloji ile gıda içeriğindeki farklı bileşenler, moleküler düzeyde istenen özelliklere göre tasarlanabilmekte ve kontrol edilebilmektedir. Bununla birlikte farklı renk, aroma ve besin ögesi taşıyan nanoyapıların gıdaların yapısına dahil edilmesi ile gıdanın duyuşal ve mekanik özellikleri iyileştirilmekte, ürünlere fonksiyonel özellik kazandırılmakta ve yeni işlevsel ürünlerin geliştirilmesi sağlanabilmektedir (Duncan, 2011).

Nanopartiküllerin eldesinde taşıyıcı malzeme olarak kullanılan proteinler genellikle hayvansal veya bitkisel kaynaklarından elde edilmektedir. Hayvansal kaynaklardan elde edilen proteinler ile karşılaştırıldığında, bitkisel kaynaklı proteinler daha ucuz, immünojenik ve daha hidrofobiktir. Bu nedenle, toksik kimyasal çapraz bağlayıcılar kullanılmadan partikül oluşumu için uygundur (Ezpeleta vd., 1996). Protein nanopartikülleri, gıda endüstrisindeki birçok uygulamada doğal fonksiyonel bileşen olarak kullanılmaktadır. (Chen vd., 2006; Jones ve McClements, 2010; Joye ve McClements, 2014; Xiao vd., 2016). Protein partiküllerinin hedeflenen işlevsel özellikleri sağlama kabiliyeti, bileşim, boyut, morfoloji, yük ve polarite gibi partikül özelliklerine bağlıdır (McClements, 2015). Zein, mısırdan elde edilen prolin açısından zengin bir proteindir (Lin vd., 2016; Chang vd., 2017a). Yüksek hidrofobikliği nedeniyle biyoaktif maddelerin, ilaçların ve mikro nutrientlerin enkapsülasyonu, korunması, kontrollü bir şekilde taşınması ve sürekli salınımında kullanılan kolloidal partiküllerin geliştirilmesi amacıyla gıda ve ilaç endüstrilerinde potansiyel bir biyomateryal olarak incelenmiştir (Elzoghby vd., 2012; Chang vd., 2017b). Fakat zeinin izoelektrik noktasının pH 6,2 civarında olması gıda alanındaki uygulamalarını kısıtlamaktadır (Chang vd., 2017a). Bu durum zein partiküllerinin stabilitesini yitirmesine ve nötre yakın pH değerlerinde çökmesine yol açmaktadır (Zhang ve Han 2018). Farklı sistemlerde nanopartikülleri stabilize etmek amacıyla küçük molekülü yüzey aktif maddeler (Surh vd., 2005), fosfolipitler (Klinkesorn vd., 2005), proteinler (Hong ve McClements, 2007) ve polisakkaritleri (Calero vd., 2013) içeren sentetik ve doğal polimerik maddeler kullanılmaktadır. Sütten izole edilen bir protein olan sodyum kazeinat, toksik olmayan, doğal, yumuşak tadı ve yaygın olarak bulunabilen bir emülgatör olarak dikkat çekmektedir (McClements, 2005). Sodyum kazeinatın, elektrostatik ve sterik stabilizasyon kombinasyonu dolayısıyla iyi bir emülgatör/stabilizatör görevi gördüğü

bildirilmiştir. Oldukça etkili bir yüzey aktif madde olan sodyum kazeinat, nanopartiküllerin yüzeyine adsorbe olur, yüzey hidrofobikliğini azaltır ve elektrostatik ve sterik itmeyi artırarak sadece zein nanopartiküllerinin suda çözünürlüğünü iyileştirmekle kalmamakta, aynı zamanda zein nanopartiküllerinin nötre yakın pH çözeltisinde ve yüksek iyonik güç koşulları altında toplanmasını ve çökmesini de önlemektedir (Patel vd., 2010a,b).

Nanopartiküllerin oluşturulmasında kullanılan maddelerin yapısı ve biyoaktif bileşiklerin çözünürlüğü uygun yöntemin seçiminde belirleyici olmaktadır. Yüksek hızda homojenizasyon, ultrasonikasyon, yüksek basınçlı homojenizasyon, mikro akışkanlaştırıcı nanopartiküllerin oluşturulmasında kullanılan yüksek enerjili yöntemlerdir. Nanoçöktürme (nanopresipitasyon), çözücü buharlaştırma yöntemi, çözücü difüzyon yöntemi ile nanopartikül eldesi ise düşük enerjili yöntemlerdir (Silva vd., 2011). Bu yöntemler arasından nanoçöktürme yöntemi, tek aşamada nanopartikül oluşumuna olanak vermesi, düşük enerji gereksinimi, uygulamasının kolay ve hızlı olması nedenleriyle daha avantajlıdır. Birbiri ile karışan iki çözücünün kullanıldığı bu yöntem ile nanopartiküllerin oluşum mekanizması, çözücünün yer değiştirmesi sırasında oluşan ara yüzey türbülansı ile açıklanmaktadır (Quintanar-Guerrero vd., 1998). Nanoçöktürme yönteminde, aktif maddenin nanopartikül hazırlanmadan önce biyopolimere veya sonrasında nanopartikülün yüzeyine kovalent olarak bağlanması, aktif maddenin biyopolimerik taşıyıcı sisteme adsorpsiyonu gibi farklı stratejiler geliştirilmiştir (Bal Öztürk, 2015). Kitosan-kinoa proteini bazlı filmlere eklenen timol yüklü kitosan nanopartikülleri (Medina vd., 2019), kurkumin yüklü zein-kazeinat-sodyum aljinat nanopartikülleri (Liu vd., 2019), bakteriyel selüloz bazlı filmlere eklenen silmarin yüklü zein nanopartikülleri (Tsai vd., 2018) ve peynir altı suyu bazlı filmlere eklenen zein nanopartikülleri (Oymacı ve Altınkaya, 2016) nanoçöktürme yöntemi kullanılarak elde edilmiştir. Yüksek hızlı homojenizasyon ve yüksek basınçlı homojenizasyon yöntemleri de çalışmalarda yaygın olarak uygulanmaktadır. Ancak bu yöntemlerde cihazlardan üretilen enerji ortama dağılarak numunenin ısısının artmasına neden olabilmektedir (Anton vd., 2008). Yüksek enerjili yöntemler, çok yönlülükleri ve yüksek performansları nedeniyle endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu yöntemlerde, fazları küçük damlacıklar halinde emülsifiye eden güçlü bozucu kuvvetler (kayma, türbülans veya kavitasyon) uygulanmaktadır. Bununla birlikte, bu yöntemlerin de bazı sınırlamaları bulunmaktadır; ekipmanın satın alınması, bakımı ve çalıştırılmasıyla ilişkili yüksek maliyetler içerir ve aynı zamanda uygulanan enerji bazı durumlarda numunenin fiziksel veya kimyasal kararlılığını değiştirecek ölçüde numunenin sıcaklığını

artırabilir. Bu noktada, nanoemülsiyon üretim yönteminin seçimi, homojenize edilecek malzemelerin doğasına ve nihai ürünün optik, reolojik, stabilite ve salınım özellikleri gibi istenen fizikokimyasal ve fonksiyonel özelliklerine bağlıdır (Páez-Hernández vd., 2019). Yüksek enerjili yöntemler arasında en yeni yöntem olan ultrasonikasyon, gıda endüstrisinde çoğunlukla enzim inaktivasyonu, ekstraksiyon, mikroorganizma inhibisyonu, homojenizasyon ve emülsifikasyon uygulamalarında kullanılmaktadır (Yüksel, 2013). Son yıllarda ultrasonikasyon ile nano boyutlu aktif bileşikler elde edilmekte ve fonksiyonel gıdaların veya gıda ambalajlarının geliştirilmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Boufi vd. (2018), farklı zamanlarda (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 dakika) %100 amplitüd ile gerçekleştirilen ultrasonikasyon yöntemiyle elde edilen nişasta nanopartiküllerini incelemiş ve artan sonikasyon süresine bağlı olarak partikül boyutu küçülen nanopartiküller elde etmiştir. Dağ kekiği (*Zataria multiflora*) uçucu yağının biyoaktif özelliklerini arttırmak için farklı zamanlarda (0, 2,5, 5, 10 dakika) yüksek yoğunluklu ultrasonikasyon uygulanarak nanoemülsiyon içeren gam bazlı filmler elde edilmiştir. Filmlerin *E. coli* ve *B. cereus* mikroorganizmalarına karşı antimikrobiyal etkisi ultrasonikasyon süresindeki artışa paralel olarak artmıştır. Artan süreye bağlı olarak partikül boyutunun küçülmesi nanoemülsiyonun antimikrobiyal etkisini de arttırmıştır (Gahruie vd., 2017).

Nano boyutta aktif bileşiklerin sağlamış olduğu artan etki nanokompozit ambalaj materyallerinde de görülmekte, gıdaların raf ömrüne katkı sağlayabilecek aktif nanopartiküller içeren gıda ambalajları geliştirilmektedir. Karanfil esansiyel yağı içeren fındık unu proteini bazlı nanoemülsiyon filmlerin gıda kaynaklı patojen mikroorganizmalara (*E. coli*, *L. monocytogenes*, *S. aureus*) karşı antibakteriyel aktivite gösterdiği, antioksidan özelliklerinin artış gösterdiği ve aynı zamanda bariyer özelliklerinin de iyileştiği belirlenmiştir (Gul vd., 2018). Diğer bir çalışmada kitosan, selüloz ve çinko oksit nanokompozitleri içeren nisin ile zenginleştirilmiş çift katmanlı antimikrobiyal filmler geliştirilmiştir. Nisin ilave edilen filmlerde *Listeria monocytogenes*'e karşı önemli ölçüde antimikrobiyal aktivite belirlenmiştir. Çalışmanın devamında beyaz peynirlere uygulanan nisin içeren nanofilmler, *L. monocytogenes*'in başlangıçtaki mikroorganizma yükünü 4 °C'de 14 gün depolama sonunda tamamen inaktive edebilmiştir (Divsalar vd., 2018). Başka bir çalışmada likopen nanokapsüllerinin eklenmesiyle antioksidan aktivitesi olan biyobozunur Cassava nişastası bazlı filmler geliştirilmiştir. Likopen nanokapsüllerinin eklenmesi filmlerin fiziksel özelliklerini iyileştirmiş aynı zamanda, su buharı geçirgenliğini azaltmıştır. Likopen nanokapsülleri içeren filmler, hızlandırılmış oksidasyon koşulları altında (30 °C,

70%RH, 900–1000 Lux yoğunlukta ışık) depolanmış ve ayçiçek yağının oksidasyonda önemli ölçüde koruma sağlamıştır (Assis vd., 2017).

2.3. Gıda Ambalajlama

Gıda ambalajları gıdanın üretim hattını terk etmesinden itibaren gıdayı içinde bulundurarak tüketiciye ulaşıncaya kadar muhafaza işlemini gerçekleştirmektedir. Gıdaların bozulmasını önlemek ve gıda kalitesini sağlamak için sterilizasyon, yüksek basınç, radyasyon veya aktif maddeler gibi çeşitli fiziksel ve kimyasal yöntemler uygulanmaktadır. Ancak korumanın nihai aşaması, gıda kalitesinin dayanıklılığı için uygun bir ambalaj malzemesinin ve ambalajlama tekniğinin kullanılmasıdır. Bu nedenle, gıda kalitesinin devamlılığı için gıda ambalajları önemli bir yere sahiptir (Debeaufort vd., 1998).

Gıdalar sınırlı raf ömrüne sahip olan kompleks sistemlerdir ve bu nedenle farklı ambalaj taleplerine ihtiyaç duymaktadırlar. Her gıdanın kendine özgü çok çeşitli biyokimyasal ve fiziksel özellikleri olduğundan gıdaların ambalajlanması karmaşık bir konudur. Uygun ambalaj malzemesini seçmek için, ambalajlamaya tabi olan gıda ürününün özelliklerini bilmek önemlidir (Aslan, 2014). Gıda ambalaj malzemeleri, gıda ile etkileşime girmeyen maddelerden yapılan ve gıda maddesini saran bir engelden daha fazlasını ifade etmektedir. Gıda ambalaj malzemeleri oksijen, ışık, nem ve su buharı gibi istenmeyen çevresel parametrelere engel teşkil ederken, aynı zamanda nakliye ve görsel sunum için paketin mekanik bütünlüğünü korumaktadır (Liu, 2009). Ambalaj materyallerinden poliolefinler, poliesterler, poliamidler gibi petrokimya bazlı plastikler, düşük maliyetle büyük miktarlarda bulunmalarının yanı sıra iyi gerilme ve yırtılma mukavemeti, oksijen ve aroma bileşikleri transferine karşı iyi bariyer özellikleri gibi uygun işlevsellik özelliklerinden dolayı yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak, plastik filmler biyolojik olarak doğada tamamen bozunmazlar ve bu nedenle ciddi ekolojik sorunlar yaratabilecek çevre kirliliğine yol açmaktadırlar (Tharanathan, 2003). Günümüzde çevresel kaygıların artması nedeniyle biyolojik olarak parçalanamayan plastikler yerine yenilenebilir kaynaklardan biyolojik olarak parçalanabilen alternatiflerin kullanımı dikkat çekmektedir. Yenilebilir ambalajlar, doğal ve biyolojik olarak parçalanabilir maddelerden üretildiği için çevre kirliliğine neden olmayan, çevrenin korunmasına katkıda bulunan ürünlerdir. Biyolojik olarak bozunur ambalaj malzemelerin veya yenilebilir filmlerin formülasyonu için

tarımsal kökenli ürünlerden veya yan ürünlerden elde edilen çeşitli biyopolimerler önerilmektedir. Bu tarımsal polimerler ile elde edilen malzemeler tamamen yenilenebilir, toksik olmayan ve biyolojik olarak parçalanabilir özelliklere sahip olmaktadır. Bu biyopolimerler (polisakkaritler, proteinler veya lipitler) kullanılarak yenilebilir kaplamalar, basit veya çok katmanlı filmler, kompozit filmler gibi çeşitli şekillerde üretilebilmektedir (Guilbert ve Gontard, 2005).

Biyobozunur filmlerin hazırlanmasında temelde hidrokolloid (karbonhidrat ve protein) bileşiklerden yararlanılmaktadır. Karbonhidrat bazlı filmler hidrofilik polimerlerden oluştuğundan düşük nem bariyerine sahiptir. Bu filmler, polimer zincirinin bir film matrisinde hidrofilik ve hidrojen bağı oluşturarak, çözücünün buharlaştırılması yoluyla yeniden şekillendirilmesi sonucu oluşur. Protein filmler ise bir çözücünün eklenmesi, pH'nı değiştirilmesi, çapraz bağ elde etmek için bir elektrolit eklenmesi ve/veya ısı uygulanmasıyla polipeptit zincirlerinin kısmi denatürasyonu ile oluşturulmaktadır. Kısmen denatüre peptit zincirlerinin hidrofilik ve hidrojen bağları yoluyla birbirine bağlanması sonucu bir protein matrisinin oluşumu meydana gelir. Bu nedenle proteinler, biyobozunur ambalajların elde edilmesinde ağ oluşturma ve elastikiyet özellikleri ile avantaj sağlamaktadır (Rhim ve Perry, 2007). Hidrokolloid bazlı filmlere elastikiyet kazandırmak için düşük uçuculukta plastikleştirici maddeler ilave edilmektedir. Plastikleştirici maddeler, polimerik malzemelerin üç boyutlu yapılarını modifiye ederek, moleküller arası çekme kuvvetlerini azaltmakta ve serbest hacmi artırmaktadır. Moleküler organizasyondaki bu değişiklikler filmlerin esneklik, elastikiyet ve mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Ancak, plastikleştiricilerin eklenmesi bazı film özelliklerini iyileştirmenin yanında filmlerin gerilme mukavemetinin (TS) azalmasına, su buharı geçirgenliğinin ve su adsorbe etme kapasitelerinin artmasına neden olmaktadır (Hanani vd., 2014). Farklı protein ve karbonhidrat kompozisyonlarının kullanılması ile elde edilen filmler daha iyi bariyer özelliği göstermekte ve mekanik özellikleri de gelişmektedir. Bu nedenle güncel çalışmalar biyokompozit materyallerden oluşan filmlerin geliştirilmesine odaklanmıştır.

Doğal biyopolimer bazlı ambalaj malzemeleri, yenilikçi bir ambalajlama ve işleme teknolojisi olarak gıda kalitesini, güvenliğini ve stabilitesini artırmak için büyük bir potansiyele sahiptir. Doğal biyopolimer ambalajların benzersiz avantajları, partikül gıdaların ayrı ayrı ambalajlanması, fonksiyonel olarak aktif maddeler veya besin takviyeleri için taşıyıcı olması yeni ürün geliştirmelere yol açmıştır (Rhim ve Perry, 2007). Öte yandan, nanometre ölçeğinde boyutları olan bileşenler içeren nanokompozit ambalaj malzemeleri,

polimer ve malzeme bilimi alanında yoğun araştırma konularından biri olmaktadır. Polimerde dağılmış nanometre boyutlu parçacıklar sayesinde, bu nanokompozit malzemeler saf polimer veya geleneksel kompozitler ile karşılaştırıldığında belirgin şekilde iyileştirilmiş mekanik, termal, optik ve fizikokimyasal özellikler sergilemektedir. İyileştirilmiş mukavemet ve ısı direnci, düşük gaz geçirgenliği ve daha düşük dolgu maddesi yüklemesi örnek verilebilmektedir (Alexandre ve Dubois, 2000). Bu kapsamda doğal biyopolimerler, biyolojik olarak bozunabilirliklerini korurken arzu edilen özelliklerini arttırmak amacıyla nano materyaller ile zenginleştirilebilmektedir.

2.4. Biyobozunur Gıda Ambalajları

Biyobazlı malzemeler terimi, biyolojik yenilenebilir hammaddelerden üretilen ambalaj malzemeleri ve ambalajlar için kullanılmaktadır. Yenilenebilir kaynaklardan türetilen biyopolimerler, üretim yöntemine göre farklı üç grupta sınıflandırılmaktadır. Doğrudan doğal bitkisel kaynaklı malzemelerden ekstrakte edilen polisakkaritler, proteinler ve lipitler birinci grubu oluşturmaktadır. Bir diğer grup polilaktat gibi yenilenebilir biyobazlı monomerlerden klasik kimyasal sentezle üretilen polimerleri içerirken, üçüncü grup mikroorganizmalar veya genetik olarak dönüştürülmüş bakteriler tarafından üretilen polimerlerden oluşmaktadır (Galgano vd., 2015). Son yıllarda, karbonhidratlar, proteinler ve/veya lipitler gibi yenilenebilir doğal kaynakların kompozit formları oluşturularak biyolojik olarak parçalanabilen ambalajların geliştirilmesi ilgi görmektedir. Yenilebilir biyopolimerlerden üretilen bu biyobozunur gıda ambalaj filmleri, uygulandığı gıda ile birlikte insan tüketimi için uygun bir ambalaj türüdür. Biyobozunur veya yenilebilir ambalaj filmler, doğrudan gıda yüzeyi üzerinde oluşturulan yenilebilir bir kaplama olarak uygulanabileceği gibi, ince bir film halinde ayrı oluşturulan ve daha sonra gıda yüzeyi üzerine sarılan yenilebilir film olarak da uygulanabilmektedir (Jeya vd.,2020). Gıda ürünlerinden bazıları raf ömrünü uzatmak için çift plastik film katmanı ile paketlenmektedir. Buna bir çözüm olarak raf ömrü boyunca bu gıdaların kalitesini koruyacak doğrudan ürüne uygulanabilen biyobozunur ve yenilebilir ambalaj malzemeleri geliştirilmektedir. Geliştirilen yenilikçi biyobozunur filmler, koruyucuların yerini alarak gıda ürünleri için birincil plastik ambalajın yerini alabilmektedir (De Pilli, 2020).

2.4.1. Karbonhidrat Bazlı Biyobozunur Filmler

Polisakkarit hidrokolloidler sahip oldukları özgün yapıların karmaşıklıkları ve fonksiyonel çeşitliliği ile bilinmektedir. Polisakkaritlerin bazılarının doğrusal yapısı, örneğin selüloz (1,4- β -D-glukan), amiloz (1,4- α -D-glukan), kitosan (1,4- β -D-glukozamin), filmleri sert, esnek ve şeffaf duruma getirmektedir. Ayrıca filmleri katı ve sıvı yağlara dayanıklıdır. Örneğin kitosanın aldehitler ile çapraz bağlanması, filmi çok daha sert, suda çözünmez ve yüksek dirençli hale getirmektedir (Tharanathan, 2003). Polisakkaritler, yüksek oranda hidrofilik olmalarına ve ticari plastik filmlere kıyasla yüksek su buharı geçirgenliği göstermelerine rağmen, CO₂ ve O₂'e karşı etkili bariyer özelliklerine sahiptirler. Pektin, aljinat, nişasta türevleri, selüloz türevleri, kitosan, karagenan ve bazı gumlar gibi ana polisakkaritler geleneksel plastik ambalajları azaltmak için biyobozunur filmlerin oluşturulmasında biyopolimer malzemeler olarak kullanılmaktadır (Galgano vd., 2015).

Nişasta, bol miktarda bulunan bir hammadde olması, uygun maliyetli olması ve üstün film oluşturma yeteneği nedeniyle yenilebilir filmlerinin geliştirilmesi için yaygın olarak kullanılan en popüler polisakkaritlerden biridir. Nişasta bazlı biyobozunur filmler, diğer karbonhidrat bazlı filmlerde olduğu gibi iyi optik, organoleptik ve gaz bariyeri özelliklerine sahiptir, ancak zayıf mekanik özellikler göstermektedir. Nişasta bazlı filmlerin özellikleri, nişasta türü, film oluşumu sırasındaki sıcaklık ve süre, plastikleştiriciler ve saklama koşulları gibi birçok faktörden etkilenmektedir (Thakur vd., 2019). Bu filmlerin oluşumu, film çözelti hazırlamak için nişasta granüllerinin fazla miktarda su içinde ısıtılması ile başlamaktadır. Nişasta sulu çözeltisi kararsız formdadır ve polimer zincirlerinin (glikoz birimleri) birleşmesi nedeniyle soğuduktan hemen sonra jelleşmeye eğilimlidir. Yüksek sıcaklıkta ve fazla suda, jelatinizasyon olarak bilinen nişasta granüllerin yarı kristalize fazdan amorf faza geçişi gerçekleşmektedir (Ratnayake ve Jackson, 2008). Retrogradasyon olarak bilinen jelatinleştirilmiş bir nişasta dispersiyonunda ayrılmış amiloz ve amilopektin zincirlerinin daha düzenli yapılar oluşturmak için zincirlerin yeniden birleşmesi, nişasta filmlerinin geçirgenliğini, çözünürlüğünü ve mekanik özelliklerini etkilemektedir. Nişasta bazlı biyobozunur filmlerde retrogradasyon ışık geçirgenlik özellikleri ile ölçülebilmektedir. Artan retrogradasyon, azalan geçirgenlik ve artan amiloz içeriği ile ilişkilendirilmektedir (Thakur vd., 2019; Rodríguez-Torres vd., 2017). Nişasta bazlı filmler, kokusuz, tatsız, renksiz, toksik olmayan, biyolojik olarak bozulabilir, karbondioksit karşı yarı geçirgen ve

oksijen geişine ise direnli oldukları iin plastik filmlere benzer fiziksel zellikler gstermektedir (Dhanapal, 2012). Bu nedenle niřasta bazlı filmler taze meyve ve sebzeleri depolama sırasında dehidrasyondan koruma, solunum hızını dřürme ve aroma kayıplarını nleme aısından arařtırılmıştır. Niřasta bazlı kaplama uygulanması ilek, mango, muz, elma ve avokado gibi taze meyvelerin hasat sonrası raf mrünü artırmıştır (Thakur vd., 2019a). Yapılan bir alıřmada, muzların hasat sonrası olgunlařma sırasında fizyolojik aktivitesinin kontrol edilmesi iin pirin niřastası bazlı yenilebilir kaplama uygulanmasının oda sıcaklıėında (20°C) depolama sırasında etilen üretimini ve bozunma hızını geciktirdiėini gstermiştir (Thakur vd., 2019b). Ayrıca biyobozunur filmlerin kullanımı ile gıdalara eklenen koruyucuları azaltmak da mmkn olmaktadır. Bu amala yapılan bir alıřmada patates niřastası bazlı ambalaj filmlerine gıdalarda kullanımı uygun antimikrobiyal bileřiklerin, normalde gıdanın retimi iin kullanılanlardan daha dřk konsantrasyonlarda dahil edilmesi sonucu katkı maddesi ilave edilmeden mini keklerin kalite zelliklerini koruyarak raf mrünü arttırdıėı belirlenmiştir (Saraiva vd., 2016). Niřasta bazlı biyofilmlerin eldesinde, byk oranda fındık retimi yapan Trkiye’de aıėa ıkan fındık kabuklarının deėelendirilmesi amaıyla fındık kabuklardan elde edilen ligninin filmlerde katkı maddesi olarak kullanımı incelenmiştir. Lignin ieren niřasta bazlı filmlerin mekanik ve termal zellikleri incelendiėinde filmlerin zelliklerinin iyileřtiėi, dzgn ve parlak filmlerin elde edildiėi tespit edilmiştir (algeriř, 2010).

Polisakkarit hidrokolloidlerden bol miktarda bulunan bir diėer biyopolimer ise sellozdur. Selloz β -1,4 glikozit baėları ile baėlanan D-glikoz birimlerinden oluřmaktadır. Selloz ve metilselloz (MC), hidroksipropil metilselloz (HPMC), karboksimetil selloz (CMC) gibi trevleri biyolojik olarak bozunabilir, kokusuz ve tatsız oldukları iin doėal olarak yenilebilir filmler oluřturmak iin kullanılmaktadır (Erginkaya vd., 2014). Selloz trevleri, zellikle CMC bazlı filmler, suda znrlk ve termal jelatinizasyon zelliklerinden dolayı mkemmel film oluřturma yeteneėine sahiptir. Ancak, selloz trevi polisakkaritlerin doėal hidrofilik yapısı nedeniyle elde edilen filmler zayıf su buharı bariyerine sahip olup, bununla birlikte zayıf mekanik zellikler gstermektedir. Su buharı bariyerini geliřtirmek iin, hidrofobik bileřiklerin selloz matrisine dahil edilmesi nerilmektedir. CMC, MC, ve HPMC’den retilen yenilebilir kaplamalar, oksijen, yaė ve nem transferine engel saėlamak iin bazı meyve ve sebzelere uygulanmıştır (Skurtys vd., 2014). Ancak son yıllarda yapılan alıřmalarda selloz diėer biyopolimerler ile birlikte kompozit filmlerin geliřtirilmesinde kullanılmaktadır. Muppalla vd. (2014) tarafından %1

(w/v) konsantrasyonda CMC içerdği durumda çözeltinin mükemmel film oluşturma özelliklerine sahip olduğunu, ancak oluşan filmlerin zayıf mekanik özelliklere sahip olduğunu belirlemiştir. CMC filmlerin mekanik özelliklerinin farklı polimerler ilave edilerek geliştirilebileceği vurgulanmış ve çalışmada polivinil alkol (PVOH) kullanılarak karanfil yağı içeren CMC – PVOH filmleri tavuk etinin muhafazası için aktif ambalaj malzemesi olarak kullanılmıştır. Bir diğer çalışmada, farklı selüloz türevleri olan karboksimetilselüloz (CMC), hidroksietilselüloz (HEC), hidroksipropilmetilselüloz (HPMC) ve metilselüloz (MC) ile geliştirilen ve nar çekirdeği özütü ile zenginleştirilmiş filmlerin özellikleri incelenmiştir. HPMC filmleri en yüksek çekme mukavemeti ve elastik modüle sahip olup, en düşük uzama ve su buharı geçirgenliği göstermiştir (Nemazifard vd., 2017). Su vd. (2020), kapsaisinın antibakteriyel bir ajan olarak kullanıldığı, antimikrobiyal özelliklere sahip, şeffaf, gerilebilir ve çevre dostu etil selüloz filmleri geliştirmiştir. Selüloz bazlı bu filmler antimikrobiyal aktivite özelliklerinin yanı sıra düşük su absorpsiyonu ve yüksek film kopma uzamasına (%61,34) sahip olmuştur. Filmlerin FTIR analizi, kapsaisinde yer alan fenolik hidroksil grubu ile etil selülozun hidroksil grubu arasında bir etkileşim olduğunu, diğer bir değişle kapsaisinın film yapısına etkili bir şekilde katıldığını göstermiştir. Güneydoğu Asya ülkelerinde tüketilen bir meyve olan Durian meyvesi kabuklarından ekstrakte edilen selüloz ile elde edilen filmlerin yüksek sertlik ve gerilme mukavemetine sahip olduğu gösterilmiştir. Geliştirilen filmlerin sahip oldukları pürüzsüz yüzey ve mükemmel şeffaflık ve 4 hafta içerisinde toprakta %100 parçalanabilme özelliği sayesinde plastik ambalajlara alternatif olabilecek biyobozunur bir ambalaj olduğu ifade edilmiştir (Zhao vd., 2019). Bunun yanı sıra selüloz bazlı biyobozunur filmlerin fonksiyonel bileşik olarak probiyotik bakterilerin taşınmasında rol alabileceği görülmüştür. Singh vd. (2019) tarafından sitrik asit ile çapraz bağ oluşturularak elde edilen selüloz esaslı filmlere kabul edilebilir canlılıkla probiyotik bakterilerin dahil edilmesi sonucu yenilikçi bir film geliştirilmiştir.

Pektin, elma püresi ve narenciye kabuğu gibi sebze ve meyvelerde bulunan bir grup polisakkarittir. Kimyasal yapısı 1,4 bağlı α -D-galakturonik asidin lineer polimerlerinden oluşmakta olup, anyonik bir polisakkarittir (Dhanapal vd., 2012). Pektin bazlı biyobozunur filmler gıda paketlenme uygulamalarında kullanılabilir. Pektin bazlı filmler yağ, aroma, ve oksijene karşı mükemmel bariyer özellikleri ile bilinmektedir. Ancak neme karşı gösterdiği zayıf direnç, düşük uzama yüzdesi ve kırılkan yapısı nedeniyle plastikleştirici eklenmesi sonucu daha esnek hale getirilmektedir. Bunun yanı sıra, kalsiyum gibi çok

değerlikli katyonlarla çapraz bağlanan pektin filmleri oldukça iyi mekanik özellikler göstermektedir (Mohamed vd., 2020). Pektin filmleri elma, kayısı, avokado, çilek, kavun, şeftali, papaya, domates ve havuç gibi taze sebze ve meyvelerin paketlenmesinde kullanılmaktadır (Valdés vd., 2015). Gıdaların raf ömrünü arttırmak amacıyla kalite özelliklerini korumanın yanı sıra mikrobiyal bozulmayı geciktirmek için benzoik asit, sorbik asit, nisin ve natamisin gibi doğal antimikrobiyaller yenilebilir filmlere dahil edilmektedir. Filmlerin fiziksel ve kimyasal özellikleri paketlenme sisteminin verimliliği için önemlidir. Antimikrobiyal ajanların eklenmesi, filmin polimerik yapısında değişikliklere neden olarak mekanik özelliklerini ve bariyer olarak etkinliğini etkileyebilir. Bu açıdan, natamisin içeren pektin filmlerinin ve pektin-aljinat kompozit filmlerinin özellikleri incelenmiştir. Natamisin ilavesi sonucu filmlerin su buharı geçirgenlik katsayısında ve opaklık değerlerinde önemli artış olduğu bulunmuştur. Tekstürel özellikleri değerlendirildiğinde natamisin içeren filmlerin daha düşük çekme gerilimine sahip olduğu görülmüştür. Çekme mukavemetindeki azalma, filmlerin polimerik yapısındaki değişikliklerden kaynaklanmaktadır (Bierhalz vd., 2012). Otoni vd. (2014) tarafından yapılan çalışmada, farklı damlacık boyutlarında sinnamaldehit nanoemülsiyonlarının ve papaya püresinin pektin bazlı filmlere dahil edilmesi sonucu antimikrobiyal, fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisi değerlendirilmiştir. Papaya püresi pektin filmlerin direncini ve sertliğini azaltırken, uzayabilirliği ve su buharı geçirgenliğini artırmıştır. Sinnamaldehit nanoemülsiyonlarının ise pektin filmlerinin dayanıklılığını artırarak, uzayabilirliği ve su buharı geçirgenliğini azaltarak papaya püresinin plastikleştirici etkisini dengelediği görülmüştür. Sinnamaldehit nanoemülsiyonlarının damlacık çapındaki azalmanın, filmlerin fiziksel ve mekanik özelliklerini etkilemediği, ancak aktif bileşiklerin artan yüzey alanına bağlı olarak antimikrobiyal aktivitenin önemli ölçüde geliştirdiği tespit edilmiştir. Bir diğer çalışmada, domates işleme atıklarından elde edilen kütin, pektin bazlı filmlere dahil edilerek kütin/pektin oranının (50/50 ve 25/75) filmlerin termal ve mekanik özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Pektin polisakkariti ile kütin matrisi arasında iyi bir mekanik sinerji oluşmuştur, ancak artan kütin miktarı sonucu filmlerin daha düşük çekme gerilimine ve daha yüksek uzama kabiliyetine sahip olduğu görülmüştür (Manrich vd., 2017).

Biyobozunur filmlerin eldesinde kullanılan bir başka önemli polisakkarit aljinatlar olup, D-mannuronik ve L-guluronik asit monomerlerinin doğrusal bir kopolimeri olan aljinik asit tuzlarıdır (Cha ve Chinnan, 2004). Aljinat filmleri, bir aljinat jelinden suyun buharlaştırılması sonucu veya aljinat çözeltisinin kurutulmasının ardından bir kalsiyum tuzu

çözültüsü ile muamele edilmesini içeren iki aşamalı bir prosedür ile de oluşturulabilir. Filmlerin mukavemeti ve geçirgenliği, polivalent katyonların konsantrasyonu, ekleme oranı ve maruz kalma süresi, pH, sıcaklık ve kompozit varlığı ile değiştirilebilir (Janjarasskul ve Krochta, 2010). Aljinat bazlı filmlerinin kullanımı farklı gıda çeşitlerinde araştırılmıştır. Çiğ balık, kırmızı et ve beyaz etin soğukta muhafazası sırasında dehidrasyon ve renk değişikliklerine karşı korunması için kullanılan yenilebilir kalsiyum aljinat jel kaplama için Earle (1968) tarafından patent alınmıştır. Aljinat bazlı yenilebilir filmlerin hasat sonrası meyvelerin kalitesinin korunmasında etkili olduğu bilinmektedir. Dört farklı erik çeşidine uygulanan %3'lük aljinat kaplama uygulamalarının tüm çeşitler için etilen üretimini inhibe ederek hasat sonrası depolama süresince kaliteyi koruduğu görülmüştür (Valero vd., 2013). Pereira vd. (2011) tarafından gıdalarda kullanıma uygun %6 ve %12 oranlarında alo vera içeren şeffaf ve homojen yapıda aljinat filmleri geliştirilmiş ve alo vera ilavesinin aljinat filmlerinin termal ve mekanik özelliklerinin iyileşmesine katkıda bulunduğu görülmüştür.

Kitosan, kabuklular veya çeşitli mantarlardan elde edilen birkaç doğal katyonik polisakkaritten biridir. Kitosan toksik olmayan bir biyopolimer olup, antifungal ve antibakteriyel özellikler göstermektedir. Bununla birlikte, kitosanın en büyük dezavantajı, nötr çözültülerdeki zayıf çözünürlüğüdür. Çözünür bir ürün elde etmek için gereken deasetilasyon derecesi %80-85 veya daha yüksek olmalıdır (Skurtys vd., 2014; Park vd., 2002). Gıda ürünlerinin kalitesini artırmak ve depolama ömrünü uzatmak için kitosan biyobozunur filmler veya kaplamalar oluşturulmaktadır. Plastik filmlere alternatif olarak, mango meyveleri ambalajlama sırasında üst yüzeyi kitosan filmi ile kaplanmış ve kontrol olarak düşük yoğunluklu polietilen (pozitif kontrol) ile kaplanan kutularda oda sıcaklığında depolanmıştır. Kitosan film ile kaplanan karton kutularda muhafaza edilen mango meyvelerinin raf ömrünün 18 güne kadar uzadığı, herhangi bir mikrobiyal bozulma ve kötü koku oluşumu olmadığı görülmüştür (Srinivasa vd., 2002). Sosislerinin raf ömrünün uzatılması için aktif ambalaj olarak antioksidan ve antimikrobiyal özelliklere sahip yeşil çay ekstraktı içeren kitosan filmi kullanılmıştır. Yeşil çay ekstraktı içeren kitosan filmi ile sarılmış sosislerin fiziksel, kimyasal, mikrobiyolojik ve duyusal kalite özelliklerinde tek başına kitosan film ile sarılmış olan ve film uygulanmamış olan örneklerle kıyasla daha düşük değişiklik olduğu ve sosislerin kalitelerini koruyarak raf ömrünü arttırdığı bulgulanmıştır (Siripatrawan ve Noipha, 2012). Başka bir çalışmada, kitosan bazlı biyobozunur filmlere polifenol bakımından zengin olan propolis özütü farklı oranlarda eklenerek potansiyel aktif gıda ambalajı geliştirilmiştir. Filmlerin Fourier dönüşümü

kızılötesi spektrumları kitosan ve propolis polifenolleri arasında bazı etkileşimler olduğunu göstermiştir. Kitosan filmlere propolis özütü ilavesi filmlere antimikrobiyal ve antioksidan aktiviteler gibi fonksiyonel özellikler kazandırmasının yanı sıra mekanik ve bariyer özelliklerini iyileştirmiştir (Siripatrawan ve Vitchayakitti, 2016).

2.4.2. Protein Bazlı Biyobozunur Filmler

Proteinler, 20'ye kadar farklı monomerden yapılmış doğrusal, rastgele kopolimerlerdir. Son yıllarda proteinlerin potansiyel biyobozunur veya yenilebilir ambalaj malzemeleri olarak kullanımı önem kazanmıştır. Proteinler, moleküler olarak, çeşitli kaynaklardan gelen ve doğal olarak amino asit sekansında farklı olan neredeyse sınırsız çeşitlilikte film oluşturan malzemelerdir. Bu nedenle proteinler, çeşitli yöntemlerle çok çeşitli arzu edilen özelliklere sahip biyobozunur filmlerin üretilmesinde kullanılmaktadır. Birçok protein doğrudan çözüldüden film oluşturmak için kullanılabilir. Proteinlerden film oluşumunun ana mekanizması, ısı uygulaması, çözücü veya pH değişikliği sonucu gerçekleşen proteinin denatürasyonuna dayanır. Daha sonra protein film matrisleri, peptit zincirleri moleküller arası etkileşimler yoluyla birleştiğinde oluşmaktadır (Janjarasskul ve Krochta, 2010). Protein bazlı filmler genellikle gelişmiş mekanik ve optik özelliklere sahiptir. Bununla birlikte CO₂ ve O₂'e karşı iyi bariyer sağlamaktadır, ancak su buharı geçirgenliği yüksektir. Protein bazlı biyobozunur filmler veya kaplamalar jelatin, kazein, peyniraltı suyu proteini, zein ve soya proteininden elde edilebilmektedir (Cha ve Chinnan, 2004). Protein bazlı filmlerin eldesi, kırılabilirliği azaltmak için minimal bir plastikleştiricinin film içeriğine dahil edilmesini gerektirir. Film plastikleştiricileri, bitişik polimer zincirleri arasındaki moleküller arası kuvvetleri zayıflatarak işlev görür. Bu durum, filmlerin elastikiyetini, mekanik direncini ve bariyer özelliğini azaltarak, filmin uzayabilirliğini ve esnekliğini arttırmaktadır (Kokoszka vd., 2010). Karbonhidrat bazlı biyobozunur filmlere kıyasla protein bazlı biyobozunur filmlerin mekaniksel ve bariyer özelliklerinin daha üstün olduğu bilinmektedir. Bununla birlikte, proteinlerden elde edilen yenilebilir filmler kaplama materyali olarak gıdalara uygulandığında gıdanın besin değerini de arttırmaktadırlar (Dursun ve Erkan, 2009).

Jelatin, hayvanların kemiklerinde, derilerinde ve bağ dokularında bulunan kolajen hidrolizi ile elde edilen bir hayvan proteindir. Jelatinin bol bulunabilirliği ve düşük

maliyeti, çok çeşitli uygulamalarda kullanımını kolaylaştırmaktadır (Etxabide vd., 2017). Jelatin çözeltisi, bir plastikleştirici içeren sulu çözelti halinde döküldüğünde berrak, esnek, güçlü ve oksijen geçirgenliği düşük filmler oluşturduğu bilinmektedir. İlaç ve gıda endüstrisinde jelatinin film oluşturuıcı uygulamaları kullanılmaktadır (Cha ve Chinnan, 2004). Biyobozunur jelatin filmlerin özellikleri büyük ölçüde farklı hayvan türlerinden elde edilen jelatinin özelliklerine, üretim ve işleme koşullarına bağlıdır. Ayrıca film özellikleri plastikleştiricilerin ilavesinden de büyük ölçüde etkilenmektedir (Lukasik ve Ludescher, 2006). Gliserol ve sorbitol gibi hidrofilik, düşük moleküler ağırlıklı moleküller, protein ağlarına kolayca yerleşmektedir ve amino asit kalıntıları üzerinde reaktif gruplarla hidrojen bağları oluşturarak protein-protein etkileşimlerini azaltmaktadır. Gliseroller, moleküller arası boşluğu arttırırken moleküller arası hidrojen bağlanmasını azaltma kabiliyetlerinden dolayı protein bazlı biyobozunur filmler için plastikleştirici olarak kullanılmaktadır (Suderman vd., 2018). Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde jelatin bazlı biyobozunur filmlerin çoğunlukla antioksidan veya antimikrobiyal bileşiklerin taşıyıcısı olarak geliştirildiği görülmektedir. Yeşil çay özütü ile zenginleştirilmiş jelatin bazlı aktif filmlerin mekanik ve bariyer özelliklerinde iyileşmeler sağlanmış ve %0,7 yeşil çay ekstraktının eklenmesi sonucu filmlerin toplam fenolik içeriği ve antioksidan aktivitesi önemli ölçüde artış göstermiştir (Wu vd., 2013). Başka bir çalışmada, yeşil çay ekstresi, üzüm çekirdeği ekstresi (proantosiyandinler), üzüm çekirdeği polifenolleri, zencefil ekstresi, ginkgo yaprağı ekstresi olmak üzere beş farklı ekstrakt kullanılarak antioksidan özellik gösteren jelatin bazlı aktif filmler geliştirilmiştir. Ginkgo yaprağı ekstresi ilavesinin jelatin bazlı filmlerde en yüksek antioksidan aktiviteyi sağladığı ve filmin ışık ve su buharı geçirgenlik özelliklerini iyileştirdiği tespit edilmiştir (Li vd., 2014). Lizozim gibi biyoaktif peptitler, gıdaların korunması için jelatin filmlere de dahil edilebilmektedir. Lizozim içeren jelatin bazlı filmler, Gram pozitif bakterilere (*B. subtilis*, *S. cremoris*) karşı etkili olurken, lizozimin Gram-negatif bakterilerin lipopolisakkarit tabakasına nüfuz edememesi nedeniyle *E. coli*'nin büyümesini engellemiştir (Bower vd., 2006). Kırmızı lahana, tatlı patates, roselle, kelebek bezelye, mangosten ve kırmızı ejder meyve kabuklarının ekstraktları antosiyanin kaynağı olarak jelatin bazlı filmlere dahil edilmiş ve fonksiyonel özelliklere sahip filmler elde edilmiştir. Farklı antosiyaninler arasından kelebek bezelye ekstraktlarını içeren jelatin filmlerin, en yüksek antioksidan aktivite değerine sahip olduğu ve daha yüksek pH duyarlılığı gösterdiği bulgulanmıştır. Geliştirilen filmlerin aktif ve akıllı ambalaj için umut verici bir materyal olabileceği vurgulanmıştır (Rawdkuen vd., 2020). Ağırlıkça %1'e kadar kurkumin ilave edilen jelatin filmlerinin mekanik ve su buharı bariyer özellikleri

önemli ölçüde gelişmiştir. Ayrıca jelatin-kurkumin kompozit filmlerin, gıda kaynaklı patojenik bakterilere, *E. coli* ve *Listeria monocytogenes*'e karşı kayda değer bir antimikrobiyal aktivite sergilediği ve askorbik asit ile karşılaştırılabilir güçlü antioksidan aktiviteye sahip olduğu görülmüştür. Geliştirilen su buharı bariyeri ve mekanik özellikleri iyileştirilmiş, antimikrobiyal ve antioksidan özelliklere sahip kurkumin içeren jelatin filmlerin, aktif gıda ambalajlama uygulamalarında yüksek potansiyele sahip olduğu görülmektedir (Roy ve Rhim, 2020).

Süt proteinleri temelde peynir altı suyu proteini ve kazein proteinlerinden oluşmaktadır. Kazein süt proteinlerinin %80'ini oluşturmaktadır ve α , β , ve κ -kazein bileşenlerini içermektedir. Kazein, sulu kazeinat çözeltilerinden yenilebilir filmler oluşturmaktadır. Kazein bazlı filmler belirli bir pH, sıcaklık ve tuz konsantrasyonu aralığında stabil kalmaktadır. Film üretiminde kalsiyum tuzlarının kullanılması sonucu kalsiyum kazeinat bazlı filmler, pH ayarlamak amacıyla sodyum hidroksit kullanılması sonucu ise sodyum kazeinat bazlı filmler elde edilmektedir. Filmlerin özellikleri kalsiyum ve sodyum kazeinat formlarına göre farklılık göstermektedir. Kalsiyum katyonları, protein-protein etkileşimlerine çapraz bağlanmasını desteklediğinden, kalsiyum kazeinat filmleri daha iyi bariyer özelliklerine sahiptir, ancak daha sert yapıdadır (Mohamed vd., 2020). Kazeinat esaslı filmlerin nem ve gaz bariyeri özelliklerinin kazeinin kalsiyum çapraz bağlanması veya protein-protein etkileşimlerini optimize etmek için izoelektrik noktaya (pH:4,6) ayarlanması sonucu geliştirilebildiği görülmüştür (Avena-Bustillos ve Krochta, 1993). Farklı gliserol oranları ile plastikleştirilen sodyum kazeinat ve kalsiyum kazeinat bazlı yenilebilir filmlerde aktif ajan olarak karvakrol kullanılmıştır ve gliserol ilavesi filmlerin çekme geriliminde azalma ile sonuçlanırken, kopma uzamasında artış gözlemlenmiştir. Sodyum kazeinat bazlı filmlerin, kalsiyum kazeinat bazlı filmlerden daha yüksek esneklik gösterdiği bulgulanmıştır. Karvakrol varlığı protein matrisi ve gliserol arasında güçlü etkileşimlerin oluşmasını sağlayarak filmlerin yapısal özelliklerini iyileştirmiştir (Arrieta vd., 2013).

Peynir altı suyu proteini bazlı tamamen suda çözünür filmler üretilebilmektedir. Ancak peynir altı suyu proteini izolatının ısı ile denatüre edilmiş çözeltileri proteinin çözünmez olduğu filmler oluşturmaktadır. Peynir altı suyu proteinleri ile zayıf nem bariyerine sahip şeffaf, esnek, ve renksiz filmler üretilebilmektedir. Ayrıca protein bazlı filmler iyi bir aroma bariyerine ve düşük oksijen geçirgenliğine sahiptir. Herhangi bir plastikleştirici eklenmeden üretilen peynir altı suyu protein filmleri çok kırılgandır. Bu

nedenle plastikleştiricilerin eklenmesi peynir altı suyu proteini filmlerine esneklik sağlamaktadır, fakat aynı zamanda su buharı geçirgenliğini arttırmaktadır (Skurtys vd., 2014). Proteinlerden esnek hidrokolloid filmlerin oluşumu sağlamak için yapıyı sağlayan bir film oluşturu protein ve kırılabilirliği azaltmak için bir plastikleştirici olmak üzere iki temel bileşen gerekmektedir. Peynir altı suyu proteini bazlı yenilebilir filmlerde film esnekliğini ve uzayabilirliğini arttırmak için genellikle gliserol ve sorbitol plastikleştirici olarak kullanılmaktadır. Peynir altı suyu proteini izolatından (WPI) üretilen filmlerde, WPI ve gliserol oranının değiştirilmesinin, filmlerin su buharı geçirgenliklerini ve termal özelliklerini etkilediği bildirilmiştir. Gliserol ve protein içeriğinin artmasıyla WPI filmlerinin su buharı geçirgenliği de artmaktadır. %7 ve 10%(w/w) protein konsantrasyonlarında elde edilen WPI filmlerinden en iyi film bariyeri özellikleri, en düşük protein konsantrasyonu (%7) ve %40 (w/w) gliserol içeriğinde elde edilmiştir (Kokoszka vd., 2010). Peynir altı suyu proteini ve kalsiyum kazeinat bazlı filmler ile kaplanan elma ve patates dilimlerinde oksijen bariyeri olarak rol alarak esmerleşme reaksiyonlarının yavaşlatılması sağlanmıştır. Filmlerin etkisi karşılaştırıldığında peynir altı suyu proteininin, kalsiyum kazeinata kıyasla daha iyi antioksidan kapasiteye sahip olduğu belirtilmiştir (Tien vd., 2001). Peynir altı suyu proteini bazlı yenilebilir filmlerin özelliklerini geliştirmek için yüksek güçlü ultrason, mikrobiyal transglutaminaz ilavesi ve ikisinin kombinasyonu uygulanarak protein yapısının modifikasyonu ve çapraz bağlanmanın film özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Ultrason uygulanmış filmlerin su buharı geçirgenliği, uygulanmamış ve ısıtılmış işlem görmüş filmlerden daha düşük bulunmuştur. Ancak, ısıtılmış işlem görmüş filmler daha iyi mekanik özellikler göstermiştir. Seçilen peynir altı suyu proteini filmlerin peynir dilimleri ayırıcıları olarak kullanım potansiyeli değerlendirilmiştir ve dilim ayırma kolaylığı ve dilim bütünlüğü konusunda peynir rengini ve kokusunu değiştirmeden ticari malzeme ile benzer sonuçlar bulgulanmıştır (Cruz-Diaz vd., 2019). Fernandes vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada prebiyotiklerden ksiloligosakkaritler (XOS) ve galaktooligosakkaritler ile zenginleştirilen peynir altı suyu proteini bazlı filmler teknolojik ve fonksiyonel yönleri göz önünde bulundurarak yenilebilir fonksiyonel ambalajlar geliştirilmiştir.

2.4.3. Lipid Bazlı Biyobozunur Filmler

Lipit bazlı biyobozunur filmlerin suya karşı afinitesi düşük olduğundan su buharı geçirgenliği karbonhidrat ve protein bazlı filmlere göre daha düşüktür. Bununla birlikte

lipitler ve benzeri gıdalarda kullanabilir hidrofobik maddelerden elde edilen filmler, düşük yoğunluklu polietilen veya polivinil klorür gibi plastik filmlerin geçirgenlik değerlerine yakın geçirgenlik değerlerine sahiptir. Ticari olarak kullanılan plastik ambalajlara benzer geçirgenlik özelliği göstermesi çevreci biyobozunur ambalajların geliştirilmesinde kullanılabilirliğini ön plana çıkarmaktadır. Geçirgenlik özellikleri bakımından lipit bazlı filmler avantaj sağlasa da tek başına kullanıldıklarında kırılgan yapıdadırlar. Bu nedenle iki tabakalı veya emülsiyon filmleri oluşturmak için genellikle hidrokolloidlerle birleştirilmektedir (Morillon vd., 2002). Lipit bazlı filmler neme karşı bariyer özelliği sağlamak amacıyla farklı ürünlerde kullanılmaktadır. Şarap şişesi mantarları, mantarın ıslanmasını ve mantardan şaraba aromaların salınmasını önlemek için balmumu ve parafin mumu ile kaplanabilmektedir. Bu kaplama yöntemi, şarap şişelerinde plastik mantarların kullanımına bir alternatif sunmaktadır. Kakao yağı ve kakao bazlı filmler şekerleme ve bisküvi endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Nem göçünü önlemek için pizza ve hamur ürünlerinde ve kuru tahıl bazlı ürünlerde kullanılmaktadır (Debeaufort ve Voilley, 2009).

Her hidrofobik maddenin sahip olduğu kendine özgü fizikokimyasal özellikleri nedeniyle bu maddelerden elde edilen lipit bazlı yenilebilir filmler nem transferine karşı değişken davranışlar gösterebilmektedir. Kester ve Fennema (1989) tarafından yapılan çalışmada, polar bir destek olarak kullanılan selüloz bazlı filtre kağıdına uygulanan farklı kimyasal gruplara sahip yağların bariyer etkinlikleri karşılaştırılmış ve en etkili olarak balmumu, ardından stearil alkol, asetil asil gliseroller, hekzatriakontan tristearin ve stearik asit yer almıştır. Bu sınıflandırmanın, su ile etkileşime giren moleküllerin hidrofobikliği ile ilgili olduğu bilinmektedir. Lipit bazlı filmlerin eldesinde hayvansal ve bitkisel sıvı ve katı yağlar (yer fıstığı, hindistan cevizi, palm, kakao, hurma çekirdeği yağları, vb.), doğal bitkisel ve hayvansal mumlar (balmumu, kandelilla, karnauba, jojoba, vb.), farklı tip reçineler, emülgatörler ve yüzey aktif maddeler (lesitinler, mono- ve digliseritler, mono- ve digliserit esterleri) kullanılmaktadır (Debeaufort ve Voilley, 2009). Kandelilla mumu bazlı yenilebilir filmler avokadoların kalitesini ve raf ömrünü korumak amacıyla kullanılmıştır. Çalışmada kandelilla mumu bazlı film matrisi içerisine ellagik asit eklenmesinin raf ömrü ve bütün avokadoların kalitesi üzerine etkisi araştırılmıştır. Kontrol örnekleri olarak ellagik asit içermeyen kandelilla mumu ile kaplanmış ve kaplama uygulanmamış avokado örnekleri seçilmiştir. Ellagik asit içeren kandelilla mumu bazlı yenilebilir film uygulaması, pH, su

aktivitesi, parlaklık ve ağırlık kaybındaki değişiklikleri önemli ölçüde azaltarak avokado meyvelerinin kalitesini korumuştur ve raf ömrünü uzatmıştır (Saucedo-Pompa vd., 2009).

2.4.4. Kompozit Biyobozunur Filmler

Biyobozunur filmler ve kaplamalar, polisakkaritler, proteinler ve/veya lipidlerin bir karışımından oluşan heterojen yapıda oluşturulabilmektedir. Bu yaklaşım, film oluşturan bir biyopolimerin her bir biyopolimerin sunduğu farklı fonksiyonel özellikleri kullanmasını sağlamaktadır (Bourtoom, 2008). Karbonhidrat bazlı filmlerin optik (şeffaf, renksiz), organoleptik (tatsız, tatsız, kokusuz) ve bariyer özellikleri (O_2 ve CO_2 geçirgenliği) genellikle film oluşumu için ideal kabul edilirken, mekanik mukavemet özelliklerinin genel olarak zayıf olduğu bilinmektedir. Bu bakımdan polisakkaritlerin yüksek molekül ağırlıklı bileşiklerle kombinasyonları geliştirilmiş mekanik özellikler sağlamaktadır. Farklı kombinasyonlara sahip kompozit film matrisleri, potansiyel sınırlamaların üstesinden gelirken, aynı zamanda her bir bileşenin avantajı birleştirilerek arzu edilen fonksiyonel özellikler oluşturulabilmektedir (Thakur vd., 2016; Zhu vd., 2014).

Karbonhidrat bazlı filmler, polimer zincirinin bir film matrisinde hidrofilik ve hidrojen bağı oluşturarak, çözücünün buharlaştırılması yoluyla yeniden şekillendirilmesi sonucu oluşur. Bu filmler hidrofilik polimerlerden oluştuğundan düşük nem bariyerine sahiptir. Protein filmler ise bir çözücünün eklenmesi, pH'ın değiştirilmesi, çapraz bağ elde etmek için bir elektrolit eklenmesi ve/veya ısı uygulanmasıyla polipeptit zincirlerinin kısmi denatürasyonu ile oluşturulmaktadır. Kısmen denatüre peptit zincirlerinin hidrofilik ve hidrojen bağları yoluyla birbirine bağlanması sonucu bir protein matrisinin oluşumu meydana gelir. Bu nedenle proteinler, biyobozunur ambalajların elde edilmesinde ağ oluşturma ve elastikiyet özellikleri ile avantaj sağlamaktadır (Rhim ve Perry, 2007). Farklı protein ve karbonhidrat kompozisyonlarının kullanılması ile elde edilen filmler daha iyi bariyer özelliği göstermekte ve mekanik özellikleri de gelişmektedir. Bu nedenle yenilebilir ve biyolojik olarak bozunabilir filmler teknolojisine yeni bir yaklaşım olarak işlevselliklerini geliştirmek için farklı polisakaritler, proteinler ve lipidler bir arada kullanılarak kompozit filmlerin üretimi gerçekleştirilmektedir (Galus ve Lenart, 2013).

Selüloz bazlı filmlerin genellikle film geçirgenlik ve mekanik özelliklerini iyileştirmek için nişasta, jelatin, gum veya diğer biyopolimer ile kompozit yapıda

uygulandığı görülmektedir. Taze yaban mersini meyvelerini ambalajlamak için alternatif biyobozunur gıda ambalaj malzemesi olarak bakteriyel selüloz ve guar zımkı esaslı polivinil pirolidon-karboksimetil selüloz (PVP-CMC) hidrojel filmi geliştirilmiştir. Geliştirilen filmler 28 gün içinde %80 biyolojik olarak parçalanabilir olup, film ile paketlenen yaban mersinleri 15 gün boyunca tazeliğini korumuştur (Bandyopadhyay vd., 2019). Bir diğer çalışmada pH ve karıştırmanın bir fonksiyonu olarak elde edilen jelatin-CMC kompozit filmlerin özellikleri incelendiğinde, polimer kompleksi daha az çözünürlüğe sahip dirençli film ağlarının oluşmasını sağlamıştır. CMC'nin jelatin filmlere dahil edilmesiyle su buharı geçirgenliğinin önemli ölçüde etkilenmediği gözlemlenmiştir (Esteghlal vd., 2018). Hazirah vd. (2016) tarafından yapılan çalışmada farklı oralarda (%0-25 w/w) ksantan gum ilavesinin CMC- jelatin kompozit filmlerin fiziksel ve mekanik özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Ksantan gum ilavesinin, jelatin-CMC kompozit filmlerinin kalınlığını, nem içeriğini ve su buharı geçirgenliğini arttırmakla birlikte, daha yüksek mekanik mukavemet sağladığı görülmüştür. Jelatin-CMC filmlerinin fiziksel ve mekanik özellikleri en iyi ölçüde %5 ksantan zımkı ilave edilerek iyileştirilmiştir. Pullulan, aljinat ve karboksimetilselüloz (CMC) polisakkaritlerinden elde edilen filmlerin özellikleri incelendiğinde aljinat ve CMC'nin pullulan içine katılmasıyla su bariyeri ve mekanik özellikler önemli ölçüde zayıflamıştır. Ayrıca pullulanın aljinat veya CMC ile yaklaşık %17-33 (toplam polimer /ağırlık) kadar harmanlanması filmlerin suda çözünürlüğü süresini azaltmıştır (Tong vd., 2008).

Pektin bazlı biyobozunur filmlerin hidrofilik yapıları nedeniyle suya karşı zayıf bariyer ve zayıf termomekanik özellikleri bilinmektedir. Ayrıca, yüksek bağıl nemli koşullarda daha zayıf su bariyer özellikleri sergilemektedir. Bu nedenle, başta suya karşı bariyer özelliği olmak üzere, mekanik özelliklerini de geliştirmek amacıyla farklı karbonhidrat veya proteinlerle kompozit yapıları oluşturulmaktadır. Pektin esaslı biyobozunur filmlerin mekanik, termal ve su buharı bariyer özelliklerini iyileştirmek amacıyla ağırlıkça %2, 5 ve %7 olacak şekilde kristalin nanoselüloz (CNC) dahil edilerek mekanik ve su buharı özellikleri açısından %5 CNC içeren nanokompozit filmlerde optimum sonuç elde edilmiştir. Nanoselüloz ilavesi ile filmlerin çekme mukavemetinin %84 oranında arttığı ve su buharı geçirgenliğinin %40 oranında azaldığı bulgulanmıştır (Chaichi vd., 2017). Da Silva vd. (2009) tarafından kalsiyum ile çapraz bağlanma sağlanan pektin-aljinat kompozit filmlerinin eldesinde gliserol konsantrasyonunun etkisi değerlendirilmiş ve temas edilen kalsiyum çözeltisinde %10 gliserol içeren uygulama ile kabul edilebilir

mekanik özelliklere, düşük çözünürlüğe ve sınırlı derecede su almaya sahip şeffaf aljinat ve pektin kompozit filmler elde edilmiştir. Pektin esaslı filmlerin peynir altı suyu proteini ile transglutaminaz enzimi varlığında oluşturduğu yenilebilir kompozit filmlerinin iyi su buharı ve gaz bariyeri özelliklerine sahip olduğu belirlenmiştir. Taze kesilmiş elmalar, patatesler ve havuçlar, transglutaminaz varlığında hazırlanan kompozit peynir altı suyu proteini-pektin filmi ile kaplanarak depolama boyunca kalite analizleri gerçekleştirilmiştir. Peynir altı suyu proteini-pektin-transglutaminaz bazlı yenilebilir kompozit kaplama, örneklerin ağırlık kaybının azaltılmasında, mikrobiyal gelişimin önlenmesinde, antioksidan aktivitenin korunmasında ve meyve ve sebze sertliğinde değişiklik olmaması ile depolama sırasında taze kesilmiş elma, patates ve havuç bozulmasını önlemek için etkili olmuştur (Marquez vd., 2017).

Aljinat bazlı filmlerin çoğu, katyon bağlanması yoluyla jel oluşturma yeteneğine dayanmaktadır. İki değerlikli katyonlardan kalsiyum (Ca^{+2}) uygulaması sonucu, suda çözünür sodyum aljinattan suda çözünmeyen kalsiyum aljinata geçişi gerçekleştirilerek film özellikleri iyileştirilmektedir (Galus ve Lenart, 2013). Bunun yanı sıra farklı biyopolimerlerin film kompozisyonuna dahil edilmesiyle de aljinat bazlı filmlerin özellikleri geliştirilmiştir. Farklı oranlarda (%0, 25, 50, 75) düşük metoksilli pektinin sodyum aljinat bazlı filmlere dahil edilmesi sonucu elde edilen aljinat-pektin kompozit filmlerde daha yüksek aljinat içeriğine sahip filmler, yüksek oranda pektin içerenlere kıyasla önemli ölçüde daha düşük su buharı geçirgenliği göstermiştir. Ayrıca, sodyum aljinat ve pektin kombinasyonu sonucu, bileşenler arasındaki uyumluluk ve kimyasal etkileşim nedeniyle kopma mukavemeti ve uzaması daha yüksek filmler elde edilmiştir (Galus ve Lenart, 2013). Bir diğer çalışmada saf aljinat ve k-karragenan filmleriyle karşılaştırıldığında, aljinat ve k-karragenan biyopolimeriyle oluşturulan kompozit filmler daha iyi mekanik özellikler ve gelişmiş bir su tutma davranışı göstermiştir (Paşcalău vd., 2012).

Birçok protein esaslı filmde olduğu gibi, sodyum kazeinat filmlerinin de sahip olduğu zayıf su buharı direnci gıda ambalajlarındaki uygulamalarını sınırlandırmaktadır. Filmlerin su buharı bariyerini arttırmak için yaygın olarak kullanılan bir yöntem, lipidler gibi hidrofobik bileşiklerin film oluşturuca çözeltiye dahil edilmesidir. Protein esaslı filmlerin işlevselliğini geliştirmek için diğer bir alternatif, polimer zincirlerinin çapraz bağlanması yoluyla polimer ağının modifiye edilmesidir (Chambi ve Grosso, 2006). Kazein filmlerinin fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirmek amacıyla jelatin ile farklı oranlarda formülasyonları yapılarak ve çapraz bağlı proteinlerin eldesi için transglutaminaz

kullanılarak kazein-jelatin kompozit filmleri elde edilmiştir. Transglutaminaz ilavesiyle veya bu işlem olmaksızın elde edilen kazein-jelatin kompozit filmleri, tek başına jelatin veya kazeinden elde edilen filmlere kıyasla önemli ölçüde film uzaması göstermiştir. Kompozit filmlerde en düşük su buharı geçirgenliği transglutaminaz içeren kazein:jelatin (75:25) kombinasyonu ile sağlanmıştır (Chambi ve Grosso, 2006).

2.5. Aktif Nanokompozit Filmler ve Fonksiyonel Özellikleri

Nanokompozit filmlerin elde edilmesi, hazırlanan film çözeltisinin nano formuna getirilmesi veya nanopartiküllerin ilave edilmesi ile gerçekleştirilmektedir. Nanokompozit filmler geliştirilmiş nem, su ve oksijen bariyer özelliklerinin yanında doğal aktif maddelerin taşıyıcısı olarak da rol oynamaktadırlar. Antioksidanlar, antimikrobiyaller, renk maddeleri ve diğer bileşenlerin taşınması için önemli araçlardır (Dursun vd., 2010). Özellikle nanoyapılı antimikrobiyaller normal antimikrobiyalere göre daha geniş yüzey alanına sahip olup, daha yüksek antimikrobiyal aktivite göstermekte ve gıdanın raf ömrünü uzatmaktadır. Nanoemülsiyonlar ile elde edilen filmlerin aktif özelliklerinin daha yüksek olduğu yapılan birçok çalışmada gösterilmiştir. Kriegel vd. (2009) tarafından karanfil uçucu yağının ana aroma bileşeni ve aynı zamanda lipofilik bir antimikrobiyal olan eugenol'ün kitosan içerisinde nanofiberleri oluşturulmuştur. Eugenol içeren nanofiberlerin *Salmonella typhimurium* ve *Listeria monocytogenes*'e karşı antimikrobiyal aktivitesinin eugenol mikroemülsiyonlarından daha yüksek olduğunu görülmüştür. Benzer şekilde, %3 (w/w) oranında *Zataria multiflora* Boiss (Şiraz kekiği) bitki ekstraktı ilave edilen ve ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile fesleğen tohumundan elde edilen gum nanoemülsiyonlarından üretilen filmlerde artan ultrasonikasyon süresine (0, 2,5, 5, 10 dk) bağlı olarak antimikrobiyal özellikleri de artmıştır. Şiraz kekiği ekstraktı ile zenginleştirilmiş gum bazlı nanoemülsiyonların düşük üretim maliyeti, hidrofiliklik yapısı, uygun reolojik özellikleri, biyoyumluluk, ve biyobozunurluk özellikleri ile yenilebilir filmler ve kaplamalar geliştirmek için önemli avantajlara sahip olduğu belirlenmiştir. (Gahruie vd., 2017). Karanfil esansiyel yağı içeren fındık unu proteini bazlı nanoemülsiyon filmlerin gıda kaynaklı patojen mikroorganizmalara (*E. coli*, *L. monocytogenes*, *S. aureus*) karşı antimikrobiyal ve antioksidan özelliklerinin artış gösterdiği, aynı zamanda bariyer özelliklerinin de iyileştirildiği belirlenmiştir (Gul vd., 2018). Limon esansiyel yağının kitosan ile hazırlanan nanopartikülleri de benzer şekilde normal yağa göre daha yüksek

antimikrobiyal aktivite (*Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogenes*, *Shigella dysenteriae*, ve *Escherichia coli*) göstermiştir (Sotelo-Boyaz vd., 2017). Antimikrobiyal aktif ambalajlama teknolojisinde esansiyel yağların nanopartiküllerinin kullanılması iki önemli avantaj sağlamaktadır. Bunlardan biri doğal olarak bulunan antimikrobiyal aktivitenin arttırılması, diğeri ise aroma maddelerinin salınım hızının sınırlandırılmasıdır.

Kekik aroma bileşiklerinden biri olan ve aynı zamanda yüksek antimikrobiyal özelliğe sahip olan timol bileşiğinin (110ppm) nanoemülsiyonunun eklendiği kino ve kitosan bazlı yenilebilir filmlerin *Botrytis cinerea* küfünü inhibe ettiği görülmüştür. Bununla birlikte, nanoemülsiyon bazlı antimikrobiyal yenilebilir kaplama, domateslerde küf gelişimi üzerine antifungal etki sağlamıştır (Robledo vd., 2018). Bir diğeri çalışmada, iyonik jelleşme yöntemi ile hazırlanan kitosan timol nanoparçacıklarının %1 oranında ilave edildiği kino proteini ve kitosan bazlı yenilebilir filmlerin performansı geliştirilmiş ve bu filmler polietilen tereftalat (PET) ambalajlara iç kaplama olarak uygulanarak yaban mersini ve cherry domatesin hasat sonrası ağırlık kaybını azaltmıştır (Medina vd., 2019). Farklı konsantrasyonlarda tarçın esansiyel yağı nanoemülsiyonları (%0,2, 0,4, 0,6, 0,8 v/v) içeren çözünür soya fasulyesi polisakkaritinden geliştirilen nanokompozit ve biyoaktif filmler çeşitli Gram pozitif ve Gram negatif bakterilere karşı antimikrobiyal etki göstermiştir. Tarçın esansiyel yağı nanoemülsiyonlarının filmlere dahil edilmesi sonucu filmlerin fiziksel özellikleri ve su buharı bariyer özellikleri geliştirilerek, önemli ölçüde antimikrobiyal ve antioksidan aktivitesi sağlanmıştır. Tarçın esansiyel yağı, antioksidan veya antimikrobiyal özellikleri ile gıda ürünlerinin kalitesini korumak ve fonksiyonel özelliklerini geliştirmek için kullanılan doğal koruyucular arasında yer almaktadır. Esansiyel yağın nanoemülsiyonlarının oluşturulması ile fonksiyonel özellikleri arttırılmış ve filmlere dahil edilmesi ile aktif ambalajlama uygulamaları için yenilikçi biyoaktif nanokompozit filmler elde edilmiştir. Fonksiyonel özellikler katılan bu filmlerin formülasyonu gıda modeli olarak taze kırmızı etlerin kaplanması uygulanarak aktif ambalajlama ile 8 gün boyunca taze etlerin kalite özelliklerini koruyarak ve mikrobiyal gelişimi azaltarak raf ömrünü arttırmıştır (Ghani vd., 2018).

Gıdalarda oksidasyonu önlemek için antioksidan yüklü nanokompozit aktif filmlerin geliştirildiği çalışmalar da dikkat çekmektedir. Gıdalarda oksidasyonu azaltmak için antioksidanların paketleme filmleri veya kaplamaları ile birleştirilmesi, gıdanın kalitesini koruyarak gıdanın raf ömrünü önemli ölçüde uzatmaktadır. Bitkilerde yaygın olarak bulunan birçok fenolik bileşiğin, antioksidan aktivite dahil olmak üzere çeşitli biyolojik

etkilere sahip olduđu rapor edilmiştir. Fenolik bileşiklerin antioksidan aktivitesi, serbest radikalleri temizleme, hidrojen atomları veya elektronları vererek kimyasal yapılarının bir sonucu olarak metal katyonlarını şelatlama yeteneklerinden kaynaklanmaktadır. Ancak, çoğu bu bitki bileşenlerinin uçucu olması nedeniyle geleneksel ambalaj üretiminde kullanımı zordur. Daha az ısı işlem kullanan üretim stratejileri kullanılabilmesine rağmen, bu bileşikler depolama sırasında atmosfere uçucu madde olarak salınmaktadır (Lopez vd., 2012). Bu nedenle nanokompozit yapılar oluşturularak aktif maddelerin etkinliğini arttırılmakta ve kontrollü salınımı sağlanabilmektedir. Kekik, biberiye, karanfil, zerdeçal, tarçın, sarımsak gibi doğal kaynaklardan elde edilebilecek esansiyel yağlar ve türevlerinin filmlere katılması, filmlerin antioksidan özelliklerini geliştirebilmektedir. Zein-rutin kompozit nanopartikülleri eklenerek mısır nişastası ve gliserol içeren aktif nanokompozit filmler geliştirilmiştir. Rutin nanopartiküllerinin mısır nişastası bazlı filmlerde güçlü antioksidan özelliği gösterdiği belirlenmiş ve rutin nanopartiküllerinin artan konsantrasyonu ile filmlerin su buharı geçirgenliği de azalmıştır (Zhang ve Zhao, 2017). Likopen nanokapsüllerinin eklenmesiyle antioksidan aktivitesi olan biyobozunur kassava nişastası bazlı filmler geliştirilmiştir. Likopen nanokapsüllerinin eklenmesi aynı zamanda filmlerin fiziksel özelliklerini iyileştirmiş ve su buharı geçirgenliğini azaltmıştır (Assis vd., 2017). Aktif bileşik olarak alfa-tokoferol, sarımsak esansiyel yağı ve sinnamaldehit'in nanopartiküllerini içeren jelatin, jelatin-sodyum kazeinat ve jelatin-kitosan bazlı aktif filmler geliştirilmiştir. SEM ve FTIR analizlerine göre, film yapısının jelatin-kitosan bazlı kompozit yapıda iyi uyum sergilediği ve aktif maddelerin bu matriste düzgün bir şekilde dağıldığı görülmüştür. Jelatin-sodyum kazeinat bazlı aktif filmler, en iyi antioksidan aktiviteyi göstererek, gıda maddelerinin raf ömrünün uzaması için aktif ambalaj olarak kullanılabileceği belirtilmiştir (Córdoba ve Sobral, 2017).

Lignoselülozik materyaller, biyolojik olarak parçalanabilirliği, toksik olmaması, düşük yoğunluğu ve film oluşturma özellikleri nedeniyle biyopolimerlerin üretimi için en önemli doğal kaynaklardan biri olmaktadır. Ayçiçeği sapları, kenevir lifleri, bambu özü, ananas yaprağı lifleri, hindistan cevizi kabuğu lifleri gibi farklı tarımsal atıkların kullanıldığı birçok çalışma, selüloz ve türevlerini elde etmek için düşük maliyetli kaynakların kullanımına odaklanmıştır (El Achaby vd., 2018). Son yıllarda selüloz ve selüloz türevlerinin nanopartikülleri geliştirilerek yüksek mekanik, optik, termal ve bariyer özelliklerine sahip nanokompozit filmlerin üretilmesinde yaygın kullanılmaktadır. El Achaby vd. (2018) tarafından asma atıklarından alkali ve ağartma işlemlerinin ardından sülfürik asit hidroliz

işlemleri uygulanarak selüloz nanokristalleri (CNC) elde edilmiştir ve CNC ağırlıkça %1, 3, 5, 8 oranlarında karboksimetil selüloz nanokompozit filmlere ilave edilmiştir. CNC'nin karboksimetil selüloz biyopolimerine dahil edilmesi, elastik modül ve gerilme direncinin artmasıyla mekanik olarak daha güçlü nanokompozit filmler ile sonuçlanmıştır. Başka bir çalışmada, selüloz nanokristalleri ilave edilen biyolojik olarak parçalanabilen kitosan ve guar gum ile formüle edilen nanokompozit filmler geliştirilmiştir. Reolojik davranışı üzerine etkisi incelendiğinde, ağırlıkça %1, 3, 5, 7 CNC içeren nanokompozit filmlerin süspansiyonlarında kayma viskozitesi artan CNC miktarı ile birlikte artış göstermiştir. Selüloz nanokristallerinin sahip olduğu yüksek polarite ve geniş yüzey alanı sayesinde su ile oluşturduğu güçlü etkileşimlerin viskozitedeki artışı sağladığı belirtilmiştir. Ayrıca, elde edilen kitosan/ guar gum/ NCC nanokompozit filmlerin, normal kitosan/ guar gum filmlerine kıyasla geliştirilmiş gerilme direnci ve azaltılmış oksijen geçirgenliği gösterdiği belirlenmiştir (Tang vd., 2018). Protein bazlı biyopolimer filmlerde ise yenilebilir kaplamadan ziyade tek başına film olarak kullanılmasını sağlamak için uzama değerlerini düşürmeden çekme dayanımını geliştirerek tekstür özelliklerini iyileştirmek hedeflenmektedir. Bu amaçla, zein nanopartikülleri ilave edilen peynir altı suyu proteini izolatu (WPI) bazlı biyo-nanokompozit filmlerin su buharı bariyeri ve mekanik özellikleri önemli ölçüde geliştirilmiştir. Filmlerde düzgün bir dağılım elde etmek için nanopartiküller sodyum kazeinat ile kaplanmıştır (Oymaci ve Altinkaya, 2016). Protein ve lipidlerin birlikte yer aldığı kompozit filmlerde lipidlerin partikül boyutunun film mekanik ve bariyer özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Acetem (kısmen hidrojenlenmiş soya fasulyesi yağından elde edilen monogliseritlerin asetik asit esteri) ve Tween 60 (polioksietilen sorbitan monostearat)'ın ayrı ayrı karvakrol ve sinnamaldehit'de dahil edilerek mikro ve nanodropletleri su içinde yağ emülsiyonunda oluşturulmuş ve doğal emülsifikasyon yöntemi ile soya proteini bazlı film çözeltilerine eklenmiştir. Daha uzun karıştırma süresi, damlacık boyutunun nano ölçeğe indirgenmesinde etkili olmuştur. Damlacık boyutunun azaltılmasıyla lipidlerin yüzey alanındaki artış sonucu nanokompozit filmlerin bariyer özellikleri geliştirilmiştir. Su buharı bariyer özellikleri, hidrofobik bileşiklerin eklenmesiyle geliştirilmiştir (Otoni vd., 2016).

2.6. Akıllı Filmler

Gıda ambalajlama teknolojilerinin en yenilerinden biri olan akıllı ambalajlama, gıdanın paketlenmesinin ardından nakliye ve depolama süresince gıdanın güvenliği ve kalitesi hakkında üretici ve tüketiciye bilgi verebilen sistemlerdir. Bu ambalajlara, zaman-sıcaklık indikatörleri, tazelik indikatörleri, O₂ ve CO₂ indikatörleri içeren ambalajlar veya özel barkodlu ambalajlar örnek verilebilir (Realini ve Marcos, 2014). Tazelik indikatörleri, mikrobiyal bozulma sonucu oluşan metabolitlerin varlığında ambalaj üzerindeki etiketin veya ambalajın renk değiştirmesine dayanmaktadır. Bu metabolitlere organik asitler, etanol, uçucu azot bileşikler, aminler, karbondioksit, kükürtlü bileşikler ve hidrojen sülfür örnek verilebilir (Zeuthen ve Bogh-sorensen, 2003). Ambalajın tepe boşluğunda toplanan bu bileşiklerin etkisiyle pH değişmekte ve bu durum pH'ya duyarlı materyallerde renk değişiminin gözlenmesiyle anlaşılmaktadır (Öksüztepe ve Beyazgül, 2015). pH indikatörlerinin geliştirilmesi için kullanılan boyaların çoğu sentetiktir ve toksik etkileri olabileceğinden gıda uygulamaları için kullanımı uygun değildir. Bu nedenle literatürde yer alan güncel çalışmalarda pH'ya duyarlı akıllı filmler geliştirmek üzere doğal ve gıdaya uygun malzemelerin kullanımı araştırılmaktadır.

Antosiyaninler, suda çözünür, toksik olmayan, ekstrakte edilmesi kolay olan ve bitkilerde doğal olarak oluşan pigmentlerdir. Renkleri pembe, yeşil, mavi ve sarıya dönüştüğünden, yapısal değişikliklerin bir sonucu olarak pH değişimine duyarlıdır (Prietto vd., 2018). Antosiyaninlerin doğal pH indikatörü olarak kullanılması ile düşük maliyetli ve gıdalarda bozulma sonucu oluşan pH değişimine bağlı olarak renk değişimi gösteren akıllı filmler elde edilebilmektedir.

Kurek vd. (2018) tarafından farklı konsantrasyonlarda (%1, 2 ve 4 w/v) yaban mersini ve böğürtlén posası ekstraktları ilave edilen kitosan bazlı akıllı filmler geliştirilmiştir. Yaban mersini posası ekstraktı içeren filmler mavi-yeşil, böğürtlén posası içeren filmler mor renk özelliği göstermiştir. Ortam pH değerinin 2'den 10'a değiştirilmesiyle filmlerde önemli renk değişimleri bulgulanmıştır. Ma vd. (2018) tarafından antosiyanin bakımından zengin olan dut ekstraktı polivinilalkol ve kitosan nanopartiküllerine enkapsüle edilerek akıllı filmler geliştirilmiştir. Filmlerin yenilebilir kaynaklardan elde edilmesi ve yüksek çekme mukavemeti ile gıda ambalajlamaya uygunluğu avantaj sağlarken, pH'ya bağlı renk değişimi göstermesi akıllı ambalajlamada kullanımını öne çıkarmıştır ve balık bozulmalarının izlenmesinde test edilmiştir. Depolama süresince balıklardaki bozulma ile

beraber indikatörün rengi kırmızıdan yeşile doğru değişim göstermiştir. Bu durum, enzimler ve mikroorganizmalar tarafından karbonhidratlar, proteinler ve yağların parçalanması sonucu birçok uçucu azot bileşiklerin açığa çıkması ile açıklanmaktadır. Ambalaj içerisine biriken bu bileşikler ortam pH'sını arttırarak indikatörde renk değişimine neden olmaktadır. Saliu ve Della Pergola (2018) tarafından karbondioksit duyarlı kolorimetrik indikatör geliştirilmiştir. Bu indikatör lizin/poli-lizin/antosiyeninler içeren mavi renkli sulu çözeltinin karbondioksit varlığında pembe renge dönüşmesine dayanmaktadır. Bazik pH'ya sahip olan bu çözelti (lizin, pH>8) karbondioksit varlığında lizinin protonlaşması sonucu lizin karbamik asite dönüşerek pH 5,5'un altına düşmektedir ve ortamda bulunan antosiyeninler düşük pH'da pembe-mor renk göstermektedir. Çalışmada 4 ve 10°C'de depolanan tavuk eti ambalajlarına yerleştirilen bu indikatör, mikrobiyal gelişme ile uyumlu olarak renk değişimi göstermiştir.

Liu vd. (2017) tarafından pH değişimine bağlı olarak renk değişimi gösteren akıllı ambalaj indikatörü olarak kullanıma uygun nişasta/polivinil alkol bazlı filmler geliştirilmiştir. Geliştirilen filmler *Bacillus subtilis*, *Aspergillus niger* ve *Staphylococcus aureus*'a karşı antimikrobiyal özellik göstermiştir. Çalışmada geliştirilen antimikrobiyal ve indikatör filmlerin akıllı ambalajlama uygulaması cam kavanozlarda depolanan pastörize sütlerde yapılmıştır ve 48 saat süre sonunda mikrobiyal gelişme sonucu pH değişimine bağlı olarak filmlerin pembe renk'ten kırmızı renge geçişi görülmüştür. Zhai vd. (2017) tarafından antosiyeninler içeren nişasta/polivinil alkol) bazlı kolorimetrik filmler geliştirilerek pH değişimine bağlı olarak renk değişimi sunulmuştur. Akıllı ambalajlama uygulamasında; soğukta (4°C) depolanan balıklarda tazelik göstergesi olarak incelenmiştir. Balıklarda bozulma sonucu oluşan aminlerin birikimiyle ortam pH'sının yükselmesine bağlı olarak antosiyeninlerin pembe-mor rengi mavi renge dönüşerek ürün tazeliği hakkında bilgi vermektedir. Mor tatlı patates antosiyeninleri kullanılarak gellan gum bazlı pH indikatörleri geliştirilmiş ve proteince zengin gıdalarda kullanılabileceği önerilmiştir (Wei vd., 2017). Benzer şekilde kırmızı lahana antosiyeninleri kullanılarak kitosan ve polivinilalkol bazlı pH indikatörü filmler geliştirilmiş ve taze gıdalarda kullanılabileceği önerilmiştir (Pereira vd., 2015). Bir başka çalışmada ise indikatör boyalar kullanılarak kitosan, sitrik asit, karboksimetilselüloz bazlı sülfür ve etil alkole duyarlı uçucu bileşik indikatörü geliştirilmiştir. Bu indikatörlerin özellikle taze meyvelerin olgunlaşma derecesinin göstergesi olarak kullanılabileceği önerilmiştir (Niponsak vd., 2016).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Tez çalışmasında kullanılan kestane, sedir ve sığla kabuklarının ekstraktları, ekstraksiyon koşullarının maksimum toplam fenolik ve antioksidan kapasite değerlerini sağlayacak şekilde optimize edildiği bir önceki tez çalışmasında (Erdoğan, 2022) üretilerek sağlanmıştır. Sodyum kazeinat ve zein sırasıyla GMT Food (İstanbul, Türkiye) ve Sigma-Aldrich'ten (St. Louis, MO, ABD) satın alınmıştır. HPLC saflıkta asetonitril ve buzlu asetik asit sırasıyla ISOLAB (Eschau, Almanya) ve Merck'ten (Darmstadt, Almanya) satın alınmıştır. Film üretiminde hammadde olarak 220 Bloom'a sahip toz jelatin (Alfasol, E441) ve toz elma pektini (Alfasol, E440) kullanılmıştır. Plastikleştirici ajan olarak gliserol (CARLO ERBA) kullanılmıştır. Doğal indikatörler olarak toz formda antosiyanin ve sıvı formda kurkumin temin edilmiştir. Araştırmada model gıda uygulamalarında kullanılan taze kaşar peyniri yerel bir süt ürünleri üreticisinden, Klemantin (*Citrus reticula*) cinsi mandalina ve salatalık örnekleri taze bir şekilde manavdan temin edilmiştir. Yine model gıda uygulamalarında kullanılan tavuk fileto taze şekilde yerel şarküteriden günlük olarak gelen ürünlerden temin edilmiştir. Laboratuvara getirilen örnekler bekletilmeden kaplama ve paketlenme uygulamaları yapılmıştır.

3.2. Ekstraktlarda Özgün Fenolik Bileşiklerin Belirlenmesi

Bir önceki tez çalışmasında (Erdoğan, 2022) optimum koşullarda elde edilen kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktlarında fenolik bileşiklerin analizi Busch vd. (2017) tarafından belirtilen HPLC analiz metodu modifiye edilerek kullanılmıştır. Bu amaçla ekstraktlar 1:10 oranında %80 etanol ile karıştırıldıktan sonra karışım 60°C su banyosunda 1 saat tutulmuştur. Elde edilen ekstraktlar 0,45 µm'lik filtrelerden geçirildikten sonra fenolik madde kompozisyonunun incelenmesi yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (HPLC, Shimadzu 10A, Japan) ile gerçekleştirilmiştir. HPLC kromatografi şartları: zıt-faz C18 kolon (Intersil ODS-3,5 µm), kolon sıcaklığı 25°C, enjeksiyon hacmi 20µL, UV-DAD

(SPD-M20A, Shimadzu) dedektör ile 280, 320 ve 360 nm dalga boylarında, su içinde %0,1 glasiyel asetik asit ve su içinde %70 asetronitril mobil fazları ile gradyan elüsyon koşullarında, akış hızı 0,8 mL/dak olarak gerçekleştirilmiştir . Ekstraktlara özgü fenolik maddelerin tespiti için literatür bilgisi dahilinde mevcut standartların cihaza verilmesi sonucu pik çıkış zamanları incelenmiştir. Bu kapsamda epikateşin, gallik asit, kateşin hidrat, trans-4-hidroksi-3-metoksisinamik asit, quersetin, galangin, elajik asit, hidroksisinamik asit, ferülik asit ve sinamik asit olmak üzere 10 farklı fenolik standardı HPLC analizinde kullanılmıştır. Bu standartlar arasından ekstraktlarda tespit edilen özgün fenolik maddeler için kalibrasyon eğrisi oluşturularak miktarları belirlenmiştir.

3.3. Zein Nanopartiküllerinin Üretimi, Karakterizasyonu ve Optimizasyonu

Konsantre kabuk ekstraktlarının (kestane kabuğu, sedir kabuğu ve sığla kabuğu) her biri belirlenen deneme desenlerine göre nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri kullanılarak ekstrakt yüklenen zein nanopartikülleri elde edilmiştir. Elde edilen zein nanopartiküllerinin partikül boyutu, geçirgenlik, polidispersite indeksi ve zeta potansiyeli değerleri ölçülmüştür. Bununla birlikte ekstrakt yüklenen zein nanopartiküllerinin enkapsülasyon etkinliği de belirlenmiştir.

3.3.1. Zein Nanopartiküllerinin Üretimleri

Nanopartiküllerin çekirdeğini oluşturmak için hidrofobik bir protein (zein) kullanılırken, kabuğu oluşturmak için ise amfifilik bir protein (Na-kazeinat) kullanılmıştır. Nanopartiküllerin üretimi nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon olmak üzere üç farklı yöntem ile gerçekleştirilmiştir. Her bir yöntem için optimum üretim koşulları ve zein konsantrasyonunun belirlenmesi amacıyla deneme deseni oluşturulmuştur. CCRD (Merkezi Tümlşik Tasarım) deneme desenine göre yüksek hızda homojenizasyon, ultrasonik homojenizasyon ve nanoçöktürme yöntemleri ile nanopartikül üretimi için seçilen bağımsız işlem değişkenlerinin sınır değerleri Çizelge 3.1’de verilmiştir.

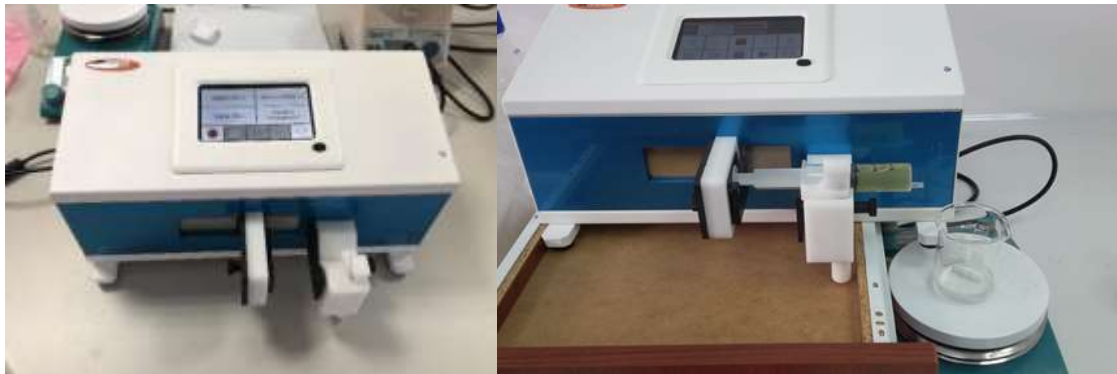
Nanoçöktürme yöntemi için bağımsız işlem değişkenleri zein konsantrasyonu, karıştırma hızı, çözelti akış hızı ve ekstrakt oranından oluşmaktadır. Yüksek hızda

homojenizasyon yöntemi için bağımsız işlem değişkenleri zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, süresi ve ekstrakt oranı olup, ultrasonik homojenizasyon yöntemi için bağımsız işlem değişkenleri ise zein konsantrasyonu, amplitüd, süre ve ekstrakt oranıdır. CCRD deneme desenine göre merkez noktada 6 olmak üzere her bir nanopartikül oluşturma yöntemi için örnek başına 30 adet deneme (3 yöntem x 3 ekstrakt x 30 farklı koşul=270 toplam deneme) gerçekleştirilmiştir (Çizelge 3.2, 3.3 ve 3.4).

Çizelge 3.1. CCRD deneme deseni için değişkenler ve seviyeleri.

Yöntem	Bağımsız Değişkenler	Kodlanmış değerler/Gerçek değerler				
		-2	-1	0	1	2
Nanoçöktürme	X ₁ , Zein konsantrasyonu (mg/ml)	5,0	7,5	10,0	12,5	15,0
	X ₆ , Karıştırma hızı (rpm)	500	750	1000	1250	1500
	X ₅ , Çözelti akış hızı (ml/s)	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8
	X ₄ , Ekstrakt oranı (mg/ml)	2,0	3,5	5,0	6,5	8,0
Yüksek Hızda Homojenizasyon	X ₁ , Zein konsantrasyonu (mg/ml)	5,0	7,5	10,0	12,5	15,0
	X ₃ , Homojenizasyon hızı (rpm)	3000	4750	6000	8250	10000
	X ₂ , Süre (dk)	3	4	5	6	7
	X ₄ , Ekstrakt oranı (mg/ml)	2,0	3,5	5,0	6,5	8,0
Ultrasonik Homojenizasyon	X ₁ , Zein konsantrasyonu (mg/ml)	5,0	7,5	10,0	12,5	15,0
	X ₇ , Amplitüd (%)	20	25	30	35	40
	X ₂ , Süre (dk)	1	2	3	4	5
	X ₄ , Ekstrakt oranı (mg/ml)	2,0	3,5	5,0	6,5	8,0

Nanoçöktürme yönteminde, zein çözeltisi, %1 sodyum kazeinat içeren sulu faz içerisine Şekil 3.1’de yer alan nanopompa (Biasis, Türkiye) aracılığıyla farklı akış hızında ve farklı karıştırma hızında sürekli karıştırma altında aktarılarak nanopartikül üretimi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.1. Nanoçöktürme yöntemi (Nanopompa) ile nanopartikül üretimi.

Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde nanopartikül üretimi, zein çözeltisinin sodyum kazeinat içeren sulu faza ilave edilerek homojenizatörde (Ultra Turrax IKA, T18) farklı homojenizasyon hızı ve farklı homojenizasyon süresi boyunca homojenizasyon işlemine tabi tutulması ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretimi.

Ultrasonik homojenizasyon yönteminde nanopartikül üretimi için zein çözeltisi, sodyum kazeinat içeren sulu faza ilave edilerek ultrasonik homojenizatörde (Hielscher, UP400ST) farklı amplitüd ve süre aralıklarında sonikasyon işlemi uygulanmıştır (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretimi.

Çizelge 3.2. Nanoçöktürme yöntemi ile nanopartikül üretiminde CCRD deneme planı.

Std	Run	Zein Konsantrasyonu (mg/ml)	Karıştırma Hızı (rpm)	Akış Hızı (ml/s)	Ekstrakt Miktarı (mg/ml)
1	8	7,50	750	1,20	3,50
2	16	12,5	750	1,20	3,50
3	12	7,50	1250	1,20	3,50
4	15	12,5	1250	1,20	3,50
5	1	7,50	750	1,60	3,50
6	25	12,5	750	1,60	3,50
7	21	7,50	1250	1,60	3,50
8	5	12,5	1250	1,60	3,50
9	7	7,50	750	1,20	6,50
10	30	12,5	750	1,20	6,50
11	19	7,50	1250	1,20	6,50
12	6	12,5	1250	1,20	6,50
13	24	7,50	750	1,60	6,50
14	9	12,5	750	1,60	6,50
15	20	7,50	1250	1,60	6,50
16	3	12,5	1250	1,60	6,50
17	28	5,00	1000	1,40	5,00
18	22	15,0	1000	1,40	5,00
19	26	10,0	500	1,40	5,00
20	13	10,0	1500	1,40	5,00
21	17	10,0	1000	1,00	5,00
22	29	10,0	1000	1,80	5,00
23	14	10,0	1000	1,40	2,00
24	23	10,0	1000	1,40	8,00
25	10	10,0	1000	1,40	5,00
26	11	10,0	1000	1,40	5,00
27	18	10,0	1000	1,40	5,00
28	2	10,0	1000	1,40	5,00
29	4	10,0	1000	1,40	5,00
30	27	10,0	1000	1,40	5,00

Çizelge 3.3. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde CCRD deneme planı.

Std	Run	Zein Konsantrasyonu(mg/ml)	Homojenizasyon Hızı (rpm)	Süre (dk)	Ekstrakt Miktarı (mg/ml)
1	11	7,50	4750	4	3,5
2	20	12,5	4750	4	3,5
3	4	7,50	8250	4	3,5
4	12	12,5	8250	4	3,5
5	10	7,50	4750	6	3,5
6	5	12,5	4750	6	3,5
7	13	7,50	8250	6	3,5
8	25	12,5	8250	6	3,5
9	1	7,50	4750	4	6,5
10	30	12,5	4750	4	6,5
11	14	7,50	8250	4	6,5
12	29	12,5	8250	4	6,5
13	15	7,50	4750	6	6,5
14	18	12,5	4750	6	6,5
15	16	7,50	8250	6	6,5
16	21	12,5	8250	6	6,5
17	6	5,00	6500	5	5,0
18	23	15,0	6500	5	5,0
19	9	10,0	3000	5	5,0
20	28	10,0	10000	5	5,0
21	8	10,0	6500	3	5,0
22	17	10,0	6500	7	5,0
23	24	10,0	6500	5	2,0
24	26	10,0	6500	5	8,0
25	19	10,0	6500	5	5,0
26	2	10,0	6500	5	5,0
27	7	10,0	6500	5	5,0
28	3	10,0	6500	5	5,0
29	27	10,0	6500	5	5,0
30	22	10,0	6500	5	5,0

Çizelge 3.4. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde CCRD deneme planı.

Std	Run	Zein Konsantrasyonu (mg/ml)	Amplitüd (%)	Süre (dk)	Ekstrakt Miktarı (mg/ml)
1	14	7,50	25	2	3,5
2	3	12,5	25	2	3,5
3	30	7,50	35	2	3,5
4	5	12,5	35	2	3,5
5	16	7,50	25	4	3,5
6	12	12,5	25	4	3,5
7	13	7,50	35	4	3,5
8	22	12,5	35	4	3,5
9	23	7,50	25	2	6,5
10	1	12,5	25	2	6,5
11	19	7,50	35	2	6,5
12	9	12,5	35	2	6,5
13	15	7,50	25	4	6,5
14	7	12,5	25	4	6,5
15	11	7,50	35	4	6,5
16	18	12,5	35	4	6,5
17	17	5,00	30	3	5,0
18	20	15,0	30	3	5,0
19	2	10,0	20	3	5,0
20	25	10,0	40	3	5,0
21	8	10,0	30	1	5,0
22	10	10,0	30	5	5,0
23	24	10,0	30	3	2,0
24	4	10,0	30	3	8,0
25	21	10,0	30	3	5,0
26	27	10,0	30	3	5,0
27	28	10,0	30	3	5,0
28	26	10,0	30	3	5,0
29	29	10,0	30	3	5,0
30	6	10,0	30	3	5,0

3.3.2. Partikül Boyut Analizi, Polidispersite İndeksi ve Geçirgenlik (Transmittans) Ölçümü

Nanopartiküllerin partikül boyutu, polidispersite indeksi ve geçirgenlik analizleri Litesizer™ 500 cihazı (Anton Paar GmbH, Graz, Austria) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçüm ortamı olarak 0,45µm'lik filtreden geçirilmiş saf su kullanılmıştır.

3.3.3. Zeta Potansiyeli

Nanopartiküllerin zeta potansiyeli ölçümü de Litesizer™ 500 cihazı (Anton Paar GmbH, Graz, Austria) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.3.4. Bulanıklık (Türbidite)

Elde edilen zein nanopartikül çözeltilerinin bulanıklık değerleri spektrofotometrede (SHIMADZU UV-1800) 500 nm'deki absorbanslarının ölçülmesi ile belirlenmiştir.

3.3.5. Enkapsülasyon Etkinliği

Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı içeren zein nanopartiküllerinde enkapsülasyon etkinliğinin belirlenmesi her bir ekstrakt tipinde tespit edilen özgün fenolik bileşik üzerinden gerçekleştirilmiştir. Ekstrakt yüklenen zein nanopartikülleri 1:1 oranında %80 etanol ile karıştırıldıktan sonra 60°C'de su banyosunda 1saat tutularak fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu gerçekleştirilmiştir. 0,45µm'lik filtreden geçirilerek HPLC'de analiz edilmiştir. HPLC analizinde kullanılan metot Bölüm 3.2.'de açıklanmıştır. Enkapsülasyon etkinliği hesaplamaları Li vd. (2018) tarafından yapılan çalışma referans alınarak seçilen fenolik bileşiğin miktarı üzerinden gerçekleştirilmiştir. %enkapsülasyon etkinliğinin (EE) hesaplamasında kullanılan denklem aşağıda verilmiştir.

$$\%EE = M/M_0 \times 100$$

M: Enkapsüle edilen fenolik bileşiğin örnekte tespit edildiği konsantrasyonu ve M₀: Enkapsüle edilen fenolik bileşiğin örneklere ilave edildiği konsantrasyonu ifade etmektedir. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerde enkapsülasyon etkinliği hesaplamaları elajik asit, sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerde enkapsülasyon etkinliği hesaplamaları ferülik asit ve sığla kabuğu içeren nanopartiküllerde enkapsülasyon etkinliği hesaplamaları sinamik asit baz alınarak gerçekleştirilmiştir.

Nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinin her biri için bağımsız işlem değişkenlerinin yanıtlar üzerine etkisi regresyon

analizi ile Design Expert Version 10,0 (Statease Inc.) paket programı kullanılarak modellenmiştir. Nanopartiküllerin optimizasyonunda partikül boyutu, polidispersite indeksi ve enkapsülasyon etkinliği yanıtları dikkate alınarak işlem optimize edilmiştir. Her bir yöntem için doğrulama denemeleri de yapılarak optimum koşullar belirlenmiş ve karşılaştırılmıştır.

3.4. Kompozit Film Materyallerinin Seçimi

Bu bölümde nanokompozit filmlerin geliştirilmesinde kullanılacak en uygun karbonhidrat ve protein materyallerin belirlenmesi amaçlanmıştır. Karbonhidrat olarak sodyum aljinat, pektin, karboksimetil selüloz; protein olarak sodyum kazeinat, jelatin ve yumurta albümini kullanılarak biyokompozit film üretimleri gerçekleştirilmiştir.

3.4.1. Kompozit Filmlerin Üretimi

Kompozit filmlerin toplam kurumadde miktarı %10 olacak şekilde karbonhidrat, protein ve gliserol miktarları hesaplanarak film üretimleri gerçekleştirilmiştir. Başta CMC olmak üzere kullanılan karbonhidratların artan oranına bağlı olarak artan viskosite, film çözeltisi eldesini sınırlandırmıştır. Bu nedenle karbonhidrat: protein oranı tüm film denemelerinde 10:90 olarak tutulmuştur. Filmlerin kırılgenliğini azaltmak amacıyla kullanılan gliserol miktarı kuru bazda ağırlıkça %15 olarak sabit tutulmuştur. Kompozit filmlerin gliserol oranı sabit (%15) tutularak farklı kuru madde miktarlarının (%5, 7,5 ve 10) film özelliklerine etkisi incelenmiştir. Film yapısının elde edilmesi açısından yetersiz bulunduğu durumlarda %20 gliserol oranında da üretimler gerçekleştirilmiştir. Ancak gliserol filmlerin geçirgenlik özelliklerini arttırdığından film formülasyonunda yer alan miktarı %20'nin üzerine çıkarılmamıştır. Proteinlerin sahip olduğu farklı özellikleri nedeniyle film üretim aşamalarında protein tipine bağlı olarak protein çözeltisinin hazırlanma aşaması farklılık göstermektedir. Jelatin, sodyum kazeinat ve yumurta albümini bazlı kompozit filmlerin üretimleri aşağıda özetlenmiştir.

Toplam kurumadde miktarını (%) oluşturacak şekilde belirlenen miktarda jelatin, sodyum kazeinat veya yumurta albümini saf su içerisine aktarılmış ve sırasıyla su

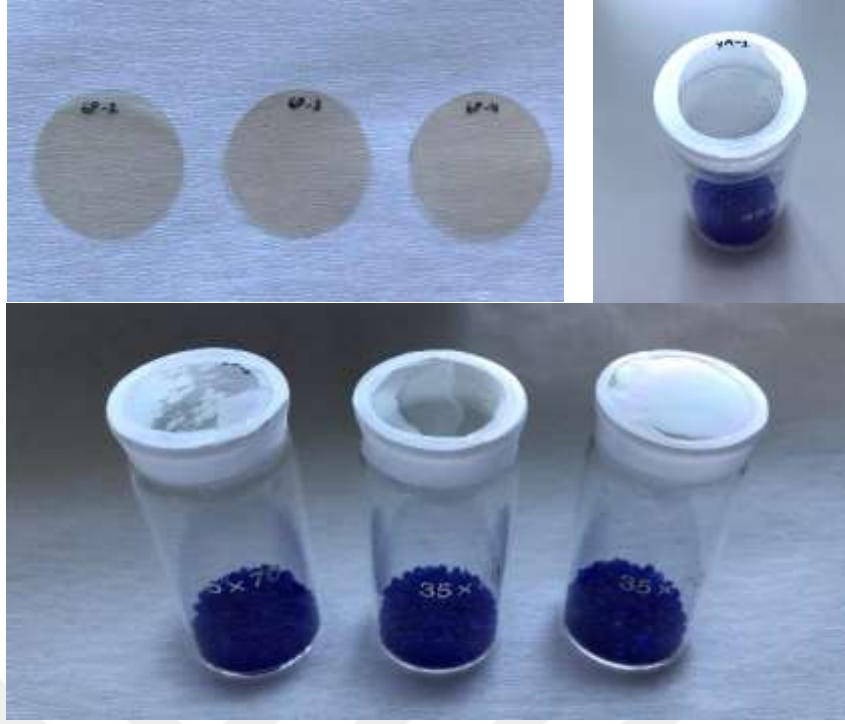
banyosunda 70°C’de 10dk, 80°C’de 1sa, 45°C’de 20dk tutularak protein denatürasyonu sağlanmıştır. Pektin çözeltisi homojenizatör yardımıyla 4000 rpm’de 5 dk karıştırılarak elde edilmiştir. Hazırlanan çözeltiler ultrasonik banyo içerisine konularak 10 dakika boyunca degaze işlemine tabi tutulmuştur. Ardından karbonhidrat çözeltisi protein çözeltisine aktarılmış ve manyetik karıştırıcıda 700rpm’de 1 saat karışmaya bırakılmıştır. Homojen hale gelen kompozit film çözeltisine gliserol ilave edilmiştir ve tekrar 700rpm’de 1 saat karışmaya bırakılmıştır. Elde edilen film çözeltileri dökme yöntemi kullanılarak 9 cm çapındaki alüminyum kaplara eşit oranda dökülmüştür ve tepsili kurutucuda 45°C’de 1 m/s hava hızında sabit tartıma gelinceye kadar kurutulmuştur.

3.4.2. Film Kalınlığı

Filmlerin kalınlığı, 0,001 mm hassasiyet ile dijital bir mikrometre (Mitutoyo, 99MAB039M1-Model MDC-SX, Japonya) kullanılarak ölçülmüştür. Her film için rastgele 6 farklı noktadan kalınlık ölçümü yapılmıştır ve hesaplamalarda ortalama kalınlık değerleri kullanılmıştır.

3.4.3. Su Buharı Geçirgenliği

Kompozit filmlerin su buharı geçirgenliği, modifiye edilen standart ASTM E96-80 (1981) metodu kullanılarak gravimetrik olarak belirlenmiştir. Geçirgenlik ölçümü için filmlerden 3,5 cm çapında diskler kesilmiştir. Film diskleri 2g silikajel içeren 50ml’lik vezin kaplarının üzerine yerleştirilmiştir (Şekil 3.4). Film katmanının %0 bağıl neme maruz bırakıldığı ve doymuş NaCl çözeltisi ile sağlanan %75 bağıl nem ortam koşullarında 25 °C’de 24 saat tutulan kapların ağırlıkları alınarak su buharı geçirgenliği g.mm/m².h.kPa olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3.4. Aktif nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği analizi.

3.4.4. Renk ve Opaklık Analizi

Filmlerin renk özellikleri, renk ölçüm cihazı (Kolorimetre, PCE-CSM-5) kullanılarak CIELAB renk skalasına dayalı olarak belirlenmiştir. Renk parametrelerinden L (açıklık/parlaklık), a* (yeşil/kırmızı) ve b* (mavi/sarı) değerlendirilmiştir. Filmlerde renk özellikleri, denklem 1'e göre toplam renk farkı (ΔE^*) olarak ifade edilmiştir. Hesaplamalarda standart olarak beyaz plaka kullanılarak L= 95,08, a=1,16 ve b=-1,95 ölçümler alınmıştır. Ölçümler her film tipi için iki film numunesinde ve filmlerin dört farklı noktasında gerçekleştirilmiştir.

$$\Delta E = \sqrt{(L_{\text{örnek}} - L_{\text{standart}})^2 + (a_{\text{örnek}} - a_{\text{standart}})^2 + (b_{\text{örnek}} - b_{\text{standart}})^2} \quad (1)$$

Filmlerin ışık geçirgenliği ve opaklık değeri, Dou vd. (2018) tarafından uygulanan metot kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Test edilecek her bir film spektrofotometre küvetinin boyutlarına uygun olacak şekilde 10×45 mm boyutlarında kesilmiştir. UV-Visible (Schimadzu, UV-1601, Japonya) spektrofotometrede 600nm dalga boyunda absorbans değerleri ölçülmüştür. Hava (boş ölçüm) kör olarak kullanılmıştır. Filmlerin opaklık değerleri aşağıda verilen denklem 2 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Opaklık} = (A_{600}) / X \quad (2)$$

A_{600} : 600nm’de absorbans değeri, X: Film kalınlığı (mm)

3.4.5. Mekanik Özellikler

Kompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri ASTM D882-88 (1989) standart metodu kullanılarak TA.XT tekstür analiz cihazı ile ölçülmüştür. Filmler 6cm x 1,5cm boyutlarında kesilerek probun iki çenesi arasına yerleştirilmiştir (Şekil 3.5) ve 050 mm/dk çekme hızında film kopana kadar çekilmiştir. Elde edilen grafiklerden çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri belirlenmiştir. Filmlerin çekme dayanımı (MPa), filmin kopuncaya kadar dayanabildiği en yüksek kuvvetin (F) filmin kesit alanına (A) bölünmesiyle hesaplanmıştır. Filmlerin kopma noktasındaki uzama (%) değerleri, filmin boyundaki değişimin başlangıçtaki boyuna oranlanmasıyla hesaplanmıştır. Ölçümler her film tipi için film numunesinden dört farklı kesit alınarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.5. TA.XT tekstür analiz cihazında filmlerin analizi.

3.5. Nanokompozit Filmlerin Üretimi, Karakterizasyonu ve Optimizasyonu

3.5.1. Nanokompozit Film Üretimleri

Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktlarının yüklendiği zein nanopartikülleri jelatin ve pektin bazlı biyokompozit filmlerin formülasyonuna dahil edilerek aktif nanokompozit filmler elde edilmiştir. Deneme desenine göre her bir ekstrakt tipi için 28 farklı film üretimi gerçekleştirilmiştir. D-optimal birleşik dizayn deneme desenine göre karışım değişkenleri olarak karbonhidrat (X_1) ve protein (X_2) oranları; proses değişkenleri olarak gliserol oranı (X_3) ve zein nanopartikülleri oranı (X_4) yer almaktadır. Proses değişkenleri olan gliserol ve zein nanopartikülleri oranı film çözeltisine kuru bazda toplam protein ve karbonhidrat miktarına bağlı olarak ilave edilmiştir. Değişkenlerin D-optimal birleşik dizayn için belirlenen sınır aralıkları Çizelge 3.5'te, nanokompozit filmlerin üretiminde kullanılan D-optimal birleşik dizayn deneme deseni ise Çizelge 3.6'da sunulmuştur.

Çizelge 3.5. Karışım ve proses değişkenlerin D-optimal birleşik dizayn için belirlenen sınır aralıkları.

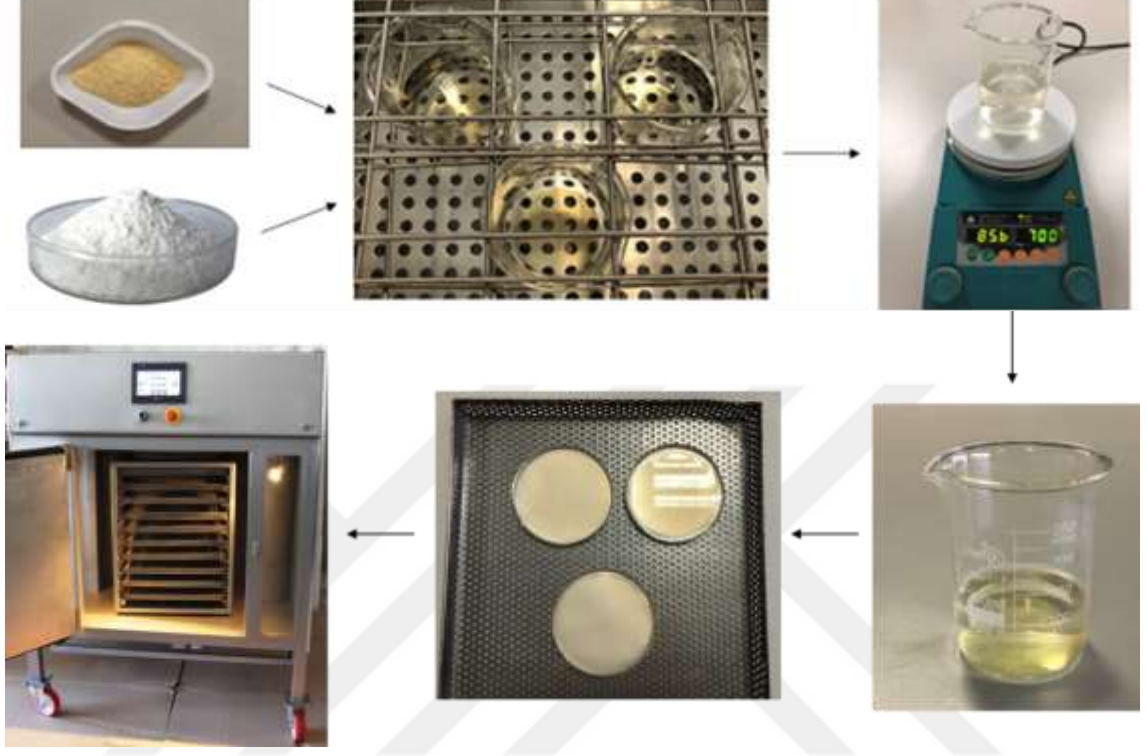
		Kodlanmış Değerler/Gerçek Değerler				
Bağımsız Değişkenler		-1	-0,5	0	+0,5	+1
Karışım Değişkenleri	K ₁ , Karbonhidrat oranı (%)	0	6,25	12,50	18,75	25
	K ₂ , Protein oranı (%)	75	87,5	75	87,50	100
Proses değişkenleri	P ₁ , Gliserol oranı (%kuru bazda ağırlıkça, gliserol miktarı/ toplam protein ve karbonhidrat miktarı)	5	7,5	10	12,5	15
	P ₂ , Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda ağırlıkça, zein nanopartiküllerinin miktarı/ toplam protein ve karbonhidrat miktarı)	5	6,25	7,5	8,75	10

Çizelge 3.6. Nanokompozit filmlerin üretiminde kullanılan D-optimal bileşik dizayn deneme deseni.

STD	RUN	Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol (%kuru bazda)	Zein Nanopartikül (%kuru bazda)
1	28	12,50	87,50	20,00	5,00
2	3	0,00	100,00	10,00	5,00
3	18	25,00	75,00	10,00	10,00
4	15	25,00	75,00	20,00	10,00
5	17	0,00	100,00	10,00	10,00
6	14	25,00	75,00	10,00	5,00
7	2	12,50	87,50	20,00	10,00
8	4	0,00	100,00	20,00	5,00
9	12	12,50	87,50	10,00	5,00
10	16	12,50	87,50	10,00	10,00
11	26	0,00	100,00	20,00	10,00
12	9	25,00	75,00	20,00	5,00
13	11	12,50	87,50	10,00	7,50
14	1	0,00	100,00	15,00	5,00
15	25	25,00	75,00	15,00	7,50
16	21	12,50	87,50	15,00	7,50
17	24	0,00	100,00	10,00	7,50
18	6	25,00	75,00	20,00	7,50
19	7	6,25	93,75	20,00	7,50
20	20	6,25	93,75	15,00	10,00
21	5	18,75	81,25	15,00	5,00
22	27	25,00	75,00	15,00	10,00
23	22	6,25	93,75	12,50	6,25
24	23	25,00	75,00	10,00	10,00
25	10	0,00	100,00	20,00	5,00
26	8	0,00	100,00	10,00	10,00
27	19	25,00	75,00	10,00	5,00
28	13	0,00	100,00	10,00	5,00

Film üretimi Bölüm 3.4.1.'de açıklandığı şekilde jelatin ve pektin bazlı kompozit filmlerin üretim aşamalarına göre gerçekleştirilmiştir. Ek olarak en son aşamada homojen yapıdaki film çözeltisine ekstrakt yüklenen zein nanopartikül çözeltisi ilave edildikten sonra 700rpm'de 1 saat daha karışmaya bırakılmıştır. Hazırlanan film çözeltileri dökme yöntemi kullanılarak 9 cm çapındaki alüminyum kaplara eşit oranda dökülmüştür ve tepsili kurutucuda 45°C'de 1,0 m/s hava hızında sabit tartıma gelinceye kadar kurutulmuştur. Aktif nanokompozit filmlerin üretim aşamalarının görselleri Şekil 3.6'da sunulmuştur. Kurutulan filmler analizlerde kullanılmak üzere lamine alüminyum film paketleri içerisinde paketlenerek oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir. Film karakterizasyonunun ardından belirlenen optimum filmlerin paketlenme amacıyla kullanılabilmesi için üretimler daha büyük miktarlarda yapılmıştır. Dökme alanına bağlı olarak hesaplanan uygun miktarda film çözeltisi 27cm x 37cm ebatlarında Teflon tepsilere dökülerek aynı koşullarda kurutulmuştur.

Şekil 3.7’de teflon tepside kurutularak paketlemeye uygun formda elde edilen film örneği görülmektedir.



Şekil 3.6. Aktif nanokompozit filmlerin üretim aşamaları.



Şekil 3.7. Teflon tepside kurutularak paketlemeye uygun formda elde edilen film örneği.

3.5.2. Filmlerin Fiziksel Özellikleri

Aktif nanokompozit filmlerin kalınlığı, su buharı geçirgenliği, renk değerleri, opaklık ve mekanik özellikleri sırasıyla bölüm 3.4.2., 3.4.3., 3.4.4., 3.4.5.'de açıklanan şekilde analiz edilmiştir.

3.5.3. Suda Çözünürlük ve Nem Tayini

Filmlerin suda çözünürlüğü Gontard vd. (1992) tarafından kullanılan yöntemle göre belirlenmiştir. Test için belli boyutlarda kesilen film örnekleri 105 °C'de etüvde sabit tartıma gelinceye kadar kurutulduktan sonra başlangıç kuru ağırlığı (W_i) belirlenen film örnekleri, 30 mL saf su içerisinde 100 rpm'de 25 °C'de 24 saat karıştırılmıştır. Ardından çözelti kaba filtre kağıdıyla süzülerek, çözünmeyen film parçalarını içeren filtre kağıdı 105 °C'de etüvde 24 saat süreyle kurutulmuştur. Kurutma sırasında örnekler desikatörde bekletildikten sonra ağırlıkları kaydedilmiştir ve %olarak aşağıda verilen denklem 3'e göre hesaplanmıştır. Filmlerin belirlenen başlangıç ağırlığı ve 105 °C'de 24 saat sonundaki kuru ağırlığı kullanılarak %nem içerikleri de hesaplanmıştır.

$$\% \text{Suda Çözünürlük} = [(W_i - W_f) / W_i] \times 100 \quad (3)$$

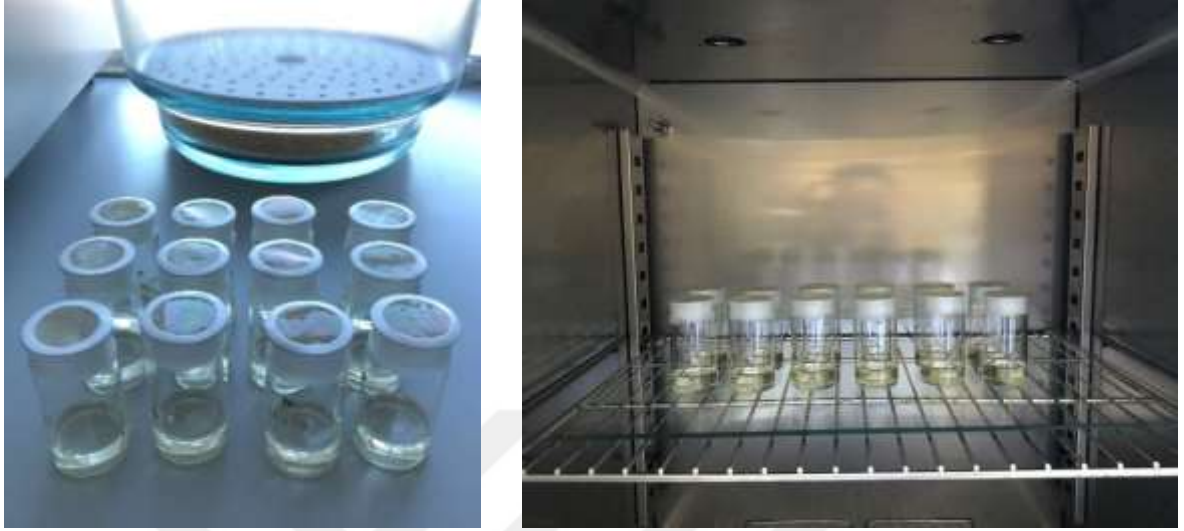
W_i : Film başlangıç kuru ağırlığı

W_f : Çözünmeyen filmlerin son kuru ağırlığı

3.5.4. Oksijen Geçirgenliği

Her bir ekstrakt tipi için belirlenen optimum formülasyona sahip nanokompozit filmlerin oksijen geçirgenliği yağlarda peroksit sayısı tayini esas alınarak değerlendirilmiştir (Kurt ve Kahyaoglu, 2014; Sarıcaoğlu, 2018). Bu amaçla, 50ml'lik vezin kaplarına 10 ml ayçiçek yağı aktarılmış ve vezinin ağzı film örneği ile hava sızdırmayacak şekilde parafilm yardımıyla kapatılmıştır (Şekil 3.8). Film örnekleri ile kapatılan vezinler etüvde 60 °C'de 10 gün depolanmıştır. Depolama sonunda ayçiçek yağlarının peroksit değeri *AOCS tarafından belirlenen resmi yöntemle (AOCS Cd 8-53, 1989) göre* yapılmıştır. Yağ örneklerinin peroksit

sayıları miliekivalen (meq) O₂/kg yağ cinsinden hesaplanarak filmlerin oksijen geçirgenliğinin değerlendirilmesinde kullanılmıştır.



Şekil 3.8. Aktif nanokompozit filmlerin oksijen geçirgenliği analizi.

3.5.5. Toplam Fenolik Madde

Küçük parçalar haline getirilen 0,5g film örneği üzerine 4 ml 80%metanol (%0,1 HCl içeren) ilave edilmiş, 60°C su banyosunda 1 saat süreyle tutularak ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Toplam fenolik madde miktarı, spektrofotometrik olarak De La Rosa vd. (2010) yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ekstraktlardan 100µL alınarak üzerine 1,25 mL %10 Folin Ciocalteu'nun reaktifi ve 1 mL %7,5'lik sodyum karbonat eklenerek karışım oda sıcaklığında 2 saat süreyle karanlıkta bekletilmiştir. Ardından spektrofotometrede (ShimadzuUV-1800, Japonya) 760 nm'de absorbans değerleri okunmuştur. Standard gallik asit kullanılarak kalibrasyon eğrisi elde edilmiştir. Toplam fenolik madde içeriği (TFM) kuru bazda g başına miligram gallik asit eşdeğeri (GAE) (mg GAE/ g kurumadde) olarak ifade edilmiştir.

3.5.6. Antioksidan Kapasite Tayini

Antioksidan kapasite tayini, Sangsrichan ve Wanson (2008) tarafından gerçekleştirilen DPPH (2,2-Difenil-1-pikrilhidrazil) radikal süpürme kapasitesi yöntemi ile belirlenmiştir. Antioksidan kapasite tayinlerinde toplam fenolik bileşiklerin ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen ekstraktlar kullanılmıştır. Ekstraktan 100 µl alınarak 1,5 mL $6 \times 10^{-5} \text{M}$ DPPH çözeltisi içerisine aktarılmıştır. Karanlıkta oda sıcaklığında 30 dk bekletildikten sonra UV spektrofotometrede (SHIMADZU UV-1800, Japonya) 515 nm’de absorbans değeri ($A_{\text{örnek}}$) ölçülmüştür. Kontrol olarak ekstrakt içermeyen örnek DPPH çözeltisinde aynı işlemlere tabi tutulmuştur ve absorbans değeri (A_{kontrol}) kaydedilmiştir. Serbest radikalın inhibisyon yüzdesi aşağıdaki denklemle hesaplanmıştır. Standart kalibrasyon eğrisi, Troloks (6-hidroksi-2,5,7,8-tetrametilkroman-2-karboksilik asit) kullanılarak elde edilmiş ve numunelerin antioksidan kapasitesi kuru bazda g numune başına miligram Troloks eşdeğeri (TE) (mg TE/100g kuru ağırlık) olarak ifade edilmiştir.

$$\%inhibisyon = (A_{\text{kontrol}} - A_{\text{örnek}}) / A_{\text{kontrol}} \times 100$$

3.5.7. Antimikrobiyal Aktivite

Film örneklerinin antimikrobiyal etkisi *Listeria monocytogenes*, *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* mikroorganizmalarına karşı ASTM E2149-10 (2014) standart metodu kullanılarak sıvı ortamda test edilmiştir. Test mikroorganizmalarından *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* 24 saat boyunca 37 °C’de, *Listeria monocytogenes* 24 saat boyunca 25°C’de Nutrient Broth (NB) besiyeri ortamında canlandırılmıştır. Hücreler 10^6 - 10^7 CFU/ml aralığında sayıya ulaştırılmıştır. Önceden hazırlanmış eşit ölçülerde disk film numuneleri (aktif nanokompozit film diskleri) aseptik olarak 10 ml kültür ortamı içeren test tüplerine aktarılmış ve 37 °C’de 24 saat inkübe edilmiştir. İnkübasyon sonunda peptonlu su çözeltiğinde seri seyreltmeler yapıldıktan sonra Plate Count Agar (PCA) besiyeri ortamına dökme yöntemiyle ekim yapılmıştır. *E.coli* ve *S.aureus* ekilen petriler 37 °C’de, *L.monocytogenes* ekilen petriler 25°C’de 24 saat inkübasyona bırakılmıştır ve inkübasyon sonunda bakteri kolonileri sayılmıştır. Her bir bakteri için film diski eklenmeyen kültür ortamından da ekim yapılmıştır. Film eklenmeyen kültür ortamındaki koloni sayısı (log cfu/g) baz alınarak sonuçlar log cfu/g cinsinden inhibisyon olarak ifade edilmiştir.

3.5.8. DSC Analizi

Nanokompozit filmlerin termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC 4000 System, Perkin Elmer, ABD) kullanılarak belirlenmiştir. Film numunelerinden yaklaşık 2 mg olacak şekilde standart alüminyum kaplara tartılarak sızdırmaz bir şekilde hermetik olarak kapatılmıştır. Film örneklerinde yapılan ön denemeler sonucu da Silva Filipini vd. (2021) tarafından biyokompozit filmlerin termal özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan metot modifiye edilerek uygulanmıştır. Film örneklerinin sıcaklıkları azot atmosferi altında 5°C'den 200°C'ye 10°C/dakika olacak şekilde yükseltilerek, artan sıcaklıkla ısı akış eğrileri kaydedilmiştir. Örneklerin ısı kapasitesi, camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ve erime sıcaklığı (T_m) ısıtma eğrilerinden hesaplanmıştır.

3.5.9. FTIR Analizi

Aktif biyonanokompozit filmlerin kimyasal yapı özelliklerini belirlenmek ve film bileşenleri arasındaki etkileşimleri ortaya koymak amacıyla Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektrometre analizi Akdeniz Üniversitesi'nde gerçekleştirilmiştir. Nanokompozit filmlerin FTIR spektrumu 4000 ile 400 cm⁻¹ arasında incelenmiştir.

3.5.10. Uçucu Bileşenlerin Analizi

Optimum formülasyona sahip nanokompozit filmlerde uçucu bileşen profiline D'auria vd. (2004)'de belirtilen yöntem kısmen modifiye edilerek, katı faz mikro ekstraksiyon tekniği (SPME) ile gaz kromatografisi kütle spektroskopisi (GC-MS) (Shimadzu, GC-2010 Plus, Kyoto, Japonya) kullanılarak belirlenmiştir. Bu amaçla öncelikle 20 mL'lik viallere 1 g film örneği aktarılmış, sızdırmaz şekilde kapatılarak 10dk 45°C'de bekletilmiştir. Daha sonra örneklerin tepe boşluğuna PDMS/DVB fiber (65 µm, Supelco, Bellefonte PA/USA) yerleştirilerek, uçucu bileşenlerin fibere absorpsiyonu için 45°C'de 30dk beklenmiştir. Katı faz mikroekstraksiyonu sonrasında uçucu bileşenleri absorbe eden fiber, GC-MS örnekleme portuna transfer edilerek aşağıdaki şartlarda kapiler kolon (Restek Rxi-5ms, USA; 30 mx 0,25 mmID x 0,25µm) kullanılarak uçucu bileşenlerin analizi gerçekleştirilmiştir. GC-MS

analiz koşulları: enjeksiyon bloğu sıcaklığı: 250 °C; desorpsiyon süresi: 3 dk, splitless mod; GC-kolon sıcaklık programı: 50°C’de 1 dk. bekletme, 3 °C/dk. artışla 200°C’ye çıkış, 8 °C/dk. artışla 250°C’ye çıkış ve 250°C’de 5 dk bekletme; MS-tarama modu: 35-450 m/z; iyonlaşma enerjisi: 70 eV; arayüzey sıcaklığı: 250 °C; mobil faz: helium (44,4 cm/s). Analiz edilen uçucu bileşenler GC-MS üzerinde kayıtlı kütüphaneler (Wiley9N11,lib. ve Nist11,lib.) kullanılarak tanımlanmıştır.

3.5.11. İstatistiksel Değerlendirme ve Optimizasyon

İstatistiksel analizler ve optimizasyonlar Design Expert Version 10,0 (Statease Inc.) paket programı kullanılarak yapılmıştır. Nanokompozit film kompozisyonunun optimizasyonunda D-optimal birleşik dizayn kullanılmıştır. D-optimal bileşik dizaynda, karışım değişkenleri olarak seçilen karbonhidrat ve protein oranı ve proses değişkeni olarak seçilen gliserol ve zein nanopartikülleri oranının film özelliklerine etkisini incelenmiştir.

Film özelliklerinin istatistiksel olarak değerlendirilmesinde kullanılacak modellerin derecelerinin belirlenmesi için her bir değişkenin öncelikle lineer etki terimleri, daha sonra quadratik etki terimleri eklenerek kareler toplamındaki artış ve model uygunsuzluğu testi (lack of fit) değerleri analiz edilmiştir. Nanokompozit filmlerin özelliklerinin değerlendirilmesinde karışım ve proses değişkenleri ile her bir yanıt arasındaki ilişkiyi ifade eden matematiksel modeller linear ve quadratik regresyon analizi yapılarak oluşturulmuştur. Oluşturulan modelde karışım değişkenleri linear (doğrusal), proses değişkenleri quadratik (ikinci dereceden) fonksiyon olarak yer almaktadır. Linear modellerin önemli ölçüde uyum eksikliğine (model uygunsuzluğu<0,05) sahip olduğu durumlar için en uygun modelin oluşturulması amacıyla değişkenler quadratik olarak alınarak elde edilmiştir.

Modellerin uygunluğunu gösteren istatistiksel verilerden regresyon katsayısı (R^2), düzeltilmiş regresyon katsayısı (R^2_{adj}) ve varyasyon katsayısı (C.V.) hesaplanarak ANOVA tablolarında özetlenmiştir. Modellerin regresyon katsayısı (R^2) değerleri oldukça yüksek olup elde edilen modellerin istatistiksel olarak verileri açıklayıcı olduğunu göstermektedir. Bir modelin regresyon katsayısı (R^2) değerinin yanı sıra düzeltilmiş regresyon katsayısı (R^2_{adj}) değeri de önem taşımaktadır. Etkili bir modelde regresyon katsayısı (R^2) değeri ile düzeltilmiş regresyon katsayısı (R^2_{adj}) değerinin birbirine yakın olması beklenmektedir. Yüksek regresyon katsayısı (R^2) değerine rağmen düşük düzeltilmiş regresyon katsayısı

(R^2_{adj}) değerinin gözlemlenmesi modelde istatistiksel olarak önemsiz terimlerinde yer aldığıın göstergesidir. Modele yeni terimlerin eklenmesi, bu terimler istatistiksel olarak önemsiz olsa da regresyon katsayısını arttırmaktadır. Bu durumda düzeltilmiş regresyon katsayısı değerlerinin modelin uygunluğunun değerlendirilmesinde kullanılması önerilmektedir (Myers ve Montgomery, 1995). Bu nedenle modeller için düzeltilmiş regresyon katsayısı (R^2_{adj}) değerlerinin uygun sınırlarda olması kontrol edilmiştir. Varyasyon katsayısı deneysel verilerdeki kalıntı varyasyonun ortalamaya bağlı bir ölçüsüdür. Büyük varyasyon katsayısı değerleri, verilerin ortalamadan çok fazla saptıklarını, küçük varyasyon katsayısı değerleri ise verilerin hemen hemen ortalamayla aynı değere sahip olduğunu göstermektedir (Lazić, 2004). Tüm modeller için varyasyon katsayısı (C.V.) ve yeterli tahminleme değerleri de verilmiştir. Bir regresyon modelinin daha sonra yapılacak gözlemler için bir tahminleme modeli olarak kullanılabilmesi için ise yeterli tahminleme değerin 4'ten büyük olması gerekmektedir (Myers ve Montgomery, 1995).

3.6. Aktif Nanokompozit Filmlere Akıllı Özellik Kazandırılması

Model gıda uygulamasından önce, geliştirilen aktif nanokompozit filmlere doğal indikatörlerden yararlanarak akıllı özellik kazandırılması hedeflenmiştir. Bu amaçla, farklı renklere sahip ve gıda ile teması uygun olan kurkumin ve antosiyanin birer doğal indikatör olarak film bileşimine dahil edilmiştir. Farklı pH değerlerinde uygun renk değişimi gösteren indikatör miktarının belirlenmesi amacıyla değişen antosiyanin ve kurkumin miktarlarının film formülasyonuna eklenebilirliği belirlenmiştir. %0,5 (w/w) ve üzerindeki konsantrasyonlarda antosiyanin/kurkumin film içerisinde doygunluğa ulaşarak tamamen çözünmediği, %0,2 (w/w) nin altında ise belirgin renk elde edilmediği görülmüştür. Bu nedenle ön denemelerde minimum %0,2 (w/w) ve maksimum %0,4 (w/w) konsantrasyona kadar antosiyanin/kurkumin içeren filmler üretilmiştir. Elde edilen filmlerin indikatör özelliklerini değerlendirmek amacıyla Kurek vd. (2018) tarafından kullanılan metot uygulanmıştır. İndikatör ile zenginleştirilmiş filmlerin renk değişimleri görsel olarak fotoğraflanarak ve renk ölçüm cihazı ile CIE L*, a*, b* ölçeği kullanılarak ölçülmüştür. Filmlerin pH'ya bağlı renk değişimleri pH=1'den pH=11'e kadar farklı pH aralıklarında incelenmiştir. pH çözeltilerine maruz kalmayan filmlerin renk parametreleri de ölçülerek referans olarak kabul edilmiştir.

Optimum film formülasyonlarına eklenecek olan indikatör tipi ve miktarı belirlendikten sonra kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmler arasından en uygun film tipi belirlenerek model gıda uygulamaları gerçekleştirilmiştir. Film tipinin belirlenmesi amacıyla optimum film formülasyonları ve belirlenen indikatör kullanılarak kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenen ZNP içeren aktif ve akıllı nanokompozit filmler üretilmiş ve bu filmlerde fiziksel ve kimyasal analizler gerçekleştirilmiştir. Film özelliklerinin değerlendirilmesinde SPSS, 2006 (15,0 for Windows) paket programı kullanılarak varyans analizi gerçekleştirilmiş ve ortalamalar Duncan çoklu karşılaştırma testine göre karşılaştırılmıştır.

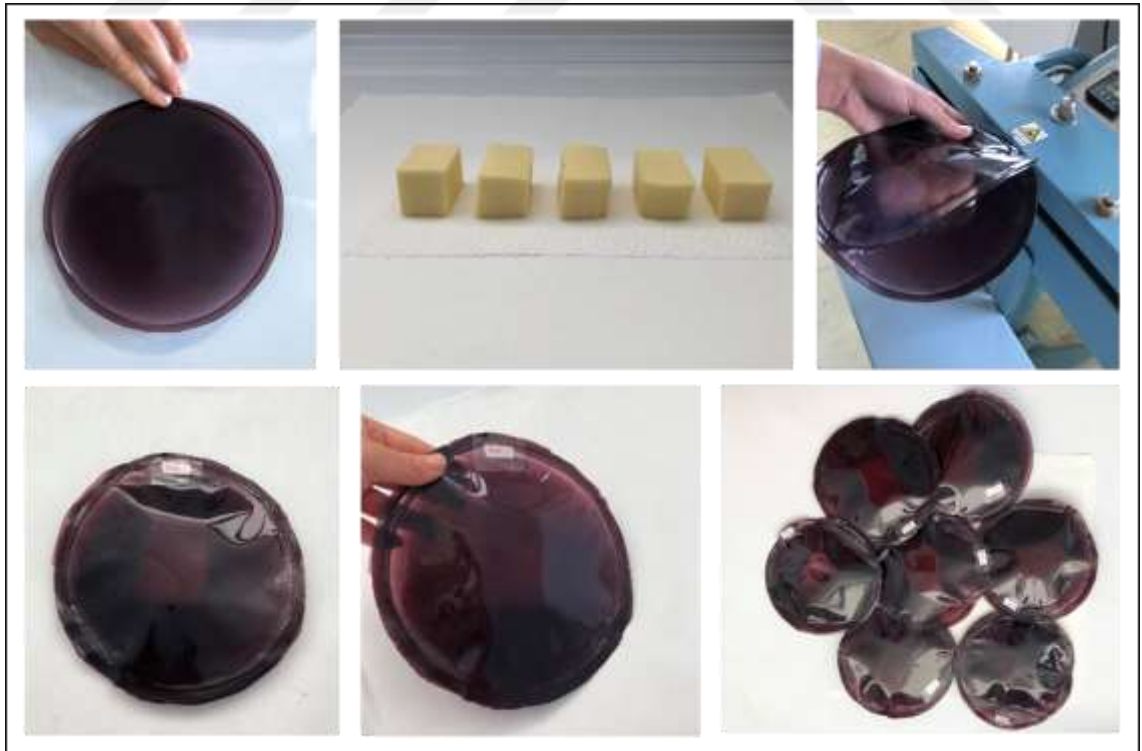
3.7. Model Gıda Uygulamaları

Bu aşamada geliştirilen nanokompozit filmlerden fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlı olarak seçilen kestane ekstraktı bazlı aktif ve akıllı nanokompozit filmler fazla miktarlarda üretilerek model gıda uygulaması gerçekleştirilmiştir. Model gıda uygulamaları paket formunda ambalajlama uygulaması ve gıda yüzeyine kaplama uygulaması olmak üzere iki farklı yöntemle gerçekleştirilmiştir. Model gıda uygulamalarında et grubundan tavuk fileto (tavuk göğüs eti), süt grubundan kaşar peyniri ve taze meyve-sebze grubundan mandalina ve salatalık ile çalışılmıştır. Model gıda sistemlerinin 4°C’de depolanması süresince fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik kalite karakteristikleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçların karşılaştırılabilmesi için SPSS, 2006 (15.0 for Windows) paket programı kullanılarak varyans analizi gerçekleştirilmiştir ve ortalamalar Duncan çoklu karşılaştırma testine göre karşılaştırılmıştır.

3.7.1. Aktif ve Akıllı Paketleme ve Kaplama Uygulamaları

Paketleme uygulaması, nanokompozit filmlerin yapıştırma ünitesi yardımıyla kapatılarak ambalaj paketi haline getirilerek içerisine ürünün paketlenmesi ile kaplama uygulaması ise gıdanın film çözeltisine daldırılması yöntemi ile gıda yüzeyine uygulanarak gerçekleştirilmiştir.

Nanokompozit filmler üretimi takiben paket haline getirilmiştir ve gıda örneği içerisine yerleştirilerek pakete hafif ısıtma işlemi uygulayarak ambalaj formunda kapatılmıştır. Salatalık ve mandalina örnekleri kabuklu yapıda olduğundan bütün halinde kullanılmıştır. Kaşar örneklerinde ise kalıp halinde olan ana peynirden 4cm x 2cm x 2cm ölçülerinde örnekler dilimlenerek kullanılmıştır. Tavuk filetoları yaklaşık 100g olacak şekilde iki eşit parçaya bölünerek kullanılmıştır. Sırasıyla kaşar peyniri, mandalina, salatalık ve tavuk eti örneklerinde yapılan paketleme uygulamalarının görselleri Şekil 3.9, Şekil 3.11, Şekil 3.13 ve Şekil 3.15'te sunulmuştur. Kaplama yönteminde ise gıda örneği nanokompozit film çözeltisine daldırılarak 1 dakika süre ile örneklerin bütün yüzeyleri film çözeltisine temas edecek şekilde kaplanmış ve ardından örneklerin yüzeyinde çözeltinin kuruması oda koşullarında sağlanmıştır. Sırasıyla kaşar peyniri, mandalina ve salatalık örneklerinde yapılan kaplama uygulamalarının görselleri Şekil 3.10, Şekil 3.12, Şekil 3.14 ve Şekil 3.16'da sunulmuştur. Kontrol grubu olarak uygulama yapılmayan örnekler kullanılmıştır. Depolama sürecinde örneklerin pH, renk, tekstür profil analizleri ve mikrobiyolojik analizleri gerçekleştirilmiştir. Bunun yanı sıra, akıllı etiketin renk değişimi ve toplam fenolik madde tayini ile fenolik bileşiklerin filmlerden gıdaya transferi incelenmiştir.



Şekil 3.9. Kaşar peyniri örneklerinde yapılan paketleme uygulamaları.



Şekil 3.10. Kaşar peyniri örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.



Şekil 3.11. Mandalina örneklerinde yapılan paketlenme uygulamaları.



Şekil 3.12. Mandalina örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.



Şekil 3.13. Salatalık örneklerinde yapılan paketleme uygulamaları.



Şekil 3.14. Salatalık örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.



Şekil 3.15. Tavuk eti örneklerinde yapılan paketleme uygulamaları.



Şekil 3.16. Tavuk eti örneklerinde yapılan kaplama uygulamaları.

3.7.2. pH Analizi

Gıda örneklerinin pH değerlerinin ölçümleri için 10g örnek tartılarak, 100 mL saf su içerisinde homojenize sulu çözeltileri hazırlanmıştır. pH değerleri pH-metre (Inolab, WTW 7110) kullanarak ölçülmüştür.

3.7.3. Nem Tayini

Gıda örneklerinin başlangıç nem miktarları (%) ağırlık kaybına dayanan etüvde kurutma yöntemi ile belirlenmiştir. Darası önceden kaydedilen kurutma kaplarına yaklaşık 5

g örnek tartılmış, mandalina ve salatalık örnekleri 70°C’de, piliç fileto ve kaşar peyniri örnekleri 105°C’de sabit tartıma gelinceye kadar kurutulmuştur (Cemeroğlu, 2010).

3.7.4. Renk Analizi

Renk ölçüm cihazı (PCE Instruments, CSM-5) ile CIE L*, a*, b* ölçeği kullanılarak gıda örneklerinin renk değerleri belirlenmiştir. Belirlenen analiz günlerinde L*(aydınlık/karanlık), a*(kırmızı/yeşil) ve b*(sarı/mavi) değerleri ölçümlerinin ortalaması hesaplanmıştır. Ayrıca toplam renk farkı (ΔE), renk doygunluğu (C^*), hue (h^*), beyazlık indeksi (WI) ve sarılık indeksi (YI) değerleri de belirlenmiştir (Campos-Requena vd., 2017; Nigrum vd., 2022).

$$\Delta E = \sqrt{(L_{\text{örnek}} - L_{\text{standart}})^2 + (a_{\text{örnek}} - a_{\text{standart}})^2 + (b_{\text{örnek}} - b_{\text{standart}})^2}$$

$$C = \sqrt{a^2 + b^2}$$

$$h = \arctan \frac{b}{a}$$

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

$$YI = 142,86 \times \frac{b}{L}$$

3.7.5. Tekstür Analizi

Gıda örneklerinin tekstür profil analizi (TPA) Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan TA-XT Plus (Stable Micro System Ltd., UK) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kaşar örneklerinin tekstür analizinde 100mm çaplı silindirik alüminyum test probu (P/100), salatalık ve mandalina örneklerinin tekstür analizinde ise 2mm çaplı paslanmaz çelik test probu (P/2) kullanılmıştır. Kaşar peyniri örneklerinin analizinde Okumuş (2019) tarafından kaşar peynirlerinde gerçekleştirilen yöntem kullanılarak test hızı 5 mm/s, ilk test hızı 1 mm/s ve son test hızı 5 mm/s olarak şekilde ayarlanmıştır. En az 4 farklı peynir örneğinde ölçüm yapılmıştır. Mandalina ve salatalık örneklerinin analizinde Deng vd. (2006) tarafından taze üzüm meyve

tanelerinde gerçekleştirilen yöntem kullanılarak uygun ön test hızı 1 mm/s, test hızı 2 mm/s ve test sonrası hızı 5mm/s olarak ayarlanmıştır. Test sonunda örneklerin sertlik, dış yapışkanlık, elastikiyet, iç yapışkanlık ve çiğnenebilirlik özellikleri belirlenmiştir.

3.7.6. Toplam Fenolik Madde Tayini

Gıdaya uygulanacak olan aktif biyonanokompozit filminden veya kaplamadan gıdaya gerçekleşecek olan aktif bileşiklerin transfer mekanizması toplam fenolik madde miktarı üzerinden değerlendirilmiştir. Küçük parçalar haline getirilen 0,5g örneğin (gıda/film) üzerine 2,5 ml 80%metanol (%0,1 HCl içeren) ilave edilerek 60°C su banyosunda 30 dk süreyle tutularak ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Toplam fenolik madde miktarı, spektrofotometrik olarak De La Rosa vd. (2010) yöntemi kullanılarak, 3.5.5. bölümünde belirtildiği şekilde gerçekleştirilmiştir.

3.7.7. Toplam Canlı ve Küf-Maya Sayımı

Örneklerin mikrobiyolojik analizleri için 10g gıda örneği üzerine 90 mL peptonlu su (%0,1'lik) eklenerek elde edilen 10^{-1} 'lik dilüsyondan uygun seri dilüsyonlar hazırlanmıştır. Toplam aerobik mezofilik bakteri yükünün tespit edilmesinde dökme plak yöntemi kullanılmıştır (ISO 4833, 2003). Seri dilüsyonlardan 1 mL alınıp steril petrilere aktarılarak, üzerine 10-15 mL önceden hazırlanmış steril PCA (Plate Count Agar) besiyeri dökülmüştür ve salınım hareketi verilerek petrilerin karışması sağlanmıştır. Besi ortamı katılaştıktan sonra petriler ters çevrilerek 35°C'de 48 saat inkübe edilmiştir. Küf-maya yükünün tespit edilmesinde yayma plak yöntemi kullanılmıştır (ISO 21527-1, 2008). Küf-maya sayımı için hazırlanan seri dilüsyonlardan 0,1 mL alınıp, önceden hazırlanmış PDA (Potato Dextrose Agar) besiyeri üzerine aktarılmıştır ve drigalski spatülü ile yayılmıştır. Petriler 25°C'de 5 gün süreyle inkübe edilmiştir. Analizlerde her dilüsyon için 2 paralel ekim yapılmıştır. Sonuçlar log kob (koloni oluşturan birim)/g olarak verilmiştir.

3.7.8. TBA Analizi

Tavuk eti örneklerinin tiyobarbitürik asit (TBA) analizi Witte vd. (1970) tarafından modifiye edilen metota göre gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemde tiyobarbitürik asit (TBA) sayısı, yağ oksidasyonu sonucu oluşan malondialdehitlerin (MDA) 2-tiyobarbitürik asit ile verdikleri rengin spektrofotometrede 532 nm’de ölçülmesiyle elde edilen absorbens değerinin 5,2 faktörü ile çarpılmasıyla bulunmaktadır. Paslanmaz çelik bir Waring blendırda 20g örnek önceden soğutulmuş 4°C’deki 50ml %20’lik trikloroasetik asit (TCA) çözeltisi ile 2dk homojenize edilmiştir. Elde edilen homojenat üzerine önceden soğutulmuş 4°C’deki 50ml saf su ilave edildikten sonra Waring blendırda 1 dk süre ile tekrar homojenize edilmiştir. Homojenat önce kaba filtre kağıdından ve ardından Whatman No.1 filtre kağıdından süzöldükten sonra 100ml’lik bir balonjojeye aktarılmıştır. Elde edilen filtrat 1:1 oranında TCA:su çözeltisi ile 100ml’ye tamamlanmıştır. 5 ml filtrat çözeltisi bir test tüpüne aktararak üzerine 5 ml 2-tiyobarbitürik asit (0,005 M) ilave edilmiştir. Kapağı kapatılan tüpler 80°C’de su banyosunda 35dk süre ile tutulmuştur. Kör olarak aynı basamaklar saf su ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen hafif pembe renkli çözeltilerin absorbens değerleri spektrofotometrede 532 nm’de okunmuştur. Uygulanan yöntemle göre bu koşullar altında TBA değerleri absorbens değerinin 5,2 ile çarpılması sonucu mg malondialdehit/kg örnek olarak hesaplanmıştır.

3.7.9. Akıllı Filmlerin Renk Değişimi

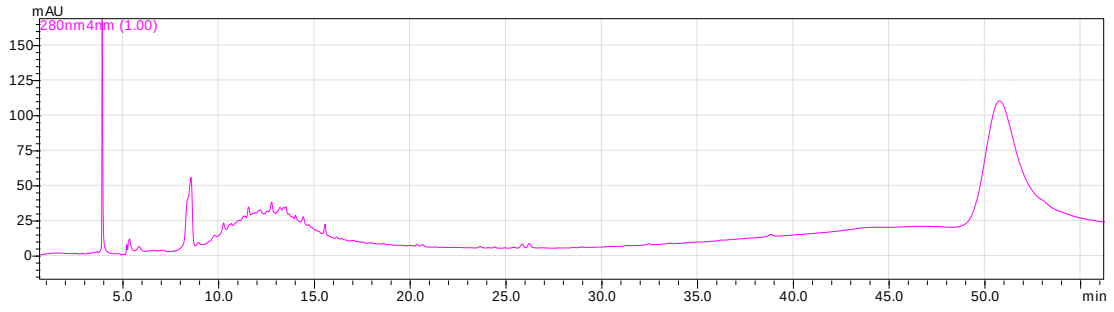
Akıllı özellik kazandırmak amacıyla indikatör ile zenginleştirilen filmlerin renk değişimleri her analiz gününde belirlenmiştir. Gıda örnekleri paketlenmeden önce filmlerin renk değerleri renk ölçüm cihazı ile CIE L*, a*, b* ölçeği kullanılarak ölçülmüştür. Analiz günlerinde ölçülen değerlere göre paketlenme öncesinde ölçülen değer referans alınarak (Zhang vd., 2019). Filmlerin renk değişimlerinin gıdanın kalite özellikleri ile etkileşimi incelenmiştir. Görsel ölçüm tüketici tarafından da değerlendirilecek yöntem olduğundan önem taşımaktadır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

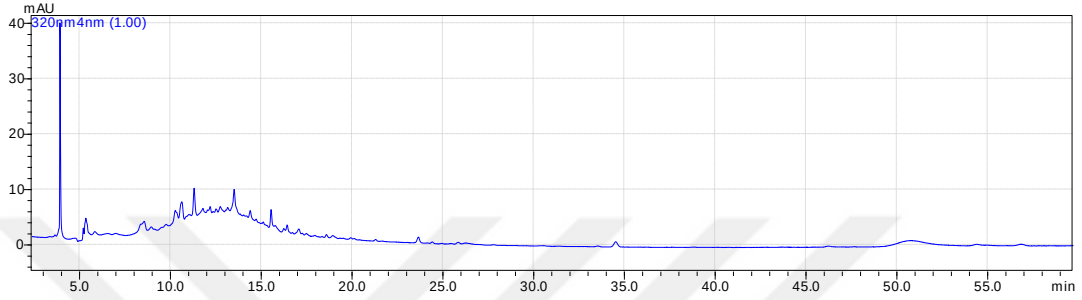
4.1. Ekstraktlara Özgün Fenolik Bileşikler

4.1.1. Optimum Kestane Kabuğu Ekstraktı

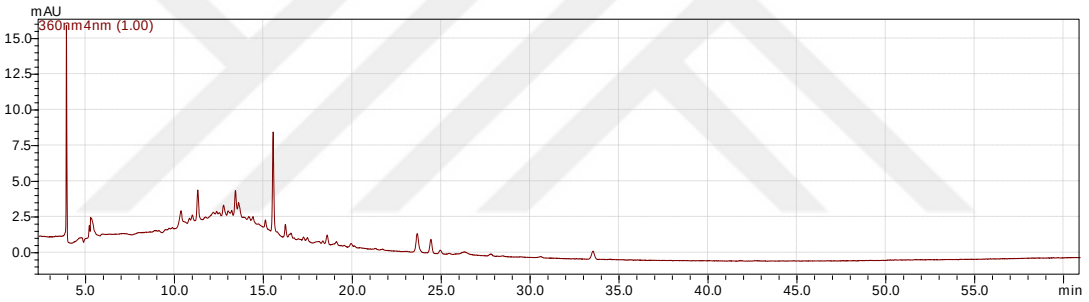
Optimum ekstraksiyon koşullarında üretilen kestane kabuğu ekstraktlarının fenolik profilinin belirlenmesi bir önceki tez çalışmasında yapılmıştır. İlgili çalışmada sadece tanımlama yapılmış olup, kestane kabuğu için gallik asit ve elajik asit özgün fenolik bileşikler olarak belirlenmiştir (Erdoğan, 2022). Elde edilen kromatogramlar Şekil 4.1’de verilmiştir. Mevcut tez çalışmamızda ise kestane kabuğu için belirlenen fenolikler olan gallik asit ve elajik asidin kalibrasyon eğrisi oluşturulmuş ve miktarları belirlenmiştir. Optimum ekstraksiyon koşullarında üretilen kestane kabuğu ekstraktlarının 110,3 mg/kg gallik asit ve 109,4 mg/kg elajik asit içerdiği saptanmıştır. Araştırmacılar tarafından birçok çalışmada kestane kabuğuna özgü bulunan fenolik maddelerden biri olarak elajik asit tespit edilmiştir. Elajik asidin özellikle kestane meyve kabuğunda bulunan önemli polifenollerden biri olduğu ve aynı zamanda gallik asidin bir kondanse dimeridi olduğu ifade edilmektedir (Bahşi, 2015). Bahşi (2015) tarafından yapılan çalışmada kestane kabuğunda bulunan diğer polifenollerin elajik aside dönüşümü üzerine hidroliz reaksiyonu geliştirilmiştir. Elajik asit kestane kabuğunun dışında çok sayıda sebze, meyve (ahududu, çilek, böğürtlen, kıvılcık ve nar dahil) ve bazı kuruyemişlerde (findık ve ceviz) de bulunan dört halkalı bir polifenoldür. Çeşitli çalışmalar elajik asidin antioksidan, antiviral, antimutajenik ve antikarsinojenik etkileri nedeniyle son yıllarda elajik asidin kaynaklarına olan ilgi önem kazanmıştır (Cuartero, 2011).



(a)



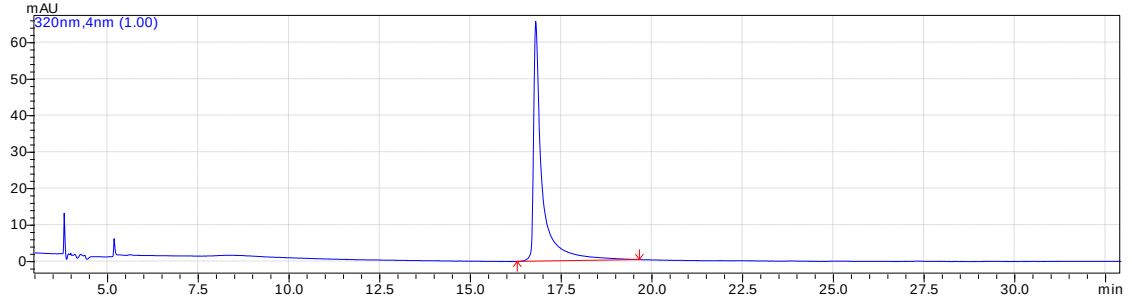
(b)



(c)

Şekil 4.1. Optimum koşullarda üretilen kestane kabuğu ekstraktı için sırasıyla 280 nm (a), 320 nm (b), ve 360 nm’de (c) elde edilen kromatogramlar (Erdoğan, 2022).

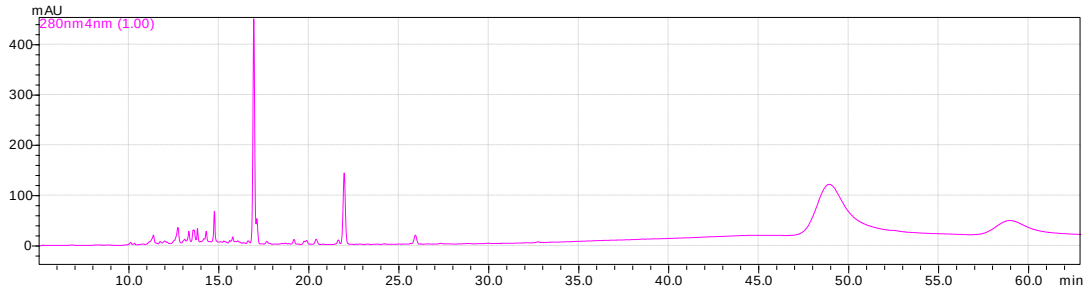
Kestane kabuğu ekstraktında belirlenen elajik asit kestane kabuğuna özgü bir fenolik bileşik olduğundan enkapsülasyon etkinliğinin değerlendirilmesi için seçilmiştir. 320nm’de elajik asit standard çözeltilerinden 80 mg/kg için elde edilen kromatogram Şekil 4.2’de sunulmuştur.



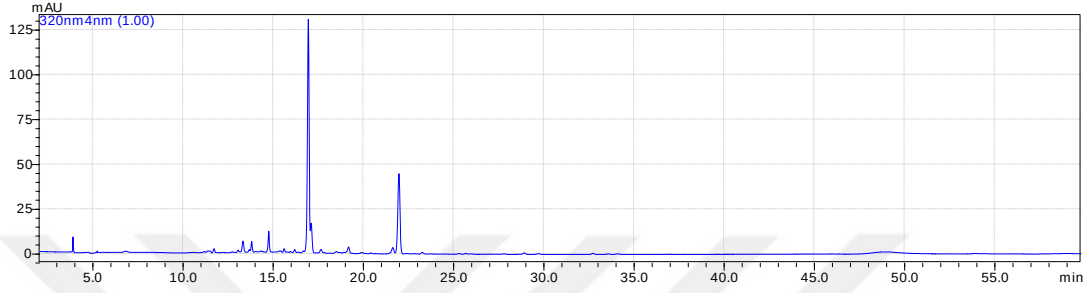
Şekil 4.2. 320nm’de elajik asit standard çözeltilerinden 80 mg/kg için elde edilen kromatogram.

4.1.2. Optimum Sedir Kabuğu Ekstraktı

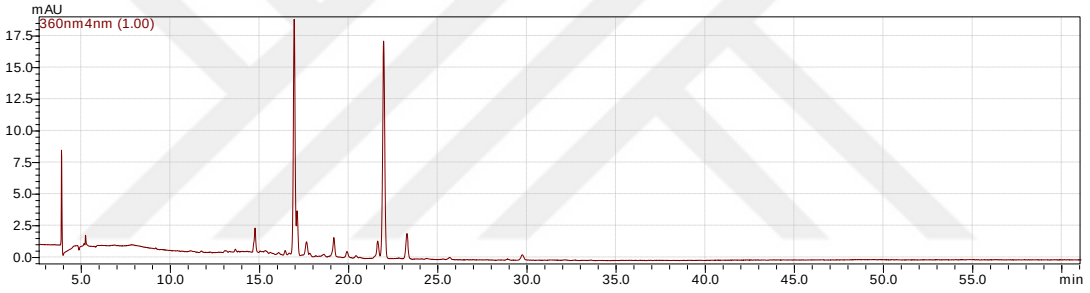
Optimum ekstraksiyon koşullarında üretilen sedir kabuğu ekstraktlarının fenolik profilinin belirlenmesinde elde edilen kromatogramlar Şekil 4.3’te verilmiştir. Sedir kabuğu için belirlenen ferülik asit için kalibrasyon eğrisi oluşturulmuş ve miktarı belirlenmiştir. Optimum ekstraksiyon koşullarında üretilen sedir kabuğu ekstraktlarının 172,4 mg/kg ferülik asit içerdiği bulgulanmıştır.



(a)



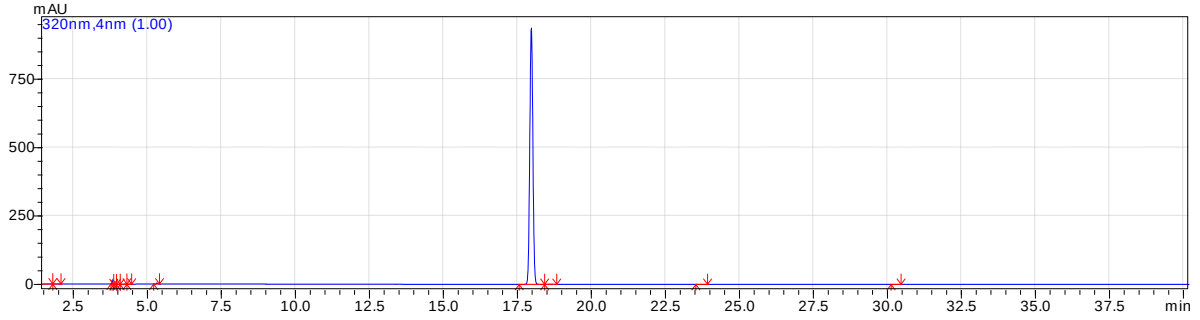
(b)



(c)

Şekil 4.3. Optimum koşullarda üretilen sedir kabuğu ekstraktı için sırasıyla 280 nm (a), 320 nm (b), ve 360 nm’de (c) elde edilen kromatogramlar (Erdoğan, 2022).

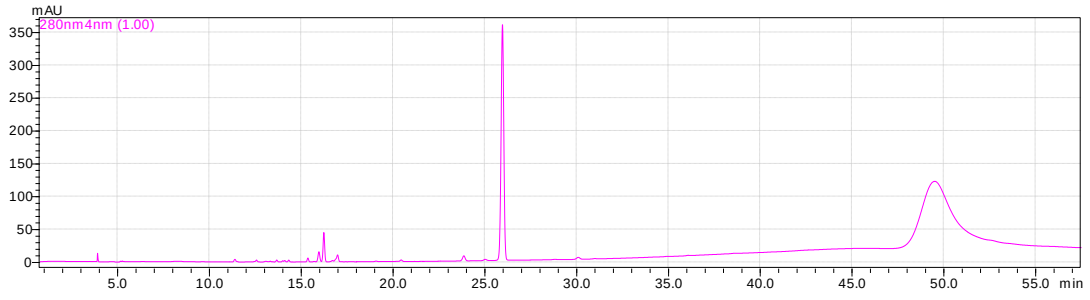
HPLC kromatogramında 17,9 dk’da yer alan ferülik asit sedir kabuğundaki baskın fenolik bileşik olarak belirlenmiştir. Sedir kabuğuna özgü ve baskın olarak bulunduğuandan enkapsülasyon etkinliğinin değerlendirilmesi için ferülik asit seçilmiştir. Kromatogramlarda yer alan pikler karşılaştırıldığında en iyi sonuçlar 320nm’de elde edilmiştir. Örnek olarak 320nm’de ferülik asit standard çözeltilerinden 50 ppm için elde edilen kromatogram Şekil 4.4’te sunulmuştur.



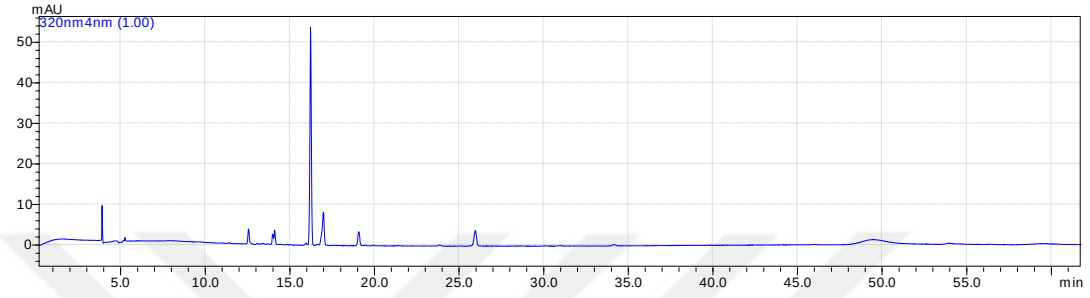
Şekil 4.4. 320nm’de ferulik asit standard çözeltilerinden 50 mg/kg için elde edilen kromatogram.

4.1.3. Optimum Sığla Kabuğu Ekstraktı

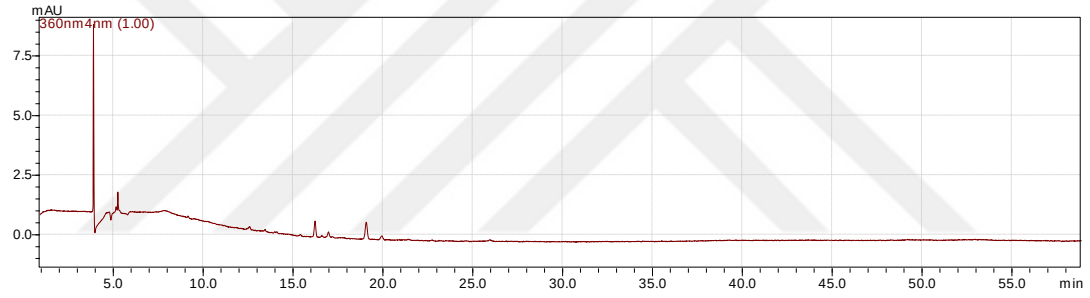
Optimum ekstraksiyon koşullarında üretilen sığla kabuğu ekstraktlarının fenolik profilinin belirlenmesinde elde edilen kromatogramlar Şekil 4.5’te verilmiştir. Sığla kabuğu için belirlenen fenolik bileşik sinamik asit olmuştur. Sinamik asidin kalibrasyon eğrisi oluşturulup miktarları belirlenmiştir. Optimum ekstraksiyon koşullarında üretilen sığla kabuğu ekstraktlarının 143,4 mg/kg sinamik asit içerdiği bulgulanmıştır. Literatürde yapılan çalışmalar da incelendiğinde sinamik asidin sığla kabuğunda belirlenen fenolik bileşikler arasında yer aldığı görülmektedir. Sığla reçinesinin karakterizasyonunun yapıldığı bir çalışmada asidik ve nötral fraksiyonlarının Gaz Kromatografisi-Kütle spektroskopisi (GC-MS) ile analiz edilerek, asidik fraksiyonda sinamik asit, nötral fraksiyonda ise başlıca 3-fenil-2-propanol ve sinamil alkol ana bileşen olarak tespit edilmiştir (Modugno vd., 2006).



(a)



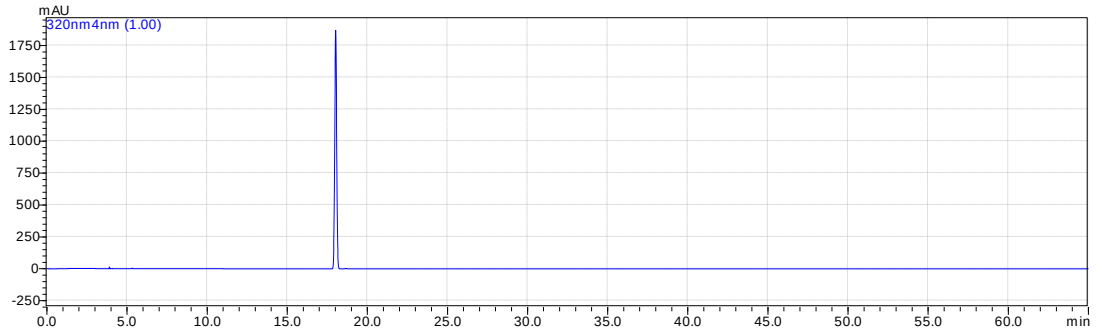
(b)



(c)

Şekil 4.5. Optimum koşullarda üretilen sığla kabuğu ekstraktı için sırasıyla 280 nm (a), 320 nm (b), ve 360 nm’de (c) elde edilen kromatogramlar (Erdoğan, 2022).

Sığla kabuğu ekstraktında belirlenen sinamik asit sığla kabuğuna özgü bir fenolik bileşik olduğundan enkapsülasyon etkinliğinin değerlendirilmesi için seçilmiştir. 320nm’de sinamik asit standard çözeltilerinden 100 mg/kg için elde edilen kromatogram Şekil 4.6’da örnek olarak sunulmuştur.



Şekil 4.6. 320nm’de sinnamik asit standard çözeltilerinden 100 mg/kg için elde edilen kromatogram.

4.2. Zein Nanopartiküllerinin Karakterizasyonu ve Optimizasyonu

4.2.1. Kestane Kabuğu Ekstraktı İçeren Zein Nanopartikülleri

Kestane kabuğu ekstraktı içeren zein nanopartikülleri nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon olmak üzere üç farklı yöntem ile üretilmiştir.

Nanoçöktürme yönteminde; zein konsantrasyonu, akış hızı, karıştırma hızı ve ekstrakt miktarı değişkenlerinin sabit sodyum kazeinat oranı ve sabit hacimde (%1 ve 30 ml) üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu, polidispersite indeksi (PDI), geçirgenlik, zeta potansiyeli (ZP), bulanıklık ve enkapsülasyon etkinliği (EE) üzerine etkileri incelenmiştir. Nanopartiküllerin hazırlanmasında, zein konsantrasyonu %5-%15 (mg/ml), akış hızı 1,0-1,8 ml/s, karıştırma hızı 500-1500 rpm ve ekstrakt oranı %2-%8 (mg/ml) arasında değişmektedir. Bağımsız işlem değişkenlerinin yanıtlar üzerine etkisi regresyon analizi ile modellenmiştir. Elde edilen deneysel yanıtlar Çizelge 4.1’de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Nanoçöktürme yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	8	160,500±0,071	0,148±0,001	73,475±0,035	-35,980±0,035	1,974±0,005	82,177±0,166
2	16	156,360±0,042	0,095±0,002	57,600±0,000	-37,480±0,530	2,801±0,001	89,812±2,099
3	12	162,278±0,159	0,152±0,018	73,175±0,177	-39,100±0,530	1,867±0,000	84,272±0,053
4	15	151,620±0,368	0,121±0,021	59,300±0,000	-38,150±0,071	2,680±0,004	96,829±0,309
5	1	149,510±0,255	0,164±0,006	64,300±0,990	-38,650±0,071	2,487±0,004	83,984±0,131
6	25	161,545±0,035	0,079±0,002	55,800±0,141	-38,200±0,141	2,797±0,003	93,339±2,071
7	21	165,490±0,212	0,184±0,028	71,400±0,141	-37,800±0,141	2,202±0,001	84,408±0,328
8	5	161,575±0,148	0,099±0,015	54,300±0,424	-35,100±0,141	2,845±0,004	94,351±0,553
9	7	176,475±0,163	0,237±0,000	34,400±0,707	-38,330±0,035	2,594±0,002	45,178±0,315
10	30	158,400±0,396	0,089±0,001	55,000±0,283	-36,150±0,212	2,601±0,002	48,929±0,650
11	19	158,585±0,502	0,245±0,004	40,600±0,000	-38,400±0,000	2,578±0,004	44,865±0,087
12	6	152,435±0,092	0,103±0,001	57,450±0,071	-37,200±0,283	2,783±0,000	52,383±0,145
13	24	169,428±0,039	0,24±0,000	40,375±0,035	-42,750±0,071	2,700±0,000	44,672±0,080
14	9	160,660±0,156	0,121±0,001	52,500±0,424	-37,700±0,000	2,717±0,004	51,624±0,080
15	20	173,450±0,184	0,243±0,003	40,250±0,071	-39,570±0,035	2,665±0,001	44,644±0,042
16	3	168,110±0,057	0,152±0,004	49,250±0,035	-35,250±0,071	2,759±0,001	52,097±0,204
17	28	187,225±0,092	0,265±0,004	52,250±0,071	-40,430±0,035	2,467±0,018	67,195±1,975
18	22	170,325±0,163	0,091±0,003	47,100±0,000	-36,350±0,071	2,933±0,015	68,951±0,587
19	26	159,385±0,064	0,108±0,001	62,050±0,071	-38,750±0,071	2,667±0,010	61,815±0,850
20	13	151,150±0,177	0,152±0,000	72,275±0,106	-36,200±0,566	2,335±0,001	61,816±0,145
21	17	145,450±0,099	0,124±0,006	71,400±0,566	-34,000±0,000	2,329±0,004	62,309±0,139
22	29	150,195±0,629	0,126±0,001	69,025±0,035	-36,300±0,141	2,416±0,002	62,145±0,039
23	14	152,210±0,099	0,078±0,011	64,325±0,106	-37,700±0,141	2,614±0,006	-
24	23	157,158±0,477	0,202±0,002	39,500±0,141	-37,150±0,212	2,768±0,000	38,901±0,022
25	10	148,663±0,039	0,095±0,001	63,400±0,141	-36,250±0,000	2,574±0,003	62,575±0,240
26	11	152,945±0,049	0,116±0,005	70,733±0,071	-35,250±0,354	2,426±0,004	62,219±0,100
27	18	150,970±0,000	0,137±0,000	67,650±0,212	-35,700±0,283	2,683±0,004	62,474±0,110
28	2	143,465±0,544	0,107±0,002	64,975±0,035	-36,550±0,212	2,516±0,002	62,292±0,243
29	4	148,225±0,007	0,086±0,005	64,250±0,212	-35,600±0,283	2,570±0,000	62,476±0,099
30	27	148,637±0,173	0,093±0,001	62,300±0,141	-34,600±0,283	2,536±0,004	62,266±0,134

Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde; proses değişkenleri olarak zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, süre ve ekstrakt oranı seçilmiştir ve değişkenlerin sınır koşulları sırasıyla %5-%15 (mg/ml), 3000-10000, 3-7 dk ve ekstrakt oranı %2-%8 (mg/ml) arasında değişmektedir. Değişkenlerin sabit sodyum kazeinat oranı ve sabit hacimde (%1 ve 50 ml) üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu, polidispersite indeksi, geçirgenlik, zeta potansiyeli, bulanıklık ve enkapsülasyon etkinliği üzerine etkileri incelenmiştir. Bağımsız proses değişkenlerinin yanıtlar üzerine etkisi regresyon analizi ile modellenmiştir. Elde edilen deneysel yanıtlar Çizelge 4.2’de verilmiştir.



Çizelge 4.2. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	15	181,490±0,240	0,083±0,010	53,475±0,389	-38,800±0,141	2,574±0,003	83,792±0,070
2	12	207,500±0,106	0,098±0,002	33,325±0,106	-39,800±0,000	2,746±0,013	95,113±1,005
3	16	201,625±0,601	0,148±0,005	45,300±0,141	-38,025±0,035	2,650±0,007	83,375±0,099
4	24	249,650±1,768	0,1403±0,007	10,867±0,035	-39,350±0,071	2,755±0,027	95,760±0,344
5	9	180,553±0,173	0,089±0,008	52,700±0,000	-40,100±0,000	2,577±0,005	83,888±0,138
6	22	217,175±0,742	0,094±0,004	24,925±0,035	-39,075±0,106	2,741±0,018	95,999±0,565
7	19	203,475±0,389	0,096±0,008	47,300±0,000	-40,450±0,071	2,691±0,001	83,859±0,057
8	17	254,750±0,212	0,098±0,005	12,233±0,071	-39,100±0,000	2,851±0,001	96,111±0,274
9	27	211,100±0,000	0,256±0,003	20,850±0,071	-37,050±0,071	2,657±0,001	45,187±0,173
10	23	186,893±0,067	0,120±0,001	31,575±0,106	-40,100±0,141	2,852±0,000	51,171±0,075
11	21	205,625±0,106	0,226±0,001	24,225±0,177	-39,100±0,141	2,6130,004	44,991±0,060
12	26	232,300±0,000	0,112±0,007	13,300±0,000	-38,675±0,106	2,737±0,000	51,246±0,172
13	29	208,350±0,495	0,262±0,006	26,200±0,283	-37,775±0,177	2,606±0,002	44,853±0,235
14	20	194,143±0,173	0,145±0,054	25,400±0,000	-40,300±0,141	2,647±0,000	51,274±0,235
15	14	220,950±0,460	0,253±0,001	16,750±0,071	-39,700±0,000	2,674±0,000	45,098±0,029
16	4	240,300±0,141	0,123±0,002	12,350±0,071	-35,525±0,035	2,731±0,001	51,238±0,066
17	1	213,500±0,000	0,252±0,001	29,700±0,283	-42,300±0,141	2,498±0,016	54,241±0,069
18	18	244,250±0,636	0,156±0,005	10,525±0,035	-38,200±0,141	2,748±0,000	70,807±0,309
19	8	174,085±0,629	0,175±0,000	37,800±0,000	-38,375±0,035	2,647±0,001	60,017±0,001
20	6	216,350±0,212	0,186±0,000	29,200±0,141	-39,450±0,495	2,699±0,001	62,253±0,663
21	7	186,320±0,778	0,164±0,000	36,563±0,088	-37,025±0,035	2,669±0,005	61,129±1,115
22	5	196,660±0,297	0,181±0,015	32,700±0,141	-41,050±0,071	2,633±0,003	67,740±1,047
23	25	195,465±0,530	0,064±0,000	45,000±0,212	-35,567±0,247	2,685±0,004	-
24	13	197,020±0,007	0,214±0,000	19,850±0,071	-37,000±0,000	2,764±0,002	39,464±1,305
25	3	174,135±0,092	0,139±0,004	53,100±0,141	-29,500±0,141	2,666±0,002	62,969±1,407
26	10	169,365±1,704	0,111±0,012	53,875±0,035	-29,400±0,212	2,637±0,003	63,182±0,072
27	30	185,620±0,085	0,143±0,000	53,575±0,460	-29,850±0,071	2,586±0,005	63,506±0,113
28	11	171,700±0,396	0,121±0,001	48,800±0,000	-31,550±0,071	2,571±0,001	64,418±4,131
29	2	180,780±0,792	0,158±0,006	40,250±0,778	-30,400±0,000	2,677±0,002	62,418±0,343
30	28	175,485±0,092	0,162±0,004	44,475±0,035	-32,550±0,071	2,565±0,000	61,643±1,386

Ultrasonik homojenizasyon yönteminde; proses değişkenleri ve sınır koşullarının sırasıyla zein konsantrasyonu, amplitüd değeri, süre, ekstrakt oranı ve %5-%15 (mg/ml), %20-40, 1-5 dk %2-%8 (mg/ml) olduğu ultrasonik homojenizasyon yönteminde, işlem değişkenlerinin sabit sodyum kazeinat oranı ve sabit hacimde (%1 ve 50 ml) üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu, polidispersite indeksi, geçirgenlik, zeta potansiyeli, bulanıklık ve enkapsülasyon etkinliği üzerine etkileri incelenmiştir. Bağımsız proses değişkenlerinin yanıtlar üzerine etkisi regresyon analizi ile modellenmiştir. Elde edilen deneysel yanıtlar Çizelge 4.3'te verilmiştir.



Çizelge 4.3. Ultrasonik homojenizasyon için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	14	161,605±0,544	0,140±0,000	71,850±0,071	-36,600±0,141	2,265±0,005	82,852±0,565
2	3	197,865±0,148	0,122±0,008	32,850±0,071	-40,000±0,141	2,884±0,006	94,997±0,112
3	30	156,565±0,191	0,114±0,004	69,000±0,000	-36,725±0,035	2,295±0,005	82,907±0,154
4	5	201,850±0,071	0,135±0,002	31,875±0,035	-37,550±0,071	2,852±0,042	94,364±0,070
5	16	169,890±0,106	0,102±0,005	64,025±0,035	-36,450±0,212	2,465±0,001	83,197±0,120
6	12	217,800±0,000	0,122±0,001	23,800±0,000	-37,350±0,212	2,888±0,001	94,532±0,105
7	13	171,710±0,156	0,099±0,001	61,000±0,000	-37,300±0,141	2,565±0,004	83,063±0,076
8	22	232,450±0,636	0,147±0,007	15,375±0,035	-38,300±0,141	2,817±0,006	95,000±0,053
9	23	178,520±0,212	0,173±0,013	44,725±0,035	-40,975±0,035	2,671±0,004	44,705±0,068
10	1	196,805±0,120	0,078±0,023	38,175±0,141	-36,800±0,000	2,877±0,029	51,279±0,258
11	19	175,470±0,368	0,223±0,000	40,300±0,000	-36,900±0,000	2,645±0,005	44,519±0,203
12	9	191,170±0,226	0,083±0,007	40,300±0,000	-36,250±0,071	2,771±0,002	50,707±0,462
13	15	185,410±0,240	0,204±0,006	35,600±0,424	-39,600±0,141	2,640±0,001	44,846±0,773
14	7	189,525±0,573	0,106±0,003	41,800±0,000	-35,650±0,071	2,686±0,001	47,468±0,773
15	11	175,555±0,332	0,203±0,000	40,575±0,035	-37,600±0,000	2,644±0,006	44,970±0,068
16	18	202,520±0,028	0,114±0,000	35,375±0,035	-33,250±0,071	2,734±0,032	50,763±0,140
17	17	176,028±0,088	0,234±0,001	49,375±0,035	-37,400±0,283	2,463±0,010	57,451±0,026
18	20	215,325±0,318	0,102±0,025	22,200±0,000	-33,725±0,035	2,843±0,022	66,866±1,794
19	2	173,058±0,004	0,103±0,002	57,300±0,000	-35,900±0,071	2,643±0,004	58,364±0,556
20	25	199,368±0,025	0,148±0,002	43,350±0,212	-35,800±0,000	2,670±0,006	57,800±1,772
21	8	180,760±0,156	0,115±0,002	48,450±0,071	-36,900±0,141	2,658±0,001	58,565±0,490
22	10	203,550±0,354	0,101±0,001	34,700±0,071	-36,500±0,141	2,736±0,001	59,174±1,903
23	24	199,030±0,014	0,109±0,000	36,300±0,000	-36,100±0,000	2,655±0,006	-
24	4	196,498±0,428	0,136±0,000	27,100±0,000	-38,150±0,212	2,681±0,001	39,177±0,155
25	21	198,982±0,004	0,140±0,001	42,400±0,000	-35,500±0,424	2,743±0,001	62,403±0,273
26	27	194,627±0,025	0,134±0,003	44,600±0,283	-35,667±0,071	2,675±0,000	63,524±0,141
27	28	201,350±0,495	0,102±0,001	39,500±0,000	-36,367±0,035	2,738±0,005	62,457±0,134
28	26	190,565±0,318	0,134±0,004	48,600±0,141	-34,050±0,071	2,718±0,004	63,074±0,329
29	29	186,725±0,276	0,127±0,000	46,800±0,071	-34,325±0,389	2,716±0,003	62,407±0,195
30	6	190,170±0,141	0,094±0,001	43,850±0,071	-34,250±0,495	2,687±0,009	61,691±0,399

Optimizasyon çalışmasında yer alan işlem değişkenleri ile her bir yanıt arasındaki ilişkiyi ifade eden matematiksel model quadratik regresyon analizi yapılarak oluşturulmuştur. Her bir bağımsız değişkenin yanıtlar üzerindeki etkileri istatistiksel olarak önemliliği F ve p -değerlerinden bulunmuştur. p -değeri 0,05'ten büyük olan etkiler önemsiz kabul edilmiştir. Modellerin deneysel veriyi ne ölçüde karşıladığı regresyon katsayısı R^2 , düzeltilmiş regresyon katsayısı R^2_{adj} ve varyasyon katsayısı (C.V.) hesaplanarak belirlenmiştir. Modellerin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler ve değerleri Çizelge 4.4, 4.5 ve 4.6'da özetlenmiştir. Elde edilen modellerin tümünde varyasyonun büyük bir kısmı modeller tarafından açıklanabilmektedir.

Çizelge 4.4. Nanoçöktürme yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler

	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
R^2	0,906	0,948	0,922	0,894	0,901	0,975
R^2_{adj}	0,818	0,900	0,849	0,796	0,809	0,952
C.V. %	2,71	12,60	7,59	2,26	4,11	7,12
Yeterli tahminleme	13,53	15,75	13,70	12,77	14,84	26,89

Çizelge 4.5. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
R^2	0,943	0,918	0,942	0,917	0,862	0,996
R^2_{adj}	0,889	0,842	0,888	0,840	0,733	0,993
C.V. %	3,96	14,65	14,80	3,99	1,59	2,29
Yeterli tahminleme	13,82	15,09	13,42	10,09	10,14	51,27

Çizelge 4.6. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
R^2	0,897	0,897	0,944	0,755	0,944	0,992
R^2_{adj}	0,800	0,802	0,891	0,527	0,891	0,983
C.V. %	3,91	13,49	10,16	3,31	1,85	3,48
Yeterli tahminleme	13,51	12,80	17,70	7,57	16,97	32,03

4.2.1.1. Kestane Kabuğu Ekstraktı İçeren Nanopartiküllerin Özellikleri Üzerine Nanopartikül Üretim Yöntemlerinin ve Proses Değişkenlerinin Etkisi

4.2.1.1.1. Partikül Boyutu

Nanopartiküllerin geliştirilmesi aşamasında, partikül boyutu, polidispersite ve zeta potansiyeli gibi faktörler anahtar rol oynamakta ve dolayısıyla bu faktörlerin incelenmesi önem kazanmaktadır. Partikül boyutu, nanopartiküllerin özellik karakterizasyonunda kullanılan en önemli parametrelerden biridir. Partikül çapının küçük olması, nanopartiküllerin etkinliğini ve verimliliğini artırmaktadır.

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutları 143,47-187,23 nm arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile edilen nanopartiküllerin boyutu, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.7).

Çizelge 4.7. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	2655,2	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	258,79	0,0019
X ₆ -Karıştırma hızı	1	10,41	0,4641
X ₅ -Akış hızı	1	75,63	0,061
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	142,89	0,0139
X ₁ X ₆	1	3,16	0,6846
X ₁ X ₅	1	68,21	0,0737
X ₁ X ₄	1	62,63	0,0852
X ₆ X ₅	1	184,28	0,0065
X ₆ X ₄	1	40,42	0,1595
X ₅ X ₄	1	21,14	0,3013
X ₁ ²	1	1715,45	< 0,0001
X ₆ ²	1	113,2	0,0256
X ₅ ²	1	0,79	0,8383
X ₄ ²	1	97,52	0,0363
Kalıntı	15	276,63	
Model uygunsuzluğu	10	225,9	0,1951
Saf hata	5	50,73	
Toplam	29	2931,83	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Şekil 4.8’de pertürbasyon grafiği incelendiğinde zein konsantrasyonundaki artışla birlikte nanopartiküllerin boyutu belirli bir değere kadar azalırken, sonrasında artış göstermiştir. Zein konsantrasyonunun %10 ve altında olduğu koşullarda, konsantrasyonun artmasıyla birlikte partikül boyutu küçülmüştür. Zein konsantrasyonu %10-12,5 arasında olduğunda ise minimum partikül boyutu elde edilmiştir. Zein konsantrasyonunun %12,5 ve üzeri olduğu durumlarda ise zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte partikül boyutunda artış gözlenmiştir. Diğer bir proses değişkeni olan ve partikül boyutunu istatistiksel olarak önemli düzeyde etkileyen ekstrakt oranının etkisi incelendiğinde, genel olarak ekstrakt oranındaki artışın partikül boyutunun büyümesine sebep olduğu gözlenmiştir.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin boyutu, 169,37-254,75 nm arasında değişmektedir. Proses değişkenlerinden, zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızının nanopartiküllerin boyutunu, istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilediği görülmektedir (Çizelge 4.8).

Çizelge 4.8. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	15818,03	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	2224,19	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	3901,56	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	171,69	0,1232
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	1,79	0,8698
X ₁ X ₃	1	916,69	0,0018
X ₁ X ₂	1	17,09	0,6138
X ₁ X ₄	1	1488,46	0,0002
X ₃ X ₂	1	18,14	0,6032
X ₃ X ₄	1	36,28	0,4644
X ₂ X ₄	1	9,21	0,7105
X ₁ ²	1	5944,17	< 0,0001
X ₃ ²	1	1091,01	0,0009
X ₂ ²	1	792,42	0,0032
X ₄ ²	1	1181,47	0,0007
Kalıntı	15	965,28	
Model uygunsuzluğu	10	783,83	0,2046
Saf hata	5	181,45	
Toplam	29	16783,32	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Zein konsantrasyonundaki artışla birlikte nanopartiküllerin boyutu belirli bir değere kadar azalırken belirli bir değerden sonra artış göstermiştir. Zein konsantrasyonunun %10 ve altında olduğu koşullarda konsantrasyonun artmasıyla birlikte partikül boyutu küçülmüştür. Zein konsantrasyonu %10'nu aştığında ise konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte partikül boyutunda artış gözlenmiştir. Partikül boyutu üzerine homojenizasyon hızının etkisi incelendiğinde, partikül boyutu ile homojenizasyon hızı arasında doğrusal bir ilişkinin olduğu ve homojenizasyon hızının yükselmesi ile birlikte partikül çapının arttığı görülmüştür (Şekil 4.8). Yüksek homojenizasyon hızlarında aşırı enerji girişi, sistemde bulunan parçacıklar arasındaki çarpma frekansını arttırarak birleşmeye ve daha büyük parçacıkların oluşumuna yol açmaktadır. Ayrıca homojenizasyon hızının yüksek olması protein denatürasyonuna neden olduğundan agregasyona yol açmaktadır. Nitekim bu durum üretilen nanopartiküllerin ortamda belirli bir süre bekletilmesi sonucunda (yüksek homojenizasyon hızının kullanıldığı örneklerde) gözlenmiştir (Şekil 4.7).



Şekil 4.7. Yüksek homojenizasyon hızı ve yüksek zein konsantrasyonlarında elde edilen nanopartikül çözeltileri.

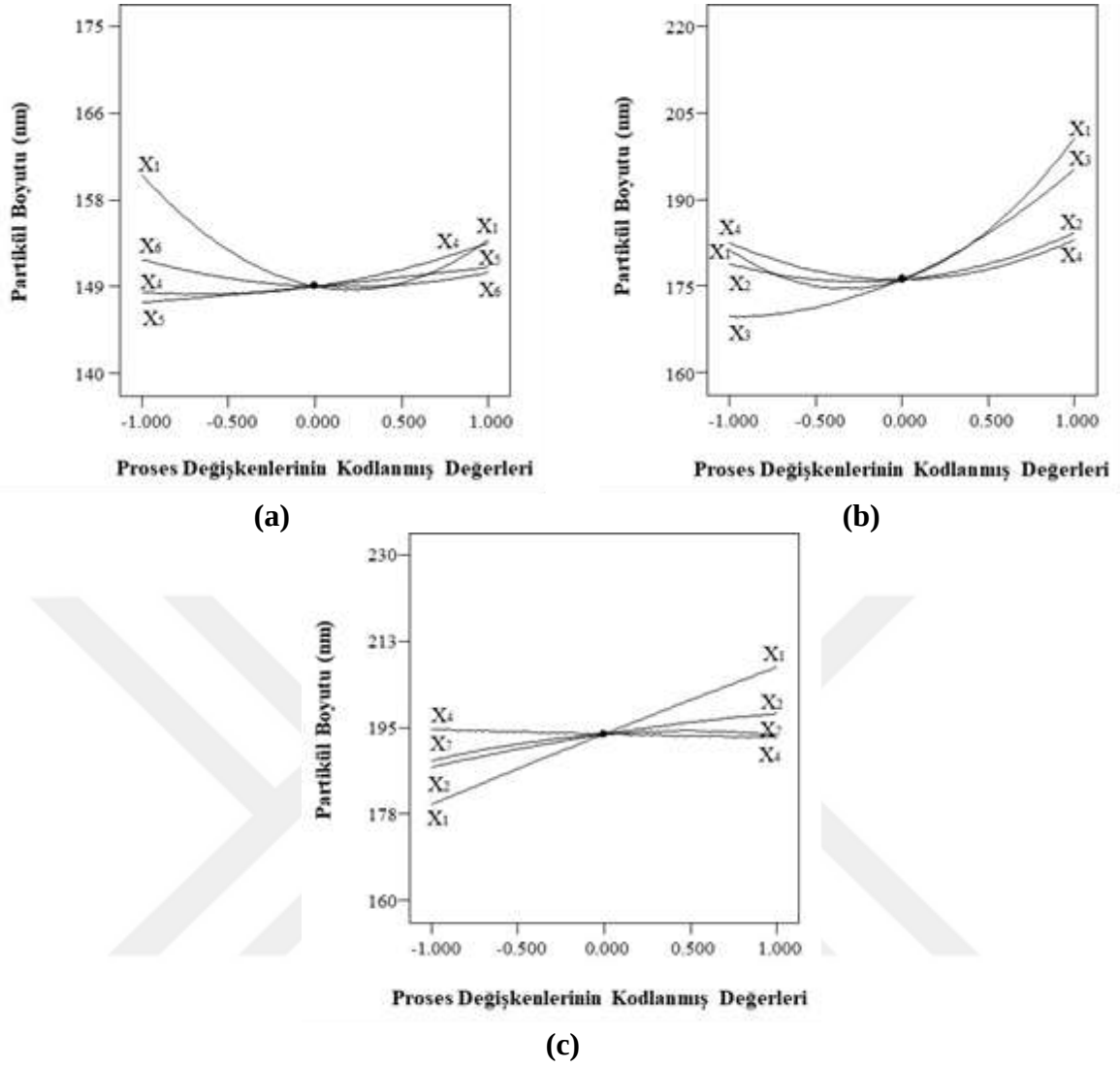
Üçüncü nanopartikül üretim yöntemi olan ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak elde edilen nanopartiküllerin boyutu, 156,57-232,45 nm arasında değişmektedir. Nanopartiküllerin boyutu, zein konsantrasyonu ve ultrasonikasyon süresinden istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.9).

Çizelge 4.9. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	7227,46	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	4644,13	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	162,71	0,1074
X ₂ -Süre	1	710,57	0,0027
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	16,38	0,5949
X ₁ X ₇	1	110,88	0,1779
X ₁ X ₂	1	36,6	0,4294
X ₁ X ₄	1	978,59	0,0008
X ₇ X ₂	1	53,84	0,3402
X ₇ X ₄	1	27,46	0,4926
X ₂ X ₄	1	247,43	0,0519
X ₁ ²	1	3,85	0,7958
X ₇ ²	1	206,01	0,0732
X ₂ ²	1	43,2	0,3915
X ₄ ²	1	0,59	0,9189
Kalıntı	15	832,33	
Model uygunsuzluğu	10	674,11	0,209
Saf hata	5	158,22	
Toplam	29	8059,79	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Zein konsantrasyonu ile partikül boyutu arasında liner bir ilişki olup zein konsantrasyondaki artışla birlikte nanopartiküllerin boyutunda da artış gözlenmiştir. Benzer şekilde partikül boyutu üzerine sürenin etkisi incelendiğinde, partikül boyutu ile süre arasında doğrusal bir ilişkinin olduğu ve sürenin yükselmesi ile birlikte partikül çapının büyüdüğü gözlenmiştir (Şekil 4.8). Sonikasyon süresi arttıkça daha küçük partiküller oluşmakta ve dolayısıyla nanopartiküllerin yüzey alanı artmaktadır. Yüzey alanının artması nanopartiküllere çok yüksek yüzey enerjisi kazandırmaktadır. Ayrıca sonikasyon işlemi ile birlikte sıcaklığın artması da partiküllerin kinetik enerjilerini arttırmaktadır. Nanopartiküller bu yüzey enerjisini en aza indirmek için aglomerasyon oluştururlar. Ayrıca parçacıklar arasındaki çekici van der Waals kuvvetleri nedeniyle nanopartiküllerde kontrolsüz aglomerasyon meydana gelebilir. Partikül boyutunu arttıran bir diğer faktör nanopartikül agregasyonu olup bu durum ise kovalent bağların oluşumundan kaynaklanmaktadır. Buna ek olarak amplitüd ve sürenin yükselmesi ile birlikte sıcaklık ve karıştırma hızının artması protein denatürasyonuna ve dolayısıyla agregasyona sebep olabilmektedir.



Şekil 4.8. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b), ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin partikül boyutu (nm) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin hidrodinamik çapları/partikül boyutları sırasıyla 143,47-187,23 nm, 169,37-254,75 nm ve 156,57-232,45 nm arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin boyutlarının, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri ile elde edilen nanopartiküllerin boyutlarına kıyasla daha düşük olduğu tespit edilmiştir. En yüksek partikül boyutuna sahip nanopartiküller, yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile üretilen nanopartiküllerdir. Üç farklı yöntem için

de partikül boyutu üzerine etki eden en önemli proses değişkeni, zein konsantrasyonudur. Nanoçöktürme ve yüksek hızda homojenizasyon yöntemleri için zein konsantrasyonunun yükselmesi nanopartiküllerin boyutunu belirli bir değere kadar düşürürken, belirli bir değerden sonra artırmıştır. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde ise zein konsantrasyonu ile partikül boyutu arasında liner bir ilişki olup zein konsantrasyondaki artışla birlikte nanopartiküllerin boyutunda da artış gözlenmiştir.

Nanopartiküllerin boyutundaki küçülme, zein, sodyum kazeinat ve ekstrakt arasındaki elektrostatik etkileşime bağlı olabilir. Belirli bir değerden sonra zein konsantrasyonunun artması ile partikül çapındaki artış, kendiliğinden oluşan nanokürelerin oluşmasından kaynaklanabilir. Liang vd. (2017) tarafından zein konsantrasyonunun nanopartikül çapı üzerindeki etkisi araştırılmıştır ve zein konsantrasyonunun 72mg'dan 216 mg'a yükselmesi nanopartiküllerin ortalama partikül çapının 240,6 nm'den 197,6 nm'ye düştüğünü bildirmiştir. Bununla birlikte, zein konsantrasyonundaki 288 mg'a bir artış daha yapıldığında nanopartiküllerin parçacık boyutunun 205,5 nm'ye yükseldiği rapor edilmiştir. Çalışmamızda üretilen nanopartiküllerin çekirdeği ve kabuğu sırasıyla hidrofobik bir protein zein ve bir amfifilik protein kazeinattan oluşmaktadır. Zein solüsyonu kazeinat solüsyonuna enjekte edildiğinde zein partiküllerini çevreleyen etanol antisolvent faza yayılmaya başlamaktadır ve etanol konsantrasyonu çözünme sınırının altına inmektedir (Zhong vd., 2008). Bu da ortamdaki zein moleküllerinin birleşmesine ve dolayısıyla protein çökmesine neden olmaktadır. Bu durum sulu çözeltide kazeinat kullanılarak önlenabilmektedir. Kazeinat hem ortamdaki açıkta kalan polar olmayan bölgeleri çevrelemekte hem de zein koloidal partiküllerinin yüzeyinde adsorbe olmaktadır. Kazeinat, agregasyon stabilitesinin geliştirilmesinde veya zein partiküllerinin çökmesini önlemede önemli rol oynamaktadır. Ayrıca, zeinin sodyum kazeinata kütle oranı, ZNP'lerin büyüklüğünü etkileyen önemli bir parametre olarak bilinmektedir. Bu oranın artmasıyla elde edilen süspansiyonların kararlılığı azalmaktadır. Bunun nedeni, koloidal ZNP'lerin yüzeylerinin sodyum kazeinat ile yeterince doymamış olmasıdır (Liu vd., 2019).

4.2.1.1.2. Polidispersite İndeksi

Polidispersite, partikül çapı dağılımının standart sapmasının ortalama partikül çapına oranı olarak tanımlanır. Polidispersite indeksi, temel olarak belirli bir örneklem içindeki

büyüklik popülasyonlarının dağılımını temsil eder. Bu parametre, partikül çözeltisinin ortalama homojenliğini tahminlemede kullanılır. Bununla birlikte PDI, nanopartikül agregasyonunu da gösterir. Yüksek PDI değerleri, numunenin çok geniş bir boyut dağılımına sahip olduğunu ve yavaşça çökelebilecek büyük partiküller veya agregalar içerebileceğini gösterirken, düşük PDI değerleri ise örneğin tek dağılım gösterdiğini ifade eder. PDI'nın sayısal değeri 0,0 ile 1,0 arasında değişir. Bu değer 1'e yaklaştığında çok dağılımlı bir sistemi, sıfıra yaklaştığında ise tek dağılımlı bir sistemi ifade eder. Polidispers sistemler, monodispers sistemlerden daha fazla kümelenme eğilimindedir. 0,2 ve altındaki değerler, pratikte yaygın olarak polimer bazlı nanopartikül malzemeler için uygun olarak kabul edilir (Clarke, 2013). Lipozom ve nanolipozom formülasyonları gibi lipit bazlı taşıyıcıların kullanıldığı ilaç salım uygulamalarında, 0,3 ve altındaki PDI değerlerinin kabul edilebilir olduğu ve homojen bir fosfolipid popülasyonunu gösterdiği açıklanmıştır (Badran, 2014; Chen vd., 2011; Putri vd., 2017).

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksleri %0,078-0,265 arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile edilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi, zein konsantrasyonu, ekstrakt oranı ve karıştırma hızından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.10).

Çizelge 4.10. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite indeksi (%)	
		Hata Kareler toplamı	p-Değeri
Model	14	0,087	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,051	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,88E-03	0,0281
X ₅ -Akış hızı	1	3,74E-04	0,2952
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,017	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	1,77E-04	0,4669
X ₁ X ₅	1	4,79E-06	0,904
X ₁ X ₄	1	3,88E-03	0,0033
X ₆ X ₅	1	1,86E-05	0,8122
X ₆ X ₄	1	1,65E-05	0,8229
X ₅ X ₄	1	3,04E-04	0,3436
X ₁ ²	1	0,011	< 0,0001
X ₆ ²	1	1,76E-03	0,0326
X ₅ ²	1	1,27E-03	0,0643
X ₄ ²	1	2,96E-03	0,0081
Kalıntı	15	4,77E-03	
Model uygunsuzluğu	10	3,01E-03	0,6118
Saf hata	5	1,76E-03	
Toplam	29	0,092	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Zein konsantrasyonu yükseldikçe nanopartiküllerin polidispersite indeksi artış göstermiştir. Diğer bir proses değişkeni olan ve polidispersite indeksini istatistiksel olarak önemli düzeyde etkileyen ekstrakt oranının etkisi incelendiğinde, ekstrakt oranındaki artışın polidispersite indeksini düşürdüğü gözlenmiştir. Polidispersite indeksini önemli ölçüde etkileyen bu bağımsız değişkenlerin birbirleri ile olan interaksiyonu, akış hızı ve karıştırma hızı merkez noktada iken ele alındığında, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının maksimum olduğu durumda polidispersite indeksinin minimum, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının minimum olduğu koşulda ise polidispersite indeksinin maksimum olduğu gözlenmiştir.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi, %0,064-0,262 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin polidispersite indeksi, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.11).

Çizelge 4.11. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-değeri
Model	14	0,083	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,019	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	2,25E-04	0,511
X ₂ -Süre	1	5,04E-06	0,9211
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,038	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	1,50E-05	0,8643
X ₁ X ₂	1	3,91E-07	0,978
X ₁ X ₄	1	0,016	< 0,0001
X ₃ X ₂	1	4,95E-04	0,3338
X ₃ X ₄	1	2,16E-03	0,0544
X ₂ X ₄	1	1,66E-03	0,0874
X ₁ ²	1	3,75E-03	0,015
X ₃ ²	1	9,37E-04	0,1898
X ₂ ²	1	3,86E-04	0,392
X ₄ ²	1	5,63E-04	0,3037
Kalıntı	15	7,45E-03	
Model uygunsuzluğu	10	5,41E-03	0,3987
Saf hata	5	2,04E-03	
Toplam	29	0,091	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Polidispersite indeksi, zein konsantrasyonunun artmasıyla birlikte azalırken, ekstrakt oranının yükselmesi ile birlikte artmıştır. Homojenizasyon hızı ve süresinin ise polidispersite indeksi üzerine önemli bir etkisi yoktur. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, özellikle ekstrakt oranındaki artış polidispersite indeksini artırırken, homojenizasyon hızı ve süresinin polidispersite indeksi üzerine önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir (Şekil 4.9). Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise polidispersite indeksi üzerine homojenizasyon hızı ve süresinin önemli bir etkisinin olmadığı ve ekstrakt oranının etki düzeyinin azaldığı ve bu oranın yükselmesi ile birlikte polidispersite indeksinin arttığı tespit edilmiştir. Ekstrakt oranının minimize edilmesi halinde, polidispersite indeksinin, zein konsantrasyonundan genel olarak etkilenmediği, homojenizasyon hızı arttıkça yükseldiği, homojenizasyon süresi uzadıkça ise azaldığı saptanmıştır. Ekstrakt oranının maksimum olduğu koşullarda ise polidispersite indeksi üzerine homojenizasyon hızı ve süresinin genel olarak önemli bir etkisinin olmadığı ve zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte polidispersite indeksinde belirgin bir düşüş olduğu saptanmıştır.

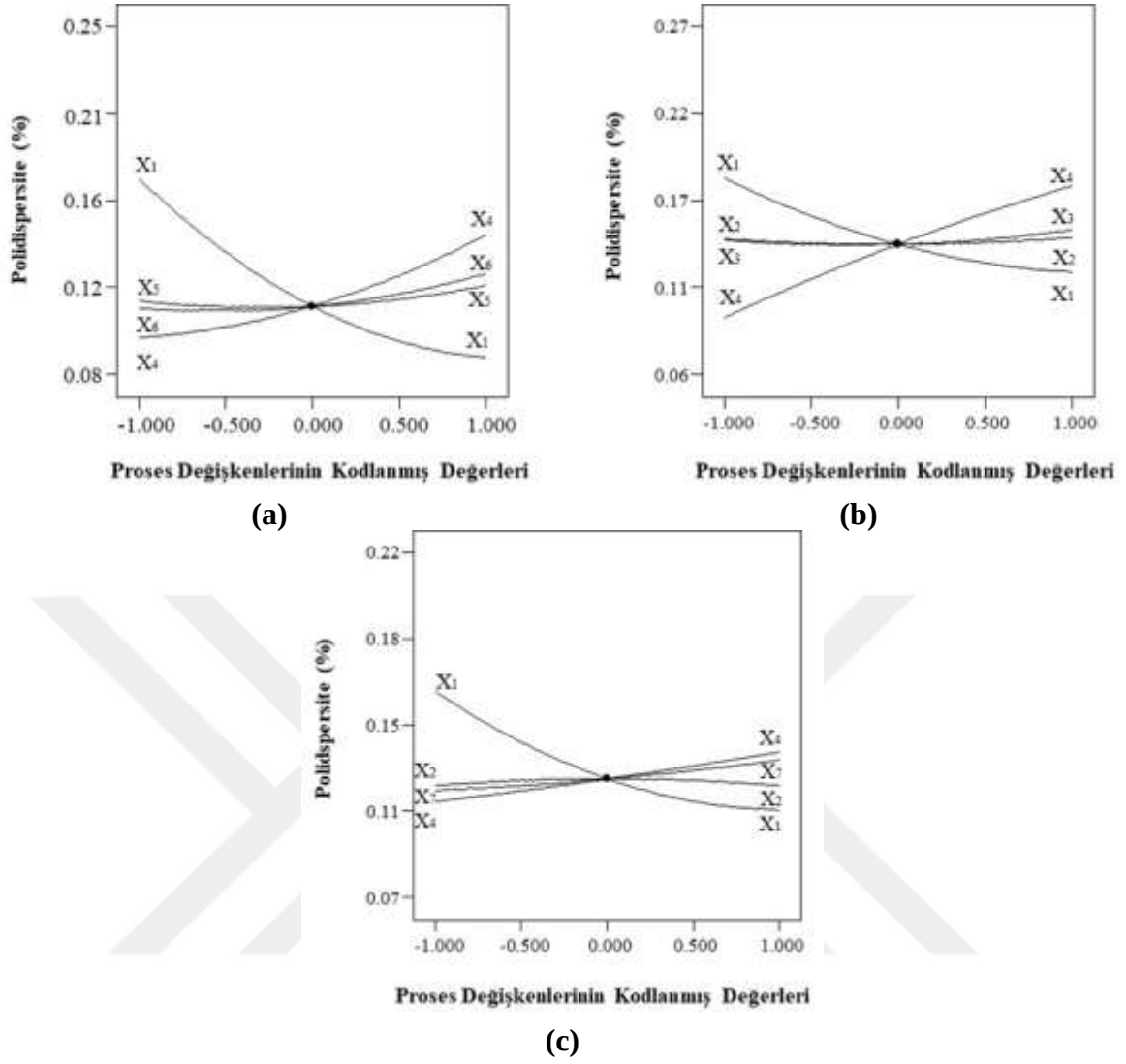
Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksleri %0,078-0,234 aralığında bulgulanmıştır. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile edilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranı istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.12).

Çizelge 4.12. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,041	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,016	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	1,03E-03	0,0899
X ₂ -Süre	1	5,86E-09	0,9966
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2,78E-03	0,0095
X ₁ X ₇	1	5,96E-05	0,6693
X ₁ X ₂	1	8,18E-04	0,1274
X ₁ X ₄	1	0,015	< 0,0001
X ₇ X ₂	1	1,12E-05	0,8528
X ₇ X ₄	1	1,71E-04	0,4713
X ₂ X ₄	1	7,68E-04	0,1385
X ₁ ²	1	4,13E-03	0,0025
X ₇ ²	1	7,66E-05	0,6284
X ₂ ²	1	2,15E-04	0,4212
X ₄ ²	1	2,33E-05	0,789
Kalıntı	15	4,71E-03	
Model uygunsuzluğu	10	2,84E-03	0,6693
Saf hata	5	1,87E-03	
Toplam	29	0,046	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Zein konsantrasyonu ile polidispersite indeksi arasında zıt yönlü bir ilişki olup zein konsantrasyondaki artışla birlikte polidispersite indeksinde düşüş gözlenmiştir. Polidispersite indeksi üzerine ekstrakt oranının etkisi incelendiğinde, polidispersite indeksi ile ekstrakt oranı arasında doğrusal bir ilişkinin olduğu ve ekstrakt oranının yükselmesi ile birlikte polidispersite indeksinin arttığı gözlenmiştir. Amplitüd değeri ve ultrasonikasyon süresinin ise polidispersite indeksi üzerine olan etkileri oldukça zayıftır.



Şekil 4.9. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin polidispersite indeksi (%) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, ekstrakt oranındaki artış polidispersite indeksini artırırken, ultrasonikasyon süresinin ve amplitüd değerinin polidispersite indeksi üzerine önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise ultrasonikasyon süresinin ve amplitüd değerinin partikül çapı üzerinde belirgin bir değişiklik yaratmadığı özellikle ekstrakt oranının polidispersite indeksi üzerinde etkili olduğu tespit edilmiştir. Zein konsantrasyonu maksimum noktada iken, ekstrakt oranının artmasıyla birlikte polidispersite indeksi azalmıştır. Amplitüd değeri ve süre merkez noktada iken, zein konsantrasyonu ile ekstrakt oranının etkileşimi incelendiğinde minimum

zein konsantrasyonu ve minimum ekstrakt oranı koşullarında polidispersite indeksinin maksimum, her iki proses değişkeninin de maksimum olduğu durumda ise polidispersite indeksinin minimum olduğu gözlenmiştir.

Farklı yöntemler kullanılarak üretilen zein nanopartiküllerinin polidispersite indeksleri karşılaştırıldığında, nanoçöktürme, homojenizasyon ve ultrasonik yöntemler için sırasıyla %0,078-0,265, %0,064-0,262 ve %0,078-0,234 arasında değişim gösterdiği ve değişim aralıklarının genel olarak birbirine yakın olduğu görülmüştür. Her üç yöntem için de polidispersite indeksi üzerine etki eden en önemli proses değişkenleri, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranıdır. Yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte PDI değerleri azalırken, nanoçöktürme yönteminde ise tam tersi bir durum gözlenmiş ve zein konsantrasyonundaki artış PDI değerini yükseltmiştir. PDI değeri üzerine ekstrakt oranının etkisi irdelendiğinde ekstrakt oranının yükselmesi ile birlikte yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde PDI değerinin arttığı, nanoçöktürme yönteminde ise ekstrakt oranının artması ile PDI değerinin küçüldüğü gözlenmiştir. Dolayısıyla yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde PDI değerini artıran faktör ekstrakt oranı iken, nanoçöktürme yönteminde ise zein konsantrasyonudur. Yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde yüksek enerji girişi nedeniyle emülsiyonun/süspansiyonun polidispersite indeksinde bir azalma sağlanmıştır.

4.2.1.1.3. Geçirgenlik (Transmittans) Değeri

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değerleri 34,40-73,48 arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile edilen nanopartiküllerin geçirgenliği, ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.13).

Ekstrakt oranındaki artışla birlikte nanopartiküllerin geçirgenliği azalmıştır. Ekstrakt oranı minimum noktada iken, zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte geçirgenlik değerinde düşüş gözlenmiştir. Bu aşamada karıştırma hızı ve akış hızının zein konsantrasyonu kadar önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Ekstrakt oranının maksimum olduğu koşullarda ise geçirgenlik üzerine karıştırma hızı ve akış hızının önemli

bir etkisinin olmadığı ve zein konsantrasyonundaki artışın geçirgenliği arttırdığı gözlenmiştir.

Çizelge 4.13. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerde geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	3459,33	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	2,09	0,7488
X ₆ -Karıştırma hızı	1	44,62	0,1521
X ₅ -Akış hızı	1	31,68	0,223
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	1491,13	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	11,35	0,4585
X ₁ X ₅	1	9,26	0,5023
X ₁ X ₄	1	811,18	< 0,0001
X ₆ X ₅	1	3,83	0,6649
X ₆ X ₄	1	0,19	0,9237
X ₅ X ₄	1	10,04	0,4852
X ₁ ²	1	623,5	< 0,0001
X ₆ ²	1	4,3	0,6463
X ₅ ²	1	3,69	0,6707
X ₄ ²	1	485,78	0,0002
Kalıntı	15	294,02	
Model uygunsuzluğu	10	245,54	0,1584
Saf hata	5	48,48	
Toplam	29	3753,35	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin geçirgenliği, 10,53-53,88 arasında değişmektedir. Nanopartiküllerin geçirgenliği, zein konsantrasyonu, ekstrakt oranı ve homojenizasyon hızından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.14).

Zein konsantrasyonu, ekstrakt oranı ve homojenizasyon hızının geçirgenlik üzerine etkisi incelendiğinde her üç proses değişkeninin de yükselmesi ile birlikte geçirgenlik değerinin azaldığı tespit edilmiştir. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, ekstrakt oranındaki artış geçirgenliği düşürürken, homojenizasyon hızı ve süresinin geçirgenlik üzerine önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise geçirgenlik üzerine homojenizasyon hızının etkili olduğu, ekstrakt oranı ve homojenizasyon süresinin ise önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Homojenizasyon hızının artması geçirgenliğin azalmasına yol açmıştır.

Homojenizasyon hızının minimize edilmesi durumunda, geçirgenlik değeri genel olarak ekstrakt oranı ve zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte azalmıştır. Homojenizasyon hızı maksimum olduğunda zein konsantrasyonun etkisi daha belirgin olup zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranındaki artış geçirgenlik değerinde belirgin bir düşüş yaratmıştır.

Ekstrakt oranının minimize edilmesi halinde geçirgenliğin homojenizasyon süresinden etkilenmediği, homojenizasyon hızı özellikle de zein konsantrasyonu arttıkça geçirgenliğin azaldığı saptanmıştır. Ekstrakt oranı maksimize edildiğinde diğer proses değişkenlerinin geçirgenlik üzerine etkilerinin genel olarak önemsiz olduğu bulunmuştur.

Çizelge 4.14. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	5783,28	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1082,39	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	444,84	0,0006
X ₂ -Süre	1	21,63	0,3544
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	1063,67	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	137,04	0,0295
X ₁ X ₂	1	10,99	0,5062
X ₁ X ₄	1	784,35	< 0,0001
X ₃ X ₂	1	1,53	0,803
X ₃ X ₄	1	8,02	0,5693
X ₂ X ₄	1	0,74	0,862
X ₁ ²	1	1566,52	< 0,0001
X ₃ ²	1	486,24	0,0004
X ₂ ²	1	423,12	0,0007
X ₄ ²	1	550,3	0,0002
Kalıntı	15	355,19	
Model uygunsuzluğu	10	196,61	0,7571
Saf hata	5	158,58	
Toplam	29	6138,47	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin geçirgenliği, 15,38-71,85 arasında değişmektedir. Nanopartiküllerin geçirgenliği, zein konsantrasyonu, ekstrakt oranı ve ultrasonikasyon süresinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.15).

Çizelge 4.15. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

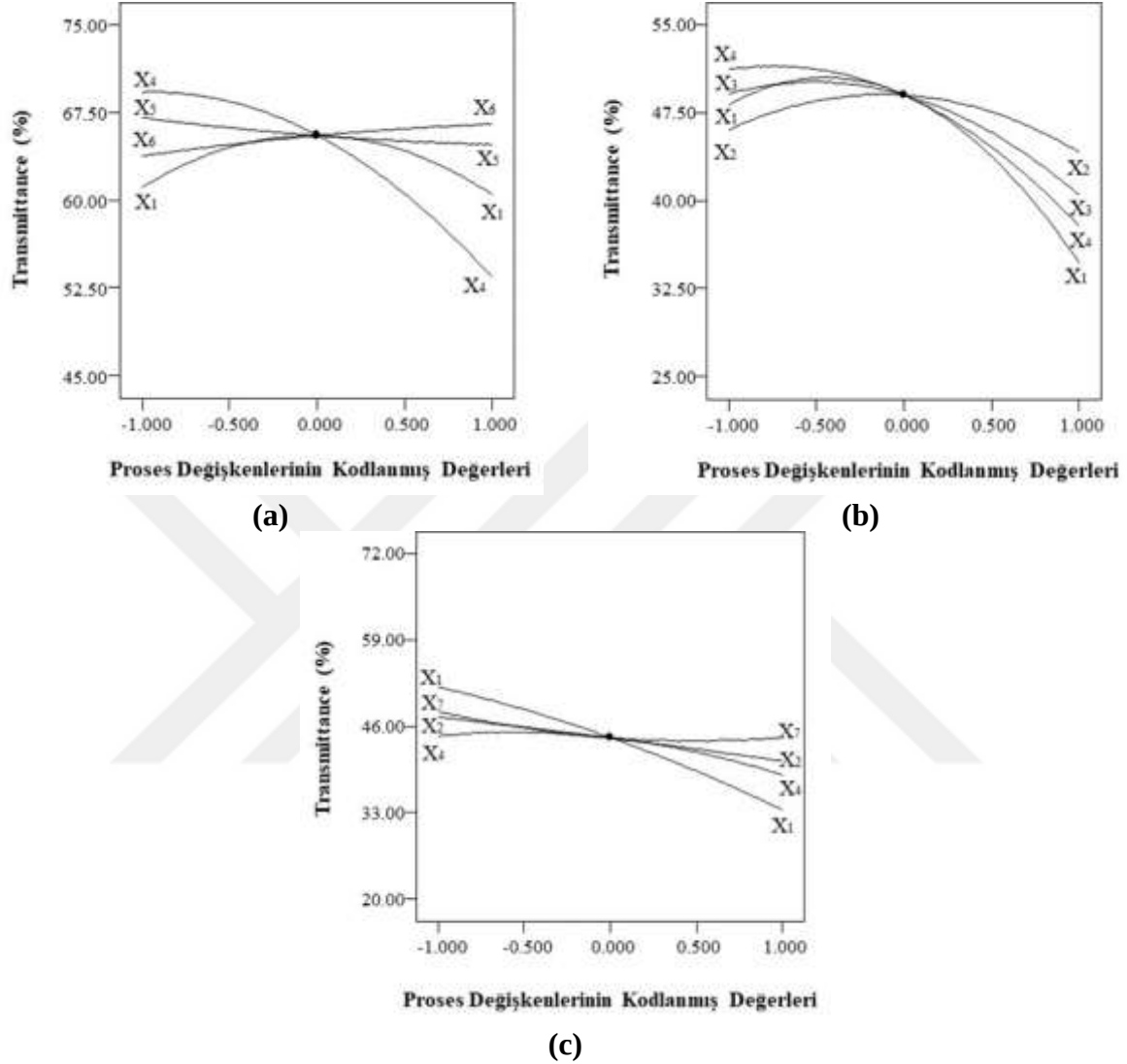
Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-değeri
Model	14	4640,1	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	2051,19	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	91,75	0,0418
X ₂ -Süre	1	260,21	0,0019
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	211,97	0,0041
X ₁ X ₇	1	4,38	0,6337
X ₁ X ₂	1	0,3	0,9012
X ₁ X ₄	1	1529,3	< 0,0001
X ₇ X ₂	1	2,87	0,6995
X ₇ X ₄	1	8,3	0,5134
X ₂ X ₄	1	60,94	0,0898
X ₁ ²	1	71,53	0,0682
X ₇ ²	1	111,87	0,0267
X ₂ ²	1	0,77	0,8408
X ₄ ²	1	190,69	0,0059
Kalıntı	15	277,93	
Model uygunsuzluğu	10	226,25	0,2004
Saf hata	5	51,68	
Toplam	29	4918,03	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Geçirgenlik değeri üzerine etki eden en önemli değişken, zein konsantrasyonu olmakla birlikte her üç proses değişkenindeki artış geçirgenliği düşürmüştür. Zein konsantrasyonu minimize edildiğinde, ekstrakt oranını etkisi daha fazla ön plana çıkmakta ve ekstrakt oranındaki artış geçirgenliği yükseltmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimize edilmesi halinde, geçirgenlik değerinin ekstrakt oranın artmasıyla birlikte yükseldiği ve ultrasonikasyon süresinin artması ile azaldığı tespit edilmiştir.

Ekstrakt oranının minimize edilmesi halinde, geçirgenliğin amplitüd değerinden etkilenmediği, ultrasonikasyon süresi özellikle de zein konsantrasyonu arttıkça geçirgenliğin azaldığı saptanmıştır. Ekstrakt oranı maksimize edildiğinde diğer proses değişkenlerinin geçirgenlik üzerine etkilerinin genel olarak önemsiz olduğu bulunmuştur. Ultrasonikasyon süresi minimum noktada iken zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının artmasıyla birlikte geçirgenlik azalırken, sürenin maksimum olduğu koşullarda amplitüd değeri ve ekstrak oranını etkisinin önemsiz olduğu ve zein konsantrasyonu yükseldikçe geçirgenliğin düştüğü gözlenmiştir. Amplitüd değeri ve süre merkez noktada iken, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının interaksiyonu incelendiğinde, minimum zein konsantrasyonu ve minimum ekstrakt

oranında geçirgenliğin maksimum, maksimum zein konsantrasyonu ve maksimum ekstrakt oranında da geçirgenliğin maksimum olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.10).



Şekil 4.10. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin geçirgenlik (%) değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Farklı proses değişkenleri ve nanopartikül üretim yöntemlerinin nanopartiküllerin geçirgenlik değerleri üzerine etkisi yöntem bazında değerlendirildiğinde, geçirgenliğin yüksekten düşüğe doğru sırasıyla nanoçöktürme yönteminde 34,40 ile 73,48, ultrasonik homojenizasyon yönteminde 15,38 ile 71,85 ve yüksek hızda homojenizasyon yönteminde

10,53 ile 53,88 aralığında olduğu görülmektedir. Karıştırma, homojenizasyon ve sonikasyon işlemi sırasında süspansiyonunun geçirgenliği/şeffaflığı değişmiştir. Süspansiyonun geçirgenliği, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde, zein konsantrasyonu, ekstrakt oranı, homojenizasyon hızı ve sonikasyon süresinden önemli düzeyde etkilenirken, nanoçöktürme yönteminde ise yalnızca ekstrakt oranından etkilenmiştir. Nitekim denemeler sırasında nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartikül süspansiyonlarının genel olarak ultrasonik ve yüksek hızda homojenizasyon yöntemlerine kıyasla daha şeffaf olduğu gözlenmiştir. Özellikle yüksek hızda homojenizasyon yönteminde, homojenizasyon hızı ve zein konsantrasyonunun yükselmesi ile süspansiyonlar yarı saydam hale gelmiştir

Geçirgenlik değerinin yüksek olması, zein partikül süspansiyonunun nano boyutlu ölçeğinin iyi bir göstergesi olarak kabul edilmektedir (Boufi vd., 2018). Nanoçöktürme yönteminde, nanopartiküllerin boyutunun daha düşük ve geçirgenlik değerlerinin daha yüksek olması bu durumu doğrulamaktadır. Bununla birlikte özellikle her üç yöntem için de ortak proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının da geçirgenlik üzerine etkisi büyüktür.

4.2.1.1.4. Zeta Potansiyeli

Zeta potansiyeli analizi, çözelti içindeki nanopartiküllerin (kolloidler) yüzey yükünü belirlemek için kullanılan bir tekniktir (Joseph ve Singhvi, 2019). Nanopartiküller, nanopartikül yüzeyine zıt yüklü ince bir iyon tabakasını çeken bir yüzey yüküne sahiptir. Bu çift iyon katmanı, çözelti boyunca yayılırken nanopartikül ile birlikte hareket eder. Çift katmanın sınırındaki elektrik potansiyeli, parçacıkların zeta potansiyeli olarak bilinir ve tipik olarak +100 mV ile -100 mV arasındadır (Pons vd., 2006; Sapsford vd., 2011). Zeta potansiyelinin büyüklüğü, koloidal stabilitenin tahminlenmesinde önemli bir karakterizasyon tekniğidir. Zeta potansiyeli değerleri +25 mV'den büyük veya -25 mV'den düşük olan nanopartiküller genel olarak yüksek derecede stabiliteye sahiptir. Bu parametre, dağılımdaki yüklü parçacıklar arasında var olan itme derecesini de gösterir. Yüksek zeta potansiyeline (negatif veya pozitif) sahip süspansiyonlarda, itme kuvvetleri çekici kuvvetleri aşarak elektriksel stabilizasyonu sağlar ve partiküllerin toplanmasını önler. Düşük zeta potansiyeli değerine sahip dağılımlarda ise van der Waals bağlarının çekici kuvvetlerin

üzerine etki etmesi nedeniyle çekim kuvveti itme kuvvetinin üstesinden gelir ve partikül agregasyonuna ve flokülasyonuna neden olur (Horie ve Fujita, 2011; Sapsford vd., 2011).

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri (-34,00)-(-42,75) arasında değişmektedir. Nanopartiküllerin zeta potansiyeli, karıştırma hızı ve özellikle de zein konsantrasyonundan istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.16).

Çizelge 4.16. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	90,14	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	23,03	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	3,98	0,0318
X ₅ -Akış hızı	1	3,25	0,0493
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,6	0,3731
X ₁ X ₆	1	0,56	0,389
X ₁ X ₅	1	5,87	0,0116
X ₁ X ₄	1	6,44	0,0088
X ₆ X ₅	1	13,12	0,0006
X ₆ X ₄	1	1,18	0,2164
X ₅ X ₄	1	2,36	0,088
X ₁ ²	1	17,93	0,0002
X ₆ ²	1	9,22	0,0026
X ₅ ²	1	6,70E-05	0,9924
X ₄ ²	1	8,82	0,0031
Kalıntı	15	10,65	
Model uygunsuzluğu	10	8,21	0,2938
Saf hata	5	2,44	
Toplam	29	100,79	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu, karıştırma hızı, akış hızı ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak zeta potansiyelindeki değişim Şekil 4.11’de pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zein konsantrasyonu ve karıştırma hızı artıkcı nanopartiküllerin zeta potansiyelleri artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize edildiğinde ekstrakt oranı ve akış hızının yükselmesi zeta potansiyelini arttırırken, karıştırma hızının etkisi önemsizdir. Zein

konsantrasyonu maksimum olduđuunda ekstrakt oranı ve karıştırma hızının yükselmesi zeta potansiyelini arttırırken, akış hızının etkisi önemsizdir.

Karıştırma hızının minimum olduđu koşullarda zeta potansiyeli üzerine ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı, zeta potansiyelinin, zein konsantrasyonu arttıkça yükseldiđi ve özellikle de akış hızı arttıkça azaldıđı bulunmuştur. Maksimum karıştırma hızında ise zeta potansiyelinin, zein konsantrasyonu ve akış hızı arttıkça yükseldiđi gözlenmiştir. Ekstrakt oranı maksimize edildiđinde zeta potansiyelinde, zein konsantrasyonu ve karıştırma hızının yükselmesine bađlı olarak bir artış meydana gelirken, akış hızının yükselmesi zeta potansiyelini düşürmüştür. Akış hızının maksimum olduđu koşullarda zein konsantrasyonu ve karıştırma hızının yükselmesi ile birlikte zeta potansiyeli artarken, ekstrakt oranındaki artış zeta potansiyelini azaltmıştır. Ekstrakt oranı ve akış hızının minimum olduđu koşullarda diđer bađımsız deđişkenlerin zeta potansiyelinde önemli bir fark yaratmamıştır.

Yüksek hızda homojnizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuđu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri $(-29,40)$ - $(-42,30)$ arasında deđişmektedir. Proses deđişkenleri olan zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, homojenizasyon süresi ve ekstrakt oranının nanopartiküllerin zeta potansiyeli deđerleri üzerine etkisi, model uyumlu olsa da proses deđişkenlerinin zeta potansiyeli üzerine liner etkilerinin olmaması dolayısıyla açıklanamamıştır. (Çizelge 4.17).

Çizelge 4.17. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	365,8	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	2,21	0,3331
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	0,036	0,9005
X ₂ -Süre	1	3,51	0,2264
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,54	0,627
X ₁ X ₃	1	6,47	0,1072
X ₁ X ₂	1	5,03	0,1515
X ₁ X ₄	1	0,066	0,8653
X ₃ X ₂	1	0,22	0,7566
X ₃ X ₄	1	0,12	0,82
X ₂ X ₄	1	1,2	0,4727
X ₁ ²	1	168,57	< 0,0001
X ₃ ²	1	126,16	< 0,0001
X ₂ ²	1	129,87	< 0,0001
X ₄ ²	1	60,68	< 0,0001
Kalıntı	15	33,06	
Model uygunsuzluğu	10	25,13	0,3195
Saf hata	5	7,94	
Toplam	29	398,86	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

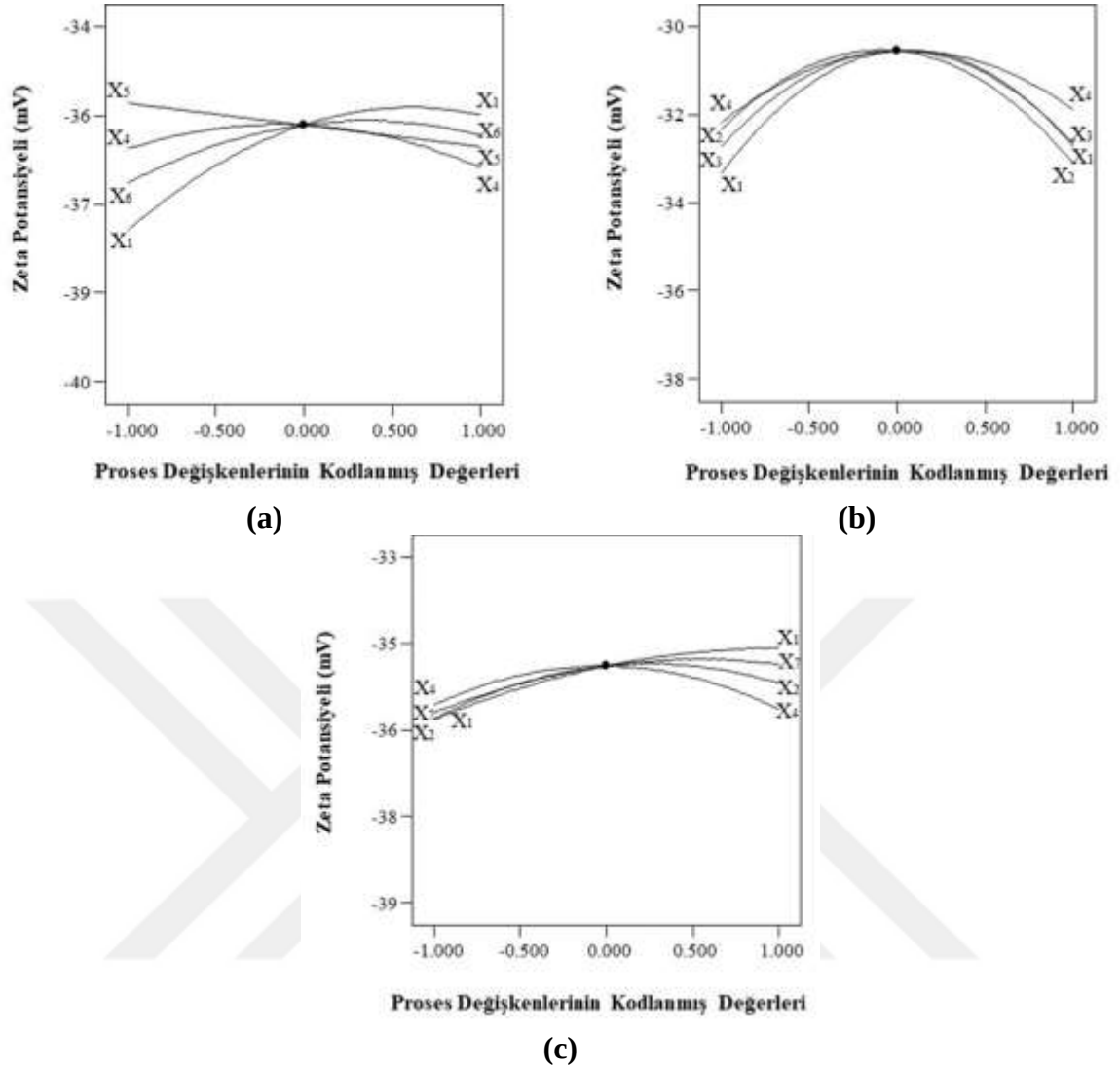
Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri (-33,25)-(-40,98) arasında değişmektedir. Nanopartiküllerin zeta potansiyeli, zein konsantrasyonundan istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.18).

Çizelge 4.18. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	68,05	0,014
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	8,58	0,0289
X ₇ -Amplitüd	1	3,96	0,1214
X ₂ -Süre	1	2,1	0,2503
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,03	0,8881
X ₁ X ₇	1	0,026	0,8951
X ₁ X ₂	1	2,1	0,2501
X ₁ X ₄	1	23,16	0,0012
X ₇ X ₂	1	1,18	0,3837
X ₇ X ₄	1	4,52	0,0999
X ₂ X ₄	1	0,7	0,5001
X ₁ ²	1	2,54	0,2082
X ₇ ²	1	3,88	0,1248
X ₂ ²	1	9,51	0,0225
X ₄ ²	1	13,25	0,0089
Kalıntı	15	22,03	
Model uygunsuzluğu	10	17,55	0,2371
Saf hata	5	4,48	
Toplam	29	90,09	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte zeta potansiyeli artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize edildiğinde ekstrakt oranındaki artış zeta potansiyelini yükseltirken, zein konsantrasyonu maksimize edildiğinde, zeta potansiyeli homojenizasyon süresi özellikle de zein konsantrasyonundaki artışın bir sonucu olarak yükselmiştir.



Şekil 4.11. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin zeta potansiyeli (mV) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Farklı nanopartikül üretim yöntemlerinin elde edilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri üzerine etkisi incelendiğinde, zeta potansiyelinin, nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri için sırasıyla (-34,00)-(-42,75), (-29,40)-(-42,30) ve (-33,25)-(-40,98) arasında değişim gösterdiği bulunmuştur. Genel olarak değerlendirildiğinde her üç yöntem için de zeta potansiyelleri -30mV'den büyüktür. Zeta potansiyeli üzerine etki eden en önemli proses değişkeni ise zein konsantrasyonudur. Zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte zeta potansiyeli artış göstermiştir.

4.2.1.1.5. Bulanıklık (Türbidite) Değeri

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri 1,87-2,93 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, zein konsantrasyonu, ekstrakt oranı ve akış hızından önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.19).

Çizelge 4.19. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Bulanıklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	1,51	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,62	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	0,038	0,0835
X ₅ -Akış hızı	1	0,09	0,0123
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,18	0,0012
X ₁ X ₆	1	0,022	0,1784
X ₁ X ₅	1	0,039	0,0807
X ₁ X ₄	1	0,32	< 0,0001
X ₆ X ₅	1	1,78E-03	0,6941
X ₆ X ₄	1	0,026	0,1499
X ₅ X ₄	1	0,033	0,1065
X ₁ ²	1	0,038	0,0841
X ₆ ²	1	4,34E-03	0,5406
X ₅ ²	1	0,055	0,042
X ₄ ²	1	0,033	0,1027
Kalıntı	15	0,17	
Model uygunsuzluğu	10	0,13	0,2592
Saf hata	5	0,035	
Toplam	29	1,68	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Akış hızı, ekstrakt oranı ve özellikle de zein konsantrasyonu yükseldikçe nanopartiküllerin bulanıklık değerleri artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize edildiğinde ekstrakt oranı ve akış hızının yükselmesi bulanıklık değerini artırırken, karıştırma hızının artması bulanıklık değerini düşürmüştür. Zein konsantrasyonu maksimum olduğunda ekstrakt oranının yükselmesi bulanıklık değerini azaltırken, akış hızı ve karıştırma hızının etkisi önemsizdir.

Akış hızının minimum olduğu koşullarda bulanıklık değeri üzerine karıştırma hızının önemli bir etkisinin olmadığı, bulanıklık değerinin, ekstrakt oranı ve özellikle de zein

konsantrasyonu arttıkça yükseldiği bulunmuştur. Maksimum akış hızında ise geçirgenliğin, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranı arttıkça az da olsa yükseldiği gözlenmiştir.

Ekstrakt oranı maksimize edildiğinde bulanıklık değerinde, akış hızı ve özellikle zein konsantrasyonunun yükselmesine bağlı olarak bir artış meydana gelirken, karıştırma hızının yükselmesi zeta potansiyelini düşürmüştür. Ekstrakt oranının maksimum olduğu koşullarda zein konsantrasyonu, karıştırma hızı ve akış hızının önemli bir etkisi yoktur.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri 2,50-2,85 aralığındadır. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, zein konsantrasyonundan önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.20).

Zein konsantrasyonunun bulanıklık üzerine etkisi incelendiğinde, zein konsantrasyonunun yükselmesiyle birlikte bulanıklık değerinin arttığı tespit edilmiştir. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, homojenizasyon hızındaki artış geçirgenliği yükseltirken, ekstrakt oranı ve homojenizasyon süresinin ise önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise geçirgenlik üzerine homojenizasyon süresinin etki düzeyinin sınırlı olduğu, ekstrakt oranı ve homojenizasyon hızının ise önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Homojenizasyon süresinin artmasıyla birlikte bulanıklık değerinde hafif bir düşüş gözlenmiştir.

Çizelge 4.20. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Bulanıklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,17	0,0004
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,096	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	6,90E-03	0,0690
X ₂ -Süre	1	7,78E-04	0,5207
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	3,37E-04	0,6714
X ₁ X ₃	1	9,82E-04	0,4712
X ₁ X ₂	1	1,89E-03	0,3216
X ₁ X ₄	1	2,10E-03	0,2974
X ₃ X ₂	1	0,013	0,0178
X ₃ X ₄	1	6,26E-03	0,0818
X ₂ X ₄	1	7,01E-03	0,0671
X ₁ ²	1	9,32E-04	0,4826
X ₃ ²	1	9,15E-03	0,0394
X ₂ ²	1	4,52E-03	0,1339
X ₄ ²	1	0,027	0,0015
Kalıntı	15	0,027	
Model uygunsuzluğu	10	0,015	0,7607
Saf hata	5	0,012	
Toplam	29	0,2	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri 2,26-2,89 aralığında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranından önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.21).

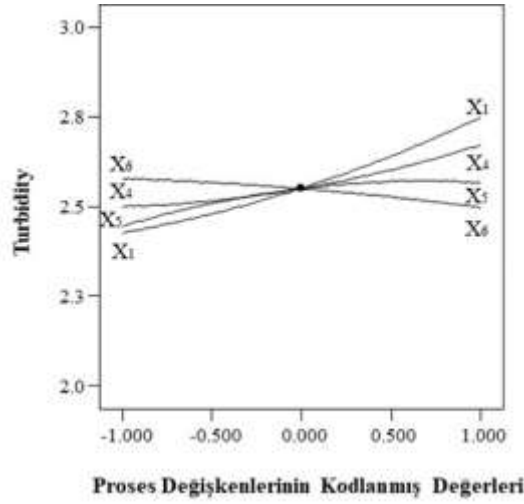
Çizelge 4.21. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Bulanıklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,62	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,4	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	5,10E-07	0,9887
X ₂ -Süre	1	4,75E-03	0,1855
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,02	0,0128
X ₁ X ₇	1	4,56E-03	0,1941
X ₁ X ₂	1	0,03	0,0031
X ₁ X ₄	1	0,12	< 0,0001
X ₇ X ₂	1	2,92E-03	0,2939
X ₇ X ₄	1	7,16E-04	0,598
X ₂ X ₄	1	0,031	0,0031
X ₁ ²	1	6,16E-03	0,1347
X ₇ ²	1	5,44E-03	0,1581
X ₂ ²	1	4,30E-04	0,6822
X ₄ ²	1	3,43E-03	0,2568
Kalıntı	15	0,037	
Model uygunsuzluğu	10	0,033	0,0542
Saf hata	5	3,66E-03	
Toplam	29	0,66	

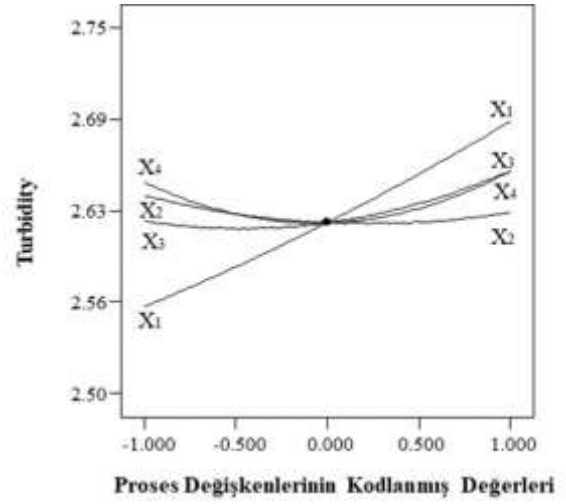
p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Ekstrakt oranı ve özellikle de zein konsantrasyonu yükseldikçe nanopartiküllerin bulanıklık değerleri artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize edildiğinde ekstrakt oranı ve ultrasonikasyon süresinin yükselmesi bulanıklık değerini artırırken, amplitüd değerinin bulanıklık üzerine önemli bir etkisi yoktur. Zein konsantrasyonu maksimum olduğunda ekstrakt oranı ve sürenin yükselmesi bulanıklık değerini azaltırken, amplitüd değerinin etkisi önemsizdir.

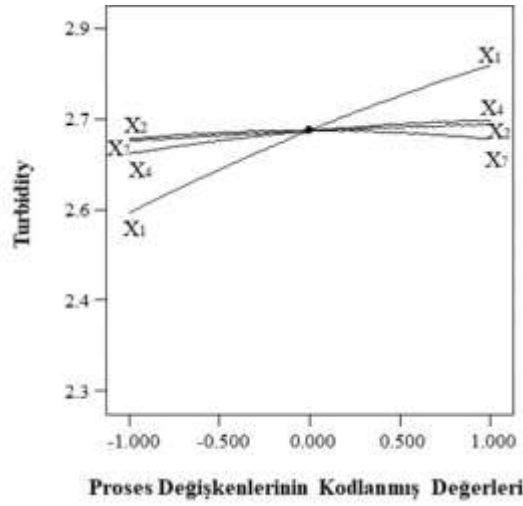
Ekstrakt oranı minimize edildiğinde bulanıklık değerinde, zein konsantrasyonu ve sürenin yükselmesine bağlı olarak bir artış meydana gelmiştir. Ekstrakt oranının maksimum olduğu koşullarda zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte bulanıklık artarken, sürenin uzaması bulanıklık değerini düşürmüştür (Şekil 4.12). Ekstrakt oranının minimum ve maksimum olduğu koşullarda amplitüd değerinin etkisi önemsizdir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 4.12. Nanoöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Nanopartiküllerin bulanıklık değeri yöntem bazında değerlendirildiğinde, nanoöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri, 1,87-2,93, yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri, 2,50-2,85 ve ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri, 2,26-2,89 aralığında değişim göstermiştir. En düşük bulanıklık değeri nanoöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerde gözlenmiştir. Geçirgenlik ve bulanıklık ifadeleri birbirlerinin zıttıdır. Bu duruma örnek verilecek olursa nanoöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerde geçirgenlik değeri yüksek iken bulanıklık

değerleri daha düşüktür. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, genel olarak zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli seviyede etkilenmektedir. Ekstrakt oranı ve özellikle de zein konsantrasyonu yükseldikçe nanopartiküllerin bulanıklık değerleri artış göstermiştir.

4.2.1.1.6. Enkapsülasyon Etkinliği

Nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak üretilen ve kestane ekstraktı içeren zein-sodyum kazeinat nanopartiküllerinin enkapsülasyon etkinliği için uygun modelin belirlenmesi aşamasında ekstrakt oranının minimum olduğu koşulu içeren 23. deneme, nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik ekstraksiyon yöntemleri için %100'ün üzerinde hesaplanmıştır. Bu durum ekstrakt oranının çok düşük olmasından kaynaklanmakta olup tespit edilemediğinden ve deneysel hataya neden olduğundan bu denemelerde her üç yöntem için de enkapsülasyon etkinliği ölçülememiştir. Bu nedenle enkapsülasyon etkinliğinin modellenmesinde her üç yöntem için de 23. deneme modele dahil edilmemiştir. Ayrıca optimizasyon aşamasında 23. denemelerin modele eklenmesinin koşulları çok değiştirmedeği gözlenmiş ve dolayısıyla bu denemelerde enkapsülasyon etkinliğinin hesaplanmasında hata/yanlılık olduğu kabul edilmiştir.

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinlikleri enkapsülasyon etkinliği %38,90-96,83 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği, zein konsantrasyonu ve özellikle de ekstrakt oranından önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.22).

Çizelge 4.22. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	7780,4	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	196,51	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	8,33	0,2542
X ₅ -Akış hızı	1	0,79	0,7201
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	7104,83	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	5,98	0,3309
X ₁ X ₅	1	0,31	0,8209
X ₁ X ₄	1	11,93	0,1765
X ₆ X ₅	1	6,72	0,3035
X ₆ X ₄	1	3,03	0,4849
X ₅ X ₄	1	0,11	0,8945
X ₁ ²	1	58,55	0,0071
X ₆ ²	1	0,18	0,8626
X ₅ ²	1	0,011	0,9665
X ₄ ²	1	313,54	< 0,0001
Kalıntı	15	82,46	
Model uygunsuzluğu	10	82,36	< 0,0001
Saf hata	5	0,1	
Toplam	29	7862,86	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Enkapsülasyon etkinliği üzerine etki eden en önemli faktör ekstrakt oranı olup, bu oranın artması enkapsülasyon etkinliğini düşürmüştür. Zein konsantrasyonu yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize ve maksimize edildiğinde ekstrakt oranının yükselmesi enkapsülasyon etkinliğini azaltırken, akış hızı ve karıştırma hızının etkisi önemsizdir. Ekstrakt oranının minimum ve maksimum olduğu koşullarda, enkapsülasyon etkinliğinde, zein konsantrasyonunun yükselmesine bağlı olarak hafif bir artış meydana gelirken, akış hızının ve karıştırma hızının önemli bir etkisi yoktur.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinlikleri %39,46-96,11 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği, zein konsantrasyonu ve özellikle de ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.23).

Çizelge 4.23. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	8386,2	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	468,16	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	0,99	0,5177
X ₂ -Süre	1	9,26	0,0618
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	7575,56	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	0,089	0,845
X ₁ X ₂	1	0,06	0,8729
X ₁ X ₄	1	33,84	0,0017
X ₃ X ₂	1	2,09E-03	0,9761
X ₃ X ₄	1	3,27E-03	0,9701
X ₂ X ₄	1	0,24	0,7502
X ₁ ²	1	0,24	0,7495
X ₃ ²	1	1,7	0,3987
X ₂ ²	1	8,73	0,0688
X ₄ ²	1	409,59	< 0,0001
Kalıntı	14	31,46	
Model uygunsuzluğu	9	26,99	0,0982
Saf hata	5	4,48	
Toplam	28	8417,67	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte enkapsülasyon etkinliği artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize ve maksimize edildiğinde ekstrakt oranındaki artış enkapsülasyon etkinliğini düşürürken, homojenizasyon hızı ve süresinin etkisi önemsizdir.

Ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir. Ekstrakt oranının minimum ve maksimum olduğu koşullarda enkapsülasyon etkinliğinde, zein konsantrasyonunun yükselmesine bağlı olarak hafif bir artış meydana gelirken, homojenizasyon hızı ve süresinin önemli bir etkisi yoktur.

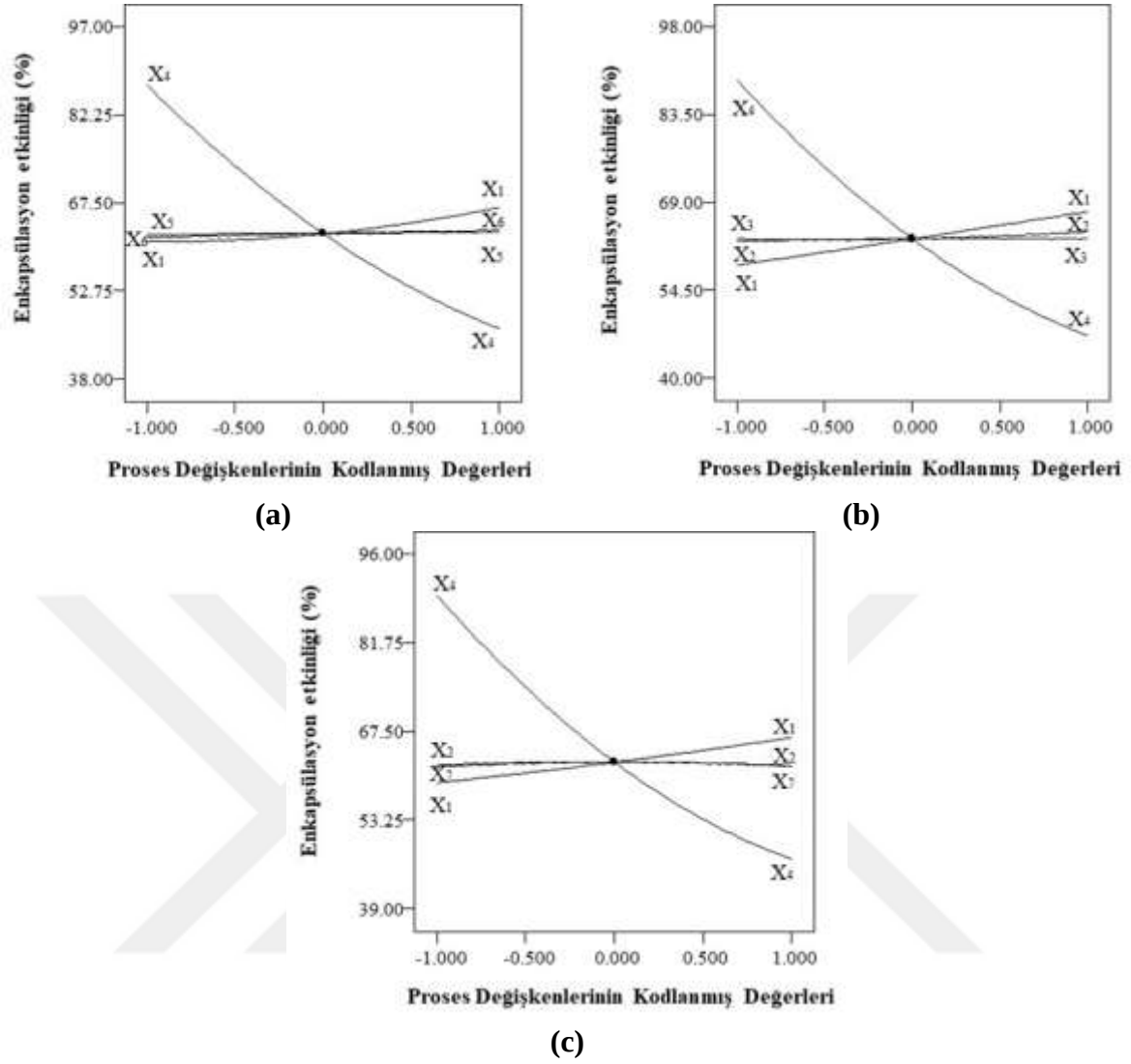
Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinlikleri Çizelge 4.3'te verildiği üzere %39,18-95,00 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği, zein konsantrasyonu ve özellikle de ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.24).

Çizelge 4.24. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	8221,26	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	314,51	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	0,069	0,9079
X ₂ -Süre	1	0,068	0,9089
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	7672,04	< 0,0001
X ₁ X ₇	1	0,46	0,7671
X ₁ X ₂	1	1,37	0,6089
X ₁ X ₄	1	41,28	0,0122
X ₇ X ₂	1	1,62	0,5781
X ₇ X ₄	1	0,53	0,7501
X ₂ X ₄	1	0,92	0,6743
X ₁ ²	1	2,7	0,4742
X ₇ ²	1	13,11	0,1274
X ₂ ²	1	6,78	0,2634
X ₄ ²	1	497,63	< 0,0001
Kalıntı	15	69,87	
Model uygunsuzluğu	10	67,87	0,0024
Saf hata	5	2	
Toplam	29	8291,13	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Enkapsülasyon etkinliği üzerine etki eden en önemli faktör olan ekstrakt oranının artması ile birlikte, enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir. Ekstrakt oranının minimum ve maksimum olduğu koşullarda, zein konsantrasyonunun yükselmesine bağlı olarak enkapsülasyon etkinliğinde bir artış meydana gelirken, akış hızının ve karıştırma hızının önemli bir etkisi yoktur. Zein konsantrasyonu yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize ve maksimize edildiğinde ekstrakt oranının yükselmesi enkapsülasyon etkinliğini azaltırken, akış hızı ve karıştırma hızının etkisi önemsizdir.



Şekil 4.13. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Enkapsülasyon etkinliği üzerine nanopartikül üretim yönteminin etkisi incelendiğinde, enkapsülasyon etkinliğinin her üç yöntem için de birbirine oldukça yakın olduğu ve nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri için sırasıyla %38,90-96,83, %39,46-96,11 ve %39,18-95,00 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği, zein konsantrasyonu ve özellikle de ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli seviyede etkilenmektedir. Yapılan çalışmalarda ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir. Literatürde diğer araştırmacılarda retinol (Park vd., 2015), α tokoferol (Luo

vd., 2011), vitamin E (Liu ve Park, 2009) ve kurkumin (Liu vd., 2019) ile nanokapsülleme çalışmalarında benzer durumla karşılaşmışlardır. Hu vd. (2015) tarafından elde edilen %86,8 ve %91,8 aralığında yüksek enkapsülasyon etkinliğine sahip kurkumin ile güçlendirilmiş ZNP'lerinde kurkumin içeriği arttıkça zein nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde önemli derecede azalma bulgulanmıştır. Ayrıca zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte enkapsülasyon etkinliğinin artış gösterdiği bildirilmiştir. Liang vd. (2017) çalışmalarında zein konsantrasyonunun 72 mg'dan 288 mg'a çıkarılmasıyla zein nanopartiküllerinin enkapsülasyon etkinliğinin %65'den %80,7'ye yükseldiğini bildirmişlerdir. Çalışmamızda enkapsülasyon etkinliği üzerine belirlenen temel etki faktörleri literatür ile uyumlu bulunmuştur.

4.2.1.2. Optimizasyon ve Sonuçlarının Deneysel Doğrulanması

Nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak seçilen zein konsantrasyonu, akış hızı, karıştırma hızı, amplitüd değeri, süre ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon aşamasında, nanopartiküllerin zeta potansiyeli ile geçirgenlik ve bulanıklık değerleri yanıt olarak incelenmemiştir. Zeta potansiyelinin yanıt olarak incelenmemesinin nedeni, elde edilen nanopartiküllerin zeta potansiyellerinin değişim aralıklarının dar olması ve -25mV'dan yüksek olmasıdır. Bununla birlikte nanopartiküllerin zeta potansiyelleri, üretimden sonra ölçüldüğünden zamana bağlı stabiliteleri dikkate alınmamıştır. Bu aşamada özellikle yüksek zein konsantrasyonları kullanılarak hazırlanan nanopartiküllerin ortamda bekletilmesi sonucunda zamanla partiküllerin birbirine yapışması dolayısıyla çökme olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.7). Bu nedenle, bu denemelerde zeta potansiyeli zamana bağlı olarak düşeceğinden yanıt olarak incelenmemiştir. Geçirgenlik ve bulanıklık değerleri arasındaki farkın, nanopartikül süspansiyonundan veya nanopartikül üretiminde kullanılan maddelerden (ekstrakt rengi, zein konsantrasyonu) kaynaklandığı tam olarak bilinmediğinden nanopartikül çözeltilerinin stabilitesi ile ilişkilendirmek doğru kabul edilmemiş ve bu analiz sonuçları optimizasyon işlemine dahil edilmemiştir.

Nanoçöktürme yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak seçilen zein konsantrasyonu, akış hızı, karıştırma hızı ve ekstrakt miktarı, minimum partikül

boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında nanoçöktürme yöntemi işlem değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, akış hızı 1,0-1,8 ml/s, karıştırma hızı 500-1500 rpm ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde her bir yanıt için elde edilen quadratik modeller kullanılmıştır. Desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.25). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %11,22, akış hızı 1,37 ml/s, karıştırma hızı 948,88 rpm ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.25. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile nanoçöktürme yönteminde belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Karıştırma Hızı (rpm)	Akış Hızı (ml/s)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	11,22	948,88	1,37	3,50	149,32	0,078	89,00	0,908
2	11,19	946,12	1,38	3,50	149,28	0,078	88,94	0,908
3	11,21	955,81	1,36	3,50	149,23	0,078	88,99	0,908
4	11,16	943,48	1,39	3,50	149,24	0,077	88,88	0,908
5	11,27	979,95	1,33	3,50	149,14	0,079	89,20	0,908

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; zein konsantrasyonu %11,22, akış hızı 1,37 ml/s, karıştırma hızı 948,88 rpm ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olacak şekilde nanopartikül üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.26’da verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.27’de görülmektedir.

Çizelge 4.26. Nanoçöktürme yönteminde optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	149,67	0,070	88,72
2	148,34	0,100	87,85
3	140,65	0,090	87,16
4	141,13	0,080	86,50
5	140,26	0,120	87,72
Ortalama	144,01	0,092	87,59
Modelden Tahminlenen	149,32	0,078	89,00

Çizelge 4.27. Nanoçöktürme yönteminde optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	P-Değeri
Partikül boyutu (nm)	149,32	144,01±0,295	2,05	-5,31	-3,69	0,061
Polidispersite indeksi (%)	0,078	0,092±0,004	0,01	0,01	15,74	0,15
Enkapsülasyon etkinliği (%)	89,00	87,59±0,230	0,37	-1,41	-1,61	0,019

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = $(|y_{den} - y_{tah}| / y_{den}) \times 100$

Doğrulama denemeleri sonucunda nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen ve kestane kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu ve polidispersite indeksi değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Enkapsülasyon etkinliği için optimum noktada üretilen örneklerde enkapsülasyon etkinliği biraz daha düşük olsa da elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar içerisindedir ($86,36<EE<91,60$).

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak belirlenen zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, homojenizasyon süresi ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında yüksek hızda homojenizasyon yöntemi proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, homojenizasyon hızı 3000-10000 rpm, homojenizasyon süresi 3-7 dk ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde her bir yanıt için elde edilen quadratik modeller kullanılmıştır. Desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta

için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.28). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %9,71, homojenizasyon hızı 4750,02 rpm, homojenizasyon süresi 5,19 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.28. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile yüksek hızda homojenizasyon yönteminde belirlenen optimum noktalar.

No	Zein konsantrasyonu (%)	Homojenizasyon Hızı (rpm)	Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	9,71	4750,02	5,19	3,50	173,71	0,085	88,13	0,900
2	9,74	4750,25	5,21	3,50	173,83	0,085	88,20	0,900
3	9,73	4751,27	5,10	3,50	173,56	0,085	88,09	0,900
4	9,76	4755,57	5,10	3,50	173,67	0,085	88,16	0,900
5	9,77	4819,65	5,26	3,50	174,18	0,085	88,35	0,900

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; zein konsantrasyonu %9,71, homojenizasyon hızı 4750 rpm, süre 5,19 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olacak şekilde nanopartikül üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.29’da verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.30’da görülmektedir.

Çizelge 4.29. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları..

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	165,66	0,120	87,30
2	174,49	0,090	89,47
3	176,85	0,090	90,91
4	172,19	0,100	85,55
5	180,47	0,110	86,48
Ortalama	173,93	0,102	87,94
Modelden Tahminlenen	173,71	0,085	88,13

Çizelge 4.30. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	p-Değeri
Partikül boyutu (nm)	173,71	173,93±0,215	2,48	0,22	0,13	0,933
Polidispersite indeksi (%)	0,085	0,102±0,004	0,01	0,02	17,13	0,062
Enkapsülasyon etkinliği (%)	88,13	87,94±1,273	0,99	-0,19	-0,21	0,858

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = (|yden – ytah|/yden) × 100

Doğrulama denemeleri sonucunda yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen ve kestane kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu, polidispersite indeksi ve enkapsülasyon etkinliği değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$).

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak seçilen zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızamplitüd değeri, sonikasyon süresi ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında yüksek hızda homojenizasyon yöntemi proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, amplitüd değeri %20-40, sonikasyon süresi 1-5 dk ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde her bir yanıt için elde edilen kuadratik modeller kullanılmıştır. Desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.31). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %7,56, amplitüd değeri %25, sonikasyon süresi 4 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.31. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile ultrasonik homojenizasyon yönteminde belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Amplitüd (%)	Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	7,56	25,00	4,00	3,50	173,85	0,103	83,76	0,804
2	7,58	25,00	4,00	3,50	174,00	0,103	83,74	0,803
3	7,50	25,72	4,00	3,50	174,55	0,103	83,86	0,801
4	7,50	25,06	3,81	3,50	172,75	0,107	83,78	0,801
5	7,50	25,18	3,82	3,50	172,99	0,106	83,85	0,801

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; zein konsantrasyonu %7,56, amplitüd değeri %25, sonikasyon süresi 4 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olacak şekilde nanopartikül üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.32’de verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.33’te görülmektedir.

Çizelge 4.32. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	173,06	0,130	84,03
2	172,34	0,110	83,45
3	174,57	0,100	83,33
4	173,27	0,110	84,28
5	172,19	0,110	84,62
Ortalama	173,09	0,112	83,94
Modelden Tahminlenen	173,85	0,103	83,76

Çizelge 4.33. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	p-Değeri
Partikül boyutu (nm)	173,85	173,09±0,081	0,42	-0,76	-0,44	0,146
Polidispersite indeksi (%)	0,103	0,112±0,003	0,00	0,01	8,10	0,129
Enkapsülasyon etkinliği (%)	83,76	83,94±0,368	0,24	0,18	0,21	0,498

Doğrulama denemeleri sonucunda ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen ve kestane kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu, polidispersite indeksi ve enkapsülasyon etkinliği değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$).

Gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar Çizelge 4.34'te verilmiştir. Uygun nanopartikül üretim yönteminin belirlenmesi amacıyla her üç yöntem için de optimum nokta koşulları ve yanıtlar karşılaştırma yapmak amacıyla aynı çizelgede verilmiştir. Sonuçlar kıyaslandığında, yanıt olarak seçilen enkapsülasyon etkinliğinin homojenizasyon ve nanoçöktürme yöntemleri için birbirine oldukça yakın ve ultrasonik yöntem ile kıyaslandığında daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Yanıt olarak incelenen polidispersite indeksinin, düşükten yükseğe doğru sıralanışı, nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemi şeklindedir. Bir diğer yanıt olan partikül boyutunun ise nanoçöktürme yöntemi kullanılarak elde edilen nanopartiküllerde en düşük olduğu ve homojenizasyon ve ultrasonik yöntemlerinde ise birbirine yakın ve daha yüksek olduğu görülmüştür. Özetle minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlamak için nanoçöktürme yönteminin daha uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Çizelge 4.34. Kestane ekstraktı içeren ve üç farklı yöntem kullanılarak üretilen nanopartiküllerin özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar.

Yöntem	Zein Konsantrasyonu (%)	Karıştırma hızı (rpm)/ Homojenizasyon Hızı (rpm)/ Amplitüd (%)	Akış Hızı (ml/s)/ Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
Nanoçöktürme	11,22	948,88	1,37	3,50	149,32	0,078	89,00	0,908
Homojenizasyon	9,71	4750,02	5,19	3,50	173,71	0,085	88,13	0,900
Ultrasonik	7,56	25,00	4,00	3,50	173,85	0,103	83,76	0,804

4.2.2. Sedir Kabuđu Ekstraktı İeren Zein Nanopartik lleri

Y ksek hızda homojenizasyon, ultrasonik homojenizasyon ve nano kt rme olmak  zere   farklı y ntem ile sedir ekstraktlarının y klendiđi zein-kazeinat nanopartik lleri elde edilerek her bir y ntem iin bađımsız deđiřkenlerin nanopartik llerin  zellikleri  zerine etkisi incelenmiřtir. Y ksek hızda homojenizasyon y ntemi iin bađımsız iřlem deđiřkenleri zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, s re ve ekstrakt oranı olup, ultrasonik homojenizasyon y ntemi iin bađımsız iřlem deđiřkenler ise zein konsantrasyonu, amplit d, s re ve ekstrakt oranıdır. Nano kt rme y ntemi iin ise bađımsız iřlem deđiřkenleri zein konsantrasyonu, karıřtırma hızı,  zelti akıř hızı ve ekstrakt oranından oluřmaktadır. Her   y ntemde de elde edilen zein-kazeinat nanopartik llerinin fonksiyonel  zellikleri olarak partik l boyutu, polidispersite indeksi, transmitans, zeta potansiyeli, bulanıklık ve enkaps lasyon etkinliđinin belirlenmiřtir ve iřlem deđiřkenlerinin bu yanıtlar  zerine etkisi regresyon analizi ile modellenmiřtir.

Çizelge 4.35. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde CCRD deneme desenine göre elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	15	155,765±0,247	0,136±0,000	66,775±0,035	32,750±0,212	2,136±0,002	78,59 ± 0,04
2	12	198,660±0,042	0,172±0,004	24,200±0,000	32,500±0,000	2,596±0,001	79,21 ± 0,07
3	16	164,530±0,417	0,106±0,001	48,750±0,212	32,200±0,000	2,456±0,001	78,61 ± 0,05
4	24	333,538±0,548	0,253±0,001	0,700±0,000	36,600±0,141	2,555±0,001	79,67 ± 0,15
5	9	155,607±0,308	0,153±0,001	61,375±0,106	33,500±0,283	2,395±0,002	78,54 ± 0,02
6	22	215,450±0,212	0,199±0,005	9,300±0,283	34,200±0,283	2,651±0,004	79,28 ± 0,03
7	19	180,262±0,230	0,155±0,003	46,550±0,071	32,450±0,495	2,533±0,001	78,53 ± 0,18
8	17	430,250±0,212	0,273±0,003	2,300±0,000	36,550±0,212	2,592±0,003	79,26 ± 0,11
9	27	168,717±0,173	0,139±0,001	64,700±0,000	28,550±0,071	2,441±0,001	42,37 ± 0,10
10	23	227,875±0,460	0,145±0,004	11,500±0,000	31,550±0,495	2,725±0,001	42,72 ± 0,25
11	21	187,525±0,544	0,128±0,002	43,050±0,071	35,050±0,071	2,603±0,004	42,64 ± 0,01
12	26	366,525±0,318	0,256±0,001	0,200±0,000	36,300±0,000	2,640±0,000	42,99 ± 0,14
13	29	172,565±0,262	0,144±0,002	56,700±0,283	31,925±0,035	2,383±0,007	42,53 ± 0,06
14	20	224,400±0,141	0,185±0,001	8,900±0,000	32,450±0,071	2,559±0,008	42,96 ± 0,06
15	14	190,395±0,021	0,178±0,007	41,800±0,000	32,250±0,212	2,593±0,001	42,63 ± 0,10
16	4	428,219±0,751	0,254±0,002	0,300±0,000	36,600±0,283	2,659±0,015	42,35 ± 0,03
17	1	157,160±0,113	0,135±0,002	77,450±0,212	33,200±0,000	1,921±0,003	54,95 ± 0,01
18	18	386,050±1,344	0,263±0,001	0,400±0,000	35,475±0,035	2,627±0,011	56,07 ± 0,07
19	8	183,973±0,909	0,105±0,005	41,550±0,495	32,575±0,000	2,655±0,004	55,32 ± 0,07
20	6	354,800±0,000	0,220±0,013	0,600±0,000	39,400±0,283	2,617±0,024	55,51 ± 0,16
21	7	191,320±0,283	0,164±0,000	36,200±0,000	30,400±0,141	2,678±0,000	55,68 ± 0,05
22	5	225,600±0,318	0,223±0,008	9,933±0,035	33,450±0,212	2,791±0,004	55,57 ± 0,05
23	25	211,933±0,247	0,223±0,028	23,350±0,212	30,400±0,424	2,652±0,000	-
24	13	193,503±0,177	0,209±0,019	30,200±0,000	32,200±0,141	2,718±0,000	35,10 ± 0,17
25	3	207,600±0,707	0,211±0,019	20,450±0,071	30,533±0,247	2,767±0,002	55,81 ± 0,25
26	10	213,200±0,566	0,224±0,001	19,525±0,601	31,733±0,071	2,837±0,046	55,51 ± 0,14
27	30	205,400±0,283	0,183±0,008	26,100±0,000	30,833±0,071	2,765±0,004	55,57 ± 0,13
28	11	194,855±0,148	0,188±0,012	34,400±0,000	30,250±0,071	2,752±0,001	55,65 ± 0,05
29	2	192,513±0,028	0,156±0,021	35,150±0,071	29,567±0,141	2,860±0,001	55,23 ± 0,04
30	28	190,355±0,290	0,1915±0,009	39,500±0,283	28,450±0,071	2,746±0,004	55,43 ± 0,05

Çizelge 4.36. Nanoçöktürme yönteminde CCRD deneme desenine göre elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	8	146,540±0,240	0,079±0,001	72,350±0,354	30,400±0,566	1,921±0,001	78,58 ± 0,11
2	16	160,012±0,088	0,048±0,002	50,250±0,212	30,325±0,177	2,675±0,005	78,99 ± 0,10
3	12	141,500±0,594	0,109±0,001	73,450±0,071	29,250±0,212	1,792±0,001	78,32 ± 0,14
4	15	158,130±0,212	0,103±0,007	53,100±0,141	32,325±0,318	2,631±0,004	78,99 ± 0,27
5	1	142,480±0,071	0,127±0,025	75,150±0,212	31,200±0,000	1,809±0,001	78,47 ± 0,08
6	25	172,313±0,000	0,090±0,000	47,450±0,212	31,250±0,071	2,632±0,002	79,17 ± 0,05
7	21	140,357±0,071	0,151±0,003	73,150±0,071	33,700±0,141	1,823±0,004	78,31 ± 0,15
8	5	164,775±0,290	0,066±0,004	50,225±0,955	32,300±0,283	2,705±0,007	79,15 ± 0,18
9	7	152,370±0,255	0,055±0,007	66,150±0,495	32,650±0,071	2,176±0,001	42,69 ± 0,04
10	30	176,770±0,297	0,031±0,011	44,250±0,071	33,600±0,141	2,674±0,001	42,82 ± 0,01
11	19	157,225±0,318	0,100±0,003	70,350±0,071	30,800±0,141	2,173±0,000	42,31 ± 0,02
12	6	181,650±0,354	0,090±0,006	43,800±0,000	29,700±0,141	2,751±0,030	42,66 ± 0,19
13	24	153,690±0,283	0,121±0,001	68,100±0,000	29,250±0,212	2,267±0,001	42,32 ± 0,02
14	9	193,635±0,262	0,054±0,000	39,350±0,071	28,625±0,106	2,678±0,004	42,63 ± 0,02
15	20	157,665±0,219	0,096±0,007	67,025±0,035	29,950±0,071	2,355±0,005	42,51 ± 0,02
16	3	202,400±0,212	0,0669±0,003	35,100±0,000	29,700±0,141	2,728±0,008	42,65 ± 0,18
17	28	140,524±0,000	0,149±0,001	79,100±0,000	26,450±0,354	1,198±0,001	54,90 ± 0,04
18	22	196,800±0,509	0,074±0,005	29,400±0,000	29,250±0,071	2,707±0,001	55,48 ± 0,40
19	26	191,725±0,247	0,067±0,017	45,200±0,212	30,400±0,141	2,667±0,002	55,27 ± 0,09
20	13	172,539±0,000	0,101±0,007	53,633±0,071	29,400±0,000	2,686±0,001	55,17 ± 0,07
21	17	136,273±0,166	0,063±0,013	70,225±0,247	27,000±0,000	2,268±0,052	55,15 ± 0,04
22	29	146,460±0,509	0,113±0,003	66,500±0,000	28,450±0,636	2,338±0,002	55,03 ± 0,04
23	14	152,325±0,219	0,122±0,003	63,500±0,000	29,400±0,141	2,477±0,002	-
24	23	158,035±0,177	0,114±0,001	58,850±0,071	29,675±0,035	2,653±0,000	34,61 ± 0,03
25	10	145,675±0,106	0,125±0,004	63,350±0,212	30,300±0,424	2,416±0,000	55,13 ± 0,07
26	11	150,505±0,049	0,0959±0,002	62,433±0,035	26,700±0,000	2,467±0,002	55,06 ± 0,02
27	18	158,443±0,077	0,0895±0,002	59,650±0,071	27,500±0,000	2,549±0,003	55,16 ± 0,11
28	2	149,600±0,198	0,109±0,008	61,500±0,141	28,225±0,106	2,458±0,001	55,19 ± 0,07
29	4	155,710±0,467	0,078±0,000	58,533±0,141	29,600±0,283	2,539±0,004	55,08 ± 0,11
30	27	155,273±0,163	0,095±0,005	60,800±0,000	31,350±0,071	2,495±0,006	55,17 ± 0,02

Çizelge 4.37. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde CCRD deneme desenine göre elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	14	182,827±0,166	0,121±0,001	55,700±0,000	27,625±0,106	2,653±0,002	78,11 ± 0,04
2	3	218,150±0,212	0,164±0,004	14,750±0,071	29,400±0,000	2,824±0,003	78,83 ± 0,42
3	30	179,243±0,039	0,126±0,005	56,575±0,035	28,650±0,212	2,657±0,000	78,47 ± 0,10
4	5	259,150±0,919	0,146±0,002	7,600±0,000	31,825±0,601	2,855±0,028	78,84 ± 0,25
5	16	188,153±0,039	0,082±0,000	53,700±0,000	28,225±0,177	2,723±0,000	78,15 ± 0,04
6	12	240,650±0,495	0,121±0,000	10,400±0,000	30,650±0,636	2,942±0,000	78,28 ± 0,18
7	13	195,673±0,293	0,116±0,012	48,100±0,000	29,500±0,000	2,764±0,001	77,84 ± 0,10
8	22	300,600±0,000	0,188±0,006	2,800±0,000	32,725±0,106	2,948±0,000	78,52 ± 0,14
9	23	182,550±0,000	0,105±0,021	54,767±0,035	28,600±0,283	2,654±0,002	42,00 ± 0,01
10	1	231,450±0,212	0,141±0,000	12,480±0,084	31,300±0,000	2,956±0,000	42,37 ± 0,12
11	19	169,130±0,417	0,127±0,002	63,125±0,263	27,650±0,212	2,357±0,002	41,76 ± 0,07
12	9	205,000±0,141	0,114±0,005	24,050±0,100	28,700±0,000	2,713±0,000	41,93 ± 0,02
13	15	166,735±0,247	0,087±0,003	64,375±0,035	26,775±0,035	2,336±0,008	41,84 ± 0,25
14	7	208,875±0,389	0,127±0,001	21,575±0,050	28,200±0,000	2,822±0,000	42,19 ± 0,25
15	11	176,878±0,152	0,125±0,002	58,025±0,106	27,150±0,071	2,558±0,003	41,88 ± 0,08
16	18	230,100±0,495	0,195±0,006	14,000±0,000	30,200±0,000	2,676±0,000	42,10 ± 0,05
17	17	153,613±0,088	0,115±0,001	80,175±0,340	23,250±0,212	1,643±0,000	54,40 ± 0,06
18	20	257,400±0,283	0,184±0,003	5,950±0,058	28,225±0,035	2,747±0,010	55,64 ± 0,26
19	2	197,670±0,495	0,112±0,003	40,925±0,035	26,625±0,035	2,744±0,002	55,03 ± 0,06
20	25	208,550±0,071	0,140±0,008	32,175±0,275	27,250±0,071	2,713±0,002	55,00 ± 0,03
21	8	200,050±0,071	0,135±0,006	40,000±0,000	30,400±0,141	2,768±0,001	54,71 ± 0,27
22	10	227,325±0,318	0,120±0,001	21,700±0,141	29,600±0,283	2,780±0,001	54,37 ± 0,07
23	24	231,650±0,212	0,155±0,005	27,780±0,084	29,950±0,778	2,775±0,000	-
24	4	206,750±1,344	0,126±0,002	30,000±0,000	30,375±0,247	2,767±0,001	34,03 ± 0,05
25	21	213,600±0,318	0,157±0,003	29,133±0,137	29,100±0,000	2,804±0,001	55,27 ± 0,03
26	27	208,350±0,354	0,147±0,003	33,400±0,000	31,400±0,000	2,828±0,001	54,95 ± 0,14
27	28	218,600±0,283	0,164±0,005	24,900±0,000	30,450±0,212	2,947±0,001	55,29 ± 0,07
28	26	217,975±0,106	0,173±0,001	25,500±0,000	31,300±0,000	2,781±0,001	55,13 ± 0,10
29	29	209,275±0,106	0,144±0,002	29,100±0,000	30,700±0,000	2,753±0,003	55,36 ± 0,10
30	6	220,100±0,707	0,146±0,004	30,575±0,171	30,750±0,071	2,942±0,003	55,67 ± 0,06

Optimizasyon çalışmasında yer alan işlem değişkenleri ile her bir yanıt arasındaki ilişkiyi ifade eden matematiksel model quadratik regresyon analizi yapılarak oluşturulmuştur. Bunun için modellere her bir değişkenin öncelikle lineer etki terimleri, daha sonra quadratik ve interaksiyon etki terimleri sırası ile toplu halde eklenmiş ve kareler toplamındaki artış ve model uygunsuzluğu testi (lack of fit) değerleri analiz edilmiştir. Çizelge 4.38, 4.39 ve 4.40'ta verilen sonuçlara göre, partikül boyutu, polidispersite indeksi, geçirgenlik, zeta potansiyeli ve bulanıklık olmak üzere her bir yanıt için quadratik terimlerin eklenmesinin modelleri önemli ölçüde geliştirdiği bulgulanmıştır. Matematik model oluşturulduktan sonra her bir yanıt için model çoklu lineer regresyon analizi ile değerlendirilmiştir. Her bir yanıt için modeldeki önemli terimler varyans analizi (ANOVA) ile bulunmuştur. Modellerin regresyon katsayısı R^2 incelendiğinde 0,837 ile 0,997 arasında değişmektedir. Bu değerler oldukça yüksek olup modelde yer alan yanıt ve değişkenler arası ilişkinin kuvvetli olduğunu göstermektedir. Her üç yöntemde de farklı yanıtlar için incelendiğinde düzeltilmiş regresyon katsayısı ve regresyon katsayısı arasında farkın sınırlı olduğu görülmektedir. Bu da modelin anlamlı terimler içerdiğini göstermektedir. Varyasyon katsayıları yanıtı göre farklılık göstermektedir. Nanoçöktürme yönteminde zeta potansiyeli yanıtı büyük varyasyon katsayısı diğer yanıtlara kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Bu durum sonuçların ortalamadan fazla saptıklarının göstergesidir. Diğer tüm yanıtlarda belirli bir aralıkta değişen varyasyon katsayısı gözlemlenmiştir. Tüm modeller için Adequate Precision yani yeterli tahminleme değerinin 4'ten büyük olması gerekmektedir ve modeller bunu sağlamaktadır.

Çizelge 4.38. Nanoçöktürme yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Geçirgenlik	Zeta Potansiyeli (mV)	Bulanıklık	EE (%)
R^2	0,934	0,837	0,980	0,997	0,982	0,998
R^2_{adj}	0,871	0,685	0,962	0,994	0,809	0,996
C.V. %	4,01	17,68	4,19	10,24	4,11	1,54
Yeterli tahminleme	13,40	8,87	28,88	46,27	14,84	67,11

Çizelge 4.39. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Geçirgenlik	Zeta Potansiyeli (mV)	Bulanıklık	EE (%)
R ²	0,984	0,915	0,949	0,889	0,904	0,998
R ² _{adj}	0,969	0,836	0,901	0,785	0,814	0,997
C.V. %	6,30	10,31	24,21	3,65	3,27	1,29
Yeterli tahminleme	26,35	12,90	17,44	10,45	13,05	80,18

Çizelge 4.40. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Geçirgenlik	Zeta Potansiyeli (mV)	Bulanıklık	EE (%)
R ²	0,952	0,886	0,973	0,856	0,840	0,998
R ² _{adj}	0,907	0,780	0,949	0,722	0,691	0,996
C.V. %	4,42	9,44	13,35	3,52	5,12	1,44
Yeterli tahminleme	21,64	11,78	26,15	11,50	10,97	72,58

4.2.2.1. Sedir Kabuğu Ekstraktı İçeren Nanopartiküllerin Özellikleri Üzerine Nanopartikül Üretim Yöntemlerinin ve Proses Değişkenlerinin Etkisi

4.2.2.1.1. Partikül Boyutu

Farklı üretim yöntemlerinde proses değişkenleri ve proses koşullarının sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine etkisi incelenmiştir.

Nanoçöktürme yönteminde sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu 136,27 ile 202,40 nm aralığında değişmektedir. Elde edilen model bağımsız değişkenlerin partikül boyutu üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu zein konsantrasyonu, akış hızı ve ekstrakt miktarı değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.41). Proses değişkenlerinin, nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine etkilerinin belirlenebilmesi için, elde edilen model kullanılarak Şekil 4.14'te yer alan pertürbasyon grafikleri incelenmiştir. Pertürbasyon grafiğine göre zein konsantrasyonu partikül boyutunu etkileyen en önemli faktördür.

Çizelge 4.41. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu (nm) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	8712,19	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	4548,78	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	4,40E+01	0,3191
X ₅ -Akış hızı	1	2,25E+02	0,0341
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	1076,25	0,0001
X ₁ X ₆	1	4,10E-01	0,9221
X ₁ X ₅	1	2,25E+02	0,0341
X ₁ X ₄	1	1,51E+02	0,0754
X ₆ X ₅	1	4,47E-03	0,9918
X ₆ X ₄	1	9,53E+01	0,1499
X ₅ X ₄	1	4,11E+01	0,335
X ₁ ²	1	474,32	0,0041
X ₆ ²	1	1,55E+03	< 0,0001
X ₅ ²	1	1,95E+02	0,0465
X ₄ ²	1	1,70E+01	0,5309
Kalıntı	15	6,21E+02	
Model uygunsuzluğu	10	5,09E+02	0,1899
Saf hata	5	1,12E+02	
Toplam	29	9333,02	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu 155,61 ile 430,25 nm aralığında değişmektedir. Elde edilen model bağımsız değişkenlerin partikül boyutu üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı ve süre değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli (p<0,05) seviyede etkilenmektedir. Bunun yanı sıra ekstrakt miktarı ve/veya ekstrakt miktarının diğer değişkenler ile interaksyonu nanopartiküllerin partikül boyutunu önemli düzeyde etkilememiştir (Çizelge 4.42).

Çizelge 4.42. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu (nm) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	1,91E+05	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	94668,47	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	50770,95	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	2872,73	0,0022
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	378,41	0,1997
X ₁ X ₃	1	24187,11	< 0,0001
X ₁ X ₂	1	1395,55	0,0211
X ₁ X ₄	1	2,31	0,9178
X ₃ X ₂	1	1600,06	0,0146
X ₃ X ₄	1	1	0,9461
X ₂ X ₄	1	257,12	0,2862
X ₁ ²	1	8544,92	< 0,0001
X ₃ ²	1	8016,38	< 0,0001
X ₂ ²	1	95,31	0,511
X ₄ ²	1	5,04	0,879
Kalıntı	15	3153,26	
Model uygunsuzluğu	10	2719,12	0,1098
Saf hata	5	434,14	
Toplam	29	1,94E+05	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenlerinin, nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine etkilerinin belirlenebilmesi için Şekil 4.14'te yer alan pertürbasyon grafikleri incelenmiştir. Pertürbasyon grafiğinden yüksek hızda homojenizasyon ile nanopartiküllerin eldesinde etkili değişkenlerin zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızı olduğu görülmektedir. Düşük zein konsantrasyonu ve düşük homojenizasyon hızında düşük partikül boyutu elde edilmiştir. Sodyum kazeinat zein proteini ile etkileşime girerek nanopartikülleri oluşturmaktadır ve elde edilen kazeinat-zein nanopartiküllerinin stabilitesi kazeinat kaynaklı olan negatif yüklü gruplar ile sağlanmaktadır (Bilici, 2019). Bu nedenle artan zein konsantrasyonuna karşılık sabit sodyum kazeinat konsantrasyonu kazeinat-zein nanopartiküllerin yüzeyine adsorbe edilen kazeinatın yetersiz kalması sonucu yüzeyde negatif yükün zayıflaması ile sonuçlanmış olabilir. Bu durumun bir sonucu olarak stabilitesini koruyamayan nanopartiküller biraraya gelerek daha büyük partikülleri oluşturmuştur. Benzer şekilde artan homojenizasyon hızı da yüzeye yüklenen negative yükün değişimine ve buna bağlı olarak nanopartikül stabilitesinin zayıflamasına sebep olabilir.

Son olarak ultrasonik homojenizasyon yönteminde ise sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu 153,61 ile 300,60 nm aralığında değişmektedir. Elde edilen model bağımsız değişkenlerin partikül boyutu üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu zein konsantrasyonu, amplitüd, süre ve ekstrakt miktarı olmak üzere tüm proses değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.43).

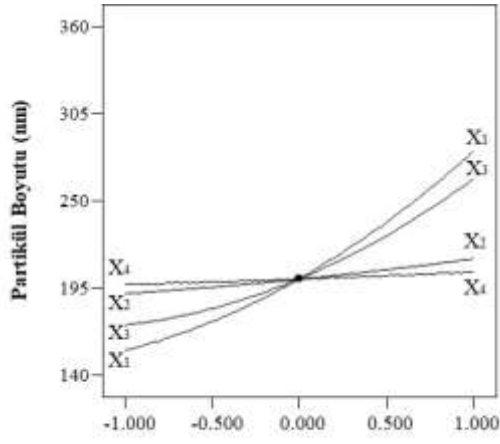
Çizelge 4.43. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin partikül boyutu (nm) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	25697	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	18169,94	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	581,57	0,0203
X ₂ -Süre	1	756,14	0,0098
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2471,07	< 0,0001
X ₁ X ₇	1	564,86	0,0219
X ₁ X ₂	1	174,16	0,1762
X ₁ X ₄	1	535,03	0,0251
X ₇ X ₂	1	641,26	0,0157
X ₇ X ₄	1	803,55	0,0081
X ₂ X ₄	1	520,38	0,0268
X ₁ ²	1	186,46	0,1626
X ₇ ²	1	281,99	0,091
X ₂ ²	1	8,66	0,7559
X ₄ ²	1	18,27	0,6523
Kalıntı	15	1296,52	
Model uygunsuzluğu	10	1170,48	0,052
Saf hata	5	126,04	
Toplam	29	26993,52	

$p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

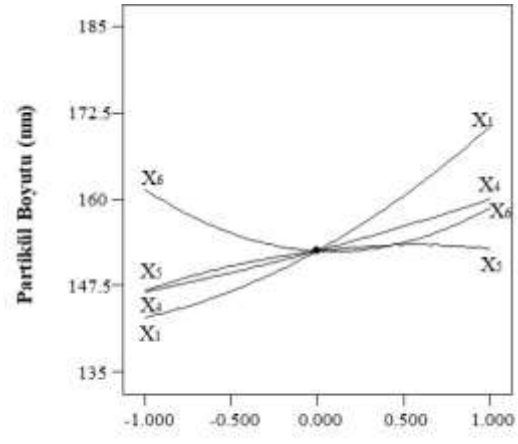
Proses değişkenlerinin, nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine etkilerinin belirlenebilmesi için, elde edilen model kullanılarak Şekil 4.14'te yer alan pertürbasyon grafikleri incelenmiştir. Pertürbasyon grafiğine göre zein konsantrasyonu ve ekstrakt miktarı partikül boyutunu etkileyen en önemli faktörler olmuştur. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde olduğu gibi artan zein konsantrasyonuna bağlı olarak partikül boyutu da artmaktadır. Bu durum yine zein-kazeinat dengesinin sağlaması ile ilişkilidir. Her iki yöntem de bu açıdan benzerlik göstermektedir.

Düşük zein konsantrasyonlarında küçük partikül boyutuna sahip ZNP'ler, sodyum kazeinatın doyma, çekirdeklenme ve büyüme aşamaları üzerindeki etkisiyle açıklanmaktadır. Antisolvent fazdaki kazeinat miktarı yeterli olmadığında oluşan zein partiküllerinin tamamını çevreleyememektedir ve bu durum flokülasyona neden olabilmektedir (Guzey ve McClements, 2006). Ancak çözücü fazdaki başlangıç protein oranının yüksek olması süspansiyon konsantrasyonunun artmasına neden olmaktadır. Artan konsantrasyonla parçacıkların çarpışma olasılığı arttığından, kümeleşmenin meydana gelmesi muhtemeldir (Joye ve McClements, 2013). Ayrıca yüksek protein konsantrasyonu süspansiyonun viskozitesinin artmasına neden olduğundan sistemdeki solvent ve anti-solventin homojen karışmasını engellemiş olabileceği ifade edilmektedir (Ebert vd., 2017). Bu bulgular, küçük parçacık boyutuna sahip nanoparçacıklar üretmek için belirlenen uygun bir zein-sodyum kazeinat oranında çalışılması gerektiğine işaret etmektedir.



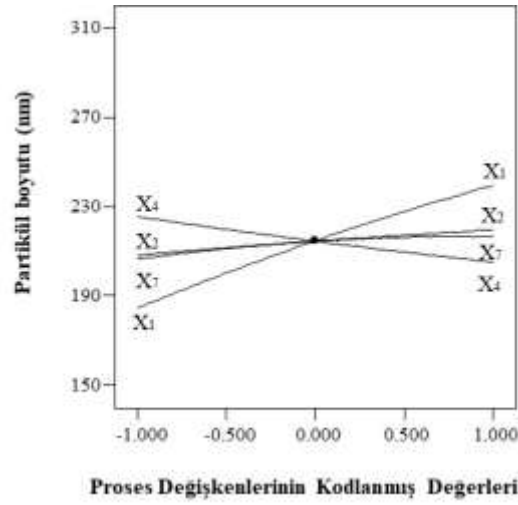
Proses Değişkenlerinin Kodlanmış Değerleri

(a)



Proses Değişkenlerinin Kodlanmış Değerleri

(b)



Proses Değişkenlerinin Kodlanmış Değerleri

(c)

Şekil 4.14. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin partikül boyutu (nm) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Genel olarak üç yöntem ile elde edilen zein-kazeinat nanopartikülleri partikül boyutu açısından karşılaştırılırsa en iyi sonuçlar minimum partikül boyutunun sağlandığı nanoçöktürme yöntemi ile elde edilmiştir.

4.2.2.1.2. Polidispersite İndeksi

Farklı üretim yöntemlerinde proses değişkenleri ve proses koşullarının sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin özelliklerinden polidispersite indeksi (%) üzerine etkisi incelenmiştir. Polidispersite indeksi (%) değeri nanopartiküllerin partikül boyutu dağılımını ifade etmektedir. Bu değer 0,10 ile 0,25 arasında olduğunda dar bir partikül boyut dağılımını (monodispers) gösterirken, 0,50'nin üzerinde olması durumunda geniş bir partikül boyut dağılımını ve büyük çaplı partiküllerin varlığını ifade etmektedir (Özkahraman vd., 2014).

Nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinde 0,03 ile 0,15 aralığında değişmektedir. Belirlenen polidispersite indeksi değerleri yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon ile elde edilen örneklerin polidispersite indekslerinden daha düşüktür. Bu durum diğer yöntemlere kıyasla nanoçöktürme yöntemi ile daha homojen yapıda nanopartiküller elde edildiğini göstermektedir. Benzer şekilde daha düşük partikül boyutlarının da elde edildiği nanoçöktürme yöntemi partikül dağılımı açısından da olumlu sonuçlanmıştır. Modeli incelediğimizde bağımsız değişkenlerin polidispersite indeksi üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklanmaktadır. Modele göre nanoçöktürme yöntemi ile sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi zein konsantrasyonu, karıştırma hızı, akış hızı ve ekstrakt miktarı olmak üzere tüm değişkenlerden istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.44). Nanopartiküllerin polidispersite indeksi değeri üzerine proses değişkenlerinin etkileri farklılık göstermektedir. Şekil 4.15'te yer alan pertürbasyon grafiğinden nanoçöktürme yöntemi ile nanopartiküllerin eldesinde zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının negatif yönlü ilişkisi olup, akış hızı ve karıştırma hızı pozitif yönlü ilişkisi olduğu görülmektedir. Zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının artması sonucu daha düşük polidispersite indeksi değerleri yani daha dar dağılım gösteren nanopartiküller elde edilmektedir. Buna karşın karıştırma hızı ve akış hızı arttıkça partiküllerin polidispersite indeksi değerleri de artmaktadır.

Çizelge 4.44. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi (%) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,021	0,0011
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	8,11E-03	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	2,49E-03	0,008
X ₅ -Akış hızı	1	2,75E-03	0,0058
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	1,29E-03	0,044
X ₁ X ₆	1	5,44E-05	0,6583
X ₁ X ₅	1	1,36E-03	0,0394
X ₁ X ₄	1	5,08E-05	0,6691
X ₆ X ₅	1	2,55E-03	0,0075
X ₆ X ₄	1	2,25E-06	0,9281
X ₅ X ₄	1	7,23E-05	0,6106
X ₁ ²	1	3,26E-05	0,7319
X ₆ ²	1	8,84E-04	0,0889
X ₅ ²	1	5,92E-04	0,1573
X ₄ ²	1	2,14E-04	0,385
Kalıntı	15	4,01E-03	
Model uygunsuzluğu	10	2,59E-03	0,5815
Saf hata	5	1,42E-03	
Toplam	29	0,025	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Polidispersite indeks değerleri yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinde 0,10 ile 0,27 aralığında değişmektedir. Bu da partiküllerin daha homojen dağıldığını monodispers bir yapı gösterdiğini ortaya koymaktadır. Elde edilen model bağımsız değişkenlerin polidispersite indeksi üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı ve süre değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli (p<0,05) seviyede etkilenmektedir. Partikül boyutunda gözlemlenen duruma benzer şekilde ekstrakt miktarı ve/veya ekstrakt miktarının diğer değişkenler ile interaksiyonu nanopartiküllerin polidispersite indeksini önemli düzeyde etkilememiştir (Çizelge 4.45). Nanopartiküllerin polidispersite indeksi değeri üzerine proses değişkenlerinin etkileri modele ait pertürbasyon grafikleri incelenerek belirlenmiştir. Şekil 4.15'te yer alan pertürbasyon grafiğinden yüksek hızda homojenizasyon ile monodisperse yapıda (dar dağılım gösteren) nanopartiküllerin eldesi üzerine ekstrakt oranının etkisi zayıf olup, en etkili değişkenin zein konsantrasyonu olduğu görülmektedir. Düşük zein konsantrasyonunda daha düşük polidispersite indeksi değerleri yani daha dar dağılım

gösteren nanopartiküller elde edilmektedir. Polidispersite indeksi partiküllerin dağılımını ifade ettiğinden partikül boyutu ile ilişkilidir. Bu nedenle partikül boyutu ve polidispersite özelliklerinde aynı proses değişkenlerinin etkili olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.45. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi (%) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,059	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,03	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	1,30E-02	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	4,38E-03	0,0035
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	8,34E-05	0,6397
X ₁ X ₃	1	7,21E-03	0,0005
X ₁ X ₂	1	8,44E-05	0,6378
X ₁ X ₄	1	5,85E-04	0,2251
X ₃ X ₂	1	5,72E-05	0,698
X ₃ X ₄	1	3,45E-04	0,347
X ₂ X ₄	1	2,32E-05	0,8047
X ₁ ²	1	5,31E-06	0,9056
X ₃ ²	1	2,51E-03	0,0193
X ₂ ²	1	7,84E-05	0,65
X ₄ ²	1	3,98E-04	0,3132
Kalıntı	15	5,48E-03	
Model uygunsuzluğu	10	2,67E-03	0,8517
Saf hata	5	2,81E-03	
Toplam	29	0,065	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

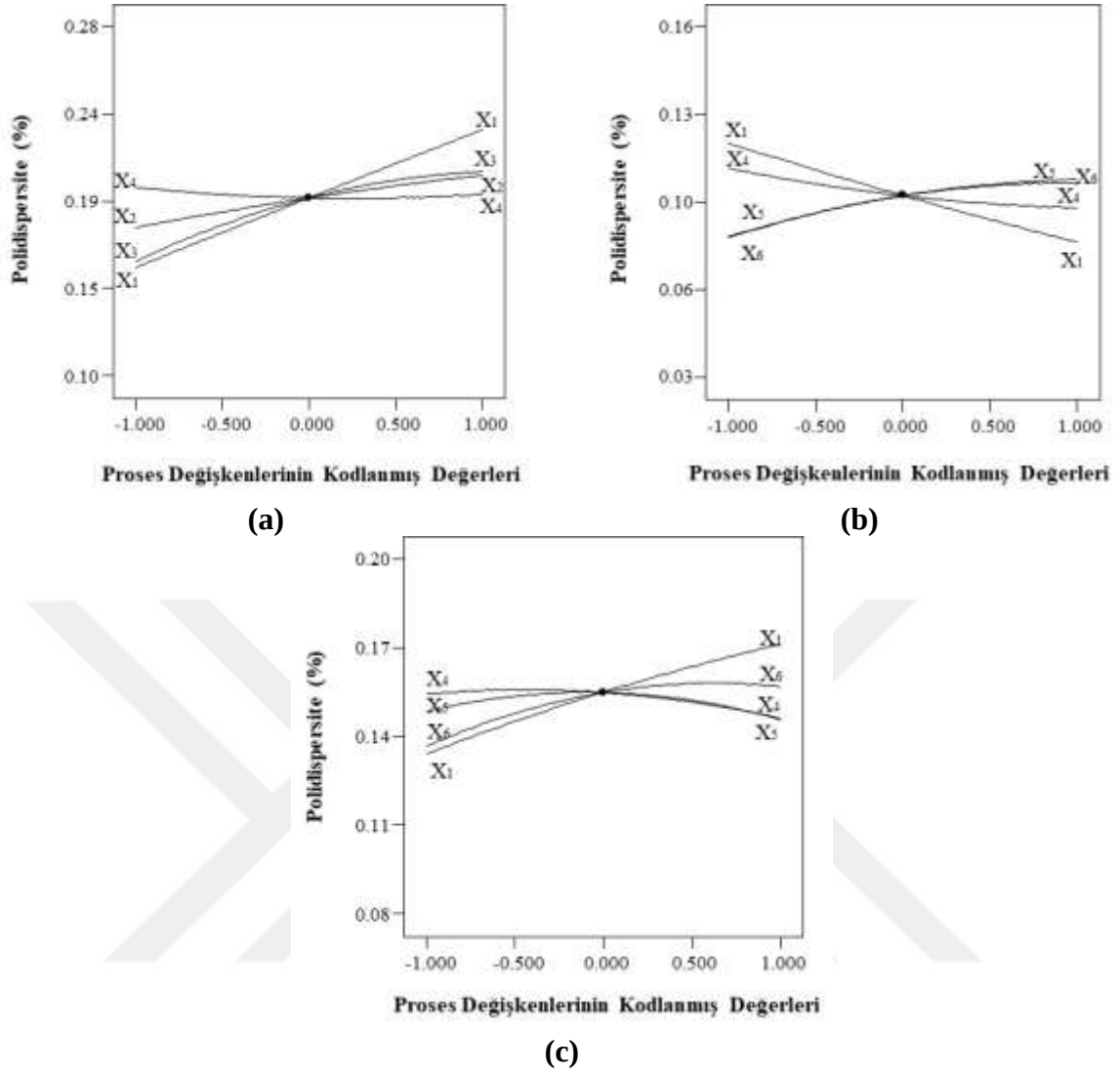
Uygunan bir diğer yöntem olan ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinde 0,08 ile 0,20 aralığında değişmektedir. Belirlenen bu polidispersite indeksi aralığı 0,10-0,25 aralık sınırlarına çok yakın olduğundan partiküllerin daha homojen dağıldığını ve monodispers bir yapı gösterdiği ifade edilebilir. Yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen örneklerin polidispersite indeksi değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi için de elde edilen model ile bağımsız değişkenlerin polidispersite indeksi üzerine etkisi anlamlı bir şekilde açıklanmaktadır. Modele göre ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi zein konsantrasyonu ve amplitüd değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli (p<0,05) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.46). Bununla

birlikte ekstrakt miktarı ve süre değişkenlerinin nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine önemli düzeyde etkisi belirlenmemiştir. Nanopartiküllerin polidispersite indeksi değeri üzerine proses değişkenlerinin etkisini incelediğimizde, Şekil 4.15'te yer alan pertürbasyon grafiğine göre ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartiküllerin eldesinde zein konsantrasyonu daha etkili olmakla birlikte zein konsantrasyonu ve amplitüd değerlerinin artması sonucu partiküllerin polidispersite indeksi değerleri de artış göstermektedir. Artan polidispersite indeksi daha geniş bir partikül dağılımı ve buna bağlı olarak homojen olmayan yapı ile sonuçlanacağından zein konsantrasyonu ve amplitüd değerlerinin uygun seviyelerde olması önem taşımaktadır.

Çizelge 4.46. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin polidispersite indeksi (%) üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,019	0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	8,25E-03	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	2,48E-03	0,0015
X ₂ -Süre	1	4,82E-05	0,5985
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	4,04E-04	0,14
X ₁ X ₇	1	5,06E-06	0,8639
X ₁ X ₂	1	1,15E-03	0,0191
X ₁ X ₄	1	9,75E-05	0,4559
X ₇ X ₂	1	3,11E-03	0,0006
X ₇ X ₄	1	1,41E-05	0,7753
X ₂ X ₄	1	5,94E-04	0,0783
X ₁ ²	1	1,42E-04	0,3702
X ₇ ²	1	1,81E-03	0,0049
X ₂ ²	1	1,69E-03	0,0062
X ₄ ²	1	5,85E-04	0,0804
Kalıntı	15	2,50E-03	
Model uygunsuzluğu	10	1,84E-03	0,3756
Saf hata	5	6,60E-04	
Toplam	29	0,022	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli



Şekil 4.15. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin polidispersite indeksi (%) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

4.2.2.1.3. Geçirgenlik (Transmittans) Değeri

Nanopartikül çözeltilerinin optik özelliklerinin karakterizasyonu açısından geçirgenlik değerleri ölçülmüştür ve bu değer ışık geçirgenliğini ifade etmektedir. Nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri 29,40 ile 79,10 arasında bulgulanmıştır. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemine kıyasla nanoçöktürme yönteminde elde edilen geçirgenlik değerleri daha dar

aralıkta bulgulanmıştır. Bu durum polidispersite indeksinin de desteklediği şekilde daha homojen yapıda nanopartiküller elde edildiğini bir kez daha göstermektedir. Elde edilen model bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri zein konsantrasyonu ve ekstrakt miktarından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.47). Şekil 4.16'da yer alan pertürbasyon grafiğinde geçirgenlik üzerine proses değişkenlerinin etkileri incelendiğinde, zein konsantrasyonu arttıkça geçirgenlik değerleri düşmektedir. Karıştırma hızı ve akış hızının ise geçirgenlik değerlerini önemli ölçüde etkilemediği görülmektedir.

Çizelge 4.47. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	4552,62	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	3,79E+03	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,67E+01	0,1177
X ₅ -Akış hızı	1	2,73E+01	0,0508
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2,06E+02	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	1,10E-01	0,8967
X ₁ X ₅	1	2,60E+01	0,056
X ₁ X ₄	1	1,61E+01	0,124
X ₆ X ₅	1	9,38E+00	0,2326
X ₆ X ₄	1	2,48E+00	0,532
X ₅ X ₄	1	8,70E+00	0,2494
X ₁ ²	1	8,26E+01	0,0022
X ₆ ²	1	2,38E+02	< 0,0001
X ₅ ²	1	8,81E+01	0,0017
X ₄ ²	1	5,59E-04	0,9925
Kalıntı	15	9,09E+01	
Model uygunsuzluğu	10	7,52E+01	0,1749
Saf hata	5	1,58E+01	
Toplam	29	4643,54	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Geçirgenlik değerleri yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinde 0,20 ile 77,45 aralığında değişmektedir. Geçirgenlik değerleri oldukça geniş bir aralıkta değişim göstermiştir. Elde edilen model bağımsız değişkenlerin geçirgenlik üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile sedir ekstraktı

yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı ve süre değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenebilmektedir (Çizelge 4.48). Nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine proses değişkenlerinin etkileri pertürbasyon grafiğinden incelendiğinde zein konsantrasyonu ve geçirgenliği negatif yönlü ilişkisi olup, zein konsantrasyonu arttıkça geçirgenlik değerleri düşmektedir (Şekil 4.16). Bununla birlikte karıştırma hızı ve süre değişkenlerinde de aynı etki görülmüştür. Ekstrakt oranının ise geçirgenlik değerlerini önemli ölçüde etkilemediği görülmektedir.

Çizelge 4.48. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	14026,78	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	11545,71	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	1695,12	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	302,34	0,0274
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	15,2	0,5919
X ₁ X ₃	1	22,56	0,5146
X ₁ X ₂	1	0,069	0,9711
X ₁ X ₄	1	0,16	0,9559
X ₃ X ₂	1	53,11	0,3221
X ₃ X ₄	1	2,98	0,8118
X ₂ X ₄	1	5,23	0,7523
X ₁ ²	1	235,73	0,0476
X ₃ ²	1	64,28	0,2776
X ₂ ²	1	29,27	0,4589
X ₄ ²	1	0,31	0,9389
Kalıntı	15	759,66	
Model uygunsuzluğu	10	411,35	0,7764
Saf hata	5	348,31	
Toplam	29	14786,44	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde ekstrakt miktarı geçirgenliği etkilememiş iken nanoçöktürme yönteminde ekstrakt miktarının artması geçirgenliği azaltmaktadır. Uygulanan yöntemlerde nanopartikül oluşumunu sağlayan etki birbirlerinden farklı olduğundan elde edilen nanopartiküllerin özellikleri de oldukça farklılık göstermektedir. Nanoçöktürmede herhangi bir güç uygulanmadığından ortamda bulunan ekstrakt yük dağılımına dayanarak enkapsüle edilmektedir ve bu durumda ekstraktan gelen geçirgenlikte azalma gözlemlenmektedir. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde ise karıştırma ile

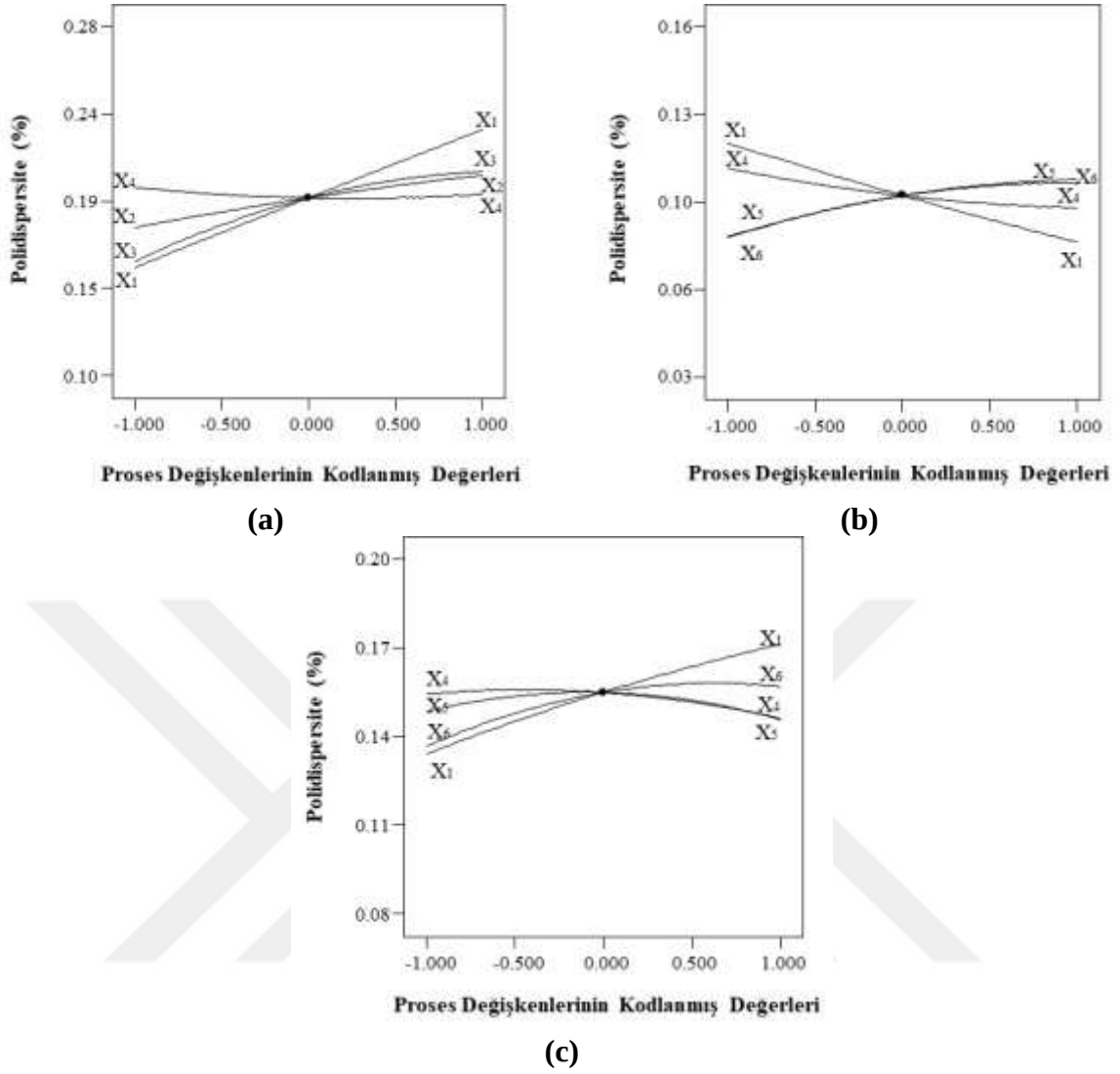
uygulanan güç ekstraktın ortamda eşit dağılımını sağlayabilir ve bu durumda da geçirgenlikte herhangi bir değişim gözlemlenmemektedir.

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değerleri 2,80 ile 80,18 aralığında değişmektedir. Bu yöntem de yüksek hızda homojenizasyon yöntemine benzer şekilde geçirgenlik değerleri oldukça geniş aralıkta değişim göstermiştir. Modeli incelediğimizde bağımsız değişkenlerin geçirgenlik üzerine etkisini açıklamaya uyumlu bir model elde edilmiştir. Model bağımsız değişkenlerden zein konsantrasyonu, süre ve ekstrakt miktarını nanopartiküllerin geçirgenliğini önemli ölçüde etkilediğini ortaya koymuştur. Bunun yanı sıra ultrasonik homojenizasyonda uygulanan amplitüd değerinin örneklerin geçirgenliğini önemli ölçüde etkilemediği görülmektedir (Çizelge 4.49). Nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine proses değişkenlerinin etkilerini gösteren pertürbasyon grafiği incelendiğinde (Şekil 4.16) diğer iki yöntemde de gözlemlendiği gibi artan zein konsantrasyonu sonucu geçirgenlik değeri azalmaktadır. Ekstrakt miktarı ve sürenin etkisi oldukça zayıf olup geçirgenlik değeri ile pozitif korelasyon göstermektedir.

Çizelge 4.49. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin geçirgenlik değeri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	11181,65	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	10216,04	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	39,97	0,1813
X ₂ -Süre	1	115,6	0,0308
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	188,23	0,0082
X ₁ X ₇	1	4,04	0,6623
X ₁ X ₂	1	1,07	0,8217
X ₁ X ₄	1	6,68	0,5751
X ₇ X ₂	1	103,93	0,0391
X ₇ X ₄	1	40,57	0,1783
X ₂ X ₄	1	33,58	0,2183
X ₁ ²	1	359,76	0,0008
X ₇ ²	1	109	0,0352
X ₂ ²	1	8,87	0,5191
X ₄ ²	1	0,17	0,9286
Kalıntı	15	305,11	
Model uygunsuzluğu	10	254,51	0,1603
Saf hata	5	50,61	
Toplam	29	11486,76	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli



Şekil 4.16. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin geçirgenlik (%) değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

4.2.2.1.4. Zeta Potansiyeli

Nanopartiküllerin karakterizasyonunda önemli olan özelliklerden biri zeta potansiyelidir. Zeta potansiyeli kısaca belirli bir ortamda bulunan parçacığın toplam yükünü ifade etmektedir. Bu açıdan zeta potansiyeli kolloidal bir sistemin potansiyel stabilitesinin göstergesidir. Tüm partiküllerin büyük bir negatif veya pozitif zeta potansiyele sahip olması durumunda birbirlerini itmeleri sonucu partikül yükü neredeyse nötr olmaktadır ve böylece

daha yüksek kararlılığa sahip olmaktadır. Zeta potansiyeli net yükün bir ölçüsü olarak da ifade edilmektedir (Dağlıoğlu ve Özkan Yılmaz, 2018).

Nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli değerleri (-33,70) ile 31,35 mV arasında değişmektedir. Nanoçöktürme yönteminde yüksek negatif yüklerin yanı sıra yüksek pozitif yüklerde bulgulanmıştır. Her iki yükün de sahip olduğu yüksek değerler kolloidal yapının yüksek kararlılıkta olduğunu göstermektedir.

Elde edilen model bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli değeri üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerinin zeta potansiyeli zein konsantrasyonu, karıştırma hızı, akış hızı ve ekstrakt miktarı olmak üzere tüm faktörlerin etkisinin önemsiz ($p>0,05$) olduğu görülmektedir (Çizelge 4.50). Bu nedenle nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine değişkenlerin etkisini gösteren pertürbasyon grafiği incelenmemiştir.

Çizelge 4.50. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	16835,96	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1,61	0,5098
X ₆ -Karıştırma hızı	1	0,1	0,8666
X ₅ -Akış hızı	1	1,28E-03	0,9851
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	1,46	0,5301
X ₁ X ₆	1	3,91E-05	0,9974
X ₁ X ₅	1	1,61	0,5104
X ₁ X ₄	1	0,45	0,7273
X ₆ X ₅	1	6,53	0,1944
X ₆ X ₄	1	4,38	0,2834
X ₅ X ₄	1	14,77	0,0591
X ₁ ²	1	5817,3	< 0,0001
X ₆ ²	1	6233,94	< 0,0001
X ₅ ²	1	5,79E+03	< 0,0001
X ₄ ²	1	6159,22	< 0,0001
Kalıntı	15	53,12	
Model uygunsuzluğu	10	37,43	0,4485
Saf hata	5	15,7	
Toplam	29	16889,08	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerin zeta potansiyelleri (-39,40) ile (-28,45) mV arasında değişmektedir. Nanopartiküllerde belirlenen bu zeta potansiyeli değerleri yüksek negatif yüke sahip olduklarını gösteriyor ve bu da yüksek kararlılığa sahip olduklarını göstermektedir. Model anlamlı bir şekilde bağımsız değişkenlerin zeta potansiyeli üzerine etkisini göstermektedir. Nanopartiküllerin zeta potansiyeli zein konsantrasyonu ve karıştırma hızından istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.51). Zein konsantrasyonu ve karıştırma hızı arttıkça nanopartiküllerin zeta potansiyelleri azalmıştır. Yüksek zein konsantrasyonlarında karıştırma hızının yükselmesi belirgin bir şekilde zeta potansiyelini azaltırken, düşük zein konsantrasyonlarında karıştırma hızının yükselmesi zeta potansiyelini daha az etkilemiştir.

Çizelge 4.51. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	171,85	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	21,33	0,0015
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	48,81	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	4,62	0,0929
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,26	0,679
X ₁ X ₃	1	6,41	0,0516
X ₁ X ₂	1	0,1	0,7937
X ₁ X ₄	1	1,91E-03	0,9713
X ₃ X ₂	1	5,09	0,079
X ₃ X ₄	1	7,39	0,0383
X ₂ X ₄	1	0,048	0,8575
X ₁ ²	1	29,68	0,0004
X ₃ ²	1	57,88	< 0,0001
X ₂ ²	1	5,24	0,0752
X ₄ ²	1	2,16	0,2382
Kalıntı	15	21,5	
Model uygunsuzluğu	10	15,17	0,4455
Saf hata	5	6,32	
Toplam	29	193,35	

$p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

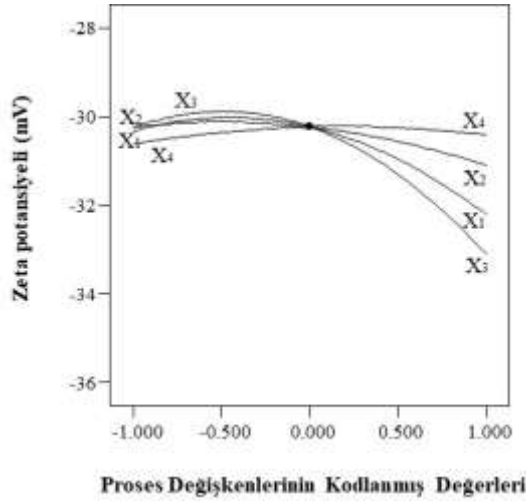
Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerin zeta potansiyelleri 23,25 ile 32,73 arasında değişmektedir. Bu zeta potansiyeli değerleri yüksek pozitif yüke sahip olduklarını gösteriyor

ve bu da yüksek kararlılığa sahip olduklarının göstergesidir. Belirlenen model anlamlı bir şekilde bağımsız değişkenlerin zeta potansiyeli üzerine etkisini açıklamaktadır. Nanopartiküllerin zeta potansiyeli zein konsantrasyonu ve ekstrakt miktarından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.52). Şekil 4.17’de sunulan pertürbasyon grafikleri incelendiğinde görülmektedir ki özellikle zein konsantrasyonu arttıkça partiküllerin zeta potansiyelleri de artmıştır. Diğer bir değişle yüksek zein konsantrasyonlarında daha kararlı yapıda nanopartiküller elde edilmiştir. Ekstrakt miktarı arttıkça zeta potansiyeli azalma göstermiştir.

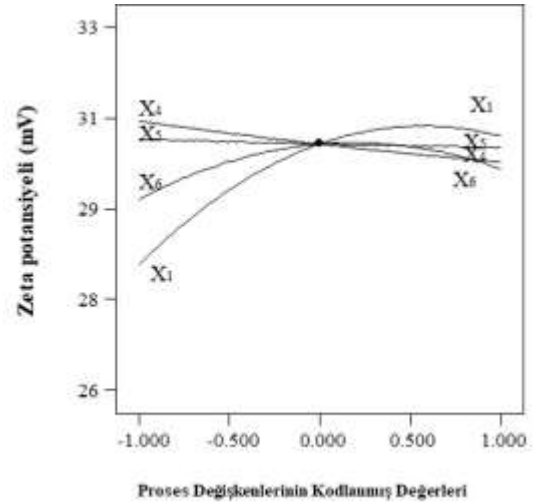
Çizelge 4.52. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin zeta potansiyeli üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	94,7	0,0005
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	34,5	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	1,97	0,1927
X ₂ -Süre	1	0,15	0,7079
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	3,51	0,0887
X ₁ X ₇	1	0,3	0,6049
X ₁ X ₂	1	0,13	0,734
X ₁ X ₄	1	0,35	0,5724
X ₇ X ₂	1	2,12	0,1774
X ₇ X ₄	1	3,98	0,0717
X ₂ X ₄	1	3,54	0,0874
X ₁ ²	1	30,53	< 0,0001
X ₇ ²	1	15,63	0,0016
X ₂ ²	1	3,13E-03	0,9574
X ₄ ²	1	0,072	0,7975
Kalıntı	15	15,88	
Model uygunsuzluğu	10	12,45	0,2655
Saf hata	5	3,43	
Toplam	29	110,58	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli



(a)



(b)

Şekil 4.17. Yüksek hızda homojenizasyon (a) ve ultrasonik homojenizasyon (b) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin zeta potansiyelleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

4.2.2.1.5. Bulanıklık (Türbidite) Değeri

Nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık (türbidite) değerleri 1,20 ile 2,75 arasında değişmektedir. Elde edilen model bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değeri üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Modele göre nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerinin bulanıklık değeri zein konsantrasyonu ve ekstrakt miktarından istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenebilmektedir (Çizelge 4.53). Şekil 4.18’de yer alan pertürbasyon grafiğinden görülmektedir ki zein konsantrasyonu arttıkça nanopartiküllerin bulanıklık değeri büyük oranda artmaktadır. Benzer şekilde ekstrakt oranı arttıkça da nanopartiküllerin bulanıklık değeri de liner bir artış göstermektedir.

Çizelge 4.53. Nanoçöktürme yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Bulanıklık	
		Hata kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	3,83	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	2,79	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,14E-03	0,6304
X ₅ -Akış hızı	1	4,87E-03	0,3258
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,2	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	2,13E-03	0,5114
X ₁ X ₅	1	2,03E-03	0,5216
X ₁ X ₄	1	0,13	0,0001
X ₆ X ₅	1	6,61E-03	0,2548
X ₆ X ₄	1	5,62E-03	0,2924
X ₅ X ₄	1	5,81E-03	0,2847
X ₁ ²	1	0,51	< 0,0001
X ₆ ²	1	5,60E-02	0,0036
X ₅ ²	1	0,064	0,0023
X ₄ ²	1	8,27E-03	0,2053
Kalıntı	15	0,071	
Model uygunsuzluğu	10	0,058	0,1943
Saf hata	5	0,013	
Toplam	29	3,9	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerin bulanıklık (türbidite) değerleri 1,92 ile 2,86 arasında değişmektedir. Model bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değeri üzerine etkisini anlamlı bir şekilde açıklamaktadır. Bağımsız değişkenlerden sadece zein konsantrasyonu partiküllerin bulanıklık değerini istatistiksel olarak önemli (p<0,05) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.54). Zein konsantrasyonu artıkça nanopartiküllerin bulanıklık değeri artmıştır.

Çizelge 4.54. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Bulanıklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	1,02	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,34	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	1,90E-02	0,1289
X ₂ -Süre	1	8,11E-03	0,3062
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2,80E-02	0,0677
X ₁ X ₃	1	5,20E-02	0,0169
X ₁ X ₂	1	6,57E-03	0,3555
X ₁ X ₄	1	6,06E-03	0,3746
X ₃ X ₂	1	6,30E-05	0,9269
X ₃ X ₄	1	5,53E-05	0,9314
X ₂ X ₄	1	2,60E-02	0,078
X ₁ ²	1	5,10E-01	< 0,0001
X ₃ ²	1	5,90E-02	0,0122
X ₂ ²	1	1,30E-02	0,2024
X ₄ ²	1	0,032	0,0531
Kalıntı	15	0,11	
Model uygunsuzluğu	10	0,097	0,0644
Saf hata	5	0,012	
Toplam	29	1,13	

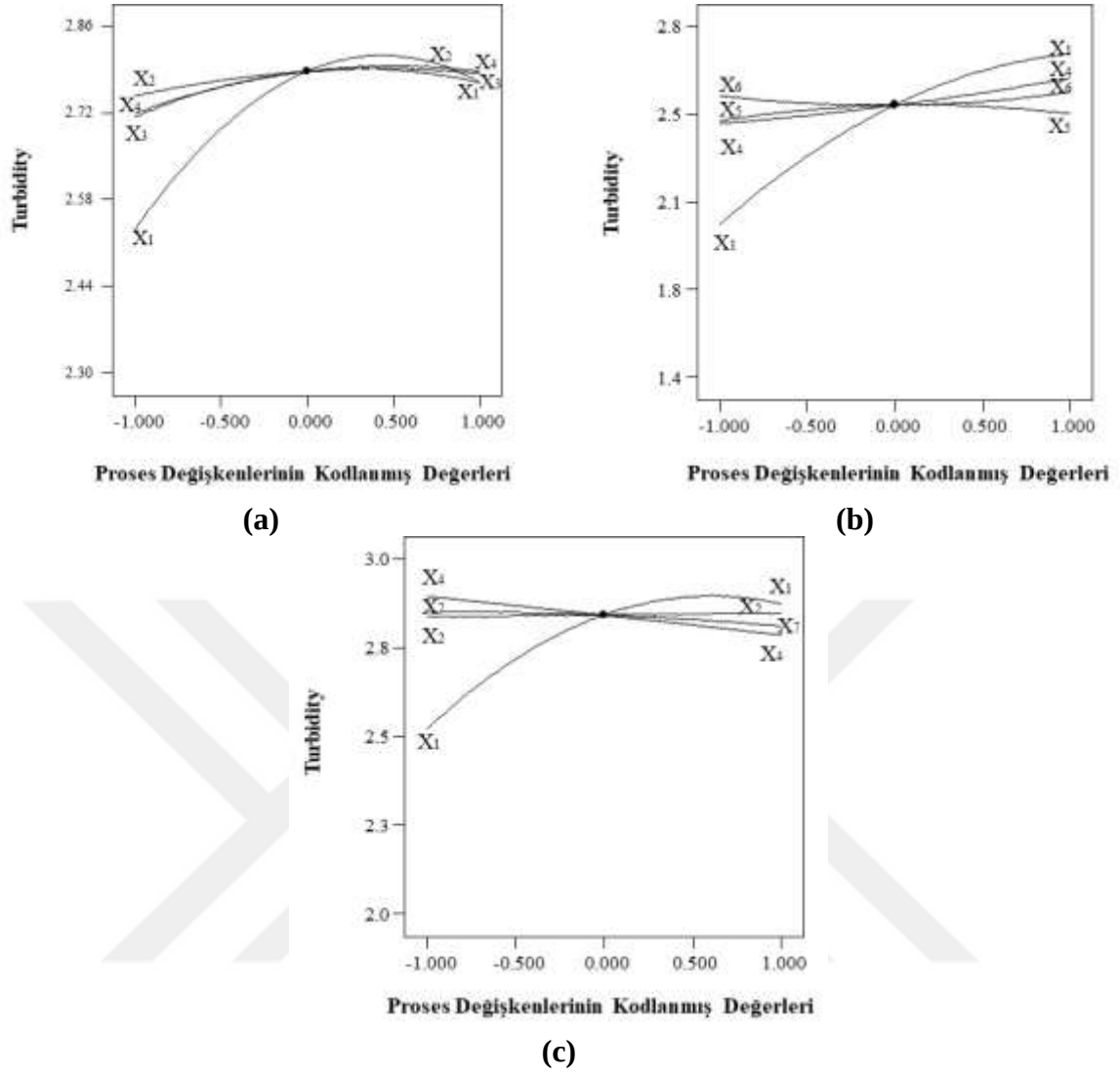
p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen sedir ekstraktı yüklenen zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değerleri 1,64 ile 2,96 arasında değişmektedir. Belirlenen model anlamlı bir şekilde bağımsız değişkenlerin bulanıklık üzerine etkisini açıklamaktadır. Nanopartiküllerin bulanıklık değeri zein konsantrasyonu ve ekstrakt miktarından istatistiksel olarak önemli (p<0,05) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.55). Ultrasonik homojenizasyon yönteminde elde edilen model sonuçları nanoçöktürme yönteminin sonuçları ile oldukça benzerlik göstermiştir. Zein konsantrasyonu veya ekstrakt oranı arttıkça nanopartiküllerin bulanıklık değeri de artış göstermektedir.

Çizelge 4.55. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde bağımsız değişkenlerin sedir ekstraktı yüklenmiş zein-kazeinat nanopartiküllerinin bulanıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Bulanıklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	3,83	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	2,79	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,14E-03	0,6304
X ₅ -Akış hızı	1	4,87E-03	0,3258
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,2	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	2,13E-03	0,5114
X ₁ X ₅	1	2,03E-03	0,5216
X ₁ X ₄	1	0,13	0,0001
X ₆ X ₅	1	6,61E-03	0,2548
X ₆ X ₄	1	5,62E-03	0,2924
X ₅ X ₄	1	5,81E-03	0,2847
X ₁ ²	1	0,51	< 0,0001
X ₆ ²	1	5,60E-02	0,0036
X ₅ ²	1	0,064	0,0023
X ₄ ²	1	8,27E-03	0,2053
Kalıntı	15	0,071	
Model uygunsuzluğu	10	0,058	0,1943
Saf hata	5	0,013	
Toplam	29	3,9	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli



Şekil 4.18. Yüksek hızda homojenizasyon (a), nanoçöktürme (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin bulanıklık değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

4.2.2.1.6. Enkapsülasyon Etkinliği

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, sedir kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği %34,61-79,17 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.56).

Çizelge 4.56. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	5974,34	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,93	0,2937
X ₆ -Karıştırma hızı	1	0,038	0,8287
X ₅ -Akış hızı	1	5,921E-003	0,9318
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	5739,73	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	0,013	0,8998
X ₁ X ₅	1	0,011	0,9075
X ₁ X ₄	1	0,17	0,6447
X ₆ X ₅	1	0,044	0,8148
X ₆ X ₄	1	8,498E-004	0,9741
X ₅ X ₄	1	0,022	0,8699
X ₁ ²	1	1,38	0,2047
X ₆ ²	1	1,47	0,1909
X ₅ ²	1	1,08	0,2583
X ₄ ²	1	315,75	< 0,0001
Kalıntı	14	10,91	
Model uygunsuzluğu	9	10,90	< 0,0001
Saf hata	5	0,014	
Toplam	28	5985,25	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Enkapsülasyon etkinliği üzerine etki eden en önemli faktör ekstrakt oranı olup, bu oranın artması enkapsülasyon etkinliğini düşürmüştür. Zein konsantrasyonu, akış hızı ve karıştırma hızının etkisinin önemsiz olduğu tespit edilmiştir.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sedir kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinlikleri %35,10-79,66 arasında değişim göstermiştir. Benzer şekilde, nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.57). Ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir.

Çizelge 4.57. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	5991,47	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1,62	0,1092
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	0,031	0,8163
X ₂ -Süre	1	0,036	0,8023
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	5761,13	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	5,290E-003	0,9236
X ₁ X ₂	1	0,035	0,8064
X ₁ X ₄	1	0,33	0,4555
X ₃ X ₂	1	0,15	0,6072
X ₃ X ₄	1	0,012	0,8849
X ₂ X ₄	1	2,428E-003	0,9482
X ₁ ²	1	0,77	0,2591
X ₃ ²	1	0,57	0,3297
X ₂ ²	1	1,05	0,1894
X ₄ ²	1	310,92	< 0,0001
Kalıntı	14	7,76	
Model uygunsuzluğu	9	7,56	0,0019
Saf hata	5	0,20	
Toplam	28	5999,23	

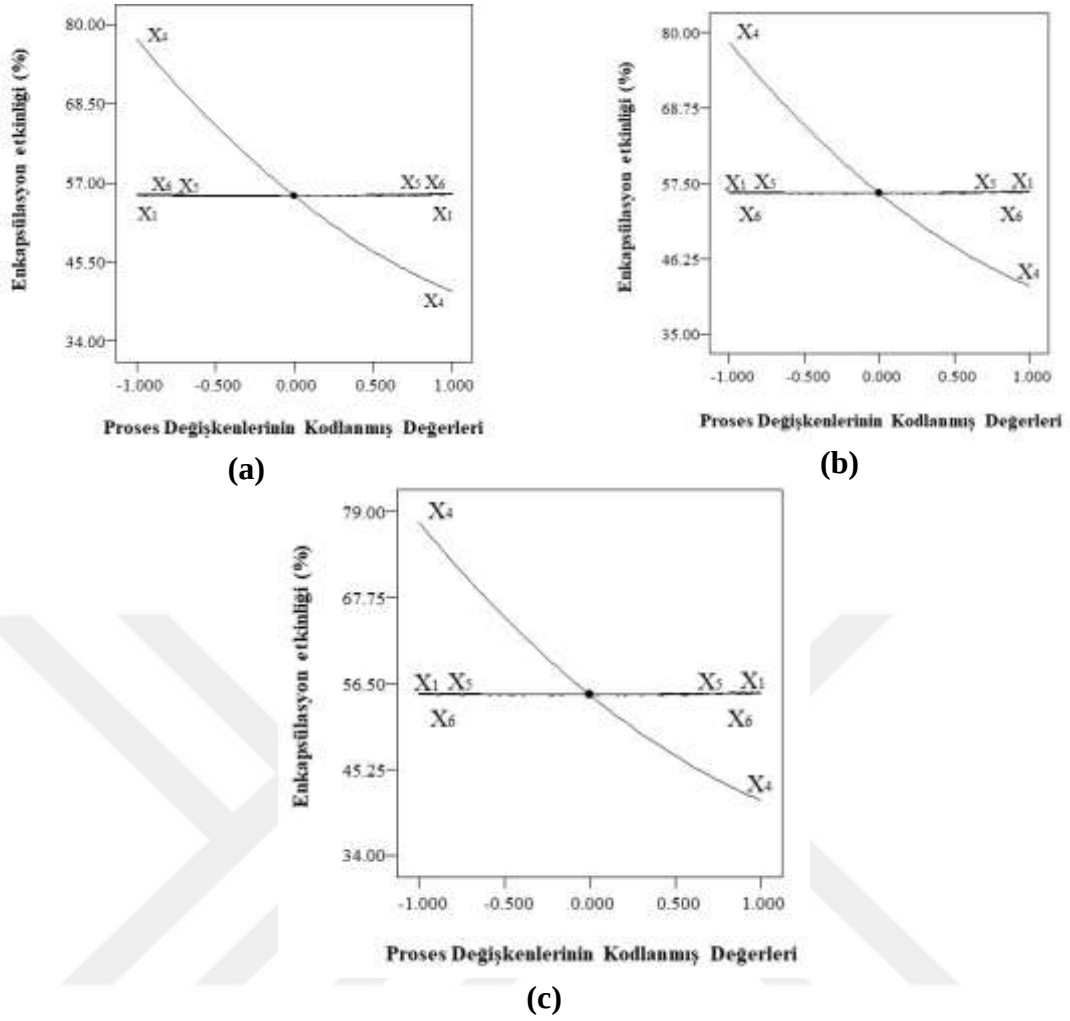
p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sedir kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinlikleri %34,03-78,84 arasında değişim göstermiştir. Benzer şekilde, nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.58). Ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir.

Çizelge 4.58. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	6019,33	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1,25	0,1965
X ₇ -Amplitüd	1	9,730E-003	0,9066
X ₂ -Süre	1	0,20	0,5953
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	5790,22	< 0,0001
X ₁ X ₇	1	1,420E-003	0,9642
X ₁ X ₂	1	4,019E-003	0,9399
X ₁ X ₄	1	0,037	0,8183
X ₇ X ₂	1	2,507E-003	0,9525
X ₇ X ₄	1	0,065	0,7627
X ₂ X ₄	1	0,12	0,6751
X ₁ ²	1	0,44	0,4365
X ₇ ²	1	0,43	0,4425
X ₂ ²	1	2,172E-003	0,9558
X ₄ ²	1	290,86	< 0,0001
Kalıntı	15	9,55	
Model uygunsuzluğu	10	9,25	0,0028
Saf hata	5	0,29	
Toplam	29	6028,88	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli



Şekil 4.19. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Enkapsülasyon etkinliği üzerine nanopartikül üretim yönteminin etkisi incelendiğinde, enkapsülasyon etkinliğinin her üç yöntem için de birbirine oldukça yakın olduğu ve nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri için sırasıyla %34,61-79,17, %35,10-79,66 ve %34,03-78,84 arasında değişim göstermiştir. Sedir ekstraktı yüklenen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli seviyede etkilenmektedir. Ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir. Enkapsülasyon etkinliğinde trend ve seçilen optimum yöntem için sedir ve kestane yüklenen nanopartiküllerin çalışmalarında benzer olmuştur.

4.2.2.2. Optimizasyon ve Sonuçlarının Deneysel Doğrulanması

Nanoçöktürme yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak seçilen zein konsantrasyonu, akış hızı, karıştırma hızı ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında nanoçöktürme yöntemi işlem değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, akış hızı 1,0-1,8 ml/s, karıştırma hızı 500-1500 rpm ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.59). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %10,49, akış hızı 1,20 ml/s, karıştırma hızı 817,45 rpm ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.59. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Karıştırma Hızı (rpm)	Akış Hızı (ml/s)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	10,49	817,45	1,20	3,50	150,78	0,068	78,31	0,807
2	11,03	750,00	1,20	3,50	157,33	0,057	78,48	0,806
3	11,01	798,77	1,20	3,50	153,86	0,064	78,42	0,806
4	10,43	828,03	1,20	3,50	149,99	0,070	78,28	0,805
5	11,15	807,56	1,20	3,50	153,91	0,064	78,43	0,804

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; zein konsantrasyonu %10,49, akış hızı 1,20 ml/s, karıştırma hızı 817,45 rpm ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olacak şekilde nanopartikül üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.60’da verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek t-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek t-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek t-testi sonuçları Çizelge 4.61’de görülmektedir.

Çizelge 4.60. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon etkinliği (%)
1	149,04	0,076	78,78
2	149,66	0,062	78,77
3	150,49	0,092	78,83
4	152,56	0,064	78,85
5	148,29	0,110	78,74
Ortalama	150,01	0,081	78,79
Modelden Tahminlenen	150,78	0,068	78,31

Çizelge 4.61. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	H ^b	Fark	%Hata ^c	P-Değeri
Partikül boyutu (nm)	150,78	150,01±1,64	1,64	-0,78	-0,52	0,349
Polidispersite indeksi (%)	0,068	0,081±0,020	0,02	0,01	15,23	0,24
Enkapsülasyon etkinliği (%)	78,31	78,79±0,045	0,05	0,49	0,62	0,00

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = $(|y_{den} - y_{tah}|/y_{den}) \times 100$

Doğrulama denemeleri sonucunda nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen ve sedir kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu ve polidispersite indeksi değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Enkapsülasyon etkinliği için optimum noktada üretilen örneklerde enkapsülasyon etkinliği biraz daha düşük olsa da elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar içerisindedir. Benzer durumla kestane ekstraktı içeren nanopartiküllerin optimizasyonunda da karşılaşılmıştır.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak belirlenen zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, homojenizasyon süresi ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında yüksek hızda homojenizasyon yöntemi proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, homojenizasyon hızı 3000-10000 rpm, homojenizasyon süresi 3-7 dk ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde desirability fonksiyonu yaklaşımı

uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.62). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %7,50, homojenizasyon hızı 7668,71 rpm, homojenizasyon süresi 4,0 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.62. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Homojenizasyon Hızı (rpm)	Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	7,50	7668,71	4,00	3,50	154,46	0,129	78,41	0,940
2	7,50	8249,95	4,13	3,50	164,59	0,125	78,51	0,938
3	7,50	7410,56	4,00	3,50	151,85	0,132	78,38	0,934
4	7,50	5468,62	4,00	3,50	156,08	0,136	78,18	0,923
5	7,50	5846,58	4,00	3,50	151,96	0,137	78,20	0,921

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada zein konsantrasyonu %7,50, homojenizasyon hızı 7668,71 rpm, homojenizasyon süresi 4,0 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olacak şekilde nanopartikül üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.63'te verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.64'te görülmektedir.

Çizelge 4.63. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	155,47	0,108	78,54
2	163,33	0,136	78,84
3	153,2	0,113	78,65
4	158,33	0,122	78,35
5	162,42	0,126	78,50
Ortalama	158,55	0,121	78,58
Modelden Tahminlenen	154,46	0,129	78,41

Çizelge 4.64. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	p-Değeri
Partikül boyutu (nm)	154,46	158,55±4,36	4,36	4,09	2,58	0,104
Polidispersite indeksi (%)	0,129	0,121±0,011	0,01	-0,01	-6,96	0,168
Enkapsülasyon etkinliği (%)	78,41	78,58±0,183	0,18	0,16	0,21	0,114

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = $(|y_{den} - y_{tah}|/y_{den}) \times 100$

Doğrulama denemeleri sonucunda yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen ve sedir kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu, polidispersite indeksi ve enkapsülasyon etkinliği değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsiz ($p>0,05$) bulunmuştur.

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak seçilen zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızamplitüd değeri, sonikasyon süresi ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında ultrasonik homojenizasyon yöntemi proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, amplitüd değeri %20-40, sonikasyon süresi 1-5 dk ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.65). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu

noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %7,50, amplitüd değeri %25, sonikasyon süresi 3,9 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.65. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Amplitüd (%)	Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	7,50	25,00	3,90	3,50	181,50	0,080	77,69	0,924
2	7,50	25,00	3,99	3,50	181,56	0,076	77,68	0,924
3	7,64	25,22	3,93	3,50	184,33	0,082	77,68	0,917
4	7,80	25,03	3,95	3,50	185,84	0,082	77,69	0,913
5	7,83	25,00	3,96	3,50	186,29	0,082	77,69	0,912

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; zein konsantrasyonu %7,50, amplitüd değeri %25, sonikasyon süresi 3,9 dk ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olacak şekilde ultrasonik homojenizasyon üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.66’da verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.67’de görülmektedir.

Çizelge 4.66. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	178,26	0,075	78,43
2	182,44	0,119	78,44
3	183,59	0,078	78,32
4	180,78	0,100	78,42
5	181,52	0,093	78,43
Ortalama	181,32	0,093	78,41
Modelden Tahminlenen	181,50	0,080	77,69

Çizelge 4.67. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	p-Değeri
Partikül boyutu (nm)	181,50	181,32±2,01	2,01	-0,18	-0,10	0,849
Polidispersite indeksi (%)	0,080	0,093±0,018	0,02	0,01	14,19	0,184
Enkapsülasyon etkinliği (%)	77,69	78,41±0,051	0,05	0,72	0,91	0,00

Doğrulama denemeleri sonucunda ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen ve sedir kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu ve polidispersite indeksi değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Enkapsülasyon etkinliği için optimum noktada üretilen örneklerde enkapsülasyon etkinliği biraz daha düşük olsa da elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar içerisindedir. Benzer durumla nanoçöktürme yöntemi ile nanopartiküllerin optimizasyonunda da karşılaşılmıştır.

Çizelge 4.68. Sedir ekstraktı içeren ve üç farklı yöntem kullanılarak üretilen nanopartiküllerin özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar.

Yöntem	Zein Konsantrasyonu (%)	Karıştırma hızı (rpm)/ Homojenizasyon Hızı (rpm)/ Amplitüd (%)	Akış hızı (ml/s)/ Süre (dk)	Ekstrakt oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
Nanoçöktürme	10,49	817,45	1,20	.50	150,01	0,081	78,79	0,807
Homojenizasyon	7,50	7668,71	4,00	.50	158,55	0,121	78,58	0,940
Ultrasonik	7,50	25,00	3,90	.50	181,32	0,093	78,41	0,924

Gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar Çizelge 4.68’de verilmiştir. Uygun nanopartikül üretim yönteminin belirlenmesi amacıyla her üç yöntem için de optimum nokta koşulları ve yanıtlar karşılaştırma yapmak amacıyla aynı çizelgede verilmiştir. Sonuçlar kıyaslandığında, yanıt olarak seçilen enkapsülasyon etkinliğinin yüksek hızda homojenizasyon ve nanoçöktürme yöntemleri için birbirine oldukça yakın ve ultrasonik yöntem ile kıyaslandığında daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Yanıt olarak incelenen polidispersite indeksinin, düşükten yükseğe doğru sıralanışı, nanoçöktürme, ultrasonik homojenizasyon ve yüksek hızda homojenizasyon yöntemi şeklindedir. Bir diğer yanıt olan partikül boyutunun ise nanoçöktürme yöntemi kullanılarak elde edilen nanopartiküllerde en düşük olduğu ve homojenizasyon yönteminde de yakın değerlerde olduğu görülmüştür. Ancak, ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin ise daha yüksek partikül boyutuna sahip olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlamak için nanoçöktürme yönteminin daha uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

4.2.3. Sığla Kabuğu Ekstraktı İçeren Zein Nanopartikülleri

Kestane kabuğu ve sedir kabuğu ekstraktlarında olduğu gibi sığla kabuğu ekstraktı içeren zein nanopartikülleri yüksek hızda homojenizasyon, ultrasonik homojenizasyon ve nanoçöktürme olmak üzere üç farklı yöntem ile elde edilmiştir. Her bir yönteme ait işlem değişkenlerinin [zein konsantrasyonu (%5-%15 mg/ml), akış hızı (1,0-1,8 ml/s), karıştırma hızı (500-1500 rpm), homojenizasyon hızı (3000-10000 rpm), amplitüd değeri (%20-40), süre (3-7 dk/1-5 dk) ve ekstrakt miktarı (%2-%8 mg/ml)] sabit sodyum kazeinat oranı ve sabit hacimde (%1 ve 30 ml) üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu, polidispersite indeksi, geçirgenlik, zeta potansiyeli ve bulanıklık üzerine etkileri incelenmiştir. Bağımsız işlem değişkenlerinin yanıtlar üzerine etkisi regresyon analizi ile modellenmiştir. Modelin oluşturulması için tasarlanan deneme planına göre elde edilen deneysel yanıtlar sırasıyla nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri için Çizelge 4.69, 4.70 ve 4.71’de verilmiştir.

Çizelge 4.69. Nanoçöktürme yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	8	132,808±0,474	0,147±0,000	79,500±0,106	26,975±0,247	1,796±0,006	95,01 ± 0,04
2	16	158,890±0,113	0,091±0,010	52,450±0,071	28,467±0,354	2,779±0,014	95,38 ± 0,08
3	12	140,730±0,269	0,128±0,008	77,550±0,354	29,367±0,071	1,774±0,001	94,97 ± 0,04
4	15	165,480±0,138	0,061±0,008	50,875±0,035	29,300±0,000	2,779±0,013	95,53 ± 0,01
5	1	149,835±0,417	0,143±0,008	73,300±0,000	26,500±0,424	1,922±0,002	95,00 ± 0,07
6	25	172,907±0,622	0,059±0,002	48,300±0,000	29,267±0,035	2,829±0,009	95,58 ± 0,02
7	21	152,560±0,311	0,143±0,003	69,700±0,141	25,300±0,318	2,010±0,002	95,02 ± 0,05
8	5	166,080±0,057	0,098±0,001	49,500±0,424	26,533±0,389	2,772±0,004	95,41 ± 0,12
9	7	149,665±0,247	0,139±0,004	73,675±0,035	28,467±0,035	1,720±0,000	51,16 ± 0,01
10	30	174,320±0,537	0,092±0,002	42,375±0,106	26,850±0,071	2,801±0,003	51,42 ± 0,12
11	19	145,335±0,148	0,1250,013	75,033±0,035	32,367±0,071	1,752±0,002	51,20 ± 0,02
12	6	159,360±0,099	0,075±0,000	53,667±0,035	33,300±0,141	2,767±0,003	51,40 ± 0,03
13	24	156,540±0,064	0,093±0,003	72,133±0,035	30,667±0,035	1,878±0,011	51,23 ± 0,08
14	9	177,610±0,057	0,044±0,021	44,467±0,035	32,333±0,071	2,707±0,014	51,56 ± 0,08
15	20	153,893±0,184	0,093±0,014	71,600±0,000	34,433±0,035	1,914±0,025	51,24 ± 0,01
16	3	169,210±0,071	0,069±0,002	44,050±0,071	35,100±0,106	2,748±0,073	51,43 ± 0,15
17	28	152,510±0,127	0,153±0,013	79,100±0,000	32,875±0,177	1,080±0,001	66,46 ± 0,01
18	22	178,865±0,460	0,071±0,004	38,550±0,283	34,100±0,000	2,767±0,000	67,00 ± 0,19
19	26	155,867±0,039	0,079±0,001	60,300±0,212	29,350±0,212	2,449±0,000	66,69 ± 0,01
20	13	155,515±0,021	0,065±0,008	60,125±0,035	34,133±0,141	2,506±0,000	66,65 ± 0,03
21	17	153,123±0,629	0,108±0,006	61,267±0,177	30,050±0,212	2,581±0,001	66,59 ± 0,12
22	29	162,395±0,106	0,070±0,000	58,467±0,035	31,400±0,000	2,637±0,001	66,68 ± 0,13
23	14	153,080±0,523	0,1059±0,000	61,100±0,141	29,850±0,071	2,602±0,003	-
24	23	152,173±0,315	0,1029±0,007	62,150±0,212	33,475±0,071	2,568±0,005	41,69 ± 0,05
25	10	164,340±0,028	0,049±0,003	62,800±0,141	34,400±0,283	2,541±0,008	66,72 ± 0,15
26	11	156,520±0,071	0,062±0,001	60,400±0,000	31,300±0,141	2,525±0,001	66,72 ± 0,04
27	18	169,480±0,679	0,052±0,000	53,500±0,141	30,100±0,141	2,722±0,008	66,78 ± 0,16
28	2	156,560±0,354	0,064±0,000	60,050±0,000	31,450±0,354	2,572±0,002	66,73 ± 0,01
29	4	153,365±0,276	0,073±0,008	61,700±0,000	31,250±0,354	2,534±0,001	66,75 ± 0,07
30	27	155,360±0,042	0,080±0,011	60,050±0,071	32,40±0,424	2,570±0,020	66,60 ± 0,01

Çizelge 4.70. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	15	165,878±0,251	0,130±0,003	69,925±0,035	27,550±0,495	2,085±0,000	95,08 ± 0,02
2	12	186,480±0,318	0,133±0,010	32,200±0,000	28,500±0,000	2,726±0,033	95,57 ± 0,06
3	16	161,450±0,071	0,117±0,005	64,625±0,035	25,333±0,495	2,312±0,011	95,07 ± 0,01
4	24	226,667±0,495	0,226±0,005	3,225±0,035	31,250±0,354	2,792±0,008	95,69 ± 0,10
5	9	163,095±0,007	0,121±0,014	60,400±0,283	28,675±0,247	2,341±0,019	95,04 ± 0,01
6	22	184,537±0,060	0,097±0,005	36,450±0,354	28,400±0,283	2,761±0,024	95,66 ± 0,03
7	19	162,475±0,064	0,122±0,003	55,650±0,212	26,050±0,071	2,319±0,001	95,18 ± 0,01
8	17	254,433±0,141	0,249±0,002	1,325±0,035	33,550±0,354	2,833±0,023	95,46 ± 0,06
9	27	171,683±0,099	0,103±0,000	62,325±0,035	28,700±0,000	2,263±0,003	51,28 ± 0,02
10	23	186,725±0,332	0,106±0,005	34,167±0,035	27,600±0,424	2,853±0,001	51,50 ± 0,00
11	21	156,737±0,039	0,115±0,006	65,700±0,000	27,150±0,071	2,302±0,000	51,20 ± 0,05
12	26	233,575±0,389	0,241±0,005	0,8000±0,000	34,200±0,283	2,942±0,005	51,58 ± 0,12
13	29	148,450±0,202	0,126±0,004	68,600±0,000	31,450±0,495	2,168±0,002	51,25 ± 0,05
14	20	176,860±0,042	0,121±0,003	35,350±0,212	30,133±0,389	2,704±0,000	51,35 ± 0,05
15	14	170,353±0,516	0,124±0,005	61,550±0,141	29,667±0,177	2,416±0,004	51,22 ± 0,07
16	4	273,325±0,035	0,254±0,004	0,600±0,000	37,450±0,495	2,678±0,061	51,49 ± 0,01
17	1	139,560±0,000	0,113±0,002	79,250±0,212	32,200±0,141	1,562±0,001	66,42 ± 0,02
18	18	236,100±0,424	0,182±0,000	3,025±0,035	35,333±0,035	2,699±0,002	67,01 ± 0,08
19	8	162,147±0,364	0,087±0,014	53,025±0,035	29,650±0,636	2,570±0,002	66,66 ± 0,02
20	6	210,600±0,141	0,184±0,002	15,740±0,018	32,450±0,071	2,714±0,002	66,72 ± 0,05
21	7	176,415±0,445	0,147±0,004	46,367±0,141	28,300±0,212	2,675±0,002	66,77 ± 0,00
22	5	208,900±0,318	0,177±0,028	23,400±0,283	32,000±0,000	2,726±0,002	66,77 ± 0,02
23	25	220,400±0,424	0,216±0,001	24,350±0,354	29,600±0,566	2,672±0,000	-
24	13	214,167±0,566	0,206±0,001	19,550±0,141	33,367±0,071	2,727±0,007	41,75 ± 0,02
25	3	214,750±0,212	0,175±0,001	16,525±0,035	32,333±0,071	2,685±0,000	66,77 ± 0,03
26	10	203,725±0,345	0,188±0,000	22,350±0,071	33,533±0,071	2,760±0,013	66,66 ± 0,08
27	30	224,567±0,601	0,225±0,002	10,225±0,035	33,700±0,106	2,686±0,004	66,77 ± 0,02
28	11	231,533±0,247	0,190±0,005	7,375±0,106	30,300±0,283	2,684±0,004	66,67 ± 0,02
29	2	230,150±0,354	0,216±0,001	8,675±0,035	35,667±0,035	2,674±0,004	66,68 ± 0,01
30	28	227,200±0,141	0,192±0,003	9,225±0,035	32,150±0,071	2,744±0,003	66,70 ± 0,03

Çizelge 4.71. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi için CCRD deneme deseni izlenerek elde edilen deneysel sonuçlar.

Std	Run	Partikül Boyutu (nm)	PDI (%)	Geçirgenlik	ZP (mV)	Bulanıklık	EE (%)
1	14	167,600±0,481	0,103±0,000	64,550±0,071	31,750±0,212	2,496±0,003	95,18 ± 0,15
2	3	196,835±0,064	0,104±0,001	27,500±0,141	32,167±0,177	2,834±0,006	95,50 ± 0,08
3	30	171,223±0,675	0,109±0,003	62,325±0,035	32,333±0,035	2,533±0,001	95,06 ± 0,03
4	5	215,133±0,283	0,134±0,005	18,100±0,141	33,300±0,106	2,744±0,001	95,62 ± 0,03
5	16	182,460±0,276	0,114±0,005	56,075±0,106	30,733±0,035	2,547±0,003	95,00 ± 0,06
6	12	233,450±0,071	0,178±0,001	11,975±0,035	34,100±0,000	2,790±0,012	95,68 ± 0,09
7	13	204,900±0,707	0,141±0,003	41,550±0,212	32,950±0,071	2,555±0,004	95,04 ± 0,01
8	22	325,500±0,636	0,234±0,004	1,2500±0,071	36,733±0,035	2,794±0,005	95,42 ± 0,06
9	23	185,765±0,219	0,108±0,001	58,175±0,035	33,500±0,141	2,544±0,003	51,30 ± 0,01
10	1	215,267±0,283	0,136±0,012	17,425±0,035	34,467±0,141	2,709±0,007	51,58 ± 0,02
11	19	170,463±0,332	0,099±0,001	62,733±0,071	32,200±0,141	2,497±0,001	51,21 ± 0,01
12	9	221,300±0,424	0,133±0,026	16,350±0,071	33,350±0,354	2,821±0,000	51,33 ± 0,03
13	15	179,365±0,488	0,0795±0,002	57,050±0,071	31,433±0,177	2,561±0,001	51,24 ± 0,02
14	7	240,250±0,778	0,176±0,007	11,575±0,035	34,267±0,035	2,776±0,021	51,42 ± 0,02
15	11	191,390±0,396	0,106±0,004	49,850±0,000	33,150±0,212	2,608±0,009	51,24 ± 0,06
16	18	284,433±0,177	0,223±0,004	4,800±0,000	34,567±0,141	2,740±0,002	51,41 ± 0,03
17	17	162,428±0,513	0,081±0,004	76,800±0,000	32,600±0,106	1,769±0,002	66,44 ± 0,03
18	20	268,500±0,141	0,187±0,006	5,300±0,000	34,000±0,000	2,686±0,013	67,13 ± 0,15
19	2	191,050±0,071	0,116±0,005	38,775±0,035	33,100±0,000	2,790±0,007	66,74 ± 0,02
20	25	236,200±0,000	0,172±0,003	26,700±0,000	33,867±0,035	2,762±0,000	66,76 ± 0,04
21	8	189,798±0,661	0,119±0,000	36,200±0,106	31,500±0,283	2,734±0,005	66,81 ± 0,05
22	10	250,950±0,000	0,204±0,007	18,800±0,000	32,600±0,000	2,723±0,025	66,82 ± 0,05
23	24	229,600±0,424	0,164±0,004	24,550±0,000	34,100±0,141	2,763±0,001	-
24	4	225,533±0,460	0,145±0,001	17,250±0,000	32,250±0,071	2,714±0,002	41,76 ± 0,01
25	21	226,575±0,318	0,180±0,005	14,375±0,035	33,250±0,071	2,701±0,003	66,86 ± 0,04
26	27	235,267±0,672	0,169±0,001	15,350±0,071	34,633±0,071	2,761±0,002	66,81 ± 0,04
27	28	227,600±0,318	0,166±0,006	15,975±0,035	31,867±0,035	2,692±0,000	66,72 ± 0,07
28	26	233,400±0,000	0,145±0,006	13,325±0,035	33,100±0,141	2,673±0,001	66,73 ± 0,01
29	29	237,367±0,283	0,158±0,004	13,125±0,035	33,250±0,071	2,703±0,002	66,80 ± 0,05
30	6	238,200±0,424	0,148±0,004	12,525±0,035	33,300±0,000	2,685±0,004	66,86 ± 0,01

Modellerin deneysel veriyi ne ölçüde karşıladığı regresyon katsayısı R^2 , düzeltilmiş regresyon katsayısı R^2_{adj} ve varyasyon katsayısı (C.V.) hesaplanarak belirlenmiştir. Modellerin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler ve değerleri Çizelge 4.72, 4.73 ve 4.74'te özetlenmiştir. Elde edilen modellerin tümünde varyasyonun büyük bir kısmı modeller tarafından açıklanabilmektedir.

Çizelge 4.72. Nanoçöktürme yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Geçirgenlik	Zeta Potansiyeli (mV)	Bulanıklık	EE (%)
R^2	0,869	0,933	0,957	0,852	0,985	0,998
R^2_{adj}	0,748	0,871	0,916	0,715	0,971	0,997
C.V. %	3,33	12,61	5,45	4,56	3,22	1,49
Yeterli tahminleme	12,65	14,62	20,55	9,61	34,12	69,27

Çizelge 4.73. Yüksek hızda homojenizasyon yönteminde uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Transmittans	Zeta Otansiyeli (mV)	Turbidity	EE (%)
R^2	0,957	0,933	0,959	0,882	0,981	0,998
R^2_{adj}	0,917	0,871	0,921	0,772	0,962	0,996
C.V. %	4,98	11,18	21,52	4,61	2,19	1,49
Yeterli tahminleme	19,53	14,75	18,32	11,73	33,47	69,29

Çizelge 4.74. Ultrasonik homojenizasyon yönteminde modelin uygunluğunun test edilmesi için kullanılan istatistikler.

	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Transmittans	Zeta Otansiyeli (mV)	Turbidity	EE (%)
R^2	0,972	0,957	0,983	0,913	0,912	0,998
R^2_{adj}	0,946	0,917	0,967	0,832	0,830	0,996
C.V. %	3,92	7,93	13,23	1,47	3,02	1,44
Yeterli tahminleme	26,67	21,07	30,41	15,53	15,69	71,75

4.2.3.1. Sığla Kabuğu Ekstraktı İçeren Nanopartiküllerin Özellikleri Üzerine Nanopartikül Üretim Yöntemlerinin ve Proses Değişkenlerinin Etkisi

4.2.3.1.1. Partikül Boyutu

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, sığla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin hidrodinamik çapları/partikül boyutları Çizelge 4.69'da görülmektedir. Elde edilen nanopartiküllerin, boyutu, 132,81-178,87 nm arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile edilen nanopartiküllerin boyutu, zein konsantrasyonu ve akış hızından istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.75).

Çizelge 4.75. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	2766,72	0,0003
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1929,64	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,77E+01	0,4362
X ₅ -Akış hızı	1	3,42E+02	0,0031
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	83,74	0,1026
X ₁ X ₆	1	4,65E+01	0,2148
X ₁ X ₅	1	1,71E+01	0,4445
X ₁ X ₄	1	9,54E+00	0,5659
X ₆ X ₅	1	6,72E+00	0,6294
X ₆ X ₄	1	1,04E+02	0,072
X ₅ X ₄	1	1,39E+01	0,4899
X ₁ ²	1	68,91	0,1356
X ₆ ²	1	2,29E+01	0,3774
X ₅ ²	1	4,32E+00	0,6984
X ₄ ²	1	7,74E+01	0,1153
Kalıntı	15	4,16E+02	
Model uygunsuzluğu	10	2,21E+02	0,793
Saf hata	5	1,95E+02	
Toplam	29	3182,23	

$p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

İşlem değişkenlerinin, nanopartiküllerin boyutu üzerine etkilerinin görsel olarak kolayca belirlenebilmesi için, elde edilen model kullanılarak pertürbasyon grafiği

oluşturulmuştur. Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, akış hızı, karıştırma hızı ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak partikül boyutundaki değişim Şekil 4.20a'daki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zein konsantrasyonunun ve akış hızının yükselmesi ile birlikte partikül boyutunda artış gözlenmiştir. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, akış hızının yükselmesi ile birlikte partikül çapında artış gözlenmiştir. Bu aşamada karıştırma hızı ve ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise partikül çapı üzerine ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı, akış hızındaki artışın partikül boyutunu arttırdığı, karıştırma hızındaki artışın ise partikül boyutunu düşürdüğü gözlenmiştir. Akış hızının minimize edilmesi halinde, karıştırma hızının partikül çapı üzerine önemli bir etkisinin olmadığı, zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte partikül çapında belirgin bir artış olduğu tespit edilmiştir. Bu aşamada ekstrakt oranının yükselmesi de, zein konsantrasyonu kadar belirgin olmasa da partikül boyutunu artırmıştır. Akış hızının maksimize edilmesi durumunda ise zein konsantrasyonunun yükselmesiyle birlikte, partikül çapının arttığı gözlenmiştir. Ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı ve karıştırma hızındaki artışın partikül boyutunu az da olsa düşürdüğü gözlenmiştir.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin boyutu 139,56-273,33 nm arasında değişmektedir (Çizelge 4.70). Proses değişkenlerinden, homojenizasyon süresi özellikle de zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızının nanopartiküllerin boyutunu, istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilediği görülmektedir (Çizelge 4.76).

Çizelge 4.76. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon kaynağı	SD	Partikül Boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	3,25E+04	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	15788,13	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	5168,95	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	497,81	0,0386
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2,16E-03	0,9963
X ₁ X ₃	1	3952,93	< 0,0001
X ₁ X ₂	1	281,25	0,1089
X ₁ X ₄	1	36,13	0,5505
X ₃ X ₂	1	899,74	0,0081
X ₃ X ₄	1	127,89	0,2684
X ₂ X ₄	1	0,9	0,9244
X ₁ ²	1	2594,26	0,0001
X ₃ ²	1	2792,19	< 0,0001
X ₂ ²	1	1990,34	0,0004
X ₄ ²	1	153,03	0,2279
Kalıntı	15	1452,46	
Model uygunsuzluğu	10	874,99	0,6695
Saf hata	5	577,47	
Toplam	29	3,40E+04	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, homojenizasyon hızı, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak partikül boyutundaki değişim Şekil 4.20b’de verilen pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir. Zein konsantrasyonun yükselmesi ile birlikte partikül boyutunda artış gözlenmiştir. Partikül boyutu üzerine homojenizasyon hızının etkisi incelendiğinde, partikül boyutu ile homojenizasyon hızı arasında doğrusal bir ilişkinin olduğu ve homojenizasyon hızının yükselmesi ile birlikte partikül çapının arttığı görülmüştür. Yüksek homojenizasyon hızlarında aşırı enerji girişi, sistemde bulunan parçacıklar arasındaki çarpma frekansını arttırarak birleşmeye ve daha büyük parçacıkların oluşumuna yol açmaktadır. Ayrıca homojenizasyon hızının yüksek olması protein denatürasyonuna neden olduğundan agregasyona yol açmaktadır.

Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, diğer proses değişkenlerinin partikül çapı üzerine önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda, partikül çapı üzerine ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı buna karşın homojenizasyon hızı ve süresinin etkili olduğu tespit edilmiştir. Homojenizasyon

hızının artması, partikül boyutunda belirgin bir büyümeye neden olurken, sürenin uzaması daha sınırlı bir etki gösterip partikül boyutunu artırmıştır.

Homojenizasyon hızının minimize edilmesi durumunda, ekstrakt oranı ve süresinin önemli bir etkisinin olmadığı, zein konsantrasyonundaki artışın partikül boyutunu yükselttiği gözlenmiştir. Homojenizasyon hızı maksimum olduğunda ise sürenin ve özellikle de zein konsantrasyonunun artması ile birlikte partikül çapında artış gözlemlenirken, ekstrakt oranının benzer şekilde önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür.

Partikül boyutu üzerine, zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının interaksyonu incelendiğinde, minimum zein konsantrasyonu ve minimum ekstrakt oranı koşullarında partikül boyutunun minimum, her iki proses değişkeninin de maksimum olduğu durumda ise partikül çapının maksimum olduğu gözlenmiştir. Homojenizasyon hızı ve süresinin etkileşimi değerlendirildiğinde, her iki proses değişkeninin minimum olduğu koşullarda partikül boyutunun minimum, maksimum oldukları koşullarda ise maksimum olduğu saptanmıştır.

Üçüncü nanopartikül üretim yöntemi olan ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak elde edilen nanopartiküllerin boyutu, 162,45-325,5 nm arasında değişmektedir (Çizelge 4.71). Nanopartiküllerin boyutu, zein konsantrasyonu, amplitüd değeri ve ultrasonikasyon süresinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.77).

Çizelge 4.77. Partikül boyutu üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

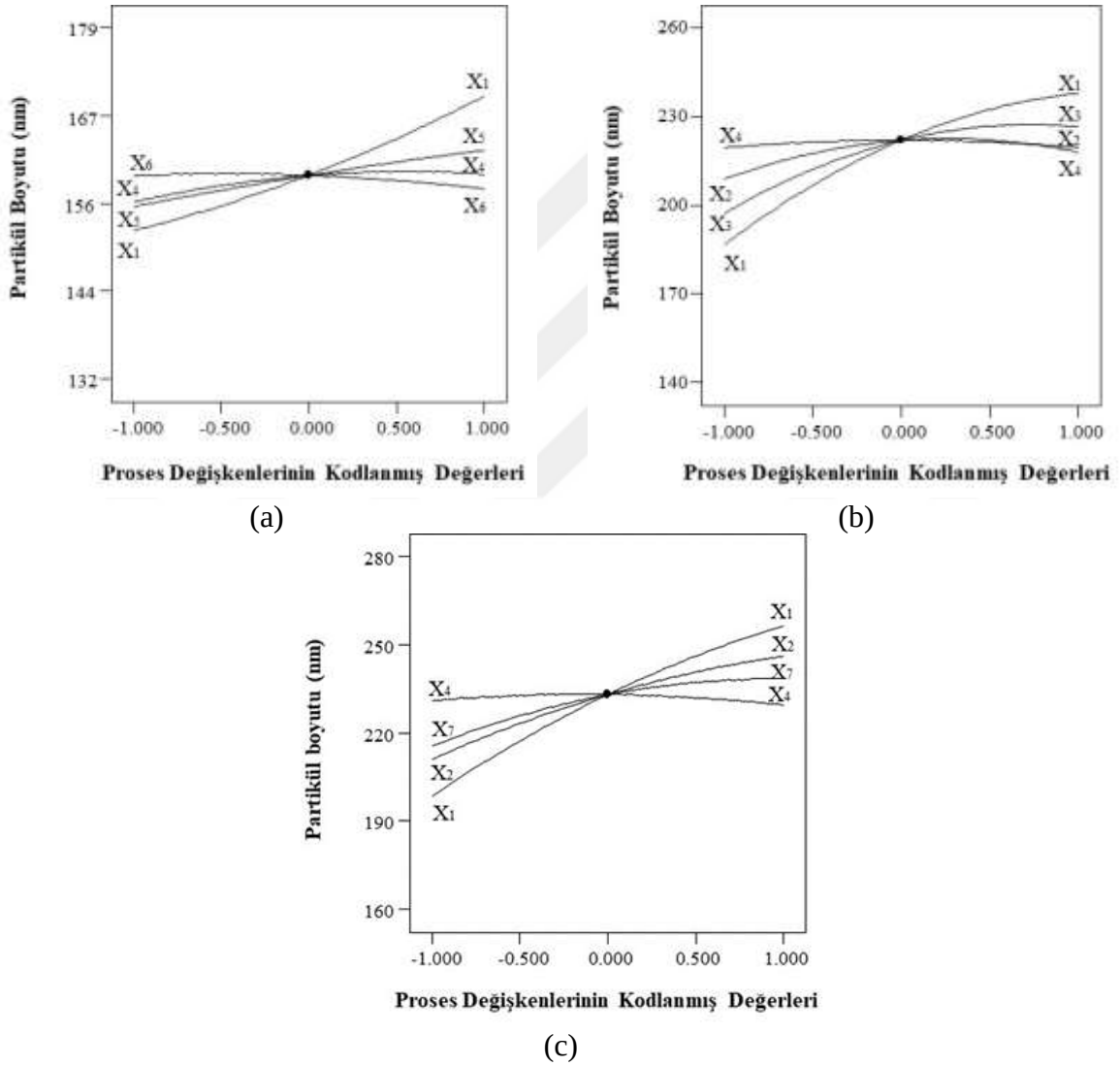
Varyasyon Kaynağı	SD	Partikül boyutu (nm)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	37997,96	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	19903,49	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	3120,22	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	7366,34	< 0,0001
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	12,04	0,6903
X ₁ X ₇	1	1186,43	0,0011
X ₁ X ₂	1	1849,75	0,0001
X ₁ X ₄	1	6,85	0,7636
X ₇ X ₂	1	1561,14	0,0003
X ₇ X ₄	1	500,32	0,0194
X ₂ X ₄	1	539,11	0,0159
X ₁ ²	1	884,93	0,0033
X ₇ ²	1	1033,96	0,0019
X ₂ ²	1	543,78	0,0155
X ₄ ²	1	193,25	0,1245
Kalıntı	15	1094,91	
Model uygunsuzluğu	10	973,09	0,0698
Saf hata	5	121,82	
Toplam	29	39092,87	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu, amplitüd değeri, ultrasonikasyon süresi ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak partikül boyutundaki değişim Şekil 4.20c’de verilen pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir. Zein konsantrasyonu, amplitüd değeri ve ultrasonikasyon süresi ile partikül boyutu arasında liner bir ilişki olup her üç proses değişkenindeki artışla birlikte nanopartiküllerin boyutunda artış gözlenmiştir. Sonikasyon süresi ve amplitüd değeri arttıkça daha küçük partiküller olduğundan nanopartiküllerin yüzey alanı artmakta ve bu durum nanopartiküllere çok yüksek yüzey enerjisi kazandırmaktadır. Ayrıca sonikasyon işlemi ile birlikte sıcaklığın artması da partiküllerin kinetik enerjilerini arttırmaktadır. Nanopartiküller bu yüzey enerjisini en aza indirmek için aglomerasyon oluşturlar.

Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, ekstrakt oranının, ultrasonikasyon süresinin ve amplitüd değerinin partikül çapı üzerine önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise ultrasonikasyon süresinin ve amplitüd değerinin partikül çapı üzerinde belirgin bir değişiklik yaratmadığı özellikle ekstrakt oranının partikül çapı üzerinde etkili olduğu tespit edilmiştir. Zein konsantrasyonu maksimum noktada iken, amplitüd değeri ve sonikasyon süresinin artması

partikül boyutunu yükseltmiştir. Amplitüd değeri minimum noktada iken zein konsantrasyonunun yükselmesi partikül boyunu artırmıştır. Amplitüd değerinin maksimize edilmesi durumunda zein konsantrasyonu ve sürenin yükselmesi partikül boyutunu artırmıştır. Ultrasonikasyon süresi minimize edildiğinde, zein konsantrasyonunun artmasıyla birlikte partikül boyutu yükselirken, amplitüd değeri ve ekstrakt oranının önemli bir etkisi yoktur. Süre maksimize edildiğinde ise zein konsantrasyonu ve amplitüd değerindeki artış partikül çapının büyümesine neden olmuştur.



Şekil 4.20. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sıgla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin partikül boyutu (nm) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri ile farklı proses koşullarında, sığla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin hidrodinamik çapları/partikül boyutları sırasıyla 132,81-178,87 nm, 139,56-273,33 nm ve 162,45-325,5 nm arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin boyutlarının, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri ile elde edilen nanopartiküllerin boyutlarına kıyasla daha düşük olduğu tespit edilmiştir. En yüksek partikül boyutuna sahip nanopartiküller, ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile üretilen nanopartiküllerdir. Üç farklı yöntem için de partikül boyutu üzerine etki eden en önemli proses değişkeni, zein konsantrasyonudur. Her üç yöntem için de zein konsantrasyonu ile partikül boyutu arasında liner bir ilişki olup zein konsantrasyondaki artışla birlikte nanopartiküllerin boyutunda da artış gözlenmiştir. Zein konsantrasyonunun artması, uygulanan işlemlere karşı direnci artırdığından, prosesin etkinliği azaltmakta ve dolayısıyla partikül boyutunun büyümesine neden olmaktadır.

4.2.3.1.2. Polidispersite İndeksi

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, sığla ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksleri Çizelge 4.69’da verilmiştir. Elde edilen nanopartiküllerin, polidispersite indeksi, %0,044-0,153 arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile edilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi, akış hızı ve ekstrakt oranı ve özellikle de zein konsantrasyonu karıştırma hızından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.78).

Çizelge 4.78. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,028	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1,40E-02	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	7,67E-05	0,4585
X ₅ -Akış hızı	1	1,56E-03	0,0037
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	8,71E-04	0,0216
X ₁ X ₆	1	1,55E-04	0,297
X ₁ X ₅	1	1,79E-05	0,7185
X ₁ X ₄	1	4,31E-04	0,0913
X ₆ X ₅	1	1,29E-03	0,0071
X ₆ X ₄	1	6,60E-07	0,9447
X ₅ X ₄	1	1,38E-03	0,0056
X ₁ ²	1	4,77E-03	< 0,0001
X ₆ ²	1	2,69E-04	0,175
X ₅ ²	1	1,48E-03	0,0044
X ₄ ²	1	3,39E-03	0,0001
Kalıntı	15	1,99E-03	
Model uygunsuzluğu	10	1,30E-03	0,568
Saf hata	5	6,93E-04	
Toplam	29	0,03	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

İşlem değişkenlerinin, polidispersite indeksi üzerine etkilerinin görsel olarak kolayca belirlenebilmesi için, elde edilen model kullanılarak pertürbasyon grafiği oluşturulmuştur. Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, akış hızı, karıştırma hızı ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak polidispersite indeksindeki değişim Şekil 4.21a'daki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zein konsantrasyonu yükseldikçe, nanopartiküllerin polidispersite indeksi azalmıştır. Diğer proses değişkenleri olan ve polidispersite indeksini istatistiksel olarak önemli düzeyde etkileyen akış hızı ve ekstrakt oranının etkisi incelendiğinde, her iki bağımsız değişkendeki artışın polidispersite indeksini düşürdüğü gözlenmiştir. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken ekstrakt oranı ve akış hızının yükselmesi ile birlikte polidispersite indeksinde düşüş gözlenmiştir. Bu aşamada karıştırma hızının önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise karıştırma hızı ve ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı, akış hızındaki artışın ise polidispersite indeksini azalttığı gözlenmiştir.

Akış hızının minimize edilmesi halinde, polidispersite indeksinin, zein konsantrasyonu ve karıştırma hızının yükselmesiyle birlikte azaldığı, ekstrakt oranının artmasıyla birlikte belirli bir noktaya kadar azaldığı ve bu noktadan sonra arttığı gözlenmiştir. Akış hızı maksimize edildiğinde polidispersite indeksinin zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranı arttıkça düştüğü, karıştırma hızı arttığında ise yükseldiği tespit edilmiştir.

Ekstrakt oranı minimum noktada iken polidispersite indeksi karıştırma hızı ve akış hızından etkilenmezken, zein konsantrasyonunun yükselmesiyle birlikte azalmıştır. Ekstrakt oranı maksimum noktada olduğunda polidispersite indeksi üzerine karıştırma hızının önemli bir etkisinin olmadığı ve zein konsantrasyonu ile akış hızı arttıkça düştüğü gözlenmiştir.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi, %0,087-0,254 arasında değişim göstermiştir (Çizelge 4.70). Nanopartiküllerin polidispersite indeksi, zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.79).

Çizelge 4.79. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,069	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,015	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	2,10E-02	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	4,42E-04	0,266
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2,71E-05	0,7787
X ₁ X ₃	1	1,70E-02	< 0,0001
X ₁ X ₂	1	1,14E-05	0,8553
X ₁ X ₄	1	8,79E-05	0,6139
X ₃ X ₂	1	1,87E-04	0,4642
X ₃ X ₄	1	1,34E-04	0,534
X ₂ X ₄	1	3,64E-04	0,3109
X ₁ ²	1	6,20E-03	0,0006
X ₃ ²	1	8,95E-03	0,0001
X ₂ ²	1	3,57E-03	0,005
X ₄ ²	1	2,10E-05	0,8046
Kalıntı	15	4,97E-03	
Model uygunsuzluğu	10	3,18E-03	0,5926
Saf hata	5	1,79E-03	
Toplam	29	0,074	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, homojenizasyon hızı, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak polidispersite indeksindeki değişim Şekil 4.21b'deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Polidispersite indeksi, zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızının yükselmesi ile birlikte artmıştır. Homojenizasyon süresi ve ekstrakt oranının ise polidispersite indeksi üzerine önemli bir etkisi yoktur.

Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, ekstrakt oranı, homojenizasyon hızı ve sürenin polidispersite indeksi üzerine önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise polidispersite indeksi üzerine, homojenizasyon süresi ve ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı ve homojenizasyon hızının yükselmesi ile birlikte polidispersite indeksinde belirgin bir artış olduğu tespit edilmiştir.

Homojenizasyon hızının minimize edilmesi halinde polidispersite indeksinin, diğer proses değişkenlerinden genel olarak etkilenmediği saptanmıştır. Ekstrakt oranının maksimum olduğu koşullarda ise polidispersite indeksi üzerine ekstrakt oranı ve süresinin önemli bir etkisinin olmadığı ve zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte polidispersite indeksinde belirgin bir artış olduğu görülmüştür.

Polidispersite indeksini önemli düzeyde etkileyen zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının birbirleri ile olan etkileşimi homojenizasyon hızı ve süresi orta noktada iken incelendiğinde, zein konsantrasyonunun minimum ve ekstrakt oranının ise minimum veya maksimum olduğu koşullarda polidispersite indeksinin minimum, zein konsantrasyonunun maksimum ve ekstrakt oranının minimum/maksimum olduğu koşullarda ise polidispersite indeksinin maksimum olduğu tespit edilmiştir. Bu durum polidispersite indeksi üzerine ekstrakt oranından ziyade zein konsantrasyonunun daha etkili olduğunu göstermektedir.

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi değerleri, %0,080-0,234 aralığındadır (Çizelge 4.71). Elde edilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi, zein konsantrasyonu, amplitüd değeri ve sonikasyon süresinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.80).

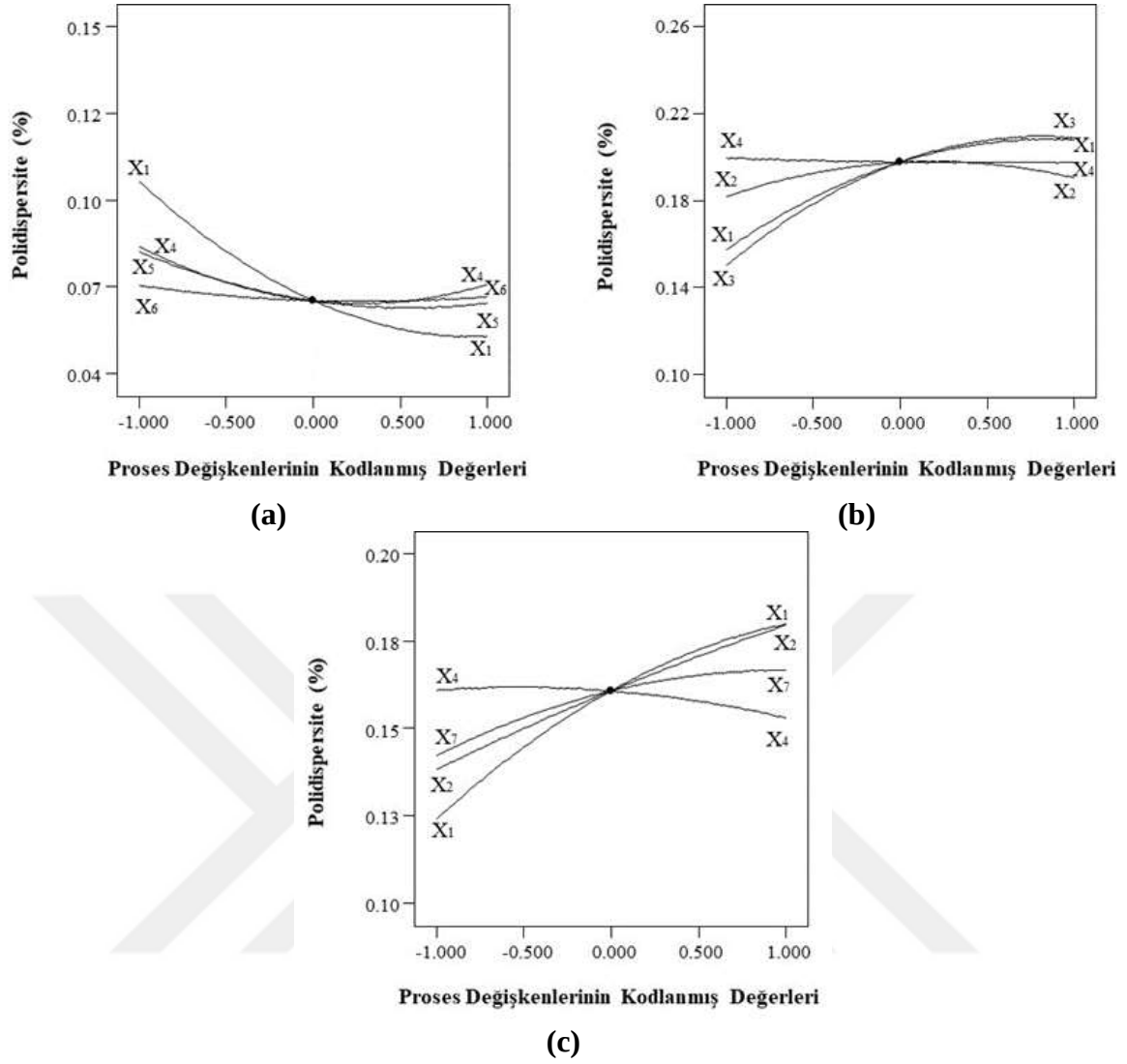
Çizelge 4.80. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin polidispersite indeksi üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Polidispersite İndeksi (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	0,044	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1,90E-02	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	3,58E-03	0,0001
X ₂ -Süre	1	1,00E-02	< 0,0001
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	3,75E-04	0,111
X ₁ X ₇	1	3,81E-04	0,1085
X ₁ X ₂	1	5,04E-03	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	5,13E-04	0,0664
X ₇ X ₂	1	1,09E-03	0,0115
X ₇ X ₄	1	2,12E-04	0,2224
X ₂ X ₄	1	7,26E-04	0,0326
X ₁ ²	1	2,12E-03	0,0011
X ₇ ²	1	1,09E-03	0,0114
X ₂ ²	1	9,78E-05	0,401
X ₄ ²	1	3,78E-04	0,1099
Kalıntı	15	1,96E-03	
Model uygunsuzluğu	10	1,06E-03	0,7786
Saf hata	5	9,03E-04	
Toplam	29	0,046	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

İşlem değişkenlerinin, polidispersite indeksi üzerine etkilerinin görsel olarak kolayca belirlenebilmesi için, elde edilen model kullanılarak pertürbasyon grafiği oluşturulmuştur. Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, amplitüd değeri, ultrasonikasyon süresi ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak partikül boyutundaki değişim Şekil 4.21c'deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zein konsantrasyonu, amplitüd değeri ve sonikasyon süresi ile polidispersite indeksi arasında doğrusal bir ilişki olup proses değişkenlerindeki artışla birlikte polidispersite indeksinde artış gözlenmiştir. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken ekstrakt oranındaki artış polidispersite indeksini azaltırken, amplitüd değerinin artması polidispersite indeksini artırmıştır. Bu aşamada sürenin önemli bir etkisi yoktur. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise ekstrakt oranının polidispersite indeksi üzerinde belirgin bir değişiklik yaratmadığı, amplitüd değerinin ve özellikle ultrasonikasyon süresinin artmasıyla birlikte polidispersite indeksinin yükseldiği gözlenmiştir.



Şekil 4.21. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sıgla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin polidispersitesi (%) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Farklı yöntemler kullanılarak üretilen zein nanopartiküllerinin polidispersite indeksleri karşılaştırıldığında, nanoçöktürme, homojenizasyon ve ultrasonik yöntemler için sırasıyla %0,044-0,153, %0,087-0,254 ve %0,080-0,234 arasında değişim gösterdiği, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri için değişim aralıklarının olarak birbirine yakın olduğu ve nanoçöktürme yöntemi ile karşılaştırıldıklarında daha yüksek oldukları görülmüştür. Her üç yöntem için de polidispersite indeksi üzerine etki eden en önemli proses değişkeni, zein konsantrasyonudur. Yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde, zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte

PDI değerleri artarken, nanoçöktürme yöntemimde ise tam tersi bir durum gözlenmiş ve zein konsantrasyonundaki artış PDI değerini düşürmüştür.

4.2.3.1.3. Geçirgenlik (Transmittans) Değeri

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değerleri Çizelge 4.69'da görülmektedir. Elde edilen nanopartiküllerin, geçirgenlik değerleri, %38,55-79,50 arasında değişim göstermiştir. Nanoçöktürme yöntemi ile edilen nanopartiküllerin geçirgenliği zein konsantrasyonu ve akış hızından istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.81).

Çizelge 4.81. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerde geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	3601,81	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	3,45E+03	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,23E+00	0,742
X ₅ -Akış hızı	1	5,91E+01	0,0342
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2,03E+01	0,1925
X ₁ X ₆	1	1,45E+01	0,267
X ₁ X ₅	1	2,23E+00	0,6574
X ₁ X ₄	1	5,02E+00	0,5079
X ₆ X ₅	1	9,73E+00	0,3598
X ₆ X ₄	1	1,94E+01	0,2019
X ₅ X ₄	1	3,13E+00	0,6
X ₁ ²	1	1,10E-01	0,9205
X ₆ ²	1	2,20E+00	0,66
X ₅ ²	1	1,06E+00	0,7596
X ₄ ²	1	1,11E+01	0,329
Kalıntı	15	1,64E+02	
Model uygunsuzluğu	10	1,11E+02	0,511
Saf hata	5	5,28E+01	
Toplam	29	3765,33	

$p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

İşlem değişkenlerinin, geçirgenlik değerleri üzerine etkilerinin görsel olarak kolayca belirlenebilmesi için, elde edilen model kullanılarak pertürbasyon grafiği oluşturulmuştur.

Proses deęişkenleri olan zein kontrasyonu, akıř hızı, karıřtırma hızı ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit deęerleri iin proses deęişkenlerinin bir fonksiyonu olarak geirgenlik deęerlerindeki deęişim řekil 4.22a'daki pertürbasyon grafięi ile gösterilmiřtir.

Nanopartiküllerin geirgenlik deęeri akıř hızı ve özellikle de zein konsantrasyonundaki artıřla birlikte azalmıřtır. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken akıř hızının yükselmesi ile birlikte geirgenlik deęerinde düşüş gözlenmiřtir. Bu aşamada karıřtırma hızı ve ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı görölmüřtür. Zein konsantrasyonunun maksimum olduęu kořullarda, karıřtırma hızı, akıř hızı ve ekstrakt oranının geirgenlik üzerine etkilerinin sınırlı olduęu, ekstrakt oranı ve akıř hızındaki artıřın geirgenlięi düşürdüęü, karıřtırma hızındaki artıřın ise geirgenlięi arttırdıęı gözlenmiřtir.

Akıř hızı minimize ve maksimize edildięinde, zein konsantrasyonundaki artıř geirgenlik deęerinde belirgin bir düşüře sebep olmuřtur. Bu aşamada karıřtırma hızı ve ekstrakt oranının etkisi zein konsantrasyonunun yanında oldukça düşüktür.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin geirgenlięi, 0,60-79,25 arasında deęişmektedir (izelge 4.70). Nanopartiküllerin geirgenlięi, zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (izelge 4.82).

Çizelge 4.82. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	17855,64	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	11141,71	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	2026,06	< 0,0001
X ₂ -Süre	1	144,92	0,1113
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,77	0,9033
X ₁ X ₃	1	877,52	0,0008
X ₁ X ₂	1	24,28	0,4992
X ₁ X ₄	1	6,07	0,7339
X ₃ X ₂	1	18,94	0,5499
X ₃ X ₄	1	0,35	0,9351
X ₂ X ₄	1	23,18	0,5089
X ₁ ²	1	1968,52	< 0,0001
X ₃ ²	1	1261,93	0,0002
X ₂ ²	1	1308,94	0,0001
X ₄ ²	1	370,39	0,0163
Kalıntı	15	759,37	
Model uygunsuzluğu	10	589,41	0,2825
Saf hata	5	169,96	
Toplam	29	18615,01	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, homojenizasyon hızı, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak geçirgenlik değerlerindeki değişim Şekil 4.22b'deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızının geçirgenlik üzerine etkisi incelendiğinde her iki proses değişkeninin de yükselmesi ile birlikte geçirgenlik değerinin azaldığı tespit edilmiştir. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, ekstrakt oranı, homojenizasyon hızı ve süresinin geçirgenlik üzerine önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Zein konsantrasyonunun maksimum olduğu koşullarda ise geçirgenlik üzerine homojenizasyon hızının etkili olduğu, ekstrakt oranı ve homojenizasyon süresinin ise önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Homojenizasyon hızının artması geçirgenliği düşürmüştür.

Homojenizasyon hızının minimize edilmesi durumunda, geçirgenlik değeri zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte azalmıştır. Homojenizasyon hızı maksimum olduğunda zein konsantrasyonunun etkisi daha da belirgin olup zein konsantrasyonundaki artış geçirgenlik değerinde etkili bir düşüş yaratmıştır.

Zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının etkileşimi incelendiğinde, minimum zein konsantrasyonu ve minimum homojenizasyon hızında geçirgenliğin maksimum, maksimum zein konsantrasyonu ve maksimum homojenizasyon hızında geçirgenliğin minimum olduğu tespit edilmiştir.

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin geçirgenliği, 1,25-76,80 arasında değişmektedir (Çizelge 4.71). Nanopartiküllerin geçirgenliği, zein konsantrasyonu, amplitüd değeri ve ultrasonikasyon süresinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.83).

Çizelge 4.83. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin geçirgenlik değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Geçirgenlik	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	13194,81	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	9855	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	213,11	0,0021
X ₂ -Süre	1	680,89	< 0,0001
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	16,61	0,3158
X ₁ X ₇	1	4,6	0,5928
X ₁ X ₂	1	2,65	0,6841
X ₁ X ₄	1	8,98	0,4574
X ₇ X ₂	1	60,39	0,0665
X ₇ X ₄	1	43,51	0,1138
X ₂ X ₄	1	57,07	0,0736
X ₁ ²	1	1538,72	< 0,0001
X ₇ ²	1	803,32	< 0,0001
X ₂ ²	1	461,62	< 0,0001
X ₄ ²	1	164,97	0,0052
Kalıntı	15	231,34	
Model uygunsuzluğu	10	222,16	0,0066
Saf hata	5	9,18	
Toplam	29	13426,15	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu, amplitüd, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak geçirgenlik değerindeki değişim Şekil 4.22c'deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

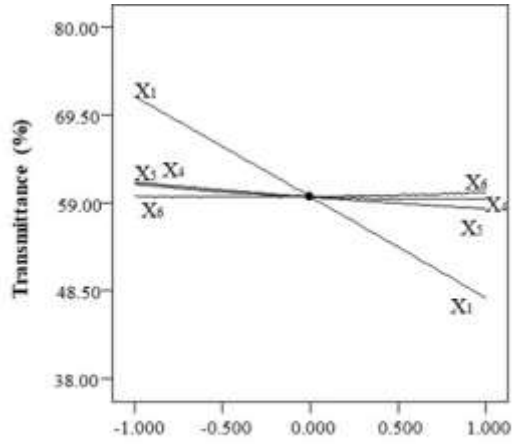
Geçirgenlik değeri üzerine etki eden en önemli değişken, zein konsantrasyonu olmakla birlikte her üç proses değişkenindeki artış geçirgenliği düşürmüştür. Zein

konsantrasyonu minimize veya maksimize edildiğinde sürenin etkisi daha fazla ön plana çıkmış ve sürenin uzaması geçirgenliği azaltmıştır.

Amplitüd değerinin minimize edilmesi halinde, geçirgenliğin genel olarak ekstrakt oranı ve sonikasyon süresinden etkilenmediği, zein konsantrasyonu arttıkça geçirgenliğin azaldığı saptanmıştır. Amplitüd değeri maksimize edildiğinde, ekstrakt oranının geçirgenlik üzerine etkisinin önemsiz olduğu, süre ve özellikle de zein konsantrasyonu arttıkça geçirgenliğin azaldığı saptanmıştır.

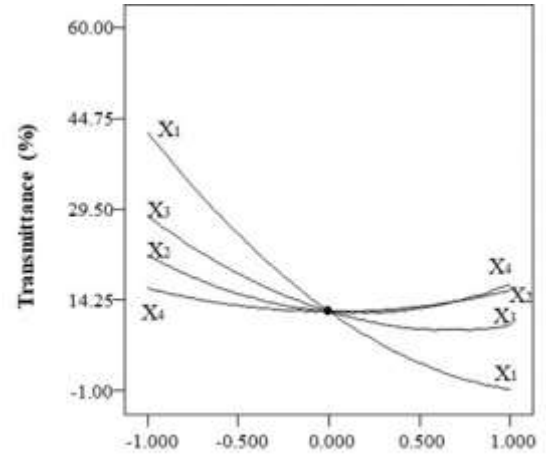
Ultrasonikasyon süresi minimum noktada iken zein konsantrasyonunun artmasıyla birlikte geçirgenlik azalırken, sürenin maksimum olduğu koşullarda genel olarak amplitüd değeri ve zein konsantrasyonu yükseldikçe geçirgenliğin düştüğü gözlenmiştir.





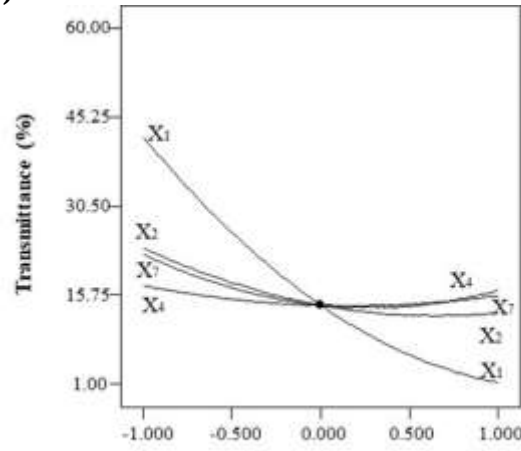
Proses Değişkenlerinin Kodlanmış Değerleri

(a)



Proses Değişkenlerinin Kodlanmış Değerleri

(b)



Proses Değişkenlerinin Kodlanmış Değerleri

(c)

Şekil 4.22. Nanoçöktürme (a), (b) yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sıgla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin geçirgenlik (%) değerleri üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Farklı proses değişkenleri ve nanopartikül üretim yöntemlerinin nanopartiküllerin geçirgenlik değerleri üzerine etkisi yöntem bazında değerlendirildiğinde, geçirgenliğin yüksekten düşüğe doğru sırasıyla nanoçöktürme (38,55-79,50), ultrasonik homojenizasyon (1,25-76,80) ve yüksek hızda homojenizasyon yöntemi (0,60-79,25) şeklindedir. Karıştırma/akış, homojenizasyon ve sonikasyon işlemi sırasında süspansiyonunun geçirgenliği/şeffaflığı değişmiştir. Süspansiyonun geçirgenliği, nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde, zein konsantrasyonu, akış hızı, homojenizasyon hızı ve amplitüd değeri ile sonikasyon süresinden önemli düzeyde

etkilenmiştir. Nitekim denemeler sırasında nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartikül süspansiyonlarının genel olarak ultrasonik ve yüksek hızda homojenizasyon yöntemlerine kıyasla daha şeffaf olduğu gözlenmiştir. Özellikle yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemlerinde, homojenizasyon hızı/amplitüd değeri ve zein konsantrasyonunun yükselmesi ile süspansiyonlar yarı saydam hale gelmiştir.

4.2.3.1.4. Zeta Potansiyeli

Nanoparçacıkların en önemli özelliklerinden biri olan zeta potansiyeli, koloidal sistemdeki nanoparçacıkların yüzey yükünü ölçmek için kullanılmaktadır. Bu parametre nanosüspansiyonların kararlılığını doğrudan etkiler ve büyüklüğü koloidal kararlılığın tahmin edilmesini sağlamaktadır (Jiang vd., 2009). Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, sıgla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri Çizelge 4.69’da verildiği üzere (-25,30)-(-35,10) mV arasında değişmektedir. Nanopartiküllerin zeta potansiyeli, karıştırma hızı ve özellikle de ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.84).

Çizelge 4.84. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	168,1	0,0006
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	6,88	0,0794
X ₆ -Karıştırma hızı	1	27,61	0,0019
X ₅ -Akış hızı	1	2,50E+00	0,2746
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	70,93	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	1,50E-01	0,7859
X ₁ X ₅	1	1,95	0,3317
X ₁ X ₄	1	0,89	0,5086
X ₆ X ₅	1	7,53	0,0677
X ₆ X ₄	1	19,34	0,0065
X ₅ X ₄	1	20,38	0,0055
X ₁ ²	1	1,62E-04	0,9928
X ₆ ²	1	1,4	0,4086
X ₅ ²	1	6,33E+00	0,0911
X ₄ ²	1	4,03	0,1701
Kalıntı	15	29,13	
Model uygunsuzluğu	10	26,1	0,0602
Saf hata	5	3,03	
Toplam	29	197,23	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu, amplitüd, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak zeta potansiyellerindeki değişim Şekil 4.23a'daki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Karıştırma hızı ve özellikle de ekstrakt oranı arttıkça nanopartiküllerin zeta potansiyelleri azalmıştır. Ekstrakt oranı minimize edildiğinde, karıştırma hızı etkisinin önemsiz olduğu, akış hızının yükselmesi ile zeta potansiyelinin arttığı, zein konsantrasyonunun yükselmesi zeta potansiyelinin düştüğü gözlenmiştir. Ekstrakt oranı maksimum olduğunda, akış hızı ve özellikle de karıştırma hızının yükselmesi zeta potansiyelini azaltırken, zein konsantrasyonunun etkisi önemsizdir.

Karıştırma hızının minimum olduğu koşullarda zeta potansiyeli üzerine ekstrakt oranı, akış hızı ve zein konsantrasyonu etkisinin önemli olduğu ve zeta potansiyelinin, her üç proses değişkeninin de yükselmesi ile birlikte azaldığı bulunmuştur. Maksimum karıştırma hızında ise zeta potansiyelinin, akış hızının yükselmesi ile zeta arttığı, zein konsantrasyonu ve özellikle de ekstrakt oranı arttıkça düştüğü gözlenmiştir. Bu koşulda özellikle ekstrakt oranının etkisi ön plana çıkmıştır.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sıgla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri (-25,33)-(-37,45) arasında değişmektedir (Çizelge 4.70).

Çizelge 4.85. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	227,76	0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	50,39	0,0002
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	15,43	0,0147
X ₂ -Süre	1	21,08	0,0057
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	25,16	0,0031
X ₁ X ₃	1	56,22	< 0,0001
X ₁ X ₂	1	0,048	0,8801
X ₁ X ₄	1	1,80E-01	0,7729
X ₃ X ₂	1	0,38	0,6703
X ₃ X ₄	1	3,54	0,2066
X ₂ X ₄	1	3,07	0,2378
X ₁ ²	1	2,38	0,2962
X ₃ ²	1	19,76	0,007
X ₂ ²	1	31,62	0,0013
X ₄ ²	1	15,03	0,0158
Kalıntı	15	30,46	
Model uygunsuzluğu	10	21,29	0,4614
Saf hata	5	9,17	
Toplam	29	258,22	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Nanopartiküllerin zeta potansiyeli, zein konsantrasyonu, ekstrakt miktarı, süre ve homojenizasyon hızından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.85). Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, homojenizasyon hızı, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak zeta potansiyellerindeki değişim Şekil 4.23b'deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, süre ve ekstrakt oranının yükselmesi ile birlikte zeta potansiyeli azalmıştır. Zein konsantrasyonu minimize edildiğinde, süre ve ekstrakt oranındaki artış zeta potansiyelini düşürürken, homojenizasyon hızının yükselmesi zeta potansiyelini artırmıştır. Zein konsantrasyonu maksimize edildiğinde, zeta

potansiyeli, ekstrakt oranı, homojenizasyon süresi ve özellikle de homojenizasyon hızındaki artışın bir sonucu olarak azalmıştır.

Homojenizasyon hızı minimum noktada iken ekstrakt oranı ve sürenin önemli bir etkisinin olmadığı ve zein konsantrasyonundaki artışın, zeta potansiyelini yükselttiği görülmüştür. Homojenizasyon hızı maksimize edildiğinde ise zeta potansiyelinin ekstrakt miktarı, süre ve özellikle de zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte azaldığı tespit edilmiştir.

Homojenizasyon süresi minimize edildiğinde, zein konsantrasyonundaki artış, zeta potansiyelini düşürürken, homojenizasyon hızı ve ekstrakt oranının önemli bir etkisi yoktur. Süre maksimize edildiğinde, her üç proses değişkeninin de yükselmesi ile birlikte zeta potansiyeli azalmıştır.

Ekstrakt oranının minimum olması durumunda, homojenizasyon hızı ve süresinin önemli bir etkisinin olmadığı, zein konsantrasyonunda meydana gelen artışın, zeta potansiyelini düşürdüğü gözlenmiştir. Ekstrakt miktarı maksimum olduğunda ise zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı ve homojenizasyon süresindeki artış zeta potansiyelinin düşmesine sebep olmuştur.

Zeta potansiyeli üzerine, zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızının interaksiyonu incelendiğinde, her iki proses değişkeninin de minimum olduğu koşullarda zeta potansiyelinin minimum, maksimum oldukları koşullarda ise zeta potansiyelinin de maksimum olduğu görülmüştür.

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, kestane kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri Çizelge 4.71’de verildiği üzere (-30,73)-(-36,73) arasında değişmektedir.

Çizelge 4.86. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin zeta potansiyeli üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Zeta Potansiyeli (mV)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	37,47	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	16,04	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	2,55	0,0051
X ₂ -Süre	1	2,16	0,0088
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	0,21	0,368
X ₁ X ₇	1	0,02	0,7773
X ₁ X ₂	1	3,61	0,0014
X ₁ X ₄	1	0,22	0,3493
X ₇ X ₂	1	3,86	0,0011
X ₇ X ₄	1	3,28	0,0021
X ₂ X ₄	1	1,79	0,0153
X ₁ ²	1	1,26	0,0361
X ₇ ²	1	0,48	0,1761
X ₂ ²	1	1,40E+00	0,0285
X ₄ ²	1	0,15	0,4393
Kalıntı	15	3,58	
Model uygunsuzluğu	10	2,12	0,6878
Saf hata	5	1,46	
Toplam	29	41,05	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

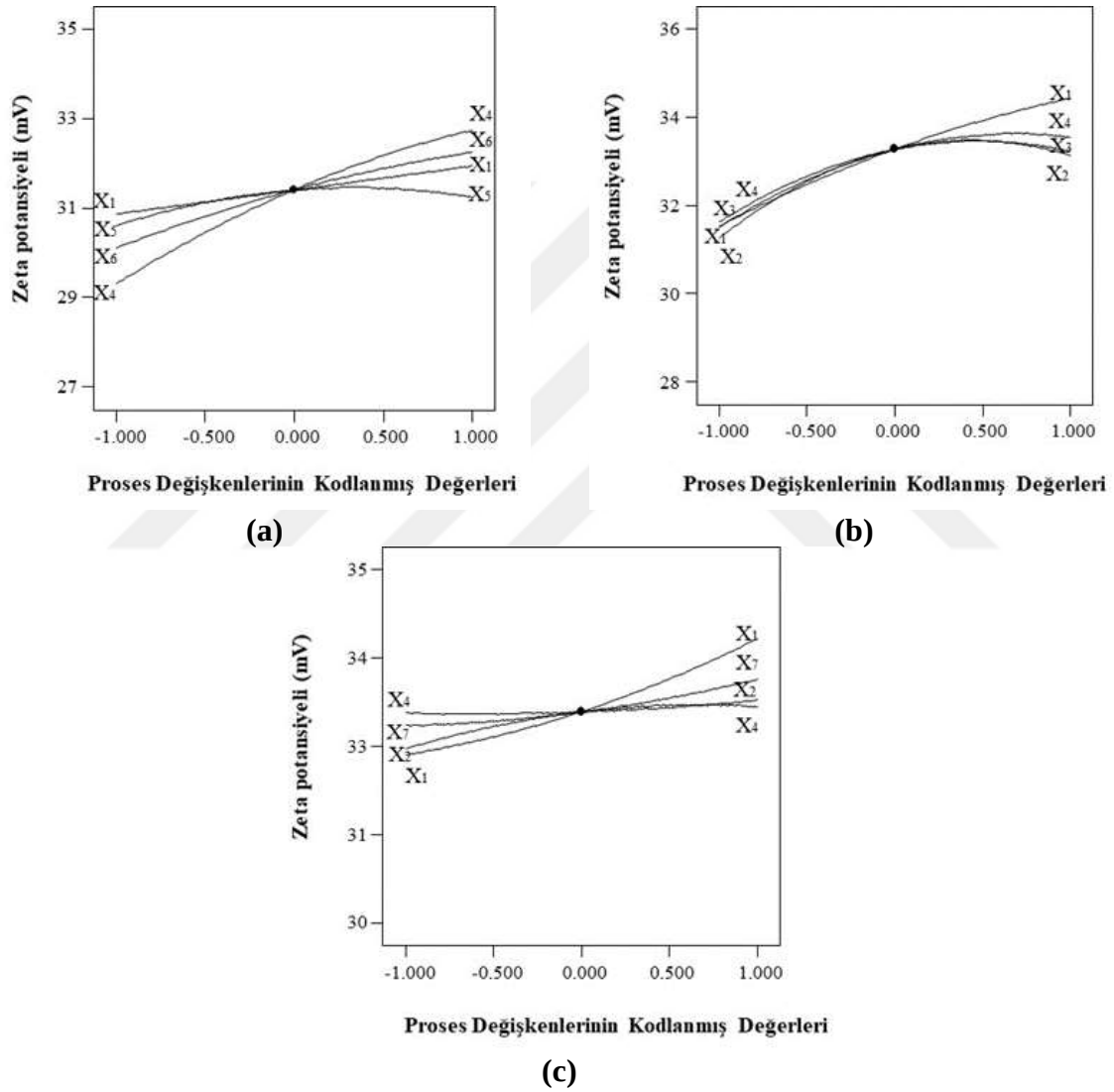
Nanopartiküllerin zeta potansiyeli, zein konsantrasyonu, amplitüd değeri ve sonikasyon süresinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.86). Proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu, amplitüd, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak zeta potansiyellerindeki değişim Şekil 4.23c'deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zeta potansiyeli, amplitüd değeri ve sonikasyon süresinin yükselmesi ile birlikte yavaş bir düşüş gösterirken, zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte daha belirgin bir düşüş göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize edildiğinde, amplitüd değeri ve ekstrakt oranındaki artış zeta potansiyelini düşürürken, sürenin artması zeta potansiyelini yükseltmiştir. Zein konsantrasyonu maksimize edildiğinde, zeta potansiyelinin ekstrakt oranından etkilenmediği, amplitüd değeri ve özellikle de süredeki artışın bir sonucu olarak azaldığı görülmüştür.

Amplitüd değeri minimum noktada iken, ekstrakt oranı ve zein konsantrasyonundaki artışın, zeta potansiyelini düşürdüğü, sonikasyonun süresinin uzamasının ise zeta potansiyelini artırdığı görülmüştür. Amplitüd değeri maksimize edildiğinde ise zeta

potansiyelinin, zein konsantrasyonu ve sürenin yükselmesi ile birlikte azaldığı, ekstrakt miktarının yükselmesi ile birlikte arttığı tespit edilmiştir.

Sonikasyon süresi minimize edildiğinde zein konsantrasyonu ve ekstrakt miktarındaki artış zeta potansiyelini düşürürken, amplitüd değerinin artması zeta potansiyelini artırmıştır. Süre maksimize edildiğinde, zein konsantrasyonu ve amplitüd değerinin yükselmesi ile birlikte zeta potansiyeli azalırken, ekstrakt oranının yükselmesi ile birlikte artış göstermiştir.



Şekil 4.23. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sıgla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin zeta potansiyeli (mV) üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Farklı nanopartikül üretim yöntemlerinin elde edilen nanopartiküllerin zeta potansiyelleri üzerine etkisi incelendiğinde, zeta potansiyelinin, nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri için sırasıyla (-25,30)-(-35,10), (-25,33)-(-37,45) ve (-30,73)-(-36,73) arasında değişim gösterdiği bulunmuştur. Genel olarak değerlendirildiğinde, zeta potansiyelinin, her üç yöntem için de -25mV'den büyük olduğu ve ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin zeta potansiyelinin daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Zeta potansiyeli üzerine etki eden en önemli proses değişkeni nanoçöktürme ve yüksek hızda homojenizasyon yöntemlerinde ekstrakt oranı iken ultrasonik homojenizasyon yönteminde ise zein konsantrasyonudur. Zein konsantrasyonu ve ekstrakt oranının yükselmesi ile birlikte zeta potansiyeli azalmıştır.

4.2.3.1.5. Bulanıklık (Türbidite) Değeri

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, sıgla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri Çizelge 4.69'da verilmiştir. Elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, 1,08-2,83 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, zein konsantrasyonundan istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.87).

Proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu, amplitüd, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak bulanıklık değerindeki değişim Şekil 4.24a'daki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir. Zein konsantrasyonu yükseldikçe nanopartiküllerin bulanıklık değerlerinde belirgin bir artış gözlenmiştir.

Çizelge 4.87. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Turbidity	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	5,82	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	4,85	< 0,0001
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,61E-03	0,6103
X ₅ -Akış hızı	1	2,20E-02	0,0741
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	8,19E-03	0,258
X ₁ X ₆	1	2,13E-03	0,5573
X ₁ X ₅	1	3,50E-02	0,0276
X ₁ X ₄	1	6,16E-04	0,7516
X ₆ X ₅	1	1,07E-03	0,677
X ₆ X ₄	1	2,70E-04	0,8337
X ₅ X ₄	1	2,48E-03	0,5272
X ₁ ²	1	0,87	< 0,0001
X ₆ ²	1	4,40E-02	0,0161
X ₅ ²	1	1,36E-03	0,6386
X ₄ ²	1	4,62E-03	0,3909
Kalıntı	15	0,089	
Model uygunsuzluğu	10	0,062	0,4673
Saf hata	5	0,027	
Toplam	29	5,91	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sığla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri Çizelge 4.70’te verildiği üzere 1,56-2,94 aralığındadır. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, zein konsantrasyonu ve homojenizasyon hızından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.88).

Çizelge 4.88. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Turbidity	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	2,39	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	1,68	< 0,0001
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	4,00E-02	0,0028
X ₂ -Süre	1	8,31E-05	0,8734
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	2,92E-03	0,3519
X ₁ X ₃	1	5,29E-03	0,2156
X ₁ X ₂	1	2,40E-02	0,0151
X ₁ X ₄	1	5,08E-05	0,9009
X ₃ X ₂	1	1,38E-03	0,5184
X ₃ X ₄	1	1,67E-06	0,982
X ₂ X ₄	1	3,40E-02	0,0053
X ₁ ²	1	5,80E-01	< 0,0001
X ₃ ²	1	8,89E-03	0,1146
X ₂ ²	1	3,03E-04	0,7615
X ₄ ²	1	3,40E-04	0,7478
Kalıntı	15	0,047	
Model uygunsuzluğu	10	0,041	0,1154
Saf hata	5	6,70E-03	
Toplam	29	2,44	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein kontrasyonu, homojenizasyon, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak bulanıklık değerindeki değişim Şekil 4.24b'deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir.

Zein konsantrasyonunun, bulanıklık üzerine etkisi incelendiğinde, zein konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte bulanıklık değerinin arttığı tespit edilmiştir. Homojenizasyon hızının etki düzeyi, zein konsantrasyonuna kıyasla oldukça düşük olup hızın yükselmesiyle birlikte bulanıklık değerinde hafif bir artış gözlenmiştir. Zein konsantrasyonu minimum noktada iken, bulanıklık değeri üzerine ekstrakt oranının önemli bir etkisinin olmadığı, homojenizasyon hızı ve süresinin yükselmesi ile birlikte hafif bir artış gösterdiği saptanmıştır. Zein konsantrasyonu maksimum noktada iken, ekstrakt oranı ve homojenizasyon hızının önemli bir etkisinin olmadığı, homojenizasyon süresinin yükselmesi ile birlikte bulanıklık değerinin azaldığı gözlenmiştir.

Homojenizasyon hızının maksimum ve minimum olduğu koşullarda, zein konsantrasyonunda meydana gelen artışın bulanıklığı artırdığı, ekstrakt oranı ve homojenizasyon süresinin ise önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir.

Homojenizasyon süresi minimize edildiğinde, homojenizasyon hızı, ekstrakt oranı ve özellikle zein konsantrasyonunun yükselmesi bulanıklık değerini artırmıştır. Süre maksimize edildiğinde, ekstrakt oranının artması bulanıklığı düşürürken, zein konsantrasyonunun yükselmesi bulanıklığı artırmıştır.

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sığla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri Çizelge 4.71’de verilmiştir. Elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, 1,77-2,83 aralığında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, zein konsantrasyonundan istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.89).

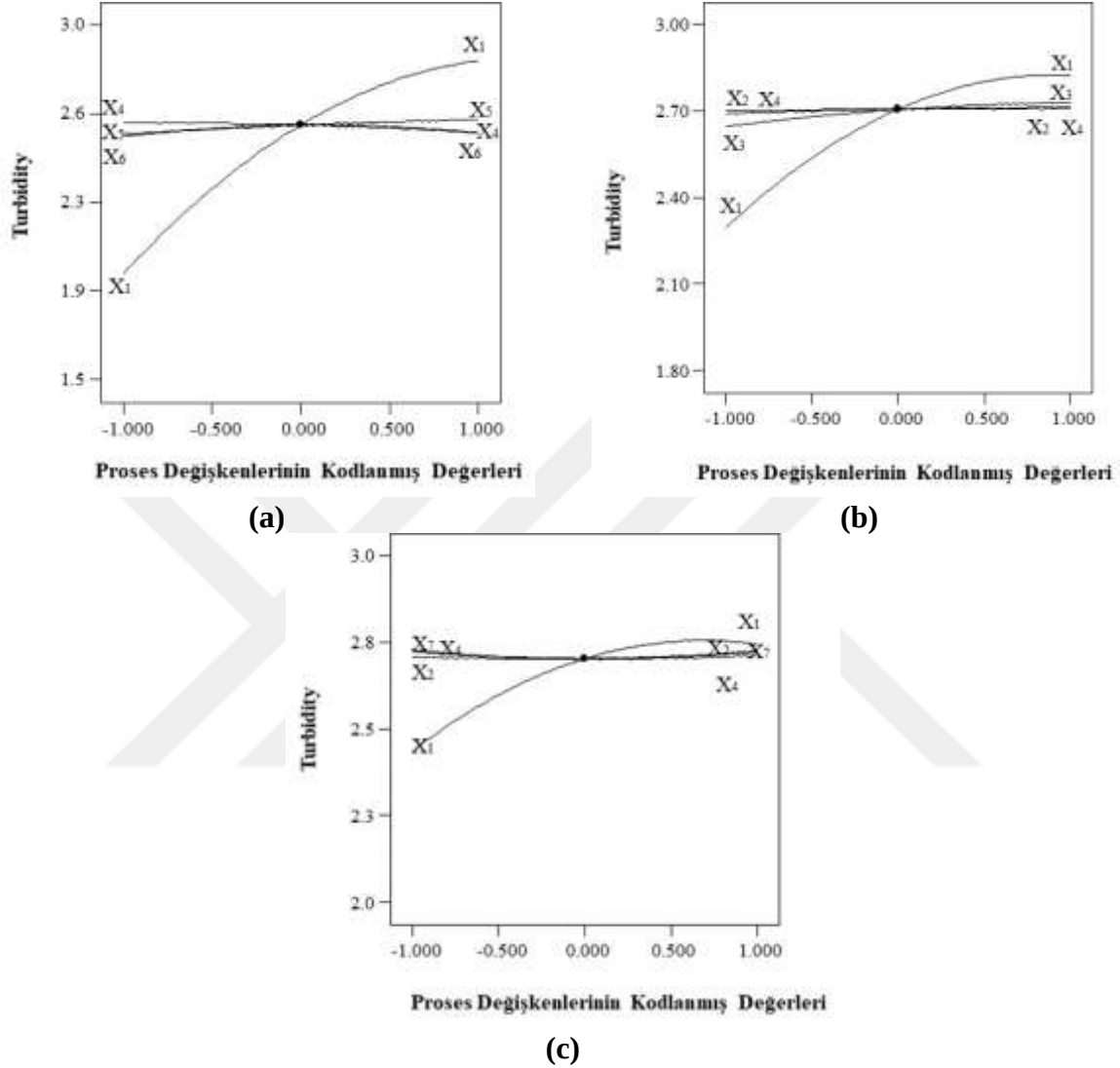
Çizelge 4.89. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin bulanıklık değeri üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	Turbidity	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	1	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,57	< 0,0001
X ₇ -Amplitüd	1	2,13E-05	0,9549
X ₂ -Süre	1	1,23E-03	0,6693
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	7,58E-04	0,7367
X ₁ X ₇	1	1,83E-04	0,8685
X ₁ X ₂	1	2,73E-03	0,5251
X ₁ X ₄	1	2,41E-03	0,5501
X ₇ X ₂	1	6,00E-06	0,9761
X ₇ X ₄	1	8,68E-04	0,719
X ₂ X ₄	1	7,31E-05	0,9167
X ₁ ²	1	3,40E-01	< 0,0001
X ₇ ²	1	1,80E-02	0,1185
X ₂ ²	1	5,03E-03	0,3914
X ₄ ²	1	7,08E-03	0,3118
Kalıntı	15	0,097	
Model uygunsuzluğu	10	0,092	0,0107
Saf hata	5	4,73E-03	
Toplam	29	1,1	

$p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu, amplitüd, süre ve ekstrakt oranının merkez noktadaki sabit değerleri için proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak bulanıklık değerindeki değişim Şekil 4.24c’deki pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir. Zein konsantrasyonu yükseldikçe, nanopartiküllerin bulanıklık değerleri artış göstermiştir. Zein konsantrasyonu minimize veya maksimize edildiğinde, diğer proses değişkenlerinin

geçirgenlik değeri üzerine önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Bu durum proses değişkenlerinin birbirleriyle interaksiyonunun olmadığını göstermektedir.



Şekil 4.24. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sıgla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin bulanıklık üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri yöntem bazında değerlendirildiğinde, nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, 1,08-2,83, yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, 1,56-2,94 ve ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin bulanıklık

değerleri, 1,77-2,83 aralığında değişim göstermiştir. En düşük bulanıklık değeri, nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerde gözlenmiştir. Nanopartiküllerin bulanıklık değerleri, genel olarak zein konsantrasyonundan istatistiksel olarak önemli seviyede etkilenmektedir. Zein konsantrasyonu yükseldikçe, nanopartiküllerin bulanıklık değerleri artış göstermiştir. Zein konsantrasyonun artması renk tonunu değiştirdiğinden bulanıklığı artırmaktadır. Sığla kabuğu ekstraktının rengi kestane ve sedir kabuğu ekstraktlarına göre çok daha açık tonda olduğundan bulanıklık değeri daha çok zein konsantrasyonundan etkilenmiştir.

4.2.3.1.6. Enkapsülasyon Etkinliği

Nanoçöktürme yöntemi ile farklı proses koşullarında, sığla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği %41,69-95,58 arasında değişim göstermiştir. Nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.90).

Kestane ve sedir ekstraktları yüklenen nanopartiküllerin sonuçları ile benzer trend bulunmuştur. Aynı değişkenlerin etkisine bakıldığından modelde tespit edilen önemli parametreler de aynı olabilmektedir. Enkapsülasyon etkinliği üzerine etki eden en önemli faktör ekstrakt oranı olup, bu oranın artması enkapsülasyon etkinliğini düşürmüştür. Zein konsantrasyonu, akış hızı ve karıştırma hızının etkisinin önemsiz olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.90. Nanoçöktürme yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	8792,68	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,65	0,4486
X ₆ -Karıştırma hızı	1	1,683E-003	0,9689
X ₅ -Akış hızı	1	0,013	0,9136
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	8450,75	< 0,0001
X ₁ X ₆	1	2,173E-003	0,9647
X ₁ X ₅	1	5,776E-004	0,9818
X ₁ X ₄	1	0,053	0,8265
X ₆ X ₅	1	0,010	0,9232
X ₆ X ₄	1	2,499E-004	0,9880
X ₅ X ₄	1	1,745E-003	0,9684
X ₁ ²	1	1,68	0,2316
X ₆ ²	1	1,48	0,2593
X ₅ ²	1	1,37	0,2772
X ₄ ²	1	456,59	< 0,0001
Kalıntı	14	15,00	
Model uygunsuzluğu	9	15,00	< 0,0001
Saf hata	5	7,361E-003	
Toplam	28	8807,68	

p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sığla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinlikleri %41,75-95,69 arasında değişim göstermiştir. Benzer şekilde, nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.91). Ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir.

Çizelge 4.91. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	8824,69	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,72	0,4275
X ₃ -Homojenizasyon hızı	1	3,281E-003	0,9567
X ₂ -Süre	1	4,170E-003	0,9512
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	8480,79	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	9,826E-004	0,9763
X ₁ X ₂	1	0,015	0,9090
X ₁ X ₄	1	0,069	0,8029
X ₃ X ₂	1	2,436E-004	0,9882
X ₃ X ₄	1	1,991E-004	0,9893
X ₂ X ₄	1	1,970E-003	0,9664
X ₁ ²	1	1,67	0,2331
X ₃ ²	1	1,60	0,2417
X ₂ ²	1	1,88	0,2068
X ₄ ²	1	463,25	< 0,0001
Kalıntı	14	15,03	
Model uygunsuzluğu	9	15,02	< 0,0001
Saf hata	5	0,012	
Toplam	28	8839,72	

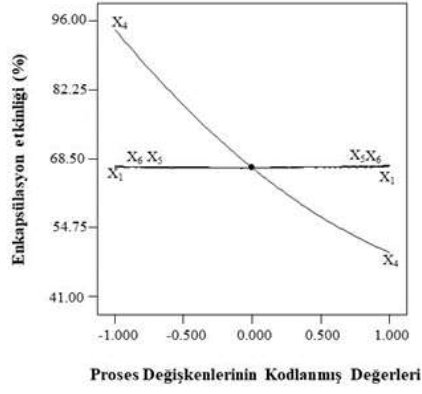
p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile farklı proses koşullarında, sıgla kabuğu ekstraktı kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinlikleri %41,76-95,68 arasında değişim göstermiştir. Benzer şekilde, nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.92). Ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir.

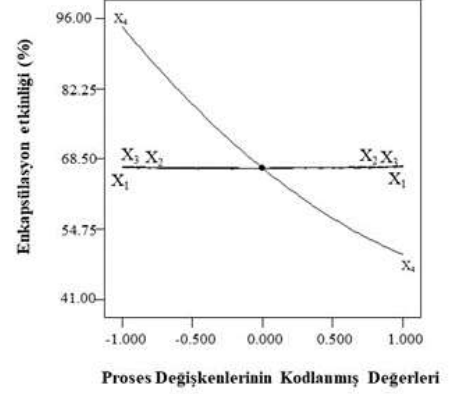
Çizelge 4.92. Ultrasonik homojenizasyon yöntemi kullanılarak üretilen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Varyasyon Kaynağı	SD	EE (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	14	8812,16	< 0,0001
X ₁ -Zein konsantrasyonu	1	0,70	0,4184
X ₇ -Amplitüd	1	0,012	0,9160
X ₂ -Süre	1	3,619E-003	0,9529
X ₄ -Ekstrakt miktarı	1	8468,39	< 0,0001
X ₁ X ₇	1	3,707E-003	0,9524
X ₁ X ₂	1	1,033E-003	0,9749
X ₁ X ₄	1	0,089	0,7697
X ₇ X ₂	1	6,255E-004	0,9804
X ₇ X ₄	1	1,193E-003	0,9730
X ₂ X ₄	1	8,438E-004	0,9773
X ₁ ²	1	1,51	0,2399
X ₇ ²	1	1,40	0,2575
X ₂ ²	1	1,60	0,2268
X ₄ ²	1	455,52	< 0,0001
Kalıntı	15	14,04	
Model uygunsuzluğu	10	14,02	< 0,0001
Saf hata	5	0,019	
Toplam	29	8826,20	

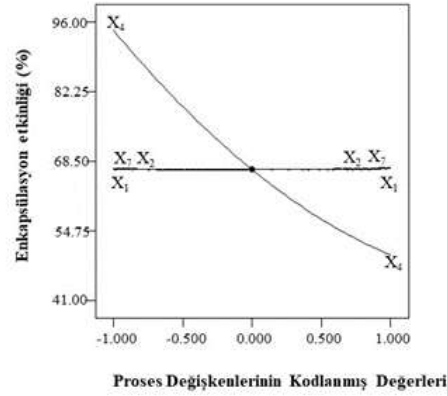
p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli



(a)



(b)



(c)

Şekil 4.25. Nanoçöktürme (a), yüksek hızda homojenizasyon (b) ve ultrasonik homojenizasyon (c) yöntemleri ile elde edilen sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği üzerine proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Enkapsülasyon etkinliği üzerine nanopartikül üretim yönteminin etkisi incelendiğinde, enkapsülasyon etkinliğinin her üç yöntem için de birbirine oldukça yakın olduğu ve nanoçöktürme, yüksek hızda homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri için sırasıyla %41,69-95,58, %41,75-95,69 ve %41,76-95,68 arasında değişim göstermiştir. Sığla ekstraktı yüklenen nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliği ekstrakt oranından istatistiksel olarak önemli seviyede etkilenmektedir. Ekstrakt oranı yükseldikçe nanopartiküllerin enkapsülasyon etkinliğinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir.

4.2.3.2. Optimizasyon ve Sonuçlarının Deneysel Doğrulanması

Nanoçöktürme yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak seçilen zein konsantrasyonu, akış hızı, karıştırma hızı ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında nanoçöktürme yöntemi işlem değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, akış hızı 1,0-1,8 ml/s, karıştırma hızı 500-1500 rpm ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.93). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %9,24, akış hızı 1,20 ml/s, karıştırma hızı 772,55 rpm ve ekstrakt oranı 3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.93. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Karıştırma Hızı (rpm)	Akış Hızı (ml/s)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	9,24	772,55	1,2	3,5	144,125	0,110537	94,618	0,769
2	9,16	809,98	1,2	3,5	144,44	0,109265	94,558	0,769
3	9,11	829,79	1,2	3,5	144,561	0,108776	94,535	0,768
4	9,07	863,67	1,2	3,5	144,962	0,107216	94,499	0,768
5	9,02	879,06	1,2	3,5	144,982	0,107171	94,484	0,768

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; zein konsantrasyonu %9,24, akış hızı 1,20 ml/s, karıştırma hızı 772,55 rpm ve ekstrakt oranı %3,50 mg/ml olacak şekilde nanopartikül üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.94’te verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.95’te görülmektedir.

Çizelge 4.94. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	141,410	0,122	95,224
2	146,485	0,112	95,276
3	144,255	0,115	95,268
4	141,215	0,123	95,268
5	142,355	0,101	95,225
Ortalama	143,144	0,115	95,252
Modelden Tahminlenen	144,125	0,111	94,618

Çizelge 4.95. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	P-Değeri
Partikül boyutu (nm)	144,125	143,144±2,22	2,22	-0,98	-0,69	0,379
Polidispersite indeksi (%)	0,111	0,115±0,01	0,01	0,00	3,88	0,365
Enkapsülasyon etkinliği (%)	94,62	95,252±0,03	0,03	0,63	0,67	0,00

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = $(|y_{den} - y_{tah}| / y_{den}) \times 100$

Doğrulama denemeleri sonucunda nanoçöktürme yöntemi ile elde edilen ve sığla kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu ve polidispersite indeksi değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Enkapsülasyon etkinliği için

optimum noktada üretilen örneklerde enkapsülasyon etkinliği biraz daha yüksek olsa da elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar içerisindedir. Benzer durumla kestane ve sedir ekstraktı içeren nanopartiküllerin optimizasyonunda da karşılaşılmıştır.

Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak belirlenen zein konsantrasyonu, homojenizasyon hızı, homojenizasyon süresi ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında yüksek hızda homojenizasyon yöntemi proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, homojenizasyon hızı 3000-10000 rpm, homojenizasyon süresi 3-7 dk ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.96). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %7,50, homojenizasyon hızı 8249,99 rpm, homojenizasyon süresi 4,31 dk ve ekstrakt oranı 3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.96. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Homojenizasyon Hızı (rpm)	Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	7,50	8249,99	4,31	3,5	162,105	0,129855	94,633	0,846
2	7,52	4750,02	5,99	3,5	164,597	0,135275	94,8774	0,828
3	7,58	4750,00	6,00	3,5	165,149	0,135504	94,8766	0,826
4	7,50	4750,00	5,94	3,5	165,434	0,136288	94,8557	0,824
5	8,01	8249,98	4,01	3,5	166,340	0,139987	94,7891	0,812

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada zein konsantrasyonu %7,50, homojenizasyon hızı 8249,99 rpm, homojenizasyon süresi 4,31 dk ve ekstrakt oranı 3,50 mg/ml olacak şekilde nanopartikül üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.97’de verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı

kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.98’de görülmektedir.

Çizelge 4.97. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	160,905	0,133	95,302
2	164,233	0,146	95,213
3	163,715	0,116	95,15
4	165,210	0,177	95,132
5	162,945	0,153	95,355
Ortalama	163,402	0,145	95,231
Modelden Tahminlenen	162,105	0,130	94,633

Çizelge 4.98. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	<i>p</i> -Değeri
Partikül boyutu (nm)	162,11	163,402±1,62	1,62	1,30	0,79	0,148
Polidispersite indeksi (%)	0,130	0,145±0,02	0,02	0,02	10,44	0,211
Enkapsülasyon etkinliği (%)	94,63	95,231±0,21	0,21	0,64	0,63	0,00

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = $(|y_{den} - y_{tah}|/y_{den}) \times 100$

Doğrulama denemeleri sonucunda yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ile elde edilen ve sığla kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu ve polidispersite indeksi değerleri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsiz ($p>0,05$) bulgulanmıştır. Enkapsülasyon etkinliği için optimum noktada üretilen örneklerde enkapsülasyon etkinliği biraz daha yüksek olsa da elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar içerisinde.

Ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile nanopartikül üretiminde, proses değişkenleri olarak seçilen zein konsantrasyonu, amplitüd değeri, sonikasyon süresi ve ekstrakt miktarı, minimum partikül boyutu, minimum polidispersite indeksi ve maksimum enkapsülasyon etkinliği sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmasında ultrasonik homojenizasyon yöntemi proses değişkenleri olan zein konsantrasyonu %5-15, amplitüd değeri %20-40, sonikasyon süresi

1-5 dk ve ekstrakt oranı 2-8 mg/ml aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.99). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, zein konsantrasyonu %7,51, amplitüd değeri %35, sonikasyon süresi 2dk ve ekstrakt oranı 3,50 mg/ml olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.99. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

No	Zein Konsantrasyonu (%)	Amplitüd (%)	Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
1	7,51	34,92	2,00	3,50	171,641	0,115278	94,8297	0,894
2	7,50	25,96	2,00	3,50	176,177	0,112296	94,7753	0,892
3	7,60	25,00	2,20	3,50	177,441	0,111354	94,7506	0,891
4	7,54	25,36	2,16	3,50	177,385	0,111892	94,7406	0,89
5	7,50	25,00	2,00	3,59	175,346	0,110064	92,8368	0,888

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; zein konsantrasyonu %7,51, amplitüd değeri %35, sonikasyon süresi 2dk ve ekstrakt oranı 3,50 mg/ml olacak şekilde ultrasonik homojenizasyon üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.100’de verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.101’de görülmektedir.

Çizelge 4.100. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	165,050	0,106	95,055
2	171,470	0,114	95,102
3	168,400	0,105	95,096
4	170,853	0,119	95,128
5	167,305	0,105	95,102
Ortalama	168,616	0,110	95,096
Modelden Tahminlenen	171,641	0,115	94,830

Çizelge 4.101. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	P-Değeri
Partikül boyutu (nm)	171,64	168,616±2,63	2,63	-3,03	-1,80	0,062
Polidispersite indeksi (%)	0,115	0,110±0,01	0,01	-0,01	-4,55	0,129
Enkapsülasyon etkinliği (%)	94,83	95,096±0,03	0,03	0,27	0,28	0,00

Doğrulama denemeleri sonucunda ultrasonik homojenizasyon yöntemi ile elde edilen ve sığla kabuğu ekstaktı içeren nanopartiküllerin analiz sonuçlarına göre partikül boyutu ve polidispersite indeksi değeri modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, istatistiksel olarak da aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Enkapsülasyon etkinliği için optimum noktada üretilen örneklerde enkapsülasyon etkinliği biraz daha düşük olsa da elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar içerisindedir. Benzer durumla nanoçöktürme yöntemi ile nanopartiküllerin optimizasyonunda da karşılaşılmıştır.

Gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar Çizelge 4.102’de verilmiştir. Uygun nanopartikül üretim yönteminin belirlenmesi amacıyla her üç yöntem için de optimum nokta koşulları ve yanıtlar karşılaştırma yapmak amacıyla aynı çizelgede verilmiştir. Sonuçlar kıyaslandığında, yanıt olarak seçilen enkapsülasyon etkinliğinin her üç yöntem içinde birbirine oldukça yakın olduğu gözlenmiştir. Yanıt olarak incelenen bir diğer önemli parametre olan partikül boyutu ise nanoçöktürme yöntemi kullanılarak elde edilen nanopartiküllerde en düşük olduğu ve devamında homojenizasyon yönteminin olduğu görülmüştür. Ancak, nanoçöktürme yöntemi için modelin desirability yaklaşımı %85 in altında olduğundan tercih edilmemiştir. Yüksek hızda homojenizasyon yöntemi ultrasonik homojenizasyona kıyasla daha düşük partikül boyutu ve yüksek enkapsülasyon etkinliği gösterdiği için bu yöntemin daha uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Çizelge 4.102. Sığla ekstraktı içeren ve üç farklı yöntem kullanılarak üretilen nanopartiküllerin özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilen optimizasyon işlemi sonucunda belirlenen optimum noktalar.

Yöntem	Zein Konsantrasyonu (%)	Karıştırma Hızı (rpm)/ Homojenizasyon Hızı (rpm)/ Amplitüd (%)	Akış Hızı (ml/s)/ Süre (dk)	Ekstrakt Oranı (%)	Partikül Boyutu (nm)	Polidispersite İndeksi (%)	EE (%)	Desirability
Nanoçöktürme	9,24	772,55	1,2	3,5	143,144	0,115	95,252	0,769
Homojenizasyon	7,5	8249,99	4,31	3,5	163,402	0,145	95,231	0,846
Ultrasonik	7,51	34,92	2	3,5	168,616	0,110	95,096	0,894

4.3. Kompozit Film Materyallerinin Seçimi

4.3.1. Kompozit Filmlerin Su Buharı Geçirgenliği

Filmlerin su buharı geçirgenliği, 25°C’ de test kabının iç kısmının %0 ve dış ortamın %75 bağıl nem olduğu ortam koşullarına göre hesaplanmıştır. Toplam kuru madde miktarı %10 ve gliserol içeriği %15 olan farklı karbonhidrat ve protein kompozitlerinin oluşturduğu filmlerin su buharı geçirgenlikleri karşılaştırılarak karbonhidrat ve protein çeşidinin etkisi incelenmiştir. Çizelge 4.103’te farklı karbonhidratlar ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerinin su buharı geçirgenlik değerleri g/m.s.Pa ve g.mm/m².h.kPa olarak verilmiştir. Elde edilen kompozit film örneklerinin kalınlık değerleri 0,16-0,30 mm aralığında değişmektedir. Aynı kuru madde miktarına sahip olan filmlerin dökme miktarı eşit olduğundan kalınlık değerlerinin birbirine oldukça yakın veya aynı değerlerde olduğu görülmektedir. Bu durum film üretiminin homojen bir şekilde sağlandığını göstermektedir.

Karboksimetil selülozun sağladığı yüksek viskozite nedeniyle akışkan olmayan ve jel kıvamında bir karbonhidrat çözeltisi elde edilmiştir. Karboksimetil selülozun homojenizatörde karıştırılarak çözülmesi esnasında artan viskozite nedeniyle hava kabarcıkları oluşmuştur. Bu hava kabarcıkları film çözeltisinde çok fazla miktarda baloncuk olarak karşımıza çıkmaktadır. Yine yüksek viskozite nedeniyle bu baloncuklar ultrasonikasyon ile de uzaklaştırılamamıştır. Karboksimetil selüloz çözeltisinin jelatin çözeltisine aktarıldıktan sonra homojen hale gelen yapısı Şekil 4.26’da görülmektedir. Bu nedenle %10 kurumadde oranında ve 10:90 KH:PRO oranında karboksimetil selüloz-jelatin kompozit filmleri elde edilememiştir. Bunun yerine daha düşük karbonhidrat oranı ve daha düşük kurumadde değerlerinde karboksimetil selüloz-jelatin kompozit filmlerinin üretimleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.26. %10 KM ve %15 gliserol içeren 10:90 KH:PRO oranına sahip olan karboksimetil selüloz-jelatin kompozit film çözeltisi.

Çizelge 4.103. Farklı karbonhidratlar ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin kalınlık ve su buharı geçirgenlik değerleri.

Kompozit Film Tipi	Kuru Madde Miktarı	KH:PRO, Gliserol Mikrarı	Film Kalınlığı (mm)	Su Buharı Geçirgenliği	
				(g/m.s.Pa) x 10 ⁻¹⁰	(g.mm/m ² .h.kPa)
Pektin-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,28 ± 0,01	1,37 ± 0,01	0,49 ± 0,01
Aljinat-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,29 ± 0,01	1,49 ± 0,15	0,54 ± 0,05
CMC-Jelatin	10 %	10:90, 15%	*	*	*
	10 %	5:95, 15%	0,28 ± 0,01	1,24 ± 0,09	0,45 ± 0,03
	10 %	2,5:97,5, 15%	0,29 ± 0,01	1,23 ± 0,15	0,44 ± 0,05
	5 %	10:90, 15%	0,16 ± 0,01	0,96 ± 0,08	0,35 ± 0,03
Pektin- NaK	10 %	10:90, 15%	0,26 ± 0,05	0,91 ± 0,04	0,33 ± 0,01
Aljinat- NaK	10 %	10:90, 15%	0,30 ± 0,03	1,09 ± 0,09	0,39 ± 0,03

*Film elde edilememiştir.

Jelatin bazlı kompozit filmlerin su buharı geçirgenlik değerleri $0,96 \times 10^{-10}$ ve $1,37 \times 10^{-10}$ g /m.s.Pa aralığında bulunmuştur. Filmlerin kuru madde miktarı (%10) ve dökme miktarı sabit tutulduğundan filmlerin kalınlık değerlerinin birbirlerine oldukça yakın olması, su buharı geçirgenliklerindeki farklılıkların film kalınlığı dışındaki faktörlerden etkinliğinin göstergesidir. Düşük su buharı geçirgenliği, film matrisi içindeki karbonhidrat ve protein arasındaki interaksiyonlar ile açıklanabilir. %10 kuru madde içeren jelatin bazlı kompozit filmlerden aljinat-jelatin kompozit filmleri en yüksek su buharı geçirgenliği göstermiştir. Aljinat-jelatin kompozit filmlerinin ardından yine yüksek su buharı geçirgenliği ile pektin-jelatin kompozit filmleri yer almaktadır. Hidrofilik polimerlerden biri olan aljinat yüksek su tutma kapasitesine sahiptir. Bu nedenle su buharı geçirgenliği pektin bazlı filmlere göre daha yüksektir. Literatürde yapılan çalışmalarda selüloz, pektin, aljinat ve karagenan gibi maddelerden elde edilmiş yenilebilir filmler daha güçlü bir yapıya sahip olmasına rağmen,

su buharı bariyer özelliklerinin hidrofilik özellikleri nedeniyle zayıf olduğu belirtilmektedir (Tanaka vd., 2001).

Aljinat ve pektin karbonhidratlarına kıyasla karboksimetilselüloz (CMC) çok yüksek viskoziteye sahip olduğundan kompozit filmler aynı koşullarda elde edilememiştir. Filmlerde sabit tutulan 10:90 olan CHO:PRO oranı ile CMC-jelatin filmleri elde edilemediğinden, karbonhidrat oranı düşürülerek 5:95 ve 2,5:97,5 KH:PRO oranlarında üretilen ve toplam kuru madde miktarı 10%olan CMC-jelatin kompozit filmleri ile karşılaştırılmıştır. CMC-jelatin kompozit filmleri pektin ve aljinata kıyasla daha düşük su buharı geçirgenliği göstermiştir. Ancak CMC kompozit filmlerinde karbonhidrat oranının daha düşük olduğu göz ardı edilmemelidir. Protein oranının daha yüksek ve karbonhidrat oranının daha düşük olması nedeniyle su buharı geçirgenliği bir miktar sınırlandırılmıştır. CMC-jelatin filmlerinde gerçekleştirilen diğer üretimlere göre film formülasyonunda azalan CMC oranına bağlı olarak filmlerin su buharı geçirgenliği azalma göstermiştir. Benzer şekilde filmlerin toplam kuru madde miktarındaki azalmaya bağlı olarak su buharı geçirgenliği de azalmıştır. Bu durum karboksimetilselülozun yüksek hidrofilik yapısına bağlıdır. Film bileşiminde bulunan CMC miktarının artması sonucu hidrofilik yapıdaki bu bileşikler suyu bağlayarak yüksek su tutma özelliği göstermektedir. CMC-jelatin filmlerinin su buharı geçirgenlik değeri, $0,96 \times 10^{-10}$ ve $1,37 \times 10^{-10}$ g /m.s.Pa aralığında belirlenmiştir. Mu vd. (2012) tarafından yapılan çalışmada jelatin filmlerinde dialdehit karboksimetil selüloz (DCMC) çapraz bağlama maddesi olarak kullanılarak dökme yöntemi ile elde edilen %5 ile %30 aralığında gliserol içeren jelatin-DCMC filmlerinin su buharı geçirgenlikleri $1,49 \times 10^{-10}$ g.m/m².s.Pa ile $2,27 \times 10^{-10}$ g.m/m².s.Pa aralığında bulunmuştur. DCMC içeren jelatin filmlerin su buharı geçirgenliklerinin plastikleştirilmiş jelatin filmler için bildirilenden daha düşük olduğu belirtilmiştir. DCMC çapraz bağlama ile jelatin filmlerinde sıkı protein ağları oluşturduğu ifade edilmektedir (Mu vd., 2012). Analizler sonucu CMC-jelatin kompozit filmlerinde belirlenen su buharı geçirgenlik değerlerinin literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin su buharı geçirgenlik değerleri $0,91 \times 10^{-10}$ ve $1,09 \times 10^{-10}$ g /m.s.Pa bulunmuştur. Jelatin bazlı kompozit filmlere kıyasla sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin su buharı geçirgenliklerinin daha düşük olduğu görülmektedir. Özellikle pektin-sodyum kazeinat kompozit filmleri tüm örnekler arasında en düşük su buharı geçirgenliğine sahip olmuştur. Kompozit filmlerden aljinat ve pektin bazlı filmler karşılaştırıldığında, hidrofilik yapı farklılıklarına bağlı olarak aljinatın su

moleküllerini bağlayarak pektine kıyasla daha fazla su buharı geçişine izin verdiği görülmektedir. Jelatin ve sodyum kazeinat olmak üzere her iki tip protein ile elde edilen kompozit filmlerde pektin bazlı filmler aljinat bazlı filmlerde daha düşük su buharı geçirgenliği sağlamıştır.

Çizelge 4.104. Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin kalınlık ve su buharı geçirgenlik değerleri.

Kompozit Film Tipi	Kuru Madde Miktarı	KH:PRO, Gliserol Mikrarı	Film Kalınlığı (mm)	Su Buharı Geçirgenliği	
				(g/m.s.Pa) x 10 ⁻¹⁰	(g.mm/m ² .h.kPa)
Aljinat-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,29 ± 0,01	1,49 ± 0,15	0,54 ± 0,05
	7,5 %	10:90, 15%	0,23 ± 0,08	0,91 ± 0,12	0,33 ± 0,04
	5 %	10:90, 15%	0,16 ± 0,01	0,72 ± 0,04	0,26 ± 0,02
Pektin-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,28 ± 0,01	1,37 ± 0,01	0,49 ± 0,01
	7,5 %	10:90, 15%	0,22 ± 0,03	0,75 ± 0,06	0,27 ± 0,02
	5 %	10:90, 15%	0,15 ± 0,02	0,59 ± 0,07	0,21 ± 0,02
Pektin-NaK	10 %	10:90, 15%	0,26 ± 0,05	0,91 ± 0,04	0,33 ± 0,01
	10 %	10:90, 20%	0,29 ± 0,01	0,97 ± 0,05	0,35 ± 0,02
	7,5 %	10:90, 20%	0,23 ± 0,03	0,92 ± 0,01	0,33 ± 0,04
Aljinat-NaK	10 %	10:90, 15%	0,30 ± 0,03	1,09 ± 0,09	0,39 ± 0,01
	10 %	10:90, 20%	0,25 ± 0,03	1,30 ± 0,11	0,47 ± 0,04
	7,5 %	10:90, 20%	*	*	*

*Film elde edilememiştir.

Kompozit filmlerde literatüre göre oldukça yüksek kuru madde miktarında çalışılmıştır. Filmlerin daha iyi özelliklere sahip olabileceği kuru madde miktarı ve gliserol oranının belirlenmesi amacıyla, film gereksinimine bağlı olarak farklı kuru madde ve gliserol miktarları ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmleri özellikleri incelenmiştir. Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin kalınlık ve su buharı geçirgenlik değerleri Çizelge 4.104'te sunulmuştur. Sonuçları karşılaştırmak amacıyla daha önce analiz edilen %10 kuru madde ve %15 gliserol oranına sahip olan sodyum kazeinat ve jelatin kompozit filmlerinin belirlenen su buharı geçirgenlik değerlerine de çizelgede yer verilmiştir. Sodyum kazeinat bazlı kompozit film örneklerinin kalınlık değerleri 0,23-0,30 mm aralığında belirlenmiştir. Jelatin bazlı kompozit filmlerin kalınlık değerleri 0,15 ile 0,29 mm aralığında değişmektedir. Film dökme miktarı eşit olduğundan beklendiği gibi filmlerde kuru madde miktarı azaldıkça film kalınlığında azalma görülmüştür.

Filmlerin su buharı geçirgenlik değerleri incelendiğinde, %10 kuru madde miktarında aljinat ve pektin ile oluşturulan jelatin bazlı kompozit filmlerin su buharı geçirgenliğinin diğer örneklerle kıyasla daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Ancak, aljinat ve pektin ile oluşturulan kompozit filmlerde gliserol oranı değiştirilmeden kuru madde miktarının azalması (<%10) sonucu su buharı geçirgenliğinde azalma tespit edilmiştir. Genel olarak %10 kuru madde miktarında kompozit filmlerin su buharı geçirgenlik değerleri birbirine yakın iken, %7,5 kuru madde miktarında çalışıldığında en düşük su buharı geçirgenliği pektin-jelatin kompozit filmlerinde belirlenmiştir. Su buharı geçirgenliği %5 kuru madde miktarına sahip olan pektin-jelatin filmlerinde en düşük değer olarak $0,59 \times 10^{-10}$ g/m.s.Pa belirlenirken, bunu $0,72 \times 10^{-10}$ g/m.s.Pa değeri ile %5 kuru madde miktarına sahip olan aljinat-jelatin filmleri takip etmektedir. Kompozit filmlerden aljinat ve pektin bazlı filmler karşılaştırıldığında, hidrofilik yapı farklılıklarına bağlı olarak aljinatın su moleküllerini bağlayarak pektine kıyasla daha fazla su buharı geçişine izin verdiği görülmektedir.

Sodyum kazeinat filmlerinin su buharı geçirgenliği incelendiğinde, aljinat-sodyum kazeinat kompozit filmlerinin su buharı geçirgenliği %15 gliserol içeren filmlerde $1,09 \times 10^{-10}$ g/m.s.Pa, %20 gliserol içeren filmlerde $1,30 \times 10^{-10}$ g/m.s.Pa olarak tespit edilmiştir. Aljinat-sodyum kazeinat kompozit filmlerinde gliserol miktarı arttıkça su buharı geçirgenliğinde de artış gözlemlenmiştir. Benzer şekilde pektin-sodyum kazeinat kompozit filmlerinde de gliserol miktarı arttıkça su buharı geçirgenliğinde artış gözlemlenmiştir. Gliserol vb. plastikleştirici ajanların su buhar geçirgenliği arttırdığı bilinmektedir. Pektin-sodyum kazeinat kompozit filmlerinin kuru madde miktarının %10'dan %7,5'a düşürülmesi filmlerin su buharı geçirgenliğini etkilememiştir. Ancak, kurumadde miktarında azalma filmlerin mekanik özelliklerini etkilediğinden tüm özellikler bir arada göz önünde bulundurulmalıdır. Elde edilen sonuçlar sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin geçirgenlik özelliklerinin daha çok gliserol miktarından etkilendiğini göstermiştir. Jelatin bazlı kompozit filmlerde ise film formülasyonuna bağlı olarak değişen geçirgenlik özellikleri elde edilebilmektedir. Düşük su buharı geçirgenliği tercih edildiğinden aljinat veya pektin karbonhidratları ile jelatinin düşük kuru madde miktarlarında oluşturduğu kompozit filmlerin beklenen özelliklere sahip olduğu görülmektedir.

Literatürde yapılan çalışmalarda, sodyum kazeinat filmlerinin sahip olduğu zayıf su buharı geçirgenliğini geliştirmek için farklı karbonhidrat veya proteinler ile kompozit yapıda geliştirilen sodyum kazeinat filmlerin özellikleri araştırılmaktadır. Chambi ve Grosso (2006) tarafından jelatin ile 75:25 (kazein:jelatin) oranında ve çapraz bağlı proteinlerin

eldesini için transglutaminaz kullanılarak oluşturulan kazein-jelatin kompozit filmleri düşük su buharı geçirgenliği göstermiştir. Tek başına jelatin veya kazeinden elde edilen filmler karşılaştırıldığında sodyum kazeinat bazlı filmlerin su buharı geçirgenliklerinin jelatin bazlı filmlerden daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu durumun her iki proteinin sahip olduğu protein ağının organizasyon derecesi ile ilgili olduğu ve kazein filmlerinde polimerik matrisin daha az organizasyonunun gerçekleştiği ön görülmektedir (Chambi ve Grosso, 2006).

4.3.2. Kompozit Filmlerin Mekanik Özellikleri

Gıda ambalajlama veya kaplama uygulamalarında kullanılacak olan biyokompozit filmlerde önem taşıyan bir diğer özellik ise mekanik özellikleridir. Ürünü koruyabilmek için, ambalajın uygulanması, taşınması ve depolanması sırasında mekanik strese dayanması gerekmektedir. Geliştirilen filmler bir gıda, kağıt veya karton üzerine kaplama olarak uygulandığında, kaplanmış olan nesne film için destek sağlayarak mekanik dayanıklılığı için gereksinimleri azaltabilmektedir (Mikkonen ve Tenkanen, 2012). Bunun yanı sıra, film materyalinin tek başına gıda ambalajlama da kullanımı sahip olduğu çekme gerilimi ve uzama kabiliyetine bağlıdır. Biyobozunur filmlerin mekanik performansının iyileştirilmesi, kompozit yapı oluşturma, diğer polimerlerle karıştırma, plastikleştirici ajanların ilavesi veya nano boyutlu malzemelerle karıştırma gibi çeşitli yöntemlerle sağlanabilir. Polisakkaritlerden film eldesi plastikleştirici eklenmeden başarılı bir şekilde sağlandığında, filmler güçlü ve sert yapıda olabilir, ancak aynı zamanda kırılgan yapıdadır. Bu özellikler, esnek filmlerin oluşumu için gerekli olan uygun bir plastikleştirici eklenerek ayarlanabilir (Mikkonen vd., 2009).

Jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri Çizelge 4.105'te gösterilmiştir. Kompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri 22,25 ile 51,94 MPa aralığında değişmektedir. Jelatin-CMC filmlerinde daha önce belirtilen deneme desenine göre 4 farklı formülasyonda gerçekleştirilen film denemelerinin sonuçları yer almaktadır. Diğer kompozit filmlere kıyasla jelatin-CMC kompozit filmleri oldukça yüksek çekme gerilimi değerlerine sahiptir. Bu durum film bileşiminde bulunan selülozun farklı kristal yapısından kaynaklanmaktadır. Selüloz lineer bir polimer olup zincir şeklinde glikoz moleküllerden oluşmaktadır ve yapısında selüloz

liflerini birleştiren çok miktarda içerisinde ve moleküller arasında hidrojen bağının varlığı nedeniyle suda çözünmez olduğu bildirilmektedir (Swatloski vd. 2002). Jelatin-CMC kompozit filmlerin karboksimetil selülozun bu özellikleri nedeniyle daha dayanıklı olduğu görülmektedir. Filmlerin kopma noktasındaki uzama değerleri jelatin-CMC filmleri için diğer filmlere göre daha düşük olup 66,13 ile 90,49 %aralığında belirlenmiştir. Bununla birlikte, jelatin-CMC kompozit filmlerinde CMC miktarı azaldıkça kopma anındaki uzama değerlerinde artış meydana gelmiştir. Tarımsal bir atık olan mısır koçanından ayrıştırılan selüloz ve hemiselüloz bazlı filmlerin çekme gerilimi ve uzama (%) değerleri sırasıyla 36,9-56,0 MPa ve %1,4-3,8 aralığında bulunmuştur (Ergün, 2014). Başka bir çalışmada ayçiçeği sapından ekstrakte edilen selülozdan karboksimetil selüloz (CMC) sentezi gerçekleştirilerek elde edilen filmlerin ağırlıkça farklı selüloz:sodyum mono klor asetat oranında sentezlenen CMC ile hazırlanan gliserin katkılı film örneklerinin 9,09 ile 21,66 MPa aralığında çekme dayanımına ve 20,88 ile 84,60 % kopma noktasında uzama değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir (Tufan, 2017).

Jelatinin aljinat ve pektin ile oluşturduğu kompozit filmler birbirine yakın mekanik özellikler göstermiştir. Jelatin-aljinat kompozit filmlerinin az farkla daha yüksek çekme gerilimi ve kopma noktasında uzama değerine sahip olduğu görülmüştür. Film mukavemetinin yanı sıra filmlerin kopma öncesindeki uzama kabiliyeti (%) film esnekliğini göstermektedir. Üretilen tüm kompozit filmler arasında en yüksek uzama kabiliyetine sahip olan jelatin-aljinat kompozit filmleri olmuştur. Literatür ile karşılaştırıldığında filmlerin uzama yüzdelерinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Ancak literatürde yapılan çalışmalarda kuru madde miktarının düşük olması ve gliserol oranının daha yüksek olması nedeniyle farklılıklar olabilir. Dou vd. (2018) tarafından %20 gliserol içeren ve %4 (w/v) jelatin çözeltisine ağırlıkça %3'ü kadar aljinat ilavesiyle elde edilen jelatin-aljinat kompozit filmlerinin çekme gerilimi 39,14 MPa ve uzama yüzdesi %17,31 olarak belirlenmiştir. Aynı film formülasyonuna çay polifenollerinin ilavesi ile elde edilen aktif filmlerin çekme gerilimi 44,72 ile 72,05 MPa aralığında değişmekte olup çay polifenollerinin konsantrasyonu arttıkça filmlerin çekme gerilimi de artış göstermiştir. Aktif filmlerin uzama yüzdesi ise %12,93 ile 16,47 aralığında değişmiştir ve çekme geriliminin aksine çay polifenollerinin konsantrasyonu arttıkça filmlerin uzama yüzdesinde azalma göstermiştir.

Çizelge 4.105. Farklı karbonhidratlar ve proteinler ile elde edilen kompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri.

Kompozit Film Tipi	Kuru Madde Miktarı	KH:PRO, Gliserol Miktarı	Çekme Gerilimi (MPa)	Kopma Noktasında Uzama (%)
Pektin-Jelatin	10 %	10:90, 15%	28,37 ± 1,07	98,09 ± 9,37
Aljinat-Jelatin	10 %	10:90, 15%	32,21 ± 4,42	111,50 ± 2,65
CMC-Jelatin	10 %	10:90, 15%	*	*
	10 %	5:95, 15%	35,03 ± 6,22	66,13 ± 1,50
	10 %	2,5:97,5, 15%	51,94 ± 1,50	79,07 ± 3,43
	5 %	10:90, 15%	42,99 ± 4,70	90,49 ± 4,75
Pektin- NaK	10 %	10:90, 15%	22,25 ± 3,43	75,46 ± 4,66
Aljinat- NaK	10 %	10:90, 15%	22,82 ± 1,95	71,10 ± 3,57

*Film elde edilememiştir.

Sodyum kazeinat bazlı kompozit filmler, jelatin bazlı kompozit filmlere kıyasla daha düşük çekme gerilimi ve kopma noktasında uzama yüzdesine sahip olmuştur. Film yapısı oldukça kırılğan olup, çekme gerilimi sırasıyla pektin-sodyum kazeinat ve aljinat-sodyum kazeinat fimlerinde 22,25 ve 22,82 MPa olarak tespit edilmiştir. Benzer şekilde uzama yüzdesi değerleri de birbirine yakındır. Kristo vd. (2008) çeşitli antimikrobiyal bileşikleri sodyum kazeinat bazlı filmlere ilave ederek film özelliklerini incelemişlerdir. Antimikrobiyal madde içermeyen, %25 sorbitol içeren ve %7,5 (w/w) sodyum kazeinat içeren filmlerin çekme gerilimi 63 MPa iken %10 sodyum laktat içeren aynı filmlerde 38MPa çekme gerilimi belirlenmiştir. Çalışmamızda elde edilen sodyum kazeinat filmlerin çekme geriliminin daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durum düşük gliserol oranında ve yüksek kuru madde miktarında çalışılması sebebiyle arzu edilen film ağ yapısının elde edilememesinden kaynaklanmaktadır. Kazeinat bazlı kompozit filmlerin mekanik özellikleri, görsel özellikleri gibi yetersiz bulunmuştur.

Çizelge 4.106. Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri.

Kompozit Film Tipi	Kuru Madde Miktarı	KH:PRO, Gliserol Mikrarı	Çekme Gerilimi (MPa)	Kopma Noktasında Uzama (%)
Aljinat-Jelatin	10 %	10:90, 15%	32,21 ± 4,42	111,50 ± 2,65
	7,5 %	10:90, 15%	31,56 ± 3,24	96,62 ± 5,43
	5 %	10:90, 15%	28,86 ± 4,16	103,69 ± 5,72
Pektin-Jelatin	10 %	10:90, 15%	28,37 ± 1,07	98,09 ± 9,37
	7,5 %	10:90, 15%	36,74 ± 3,92	99,60 ± 3,82
	5 %	10:90, 15%	42,93 ± 2,14	82,27 ± 3,20
Pektin-NaK	10 %	10:90, 15%	22,25 ± 3,43	75,46 ± 4,66
	10 %	10:90, 20%	14,29 ± 1,85	81,15 ± 1,96
	7,5 %	10:90, 20%	15,50 ± 1,72	71,19 ± 4,69
Aljinat-NaK	10 %	10:90, 15%	22,82 ± 1,95	71,10 ± 3,57
	10 %	10:90, 20%	12,81 ± 2,16	73,45 ± 4,75
	7,5 %	10:90, 20%	*	*

*Film elde edilememiştir.

Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) ve kopma noktasında uzama (%) değerleri Çizelge 4.106'da sunulmuştur. Kompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri 14,29 ile 42,93 MPa aralığında değişmektedir. Jelatin bazlı aljinat ve pektin ile oluşturulan kompozit filmlerin gliserol oranı sabit (%15) tutularak farklı kuru madde miktarlarının (%10, 7,5 ve 5,0) film özelliklerine etkisi incelenmiştir. Aljinat-jelatin kompozit filmlerinde kuru madde miktarında azalma film çekme geriliminde bir miktar azalma ile sonuçlanmıştır. Pektin-jelatin kompozit filmlerinde ise kuru madde miktarında azalma film çekme geriliminde artış ile sonuçlanmıştır. Analizler sonucunda en yüksek film gerilimi %5 kuru maddeye sahip olan ve %15 gliserol içeren pektin-jelatin kompozit filmlerinde 42,93 MPa olarak tespit edilmiştir. Pektin, metilselüloz ve glukomannan bazlı kompozit filmler için bildirilen değerler (Chambi ve Grosso, 2010) ile karşılaştırıldığında, elde edilen çekme kuvveti değerleri ağırlıklı pektin içeren filmlerde gözlemlenene yakın olduğu görülmüştür. Aynı çalışmada, pektin filmlerinin çekme kuvveti 51,1 MPa iken, 0,5:0,5 oranında oluşturulan metilselüloz-pektin kompozit filmlerinin çekme gerilimi 42,7 MPa olarak bulgulanmıştır. Bermúdez-oria vd. (2017) tarafından toplamda %5 (w/v) olacak şekilde eşit miktarda pektin ve balık jelatini, ve 0,5 g/g polimer konsantrasyonunda gliserol içeren pektin-jelatin kompozit filmlerinde çekme kuvveti 9,54 MPa olarak belirlenmiştir. Farklı çalışmalarda elde edilen çekme gerilimi değerlerindeki farklılıklar kullanılan jelatin tipinin farklı olması,

gliserol oranı farklılıkları, film dökme miktarındaki farklılıklar sebep olmaktadır. Jelatinin aljinat ve pektin ile oluşturduğu kompozit filmler birbirine yakın mekanik özellikler göstermiştir. Jelatin-aljinat kompozit filmlerinin daha yüksek kopma noktasında uzama değerine sahip olduğu, jelatin-pektin kompozit filmlerinin daha yüksek çekme gerilimi değerine sahip olduğu görülmüştür. Pektin-sodyum kazeinat filmlerinde en yüksek çekme gerilimi 22,25 MPa olarak %10 kuru maddeye sahip olan ve %15 gliserol içeren filmlerde elde edilmiştir. Filmlerin kırılkan yapısını iyileştirmek amacıyla gliserol oranı %20'ye çıkarıldığında çekme gücü azalmıştır. Benzer şekilde kuru madde miktarının azalması da çekme gerilimini azalmasına neden olmuştur. Düşük konsantrasyonlarda sodyum-kazeinat filmlerinin zayıf tekstürel özelliklere sahip olduğu görülmüştür. Bununla birlikte, jelatin kompozit filmleri, sodyum kazeinat kompozit filmleri ile kıyaslandığında daha yüksek çekme gerilimi ve uzama değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Bu durum jelatinin sahip olduğu üçüncül yapı ile açıklanmaktadır. Bu yapı daha sonra üçlü sarmal, çapraz bağlı kuaterner yapı oluşturur. Doğal polimerler arasında, jelatin doğrusal yapısı, oldukça sınırlı monomer bileşimi ve polidispersitesi nedeniyle sentetik bir polimere en çok benzeyen proteinlerinden biri olmaktadır (Cao vd., 2017).

4.3.3. Kompozit Filmlerin Opaklık Değeri

Hedeflenen kompozit filmlerin gıda ambalajlamada kullanılabilmesi açısından kabul edilebilir fiziksel özelliklere sahip olması beklenmektedir. Bunlardan biri olan opaklık değeri, farklı konsantrasyonlarda ve farklı karbonhidrat ve proteinlerden üretilen kompozit yenilebilir filmlerde incelenmiştir. Bu özellik ışık etkisiyle bozulmaların arttığı gıda ürünlerinde, ışığı kontrol etmenin önemli olduğu durumlarda, göz önünde bulundurulmalıdır (Vicente vd., 2011). Özellikle yağ içeriği yüksek veya antioksidan açısından zengin gıdalarda oksidasyon reaksiyonlarını katalize eden ışık etkisinin azaltılması amacıyla ışık geçirgenliği düşük ambalaj materyallerine ihtiyaç duyulmaktadır. Aynı zamanda filmlerin bir gıda kaplaması olarak yüzeye uygulanması durumunda da ürünün görsel özellikleri açısından dikkate alınması gereken bir özelliktir.

Opaklık, ışık geçirgenliği ve renk özellikleri doğrudan filmlerin görsel yönüyle ilişkilidir. Polimerlerin şeffaflığı (ışık geçirgenliği) ve opaklığı, morfoloji veya malzemenin molekül ağırlığı ile ilgili kimyasal yapısından kaynaklanmaktadır (Grumezescu ve Butu,

2017). Düşük opaklık değeri yüksek geçirgenlik göstergesi olarak ifade edilmektedir. Ambalaj filmlerinin veya kaplamalarının uygulanacağı gıda çeşidine göre arzu edilen opaklık özelliği farklılık gösterebilir. Örneğin meyve ambalajlama materyalleri için yüksek ışık geçirgenliği ön koşul olmaktadır (Thakur vd., 2016). Kompozit filmlerin opaklık değerleri 0,229 ile 0,580 aralığında değişmektedir (Çizelge 4.107). Sodyum kazeinat kompozit filmlerinin opaklık değerleri jelatin kompozit filmlerinden daha yüksek bulunmuştur. Jelatin jel oluşturma özelliğinin yanı sıra berraklık ve parlaklık kazandırma fonksiyonu ile çeşitli gıda ürünlerinde kullanılmaktadır. Jelatinin denatürasyonu sonucu oluşan pürüzsüz jel yapısı parlak ve berrak bir görünüme sahip olmaktadır (Erge ve Zorba, 2018). Bu nedenle jelatin filmlerinin opaklık değerlerinin düşük olması, başka bir deyişle ışık geçirgenliğinin yüksek olması beklenen bir durumdur. Literatürde yapılan çalışmalarda da benzer şekilde jelatin bazlı filmlerde düşük opaklık değerleri tespit edilmiştir ve filmlere bitkisel yağlar (ayçiçek yağı) dahil edilerek lipit bileşiklerinin saydamlığı azaltması sonucu filmlerin opaklığı artırılmıştır (Pérez-Mateos vd., 2009). Ayrıca filmlere dahil edilebilen doğal antioksidanların da film ışık geçirgenliğini azalttığı ve opaklığı arttırdığı belirtilmiştir. Bitkisel kaynaklardan elde edilen doğal antioksidan bileşikler çok çeşitli kimyasal yapıya sahip olup, bu bileşiklerin ilavesiyle artan opaklık filmlerin ışık bariyer özelliklerini iyileştirmektedir (Grumezescu ve Butu, 2017).

Çizelge 4.107. Farklı karbonhidratlar ve proteinler ile elde edilen kompozit filmlerin opaklık değerleri.

Kompozit Film Tipi	Kuru Madde Miktarı	KH:PRO, Gliserol Mikrarı	Opaklık
Pektin-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,283 ± 0,019
Aljinat-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,262 ± 0,006
CMC-Jelatin	10 %	10:90, 15%	*
	10 %	5:95, 15%	0,260 ± 0,019
	10 %	2,5:97,5, 15%	0,209 ± 0,005
	5 %	10:90, 15%	0,356 ± 0,017
Pektin-NaK	10 %	10:90, 15%	0,580 ± 0,037
Aljinat-NaK	10 %	10:90, 15%	0,535 ± 0,032

*Film elde edilememiştir.

CMC-Jelatin kompozit filmleri incelendiğinde film kuru madde miktarının azalması sonucu filmlerin opaklık değerinde artış gözlenmiştir. Kuru madde miktarındaki azalma sonucu film formülasyonunda bulunan jelatin miktarı daha düşük miktarda yer almaktadır.

Azalan jelatin miktarı sonucu jelatin kaynaklı berraklığın da düşmesiyle filmlerin ışık geçirgenliği azalmıştır. Sodyum kazeinat ise ısıtma sonucu denatürasyona uğrayarak şeffaf olmayan bir film çözeltisi oluşturmaktadır ve bu film materyalinde daha yüksek opaklık ile sonuçlanmaktadır. Thakur vd. (2016) tarafından yapılan çalışmada farklı oranlarda pirinç nişastası, karragenan ve stearik asit içeren filmlerin opaklık değerleri 0,5 ile 1,0 aralığında bulunmuştur. Harper vd. (2013) tarafından jelatin, soya proteini ve peynir altı suyu proteini olmak üzere üç farklı proteinin aljinat ile oluşturmuş olduğu kompozit filmlerin özellikleri incelenmiştir. Jelatin-aljinat kompozit filmleri en yüksek ışık geçirgenliğini gösterirken, ısıtma işlemi uygulanan peynir altı suyu-aljinat kompozit filmleri en düşük ışık geçirgenliğini göstermiştir. Isıtma işlemi uygulanan peynir altı suyu proteini bazlı film örneklerinde gözle görülebilir şekilde protein topaklanması gerçekleşmiştir. Peynir altı suyu proteini bazlı filmler karşılaştırıldığında ısıtma uygulanan filmler beyaz ve opak yapıda iken, ısıtma uygulanmayan filmlerin yarı saydam yapıda olduğu görülmüştür. Çalışmamızda elde edilen kompozit filmlerde belirlenen opaklık değerlerinin literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.108. Farklı kuru madde ve gliserol miktarı ile elde edilen jelatin ve sodyum kazeinat bazlı kompozit filmlerin opaklık değerleri.

Kompozit Film Tipi	Kuru Madde Miktarı	KH:PRO, Gliserol Mikrarı	Opaklık
Aljinat-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,262 ± 0,006
	7,5 %	10:90, 15%	0,344 ± 0,019
	5 %	10:90, 15%	0,519 ± 0,012
Pektin-Jelatin	10 %	10:90, 15%	0,283 ± 0,019
	7,5 %	10:90, 15%	0,459 ± 0,074
	5 %	10:90, 15%	0,498 ± 0,034
Pektin-NaK	10 %	10:90, 15%	0,580 ± 0,037
	10 %	10:90, 20%	0,534 ± 0,050
	7,5 %	10:90, 20%	0,532 ± 0,026
Aljinat-NaK	10 %	10:90, 15%	0,535 ± 0,032
	10 %	10:90, 20%	0,695 ± 0,050
	7,5 %	10:90, 20%	*

*Film elde edilememiştir.

Kompozit filmlerin opaklık değerleri 0,262 ile 0,580 aralığında değişmektedir (Çizelge 4.108). Sodyum kazeinat kompozit filmlerinin opaklık değerleri jelatin kompozit filmlerinden daha yüksek bulunmuştur. Opaklık açısından sodyum kazeinat-pektin kompozit filmlerini, pektin-jelatin kompozit filmleri takip etmektedir. Pektin-jelatin filmlerinde azalan

kurumadde miktarı sonucu filmlerin opaklığında artış gözlemlenmiştir. Bu durum jelatinden gelen berraklık ile ilişkilendirilebilir. Aynı durum aljinat-jelatin kompozit filmlerinde de gözlemlenmiştir. Jelatin bazlı kompozit filmler arasında en yüksek opaklık gösteren %5 kuru maddeye sahip olan aljinat-jelatin kompozit filmleri olmuştur. Jelatin bazlı filmlerde konsantrasyon ve opaklık arasında elde edilen ilişki literatürde de belirtilmektedir. Cao vd. (2007) tarafından soya proteini ve jelatin bazlı kompozit filmler geliştirilmiştir ve filmlerde soya proteini/jelatin oranı 8:2'den 0:10'a değiştiğinde, artan jelatin miktarına bağlı olarak kompozit filmlerin opaklığının azaldığı tespit edilmiştir. Kompozit filmlerin jelatin içeriğini arttırıldığında filmlerde daha az soya proteini parçacıkları yer aldığı ve jelatinin berrak yapısı sonucu filmlerin daha şeffaf hale geldiği belirtilmiştir. Çalışmada belirlenen sadece jelatin bazlı filmlerin opaklık değeri 1,184 olup, soya proteini/jelatin oranı 2:8 olan filmlerin opaklık değeri 2,639 iken, soya proteini/jelatin oranı 8:2 olan filmlerin opaklık değeri ise 5,676 olarak verilmiştir. Soya proteini ilavesi jelatin filmlerinin ışık geçirgenlik özelliklerini sınırlandırmada etkili olmuştur. Benzer şekilde bu çalışmada elde edilen sonuçlar jelatin bazlı kompozit filmlerin ışık geçirgenliklerinin düşük kuru madde oranlarında daha iyi olduğunu göstermiştir.

4.4. Aktif Nanokompozit Filmlerin Karakterizasyonu ve Optimizasyonu

4.4.1. Su Buharı Geçirgenliği

Filmlerde su buharı geçirgenliği, bir veya birden fazla polimerin oluşturmuş olduğu yapının neme karşı bariyer sağlama özelliğini göstermektedir. Su buharı geçirgenliği, suyun gıdadan çevreye transferini belirlediği ve kontrol ettiği için kaplama ve paketleme filmleri için önemli bir kriterdir. Su buharı bariyeri özelliği, özellikle yüksek afiniteye sahip olan biyopolimer bazlı filmler için iyileştirilmesi gereken bir parametredir. Biyopolimer bazlı filmler gıdaya uygulandığında, gıda ile çevre arasındaki nem alışverişini en aza indirmeleri veya bunun tersinin de olması beklenebilir (Júnior vd., 2021; Xu vd., 2020). Filmlerden beklenen su buharı geçirgenliği uygulanacak gıda ürününe göre farklılık göstermektedir. Başta neme duyarlı olan kahve, çay, kuru meyve, kuruyemiş gibi kuru gıdalar olmak üzere birçok gıdada bozulmayı önlemek için su buharına karşı yüksek bariyerli ambalajlar

gerekirken, meyve ve sebzeler gibi taze gıdalarda nispeten su buharı geçirgenliğine bir miktar izin veren ambalaj materyalleri tercih edilmektedir.

Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini (ZNP) içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği değerleri $\text{g.mm/m}^2\cdot\text{h.kPa}$ olarak Çizelge 4.109'da sunulmuştur. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği değerleri 0,20 ile 1,01 $\text{g.mm/m}^2\cdot\text{h.kPa}$ aralığında, sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği değerleri 0,18 ile 0,61 $\text{g.mm/m}^2\cdot\text{h.kPa}$ aralığında, sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği değerleri ise 0,28 ile 0,96 $\text{g.mm/m}^2\cdot\text{h.kPa}$ aralığında değişmektedir. Ekstrakt tiplerine bağlı olarak su buharı geçirgenlik değerlerinin değişim aralığı farklılık göstermektedir. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde su buharı değerlerinin daha düşük seviyelerde olduğu görülürken, sığla ekstraktı bazlı filmlerde ise daha yüksek seviyelerde bulgulanmıştır. Sığla ekstraktının bileşiminde bulunan yağ bazlı bileşenlerin filmlerin su buharı geçirgenliğinde artışa sebep olduğu düşünülmektedir. Ancak film formülasyonunda yer alan sığla ekstraktı oranı düşük miktarda olduğundan beklenen bu etki ileri düzeyde olmamıştır.

Çizelge 4.109. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m².h. kPa).

Deneme No	Su Buharı Geçirgenliği (g.mm/m ² .h.kPa)		
	Kestane Kabuğu Ekstraktı	Sedir Kabuğu Ekstraktı	Sığla Kabuğu Ekstraktı
	Yüklü ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Yüklü ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Yüklü ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	0,63 ± 0,09	0,51 ± 0,06	0,72 ± 0,01
2	0,29 ± 0,01	0,21 ± 0,00	0,39 ± 0,01
3	0,34 ± 0,08	0,27 ± 0,10	0,38 ± 0,01
4	1,01 ± 0,21	0,42 ± 0,01	0,96 ± 0,06
5	0,36 ± 0,07	0,18 ± 0,04	0,42 ± 0,02
6	0,22 ± 0,03	0,26 ± 0,01	0,37 ± 0,01
7	0,68 ± 0,01	0,60 ± 0,02	0,74 ± 0,01
8	0,43 ± 0,11	0,57 ± 0,00	0,53 ± 0,02
9	0,22 ± 0,02	0,17 ± 0,01	0,37 ± 0,03
10	0,20 ± 0,04	0,16 ± 0,01	0,44 ± 0,01
11	0,62 ± 0,05	0,57 ± 0,02	0,50 ± 0,02
12	0,51 ± 0,03	0,59 ± 0,05	0,78 ± 0,01
13	0,26 ± 0,04	0,20 ± 0,02	0,42 ± 0,01
14	0,50 ± 0,05	0,38 ± 0,01	0,46 ± 0,01
15	0,32 ± 0,03	0,31 ± 0,02	0,42 ± 0,01
16	0,35 ± 0,09	0,38 ± 0,01	0,46 ± 0,01
17	0,24 ± 0,03	0,20 ± 0,02	0,43 ± 0,01
18	0,68 ± 0,05	0,49 ± 0,05	0,78 ± 0,01
19	0,60 ± 0,03	0,61 ± 0,02	0,64 ± 0,03
20	0,49 ± 0,01	0,30 ± 0,03	0,49 ± 0,01
21	0,48 ± 0,02	0,29 ± 0,02	0,50 ± 0,01
22	0,50 ± 0,03	0,28 ± 0,05	0,44 ± 0,02
23	0,30 ± 0,03	0,20 ± 0,01	0,33 ± 0,05
24	0,32 ± 0,03	0,27 ± 0,09	0,28 ± 0,01
25	0,54 ± 0,08	0,52 ± 0,10	0,59 ± 0,02
26	0,39 ± 0,01	0,18 ± 0,03	0,44 ± 0,04
27	0,28 ± 0,01	0,18 ± 0,04	0,32 ± 0,01
28	0,30 ± 0,04	0,24 ± 0,09	0,32 ± 0,01

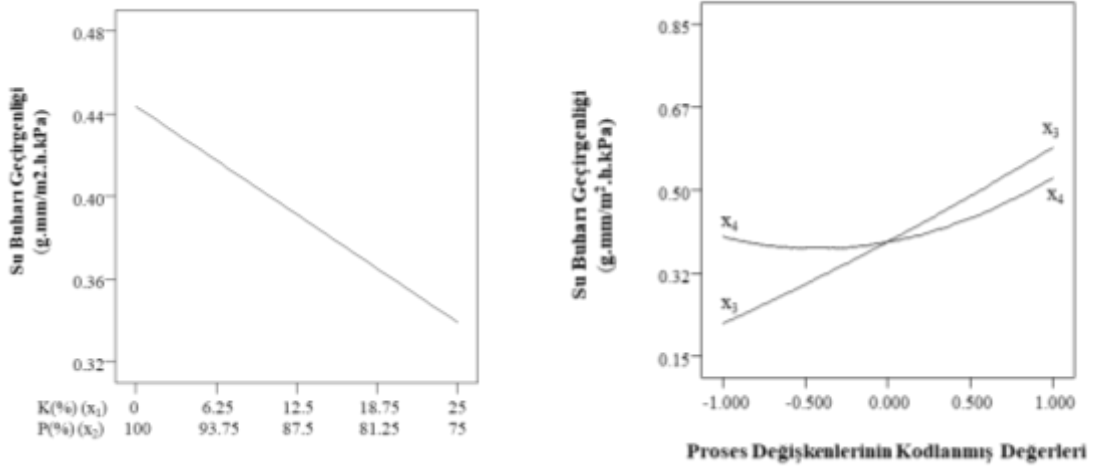
Literatürde yer alan jelatin bazlı nanokompozit film çalışmalarında bulgularan su buharı geçirgenlik değerlerine yakın sonuçlar elde edilmiştir. Ancak film kompozisyonlarındaki farklılıklara bağlı olarak son yıllarda yapılan çalışmalara göre ZNP içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliğinin daha düşük ve daha yüksek olduğu çalışmalar karşımıza çıkmaktadır. Oyeoka vd. (2021) tarafından ağırlıkça %5 ve %10 selüloz nanokristalleri ile zenginleştirilerek elde edilen polivinil alkol-jelatin nanokompozit filmlerinin su buharı geçirgenlikleri sırasıyla $1,89 \times 10^{-6}$ ile $1,64 \times 10^{-6}$ g/m.h.Pa (1,89 ile 1,64 g.mm/m².h.kPa) olarak belirlenmiştir. Selüloz nanokristalleri ile zenginleştirilmeyen polivinil alkol-jelatin kompozit filmlerinin su buharı geçirgenlikleri ise $2,35 \times 10^{-6}$ g/m.h.Pa (2,35 g.mm/m².h.kPa) bulunmuştur. Filmlere ilave edilen nanokristallerin su buharı geçirgenliğinin azaltılmasında olumlu etkisi olduğu ortaya konmuştur. Bu çalışmada elde

edilen ZNP içeren pektin-jelatin bazlı nanokompozit filmlerde bulgularan en yüksek su buharı değeri 1,01 g.mm/m².h.kPa olup, selüloz bazlı nanopartiküller ile zenginleştirilen polivinil alkol-jelatin bazlı nanokompozit filmlere göre daha düşük değerlerde olduğu görülmektedir. Bir diğer çalışmada, bir çeşit gum özütü olan kitre ve jelatin bazlı filmlere %1, %3 ve %5 çinko oksit nanoparçacıkları (ZnO) ilave edilerek elde edilen antimikrobiyal nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenlikleri sırasıyla 7×10^{-7} g/m.h.Pa (0,7 g.mm/m².h.kPa), $6,3 \times 10^{-7}$ g/m.h.Pa (0,63 g.mm/m².h.kPa) ve $5,8 \times 10^{-7}$ g/m.h.Pa (0,58 g.mm/m².h.kPa) olarak belirlenmiştir (Shahvalizadeh vd., 2021). Biyonanokompozit yapılara kıyasla, sentetik nanopartiküller sahip oldukları yüksek kararlılıktaki yapıları sayesinde dahil edildikleri nanokompozit filmlerde daha etkili olmakta ve düşük su buharı geçirgenlikleri değerleri elde edilmektedir. Bu çalışmada geliştirilen doğal biyopolimer bazlı (ZNP-pektin-jelatin) biyonanokompozit filmlerde bulgularan en düşük su buharı değeri 0,18 g.mm/m².h.kPa olup, doğal polimerler ve bileşenler kullanarak da oldukça düşük su buharı geçirgenliği değerlerine ulaşılabilirdiği görülmektedir.

Kestane kabuğu, sedir kabuğu ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m².h.kPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini incelemek amacıyla istatistik analizler sonucu elde edilen ANOVA tabloları ve pertürbasyon grafikleri aşağıda sunulmuştur. Pertürbasyon grafiklerinde karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği gliserol ve zein nanopartikülleri oranları orta nokta değerlerinde (X₃: %15, X₄: %7,5) iken, proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafiği ise karbonhidrat ve protein oranları orta nokta değerlerinde (X₁: %12,5, X₂: %87,5) baz alınarak design expert programından elde edilmiştir.

Çizelge 4.110. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m².h.kPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Su Buharı Geçirgenliği (g.mm/m ² .h.kPa)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	0,86	< 0,0001
Lineer Karışım	1	0,013	0,1295
X ₁ X ₃	1	0,46	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	0,076	0,0015
X ₂ X ₃	1	0,13	0,0001
X ₂ X ₄	1	5,565E-003	0,3158
X ₁ X ₃ X ₄	1	0,042	0,0118
X ₂ X ₃ X ₄	1	2,083E-009	0,9995
X ₁ X ₃ ²	1	0,013	0,1353
X ₁ X ₄ ²	1	0,016	0,1020
X ₂ X ₃ ²	1	5,271E-003	0,3285
X ₂ X ₄ ²	1	3,486E-003	0,4245
Kalıntı	16	0,083	
Model uygunsuzluğu	11	0,074	0,0782
Saf hata	5	8,992E-003	
Toplam	27	0,94	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), <i>p</i> <0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,912	
R ² _{adj}		0,851	
C.V. %		16,68	
Yeterli tahminleme		15,58	



Şekil 4.27. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafiği.

Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine ANOVA sonuçları (Çizelge 4.110) incelendiğinde gliserol oranının hem karbonhidrat hem de protein oranı ile beraber etkisinin önemli ($p < 0,05$) olduğu bulgulanmıştır. Bununla birlikte, proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafiği (Şekil 4.27) de gliserol oranının su buharı geçirgenliği üzerine liner (doğrusal) etkisi olduğunu ortaya koymaktadır. Dolayısıyla gliserol oranının filmlerin su buharı geçirgenliği üzerinde anlamlı etkiye sahip olduğu görülmektedir. Bu etki literatür ile uyumlu ve beklenen bir durumdur. Yapılan birçok çalışmada biyokompozit filmlerde gliserol oranı arttıkça filmlerin su buharı geçirgenliğinin arttığı belirtilmektedir. Souza vd. (2012) tarafından kasava nişastası bazlı filmlere farklı oranlarda gliserol ve nanokil ilavesinin biyobozunur filmlerin geçirgenlik özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Nanokil içeren ve içermeyen film üretimlerinin her ikisinde de gliserol içeriğindeki artış su buharı geçirgenliğinde önemli ölçüde artışa neden olmuştur. Bunun yanı sıra filmlerin oksijen geçirgenliği de benzer şekilde etkilenmiştir. Nano yapıların ilavesinden bağımsız olarak düşük gliserol içeriğine sahip olan filmler daha iyi su buharı ve oksijen bariyeri oluşturduğu görülmüştür. Gliserol hidrofilik yapıda nispeden küçük bir molekül olarak bilinmektedir. Azalan moleküller arası çekimler ve artan moleküler hareketlilik su buharının geçişini kolaylaştırmaktadır (Rodríguez vd., 2006). Bu nedenle gliserol gibi plastikleştirici konsantrasyonunun film özelliklerine göre uygun oranda seçilmesi gerekmektedir.

Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği (Şekil 4.27.) incelendiğinde ortalama gliserol değerlerinde protein oranının artması ve buna bağlı olarak karbonhidrat oranının azalması su buharı geçirgenliğini arttırmıştır. Ancak, düşük gliserol oranlarında protein oranının artması su buharı geçirgenliğini arttırırken, yüksek gliserol oranlarında ise karbonhidrat oranının artması su buharı geçirgenliğini arttırmaktadır. Bu nedenle genel olarak karbonhidrat ve proteinin oranının artması su buharı geçirgenliğinin yükselmesine neden olmaktadır. Bu durum film üretiminde yer alan pektin ve jelatinin özellikleri ile ilişkilendirilebilir. Genel olarak su buharı geçirgenliği değerinin film formülasyonunda yer alan hidrofilik yapılar ile doğrudan ilişkili olduğu literatürde belirtilmektedir. Film yapısından su buharının geçişi genellikle hidrofilik yapılar yoluyla gerçekleşmektedir ve bu nedenle film bileşiminde yer alan bileşenlerinin hidrofilik-hidrofobik oranına bağlı olarak su buharı değeri değişiklik göstermektedir (Rojas-Graü vd., 2006). Gouna vd. (2007) protein konsantrasyonundaki

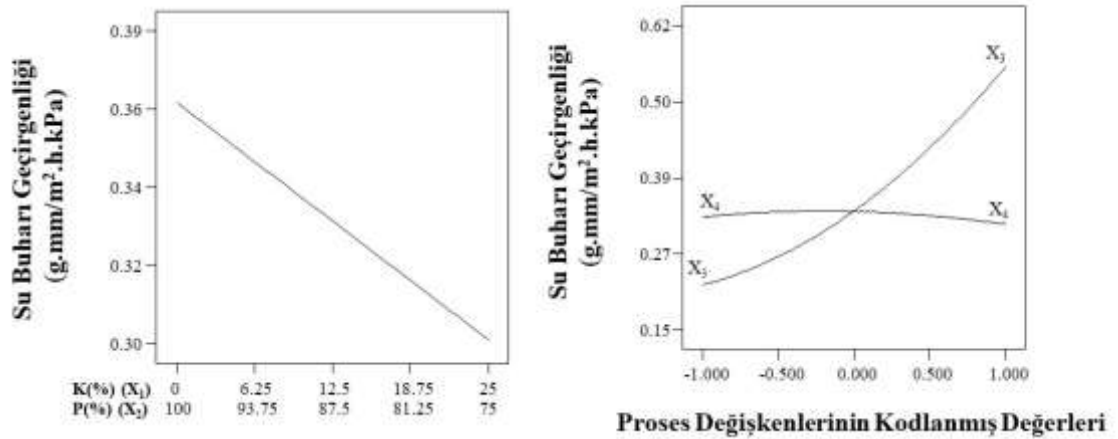
artışın daha fazla protein agregasyonuna sebep olması sonucu film yapısında daha geniş gözenekler oluşarak su buharı geçirgenliğini arttırdığını ifade etmişlerdir. Sarıcaoğlu (2018) tarafından MATE proteininden üretilen yenilebilir filmlerde protein konsantrasyonunun artması sonucu su buharı geçirgenliği artış göstermiştir. Burada fazla miktarda proteinin oluşturmuş olduğu protein-su etkileşiminin artmasının su buharı geçişini arttırdığı ifade edilmiştir.

Film formülasyonunda yer alan her bileşen su buharı geçirgenliği üzerine etkiye bulunmaktadır. Ancak nanopartikül çözeltisinin miktarı diğer film bileşenlerine göre daha düşük miktarlarda olup, su buharı geçirgenliğine etkisi de diğer bileşenlere göre daha sınırlı kalmaktadır. Pertürbasyon grafikleri incelendiğinde gliserol oranında artışa bağlı olarak su buharı geçirgenliğinde doğrusal keskin bir artış gözlemlenirken, nanopartikül çözeltisi oranının artışıyla beraber su buharı geçirgenliğinde daha yavaş bir artış olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.111. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği (g.mm/m².h.kPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Su Buharı Geçirgenliği (g.mm/m ² .h.kPa)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	0,62	< 0,0001
Lineer Karışım	1	2,132E-004	0,7552
X ₁ X ₃	1	0,14	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	1,436E-003	0,4225
X ₂ X ₃	1	0,35	< 0,0001
X ₂ X ₄	1	4,576E-005	0,8850
X ₁ X ₃ X ₄	1	0,010	0,0443
X ₂ X ₃ X ₄	1	5,511E-003	0,1263
X ₁ X ₃ ²	1	9,597E-003	0,0492
X ₁ X ₄ ²	1	9,325E-005	0,8365
X ₂ X ₃ ²	1	2,124E-003	0,3316
X ₂ X ₄ ²	1	6,840E-004	0,5778
Kalıntı	16	0,034	
Model uygunsuzluğu	11	0,029	0,1434
Saf hata	5	4,920E-003	
Toplam	27	0,65	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,948	
R ² _{adj}		0,913	
C.V. %		13,48	
Yeterli tahminleme		14,95	

Zein nanopartiküllerine yüklenen ekstrakt tipinin değişmesi sonucu ekstraktların bileşimindeki farklılıklar elde edilen filmlerin su buharı değerlerinde farklılıklara sebep olmuştur. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenlikleri diğer nanokompozit filmlere kıyasla daha düşük seviyelerde olduğu bulgulanmıştır. Literatürde yer alan çalışmalarda kompozit filmlere dahil edilen aktif ekstraktların yapısına bağlı olarak ekstrakt ilavesinin filmlerin aktif özelliklerinin yanı sıra su buharı geçirgenliği üzerine de olumlu katkıda bulunduğu da görülmektedir. Dou vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada jelatin ve sodyum aljinat bazlı kompozit filmlere %0,8 ve 2,0 aralığında artan oranda çay polifenollerinin ilave edilmesi sonucu filmlerin su buharı geçirgenliğinde 0,228 g·mm/m²·h·kPa değerinden 0,138 g·mm/m²·h·kPa değerine azalma olduğu bulgulanmıştır. Sedir ekstraktı yüklenen ZNP içeren pektin-jelatin bazlı nanokompozit filmlerde su buharı geçirgenlik değeri 0,18 g·mm/m²·h·kPa değerine kadar inebilmiştir. Çizelge 4.111’de yer alan ANOVA analizi sonuçları incelendiğinde gliserol oranının su buharı geçirgenliği üzerinde önemli (p<0,05) etkiye sahip olduğu görülmüştür. Bu etki literatür ile uyumlu olmakla birlikte kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde de önemli bulunmuştur. Film formülasyonunda yer alan karbonhidrat ve protein tipi değişmediği için jelatin ve pektin bazlı nanokompozit filmlerde proses ve karışım değişkenlerinden önemli etkide bulunan değişkenler büyük oranda değişmemiştir.



Şekil 4.28. Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Karbonhidrat ve protein oranının su buharı geçirgenliği üzerine önemli etkisi olduğu görülmektedir. İki bileşenli karışım grafiği incelendiğinde gliserol oranı ortalama değerlerde iken protein oranının artması başka bir değişle karbonhidrat oranının azalması su buharı geçirgenliğini arttırmıştır (Şekil 4.28). Ancak, düşük gliserol oranlarında yani ortamda sadece karbonhidrat ve proteinin etkisi baskın olduğu durumda karbonhidrat oranının artması su buharı geçirgenliğini arttırmaktadır. Dolayısıyla karışım değişkenleri, proses değişkenleri ile de interaksiyon halinde olduğunda gösterdiği etkiler değişebilmektedir.

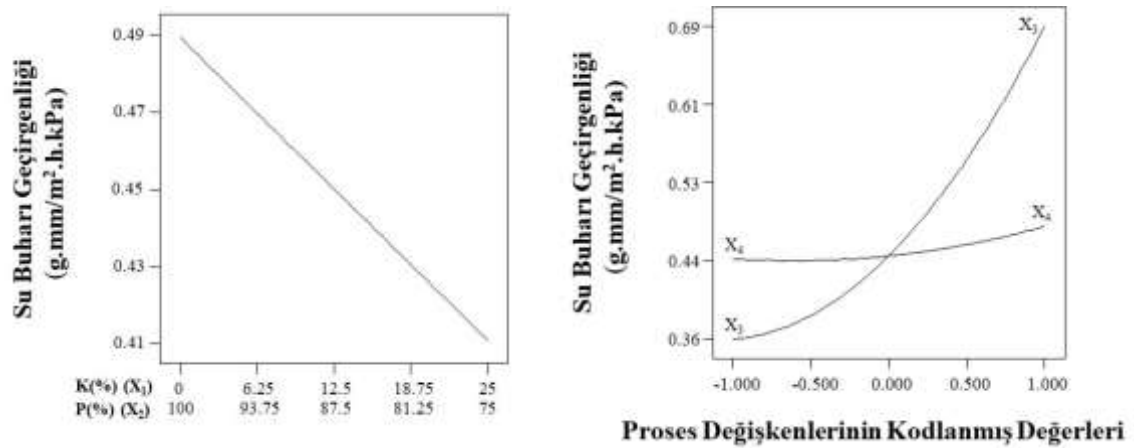
Pertürbasyon grafiğinde kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde olduğu gibi gliserol oranında artışa bağlı olarak su buharı geçirgenliğinde keskin bir artış gözlemlenmiştir. Buna karşın nanopartikül çözeltisi oranının değişimi tek başına baskın bir etki göstermemiştir (Şekil 4.28). Kestane ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerinin oranının artması filmlerin su buharı geçirgenliğini arttırırken, sedir ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerinin oranının artması su buharı geçirgenliğini önemli ölçüde değiştirmemiştir. Bu durum ekstraktların kompozisyonu ile ilişki olabilir.

Sığıla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenlikleri diğerlerine kıyasla daha yüksek değerlere sahip olup Çizelge 4.112’de yer alan ANOVA analizi sonuçları göre diğer filmlerde de olduğu gibi gliserol oranının su buharı geçirgenliği üzerinde önemli ($p<0,05$) etkiye sahip olduğu görülmüştür. Nanokompozit filmlerin tümünde gliserol su buharı üzerine önemli etki göstermişti ve gliserol oranının artması su buharı geçirgenliğini arttırmıştır. Sığıla bazlı filmlerde de gliserol ile karbonhidrat ve protein oranları ile ayrı ayrı interaksiyon terimleri önemli etki göstermiştir fakat diğer değişkenlerin önemli bir etkiye sahip olmadığı bulgulanmıştır.

Pertürbasyon grafikleri incelendiğinde diğer filmlerde olduğu gibi gliserol oranında artışa bağlı olarak su buharı geçirgenliğinde hızlı bir artış gözlemlenmiştir (Şekil 4.29). Bununla birlikte sığıla ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerinin oranının artması da filmlerin su buharı geçirgenliğinde ılımlı bir artış etkisi göstermiştir. Kestane ekstraktı ve sığıla ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerinin oranının artması filmlerin su buharı geçirgenliğini artışa sebep olmuştur. Ancak, sedir ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerinin oranının artması su buharı geçirgenliğini önemli ölçüde değiştirmemiştir. Ekstrakt tipine göre zein nanopartiküllerinin film özellikleri üzerine etkisini değişim gösterdiği görülmektedir.

Çizelge 4.112. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği ($\text{g.mm/m}^2\text{.h.kPa}$) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Su Buharı Geçirgenliği ($\text{g.mm/m}^2\text{.h.kPa}$)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	0,71	< 0,0001
Lineer Karışım	1	0,023	0,0047
X_1X_3	1	0,49	< 0,0001
X_1X_4	1	4,798E-003	0,1502
X_2X_3	1	0,046	0,0003
X_2X_4	1	7,700E-004	0,5534
$X_1X_3X_4$	1	9,446E-003	0,0499
$X_2X_3X_4$	1	9,781E-003	0,0465
$X_1X_3^2$	1	0,036	0,0008
$X_1X_4^2$	1	4,869E-003	0,1474
$X_2X_3^2$	1	3,624E-004	0,6834
$X_2X_4^2$	1	1,347E-003	0,4350
Kalıntı	16	0,034	
Model uygunsuzluğu	11	0,023	0,5569
Saf hata	5	0,011	
Toplam	27	0,74	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,956	
R ² _{adj}		0,924	
C.V. %		9,21	
Yeterli tahminleme		19,86	



Şekil 4.29. Sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Kestane, sedir ve sığla kabuğu bazlı nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği üzerine yapılan tüm ANOVA analizlerinde R^2 değerleri yüksek seviyelerde olup, R^2 ve R^2_{adj} değerlerine birbirlerine yakın bulunmuştur. Modellerin yeterli tahminleme değerleri de uygun aralıklarda yer almıştır.

4.4.2. Renk ve Opaklık

Opaklık, ışık geçirgenliği ve renk özellikleri doğrudan filmlerin görsel yönüyle ilişkilidir. Ancak görsel yönün yanı sıra bir paketin ışık geçirgenliği, lipidlerin oksidasyonunu ve dolayısıyla gıda kalitesini etkileyebilmektedir. Işığın gıda kalitesi üzerindeki olumsuz etkilerine göre ışık geçirgenliği bazı gıda uygulamalarında ürünün korunması için faydalı olabilir (Rao vd., 2010). Düşük opaklık değeri yüksek geçirgenlik göstergesi olarak ifade edilmektedir. Ambalaj filmlerinin veya kaplamalarının uygulanacağı gıda çeşidine göre arzu edilen opaklık özelliği farklılık gösterebilir. Örneğin meyve ambalajlama materyalleri için yüksek ışık geçirgenliği ön koşul olmaktadır (Thakur vd., 2016).

Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini (ZNP) içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri Çizelge 4.113'te, opaklık değerleri Çizelge 4.114'te sunulmuştur.

Çizelge 4.113. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin renk farkı (ΔE) değerleri.

Deneme No	Renk Farkı (ΔE)		
	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	13,02 $\pm$ 0,59	13,37 $\pm$ 0,01	18,07 $\pm$ 1,01
2	9,01 $\pm$ 1,05	7,14 $\pm$ 0,03	21,64 $\pm$ 0,34
3	20,15 $\pm$ 1,19	18,66 $\pm$ 0,36	14,65 $\pm$ 0,76
4	20,63 $\pm$ 1,87	19,70 $\pm$ 0,07	6,10 $\pm$ 0,05
5	8,34 $\pm$ 0,60	7,88 $\pm$ 0,09	28,24 $\pm$ 0,29
6	19,56 $\pm$ 1,81	18,54 $\pm$ 0,07	18,13 $\pm$ 0,16
7	15,93 $\pm$ 1,83	13,39 $\pm$ 0,00	8,25 $\pm$ 0,01
8	6,54 $\pm$ 0,57	6,53 $\pm$ 0,06	21,95 $\pm$ 0,13
9	14,69 $\pm$ 1,28	13,39 $\pm$ 1,56	21,44 $\pm$ 0,07
10	14,16 $\pm$ 0,67	14,56 $\pm$ 0,59	7,04 $\pm$ 0,02
11	8,30 $\pm$ 0,61	7,15 $\pm$ 0,01	29,35 $\pm$ 0,13
12	17,15 $\pm$ 1,34	15,57 $\pm$ 0,08	21,23 $\pm$ 0,04
13	14,86 $\pm$ 1,69	15,44 $\pm$ 0,33	7,85 $\pm$ 0,02
14	8,99 $\pm$ 0,47	9,23 $\pm$ 0,07	24,26 $\pm$ 0,23
15	19,79 $\pm$ 2,01	17,66 $\pm$ 0,16	22,89 $\pm$ 0,08
16	15,47 $\pm$ 0,53	13,10 $\pm$ 0,22	8,34 $\pm$ 0,04
17	9,30 $\pm$ 0,95	9,66 $\pm$ 0,15	13,94 $\pm$ 0,23
18	18,36 $\pm$ 1,50	16,50 $\pm$ 0,05	15,53 $\pm$ 0,19
19	12,34 $\pm$ 1,62	10,11 $\pm$ 0,29	11,82 $\pm$ 0,01
20	14,74 $\pm$ 2,22	12,14 $\pm$ 0,01	22,52 $\pm$ 0,09
21	19,87 $\pm$ 1,99	14,07 $\pm$ 0,21	20,78 $\pm$ 0,12
22	24,14 $\pm$ 0,55	16,36 $\pm$ 0,10	12,08 $\pm$ 0,05
23	12,28 $\pm$ 1,48	13,06 $\pm$ 0,12	22,72 $\pm$ 0,06
24	20,62 $\pm$ 1,91	19,35 $\pm$ 0,04	8,17 $\pm$ 0,01
25	7,09 $\pm$ 1,17	6,77 $\pm$ 0,09	6,81 $\pm$ 0,07
26	7,35 $\pm$ 0,69	7,23 $\pm$ 0,02	24,59 $\pm$ 0,07
27	20,40 $\pm$ 2,50	18,67 $\pm$ 0,01	7,11 $\pm$ 0,01
28	7,68 $\pm$ 0,90	6,99 $\pm$ 0,04	7,11 $\pm$ 0,01

Çizelge 4.114. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri.

Deneme No	Opaklık		
	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	0,36 ± 0,05	0,63±0,07	0,73 ± 0,03
2	0,37 ± 0,02	0,29±0,02	0,35 ± 0,01
3	0,58 ± 0,01	0,78±0,24	1,36 ± 0,04
4	0,55 ± 0,01	0,63±0,01	0,86 ± 0,01
5	0,35 ± 0,02	0,53±0,03	0,42 ± 0,01
6	0,54 ± 0,03	1,22±0,01	1,41 ± 0,07
7	0,53 ± 0,04	0,53±0,01	0,81 ± 0,01
8	0,33 ± 0,09	0,22±0,03	0,42 ± 0,01
9	0,48 ± 0,06	0,80±0,01	0,90 ± 0,01
10	0,39 ± 0,02	0,77±0,01	1,05 ± 0,02
11	0,45 ± 0,01	0,41±0,02	0,53 ± 0,03
12	0,48 ± 0,03	0,76±0,01	1,55 ± 0,03
13	0,64 ± 0,02	0,85±0,08	1,16 ± 0,01
14	0,46 ± 0,08	0,47±0,00	0,27 ± 0,01
15	0,67 ± 0,01	0,76±0,06	1,38 ± 0,01
16	0,65 ± 0,14	0,84±0,10	1,10 ± 0,01
17	0,36 ± 0,04	0,78±0,64	0,59 ± 0,01
18	0,67 ± 0,05	0,74±0,04	1,09 ± 0,02
19	0,52 ± 0,04	0,62±0,00	0,89 ± 0,01
20	0,53 ± 0,04	0,81±0,05	0,74 ± 0,01
21	0,5 ± 0,02	0,88±0,00	1,22 ± 0,01
22	0,61 ± 0,04	0,55±0,05	1,26 ± 0,02
23	0,51 ± 0,02	0,78±0,18	0,63 ± 0,01
24	0,64 ± 0,14	0,89±0,14	1,41 ± 0,01
25	0,34 ± 0,01	0,27±0,02	0,35 ± 0,01
26	0,37 ± 0,01	0,58±0,07	0,6 ± 0,01
27	0,62 ± 0,01	1,20±0,04	1,37 ± 0,01
28	0,40 ± 0,01	0,29±0,00	0,29 ± 0,01

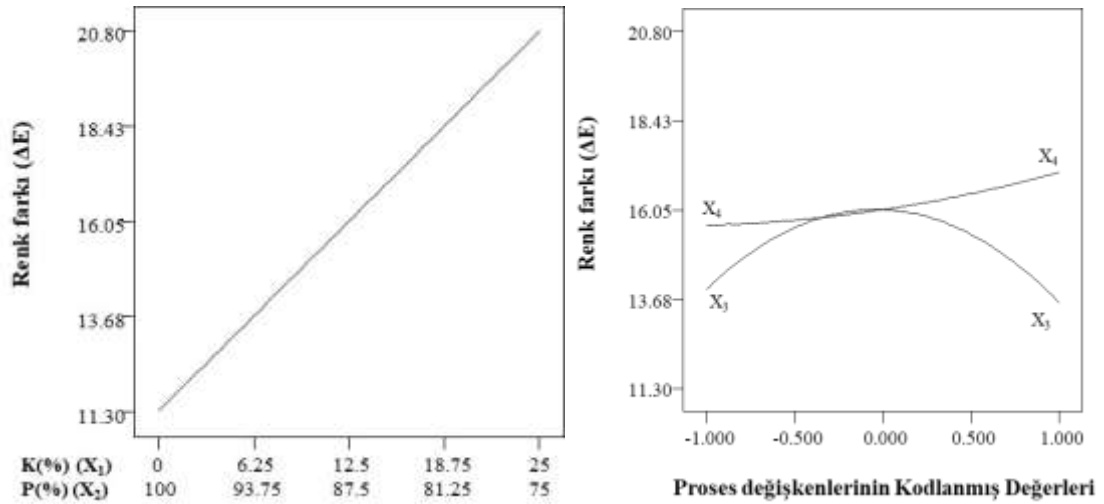
Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin renk farkları minimum 6,54 iken maksimum 24,14 olarak saptanmıştır. Opaklık değerleri ise 0,33 ile 0,67 aralığında bulunmuştur. Renk farkı ve opaklık sonuçları değerlendirildiğinde, birbirleri arasında korelasyon ($r=0,79$) olduğu, başka bir deyişle sonuçlarının birbiri ile uyumlu olduğu belirlenmiştir. Opaklığın en düşük diğer bir deyişle ışık geçirgenliğinin en yüksek olduğu filmler deneme desenindeki jelatin bazlı nanokompozit filmler olmuştur. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin renk farkları minimum 6,56 iken maksimum 19,69 olarak saptanmıştır. Opaklık değerleri ise 0,22 ile 1,22 aralığında bulunmuştur. Kestane ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerde olduğu gibi opaklığın en düşük olduğu filmler jelatin bazlı nanokompozit filmler olmuştur. Kestane ve sedir ekstraktı için aynı film kompozisyonunda minimum opaklık değeri elde edilmiştir. En yüksek oranda

gliserol (%20) içeren %100 jelatin bazlı nanokompozit filmler maksimum ışık geçirgenliği göstermektedir. Bu durumun literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir. Peng vd. (2022) tarafından farklı film hazırlama yöntemleri ile elde ettikleri jelatin bazlı filmlerde artan jelatin konsantrasyonlarında jelatinin yüksek şeffaflığına bağlı olarak azalan opaklık değerleri bulgulanmıştır. Doymuş amonyum sülfat çözeltisi içerisinde çözündürülerek elde edilen jelatin bazlı filmlerin %5 ,10, 15 ve 20 şeklinde artan jelatin miktarına sahip filmlerde opaklık değerleri 9,57, 4,23, 3,47 ve 2,93 olarak tespit edilmiştir. Jelatinin denatürasyonu sonucu oluşan pürüzsüz jel yapısı parlak ve berrak bir görünüme sahip olmaktadır. Bu nedenle jelatin filmlerinin opaklık değerlerinin düşük olması beklenen bir durumdur. %100 jelatin bazlı filmler ile karşılaştırıldığında pektin:jelatin filmlerinin opaklık değerinin daha yüksek olduğu ve pektin oranının artması sonucu opaklık değerinin de arttığı gözlemlenmiştir. Sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin renk farkları minimum 6,10 iken maksimum 28,24 olarak saptanmıştır. Opaklık değerleri ise 0,27 ile 1,55 aralığında bulunmuştur. Sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin renk farkı ve opaklık değerleri benzer aralıklarda değişim göstermiştir. Literatürdeki çalışmalar ile karşılaştırıldığında nanokompozit filmlerin renk değerleri bir miktar daha yüksek değerlerde bulunmuştur. Dou vd. (2018) aljinat ve jelatin bazlı kompozit filmlerde 1,04 ile 3,73 aralığında değişen renk farkları ve 1,33 ile 1,43 aralığında değişen opaklık değerleri bulgulamıştır. Bu çalışmada kompozit filmlerin formülasyonunda yer alan pektin ve zein nanopartiküllerinin renk farkı üzerinde etkili olduğu pertürbasyon grafiklerinden de görülmektedir.

ANOVA sonuçlarına göre kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde genel olarak renk değişimi üzerine pektin oranı, zein nanopartikül oranı ve gliserol oranı interaksiyonlarının istatistiksel olarak önemli düzeyde etkili olduğu bulgulanmıştır (Çizelge 4.115, 4.117 ve 4.119). Filmlerin rengindeki bu değişim, zein nanopartikül çözeltisinin sahip olduğu açık sarı (krem rengi) renk, nanopartikül çözeltisine eklenen konsantre ekstraktdan gelen renk ve pektin oranının artmasıyla birlikte rengin yoğunlaşması gibi faktörlerden kaynaklanabilir.

Çizelge 4.115. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Renk Farkı Değerleri	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	721,39	< 0,0001
Lineer Karışım	1	670,62	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	0,79	0,3124
X ₁ X ₄	1	6,62	0,0080
X ₂ X ₃	1	4,140E-003	0,9406
X ₂ X ₄	1	1,98	0,1171
X ₁ X ₃ X ₄	1	4,02	0,0314
X ₂ X ₃ X ₄	1	2,92	0,0615
X ₁ X ₃ ²	1	14,87	0,0003
X ₁ X ₄ ²	1	6,67	0,0079
X ₂ X ₃ ²	1	4,82	0,0200
X ₂ X ₄ ²	1	3,78	0,0362
Kalıntı	16	11,57	
Model uygunsuzluğu	11	9,59	0,1988
Saf hata	5	1,98	
Toplam	27	732,96	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,984	
R ² _{adj}		0,973	
C.V. %		5,94	
Yeterli tahminleme		30,19	



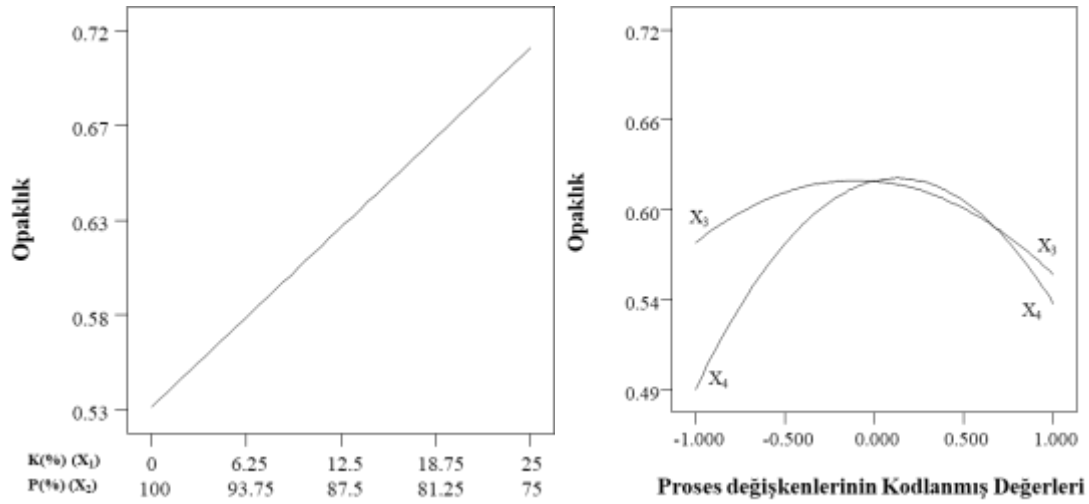
Şekil 4.30. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Kestane ve sedir bazlı nanokompozit filmlerde proses değişkenleri orta noktada iken, protein oranının azalması ve karbonhidrat oranının artmasıyla filmlerin renk farkında artış gözlemlenmiş olup protein oranının minimum (%75) ve karbonhidrat oranının maksimum (%25) olduğu durumda renk farkının maksimum olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.30 ve 4.32). Sığla ekstraktı bazlı filmlerde ise protein oranının maksimum ve karbonhidrat oranının minimum olduğu noktada maksimum renk farkı gözlenmiştir (Şekil 4.34).

Çizelge 4.116. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Opaklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	0,31	< 0,0001
Lineer Karışım	1	0,18	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	0,012	0,0145
X ₁ X ₄	1	8,136E-003	0,0356
X ₂ X ₃	1	3,203E-003	0,1691
X ₂ X ₄	1	4,933E-003	0,0929
X ₁ X ₃ X ₄	1	3,192E-003	0,1698
X ₂ X ₃ X ₄	1	0,014	0,0081
X ₁ X ₃ ²	1	2,278E-005	0,9048
X ₁ X ₄ ²	1	0,043	< 0,0001
X ₂ X ₃ ²	1	0,018	0,0038
X ₂ X ₄ ²	1	3,982E-003	0,1279
Kalıntı	16	0,025	
Model uygunsuzluğu	11	0,019	0,3338
Saf hata	5	5,652E-003	
Toplam	27	0,33	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,925	
R ² _{adj}		0,874	
C.V. %		7,93	
Yeterli tahminleme		14,85	

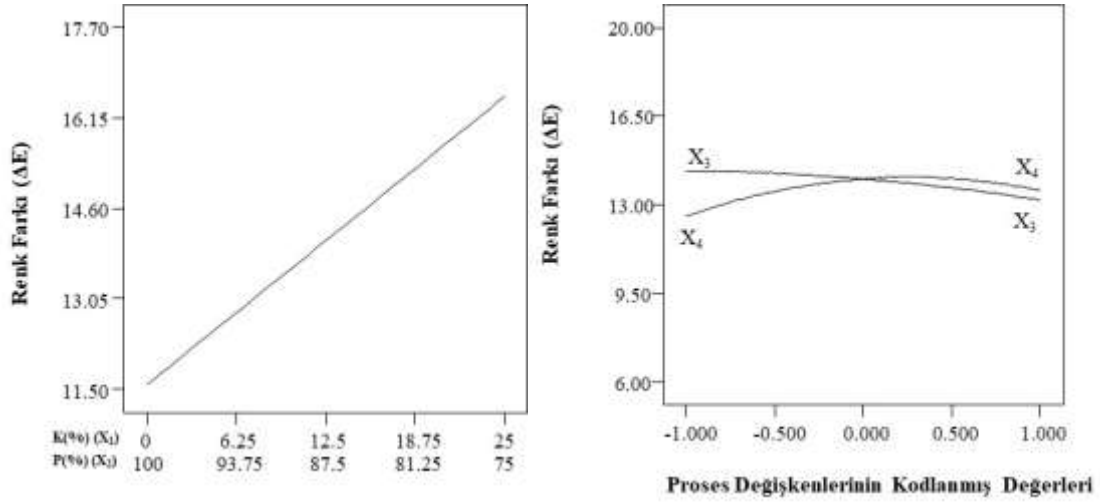
Pertürbasyon grafiği incelendiğinde pektin:jelatin nanokompozit filmlerine zein nanopartikül ilavesinin de opaklığı arttırarak bariyer özelliklerini geliştirdiği bulgulanmıştır (Şekil 4.31). En yüksek opaklık değeri maksimum oranda pektin içeren (25:75, pektin:jelatin) ve maksimum oranda zein nanopartikülleri (%10) ilave edilen nanokompozit filmlerde tespit edilmiştir.



Şekil 4.31. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Çizelge 4.117. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

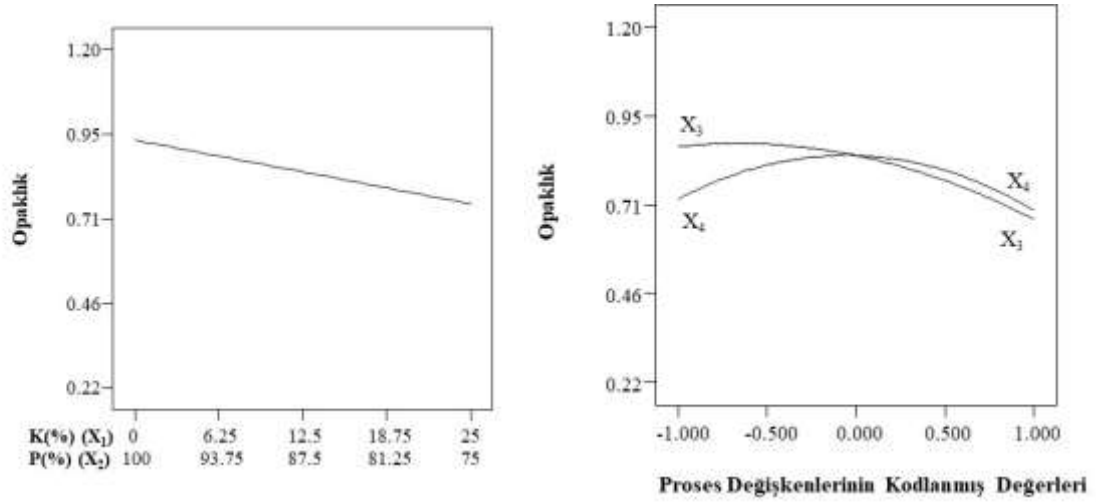
Varyasyon Kaynağı	SD	Renk Farkı Değerleri	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	506,54	< 0,0001
Lineer Karışım	1	472,83	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	4,59	0,0361
X ₁ X ₄	1	5,15	0,0276
X ₂ X ₃	1	1,10	0,2787
X ₂ X ₄	1	0,39	0,5154
X ₁ X ₃ X ₄	1	2,72	0,0970
X ₂ X ₃ X ₄	1	0,13	0,7060
X ₁ X ₃ ²	1	6,48	0,0152
X ₁ X ₄ ²	1	0,012	0,9101
X ₂ X ₃ ²	1	9,27	0,0050
X ₂ X ₄ ²	1	5,73	0,0211
Kalıntı	16	14,03	
Model uygunsuzluğu	11	13,54	0,0059
Saf hata	5	0,49	
Toplam	27	520,57	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,973	
R ² _{adj}		0,955	
C.V. %		7,24	
Yeterli tahminleme		20,18	



Şekil 4.32. Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Çizelge 4.118. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

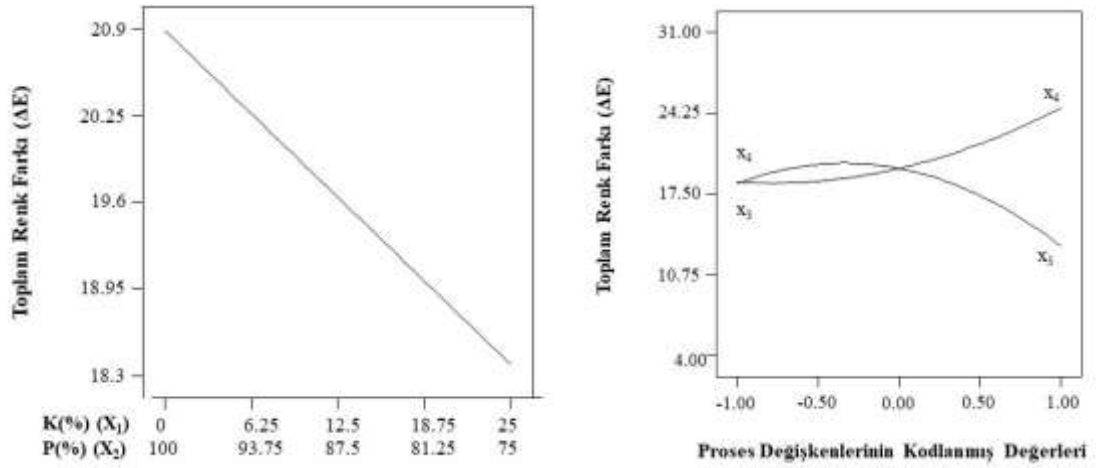
Varyasyon Kaynağı	SD	Opaklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	1,59	< 0,0001
Lineer Karışım	1	0,71	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	0,16	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	0,17	< 0,0001
X ₂ X ₃	1	0,023	0,0178
X ₂ X ₄	1	0,12	< 0,0001
X ₁ X ₃ X ₄	1	0,011	0,0907
X ₂ X ₃ X ₄	1	6,953E-003	0,1694
X ₁ X ₃ ²	1	0,022	0,0201
X ₁ X ₄ ²	1	2,676E-004	0,7813
X ₂ X ₃ ²	1	0,11	< 0,0001
X ₂ X ₄ ²	1	0,14	< 0,0001
Kalıntı	16	0,054	
Model uygunsuzluğu	11	0,046	0,1446
Saf hata	5	7,829E-003	
Toplam	27	1,64	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,967	
R ² _{adj}		0,945	
C.V. %		8,59	
Yeterli tahminleme		25,48	



Şekil 4.33. Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Çizelge 4.119. Sığıla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

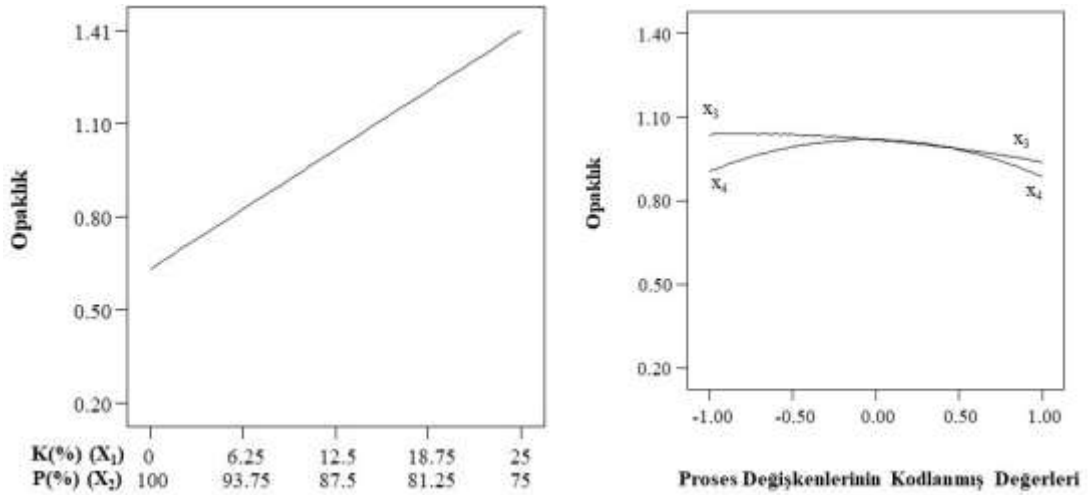
Varyasyon Kaynağı	SD	Renk Farkı Değerleri	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	1414,01	< 0,0001
Lineer Karışım	1	45,60	0,0087
X ₁ X ₃	1	201,90	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	46,17	0,0084
X ₂ X ₃	1	0,050	0,9222
X ₂ X ₄	1	647,86	< 0,0001
X ₁ X ₃ X ₄	1	413,11	< 0,0001
X ₂ X ₃ X ₄	1	13,85	0,1192
X ₁ X ₃ ²	1	6,97	0,2601
X ₁ X ₄ ²	1	5,00	0,3374
X ₂ X ₃ ²	1	150,29	< 0,0001
X ₂ X ₄ ²	1	53,93	0,0050
Kalıntı	16	81,76	
Model uygunsuzluğu	11	81,44	< 0,0001
Saf hata	5	0,32	
Toplam	27	1495,78	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,9453	
R ² _{adj}		0,9078	
C.V. %		12,82	
Yeterli tahminleme		18,317	



Şekil 4.34. Sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Çizelge 4.120. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin opaklık değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Opaklık	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	4,16	< 0,0001
Lineer Karışım	1	3,57	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	0,13	0,0015
X ₁ X ₄	1	0,15	0,0008
X ₂ X ₃	1	8,531E-003	0,3383
X ₂ X ₄	1	0,13	0,0016
X ₁ X ₃ X ₄	1	0,14	0,0011
X ₂ X ₃ X ₄	1	3,478E-004	0,8445
X ₁ X ₃ ²	1	0,025	0,1108
X ₁ X ₄ ²	1	3,260E-005	0,9521
X ₂ X ₃ ²	1	5,342E-003	0,4461
X ₂ X ₄ ²	1	0,100	0,0039
Kalıntı	16	0,14	
Model uygunsuzluğu	11	0,12	0,1861
Saf hata	5	0,023	
Toplam	27	4,16	< 0,0001
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), <i>p</i> <0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,9674	
R ² _{adj}		0,9450	
C.V. %		10,59	
Yeterli tahminleme		19,024	



Şekil 4.35. Sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin renk farkı değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı filmlerde, karışım ve proses değişkenlerinin opaklık değerini önemli düzeyde etkilediği bulunmuştur (Çizelge 4.116, 4.118 ve 4.120). Kestane ve sığla bazlı nanokompozit filmlerde proses değişkenleri orta noktada iken, protein oranının azalması ve karbonhidrat oranının artmasıyla filmlerin opaklık değerinde artış gözlemlenmiş olup protein oranının minimum (%75) ve karbonhidrat oranının maksimum (%25) olduğu durumda opaklık değerinin maksimum olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.31 ve 4.35). Sedir ekstraktı bazlı filmlerde ise protein oranının maksimum ve karbonhidrat oranının minimum olduğu noktada maksimum renk farkı gözlenmiştir (Şekil 4.33).

Opaklık değerinin, kestane ekstraktı bazlı filmlerde, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %15 ve zein nanopartikül oranının %7,5 olduğu film kompozisyonunda; sedir ekstraktı bazlı filmlerde, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %10 ve zein naopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda ve sığla ekstraktı bazlı filmlerde ise protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %20 ve zein nanopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda maksimum olduğu tespit edilmiştir.

Opaklık değeri film kompozisyonuna ilave edilen her bir bileşenin renginden ve bu bileşenlerin birbirleriyle olan interaksiyonundan etkilenen çok yönü kompleks bir parametredir. Dolayısıyla film çözeltisi içerisinde bileşenlerin kombinasyonuna bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Jelatinin renginin parlak sarı olması ve pektinin mat ve

turuncumsu renkte olması, gliserolün şeffaf görünümde olması ve zein nanopartikül çözeltisinin de mat ve krem renginden dolayı filmlerin opaklık değerleri farklılık göstermiştir.

4.4.3. Mekanik Özellikler

Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme gerilimi ve uzama yüzdesi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.121 ve 122’de sunulmuştur. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme gerilimi 6,13 MPa ile 39,03 MPa arasında değişirken, kopma noktasında uzama (%) değerleri %74,52 ile %159,40 arasında tespit edilmiştir. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme gerilimi 10,89 MPa ile 64,76 MPa arasında değişirken, kopma noktasında uzama (%) değerleri %76,86 ile %161,21 arasında tespit edilmiştir. Son olarak sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme gerilimi 5,77 MPa ile 39,59 MPa arasında değişirken, kopma noktasında uzama (%) değerleri %84,66 ile %160,61 arasında tespit edilmiştir. Filmlerin mekanik özellikleri karşılaştırıldığında kestane, sedir ve sığla ekstraktı yüklenen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir. Kestane ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme dayanımı değişim aralığı benzer trend gösterirken, sedir bazlı nanokompozit filmlerde daha yüksek çekme dayanımı değerleri de bulgulanmıştır. Yüksek çekme dayanımı değerleri filmin gereğinden fazla sert olmasına sebep olmaktadır ve paket formunda kullanımını kısıtlamaktadır. Genel olarak ekstrakt tipinin değişmesi filmlerin mekanik özelliklerini önemli ölçüde değiştirmemiştir. Bu durum mekanik özelliklerin ağırlıklı olarak film kompozisyonunda yer alan karbonhidrat, protein ve gliserole bağlı olduğunun göstergesidir.

Biyokompozit filmlerin mekanik özellikleri film bileşiminde yer alan biyopolimerler, plastikleştirici ajanlar, filmlerin kurutma koşulları, dahil edilen fonksiyonel katkılar ve benzeri birçok faktörden etkilenmektedir. Liu vd. (2015) tarafından jelatin filmlerine sodyum asetat ilavesinin ve farklı sıcaklıklarda kurutmanın etkisi incelendiğinde 35°C’de kurutulan filmlerin çekme dayanımları 31,1 ile 71,5 MPa aralığında ve uzama yüzdeleri %2,5 ile 34,6 aralığında iken, 25°C’de kurutulan filmlerin çekme dayanımları 47,3 ile 71,5 MPa aralığında ve uzama yüzdeleri %5,1 ile 30,2 aralığında değişim göstermiştir. 35 °C’de kurutulan jelatin filmlerin daha belirgin bir şekilde kırılğan yapıda olduğu gözlemlenmiştir.

Sıcaklık fark etmeksizin jelatin bazlı filmlerin uzama yüzdelerine bakıldığında oldukça düşük değerlerde olduğu görülmektedir. Bu durum jelatinin kurutma sonrası oluşturmuş olduğu sert yapıdan kaynaklanmaktadır. Bu nedenle jelatin bazlı filmlerin bir diğer biyopolimer ile kompozit yapıda oluşturulması avantaj sağlamaktadır.

Çizelge 4.121. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (Mpa).

Deneme No	Çekme Gerilimi (MPa)		
	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	11,65 ± 0,23	24,76±0,91	7,45 ± 0,18
2	31,87 ± 1,68	64,76±1,54	39,59 ± 1,33
3	33,17 ± 1,04	43,61±0,23	22,3 ± 1,61
4	6,13 ± 0,25	19,44±0,03	5,77 ± 0,11
5	35,88 ± 0,92	57,55±0,29	33,43 ± 1,88
6	33,71 ± 1,77	60,24±0,81	34,74 ± 1,14
7	13,41 ± 1,27	11,38±0,19	10,52 ± 0,84
8	12,44 ± 0,36	15,06±0,39	23,35 ± 0,83
9	34,27 ± 1,21	54,19±0,04	34,7 ± 0,21
10	34,87 ± 0,45	60,03±1,41	23,7 ± 0,25
11	12,35 ± 0,02	10,89±0,70	10,32 ± 0,06
12	14,82 ± 1,31	21,90±1,38	6,62 ± 0,04
13	30,59 ± 4,76	59,93±0,99	27,01 ± 0,36
14	14,44 ± 0,79	26,14±0,39	25,78 ± 0,14
15	19,03 ± 1,18	34,89±0,40	7,67 ± 0,29
16	15,96 ± 0,77	30,87±0,03	16,18 ± 0,65
17	31 ± 1,08	49,33±0,18	39,17 ± 1,61
18	9,92 ± 0,06	15,14±0,18	10,5 ± 1,54
19	14,13 ± 0,17	15,69±0,47	12,2 ± 0,24
20	17,98 ± 0,16	30,31±0,08	11,88 ± 1,13
21	18,93 ± 0,13	35,68±0,11	12,6 ± 0,56
22	13,68 ± 0,14	41,52±0,19	9,43 ± 0,92
23	25,56 ± 0,01	44,14±0,23	26,38 ± 0,44
24	26,79 ± 1,17	49,07±1,11	27,08 ± 0,16
25	13,24 ± 0,75	18,00±0,81	16,55 ± 0,26
26	39,03 ± 0,54	54,47±0,55	26,79 ± 0,26
27	28,46 ± 1,2	60,99±0,10	36,37 ± 0,01
28	34,5 ± 0,22	54,63±0,44	38,54 ± 1,57

Çizelge 4.122. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin uzama yüzdesi (%).

Deneme No	Uzama Yüzdesi (%)		
	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	159,4 ± 2,21	122,22±1,10	131,22±0,40
2	102,68 ± 0,18	84,13±0,12	84,66±0,14
3	85,47 ± 3,65	76,86±0,92	100,47±1,15
4	136,49 ± 0,08	94,14±0,53	96,72±0,12
5	92,45 ± 0,35	81,29±0,11	96,06±0,69
6	102,78 ± 0,75	86,02±1,08	93,15±1,30
7	132,93 ± 0,82	141,79±0,30	132,14±0,09
8	140,17 ± 0,56	143,96±2,12	123,18±0,04
9	88,96 ± 0,50	91,10±0,29	89,39±1,83
10	80,78 ± 0,03	82,91±0,25	96,31±1,36
11	115,24 ± 1,15	161,21±0,99	160,61±0,59
12	95,50 ± 0,45	118,50±0,37	122,74±1,64
13	84,37 ± 3,65	86,74±0,60	86,32±0,41
14	144,61 ± 1,89	81,63±1,79	111,06±0,5
15	74,52 ± 0,55	108,31±1,18	89,97±1,33
16	80,21 ± 0,09	137,44±0,24	121,5±0,53
17	81,26 ± 0,88	104,42±0,67	94,5±0,65
18	97,96 ± 1,27	112,51±0,42	106,37±0,38
19	135,13 ± 3,07	146,74±0,14	146,24±0,29
20	113,81 ± 0,95	105,71±0,41	138,8±0,01
21	111,73 ± 0,55	103,88±1,48	116,89±1,15
22	107,08 ± 0,66	110,56±0,96	95,13±0,40
23	85,34 ± 0,14	90,38±0,77	105,21±0,24
24	95,98 ± 0,93	84,12±1,02	106,96±0,99
25	146,87 ± 1,5	144,44±0,63	129,89±0,25
26	83,13 ± 1,06	83,99±0,65	104,61±0,54
27	103,62 ± 0,01	95,28±0,01	106,11±0,20
28	95,05 ± 1,79	79,84±0,94	84,75±0,31

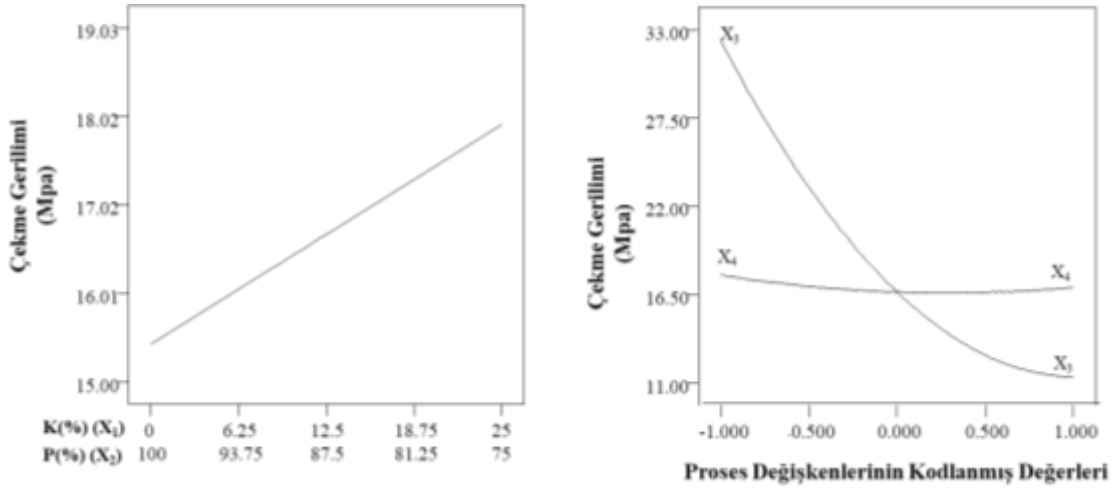
Kestane ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme geriliminin modele göre karbonhidrat oranı-gliserol oranı ve pektin oranı-gliserol oranı interaksiyonlarından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilendiği belirlenmiştir (Çizelge 4.123).

Çizelge 4.123. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Çekme Gerilimi (MPa)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	2597,19	< 0,0001
Lineer Karışım	1	68,16	0,0037
X ₁ X ₃	1	757,13	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	40,15	0,0193
X ₂ X ₃	1	1017,48	< 0,0001
X ₂ X ₄	1	20,31	0,0829
X ₁ X ₃ X ₄	1	12,39	0,1678
X ₂ X ₃ X ₄	1	1,99	0,5709
X ₁ X ₃ ²	1	18,70	0,0949
X ₁ X ₄ ²	1	0,42	0,7942
X ₂ X ₃ ²	1	81,36	0,0019
X ₂ X ₄ ²	1	5,84	0,3361
Kalıntı	16	94,93	
Model uygunsuzluğu	11	52,07	0,8087
Saf hata	5	42,86	
Toplam	27	2692,13	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), <i>p</i> <0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,965	
R ² _{adj}		0,940	
C.V. %		10,86	
Yeterli tahminleme		19,06	

Pertürbasyon grafiği incelendiğinde karbonhidrat ve protein miktarı fark etmeksizin ANOVA sonuçlarında önemli etki gösteren gliserol oranının artması nanokompozit filmlerin çekme geriliminde düşüşe sebep olduğu bulgulanmıştır (Şekil 4.36). Karışım değişkenlerinin orta noktada olduğu durumda gliserol oranının artmasıyla birlikte filmlerin çekme gerilimi değerlerinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir. Gliserol oranının yükselmesi ile birlikte filmin esnekliği ve elastikliği artmakta, film yapısı uygulanan kuvvet ile rahatlıkla açılmakta ve dolayısıyla çekme gerilimi azalmaktadır.

İkili bileşen karışım grafiği incelendiğinde ise proses değişkenleri orta noktada olduğu durumda, protein oranının azalması ve karbonhidrat oranının artmasıyla filmlerin çekme gerilimi değerlerinde artış gözlenmiştir. Protein oranının minimum (%75) ve karbonhidrat oranının maksimum (%25) olduğu durumda çekme geriliminin maksimum olduğu gözlenmiştir. Bu durum %100 jelatin içeren filmlerin bileşimine pektin ilave edildiğinde daha güçlü bir ağ yapısına sahip olmasına ve oluşabilecek mekanik etkilere karşı daha dayanıklı bir film elde edilmesine olanak sağladığını göstermektedir.



Şekil 4.36. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerde kopma noktasında uzama değerleri istatistiksel olarak analiz edildiğinde benzer şekilde gliserolün hem karbonhidrat hem de protein oranları ile interaksiyonlarından önemli ($p < 0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.124). Maksimum kopma noktasında uzama değeri en yüksek oranda gliserol (%20) içeren nanokompozit filmlerde bulgulanmıştır.

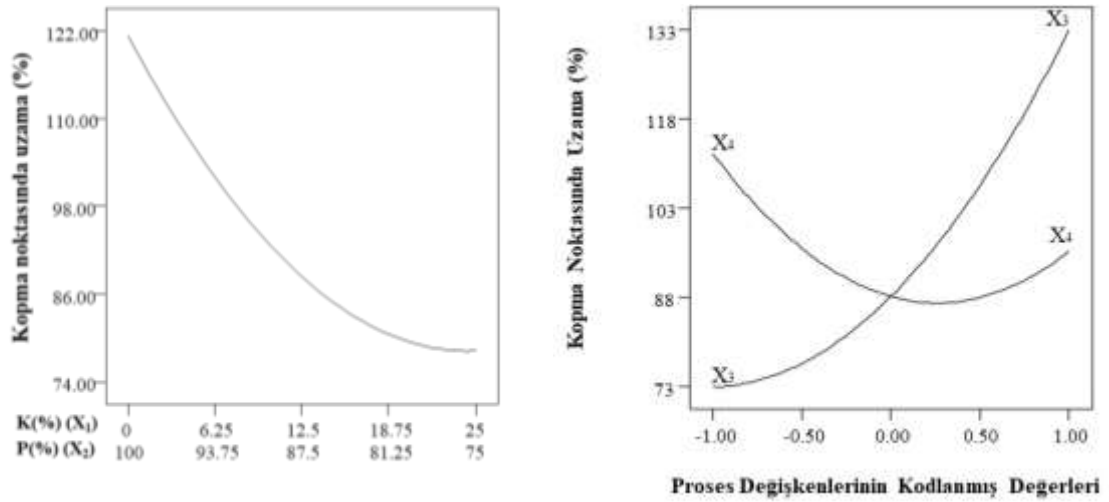
Filmlerin kopma noktasında uzama değerleri üzerine karışım ve proses değişkenlerinin etkisi beklendiği gibi çekme gerilimine olan etkilere göre tersi yönde olmuştur. Şekil 4.37’de yer alan ikili bileşen karışım grafiği incelendiğinde proses değişkenleri orta noktada olduğu durumda, film çözeltisi içerisinde protein oranının yükselmesiyle birlikte uzama yüzdesi artarken karbonhidrat oranının yükselmesiyle birlikte azalmaktadır. Protein oranı maksimum (%100) ve karbonhidrat oranı minimum olduğunda (%0), uzama yüzdesinin maksimum olduğu görülmektedir. Bu durum daha önce ifade edildiği üzere film kompozisyonuna pektin ilavesinin film yapısını güçlendirmesinden ve dolayısıyla filmin esnekliğini azaltmasından kaynaklanmaktadır.

Karışım değişkenleri orta noktada olduğu durumda, proses değişkenlerinden özellikle gliserol oranının filmlerin uzama yüzdesinin istatistiksel olarak önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir. Gliserol oranı arttıkça filmlerin uzama yüzdesinde artış gözlenmiştir. Bu durum gliserol ilavesinin filmlerin sertlik ve kırılmalık özelliklerini iyileştirmesinden

kaynaklanmaktadır. Gliserol oranındaki artışın filmlerin uzama yüzdesi üzerinde keskin bir artışa neden olduğu Şekil 4.37.'deki pertürbasyon grafiğinde açıkça görülmektedir.

Çizelge 4.124. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama (%) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Kopma Noktasında Uzama(%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	17	14798,84	0,0001
Lineer Karışım	1	605,39	0,0150
X ₁ X ₂	1	83,14	0,3029
X ₁ X ₃	1	603,67	0,0151
X ₁ X ₄	1	219,72	0,1079
X ₂ X ₃	1	2305,72	0,0002
X ₂ X ₄	1	536,26	0,0202
X ₁ X ₂ X ₃	1	829,96	0,0064
X ₁ X ₂ X ₄	1	147,94	0,1780
X ₁ X ₃ X ₄	1	921,71	0,0047
X ₂ X ₃ X ₄	1	111,67	0,2367
X ₁ X ₃ ²	1	52,81	0,4070
X ₁ X ₄ ²	1	597,15	0,0155
X ₂ X ₃ ²	1	485,65	0,0254
X ₂ X ₄ ²	1	165,88	0,1560
X ₁ X ₂ X ₃ X ₄	1	269,87	0,0789
X ₁ X ₂ X ₃ ²	1	368,38	0,0453
X ₁ X ₂ X ₄ ²	1	4,83	0,7988
Kalıntı	10	704,80	
Model uygunsuzluğu	5	554,25	0,0895
Saf hata	5	150,55	
Toplam	27	15503,64	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,955	
R ² _{adj}		0,877	
C.V. %		7,91	
Yeterli tahminleme		13,04	



Şekil 4.37. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

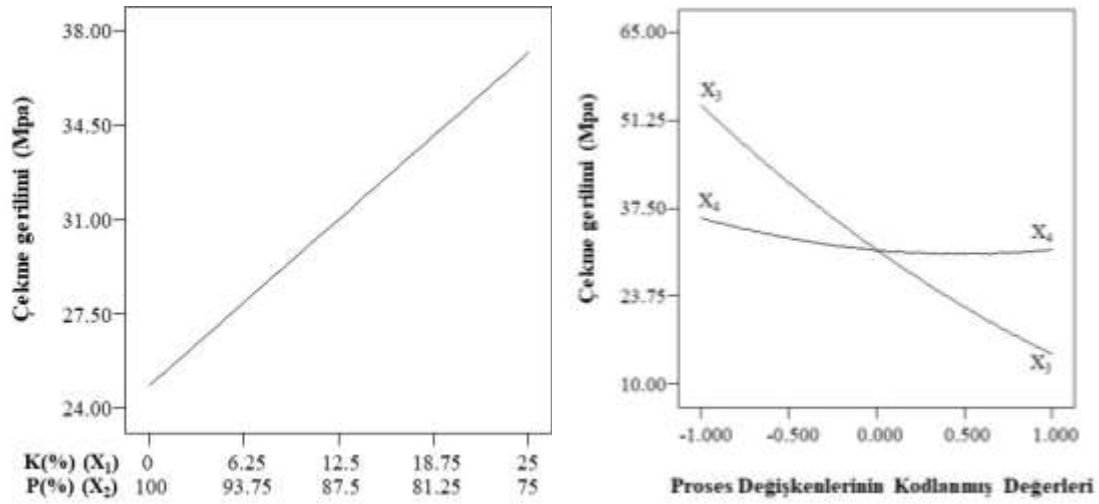
Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme gerilimi ve uzama yüzdesi değerleri üzerine değişkenlerin etkilerini gösteren ANOVA sonuçları sırasıyla Çizelge 4.125 ve 4.126’da sunulmuştur. Buna göre sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme geriliminin karbonhidrat oranı-gliserol oranı ve protein oranı-gliserol oranı interaksiyonlarından istatistiksel olarak önemli ($p < 0,05$) düzeyde etkilendiği belirlenmiştir (Çizelge 4.125). Aynı terimler kestane ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi için de önemli etkiye sahip olmuştur. Daha önce de açıklandığı gibi film kompozisyonundaki değişimler aynı olduğu için trendler de benzer şekilde bulunmuştur.

Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin iki bileşenli karışım ve pertürbasyon grafikleri Şekil 4.38’de verilmiştir. İşlem değişkenleri orta noktada iken, film kompozisyonunda protein oranının azalması ve karbonhidrat oranının artmasıyla birlikte filmlerin çekme gerilimi değerlerinde artış gözlenmiş ve protein oranının minimum (%75) ve karbonhidrat oranının maksimum (%25) olduğu durumda çekme geriliminin maksimum olduğu bulunmuştur. Karışım değişkenleri orta noktada iken, özellikle gliserol oranının filmlerin uzama yüzdesinin istatistiksel olarak önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir. Gliserol oranının yükselmesi ile birlikte filmlerin çekme geriliminde belirgin bir düşüş gözlenmiştir. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde de benzer şekilde değişim

gözlemlenmiştir. Nanokompozit filmlerin formülasyonunda yer ana bileşenler aynı olduğundan ve ekstrakt çeşidi farklılık gösterdiğinde mekanik özelliklerde benzer trendlerin ortaya çıkması beklenen bir durumdur.

Çizelge 4.125. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Çekme Gerilimi (MPa)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	8304,92	< 0,0001
Lineer Karışım	1	2,35	0,7522
X ₁ X ₃	1	2158,52	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	77,63	0,0836
X ₂ X ₃	1	4143,98	< 0,0001
X ₂ X ₄	1	26,50	0,2970
X ₁ X ₃ X ₄	1	19,24	0,3719
X ₂ X ₃ X ₄	1	19,93	0,3637
X ₁ X ₃ ²	1	15,54	0,4211
X ₁ X ₄ ²	1	16,14	0,4124
X ₂ X ₃ ²	1	136,18	0,0265
X ₂ X ₄ ²	1	5,65	0,6253
Kalıntı	16	364,72	
Model uygunsuzluğu	11	289,39	0,2798
Saf hata	5	75,33	
Toplam	27	8669,64	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,956	
R ² _{adj}		0,929	
C.V. %		12,55	
Yeterli tahminleme		15,57	



Şekil 4.38. Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

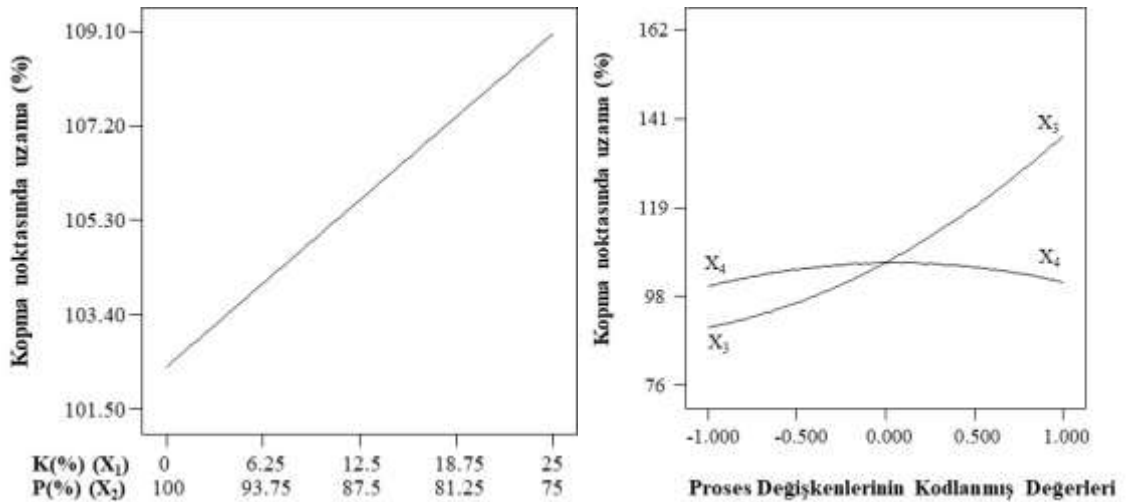
Çizelge 4.126. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama (%) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Kopma Noktasında Uzama (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	15021,22	< 0,0001
Lineer Karışım	1	472,31	0,0021
X_1X_3	1	1017,19	< 0,0001
X_1X_4	1	227,28	0,0218
X_2X_3	1	10520,60	< 0,0001
X_2X_4	1	373,83	0,0049
$X_1X_3X_4$	1	5,05	0,7100
$X_2X_3X_4$	1	243,79	0,0182
$X_1X_3^2$	1	359,88	0,0056
$X_1X_4^2$	1	8,26	0,6348
$X_2X_3^2$	1	1353,83	< 0,0001
$X_2X_4^2$	1	266,29	0,0143
Kalıntı	16	563,66	
Model uygunsuzluğu	11	486,48	0,1275
Saf hata	5	77,18	
Toplam	27	15584,89	
X_1 : Karbonhidrat oranı (%), X_2 : Protein oranı (%), X_3 : Gliserol oranı (%kuru bazda), X_4 : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R^2		0,964	
R^2_{adj}		0,939	
C.V. %		5,68	
Yeterli tahminleme		21,75	

Sedir bazlı nanokompozit fimlerde kopma noktasında uzama değerleri çekme gerilimde olduğu gibi karbonhidrat oranı-gliserol oranı ve protein oranı-gliserol oranı interaksiyonlarından istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmiştir (Çizelge 4.126). Çekme geriliminden farklı olarak modelde yer alan karbonhidrat oranı-zein nanopartikül oranı ve pektin oranı-zein nanopartikül oranı interaksiyonlarının da kopma noktasında uzama değerlerini istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilediği bulgulanmıştır. Fimlerin kopma noktasında uzama değerlerinin film kompozisyonunda yer alan tüm bileşenlerin miktarından etkilendiği açıkça görülmektedir.

Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerlerini önemli ölçüde etkileyen gliserol ve zein nanopartikül oranlarının (%) etki düzeyleri Şekil 4.39'da yer alan pertürbasyon grafiğinden görülmektedir. Her iki bileşenin oranındaki artış kopma noktasında uzama değerini arttırmaktadır. Zein nanopartiküllerinin oranına kıyasla gliserol oranı daha keskin bir artış sağlamaktadır.

İşlem değişkenleri orta noktada iken film bileşimi içerisinde protein oranı azaldıkça ve karbonhidrat oranı arttıkça filmlerin uzama yüzdesi yükselmiştir. Karışım değişkenleri merkez noktada iken, proses değişkenlerinden özellikle gliserol oranının filmlerin uzama yüzdesini istatistiksel olarak önemli düzeyde etkilediği bulgulanmıştır. Gliserol oranının yükselmesi ile birlikte filmlerin uzama yüzdesinde de artış gözlenmiştir.

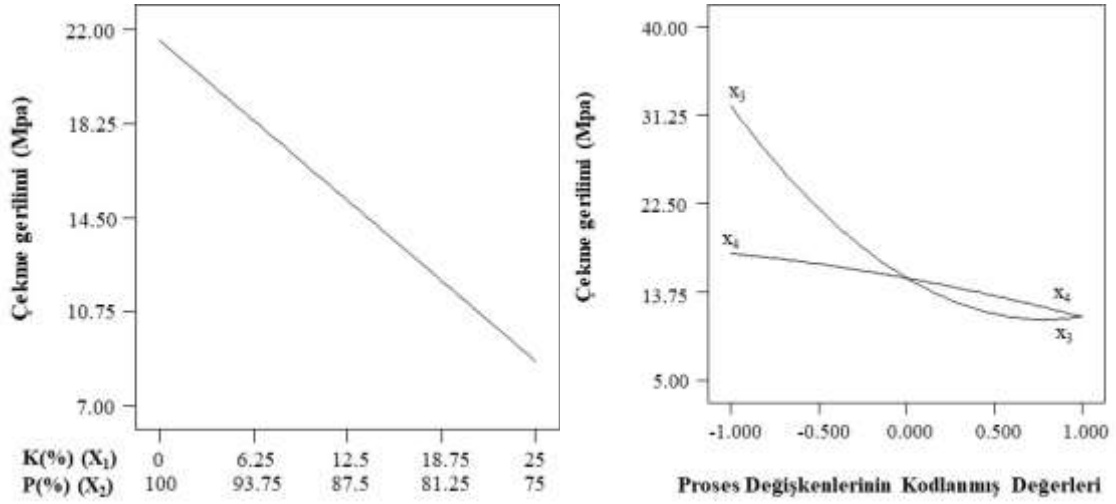


Şekil 4.39. Sedir kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Farklı karışım ve proses koşullarında üretilen sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çekme gerilimleri 5,77 MPa ile 39,59 MPa arasında değişmektedir. Filmlerin çekme gerilimleri, karışım ve proses değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) seviyede etkilenmektedir (Çizelge 4.127). Minimum çekme gerilimi karışım değişkenlerinden protein oranının %75 ve karbonhidrat oranının %25 ve proses değişkenlerinden gliserol oranının %20 ve zein nanopartikül oranının %10 olduğu koşullarda elde edilmiştir. Buna karşın maksimum çekme gerilimi, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %10 ve zein nanopartikül oranının %5 olduğu film denemesinde elde edilmiştir. Kestane ve sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerden farklı olarak sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde, proses değişkenleri orta noktada iken film bileşimi içerisinde protein oranının artması ve karbonhidrat oranının azalmasıyla birlikte filmlerin çekme gerilimi yükselmiştir (Şekil 4.40). Protein oranı %100 ve karbonhidrat oranı %0 olduğunda çekme geriliminin maksimum olduğu gözlenmiştir. Karışım değişkenleri merkez noktada iken, proses değişkenlerinden gliserol oranı ve zein nanopartikül oranı arttıkça filmlerin çekme gerilimi azalmıştır.

Çizelge 4.127. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi (MPa) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Çekme Gerilimi (MPa)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	3282,56	< 0,0001
Linear Karışım	1	433,32	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	876,04	< 0,0001
X ₁ X ₄	1	22,48	0,1776
X ₂ X ₃	1	870,69	< 0,0001
X ₂ X ₄	1	187,73	0,0009
X ₁ X ₃ X ₄	1	76,84	0,0191
X ₂ X ₃ X ₄	1	0,28	0,8774
X ₁ X ₃ ²	1	147,28	0,0024
X ₁ X ₄ ²	1	0,037	0,9552
X ₂ X ₃ ²	1	29,38	0,1265
X ₂ X ₄ ²	1	4,17	0,5520
Kalıntı	16	180,87	
Model uygunsuzluğu	11	122,34	0,5643
Saf hata	5	58,52	
Toplam	27	3463,42	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p<0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,948	
R ² _{adj}		0,912	
C.V. %		15,78	
Yeterli tahminleme		15,34	



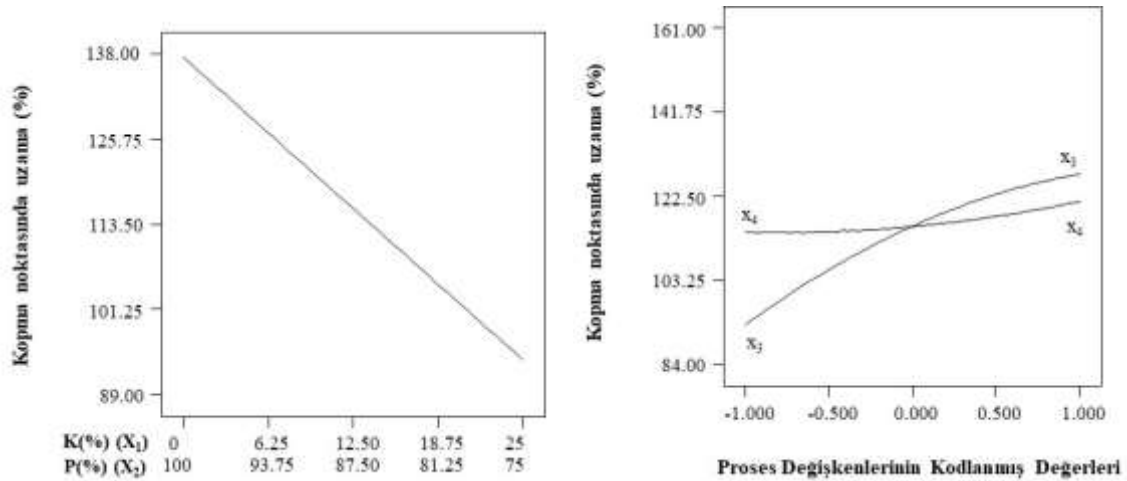
Şekil 4.40. Sığıla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin çekme gerilimi değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Sığıla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerleri %84,66-160,61 arasında değişmektedir. Filmlerin uzama yüzdeleri, karışım ve proses değişkenlerinden istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde etkilenmektedir (Çizelge 4.128). Sığıla ekstraktı bazlı filmlerde, kopma noktasında uzama değerinin, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %10 ve zein naopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %20 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu tespit edilmiştir.

İşlem değişkenleri orta noktada iken film kompozisyonu içerisinde protein oranının maksimum ve karbonhidrat oranının minimum olduğu koşullarda filmlerin uzama değerlerinin maksimum olduğu görülmektedir. Karışım değişkenleri merkez noktada iken, proses değişkenlerinden özellikle gliserol oranının filmlerin uzama yüzdesini istatistiksel olarak önemli düzeyde etkilediği ve gliserol oranının yükselmesi ile birlikte filmlerin uzama yüzdesinin arttığı tespit edilmiştir (Şekil 4.41)

Çizelge 4.128. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama(%) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Kopma Noktasında Uzama (%)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	10165,39	< 0,0001
Lineer Karışım	1	513,69	0,0012
X ₁ X ₃	1	315,00	0,0074
X ₁ X ₄	1	359,52	0,0048
X ₂ X ₃	1	6978,65	< 0,0001
X ₂ X ₄	1	1714,81	< 0,0001
X ₁ X ₃ X ₄	1	410,68	0,0030
X ₂ X ₃ X ₄	1	195,10	0,0284
X ₁ X ₃ ²	1	8,25	0,6270
X ₁ X ₄ ²	1	172,45	0,0377
X ₂ X ₃ ²	1	262,25	0,0130
X ₂ X ₄ ²	1	66,03	0,1800
Kalıntı	16	537,54	
Model uygunsuzluğu	11	373,42	0,5217
Saf hata	5	164,12	
Toplam	27	10702,93	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), <i>p</i> <0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,949	
R ² _{adj}		0,915	
C.V. %		5,28	
Yeterli tahminleme		22,15	



Şekil 4.41. Sığla kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin kopma noktasında uzama değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

4.4.3.1. Su Buharı Geçirgenliği ve Mekanik Özelliklerin İlişkisi

Çalışma kapsamında filmlerin özelliklerini değerlendirmek amacıyla gerçekleştirilen su buharı geçirgenliği, nem ve mekanik özellikler arasında bir ilişki olup olmadığını tespit etmek amacıyla korelasyon yapılmıştır. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde, su buharı geçirgenliği ile çekme gerilimi arasında negatif yönlü ($r = -0,81$), su buharı geçirgenliği ile uzama yüzdesi arasında pozitif yönlü ($r = 0,67$) ve su buharı geçirgenliği ile nem içeriği arasında da pozitif yönde ($r = 0,66$) bir korelasyon olduğu bulgulanmıştır. Güçlü ve kompakt bir ağ oluşumuna sahip filmler yüksek çekme gerilimine sahiptir. Dolayısıyla bu tür filmlerde moleküller arasındaki boşluk azalmakta ve birbirine daha yakın olan biyopolimer ağından su moleküllerinin geçişi engellenmekte ve sonuç olarak filmin su buharı geçirgenliği düşmektedir. Yüksek uzama yüzdesine sahip filmlerde ise moleküller arasındaki boşluk hacminin fazla olması hem de yapının daha esnek olması suyun hareketliliğini kolaylaştırdığından geçirgenlik değeri de yükselmektedir. Filmlerin çekme gerilimi ile uzama yüzdesi arasında ise negatif yönlü bir korelasyon bulunmuş olup ($r = -0,66$) bu durum sıkı ve düzenli bir ağ yapısına sahip filmlerin, yüksek çekme gerilimi ve düşük uzama değerleri gösterirken, polimer zincirleri arasındaki hareketliliğin fazla ve yapının esnek olduğu filmlerin ise düşük çekme gerilimi ve yüksek uzama değerine sahip olduğunu doğrulamaktadır.

Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde olduğu gibi sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde de su buharı geçirgenliği ile çekme gerilimi arasında negatif yönlü ($r = -0,93$), su buharı geçirgenliği ile uzama yüzdesi arasında pozitif yönlü ($r = 0,84$) ve çekme gerilimi ile uzama yüzdesi arasında ise negatif yönlü ($r = -0,80$) bir korelasyon olduğu bulgulanmıştır. Sığıla ekstraktı bazlı filmlerde, kestane ve sedir ekstraktı içeren filmlerde olduğu gibi çekme gerilimi ile su buharı geçirgenliği ve çekme gerilimi ile uzama yüzdesi arasında sırasıyla negatif yönlü ($r = -0,72$, $r = -0,58$) bir korelasyon tespit edilmiştir.

4.4.4. Suda Çözünürlük

Yenilebilir filmlerin su buharı geçirgenliği ve nem içeriğine ek olarak suda çözünebilirlikleri de önem taşımaktadır. Yenilebilir filmlerin, potansiyel gıda uygulamalarında ürün bütünlüğünü koruması hedeflendiğinden dolayı suda

çözünürlüklerinin düşük olması arzu edilmektedir. Bununla birlikte su içeriği yüksek olan gıdalarda hem yenilebilir film ve kaplamaların uygulanabilirliğini hem de bu materyallerin biyolojik olarak parçalanabilirliğini belirlemede çözünürlük önemli bir faktör olarak karşımıza çıkmaktadır. Genel olarak çözünürlüğün yüksek olması suya karşı direncin zayıf olduğunu göstermektedir. Kestane, sedir ve sıgla ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren filmlerin çözünürlükleri Çizelge 4.129’da verilmiştir. Kestane, sedir ve sıgla ekstraktı içeren nanokompozit filmlerde çözünürlük değerleri sırasıyla %29,09-%77,87, %35,06-83,66 ve %40,59-67,62 aralıklarında değişim göstermiştir.

Kestane ekstraktı bazlı filmlerde, çözünürlük değeri, protein oranının %87,5, karbonhidrat oranının %12,5, gliserol oranının %10 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein oranının %81,25, karbonhidrat oranının %18,75, gliserol oranının %15 ve zein naopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu bulunmuştur. Sedir ekstraktı bazlı filmlerde, protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %100, %0, %10 ve %5 olduğu film denemesinde en düşük; protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %100, %0, %20 ve %10 olduğu film denemesinde ise en yüksek çözünürlük değeri elde edilmiştir. Sığıla ekstraktı bazlı filmlerde ise, çözünürlük değeri, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %10 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein oranının %87,5, karbonhidrat oranının %12,5, gliserol oranının %20 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu tespit edilmiştir.

Kestane, sedir ve sıgla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin çözünürlük değerleri üzerine karışım ve proses değişkenlerinin etkisini gösteren uygun bir matematiksel model bulunamamıştır.

Çizelge 4.129. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin suda çözünürlük (%) ve nem içeriği değerleri.

Deneme No	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler		Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler		Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	
	Suda Çözünürlük (%)	Nem İçeriği (%)	Suda Çözünürlük (%)	Nem İçeriği (%)	Suda Çözünürlük (%)	Nem İçeriği (%)
1	33,46 ± 0,99	13,07±0,06	47,66±1,44	8,13±0,08	53,67±0,03	10,27±0,05
2	71,55 ± 2,42	10,79±0,02	37,99±0,54	10,06±0,06	55,98±0,18	10,44±0,06
3	56,63 ± 0,05	10,48±0,06	46,32±0,88	9,44±0,05	40,59±0,03	11,08±0,00
4	58,62 ± 0,29	13,47±0,29	53,34±0,86	11,71±0,17	43,89±0,01	12,11±0,01
5	61,2 ± 0,93	11,30±0,26	39,45±0,76	7,10±0,22	55,83±0,15	13,31±0,29
6	64,06 ± 0,51	10,21±0,07	44,68±0,60	9,50±0,15	54,43±0,01	10,48±0,10
7	63,5 ± 1,76	12,79±0,16	53,30±0,40	8,84±0,14	67,62±1,8	13,45±0,16
8	66,47 ± 3,59	13,79±0,12	57,88±1,23	6,87±0,16	41,13±0,88	11,10±0,14
9	54,44 ± 0,19	10,81±0,10	44,54±0,88	8,52±0,03	44,85±0,17	10,54±0,01
10	29,09 ± 0,47	11,30±0,05	55,97±0,23	7,52±0,30	44,46±0,56	10,33±0,01
11	34,78 ± 0,73	12,11±0,08	83,66±0,30	10,00±0,15	54,58±0,25	9,69±0,32
12	35,74 ± 0,53	11,81±0,01	58,41±0,04	10,23±0,01	44,75±1,00	12,34±0,01
13	32,12 ± 1,17	10,33±0,02	74,34±0,17	8,67±0,03	63,00±0,63	9,02±0,06
14	33,46 ± 0,06	11,15±0,07	70,80±0,33	9,24±0,05	64,12±0,19	10,09±0,02
15	34,51 ± 0,17	11,12±0,01	60,06±0,33	9,96±0,02	52,56±0,15	9,69±0,37
16	38,23 ± 1,19	11,18±0,01	69,00±0,08	9,76±0,03	52,30±0,01	10,35±0,17
17	34,33 ± 0,60	11,05±0,06	71,79±0,79	9,69±0,04	61,06±1,40	9,36±0,02
18	43,26 ± 0,15	12,71±0,08	70,15±0,94	10,84±0,10	48,52±0,03	11,39±0,03
19	41,62 ± 0,64	11,83±0,17	61,01±1,00	10,35±0,03	54,35±1,70	11,54±0,03
20	71,61 ± 1,52	10,86±0,09	67,90±0,84	8,95±0,04	62,98±0,67	10,06±0,15
21	77,87 ± 0,82	11,70±0,10	41,62±1,06	9,31±0,03	47,63±0,11	10,97±0,03
22	64,44 ± 0,88	10,45±0,02	55,01±0,54	10,14±0,08	61,11±0,55	9,62±0,17
23	66,68 ± 1,52	9,17±0,04	46,86±0,23	9,35±0,02	61,11±0,55	14,47±0,04
24	62,57 ± 0,28	11,14±0,06	48,90±0,21	9,89±0,02	50,60±0,48	10,92±0,00
25	69,33 ± 0,75	10,05±0,02	56,25±0,49	6,72±0,06	57,22±1,04	12,34±0,03
26	59,47 ± 0,60	9,48±0,01	37,33±0,13	7,48±0,01	51,50±0,62	10,44±0,01
27	70,04 ± 0,43	10,32±0,02	54,54±2,81	9,83±0,00	63,62±0,07	10,55±0,04
28	73,01 ± 0,07	9,32±0,02	35,06±0,51	9,55±0,07	62,84±0,93	10,27±0,09

4.4.5. Toplam Fenolik Madde

Kestane, sedir ve sığla ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren filmlerin çözünürlükleri Çizelge 4.130’da verilmiştir. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerinin toplam fenolik madde değerleri 7,56 ile 37,55 mg gallik asit/100 g kuru ağırlık aralığında değişmektedir. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde miktarları 3,56 ile 24,27 mg gallik asit/100 g kuru ağırlık aralığında değişmektedir. Sığla ekstraktı içeren nanokompozit filmlerde ise toplam fenolik madde değerleri 2,82-24,08 mg gallik asit/100 g kuru ağırlık değerleri arasında değişim göstermiştir. Üç farklı ekstrakt tipi içeren filmlerin toplam fenolik madde miktarları karşılaştırıldığında kestane

ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlere kıyasla daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum optimum ekstraksiyon koşullarında elde edilen kestane, sedir ve sığla ekstraktlarının toplam fenolik madde değerleri (sırasıyla 739,88, 343,86 ve 291,42 mg gallik asit/100 g ağırlık) ile tutarlı olup sonuçları doğrulamaktadır.

Çizelge 4.130. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde miktarı (mg gallik asit/100g kuru ağırlık).

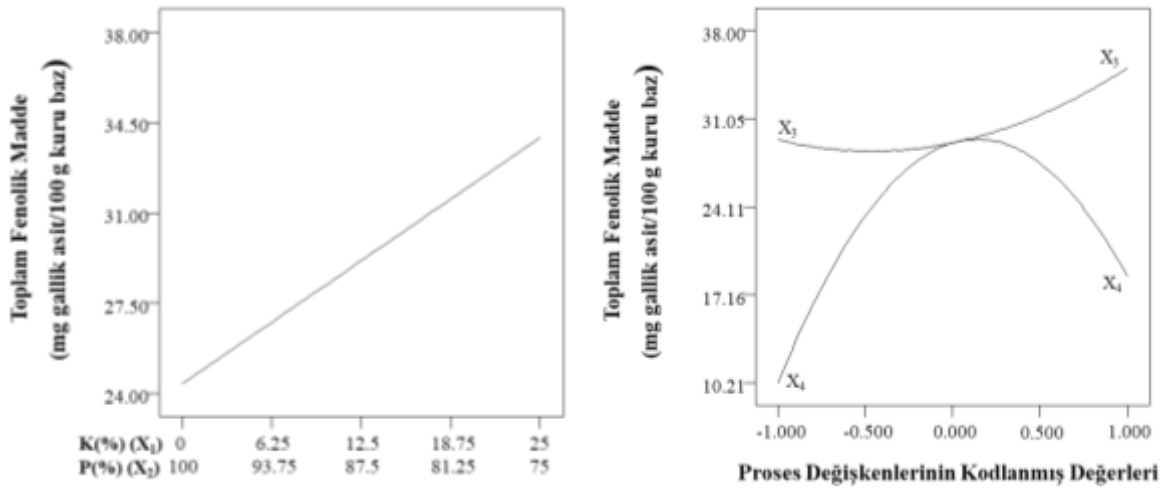
Deneme No	Toplam Fenolik Madde Miktarı (mg gallik asit /100g kuru ağırlık)		
	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	15,05 ± 1,14	12,47±0,11	14,66±0,23
2	13,17 ± 2,82	5,11±0,41	2,82±0,06
3	21,89 ± 3,56	18,13±0,12	24,08±0,06
4	19,14 ± 1,34	14,94±0,42	14,00±0,06
5	18,59 ± 0,24	3,56±0,11	4,84±0,36
6	12,13 ± 0,73	16,99±0,12	16,52±0,01
7	25,74 ± 0,24	5,71±0,12	18,65±0,09
8	8,00 ± 1,17	4,18±0,22	5,30±0,00
9	13,84 ± 0,47	5,39±0,32	11,93±0,06
10	14,54 ± 0,65	22,8±0,11	14,13±0,06
11	37,55 ± 0,83	14,95±0,41	7,64±0,06
12	23,23 ± 0,71	18,66±0,37	10,61±0,00
13	34,83 ± 0,12	22,43±0,43	17,47±0,00
14	12,22 ± 0,24	13,43±0,23	6,72±0,35
15	37,3 ± 0,12	15,76±0,12	17,6±0,00
16	30,32 ± 0,12	14,41±0,12	11,74±0,18
17	26,45 ± 1,45	12,11±0,35	4,79±0,12
18	34,74 ± 0,36	24,27±0,06	16,98±0,06
19	29,88 ± 0,36	12,33±0,34	15,46±0,24
20	21,16 ± 0,43	12,98±0,12	10,22±0,06
21	7,56 ± 0,93	16,93±0,12	12,36±0,47
22	14,48 ± 0,35	17,44±0,10	15,54±0,12
23	13,42 ± 0,46	11,49±0,12	11,7±0,06
24	13,8 ± 1,51	18,96±0,12	10,69±0,24
25	7,63 ± 2,56	12,36±0,22	9,01±0,24
26	10,93 ± 1,82	5,69±0,28	5,34±0,01
27	10,87 ± 0,35	21,41±0,12	11,97±0,12
28	10,91 ± 1,24	6,64±0,17	2,24±0,29

Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde miktarı ANOVA sonuçlarına göre karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül çözeltisi oranlarından önemli ölçüde etkilenmiştir (Çizelge 4.131). Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin

toplam fenolik madde miktarının maksimum olduğu noktada, film kompozisyonu maksimum oranda zein nanopartikül çözeltisi içermektedir. Zein nanopartikül çözeltisinin miktarının artması, kompozit filmlere dahil edilen kestane ekstraktı miktarının da arttığının göstergesidir. Kestane ekstraktında yer alan fenolik bileşikler kompozit filmlerin değişen miktarlarda toplam fenolik madde değerlerine sahip olmasını sağlamıştır. Benzer şekilde filmlerin toplam fenolik madde miktarının minimum olduğu noktada film kompozisyonu minimum oranda zein nanopartikül çözeltisi içermektedir.

Çizelge 4.131. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Toplam Fenolik Madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	2133,15	< 0,0001
Lineer Karışım	1	57,30	0,0822
X ₁ X ₃	1	24,44	0,2434
X ₁ X ₄	1	5,70	0,5668
X ₂ X ₃	1	129,76	0,0131
X ₂ X ₄	1	500,35	< 0,0001
X ₁ X ₃ X ₄	1	37,76	0,1517
X ₂ X ₃ X ₄	1	311,65	0,0005
X ₁ X ₃ ²	1	22,11	0,2662
X ₁ X ₄ ²	1	649,87	< 0,0001
X ₂ X ₃ ²	1	11,29	0,4225
X ₂ X ₄ ²	1	133,58	0,0120
Kalıntı	16	266,56	
Model uygunsuzluğu	11	201,11	0,3754
Saf hata	5	65,45	
Toplam	27	2399,71	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), p<0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,889	
R ² _{adj}		0,813	
C.V. %		21,19	
Yeterli tahminleme		11,74	



Şekil 4.42. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Proses değişkenleri orta noktada iken, protein oranının azalması ve karbonhidrat oranının artmasıyla TFM içeriğinde artış gözlenmiş olup protein oranının minimum (%75) ve karbonhidrat oranının maksimum (%25) olduğu durumda TFM içeriğinin maksimum olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.42). Karışım değişkenlerinin orta noktadaki sabit değerleri için, proses değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak, filmlerin TFM içeriklerindeki değişimi incelendiğinde zein nanopartikül oranının artmasıyla birlikte filmlerin TFM içerikleri belli bir değere kadar artmış ve daha sonra azalma göstermiştir. Zein nanopartikül oranı orta noktada iken TFM içeriğinin maksimum olduğu gözlenmiştir. Film çözeltisi içerisinde gliserol oranının yükselmesi ile birlikte TFM içeriği de artmıştır.

Sedir kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin TFM içerikleri üzerine karışım ve proses değişkenlerinin etkisini gösteren uygun bir matematiksel model bulunamamıştır (Çizelge 4.132). Elde edilen filmlerin TFM içerikleri 3,56 ile 24,27 mg gallik asit/100 g kuru madde değişim göstermiştir. Sedir ekstraktı bazlı filmlerde, TFM değerinin, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %10 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %20 ve zein naopartikül oranının %7,5 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.132. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Toplam Fenolik Madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	612,76	0,0484
Lineer Karışım	1	448,46	0,0004
X ₁ X ₃	1	20,45	0,3544
X ₁ X ₄	1	2,29	0,7538
X ₂ X ₃	1	15,55	0,4177
X ₂ X ₄	1	10,08	0,5126
X ₁ X ₃ X ₄	1	32,70	0,2453
X ₂ X ₃ X ₄	1	0,075	0,9545
X ₁ X ₃ ²	1	21,25	0,3453
X ₁ X ₄ ²	1	32,02	0,2500
X ₂ X ₃ ²	1	27,86	0,2820
X ₂ X ₄ ²	1	20,43	0,3546
Kalıntı	16	359,59	
Model uygunsuzluğu	11	312,58	0,1160
Saf hata	5	47,01	
Toplam	27	972,35	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,6302	
R ² _{adj}		0,3759	
C.V. %		34,79	
Yeterli tahminleme		5,126	

Sığla kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin TFM içerikleri üzerine karışım ve proses değişkenlerinin etkisini gösteren uygun bir matematiksel model bulunamamıştır (Çizelge 4.133). Sığla ekstraktı bazlı filmlerde, TFM değerinin, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %10 ve zein nanopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %10 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.133. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Toplam Fenolik Madde (mg gallik asit/100 g kuru ağırlık)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	544,43	0,0109
Lineer Karışım	1	412,15	< 0,0001
X ₁ X ₃	1	12,34	0,3609
X ₁ X ₄	1	18,41	0,2676
X ₂ X ₃	1	60,76	0,0532
X ₂ X ₄	1	9,62	0,4185
X ₁ X ₃ X ₄	1	0,19	0,9092
X ₂ X ₃ X ₄	1	3,542E-003	0,9875
X ₁ X ₃ ²	1	4,87	0,5631
X ₁ X ₄ ²	1	21,81	0,2292
X ₂ X ₃ ²	1	0,76	0,8178
X ₂ X ₄ ²	1	14,92	0,3164
Kalıntı	16	223,20	
Model uygunsuzluğu	11	116,06	0,8479
Saf hata	5	107,14	
Toplam	27	767,63	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), <i>p</i> <0,05 seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,7092	
R ² _{adj}		0,5093	
C.V. %		32,18	
Yeterli tahminleme		6,138	

4.4.6. Antioksidan Kapasitesi

Farklı karışım ve proses koşullarında üretilen filmlerin antioksidan kapasiteleri Çizelge 4.134'te verilmiştir. Antioksidan kapasitesi değerleri, kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde 29,16-108,4 mg troluks/g kuru ağırlık, sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde 16,35-50,04 mg troluks/100g kuru ağırlık ve sığla ekstraktı içeren nanokompozit filmlerde ise 11,28-33,66 mg troluks/100g kuru ağırlık arasında değişim göstermiştir. Üç farklı ekstrakt içeren filmlerin antioksidan kapasitesi değerleri kıyaslandığında bu değerlerin yüksekte düşüğe doğru sıralanışı kestane ekstraktı, sedir ekstraktı ve sığla ekstraktı bazlı filmler şeklindedir. Optimum ekstraksiyon koşullarında elde edilen kestane, sedir ve sığla ekstraktlarının antioksidan kapasitesi değerleri sırasıyla 99,52, 41,28 ve 31,61 mg troluks/100g kuru ağırlık olarak belirlenmiştir. Elde edilen ekstraktlardaki antioksidan kapasitesi değerleri ile bu ekstraktlar kullanılarak elde edilen

zein nanopartiküllerini içeren filmlerin antioksidan kapasitesi değerleri birbirleri ile uyumlu olup her iki durumda da kestane ekstraktının, sedir ve sığla ekstraktlarına kıyasla daha yüksek antioksidan aktive gösterdiği tespit edilmiştir.

Çizelge 4.134. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troluks/100g kuru ağırlık).

Deneme No	Antioksidan Kapasitesi (mg troluks/100g kuru ağırlık)		
	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	37,53 ± 0,98	37,67±0,13	17,65±0,11
2	33,44 ± 1,91	25,42±0,79	21,78±0,25
3	60,25 ± 3,51	31,50±0,52	22,98±0,23
4	51,30 ± 0,34	50,04±0,53	22,33±0,82
5	33,80 ± 4,64	16,35±0,25	31,07±0,13
6	38,14 ± 0,82	47,91±0,52	22,33±0,46
7	38,25 ± 2,53	28,27±2,46	20,15±0,59
8	29,37 ± 1,79	39,66±0,13	31,10±1,02
9	20,65 ± 2,62	32,28±0,77	25,64±0,38
10	108,4 ± 1,33	22,47±0,13	15,84±0,29
11	29,16 ± 0,78	29,19±0,13	21,59±0,25
12	68,99 ± 2,00	19,1±0,34	19,07±0,35
13	38,52 ± 2,79	18,73±0,65	16,77±0,34
14	31,98 ± 4,04	16,83±0,13	20,09±0,25
15	43,35 ± 1,94	19,37±0,83	30,59±0,75
16	68,34 ± 1,66	31,64±1,82	17,85±0,67
17	39,21 ± 2,51	45,19±0,11	16,43±0,18
18	73,41 ± 5,17	48,25±0,45	18,69±0,27
19	43,17 ± 2,50	44,26±0,56	29,6±0,41
20	49,54 ± 2,36	25,95±0,22	11,28±1,87
21	38,26 ± 2,29	28,99±0,36	24,17±0,00
22	40,72 ± 0,43	39,84±0,97	30,29±0,13
23	37,37 ± 0,22	29,61±1,00	17,08±0,29
24	41,24 ± 1,89	44,58±1,34	27,78±0,27
25	40,74 ± 0,55	31,22±0,11	33,66±0,28
26	44,94 ± 0,99	38,03±0,65	31,10±0,14
27	38,81 ± 3,23	31,75±1,34	31,74±0,40
28	31,99 ± 3,53	31,17±0,89	26,99±0,14

Kestane kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi değerleri üzerine karışım ve işlem değişkenlerinin interaksiyonlarının önemli ölçüde etkili olduğu bulgulanmıştır (Çizelge 4.135). Kestane ekstraktı bazlı filmlerde, antioksidan kapasitesi değerinin, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %20 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein

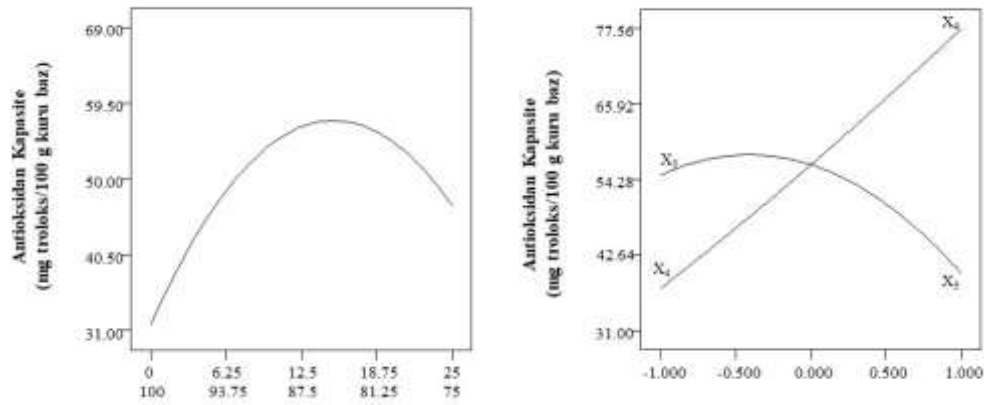
oranının %87,5, karbonhidrat oranının %12,5, gliserol oranının %10 ve zein nanopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.135. Kestane kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troluks/100g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Antioksidan Kapasitesi (mg troluks/100g kuru ağırlık)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	17	7088,58	0,0258
Lineer Karışım	1	1038,10	0,0151
X ₁ X ₂	1	193,20	0,2352
X ₁ X ₃	1	430,83	0,0886
X ₁ X ₄	1	1,92	0,9024
X ₂ X ₃	1	13,61	0,7444
X ₂ X ₄	1	9,35	0,7868
X ₁ X ₂ X ₃	1	442,86	0,0849
X ₁ X ₂ X ₄	1	1441,58	0,0062
X ₁ X ₃ X ₄	1	280,74	0,1589
X ₂ X ₃ X ₄	1	69,63	0,4658
X ₁ X ₃ ²	1	262,05	0,1721
X ₁ X ₄ ²	1	66,18	0,4768
X ₂ X ₃ ²	1	64,98	0,4807
X ₂ X ₄ ²	1	34,33	0,6061
X ₁ X ₂ X ₃ X ₄	1	813,94	0,0268
X ₁ X ₂ X ₃ ²	1	292,58	0,1512
X ₁ X ₂ X ₄ ²	1	45,99	0,5515
Kalıntı	10	1211,13	
Model uygunsuzluğu	5	902,40	0,1321
Saf hata	5	308,73	
Toplam	27	8299,70	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,8541	
R ² _{adj}		0,6060	
C.V. %		24,64	
Yeterli tahminleme		9,47	

Karışım değişkenlerinin ve proses değişkenlerinin fonksiyonu olarak, filmlerin antioksidan kapasitesindeki değişim Şekil 4.43'te verilen pertürbasyon grafiği ile gösterilmiştir. Filmlerin antioksidan kapasitesi değerinin, proses faktörlerinden zein nanopartikül oranının artmasıyla birlikte arttığı, gliserol oranının yükselmesiyle birlikte azaldığı bulgulanmıştır. Proses değişkenlerinden özellikle zein nanopartikül oranının etkisinin istatistiksel olarak önemli olduğu ve antioksidan kapasitesi değeri ile zein nanopartikül oranı arasında doğrusal bir ilişki bulunduğu saptanmıştır. Karışım

değişkenlerinden karbonhidrat oranının belirli bir değere kadar artması ve protein oranının düşmesi ile birlikte filmlerin antioksidan kapasitesinde artış gözlemlenirken, belirli bir değerden sonra ortamda karbonhidrat oranının artması ve protein oranının düşmesi ile birlikte antioksidan kapasitesi azalmaktadır. Protein oranı yaklaşık %85 ve karbonhidrat oranı yaklaşık %15 olduğunda antioksidan kapasitesi değerinin maksimum olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.43. Kestane kabuğu ekstraktı içeren nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troloks/100 g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım değişkenlerinin etkisini gösteren iki bileşenli karışım grafiği ve proses koşullarının etkisini gösteren pertürbasyon grafikleri.

Sedir kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin s değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler Çizelge 4.136'da verilmiştir. R^2 ve R^2_{adj} değerleri birbirinden uzak ve oldukça düşük değerlerde elde edilmiştir. Karışım ve proses değişkenlerinin etkisini gösteren uygun bir matematiksel model bulunamamıştır. Sedir ekstraktı bazlı filmlerde, AA değerinin, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %10 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %20 ve zein naopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.136. Sedir kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troluks/100g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Antioksidan Kapasitesi (mg troluks/100g kuru ağırlık)	
		Hata kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	1238,96	0,3401
Lineer Karışım	1	166,52	0,1952
X ₁ X ₃	1	33,68	0,5517
X ₁ X ₄	1	195,85	0,1620
X ₂ X ₃	1	58,63	0,4342
X ₂ X ₄	1	65,21	0,4101
X ₁ X ₃ X ₄	1	286,89	0,0950
X ₂ X ₃ X ₄	1	35,27	0,5426
X ₁ X ₃ ²	1	64,12	0,4139
X ₁ X ₄ ²	1	49,91	0,4700
X ₂ X ₃ ²	1	151,67	0,2153
X ₂ X ₄ ²	1	296,47	0,0901
Kalıntı	16	1457,99	
Model uygunsuzluğu	11	954,71	0,6128
Saf hata	5	503,28	
Toplam	27	2696,94	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,4594	
R ² _{adj}		0,0877	
C.V. %		29,53	
Yeterli tahminleme		4,877	

Sığla kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler Çizelge 4.137’de verilmiştir. Bu filmlerin antioksidan kapasitesi değerleri üzerine karışım ve proses değişkenlerinin etkisini gösteren uygun bir matematiksel model bulunamamıştır. Protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %93,75, %6,25, %15 ve %10 olduğu film denemesinde en düşük; protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %100, %0, %20 ve %5 olduğu film denemesinde ise en yüksek antioksidan kapasite elde edilmiştir.

Çizelge 4.137. Sığla kabuğu ekstraktı yüklenen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin antioksidan kapasitesi (mg troloks/100g kuru ağırlık) değerleri üzerine karışım ve proses koşullarının etkisini gösteren ANOVA tablosu ve modelin uygunluğunu gösteren istatistiksel parametreler.

Varyasyon Kaynağı	SD	Antioksidan Kapasitesi (mg troloks/100g kuru ağırlık)	
		Hata Kareler Toplamı	p-Değeri
Model	11	575,01	0,1050
Lineer Karışım	1	0,12	0,9478
X ₁ X ₃	1	51,47	0,1823
X ₁ X ₄	1	2,29	0,7724
X ₂ X ₃	1	11,26	0,5236
X ₂ X ₄	1	42,06	0,2256
X ₁ X ₃ X ₄	1	38,92	0,2429
X ₂ X ₃ X ₄	1	87,38	0,0880
X ₁ X ₃ ²	1	90,98	0,0823
X ₁ X ₄ ²	1	0,012	0,9834
X ₂ X ₃ ²	1	251,57	0,0071
X ₂ X ₄ ²	1	49,83	0,1891
Kalıntı	16	423,63	
Model uygunsuzluğu	11	350,97	0,1988
Saf hata	5	72,66	
Toplam	27	998,64	
X ₁ : Karbonhidrat oranı (%), X ₂ : Protein oranı (%), X ₃ : Gliserol oranı (%kuru bazda), X ₄ : Zein nanopartikülleri oranı (%kuru bazda), $p < 0,05$ seviyesinde istatistiksel olarak önemli			
R ²		0,5758	
R ² _{adj}		0,2842	
C.V. %		21,97	
Yeterli tahminleme		5,071	

4.4.7. Antimikrobiyal Aktivite

Aktif paketleme sistemleri, antioksidan ve antimikrobiyal özellikler gösteren doğal bitki ekstraktları, uçucu yağlar, organik asitler, vb. çeşitli aktif bileşiklerle oluşturulabilmektedir. Aktif paketleme sisteminde, gıda ürünü, paketleme malzemesi ve dış çevre pozitif olarak etkileşime girer ve aktif bileşiğin salınması ile gıdaların kalitesinin korunması ve raf ömrünün uzaması sağlanır (Ramos vd., 2013). Günümüzde doğal kaynaklardan elde edilen birçok antimikrobiyal madde, kimyasal maddelere alternatif doğal koruma yöntemleri olarak kullanılmaktadır. Projemizde biyoaktif ekstraktların elde edilmesi amacıyla, sedir, sığla ve kestane kabukları düşük maliyetli ve fonksiyonel doğal kaynaklar olarak seçilmiştir. Seçilen kabuk ekstraktları ile ilgili literatürde yapılan araştırmalar sınırlı sayıda olmakla birlikte antimikrobiyal etkilerinin olduğunu gösteren çalışmalar bulunmaktadır.

Hekzan ekstraksiyonu ile üretilen sedir ağacı yapraklarının esansiyel yağlarının farklı minimum inhibisyon konsantrasyonlarında *Escherichia coli* (0,25 mg/mL), *Pseudomonas aeruginosa* (0,98 mg/mL), *Klebsiella pneumoniae* (1,45 mg/mL), *Staphylococcus aureus* (0,68 mg/mL), *Staphylococcus intermedius* (1,25 mg/mL), *Enterococcus faecalis* (1,31 mg/mL), ve *Bacillus sphericus* (1,62 mg/mL) mikroorganizmalarına karşı antimikrobiyal etki gösterdiği rapor edilmiştir (Derwich vd., 2010). Benzer şekilde sığla üzerine yapılan çalışmalarda sığla ağacı yapraklarından üretilen ekstraktların birçok mikroorganizmaya karşı antimikrobiyal etkiye sahip olduğu belirlenmiş ve bu mikroorganizmalar arasında gıdalarda en sık karşımıza çıkan *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes*, *Staphylococcus aureus* ve *Enterococcus faecalis* 'de yer almaktadır (Okmen vd., 2014). Kestane kabuğundan farklı solventler (metanol, su, n-bütanol, etil asetat) kullanılarak elde edilen ekstraktların *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* ve *Listeria monocytogenes* bakterilerine karşı antimikrobiyal etki gösterdiği bildirilmiştir. Kestane kabuğu ekstraktlarının *Escherichia coli* ve *Listeria monocytogenes*'e kıyasla *Staphylococcus aureus* 'a karşı daha yüksek antimikrobiyal aktivite gösterdiği belirtilmiştir (Zhan vd., 2014).

Seçilen en uygun nanopartikül üretim yöntemi ile optimum koşullarda sedir, sığla ve kestane kabuğu ekstraktlarını içeren zein nanopartikülleri üretilerek, bu nanopartiküllerinin protein ve karbonhidrat bazlı kompozit filmlere dahil edilmesi sonucu biyonanokompozit filmler elde edilmiştir. Elde edilen aktif biyonanokompozit filmlerin antimikrobiyal etkileri *Listeria monocytogenes*, *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* mikroorganizmalarına karşı araştırılmıştır. Nanokompozit filmlerin *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes* ve *Staphylococcus aureus* mikroorganizmalarına karşı antimikrobiyal aktiviteleri (log cfu/g) sırasıyla Çizelge 4.138, 4.139 ve 4.140'da verilmiştir.

Aktif nanokompozit filmlerin *E. coli*'e karşı antimikrobiyal aktivitesi (log cfu/g) incelendiğinde kestane kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin antimikrobiyal aktivitesi 0,24 ile 0,96 log cfu/g arasında değişmektedir. Buna karşın sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin *E. coli*'e karşı antimikrobiyal aktivitesi 0,09 ile 1,03 log cfu/g arasında değişmektedir. Sığla ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerde ise *E. coli*'e karşı 0,11 ile 0,91 log cfu/g aralığında değişen antimikrobiyal aktivite tespit edilmiştir. Her üç nanokompozit film tipi için *E. coli*'e karşı antimikrobiyal aktiviteleri birbirlerine yakın aralıklarda değişmektedir. Üç farklı ekstraktın dahil edildiği zein nanopartiküllerini içeren filmlerin bu mikroorganizmaya karşı maksimum

antimikrobiyal aktivitesi sırasıyla sedir, sığla ve kestane için 1,03, 0,91 ve 0,96 log cfu/g bulunmuştur.

Aktif nanokompozit filmlerin *L. monocytogenes*'e karşı antimikrobiyal aktiviteleri *Escherichia coli* 'e karşı olan antimikrobiyal aktiviteleri ile yakın değerlerde bulgulanmıştır. Kestane kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin *L. monocytogenes*'e karşı antimikrobiyal aktivitesi 0,28 ile 0,85 log cfu/g arasında değişmektedir. Buna karşın sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin *L. monocytogenes*'e karşı antimikrobiyal aktivitesi 0,09 ile 1,18 log cfu/g arasında değişmektedir. Sığla ekstraktı yüklenmiş zein nanoparüküllerini içeren nanokompozit filmlerde ise *L. monocytogenes*'e karşı 0,22 ile 1,13 log cfu/g aralığında değişen antimikrobiyal aktivite tespit edilmiştir. *L. monocytogenes*'e karşı en yüksek antimikrobiyal aktivite sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde gözlemlenmiş olup, sığla ekstraktları bazlı nanokompozit filmlerinde yakın değerlerde maksimum antimikrobiyal aktivite gösterdiği bulgulanmıştır. Deneme desenine göre üretilen nanokompozit filmlerin bazılarında antimikrobiyal aktivite çok düşük seviyelerde bulgulanmıştır. Genel olarak maksimum antimikrobiyal aktivitelerin elde edildiği nanokompozit filmlerin maksimum oranda zein nanopartikül içeriğine sahip olduğu görülmüştür.

S. aureus için filmlerin antimikrobiyal aktiviteleri incelendiğinde sedir yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerde en yüksek antimikrobiyal aktivite değerine (1,54 log cfu/g) ulaşılmıştır. Ancak, yine sedir bazlı nanokompozit filmler diğer filmler ile kıyaslandığında en düşük (0,07 log cfu/g) antimikrobiyal aktivitede bu denemelerde bulgulanmıştır. Kestane kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin *S. aureus* 'a karşı antimikrobiyal aktivitesi 0,39 ile 0,86 log cfu/g arasında değişmektedir. Sığla ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerde ise *S. aureus* 'a karşı 0,27 ile 0,64 log cfu/g aralığında değişen antimikrobiyal aktivite tespit edilmiştir.

Çizelge 4.138. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin *Escherichia coli* 'e karşı antimikrobiyal aktivitesi (log cfu/g).

Antimikrobiyal Aktivite (<i>Escherichia coli</i>) (log cfu/g)			
Deneme No	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	0,36 ± 0,04	0,37±0,04	0,15 ± 0,01
2	0,27 ± 0,03	0,81±0,05	0,11 ± 0,03
3	0,40 ± 0,03	0,96±0,09	0,21 ± 0,01
4	0,44 ± 0,02	0,80±0,03	0,14 ± 0,01
5	0,49 ± 0,02	0,06±0,04	0,18 ± 0,01
6	0,36 ± 0,02	0,48±0,07	0,28 ± 0,02
7	0,96 ± 0,11	0,36±0,06	0,34 ± 0,03
8	0,38 ± 0,01	0,48±0,02	0,25 ± 0,03
9	0,40 ± 0,02	0,18±0,03	0,78 ± 0,09
10	0,55 ± 0,04	0,45±0,05	0,42 ± 0,04
11	0,53 ± 0,04	0,33±0,06	0,33 ± 0,05
12	0,24 ± 0,02	0,67±0,07	0,83 ± 0,03
13	0,51 ± 0,02	0,65±0,03	0,66 ± 0,04
14	0,34 ± 0,01	0,65±0,03	0,64 ± 0,01
15	0,56 ± 0,02	0,89±0,06	0,75 ± 0,03
16	0,54 ± 0,04	0,18±0,02	0,46 ± 0,02
17	0,55 ± 0,02	0,52±0,03	0,80 ± 0,03
18	0,56 ± 0,03	0,74±0,06	1,03 ± 0,06
19	0,55 ± 0,06	0,95±0,03	0,23 ± 0,02
20	0,58 ± 0,07	0,51±0,02	0,79 ± 0,02
21	0,37 ± 0,05	0,45±0,04	0,58 ± 0,02
22	0,60 ± 0,05	1,03±0,03	0,91 ± 0,04
23	0,46 ± 0,05	0,79±0,06	0,71 ± 0,03
24	0,38 ± 0,06	0,10±0,03	0,61 ± 0,07
25	0,29 ± 0,03	0,34±0,03	0,40 ± 0,01
26	0,61 ± 0,09	0,19±0,01	0,37 ± 0,01
27	0,30 ± 0,04	0,30±0,02	0,30 ± 0,01
28	0,30 ± 0,05	0,08±0,01	0,27 ± 0,01

Çizelge 4.139. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin *Listeria monocytogenes* 'e karşı antimikrobiyal aktivitesi (log cfu/g).

Antimikrobiyal Aktivite (<i>Listeria monocytogenes</i>) (log cfu/g)			
Deneme No	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	0,35 ± 0,02	0,09±0,06	0,55 ± 0,03
2	0,37 ± 0,08	1,21±0,15	0,69 ± 0,02
3	0,48 ± 0,08	0,71±0,10	1,13 ± 0,12
4	0,36 ± 0,03	0,91±0,08	0,99 ± 0,11
5	0,47 ± 0,02	1,19±0,03	0,8 ± 0,04
6	0,28 ± 0,01	1,28±0,10	0,58 ± 0,05
7	0,36 ± 0,05	0,31±0,02	0,63 ± 0,04
8	0,33 ± 0,03	0,42±0,07	0,44 ± 0,01
9	0,39 ± 0,08	0,60±0,03	0,48 ± 0,03
10	0,45 ± 0,03	1,18±0,08	0,73 ± 0,06
11	0,42 ± 0,06	0,07±0,01	0,79 ± 0,09
12	0,28 ± 0,02	0,53±0,03	0,42 ± 0,02
13	0,63 ± 0,06	0,09±0,02	0,6 ± 0,07
14	0,37 ± 0,04	0,86±0,12	0,44 ± 0,05
15	0,85 ± 0,04	0,56±0,1	0,32 ± 0,06
16	0,71 ± 0,06	0,86±0,05	0,41 ± 0,04
17	0,62 ± 0,02	0,91±0,07	0,39 ± 0,03
18	0,66 ± 0,04	0,75±0,04	0,49 ± 0,02
19	0,59 ± 0,01	0,88±0,02	0,4 ± 0,04
20	0,64 ± 0,03	0,78±0,04	0,56 ± 0,04
21	0,36 ± 0,04	0,57±0,01	0,34 ± 0,03
22	0,38 ± 0,06	0,51±0,06	0,44 ± 0,02
23	0,57 ± 0,03	1,54±0,11	0,32 ± 0,04
24	0,54 ± 0,05	0,09±0,02	0,27 ± 0,04
25	0,32 ± 0,05	1,11±0,17	0,32 ± 0,07
26	0,57 ± 0,03	1,21±0,03	0,36 ± 0,04
27	0,33 ± 0,02	0,79±0,05	0,24 ± 0,03
28	0,57 ± 0,01	1,39±0,10	0,22 ± 0,03

Çizelge 4.140. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin *Staphylococcus aureus*' a karşı antimikrobiyal aktivitesi (log cfu/g).

Antimikrobiyal Aktivite (<i>Staphylococcus aureus</i>) (log cfu/g)			
Deneme No	Kestane Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Filmler
1	0,45 ± 0,05	0,09±0,06	0,43 ± 0,04
2	0,40 ± 0,06	1,34±0,02	0,40 ± 0,02
3	0,68 ± 0,11	0,71±0,10	0,55 ± 0,03
4	0,64 ± 0,03	2,91±0,08	0,64 ± 0,07
5	0,80 ± 0,11	1,19±0,03	0,59 ± 0,04
6	0,42 ± 0,03	1,46±0,15	0,55 ± 0,05
7	0,64 ± 0,07	0,31±0,02	0,45 ± 0,01
8	0,50 ± 0,03	0,42±0,07	0,31 ± 0,02
9	0,53 ± 0,07	0,60±0,03	0,27 ± 0,02
10	0,71 ± 0,01	1,18±0,08	0,29 ± 0,12
11	0,62 ± 0,10	0,07±0,01	0,54 ± 0,03
12	0,45 ± 0,03	0,53±0,03	0,49 ± 0,02
13	0,65 ± 0,07	0,09±0,02	0,57 ± 0,04
14	0,43 ± 0,02	1,93±0,09	0,42 ± 0,01
15	0,72 ± 0,08	0,56±0,10	0,53 ± 0,08
16	0,73 ± 0,02	0,86±0,05	0,52 ± 0,02
17	0,75 ± 0,07	0,91±0,07	0,50 ± 0,03
18	0,86 ± 0,05	0,75±0,04	0,57 ± 0,04
19	0,80 ± 0,04	0,88±0,02	0,59 ± 0,04
20	0,77 ± 0,12	0,78±0,04	0,63 ± 0,03
21	0,49 ± 0,04	0,57±0,01	0,42 ± 0,01
22	0,70 ± 0,12	0,51±0,06	0,58 ± 0,05
23	0,65 ± 0,02	1,54±0,11	0,47 ± 0,07
24	0,78 ± 0,04	0,09±0,02	0,51 ± 0,03
25	0,39 ± 0,04	1,73±0,37	0,36 ± 0,02
26	0,68 ± 0,01	1,57±0,08	0,48 ± 0,01
27	0,39 ± 0,02	0,79±0,05	0,29 ± 0,04
28	0,52 ± 0,04	1,39±0,10	0,27 ± 0,03

4.4.8. Termal Özellikler

Gıda ambalajlamada kullanılmak üzere geliştirilen nanokompozit filmlerin fiziksel ve fonksiyonel özelliklerinin yanı sıra termal özelliklerinin de değerlendirilmesi önem taşımaktadır. Yenilebilir film ve ambalajların üretiminde kullanılan protein ve karbonhidrat gibi farklı biyopolimerin üretim ve kullanım sırasında ısı stabilitelerinin değerlendirilmesi önem kazanmaktadır. Literatürde yer alan pek çok çalışmada nanopartiküllerin filmlerde geçirgenlik ve mekanik özellikler üzerindeki avantajlarının yanı sıra termal özelliklerinin de geliştirilmesinde rol alması dikkat çekmektedir.

Kestane, sedir ve sığla ekstraktı ile farklı proses ve karışım değişkenleri kullanılarak üretilen filmlerin termal özellikleri sırasıyla Çizelge 4.141., 4.142. ve 4.143.'te verilmiştir. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin camsı geçiş sıcaklığı (Tg) 37,67-52,05°C arasında değişim göstermiştir. Kestane ekstraktı bazlı filmlerde, Tg değerinin, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %10 ve zein nanopartikül oranının %10 olduğu film kompozisyonunda minimum, protein oranının %81,25, karbonhidrat oranının %18,75, gliserol oranının %15 ve zein nanopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda ise maksimum olduğu tespit edilmiştir. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin Tg değerleri 37,83-59,91°C, sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin Tg değerleri 40,31-56,10°C arasında değişim göstermiştir. Ekstrakt tipleri arasındaki farklılıklara rağmen nanokompozit filmlerin Tg değerleri değişim aralıkları birbirine oldukça yakın bulunmuştur. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %100, %0, %20 ve %10 olduğu film denemesinde en düşük; protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %100, %0, %20 ve %5 olduğu film denemesinde ise en yüksek Tg değeri elde edilmiştir. En yüksek ve en düşük camsı geçiş sıcaklarının elde edildiği denemeler arasındaki belirgin tek fark zein nanopartikül oranı olmuştur. Zein nanopartikül oranının artması sonucu camsı geçiş sıcaklığının azaldığı tespit edilmiştir. Sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin camsı geçiş sıcaklığında da zein nanopartikül oranı aynı etkiyi göstermiştir. Da Rosa vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada timol ve karvakrol yüklenen zein nanopartiküllerinin polietilen oksit filmlerine artan oranlarda ilave edilmesi sonucu filmlerin camsı geçiş sıcaklığında azalma belirlenmiştir. Polietilen oksit filmlerin 42,1°C olan camsı geçiş sıcaklığı, timol yüklü zein nanopartikülleri ile %50(v/v) oranında zenginleştirildiğinde 38,1°C, karvakrol yüklü zein nanopartikülleri ile %70(v/v) oranında zenginleştirildiğinde 36,1°C değerlerine düşmüştür. Nanokompozit filmlerde bulgularan camsı geçiş sıcaklığı değerlerinin literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir. Khodaei vd. (2020) yaptıkları çalışmada, jelatin filminin camsı geçiş sıcaklığını 48,1°C ve düşük metoksilli pektin filminin camsı geçiş sıcaklığını ise 63,4°C olarak rapor etmişlerdir. Bununla birlikte pektin filminin, jelatin filminden daha yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip olması pektinin daha yüksek ısı kapasitesi ve amorf bölgelere sahip olmasından kaynaklandığı ifade edilmiştir. Daha yüksek oranlarda kristallik içeren biyopolimerler, amorf bölgenin hareketliliğinin kısıtlanması sebebiyle daha yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahiptir. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin bileşiminde pektin oranının yükselmesi Tg değerini artırmıştır. Filmlerde kırılgenliği azaltmak ve esneklik sağlamak

amacıyla yapıya eklenen gliserol higroskopik bir madde olduğundan suyu bağlama kapasitesi yüksektir. Filmlerde gliserol ile birlikte suyun varlığı, suyun plastikleştirici etkisinden dolayı filmlerin nem içeriğini artırarak camsı geçiş sıcaklığını düşürebilir. Genel olarak filmlerin camsı geçiş sıcaklıkları yüksek olup bu durum filmlerin depolama koşullarında stabilitesini koruyabileceğinin göstergesidir.

Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin ısı kapasiteleri, 0,10 ile 0,53 aralığında değişmektedir. Protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %87,5, %12,5, %20 ve %5 olduğu film denemesinde en düşük; protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranının sırasıyla %93,75, %6,25, %15 ve %10 olduğu film denemesinde ise en yüksek ısı kapasitesi elde edilmiştir. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde ise ısı kapasitesi 0,07-0,29 arasında değişim göstermekte olup protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %10 ve zein nanopartikül oranının %5 olduğu koşullarda minimum, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %10 ve zein nanopartikül oranının %7,5 olduğu koşullarda maksimum değerini almıştır. Protein oranının yükselmesi ısı kapasitesini artırmıştır. Sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin ısı kapasiteleri 0,17 ile 1,28 aralığında değişmektedir.

Kestane, sedir ve sığla ekstraktı içeren filmlerin erime sıcaklıkları sırasıyla 128,82-151,45°C; 140,30-176,40°C ve 141,87-163,66°C arasında değişmektedir. Filmlerin erime noktalarındaki değişim biyopolimerlerin kendi içindeki ve birbirleri arasındaki moleküler interaksiyonunun değişimine bağlı olarak açıklanabilir. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %20 ve zein nanopartikül oranının %10 olduğu koşullarda minimum, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %15 ve zein nanopartikül oranının %10 olduğu koşullarda erime sıcaklığı maksimum değerini almıştır. Sedir ekstraktı bazlı filmlerde ise erime sıcaklığının, protein oranının %100, karbonhidrat oranının %0, gliserol oranının %20 ve zein nanopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda en düşük, protein oranının %75, karbonhidrat oranının %25, gliserol oranının %10 ve zein nanopartikül oranının %5 olduğu film kompozisyonunda ise en yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.141. Kestane ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin termal özellikleri.

Deneme No	ΔC_p	T_g	T_m
1	$0,10 \pm 0,01$	$46,13 \pm 1,46$	$137,66 \pm 4,10$
2	$0,15 \pm 0,06$	$41,22 \pm 2,44$	$144,25 \pm 1,75$
3	$0,14 \pm 0,02$	$47,23 \pm 4,29$	$144,61 \pm 6,36$
4	$0,19 \pm 0,04$	$41,43 \pm 4,81$	$143,12 \pm 7,23$
5	$0,13 \pm 0,04$	$37,67 \pm 0,15$	$144,54 \pm 6,95$
6	$0,24 \pm 0,02$	$44,13 \pm 0,62$	$136,26 \pm 11,9$
7	$0,21 \pm 0,21$	$47,09 \pm 4,42$	$140,36 \pm 0,55$
8	$0,16 \pm 0,05$	$41,24 \pm 4,78$	$134,93 \pm 4,68$
9	$0,20 \pm 0,05$	$41,37 \pm 4,63$	$143,62 \pm 7,84$
10	$0,24 \pm 0,05$	$43,05 \pm 1,17$	$146,35 \pm 1,55$
11	$0,34 \pm 0,01$	$44,21 \pm 0,12$	$128,82 \pm 1,00$
12	$0,29 \pm 0,02$	$44,05 \pm 0,06$	$138,48 \pm 3,03$
13	$0,29 \pm 0,03$	$41,14 \pm 2,98$	$135,99 \pm 3,34$
14	$0,25 \pm 0,10$	$41,66 \pm 5,09$	$135,72 \pm 7,79$
15	$0,40 \pm 0,01$	$43,85 \pm 0,23$	$132,16 \pm 0,68$
16	$0,43 \pm 0,01$	$43,90 \pm 0,25$	$147,34 \pm 1,53$
17	$0,43 \pm 0,08$	$38,97 \pm 0,58$	$139,83 \pm 0,01$
18	$0,45 \pm 0,26$	$50,01 \pm 1,57$	$150,51 \pm 0,45$
19	$0,50 \pm 0,01$	$42,66 \pm 0,13$	$129,58 \pm 1,13$
20	$0,53 \pm 0,25$	$39,29 \pm 0,66$	$136,82 \pm 0,21$
21	$0,12 \pm 0,01$	$52,05 \pm 5,25$	$135,13 \pm 4,88$
22	$0,16 \pm 0,04$	$47,46 \pm 4,02$	$151,45 \pm 6,25$
23	$0,18 \pm 0,07$	$43,95 \pm 1,35$	$146,54 \pm 1,34$
24	$0,22 \pm 0,19$	$40,03 \pm 4,89$	$148,77 \pm 2,68$
25	$0,20 \pm 0,02$	$44,50 \pm 0,01$	$141,26 \pm 4,81$
26	$0,20 \pm 0,06$	$47,25 \pm 4,07$	$149,21 \pm 0,78$
27	$0,18 \pm 0,08$	$46,23 \pm 5,18$	$150,66 \pm 2,29$
28	$0,23 \pm 0,02$	$43,98 \pm 0,45$	$146,87 \pm 4,09$

Çizelge 4.142. Sedir ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin termal özellikleri.

Deneme No	ΔC_p	T _g	T _m
1	0,23±0,01	44,11±0,07	174,38±0,63
2	0,23±0,05	44,04±0,06	155,47±1,37
3	0,09±0,05	48,59±10,9	166,34±4,78
4	0,18±0,02	40,88±2,92	162,51±4,13
5	0,13±0,07	47,70±3,05	168,82±6,55
6	0,14±0,05	55,34±2,62	163,44±9,32
7	0,27±0,07	50,60±1,07	146,09±0,23
8	0,23±0,01	59,91±0,27	144,36±2,66
9	0,24±0,02	50,64±6,50	149,52±2,69
10	0,15±0,05	45,02±7,19	155,39±4,91
11	0,10±0,04	37,83±0,13	146,55±1,43
12	0,15±0,01	44,97±0,07	153,28±1,11
13	0,10±0,05	46,30±3,58	156,61±6,26
14	0,17±0,11	54,99±4,64	142,38±0,79
15	0,14±0,03	47,05±2,72	154,72±0,88
16	0,17±0,02	46,49±3,47	155,19±4,84
17	0,29±0,04	57,91±0,03	151,41±5,33
18	0,20±0,09	59,07±0,09	150,36±3,07
19	0,12±0,01	47,47±2,57	145,09±6,47
20	0,25±0,06	47,01±2,89	151,44±5,94
21	0,17±0,06	43,91±1,29	158,74±5,85
22	0,19±0,02	44,86±0,02	166,72±2,15
23	0,16±0,04	41,20±3,29	157,32±7,09
24	0,19±0,04	45,04±0,21	147,09±0,81
25	0,20±0,02	48,33±10,3	140,30±0,54
26	0,19±0,03	49,94±0,23	154,82±0,01
27	0,07±0,05	47,26±0,34	176,40±4,19
28	0,25±0,08	40,97±2,98	163,87±12,3

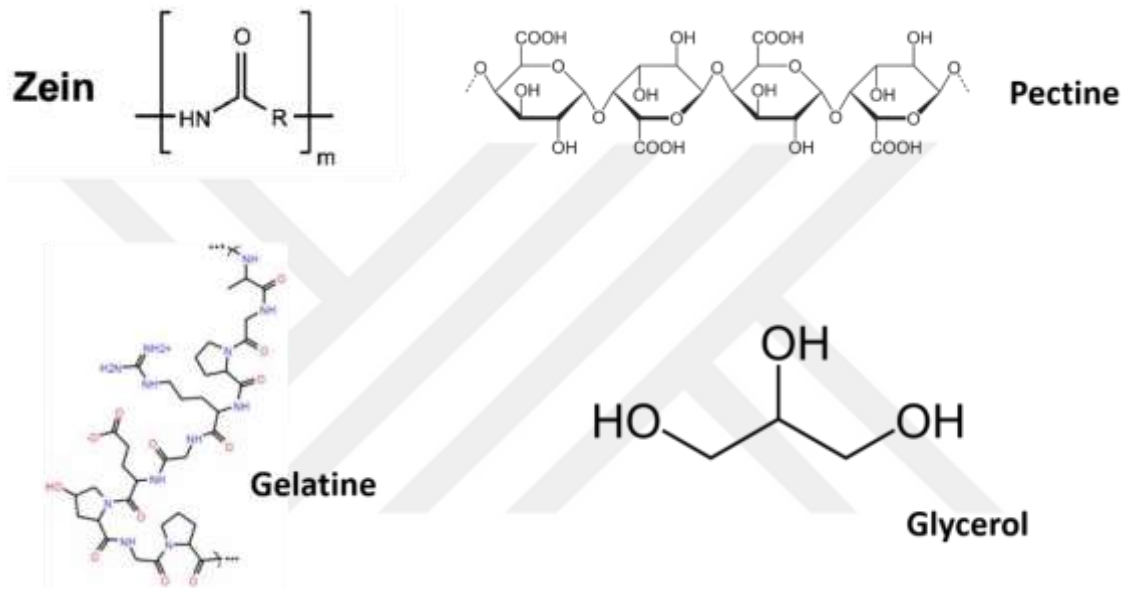
Çizelge 4.143. Sıgla ekstraktı yüklenmiş zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerin termal özellikleri.

Deneme No	ΔC_p	T _g	T _m
1	0,17±0,03	49,46±0,66	155,39±7,11
2	0,28±0,03	51,08±2,23	147,37±2,63
3	0,16±0,01	49,77±0,16	147,94±2,25
4	0,24±0,1	56,1±6,12	163,66±6,07
5	0,3±0,09	48,25±1	148,91±0,88
6	0,26±0,05	48,26±0,2	147,07±5,1
7	0,45±0,13	43,5±0,13	149,22±5,83
8	0,3±0,03	44,02±5,36	143,47±2,41
9	0,41±0,02	42,81±0,35	149,4±1,27
10	0,22±0,07	46,25±1,35	147,76±0,72
11	0,41±0,2	48,1±4,65	146,17±5,93
12	0,32±0,01	45,01±0,66	143,27±4,45
13	0,31±0,01	44,99±1,65	155,2±3,83
14	0,31±0,01	48,11±1,72	146,9±3,8
15	0,2±0,01	48,8±3,6	150,24±1,02
16	0,11±0,02	49,69±2,85	151,54±2,55
17	0,24±0,03	43,93±0,31	147,31±0,68
18	0,14±0,03	47,9±1,37	150,75±0,35
19	0,32±0,07	42,53±0,3	156,92±1,59
20	0,42±0,14	40,31±2,33	143,36±0,59
21	0,46±0,01	41,32±1,19	149,06±2,82
22	0,26±0,01	41,99±3,845	141,87±0,07
23	0,46±0,09	40,4±0,21	146,28±6,64
24	0,38±0,01	40,89±2,07	144,02±3,8
25	0,59±0,06	42,14±0,96	150,61±4,47
26	0,79±0,02	42,21±0,21	152,72±3,35
27	0,39±0,06	43,89±0,08	156,3±1,59
28	1,28±0,02	52,79±0,04	148,94±5,13

4.4.9. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi

FTIR analizi, aktif nanokompozit filmlerin yapısındaki bileşiklerin kimyasal yapılarını ve etkileşimlerini belirlemek açısından yarar sağlamaktadır. Araştırma üretilen tüm aktif biyonanokompozit filmlerin (28x3= 84 film örneği) FTIR spektroskopisi analizleri yapılmıştır. Elde edilen FTIR spektrumları EK-1’de sunulmuştur. Spektrumların 4000 ile 400 cm⁻¹ aralığında taranan belirgin pikler gösterilmiştir. Film kompozisyonlarında yer alan pektin, jelatin, gliserol ve zein nanopartikül miktarları her bir film için farklılık gösterdiğinden sistematik bir değişim bulunmamaktadır. Genel olarak film kompozisyonunu oluşturan bileşenlerin kimyasal yapılarında yer alan fonksiyonel gruplar tüm spektrumlarda karşımıza çıkmaktadır fakat etkileşimler ve miktarlarındaki değişimler spektrumlarda değişen dalga boylarına (cm⁻¹) karşılık gelen % geçirgenlik değerlerinde farklılıklar oluşturmaktadır. Bu farklılıkları daha net açıklayabilmek için kestane ekstraktı yüklenen

zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerden deneme deseni içerisinde seçilen denemeler gruplar halinde incelenmiştir. Çizelge 4.144'te sabit karbonhidrat ve protein oranına karşın değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarının etkisinin tespit edilebileceği 6 denemede yer almaktadır. Bu denemelerde elde edilen spektrumlar üst üste çakıştırılarak Şekil 4.45'te sunulmuştur. Film formülasyonunu oluşturan pektin, jelatin, zein ve gliserol bileşiklerinde yer alan fonksiyonel grupların görselleri Şekil 4.44'te verilmektedir.



Şekil 4.44. Pektin, jelatin, zein ve gliserol bileşiklerinde yer alan fonksiyonel gruplar.

Çizelge 4.144. Sabit karbonhidrat ve protein oranında değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemeler.

STD	Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol (%)	Zein Nanopartikül (%)
9	12,50	87,50	10,00	5,00
13	12,50	87,50	10,00	7,50
10	12,50	87,50	10,00	10,00
16	12,50	87,50	15,00	7,50
1	12,50	87,50	20,00	5,00
7	12,50	87,50	20,00	10,00

3280 cm^{-1} civarında görülen pik gliserol molekülüne ait O-H gerilmelerini göstermektedir. Zein molekülündeki N-H gerilme bandı 3075 cm^{-1} , C=O gerilmeleri ise 1634 cm^{-1} frekanslarında gözlemlenmektedirler. 2932 cm^{-1} dalga sayılarında C-H gerilmeleri absorpsiyon yaparken, 1544 cm^{-1} de N-H düzlem dışı deformasyon bandları ve

1030 cm^{-1} civarında C-N gerilmeleri gözlemlenebilmektedir. Bu absorpsiyon bandlarının absorpsiyon değerlerinin azalması konsantrasyonlarında bir değişiklik olduğunu göstermektedir ve çizelge 4.144.'teki film bileşenleri oranına bakıldığında artan gliserol ve zein miktarlarına bağlı olarak spektrumda belirlenen temel pikler değişmemiştir, ancak piklerin şiddetlerinde azalma veya artma görülmüştür.

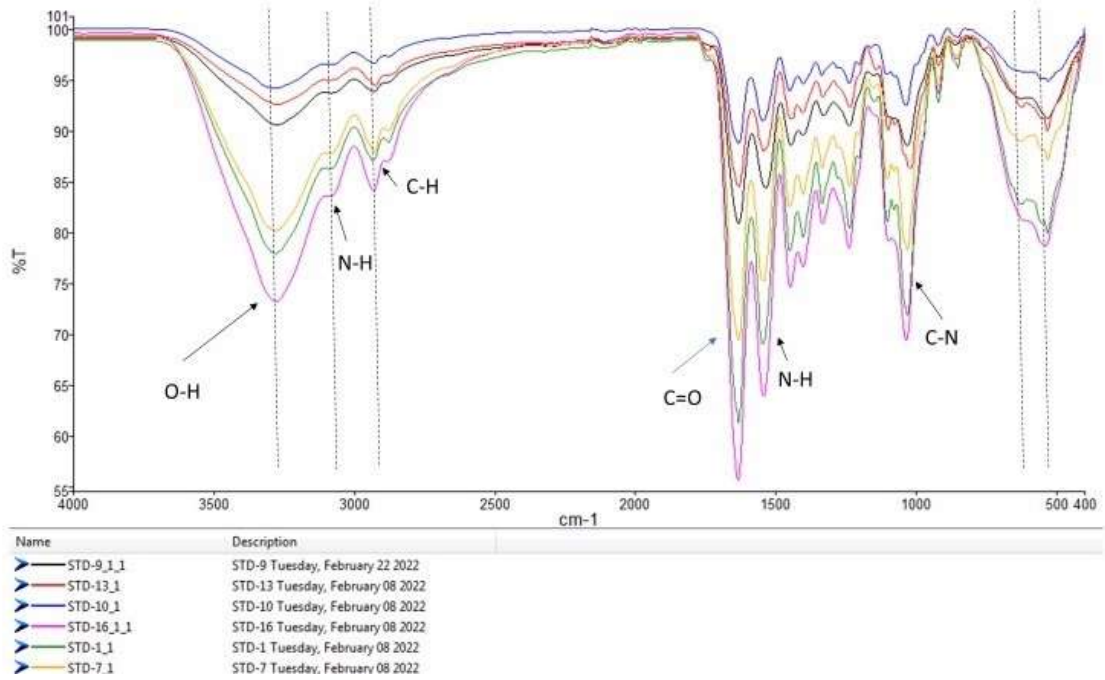
Zein ve gliserol molekülleri arasındaki moleküller arası etkileşimler kendilerini daha çok bandların frekanslarının yüksek veya küçük dalga boylarına kaymalarıyla göstermektedir. Artan zein konsantrasyonu incelendiğinde std 9, std 13 ve std 10 denemelerinde artan zein nanopartikül konsantrasyonunun artmasıyla O-H gerilmelerinin 3280 cm^{-1} 'den 3277 cm^{-1} 'e, N-H titreşimlerinin 3075 cm^{-1} 'den 3072 cm^{-1} 'e, C=O gerilmelerinin 1634 cm^{-1} 'den 1631 cm^{-1} 'e, N-H düzlem dışı deformasyon bandlarının 1544 cm^{-1} 'den 1537 cm^{-1} 'e ve C-N gerilmelerinin 1034 cm^{-1} 'den 1031 cm^{-1} 'e kaymaları zein ve gliserol molekülleri arasında hidrojen bağlarının oluştuğunu göstermektedir. Artan gliserol oranı incelendiğinde std 10 ve std 7 denemeleri arasında ana pikler değişmeden pik şiddetlerinde azalma olmuştur.

Çizelge 4.145. Minimum karbonhidrat ve maksimum protein oranında (sabit) değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemeler.

STD	Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol (%)	Zein Nanopartikül (%)
2	0,00	100,00	10,00	5,00
17	0,00	100,00	10,00	7,50
5	0,00	100,00	10,00	10,00
14	0,00	100,00	15,00	5,00
8	0,00	100,00	20,00	5,00
11	0,00	100,00	20,00	10,00
25	0,00	100,00	20,00	5,00
26	0,00	100,00	10,00	10,00
28	0,00	100,00	10,00	5,00

Çizelge 4.146. Maksimum karbonhidrat ve minimum protein oranında (sabit) değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemeler.

STD	Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol (%)	Zein Nanopartikül (%)
27	25,00	75,00	10,00	5,00
24	25,00	75,00	10,00	10,00
15	25,00	75,00	15,00	7,50
22	25,00	75,00	15,00	10,00
12	25,00	75,00	20,00	5,00
18	25,00	75,00	20,00	7,50
4	25,00	75,00	20,00	10,00
6	25,00	75,00	10,00	5,00
3	25,00	75,00	10,00	10,00



Şekil 4.45. Sabit karbonhidrat:protein (12,50:87,50) oranında değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan nanokompozit filmlerin çakıştırılmış FTIR spektrumları.

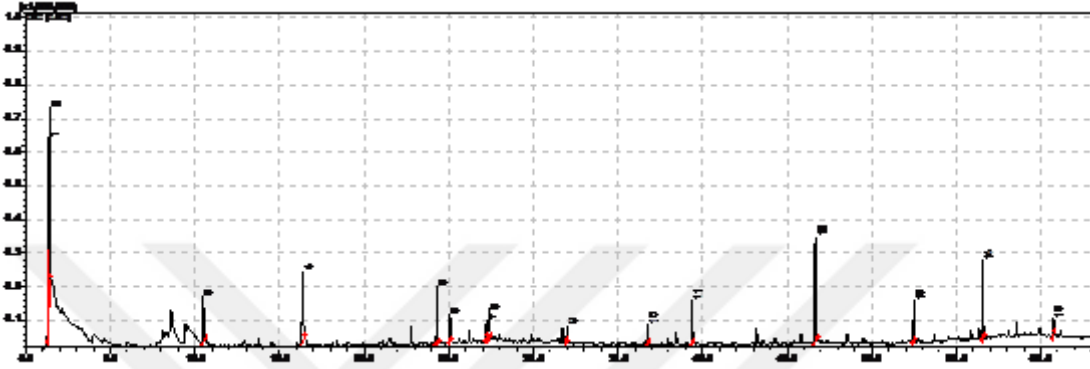
Yukarıda yorumlanan analiz sonuçları karbonhidrat ve protein oranının orta noktada (12,50:87,50) sabit alındığı film üretimlerini içermektedir. Bunun yanı sıra, maksimum ve minimum oranlarda karbonhidrat ve protein içeren film örnekleri için spektrumlar incelendiğinde 1000-3500 cm⁻¹ dalga boyu aralığında benzer pikleri göstermiştir. Minimum karbonhidrat ve maksimum protein oranında (sabit) değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemelerde (Çizelge 4.145) zein oranındaki artışa bağlı olarak (std 2 ve std 5) zein molekülüne ait olan fonksiyonel grupların pik şiddeti belirgin artış

göstermiştir. Ancak benzer olan diğer pikler belirgin bir değişim göstermemiştir. Buna karşın, maksimum karbonhidrat ve minimum protein oranında (sabit) değişen gliserol ve zein nanopartikül miktarlarına sahip olan denemelerde (Çizelge 4.146) zein oranındaki artışa bağlı olarak (std 27 ve std 24) zein molekülüne ait olan fonksiyonel grupların pik şiddetinde azalma olduğu ve bunun yanı sıra O-H gerilmelerinin 3280 cm^{-1} 'den 3283 cm^{-1} 'e, C=O gerilmelerinin 1634 cm^{-1} 'den 1633 cm^{-1} 'e, C-N gerilmelerinin 1034 cm^{-1} 'den 1031 cm^{-1} 'e kaydığı bulgulanmıştır.

4.4.10. Uçucu Bileşiklerin Analizi

Optimum formülasyona göre elde edilen kestane, sedir ve sıgla ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerde uçucu bileşen profili incelenmiş ve her bir nanokompozit film tipinde GC-MS kromatogramları elde edilmiştir. Kestane ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram Şekil 4.46'da, tanımlanabilen uçucu bileşenler ve alan yüzdeleri ise Çizelge 4.147'de verilmiştir. Kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmler için kromatogram üzerinde tanımlanan uçucu bileşiklerin pik alanları toplamı toplam pik alanının %92,98'ini oluşturmuştur. Kestane ekstraktı içeren filmlerde ethanol, 1-Octadecanamine, N, N-dimethyl, 4-Pentyn-2-ol ve 1-Hexanol, 2-ethyl tanımlanan başlıca uçucu bileşenler olmuştur. Etil alkol olarak da bilinen etanol film bileşimine eklenen zein nanopartiküllerinin üretim aşamasında kullanılmaktadır. Bu nedenle filmlerde tespit edilen uçucu bileşikler arasında olması beklenen bir durumdur. 1-Octadecanamine, N, N-dimethyl vb. azot(N) içeren bileşiklerin Maillard reaksiyonuna bağlı olarak protein fraksiyonunun karbonil ve amino fonksiyonel gruplarının reaksiyonlarından türetildiği ifade edilmektedir (Shahbeig ve Nosrati, 2020). 1-Hexanol, 2-ethyl dallı zincirli doymuş alkollerin bir üyesi olup, elementin molekül başına bir hidroksil grubu ve bir veya birkaç metil yan zincire sahip bir C₄ ile C₁₂ karbon zinciri içermesi karakteristik özelliğidir. Çiçeksi bir kokuya sahip olan bu uçucu bileşen kozmetik ürünlerinde yaygın kullanılmaktadır. 1-Hexanol, 2-ethyl'in doğal olarak en yüksek miktarlarda çayda bulunduğu gözlemlenmiştir (McGinty vd., 2010). Erdoğan (2022) tarafından yapılan çalışmada kestane kabuğu ekstraktında benzer şekilde 1-Hexanol, 2-ethyl- uçucu bileşiği tespit edilmiştir. Ayrıca tespit edilen diğer uçucu bileşenler arasında acetic acid, oxime-, methoxy-phenyl-, 4H-Pyran-4-one, 2,3-dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-, 1-Pentadecanamine, N,N-dimethyl-, ve 5-Hydroxymethylfurfural bileşikleri de

bulunmaktadır. Başka bir çalışmada Türkiyede yetişen kestane ağaçlarının kabuk kısmında öne çıkan uçucu bileşikler olarak hexanal (39.4%), aromadendrene (15.3%), longifolene (15.1%), 2-amylfuran (8.2%), vehexanoic acid ethyl ester (5.1%) tespit edilmiştir (Özgenç vd., 2017). Yapılan çalışmalar ile kıyaslandığında çalışmamızda kestane ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerinde benzer ve farklı uçucu bileşikler tespit edilmiştir.



Şekil 4.46. Kestane ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram.

Çizelge 4.147. Kestane ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerde tanımlanabilen uçucu bileşenler*.

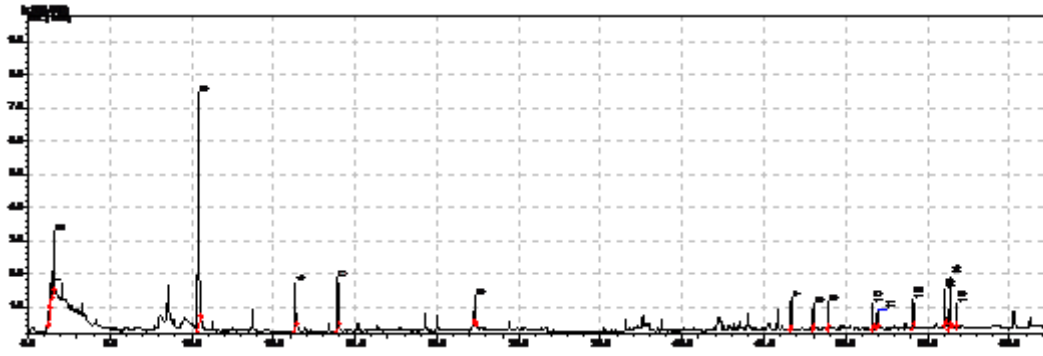
Pik No	Uçucu Bileşen	Alan (%)
1	Ethanol	13,54
2	4-Pentyn-2-ol	12,15
3	1-Hexanol, 2-ethyl	8,38
4	Cyclopentasiloxane, decamethyl	11,36
5	Cyclohexasiloxane, dodecamethyl	7,72
6	Benzene, 1,3-diisocyanatomethyl	3,85
7	Octadecane, 1-chloro	2,49
9	Phenol, 3,5-bis(1,1-dimethylethyl)	1,80
11	Cyclohexane, 1,5-diisopropyl-2,3-dimethyl	5,62
12	1-Octadecanamine, N,N-dimethyl	13,68
13	2-Oxazolidinone, 3-amino-5-(4-morpholinylmethyl)	4,25
14	2-Oxazolidinone, 3-amino-5-(4-morpholinylmethyl)	6,34
15	Di-n-octyl phthalate	1,80

* GC-MS üzerinde kayıtlı kütüphaneler (Wiley9N11.lib. ve Nist11.lib.) kullanılarak tanımlanmıştır.

Sedir ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram Şekil 4.47’de, tanımlanabilen uçucu bileşenler ve alan yüzdeleri ise Çizelge

4.148'de yer almaktadır. Sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmler için kromatogram üzerinde tanımlanan uçucu bileşiklerin pik alanları toplamı toplam pik alanının %96,18'ini oluşturmuştur. Sedir ekstraktı içeren filmlerde % 40,66 alan yüzdeliği ile en yüksek miktarda bulunan uçucu bileşen L-limonene olarak tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra ethanol, 2-phenoxy, peracetic acid ve di-n-octyl phthalate tanımlanan diğer uçucu bileşenler olmuştur. Ethanol, 2-phenoxy aromatik halkaya bağlı esnek bir alkol yan zinciri içermektedir (Macleod ve Simons, 2002). Di-n-octyl phthalate ise plastik ve PVC reçinelerin üretiminde plastikleştirici olarak kullanılan karışık C₆-C₁₀ lineer zincirli ftalatların bir bileşeni (%20) olarak bilinmektedir. FDA tarafından gıda ambalajlarında da kullanılabilirliği onaylanmış bir bileşiktir (Calafat vd., 2006).

Demirçakmak (1994) tarafından yapılan çalışmada GC ve GC/MS analizleri sonucu Toros sediri (*Cedrus libani*) uçucu yağında cis ve trans-10, 11-dihidroatanton, cis ve trans-atlanton, 8,9-dehidroneoizolongifolen, kafur, sativen, limonen ve terpinolen tanımlanan uçucu bileşiklerden bazıları olduğu bilinmektedir. Başka bir çalışmada Toros sediri ağaç kabuklarında tanımlanan temel uçucu bileşiklerin α -pinene, β -pinene, limonene ve o-cymene olduğu ifade edilmiştir (Özgenç vd., 2017). Erdoğan (2022) tarafından yapılan çalışmada Toros sediri ağaç kabuğu ekstraktında benzene, 1,3-diisocyanatomethyl-, 2-Ethyl-1-hexanol, limonen, verbenene, terpinen-4-ol, ve benzene, 1,3-diisocyanatomethyl- başlıca belirlenen uçucu bileşikler olmuştur. Çalışmamızda sedir ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerinde benzer olarak limonen uçucu bileşiği yüksek miktarda tespit edilmiştir. Sedir uçucu yağı, sedir ağacı kabukları ve sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin ortak uçucu bileşiğin limonen olduğu görülmektedir. Limonen, birçok bitki türünün esansiyel yağlarında yaygın olarak bulunan ve başlıca turuncgillerin temel aroma bileşinini oluşturan bir uçucu bileşiktir. D ve L olmak üzere iki farklı formu olan limonen molekülü (C₁₀H₁₆) L formunda çam ve turpentin kokusuna sahip iken D formu ise portakal kokusuna sahiptir (Uçan, 2008).



Şekil 4.47. Sedir ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram.

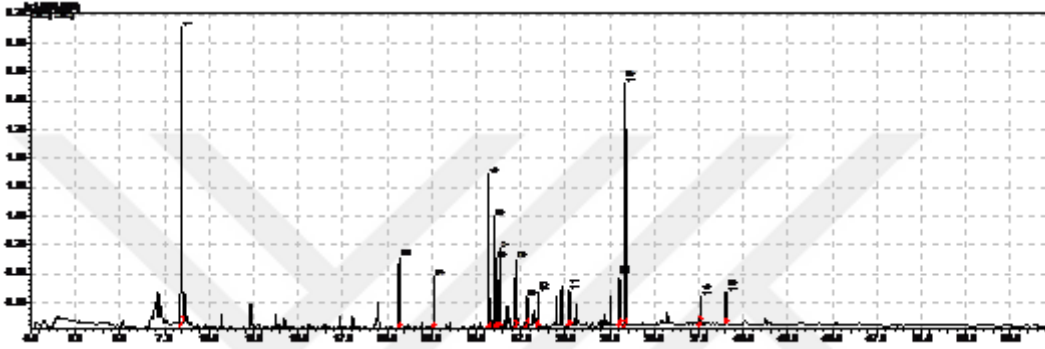
Çizelge 4.148. Sedir ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerde tanımlanabilen uçucu bileşenler*.

Pik No	Uçucu Bileşen	Alan (%)
1	1-Deuteropropane	3,27
2	Peracetic Acid	6,29
3	l-Limonene	40,66
4	Cyclopentasiloxane, decamethyl	7,20
5	Ethanol, 2-phenoxy	8,75
7	Palmitate <isopropyl>; Hexadecanoic acid <1-methylethyl>ester	3,02
8	6-Undecylamine	2,49
9	Heptasiloxane, hexadecamethyl	2,76
10	Heptasiloxane, hexadecamethyl	2,69
11	6-Undecylamine	1,60
12	Heptasiloxane, hexadecamethyl	2,87
13	Phosphine oxide, triphenyl	4,83
14	Di-n-octyl phthalate	6,84
15	Heptasiloxane, hexadecamethyl	2,91

* GC-MS üzerinde kayıtlı kütüphaneler (Wiley9N11.lib. ve Nist11.lib.) kullanılarak tanımlanmıştır.

Sığla ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram Şekil 4.48’de, tanımlanabilen uçucu bileşenler ve alan yüzdeleri Çizelge 4.149’da yer almaktadır. Sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmler için kromatogram üzerinde tanımlanan uçucu bileşiklerin pik alanları toplamı toplam pik alanının %99,9’unu oluşturmuştur. Sığla ekstraktı içeren filmlerde başlıca uçucu bileşenler L-limonene, palmitate <isopropyl>; hexadecanoic acid <1-methylethyl> ester, dihydrojasmonate <methyl>; cyclopentaneacetic acid <3-oxo-, 2-pentyl-, methyl> ester, 1-(4-Isopropylphenyl)-2-methylpropyl acetate, 8-heptadecene, 1-chloro- ve hedione; cyclopentaneacetic acid <3-oxo-, 2-pentyl-, methyl> ester olarak tanımlanmıştır. L-limonen sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde olduğu gibi sığla ekstraktı bazlı nanokompozit

filmlerde de yüksek alan yüzdeliği ile ana uçucu bileşen olarak karşımıza çıkmaktadır. Erdoğan (2022) tarafından yapılan çalışmada sığla kabuğu ekstraktında acetophenone (%23,2), cinnamyl alcohol (%18,5), benzene, 1,3-diisocyanatomethyl- (%11,1), α -methylstyrene (%10,3) ve cinnamaldehyde (%10,2) başlıca belirlenen uçucu bileşikler olmuştur. Bu tez çalışmasında geliştirilen sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde ekstraktın kendisinde bulunan uçucu bileşiklerden ortak olarak α -methylstyrene (%1,51) bulunmaktadır.



Şekil 4.48. Sığla ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerin uçucu bileşenlerine ait kromatogram.

Çizelge 4.149. Sığla ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit filmlerde tanımlanabilen uçucu bileşenler*.

Pik No	Uçucu Bileşen	Alan (%)
1	l-Limonene	29,68
2	Neryl acetone	4,44
3	Benzenepropanal <4-(1,1-dimethylethyl)-, alpha-methyl-	3,15
4	Dihydrojasmonate <methyl->; Cyclopentaneacetic acid <3-oxo-, 2-pentyl-, methyl-> ester	10,16
5	1-(4-Isopropylphenyl)-2-Methylpropyl Acetate	8,76
6	8-Heptadecene, 1-chloro-	5,31
7	Hedione; Cyclopentaneacetic acid <3-oxo-, 2-pentyl-, methyl-> ester	5,70
8	4-Propionyloxytridecane	4,28
9	.ALPHA. HEXYLCINNAMIC ALDEHYDE	1,84
10	Caprylate <octyl->; Octanoic acid <octyl-> ester	1,85
11	7-Acetyl-6-ethyl-1,1,4,4-tetramethyltetralin	3,77
12	N-Benzylformamide	3,08
13	Palmitate <isopropyl->; Hexadecanoic acid <1-methylethyl-> ester	14,54
14	.alpha.-Methylstyrene	1,51
15	Cinnamyl cinnamate	1,92

* GC-MS üzerinde kayıtlı kütüphaneler (Wiley9N11.lib. ve Nist11.lib.) kullanılarak tanımlanmıştır.

4.4.11. Optimizasyon ve Doğrulama Denemeleri

Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktları kullanılarak en uygun yöntem ve koşullarda üretilen zein nanopartikülleri içeren protein ve karbonhidrat bazlı nanokompozit filmlerin üretiminde, karışım değişkenleri olarak belirlenen protein ve karbonhidrat oranı ile işlem koşulları olarak seçilen gliserol ve zein nanopartikülleri oranları, minimum su buharı geçirgenliği, hedef olarak belirlenen uzama yüzdesi ve maksimum opaklık değerlerini sağlayacak şekilde desirability fonksiyonu yaklaşımı kullanılarak Design Expert programında optimize edilmiştir.

Filmlerin mekanik özellikleri, oluşabilecek mekanik bir etkiye karşı bütünlüğünü koruyarak dayanması amaçlandığında ön plana çıkmaktadır. Bununla birlikte, işlem koşulları altında filmlerin nasıl davranacağını tahmin etmeye katkı sağlamaktadır. Filmlerin uygulama sırasında karşılaşılan normal baskıya/basınca ve gıda işleme koşullarına dayanabilmeleri için çekme gerilimlerinin (çekme dayanımı) yüksek olması gerekmektedir. Bununla birlikte, film esnekliğinin göstergesi olan uzama yüzdesi, amaçlanan uygulamalara bağlı olarak film üretimi sırasında ayarlanabilmektedir. Yapılan çalışmada, sıkı ve düzenli bir ağ yapısına sahip filmler, yüksek çekme gerilimi ve düşük uzama değeri gösterirken, polimer zincirleri arasındaki hareketliliğin fazla ve yapının esnek olduğu filmler genel olarak minimum çekme gerilimi ve maksimum uzama değeri göstermiştir. Uzama değerinin yükselmesi ambalajın paket formuna getirilmesi açısından avantaj sağlarken su buharı geçirgenliği açısından dezavantaj yaratmaktadır. Film yapısının esnemesi, su moleküllerinin polimerik ağa yayılmasını kolaylaştırdığından filmlerin su buharı geçirgenlik değerlerinin artmasına yol açmaktadır. Bu aşamada maksimum çekme gerilimi ve uzama değeri yerine hem katlanıp ambalaj formuna getirilebilecek hem de düşük su buharı geçirgenliği sağlayacak bir film elde etmek amacıyla ön çalışmalar sonucunda hedef bir uzama değeri belirlenmiş (%90) ve bu değer kullanılarak optimizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Ön çalışmalar sonucu elde edilen katlanabilir yapıda en uygun formda yaklaşık %90 uzama yüzdesine sahip filmlerin görselleri Şekil 4.49'da sunulmuştur.



Şekil 4.49. Uzama yüzdesi %90 değerinde olan aktif nanokompozit filmlerin yapısı.

Yenilebilir film ve kaplamaların tüketicide bir algı uyandırması ve tüketici tarafından kabul edilebilirliğinin yanında gıda endüstrisindeki potansiyel kullanımları da optik özellikleriyle ilgilidir. Opaklık değeri ne kadar yüksekse geçirgenlik o kadar düşüktür. Özellikle yağ içeriği yüksek gıdalarda ışık kaynaklı oksidasyonu önlemek amacıyla yüksek opaklık sağlayan filmler etkili birer bariyer olarak kullanılabilir. Dolayısıyla optimizasyon aşamasında ışık geçirgenliğini ifade eden opaklık değeri de yanıt olarak incelenmiştir.

Kestane ekstraktı kullanılarak üretilen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin optimizasyon aşamasında film üretiminde işlem değişkenleri olan gliserol oranı %10-20 ve zein nanopartikülleri oranı %5-10 aralığında ve karışım değişkenleri olarak seçilen protein oranı %75-100 ve karbonhidrat oranı %0-25 aralığında seçilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde her bir yanıt için elde edilen kuadratik modeller kullanılmıştır. Desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.150). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, protein oranı %75, karbonhidrat oranı %25, gliserol oranı %10 ve zein nanopartikülleri oranı %5,78 olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.150. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

Hedef Olarak Mekanik Özelliklerden Uzama Yüzdesi 90 Seçilen Optimum Nokta							
Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol	Zein Nanopartikül	Su Buharı**	Opaklık*	Uzama Yüzdesi	Desirability
25,00	75,00	10,00	5,78	0,21	0,669	90	0,992
25,00	75,00	13,14	9,44	0,37	0,645	90	0,898
18,81	81,19	16,55	7,12	0,42	0,648	90	0,876
18,81	81,19	16,56	7,15	0,43	0,649	90	0,876
18,82	81,18	16,53	7,09	0,42	0,647	90	0,876

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; protein oranı %75, karbonhidrat oranı %25, gliserol oranı %10 ve zein nanopartikülleri oranı %5,78 olacak şekilde nanokompozit filmlerin üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.151’de verilmiştir.

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.152’de görülmektedir.

Çizelge 4.151. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	SBG (g.mm/m ² .h.kPa)	Uzama Yüzdesi (%)	Opaklık
1	0,288	95,86	1,597
2	0,232	90,84	1,592
3	0,281	93,05	1,256
4	0,272	90,43	1,480
5	0,307	94,98	1,547
Ortalama	0,276	93,03	1,494
Modelden Tahminlenen	0,210	90,00	0,669

Çizelge 4.152. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	<i>p</i> -Değeri
SBG (g.mm/m ² .h.kPa)	0,21	0,276±0,03	0,03	0,07	23,91	0,010
Uzama yüzdesi (%)	90,0	93,03±2,42	1,08	3,03	3,26	0,049
Opaklık	0,67	1,494±0,14	0,14	0,83	55,22	0,000

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = $(|y_{den} - y_{tah}|/y_{den}) \times 100$

Doğrulama denemeleri sonucunda kestane kabuğu ekstaktı kullanılarak elde edilen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin analiz sonuçlarına göre uzama değeri, modelden tahminlenen değerlere oldukça yakın olup, aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Su buharı geçirgenliği ve opaklık değerlerinde ise optimum noktada üretilen örneklerde bir artış gözlenmiştir. Fakat su buharı geçirgenliği (0,024-0,39 g.mm/m².h.kPa) ve opaklık

değeri (0,57-0,77) için elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar (%95 güven aralığı) içerisindedir.

Sedir ekstraktı kullanılarak üretilen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin optimizasyon aşamasında, kestane ekstraktı içeren zein nanopartikülleri kullanılarak üretilen filmlerde seçilen karışım ve işlem değişkenleri kullanılmıştır. Optimum noktanın belirlenmesinde her bir yanıt için elde edilen kuadratik modeller kullanılmıştır. Desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.153.). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, protein oranı %75, karbonhidrat oranı %25, gliserol oranı %10,01 ve zein nanopartikülleri oranı %5,04 olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.153. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

Hedef olarak mekanik özelliklerden uzama yüzdesi 90 seçilen optimum nokta							
Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol	Zein Nanopartikül	SBG (g.mm/m ² h.kPa)	Opaklık	Uzama Yüzdesi	Desirability
25,00	75,00	10,01	5,04	0,200	1,213	90,00	0,966
25,00	75,00	10,02	5,06	0,200	1,211	90,00	0,966
25,00	75,00	10,42	5,00	0,210	1,184	93,00	0,944
25,00	75,00	10,23	5,55	0,210	1,153	90,00	0,943
25,00	75,00	10,63	5,00	0,210	1,168	95,00	0,929

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; protein oranı %75, karbonhidrat oranı %25, gliserol oranı %10,01 ve zein nanopartikülleri oranı %5,04 olacak şekilde nanokompozit filmlerin üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.154'te verilmiştir.

Çizelge 4.154. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	SBG (g.mm/m ² h.kPa)	Uzama Yüzdesi (%)	Opaklık
1	0,214	102,54	1,070
2	0,195	103,81	1,849
3	0,217	101,98	1,543
4	0,204	101,33	1,020
5	0,247	101,71	2,461
Ortalama	0,215	102,27	1,589
Modelden Tahminlenen	0,200	90,00	1,213

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.155'te görülmektedir.

Çizelge 4.155. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	<i>p</i> -Değeri
SBG (g.mm/m ² .h.kPa)	0,20	0,215±0,02	0,01	0,02	6,98	0,016
Uzama yüzdesi (%)	90,0	102,27±0,96	0,43	12,27	12,00	0,000
Opaklık	1,21	1,589±0,60	0,27	0,38	23,63	0,232

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = $(|y_{den} - y_{tah}|/y_{den}) \times 100$

Doğrulama denemeleri sonucunda sedir ağacı kabuğu ekstaktı kullanılarak elde edilen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin analiz sonuçlarına göre opaklık değeri, modelden tahminlenen değere yakın olup, aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Su buharı geçirgenliği ve uzama değerlerinde ise optimum noktada üretilen örneklerde bir artış söz konusudur. Fakat su buharı geçirgenliği (0,086-0,32 g.mm/m².h.kPa) ve uzama değeri (75,01-104,99 %) için elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar (%95 güven aralığı) içerisindedir.

Sığıla ekstraktı kullanılarak üretilen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin optimizasyon işlemi de kestane ve sedir ekstraktı içeren zein nanopartikülleri kullanılarak üretilen filmlerde seçilen karışım ve işlem değişkenleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Optimum noktanın belirlenmesinde her bir yanıt için elde edilen kuadratik modeller kullanılmıştır. Desirability fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında optimum nokta için birbirine yakın 5 çözüm bulunmuştur (Çizelge 4.156). Optimum nokta olarak, programın belirlediği bu çözümlerden, birinci çözümde elde edilen faktör seviyeleri seçilmiştir. Bu noktada faktör seviyeleri, protein oranı %75, karbonhidrat oranı %25, gliserol oranı %10,55 ve zein nanopartikülleri oranı %7,75 olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.156. Desirability fonksiyonu yaklaşımı ile belirlenen optimum noktalar.

Hedef olarak mekanik özelliklerden uzama yüzdesi 90 seçilen optimum nokta							
Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol	Zein Nanopartikül	SBG (g.mm/m ² ·h.kPa)	Opaklık	Uzama Yüzdesi	Desirability
25,00	75,00	10,55	7,75	0,290	1,429	90,00	0,977
25,00	75,00	10,64	7,71	0,290	1,430	90,00	0,977
25,00	75,00	10,80	7,52	0,290	1,433	90,00	0,976
25,00	75,00	10,03	7,87	0,290	1,422	90,00	0,976
23,71	76,29	10,06	7,49	0,300	1,382	90,00	0,966

Optimum nokta sonuçlarının doğrulanması, belirlenen matematiksel optimum noktada; protein oranı %75, karbonhidrat oranı %25, gliserol oranı %10,55 ve zein nanopartikülleri oranı %7,75 olacak şekilde nanokompozit filmlerin üretimi yapılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen 5 doğrulama denemesi sonuçları, sonuçların ortalaması ve modelden tahminlenen değerler Çizelge 4.157’de verilmiştir.

Çizelge 4.157. Optimum nokta doğrulama denemeleri sonuçları.

Deneme No	SBG (g.mm/m ² ·h.kPa)	Uzama Yüzdesi (%)	Opaklık
1	0,349	103,53	1,650
2	0,387	106,01	1,760
3	0,395	103,48	1,534
4	0,368	104,44	1,466
5	0,409	106,68	1,495
Ortalama	0,381	104,83	1,581
Modelden Tahminlenen	0,290	90,00	1,429

Her bir yanıt için, optimum nokta doğrulama denemelerinden elde edilen ortalama sonuçlar ile modelden tahminlenen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olup olmadığı tek örnek *t*-testi uygulanarak belirlenmiştir. Tek örnek *t*-testi SPSS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıt için tek örnek *t*-testi sonuçları Çizelge 4.158’de görülmektedir.

Çizelge 4.158. Optimum noktada ortalama deneysel değerlerin modelden tahminlenen değerler ile karşılaştırılması.

Yanıtlar	Tahminlenen Değer	Deneysel Değer ^a	SH ^b	Fark	%Hata ^c	p-Değeri
SBG (g.mm/m ² .h.kPa)	0,29	0,381±0,02	0,01	0,09	23,97	0,001
Uzama yüzdesi (%)	90,0	104,83±1,46	0,65	14,83	14,14	0,000
Opaklık	1,43	1,581±0,12	0,05	0,15	9,61	0,050

a Deneysel sonuçlar standart sapma ile birlikte verilmiştir

b Ortalama standart hata

c %Hata = (lyden – ytah/lyden) × 100

Doğrulama denemeleri sonucunda sedir ağacı kabuğu ekstaktı kullanılarak elde edilen zein nanopartikülleri içeren nanokompozit filmlerin analiz sonuçlarına göre opaklık değeri, modelden tahminlenen değere yakın olup, aralarındaki fark önemsizdir ($p>0,05$). Optimum noktada üretilen film örneklerinin su buharı geçirgenliği ve uzama değerleri ise artış göstermiştir. Fakat su buharı geçirgenliği (0,17-0,42 g.mm/m².h.kPa) ve uzama değeri (74,10-105,90 %) için elde edilen ortalama deneysel sonuçlar modelin belirlediği sınırlar (%95 güven aralığı) içerisindedir.

Üç farklı ekstrakt kullanılarak elde edilen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerde gerçekleştirilen analizler sonucunda belirlenen optimum noktalar Çizelge 4.159’da bir arada verilmiştir. Üç farklı ekstrakt içeren filmlerin sonuçları bir arada değerlendirildiğinde sonuçların birbirleriyle uyumlu olduğu görülmüş ve özellikle karışım değişkenleri olan karbonhidrat ve protein oranlarının optimum noktada her üç film tipi için de aynı olduğu gözlenmiştir. Bununla birlikte proses değişkeni olan gliserol oranının da üç film tipi için birbirine oldukça yakın olduğu tespit edilmiştir. Analiz sonuçları incelendiğinde filmlerin özellikleri üzerine jelatin, karbonhidrat ve gliserol oranlarının istatistiki olarak önemli derecede etkili oldukları, zein nanopartikül oranı etkisinin ise sınırlı düzeyde olduğu saptanmıştır.

Çizelge 4.159. Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit film denemeleri sonucunda belirlenen optimum noktalar.

Hedef olarak mekanik özelliklerden uzama yüzdesi %90 seçilen optimum nokta								
Ekstrakt Tipi	Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol	Zein Nanopartikül	SBG (g.mm/m ² ·h.kPa)	Opaklık	Uzama Yüzdesi	Desirability
Kestane	25,00	75,00	10,00	5,78	0,210	0,669	90,00	0,992
Sedir	25,00	75,00	10,01	5,04	0,200	1,213	90,00	0,966
Sığla	25,00	75,00	10,55	7,75	0,290	1,429	90,00	0,977

Çalışma kapsamında jelatin ve pektin bazlı kaplama materyalleri kullanılarak hazırlanan film oluşturma çözeltileri farklı konsantrasyonlarda hazırlandıktan sonra dökülen çözelti miktarı kuru madde oranı sabit olacak şekilde, kullanılacak olan jelatin ve pektin konsantrasyonlarına bağlı olarak değiştirilmiş ve böylece kalınlığın etkisi elimine edilerek sadece jelatin ve karbonhidrat konsantrasyonunun filmlerin özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Tüm konsantrasyonlar için kuru madde oranı sabit olmasına rağmen filmlerin su buharı geçirgenlik değerleri farklılık göstermiş olup jelatin konsantrasyonu arttıkça (%75-100) filmlerin su buharı geçirgenlik değerlerinde artış meydana gelirken pektin konsantrasyonunun yükselmesi ile birlikte su buharı geçirgenliğinde azalma gözlenmiştir.

Sadece jelatin kullanılarak hazırlanan çözeltinin viskozitesi daha düşük olduğundan yapıdaki porlar/boşluklar daha büyük olmakta, böylece film içerisinde gözeneklilik artmakta ve gözeneklerin çapı büyümektedir. Sonuç olarak su buharının suya dönüşmesi sonucu ortaya çıkan sıvı faz film yapısı içerisinde bulunan bu gözenekler içerisinde direncin daha düşük olmasından dolayı rahatça hareket edebilmektedir. Bu durum yüksek jelatin konsantrasyonlarında hazırlanan filmlerin su buharı geçirgenliğinin artmasına yol açmaktadır. Su buharı geçirgenliğinde gözlemlenen artışın bir diğer sebebi ise proteinlerin hidrofilik yapıda olması ve protein oranı arttıkça geçirgenliğin de artması olarak ifade edilebilir.

Filmlerin mekanik özelliklerini (esneklik, sertlik, elastiklik, kırılma, vb.) geliştirmek amacıyla hazırlanan film çözeltilerine ilave edilen plastikleştirici maddeler, polimerik materyallere eklendiğinde üç boyutlu yapının değişmesine ve moleküller arası çekim kuvvetinin azalmasına dolayısıyla serbest hacmin ve zincir hareketliliğinin artmasına neden olmaktadır. Bu durum su moleküllerinin polimerik ağa yayılmasını kolaylaştırdığından filmlerin su buharı geçirgenlik değerlerinin artmasına yol açmaktadır (Donhowe ve Fennema 1993c, 1994). Buna ek olarak gliserol konsantrasyonunun artması da

polimer yapıların daha fazla açılmasına ve filmin su buharı geçirgenliğinin artmasına sebep olmaktadır.

Her üç film tipi içinde belirlenen optimum nokta koşullarında gliserol oranının minimum olduğu tespit edilmiştir. Filmlerin su buharı geçirgenliğindeki değişim gliserol oranı ile tutarlı olup gliserol oranındaki azalmayla birlikte su buharı geçirgenliği de düşmüştür. Her üç film tipi de hedef olarak belirlenen %90'lık uzama yüzdesi değerine göre kıyaslandığında, uzama yüzdesinin yüksekte düşüğe doğru sıralanışı sığla, sedir ve kestane ekstraktı içeren nanokompozit filmler şeklindedir. Sığla ekstraktının yapısında gliserol bulundurması ve ek olarak film çözeltisine de gliserol ilave edilmesi filmlerin esnekliğini artırdığından kestane ve sedir ekstraktları içeren nanokompozit filmlere kıyasla sığla ekstraktı içeren filmler daha yüksek su buharı geçirgenliği ve daha yüksek uzama değerine sahiptir.

Üç farklı ekstrakt kullanılarak elde edilen zein nanopartiküllerini içeren nanokompozit filmlerde gerçekleştirilen analizler sonucunda belirlenen optimum noktalarda doğrulama denemeleri sonucunda elde edilen tüm veriler karşılaştırma yapmak amacıyla Çizelge 4.160'da bir arada verilmiştir.

Çizelge 4.160. Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit film denemeleri sonucunda belirlenen optimum noktalarda üretilen filmlerin analiz sonuçları.

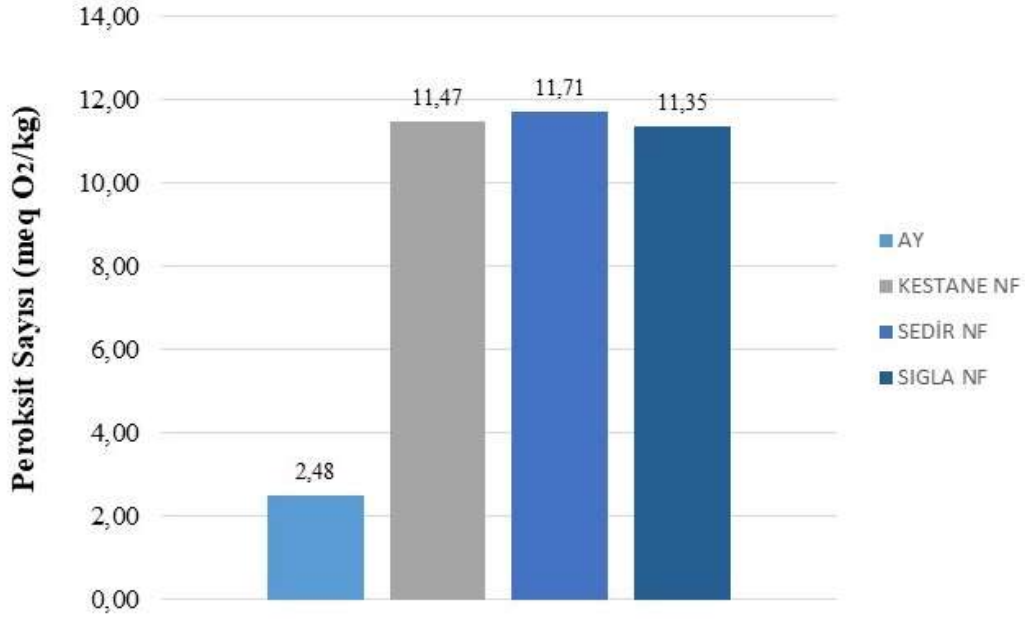
Hedef olarak mekanik özelliklerden uzama yüzdesi %90 seçilen optimum nokta								
Ekstrakt Tipi	Karbonhidrat Oranı	Protein Oranı	Gliserol Oranı	Zein Nanopar tikül	SBG (g.mm/m ² .h.kPa)	Opaklık	Uzama Yüzdesi	Desirability
Kestane	25,00	75,00	10,00	5,78	0,276±0,03	1,494±0,14	93,03±2,42	0,992
Sedir	25,00	75,00	10,01	5,04	0,215±0,02	1,589±0,60	102,27±0,96	0,966
Sığla	25,00	75,00	10,55	7,75	0,381±0,02	1,581±0,12	104,83±1,46	0,977

Yenilebilir film ve kaplamaların mekanik ve fiziksel özellikleri, film veya kaplamanın yapıma tekniğine; kompozisyonuna, kullanılan materyalin tipine (protein, karbonhidrat, lipid), kimyasal yapısına ve konsantrasyonuna; plastikleştirici madde cinsine ve konsantrasyonuna, filmin kalınlığına; kurutma koşullarına; bağıl neme; sıcaklığa ve basınca bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Yenilebilir film ve kaplamaların fonksiyonel özelliklerinin hedef gıda ile ilgili tüm proses, taşıma ve depolama koşullarında stabilize edilmesi ve mekanik özelliklerinin amaçlanan uygulamaya göre uyarlanabilmesi için bu parametrelerin göz önünde bulundurulması gerekmektedir. Karışım ve işlem değişkenlerine

bağlı olarak suyun yapıya bağlanma formu değişkenlik göstermekte ve bu durum suyun film yapısından uzaklaşmasını etkilemektedir. Kurutma işlemi sırasında suyun uzaklaşması ile film yapısında boşlukların oluşması ve su buharının bu boşluklarda kolayca hareket etmesi geçirgenliği arttırmaktadır. Film üretim aşamasında belirtildiği üzere çok fazla parametreden etkilenmesi optimum nokta sonuçları ile doğrulama denemeleri arasında bazı farklılıkların oluşmasına sebep olabilmektedir.

4.4.12. Oksijen Geçirgenliği

Oksijen başta yağlar ve yüksek miktarda yağ içeren gıdalar olmak üzere gıdalarda oksidasyona neden olmaktadır. Oksijen, gıdanın yağ, karbonhidrat ve proteinlerini etkileyerek gıdalarda kalite kaybına neden olmaktadır. Gıdalarda oksijen varlığında meydana gelen bu değişimler ransid tat ve aroma oluşumu, pigmentlerde renk açılması, tekstürel değişimler, vitaminler ve/veya esansiyel yağ asitlerinde kayıplar sonucu besleyici özelliklerde düşüş olarak örneklendirilebilir (Çakmakçı ve Gökalp, 1992). Bu nedenle gıda paketlenme malzemelerinin oksijen geçirgenliği gıdaların korunması için büyük önem taşır. Oksijenin neden olabileceği çeşitli bozulma reaksiyonlarına karşı temel önlemlerden biri oksijen geçirgenliği düşük bir ambalajlamadır. Yenilebilir filmlerin/kaplamaların bariyerler ve mekanik özellikleri büyük ölçüde film kompozisyonunda buluna materyallerin yapısına bağlıdır (Sothornvit ve Pitak, 2007).



(AY: Ayçiçek yağı, KESTANE NF: Kestane kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmler, SEDİR NF: Sedir kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmler, SİĞLA NF: Sığla kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmler)

Şekil 4.50. Ayçiçek yağı ve nanokompozit filmlerin peroksit sayısı değerleri.

Bu çalışmada nanokompozit filmlerin oksijen geçirgenliği özelliği peroksit sayısı baz alınarak değerlendirilmiştir. Optimum kompozisyonda üretilen kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı bazlı nanokompozit filmler kullanılarak depolanan yağlarda ve analiz başlangıcında kullanılan ayçiçek yağının peroksit sayısı değerleri Şekil 4.50’de verilmiştir. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı bazlı filmlerin peroksit sayısı değerleri sırasıyla 11,47, 11,71, ve 11,35 meq O₂/kg olarak tespit edilmiştir.

Filmlerde tespit edilen peroksit sayısı değeri literatürde bulgularan sonuçlara kıyasla daha düşük olup, bu durum nanokompozit filmlerin iyi bir oksijen bariyeri sağladığı başka bir deyişle düşük oksijen geçirgenliğine sahip olduğunu göstermektedir. Çemen otu gamından elde edilen nanokil katkılı nanokompozit filmlerin oksijene karşı bariyer özellikleri peroksit değeri ile değerlendirilmiştir. Çemen otu gamı bazlı nanokompozit filmler ile kapatılarak hızlandırılmış depolama yapılan yağların 9 günlük depolama sonunda belirlenen peroksit sayısı değerleri 13,89 ile 28,49 meq O₂/kg aralığında raporlanmıştır (Memiş, 2017). Sodyum kazeinat esaslı probiyotik (*Bifidobacterium bifidum* BB-12 ve *Lactobacillus rhamnosus* GG) ve prebiyotik (fruktooligosakkarit ve inülin) içeren farklı formülasyonlara sahip yenilebilir filmler ile kapatılarak hızlandırılmış depolama yapılan ayçiçek yağlarının 10 günlük depolama sonunda belirlenen peroksit sayısı değerleri 33,87, 31,43, 43,53 meq O₂/kg olarak belirlenmiştir (Ceylan, 2022).

4.5. Nanokompozit Filmlere Akıllı Özellik Kazandırılması

Model gıda uygulamasından önce, geliştirilen aktif nanokompozit filmlere doğal indikatörlerden yararlanarak akıllı özellik kazandırılması hedeflenmiştir. Bu amaçla, farklı renklere sahip ve gıda ile teması uygun olan kurkumin ve antosiyanin birer doğal indikatör olarak film bileşimine dahil edilmiştir. Ön denemeler yapılarak farklı antosiyanin ve kurkumin miktarlarının film formülasyonuna eklenebilirliği belirlenmiştir (Şekil 4.51).

İndikatör Konsantrasyonu		
%0,2 (w/w)	%0,3 (w/w)	%0,4 (w/w)
		
		

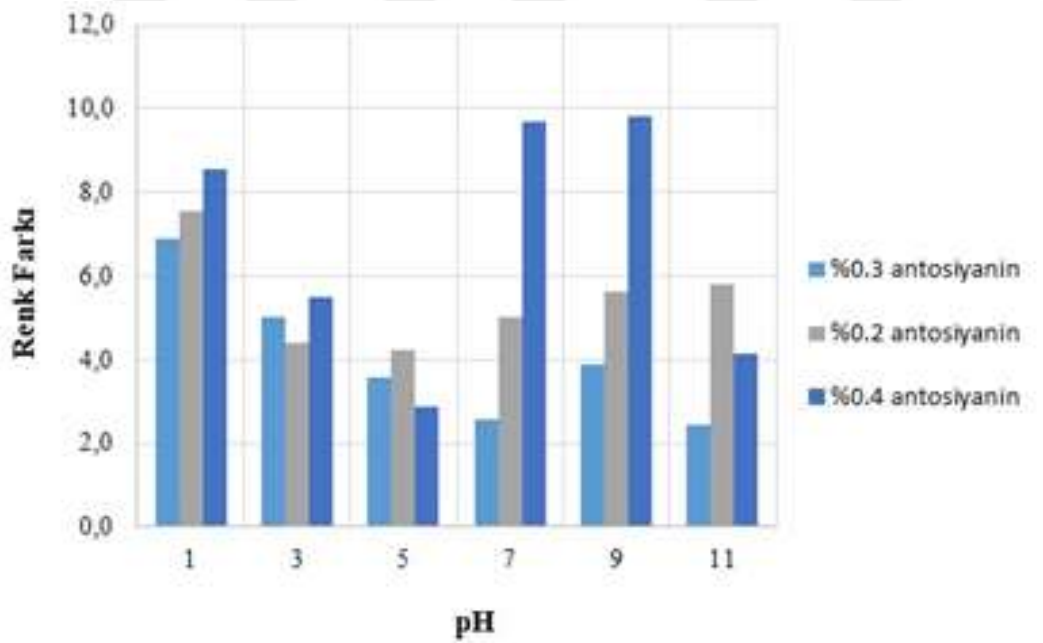
Şekil 4.51. %0,2, %0,3 ve %0,4 (w/w) konsantrasyonunda antosiyanin içeren filmler.

Geliştirilen akıllı filmlerin indikatör özelliklerini değerlendirmek amacıyla Kurek vd. (2018) tarafından kullanılan metot uygulanmıştır. Akıllı özellik kazandırmak amacıyla indikatör ile zenginleştirilmiş filmlerin renk değişimleri görsel olarak fotoğraflanarak ve renk ölçüm cihazı ile CIE L*, a*, b* ölçeği kullanılarak ölçülmüştür. %0,2, %0,3, %0,4 konsantrasyonunda antosiyanin içeren nanokompozit film örneklerinde filmlerin farklı pH aralıklarında renk değişimleri antosiyanin indikatörlüğüne bağlı olarak farklılık gösterdiği bulgulanmıştır (Şekil 4.52 ve Şekil 4.54). Benzer şekilde %0,2, %0,3, %0,4 konsantrasyonunda kurkumin içeren nanokompozit film örneklerinde filmlerin farklı pH aralıklarında renk değişimlerinin düşük seviyede farklılık gösterdiği bulgulanmıştır (Şekil 4.53 ve Şekil 4.55). Akıllı filmlerde kullanılacak indikatör tipinin seçiminde dikkate alınan

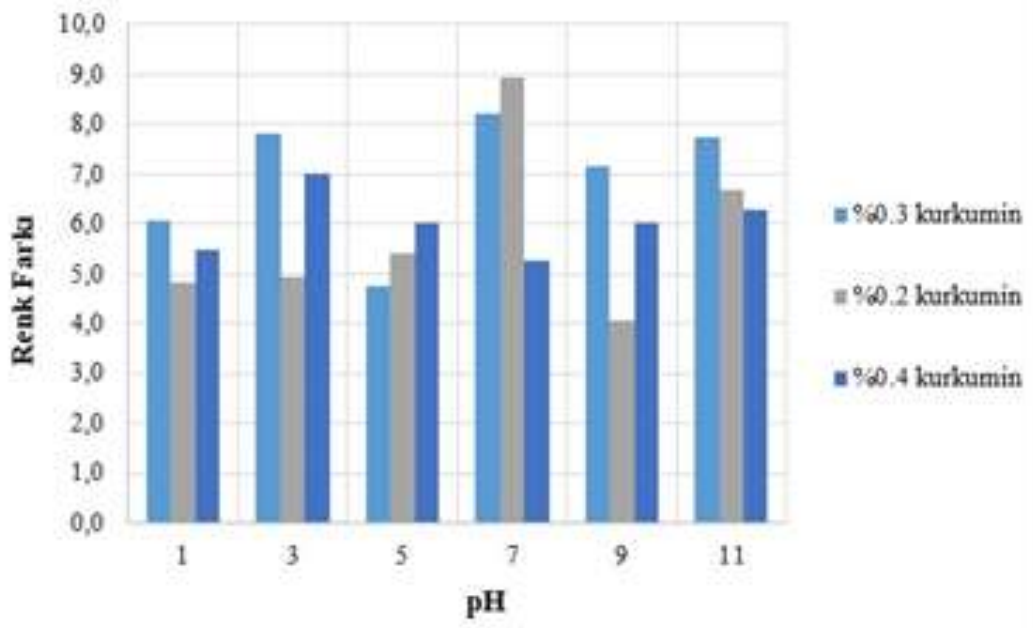
faktörlerden biri asidik ve bazik pH değerlerinde geniş renk farklı skalasına sahip olmasıdır. Renk farkının farklı pH değerlerinde farklı oranlarda gerçekleşmesi gıda bozulmalarına bağlı pH değişimlerinde indikötörün aracı olarak renk değişimi ile gösterge olmasını sağlayabilecektir.

Çizelge 4.161. Farklı konsantrasyonlarda kurkumin ve antosiyanin içeren nanokompozit film örneklerinin farklı pH aralıklarında renk farkı (ΔE) değerleri.

İndikatör	pH Değeri	%0,2	%0,3	%0,4
Antosiyanin	1	7,535	6,876	8,550
	3	4,424	5,021	5,498
	5	4,215	3,569	2,868
	7	5,003	2,588	9,667
	9	5,639	3,872	9,808
	11	5,792	2,459	4,140
Kurkumin	1	4,831	6,079	5,464
	3	4,951	7,804	7,005
	5	5,423	4,748	6,025
	7	8,938	8,201	5,249
	9	4,051	7,164	6,022
	11	6,686	7,728	6,271



Şekil 4.52. Farklı konsantrasyonlarda antosiyanin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH aralıklarında renk değişimlerinin grafiği.



Şekil 4.53. Farklı konsantrasyonlarda kurkumin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH aralıklarında renk değişimlerinin grafiği.

Çizelge 4.161’de farklı konsantrasyonlarda kurkumin ve antosiyanin içeren nanokompozit film örneklerinin farklı pH aralıklarında renk farkı (ΔE) değerleri sunulmuştur. İndikatör olarak antosiyanin kullanılan filmlerde belirlenen renk farkı değeri ve görsel olarak filmlerde görülen renk değişimi arasında uyum söz konusudur. Yüksek renk farkı değerlerinin elde edildiği antosiyanin konsantrasyonuna sahip filmler farklı pH değerlerinde görsel olarak belirgin renk değişimi göstermiştir. Nötr pH değerlerinde (pH=7) en fazla renk değişimi %0,4 w/w konsantrasyonunda antosiyanin içeren filmde, en az renk değişimi %0,3 w/w konsantrasyonunda antosiyanin içeren akıllı filmde gözlemlenmiştir. Asidik pH’larda (pH=1, pH=3) ise tüm örneklerde etkin renk değişimi gözlemlenmekteyken en fazla renk değişimi %0,4 w/w konsantrasyonunda antosiyanin içeren akıllı filmde gözlemlenmiştir. Bazik pH’larda (pH=9, pH=11) en fazla renk değişimi benzer şekilde %0,4 w/w konsantrasyonunda antosiyanin içeren filmde, en az renk değişimi %0,3 w/w konsantrasyonunda antosiyanin içeren akıllı filmde gözlemlenmiştir.

Literatürde yapılan birçok çalışmada değişen pH aralıklarında filmlerin renk değişimleri ölçüldüğü ve görsel olarak da fotoğraflandığı görülmektedir. Kurek vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada böğürtlen posasının kullanılmasıyla elde edilen kitosan bazlı akıllı filmler 2’den 10’a değişen pH değerlerinde kırmızıdan more dönüşmüştür. Kuvvetli asit ortamında (pH<2) antosiyaninlerin baskın formu olan flavilyum katyonu kırmızı rengin

oluşmasına katkıda bulunduğu ifade edilmiştir. Çalışmamızda antosiyanin içeren film örneklerinin pH=1 civarlarında renk değerlerinin açıldığı gözle görülür bir şekilde fark edilmektedir ve renk değişim değerlerinin en yüksek seviyelere ulaşması da bu durumu desteklemektedir. pH=1 olan asidik ortama maruz kalan %0,2, 0,3 ve 0,4 (w/w) oranlarında antosiyanin içeren filmlerde renk farkı değerleri sırasıyla 7,535, 6,876 ve 8,550 olarak bulgulanmıştır. Genel olarak hem asidik hem bazik pH değerlerinde en fazla renk farkı belirlenen antosiyanin konsantrasyonu %0,4 (w/w) olarak dikkat çekmektedir.

İndikatör olarak kurkumin ve antosiyanin karşılaştırıldığında; %0,4 w/w konsantrasyonunda kurkumin kullanılan filmlerde renk değişim aralığı 5,249 ile 7,005 olup asidik ve bazik pH'larda filmin ana rengine kıyasla belirlenen renk değişimleri herhangi bir yükseliş göstermemiştir ve birbirine yakın değerlerde olmuştur. Bunun aksine %0,4 w/w konsantrasyonunda antosiyanin kullanılan filmlerde renk değişim aralığı 2,868 ile 9,808 olup asidik ve bazik pH'larda filmin renk değişimlerinde artış olduğu belirlenmiştir. Yapılan bu gözlemler sonucunda genel olarak en belirgin renk değişimi %0,4 w/w konsantrasyonunda antosiyanin içeren film örneğinde gözlemlendiği için akıllı filmlerin üretiminde %0,4 w/w konsantrasyonunda antosiyanin kullanımı uygun bulunmuştur. Belirlenen %0,4 w/w konsantrasyonunda antosiyanin ilave edilen kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmler üretilmiştir ve filmlerin optimizasyonunda kullanılan karakteristik özellikleri tekrar analiz edilmiştir. Bununla birlikte antosiyanin ilavesi sonucu fenolik madde miktarı ve antioksidan kapasitesi değerlerinde değişim olması beklediğinden filmlerin fonksiyonel özelliklerinin de analizleri yapılarak en gelişmiş özelliklere sahip nanokompozit akıllı film seçimi gerçekleştirilmiştir.

Antosiyanin Miktarı	Farklı pH Değerlerinde Elde Edilen Film Görselleri					
	pH=1	pH=2	pH=5	pH=7	pH=9	pH=11
%0,2						
%0,3						
%0,4						

Şekil 4.54. Farklı konsantrasyonlarda antosiyanin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH çözeltilerinde renk değişim görselleri.

Kurkumin Miktarı	Farklı pH Değerlerinde Elde Edilen Film Görselleri					
	pH=1	pH=2	pH=5	pH=7	pH=9	pH=11
%0,2						
%0,3						
%0,4						

Şekil 4.55. Farklı konsantrasyonlarda kurkumin içeren nanokompozit filmlerin farklı pH çözeltilerinde renk değişim görselleri.

4.6. Aktif ve Akıllı Nanokompozit Filmlerin Karakterizasyonu

Optimum protein, karbonhidrat, gliserol ve zein nanopartikül oranına sahip nanokompozit film kompozisyonu belirlendikten sonra filmlerin aktif özelliklerinin yanı sıra akıllı özellik kazandırmak amacıyla optimum nanokompozit film formülasyonuna, gıda ile

teması uygun indikatör olarak eklenecek olan antosiyanin için de uygun konsantrasyon belirlenmiştir. Model gıda uygulamalarında kullanılacak en uygun film tipinin belirlenmesi amacıyla optimum film formülasyonu ve en uygun antosiyanin oranı kullanılarak üretilen kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenen ZNP içeren aktif ve akıllı nanokompozit filmlerde fiziksel ve kimyasal analizler gerçekleştirilmiştir. Üç farklı ekstrakt tipi kullanılarak üretilen nanokompozit filmlerde gerçekleştirilen analizler ve sonuçları Çizelge 4.162’de verilmiştir. Elde edilen verilerin istatistik analizi gerçekleştirilmiş ve ortalamalar Duncan çoklu karşılaştırma testine göre karşılaştırılmıştır.

Çizelge 4.162. Kestane, sedir ve sığla kabuğu ekstraktı yüklenen ZNP içeren nanokompozit akıllı filmlerde gerçekleştirilen analizler ve sonuçları.

Film Özellikleri	Kestane kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Akıllı Filmler	Sedir Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Akıllı Filmler	Sığla Kabuğu Ekstraktı Yüklenen ZNP İçeren Nanokompozit Akıllı Filmler
Su Buharı Geçirgenliği (g.mm/m ² .h.kPa)	0,325 ± 0,055 ^b	0,322 ± 0,033 ^b	0,444 ± 0,049 ^a
Nem (%)	10,75 ± 0,01 ^b	10,17 ± 0,38 ^c	13,53 ± 0,43 ^a
Suda Çözünürlük (%)	54,34 ± 0,81 ^b	54,55 ± 0,22 ^b	61,85 ± 0,22 ^a
Çekme Gerilimi (MPa)	29,35 ± 3,40 ^b	21,56 ± 2,84 ^a	19,24 ± 3,61 ^a
Kopma Noktasında Uzama (%)	100,86 ± 2,25 ^b	99,36 ± 3,95 ^b	115,53 ± 4,16 ^a
Opaklık	4,41 ± 0,11 ^a	4,17 ± 0,25 ^b	4,53 ± 0,19 ^a
Renk Farkı	61,74 ± 1,34 ^a	60,28 ± 1,87 ^a	60,94 ± 3,32 ^a
Toplam Fenolik Madde Miktarı	77,20 ± 5,64 ^a	68,80 ± 3,77 ^b	50,17 ± 2,50 ^c
Antioksidan Kapasitesi	220,04 ± 2,70 ^a	197,12 ± 10,92 ^b	171,33 ± 4,49 ^c

**Aynı satırdaki farklı harfler istatistiksel olarak anlamlı fark (p<0,05) olduğunu göstermektedir.

Filmlerin kaplama veya ambalaj materyali olarak uygulanabilmesi için nem transferine karşı iyi bir bariyer özelliğine sahip olması gerekmektedir. Bu aşamada dikkate alınması gereken en önemli parametrelerden biri su buharı geçirgenliğidir. Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı filmlerin su buharı geçirgenlik değerleri (SBG) sırasıyla 0,325, 0,322 ve 0,444 g.mm/m².h.kPa ‘dır. Üç farklı ekstrakt tipi içeren nanokompozit filmlerin SBG değerleri birbirleri ile karşılaştırıldığında, kestane ve sedir ekstraktı bazlı filmlerin SBG değerlerinin birbirine oldukça yakın olduğu ve sığla ekstraktı bazlı filmlerin, kestane ve sedir ekstraktı bazlı filmlerden daha yüksek SBG değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, doğrulama denemeleri sonucunda elde edilen veriler ile tutarlı olup sığla ekstraktı içeren filmlerin daha yüksek SBG değerine sahip olduklarını desteklemektedir (Çizelge

4.162). Bu durum sığla ekstraktının bileşiminde de gliserol içermesinden kaynaklanmaktadır. Gliserol plastikleştirici bir madde olduğundan film yapısına eklendiğinde yapının değişmesine ve moleküller arası çekim kuvvetinin azalmasına sebep olmaktadır. Bu durum hem serbest hacmi hem de zincir hareketliliğini artırdığından su moleküllerinin polimer ağı yayılmasını hızlandırmakta filmlerin su buharı geçirgenliğini artırmaktadır. Akıllı filmlerin su buharı geçirgenliklerinin optimum noktalarında elde edilen su buharı geçirgenliklerine kıyasla daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum filmlerin bileşimine dahil edilen antosiyaninin polar karakterli bileşen olması ile ilişkili olabilir. Antosiyaninin film yapısında dağılımının ve oluşturduğu yapısal değişikliklerin su buharı geçirgenliğini kolaylaştırabileceği düşünülmektedir.

Filmlerin çekme gerilimi ve kopma uzaması gibi mekanik özellikleri, filmin meydana gelebilecek herhangi bir mekanik etkiye karşı bütünlüğünü koruyarak stabil kalması açısından oldukça önemlidir. Üç farklı ekstrakt tipi içeren filmlerin mekanik özellikleri Çizelge 4.162’de verilmiştir. Filmlerin çekme gerilimleri arasında istatistiki olarak önemli ($p < 0,05$) bir fark olup çekme geriliminin kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde 29,35 MPa, sedir ekstraktı nanokompozit filmlerde 21,56 MPa ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde ise 19,24 MPa olduğu görülmüştür. Kestane ekstraktı bazlı filmlerin en yüksek sığla ekstraktı bazlı filmlerin ise en düşük çekme gerilimine sahip olduğu gözlenmiştir. Bu durum kestane ve sedir bazlı filmlerde moleküller arası etkileşimin daha fazla olduğunu ve dolayısıyla filmlerin yapısının daha yoğun ve sıkı olduğunu göstermekte, filmlerin SBG değerlerinin düşük olması da sonuçları doğrulamaktadır.

Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı filmlerinin uzama değerleri karşılaştırıldığında, sığla ekstraktı bazlı filmin en yüksek uzama değeri (%115,53) gösterdiği, kestane (%100,86) ve sedir (%99,36) ekstraktı filmlerin ise uzama değerlerinin birbirine oldukça yakın olduğu ve aralarında önemli bir farkın olmadığı ($p > 0,05$) bulgulanmıştır. Sığla ekstraktı bazlı filmlerde, polimer zincir hareketliliği daha fazla olduğundan uzama değeri maksimumdur. Yapı olarak incelendiklerinde de sığla ekstraktı bazlı filmlerin kestane ve sedir ekstraktı bazlı filmlere kıyasla daha esnek ve elastik olduğu görülmüş olup kopma değerleri, bu durumu doğrulamıştır. Ayrıca sığla ekstraktı bazlı filmlerde çekme geriliminin daha düşük olması, SBG değerinin ve uzama değerinin ise daha yüksek olması sonuçların birbiri ile uyumlu olduğunu göstermektedir.

Filmlerin SBG geçirgenlik değerlerinin yanı sıra nem içerikleri ve suda çözünürlükleri de incelenmiştir (Çizelge 4.162). Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı filmlerin nem

içeriklerinin sırasıyla %10,75, %10,17 ve %13,53 olup kestane ve sedir ekstraktı bazlı filmlerin nem içeriklerinin düşük ve birbirine yakın olduğu sığla ekstraktı bazlı filmlerin ise daha yüksek nem içeriğine sahip olduğu bulunmuştur. Filmlerin suda çözünürlükleri arasında da benzer ilişki söz konusudur. Sığla ekstraktı bazlı filmlerin en yüksek (%61,85), sedir (%54,55) ve kestane (%54,34) ekstraktı bazlı filmlerin ise daha düşük çözünürlük değerlerine sahip olduğu görülmüştür. Nem içeriği ve çözünürlük değerinin yüksek olması filmlerin su buharı geçirgenliğini de artırmaktadır. Nitekim bu durum sığla ekstraktı bazlı filmlerde gözlemlenmiş olup bu filmler, en yüksek SBG, en yüksek nem içeriği ve en yüksek suda çözünürlük değerlerine sahiptir.

Kestane ve sedir ekstraktı bazlı filmler SBG, çekme gerilimi, kopma uzaması, nem ve çözünürlük değerleri açısından birbirine oldukça yakın olup birlikte bir grup oluştururken sığla ekstraktı bazlı filmler ise incelenen parametreler açısından ayrı bir grup oluşturmuştur. Her üç film tipi için de filmlerin su buharı geçirgenliği, nem, çözünürlük, çekme gerilimi ve kopma uzaması değerleri arasında bir uyum söz konusudur.

Filmlerin opaklık değeri, ışık geçirgenliği ile ilişkilendirilirken renk farkı ise daha çok tüketici kabul edilebilirliği açısından değerlendirilmektedir. Filmlerin opaklık değerinin yüksek olması ışık geçirgenliklerinin düşük olduğunu göstermekte olup yüksek opaklık değerine sahip filmler oksidasyona karşı etkili bir bariyer sağlayabilmektedir. Filmlerin opaklık değerleri incelendiğinde, sedir ekstraktı (4,17) bazlı filmlerin opaklık değerinin daha düşük, kestane (4,41) ve sığla ekstraktı (4,53) bazlı filmlerin ise opaklık değerlerinin birbirine yakın ve daha yüksek olduğu görülmüştür (Çizelge 4.162). Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı filmlerde renk farkı ise sırasıyla 61,74, 60,28 ve 60,94 olup aralarında istatistiksel olarak önemli bir fark yoktur (Çizelge 4.162). İndikatör olarak film kompozisyonuna eklenen antosiyaninin rengi oldukça yoğun olduğundan filmlerin opaklık ve renk değerleri birbirine oldukça yakındır.

Kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde miktarları sırasıyla 77,20, 68,80 ve 50,17 mg gallik asit/100 g kuru madde (Çizelge 4.162) olup TFM içeriklerinin yüksekten düşüğe doğru sıralanışı kestane, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmler şeklindedir. Üç farklı ekstrakt tipi içeren filmlerin toplam fenolik madde miktarları karşılaştırıldığında kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin TFM içeriklerinin, sedir ve sığla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlere kıyasla daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Bu durum gerek optimum ekstraksiyon koşullarında elde edilen ham kestane, sedir ve sığla ekstraktlarının toplam fenolik madde değerleri (sırasıyla 739,88,

343,86 ve 291,42 mg gallik asit/100 g kuru madde) gerekse optimum film kompozisyonunun belirlenmesi aşamasında elde edilen sonuçlar ile tutarlı olup sonuçları doğrulamaktadır.

Farklı ekstrakt tipi kullanılarak üretilen filmlerin antioksidan kapasitesi değerleri Çizelge 4.162’de verilmiştir. Antioksidan kapasitesi (AK) değerleri, kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde 220,04 mg troloks/g kuru ağırlık, sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde 197,12 mg troloks/g kuru ağırlık ve sığla ekstraktı içeren nanokompozit filmlerde ise 171,33 mg troloks/g kuru ağırlık olarak bulunmuştur. Üç farklı ekstrakt içeren filmlerin AK değerleri kıyaslandığında AK değerinin yüksekten düşüğe doğru sıralanışı kestane ekstraktı, sedir ekstraktı ve sığla ekstraktı bazlı filmler şeklindedir. Optimum ekstraksiyon koşullarında elde edilen ham kestane, sedir ve sığla ekstraktlarının antioksidan kapasitesi değerleri sırasıyla 99,52, 41,28 ve 31,61 mg troloks/g kuru ağırlık olarak belirlenmiştir. Elde edilen ham ekstraktlardaki AK değerleri ile bu ekstraktlar kullanılarak elde edilen zein nanopartiküllerini içeren filmlerin AK değerleri, ayrıca geliştirilen aktif ve akıllı filmlerin AK değerleri birbirleri ile uyumlu olup her üç durumda da kestane ekstraktının, sedir ve sığla ekstraktlarına kıyasla daha yüksek antioksidan aktive gösterdiği tespit edilmiştir.

Yenilebilir film ve kaplamaların gıda endüstrisinde kullanımı nem ve gazlara karşı iyi bir bariyer özellik göstermelerine bağlıdır. Su buharı geçirgenliği hem taze gıdaların dehidrasyonunun önlenmesinde hem de kuru gıdaların ortamdaki nem kapmasının engellenmesinde dikkate alınması gereken en önemli parametredir. Bununla birlikte film ve kaplamaların gıda ile hidrofilik-hidrofobik etkileşimlerinin de göz önünde bulundurulması gerekmektedir. Bu aşamada film kaplama veya ambalaj materyalinin çözünürlüğü rol oynamaktadır. Yine kaplama ve ambalaj materyali olarak uygulanabilen filmlerin gıda işleme koşulları altında veya oluşabilecek dış bir kuvvete karşı nasıl davranacaklarını tahmin etmede mekanik özellikler önem arz etmektedir. Tüketici açısından renk, koku ve tat özelliklerinin yanı sıra uygulama amacına bağlı olarak ışık geçirgenlikleri de göz önünde bulundurulması gereken parametreler arasında yer almaktadır. Bununla birlikte özellikle doğal antimikrobiyal içeren filmlerde, hedef mikroorganizmalara karşı antimikrobiyal aktivite göstermeleri de filmlerin kalite özellikleri arasında yer almaktadır. Sonuç olarak yenilebilir film ve kaplama uygulamasında, film ve kaplamaların kalite özellikleri ile uygulanacakları gıdanın kimyasal bileşimi de oldukça önemlidir.

Çalışma kapsamında üç farklı ekstrakt tipi kullanılarak üretilen filmler arasından özellikle kestane ekstraktı bazlı akıllı ve aktif nanokompozit filmlerin, düşük su buharı geçirgenliği, düşük nem içeriği, düşük suda çözünürlük değeri, yüksek toplam fenolik madde içeriği, yüksek antioksidan kapasitesi değeri, uygun opaklık ve renk değeri ile iyi mekaniksel özellik göstermeleri dolayısıyla ön plana çıktığı görülmektedir. Sonuç olarak bu aşamada geliştirilen nanokompozit filmlerden fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlı olarak model gıda uygulamalarında kullanılmak üzere kestane ekstraktı bazlı aktif ve akıllı nanokompozit filmler seçilmiştir.

4.7. Model Gıda Uygulamaları

Model gıda uygulamalarında kaşar peyniri, mandalina, salatalık ve tavuk fileto örneklerinde gerçekleştirilen kaplama ve paketlenme uygulamalarının örneklerin kalite özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Örneklerin pH, renk, tekstür özelliklerinin yanı sıra toplam fenolik madde, toplam canlı sayısı ve küf-maya sayısı değerlendirilmiştir. Ayrıca başlangıçta ve depolama süresince paketlenmede kullanılan filmlerde renk değerleri ölçülmüş ve filmlerin renk farkı belirlenerek akıllı özellikleri değerlendirilmiştir. Tavuk fileto örneklerinde diğer gıda örneklerden farklı olarak TBA (Tiobarbitürik asit) analizi de gerçekleştirilmiştir. Tüm analiz sonuçlarının ortalama değerleri standart sapmaları ile beraber verilmiştir. Ortalama değerlerin karşılaştırılması için verilere SPSS programında Duncan Çoklu karşılaştırma testi uygulanmıştır.

4.7.1. pH

Kaşar peynirlerinin depolama boyunca belirlenen pH değerleri Çizelge 4.163'te, pH değerlerinde meydana gelen değişimi gösteren grafik Şekil 4.56'da verilmiştir. Verilere uygulanan Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucu kaplama ve paketlenme uygulamalarının kaşar peynirlerinin pH değerlerini önemli ($p<0,05$) ölçüde etkilediği tespit edilmiştir. Bununla birlikte, örneklerin farklı depolama günlerindeki pH değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı ($p<0,05$) farklar belirlenmiştir. Peynir örneklerinin pH değerleri 5,73 ile 5,92 aralığında değişim göstermiştir. Kaşar peynirlerinin başlangıçta ortalama pH değeri 5,92

olarak belirlenmiştir. Genel olarak tüm gruplara ait örneklerde pH değerlerinde önemli ölçüde ($p<0,05$) azalma olduğu tespit edilmiştir. Bu azalma depolanın 7. gününde başlamıştır ve depolamanın 21. gününde paketlenme ve kaplama gruplarında en düşük değerlerine ulaşmıştır. Kaşar peyniri örneklerinde belirlenen pH değerlerinin literatürde yapılan çalışmalarda bildirilen pH değerleri ile uyumlu olduğu görülmektedir. Ceylan (2022) tarafından sodyum kazeinat esaslı probiyotik mikroorganizmalar (*Bifidobacterium bifidum* ve *Lactobacillus rhamnosus*) içeren yenilebilir filmler ile kaplanan dilimlenmiş eritme peynirlerinin 30 günlük depolama süresince pH değerleri 5,96 ile 5,73 aralığında rapor edilmiştir. Bir diğer çalışmada, küflenmenin önlenmesi veya azaltılması için isot, kekik ve çörek otu baharatlarının kullanıldığı eritme peynirlerinin 90 günlük depolama periyodu boyunca pH değerleri 5,32 ile 5,64 aralığında bulgulanmıştır (Göncü, 2018). Kırıcı (2020) tarafından kaşar peynirinin kalite özelliklerini korumak için palmarosa yağı içeren agar ve jelatin bazlı aktif yenilebilir filmler ile kaplanmış kaşar örneklerinde 29 günlük depolama boyunca pH değerleri oldukça stabil olup 5,20 ile 5,25 aralığında rapor edilmiştir.

Mandalina örneklerinin depolama boyunca belirlenen pH değerleri Çizelge 4.164'te, pH değerlerinde meydana gelen değişimi gösteren grafik Şekil 4.57'de verilmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testine tabi tutulan verilere göre depolamanın 14. ve 28. günlerinde örnek grupları arasında pH değerlerinin önemli farklılık ($p>0,05$) göstermediği tespit edilmiştir. Depolamanın diğer günlerinde ise kaplama ve paketlenme uygulamalarının mandalinaların pH değerleri üzerine anlamlı ($p<0,05$) etkisi olmuştur. Farklı depolama günlerindeki pH değerleri değerlendirildiğinde kontrol ve kaplama grupları için depolama süresince istatistiksel olarak anlamlı ($p<0,05$) farklar belirlenmiştir. Buna karşın paketlenme uygulanan mandalina örneklerinde farklı depolama günlerinde bulgularan pH değerleri arasında istatistiksel olarak önemli bir fark bulunmamıştır ($p>0,05$). Bu durum paketlenen örneklerde pH değerlerinin daha stabil olduğunu göstermektedir. Örneklerinin pH değerleri 3,30 ile 3,73 aralığında belirlenmiştir. Genel olarak tüm gruplara ait örneklerde pH değerlerinde depolamanın 21. gününe kadar yavaş bir şekilde artan trend gözlemlenmiştir. 21 günlük depolamanın sonunda kaplama ve paketlenme örneklerinin pH değerinde artış sonucu kontrol grubu ile arasında önemli ($p<0,05$) farka sahip olmuştur. Khorram vd. (2017) tarafından yapılan çalışmada farklı kaplama materyallerinin (karboksimetil selüloz, gum arabik, gum ve vakslar) Kinnow cinsi mandalinaların kalite özellikleri üzerine etkisi incelendiğinde en düşük pH değeri 3,93, en yüksek pH değeri ise 4,13 olarak rapor edilmiştir. Kozlu (2020) tarafından yapılan çalışmada ayva meyvesinin çekirdeklerinden

elde edilen ayva müsilaının yenilebilir kaplama olarak uygulandığı mandalinaların 10 günlük depolama süresince kalite değişimi incelendiğinde kaplanmış ve kaplanmamış örneklerin pH değerleri 3,79 ile 3,93 aralığında bulgulanmıştır. Çalışmamızda mandalina örneklerinde ölçülen pH değerlerinin literatürde yapılan çalışmalar ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Salatalık örneklerinin depolama boyunca belirlenen pH değerleri Çizelge 4.165'te, pH değerlerinde meydana gelen değişimi gösteren grafik Şekil 4.58'de verilmiştir. Salatalık meyvesinin lezzetini belirleyen en önemli faktörlerden biri pH olduğu bilinmektedir. Meyvenin pH değerindeki değişiklik herhangi bir işlemin (termal ve enzimatik gibi) meyvenin biyokimyasal durumu üzerindeki etkisi sonucu veya solunum hızı ve metabolik aktivite nedeniyle gerçekleşmektedir (Maleki vd., 2021). Salatalık örneklerinin depolama boyunca pH değerleri 5,42 ile 6,60 aralığında belirlenmiştir. Tüm gruplara ait örneklerde pH değerlerinde depolama süresince kademeli bir artış gözlemlenmiştir. Duncan Çoklu Karşılaştırma testine göre salatalık örneklerinin farklı depolama günlerindeki pH değerleri arasında istatistiksel olarak önemli ($p<0,05$) fark olduğu belirlenmiştir. Sonuçlar farklı örnek grupları arasında istatistiksel açıdan değerlendirildiğinde sadece depolamanın 7. günü paketlenme örnek gruplarının pH değerleri kontrol grubundan önemli ölçüde ($p<0,05$) farklı bulunmuştur. Depolamanın 7. günü kontrol, kaplama ve paketlenme örnek grupları pH değerleri açısından farklılık gösterirken, depolama sonunda (14. gün) her üç grubunda pH değerleri arasında farklılık bulunmamıştır. Benzer olarak Kumar vd. (2021) modifiye nişasta ve jelatin bazlı kompozit filmler ile kaplanmış ve kaplanmamış salatalıkların pH değerlerinin depolama boyunca arttığını bulgulamıştır. Bununla birlikte, kaplanmış salatalıkların pH değerlerinin kaplanmamış salatalıklara göre daha yavaş bir artış gösterdiği ve kaplanmış salatalıklardaki bu kademeli artışın kaplama sonucunda düşük metabolik aktivite ve solunum hızı ile ilişkili olabileceği bildirilmiştir.

Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca belirlenen pH değerleri Çizelge 4.166.'da, pH değerlerinde meydana gelen değişimi gösteren grafik Şekil 4.59'da verilmiştir. Taze etlerin muhafazası boyunca etin yapısında meydana gelen enzimatik, oksidatif ve mikrobiyal bozulmalar raf ömrünü kısıtlandırmaktadır. Bu bozulmalara bağlı olarak oluşan bileşenler pH değişikliğine sebep olmaktadır (Ertuğral, 2022). Tavuk fileto örneklerinde depolama başlangıcında (0. gün) pH değerleri 6,00 olarak belirlenmiştir. Şekil 4.56.'da görüldüğü gibi örneklerin pH değerleri artan bir trend göstermiştir. En yüksek artış ile depolama boyunca kontrol örneklerinin pH değerleri kaplama ve paketlenme uygulamalarına

ait örneklerin pH değerlerinden yüksek olduğu belirlenmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testine göre depolamanın 1., 3. ve 5. günlerinde paketlenen tavuk eti örneklerinin pH değerleri diğer gruplardan önemli ölçüde farklılık ($p<0,05$) göstermiştir. Depolama süresince en düşük pH değerleri paketlenen tavuk eti örneklerinde bulgulanmıştır. Farklı depolama günlerindeki pH değerleri değerlendirildiğinde paketlenen tavuk eti örneklerinde farklı depolama günlerinde bulgulan pH değerleri arasında istatistiksel olarak önemli bir fark ($p>0,05$) bulunmamıştır. Bu durum paketlenme ile bozulmaların yavaşlatılması ve buna bağlı olarak pH değerinde değişimlerin azalması ile ilişkili olabilir. Kontrol ve kaplama grupları için ise depolama süresince istatistiksel olarak anlamlı ($p<0,05$) farklar belirlenmiştir. Depolama süresince kontrol ve kaplama gruplarına ait örneklerin pH değerleri önemli ölçüde ($p<0,05$) artış göstermiştir ve en yüksek pH değeri kontrol örneklerinde depolamanın 5. gününde 6,21 olarak belirlenmiştir. Örneklerin pH değerindeki artış mikrobiyal bozulma ve proteoliz nedeniyle bazı bazik bileşiklerin üretilmesi ile açıklanabilir. Uran ve Çetin (2018) tarafından etil pirüvat buharı uygulanmış ve uygulanmamış tavuk eti örneklerinin 4°C’de 10 gün depolanması boyunca benzer şekilde pH değerlerinde artış belirlenmiştir. Çalışmada başlangıçta örneklerde belirlenen 6,39 pH değeri, 10 gün sonunda farklı oranlarda etil pirüvat uygulanmış örneklerde 6,92, 6,96 ve 6,29 değerlerine ulaşmıştır. Kekik esansiyel yağı ve laktik asit uygulamalarının oksijen geçirgenliği olan ve modifiye atmosfer olan iki farklı paketlenme sistemi ile kombine edilerek depolanan tavuk fileto örneklerinin pH değerleri kontrol grubunda 6,11-6,36, kekik esansiyel yağı uygulandıktan sonra paketlenen gruplarda 6,07-6,33 ve laktik asit uygulandıktan sonra paketlenen gruplarda 5,67-5,93 aralığında değişen değerlerde tespit edilmiştir. Yapılan çalışmada depolama sonunda, kontrol grubunda bulgulan daha yüksek pH değerleri, aynı gruba ait mikrobiyal yükün daha fazla olmasına bağlı olarak etde proteoliz sonucu oluşan bazı bazik ve amonyak bileşiklerden kaynaklanabileceği bildirilmiştir (Jaspal vd., 2021). Çalışmamızda tavuk fileto etlerinde belirlenen pH değerleri benzer şekilde literatürde tavuk fileto eti ile yapılan çalışmalara yakın değerlerdedir.

Çizelge 4.163. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca pH değerleri.

Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)							
	0	1	7	14	21	28	35	42
Kontrol	5,92±0,01 ^A	5,88±0,03 ^A	5,90±0,04 ^{a,A}	5,81±0,01 ^{b,B}	5,83±0,03 ^{a,B}	5,83±0,01 ^{a,B}	-	-
Kaplama	5,92±0,01 ^A	5,89±0,01 ^A	5,77±0,02 ^{b,C}	5,82±0,01 ^{b,B}	5,76±0,02 ^{b,C}	5,82±0,03 ^{a,b,B}	-	-
Paket	5,92±0,01 ^A	5,86±0,00 ^B	5,81±0,01 ^{b,C}	5,86±0,00 ^{a,B}	5,73±0,01 ^{b,D}	5,77±0,03 ^{b,E}	5,85±0,01 ^B	5,87±0,01 ^B

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.164. Mandalina örneklerinin depolama boyunca pH değerleri.

Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)								
	0	1	7	14	21	28	35	42	49
Kontrol	3,30 ±0,04 ^D	3,35±0,01 ^{b,C,D}	3,48±0,04 ^{a,B}	3,51±0,02 ^B	3,73±0,01 ^{a,A}	3,37±0,04 ^C	3,50±0,08 ^B	3,34±0,01 ^{b,C,D}	3,48±0,03 ^{a,B}
Kaplama	3,30 ±0,04 ^D	3,32±0,01 ^{c,D}	3,38±0,01 ^{c,B,C}	3,34±0,01 ^{C,D}	3,42±0,08 ^{b,A,B}	3,40±0,01 ^B	3,28±0,02 ^D	3,47±0,03 ^{a,A}	3,47±0,01 ^{a,A}
Paket	3,30 ±0,04	3,39±0,02 ^a	3,43±0,01 ^b	3,34±0,16	3,48±0,03 ^b	3,40±0,50	3,45±0,20	3,30±0,06 ^b	3,41±0,02 ^b

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.165. Salatalık örneklerinin depolama boyunca pH değerleri.

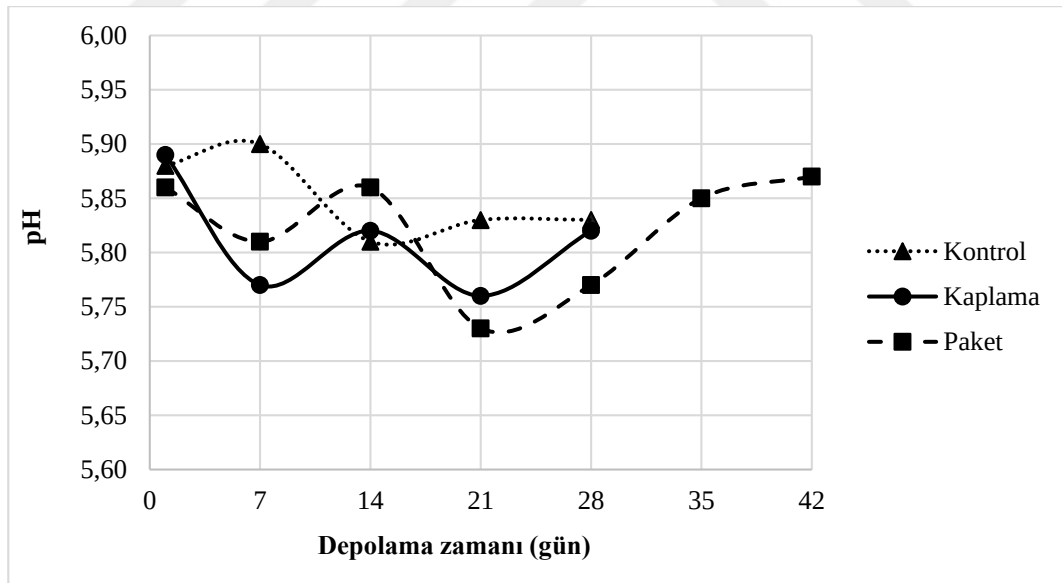
Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)			
	0	1	7	14
Kontrol	5,46±0,20 ^B	5,42±0,29 ^B	6,34±0,15 ^{a,A}	6,53±0,03 ^A
Kaplama	5,46±0,20 ^C	5,63±0,02 ^C	6,25±0,01 ^{a,b,B}	6,60±0,05 ^A
Paket	5,46±0,20 ^D	5,72±0,01 ^C	6,07±0,05 ^{b,B}	6,59±0,01 ^A

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

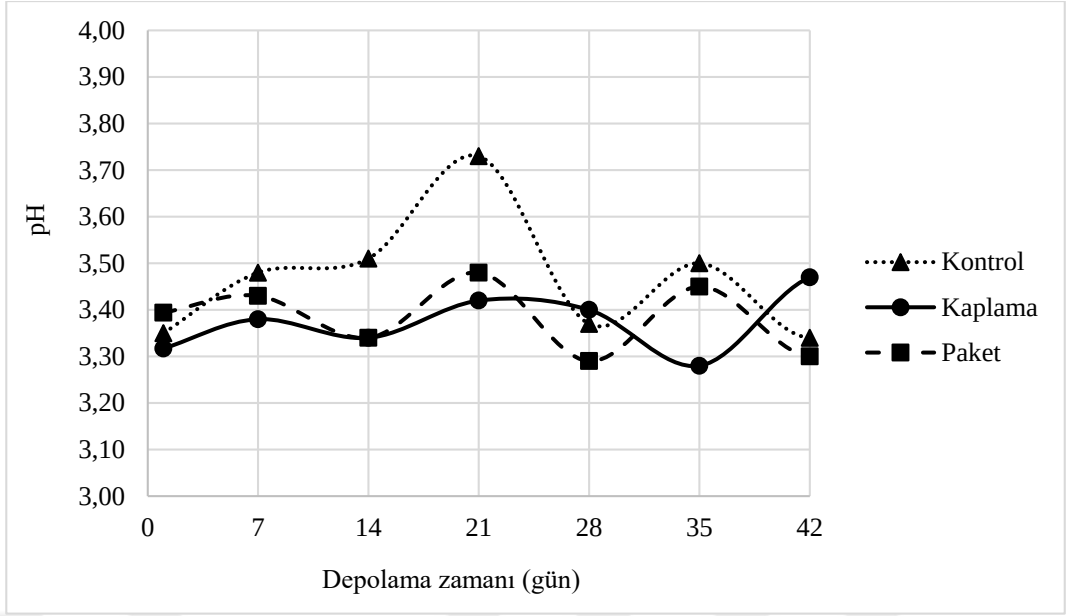
Çizelge 4.166. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca pH değerleri.

Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)				
	0	1	3	5	7
Kontrol	6,00±0,09 ^{A,B}	5,94±0,01 ^{a,B}	6,03±0,1 ^{a,A,B}	6,21±0,13 ^{a,A}	6,06±0,16 ^{A,B}
Kaplama	6,00±0,09 ^{A,B}	5,83±0,01 ^{b,C}	5,89±0,02 ^{b,B,C}	6,05±0,09 ^{a,b,A}	6,09±0,04 ^A
Paket	6,00±0,01 ^A	5,75±0,01 ^{c,B}	5,87±0,06 ^{b,A}	5,96±0,07 ^{b,A}	5,97±0,06 ^A

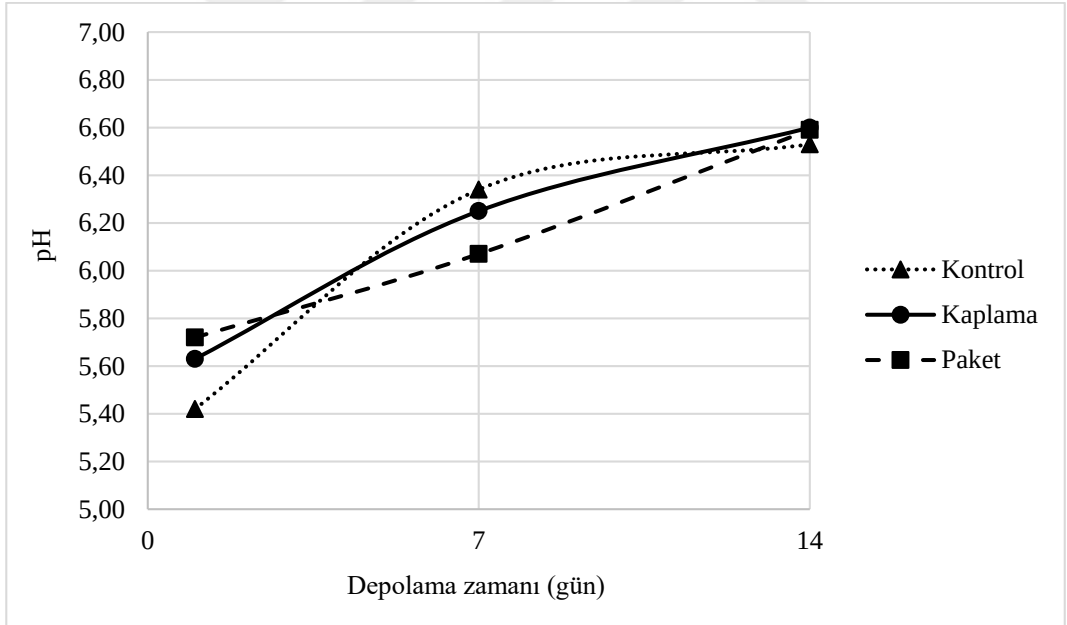
*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.



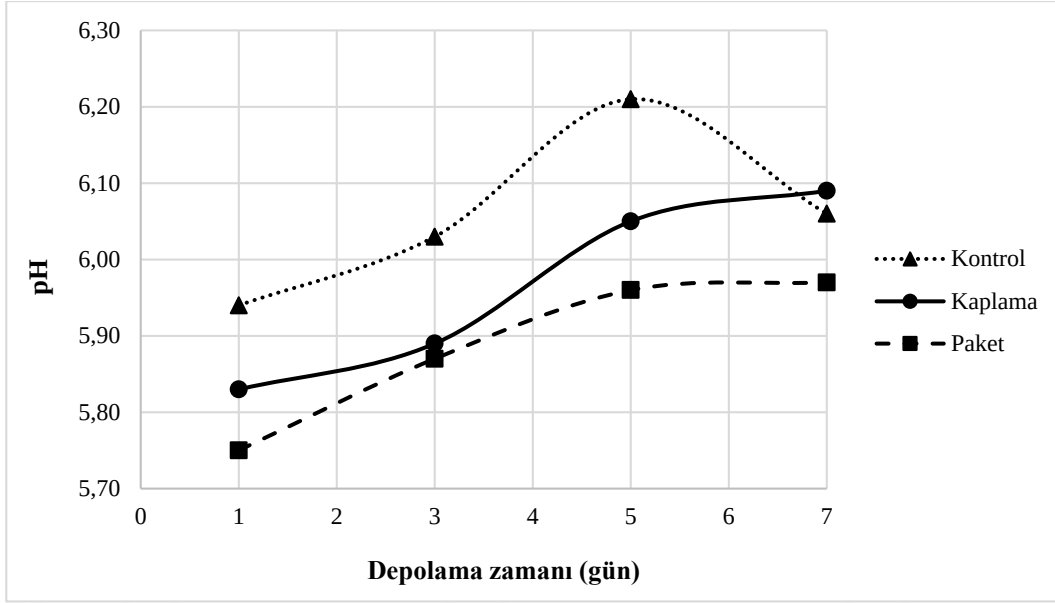
Şekil 4.56. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim.



Şekil 4.57. Mandalina örneklerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim.



Şekil 4.58. Salatalık örneklerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim



Şekil 4.59. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca pH değerlerinde meydana gelen değişim.

4.7.2. Renk

Gıdaların renk değerleri tüketicileri etkileyen en önemli kalite parametrelerindendir. L^* değeri parlaklık değerini ifade etmekte olup, ölçülen renge göre 0-100 (siyah-beyaz) arasında değişen bir aydınlık derecesi olarak belirlenmektedir. a^* pozitif değer aralığında ölçülen renk kırmızı, negatif değer aralığında ölçülen renk ise yeşil olmaktadır. Benzer şekilde b^* pozitif değer aralığında ölçülen renk sarı, negatif değer aralığında ise maviyi ifade etmektedir (Bayram vd., 2014).

Kaşar peynirlerinin depolama boyunca L^* , a^* , b^* , chroma ve hue değerleri ve ayrıca bu değerler kullanılarak hesaplanan renk farkı (ΔE), beyazlık indeksi (WI) ve sarılık indeksi (YI) değerleri Çizelge 4.167’de verilmiştir. Renk değerlerinde (L^* , a^* , b^*) meydana gelen değişimlere bakıldığında kaplama uygulaması yapılan kaşar peynirlerinde beklendiği gibi film materyalinin kaplanması parlaklık değerinin azalmasına sebep olmuştur. Buna bağlı olarak kaplama uygulanan örneklerin L değerleri önemli ölçüde ($p < 0,05$) farklılık göstermiştir. Kontrol grubu ve paketlenme yapılan örneklerde aydınlık değerleri depolama süresince düşük azalma göstererek benzer ($p > 0,05$) değerler korunmuştur. Kaplama örneklerinde ise depolama süresince artan ve azalan aydınlık değerleri bulgulanmıştır. Bu durum kaplama materyalinin kaşar peynirinin yüzeyinde tamamen homojen bir şekilde yer

almamasından kaynaklanabilir. Literatürde yapılan çalışmalarda da peynirlerde L değerinin depolama süresince azaldığı rapor edilmiştir. Peynirlerin depolama süresince L* değerlerinde meydana gelen azalmanın mikrobiyal gelişme ve peynir yüzeyinden su kaybından kaynaklandığı ifade edilmektedir (Akarca ve Yıldırım, 2021). Kaşar peynirlerinde a* değerleri pozitif olup kırmızılık değerini ifade etmektedir. Kaplama grubu örneklerinde kaplamada kullanılan film çözeltisinin mor renginden kaynaklanan yüksek pozitif a* değeri görülmektedir. Depolama boyunca kontrol grubu ve paketlenme uygulaması yapılan örneklerde kırmızılık değeri artış gösterirken, kaplama uygulamasında kaşar peynirlerinin kırmızılık değerinin depolama boyunca stabil olduğu görülmüştür. Kaşar peynirlerinde b* değerleri pozitif olup sarılık değerini ifade etmektedir. Benzer şekilde kaplama örneklerinde yüzeyde yer alan film kaplamasının renginden kaynaklanan düşük pozitif b* değeri görülmektedir. Kaplama uygulaması yapılan örneklerde sarılık değerinin depolama boyunca önemli ölçüde ($p<0,05$) azaldığı tespit edilmiştir. Kontrol grubu ve paketlenme uygulamasında kaşar peynirlerinin sarılık değeri depolama boyunca artan bir eğilim göstermiştir. Paketlenme uygulaması yapılan örneklerde sarılık değerinin artışı istatistiki olarak önemli ($p<0,05$) bulunmuştur.

Kaşar peynirlerinin beyazlık ve sarılık indeksi değerleri kontrol ve paketlenme gruplarında birbirine çok yakın değerlerde bulunmuştur. Kaplama grubunda ise diğer gruplara kıyasla daha düşük değerlerde belirlenmiştir. Beyazlık indeksi değerleri 56,83 ile 72,44 aralığında bulunmuştur. Bu değer depolama boyunca azalmıştır. Beyazlık indeksi değerleri örneklerin depolama boyunca parlaklık değerlerinin de azalmasına bağlı olarak azalma göstermiştir. Sarılık indeksi değerleri 26,05 ile 45,21 aralığında bulunmuştur. Bu değer depolama boyunca artan bir eğilim göstermiştir. En yüksek sarılık indeksi paketlenme yapılan örneklerde belirlenirken, en düşük sarılık indeksi değerleri kaplama yapılan örneklerde bulgulanmıştır. Kaplama uygulaması ile oluşan renk farkı beklendiği gibi sarılık indeksinin düşük olması ile sonuçlanmıştır.

Mandalina örneklerinin depolama boyunca L*, a*, b*, chroma ve hue değerleri ve ayrıca bu değerler kullanılarak hesaplanan renk farkı (ΔE), beyazlık indeksi (WI) ve sarılık indeksi (YI) değerleri Çizelge 4.168'de verilmiştir. Depolama süresi boyunca kontrol ve paketlenme yapılan örnekler parlaklık değeri bakımından benzer ($p>0,05$) bulunmuştur. Kaplama yapılan örneklerin parlaklık değeri diğer gruplardan daha düşük olup, istatistiki olarak anlamlı fark ($p<0,05$) bulunmuştur. Kaplama uygulaması kaşar örneklerinde de olduğu gibi mandalinaların da parlaklık değerinin azalmasına sebep olmuştur. Depolama

süresince kontrol grubu ve paketlenme yapılan örneklerde parlaklık değerinin korunduğu görülmektedir. Buna karşın kaplama yapılan örneklerin parlaklık değerlerinde önemli ölçüde ($p<0,05$) azalma tespit edilmiştir. Mandalina örneklerinde kendine has renginden dolayı en önemli renk parametrelerinden biri de kırmızılık ve sarılık değerleridir. Kaplama yapılan örneklerin kırmızılık ve sarılık değerleri diğer gruplardan daha düşük olup, istatistiksel olarak anlamlı fark ($p<0,05$) bulunmuştur. Uygulamalar karşılaştırıldığında kırmızılığı ifade eden pozitif a^* değerleri özellikle paketlenme yapılan örneklerde kaplama uygulanan örneklerle daha yüksek olup bu değeri depolama süresince koruduğu görülmektedir. Depolamanın başlangıcında (0. gün) 33,14 olan kırmızılık değeri paketlenme yapılan örneklerde depolama sonunda 31,05 kaplama yapılan örneklerde 22,76 olarak belirlenmiştir. Kaplama uygulamasında örneklerin kırmızılık değerlerinin depolama süresince önemli ölçüde ($p<0,05$) azaldığı tespit edilmiştir. Sarılığı ifade eden pozitif b^* değerleri için en yüksek değerler paketlenme yapılan örneklerde tespit edilmiştir. Depolamanın başlangıcında (0. gün) 56,07 olan sarılık değeri paketlenme yapılan örneklerde depolama sonunda 62,24 değerine ulaşırken kaplama yapılan örneklerde 38,76 olarak belirlenmiştir. Paketlenme yapılan örneklerin sarılık değerinde önemli ölçüde ($p<0,05$) artış belirlenirken, kaplama uygulanan örneklerde ise depolama süresince önemli ölçüde ($p<0,05$) azaldığı tespit edilmiştir.

Mandalinaların beyazlık ve sarılık indeksi değerleri incelendiğinde kaplama grubunun farklılık gösterdiği belirlenmiştir. Kontrol ve paketlenme gruplarında beyazlık ve sarılık indeksi değerlerinde değişimler benzer eğilimde bulunmuştur. Beyazlık indeksi kontrol ve paketlenme gruplarında azalan yönde değişim gösterirken, kaplama grubunda depolama sonunda beyazlık indeksi artış göstermiştir. Sarılık indeksi ise kontrol ve paketlenme gruplarında artan yönde değişim gösterirken, kaplama grubunda depolama sonunda azaldığı bulgulanmıştır. Bu durum kaplamanın doğasından kaynaklanan renk değerlerindeki değişim ile bağlantılıdır.

Salatalık örneklerinin depolama boyunca L^* , a^* , b^* , chroma ve hue değerleri ve ayrıca bu değerler kullanılarak hesaplanan renk farkı (ΔE), beyazlık indeksi (WI) ve sarılık indeksi (YI) değerleri Çizelge 4.169'da verilmiştir. Depolama süresi boyunca farklı örnek gruplarının parlaklık değeri birbirine benzer ($p>0,05$) bulunmuştur. Diğer gıda örneklerinde de olduğu gibi kaplama yapılan salatalık örnekleri daha düşük parlaklık değerine sahip olmuştur ve diğer gruplarla arasında anlamlı fark ($p<0,05$) bulunmuştur. Depolama süresince kontrol grubu ve paketlenme yapılan örneklerde parlaklık değerinin korunduğu

görülmektedir. Kaplama yapılan örneklerin parlaklık değeri ise depolama boyunca önemli ölçüde ($p<0,05$) azalma göstermiştir. Kaplama uygulanan örneklerde kaplama çözeltisinin renk değişimleri bu farklılığı oluşturmaktadır. Salatalık örneklerinin sahip olduğu yeşil renk negatif a^* değeri olarak belirlenmektedir. Sarılık yani b^* değeri ise beklendiği gibi mandalina örneklerine kıyasla daha düşük değerlerdedir. Ancak, salatalık örnekleri için yeşillik ($-a$) ve sarılık ($+b$) değerlerinin bir arada değişimi önem taşımaktadır. Kaplama yapılan örneklerin yeşillik ve sarılık değerlerinin diğer gruplardan daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Salatalıkların yeşil renk değerleri açısından kaplama ve paketleme yapılan örnekler ile kontrol grubu arasında önemli fark ($p<0,05$) bulunmuştur. Depolamanın başlangıcında (0. gün) -7,20 olan yeşillik değeri, paketleme yapılan örneklerde depolama sonunda -8,76, kaplama yapılan örneklerde -6,52 olarak belirlenmiştir. Yeşil renk değerinin paketleme yapılan örneklerde daha fazla korunduğu görülmektedir ve diğer renk değerlerinde meydana gelen kayıpların yeşil renk yoğunluğunu arttırmış olabileceği düşünülmektedir. Sarılığı ifade eden pozitif b^* değerlerinin ise depolama boyunca azaldığı tespit edilmiştir. Bu renk değerindeki azalma kaplama yapılan örneklerde önemli ($p<0,05$) bulunurken, paketleme örneklerinde azalmanın önemli olmadığı ($p>0,05$) bulgulanmıştır. Kontrol örnekleri başlangıçta azalan yönde bir değişim gösterirken, depolama sonunda artış göstermiştir. Depolama sonunda kontrol grubu ve paketleme yapılan örneklerin sırasıyla sarılık değeri 24,39 ve 20,78 olarak belirlenmiş ve istatistiki açıdan anlamlı fark bulunmamıştır ($p>0,05$).

Salatalıkların beyazlık indeksi değerleri incelendiğinde, tüm grupların depolama boyunca beyazlık indeksi değerlerinin azaldığı görülmüştür. En yüksek azalma paketleme yapılan örneklerde ve en düşük azalma kontrol grubu örneklerinde bulgulanmıştır. Sarılık indeksi ise tüm gruplarda depolama boyunca artan yönde değişim göstermiştir. Depolama sonunda kaplama ve paketleme yapılan örnekler benzer sarılık indeksi değerlerine ulaşmıştır.

Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca L^* , a^* , b^* , chroma ve hue değerleri ve ayrıca bu değerler kullanılarak hesaplanan renk farkı (ΔE), beyazlık indeksi (WI) ve sarılık indeksi (YI) değerleri Çizelge 4.170’de verilmiştir. Depolama süresince örneklerin parlaklık değerleri azalma göstermiştir. Kaplama yapılan örnekler depolama periyodunun sonunda daha düşük parlaklık değerine sahip olmuştur ve istatistiksel olarak arasında anlamlı fark ($p<0,05$) bulunmuştur. Kontrol grubu ve paketleme yapılan örneklerde parlaklık kaybı minimum düzeydedir. Tavuk eti örneklerinin sahip olduğu renk nedeniyle kırmızılık ($+a$) ve

sarılık (+b) deęerleri dūřuk deęerlerde bulgulanmıřtır. Tavuk eti rneklerinin bařlangıta sahip olduęu kırmızılık deęeri kontrol grubu rneklerinde depolama boyunca nemli lde ($p<0,05$) azalmıřtır. Paketleme yapılan rnekler kırmızılık deęerini korumuřtur ve depolama bařlangıcında ve sonunda belirlenen deęerler arasında anlamlı fark bulunmamıřtır ($p>0,05$). Kaplama yapılan rneklerde kontrol grubuna kıyasla renk deęerlerini nemli lde ($p<0,05$) koruduęu belirlenmiřtir. Tavuk eti rneklerinin sarılık deęerleri incelendięinde dzenli bir deęiřim saptanmamıřtır. Sarılık deęeri aısından uygulamalar karřılařtırıldıęında kaplama uygulanan rneklerde daha dūřuk deęerlerde olduęu grlmektedir.



Çizelge 4.167. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca renk değerleri.

Renk Değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)							
		0	1	7	14	21	28	35	42
L*	Kontrol	85,39±0,44 ^B	86,82±0,04 ^{a,A}	86,78±0,14 ^{a,A}	86,39±0,28 ^{a,A}	86,33±0,57 ^{a,A}	84,96±0,85 ^{a,B}	-	-
	Kaplama	85,39±0,44 ^A	61,00±0,48 ^{c,C}	61,79±3,00 ^{b,B,C}	65,65±8,99 ^{b,B,C}	68,73±1,26 ^{b,B}	59,78±1,33 ^{b,C}	-	-
	Paket	85,39±0,44 ^A	84,46±0,76 ^{b,A}	84,59±0,03 ^{a,A}	85,30±0,09 ^{a,A}	85,08±0,63 ^{a,A}	83,03±1,21 ^{a,B}	83,08±0,32 ^B	81,54±0,58 ^C
a*	Kontrol	0,54±0,03 ^B	0,80±0,04 ^{b,B}	0,75±0,05 ^{b,B}	0,82±0,07 ^{b,B}	1,22±0,51 ^{b,A}	0,86±0,01 ^{b,A,B}	-	-
	Kaplama	0,54±0,03 ^B	9,25±0,06 ^{a,A}	9,20±0,46 ^{a,A}	7,54±2,10 ^{a,A}	7,42±0,40 ^{a,A}	7,99±1,34 ^{a,A}	-	-
	Paket	0,54±0,03 ^C	0,67±0,03 ^{b,B,C}	0,85±0,23 ^{b,A,B}	0,96±0,00 ^{b,A}	0,82±0,04 ^{b,A,B}	1,02±0,07 ^{b,A}	0,79±0,20 ^{A,B,C}	0,77±0,24 ^{A,B,C}
b*	Kontrol	25,21±0,25 ^{A,B}	24,61±0,30 ^{a,B}	24,64±0,06 ^{a,B}	25,21±0,03 ^{a,A,B}	25,72±0,08 ^{a,A}	25,39±0,66 ^{a,A}	-	-
	Kaplama	25,21±0,25 ^A	11,12±1,47 ^{b,C}	15,26±3,62 ^{b,B,C}	16,24±4,44 ^{b,B}	16,87±0,68 ^{b,B}	13,42±1,19 ^{b,B,C}	-	-
	Paket	25,21±0,25 ^D	25,63±0,69 ^{a,B,C,D}	25,29±0,36 ^{a,D}	25,56±0,17 ^{a,C,D}	26,22±0,08 ^{a,A,B,C}	26,27±0,24 ^{a,A,B}	26,32±0,47 ^{A,B}	26,53±0,40 ^A
Chroma	Kontrol	25,22±0,25 ^{A,B}	24,62±0,30 ^{a,B}	24,65±0,06 ^{b,B}	25,22±0,03 ^{a,A,B}	25,57±0,39 ^{a,A}	25,40±0,66 ^{a,A}	-	-
	Kaplama	25,22±0,25 ^A	14,55±1,09 ^{b,C}	15,34±0,39 ^{c,C}	18,24±3,13 ^{b,B}	18,46±0,43 ^{b,B}	16,03±0,69 ^{b,B,C}	-	-
	Paket	25,22±0,25 ^B	25,65±0,69 ^{a,B}	25,31±0,35 ^{a,B}	25,58±0,17 ^{a,B}	26,23±0,06 ^{a,A,B}	27,29±1,66 ^{a,A}	26,29±0,39 ^{A,B}	26,54±0,40 ^{A,B}
Hue	Kontrol	88,79±0,06 ^A	88,14±0,12 ^{a,A}	88,25±0,11 ^{a,A}	88,13±0,17 ^{a,A}	87,24±1,03 ^{a,B}	88,06±0,06 ^{a,A}	-	-
	Kaplama	88,79±0,06 ^A	49,98±3,57 ^{b,D}	52,89±3,45 ^{b,C,D}	63,40±12,02 ^{b,B,C}	66,08±2,22 ^{b,B}	57,60±4,55 ^{b,B,C,D}	-	-
	Paket	88,79±0,06 ^A	88,53±0,01 ^{a,A,B}	88,07±0,55 ^{a,A,B}	87,82±0,07 ^{a,B}	87,73±0,79 ^{a,B}	87,75±0,20 ^{a,B}	88,29±0,46 ^{A,B}	88,35±0,49 ^{A,B}
ΔE	Kontrol		24,85±0,29	24,89±0,04	25,52±0,03	26,07±0,21	27,27±2,64	-	-
	Kaplama	25,72±0,34	33,54±0,92	34,66±0,44	31,78±5,50	29,06±0,69	35,12±1,06	-	-
	Paket		26,36±0,86	26,01±0,35	26,10±0,19	26,79±0,22	27,39±0,59	27,40±0,53	28,09±0,18
WI	Kontrol		72,44±0,77	72,03±0,01	71,34±0,11	70,84±0,36	70,48±1,01	-	-
	Kaplama	70,86±0,43	58,04±1,34	57,63±0,96	60,86±6,45	63,70±0,85	56,83±1,11	-	-
	Paket		70,01±0,98	70,37±0,32	70,50±0,19	69,82±0,38	68,70±0,86	68,70±0,56	67,67±0,00
YI	Kontrol		31,39±13,36	40,56±0,04	41,69±0,08	42,57±0,41	42,69±1,54	-	-
	Kaplama	42,18±0,63	26,05±3,64	35,03±7,18	35,00±4,88	35,05±0,77	32,05±2,12	-	-
	Paket		43,37±1,55	42,72±0,63	42,81±0,33	44,03±0,45	45,21±1,07	45,26±0,97	46,48±0,37

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.168. Mandalina örneklerinin depolama boyunca renk değerleri.

Renk Değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)								
		0	1	7	14	21	28	35	42	49
L*	Kontrol	63,82±2,57 ^{C,D}	67,54±2,18 ^{a,A,B}	68,87±1,45 ^{a,A}	65,49±2,96 ^{a,A,B,C,D}	66,50±0,32 ^{a,A,B,C}	64,73±0,07 ^{a,B,C,D}	65,73±2,27 ^{a,A,B,C,D}	62,91±1,06 ^{a,D}	62,56±0,94 ^{a,D}
	Kaplama	63,82±2,57 ^A	55,89±4,51 ^{b,B}	56,67±1,07 ^{b,B}	50,14±1,08 ^{b,C,D}	56,70±4,58 ^{b,B}	53,88±2,42 ^{b,B,C}	51,29±0,57 ^{b,B,C}	45,14±3,50 ^{b,D}	52,78±3,81 ^{b,B,C}
	Paket	63,82±2,57 ^B	65,85±0,06 ^{a,A,B}	67,66±0,86 ^{a,A}	65,20±0,03 ^{a,A,B}	64,55±0,10 ^{a,A,B}	65,32±3,64 ^{a,A,B}	64,32±0,57 ^{a,A,B}	65,06±2,23 ^{a,A,B}	65,49±1,04 ^{a,A,B}
a*	Kontrol	33,14±2,19 ^{B,C}	27,33±3,43 ^{a,b,D}	31,07±1,08 ^{a,C}	33,66±2,62 ^{a,A,B,C}	33,54±0,99 ^{a,A,B,C}	36,81±0,09 ^{a,A}	34,14±1,32 ^{a,A,B,C}	34,70±0,45 ^{a,A,B}	33,96±0,61 ^{a,A,B,C}
	Kaplama	33,14±2,19 ^A	25,87±0,12 ^{b,B,C}	25,67±1,73 ^{b,B,C}	25,55±3,63 ^{b,B,C}	28,39±2,28 ^{b,B}	23,46±2,38 ^{b,C,D}	23,23±0,66 ^{b,C,D}	20,02±1,37 ^{c,D}	22,76±1,11 ^{c,C,D}
	Paket	33,14±2,19 ^{B,C,D}	30,93±0,28 ^{a,D}	31,06±0,22 ^{a,D}	36,63±1,07 ^{a,A}	35,29±0,68 ^{a,A,B,C}	32,33±3,59 ^{a,C,D}	35,63±2,10 ^{a,A,B}	30,84±1,09 ^{b,D}	31,05±0,67 ^{b,D}
b*	Kontrol	56,07±1,45 ^C	58,71±2,45 ^{a,A,B,C}	61,87±1,20 ^{a,A}	60,98±3,26 ^{a,A,B}	62,12±0,52 ^{a,A}	58,07±0,47 ^{a,B,C}	58,83±2,72 ^{a,A,B,C}	55,61±1,47 ^{a,C}	58,64±1,14 ^{a,A,B,C}
	Kaplama	56,07±1,45 ^A	43,53±3,56 ^{b,A}	44,29±3,93 ^{b,A}	35,97±1,62 ^{b,B}	44,46±6,56 ^{b,A}	40,05±2,43 ^{b,A,B}	35,23±2,27 ^{b,B}	25,54±5,93 ^{b,C}	38,76±5,19 ^{b,A,B}
	Paket	56,07±1,45 ^D	62,90±0,21 ^{a,A,B}	64,78±0,08 ^{a,A}	61,29±0,17 ^{a,B,C}	60,65±1,37 ^{a,B,C}	59,65±3,28 ^{a,B,C}	60,03±1,08 ^{a,B,C}	59,49±3,02 ^{a,C}	62,24±1,59 ^{a,A,B,C}
Chroma	Kontrol	66,19±1,59 ^{B,C}	64,83±0,76 ^{b,C}	69,38±0,39 ^{a,A}	69,47±1,92 ^{a,A}	69,76±1,23 ^{a,A}	68,80±0,40 ^{a,A}	68,04±1,70 ^{a,A,B}	65,56±1,02 ^{a,C}	67,78±0,68 ^{a,A,B}
	Kaplama	66,19±1,59 ^A	51,65±1,73 ^{b,B,C}	51,12±4,39 ^{b,B,C}	44,14±3,43 ^{b,B,C}	53,11±9,10 ^{b,B,C}	45,69±4,40 ^{b,B,C}	42,50±1,98 ^{b,C}	32,57±5,48 ^{b,D}	45,06±6,86 ^{b,B,C}
	Paket	66,19±1,59 ^{B,C}	70,10±0,28 ^{a,A,B}	72,08±0,26 ^{a,A}	71,64±1,03 ^{a,A}	65,46±5,97 ^{a,b,C}	68,07±1,04 ^{a,A,B,C}	69,83±0,14 ^{a,A,B,C}	67,08±2,16 ^{a,B,C}	69,58±1,72 ^{a,A,B,C}
Hue	Kontrol	59,86±2,39 ^{B,C}	65,02±3,65 ^{a,A}	63,39±1,17 ^{a,A,B}	60,89±3,42 ^{a,B,C}	61,26±1,48 ^{a,B,C}	57,61±0,17 ^C	59,54±2,52 ^{B,C}	58,02±1,00 ^{a,C}	59,90±0,93 ^{a,b,B,C}
	Kaplama	59,86±2,39 ^A	58,57±2,79 ^{b,A}	59,85±0,62 ^{b,A}	54,68±2,71 ^{b,A,B}	58,30±3,00 ^A	58,86±0,59 ^A	56,18±1,28 ^A	50,92±4,78 ^{b,B}	58,64±3,81 ^{b,A}
	Paket	59,86±2,39 ^{B,C}	63,77±0,13 ^{a,b,A}	64,42±0,24 ^{a,A}	58,33±1,81 ^{a,b,C}	59,36±0,70 ^{B,C}	61,69±3,79 ^{A,B,C}	59,29±1,97 ^{B,C}	62,46±2,07 ^{a,A,B}	63,47±0,09 ^{a,A}
ΔE	Kontrol		69,05±0,05	72,80±0,10	74,38±0,44	74,85±0,13	7,67±0,31	72,73±0,77	71,47±0,50	73,97±0,73
	Kaplama	70,76±0,89	61,91±0,03	61,84±2,94	60,39±1,79	63,32±3,14	29,10±3,87	59,41±0,54	56,83±0,43	59,68±3,85
	Paket		74,57±0,27	75,63±0,29	76,05±0,65	75,12±1,39	6,20±3,01	72,68±0,62	72,06±1,20	74,20±1,25
WI	Kontrol		27,34±0,09	24,08±0,06	22,18±0,10	21,85±0,15	22,73±0,42	23,80±0,49	24,67±0,36	22,57±0,14
	Kaplama	25,45±1,13	32,80±0,72	32,89±2,56	33,36±1,46	31,52±2,31	34,50±0,63	35,54±1,04	35,88±0,29	34,31±2,79
	Paket		22,03±0,25	21,21±0,37	20,57±0,61	21,39±1,32	23,68±0,61	21,59±0,38	24,34±1,27	22,34±1,52
YI	Kontrol		143,33±28,2	128,34±0,21	132,99±1,09	133,45±0,46	128,16±1,16	127,82±1,5	126,27±1,21	133,91±0,60
	Kaplama	125,55±1,81	111,26±0,12	111,57±7,79	102,46±2,41	111,7±7,52	106,16±1,67	98,08±5,23	79,85±12,56	104,01±10,07
	Paket		136,46±0,32	136,8±1,56	134,29±0,29	134,21±2,83	130,47±0,10	133,32±1,23	130,55±3,05	135,75±1,84

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.169. Salatalık örneklerinin depolama boyunca renk değerleri.

Renk Değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)			
		0	1	7	14
L*	Kontrol	44,10±0,48 ^A	43,81±1,91 ^{a,b,A}	36,54±2,16 ^B	43,18±1,80 ^A
	Kaplama	44,10±0,48 ^A	40,77±0,71 ^{b,B}	32,27±1,66 ^D	36,45±0,02 ^C
	Paket	44,10±0,48	44,25±1,70 ^a	37,54±6,19	38,80±5,69
a*	Kontrol	-7,20±0,50 ^A	-8,96±0,86 ^{b,B,C}	-7,96±0,08 ^{b,A,B}	-9,85±0,89 ^{b,C}
	Kaplama	-7,20±0,50	-6,37±0,66 ^a	-5,82±1,34 ^a	-6,52±0,99 ^a
	Paket	-7,20±0,50 ^{A,B}	-6,08±1,98 ^{a,A}	-7,51±1,02 ^{a,A,B}	-8,76±0,80 ^{b,B}
b*	Kontrol	22,35±1,32 ^{A,B}	24,90±2,12 ^{a,A}	20,35±1,22 ^B	24,39±1,00 ^{a,A}
	Kaplama	22,35±1,32 ^A	21,94±1,06 ^{b,A}	15,36±1,91 ^C	19,40±0,84 ^{b,B}
	Paket	22,35±1,32	23,27±0,03 ^{a,b}	19,38±4,04	20,78±3,19 ^{a,b}
Chroma	Kontrol	23,81±0,97 ^{A,B}	26,41±2,21 ^A	21,82±1,06 ^B	26,31±1,26 ^{a,A}
	Kaplama	23,81±0,97 ^A	23,90±0,43 ^A	16,44±2,26 ^C	20,45±1,14 ^{b,B}
	Paket	23,81±0,97	25,00±0,65	20,80±4,13	22,52±3,20 ^{a,b}
Hue	Kontrol	107,94±0,07 ^C	109,76±0,20 ^{a,B}	111,42±1,33 ^A	112,01±0,89 ^{a,A}
	Kaplama	107,94±0,07 ^{A,B}	106,04±2,42 ^{b,B}	110,63±2,18 ^A	108,52±1,92 ^{b,A,B}
	Paket	107,94±0,07 ^B	107,89±0,11 ^{a,b,B}	111,28±1,44 ^A	112,89±1,32 ^{a,A}
ΔE	Kontrol		54,13±0,57	58,73±1,6	54,59±0,99
	Kaplama	52,48±0,19	55,23±0,16	61,09±1,01	58,32±0,40
	Paket		52,62±1,74	57,56±4,30	57,01±3,95
WI	Kontrol		38,80±2,09	32,87±1,68	37,37±1,11
	Kaplama	39,36±0,11	36,78±0,63	30,28±1,08	33,22±0,36
	Paket		39,27±1,77	34,04±4,56	34,68±4,21
YI	Kontrol		77,68±1,47	79,57±0,08	80,69±0,06
	Kaplama	72,39±2,48	76,87±2,36	67,89±4,95	76,05±3,32
	Paket		75,18±2,98	73,49±3,24	76,46±0,54

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.170. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca renk değerleri.

Renk Değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)				
		0	1	3	5	7
L*	Kontrol	57,27±0,96	57,34±0,88 ^a	54,44±2,95 ^a	54,22±1,67	54,97±1,54 ^a
	Kaplama	57,27±0,96 ^A	52,81±2,05 ^{b,A,B}	49,46±1,74 ^{b,B}	50,43±4,21 ^{A,B}	38,66±6,59 ^{b,C}
	Paket	57,27±0,96 ^A	55,59±0,11 ^{a,B}	52,44±0,98 ^{a,b,D}	53,97±0,42 ^C	53,50±0,28 ^{a,C,D}
a*	Kontrol	4,44±0,06 ^A	3,65±1,99 ^{A,B}	3,34±0,14 ^{A,B}	1,94±0,24 ^{b,B}	2,48±0,21 ^{c,B}
	Kaplama	4,44±0,06 ^{A,B}	4,67±0,29 ^A	3,01±0,49 ^D	3,37±0,65 ^{a,C,D}	3,81±0,07 ^{b,B,C}
	Paket	4,44±0,06 ^A	3,16±0,38 ^B	3,64±0,23 ^B	3,32±0,53 ^{a,B}	4,52±0,01 ^{a,A}
b*	Kontrol	8,29±0,99	8,24±0,81 ^a	9,23±0,30 ^a	7,77±0,64	8,69±1,99 ^a
	Kaplama	8,29±0,99 ^A	5,97±0,27 ^{b,B}	3,67±0,43 ^{b,C}	5,22±2,39 ^{B,C}	6,00±0,02 ^{b,B}
	Paket	8,29±0,99	6,56±0,75 ^b	8,47±1,66 ^a	6,94±1,40	8,59±0,09 ^a
Chroma	Kontrol	9,46±0,91	8,67±0,79	9,86±0,18 ^a	8,03±0,57	9,18±2,54
	Kaplama	9,46±0,91 ^A	7,63±0,06 ^{A,B}	4,84±0,66 ^{b,C}	6,21±2,13 ^{B,C}	7,15±0,01 ^B
	Paket	9,46±0,91	7,74±1,50	9,15±1,58 ^a	7,72±1,46	9,72±0,09
Hue	Kontrol	62,30±2,42 ^B	65,71±13,13 ^{A,B}	70,77±0,49 ^{a,A,B}	77,91±5,57 ^{a,A}	73,48±4,94 ^{a,A,B}
	Kaplama	62,30±2,42 ^A	53,57±4,25 ^{A,B}	48,46±0,62 ^{b,B}	56,64±10,31 ^{b,A,B}	56,99±0,49 ^{b,A,B}
	Paket	62,30±2,42	65,79±1,85	66,10±5,38 ^a	65,31±0,18 ^{a,b}	62,35±0,42 ^b
ΔE	Kontrol		35,05±0,81	38,01±2,79	37,79±1,75	37,33±1,05
	Kaplama	35,20±0,68	39,13±2,01	42,00±1,81	41,28±3,80	53,00±6,52
	Paket		36,33±0,28	39,83±0,63	38,01±0,11	38,91±0,29
WI	Kontrol		55,86±1,58	53,4±2,83	53,52±1,74	54,04±1,14
	Kaplama	56,24±0,74	51,51±3,00	49,23±1,79	50,00±3,87	38,24±6,54
	Paket		54,99±0,25	51,54±0,69	53,32±0,17	52,5±0,29
YI	Kontrol		18,3±0,82	24,23±0,52	20,5±2,33	22,51±4,55
	Kaplama	20,66±2,12	16,16±0,1	10,64±1,61	14,57±5,57	22,51±3,76
	Paket		16,86±1,95	23,04±4,09	18,35±3,57	22,95±0,37

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

4.7.3. Tekstürel Özellikler

Gıdaların tekstürel özellikleri, gıdanın tüketimi esnasında duyuşsal olarak dokunma ve çiğneme yoluyla değerlendirilen önemli bir kalite parametresidir. Gıdaların paketleme, taşıma ve depolama süresince sahip oldukları bu tekstürel özellikleri koruyarak tüketiciye ulaştırılması önem taşımaktadır (Aydemir ve Kurt, 2020). Kaşar peyniri, mandalina, salatalık ve tavuk eti örneklerinde gerçekleştirilen kaplama ve paketleme uygulamalarının örneklerin tekstürel özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Örneklerin depolama süresince sertlik, dış yapışkanlık, elastikiyet, iç yapışkanlık ve çiğnenebilirlik özellikleri belirlenmiştir.

Kaşar peynirlerinin depolama süresince belirlenen tekstürel özellikleri Çizelge 4.171’de verilmiştir. Kontrol grubu örneklerinin sertlik değerleri 89,07 ile 64,89 N

aralığında deęişim gösterirken, kaplama uygulanan örneklerin sertlik deęerleri 89,07 ile 71,97 N aralığında deęişim göstermiştir. Depolama sonunda kontrol ve kaplama grubu örneklerinin sertlik deęerleri önemli ölçüde ($p<0,05$) azalmıştır. Kontrol ve kaplama grubu örneklerinin sertlik deęerleri karşılaştırıldığında kaplama uygulanan örneklerin sertlik deęerlerinin daha yüksek olduęu ve tekstürel açıdan ürün kalitesinin korunmasında olumlu etkiye sahip olduęu görülmüştür. Film ile paketlenen örneklerde ise depolama boyunca önemli ölçüde azalan ve artan eğilimler bulgulanmıştır. Başlangıçta 89,07 N sertlik deęerine sahip kaşar peynirlerinin film ile paketlenerek muhafaza edildięi 42 günlük depolama sonunda 120,01 N sertlik deęerine sahip olduęu tespit edilmiştir. Nanokompozit film ile paketlenme uygulamasının kaşar peynirlerinde sertlik deęerleri üzerine önemli ($p<0,05$) etkisinin olduęu belirlenmiştir. Kaşar peynirlerinin bileşiminde yer alan proteinlerin tekstürel yapısı üzerine etkisi olduęu bildirilmektedir. Sert peynirlerde toplam protein miktarının artması peynir yapısını geliştirdięi ve deformasyona karşı direcin arttıęı belirtilmiştir (Koca ve Metin, 2004). Kaşar peynirlerinin depolama süresince protein bileşimi aynı olup örneklerde nem kaybına baęlı olarak protein oranı deęişim gösterebilir. Bu bakımdan depolama süresince kaşar peynirlerinde meydana gelen sertlik deęişimlerinin protein yapılarındaki deęişimler ile ilişkili olduęu düşünülmektedir.

Bryant vd. (1995) tarafından peynirlerin yapışkanlığı, peynir yüzeyi ile temas eden malzemenin yüzeyi arasındaki çekici kuvvetlerin üstesinden gelmek için gerekli olan iş olarak tanımlanmıştır. Kaşar peynirlerinin başlangıç dış yapışkanlık deęeri 565,78 g.s olarak tespit edilmiştir. Dış yapışkanlık deęerlerinde deęişimler incelendiğinde depolamanın ilk 14 günü kontrol ve kaplama grubu örneklerinin dış yapışkanlık deęerlerinde anlamlı deęişim bulgulanmamıştır ($p>0,05$). Örneklerin sürdürdüğü dış yapışkanlık deęerleri tüm örnek gruplarında depolamanın 21. gününde önemli ($p<0,05$) ölçüde azalmıştır. Depolama sonunda en düşük dış yapışkanlık deęerleri ise film ile paketlenen örneklerde bulgulanmıştır. Sert peynirler üzerine yapılan bazı çalışmalarda tespit edilen dış yapışkanlık deęerleri çalışmamızda belirlenen sonuçlara yakın olduęu ve benzer şekilde azalan yönde deęişim gösterdięi görülmüştür (Aydemir ve Kurt, 2020).

Elastikiyet deęeri örneklerin iki sıkıştırma arasındaki sürede eski haline dönme kabiliyetini göstermektedir. Kontrol grubu örneklerinin elastikiyet deęerleri 0,66 ile 0,78, kaplama uygulanan örneklerin elastikiyet deęerleri 0,73 ile 0,81, film ile paketlenen örneklerin elastikiyet deęerleri 0,46 ile 0,80 aralığında bulgulanmıştır. Tüm örnek grupları elastikiyet deęerlerini 28 günlük depolama süresince korumuştur. Film ile paketlenen

örneklerde depolamanın sonunda 42. günde elastikite değeri ani bir düşüş ile önemli ($p<0,05$) ölçüde azalmıştır. Depolamanın 42. gününde film ile paketlenen örneklerde kuru ve kırılğan yapı gözlemlenmiştir ve bu durum elastikite değerine de yansımıştır. Aydemir ve Kurt (2020) tarafından yapılan çalışmada farklı kompozisyona sahip beyaz peynirlerin elastikite değerleri 0,81 ile 0,87 aralığında tespit edilmiştir. Ceylan (2022) tarafından probiyotikler ile zenginleştirilmiş sodyum kazeinat esaslı yenilebilir filmler ile kaplanan dilimlenmiş eritme peynirlerinin 30 günlük depolama süresince elastikite değerleri 0,78 ile 1,20 aralığında rapor edilmiştir. Çalışmamızda elde edilen sonuçların literatür ile uyumlu olduğu görülmüştür.

Kaşar peynirlerinin 28 günlük depolama süresi boyunca tüm örneklerin iç yapışkanlık değerleri benzer ($p>0,05$) bulunmuştur. En yüksek iç yapışkanlık değeri 0,65, en düşük iç yapışkanlık değeri 0,51 olarak belirlenmiştir. Tüm örnek gruplarının iç yapışkanlık değeri birbirine yakın değerlerde tespit edilmiştir. Depolamanın 35. günü film ile paketlenen örneklerin iç yapışkanlık değerleri önemli ($p<0,05$) ölçüde azalmıştır.

Son olarak, sertlik, iç yapışkanlık ve elastikite değerlerinin bir fonksiyonu olan çiğnenebilirlik değerlerine bakıldığında kontrol ve paketlenme örnek gruplarında önce artan sonra azalan eğilim göstermiştir. Bu değer katı bir gıdayı yutmaya hazır hale getirmek amacıyla çiğnemek için gereken enerji olarak ifade edilmektedir (Szczeniak, 2002). Çiğnenebilirlik değerinin belirlenmesinde önemli rolü olan sertlik değerlerine bakıldığında çiğnenebilirlik değerleri ile uyumlu olduğu görülmektedir. Kaplanan örneklerin çiğnenebilirlik değerleri ise 36,39 ile başlayarak depolama sonunda artarak 39,05 değerine ulaşmıştır. Depolama süresi boyunca tüm örnekler çiğnenebilirlik bakımından benzer ($p>0,05$) bulunmuştur. Kontrol ve film ile paketlenen örneklerin ise sırasıyla 28 ve 42 gün depolama sonundaki çiğnenebilirlik değerleri 30,52 ve 28,02 olarak belirlenmiştir. Kaplama uygulanan örneklerin çiğnenebilirlik değerlerindeki değişim kontrol ve paketlenme gruplarından farklılık göstermiştir.

Mandalina örneklerinin depolama süresince belirlenen tekstürel özellikleri Çizelge 4.172’de verilmiştir. Kontrol grubu örneklerinin sertlik değerleri 1,04 ile 2,25 N aralığında değişim gösterirken, kaplama ve film ile paketlenme uygulanan örneklerin sertlik değerleri sırasıyla 1,40 ile 2,86 N ve 1,40 ile 2,31 N aralığında değişim göstermiştir. Sonuçlar incelendiğinde, kontrol, kaplama ve film ile paketlenme uygulanan örnekler arasında sertlik değerleri açısından anlamlı fark tespit edilmemiştir ($p>0,05$). Ancak, depolama sonunda kontrol grubuna ait mandalina örneklerinin sertlik değerleri önemli ölçüde ($p<0,05$)

azalırken, kaplama uygulanan mandalina örneklerinin sertlik değerleri önemli ölçüde ($p<0,05$) artmıştır. Film ile paketlenen mandalina örnekleri ise başlangıçta sahip olduğu sertlik değerini korumuştur. 49 günlük depolama sürecinin tamamı göz önünde bulundurulduğunda gerçekleştirilen kaplama ve paketlenme uygulamalarının mandalina örneklerinin sertlik değerleri üzerine pozitif etki sağladığı görülmüştür. Benzer olarak, ayva müsilağı ile yenilebilir kaplama yapılan mandalinaların 10 günlük depolama süresince kaplama uygulanan örneklerin kaplanmamış örneklere kıyasla sertlik değerlerinin daha yüksek olduğu ve sertlik değerindeki düşüşün kaplama ile azaltıldığı görülmüştür. Kaplanmış mandalina örneklerinin sertlik değerleri 3,37N ile 2,37N aralığında, kaplanmamış örneklerinde ise değerler 3,42N ile 1,18N aralığında belirlenmiştir (Kozlu, 2020). Çalışmamızda belirlenen sertlik değerleri daha düşük bulunmuştur. Mandalina meyvelerinin farklı tür ve biçimlerde (büyük tane/ küçük tane) olmasından dolayı bu farklılıkların olabileceği değerlendirilmiştir.

Dış yapışkanlık, duyuşal olarak yeme esnasında ağza (genellikle damağı) yapışan materyali çıkarmak için gereken kuvvet şeklinde ifade edilmektedir (Szczesniak, 2002). Mandalina örneklerinin dış yapışkanlık değerleri depolama süresince önemli ölçüde ($p<0,05$) azalma göstermiştir. Başlangıç dış yapışkanlık değeri 18,86 g.s olarak belirlenen örneklerin 49 günlük depolama sonunda kontrol, kaplama ve film ile paketlenen örnek grupları için sırasıyla 6,28, 5,73 ve 4,65 g.s değerlerine düştüğü tespit edilmiştir.

Diğer bir tekstürel özellik olan elastikiyet değerleri incelendiğinde mandalina örneklerinin 49 günlük depolama süresi boyunca belirlenen elastikiyet değerleri benzer ($p>0,05$) bulunmuştur. Farklı grupların elastikiyet değerleri arasında anlamlı fark bulunmamıştır. En yüksek elastikiyet değeri 1,04, en düşük elastikiyet değeri 0,83 olarak belirlenmiştir.

Mandalina örneklerinin 49 günlük depolama süresi boyunca iç yapışkanlık değerleri anlamlı ($p<0,05$) artış göstermiştir. Başlangıçta 0,18 olarak belirlenen iç yapışkanlık, depolama sonunda kontrol, kaplama ve paketlenme gruplarında sırasıyla 0,57, 0,64 ve 0,74 olarak belirlenmiştir. Meyvenin doku bütünlüğündeki değişimlere bağılı olarak sıkıştırma sonucu ölçülen iç yapışkanlık değerlerinde farklılık tespit edilmiştir. Kaplama uygulanan ve film ile paketlenen örnekler arasında önemli ölçüde fark olmadığı görülmüştür ($p>0,05$).

Mandalina örneklerinin çiğnenebilirlik değerleri depolama süresi boyunca önemli ölçüde ($p<0,05$) artış göstermiştir. Çiğnenebilirlik değeri başta sertlik olmak üzere iç yapışkanlık ve elastikiyet değerlerinin bir arada etki ettiğı bir özelliktir. Mandalinaların

sertlik ve elastikiyet değerlerinde tüm gruplarda birbirine yakın sonuçlar elde edilmiştir. Ancak, depolama süresince iç yapışkanlık değerindeki artış çiğnenebilirlik değerlerinde de artışa neden olmuştur. Çiğnenebilirlik değerleri başlangıçta 0,17 olarak belirlenmiş olup, depolama sonunda kontrol, kaplama ve paketleme gruplarında sırasıyla 0,64, 0,90 ve 0,78 olarak belirlenmiştir.

Salatalık örneklerinin depolama süresince belirlenen tekstürel özellikleri Çizelge 4.173'te verilmiştir. Örneklerde başlangıç sertlik değeri 3,06 N olarak tespit edilmiştir. Tüm örnek gruplarında depolamanın ilk gününden itibaren 7 gün boyunca sertlik değerleri önemli ölçüde ($p<0,05$) azalmıştır. Salatalık örneklerinin depolama sonunda 14. günde sertlik değerleri artış göstermiş ve en yüksek sertlik değeri 6,12 N olarak paketleme yapılan örneklerinde belirlenmiştir. 14 günlük depolama sonunda örnek gruplarının sertlik değerleri arasında anlamlı ($p<0,05$) fark bulunmuştur. Sertlik, meyve ve sebzeler için önemli kalite parametrelerinden biridir ve hücre duvarı mukavemetini yansıtmaktadır (Fan vd., 2019). Depolama sonunda salatalık örneklerinin yüzeylerinde gözlemlenen büzüşmeler yüksek oranda nem kaybına uğradığını göstermektedir ve buna paralel olarak sertlik değerlerinde artış ile sonuçlanmıştır. Mikrobiyolojik analiz sonuçlarına göre depolamanın 7. gününü takiben örneklerde mikrobiyal bozulmanın da hızla artması ile tekstürel değişimlerde gözlemlenen eğilimleri etkilemiş olabileceği düşünülmektedir. Mohammadi vd. (2015) tarafından yapılan çalışmada *Cinnamomum zeylanicum* esansiyel yağı içeren ve içermeyen kitosan nanopartikülleri bazlı kaplama uygulanan salatalık örneklerinin depolama süresince sertlik değerlerinin azaldığı bulgulanmıştır. Çalışmamızda elde edilen sonuçlara kıyasla daha yüksek sertlik değerleri belirlenmiştir. Fan vd. (2019) tarafından taze kesilmiş salatalıklara farklı sürelerde ultrason (20 kHz) uygulandıktan sonra modifiye atmosfer ambalajlarda 4°C'de 15 gün boyunca kalite değişimleri incelenmiştir. Depolama sonunda kontrol örneklerinin sertlik değerlerinin azalarak 3.7 N değerine ulaştığı, buna kıyasla ultrasonik teknolojisi ile işlenmiş numunelerin önemli ölçüde ($p<0,05$) daha yüksek sertlik değerlerine sahip olduğu ifade edilmiştir. Depolama sonunda salatalık örneklerinde maksimum sertlik değeri 5.75 N olarak 10 dk süre ile ultrasonik uygulama yapılan örneklerde belirlenmiştir. Çalışmada raporlanan sonuçların mevcut sonuçlarımız ile uyumlu olduğu görülmektedir. Genel olarak depolama boyunca salatalık örneklerinde sertlik kaybı bulgulanmıştır. Ancak, örneklerde bozulmanın gerçekleşmesine bağlı olarak depolama sonunda artan veya azalan trendlerde gözlemlenmiştir. Meyve ve sebzelerde depolama boyunca devam eden olgunlaşma süreci meyve kalitesini etkilemektedir. Olgunlaşma

boyunca pektinaz enzimlerinin etkisiyle pektin ve diğer hücre duvarı karbohidratları enzimatik olarak parçalanmakta ve buna bağlı olarak meyve yapısında yumuşama meydana gelmektedir (Abacı, 2007). Depolamanın ilk 7 günü boyunca tüm salatalık örneklerinde azalan sertlik değeri pektinin enzim etkisiyle parçalanması ve dokunun buna bağlı olarak yumuşaması ile açıklanabilir.

Salatalık örneklerinin başlangıç dış yapışkanlık değeri 506,16 g.s olarak belirlenmiştir ve depolama boyunca dış yapışkanlık değerleri kontrol, kaplama ve paketlenme gruplarında sırasıyla 34,58, 60,53 ve 27,87 olarak değişmiştir. Depolama süresince örneklerin dış yapışkanlık değerleri önemli ölçüde ($p<0,05$) azalmıştır. Farklı grup örneklerin dış yapışkanlık değerlerinin depolamanın tüm aşamalarında benzer ($p>0,05$) olduğu saptanmıştır. Dış yapışkanlık değerinde meydana gelen kayıpların en az olduğu grup kaplama uygulaması yapılan salatalık örnekleri olmuştur.

Salatalık örneklerinin elastikiyet değerleri incelendiğinde depolama süresince artış gösterdiği görülmektedir. Kontrol grubu örneklerinin depolama sonunda elastikiyet değerleri 0,87 olarak tespit edilirken, kaplama ve paketlenme gruplarının elastikiyet değerleri 0,91 ve 0,82 olarak tespit edilmiştir. Örneklerin elastikiyet değerleri açısından depolama boyunca benzer ($p>0,05$) değerlerde olduğu saptanmıştır.

Salatalık örneklerinin iç yapışkanlık değerlerinde düzenli bir değişim saptanmamıştır. Maksimum iç yapışkanlık değeri 0.26 olarak 7. gün kaplama ve paketlenme gruplarına ait örneklerde tespit edilmiştir. Bu değerler depolama sonunda azalarak kontrol, kaplama ve paketlenme gruplarında sırasıyla 0,11, 0,13, ve 0,04 olarak belirlenmiştir.

Salatalık örneklerinin çiğnenebilirlik değerleri depolama boyunca artış göstermiştir. Sertlik, iç yapışkanlık ve elastikiyet değerlerindeki değişimlere bağlı olarak zamanla örneklerin çiğnenebilirliğinin zorlaştığı görülmektedir. Depolama sonunda en yüksek çiğnenebilirlik değeri kontrol örneklerinde 0,66 olarak belirlenmiştir. Kontrol grubunu takiben kaplama yapılan örnekler 0,42 çiğnenebilirlik değerine sahip olduğu bulgulanmıştır. Depolama sonunda en düşük çiğnenebilirlik değeri paketlenme örneklerinde 0,26 şeklinde belirlenmiştir. Bu durum paketlenme yapılan örneklerde çiğnenebilirliğin daha iyi korunduğunu açıkça göstermektedir.

Tavuk eti örneklerinin depolama süresince belirlenen tekstürel özellikleri Çizelge 4.174'te verilmiştir. Depolama boyunca tavuk eti örneklerinde tespit edilen minimum ve maksimum sertlik değerleri 54,36 N ve 110,30 N olarak belirlenmiştir. Depolamanın tüm

günlerinde farklı örnek gruplarına ait tavuk eti örneklerinin sertlik değerlerinin önemli ölçüde ($p<0,05$) farklı olduğu bulunmuştur. Tavuk eti örneklerinde 54,36 N sertlik değeri ile depolanmaya başlanarak, 7 günlük depolama sonunda kontrol grubu örneklerinde 77,70 N, paketlenme grubu örneklerinde ise 56,49 N değerlerine ulaşılmıştır. Kaplama uygulanan örneklerde ise 7 günlük depolama sonunda en yüksek değerinde (98,34 N) tespit edilmiştir. Depolama boyunca belirlenen en yüksek sertlik değeri (110,30 N) ise paketlenme uygulanan örneklerin 3. gününde tespit edilmiştir. Tüm tavuk eti örneklerinde belirlenen sertlik değerleri incelendiğinde depolamanın farklı günlerinde gruplar arasında düzenli olmayan farklılıklar olduğu görülmektedir. Bu durum kontrol grubunda 5. günde sertlik değerinde büyük oranda azalma, paketlenme grubunda 3. günde sertlik değerinde büyük oranda artış olarak ortaya çıkmıştır. Bütün halinde bulunan tavuk fileto örneklerinde kas dokusundaki farklılıklara bağlı olarak bölgeler arası homojen olmayan yapıların mevcut olabileceği göz önünde bulundurulmalıdır. Örneklem sayısının daha fazla olması durumunda sonuçların mevcut değişim aralıklarına yaklaşabileceği değerlendirilmiştir.

Tavuk eti örneklerinin dış yapışkanlık değeri uygulama yapılan örnekler ve kontrol örneklerinde birbirinden farklı yönde değişim göstermiştir. Örneklerin başlangıç dış yapışkanlık değeri 707.32 g.s olup, depolama boyunca dış yapışkanlık değerleri kontrol örneklerinde önemli ölçüde ($p<0,05$) artış göstermiştir. Buna karşın kaplama ve paketlenme grupları örneklerinin dış yapışkanlık değerleri önemli ölçüde ($p<0,05$) azalmıştır. Kaplama uygulanan örneklerde bu azalma 5. günü meydana gelirken, paketlenme uygulanan örneklerde azalma depolamanın son günü (7. gün) karşımıza çıkmaktadır.

Tavuk eti örneklerinin elastikiyet değerleri minimum 0,34 ve maksimum 0,78 olarak tespit edilmiştir. Farklı grup örneklerin elastikiyet değerlerinin depolamanın tüm aşamalarında benzer ($p>0,05$) olduğu saptanmıştır. Genel olarak depolama boyunca örneklerin elastikiyet değerlerinin azaldığı görülmüştür. Kontrol ve paketlenme grubu örnekleri, kaplama grubuna kıyasla nispeten daha düşük ölçüde azalma göstererek elastikiyet değerlerini korumuştur.

Tavuk eti örneklerinde iç yapışkanlık değerlerini incelediğimizde depolama başlangıcında (0. gün) 0,46 olarak belirlenmiştir. İç yapışkanlık, kontrol ve kaplama grupları örneklerinde azalarak depolama sonunda sırasıyla 0,37 ve 0,24 değerlerinde tespit edilmiştir. Paketlenme grubu örneklerinde ise durağan bir değişim göstererek depolama sonunda 0,50 değerinde tespit edilmiştir. Görüldüğü gibi paketlenme uygulaması yapılan örneklerde iç yapışkanlık değerinin korunması açısından olumlu sonuçlar elde edilmiştir.

Tavuk etlerinde çiğnenebilirlik değerleri depolama boyunca farklı gruplarda azalan veya artan değişimler göstermiştir. Kontrol ve kaplama grubu örneklerinin çiğnenebilirlik değerlerinde azalma olduğu görülmektedir. Ancak kontrol örneklerinde depolama başlangıcı ve depolama sonunda çiğnenebilirlik değerlerinin benzer ($p>0,05$) olduğu saptanmıştır. Kaplama uygulanan gruplarda ise çiğnenebilirlik değerinde önemli ölçüde ($p<0,05$) azalma tespit edilmiştir ve örneklerin çiğnenebilirlik değeri 14,54 başlangıç değerinden 9,01 değerine düşmüştür. Paketleme yapılan tavuk eti örneklerinde ise 14,54 değerinden 20,00 değerine ulaşarak önemli ölçüde ($p<0,05$) artış olduğu bulgulanmıştır. Kontrol, kaplama ve paketleme gruplarının çiğnenebilirlik değerleri arasında depolamanın 3. gününden itibaren anlamlı ($p<0,05$) fark olduğu görülmüştür. Depolama sonunda kaplanan örneklerde çiğnenebilirlik özelliği zayıflarken, paketlenen örneklerde çiğnenebilirlik özelliğinin zorlaştığı görülmektedir. Sonuçlar tavuk eti örneklerinin çiğnenebilirlik değerlerinde uygulamaların etkisinin farklı olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.171. Kaşar peynirlerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.

Tekstür Özelliği	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)							
		0	1	7	14	21	28	35	42
Sertlik (N)	Kontrol	89,07 ^A	90,68 ^{a,A}	88,84 ^{a,A}	90,98 ^{b,A}	85,14 ^A	64,89 ^{b,B,A}	-	-
		±9,44	±0,78	±7,42	±5,58	±3,98	±5,97	-	-
	Kaplama	89,07 ^{A,B}	76,29 ^{b,C}	80,46 ^{b,B,C}	95,47 ^{b,A}	88,81 ^{A,B}	71,97 ^{b,C}	-	-
		±9,44	±1,69	±1,73	±3,08	±5,08	±7,22	-	-
	Paket	89,07 ^{C,D}	81,23 ^{b,D}	101,51 ^{a,B,C,D}	119,21 ^{a,B}	85,52 ^D	144,53 ^{a,A}	107,40 ^{B,C}	120,01 ^B
		±9,44	±5,78	±9,19	±8,27	±5,70	±21,17	±13,34	±3,48
Dış yapışkanlık (g.s)	Kontrol	-565,78 ^C	-568,62 ^{b,C}	-546,84 ^{b,B,C}	-572,74 ^{b,C}	-511,81 ^{b,B}	-365,44 ^{b,A}	-	-
		±37,20	±2,66	±7,90	±32,12	±11,94	±29,37	-	-
	Kaplama	-565,78 ^C	-532,53 ^{a,C}	-518,98 ^{b,C}	-546,68 ^{b,C}	-471,61 ^{a,b,B}	-134,25 ^{a,A}	-	-
		±37,20	±19,42	±35,97	±0,01	±24,39	±6,09	-	-
	Paket	-565,78 ^F	-513,64 ^{a,E}	-40,03 ^{a,A}	-505,23 ^{a,E}	-444,43 ^{a,D}	-353,06 ^{b,C}	-519,87 ^E	-111,90 ^B
		±37,20	±8,00	±10,11	±0,01	±33,22	±27,73	±0,01	±0,01
Elastikiyet	Kontrol	0,73 ^{A,B}	0,74 ^{b,A}	0,78 ^A	0,72 ^{b,A,B}	0,66 ^{b,B}	0,75 ^{b,A}	-	-
		±0,04	±0,01	±0,08	±0,02	±0,03	±0,02	-	-
	Kaplama	0,73 ^C	0,77 ^{a,b,A,B,C}	0,79 ^{A,B}	0,75 ^{a,b,B,C}	0,78 ^{a,A,B,C}	0,81 ^{a,A}	-	-
		±0,04	±0,02	±0,02	±0,02	±0,03	±0,02	-	-
	Paket	0,73 ^A	0,79 ^{a,A}	0,77 ^A	0,77 ^{a,A}	0,80 ^{a,A}	0,75 ^{b,A}	0,76 ^A	0,46 ^B
		±0,04	±0,03	±0,02	±0,02	±0,01	±0,03	±0,03	±0,07
İç yapışkanlık	Kontrol	0,58	0,59	0,61	0,62	0,65	0,63 ^a	-	-
		±0,03	±0,02	±0,02	±0,08	±0,10	±0,02	-	-
	Kaplama	0,58	0,61	0,55	0,61	0,59	0,63 ^a	-	-
		±0,03	±0,03	±0,05	±0,14	±0,08	±0,04	-	-
	Paket	0,58 ^A	0,59 ^A	0,51 ^A	0,54 ^A	0,53 ^A	0,54 ^{b,A}	0,44 ^B	0,25 ^C
		±0,03	±0,03	±0,09	±0,02	±0,04	±0,03	±0,08	±0,07
Çiğnenebilirlik	Kontrol	36,39	42,78	40,08	37,28	31,83	30,52	-	-
		±10,12	±8,64	±7,11	±13,9	±15,82	±2,15	-	-
	Kaplama	36,39	33,97	30,52	29,92	37,54	39,05	-	-
		±10,12	±3,38	±0,26	±19,86	±12,58	±6,51	-	-
	Paket	36,39	34,19	39,1	49,14	36,67	46,68	36,22	28,02
		±10,12	±3,66	±7,72	±6,14	±5,27	±31,58	±7,68	±6,92

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.172. Mandalina örneklerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.

Tekstür Özelliği	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)								
		0	1	7	14	21	28	35	42	49
Sertlik (N)	Kontrol	1,40 ^{A,B}	1,73 ^{A,B}	2,24 ^A	2,17 ^A	1,04 ^B	1,98 ^{A,B}	2,25 ^A	1,79 ^{A,B}	1,22 ^A
		±0,33	±0,37	±0,77	±0,41	±0,35	±0,60	±0,70	±0,77	±0,41
	Kaplama	1,40 ^B	1,95 ^{A,B}	2,11 ^{A,B}	1,50 ^B	2,02 ^{A,B}	1,72 ^{A,B}	2,86 ^A	1,95 ^{A,B}	1,65 ^{A,B}
		±0,33	±0,22	±0,35	±0,32	±0,60	±0,91	±1,38	±0,42	±0,20
	Paket	1,40	1,64	1,8	2,13	1,91	2,06	1,79	2,31	1,58
		±0,33	±0,75	±0,7	±0,4	±0,85	±0,80	±0,66	±0,72	±0,33
Dış Yapışkanlık (g.s)	Kontrol	-18,86 ^E	-8,99 ^{b,D}	-7,06 ^{B,C,D}	-7,48 ^{C,D}	-3,79 ^A	-3,48 ^{a,A,B}	-5,33 ^{A,B,C}	-3,39 ^{a,A}	-6,28 ^{A,B,C,D}
		±1,97	±1,48	±1,85	±3,1	±0,82	±0,90	±1,42	±1,07	±2,98
	Kaplama	-18,86 ^C	-7,59 ^{a,b,A,B}	-12,17 ^B	-7,29 ^{A,B}	-6,79 ^{A,B}	-3,70 ^{a,A}	-6,57 ^A	-6,28 ^{b,A}	-5,73 ^A
		±1,97	±1,49	±4,05	±5,23	±2,98	±1,36	±3,88	±0,48	±1,17
	Paket	-18,86 ^D	-6,30 ^{a,B}	-7,59 ^{B,C}	-4,21 ^{A,B}	-3,28 ^A	-6,78 ^{b,B,C}	-6,83 ^{B,C}	-2,70 ^{a,A}	-4,65 ^{A,B,C}
		±1,97	±0,69	±1,80	±2,32	±0,85	±1,31	±2,04	±0,38	±1,48
Elastikiyet	Kontrol	0,98	0,93	0,93	0,95	1,00	0,95	0,96	0,91	0,93
		±0,02	±0,08	±0,05	±0,03	±0,06	±0,07	±0,12	±0,13	±0,10
	Kaplama	0,98	0,98	0,95	0,96	1,04	0,91	0,83	0,94	0,95
		±0,02	±0,04	±0,04	±0,04	±0,33	±0,17	±0,15	±0,09	±0,12
	Paket	0,98	0,96	0,97	0,97	0,87	0,88	0,84	0,84	0,87
		±0,02	±0,05	±0,04	±0,04	±0,23	±0,10	±0,20	±0,11	±0,09
İç yapışkanlık	Kontrol	0,18	0,11	0,24	0,37	0,18	0,21	0,42	0,43	0,57
		±0,05	±0,04	±0,26	±0,29	±0,58	±0,20	±0,28	±0,25	±0,22
	Kaplama	0,18 ^C	0,20 ^{B,C}	0,31 ^{A,B,C}	0,21 ^{B,C}	0,33 ^{A,B,C}	0,29 ^{A,B,C}	0,31 ^{A,B,C}	0,60 ^{A,B}	0,64 ^A
		±0,05	±0,12	±0,27	±0,21	±0,29	±0,25	±0,28	±0,09	±0,14
	Paket	0,18 ^B	0,17 ^B	0,18 ^B	0,21 ^B	0,19 ^B	0,25 ^B	0,14 ^B	0,46 ^{A,B}	0,74 ^A
		±0,05	±0,18	±0,22	±0,24	±0,23	±0,24	±0,10	±0,09	±0,21
Çiğnenebilirlik	Kontrol	0,17 ^C	0,17 ^C	0,77 ^{a,A,B}	1,22 ^{a,A,C}	0,24 ^{b,C}	0,48 ^{b,B,C}	0,98 ^{A,B}	0,58 ^{B,C}	0,64 ^{B,C}
		±0,10	±0,04	±0,01	±0,10	±0,03	±0,08	±0,78	±0,21	±0,12
	Kaplama	0,17 ^E	0,28 ^{D,E}	0,79 ^{a,A}	0,56 ^{b,B,C}	0,85 ^{a,A}	0,47 ^{b,C,D}	0,88 ^A	0,70 ^{A,B}	0,90 ^A
		±0,10	±0,11	±0,07	±0,08	±0,10	±0,06	±0,20	±0,10	±0,12
	Paket	0,17 ^D	0,15 ^D	0,40 ^{b,B,C,D}	0,58 ^{b,A,B,C}	0,53 ^{a,b,A,B,C}	0,65 ^{a,A,B}	0,25 ^{C,D}	0,40 ^{B,C,D}	0,78 ^A
		±0,10	±0,04	±0,06	±0,21	±0,29	±0,09	±0,22	±0,16	±0,26

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.173. Salatalık örneklerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.

Tekstür Özelliği	Örnek Grubu	0	1	7	14
Sertlik (N)	Kontrol	3,06 ^B	2,46 ^{B,C}	1,57 ^C	5,48 ^{b,A}
		±0,78	±0,47	±0,26	±0,28
	Kaplama	3,06	1,91	2,18	3,10 ^c
		±0,78	±0,81	±0,62	±0,45
	Paket	3,06 ^B	1,93 ^C	1,91 ^C	6,12 ^{a,A}
		±0,78	±0,57	±0,51	±0,14
Dış yapışkanlık (g.s)	Kontrol	-506,16 ^D	-317,89 ^C	-167,55 ^B	-34,58 ^A
		±78,27	±74,70	±44,48	±22,52
	Kaplama	-506,16 ^C	-222,18 ^B	-139,79 ^{A,B}	-60,53 ^A
		±78,27	±52,87	±49,37	±26,11
	Paket	-506,16 ^C	-194,7 ^B	-81,92 ^A	-27,87 ^A
		±78,27	±48,85	±28,99	±13,48
Elastikiyet	Kontrol	0,66 ^B	0,78 ^{A,B}	0,97 ^A	0,87 ^{A,B}
		±0,16	±0,22	±0,02	±0,06
	Kaplama	0,66	0,89	0,84	0,91
		±0,16	±0,23	±0,24	±0,05
	Paket	0,66	0,86	0,93	0,82
		±0,16	±0,24	±0,12	±0,15
İç yapışkanlık	Kontrol	0,10	0,17	0,11	0,11 ^a
		±0,08	±0,05	±0,04	±0,02
	Kaplama	0,10	0,12	0,26	0,13 ^a
		±0,08	±0,03	±0,20	±0,03
	Paket	0,10 ^{B,C}	0,18 ^{A,B}	0,26 ^A	0,04 ^{b,C}
		±0,08	±0,08	±0,02	±0,02
Çiğnenebilirlik	Kontrol	0,12 ^B	0,18 ^B	0,19 ^B	0,66 ^{a,A}
		±0,02	±0,13	±0,09	±0,18
	Kaplama	0,12	0,17	0,25	0,42 ^{a,b}
		±0,02	±0,12	±0,17	±0,24
	Paket	0,12	0,31	0,24	0,26 ^b
		±0,02	±0,16	±0,06	±0,09

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.174. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca tekstürel özellikleri.

Tekstür Özelliği	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)				
		0	1	3	5	7
Sertlik (N)	Kontrol	54,36 ^C	85,20 ^{a,A}	71,95 ^{b,B}	21,68 ^{c,D}	77,70 ^{b,A,B}
		±3,50	±3,53	±7,89	±4,03	±3,82
	Kaplama	54,36 ^C	66,74 ^{b,B}	46,07 ^{c,C}	49,25 ^{b,C}	98,34 ^{a,A}
		±3,50	±6,81	±4,70	±4,76	±8,73
	Paket	54,36 ^C	49,98 ^{c,C}	110,30 ^{a,A}	79,71 ^{a,B}	56,49 ^{c,C}
		±3,50	±0,34	±12,88	±1,72	±9,88
Dış yapışkanlık (g.s)	Kontrol	-707,32 ^A	-1077,94 ^{b,B}	-1109,6 ^{b,B}	-742,24 ^{b,A}	-1049,67 ^{c,B}
		±54,33	±60,55	±29,92	±34,43	±18,90
	Kaplama	-707,32 ^B	-1004,76 ^{a,b,C}	-972,32 ^{a,C}	-186,43 ^{a,A}	-124,78 ^{a,A}
		±54,33	±73,58	±9,88	±4,34	±20,75
	Paket	-707,32 ^B	-956,31 ^{a,C}	-1190,5 ^{c,E}	-1061,89 ^{c,D}	-340,81 ^{b,A}
		±54,33	±11,08	±48,15	±88,04	±39,87
Elastikiyet	Kontrol	0,60 ^{A,B}	0,45 ^B	0,45 ^B	0,78 ^{a,A}	0,56 ^{a,A,B}
		±0,07	±0,02	±0,19	±0,15	±0,14
	Kaplama	0,60 ^A	0,57 ^{A,B}	0,47 ^{A,B}	0,50 ^{b,A,B}	0,34 ^{b,B}
		±0,07	±0,2	±0,08	±0,15	±0,05
	Paket	0,60	0,46	0,39	0,44 ^b	0,56 ^a
		±0,07	±0,27	±0,08	±0,09	±0,10
İç yapışkanlık	Kontrol	0,46	0,39	0,51	0,38	0,37 ^b
		±0,05	±0,08	±0,22	±0,15	±0,06
	Kaplama	0,46 ^A	0,48 ^A	0,43 ^A	0,34 ^{A,B}	0,24 ^{c,B}
		±0,05	±0,04	±0,04	±0,14	±0,06
	Paket	0,46	0,35	0,52	0,44	0,50 ^a
		±0,05	±0,2	±0,06	±0,07	±0,05
Çiğnenebilirlik	Kontrol	14,54 ^A	13,98 ^A	11,38 ^{b,A}	6,57 ^{b,B}	11,41 ^{b,A}
		±2,21	±2,15	±2,72	±2,16	±0,30
	Kaplama	14,54 ^A	15,68 ^A	8,56 ^{b,B}	13,78 ^{a,A}	9,09 ^{b,B}
		±2,21	±0,57	±1,23	±0,81	±2,64
	Paket	14,54 ^{A,B}	13,89 ^{A,B}	19,85 ^{a,A}	8,61 ^{b,B}	20,00 ^{a,A}
		±2,21	±3,04	±4,42	±3,74	±2,61

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

4.7.4. Ambalajda ve Gıdada Toplam Fenolik Madde Miktarı

Gıdaya uygulanacak olan aktif biyonanokompozit filminden veya kaplamadan iki yönde transfer mekanizması gerçekleşebilir. Aktif bileşiklerin film içinde merkez katmanından yüzey tabakalara ilerlemesi sonucu yüzeyden gıdaya transferi gerçekleşebilir. Diğer yönde ise aktif bileşiklerin paketten gıdanın bulunduğu ortama transferi mümkündür. Bu değişimlerin incelenebilmesi için filmlerde ve gıda örneklerinde toplam fenolik madde miktarı belirlenmiştir. Nanokompozit film ile oluşturulan paket formu içerisinde yer alan

gıda örnekleri analiz günü açılarak analizler gerçekleştirilirken, aynı gün kullanılan paketin filmlerinde de toplam fenolik madde miktarı analiz edilmiştir.



Çizelge 4.175. Kaşar peynirlerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.

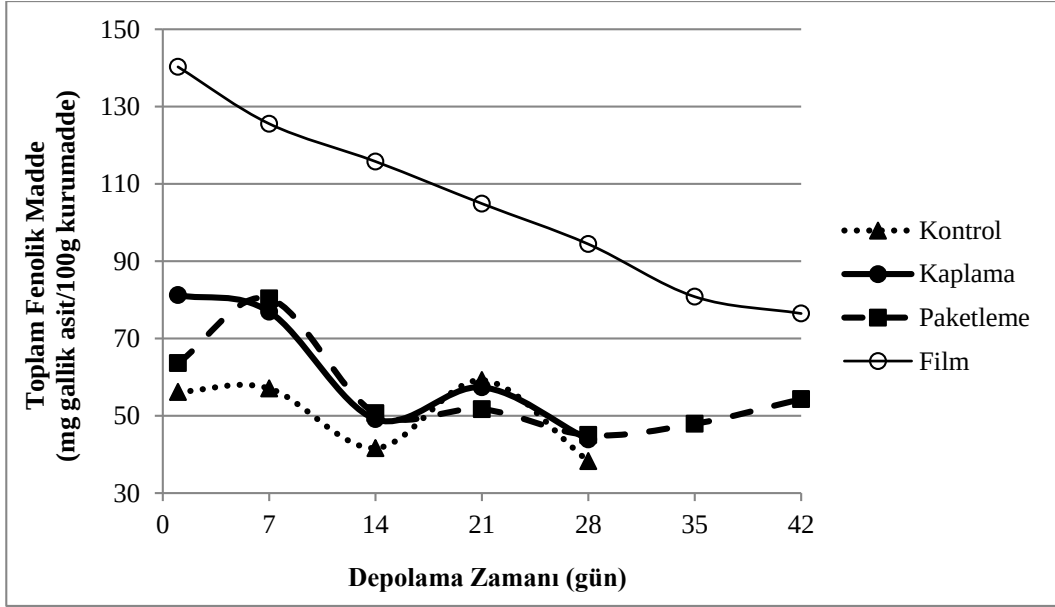
		Depolama Zamanı (gün)							
Örnek Grubu		0	1	7	14	21	28	35	42
TFM (mg gallik asit/ 100g km)	Kontrol	55,51 ^A ±12,14	56,17 ^{b,A} ±7,49	57,09 ^{b,A} ±1,86	41,62 ^{b,B} ±3,64	59,22 ^{a,A} ±1,42	38,30 ^{b,B} ±1,49	-	-
	Kaplama	55,51 ^B ±12,14	81,22 ^{a,A} ±5,97	76,94 ^{a,A} ±3,65	49,13 ^{a,B,C} ±2,47	57,37 ^{a,b,B} ±3,83	43,87 ^{a,C} ±2,41	-	-
	Paket	55,51 ^{B,C} ±12,14	63,63 ^{b,B} ±3,28	80,34 ^{a,A} ±3,17	50,67 ^{a,C} ±2,23	51,72 ^{b,C} ±2,81	45,03 ^{a,C} ±2,89	47,93 ^C ±4,24	54,31 ^{B,C} ±5,74
	Ambalaj Materyali (Nanokompozit film)		140,27 ^A ±9,85	125,56 ^{A,B} ±2,36	115,78 ^{B,C} ±4,91	104,89 ^{C,D} ±24,87	94,42 ^{D,E} ±2,3	80,82 ^E ±6,95	76,47 ^E ±4,32

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

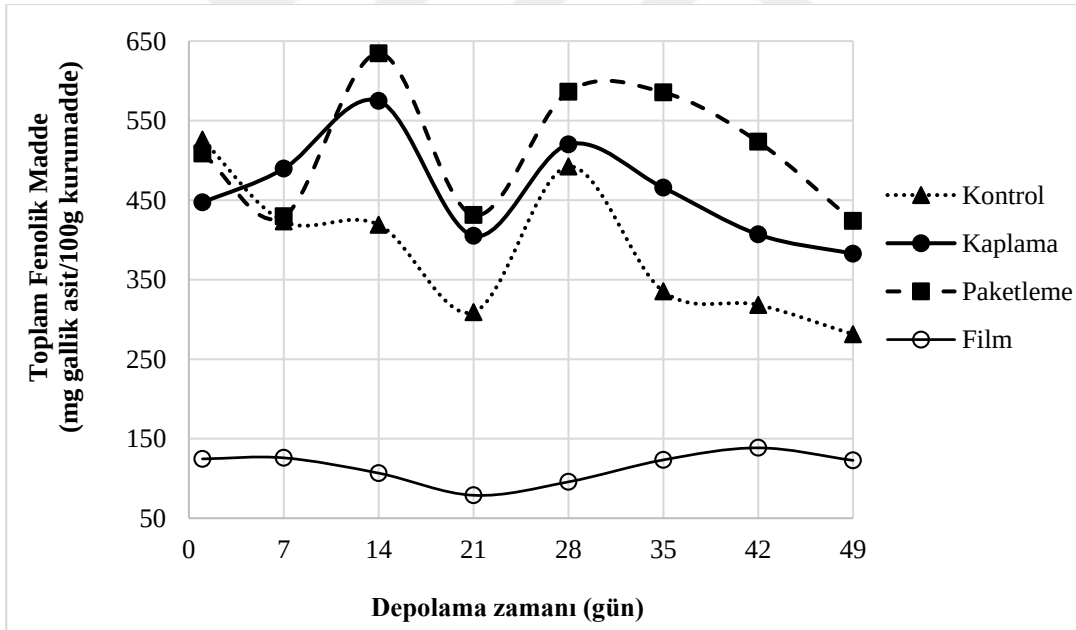
Çizelge 4.176. Mandalina örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.

		Depolama Zamanı (gün)								
Örnek Grubu		0	1	7	14	21	28	35	42	49
TFM (mg gallik asit/ 100g km)	Kontrol	587,98 ^A ±14,03	526,06 ^{a,B} ±19,31	423,23 ^{b,D} ±7,55	419,07 ^{c,D} ±3,57	309,12 ^{b,E,F} ±19,73	492,22 ^{b,C} ±25,52	335,23 ^{c,E} ±29,79	318,22 ^{c,E} ±27,17	281,22 ^{c,F} ±10,49
	Kaplama	587,98 ^A ±14,03	447,11 ^{b,D} ±21,92	489,7 ^{a,B,C} ±7,13	574,88 ^{b,A} ±4,83	405,12 ^{a,E} ±9,36	520,12 ^{b,B} ±36,80	465,71 ^{b,C,D} ±12,17	406,90 ^{b,E} ±28,64	382,57 ^{b,E} ±18,32
	Paket	587,98 ^B ±14,03	508,55 ^{a,C} ±22,24	429,61 ^{b,D} ±8,64	634,67 ^{a,A} ±5,04	431,24 ^{a,D} ±7,29	586,30 ^{a,B} ±21,66	585,56 ^{a,B} ±29,53	523,48 ^{a,C} ±28,11	423,77 ^{a,D} ±17,68
	Ambalaj Materyali (Nanokompozit film)		124,59 ^{A,B} ±3,08	125,91 ^{A,B} ±6,49	106,66 ^C ±5,40	78,78 ^D ±7,13	95,67 ^C ±8,50	123,32 ^{A,B} ±5,21	138,51 ^A ±8,93	122,76 ^B ±10,59

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.



Şekil 4.60. Kaşar peynirlerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.



Şekil 4.61. Mandalina örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.

Kaşar peynirlerinin depolama boyunca belirlenen toplam fenolik madde miktarları Çizelge 4.175'te verilmiştir. Örneklerin TFM değerleri 38,60 ile 81,22 mg GAE/100g kurumadde aralığında belirlenmiştir. Genel olarak tüm örneklerin toplam fenolik madde

içeriği depolama boyunca azalma göstermiştir (Şekil 4.60). Depolama zamanına bağlı olarak fenolik maddelerdeki azalma dikkate alındığında kontrol grubu ve kaplama uygulanan örneklerin TFM değerleri depolamanın 14.gününde önemli ($p<0,05$) ölçüde azalmıştır. Paketleme yapılan örneklerin TFM değerlerinde daha düşük oranda azalma tespit edilmiştir. Paketlenen kaşar peynirlerinde başlangıç anında ve depolama sonunda belirlenen TFM değerleri arasında önemli fark bulgulanmamıştır ($p>0,05$). TFM açısından en iyi kalite sağlama paketleme grubu örneklerinde elde edilmiştir. Farklı depolama günlerinde ambalaj materyalinin TFM değerleri değerlendirildiğinde depolama süresince istatistiki olarak önemli ($p<0,05$) derecede azalma belirlenmiştir.

Mandalinaların depolama boyunca belirlenen toplam fenolik madde miktarları Çizelge 4.176'da verilmiştir. Örneklerin TFM değerleri 634,67 ile 281,22 mg GAE/100g kurumadde aralığında belirlenmiştir. Kontrol grubu örneklerinin toplam fenolik madde değerleri kaplama ve paketleme örneklerine kıyasla daha düşük değerlerde bulgulanmıştır. Depolama boyunca TFM değerlerinde azalma tüm örneklerde önemli ($p<0,05$) ölçüdedir. Depolamanın başlangıcında 7 gün boyunca gruplar arasında sadece kaplama uygulanan örneklerin toplam fenolik madde miktarı önemli ölçüde ($p<0,05$) farklı bulunmuştur. Bununla birlikte, 14. günden itibaren her üç örnek grubunda da toplam fenolik madde miktarında anlamlı ($p<0,05$) fark bulunmuştur. Jurić vd. (2023) tabaka tabaka (layer by layer) kaplama tekniği kullanarak uygulanan aljinat/kitosan, hidroksipropil metilselüloz/kitosan ve keçiyoynuzu zıncı/kitosan şeklinde çok katmanlı yenilebilir kaplamaların farklı sıcaklıklarda (20°C ve 5°C) depolanan mandalina meyvesinin kalite özellikleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Toplam fenolik madde miktarı açısından hidroksipropil metilselüloz/kitosan kaplamasının en olumlu sonuçları verdiği, 20°C'de 10 günlük depolama periyodunda 1,67 ile 1,47 mg/g, 5°C'de 28 günlük depolama periyodunda 1,50 ile 1,91 mg/g aralığında değiştiği bildirilmiştir. Bir diğer çalışmada, yenilebilir kaplama olarak ayva müsilağı ile kaplanan mandalinaların 10 günlük depolama süresince toplam fenolik madde miktarı 471,03 mg GAE/100g değerinden 303,90 mg GAE/100g değerine düşerken, kaplanmamış mandalina örneklerinin toplam fenolik madde miktarı ise 500,93 mg GAE/100g değerinden 249,88 mg GAE/100g değerine düşmüştür (Kozlu, 2020). Farklı depolama günlerinde ambalaj materyalinin TFM değerleri incelendiğinde depolama süresince artan ve azalan değerlerde değişkenlik göstermiştir. Depolamanın 21. gününde istatistiki olarak önemli ($p<0,05$) derecede azalma belirlenmiştir. Ancak takip eden diğer günlerde yüksek değerlerde

bulgulanmıştır. Depolama sonunda paketleme materyalinin toplam fenolik madde içeriği başlangıç değerine göre önemli ölçüde değişmediği tespit edilmiştir ($p>0,05$).

Çizelge 4.177. Salatalık örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.

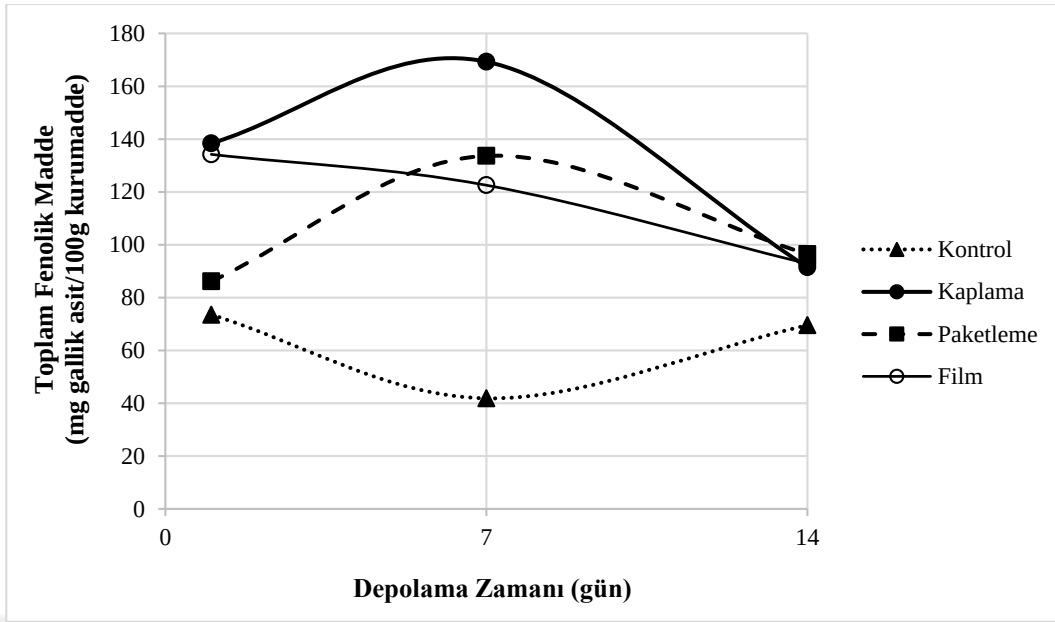
		Depolama Zamanı (gün)			
Örnek Grubu		0	1	7	14
TFM (mg gallik asit/ 100g km)	Kontrol	70,99±9,88 ^A	73,52±6,72 ^{b,A}	41,86±10,71 ^{c,B}	69,56±18,99 ^A
	Kaplama	70,99±9,88 ^C	138,41±17,81 ^{a,B}	169,28±13,43 ^{a,A}	91,52±7,63 ^C
	Paket	70,99±9,88 ^B	86,18±3,36 ^{b,B}	133,67±14,25 ^{b,A}	96,47±20,52 ^{A,B}
	Ambalaj Materyali				
	(Nanokompozit film)		134,24±4,84 ^A	122,56±5,06 ^B	92,84±4,43 ^C

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

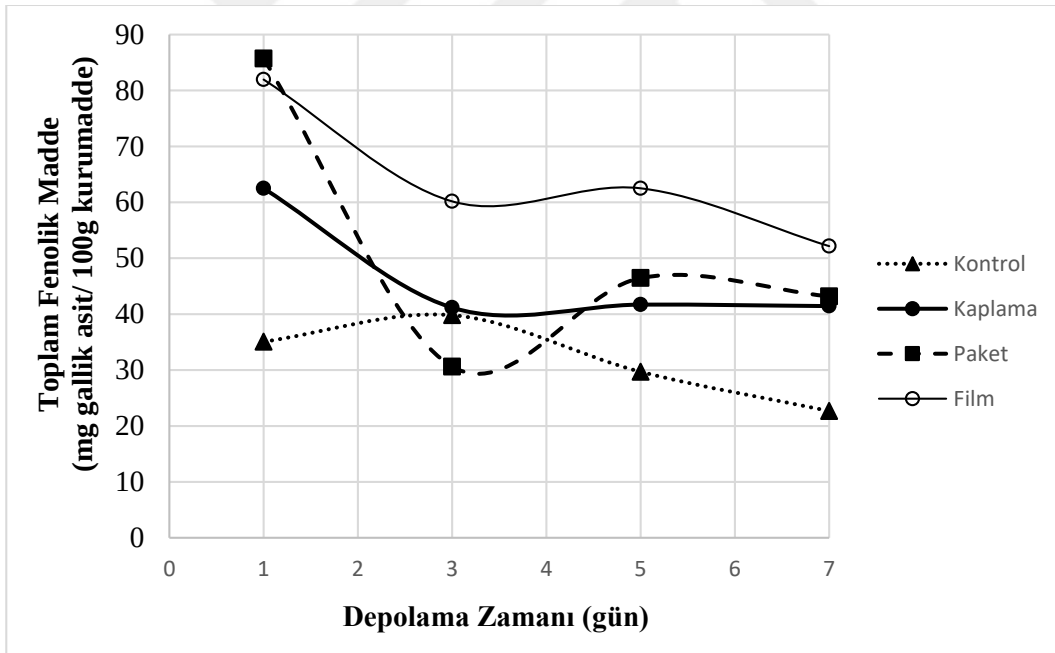
Çizelge 4.178. Tavuk eti örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde miktarları.

		Depolama Zamanı (gün)				
Örnek Grubu		0	1	3	5	7
TFM (mg gallik asit/ 100g km)		46,92 ^A	35,08 ^{c,C}	39,81 ^{a,B}	29,7 ^{c,D}	22,69 ^{b,E}
	Kontrol	±2,98	±0,26	±0,26	±0,13	±0,26
		46,92 ^B	62,49 ^{b,A}	41,18 ^{a,C}	41,72 ^{b,C}	41,45 ^{a,C}
	Kaplama	±2,98	±0,39	±0,13	±0,64	±0,52
		46,92 ^C	85,71 ^{a,A}	30,62 ^{b,B}	46,46 ^{a,C}	43,18 ^{a,C}
	Paket	±2,98	±0,52	±1,42	±1,16	±2,45
	Ambalaj Materyali (Nanokompozit film)		81,95 ^A	60,16 ^B	62,5 ^B	52,15 ^C
			±1,54	±0,44	±0,44	±2,09

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.



Şekil 4.62. Salatalık örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.



Şekil 4.63. Tavuk eti örneklerinin ve ambalaj materyalinin depolama boyunca toplam fenolik madde değişimi.

Salatalık örneklerinin depolama boyunca belirlenen TFM değerleri 41,86 ile 169,28 mg GAE/100g kurumadde aralığında belirlenmiştir (Çizelge 4.177.). En düşük TFM değeri kontrol grubu örneklerinde depolamanın 7. gününde, en yüksek TFM değeri ise kaplama

uygulanması yapılan örneklerde depolamanın 7. gününde tespit edilmiştir. Depolama boyunca grupların kendi içerisinde TFM değerlerinde azalma istatistiki olarak önemli ($p<0,05$) ölçüdedir. Ancak depolama sonunda TFM değerlerinde gruplar arasında anlamlı fark bulunmamıştır ($p>0,05$) ve 14 günlük depolama sonucu tüm grupların TFM değeri azalmıştır. Mamelona vd. (2007) tarafından yapılan çalışmada salatalık örneklerinin toplam fenolik madde içeriği meyvenin farklı dokularına ve farklı ekstrakt çözücülerine bağlı olarak 22,5 ile 236,0 mg GAE/100 g kurumadde arasında değişen değerlerde bulunmuştur.

Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca belirlenen TFM değerleri 22,69 ile 85,71 mg GAE/100g kurumadde aralığında belirlenmiştir (Çizelge 4.178.). Beklendiği gibi tavuk etinin fenolik madde içeriği diğer örneklerle kıyasla düşük miktarlarda bulunmuştur. Kontrol örneklerinde kaplama ve paketlenme uygulanan örneklerle kıyasla önemli ($p<0,05$) miktarda düşük toplam fenolik madde değerleri tespit edilmiştir ve depolama boyunca önemli ($p<0,05$) ölçüde azalmıştır. En düşük TFM değeri kontrol grubu örneklerinde depolama sonunda (7. gün), en yüksek TFM değeri ise paketlenme uygulaması yapılan örneklerde depolamanın başlangıcında (1. gün) tespit edilmiştir. Depolama sonunda toplam fenolik madde değerleri karşılaştırıldığında kontrol örnekleri, kaplama ve paketlenme uygulanan örneklerden daha düşük değerlerde olup, anlamlı fark ($p<0,05$) olduğu belirlenmiştir. Ancak, kaplama ve paketlenme uygulamalarının toplam fenolik madde değerleri arasında önemli bir fark bulunmamıştır ($p>0,05$).

4.7.5. Mikrobiyal Kalite

Model gıda uygulamalarında ürünlerin fiziksel ve kimyasal kalite değişimlerinin yanı sıra mikrobiyal bozulmanın tespiti amacıyla toplam aerobik mezofilik bakteri sayısı ve küf-maya sayısı belirlenmiştir. Kaşar peyniri, mandalina, salatalık ve tavuk fileto örneklerine ait toplam aerobik mezofilik bakteri sayısı ve küf-maya sayısı sonuçları sırasıyla Çizelge 4.179, 4.180, 4.181 ve 4.182’de verilmiştir.

Mikrobiyolojik analiz sonuçlarına göre kaplama ve paketlenme yapılan kaşar peynirlerinde toplam canlı sayısı, küf ve maya gelişimi depolama süresince daha düşük seviyelerde olmuştur. Kaşar peynirlerinde başlangıç gününde (0. gün) toplam aerobik mezofilik bakteri (TAMB) ve küf-maya sayısı sırasıyla 3,71 ve 2,73 log cfu/g olarak tespit edilmiştir. Bu değer depolamanın 1. gününde paketlenme yapılan örneklerde en düşük

değerlerde bulgulanmıştır ($p<0,05$). TAMB sonuçlarına uygulanan Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucu kaplama ve paketlenme uygulamalarının kaşar peynirlerinde toplam aerobik mezofilik bakterilerin gelişimini önemli ($p<0,05$) ölçüde etkilediği tespit edilmiştir. Ayrıca, örneklerin farklı depolama günlerindeki TAMB sayıları arasında istatistiki olarak anlamlı ($p<0,05$) farklar belirlenmiştir. Genel olarak tüm gruplara ait örneklerde TAMB değerlerinde önemli ölçüde ($p<0,05$) artış olduğu tespit edilmiştir. Kaşar peynirlerinin TAMB sayısı 42 günlük depolamanın sonunda paketlenme yapılan örneklerde 6,44 log cfu/g değerine ulaşırken, kaplama örnekleri bu değere yaklaşık olarak 6,37 log cfu/g ile 21 günlük depolama sonunda ulaşmıştır. Kontrol grubu örnekleri ise 21 gün depolama sonunda 6,54 log cfu/g TAMB sayısına ulaşmıştır.

Kaşar peynirlerinde küf-maya sayısı incelendiğinde örnek gruplarının hepsinde başlangıç gününden itibaren depolamanın tüm günlerinde önemli ($p<0,05$) artış bulgulanmıştır. Kontrol ve kaplama grupları 14. günde önemli ölçüde artış göstererek sırasıyla 5,26 ve 5,14 log kob/g değerlerine ulaşmıştır. Paketlenme yapılan kaşar peynirlerinde ise 14. günde küf-maya sayısı 3,68 log kob/g iken, 28. günde artış göstererek 5,92 log kob/g değerine ulaşmıştır. Kontrol ve kaplama grubuna kıyasla paketlenme uygulamasının kaşar peynirlerinde mikrobiyal bozulmanın yavaşlatılmasında önemli etkisi olduğu görülmüştür.

Lizozim, laktoferrinin ve natamisin antimikrobiyal etkilerinin karşılaştırıldığı bir çalışmada kaşar peynirlerinin toplam aerobik mezofilik bakteri sayısı 2 ile 3 log kob/g değerlerinde başlayıp, 90 günlük olgunlaşma süresi sonunda kontrol grubundaki kaşar peynirlerinde 6 ile 7 log kob/g aralığında, antimikrobiyal katkılı peynirlerde 4 ile 5 log kob/g aralığında değerlere ulaşmıştır (Ozturkoglu-Budak vd., 2021). Aynı çalışmada kaşar peynirlerinin küf-maya sayısı başlangıçta 1 ile 2 log kob/g aralığında belirlenmiş ve 90 günlük olgunlaşma süresi sonunda kontrol grubunda 4 ile 5 log kob/g aralığında, lizozim ve laktoferrinin katkılı peynirlerde 3 ile 4 log kob/g aralığında, natamisin katkılı peynirlerde 3 ile 4 log kob/g aralığında değerlere ulaşmıştır. Özdemir ve Demirci (2006) tarafından kaşar peynirinin mikrobiyolojik özellikleri üzerine potasyum sorbatın etkisinin incelendiği bir çalışmada toplam aerobik mezofilik bakteri sayısı $4,3 \times 10^7$ kob/g (7,6 log kob/g) ve küf-maya sayısı $4,8 \times 10^4$ cfu/g (4,7 log kob/g) olarak bulgulanmıştır. Bir diğer çalışmada sodyum kazeinat, sodyum kazeinat/transglutaminaz enzimi ve kitosan bazlı yenilebilir kaplama uygulamaları gerçekleştirilen kaşar peynirlerinin başlangıçta 1,10 log kob/g olan küf-maya değerleri 60 günlük depolama sonunda kontrol grubunda 7,13 log kob/g olarak en

yüksek değere ulaşırken en düşük küf-maya sayısı 4,0 log kob/g olarak kitosan ile kaplama uygulamasında elde edilmiştir (Yalçın vd., 2021).

Mandalina örneklerinde başlangıç gününde (0. gün) toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı sırasıyla 2,94 ve 1,91 log cfu/g olarak tespit edilmiştir. Depolamanın 28. gününde kontrol örneklerinin TAMB sayılarının önemli ölçüde artış gösterdiği, kontrol grubuna kıyasla kaplama ve paketlenme yapılan mandalina örneklerinin TAMB sayılarında anlamlı fark tespit edilmiştir ($p<0,05$). TAMB sayısı 49 günlük depolamanın sonunda ise kontrol grubu örneklerinde 4,87 log cfu/g değerine ulaşırken, kaplama ve paketlenme gruplarında 4,19 ve 4,40 log cfu/g değerine ulaşmıştır. Kontrol grubuna kıyasla kaplama ve paketlenme uygulamaları yapılan örneklerde mikrobiyal bozulmanın daha yavaş gerçekleştiği görülmektedir. İstatistiksel olarak da kaplama/paketlenme uygulanan örnekler ile kontrol grubu arasında toplam aerobik mezofilik bakteri sayısı üzerine anlamlı ($p<0,05$) farklar belirlenmiştir. Örneklerin farklı depolama günlerindeki TAMB sayıları değerlendirildiğinde kontrol grubunda 28 günlük depolama periyodu boyunca önemli miktarda ($p<0,05$) artış belirlenmiştir ve depolamanın 28. gününden sonra kontrol örneklerinin TAMB sayıları arasında önemli bir fark bulgulanmamıştır ($p>0,05$). Kaplama ve paketlenme uygulanan örneklerin TAMB sayılarında değişim eğilimi benzer olmuştur ve depolamanın 28. gününde belirgin bir artış görülürken, 28 günlük depolama boyunca TAMB sayıları arasında önemli bir fark bulgulanmamıştır ($p>0,05$). Bu durum kaplama ve paketlenme uygulamalarının mikrobiyal gelişmeyi sınırlandırdığını açıkça göstermektedir. Taze meyve ve sebzelerde mikrobiyal gelişme üzerine sınırlandırıcı bu etki kaplama ve paketlenme filmlerinde yer alan aktif bileşiklerin katkısının yanı sıra depolama süresince meyvenin üretmiş olduğu solunum gazlarının birikimi ile oluşturmuş olduğu modifiye atmosferin de katkısı ile açıklanabilir. Özellikle yenilebilir kaplamalar, taze ürünler için ek bir koruyucu bariyer sağlayarak ve ortamın gaz bileşimini değiştirmeden MAP ile aynı etkiyi verebilmektedir (Turhan, 2009).

Mandalinalarda küf-maya sayısı incelendiğinde depolama başlangıcında 1,91 log kob/g olarak belirlenmiş ve depolama süresince 42. güne kadar kaplama ve paketlenme örneklerinin küf-maya sayıları benzerlik göstermiştir ($p>0,05$). Küf-maya sayısında ani artışlar yerine kademeli artış olduğu görülmüştür. Depolamanın sonunda (49. gün) kontrol grubu örneklerinde 2,81 log cfu/g, kaplama grubu örneklerinde 2,45 log cfu/g ve paketlenme grubu örneklerinde 2,29 log cfu/g olarak tespit edilmiştir. Depolama sonunda kontrol, kaplama ve paketlenme grupları arasında küf-maya sayılarında anlamlı fark ($p<0,05$)

belirlenmiştir. Uygulamaların küf-maya sayısı üzerine de olumlu etkisi olduğu ortaya konmuştur.

Salatalık örneklerinde başlangıç gününde (0. gün) toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı sırasıyla 2,96 ve 1,52 log kob/g olarak tespit edilmiştir. TAMB sayıları kontrol örneklerinde kaplama ve paketlenme uygulanan örneklerle kıyasla tüm depolama günlerinde istatistiksel olarak önemli ölçüde artmıştır ($p<0,05$). TAMB sayısı 14 günlük depolamanın sonunda kontrol, kaplama ve paketlenme gruplarında sırasıyla 5,33, 5,04 ve 5,06 log kob/g değerlerine ulaşmıştır. Kapsama ve paketlenme uygulamaları yapılan örneklerde mikrobiyal gelişme daha düşük seviyelerde bulgulanmıştır. Ancak tüm örneklerde depolamanın 14. gününde TAMB sayısı 5 log kob/g üzerine çıkmıştır. Bu nedenle kapsama ve paketlenme uygulamasına rağmen üründe mikrobiyolojik bozulma meydana gelmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testine göre örneklerin farklı depolama günlerindeki TAMB sayıları arasında istatistiksel olarak anlamlı ($p<0,05$) farklar belirlenmiştir. Bu durum TAMB sayılarının hızlı bir şekilde artış gösterdiğinin göstergesidir.

Salatalık örneklerinin 4°C'deki raf ömrü 14. gün sona ermiştir. Literatürde yapılan birçok çalışmada taze salatalıkların kısa süren raf ömrü ifade edilmektedir. Salatalık meyvesi içerdiği yüksek nem ve şeker nedeniyle mikrobiyal büyüme için elverişli bir ortama sahiptir. Salatalıkların hasat sonrası raf ömrünün kısa olması nedeniyle, farklı teknolojilerin uygulanması, raf ömürlerini ve kalitelerini artırmanın etkili yolları aranmaktadır (Maleki vd., 2018). Farklı kitosan konsantrasyonları (%0, 1 ve 2) ve farklı ambalaj materyallerinin (PAPE:poliamid-polietilen, CPP:döküm propilen film+polipropilen tepsisi ve LDPE: düşük yoğunluklu polietilen) salatalıkların kalite özellikleri üzerine etkisinin incelendiği bir çalışmada salatalık örneklerinin başlangıçta 2 log cfu/g olan toplam canlı sayısı 12 günlük depolamanın sonunda 5 log cfu/g üzerine çıkmıştır ve en düşük toplam canlı sayısı %2 kitosan kaplanan ve PAPE ile paketlenmiş taze salatalık örneklerinde bulgulanmıştır (Olawuyi vd., 2019). Bir diğer çalışmada Maleki vd. (2018) tarafından modifiye atmosfer paketlenme yapılan ve 4, 10 ve 20 °C olmak üzere üç farklı sıcaklıkta depolanan salatalık örneklerine limonen içeren kitosan kaplaması uygulamasının küf gelişiminin düşürdüğü bildirilmiştir.

Salatalık örneklerinde küf-maya sayısı incelendiğinde depolama başlangıcında 1,52 log kob/g olarak belirlenmiş ve depolama süresince 7. güne kadar kapsama ve paketlenme örneklerinin küf-maya sayıları anlamlı artış göstermemiştir ($p>0,05$). Depolamanın sonunda

(14. gün) tüm örneklerin küf-maya sayılarında önemli ölçüde ($p<0,05$) artış olmuştur. Kontrol grubu örneklerinde 4,53 log cfu/g, kaplama grubu örneklerinde 4,58 log cfu/g ve paketleme grubu örneklerinde 4,44 log cfu/g olarak tespit edilmiştir. Depolama sonunda kontrol, kaplama ve paketleme grupları arasında küf-maya sayılarında anlamlı fark bulunmamıştır ($p>0,05$). Kontrol grubunun uygulama yapılan gruplara kıyasla küf-maya sayısının daha hızlı bir şekilde artış gösterdiği görülmektedir.

Tavuk fileto örneklerinde belirlenen toplam aerobik mezofilik bakteri sayısı depolama süresince önemli ölçüde artmıştır ($p<0,05$). Başlangıç gününde (0. gün) 4,83 log cfu/g olarak belirlenen TAMB sayısı 7 günlük depolamanın sonunda kontrol, kaplama ve paketleme gruplarında sırasıyla 7,04, 6,81 ve 6,66 log kob/g değerlerine ulaşmıştır. Depolamanın 3. günü itibarıyla tüm örnek gruplarının TAMB sayılarında anlamlı fark ($p<0,05$) belirlenmiştir. Özellikle kontrol grubu örneklerinde mikrobiyal yükün daha hızlı artış göstermesi önemli fark oluşmasına sebep olmuştur. 7 günlük depolama süresi boyunca paketlenen örneklerde meydana gelen TAMB gelişiminin kontrol ve kaplama örneklerine kıyasla daha düşük olduğu bulgulanmıştır. İşlem görmemiş taze etler bileşiminde yer alan maddeler ve uygun pH değeri nedeniyle mikrobiyal bozulmanın hızlı bir şekilde gerçekleştiği, raf ömrü kısa gıda maddelerinden biridir (Ertuğral, 2022). Taze etler gibi mikrobiyal bozulmaların çok hızlı gerçekleştiği gıda maddelerinde bozulmanın düşük oranda da olsa yavaşlatılması önem taşımaktadır. Çalışmamızda geliştirilen film ile paketleme uygulamasının farklı antimikrobiyal uygulamalarla kombinasyonu tavuk etinin raf ömrünü arttırması açısından denemeye elverişlidir. Jaspal vd. (2021) tarafından farklı paketleme yöntemleriyle paketlenen tavuk fileto örneklerinin 12 günlük depolama periyodu boyunca toplam aerobik bakteri sayısının 8. gün çok yüksek değerlere ulaştığı tespit edilmiştir. Çalışmada oksijen geçirgenliğine sahip paketleme uygulamalarında TAMB sayısı depolamanın 8. gününde kontrol grubunda 7,22 log₁₀ CFU/cm², kekik esansiyel yağı ile kombine edilen grupta 6,13 log₁₀ CFU/cm² ve laktik asit ile kombine edilen grupta 6,15 log₁₀ CFU/cm² değerlerinde belirlenmiştir. Uygulanan bir diğer paketleme yöntemi olan modifiye atmosfer paketleme yapılan örneklerde TAMB sayısı depolamanın 8. gününde kontrol grubu için 6,54 log₁₀ CFU/cm², kekik esansiyel yağı ile kombine edilen grup için 5,76 log₁₀ CFU/cm² ve laktik asit ile kombine edilen grup için 5,27 log₁₀ CFU/cm² olarak daha düşük değerlerde belirlenmiştir.

Tavuk etinde küf-maya sayısı incelendiğinde TAMB sayısına kıyasla daha düşük değerlerde olup, daha az oranlarda artış göstermiştir. Mikrobiyal bozulma ağırlıklı olarak

TAMB gelişiminden kaynaklanmaktadır. Küf-maya sayısı değişimlerine bakıldığında kontrol grubu 2,58 ile 4,01 log cfu/g, kaplama grubu 2,58 ile 3,90 log cfu/g, ve paketlenme grubu 2,58 ile 3,89 log cfu/g aralığında artan bir eğilim göstermiştir. Depolamanın 5. ve 7. günlerinde tüm grupların küf-maya sayılarında anlamlı bir artış görülmemiştir ($p>0,05$). Depolama sonunda kaplama ve paketlenme grupları küf-maya sayıları açısından kontrol grubundan önemli ölçüde ($p<0,05$) farklı bulunmuştur. Bu durumun kaplama ve paketlenme uygulamaları ile havadan ve çevreden bulaşabilecek küf sporlarının sınırlandırılmış olması ile ilişkili olacağı değerlendirilmiştir.



Çizelge 4.179. Kaşar peynirlerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.

		Depolama Zamanı (gün)							
	Örnek Grubu	0	1	7	14	21	28	35	42
Toplam Aerobik Mezofilik Bakteri Sayısı (log kob/g)	Kontrol	3,71 ^E	4,47 ^{a,D}	5,28 ^{a,C}	5,33 ^{a,C}	6,54 ^{a,B}	7,00 ^{a,A}		
		±0,3	±0,07	±0,04	±0,05	±0,01	±0,19	-	-
	Kaplama	3,71 ^E	4,57 ^{a,D}	5,11 ^{a,b,C}	5,29 ^{a,C}	6,37 ^{b,B}	6,94 ^{b,A}		
		±0,3	±0,12	±0,02	±0,05	±0,02	±0,03	-	-
	Paket	3,71 ^F	4,23 ^{b,E}	4,75 ^{b,D}	4,48 ^{b,E}	5,97 ^{c,C}	6,15 ^{c,B,C}	6,35 ^{A,B}	6,44 ^A
		±0,3	±0,09	±0,35	±0,10	±0,05	±0,03	±0,03	±0,02
Küf-Maya Sayısı (log kob/g)	Kontrol	2,73 ^F	2,27 ^{a,E}	3,77 ^{a,D}	5,26 ^{a,C}	5,53 ^{a,B}	6,46 ^{a,A}		
		±0,1	±0,2	±0,15	±0,03	±0,02	±0,11	-	-
	Kaplama	2,73 ^F	2,18 ^{a,E}	3,20 ^{b,D}	5,14 ^{a,C}	5,40 ^{b,B}	6,23 ^{a,A}		
		±0,1	±0,17	±0,17	±0,05	±0,03	±0,22	-	-
	Paket	2,73 ^H	2,08 ^{a,G}	3,32 ^{b,F}	3,68 ^{b,E}	4,98 ^{c,D}	5,92 ^{b,C}	6,31 ^B	6,70 ^A
		±0,1	±0,15	±0,07	±0,13	±0,07	±0,03	±0,02	±0,05

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.180. Mandalina örneklerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.

		Depolama Zamanı (gün)								
	Örnek Grubu	0	1	7	14	21	28	35	42	49
Toplam Aerobik Mezofilik Bakteri Sayısı (log kob/g)	Kontrol	2,94 ^E	3,35 ^{a,C,D}	3,17 ^{a,D,E}	3,51 ^{a,B,C}	3,73 ^{a,B}	4,63 ^{a,A}	4,74 ^{a,A}	4,84 ^{a,A}	4,87 ^{a,A}
		±0,14	±0,31	±0,10	±0,14	±0,22	±0,33	±0,09	±0,07	±0,06
	Kaplama	2,94 ^C	3,18 ^{a,C}	2,93 ^{b,C}	3,01 ^{b,C}	3,19 ^{b,C}	3,74 ^{b,B}	4,16 ^{b,A}	4,21 ^{b,A}	4,19 ^{b,A}
		±0,14	±0,13	±0,12	±0,16	±0,31	±0,22	±0,16	±0,17	±0,07
	Paket	2,94 ^D	3,10 ^{a,D}	2,99 ^{a,b,D}	3,21 ^{a,b,D}	2,98 ^{b,D}	4,03 ^{b,B}	3,75 ^{c,C}	3,98 ^{b,B,C}	4,40 ^{c,A}
		±0,14	±0,18	±0,09	±0,15	±0,18	±0,07	±0,19	±0,16	±0,09
Küf-Maya Sayısı (log kob/g)	Kontrol	1,91 ^D	2,34 ^{a,C}	2,56 ^{a,A,B,C}	2,50 ^{a,B,C}	2,45 ^{a,B,C}	2,64 ^{a,A,B}	2,71 ^{a,A,B}	2,85 ^{a,A}	2,81 ^{a,A}
		±0,38	±0,09	±0,12	±0,12	±0,09	±0,08	±0,12	±0,05	±0,04
	Kaplama	1,91 ^{C,D}	1,65 ^{b,D}	1,96 ^{b,C,D}	1,99 ^{b,B,C,D}	2,05 ^{b,B,C}	2,02 ^{b,B,C,D}	2,18 ^{b,A,B,C}	2,37 ^{b,A,B}	2,45 ^{b,A}
		±0,38	±0,29	±0,24	±0,16	±0,11	±0,18	±0,08	±0,09	±0,06
	Paket	1,91 ^{A,B}	1,37 ^{b,C}	1,74 ^{b,B,C}	1,78 ^{b,B,C}	2,00 ^{b,A,B}	2,03 ^{b,A,B}	2,02 ^{b,A,B}	2,16 ^{c,A,B}	2,29 ^{c,A}
		±0,38	±0,30	±0,21	±0,36	±0,12	±0,08	±0,25	±0,12	±0,09

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.181. Salatalık örneklerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.

		Depolama Zamanı (gün)			
	Örnek Grubu	0	1	7	14
Toplam Aerobik Mezofilik Bakteri Sayısı (log kob/g)	Kontrol	2,96±0,09 ^D	3,23±0,10 ^{a,C}	4,03±0,05 ^{a,B}	5,33±0,11 ^{a,A}
	Kaplama	2,96±0,09 ^D	3,06±0,04 ^{b,C}	3,82±0,15 ^{b,B}	5,04±0,08 ^{b,A}
	Paket	2,96±0,09 ^D	2,97±0,05 ^{b,C}	3,77±0,06 ^{b,B}	5,06±0,10 ^{b,A}
Küf-Maya Sayısı (log kob/g)	Kontrol	1,52±0,17 ^C	1,76±0,22 ^C	2,31±0,08 ^{a,B}	4,52±0,07 ^A
	Kaplama	1,52±0,17 ^{B,C}	1,42±0,15 ^C	1,84±0,17 ^{b,B}	4,58±0,26 ^A
	Paket	1,52±0,17 ^B	1,61±0,28 ^B	1,78±0,21 ^{b,B}	4,44±0,18 ^A

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.182. Tavuk eti örneklerinin toplam aerobik mezofilik bakteri ve küf-maya sayısı.

		Depolama Zamanı (gün)				
Örnek Grubu		0	1	3	5	7
Toplam Aerobik Mezofilik Bakteri Sayısı (log kob/g)	Kontrol	4,83 ^E ±0,1	5,13 ^{a,D} ±0,06	5,80 ^{a,C} ±0,07	6,42 ^{a,B} ±0,04	7,04 ^{a,A} ±0,06
	Kaplama	4,83 ^D ±0,1	4,94 ^{b,D} ±0,06	5,59 ^{b,C} ±0,09	6,32 ^{b,B} ±0,03	6,81 ^{b,A} ±0,09
	Paket	4,83 ^D ±0,1	4,99 ^{b,C} ±0,04	5,46 ^{b,C} ±0,12	6,29 ^{b,B} ±0,03	6,66 ^{c,A} ±0,04
Küf-Maya Sayısı (log kob/g)	Kontrol	2,58 ^D ±0,24	2,9 ^C ±0,15	3,71 ^{a,B} ±0,08	3,91 ^{a,A,B} ±0,05	4,01 ^{a,A} ±0,03
	Kaplama	2,58 ^C ±0,24	2,73 ^C ±0,1	3,38 ^{b,B} ±0,1	3,73 ^{b,A} ±0,06	3,90 ^{b,A} ±0,03
	Paket	2,58 ^B ±0,24	2,78 ^B ±0,16	3,51 ^{b,B} ±0,07	3,88 ^{a,A} ±0,05	3,89 ^{b,A} ±0,03

*Aynı sütunda yer alan farklı küçük harfler depolama süresince farklı örnek grupları arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Aynı satırda yer alan farklı büyük harfler aynı örnek grubunda farklı depolama günleri arasında önemli ölçüde fark ($p<0,05$) olduğu anlamına gelmektedir. Harf olmaması, güven düzeyi içinde istatistiksel anlamlılığın olmaması anlamına gelmektedir.

4.7.6. TBA Değeri

Tavuk eti örneklerinin depolama süresince belirlenen TBA değerleri Çizelge 4.183'te verilmiştir. Çalışmada, başlangıç TBA değeri 0,12 mg MDA /kg olarak bulunmuştur. Tavuk eti örneklerinde belirlenen TBA değerleri depolama süresince önemli ölçüde artmıştır ($p<0,05$). TBA değerleri 7 günlük depolamanın sonunda kontrol, kaplama ve paketleme gruplarında sırasıyla 1,16, 0,99 ve 1,04 mg MDA /kg değerlerine ulaşmıştır. Depolama boyunca kontrol grubu örneklerinde TBA değerleri kaplama ve paketleme grubu örneklerine kıyasla çok hızlı artış göstermiştir. Depolamanın 3. gününden itibaren kaplama ve paketleme örneklerinin TBA değerleri kontrol grubundan anlamlı olarak ($p<0,05$) farklı bulunmuştur. Uran ve Çetin (2018) tarafından başlangıç TBA değeri 0,198 mg MDA /kg olarak belirlenen etil pirüvat buharı uygulanmış ve uygulanmamış tavuk eti örneklerinin 4°C'de 10 gün depolama sonunda kontrol örneklerinde TBA değeri 0,684 mg MDA/kg olarak belirlenirken, etil pirüvat buharı uygulanmış örneklerde 0,358 ile 0,460 mg MDA/kg aralığında tespit edilmiştir. Bir başka çalışmada MAP ve ozon uygulaması yapılan tavuk göğüs etlerinin başlangıç TBA değeri 0,150 mg MDA/kg olarak belirlenirken, kontrol grubunda ve MAP ve ozon beraber uygulanmış grupta depolamanın 13. gününde sırasıyla 1,088 ve 1,344 mg MDA /kg olarak belirlenmiştir. MAP ve ozon paketleme sistemine oksijen tutucu ilave edildiği durumda 13 gün depolamanın sonunda 0,699 mg MDA /kg olarak belirlenmiştir (Ünal, 2017). Ortamda bulunan oksijen lipid oksidasyonunu başlatıcı en önemli unsur olmaktadır. Çalışmamızda elde edilen TBA sonuçları literatürle uyumluluk göstermektedir. Kaplama uygulaması ile tavuk eti yüzeyinin oksijen ile teması azaltılarak, paketleme uygulaması ile filmlerin düşük oksijen geçirgenliğinden yararlanarak lipid oksidasyonu önemli ölçüde azaltılabilmektedir.

Çizelge 4.183. Tavuk eti örneklerinin depolama boyunca TBA (mg MDA /kg) değerleri.

Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)				
	0	1	3	5	7
Kontrol	0,12±0,01 ^E	0,22±0,02 ^{a,D}	0,48±0,04 ^{a,C}	0,82±0,04 ^{a,B}	1,16±0,02 ^{a,A}
Kaplama	0,12±0,01 ^E	0,16±0,01 ^{b,D}	0,32±0,01 ^{c,C}	0,64±0,03 ^{b,B}	0,99±0,03 ^{b,A}
Paket	0,12±0,01 ^E	0,2±0 ^{a,D}	0,38±0,03 ^{b,C}	0,66±0,02 ^{b,B}	1,04±0,0 ^{b,A}

4.7.7. Akıllı Filmlerin Renk Değişimi

Akıllı filmlerden beklenen renk değişimi filmlerin paketleme anında ve her bir depolama gününde analiz anında renk değerleri ölçülerek aradaki değişim üzerinden değerlendirilmiştir. Her bir paket için kullanılan nanokompozit filmin farklı noktalarından ölçümler alınarak ortalama değer başlangıç L^* , a^* , b^* değerleri olarak sunulmuştur. Depolamanın belirli günlerinde analiz edilen paketleme uygulaması yapılan örneklerin yer aldığı paket filmin tekrar L^* , a^* , b^* değerleri ölçülerek filmlerin belirli bir gün içinde ve belirli bir örnek ile depolama sonundaki renk değerleri verilmiştir. Başlangıç ve depolama günü için ölçülen değerler arasındaki fark toplam renk farkı (ΔE) olarak hesaplanmıştır ve filmlerin renk değişimi özelliği bu değer üzerinden değerlendirilmiştir. Her bir paketin L^* , a^* ve b^* değerleri kendine özgü olup sonuçlar belli olan analiz günlerinde bireysel olarak pakete göre değerlendirilmiştir. Bu değerler kullanılarak her analiz günü için belirlenen renk farkı değerleri istatistiki olarak karşılaştırılmıştır.

Kaşar peynirlerinin paketlenmiş olduğu nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde ölçülen renk değerleri ve renk değişim değerleri Çizelge 4.184'te sunulmuştur. Kaşar peynirlerinin paketlerinde depolama süresince genel olarak tüm paketlerde parlaklık değerinde azalma tespit edilmiştir. Mandalina örneklerinin paketlenmiş olduğu nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde ölçülen renk değerleri ve renk değişim değerleri Çizelge 4.185'te sunulmuştur. Mandalinaların paketlerinde depolama süresince parlaklık değerlerinin bir miktar azaldığı veya aynı seviyelerde kaldığı görülmüştür.

Aktif ve akıllı nanokompozit filmlerde yer alan antosiyaninden gelen kırmızılık değeri (a^*) kaşar peyniri, mandalina, salatalık ve tavuk eti denemelerinde kullanılan tüm paketlerde belirgin derecede azalmıştır. Akıllı film özelliğini sağlamakta olan bu renk değeri antosiyaninin sahip olduğu kendine özgü mor renkten kaynaklanmaktadır. Zamana bağlı olarak filmlerin kırmızılık renginin düştüğü görülmektedir. Bu durum geliştirilen akıllı filmlerin gıdada meydana gelen kalite değişimlerine bağlı olarak değiştiğinin kısaca akıllı özelliğin pratik olarak göstergesidir. Renk değerlerinden b^* değerinde değişimler daha zayıf kalmıştır. Kaşar peyniri, mandalina, salatalık ve tavuk eti denemelerinde kullanılan tüm paketlerde b^* değerindeki değişimlerde belirgin bir eğilim bulgulanmamıştır.

L*, a* ve b* değerlerini bir arada değerlendirerek toplam renk farkına baktığımızda kaşar peyniri paketlerinde depolamanın 35. gününe kadar önemli ölçüde ($p<0,05$) artan toplam renk farkı değerleri gözlemlenirken 35. ve 42. günlerde önemli düzeyde ($p<0,05$) düşük değerler tespit edilmiştir. Bu durum örneklerdeki bozulmaların depolamanın 35. gününe kadar yoğun bir şekilde gerçekleşmiş olması ve filmlerin bu süreçte renk değişimlerini tamamlamış olması ile ilişkilendirilebilir. Kaşar peynirlerinde 28. güne kadar artan bir bozulma ve bununla uyumlu olarak artan bir renk farkının belirlenmesi akıllı ambalajlamanın kaşar peynirlerinde uygulanabilir olduğunu desteklemektedir. Antosiyanin bazlı akıllı filmlerde yapılan çalışmalarda da depolama zamanına paralel olarak artan renk farkı ifade edilmektedir. Zhang vd. (2019) tarafından yapılan çalışmada indikatör olarak antosiyanin kullanılarak geliştirilen akıllı filmlerin 3 gün boyunca 25°C’de depolanan domuz etlerinin kalite değişimleri ile uyumlu olarak artış gösteren renk farkı değerleri ortaya konmuştur. Kaşar peyniri paketlerinde arzu edildiği gibi artan renk farkı gözlemlenirken, mandalina örneklerinin paketlerinde bulgularan renk değişimleri depolama boyunca daha kısıtlı kalmıştır. Gıdanın tipine bağlı olarak indikatörde gerçekleşecek renk değişimi farklılık gösterebilir. Kısa sürede bozulmaya yatkın gıda örneklerinde pH değişimi de daha yoğun gerçekleşeceği için filmlerde oluşan renk farkı da belirgin olabilecektir. Bozulma hızının yanı sıra gıdanın kabuklu yapıda olması ortama geçen bileşiklerin miktarını sınırlandırarak pH değişiminin pakete yansımaları geciktirebilir. Taze meyvelerin hasat sonrası solunum hızları ve açığa çıkarmış oldukları gazların çeşidi (CO₂, etilen, asetaldehit) meyvenin kalite özelliklerindeki değişimleri etkilemektedir. Mandalinaların hasat sonrası yüksek miktarda asetaldehit ve etilen ürettiği bildirilmiştir ve bu gazların üzüm gibi ince kabuklu meyvelere kıyasla mandalinaların sahip olduğu kalın kabuk yapısından geçişinin daha az gerçekleştiği belirlenmiştir (Shi vd, ,2007). Literatürde açıklandığı gibi mandalinaların kabuk yapısı gazların dışarı çıkışını sınırlandırmış olabileceği için bulunduğu paketlerde değişimlerin filmlere yansımaları ve meyvede meydana gelen bozulmaların tespitini zorlaştırmaktadır.

Salatalık örneklerinin paketlerinde bulgularan renk değişimleri incelendiğinde akıllı filmlerde hızlı bir şekilde artan renk değişimi tespit edilmiştir. Paketlerde depolamanın başlangıcında (0. gün) 3,84 olarak belirlenen renk farkı, depolama sonunda (14. gün) 7,37 değerine ulaşmıştır (Çizelge 4.186.). Depolama sonunda (14 gün) paketlerde belirlenen renk farkı değerleri 7. gün ve 1. gün değerlerine göre istatistiki olarak önemlidir ($p<0,05$). Salatalık örneklerinin kalite kayıpları ile uyumlu olarak artan renk farkının belirlenmesi

akıllı ambalajlamanın salatalık için de uygulanabilir olduğunu desteklemektedir. Geliştirilen akıllı filmler meyve ve sebzenin özelliklerine göre farklı sonuç verebilmektedir. Mandalina ve salatalık uygulamaları arasındaki fark; salatalıkların solunum hızının mandalina örneklerine göre kısmen daha yüksek olması, salatalıkların mandalinaya kıyasla ince bir kabuğa sahip olması ve salatalığın mandalinaya göre yüksek su ve düşük şeker içeriği ile daha kısa sürede bozulmasından kaynaklabilmektedir. Ayrıca salatalık meyvesinde hasat sonrası etilen üretimi ile kalite kayıpları meydana gelmektedir. Çalışmalarda salatalıklarda etilen üretim davranışlarının bozulma ile daha yakından ilişkili olduğu ifade edilmektedir (Paul vd., 2012).

Tavuk eti örneklerinin paketlerinde bulgularan renk değişimleri incelendiğinde akıllı filmlerde başlangıçta düşük değerlerde olan renk değişimi 5. gün itibariyle artmıştır (Çizelge 4.187). Paketlerde depolamanın başlangıcında (0. gün) 0,89 olarak belirlenen renk farkı, depolama sonunda (7. gün) 7,09 değerine ulaşmıştır. Depolama boyunca paketlerde belirlenen renk farkı değerleri 5. gün önemli ölçüde ($p<0,05$) artış göstermiştir. Depolamanın 1. ve 3. günlerinde tespit edilen renk farkı değerleri arasında anlamlı fark bulgulanmamıştır ($p>0,05$). Depolamanın 5. gününde mikrobiyal bozulmanın da önemli ölçüde ($p<0,05$) artış göstermesine bağlı olarak ortamda oluşan mikrobiyal metabolitler bazik pH oluşturmuştur. Toplam aerobik canlı sayısı ve pH değerlerinde belirlenen bu uyum paket renk değişimine de yansımıştır.

Çizelge 4.184. Kaşar peynirlerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde ölçülen renk değerleri ve renk değişimi.

Renk değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)						
		1	7	14	21	28	35	42
L	Depolama sonu	29,69±4,07	31,7±2,49	31,52±0,45	30,34±1,61	29,8±2,48	31,76±1,4	31,72±0,27
	Başlangıç	33,54±1,01	37,52±6,35	33,44±1,33	32,15±3,22	33,09±0,68	33,68±1,32	32,9±1,2
a	Depolama sonu	4±0,91	3,38±1,09	2,92±1,61	1,48±0,35	1,8±0,38	2,95±0,69	2,14±0,33
	Başlangıç	7,24±2,08	8,8±3,98	6,86±1,77	7,21±1,69	6,19±6,19	7,15±2,42	5,95±1,99
b	Depolama sonu	2,34±1,1	2,2±2,44	1,31±0,48	1,59±0,4	1,36±0,22	1,76±0,11	1,84±1,01
	Başlangıç	2,41±0,32	1,59±0,9	2,15±0,23	2,32±0,18	2,06±0,13	2,38±0,8	1,96±0,14
ΔE		5,14±0,96 ^{b,c}	8,07±0,95 ^a	5,05±0,28 ^{b,c}	6,1±0,08 ^b	5,66±1,01 ^b	4,03±0,27 ^c	4,03±0,27 ^c

*Aynı satırdaki farklı harfler istatistiksel olarak anlamlı fark ($p<0,05$) olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.185. Mandalina örneklerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde renk değerleri ve renk değişimi.

Renk Değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)							
		1	7	14	21	28	35	42	49
L	Depolama sonu	32,52±0,94	33,79±1,59	31,95±0,32	34,28±1,32	35,66±1,76	31,87±0,55	34,08±0,55	35,25±0,98
	Başlangıç	34,08±0,67	34,49±0,82	33,19±0,51	34,75±0,68	35,39±2,30	33,18±0,19	35,63±0,19	34,45±1,14
a	Depolama sonu	4,05±0,31	8,47±2,12	3,95±0,73	10,36±1,82	10,01±1,55	2,41±0,21	8,37±0,21	7,46±1,5
	Başlangıç	7,45±0,83	9,03±1,18	6,42±1,52	10,31±1,02	9,55±2,57	5,70±0,53	9,38±1,25	8,65±1,8
b	Depolama sonu	1,18±0,11	1,68±0,72	1,52±0,2	1,45±0,52	1,91±0,26	1,08±0,27	1,45±0,62	0,98±0,25
	Başlangıç	1,48±0,06	1,68±0,18	1,87±0,25	0,88±0,38	1,69±0,21	1,88±0,23	2,29±0,08	2,37±0,24
ΔE		3,77±0,01 ^a	1,88±1,14 ^{d,e}	2,82±0,47 ^{b,c}	1,31±0,06 ^e	1,86±0,03 ^{d,e}	3,63±0,15 ^a	3,58±0,71 ^{a,b}	2,39±0,37 ^{c,d}

*Aynı satırdaki farklı harfler istatistiksel olarak anlamlı fark ($p<0,05$) olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.186. Salatalık örneklerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde renk değerleri ve renk değişimi.

Renk Değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)		
		1	7	14
L	Depolama sonu	31,64±0,72	31,00±0,88	30,49±0,89
	Başlangıç	33,77±0,78	34,07±0,65	33,73±0,2
a	Depolama sonu	4,72±0,44	5,12±0,91	2,38±1,21
	Başlangıç	7,88±1,25	8,21±0,92	9,00±0,32
b	Depolama sonu	1,40±0,19	2,26±0,17	1,96±0,41
	Başlangıç	1,72±0,20	2,43±0,20	2,09±0,10
ΔE		3,84±0,07 ^b	4,32±0,51 ^b	7,37±0,27 ^a

*Aynı satırdaki farklı harfler istatistiksel olarak anlamlı fark ($p<0,05$) olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.187. Tavuk eti örneklerinin paketlenme yapıldığı nanokompozit filmlerin başlangıçta ve depolama boyunca analiz günlerinde renk değerleri ve renk değişimi.

Renk Değerleri	Örnek Grubu	Depolama Zamanı (gün)			
		1	3	5	7
L	Depolama sonu	33,46±1,03	32,51±1,7	31,2±0,2	30,33±0,60
	Başlangıç	33,79±1,33	33,1±1,46	29,83±8,01	34,26±1,28
a	Depolama sonu	8,03±1,45	6,26±1,98	2,90±0,67	3,08±0,32
	Başlangıç	8,52±1,95	6,80±2,66	6,89±1,73	8,94±2,17
b	Depolama sonu	2,69±0,33	2,92±0,34	2,11±0,19	3,82±0,20
	Başlangıç	2,69±0,32	2,76±0,58	2,62±0,35	3,14±0,60
ΔE		0,86±0,39 ^c	1,19±0,31 ^c	4,25±0,16 ^b	7,09±0,08 ^a

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Tez kapsamında biyoaktif bileşikler açısından zengin olan kestane, Toros sediri ve sığla kabuk atıkları ekstraktlarından yola çıkarak aktif gıda ambalajlama sistemleri geliştirilmiştir. Gıdalarda etkili bir şekilde uygulanabilir formda elden edilen aktif nanokompozit filmlere ek olarak akıllı özellik kazandırılmasıyla aktif ve akıllı gıda paketlenme sistemleri geliştirilmiştir ve model gıda uygulamaları incelenmiştir. Nanokompozit filmlerin geliştirilmesinde önemli bir yeri olan nanopartiküller kabuk ekstraktlarının kazeinat ile stabilize edilmiş zein proteinlerine yüklenmesiyle oluşturulmuştur. Nanoçöktürme, yüksek hızlı homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri kullanılarak kestane, sedir ve sığla ekstraktlarının enkapsüle edildiği zein nanopartikülleri optimum yöntem ve koşullarda sırasıyla 149,32, 150,78 ve 163,40 nm partikül boyutlarına ve %89, 78,31 ve 95,23 enkapsülasyon etkinliği değerlerine sahip olmuştur. Zein konsantrasyonu, nanopartiküllerin fiziksel özellikleri üzerinde en etkili proses değişkeni olarak bulunmuştur. Ekstrakt oranı da, kabuk ekstraktı yüklü zein nanopartiküllerinin enkapsülasyon etkinliği üzerinde önemli etki göstermiştir.

Zein nanopartikülleri içerisine enkapsüle edilen aktif kabuk ekstraktları kompozit film materyallerine eklenerek aktif nanokompozit filmler elde edilmiştir. Zein nanopartiküllerini içeren aktif nanokompozit filmlerin karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Film formülasyonunda yer alan karbonhidrat/protein oranı, zein nanopartikül oranı ve gliserol konsantrasyonu filmlerde istenen mekanik özellikleri, minimum su buharı geçirgenliğini ve maksimum opaklık değerlerini sağlayacak şekilde optimize edilmiştir. Optimum formülasyonları ile kestane, sedir ve sığla ekstraktı kullanılarak üretilen ZNP içeren nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliği sırasıyla 0,276, 0,215 ve 0,381 g.mm/m².h.kPa olup, gıdalardan nem kaybını önleyebilecek ölçüde düşük seviyede su buharı geçirgenlikleri sağlanmıştır. Nanokompozit filmlerin toplam fenolik madde miktarının her bir film tipi için içerdiği ekstrakt tipinin fenolik madde miktarı ile tutarlı olduğu görülmüştür. Aktif nanokompozit filmlerin *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* ve *Listeria monocytogenes* bakterilerine karşı antimikrobiyal etkileri belirlenmiştir ve bu etkinin maksimum değerleri sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerde görülmüştür. Aktif

nanokompozit filmlere akıllı özellik kazandırmak üzere farklı pH değerlerinde ve farklı konsantrasyonlarda uygun renk değişimi gösteren indikatör olarak antosiyanin seçilmiştir.

Model gıda uygulamalarında kaşar peyniri, mandalina ve salatalık örneklerinde gerçekleştirilen kaplama ve paketleme uygulamalarının kaşar peynirlerinde ve mandalinalarda kalite özellikleri üzerine olumlu etkisi olduğu ortaya konmuştur. Kaşar peynirlerinde en etkili uygulama paketleme olurken mandalina örneklerinde kaplama uygulaması etkili olmuştur. Uygulamalar toplam fenolik madde miktarındaki kayıpları azaltmasının yanı sıra mikrobiyal gelişimin yavaşlamasına katkı sağlamıştır. Bununla birlikte filmlerin renk değişimi üzerinden incelenen akıllı özellikleri kaşar peyniri, salatalık ve tavuk eti örneklerinde gıda bozulması ile uyumlu sonuçlar vererek belirgin renk farkı değerleri elde edilmiştir.

Günümüzde nüfusun yaşlanmasına bağlı olarak, tüketicilerin gıda ambalajları üzerinde son kullanma tarihini aramak yerine, görsellikler ile ürünün kalitesini kolayca anlayabileceği ambalajların geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu açıdan gıdalarda kullanımı uygun olabilecek akıllı filmlerin geliştirilmesinin bu alanda katkı sağlayacağı değerlendirilmekte, gerek halk sağlığının korunması gerekse gıdaların raf ömrünün uzatılması için aktif ve akıllı ambalajlama teknolojilerinin yakın gelecekte hayatımızda daha yaygın bir biçimde kullanılacağı öngörülmektedir.

KAYNAKLAR

- Abacı, Z. T. (2007) *Kayısı meyvesinde erken ve geç olgunlaşma üzerine etki eden biyokimyasal faktörlerin araştırılması* Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Malatya.
- Akarca, G. ve Yıldırım, G., (2021). Effects of the probiotic bacteria on the quality properties of mozzarella cheese produced from different milk. *Journal of Food Science and Technology*, 1-11.
- Alexandre, M. ve Dubois, P. (2000). Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses of a new class of materials. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 28(1-2), 1-63.
- Anton, N., Benoit, J.-P., Saulnier, P. (2008). Design and production of nanoparticles formulated from nano-emulsion templates—a review. *Journal of controlled release*, 128(3), 185-199.
- Arrieta, M. P., Peltzer, M. A., del Carmen Garrigós, M., Jiménez, A. (2013). Structure and mechanical properties of sodium and calcium caseinate edible active films with carvacrol. *Journal of Food Engineering*, 114(4), 486-494.
- Arslan, M. B. ve Şahin, H. T. (2016). Unutulan bir orman ürünü kaynağı: Anadolu Sığla ağacı (*Liquidambar orientalis* Miller). *Journal of Bartın Faculty of Forestry*, 18(1), 103-117.
- Aslan, Ö. (2014) *Development of alternative edible coatings for turkish delight (lokum) and determination of film properties* Yüksek Lisans Tezi, Yeditepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Assis, R. Q., Lopes, S. M., Costa, T. M. H., Flôres, S. H., Rios, A. d. O. (2017). Active biodegradable cassava starch films incorporated lycopene nanocapsules. *Industrial Crops and Products*, 109, 818827.

- Avena-Bustillos, R. J. ve Krochta, J. M. (1993). Water vapor permeability of caseinate-based edible films as affected by pH, calcium crosslinking and lipid content. *Journal of food science*, 58(4), 904-907.
- Ayala-Zavala J.F., González-Aguilar, G., Siddiqui M.W., (2018) Plant Food byproducts: Industrial Relevance for Food Additives and Nutraceuticals. California, CA: Apple Academic Press.
- Aydemir, O. ve Kurt, A. (2020). Farklı pastörizasyon koşullarının beyaz peynirin reolojik, tekstürel ve duyuşsal özelliklerine etkisi. *Gıda*, 45(6), 1083-1096.
- Aydingöz, M. ve Bulut, S. (2014). Egenin Gizli Kalmış Şifa İksiri: Sığla. *Afyon Kocatepe University Journal of Science & Engineering*, 14(1), 1-6.
- Bahşi, İ. (2005) *Kestane kabuğunda bulunan ellajik asit türevlerinin hidrolizi üzerine çalışmalar* Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Bal, B. C., Bektaş, İ., Kaymakçı, A. (2011). Sedir (Cedrus Libani A. Richard) odununun bazı önemli mekanik özellikleri ve bu özelliklerin tam kuru yoğunlukla ilişkisi, I. Ulusal Akdeniz Orman ve Çevre Sempozyumu, Kahramanmaraş.
- Bal, B. C., Bektaş, İ., Kaymakçı, A. (2012). Toros sedirinde genç odun ve olgun odunun bazı fiziksel ve mekanik özellikleri, *KSU Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 15(2), 17-27.
- Bal Öztürk, A. (2015) *Hedeflendirilmiş polimerik nanopartiküler taşıyıcı sistemlerin geliştirilmesi* Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Bandyopadhyay, S., Saha, N., Brodnjak, U. V., Saha, P. (2019). Bacterial cellulose and guar gum based modified PVP-CMC hydrogel films: Characterized for packaging fresh berries. *Food Packaging and Shelf Life*, 22, 100402.
- Bayram, M., Erdoğan, S., Yasemin, E., Saraçoğlu, O., Cemal, K. (2014). Farklı siyah havuç miktarlarının şalgam suyunun bileşimine ve duyuşsal özellikleri üzerine etkisi. *Akademik Gıda*, 12(1), 29-34.

- Bayramoğlu, E. E. (2010). Possibility of using Sigla tree (*Liquidambar orientalis* Mill. var *orientalis*) storax as bactericide in the soaking float. *Journal of the American Leather Chemists Association*, 105(02), 62-68.
- Bermúdez-Oria, A., Rodríguez-Gutiérrez, G., Vioque, B., Rubio-Senent, F., Fernández-Bolaños, J. (2017). Physical and functional properties of pectin-fish gelatin films containing the olive phenols hydroxytyrosol and 3, 4-dihydroxyphenylglycol. *Carbohydrate polymers*, 178, 368-377.
- Bierhalz, A. C. K., da Silva, M. A., Kieckbusch, T. G. (2012). Natamycin release from alginate/pectin films for food packaging applications. *Journal of Food Engineering*, 110(1), 18-25.
- Boufi, S., Haaj, S. B., Magnin, A., Pignon, F., Impéror-Clerc, M., Mortha, G. (2018). Ultrasonic assisted production of starch nanoparticles: Structural characterization and mechanism of disintegration. *Ultrasonics Sonochemistry*, 41, 327-336.
- Bourtoom, T. (2008). Edible films and coatings: characteristics and properties. *International food research journal*, 15(3), 237-248.
- Bower, C. K., Avena-Bustillos, R. J., Olsen, C. W., McHugh, T. H., Bechtel, P. J. (2006). Characterization of fish-skin gelatin gels and films containing the antimicrobial enzyme lysozyme. *Journal of Food Science*, 71(5), M141-M145.
- Bryant, A., Ustunol, Z., Steffe, J. (1995). Texture of Cheddar cheese as influenced by fat reduction. *Journal of Food Science*, 60(6), 1216-1219.
- Calafat, A. M., Silva, M. J., Reidy, J. A., Earl Gray, L., Samandar, E., Preau Jr, J. L., Herbert A. R. Needham, L. L. (2006). Mono-(3-carboxypropyl) phthalate, a metabolite of di-n-octyl phthalate. *Journal of Toxicology and Environmental Health, Part A*, 69(3), 215-227.
- Calero, N., Muñoz, J., Cox, P. W., Heuer, A., Guerrero, A. (2013). Influence of chitosan concentration on the stability, microstructure and rheological properties of O/W emulsions formulated with high-oleic sunflower oil and potato protein. *Food Hydrocolloids*, 30(1), 152-162.

- Campos-Requena, V. H., Rivas, B. L., Pérez, M. A., Figueroa, C. R., Figueroa, N. E., Sanfuentes, E. A. (2017). Thermoplastic starch/clay nanocomposites loaded with essential oil constituents as packaging for strawberries–In vivo antimicrobial synergy over *Botrytis cinerea*, *Postharvest Biology and Technology*, 129, 29-36.
- Ceylan, H. G., (2022) *Bifidobacterium bifidum* BB-12 ve *Lactobacillus rhamnosus* GG İçeren Yenilebilir Filmlerin Geliştirilmesi ve Kaplama Materyali Olarak Dilimlenmiş Eritme Peynirinde Kullanım Olanaklarının Araştırılması Doktora Tezi, Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa.
- Cha, D. S. ve Chinnan, M. S. (2004). Biopolymer-based antimicrobial packaging: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 44(4), 223-237.
- Chaichi, M., Hashemi, M., Badii, F., Mohammadi, A. (2017). Preparation and characterization of a novel bionanocomposite edible film based on pectin and crystalline nanocellulose. *Carbohydrate Polymers*, 157, 167-175.
- Chambi, H. ve Grosso, C. (2006). Edible films produced with gelatin and casein cross-linked with transglutaminase. *Food Research International*, 39(4), 458-466.
- Chang, C., Wang, T., Hu, Q., Luo, Y. (2017a). Zein/caseinate/pectin complex nanoparticles: Formation and characterization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104, 117-124.
- Chang, C., Wang, T., Hu, Q., Zhou, M., Xue, J., Luo, Y. (2017b). Pectin coating improves physicochemical properties of caseinate/zein nanoparticles as oral delivery vehicles for curcumin. *Food Hydrocolloids*, 70, 143-151.
- Chen, L., Remondetto, G. E., Subirade, M. (2006). Food protein-based materials as nutraceutical delivery systems. *Trends in Food Science & Technology*, 17(5), 272-283.
- Chen, X., Lee, D. S., Zhu, X., Yam, K. L. (2012). Release kinetics of tocopherol and quercetin from binary antioxidant controlled-release packaging films, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(13), 3492-3497.

- Córdoba, L. J. P. ve Sobral, P. J. (2017). Physical and antioxidant properties of films based on gelatin, gelatin-chitosan or gelatin-sodium caseinate blends loaded with nanoemulsified active compounds. *Journal of Food Engineering*, 213, 47-53.
- Cruz-Diaz, K., Cobos, Á., Fernández-Valle, M. E., Díaz, O., Cambero, M. I. (2019). Characterization of edible films from whey proteins treated with heat, ultrasounds and/or transglutaminase. Application in cheese slices packaging. *Food Packaging and Shelf Life*, 22, 100397.
- Chambi, H. N. M. ve Grosso, C. R. F. (2011). Mechanical and water vapor permeability properties of biodegradable films based on methylcellulose, glucomannan, pectin and gelatin. *Food Science and Technology*, 31, 739-746.
- Chau, C. F., Wu, S. H., Yen, G. C. (2007). The development of regulations for food nanotechnology. *Trends in Food Science & Technology*, 18(5), 269-280.
- Cuartero, M., Ortuño, J. A., Truchado, P., García, M. S., Tomás-Barberán, F. A., Alberro, M. I. (2011). Voltammetric behaviour and square-wave voltammetric determination of the potent antioxidant and anticarcinogenic agent ellagic acid in foodstuffs. *Food chemistry*, 128(2), 549-554.
- Çakmakçı, S. ve Gökalp, H. Y. (1992). Gıdalarda kısaca oksidasyon; antioksidantlar ve gıda sanayiinde kullanımları. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 23(2), 174-192.
- Çalgeriş, İ. (2010) *Fındık kabuğundan lignin izolasyonu ve lignin/nişasta biyoçözünür polimerlerin elde edilmesi* Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- da Rosa, C. G., Sganzerla, W. G., Maciel, M. V. D. O. B., de Melo, A. P. Z., da Rosa Almeida, A., Nunes, M. R., Bertoldi F. C., Barreto, P. L. M. (2020). Development of poly (ethylene oxide) bioactive nanocomposite films functionalized with zein nanoparticles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 586, 124268.

- da Silva, M. A., Bierhalz, A. C. K., Kieckbusch, T. G. (2009). Alginate and pectin composite films crosslinked with Ca^{2+} ions: Effect of the plasticizer concentration. *Carbohydrate Polymers*, 77(4), 736-742.
- da Silva Filipini, G., Romani, V. P., Guimarães Martins, V. (2021). Blending collagen, methylcellulose, and whey protein in films as a greener alternative for food packaging: Physicochemical and biodegradable properties. *Packaging Technology and Science*, 34(2), 91-103.
- D'auria, M., Mauriello, G., Rana, G.L. (2004). Volatile organic compounds from saffron. *Flavour and Fragrance Journal*, 19, 17-23.
- De Pilli, T. (2020). Development of a vegetable oil and egg proteins edible film to replace preservatives and primary packaging of sweet baked goods. *Food Control*, 107273.
- Debeaufort, F., Quezada-Gallo, J. A., Voilley, A. (1998). Edible films and coatings: tomorrow's packagings: a review. *Critical Reviews in Food Science*, 38(4), 299-313.
- Debeaufort, F. ve Voilley, A. (2009). Lipid-based edible films and coatings. In *Edible films and coatings for food applications* (pp. 135-168). Springer, New York, NY.
- De la Rosa, L. A., Alvarez-Parrilla, E., Shahidi, F. (2010). Phenolic compounds and antioxidant activity of kernels and shells of Mexican pecan (*Carya illinoensis*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(1), 152-162.
- Demirçakmak, B. (1994) *Cedrus libani uçucu yağının bileşimi* Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Deng, Y., Wu, Y., Li, Y. F., Yang, M. D., Shi, C. B., Zheng, C. J. (2006). Effects of high O_2 pretreatment and gibberellic acid on sensorial quality and storability of table grapes. *Food Science and Technology International*, 12(4), 307-313.
- Derwich, E., Benziane, Z., Boukir, A. (2010). Chemical composition and in vitro antibacterial activity of the essential oil of *Cedrus atlantica*. *International Journal of Agriculture and Biology*, 12(3), 381-385.

- Dhanapal, A., Sasikala, P., Rajamani, L., Kavitha, V., Yazhini, G., Banu, M. S. (2012). Edible films from polysaccharides. *Food Science and Quality Management*, 3(0), 9.
- Divsalar, E., Tajik, H., Moradi, M., Forough, M., Lotfi, M., Kuswandi, B. (2018). Characterization of cellulosic paper coated with chitosan-zinc oxide nanocomposite containing nisin and its application in packaging of UF cheese. *International Journal of Biological Macromolecules*, 109, 1311-1318.
- Dou, L., Li, B., Zhang, K., Chu, X., Hou, H. (2018). Physical properties and antioxidant activity of gelatin-sodium alginate edible films with tea polyphenols. *International Journal of Biological Macromolecules*, 118, 1377-1383.
- Duncan, T. V. (2011). Applications of nanotechnology in food packaging and food safety: barrier materials, antimicrobials and sensors. *Journal of Colloid And Interface Science*, 363(1), 1-24.
- Dursun, S. ve Erkan, N. (2009). Yenilebilir protein filmler ve su ürünlerinde kullanımı. *Journal of Fisheries Sciences*, 3(4), 352.
- Dursun, S., Erkan, N., Yesiltas, M. (2010). Dogal biyopolimer bazli (biyobozunur) nanokompozit filmler ve su ürünlerindeki uygulamalari. *Journal of Fisheries Sciences*, 4(1), 50.
- Earle, R. D. (1968). Meat and fish coatings: Alginate coatings. In *Edible coatings and soluble packaging*. Daniels, R., Ed. Noyes Data Corp., Park Ridge, NJ.
- Ebert, S., Koo, C. K., Weiss, J., McClements, D. J. (2017). Continuous production of core-shell protein nanoparticles by antisolvent precipitation using dual-channel microfluidization: Caseinate-coated zein nanoparticles. *Food Research International*, 92, 48-55.
- El Achaby, M., El Miri, N., Hannache, H., Gmouh, S., Aboulkas, A. (2018). Production of cellulose nanocrystals from vine shoots and their use for the development of nanocomposite materials. *International Journal of Biological Macromolecules*, 117, 592-600.

- Elzoghby A. O., Samy W. M., Elgindy N. A (2012) Protein-based nanocarriers as promising drug and gene delivery systems. *Journal of Controlled Release*, 161, 38-49.
- Erginkaya, Z., Kalkan, S., Ünal, E. (2014). Use of antimicrobial edible films and coatings as packaging materials for food safety. In *Food Processing: Strategies for Quality Assessment* (pp. 261-295). Springer, New York, NY.
- Ertuğral, T. G. (2022). Kasaplık Hayvan Et ve Et Ürünlerinin Dondurulmuş Muhafazası için Enerji Tasarrufu Sağlayabilen Faz Değişim Malzemelerinin Gözden Geçirilmesi. *Environmental Toxicology and Ecology*, 2(2), 122-132.
- Esteghlal, S., Niakousari, M., Hosseini, S. M. H. (2018). Physical and mechanical properties of gelatin-CMC composite films under the influence of electrostatic interactions. *International Journal of Biological Macromolecules*, 114, 1-9.
- Ezpeleta, I., Irache, J. M., Stainmesse, S., Chabenat, C., Gueguen, J., Popineau, Y., Orecchioni, A. M. (1996). Gliadin nanoparticles for the controlled release of all-trans-retinoic acid. *International Journal of Pharmaceutics*, 131(2), 191-200.
- Fan, K., Zhang, M., Jiang, F. (2019). Ultrasound treatment to modified atmospheric packaged fresh-cut cucumber: Influence on microbial inhibition and storage quality. *Ultrasonics Sonochemistry*, 54, 162-170.
- Fang, Z., Zhao, Y., Warner, R. D., Johnson, S. K. (2017). Active and intelligent packaging in meat industry. *Trends in Food Science & Technology*, 61, 60-71.
- Fernandes, L. M., Guimarães, J. T., Silva, R., Rocha, R. S., Coutinho, N. M., Balthazar, C. F., Tavares, M. I. B. (2020). Whey protein films added with galactooligosaccharide and xylooligosaccharide. *Food Hydrocolloids*, 104, 105755.
- Fernández-Agulló, A., Freire, M. S., Antorrena, G., Pereira, J. A., González-Álvarez, J. (2014). Effect of the extraction technique and operational conditions on the recovery of bioactive compounds from chestnut (*Castanea sativa*) bur and shell. *Separation Science and Technology*, 49(2), 267-277.

- Gahruie, H. H., Ziaee, E., Eskandari, M. H., Hosseini, S. M. H. (2017). Characterization of basil seed gum-based edible films incorporated with Zataria multiflora essential oil nanoemulsion. *Carbohydrate Polymers*, 166, 93-103.
- Galus, S. ve Lenart, A. (2013). Development and characterization of composite edible films based on sodium alginate and pectin. *Journal of Food Engineering*, 115(4), 459-465.
- Galgano, F., Condelli, N., Favati, F., di Bianco, V., Perretti, G., Caruso, M.C. (2015). Biodegradable packaging and edible coating for fresh-cut fruits and vegetables. *Italian Journal of Food Science*, 27(1), 1-20.
- Gavahian, M., Chu, Y. H., Mousavi Khaneghah, A. (2019). Recent advances in orange oil extraction: An opportunity for the valorisation of orange peel waste a review. *International Journal of Food Science & Technology*, 54(4), 925-932.
- Ghani, S., Barzegar, H., Noshad, M., Hojjati, M. (2018). The preparation, characterization and in vitro application evaluation of soluble soybean polysaccharide films incorporated with cinnamon essential oil nanoemulsions. *International Journal of Biological Macromolecules* 112, 197–202.
- Gontard, N., Guilbert, S., CUQ, J. L. (1992). Edible wheat gluten films: influence of the main process variables on film properties using response surface methodology. *Journal of Food Science*, 57(1), 190-195.
- Gounga M E, Xu S-Y, Wang Z, (2007). Whey protein isolate-based edible films as affected by protein concentration, glycerol ratio and pullulan addition in film formation. *Journal of Food Engineering*, 83(4): 521-530.
- Gönültaş, O. ve Sarıalan, N. (2017). Toros Sediri (Cedrus libani) kabuk taneninin fenolik bileşimi, *Kastamonu Üniversitesi Orman Fakültesi Dergisi*, 17(4), 594-602.
- Göncü, B., (2018) *Bazı Baharat Çeşitlerinin Dilimlenebilir Eritme Peyniri Üretiminde Kullanım Olanaklarının Araştırılması* Doktora Tezi, Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa.

- Guilbert, S. ve Gontard, N. (2005). Agro-polymers for edible and biodegradable films: review of agricultural polymeric materials, physical and mechanical characteristics. In *Innovations in food packaging* (pp. 263-276). Academic Press.
- Gul, O., Saricaoglu, F. T., Besir, A., Atalar, I., Yazici, F. (2018). Effect of ultrasound treatment on the properties of nano-emulsion films obtained from hazelnut meal protein and clove essential oil. *Ultrasonics sonochemistry*, 41, 466-474.
- Gullón, B., Eibes, G., Dávila, I., Moreira, M. T., Labidi, J., Gullón, P. (2018). Hydrothermal treatment of chestnut shells (*Castanea sativa*) to produce oligosaccharides and antioxidant compounds. *Carbohydrate polymers*, 192, 75-83.
- Guzey, D. ve McClements, D. J. (2006). Formation, stability and properties of multilayer emulsions for application in the food industry. *Advances in colloid and interface science*, 128, 227-248.
- Hanani, Z. N., Roos, Y. H., Kerry, J. P. (2014). Use and application of gelatin as potential biodegradable packaging materials for food products. *International Journal of Biological Macromolecules*, 71, 94-102.
- Hazen, C. (2003). Formulating function into beverages. *Food Product Design*, 12(10), 36-70.
- Hong, Y. H. ve McClements, D. J. (2007). Modulation of pH sensitivity of surface charge and aggregation stability of protein-coated lipid droplets by chitosan addition. *Food Biophysics*, 2(1), 46-55.
- Hu, K., Huang, X., Gao, Y., Huang, X., Xiao, H., McClements, D. J. (2015). Core-shell biopolymer nanoparticle delivery systems: Synthesis and characterization of curcumin fortified zein-pectin nanoparticles. *Food Chemistry*, 182, 275-281.
- Janjarasskul, T., Krochta, J. M. (2010). Edible packaging materials. *Annual Review of Food Science and Technology*, 1, 415-448.
- ISO. (2003). Microbiology of Food and Animal Feeding Stuffs: Horizontal Method for the Enumeration of Microorganisms: Colony-count Technique at 30° C. ISO.

- ISO. (2008). Microbiology of Food and Animal Feeding Stuffs: Horizontal Method for the Enumeration of Yeasts and Moulds. ISO.
- Jaspal, M. H., Ijaz, M., ul Haq, H. A., Yar, M. K., Asghar, B., Manzoor, A., Badar, I. H., Ullah S., Islam, M. S., Hussain, J. (2021). Effect of oregano essential oil or lactic acid treatments combined with air and modified atmosphere packaging on the quality and storage properties of chicken breast meat. *LWT*, 146, 111459.
- Jeya, J., Chandrasekaran, M., Venkatesan, S. P., Sriram, V., Britto, J. G., Mageshwaran, G., Durairaj, R. B. (2020). Scaling up difficulties and commercial aspects of edible films for food packaging: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 100, 210-222.
- Jiang, J., Oberdörster, G., Biswas, P. (2009). Characterization of size, surface charge, and agglomeration state of nanoparticle dispersions for toxicological studies. *Journal of Nanoparticle Research*, 11(1), 77-89.
- Jones, O. G. ve McClements, D. J. (2010). Functional biopolymer particles: design, fabrication, and applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 9(4), 374-397.
- Joye, I. J. ve McClements, D. J. (2013). Production of nanoparticles by anti-solvent precipitation for use in food systems. *Trends in Food Science & Technology*, 34(2), 109-123.
- Júnior, L. M., da Silva, R. G., Vieira, R. P., Alves, R. M. V. (2021). Water vapor sorption and permeability of sustainable alginate/collagen/SiO₂ composite films. *LWT*, 152, 112261.
- Jurić, S., Bureš, M. S., Vlahoviček-Kahlina, K., Stracenski, K. S., Fruk, G., Jalšenjak, N., Bandić, L. M. (2023). Chitosan-based layer-by-layer edible coatings application for the preservation of mandarin fruit bioactive compounds and organic acids. *Food Chemistry: X*, 100575.
- Kaewprachu, P. ve Rawdkuen, S. (2016). Application of active edible film as food packaging for food preservation and extending shelf life. *Microbes in Food and Health*, 185-205.

- Kasımoğlu, Z., Yıldırım, A., Alkan, S., Topuz, A., Şahin Nadeem, H. (2016). Microencapsulation of chestnut seedcoat's water extract by spray drying. *Journal of Ongoing Chemical Research*, 2(2): 34-44.
- Kester, J. J. ve Fennema, O. (1989). Resistance of lipid films to water vapor transmission. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 66(8), 1139-1146.
- Khodaei, D., Hamidi-Esfahani, Z., Lacroix, M. (2020). Gelatin and low methoxyl pectin films containing probiotics: Film characterization and cell viability. *Food Bioscience*, 36, 100660.
- Khorram, F., Ramezani, A., Hosseini, S. M. H. (2017). Effect of different edible coatings on postharvest quality of 'Kinnow' mandarin. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(4), 1827-1833.
- Kırcı, N. B., (2020) *Evaluation of edible films with palmarosa oil as active food packaging for kashar cheese* Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Klinkesorn, U., Sophanodora, P., Chinachoti, P., McClements, D. J., Decker, E. A. (2005). Stability of spray-dried tuna oil emulsions encapsulated with two-layered interfacial membranes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(21), 8365-8371.
- Koca, N. ve Metin, M. (2004). Textural, melting and sensory properties of low-fat fresh kashar cheeses produced by using fat replacers. *International Dairy Journal*, 14(4), 365-373.
- Kokoszka, S., Debeaufort, F., Lenart, A., Voilley, A. (2010). Water vapour permeability, thermal and wetting properties of whey protein isolate based edible films. *International Dairy Journal*, 20(1), 53-60.
- Kozlu, A. (2020) *Ayva çekirdeği müsilajının yenilebilir film kaplaması olarak bazı meyvelere uygulanması ve depolama süresince kalite özelliklerinin belirlenmesi* Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.

- Kriegel, C., Kit, K. M., McClements, D. J., Weiss, J. (2009). Nanofibers as Carrier Systems for Antimicrobial Microemulsions. Part I: Fabrication and Characterization. *Langmuir*, 25(2), 1154-1161.
- Kristo, E., Koutsoumanis, K. P., Biliaderis, C. G. (2008). Thermal, mechanical and water vapor barrier properties of sodium caseinate films containing antimicrobials and their inhibitory action on *Listeria monocytogenes*. *Food Hydrocolloids*, 22(3), 373-386.
- Kurek, M., Garofulić, I. E., Bakić, M. T., Šćetar, M., Uzelac, V. D. (2018). Development and evaluation of a novel antioxidant and pH indicator film based on chitosan and food waste sources of antioxidants. *Food Hydrocolloids*, 84, 238-246.
- Kurt, A. ve Kahyaoglu, T. (2014). Characterization of a new biodegradable edible film made from salep glucomannan. *Carbohydrate Polymers*, 104, 50-58.
- Lee, Y. S., Kim, J., Lee, S. G., Oh, E., Shin, S. C., Park, I. K. (2009). Effects of plant essential oils and components from Oriental sweetgum (*Liquidambar orientalis*) on growth and morphogenesis of three phytopathogenic fungi. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 93(3), 138-143.
- Li, J. H., Miao, J., Wu, J. L., Chen, S. F., Zhang, Q. Q. (2014). Preparation and characterization of active gelatin-based films incorporated with natural antioxidants. *Food Hydrocolloids*, 37, 166-173.
- Liang, J., Yan, H., Wang, X., Zhou, Y., Gao, X., Puligundla, P., Wan, X. (2017). Encapsulation of epigallocatechin gallate in zein/chitosan nanoparticles for controlled applications in food systems. *Food Chemistry*, 231, 19-24.
- Lin, Y., Wang, Y. H., Yang, X. Q., Guo, J., Wang, J. M. (2016). Corn protein hydrolysate as a novel nano-vehicle: Enhanced physicochemical stability and in vitro bioaccessibility of vitamin D3. *LWT-Food Science and Technology*, 72, 510-517.
- Liu, S. X. (2009). Antimicrobial coatings for ensuring safety of fresh produces. *Fresh Produce*, 3(Special Issue 1), 73-79.
- Liu, B., Xu, H., Zhao, H., Liu, W., Zhao, L., Li, Y., (2017). Preparation and characterization of intelligent starch/PVA films for simultaneous colorimetric indication and

antimicrobial activity for food packaging applications. *Carbohydrate Polymers*, 157, 842-849.

Liu, F., Antoniou, J., Li, Y., Ma, J., Zhong, F. (2015). Effect of sodium acetate and drying temperature on physicochemical and thermomechanical properties of gelatin films. *Food Hydrocolloids*, 45, 140-149.

Liu, Q., Jing, Y., Han, C., Zhang, H., Tian, Y. (2019). Encapsulation of curcumin in zein/caseinate/sodium alginate nanoparticles with improved physicochemical and controlled release properties. *Food Hydrocolloids*, 93, 432-442.

López-de-Dicastillo, C., Pezo, D., Nerín, C., López-Carballo, G., Catalá, R., Gavara, R., Hernández-Muñoz, P. (2012). Reducing oxidation of foods through antioxidant active packaging based on ethyl vinyl alcohol and natural flavonoids. *Packaging Technology and Science*, 25(8), 457-466.

Lukasik, K. V., Ludescher, R. D. (2006). Molecular mobility in water and glycerol plasticized cold-and hot-cast gelatin films. *Food Hydrocolloids*, 20(1), 96-105.

Ma, Q., Liang, T., Cao, L., Wang, L. (2018). Intelligent poly (vinyl alcohol)-chitosan nanoparticles-mulberry extracts films capable of monitoring pH variations. *International Journal of Biological Macromolecules*, 108, 576-584.

Macleod, N. A., Simons, J. P. (2002). Conformation, structure and molecular solvation: a spectroscopic and computational study of 2-phenoxy ethanol and its singly and multiply hydrated clusters. *Chemical Physics*, 283(1-2), 221-236.

Maleki, G., Sedaghat, N., Woltering, E. J., Farhoodi, M., Mohebbi, M. (2018). Chitosan-limonene coating in combination with modified atmosphere packaging preserve postharvest quality of cucumber during storage. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12, 1610-1621.

Mamelona, J., Pelletier, E., Girard-Lalancette, K., Legault, J., Karboune, S., Kermasha, S. (2007). Quantification of phenolic contents and antioxidant capacity of Atlantic Sea cucumber, *Cucumaria frondosa*. *Food Chemistry*, 104(3), 1040-1047.

- Manrich, A., Moreira, F. K., Otoni, C. G., Lorevice, M. V., Martins, M. A., Mattoso, L. H. (2017). Hydrophobic edible films made up of tomato cutin and pectin. *Carbohydrate polymers*, 164, 83-91.
- Marquez, G. R., Di Pierro, P., Mariniello, L., Esposito, M., Giosafatto, C. V., Porta, R. (2017). Fresh-cut fruit and vegetable coatings by transglutaminase-crosslinked whey protein/pectin edible films. *LWT*, 75, 124-130.
- McClements, D. J. (2012). Nanoemulsions versus microemulsions: terminology, differences, and similarities. *Soft matter*, 8(6), 1719-1729.
- McClements, D. J. (2015). Food emulsions: principles, practices, and techniques. (3rd ed.) 714p. Boca Raton: CRC Press. eISBN: 9780429154034.
- McGinty, D., Scognamiglio, J., Letizia, C. S., Api, A. M. (2010). Fragrance material review on 2-ethyl-1-hexanol. *Food and Chemical Toxicology*, 48, S115-S129.
- Medina, E., Caro, N., Abugoch, L., Gamboa, A., Díaz-Dosque, M., Tapia, C. (2019). Chitosan thymol nanoparticles improve the antimicrobial effect and the water vapour barrier of chitosan-quinoa protein films. *Journal of Food Engineering*, 240, 191-198.
- Memiş, S. (2017) *Çemen tohumu bazlı nanokil katkılı biyobozunur nanokompozit film üretimi ve karakterizasyonu* Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Mikkonen, K. S., Heikkinen, S., Soovre, A., Peura, M., Serimaa, R., Talja, R. A., Helén, H., Hyvönen, L. Tenkanen, M. (2009). Films from oat spelt arabinoxylan plasticized with glycerol and sorbitol. *Journal of Applied Polymer Science*, 114(1), 457-466.
- Mikkonen, K. S. ve Tenkanen, M. (2012). Sustainable food-packaging materials based on future biorefinery products: Xylans and mannans. *Trends in Food Science & Technology*, 28(2), 90-102.
- Mohamed, S. A., El-Sakhawy, M., El-Sakhawy, M. A. M. (2020). Polysaccharides, Protein and Lipid-Based Natural Edible Films in Food Packaging: A Review. *Carbohydrate Polymers*, 116178.

- Mohammadi, A., Hashemi, M., Hosseini, S. M. (2015). Chitosan nanoparticles loaded with Cinnamomum zeylanicum essential oil enhance the shelf life of cucumber during cold storage. *Postharvest Biology and Technology*, 110, 203-213.
- Morillon, V., Debeaufort, F., Blond, G., Capelle, M., Voilley, A. (2002). Factors affecting the moisture permeability of lipid-based edible films: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 42(1), 67-89.
- Modugno, F., Ribechini, E., Colombini, M. P. (2006). Aromatic resin characterisation by gas chromatography–mass spectrometry: Raw and archaeological materials. *Journal of Chromatography A*, 1134(1-2), 298-304.
- Mu, C., Guo, J., Li, X., Lin, W., Li, D. (2012). Preparation and properties of dialdehyde carboxymethyl cellulose crosslinked gelatin edible films. *Food Hydrocolloids*, 27(1), 22-29.
- Muppalla, S. R., Kanatt, S. R., Chawla, S. P., Sharma, A. (2014). Carboxymethyl cellulose–polyvinyl alcohol films with clove oil for active packaging of ground chicken meat. *Food Packaging and Shelf Life*, 2(2), 51-58.
- Nemazifard, M., Kavooosi, G., Marzban, Z., Ezedi, N. (2017). Physical, mechanical, water binding, and antioxidant properties of cellulose dispersions and cellulose film incorporated with pomegranate seed extract. *International Journal of Food Properties*, 20(2), 1501-1514.
- Ningrum, T. M. K., Sawitri, M. E., Manab, A. (2022). Study of Synbiotic Yoghurt Fortification with Red Dragon Fruit Peel Extract (*Hylocereus polyrhizus*) and Stevia Against Emulsion Properties and Color. *Jurnal Agripet*, 22(1), 120-126.
- Niponsak, A., Laohakunjit, N., Kerdchoechuen, O., Wongsawadee, P. (2016). Development of smart colourimetric starch–based indicator for liberated volatiles during durian ripeness. *Food Research International*, 89, 365-372.
- Okmen, G., Turkcan, O., Ceylan, O., Gork, G. (2014). The Antimicrobial Activity of *Aliquidambar orientalis* mill. Against Food Pathogens and Antioxidant Capacity of

Leaf Extracts. *African Journal of Traditional, Complementary and Alternative Medicines*, 11(5), 28-32.

Okumuş, M. (2019) *Kaşar peynirinin fiziko-kimyasal, tekstürel ve duyuşal özellikleri üzerine manda sütü kullanımının etkisi* Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.

Olawuyi, I. F. ve Lee, W. (2019). Influence of chitosan coating and packaging materials on the quality characteristics of fresh-cut cucumber. *Korean Journal of Food Preservation*, 26(4), 371-380.

Onaran, A. (2018). Endemik Anadolu Sığla Ağacı (*Liquidambar orientalis* Mill.) Bitki Ekstraktlarının Bazı Bitki Patojeni Funguslara Karşı Antifungal Etkilerinin Belirlenmesi. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 8(2), 202-208.

Otoni, C. G., de Moura, M. R., Aouada, F. A., Camilloto, G. P., Cruz, R. S., Lorevice, M. V., Mattoso, L. H. (2014). Antimicrobial and physical-mechanical properties of pectin/papaya puree/cinnamaldehyde nanoemulsion edible composite films. *Food Hydrocolloids*, 41, 188-194.

Otoni, C. G., Avena-Bustillos, R. J., Olsen, C. W., Bilbao-Sáinz, C., McHugh, T. H. (2016). Mechanical and water barrier properties of isolated soy protein composite edible films as affected by carvacrol and cinnamaldehyde micro and nanoemulsions. *Food Hydrocolloids*, 57, 72-79.

Oyeoka, H. C., Ewulonu, C. M., Nwuzor, I. C., Obele, C. M., Nwabanne, J. T. (2021). Packaging and degradability properties of polyvinyl alcohol/gelatin nanocomposite films filled water hyacinth cellulose nanocrystals. *Journal of Bioresources and Bioproducts*, 6(2), 168-185.

Oymaci, P. ve Altinkaya, S. A. (2016). Improvement of barrier and mechanical properties of whey protein isolate based food packaging films by incorporation of zein nanoparticles as a novel bionanocomposite. *Food Hydrocolloids*, 54, 1-9.

- Ozdemir, C. ve Demirci, M. (2006). Selected microbiological properties of Kashar cheese samples preserved with potassium sorbate. *International Journal of Food Properties*, 9(3), 515-521.
- Ozturkoglu-Budak, S., Akal, H. C., Bereli, N., Cimen, D., Akgonullu, S. (2021). Use of antimicrobial proteins of donkey milk as preservative agents in Kashar cheese production. *International Dairy Journal*, 120, 105090.
- Öksüztepe, G. ve Beyazgül, P. (2015). Akıllı ambalajlama sistemleri ve gıda güvenliği. *Fırat Üniversitesi Sağlık Bilimleri Veteriner Dergisi*, 29(1), 67-74.
- Özgenç, Ö., Durmaz, S., Çelik, G., Korkmaz, B., Yaylı, N. (2017). Comparative phytochemical analysis of volatile organic compounds by SPME-GC-FID/MS from six coniferous and nine deciduous tree bark species grown in Turkey. *South African Journal of Botany*, 113, 23-28.
- Páez-Hernández, G., Mondragón-Cortez, P., Espinosa-Andrews, H. (2019). Developing curcumin nanoemulsions by high-intensity methods: Impact of ultrasonication and microfluidization parameters. *LWT*, 111, 291-300.
- Panzella, L., Moccia, F., Nasti, R., Marzorati, S., Verotta, L., Napolitano, A. (2020). Bioactive phenolic compounds from agri-food wastes: An update on green and sustainable extraction methodologies. *Frontiers in Nutrition*, 7, 60.
- Park, S. Y., Marsh, K. S., Rhim, J. W. (2002). Characteristics of different molecular weight chitosan films affected by the type of organic solvents. *Journal of Food Science*, 67(1), 194-197.
- Pásztory, Z., Mohácsiné, I. R., Gorbacheva, G., Börcsök, Z. (2016). The utilization of tree bark. *BioResources*, 11(3), 7859-7888.
- Paşcalău, V., Popescu, V., Popescu, G. L., Dudescu, M. C., Borodi, G., Dinescu, A., Paul, M. (2012). The alginate/k-carrageenan ratio's influence on the properties of the cross-linked composite films. *Journal of Alloys and Compounds*, 536, S418-S423.
- Patel, A. R., Bouwens, E. C., Velikov, K. P. (2010a). Sodium caseinate stabilized zein colloidal particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58(23), 12497-12503.

- Patel, A., Hu, Y., Tiwari, J. K., Velikov, K. P. (2010b). Synthesis and characterisation of zein–curcumin colloidal particles. *Soft Matter*, 6(24), 6192-6199.
- Pereira, R., Tojeira, A., Vaz, D. C., Mendes, A., Bártolo, P. (2011). Preparation and characterization of films based on alginate and aloe vera. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 16(7), 449-464.
- Paul, V., Pandey, R., Srivastava, G. C. (2012). The fading distinctions between classical patterns of ripening in climacteric and non-climacteric fruit and the ubiquity of ethylene—an overview. *Journal of Food Science and Technology*, 49(1), 1-21.
- Peng, L., Dai, H., Wang, H., Zhu, H., Ma, L., Yu, Y., Zhang, Y. (2022). Effect of different dehydration methods on the properties of gelatin films. *Food Chemistry*, 374, 131814.
- Pereira Jr, V. A., de Arruda, I. N. Q., Stefani, R. (2015). Active chitosan/PVA films with anthocyanins from *Brassica oleraceae* (Red Cabbage) as Time–Temperature Indicators for application in intelligent food packaging. *Food Hydrocolloids*, 43, 180-188.
- Prietto, L., Pinto, V. Z., El Halal, S. L. M., de Moraes, M. G., Costa, J. A. V., Lim, L. T., Zavareze, E. D. R. (2018). Ultrafine fibers of zein and anthocyanins as natural pH indicator. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 98(7), 2735-2741.
- Quintanar-Guerrero, D., Allémann, E., Fessi, H., Doelker, E. (1998). Preparation techniques and mechanisms of formation of biodegradable nanoparticles from preformed polymers. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 24(12), 1113-1128.
- Ramos, M., Beltran, A., Valdes, A., Peltzer, M., Jimenez, A., Garrigos, M., Zaikov, G. (2013). Active Packaging for Fresh Food Based on the Release of Carvacrol and Thymol. *Chemistry & Chemical Technology*, 7(3), 295-303.
- Rao, M. S., Kanatt, S. R., Chawla, S. P., Sharma, A. (2010). Chitosan and guar gum composite films: Preparation, physical, mechanical and antimicrobial properties. *Carbohydrate Polymers*, 82(4), 1243-1247.
- Ratnayake, W. S. ve Jackson, D. S. (2008). Starch gelatinization. *Advances in Food and Nutrition Research*, 55, 221-268.

- Rawdkuen, S., Faseha, A., Benjakul, S., Kaewprachu, P. (2020). Application of anthocyanin as a color indicator in gelatin films. *Food Bioscience*, 100603.
- Realini, C. E. ve Marcos, B. (2014). Active and intelligent packaging systems for a modern society. *Meat science*, 98(3), 404-419.
- Rhim, J. W., Perry, K. (2007). Natural biopolymer-based nanocomposite films for packaging applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 47(4), 411-433.
- Ribeiro-Santos, R., Andrade, M., de Melo, N. R., Sanches-Silva, A. (2017). Use of essential oils in active food packaging: Recent advances and future trends. *Trends in Food Science & Technology*, 61, 132-140.
- Robledo, N., Vera, P., López, L., Yazdani-Pedram, M., Tapia, C., Abugoch, L. (2018). Thymol nanoemulsions incorporated in quinoa protein/chitosan edible films; antifungal effect in cherry tomatoes. *Food Chemistry*, 246, 211-219.
- Rodríguez, M., Osés, J., Ziani, K., Maté, J. I. (2006). Combined effect of plasticizers and surfactants on the physical properties of starch based edible films. *Food Research International*, 39(8), 840-846.
- Rodríguez-Torres, D., Murillo-Arango, W., Vaquiro-Herrera, H. A., Solanilla-Duque, J. F. (2017). Thermal and physicochemical properties of starches from three Colombian rice varieties. *Agronomía Colombiana*, 35(1), 116-124.
- Rojas-Graü, M. A., Avena-Bustillos, R. J., Friedman, M., Henika, P. R., Martín-Belloso, O., McHugh, T. H. (2006). Mechanical, barrier, and antimicrobial properties of apple puree edible films containing plant essential oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(24), 9262-9267.
- Roy, S. ve Rhim, J. W. (2020). Preparation of antimicrobial and antioxidant gelatin/curcumin composite films for active food packaging application. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 188, 110761.

- Saab, A. M., Harb, F. Y., Koenig, W. A. (2005). Essential oil components in heart wood of *Cedrus libani* and *Cedrus atlantica* from Lebanon, *Minerva Biotechnologica*, 17(3), 159.
- Sağdıç, O., Özkan, G., Özcan, M., Özçelik, S. (2005). A Study on Inhibitory Effects of Sığla Tree (*Liquidambar orientalis* Mill. var. *orientalis*) Storax Against Several Bacteria. *Phytotherapy Research*, 19, 549-551.
- Saliu, F. ve Della Pergola, R. (2018). Carbon dioxide colorimetric indicators for food packaging application: Applicability of anthocyanin and poly-lysine mixtures. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 258, 1117-1124.
- Sangsrirachan, S. ve Wanson, W. (2008). The antioxidant capacity of honey samples collected in the north part of Thailand in relationship with its total polyphenol. *KMITL Sci. J*, 8(2), 68-73.
- Sanguansri, P. ve Augustin, M. A. (2006). Nanoscale materials development—a food industry perspective. *Trends in Food Science & Technology*, 17(10), 547-556.
- Saraç, N. ve Şen, B. (2014). Antioxidant, mutagenic, antimutagenic activities, and phenolic compounds of *Liquidambar orientalis* Mill. var. *orientalis*. *Industrial Crops and Products*, 53, 60-64.
- Saraiva, L. E. F., Naponucena, L. D. O. M., da Silva Santos, V., Silva, R. P. D., de Souza, C. O., Souza, I. E. G. L., Druzian, J. I. (2016). Development and application of edible film of active potato starch to extend mini panettone shelf life. *LWT*, 73, 311-319.
- Sarıcaoğlu, F. T. (2018) *Mekanik Olarak Ayrılmış Tavuk Eti Proteinlerinden Antioksidan ve Antimikrobiyal Katkılı Yenilebilir Film Üretimi ve Isıl İşlem Görmüş Sucuklarda Kullanımı* Doktora Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun.
- Saucedo-Pompa, S., Rojas-Molina, R., Aguilera-Carbó, A. F., Saenz-Galindo, A., de La Garza, H., Jasso-Cantú, D., Aguilar, C. N. (2009). Edible film based on candelilla wax

to improve the shelf life and quality of avocado. *Food Research International*, 42(4), 511-515.

Shahbeig, H. ve Nosrati, M. (2020). Pyrolysis of municipal sewage sludge for bioenergy production: thermo-kinetic studies, evolved gas analysis, and techno-socio-economic assessment. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 119, 109567.

Shahvalizadeh, R., Ahmadi, R., Davandeh, I., Pezeshki, A., Moslemi, S. A. S., Karimi, S., Mohammadi, M. (2021). Antimicrobial bio-nanocomposite films based on gelatin, tragacanth, and zinc oxide nanoparticles–Microstructural, mechanical, thermo-physical, and barrier properties. *Food chemistry*, 354, 129492.

Shi J.X., Goldschmidt E.E., Goren R., Porat R. (2007). Molecular, biochemical and anatomical factors governing ethanol fermentation metabolism and accumulation of off-flavours in mandarins and grapefruit. *Postharvest Biology and Technology*, 46:242–251.

Silva, H. D., Cerqueira, M. Â., & Vicente, A. A. (2011). Nanoemulsions for Food Applications: Development and Characterization. *Food and Bioprocess Technology*, 5(3), 854–867.

Singh, P., Magalhães, S., Alves, L., Antunes, F., Miguel, M., Lindman, B., Medronho, B. (2019). Cellulose-based edible films for probiotic entrapment. *Food hydrocolloids*, 88, 68-74.

Siripatrawan, U. ve Noipha, S. (2012). Active film from chitosan incorporating green tea extract for shelf life extension of pork sausages. *Food Hydrocolloids*, 27(1), 102-108.

Siripatrawan, U. ve Vitchayakitti, W. (2016). Improving functional properties of chitosan films as active food packaging by incorporating with propolis. *Food Hydrocolloids*, 61, 695-702.

Skurtys, O., Acevedo, C., Pedreschi, F., Enronoe, J., Osorio, F., Aguilera, J. M. (2014). Food hydrocolloid edible films and coatings. Hauppauge, New York, USA: Nova Science Publishers, Incorporated.

- Sothornvit, R. ve Pitak, N. (2007). Oxygen permeability and mechanical properties of banana films. *Food Research International*, 40(3), 365-370.
- Souza, V. G. L. ve Fernando, A. L. (2016). Nanoparticles in food packaging: Biodegradability and potential migration to food—A review. *Food Packaging and Shelf Life*, 8, 63-70.
- Souza, A. C. D., Benze, R. F. E. S., Ferrão, E. S., Ditchfield, C., Coelho, A. C. V., Tadini, C. C. (2012). Cassava starch biodegradable films: Influence of glycerol and clay nanoparticles content on tensile and barrier properties and glass transition temperature. *LWT-Food Science and Technology*, 46(1), 110-117.
- Srinivasa, P., Baskaran, R., Ramesh, M., Prashanth, K. H., Tharanathan, R. (2002). Storage studies of mango packed using biodegradable chitosan film. *European Food Research and Technology*, 215(6), 504-508.
- Squillaci, G., Apone, F., Sena, L. M., Carola, A., Tito, A., Bimonte, M., Lucia, A. D., Colucci, G., Cara, F. L., Morana, A. (2018). Chestnut (*Castanea sativa* Mill.) industrial wastes as a valued bioresource for the production of active ingredients. *Process Biochemistry*, 64, 228-236.
- Su, X., Yang, Z., Tan, K. B., Chen, J., Huang, J., Li, Q. (2020). Preparation and characterization of ethyl cellulose film modified with capsaicin. *Carbohydrate Polymers*, 116259.
- Suderman, N., Isa, M. I. N., Sarbon, N. M. (2018). The effect of plasticizers on the functional properties of biodegradable gelatin-based film: A review. *Food Bioscience*, 24, 111-119.
- Surh, J., Gu, Y. S., Decker, E. A., McClements, D. J. (2005). Influence of environmental stresses on stability of o/w emulsions containing cationic droplets stabilized by SDS–fish gelatin membranes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(10), 4236-4244.
- Tang, Y., Zhang, X., Zhao, R., Guo, D., Zhang, J. (2018). Preparation and properties of chitosan/guar gum/nanocrystalline cellulose nanocomposite films. *Carbohydrate Polymers*, 197, 128-136.

- Swatloski, R. P., Spear, S. K., Holbrey, J. D., Rogers, R. D. (2002). Dissolution of cellulose with ionic liquids. *Journal of the American Chemical Society*, 124(18), 4974-4975.
- Tanaka, M., Ishizaki, S., Suzuki, T., Takai, R. (2001). Water vapor permeability of edible films prepared from fish water soluble proteins as affected by lipid type. *Journal-Tokyo University of Fisheries*, 87, 31-38.
- Thakur, R., Saberi, B., Pristijono, P., Golding, J., Stathopoulos, C., Scarlett, C., Bowyer, M., Vuong, Q. (2016). Characterization of rice starch- κ -carrageenan biodegradable edible film. Effect of stearic acid on the film properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 93, 952-960.
- Thakur, R., Pristijono, P., Scarlett, C. J., Bowyer, M., Singh, S. P., Vuong, Q. V. (2019a). Starch-based films: Major factors affecting their properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 132, 1079-1089.
- Thakur, R., Pristijono, P., Bowyer, M., Singh, S. P., Scarlett, C. J., Stathopoulos, C. E., Vuong, Q. V. (2019b). A starch edible surface coating delays banana fruit ripening. *LWT*, 100, 341-347.
- Tien, C. L., Vachon, C., Mateescu, M. A., Lacroix, M. (2001). Milk protein coatings prevent oxidative browning of apples and potatoes. *Journal of Food Science*, 66(4), 512-516.
- Tong, Q., Xiao, Q., Lim, L. T. (2008). Preparation and properties of pullulan–alginate–carboxymethylcellulose blend films. *Food Research International*, 41(10), 1007-1014.
- Tharanathan, R. N. (2003). Biodegradable films and composite coatings: past, present and future. *Trends in Food Science & Technology*, 14(3), 71-78.
- Tsai, Y. H., Yang, Y. N., Ho, Y. C., Tsai, M. L., Mi, F. L. (2018). Drug release and antioxidant/antibacterial activities of silymarin-zein nanoparticle/bacterial cellulose nanofiber composite films. *Carbohydrate polymers*, 180, 286-296.
- Turhan, K. N. (2009). Is edible coating an alternative to MAP for fresh and minimally processed fruits?. In X International Controlled and Modified Atmosphere Research Conference 876 (pp. 299-305).

TÜİK (2019). KESTANE RAPORU/2019.,

https://www.zmo.org.tr/genel/bizden_detay.php?kod=32458&tipi=38&sube=0#:~:text=Kestane%20%C3%BCretimimiz%202019%20y%C4%B1%C4%B1nda%2070,a%C4%9Fac%C4%B1%20say%C4%B1s%C4%B1%202%20milyon%20kadard%C4%B1r.,Eriřim tarihi: 05/01/2023.

Uçan, F. (2008) *DL-Limonenin mayalar üzerine antifungal etkisi* Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

Ünal, D. (2017) *Ozon uygulaması ve oksijen tutucu kullanımının modifiye atmosferde ambalajlanan tavuk etinin kalitesi üzerine etkileri* Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

Valdés, A., Burgos, N., Jiménez, A., Garrigós, M. C. (2015). Natural pectin polysaccharides as edible coatings. *Coatings*, 5(4), 865-886.

Valero, D., Díaz-Mula, H. M., Zapata, P. J., Guillén, F., Martínez-Romero, D., Castillo, S., Serrano, M. (2013). Effects of alginate edible coating on preserving fruit quality in four plum cultivars during postharvest storage. *Postharvest Biology and Technology*, 77, 1-6.

Vella, F. M., Laratta, B., La Cara, F., Morana, A. (2018). Recovery of bioactive molecules from chestnut (*Castanea sativa* Mill.) by-products through extraction by different solvents. *Natural Product Research*, 32(9), 1022-1032.

Vendruscolo, F., Albuquerque, P. M., Streit, F., Esposito, E., Ninow, J. L. (2008). Apple pomace: a versatile substrate for biotechnological applications. *Critical Reviews in Biotechnology*, 28(1), 1-12.

Vicente, A. A., Cerqueira, M. A., Hilliou, L., Rocha, C. M. R. (2011). Protein-based resins for food packaging. In *Multifunctional and nanoreinforced polymers for food packaging* (pp. 610-648). Woodhead Publishing.

Wei, Y. C., Cheng, C. H., Ho, Y. C., Tsai, M. L., Mi, F. L. (2017). Active gellan gum/purple sweet potato composite films capable of monitoring pH variations. *Food Hydrocolloids*, 69, 491-502.

- Witte, V. C., Krause, G. F., Bailey, M. E. (1970). A new extraction method for determining 2-thiobarbituric acid values of pork and beef during storage. *Journal of Food Science*, 35(5), 582-585.
- Wu, J., Chen, S., Ge, S., Miao, J., Li, J., Zhang, Q. (2013). Preparation, properties and antioxidant activity of an active film from silver carp (*Hypophthalmichthys molitrix*) skin gelatin incorporated with green tea extract. *Food Hydrocolloids*, 32(1), 42-51.
- Xiao, J., Li, Y., Huang, Q. (2016). Recent advances on food-grade particles stabilized Pickering emulsions: Fabrication, characterization and research trends. *Trends in Food Science & Technology*, 55, 48-60.
- Xu, L., Zhang, B., Qin, Y., Li, F., Yang, S., Lu, P., Wang, L., Fan, J. (2020). Preparation and characterization of antifungal coating films composed of sodium alginate and cyclolipopeptides produced by *Bacillus subtilis*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 143, 602–609.
- Yalçın, Ü., Andiç, S., Akkol, S. (2021). The Effect of Sodium Caseinate or Chitosan Edible Coatings on Some Chemical Textural and Microbiological Characteristics of Kashar Cheese. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 11(1), 290-302.
- Yapıcı, H. H., Baygar, T., Metin, C., Alparslan, Y. (2015). Günlük Ağacı (Liquidambar Orientalis) Yapraklarından Elde Edilen Ekstraktın Kültür Levreğinin (Dicentrarchus Labrax) Raf Ömrü ve Et Kalitesi Üzerine Etkisi. *Journal of Food and Health Science*, 1(4), 166-177.
- Yüksel, F. (2013). Gıda teknolojisinde ultrases uygulamaları. *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 8(2), 29-38.
- Zeuthen, P. ve Bogh-sorensen, L. (2003). Monitoring the effectiveness of food preservation. Food Preservation Techniques. CRC Press-Boca Raton Boston NewYork Washington, DC. Woodhead Publishing Limited, 24, 553-565.
- Zhai, X., Shi, J., Zou, X., Wang, S., Jiang, C., Zhang, J., Huang, X., Zhang, W., Holmes, M. (2017). Novel colorimetric films based on starch/polyvinyl alcohol incorporated with roselle anthocyanins for fish freshness monitoring. *Food Hydrocolloids*, 69, 308-317.

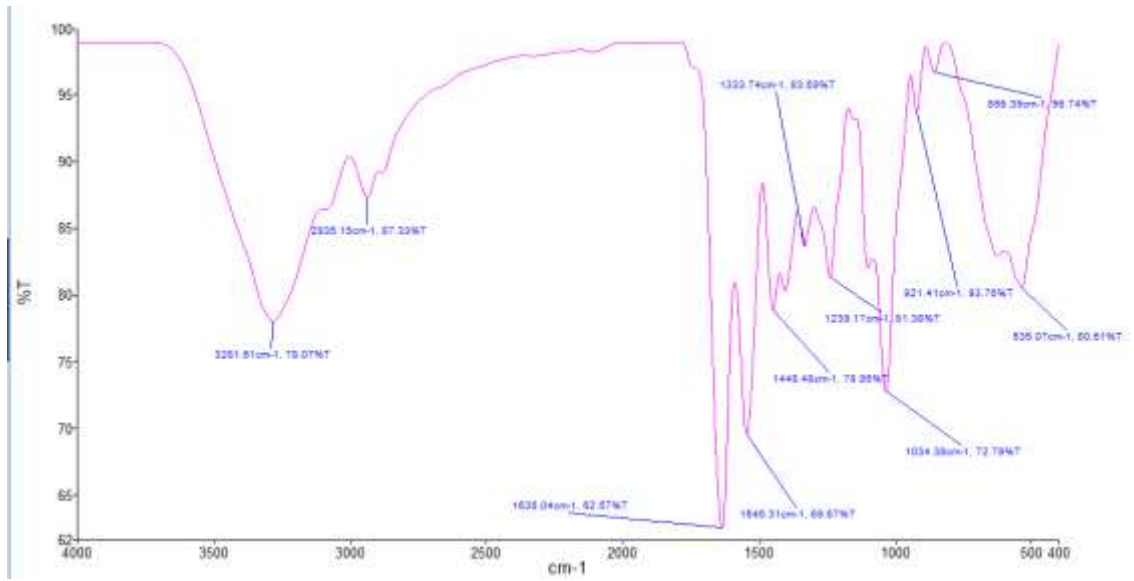
- Zhan, G., Pan, L. Q., Mao, S. B., Zhang, W., Wei, Y. Y., Tu, K. (2014). Study on antibacterial properties and major bioactive constituents of Chinese water chestnut (*Eleocharis dulcis*) peels extracts/fractions. *European Food Research and Technology*, 238(5), 789–796.
- Zhang, S. ve Zhao, H. (2017). Preparation and properties of zein–rutin composite nanoparticle/corn starch films. *Carbohydrate Polymers*, 169, 385-392.
- Zhang, S. ve Han, Y. (2018). Preparation, characterisation and antioxidant activities of rutin-loaded zein-sodium caseinate nanoparticles. *PLoS One*, 13(3), e0194951.
- Zhang, J., Zou, X., Zhai, X., Huang, X., Jiang, C., Holmes, M. (2019). Preparation of an intelligent pH film based on biodegradable polymers and roselle anthocyanins for monitoring pork freshness. *Food Chemistry*, 272, 306-312.
- Zhao, G., Lyu, X., Lee, J., Cui, X., Chen, W. N. (2019). Biodegradable and transparent cellulose film prepared eco-friendly from durian rind for packaging application. *Food Packaging and Shelf Life*, 21, 100345.
- Zhu, G., Sheng, L., Tong, Q. (2014). Preparation and characterization of carboxymethyl-gellan and pullulan blend films. *Food Hydrocolloids*, 35, 341-347.

EKLER

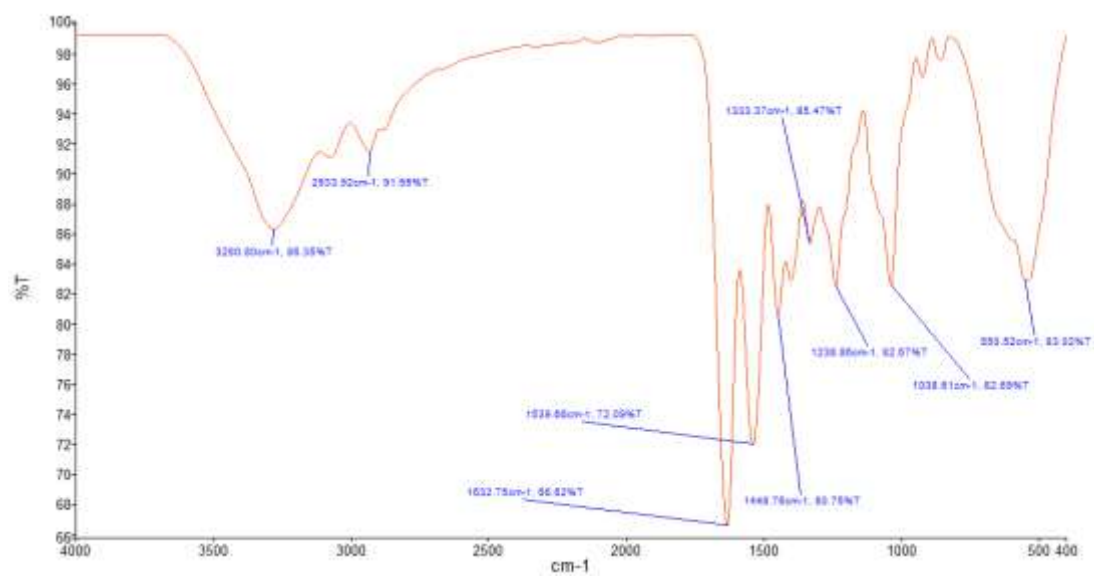
Ek 1. Nanokompozit filmlerin FTIR analizi sonucu elde edilen FTIR Spektrumları

Deneme desenine göre elde edilen 28 farklı **kestane ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin FTIR spektrumları** aşağıda sunulmuştur.

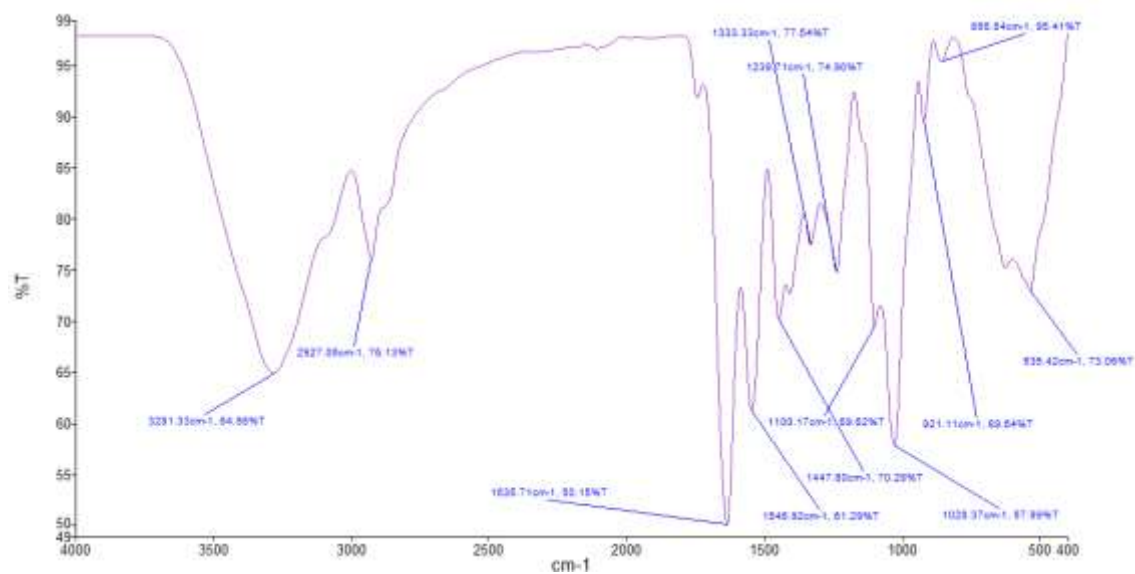
STD-1



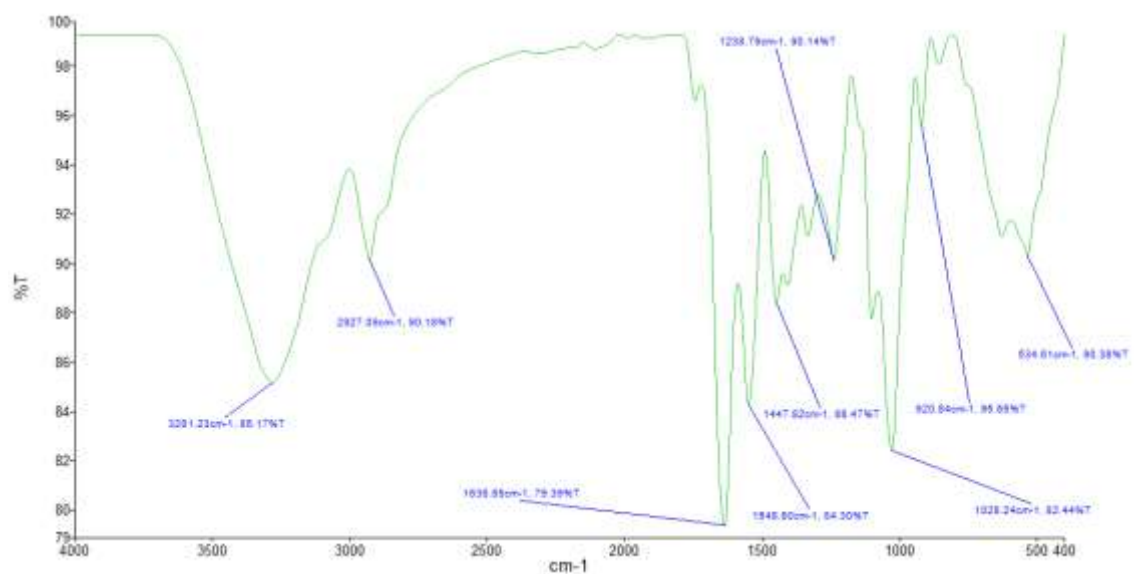
STD-2



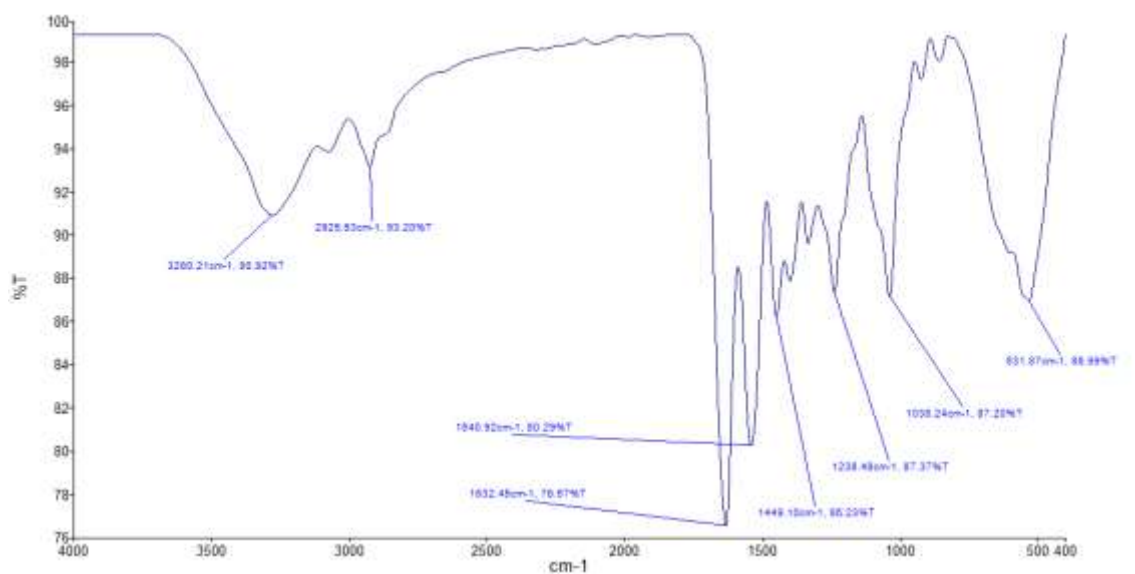
STD-3



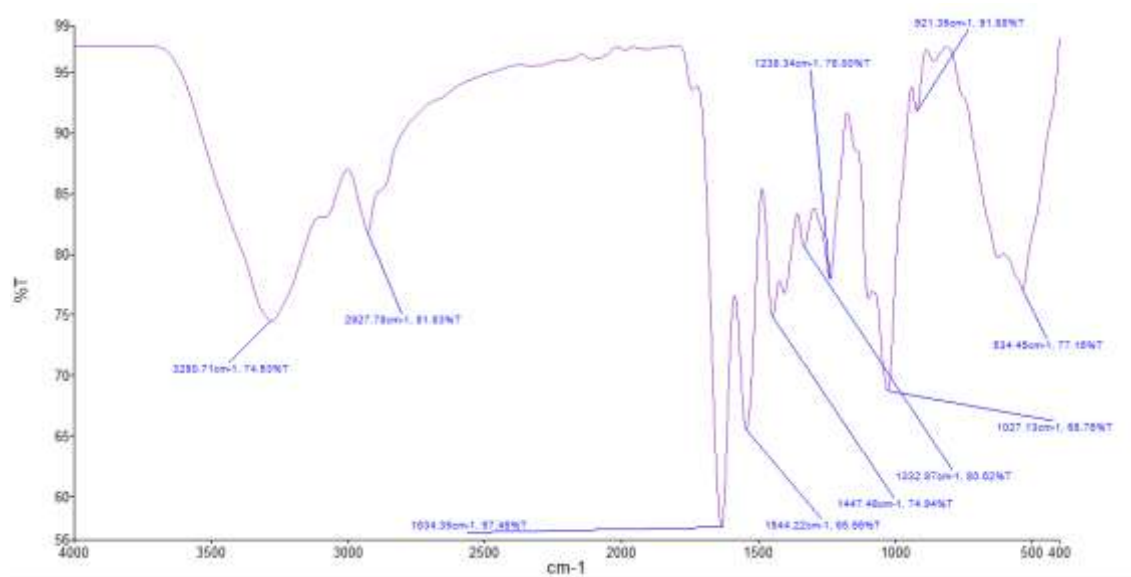
STD-4



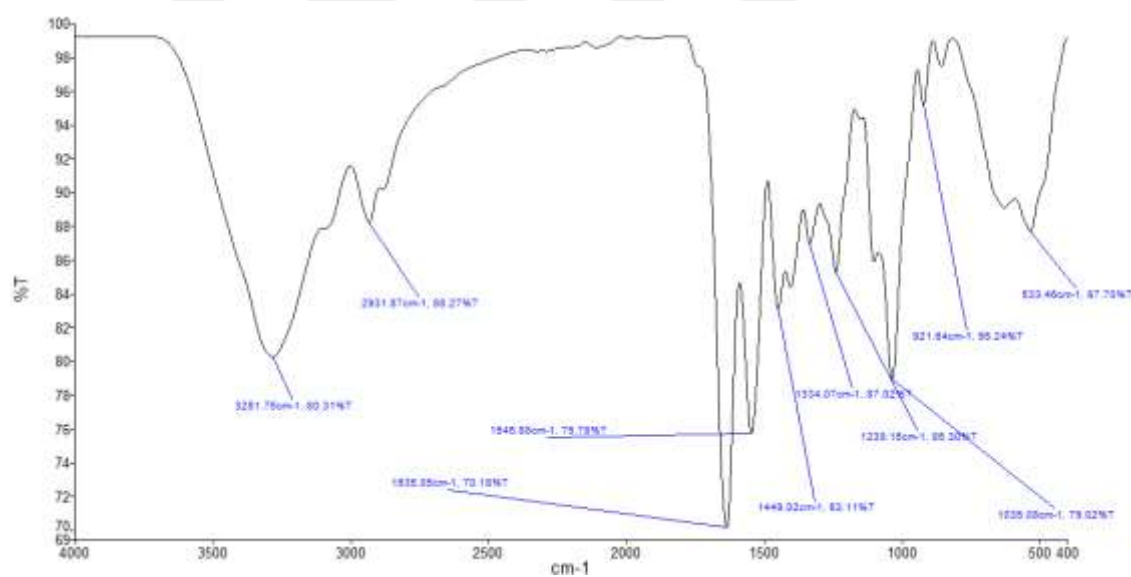
STD-5



STD-6



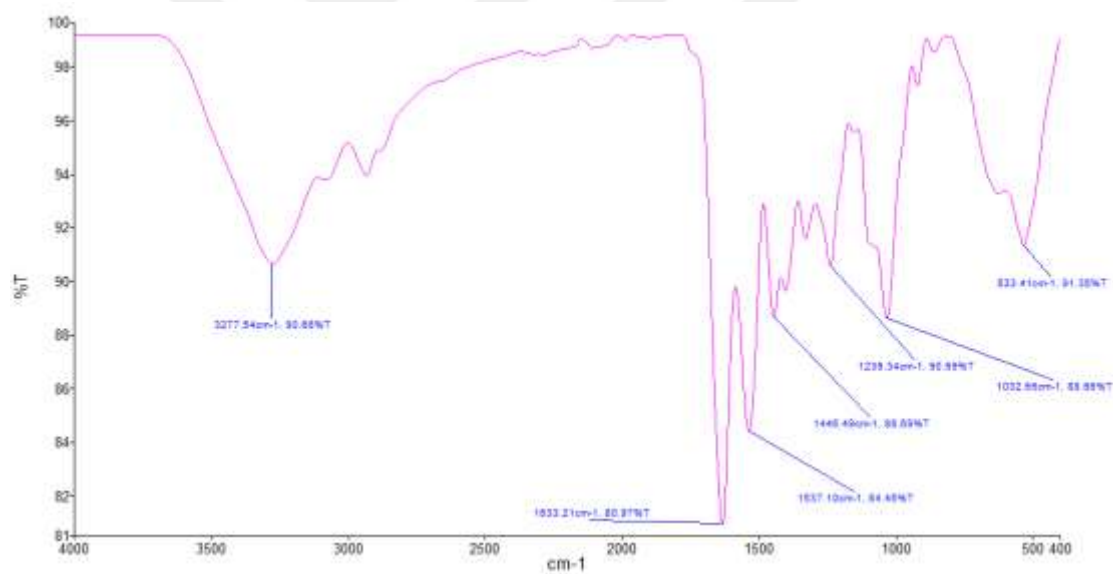
STD-7



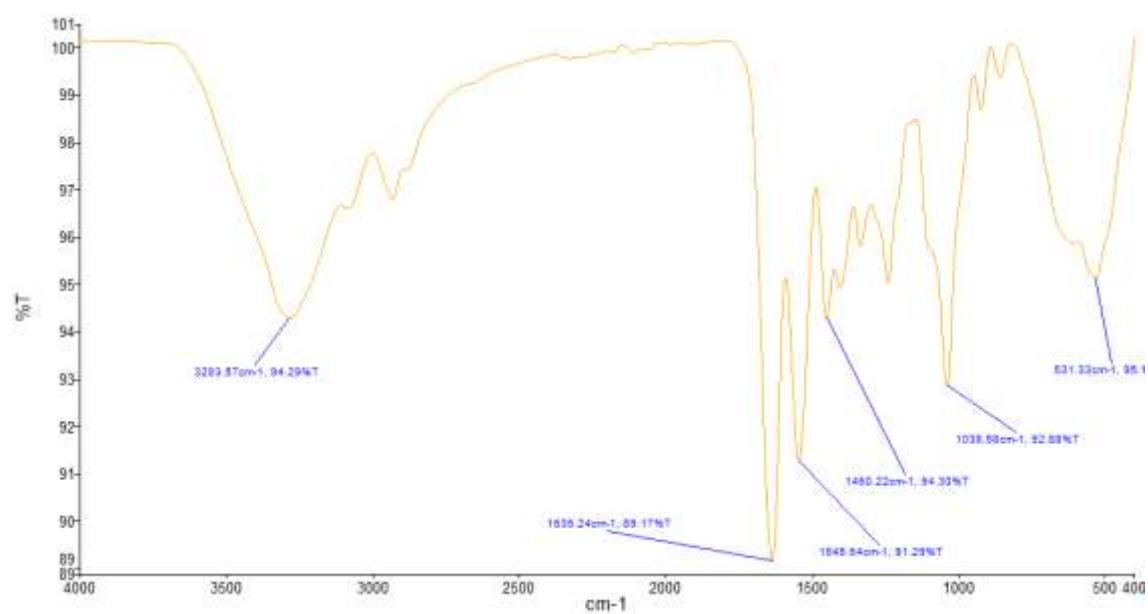
STD-8



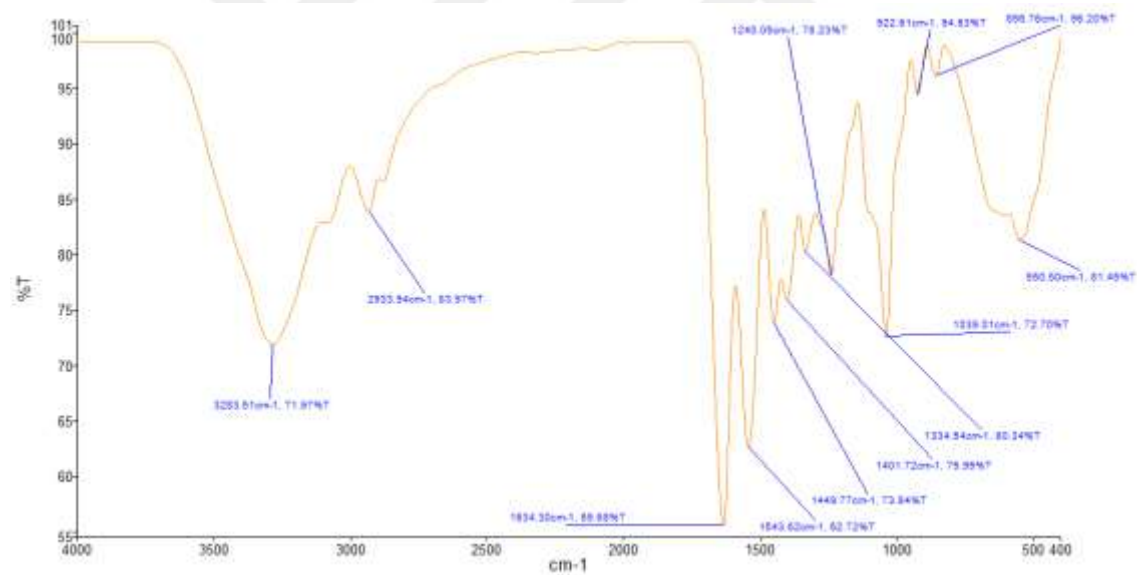
STD-9



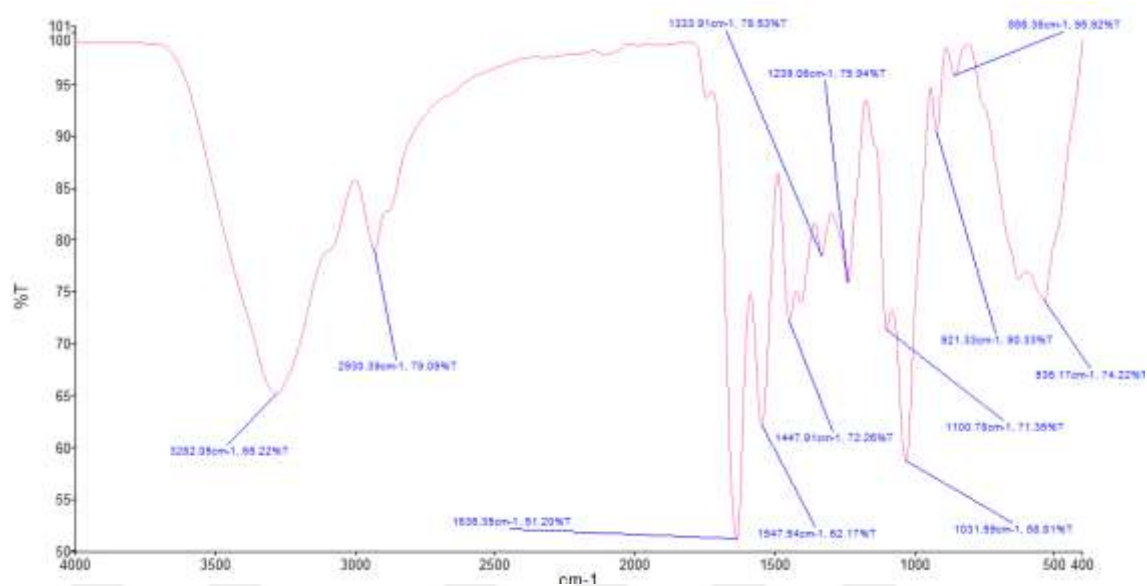
STD-10



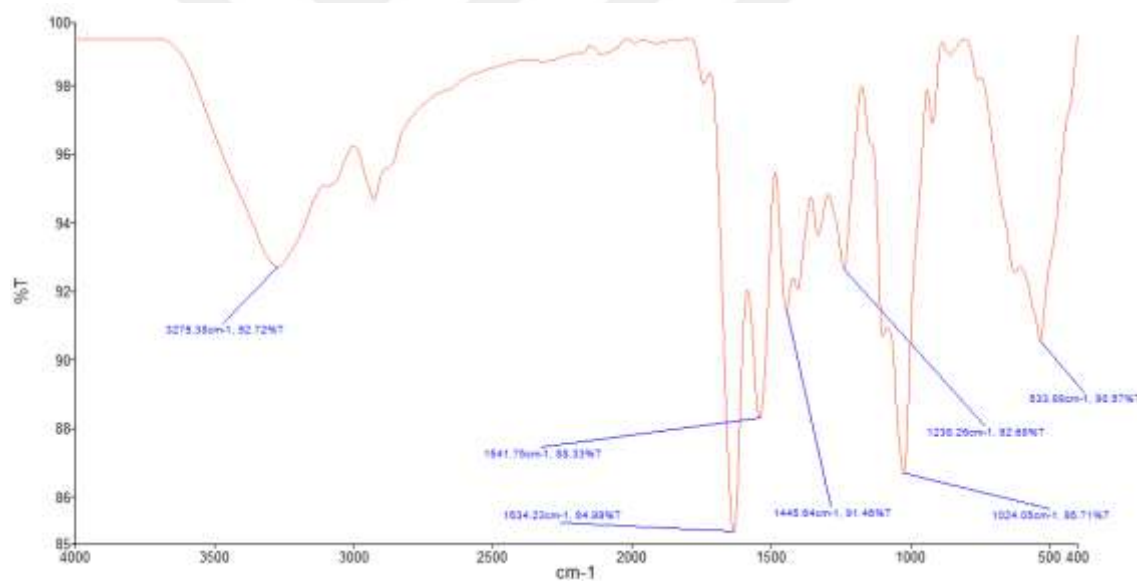
STD-11



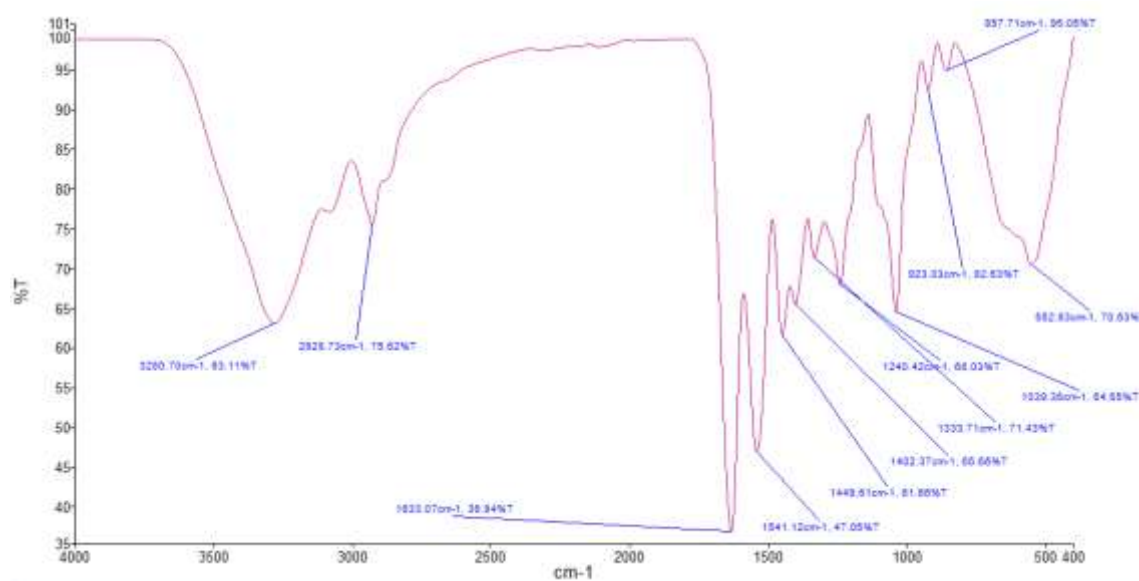
STD-12



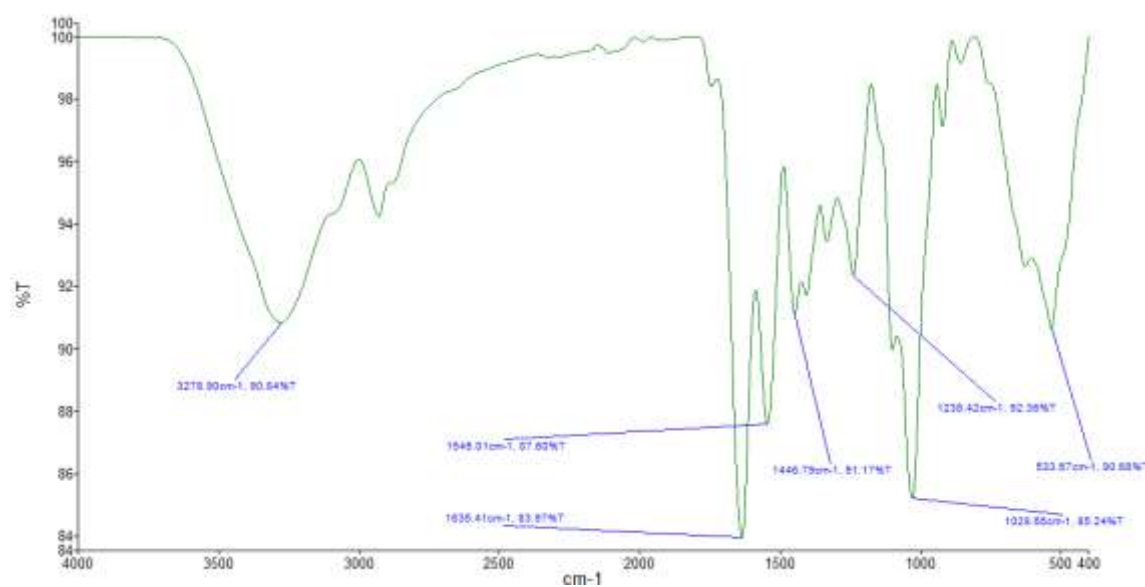
STD-13



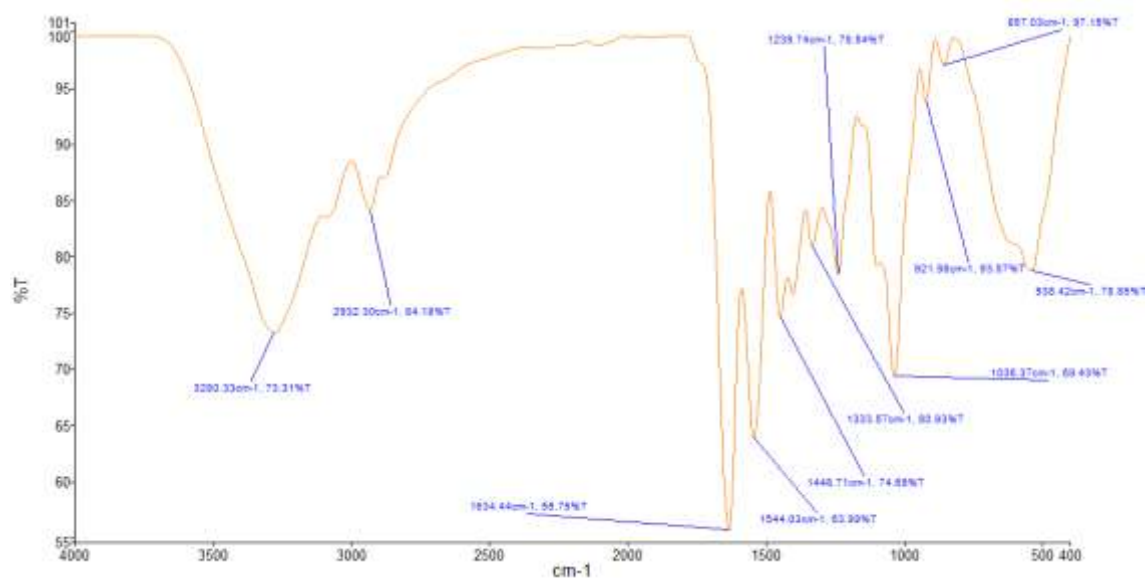
STD-14



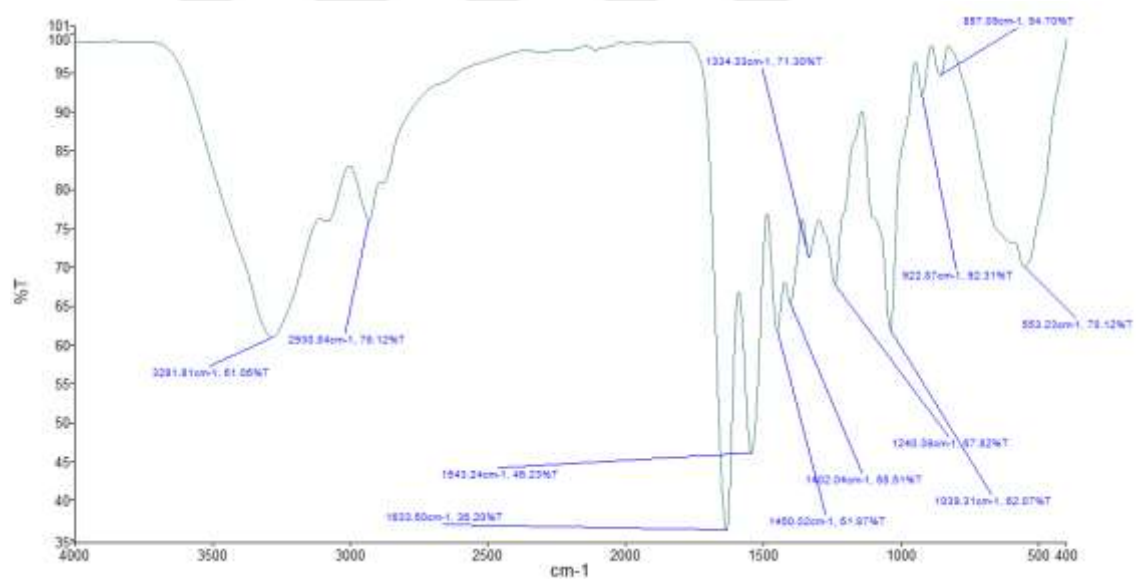
STD-15



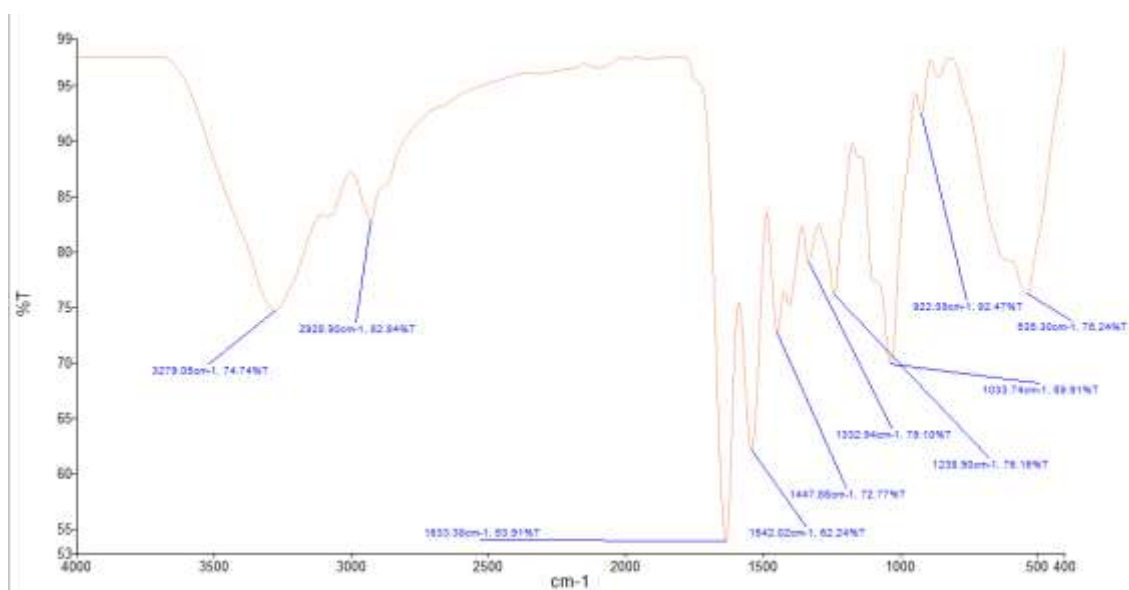
STD-16



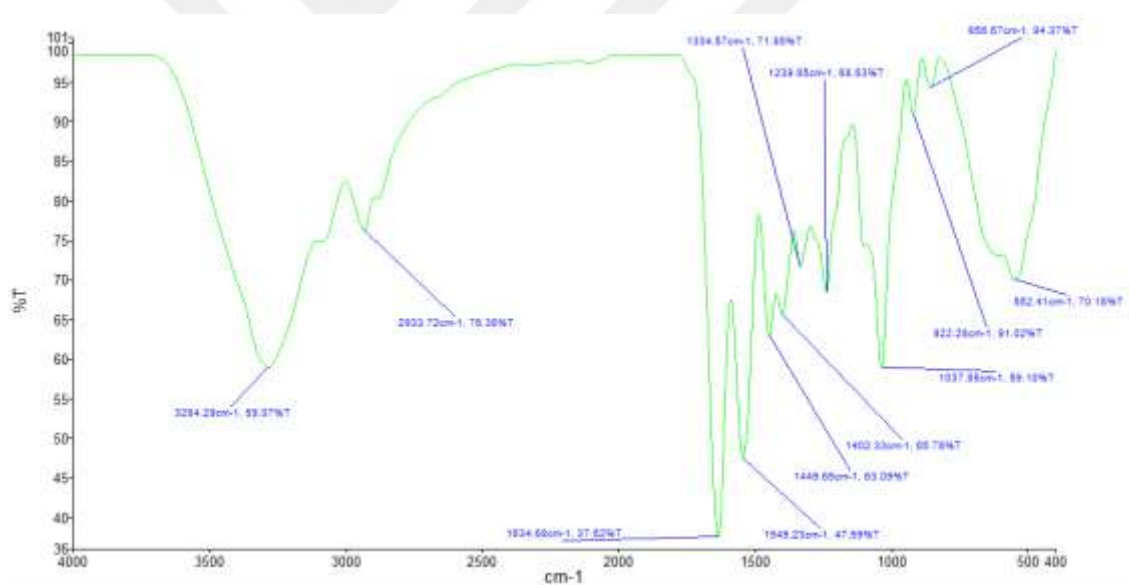
STD-17



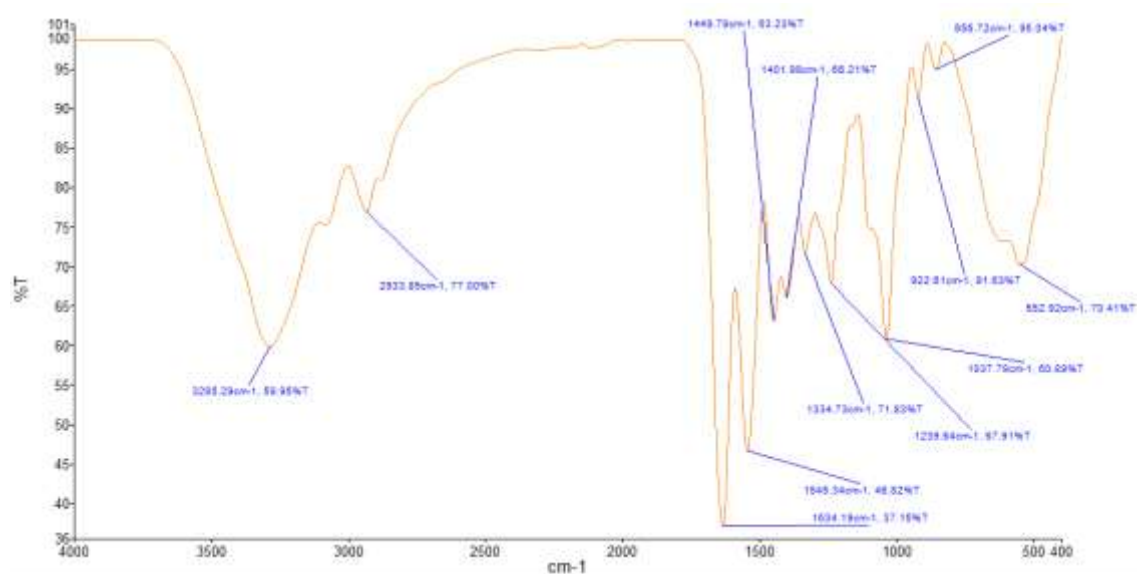
STD-18



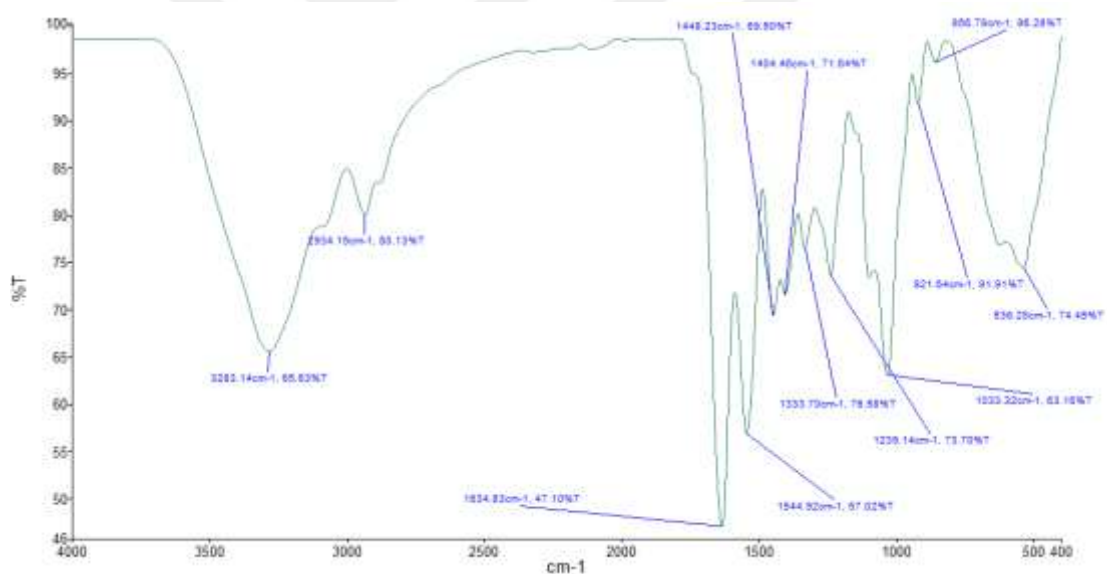
STD-19



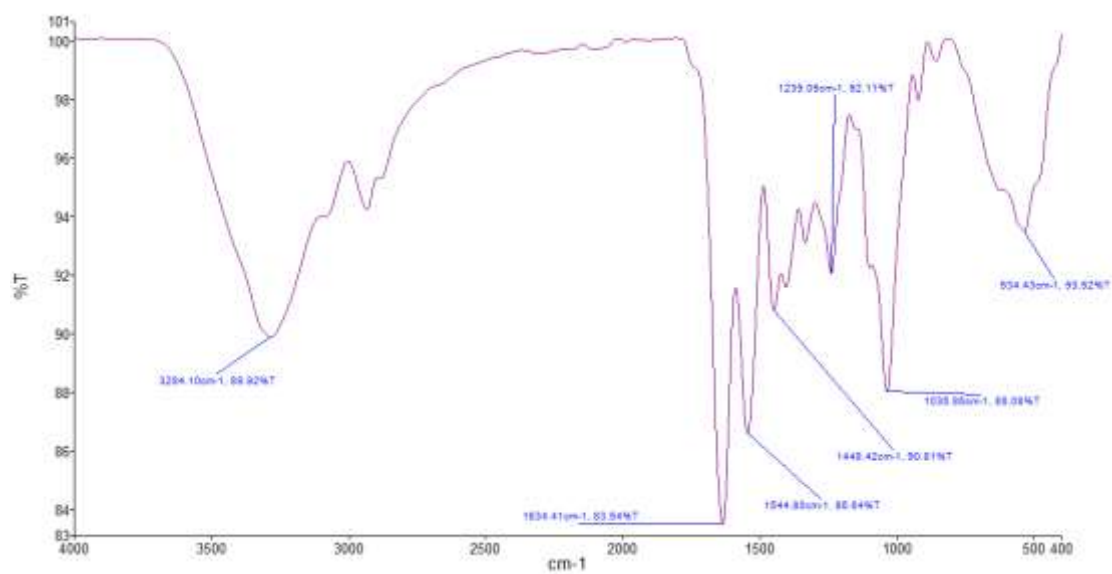
STD-20



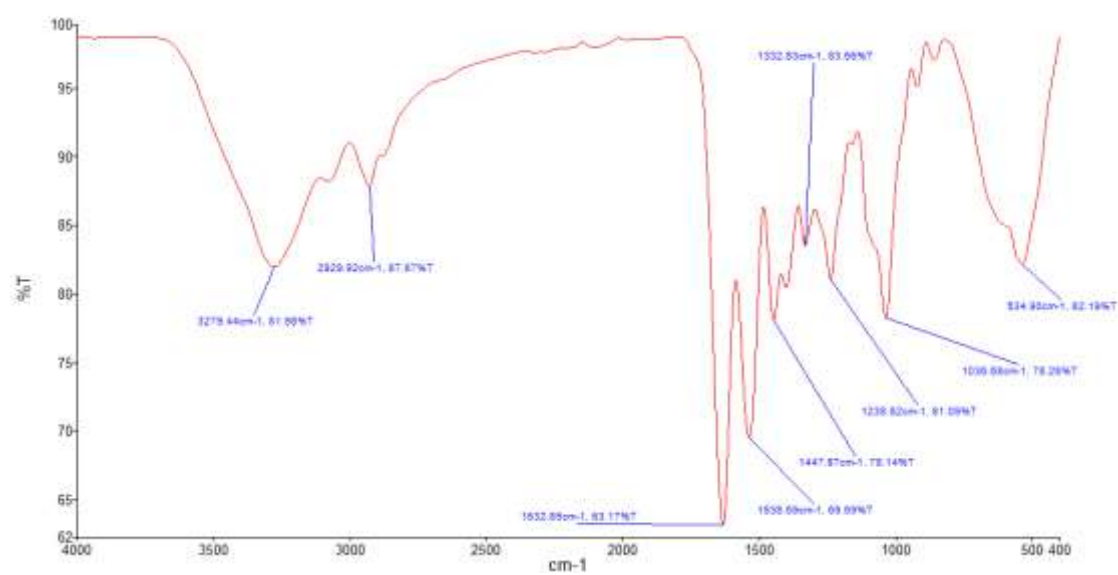
STD-21



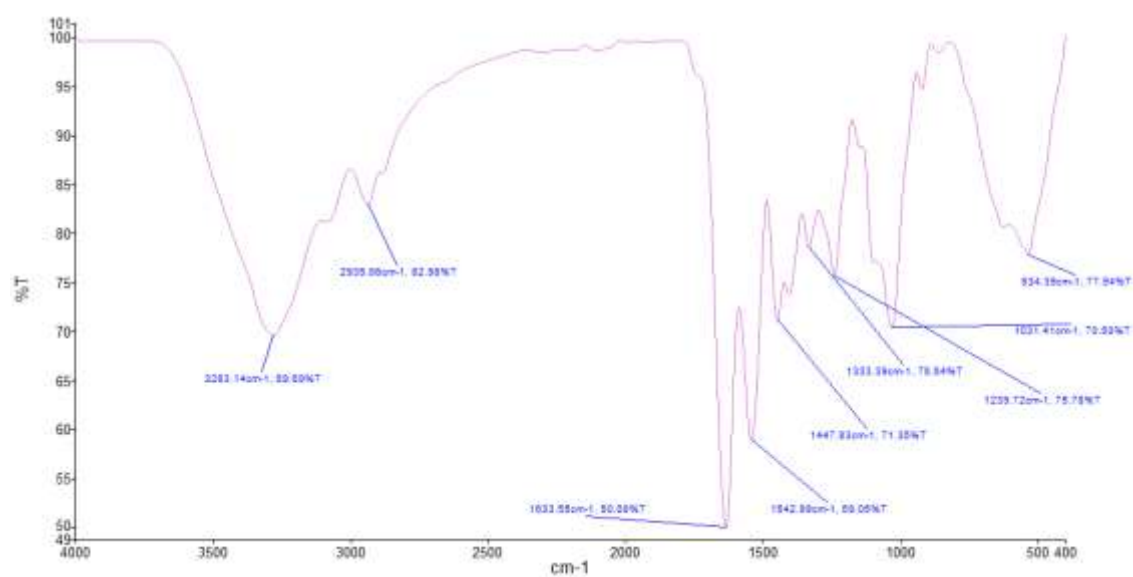
STD-22



STD-23



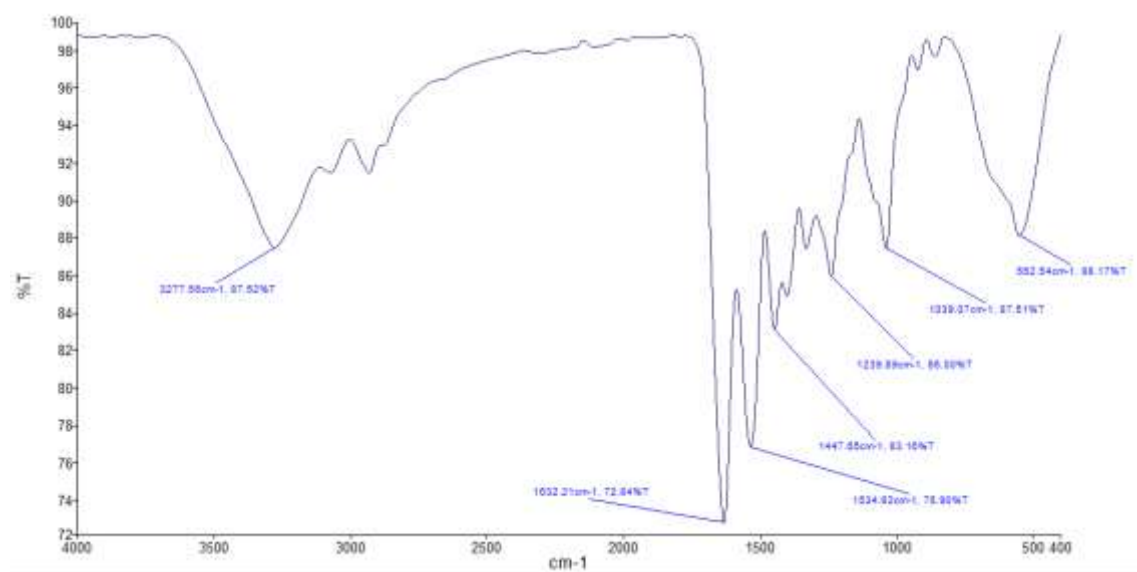
STD-24



STD-25



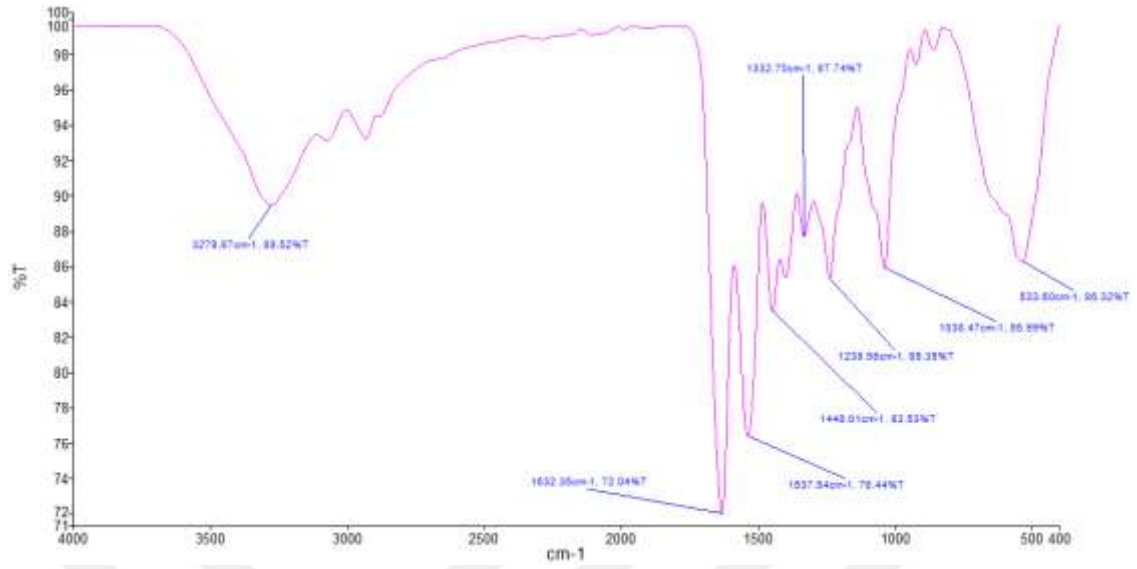
STD-26



STD-27

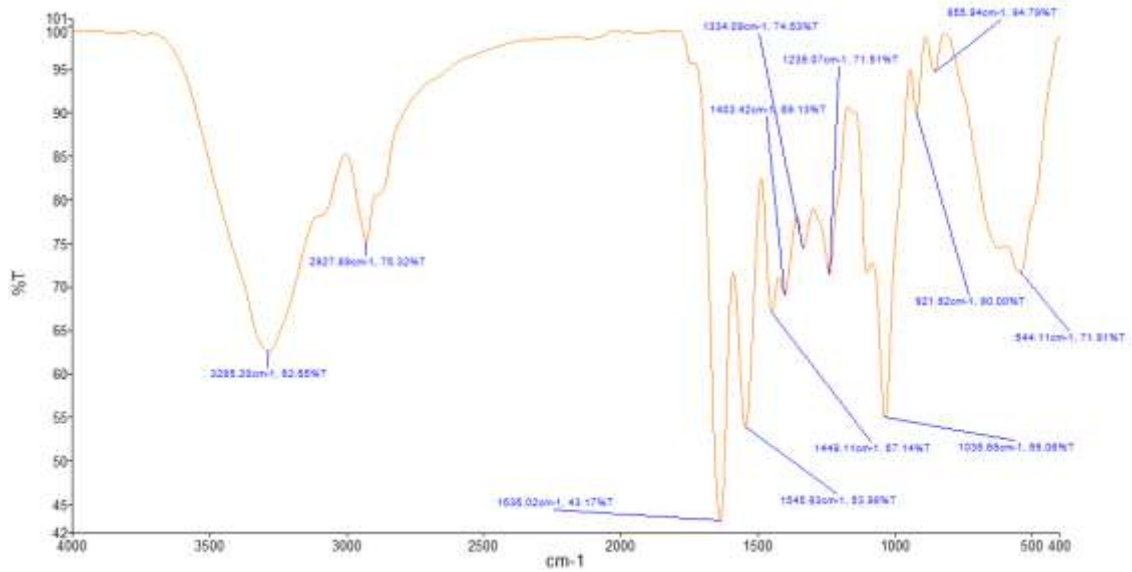


STD-28

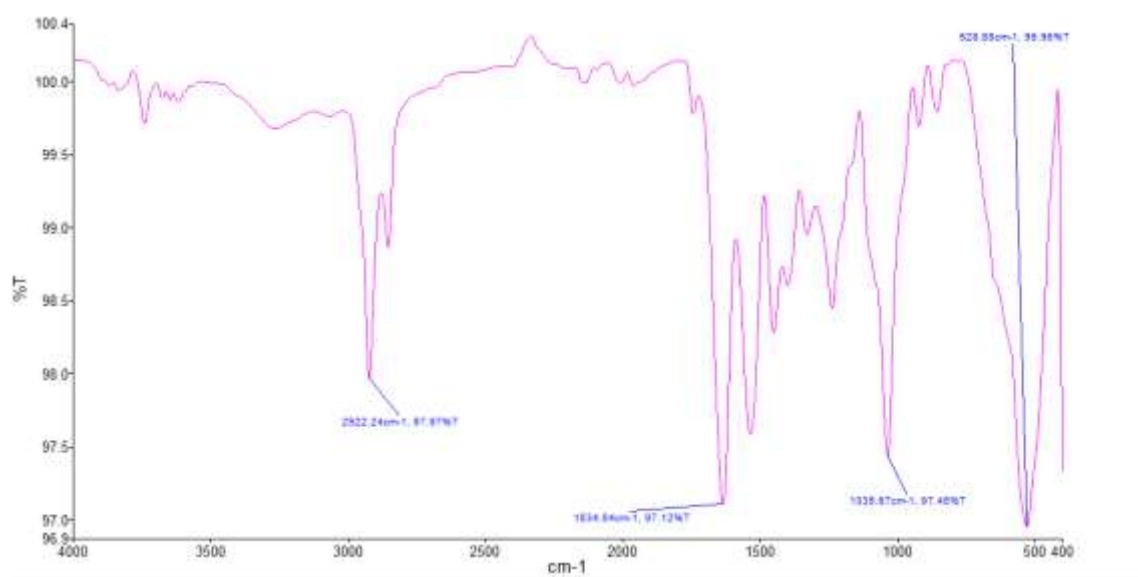


Deneme desenine göre elde edilen 28 farklı **sedir ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin FTIR spektrumları** aşağıda sunulmuştur.

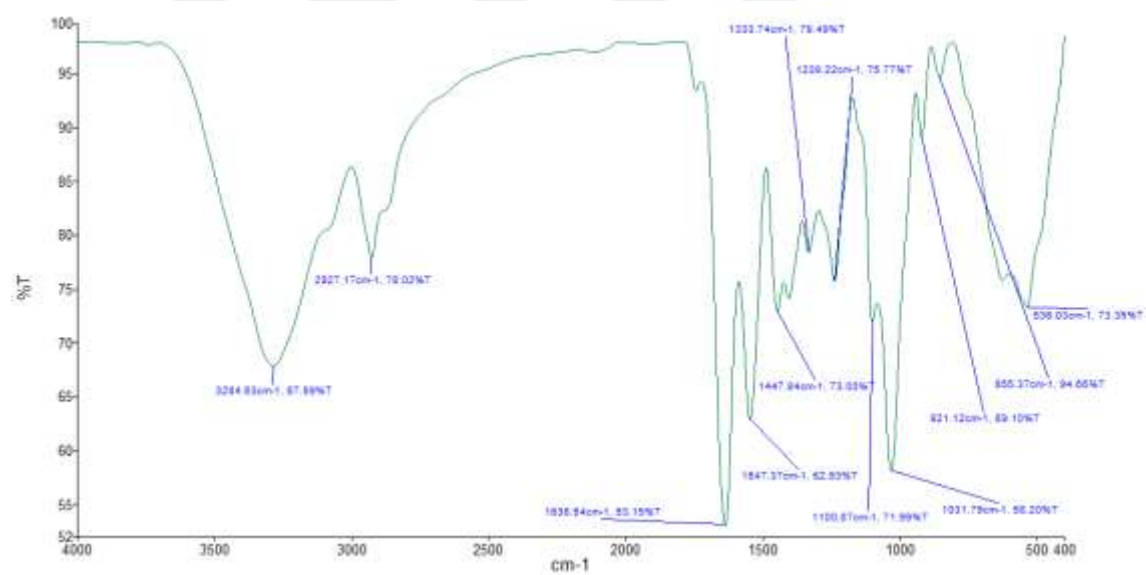
STD-1



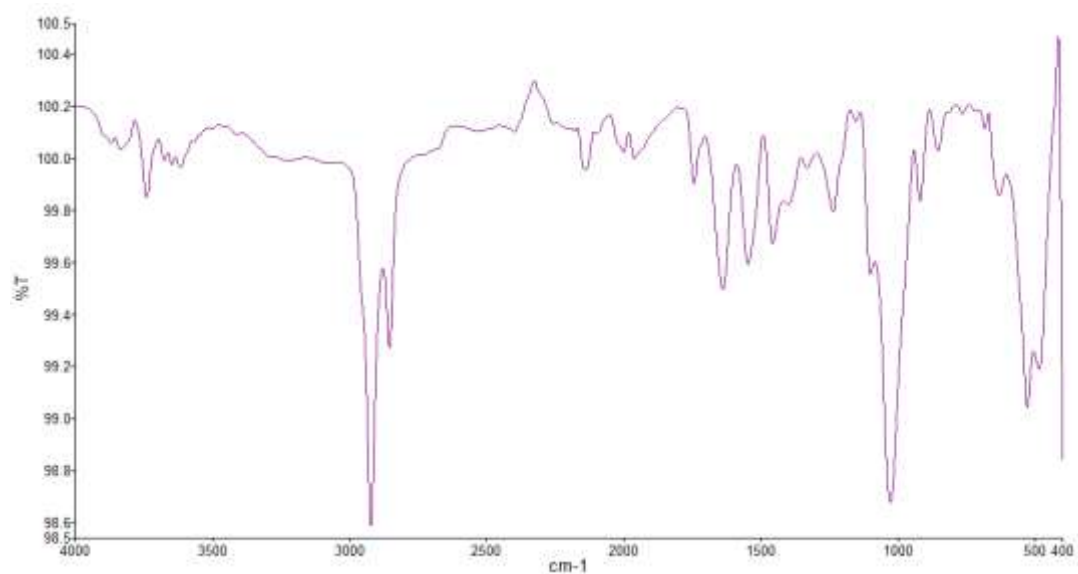
STD-2



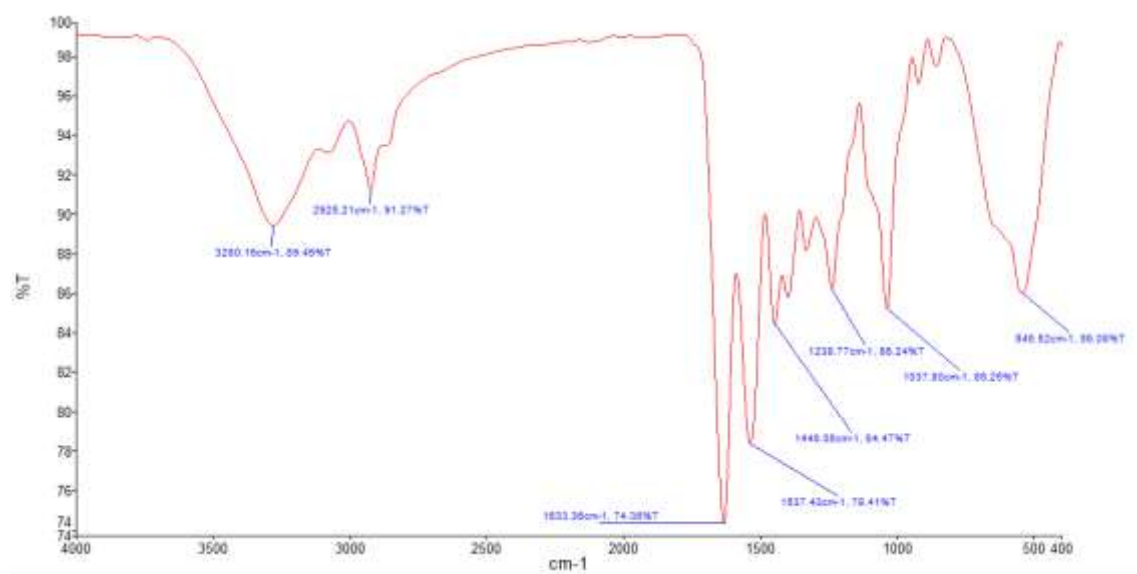
STD-3



STD-4



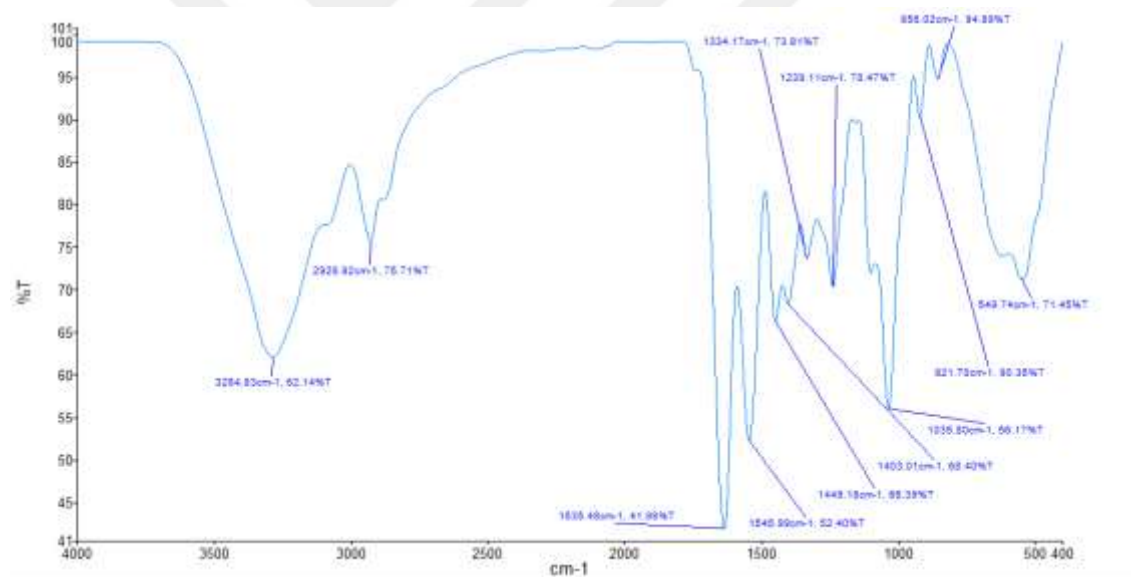
STD-5



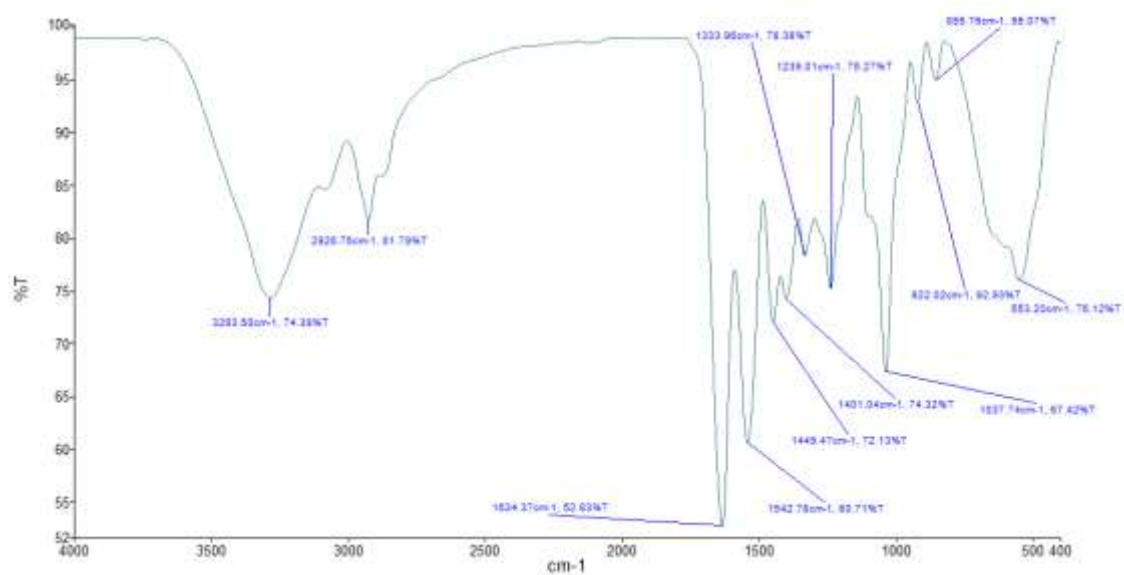
STD-6



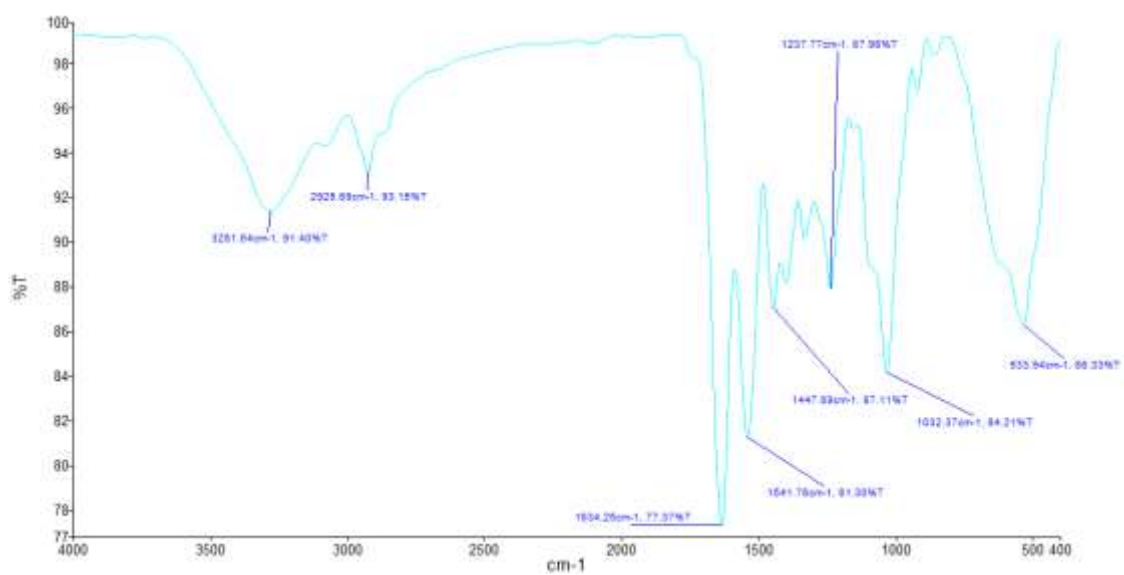
STD-7



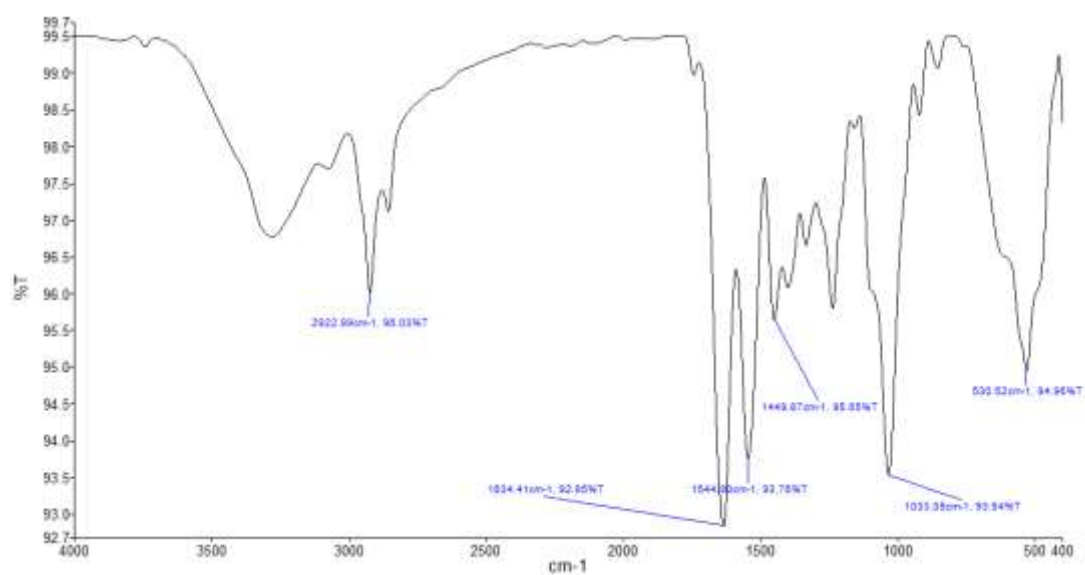
STD-8



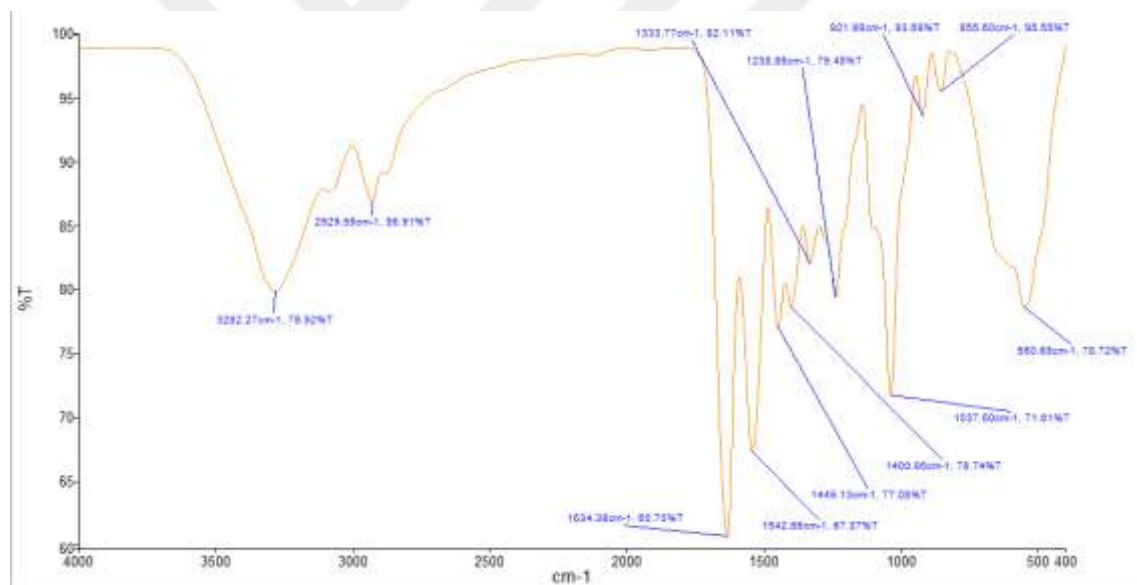
STD-9



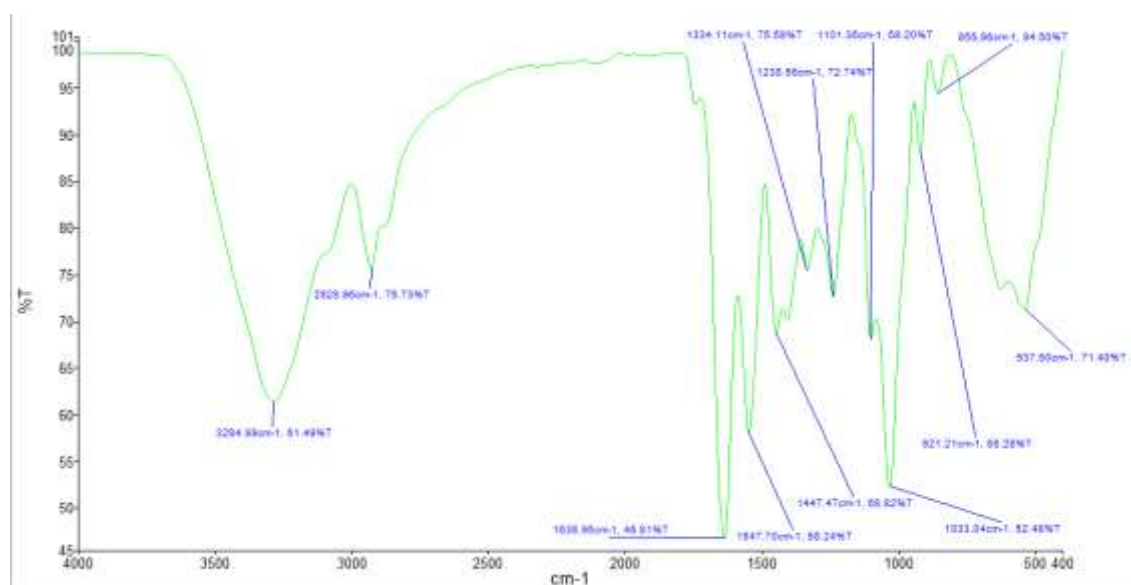
STD-10



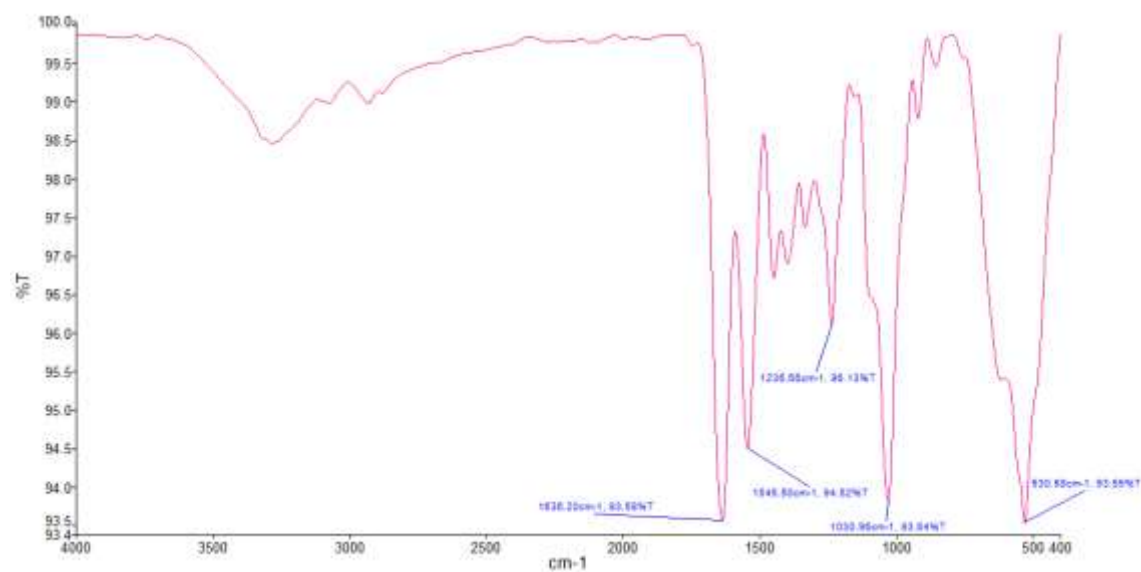
STD-11



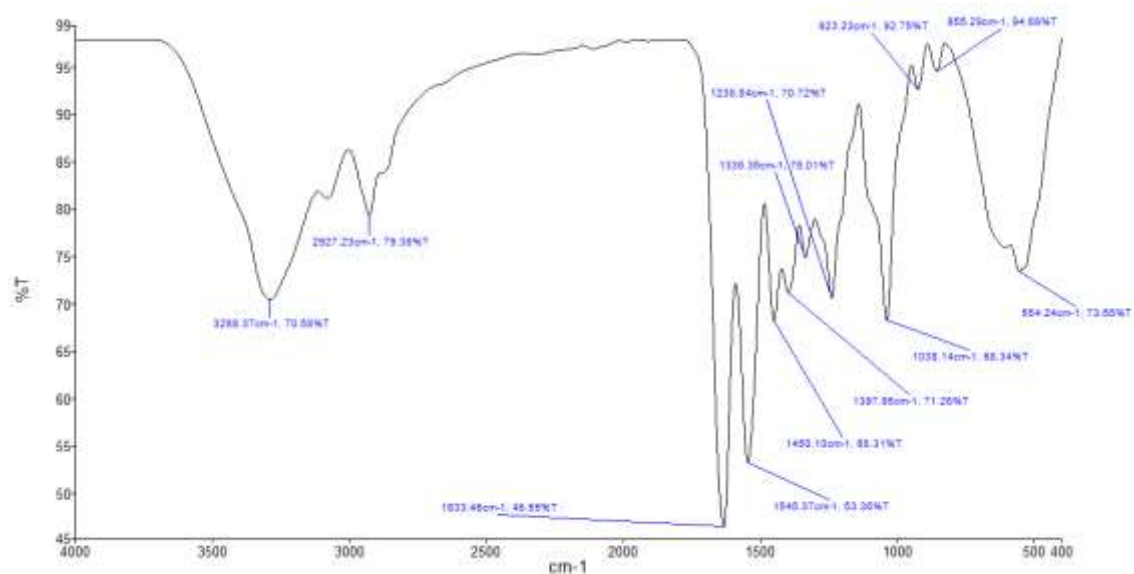
STD-12



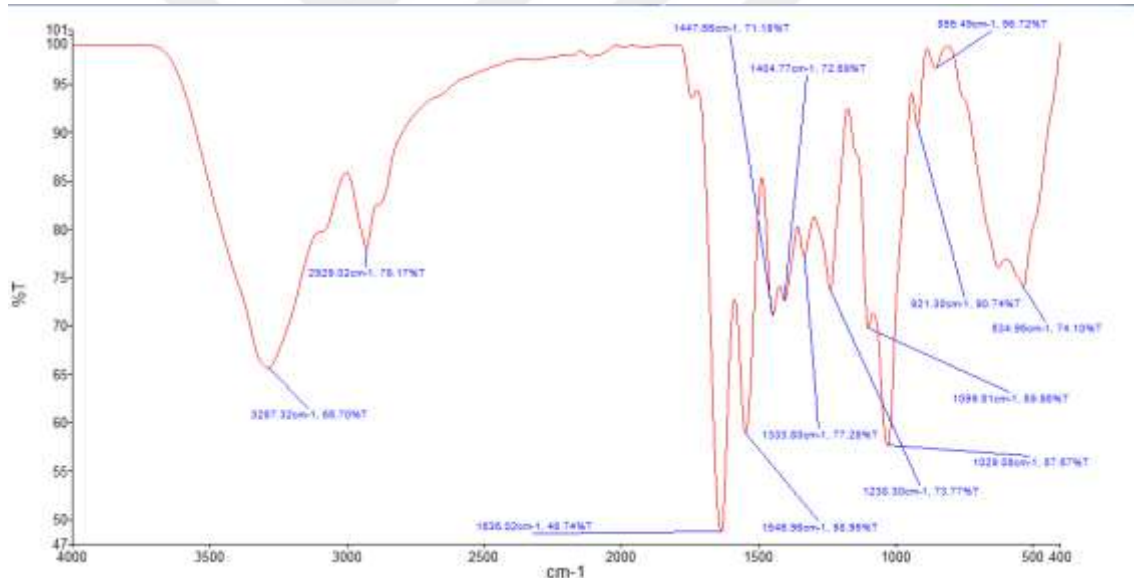
STD-13



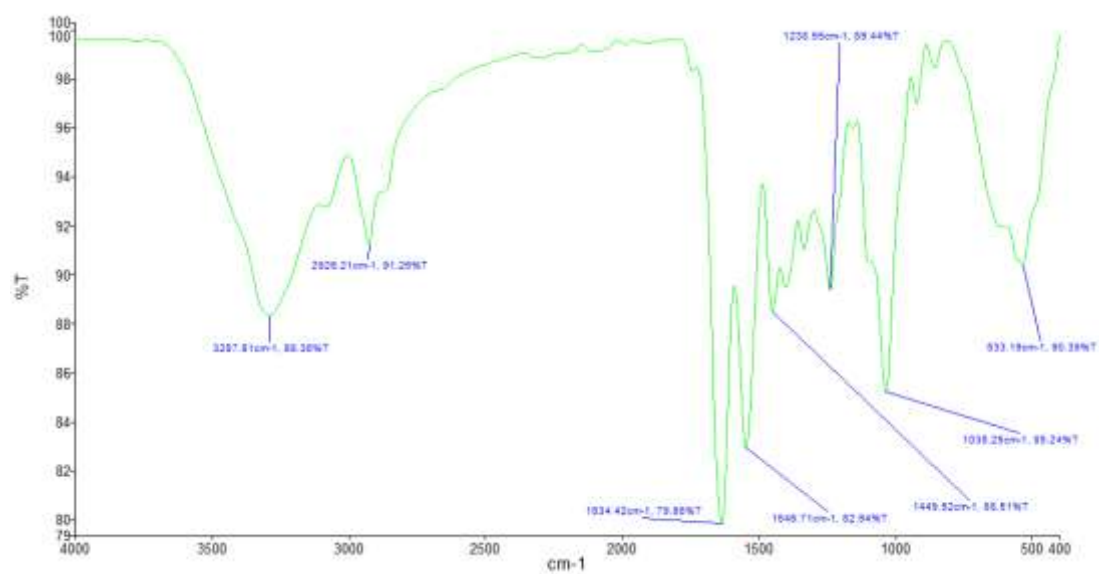
STD-14



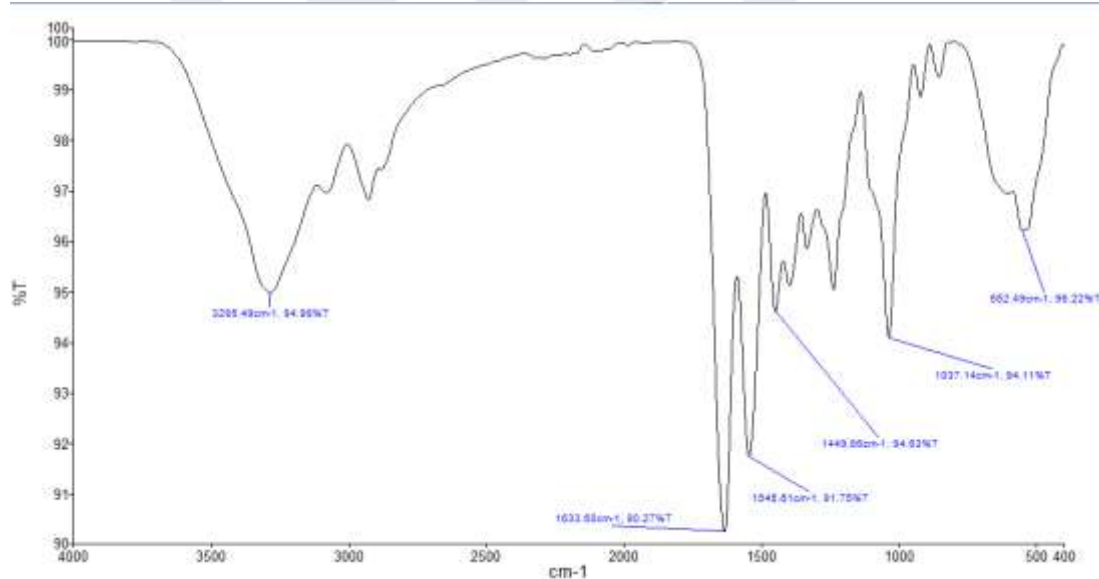
STD-15



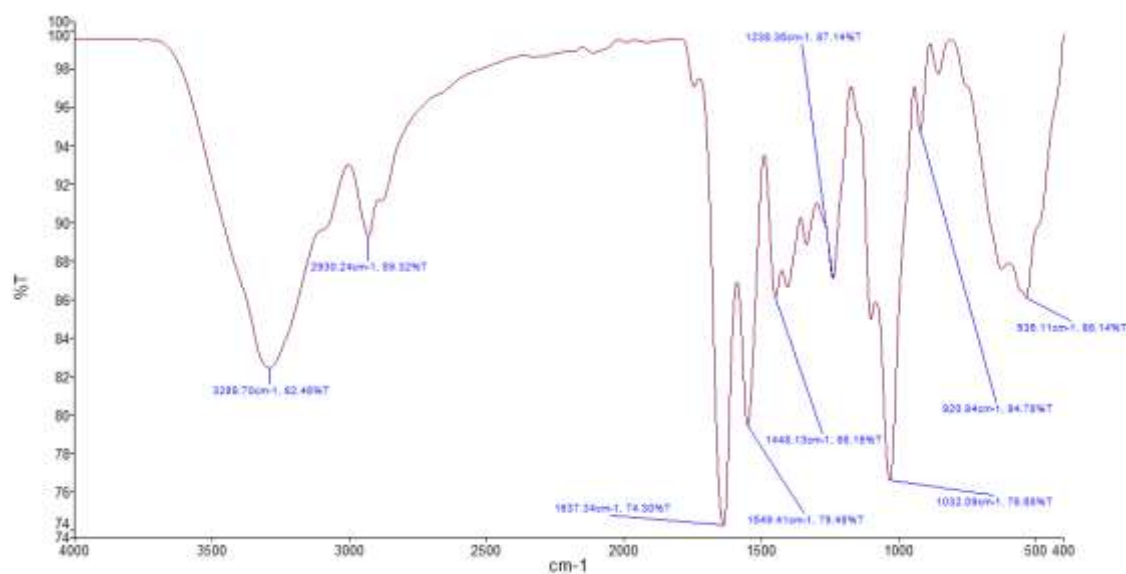
STD-16



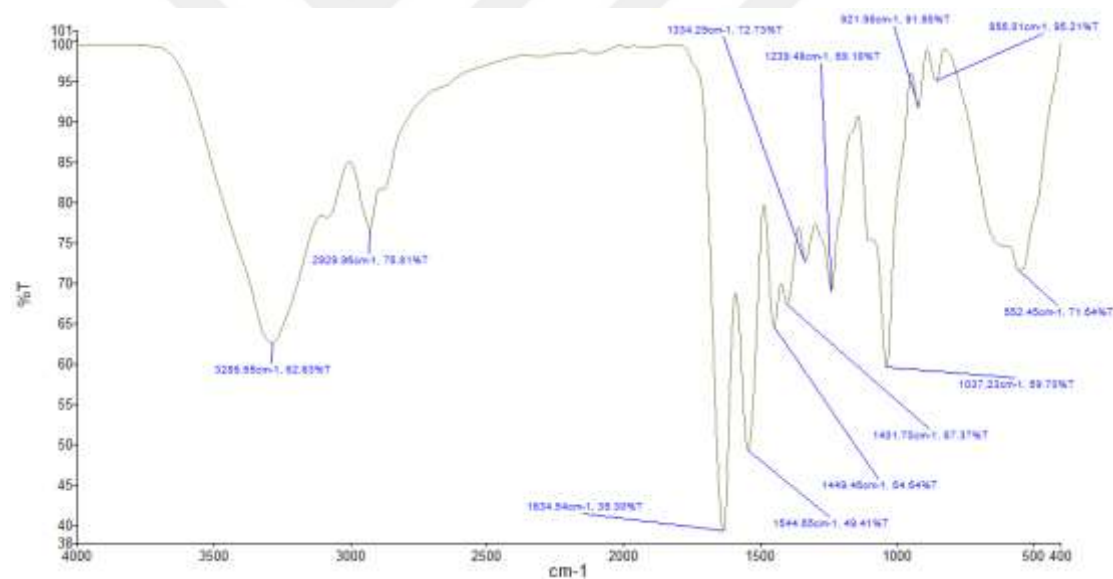
STD-17



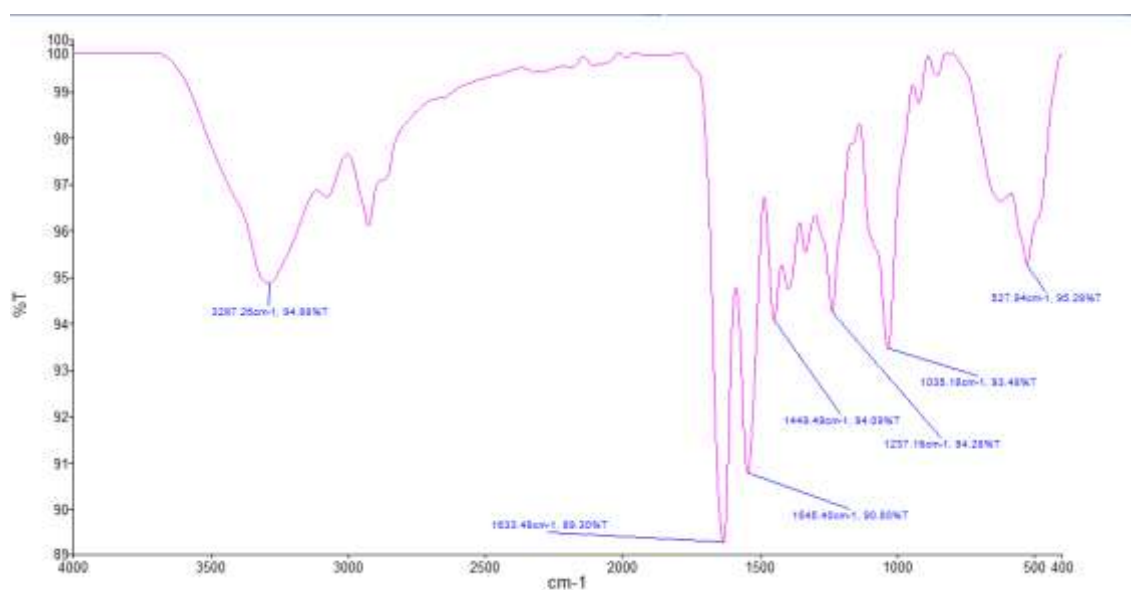
STD-18



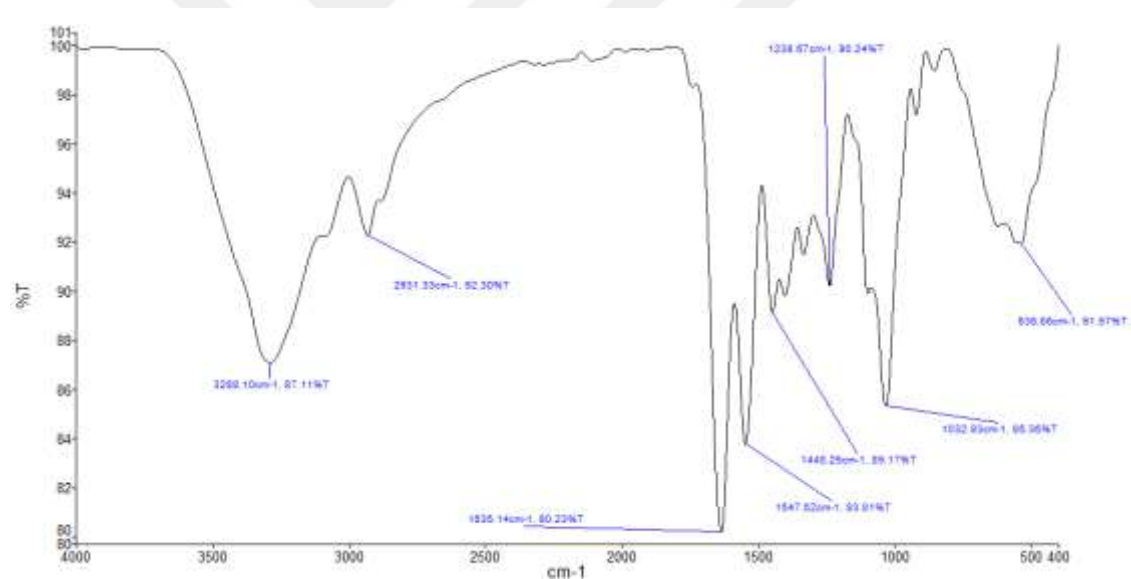
STD-19



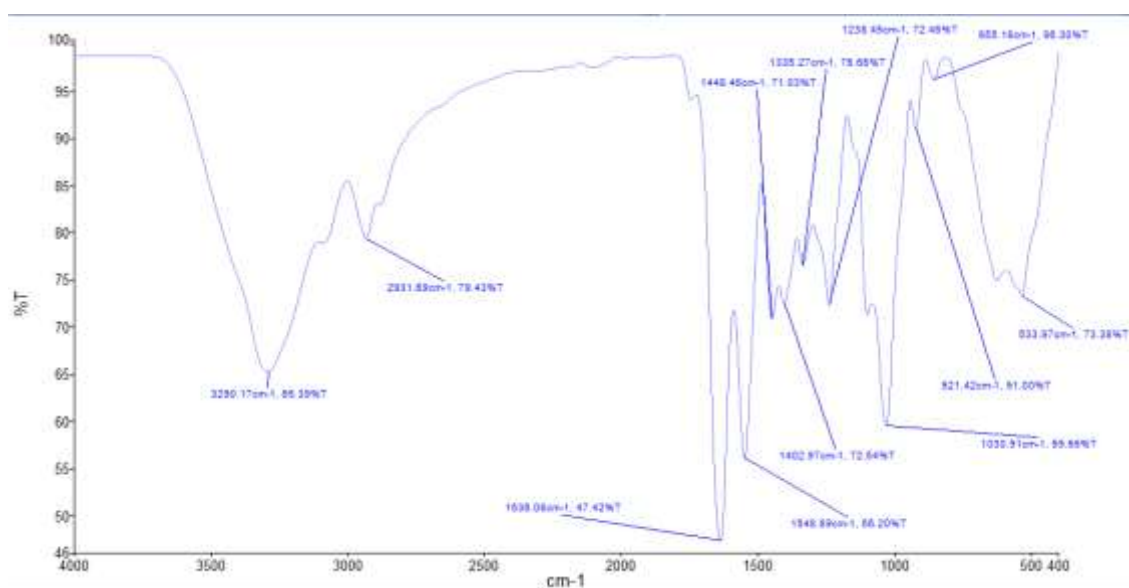
STD-20



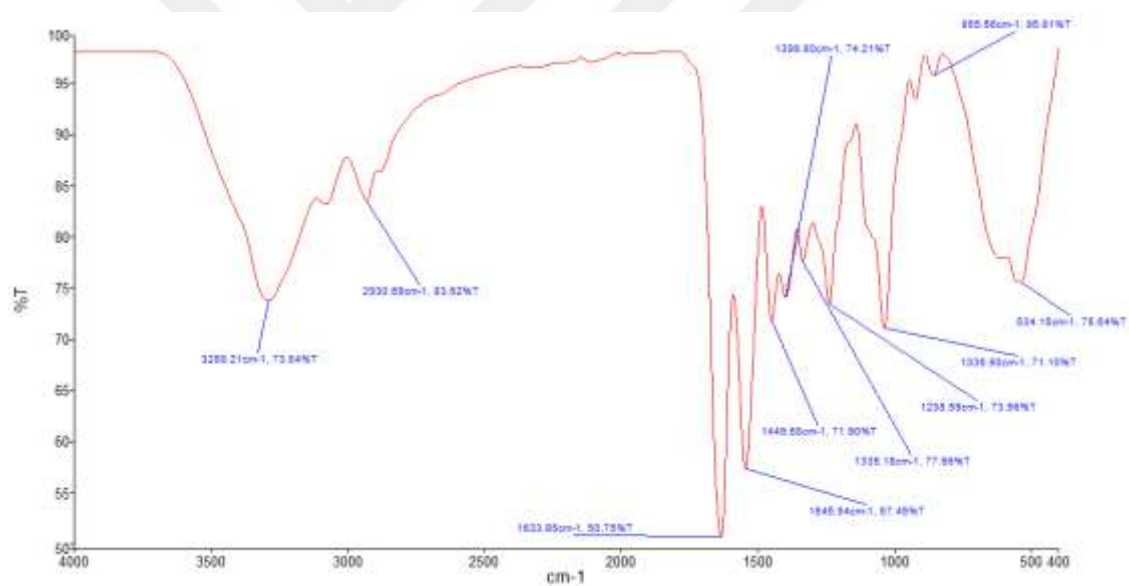
STD-21



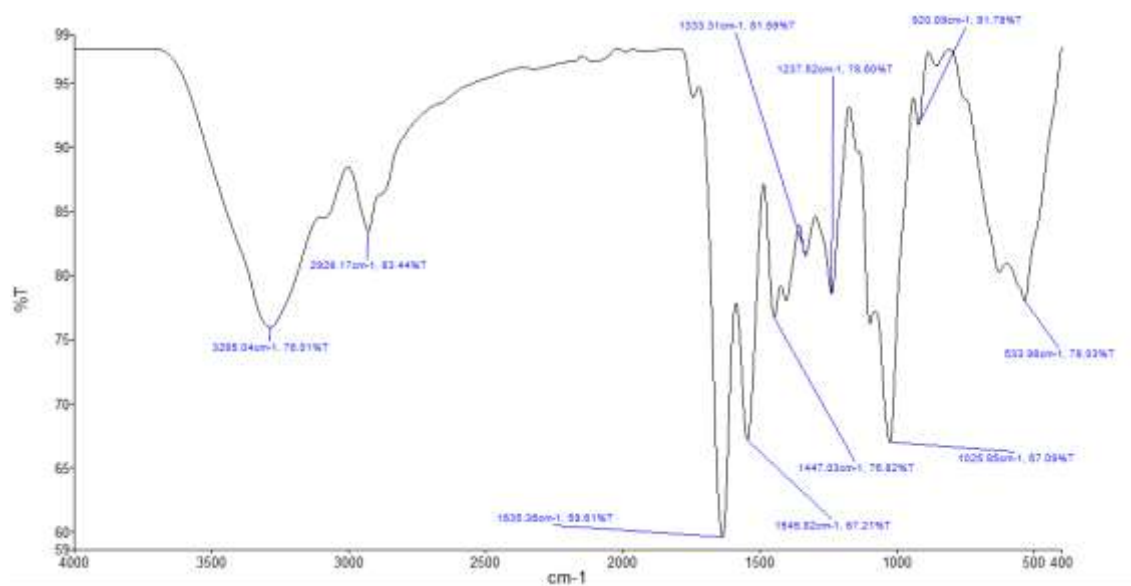
STD-22



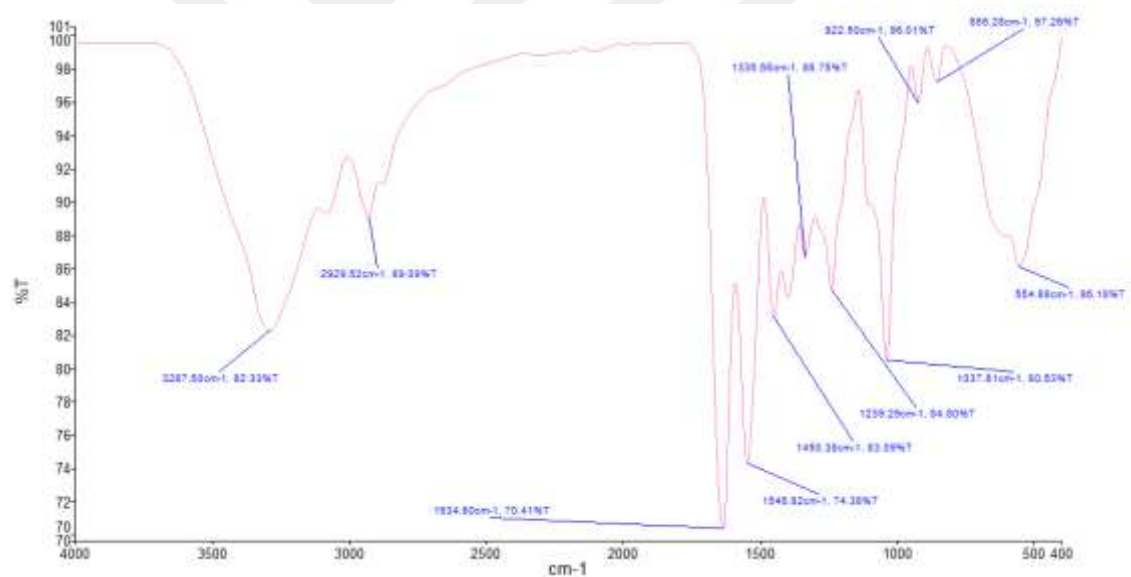
STD-23



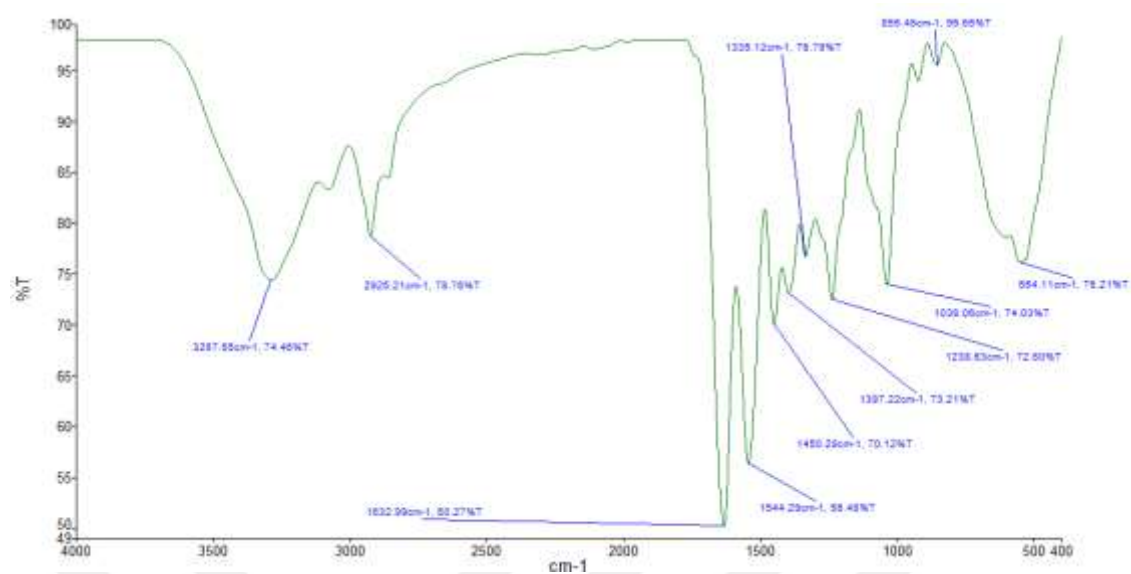
STD-24



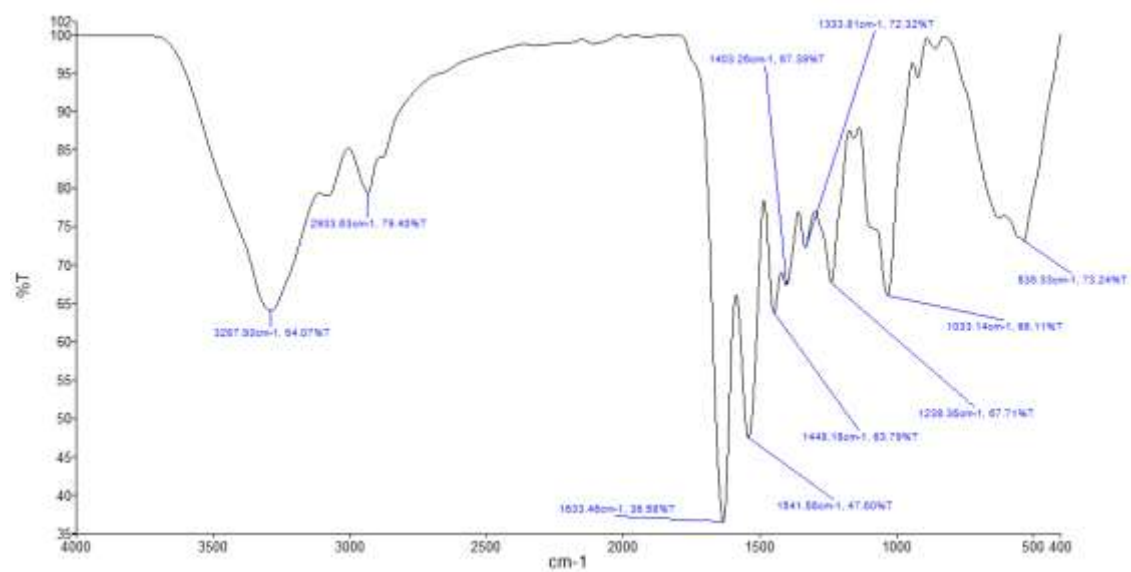
STD-25



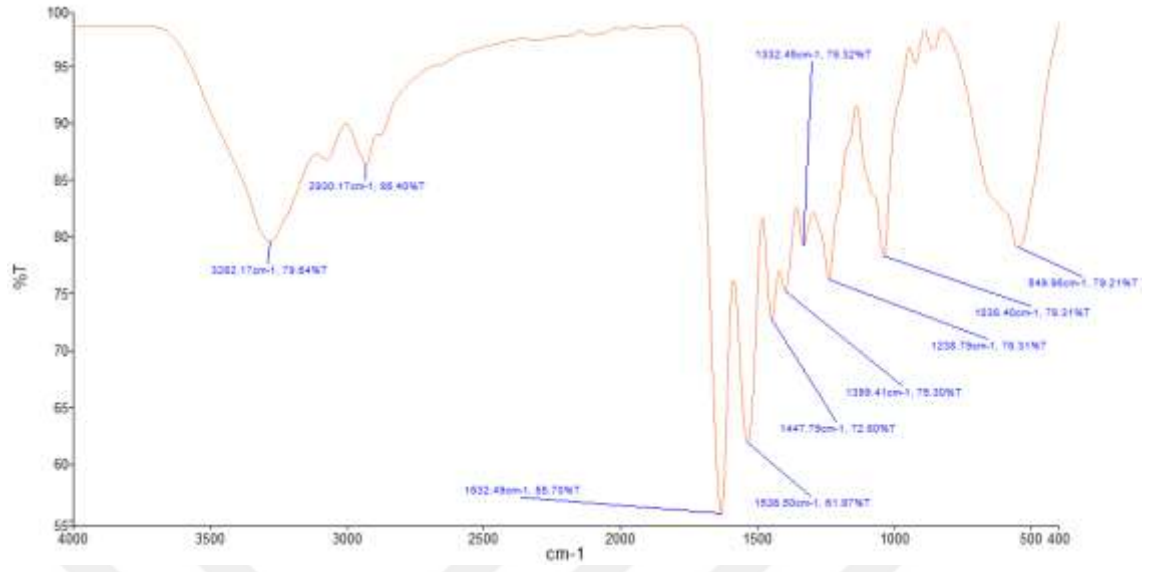
STD-26



STD-27

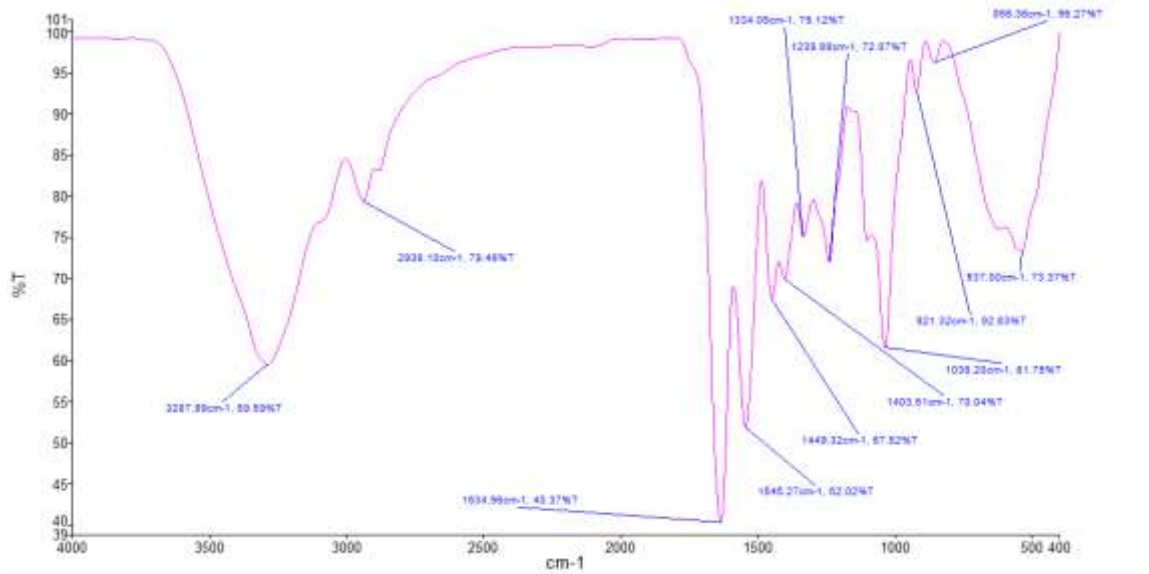


STD-28



Deneme desenine göre elde edilen 28 farklı sıgla ekstraktı bazlı nanokompozit filmlerin FTIR spektrumları aşağıda sunulmuştur.

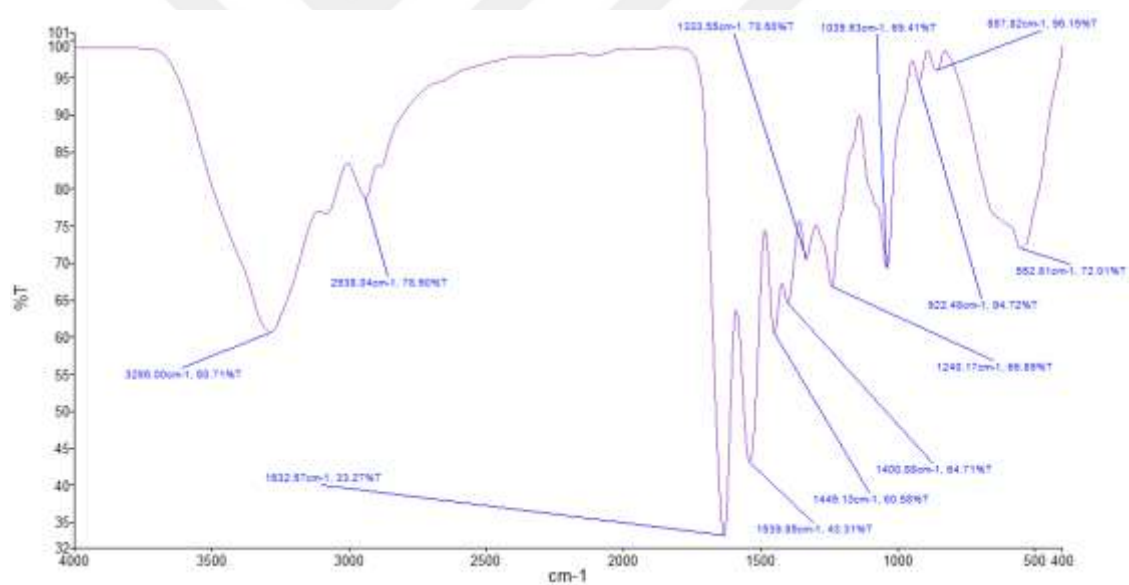
STD-1



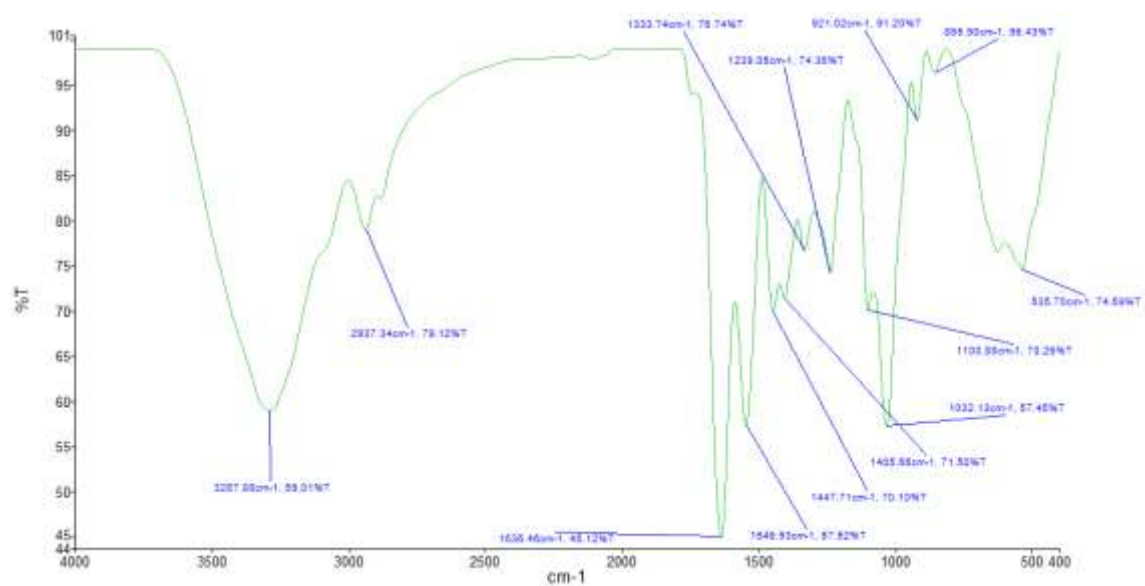
STD-2



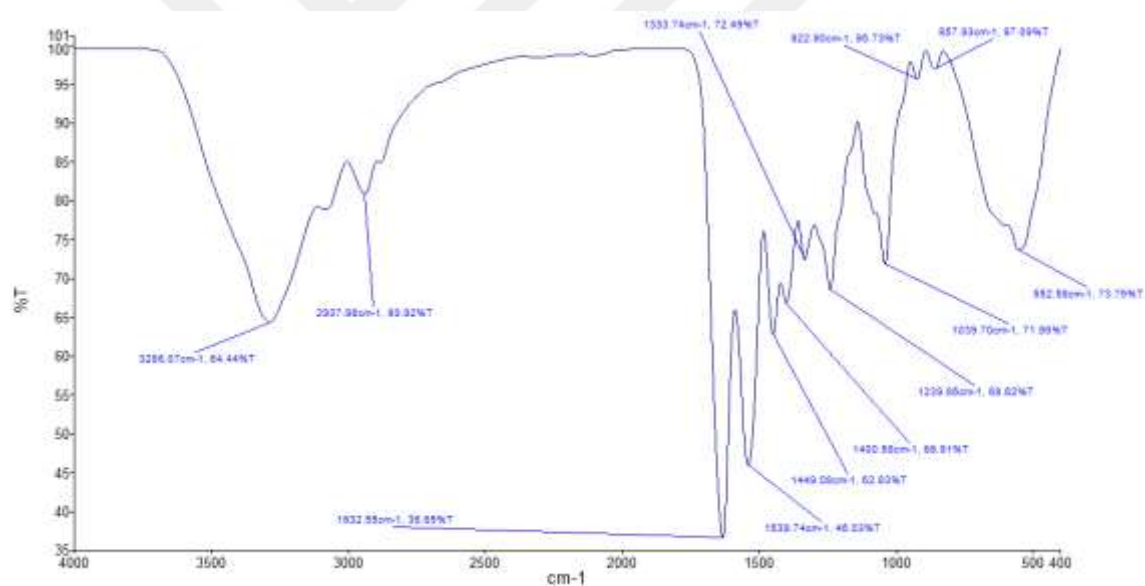
STD-3



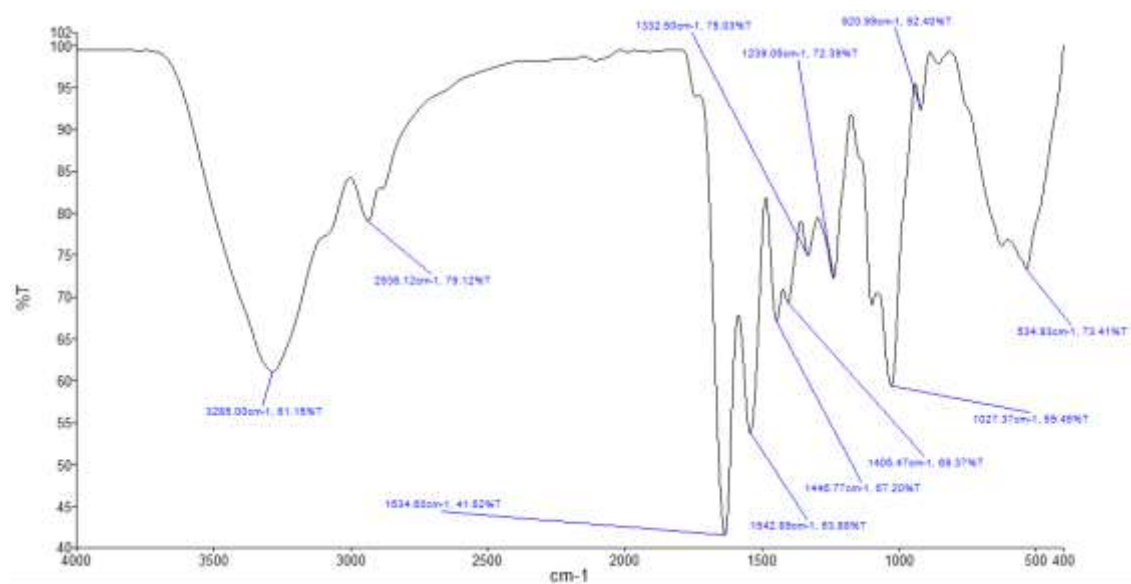
STD-4



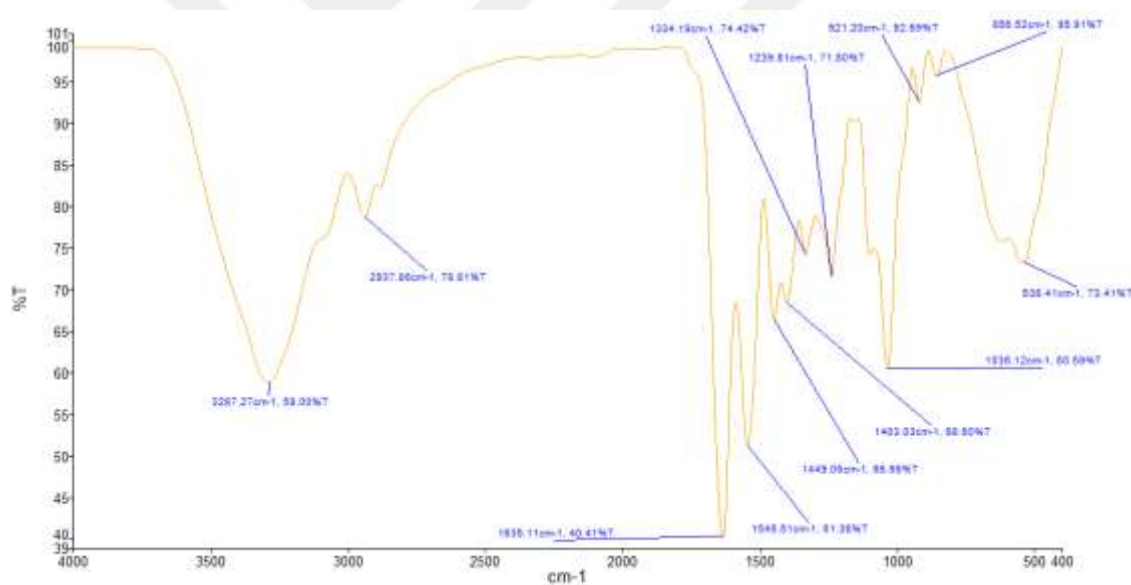
STD-5



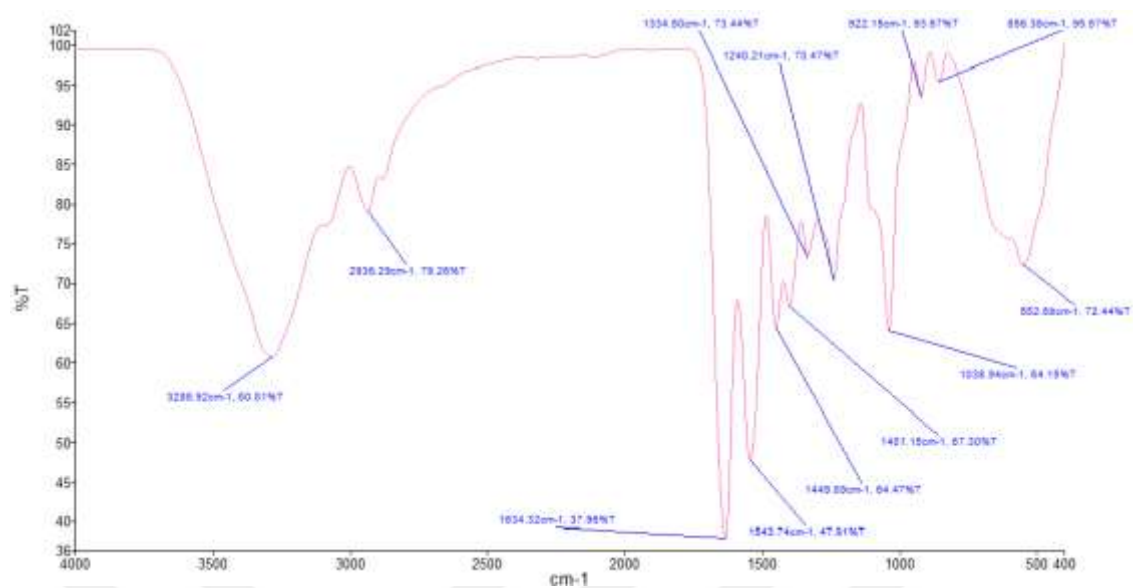
STD-6



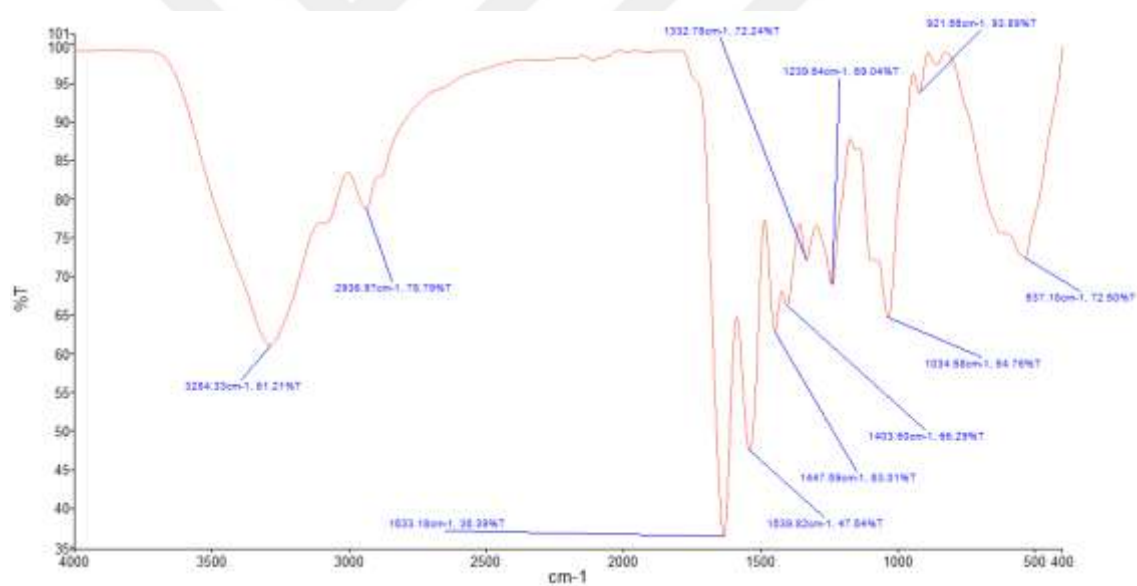
STD-7



STD-8



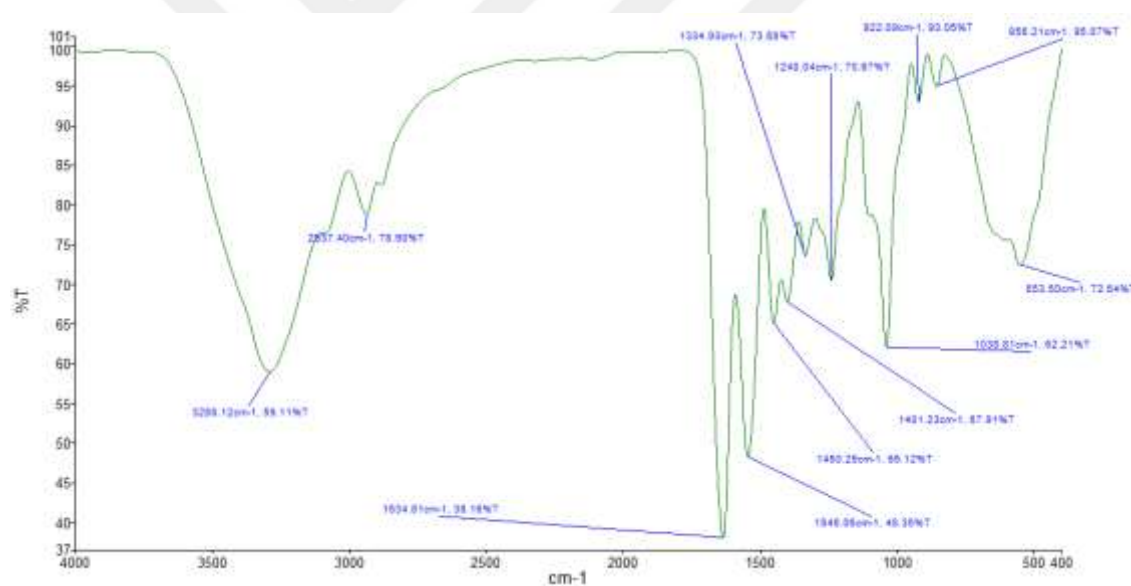
STD-9



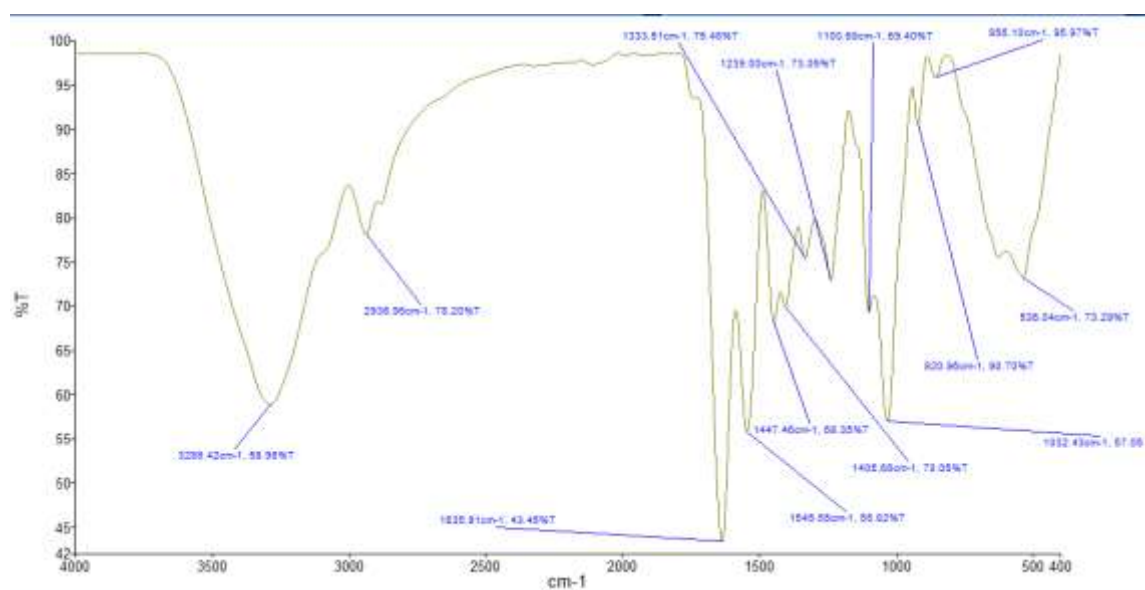
STD-10



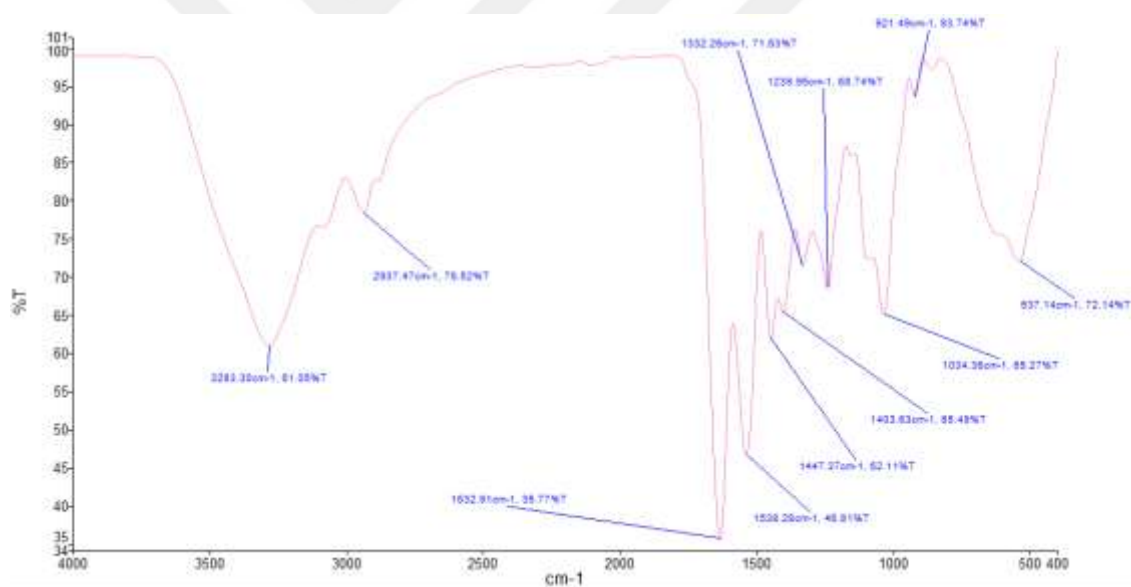
STD-11



STD-12



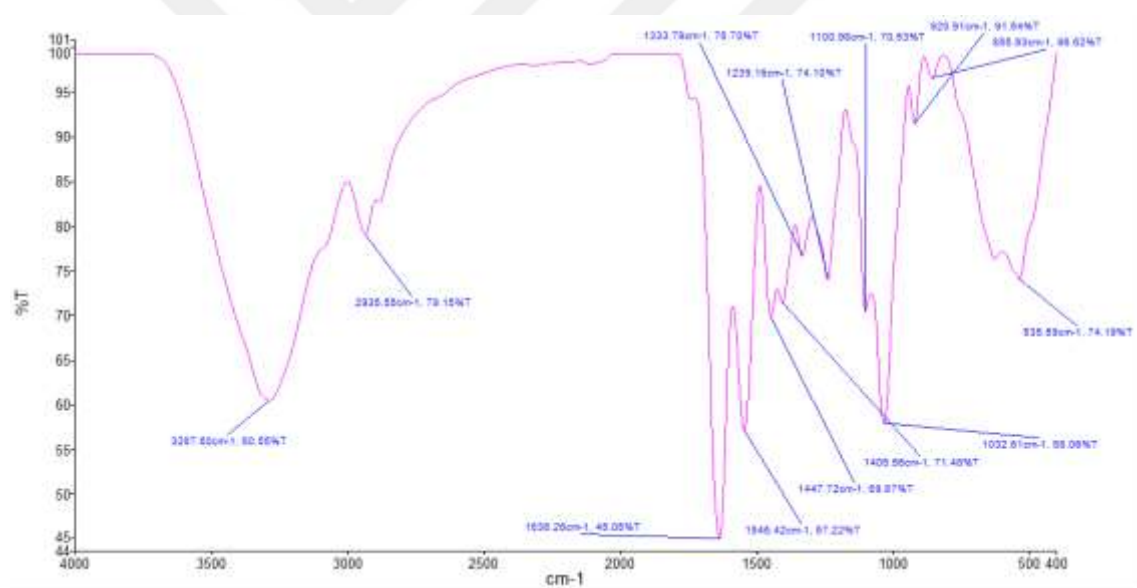
STD-13



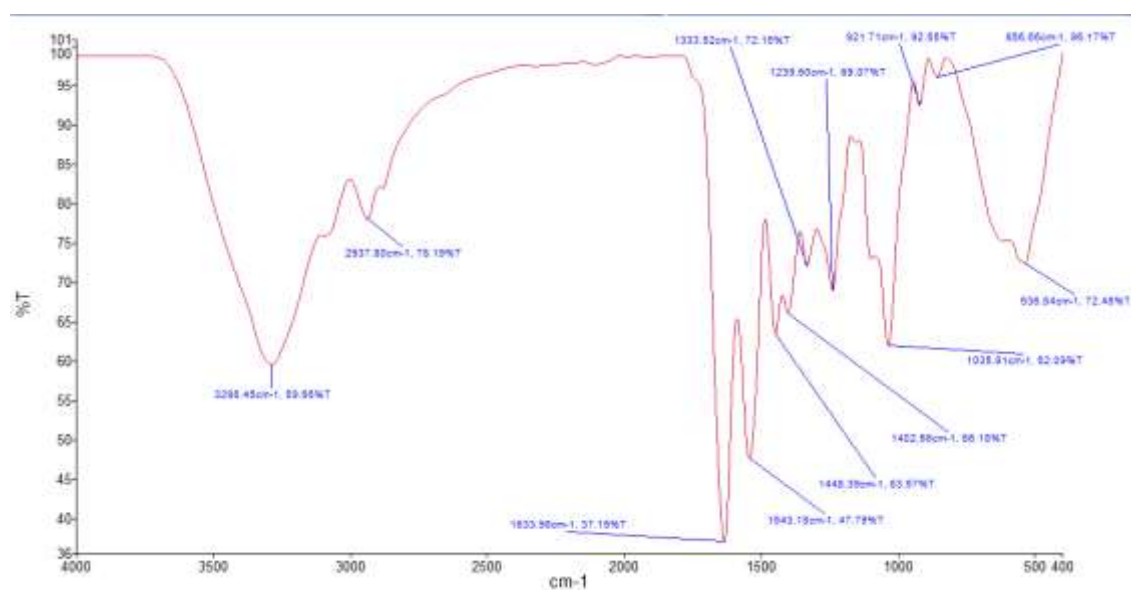
STD-14



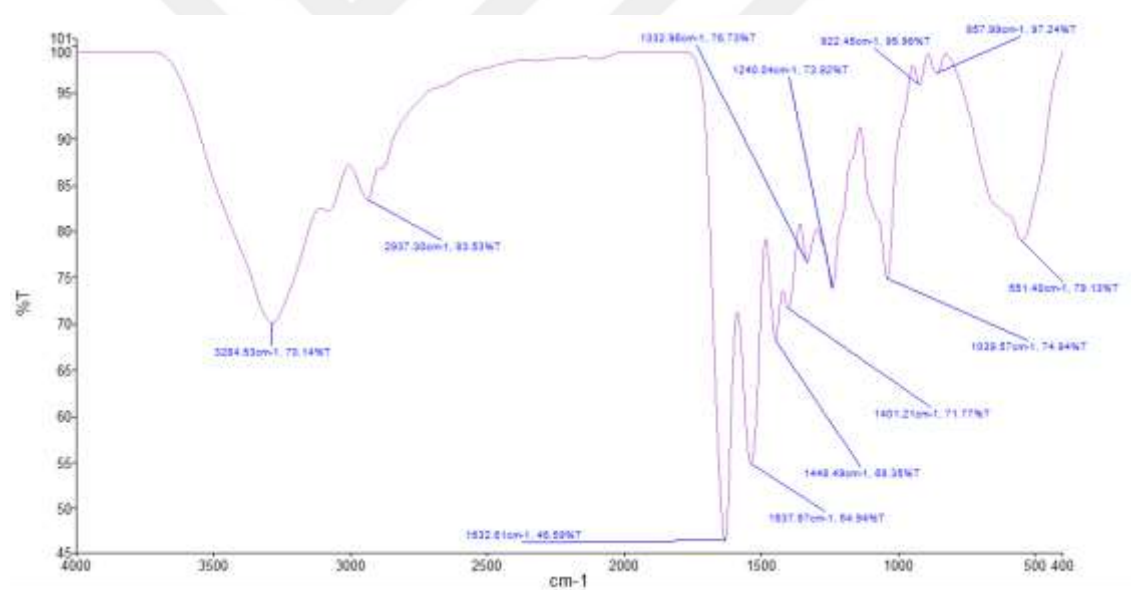
STD-15



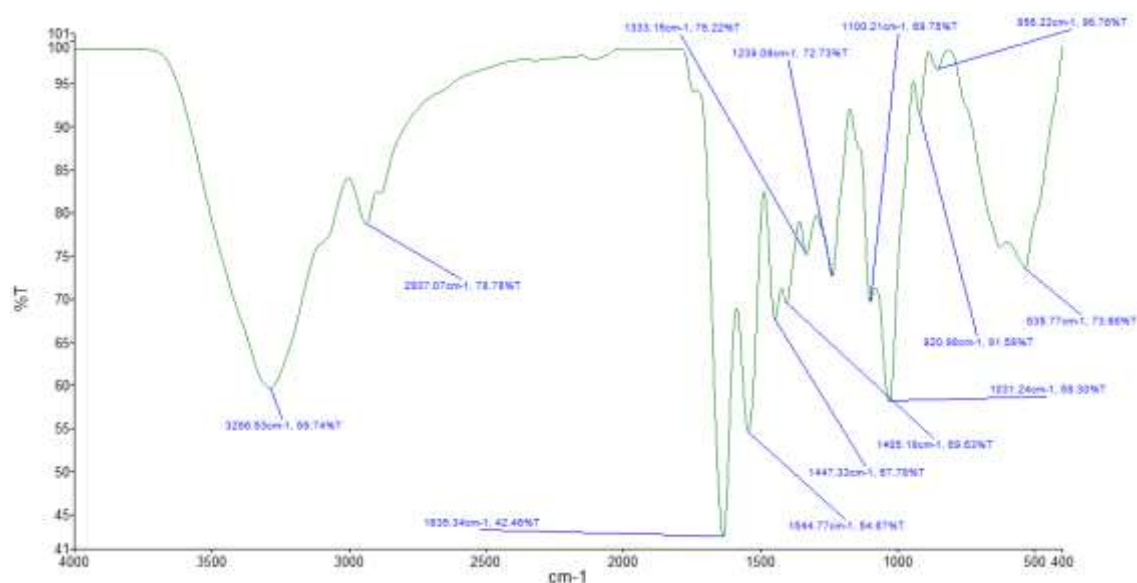
STD-16



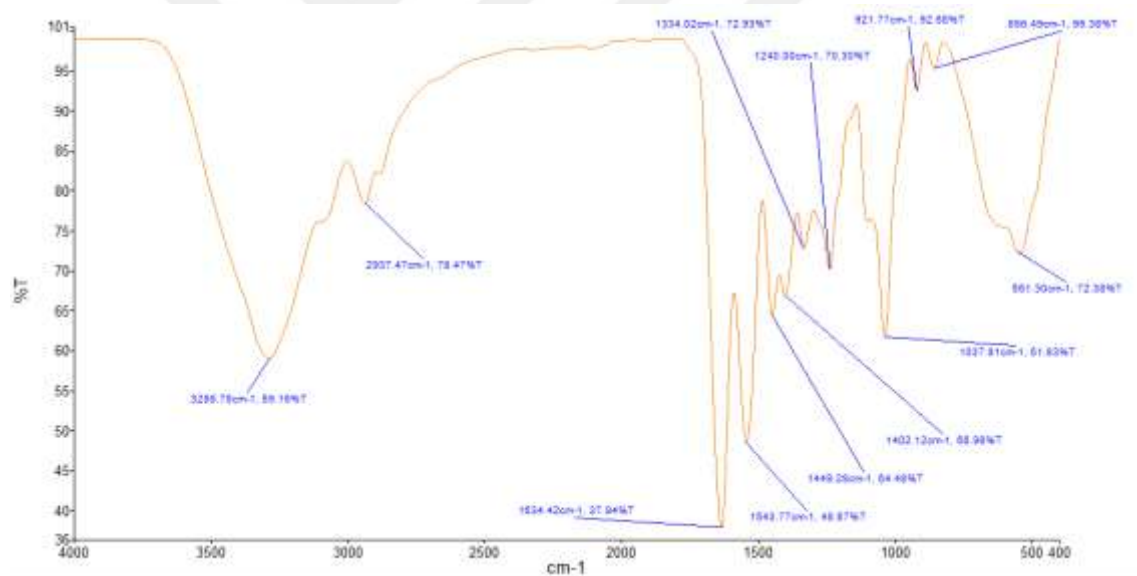
STD-17



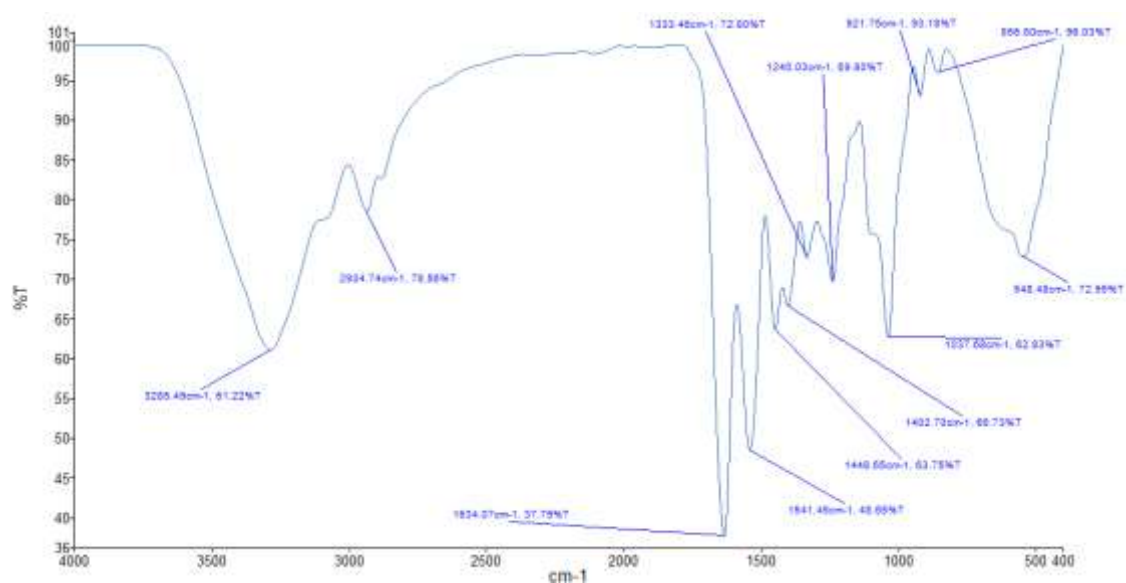
STD-18



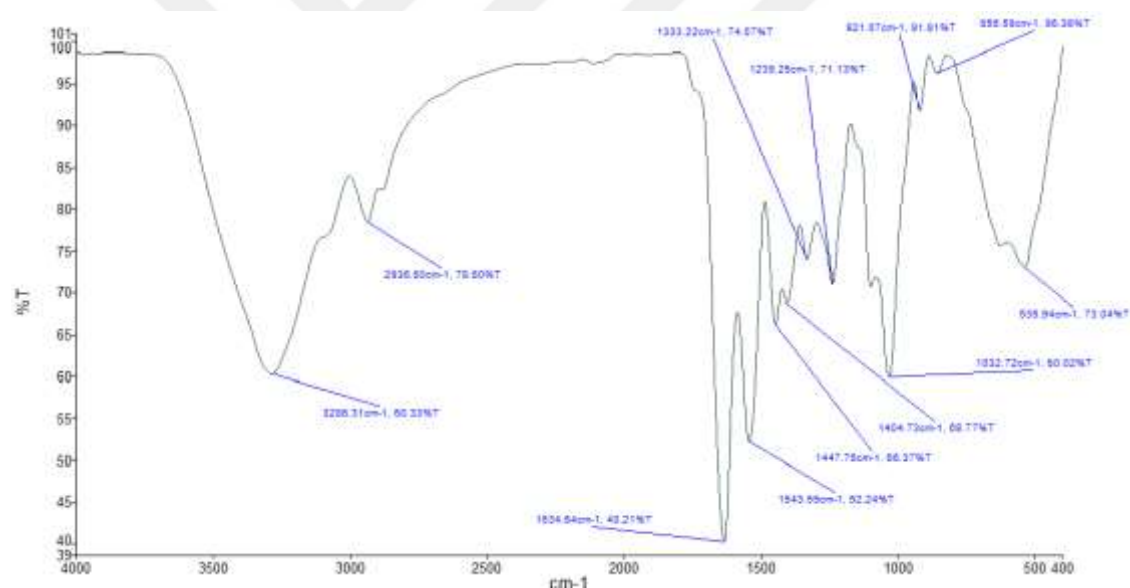
STD-19



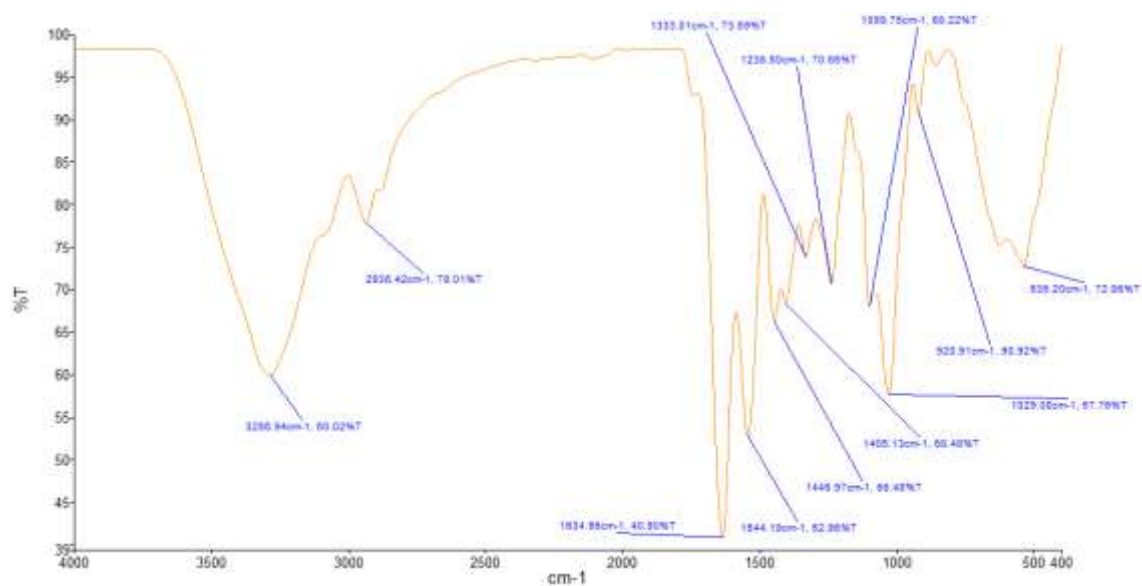
STD-20



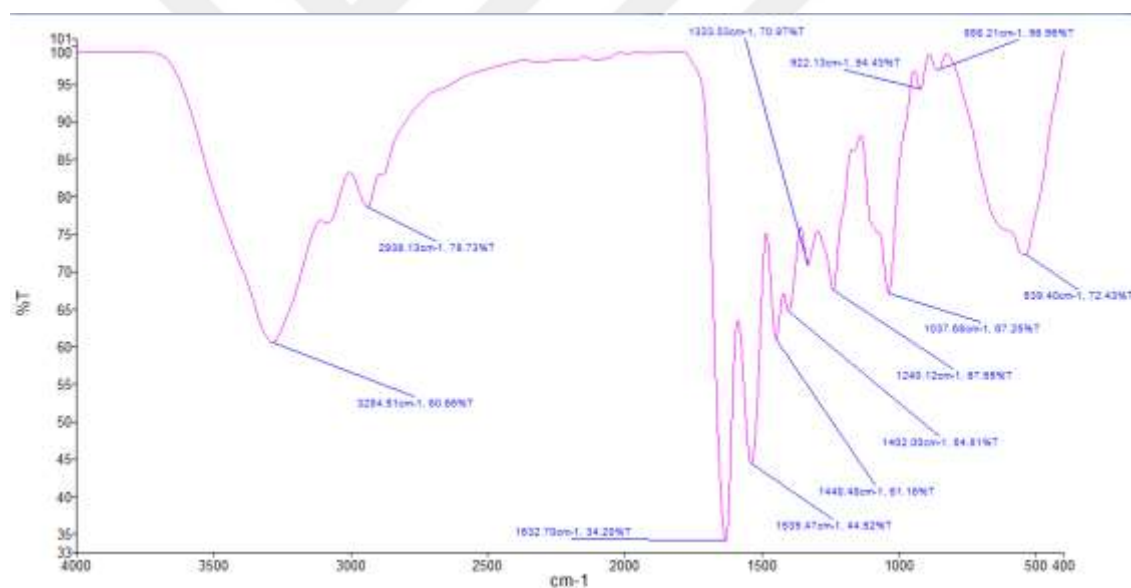
STD-21



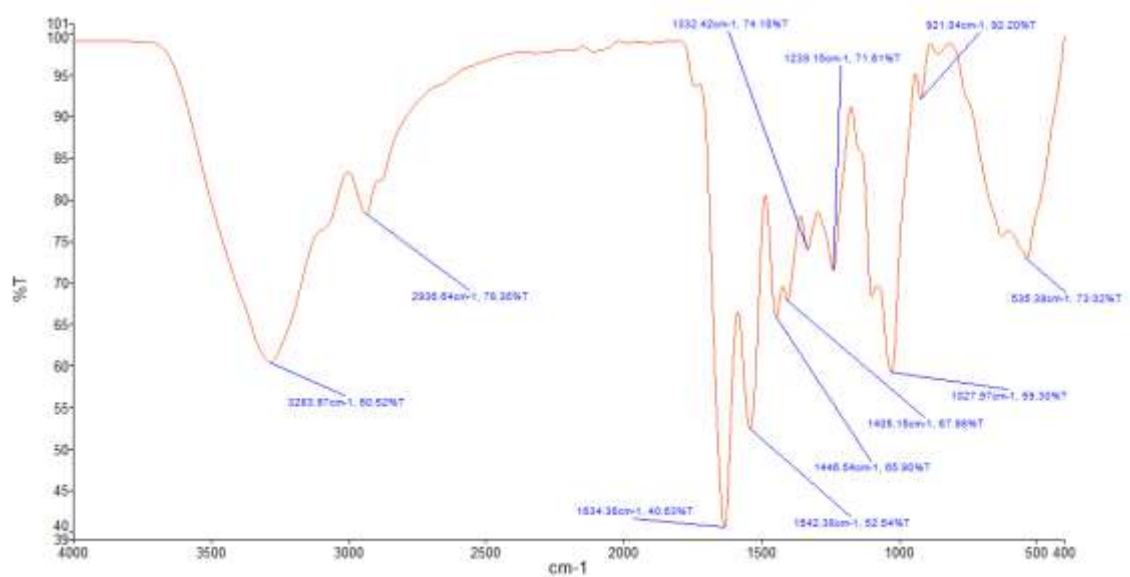
STD-22



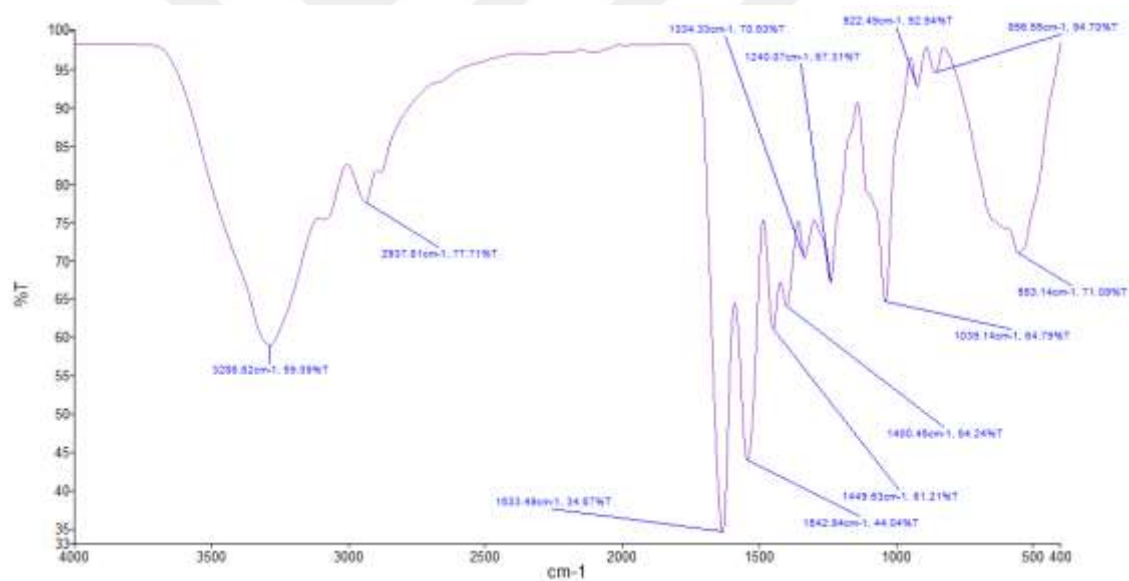
STD-23



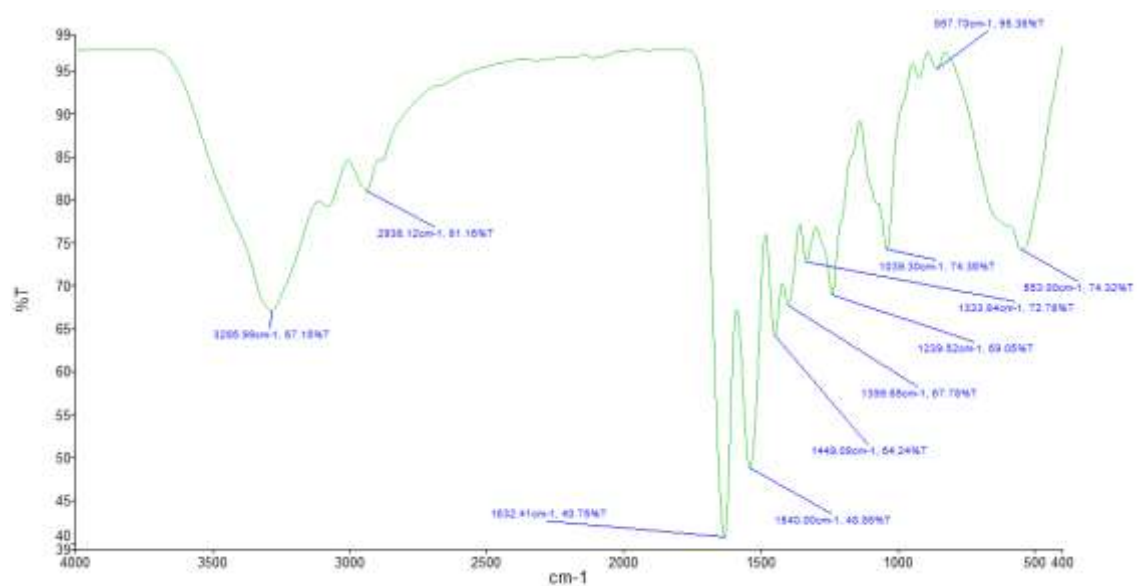
STD-24



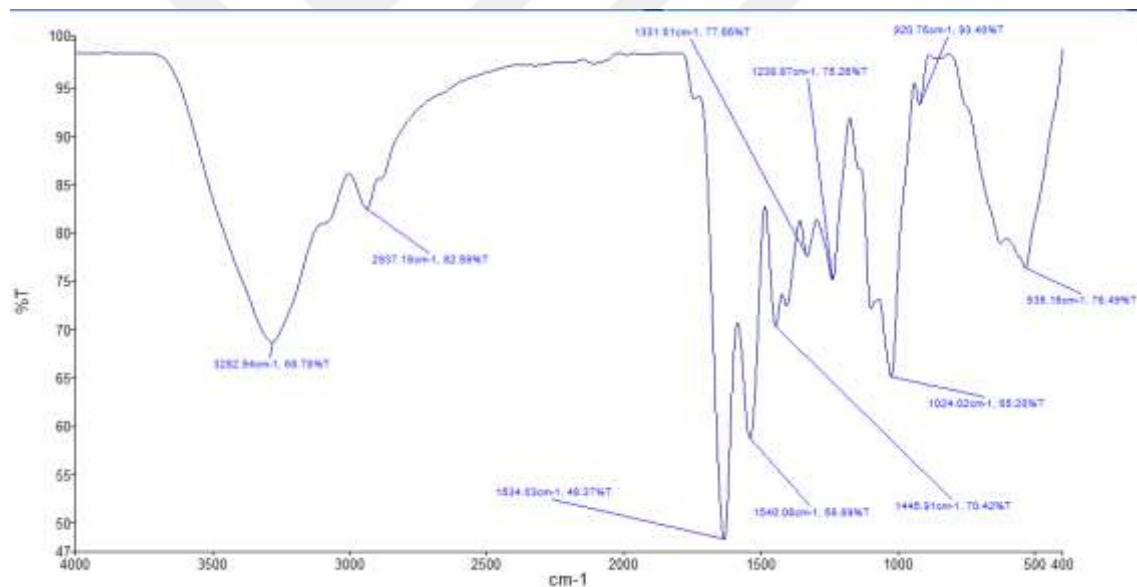
STD-25



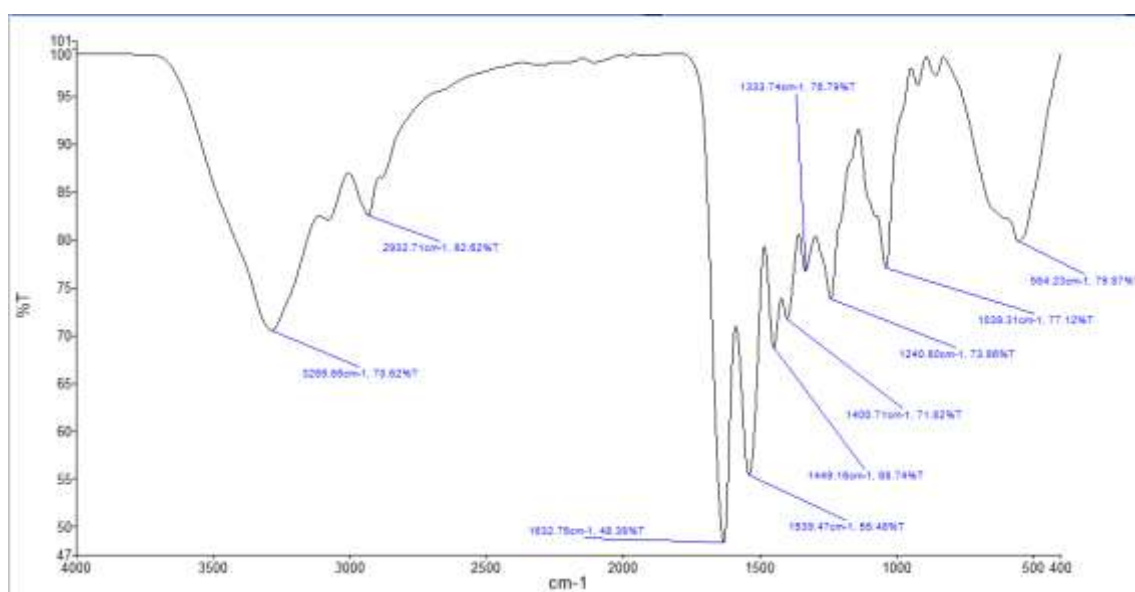
STD-26



STD-27



STD-28



T.C.
AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BİLİMSEL ETİK BEYANI

“BİYOAKTİF BİLEŞİKLER YÜKLENMİŞ AKTİF VE AKILLI NANOKOMPOZİT FİLMLEİN GELİŞTİRİLMESİ, KARAKTERİZASYONU VE GIDA UYGULAMALARI” başlıklı Doktora tezindeki bütün bilgileri etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada, bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiz atıf yaptığımı bildiririm. İfade ettiklerimin aksi ortaya çıktığında ise her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Dilara KONUK TAKMA

01/02/2023

ÖZGEÇMİŞ

Soyadı, Adı: KONUK TAKMA, Dilara

Yabancı Dil: İngilizce

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi (Yıl)
Doktora	Aydın Adnan Menderes Üniversitesi	2023
Y. Lisans	İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü	2016
Lisans	Ege Üniversitesi	2013

BURLAR ve ÖDÜLLER

- 2211 Yurt İçi Doktora Bursu, TÜBİTAK, 2016
- Poster Üçüncülük Ödülü, 5. Gıda Güvenliği Kongresi, 2015
- EFFOST Student of the Year Award (SOYA), EFFOST, HOLLANDA, 2015
- 2210 Yurt İçi Yüksek Lisans Bursu, TÜBİTAK, 2014
- Bölüm Birinciliği, EGE ÜNİVERSİTESİ, 2013

İŞ DENEYİMİ

Yıl	Yer/Kurum	Ünvan
2018-devam ediyor	Aydın Adnan Menderes Üniversitesi	Araştırma görevlisi
2013-2018	İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü	Araştırma görevlisi

AKADEMİK YAYINLAR

1. MAKALELER

- **Konuk Takma, D.**, Ülkeryıldız Balçık, E., Baysan, U., Zungur Bastıoğlu, A., Coşkun, N. Ö., Şahin Nadeem, H., Koç, M. (2022). Encapsulation and in vitro evaluation of

phenolic compounds of propolis by spray and freeze drying. *Journal of Food Processing and Preservation*, 46(11), e17047.

- Baysan, U., Bastıoğlu, A. Z., Coşkun, N. Ö., **Takma, D. K.**, Balçık, E. Ü., Sahin-Nadeem, H., Koç, M. (2021). The effect of coating material combination and encapsulation method on propolis powder properties. *Powder Technology*, 384, 332-341. Doi: 10.1016/j.powtec.2021.02.018 (Yayın No: 7300878)
- **Konuk Takma, D.**, Ülkeryıldız Balçık, E., Sahin-Nadeem, H. (2021). Physicochemical and sensory properties of gluten-free cupcakes added with fig seeds pomace flour. *Journal of Food Processing and Preservation*, 45(7), e15619. Doi: 10.1111/jfpp.15619 (Yayın No: 7300944)
- **Takma, D. K.**, Korel, F. (2019). Active packaging films as a carrier of black cumin essential oil: Development and effect on quality and shelf-life of chicken breast meat. *Food Packaging and Shelf Life*, 19, 210-217. Doi: 10.1016/j.fpsl.2018.11.002 (Yayın No: 4598607)
- Baysan, U., Yıldırım, A., **Konuk Takma, D.**, Koç, M. (2019). Physical and chemical stability of sweet walnut oil emulsion: Influence of homogenization conditions and stabilizer ratio. *Journal of Food Process Engineering*, 42(1), e12945. Doi: 10.1111/jfpe.12945 (Yayın No: 4778406)
- Nadeem, H. Ş., **Takma, D. K.** (2019). Gıdalarda Akıllı Ambalajlama Teknolojisi ve Güncel Uygulamalar. *Gıda*, 44(1), 131-142.
- Görgüç, A., Yıldırım, A., **Takma, D. K.**, Erten, E. S., Yılmaz, F. M. (2019). Aydın ilinde yetiştirilen ticari çilek çeşitlerinin fiziksel, kimyasal, biyoaktif ve aroma özellikleri. *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi*, 23(2), 131-141.
- **Konuk Takma, D.**, Korel, F., Avcı, B., Edeer, Ö. (2018). Effect of storage temperature and packaging material on the shelf-life of newly-developed no-added sugar almond paste. *Journal of Hygienic Engineering and Design*. (Yayın No: 4598725)
- González-Estrada, R. R., Chalier, P., Ragazzo-Sánchez, J. A., **Konuk, D.**, Calderón-Santoyo, M. (2017). Antimicrobial soy protein based coatings: Application to Persian lime (*Citrus latifolia* Tanaka) for protection and preservation. *Postharvest Biology and Technology*, 132, 138-144.

- **Takma, D. K.,** Korel, F. (2017). Impact of preharvest and postharvest alginate treatments enriched with vanillin on postharvest decay, biochemical properties, quality and sensory attributes of table grapes. Food chemistry, 221, 187-195. Doi: 10.1016/j.foodchem.2016.09.195 (Yayın No: 2872943)
- **Konuk, D.,** Korel, F. (2015). Kurutma sıcaklığının üzüm çekirdeklerinin toplam fenolik madde içeriği ve antioksidan kapasitesi üzerine etkisi. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 21(9), 404-407.

2. PROJELER

- Aljinat Bazlı Yenilebilir Antimikrobiyal Kaplamaların Üzümlerin Kalite Karakteristikleri Üzerine Etkisinin Belirlenmesi, Yükseköğretim Kurumları tarafından destekli bilimsel araştırma projesi, Yürütücü: Figen KOREL, Araştırmacı: Dilara KONUK TAKMA, 11/05/2015 - 11/05/2016 (ULUSAL)
- Andız kabuğu atıklarından elde edilen optimum ekstraktlarla zenginleştirilmiş yenilebilir kompozit filmlerin geliştirilmesi ve gıda uygulamaları, Yükseköğretim Kurumları tarafından destekli bilimsel araştırma projesi, Yürütücü: Hilal ŞAHİN NADEEM, Araştırmacı: Dilara KONUK TAKMA, 01/03/2020 - 13/09/2021 (ULUSAL)
- Doğal kaynaklardan elde edilen ekstraktların taşıyıcısı olan, yapısal ve fonksiyonel özellikleri geliştirilmiş aktif ve akıllı biyonanokompozit ambalajların geliştirilmesi ve model gıdalarda uygulamaları, TÜBİTAK 1001 Projesi, Yürütücü: Hilal ŞAHİN NADEEM, Bursiyer: Dilara KONUK TAKMA, 2019 - 2023 (ULUSAL)

3. BİLDİRİLER

A) Uluslararası Kongrelerde Yapılan Bildiriler

- Konuk Takma Dilara, Bozkurt Semra, Koç Mehmet, Korel Figen, Şahin Nadeem Hilal (2021). Biocomposite food packaging films based on proteins and carbohydrates: physical and barrier properties. 31st International Scientific-Expert Conference of Agriculture and Food Industry (AGRIFOOD 2021). (Tam Metin Bildiri/Sözlü Sunum)
- Konuk Takma Dilara, Korel Figen (2017). Active packaging films as a carrier of black cumin essential oil: Development and effect on quality and shelf-life of chicken meat. 2nd Innovations in Food Packaging, Shelf Life and Food Safety Conference. (Özet Bildiri/Sözlü Sunum)

- Konuk Takma Dilara, Korel Figen (2017). Characterization of a novel bioactive alginate-based edible film or coating incorporating vanillin and efficacy of application on quality and safety of wine grapes. IFT 17 Annual Meeting. (Özet Bildiri/Sözlü Sunum)
- Konuk Takma Dilara, Korel Figen (2017). Alternative Approaches to Synthetic Fungicides for Postharvest Disease Control of Fresh Produce. International Conference on Agriculture, Forest, Food Sciences and Technologies (ICAFOF). (Özet Bildiri/Sözlü Sunum) (Yayın No:3529187)
- Korel Figen, Akgün Begüm, Konuk Dilara (2016). Effects of natural antioxidants on poultry and poultry products. The XXV World's Poultry Congress (Özet Bildiri/Poster)
- Korel Figen, Konuk Dilara, Akgün Begüm, Bağdaş Hatice (2016). Effect of pasteurized and unpasteurized eggs on quality characteristics of pancakes. The XXV World's Poultry Congress. (Özet Bildiri/Poster)
- Calderon Santoyo Montserrat, Gonzalez Estrada Ramses, Chalier Pascale, Ragazzo Sanchez Juan, Konuk Dilara, Rasetti Laetitia (2016). Antifungal Activity of SPI Based Films Enriched with Essential Oils and Postharvest Application of Coatings on Quality of Persian Lime Citrus Latifolia Tanaka. IFT16 Annual Meeting and Food Expo. (Özet Bildiri/Poster)
- Doğru Kevser, Konuk Dilara, Korel Figen (2016). Effect of Pasteurization on Lemon Juice with Different Concentration by Sensory Evaluation. IFT16 Annual Meeting and Food Expo. (Özet Bildiri/Poster)
- Konuk Dilara, Korel Figen (2016). Total phenolic content and antioxidant capacity of grapes from four different cultivars grown in Turkey at preharvest and harvest season. 4th ISEKI Food Conference. (Özet Bildiri/Poster)
- Konuk Dilara, Korel Figen (2016). Preharvest and postharvest alginate treatments enriched with vanillin to enhance postharvest quality safety and physicochemical properties of red table grapes. 4th ISEKI Food Conference. (Özet Bildiri/Sözlü Sunum)
- Konuk Dilara, Laetitia, Gonzalez Estrada Ramses, Calderon Santoyo Montserrat, Arturo Ragazzo Sanchez Juan, Korel Figen, Chalier Pascal (2015). Impact of novel

bioactive edible coatings enriched with limonene on the postharvest quality of limes. 29th EFFOST International Conference. (Tam Metin Bildiri)

- Konuk Dilara, Korel Figen (2015). Quality enhancement and shelf-life extension of mandarin fruit (*Citrus reticula*) by postharvest treatments with alginate coatings incorporating vanillin. 29th EFFOST International Conference. (Tam Metin Bildiri)
- Konuk Dilara, Korel Figen (2015). Effect of Alginate based Edible Coatings Incorporating Antifungal Agents on Postharvest Quality of Table Grapes. IFT15 Annual Meeting and Food Expo. (Özet Bildiri/Poster)
- Arserim Uçar Dilhun Keriman, Konuk Dilara, Korel Figen, Gürcan Durmaz (2015). Effect of Natural Mineral Blends on Quality of Fresh Strawberries Stored in Different Types of Household Refrigerators. IFT15 Annual Meeting and Food Expo. (Özet Bildiri/Poster)
- Konuk Dilara, Korel Figen (2014). Recent Trends and Developments in Functional Foods. 7th International Conference and Exhibition on Nutraceuticals and Functional Foods. (Özet Bildiri/Poster)

B) Ulusal Kongrelerde Yapılan Bildiriler

- Pilatin Gözde, Özel Cansu, Konuk Takma Dilara, Edeer Özgür, Avcı Başak, Korel Figen, Güleç Şükrü (2017). Yeni Formüle Edilmiş Düşük Kalorili ve Şeker İlavesiz Fonksiyonel Gıda Ürünlerinin Geliştirilmesi ve Diyabetik Parametrelerinin In Vitro ve In Vivo olarak Test Edilmesi. V. Uluslararası Gıda Ar-ge Proje Pazarı. (Özet Bildiri/Poster).
- Konuk Dilara, Korel Figen (2016). Biyoaktif bir bileşen: Linalool ve fonksiyonel özellikleri. Gıda, Metabolizma Sağlık: Biyoaktif Bileşenler ve Doğal Katkıları Kongresi. (Tam Metin Bildiri/Poster)
- Konuk Dilara, Korel Figen (2015). Kurutma Sıcaklığının Üzüm Çekirdeklerinin Toplam Fenolik Madde İçeriği ve Antioksidan Kapasitesi Üzerine Etkisi. Pamukkale Gıda Sempozyumu 3- Kurutulmuş ve Yarı Kurutulmuş Gıdalar. (Tam Metin Bildiri/Poster)
- Konuk Dilara, Korel Figen (2015). Natamisin İçeren Yenilebilir Aljinat Kaplamaların Mandalinaların Kalite Özellikleri ve Mikrobiyolojik Güvenliği Üzerine Etkisi. 5. Gıda Güvenliği Kongresi. (Tam Metin Bildiri/Poster)