

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BERGAMUT VE LİMON KABUĞU UÇUCU YAĞININ KAPSÜLLENMESİ VE
ELDE EDİLEN ÜRÜNÜN ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ**

KÜBRA SULTAN ÖZDEMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

2010

**BERGAMUT VE LİMON KABUĐU UÇUCU YAĐININ KAPSÜLLENMESİ VE
ELDE EDİLEN ÜRÜNÜN ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ**

KÜBRA SULTAN ÖZDEMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ

GIDA MÜHENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI

**Bu tez 2009.02.0121.018 proje numarasıyla Akdeniz Üniversitesi Bilimsel
Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.**

2010

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BERGAMUT VE LİMON KABUĞU UÇUCU YAĞININ KAPSÜLLENMESİ VE
ELDE EDİLEN ÜRÜNÜN ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ**

KÜBRA SULTAN ÖZDEMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Bu tez .../.../2010 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından () not takdir edilerek
Oybirliği/Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Ayhan TOPUZ (Danışman)

Prof. Dr. Vural GÖKMEN

Yrd. Doç. Dr. Hilal ŞAHİN

ÖZET

BERGAMUT VE LİMON KABUĞU UÇUCU YAĞININ KAPSÜLLENMESİ VE ELDE EDİLEN ÜRÜNÜN ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

KÜBRA SULTAN ÖZDEMİR

Yüksek Lisans Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Ayhan TOPUZ

Temmuz 2010, 90 Sayfa

Bu çalışmada, Türkiye’de turunçgiller içerisinde önemli bir yere sahip olan bergamut (*Citrus bergamia*) ve limon (*Citrus limon Burm.cv.Kütdiken*) kabuğunun uçucu yağları elde edilmiş ve bu yağlar farklı kapsülleme materyalleri ile kapsülленerek toz formda çözünür mikrokapsüller üretilmiştir. Bu amaçla bergamut ve limon meyvelerinin kabuk kısmından (flavedo tabakası) buhar distilasyonu ile uçucu yağlar elde edilmiştir. Elde edilen bu uçucu yağlar arap zımkı ve maltodekstrin taşıyıcı madde kombinasyonları ile emülsifiye edilmiş ve bu emülsiyonlar püskürterek kurutma ünitesinde kurutulmuş mikrokapsüllere dönüştürülmüştür. Elde edilen mikrokapsüllerin fiziksel (nem miktarı, su aktivitesi, yığın yoğunluğu, çözünürlük, bulanıklık, ürün verimi, kapsülleme verimi) ve kimyasal (uçucu yağ bileşimi) kalite özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca hammadde ve mikrokapsüllerdeki uçucu yağ bileşenlerinin stabilitesini belirlemek amacıyla, örnekler 20 gün boyunca oda sıcaklığında ve sabit nemde depolanmış ve depolama sonucunda örneklerdeki uçucu yağ miktarı ve kompozisyonları tekrar analiz edilmiştir.

Rendelenmiş bergamut ve limon kabuğundaki uçucu yağ miktarları sırasıyla 5.96 mL/100 g ve 3.83 mL/ 100 olarak tespit edilmiştir. Bergamut kabuğu uçucu yağında 29 bileşen, limon kabuğu uçucu yağında ise 27 bileşen tespit edilmiştir. Bergamut uçucu yağı mikrokapsüllerinde ürün verimi % 47.89-68.24 ve kapsülleme verimi % 54.42-72.57 arasında hesaplanmıştır. Bergamut uçucu yağı mikrokapsüllerin nem oranı % 1.91-2.83, su aktivitesi 0.120-0.145, yığın yoğunluğu 364-417 kg/m³, bulanıklık 7.29-

20.97 NTU deęerleri arasında deęişmiştir. Limon uçucu yaęı mikrokapsüllerinde ürün verimi % 46.21-55.76, kapsülleme verimi % 74.01-84.98 arasında hesaplanmıştır. Elde edilen limon uçucu yaęı mikrokapsüllerin ise nem oranı %2.58-4.15 su aktivitesi 0.153-0.187, yağın yoğunluğu 382-404 kg/m³, bulanıklık 13.95-23.15 NTU deęerleri arasında deęişmiştir.

ANAHTAR KELİMELELER: Bergamut (*Citrus bergamia*), limon(*Citrus limon Burm.cv.Kütdiken*), kabuk uçucu yaęı, kapsülleme, arap zamkı, maltodekstrin , püskürterek kurutma

JÜRİ: Doç. Dr. Ayhan TOPUZ (Danışman)

Prof. Dr. Vural GÖKMEN

Yrd. Doç. Dr. Hilal ŞAHİN

ABSTRACT

ENCAPSULATION OF BERGAMOT AND LEMON PEEL ESSENTIAL OIL AND DETERMINATION OF PRODUCT PROPERTIES

Kübra Sultan ÖZDEMİR

M.Sc. Thesis in Food Engineering

Adviser: Assoc. Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

July, 2010, 90 Pages

In this study, essential oils obtained from the peels of bergamot (*Citrus bergamia*) and lemon (*Citrus limon Burm.cv.Kütdiken*) which are the important citrus fruits in Turkey, were converted into powdered soluble microcapsules by using different carrier materials. After grating the peels (flavedo) of bergamot and lemon, the essential oils were obtained by steam distillation. These essential oils were emulsified by the mixture of arabic gum and maltodextrin in different combinations and these emulsions were converted into microcapsules by spray drying. Afterwards, physical (moisture content, water activity, bulk density, solubility, turbidity, product yield and encapsulation efficiency) and chemical (composition of the essential oils) quality properties of the microcapsules were determined. In addition, the samples were stored at room temperature with constant humidity for 20 days in order to determine the stability of the essential oils components of the microcapsules. The essential oil contents and compositions of the samples were then analyzed after storage.

The essential oils contents of the peels were determined as 5.96 mL/100 g and 3.83 mL/ 100 g for bergamot and lemon, respectively. In bergamot essential oils 29 components were identified while 27 compounds were determined in lemon essential oils. Product yield and encapsulation efficiency of the microcapsules of bergamot essential oils were calculated in 47.89-68.24% and 54.42-72.57%, respectively.

Moisture contents, water activity, bulk density and turbidity values for the microcapsules of bergamot essential oils were changed in 1.91-2.83%, 0.120-0.145, 364-417 kg/m³ and 7.29-20.97 NTU, respectively. Product yield, encapsulation efficiency, moisture content, water activity, bulk density, and turbidity of the lemon peel's essential oils were determined between 46.21-55.76%, 74.01-84.98%, 2.58-4.15%, 0.153-0.187, 382-404 kg/m³ and 13.95-23.15 NTU, respectively.

KEYWORDS: Bergamot (*Citrus bergamia*), lemon(*Citrus lemon Burm.cv.Küt diken*), peel essential oil , encapsulation, arabic gum, maltodextrin, spray drying.

COMMITTEE: Assoc. Prof. Dr. Ayhan TOPUZ (Adviser)

Prof. Dr. Vural GÖKMEN

Asst. Prof. Dr. Hilal ŞAHİN

ÖNSÖZ

Son yıllarda, gıda endüstrisinde gıdalara lezzet ve aroma vermek amacıyla aroma maddelerinin kullanımı giderek artmaktadır. Günümüzde gıda endüstrisinde kullanılan sentetik aroma maddelerinin yerini doğal kaynaklı aroma maddeleri almaktadır. Ülkemizde önemli miktarda üretilmekte olan bergamut (*Citrus bergamia*) ve limon (*Citrus limon Burm.cv.Kütdiken*) türlerinin endüstride kullanım alanları vardır. Bergamut ve limon özellikle kabuk yağlarının kullanımı açısından dünya genelinde büyük bir ticari öneme sahiptir. Bu yağların sağlık üzerine olumlu etkileri de tespit edilmiştir. Antiseptik ve antibakteriyel özelliklerinden dolayı eczacılık endüstrisinde kullanımları yaygındır. Ancak bu yağların gıda endüstrisinde doğrudan kullanımında güçlükler vardır ve depolamaya oldukça hassastır. Bu çalışmada, bergamut ve limon kabuğu uçucu yağları kapsülendirilerek gıda sanayine yeni ürünler kazandırılması hedeflenmiştir. Elde edilen ürünlerin gıda sanayinde, çay, fırın ürünleri, pastacılık ürünleri, şekerleme ve benzeri ürünlerde aroma maddesi olarak kullanılabilmesi hedeflenmiştir.

Bu çalışmanın gerçekleşmesinde bana her türlü yardım ve desteğini esirgemeyen Danışman Hocam Doç. Dr. Ayhan TOPUZ'a (Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi), deneyimleriyle bana yön gösteren değerli hocam Yrd.Doç.Dr.Hilal ŞAHİN'e (Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi), çalışma materyali temininde yardımcı olan Dr.Muharrem Gölükçü'ye (Batı Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü) ve Akdeniz Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dekanlığı'na, araştırmamı maddi olarak destekleyen Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi çalışanlarına, tezin tüm aşamalarında bana yardımcı olan ve desteğini esirgemeyen Yüksek Lisans Öğrencisi Negin AZARABADİ ve Yüksek Lisans Öğrencisi Aslı ARSLAN'a, çalışmalarım boyunca bana deneyimleriyle yol gösteren doktora öğrencileri Arş. Gör. Cüneyt DİNÇER ve Gıda Yüksek Müh. Mehmet TORUN'a, Gıda Mühendisliği Bölümü'ndeki tüm öğretim üyeleri ve çalışma arkadaşlarıma, bu süreçte beni yalnız bırakmayan ve her zaman destekleyen Çağlar MUTLU'ya ve tüm hayatım boyunca maddi, manevi büyük fedakârlıklar yaparak bu noktaya gelmemi sağlayan aileme ve özellikle çalışmalarım süresince gece yolumu gözleyen annem Sevim ÖZDEMİR'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
ÖNSÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xi
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL BİLGİLER ve KAYNAK TARAMALARI.....	2
2.1. Turunçgil Kabuk Yağları.....	2
2.2. Kapsülleme.....	7
2.2.1. Kapsülleme teknikleri.....	9
2.2.2. Taşıyıcı maddelerin kapsülleme üzerine etkileri.....	11
2.2.3. Püskürterek kurutma koşullarının kapsülleme üzerine etkisi.....	14
3. MATERYAL ve METOT.....	18
3.1. Materyal.....	18
3.1.1. Turunçgil kabukları.....	18
3.1.2. Taşıyıcı maddeler.....	19
3.2. Metot.....	19
3.2.1. Uçucu yağların mikrokapsülasyonu.....	19
3.2.2.1. Uçucu yağ eldesi.....	19
3.2.2.2. Emülsiyon hazırlama.....	20
3.2.2.3. Püskürterek kurutma.....	20
3.2.2. Analizler.....	21
3.2.2.1. Kapsülleme ve ürün verimi.....	21
3.2.2.2. Toplam uçucu yağ miktarı.....	22
3.2.2.3. Uçucu yağ kompozisyonunun belirlenmesi.....	22
3.2.2.4. Nem miktarı analizi.....	23
3.2.2.5. Su aktivitesi analizi.....	24
3.2.2.6. Yığın yoğunluğu analizi.....	24

3.2.2.7. Bulanıklık analizi.....	25
3.2.2.8. Çözünme oranı.....	25
3.2.2.9. Mikrokapsüllerin aroma tutma kapasitesinin belirlenmesi.....	25
3.2.2.10. Parçacık boyut dağılımı.....	25
3.2.3. İstatistiksel analizler.....	26
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	27
4.1. Bergamut Kabuğu Uçucu Yağ Miktarı ve Uçucu Yağ Kompozisyonu.....	27
4.2. Bergamut Yağından Üretilen Mikrokapsüllerin Kalite Özellikleri.....	30
4.2.1. Ürün verimi.....	31
4.2.2. Mikrokapsüllerin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi.....	34
4.2.3. Kapsülleme sonrası elde edilen ürünlerin uçucu yağ bileşimi.....	36
4.2.4. Nem miktarı ve su aktivitesi.....	38
4.2.5. Yığın yoğunluğu.....	39
4.2.6. Bulanıklık Analizi.....	41
4.2.7. Çözünme oranı.....	43
4.2.8. Parçacık boyutu dağılımı.....	43
4.2.9. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin aroma tutma kapasitesi.....	46
4.3. Limon Kabuğu Uçucu Yağ Miktarı ve Uçucu Yağ Kompozisyonu.....	61
4.4. Limon Yağından Üretilen Mikrokapsüllerin Kalite Özellikleri.....	63
4.4.1. Ürün Verimi.....	63
4.4.2. Mikrokapsüllerin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi.....	65
4.4.3. Kapsülleme sonrası elde edilen ürünlerin uçucu yağ bileşimi.....	66
4.4.4. Nem miktarı ve su aktivitesi.....	68
4.4.5. Yığın yoğunluğu.....	69
4.4.6. Bulanıklık Analizi.....	70
4.4.7. Çözünme oranı.....	71
4.4.8. Parçacık boyutu dağılımı.....	72
4.4.9. Limon yağı mikrokapsüllerinin aroma tutma kapasitesi.....	75
5. SONUÇ.....	82
6. KAYNAKLAR.....	84
ÖZGEÇMİŞ	

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

g	: Gram
kg	: Kilogram
mg	: Miligram
mL	: Mililitre
nm	: Nanometre
s	: Saniye
µg	: Mikrogram
µl	: Mikrolitre
m	: Metre
µm	: Mikrometre
°C	: Santigrat derece

Kisaltmalar

AZ	: Arap Zamkı
MD	: Maltodekstrin
DE	: Dekstroz eşdeğeri
GCMS	: Gas Chromatography Mass Spectroscopy (Gaz Kromatografisi Kütle Spektrometresi)
KO	: Kareler Ortalaması
SD	: Serbestlik Derecesi
SH	: Standart Hata

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1.	Kapsüllenmiş d-Limonene'in elektron mikroskobundaki görüntüsü	8
Şekil 2.2.	Püskürterek kurutma sisteminin temel bölümleri	10
Şekil.3.1.	Rendelenmiş limon (a) ve bergamut (b) kabukları	18
Şekil 3.2.	Neoclevenger düzeneği	19
Şekil 3.3.	Püskürterek kurutma sistemi	21
Şekil 3.4.	Püskürterek kurutmada elde edilen mikrokapsüller.....	21
Şekil 3.5.	Toluen distilasyon düzeneği	24
Şekil 4.1.	Bergamut yağının GC-MS analizinde elde edilen kromotogram	28
Şekil 4.2.	Mikrokapsüllerin görüntüsü.....	30
Şekil 4.3.	Bergamut yağı kapsüllenmesinde elde edilen ürün verimleri.....	31
Şekil 4.4.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu dağılımı.....	39
Şekil 4.5.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin sulu çözeltilerine ait bulanıklık değerleri	41
Şekil.4.6.	Bergamut yağı mikrokapsüllerinin parçacık boyut dağılımı	43
Şekil 4.7.	Bergamut mikrokapsüllerine ait boyut dağılımı	44
Şekil 4.8.	Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki α -pinene oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi.....	49
Şekil 4.9.	Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki <i>myrecene</i> oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi.....	51
Şekil 4.10.	Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki <i>limonene</i> oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi.....	53
Şekil 4.11.	Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerin γ -Terpinene oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi.....	54
Şekil 4.12.	Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerin <i>linalool</i> oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi.....	56
Şekil 4.13.	Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki α -Terpineol oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi	58
Şekil 4.14.	Bergamut yağı mikrokapsüllerinin taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı <i>geranyl acetate</i> değişimi	59

Şekil 4.15.	Limon yağının GC-MS ile analizi sonucu elde edilen kromotogram.....	61
Şekil 4.16.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonları ile üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerleri.....	70
Şekil 4.17.	Limon yağı mikrokapsüllerinin boyut dağılımı	72
Şekil.4.18.	Parçacık boyut dağılımı	74
Şekil 4.19.	Limon yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki α -pinene oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi.....	77
Şekil 4.20.	Taşıyıcı madde kombinasyonu ve depolamaya bağlı $sabinene + \beta$ -pinene değişimi	78
Şekil 4.21.	Limon yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki $myrcene$ oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi.....	80
Şekil 4.22.	Taşıyıcı madde kombinasyonu ve depolamaya bağlı $limonene$ değişimi..	81

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 4.1.	Bergamut yağında tespit edilen bileşenler	28
Çizelge 4.2.	Bergamut yağının kapsüllemesinde elde edilen ürün verimine ait varyans analiz sonucu	31
Çizelge 4.3.	Bergamut yağının kapsüllemesinde farklı taşıyıcı madde kullanımının ürün verimleri ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi Sonuçları	32
Çizelge 4.4.	Bergamut yağı mikrokapsüllerindeki uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi	34
Çizelge 4.5.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimine ait varyans analiz sonucu	35
Çizelge 4.6.	Bergamut yağı mikrokapsüllerindeki uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	35
Çizelge 4.7.	Bergamut yağı mikrokapsüllerinden gerikazanılan uçucu yağların kompozisyonu	36
Çizelge 4.8.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesi değerleri.....	38
Çizelge 4.9.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesine ait varyans analiz sonucu	38
Çizelge 4.10.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerine ait varyans analiz sonucu	40
Çizelge 4.11.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları.....	40
Çizelge 4.12.	Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerlerine ait varyans analiz sonuçları	42

Çizelge 4.13. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut mikrokapsüllerinde bulanıklık değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları.....	42
Çizelge 4.14. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin D10 ve D50 değerleri için varyans analiz sonucu.....	44
Çizelge 4.15. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin D90 değerleri için varyans analiz sonucu	44
Çizelge 4.16. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin partikül büyüklüğü ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	45
Çizelge 4.17. Bergamut yağı mikrokapsüllerinden 0.gün ve 20.gün sonunda elde edilen uçucu yağ miktarı.....	46
Çizelge 4.18. 20 gün depolanan mikrokapsüllerden elde edilen bergamut yağlarının kompozisyonu	47
Çizelge 4.19. Bergamut yağı mikrokapsüllerinde α -pinene değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	49
Çizelge 4.20. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut mikrokapsüllerindeki α -pinene ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları.....	50
Çizelge 4.21. Bergamut yağı mikrokapsüllerindeki <i>myrecene</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	51
Çizelge 4.22. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut mikrokapsüllerinin <i>myrecene</i> değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları.....	52
Çizelge 4.23. Bergamut yağı mikrokapsüllerinde belirlenen <i>Limonene</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları	53
Çizelge 4.24. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin γ -Terpinene oranına ait varyans analiz sonuçları	54
Çizelge 4.25. Bergamut yağı mikrokapsüllerindeki γ -Terpinene 'e ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları.....	55
Çizelge 4.26. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin <i>Linalool</i> oranına ait varyans analiz sonuçları	56

Çizelge 4.27. Bergamut yağı mikrokapsüllerinden elde edilen yağda <i>Linalool</i> 'e ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	57
Çizelge 4.28. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin <i>α-terpineol</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	58
Çizelge 4.29. Bergamut yağı mikrokapsüllerinden elde edilen yağdaki <i>α-terpineol</i> oranına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	59
Çizelge 4.30. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin <i>geranyl acetate</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları	60
Çizelge 4.31. Bergamut mikrokapsüllerinden elde edilen yağda <i>geranyl acetate</i> değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	60
Çizelge 4.32. Limon uçucu yağında tespit edilen bileşenler.....	62
Çizelge 4.33. Limon yağının kapsüllenmesinde farklı taşıyıcı madde kullanımı sonucu elde edilen ürün verimleri	64
Çizelge 4.34. Limon yağının kapsüllenmesinde elde edilen ürün verimi değerlerine ait varyans analiz sonucu	65
Çizelge 4.35. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonları ile üretilen limon yağı mikrokapsüllerindeki uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi	65
Çizelge 4.36. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimine ait varyans analiz sonucu	66
Çizelge 4.37. Limon yağı mikrokapsüllerinden geri kazanılan uçucu yağların kompozisyonu	67
Çizelge 4.38. Limon yağı mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesi	68
Çizelge 4.39. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinde nem miktarı ve su aktivitesi değerlerine ait varyans analiz sonucu	69
Çizelge 4.40. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu	69
Çizelge 4.41. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerine ait varyans analiz sonucu	70

Çizelge 4.42. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerlerine ait varyans analiz sonuçları .	71
Çizelge 4.43. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	71
Çizelge 4.44.a Limon yağı mikrokapsüllerinin D10 ve D50 değerleri için varyans analiz sonucu	73
Çizelge 4.44.b.Limon yağı mikrokapsüllerinin D90 değerleri için varyans analiz sonucu	73
Çizelge 4.45. Limon yağı mikrokapsüllerinin D10, D50 ve D90 değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma testi sonuçları	74
Çizelge 4.46. Limon yağı mikrokapsüllerinin üretim sonrası 0.gün ve 20.gün örneklerinden elde edilen uçucu yağ miktarı	75
Çizelge 4.47. 20 gün depolama sonunda mikrokapsüllerden gerikazanılan uçucu yağların kompozisyonu	76
Çizelge 4.48. Limon yağı mikrokapsüllerindeki α - <i>pinene</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	78
Çizelge 4.49. Limon yağı mikrokapsüllerindeki <i>sabinene</i> + β - <i>pinene</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları	79
Çizelge 4.50. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin üretim sonrası ve 20 gün depolama sonrası uçucu yağdaki geri kazanılan uçucu yağda <i>sabinene</i> + β - <i>pinene</i> değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	79
Çizelge 4.51. Limon yağı mikrokapsüllerindeki <i>myrecene</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	80
Çizelge 4.52. Limon yağı mikrokapsüllerindeki <i>limonene</i> değerlerine ait varyans analiz sonuçları	81

1. GİRİŞ

Ülkemizde üretilen meyveler içerisinde turunçgiller (portakal, limon, mandarin, bergamut, greyfurt vb.) önemli bir paya sahiptir. Turunçgiller ülkemizde Akdeniz, Ege ve kısmen de Doğu Karadeniz bölgelerinde yetiştirilmektedir. Turunçgil meyveleri besleyici değeri, tadı, aroması, kendine özgü yapısı ve renk gibi özellikleri ve kış meyveleri olması nedeniyle önemli miktarda tüketilmektedir. Bu meyvelerin geniş bir kullanım alanı da bulunmaktadır. Nitekim turunçgiller sofralık olarak tüketildiği gibi, meyve suyu, pektin ve reçel üretiminde de kullanılmaktadır. Turunçgillerden elde edilen önemli ürünlerden biri de turunçgil kabuk yağlarıdır. Turunçgil kabuk yağları hoş kokuları nedeniyle gıdalarda tat, aroma ve lezzet verici olarak kullanılmaktadır. Ayrıca bu yağlar sağlık üzerine olumlu etkilerinden dolayı farmakoloji, aromaterapi ve kozmetik sanayinde kullanılmaktadır (Sousa vd 2004, Sawamuro vd 2005).

Dünyada ticareti yapılmakta olan uçucu yağlar içerisinde turunçgil kabuk yağları önemli bir paya sahiptir. Ülkemizde turunçgil suyu üretiminin yan ürünü olarak turunçgil kabuk yağı üretilmektedir. Turunçgil kabuk yağları büyük oranda uçucu terpenoidlerden oluşmakta olup, bu bileşikler ısı, ışık ve oksijen gibi çevresel faktörlerin etkisi ile işleme ve depolama sürecinde kimyasal olarak değişime uğramaktadır (Madane vd 2006). Turunçgil uçucu yağlarının, işleme ve depolama stabilitesinin artırılması için pek çok araştırma yapılmış ve yöntemler geliştirilmiştir. Bunlardan en önemli ve etkin olanlarından birisi kapsüllemedir (Madane vd 2006). Kapsülleme ile uçucu bileşenlerin çevreden izolasyonunu sağlar ve salınımları kontrol altına alınır. Böylece ürünlerde aroma kayıpları ve değişimi büyük ölçüde engellenmektedir (Finney vd 2002).

Bu çalışmada, gıda endüstrisinde önemli kullanım alanı olan ve yeterince değerlendirilmeyen bergamut (*Citrus bergamia*) ve limon (*Citrus limon Burm.cv.Kütdiken*) kabuğu uçucu yağlarının kapsülленerek kullanımını kolay, raf ömrü uzun yeni ürünlere dönüştürülmesi ve bu ürünlerin önemli kalite özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

2. KURAMSAL BİLGİLER VE KAYNAK TARAMALARI

2.1. Turunçgil Kabuk Yağları

Rutaceae familyasının *Citrus* cinsine ait olan turunçgiller Assam (Hindistan) orijinli olup buradan tüm dünyaya yayılmış ve binlerce yıl içinde çok sayıda mutasyonla yeni çeşitleri ortaya çıkmıştır (Dharmawan vd 2008). Bugün dünyada binlerce turunçgil çeşidinin bulunduğu bildirilmektedir (Sawamuro vd 2005, 2006).

2008 yılı istatistiki verilerine göre, Türkiye’de turunçgil üretimi toplam 3.026.940 ton olup, bunun yaklaşık % 47’ si portakal, % 24’ü mandarin, % 22’si limon ve misket limonu(lime), % 6’sı altıntop ve % 0.1’i turunçgil benzerleridir. Ülkemizde yaklaşık 113.000 hektar alanda turunçgil üretimi yapılmaktadır (Anonymous 2010a).

Türkiye’de, turunçgiller meyveler içerisinde önemli bir paya sahiptir. Turunçgiller ülkemizde en fazla Akdeniz, Ege ve kısmen de Doğu Karadeniz bölgelerinde yetiştirilmektedir. Türkiye’de en yaygın turunçgil üretimi Çukurova’da yapılmakta olup, toplam üretimin % 70’i bu bölgede gerçekleşmektedir. Antalya ve çevresi ise, % 20’lik üretim alanı ile turunçgil üretimi bakımından ikinci sırada yer almaktadır (Akgün 2006). Yaygın olarak yetiştirilen turunçgil türlerinin bazıları; portakal (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck), limon (*Citrus limon* (L.) Burm f.), mandalina (*Citrus reticulata*) ve greyfurt (*Citrus paradisi*) tur.

Bergamutun (*Citrus bergamia*), ilk olarak İtalya’nın güneyinde 1700’lü yıllarda yetiştiğine rastlanmıştır. Bazı araştırmacılara göre bergamut, acı portakal (*Citrus aurantium*) ve limonun (*Citrus Limon* L.) hibriti olarak değerlendirilirken, diğer bazı araştırmacılar ise acı portakal (*C.aurantium*) ve turunç (*Citrus aurantifolia*) hibriti olduğunu ileri sürmektedirler. Bergamut yeşilimsi sarı bir kabuk rengine sahip olup, oldukça asidik bir meyvedir. Sofralık olarak tüketilemeyen bu meyvenin, ticari değerini özellikle parfüm sanayinde kullanılan ve özel bir aromaya sahip uçucu yağından alır (Moufida ve Marzouk 2003). Ayrıca bergamutun, reçel ve marmelat gibi gıda ürünlerine işlenmesi de ticari değerini arttıran faktörler arasındadır.

Limon (*Citrus limon* L.) önemli bir turunçgil türü olup ülkemizde ve dünyada pek çok çeşidi bulunmaktadır. Çok yüksek miktarda asit içeriğine sahip olması nedeni ile ekşi bir tada sahip olan limon; portakal, mandarin ve diğer pek çok turunçgil gibi meyve olarak tüketilmektedir. Ancak limon çorba, balık, salata ve diğer pek çok yemeğe lezzet vermek amacı ile kullanılır. Limon açık sarı renkte bir meyve olup, diğer turunçgillerden en önemli farklarından biri yılda birkaç kez meyve vermesidir. Limonun çeşidine, yetiştirme koşullarına, olgunlaşma zamanına ve diğer bazı kültürel farklılıklara bağlı olarak bileşiminde farklılıklar görülebilmektedir (Ruberto 2002).

Sofralık tüketimin yanında turunçgillerin gıda endüstrisinde birçok kullanım alanı da vardır. Bunlar arasında en önemlileri, meyve suyu, pektin, reçel ve uçucu yağ üretimi olarak sıralanabilir. Portakal, limon ve greylift meyve suyu üretiminde daha çok kullanılırken, özellikle bergamut reçel üretiminde diğerlerine göre daha çok tercih edilir. Ayrıca bergamut kabuk uçucu yağı diğer turunçgil kabuk uçucu yağlarından daha yaygın bir kullanım alanına sahiptir.

Turunçgil kabuk yağları esas olarak meyve kabuklarından elde edilir. Ayrıca yaprak, dal ve çiçek kısımlarından da elde edilebilir, ancak; bu kısımlardan elde edilen yağ kabuk yağına oranla çok düşük miktardadır. Turunçgil kabuklarının renkli kısımlarından elde edilen yağ, 100'den fazla bileşikten oluşmaktadır. Bu yağların bileşimi; terpenler, oksijenlenmiş bileşikler (alkoller, alditler, ketonlar, esterler ve terpenlerin oksitlenmiş türevleri) ve uçucu olmayan bileşikler olmak üzere 3 ana grupta toplanmaktadır (Sousa vd 2004). Turunçgil kabuk yağında bulunan uçucu yağların büyük çoğunluğu terpenler (monoterpen, sesquiterpen) oluşur. Monoterpenler, turunçgil yağlarının ana bileşenleri olup uçucu yağın % 60-98'lik kısmını oluşturmaktadır. Bu monoterpenlerin ana bileşeni ise *limonene*'dir. Monoterpenler tüm turunçgil kabuk yağlarında yüksek oranda bulunmasına rağmen, her turunçgil yağının kokusu ve aroması farklıdır. Bu durum, içinde bulunan oksitlenmiş terpen türevi ve miktarındaki farklılıktan kaynaklanır. Örneğin portakal kabuk yağında *limonene* içeriği % 90'dan fazla iken, limon kabuk yağında *limonene* içeriğinin % 65 civarında olduğu bildirilmektedir (Ruberto 2002).

Günümüzde, turunçgil kabuk yağlarının eldesinde farklı yöntemler kullanılmaktadır. Turunçgil kabuk yağları temel olarak meyve kabuklarından ve yapraklarından soğuk presleme yöntemiyle elde edilir. Bu yöntemde, kabuktaki yağ keseciklerinde bulunan yağ zerrecikleri meyve suyu ile beraber ya da öncesinde çıkarılabilir. Elde edilen yağ su emülsiyonu, peş peşe seperatörden geçirilir ve filtre edilerek su ve yabancı maddelerden ayrılır. Bu yöntemle elde edilen yağa soğuk preslenmiş yağ (cold pressed oil) denir (Ruberto 2002).

Turunçgil kabuk yağının ayrılmasında soğuk presleme işlemi değişik şekillerde uygulanabilir. Bunlardan birincisinde, bütün haldeki meyve, hareketli parmakların oluşturulduğu bir yuvada sıkıştırılırken meyveden içeriye giren bir sonda ile meyve suyu dışarı alınır ve bu sırada meyvenin yüzeyine su spreyi uygulanır. Sıkıştırma sonucunda kabuk yüzeyine çıkan yağ damlacıkları su ile yıkanır, yağ-su emülsiyonu halinde ayrılır. Böylece meyve suyu ve kabuk yağının, meyveden aynı anda fakat birbirine karışmadan alınması mümkün olmaktadır (Cemeroğlu ve Karadeniz 2004).

Kabuk yağı ayırmada kullanılan ikinci yöntem, meyve suyunun ekstraksiyonundan önce yağın ayrılmasıdır. Bu amaçla kullanılan cihazlarda uygulanan genel ilke; bütün meyvelerin bir silindirden geçerken veya bant üzerinde hareket ederken flavedo katmanının iğnelenerek, yağ damlacıklarının yüzeye çıkarılması ve bunların su ile yıkanarak yağ-su emülsiyonu haline getirilerek ayrılmasıdır. Meyveler bundan sonra sınıflandırılıp ekstraktöre sevk edilmektedir. Bu tip yağ ayırıcılara en yaygın örnek Brown Oil Extractor'lerdir (B.O.E). Bu ekstraktörlerde saatte 20–40 ton meyve işlenebilmektedir (Cemeroğlu ve Karadeniz 2004).

Kabuk yağı ayırmada üçüncü bir uygulama ise, yağ damlacıklarının bulunduğu tüm flavedo katmanı rendelenerek ayrılırken üzerlerine su spreyi uygulamaktır. Bu uygulama ile kabuk yağı, meyve suyundan önce meyveden alınmış olur (Cemeroğlu ve Karadeniz 2004).

Turunçgil kabuk yağı ayırmada kullanılan mekanik yöntemlerin tek başına kullanılması kabuk uçucu yağının tamamen ayrılması için yeterli değildir. Distilasyon

metodu, uçucu yağ ayırmada ve miktar belirlemede en çok kullanılan yöntemdir (Ferhat vd 2006). Distilasyon yöntemi, uçucu bileşiklerin kaynama noktası farkından yararlanılarak ayrılması esasına dayanır. Distilasyon uygulamaları farklı olabilmektedir. Bunlar su distilasyonu, buhar distilasyonu ve vakum distilasyondur. Su distilasyonu yönteminde, uçucu yağların kaynama noktası suyun kaynama noktasından yüksek olmasına rağmen bu yağların su buharı ile sürüklenebilme özelliğinden faydalanılmakta ve su buharının kısmi basıncının da etkisiyle uçucu yağlar normal kaynama noktalarının altındaki sıcaklıklarda buharlaşabilmektedir. Su distilasyonu sırasında, uçucu yağ su ile difüzyonlanmaktadır. Ancak bu işlemler sırasında uçucu yağdaki bazı bileşiklerin hidroliz olması ve ısı etkisi ile bazı bileşenlerin bozulması gibi istenmeyen etkiler de ortaya çıkabilir (Kutlular 2007).

Buhar distilasyonu yönteminde doymuş veya aşırı ısıtılmış buhar kullanılmaktadır. Su buharı distilasyonu ile kendi kaynama noktasında bozunmaya uğrayan maddeler bu yöntemle düşük sıcaklıklarda bozunmadan distile edilebilir. Bu yöntem, ucuz ve teknik olarak basit bir işlem olması, su buharının kabuk gözeneklerini genişletilmesi nedeniyle yağ ayrılmasını kolaylaştırması, bazı bileşiklerin bozulmasına yol açsa da glikozit bağlarını parçalaması, işlem sırasında buharın yağ oksidasyonunu engellemesi yönleriyle avantajlıdır (Azcan 1994).

Vakum distilasyonu ise bu distilasyon yöntemleri içerisinde pek çok açıdan avantajlı bir yöntemdir. Nitekim vakum distilasyonu ile düşük basınçta ve daha düşük sıcaklıklarda uçucu yağlar distile edilebilmektedir. Sıcaklık etkisiyle bozulan birçok bileşik bu yöntem sayesinde bozunmadan elde edilebilmektedir (Ceylan 1996).

Tüm turunçgil kabuk yağlarının, gıda ilaç ve kozmetik endüstrilerinde az veya çok kullanım alanları vardır. Ancak bunlar içerisinde en pahalı ve değerli olan bergamut yağıdır. Bergamut ve bergamut yağı üretimi oldukça sınırlıdır ve özellikle İtalya'nın Calabria bölgesinde üretimi mevcuttur. Bu bölgede dünyadaki bergamut yetiştiriciliğinin % 95'i gerçekleşmektedir (Verzera vd 2003). Ayrıca Brezilya, Gine ve Fildişi Sahilleri ve Türkiye'de de üretimleri yapılmaktadır. Bergamut yağının anti-septik ve anti-bakteriyel özelliklerinden dolayı eczacılık endüstrisinde kullanımı

yaygındır. Ayrıca ferahlatıcı ve yoğun kokusundan dolayı da kozmetik sanayinde kullanılmaktadır Gıda endüstrisinde ise, şekerlemelerin, likörlerin ve 'earl gray' olarak isimlendirilen çayın üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır (Ruberto 2002, Pernice vd 2009, Eleni vd 2009).

Bergamut kabuk yağı, % 93–96 oranında terpen hidrokarbonları ve bunların oksitlenmiş türevlerini içeren uçucu kısım ile % 4–7 oranında kumarin, psoralen, karotenoid, sterol, tokoferol ve parafinleri içeren uçucu olmayan kısımdan oluşur (Figoli 2006, Morrone vd 2007). Sawamura vd (2006) bergamut uçucu yağında 55 tane bileşen tespit etmişlerdir. Bu yağın % 57.1'inin terpenler oluşturmuştur. Bu çalışmada 13 monoterpen (% 55.5), 8 sesquiterpen(% 1.6), 8 ester (%30.4), 10 alkol(% 9.5), 6 aldehit(% 0.5), 5 oksitlenmiş hidrokarbon (% 0.27), ve 4 adet keton(% 0.21) tespit edilmiştir. En fazla miktarda bulunan bileşenler sırasıyla; %37.2 oranında *limonene*, % 30 oranında *linalyl acetate*, % 8.8 oranında *linalool*, % 6.8 *γ-terpinene* ve % 6.2 *β-pinene*'dir. Bergamut yağının bileşimi incelendiğinde, limonen miktarının diğer turunçgil yağlarına göre daha az, *linalyl acetate* ve *linalool* miktarının ise diğer turunçgil yağlarındaki oranına göre fazla olduğu görülmektedir. *Linalool* ve *linalyl acetate* oranları bergamut aromasının kalitesini belirleyen faktörlerden biridir. Nitekim *linalool/linalyl acetate* oranının azalması ile bergamut yağının aroma kalitesinin arttığı belirtilmiştir(Statti vd 2004). İtalya'nın Calabria bölgesinde üretilen yağlarda bu oran yaklaşık 0.3 olarak tespit edilmiştir. Diğer ülkelerde üretilen bergamutlarda *linalool* içeriğinin daha yüksek (% 10-20) olması nedeniyle, bu değer arttığı bildirilmiştir (Figoli 2006, Sawamuro vd 2006).

Bergamut uçucu yağının; ağrı kesici, antidepresan, antiseptik, antibiyotik, antispazdomik, mideyi kuvvetlendirici, sakinleştirici, yaraları iyileştirici, sindirimi kolaylaştırıcı, ateş düşürücü, iştah açıcı ve kurt döktürücü etkileri vardır (Anonymous 2010b).

Turunçgiller içerisinde önemli düzeyde yetiştiriciliği yapılan diğer bir tür ise limondur. Limon kabuğundan da uçucu yağ üretilmekte olup, bu yağ değişik alanlarda kullanılmaktadır. Limon kabuk uçucu yağının dünya çapında yıllık üretimi yaklaşık

2000-2500 tondur (Anonim 2008). Başlıca limon kabuk yağı üreticisi ülkeler; ABD, İtalya ve Arjantin'dir. Limon kabuk yağı üretimi bakımından bu ülkeleri Brezilya, Fildişi Sahili, Yunanistan, İspanya, İsrail, Kıbrıs, Avustralya, Peru, Gine, Endonezya, Venezuela ve Şili izlemektedir (Bayrak 2006).

Limon kabuk yağı kompozisyonunu belirlemeye yönelik birçok çalışma yapılmıştır (Verzera vd 2004, Moufida ve Marzouk 2003, Ruberto 2002, Bouisba vd 2009, Ahmad vd 2006). Ahmad vd (2006) limon kabuğu yağının temel bileşenlerinin *limonene* (% 53.61), *α-thujene* (%0.63), *γ-terpinene* (18.57%), *camphene* (0.13%), *β-pinene* (11.80%), *sabinene* (0.63%), *α-terpinolene* (0.25%), *myrcene* (11.16%), *α-pinene* (2.63%), *citral* (0.27%), *citronellol* (0.15%), *caprinaldehyde* (0.26%), *borneol* (0.16%), *∇³-carene* (0.45%) ve *p-cymene*'den (0.12%) oluştuğu tespit edilmiştir. Limonun tipik ferah kokusu, uçucu yağda yüksek miktarda bulunan neral ve geranialden kaynaklanmaktadır (Ruberto 2002).

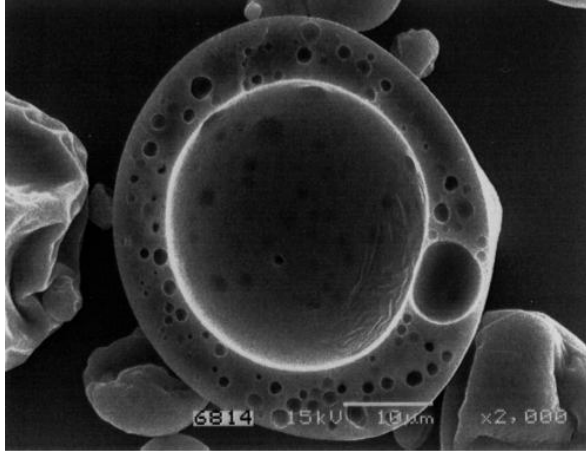
Limon kabuk uçucu yağının anti-anemik, anti-mikrobiyal, anti-romatizma, anti-septik, anti-bakteriyel, gaz giderici, terletici, idrar söktürücü, ateş düşürücü, kanı durdurucu, tansiyon düşürücü, vücudu kuvvetlendirici ve kurt döktürücü özellikleri bulunduğu bildirilmektedir (Anonim 2010c).

2.2. Kapsülleme

Gıda, kimya ve eczacılık endüstrisinde önemli uygulamalardan biri kapsüllemedir. Mikro ve makro kapsülleme teknikleri, gıda sanayisinde, bazı bitki ekstraktlarının, emülgatörlerin, aminoasitlerin, renk maddelerinin, yağların, enzimlerin, mayalama ajanlarının, mikroorganizmaların, minerallerin, vitaminlerin kapsüllemesinde kullanılabilir. Kapsüllemiş bu ürünler katkı maddeleri olarak geniş bir kullanım alanına sahiptirler (Zeller vd 1999, Barbosa-Cánovas vd 2005).

Uçucu yağların gıdaların işlenmesi ve depolama sürecinde bozulduğu ve kayba uğradığı bilinmektedir (Madane vd 2006). Bu nedenle uçucu yağların depolama

stabilitesinin artırılması için farklı uygulamalar geliştirilmiştir. Bunlardan birisi kapsülleme işlemidir. Yaklaşık 40 yıl kadar önce kullanılmaya başlanan kapsülleme işlemi, bir materyalin başka bir materyal içerisinde hapsedilmesi anlamına gelir. Hapsedilen materyal genellikle sıvıdır, ancak katı veya gaz maddeler de kapsüllenebilir. İç kısımdaki materyali kaplayan kısma kapsül denir. Kapsül içinde kalan kısım ise çekirdektir. Uygulanan kapsülasyon tekniklerine bağlı olarak elde edilen kapsüllerin (partiküllerin) partikül boyutları; makro ($> 5000\mu\text{m}$), mikro ($1.0 - 5000\mu\text{m}$) ve nano ($<1.0 \mu\text{m}$) olarak sınıflandırılmaktadır (Jafari vd 2008). Kapsül boyutlarına göre yapılan bu sınıflandırmada mikrokapsülleme (mikroenkapsülasyon) en yaygın uygulamadır (Cosco 2006). Mikroenkapsüllerin elektron mikroskopundaki görüntüsü Şekil 2.1'de gösterilmiştir.



Şekil 2.1. Kapsüllemiş d-Limonene'in elektron mikroskopundaki görüntüsü (Soottitawat vd 2003)

Mikroenkapsülasyon uygulamalarının önemli avantajları vardır. Genel olarak kaplanan materyalin birçok özelliği kapsülleme ile değişir. Örneğin sıvı bir materyalin akışkanlık özelliği kapsüllemiş toz forma geçmesinden dolayı değişir. Aroma maddelerinin kapsüllemesi ile sıvı halde bulunan aroma maddeleri katı forma dönüştürülebilmektedir (Zeller vd 1999, Soottitawat vd 2003). Ayrıca higroskopik maddeler kapsülleme ile nemden, aroma maddeleri ise ışık ve oksidasyondan korunur. Kapsüllemiş uçucu bileşenlerin stabilitesi artar, ışıktan ve oksidasyondan daha iyi korunur (Soottitawat vd 2003).

2.2.1. Kapsülleme teknikleri

Aroma maddelerinin kapsüllemesine yönelik birçok teknik mevcuttur. Bu teknikler arasında, püskürterek kurutma, püskürterek soğutma veya dondurma (spray chilling and spray cooling), ekstrüzyon kaplama, akışkan yatakta kaplama (fluidized bed coating), lipozoma hapsetme (liposome entrapment), faz ayırma (coacervation) ve santrifüjlü ekstrüzyon bulunmaktadır. Ancak bunlar içerisinde en fazla tercih edilen ve yaygın olarak kullanılan yöntem püskürterek kurutma yöntemidir. Sürekli üretim olanağı sağlaması ve endüstriyel olarak kolayca uygulanabilmesi nedeniyle bu yöntem diğerlerine nazaran daha çok tercih edilmektedir (Re 1998, Soottotantawat vd 2003, Jimenez vd 2004, Rodriguez-Huezo vd 2004, Madene vd 2006, Jafari vd 2008).

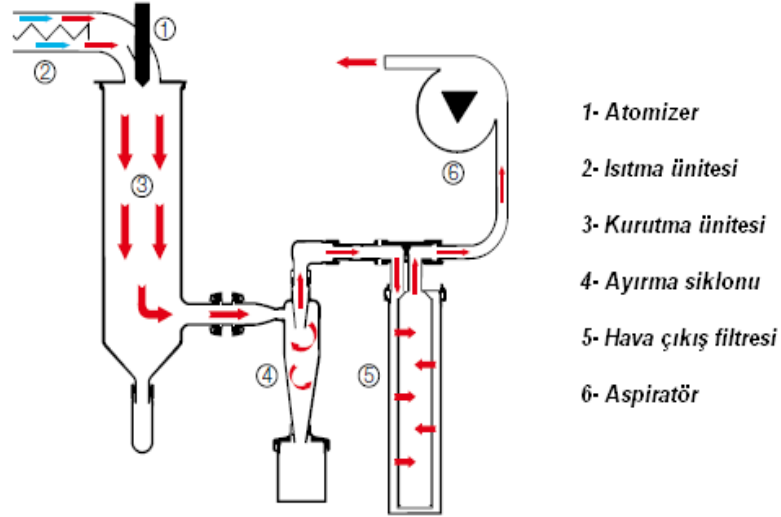
Püskürterek kurutma temel olarak, çözelti veya süspansiyon halindeki sıvının, ısıtılmış hava akımının bulunduğu bir bölgede, atomizasyonla parçacık şeklinde hızla kurutulduğu bir işlemdir. Bu işlem sonunda elde edilen toz ürün, belirli büyüklükte küresel partikül dağılımına sahiptir. Diğer kurutma yöntemlerine göre kurutma süresinin oldukça kısa olması nedeniyle, özellikle ısıya hassas ürünlerin güvenle kurutulmasında püskürtmeli kurutucu tercih edilebilir. Gıdaların çoğunlukla ısıya hassas oluşu ve toz ürünlerin tüketici için çekiciliği gıda endüstrisinde püskürterek kurutmanın en önemli tercih sebebidir (Şahin 2009).

Genellikle sulu emülsiyonların kullanılmasıyla gerçekleştirilen püskürterek kurutma işleminde kontrollü koşullarda çözücü bazlı emülsiyonlar ile de çalışılabilmektedir. Püskürterek kurutma sisteminin temel yapısı Şekil 2.2'de verilmiştir. Püskürterek kurutma işlemi temel olarak aşağıdaki işlem basamaklarından oluşur (Vikram vd 2008):

- Sıvının ön konsantrasyonu (genellikle maliyet düşürmek için düşük konsantrasyonlu sıvılara uygulanır)
- Atomizasyon (Sıvı zerreciklerinin oluşturulması)
- Sıcak hava veya gaz akımında kurutma, katı toz partiküllerin oluşumu
- Nemli hava/gazdan toz ürünün ayrılması (Siklon ayırma aşaması)

Püskürterek kurutma işlemi diğer kapsülleme yöntemlerine kıyasla düşük maliyetli bir işlemdir. Püskürterek kurutma işleminde öncelikle uygun bir taşıyıcı madde

(kapsülleme ajanı) seçilir ve bu madde su içinde çözündürülür (Jafari vd 2008). Daha sonra bu çözeltiye kapsüllenecek madde eklenir ve homojenize edilerek emülsiyon oluşturulur. Püskürterek kurutma sisteminde kurutulur ve toz ürüne dönüştürülür.



Şekil 2.2. Püskürterek kurutma sisteminin temel bölümleri (Anonymous 2009b)

Rulkens ve Thijsen (1972), püskürterek kurutma süresince uçucu bileşenlerin alıkonma (tutunma) mekanizmasını açıklayabilmek amacıyla “Seçici Difüzyon Teorisi (Selective Diffusion Theory)” ni ortaya koymuştur. Bu teori ile püskürterek kurutulmuş gıdalarda uçucu bileşenlerin geri kazanım mekanizması açıklanmıştır. Kurutma sırasında, karışımdaki su konsantrasyonu azalırken, bu bileşenlerin difüzyon katsayıları da suyun difüzyon katsayısından çok daha hızlı şekilde azalır. Su miktarı kurutma ile dış tabakalarda belirli bir oranın altına düştüğünde, kapsül uçucu bileşenleri tutar ve ancak suyun uzaklaşmasına izin verir. Bu şekilde kurutma devam eder.

Püskürterek kurutmanın düşük maliyetli olması, çok yaygın olarak kullanılmasını sağlarken bu sistemle üretilen toz ürünlerde oksidasyona karşı yetersiz koruma görülebilmektedir. Aroma ve uçucu yağların başarılı bir şekilde kapsüllemesi sonucunda, oluşan kapsüllemiş tozda, toz partiküllerde yüzeydeki yağın minimum miktarda olması ve aroma bileşenlerinin maksimum oranda korunması gerekmektedir (Jafari vd 2008). Ancak yapılan çalışmalar kapsüllemiş ürün kalitesinin kapsülleme

ajanına, kuruma sıcaklığına, emülsiyondaki aroma miktarına, emülsiyon ve partikül büyüklüğü gibi işlem parametrelerine bağlı olduğunu göstermiştir (Kargel 2000). Bu faktörlerden en etkili olanı uygun taşıyıcı maddenin seçimidir. Çünkü son üründeki aromanın stabilitesi, taşıyıcı maddenin kimyasal özelliklerine ve emülsiyon kalitesine bağlıdır (Kargel 2000).

2.2.2. Taşıyıcı maddelerin kapsülleme üzerine etkileri

Bir gıda bileşeninin kaspülenmesinde birinci basamak uygun bir taşıyıcı maddenin seçimidir. Taşıyıcı maddenin seçimi, çekirdek materyali ve son üründe istenilen özelliklere göre yapılır. İdeal taşıyıcı madde, iyi derecede film oluşturabilmeli, yüksek konsantrasyonlarda dahi düşük viskoziteye sahip olmalı, düşük higroskopik yapıda olmak ve gıdada çözündürüldüğünde aromayı salacak özelliğe sahip olmalıdır. Ayrıca maddeler, düşük maliyetli, tatsız, stabil ve kaplanacak materyali iyi oranda koruyabilme özelliklerine de sahip olmalıdır. Püskürterek kurutma yöntemi ile yapılan kapsüllemelerde, tek bir taşıyıcı maddenin tüm bu özelliklere sahip olması mümkün olmadığı için, bir taşıyıcı madde yerine birden fazla taşıyıcı maddenin kombine olarak kullanımı daha yaygındır (Jafari vd 2008, Kaushik ve Roos 2007). Yaygın olarak kullanılan kapsülasyon ajanları; proteinler (örneğin; süt, jelatin), gamlar (akasya gamı, aljinat), karbonhidratlar (sükroz, maltodekstrinler, modifiye nişasta, siklodekstrinler, selüloz), lipitler, yağlar, mumlar, lesitin (emülsifiye edici) ve lif maddeleridir (Fuchs vd 2006). Aroma kapsülasyonunda kullanılan taşıyıcı maddeler 4 temel başlık altında toplanabilir. Bunlar; mono ve disakkaritler, parçalanmış nişasta (maltodekstrinler ve mısır şurubundan elde edilen katı maddeler), kimyasal modifiye (emülsifiye edici) nişasta ve gamlardır (Reineccius 2004).

Her taşıyıcı maddenin farklı karakteristik özellikleri vardır. Mono ve disakkaritler, ucuz ve modifiye nişasta ya da arap zamkı karışımlarında sıklıkla kullanılabilen materyallerdir. Bunlar maliyeti azaltmak ya da oksidasyona karşı dayanıklılığın geliştirilmesi amacıyla kullanılmaktadır. Mono ve disakkaritlerden glikoz, sukroz ve laktoz bu amaçla en fazla kullanılan maddelerdir. Araştırmalar, şeker alkollerinin de taşıyıcı madde olarak kullanılabileceğini ortaya koymuştur. Ancak camsı geçiş sıcaklıklarının düşük olması nedeniyle şeker alkollerini genellikle farklı taşıyıcı

maddelerle birlikte kullanılırlar. Taşıyıcı maddelerin camsı geçiş sıcaklığının düşük olması, depolamada kekleşmeye ya da ürünün kristalize olmasına, aromanın zayıf tutunmasına ve kurutmada zorluklara neden olabilmektedir (Reineccius 2004).

Hidrolize nişasta, ucuz, yüksek oranda çözünür (%75'e kadar), çözeltisi düşük vizkoziteye sahip bir maddedir. Buna ek olarak, daha yüksek dekstroz eşdeğeri (DE) sağlayan hidrolizatları (mısır şurubu katı maddesi 25–36 DE) oksidasyona karşı önemli derecede koruma sağlar. Ancak bu ürünlerin taşıyıcı madde olarak kullanımının temel problemi, emülsifiye etme kapasitelerinin düşük olması ve lipofilik uçucu maddelerin bu maddelere tutunma kuvvetinin oldukça zayıf olmasıdır. Hidrolize nişastalar, hidrofilik uçucu maddelerin tutulmasında kapsülleme materyali olarak kullanılabilir. Ancak, yapılan araştırmalar yüksek DE ürünleri kullanıldıkça, depolama sırasında kekleşme probleminin ortaya çıktığını göstermiştir (Reineccius 2004).

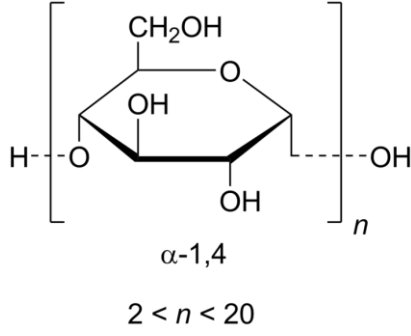
Emülsifiye nişastalar, kısmen hidrolize edilmiş ve lipofilik özellikleri ortaya çıkarılmıştır. Bu tür nişastalar, çok iyi emülsifikasyon özellikleri gösterirler ve püskürterek kurutma işlemi sırasında daha çok uçucu madde tutunmasını sağlar. Bu maddelerin kullanımındaki temel engel yüksek maliyetli olmaları ve aromayı oksidasyona karşı koruyamamasıdır (Reineccius 2004).

Arap zankı (Arabic gum) diğer adıyla akasya zankı, yüksek oranda dallanmış bir polimer olup, basit şekerler (galaktoz, ramnoz, arabinoz), glukuronik asit ve kovalent bağlı proteinden (~%2 w/w) oluşur. Yapıda bulunan protein arap zankının fonksiyonel özelliklerini belirlemede önemli rol oynar (Turchiuli vd 2005). Arap zankı su içinde çok iyi çözünebilirlik özelliğine sahiptir. Yüzey aktif bir madde olan arap zankı, yüksek konsantrasyonlarında bile çözeltide düşük viskozite sağlar. İyi çözünebilmesi ve yüzey aktif özelliği dolayısıyla kapsülasyon matrisleri içinde uçucu yağların ve aromanın tutulması amacıyla en fazla tercih edilen taşıyıcı maddedir. Kurutma işlemi sırasında aroma maddelerinin yüksek oranda tutunmasını sağlar. Ancak arap zankı pahalı bir madde olduğu için ve her zaman kapsüllemede alternatif taşıyıcılara da ihtiyaç duyulmaktadır. Bu nedenle maltodekstrinler ve modifiye nişastalar arap zankına alternatif taşıyıcı maddeler olarak daha fazla ilgi görmektedir (Reineccius 1989).

Maltodekstrinler ve mısır şuruplarından elde edilen katı maddeler, tatsız ve besleyici özellikteki hidrolize nişasta türevleridir. Nişastanın parçalama ürünü olan maltodekstrinler, lineer amiloz ve dallı amilopektin yapıları içerir. Bu yapılar, α -1-4 bağıyla oligosakkarit ve disakkaritlere bağlanmış D-glukoz moleküllerinden oluşur (Şekil 2.3.) Nişastanın hidrolizi, enzim, asit ya da enzim-asit kombinasyonu kullanılarak gerçekleştirilir. İstenilen parçalanma seviyesine gelindiğinde reaksiyon durdurulur ve filtre edilen ürün kurutulur. Maltodekstrinler ve mısır şurupları genellikle dekstroz eşdeğeri (DE) ile ifade edilir. Dekstroz eşdeğeri, nişastanın hidroliz seviyesini gösteren bir değerdir. DE değeri 20'den küçük olan hidrolize nişasta türevleri maltodekstrin olarak adlandırılırken DE değeri 20' nin üzerindeki ise, mısır şurubu katısı olarak isimlendirilir (Kargel 2000).

Maltodekstrinler, düşük maliyeti, suda yüksek oranda çözünbilmesi (%75'e kadar) ve nötre aromalı olması nedeniyle taşıyıcı madde olarak sıklıkla kullanılmaktadır. Ancak maltodekstrinlerin emülsiyon oluşturma ve aroma tutma kapasiteleri düşüktür. Bunlardan dolayı maltodekstrinler genellikle arap zamkı ile beraber kullanılmaktadır (Turchiuli vd 2005). Farklı DE'ye sahip maltodekstrinlerin çözünürlük ve viskozite gibi fizikokimyasal özellikleri de birbirinden farklıdır (Desorby vd 1997, Cai ve Corke 2000, Dokic-Baucal vd 2004). Örneğin 5DE, 10 DE, 15DE ve 20DE değerine sahip maltodekstrinlerin suda çözünürlük oranları sırasıyla %30-45, %45-55, %50-65 ve %60-75'tir(Kargel 2000). Yüksek DE'ye sahip maltodekstrinlerin daha yoğun ve oksijen geçirmeyen özellikte matriks oluşturduğu ve portakal uçucu yağı kapsüllerinin raf ömrünü uzattığı görülmüştür (Anandaraman ve Reineccius 1986).

Yapılan araştırmalarda, arap zamkı/maltodekstrin emülsiyon oranının aromanın tutunmasını etkilediği görülmüştür. Arap zamkı ve maltodekstrin oranlarının ağırlıkça 2/3 ve 3/2 olduğu oranlarda optimum tutunma sağlandığı ifade edilmektedir (Turchiuli vd 2005).



Şekil 2.3. Maltodekstrin'in yapısı (Anonymous 2009a)

2.2.3. Püskürterek kurutma koşullarının kapsülleme üzerine etkisi

Uçucu yağ kapsüllemesinde kurutma koşulları yapılan uygulamaya göre değişmektedir. Bu koşullar arzu edilen sabit nem içeriğinin oluşturulması için mutlaka ayarlanmalıdır. Son ürünün nem içeriği ve parçacık büyüklüğü işleme koşulları değiştirilerek kontrol edilebilmektedir. Kurutma esnasında operatör tarafından kontrol edilebilecek temel parametreler aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- Hava giriş sıcaklığı
- Besleme akış hızı/basıncı
- Püskürtme hava hızı/basıncı
- Aspirasyon oranı

Ayrıca çıkış sıcaklığı ve çıkan havanın bağıl nemi de kontrol edilmesi gereken önemli unsurlardır. Ancak bu parametreler yukarıda belirtilen temel parametrelerin ayarlanmasıyla dolaylı olarak kontrol edilebilmektedir.

Püskürterek kurutma işleminde giriş ve çıkış sıcaklığının son ürün üzerine etkisi ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır (Jafari vd 2008, Soottitawat vd 2003). Çalışmalar, yüksek hava giriş sıcaklığının damlacık yüzeyinde hızlı bir yarı-geçirgen zarın oluşması için yeterli düzeyde yüksek, ancak ürüne zarar vermeyecek ve zarın yüzeyini tahrip etmeyecek derecede düşük olması gerektiğini bildirmektedir. Birçok kaynakta, 160-210°C arasındaki bir giriş sıcaklığının optimum düzeyde aroma tutunumunu sağladığı rapor edilmiştir. Ancak bazı kaynaklarda ise 280-350°C sıcaklıklarda da aroma kapsüllemesinin başarı ile gerçekleştirilebildiği bildirilmektedir (Reineccius

2004). Reineccius (2004) yaptığı çalışmada, 210°C'nin üzerindeki hava giriş sıcaklıklarının aroma tutunmasını azalttığını belirlemiştir. Bunun nedeninin partikülde balon oluşumundan kaynaklandığı bildirilmiştir. Çok yüksek hava giriş sıcaklıklarında, kurumakta olan partikül içerisinde oluşan buhar, partikülün şişmesine neden olur ve baloncuk oluşur. Bu durum aroma tutulmasını olumsuz etkilemektedir. Balon oluşumu sıcaklığı, kullanılan taşıyıcı maddeye, püskürterek kurutucu tasarımına bağlı olarak değişir.

Püskürterek kurutucudaki hava çıkış sıcaklığının kapsülasyon üzerine etkisi hala net bir şekilde açıklanamamıştır. Reineccius ve Coulter (1969) kurutma sırasında aroma tutunması üzerine yaptıkları bir çalışmada, hava çıkış sıcaklığının yükseltilmesiyle diasetil gibi çözünebilir aromaların tutunmasının arttığını tespit etmişlerdir. Bunun nedeni, yüksek çıkış sıcaklıklarında kurutucu havanın bağıl neminin düşmesidir (Reineccius ve Coulter 1969). Düşük bağıl nem, daha hızlı kurutmaya neden olur ve böylece daha iyi aroma tutunması sağlanır. Ancak yüksek çıkış sıcaklığı, bazı aroma maddelerine (örneğin, peynir ve domateste bulunan aroma maddeleri) zarar verebilir. Yüksek hava çıkış sıcaklığı ürünün çıkış nem miktarını da düşürür. Ürün çıkış nem miktarı, göz önünde bulundurulması gereken çok önemli bir parametredir (Reineccius 2004).

Püskürterek kurutma sırasında, aromanın tutunmasını açıklamak için birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalarda, kurutma şartlarının, uçucu bileşen özelliklerinin, taşıyıcı madde tipleri ve oranlarının, kurutma sırasında aroma tutunması ve aromanın raf ömrü üzerine etkileri araştırılmıştır (Shue ve Rosenberg 1995, Bhandari vd 1992, Re' ve Liu 1996, McNamee vd 1998,2001, Soottitantawat vd 2003). Aroma maddelerin kurutma sırasında büyük oranda kaybolmaması şaşırtıcıdır. Bunu iki teoriyle açıklamak mümkündür. Bunlardan biri daha önce bahsedildiği gibi, selektif difüzyon teorisidir. Bu teoriye göre, atomize edilen damlacık yüzeyindeki nem %7-23 arasında olduğunda bu kuru yüzey yarı geçirgen bir zar gibi davranarak suyun geçişine izin verir ancak etkili bir biçimde aroma geçişine izin vermez. Kuruma işlemi devam ederken, aromaların difüzyonu suya göre büyük oranda azalır. Bu yüzden aroma kaybının büyük bir çoğunluğu kurumanın ilk evrelerinde meydana gelmektedir. Bu noktada “bağıl uçuculuk (relative volatility)” teorisi geçerlidir. Bu teoriye göre, kurumanın ilk

evrelerinde, sudan daha yüksek bağıl uçuculuğa sahip bileşenler, daha düşük uçuculuğa sahip bileşenlere oranla daha fazla miktarda kaybedilir (Jafari vd 2008).

Püskürterek kurutma sırasında uçucu bileşenlerin kaybı 3 farklı aşamada gerçekleşir. Bunlardan birisi atomizasyon aşamasıdır. Emülsiyonun atomizasyonu sırasında büyük yüzey alanı oluşması sonucu uçucu bileşen kayıpları gözlenir. İkinci aşama, damlacık oluşumundan sonraki aşamadır. Bu aşamada tam bir zar oluşumu henüz gerçekleşmemiştir ve su çıkışı devam etmektedir. Bu sırada uçucu bileşenler su ile birlikte difüze olarak uzaklaşır. Kayıpların gözlendiği son aşama ise, damlacık içerisindeki suyun kaynama noktasına ulaşması ile meydana gelir. Kaynayan su buharlaşarak damlacıkta şişme meydana getirir ve buharın dışarı çıkması sonucu beraberinde uçucu bileşenler de kaybolur. Bu son aşamada gözlenen kayıplar diğer aşamalara göre daha fazladır (Hecht ve King 2000).

Atomize edilen damlacıkların parçacık büyüklüğünün aroma tutunması üzerine etkisi tartışmalı bir konudur. Bir çok araştırmacı büyük parçacıkların aroma tutunumunu arttırdığını söylerken, bazı araştırmacılar da etkisinin olmadığını ya da azalttığını rapor etmişlerdir. Reineccius vd (2001) atomizasyon tipinin ve işlem sıcaklıklarının püskürterek kurutulmuş toz ürünün fiziksel özellikleri üzerine etkisini araştırdıkları çalışmada, partikül büyüklüğünün kurutma sıcaklıklarından etkilenebildiğini rapor etmişlerdir. Araştırmacılar hızlı kurutma koşullarında (yüksek sıcaklıklar ve düşük ΔT) daha büyük parçacık elde edilebileceğini öne sürmektedir. Bunun nedeni, hızlı kurutma koşullarında, parçacıklar hızlı bir şekilde oluşur ve kurutma sırasında büzülmez ve küçülmez. Beslemedeki kuru madde oranının da benzer bir etkisi vardır. Yüksek kuru madde içeren besleme emülsiyonların kurutulması sonucu büyük partikül oluşumu gözlenmez. Ancak atomizasyon tipinin partikül büyüklüğü üzerine etkisi, operasyon sıcaklıklarından daha fazla önemlidir.(Finney vd 2002, Reineccius 2004).

Püskürterek kurutulan ürünlerin, su aktivitesi ve camsı geçiş sıcaklığı, gıda tozlarının depolama stabilitesini etkileyen önemli parametrelerdendir. Bir ürün camsı geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda ve tek tabaka su içeriğine sahipken(a_w 0.1-0.3) en stabil haldedir (Goula vd 2008). Su aktivitesinin aroma stabilitesi ve oksidasyona etkisi

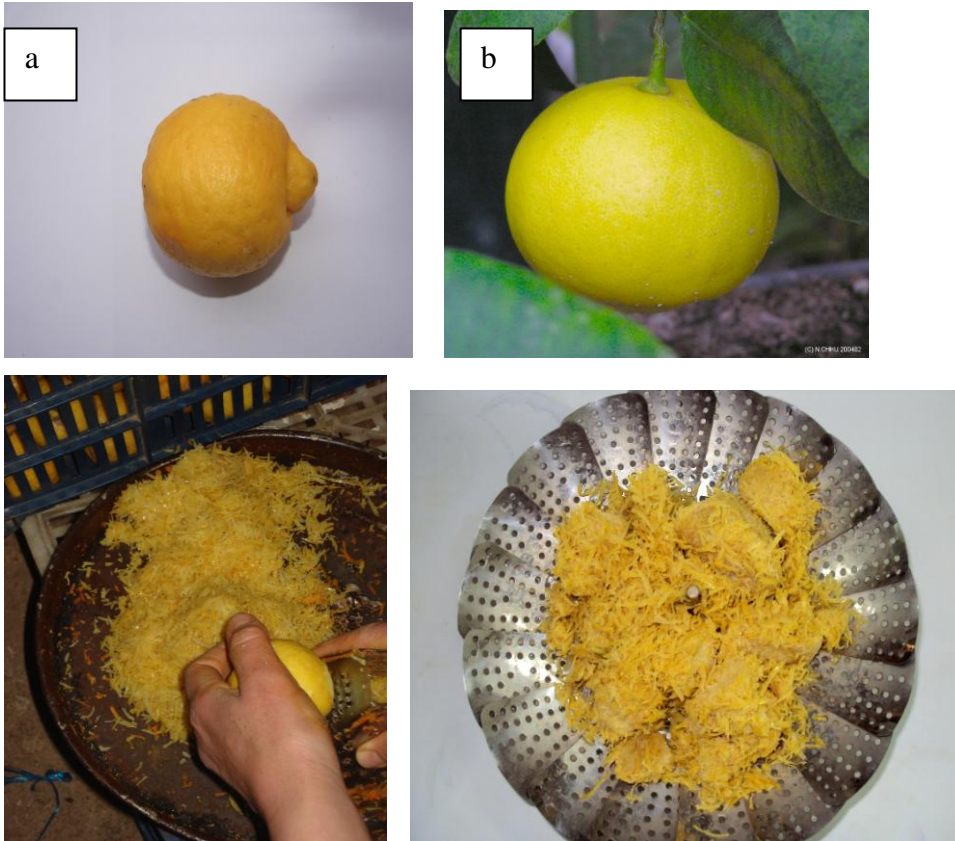
üzerine de arařtırmalar yapılmıřtır. Anker ve Reineccius (1988)'de yaptıkları alıřmada su aktivitesinin 0.001-0.536 ve 0.108-0.628 aralıęında artmasıyla oksidasyonun azaldıęını öne sürmüřlerdir. Ancak Hardas vd (2002) kapsüllenmiř süt yaęı üzerine yaptıkları arařtırmada, su aktivitesi 0.14 ve 0.44 olan ortamlarda depolanan tozların, 0.52 su aktitesinde depolanan örneklere göre oksidasyona karřı daha iyi korunduęunu belirtmiřlerdir.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

3.1.1. Turunçgil kabukları

Arařtırmada kullanılan bergamut (*C.bergamia*) Antalya Batı Akdeniz Tarımsal Arařtırma Enstitüsü bahçesinden, limon (*C. limon Burm.cv.Kütdiken*) ise Akdeniz Üniversitesi Ziraat Fakültesi bahçesinden 2009 yılının Şubat ayında her türden yaklaşık 100 kg olacak şekilde hasat edilmiştir. Bu meyvelerin kabuk kısmındaki flavedo tabakası rendelenerek mümkün olduğunca hava kalmayacak şekilde plastik kavanozlara doldurulmuş ve -18°C 'de dondurulmuştur. Rendelenmiş olan bu kabuklar araştırma materyalini oluşturmuştur (Şekil 3.1).



Şekil.3.1. Rendelenmiş limon (a) ve bergamut (b) kabukları

3.1.2. Taşıyıcı Maddeler

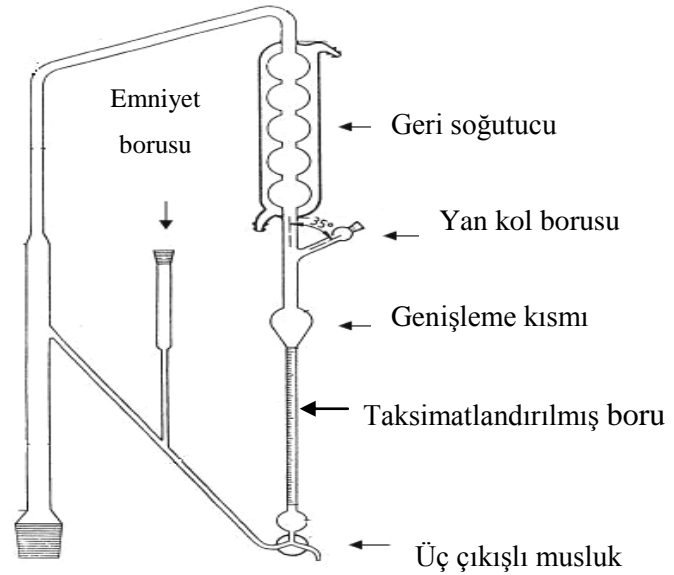
Araştırmada uçucu yağların kapsüllemesi amacıyla taşıyıcı madde olarak arap zamkı (Sigma–Aldrich, Chemie, Germany) ve maltodekstrin (DE 12) (Roquette Services Techniques et Laboratoires, F-62080, Lestrem, Fransa) kullanılmıştır.

3.2. Metot

3.2.1. Uçucu yağların mikrokapsüllemesi

3.2.1.1. Uçucu yağ eldesi

Mikrokapsüllenecek bergamut ve limon kabuğu uçucu yağları neoclevenger distilasyon düzeneğinde (Şekil 3.2) buhar distilasyonu yöntemiyle elde edilmiştir (Bouisba vd 2009). Bu amaçla her defasında 200 g rendelenmiş yaş kabuk buhar distilasyonuna tabi tutularak, uçurulan uçucu yağ, düzeneğin geri soğutucusunda yoğunlaştırılmış ve genişleme kısmında toplanmıştır. İşlem sonrasında düzenek soğumaya terk edilmiş ve toplanan uçucu yağlar amber şişelere aktarılarak kapsüllemek üzere -18°C 'de muhafaza edilmiştir.



Şekil 3.2.Neoclevenger düzeneği

3.2.1.2. Emülsiyon hazırlama

Elde edilen uçucu yağlardan arap zamkı ve maltodekstrin ile emülsiyon hazırlama işlemi Turchiuli vd (2005)'e göre yapılmıştır. Bu işlemde arap zamkı ve maltodekstrin ağırlıkça 2/3, 3/2, 1/3, 3/1, 1/0, 0/1 oranlarında karıştırıldıktan sonra, bu karışımların sulu çözeltileri (30 g kurumadde/100 mL su) hazırlanmıştır. Bu çözeltilere kurumadde miktarının ağırlıkça % 5'i kadar uçucu yağ eklenmiş ve bu karışım homojenizatör (Ultraturax T25 Basic) ile 13000 devir/dakikada 5 dakika süreyle homojenize edilerek emülsiyon haline getirilmiştir.

3.2.1.3. Püskürterek Kurutma

Hazırlanan emülsiyonlar püskürterek kurutma ünitesinde (Büchi Mini Spray Dryer B-290) (Şekil 3.3.) kurutularak mikrokapsüllere dönüştürülmüştür. Püskürterek kurutma işlemi eş yönlü hava akımında gerçekleştirilmiştir. Son üründe 0.2 su aktivitesi değerini sağlayacak bir kurutma işlemi hedeflenmiş, farklı hava giriş (180-200) ve çıkış sıcaklıkları (95-110) ile farklı aspirasyon hızlarında (70-85) kurutma ön denemeleri yapılarak en uygun kurutma koşulları belirlenmiştir. Ön denemeler sonunda hava giriş ve çıkış sıcaklıkları sırasıyla 200°C ve 110°C olarak belirlenmiştir. Bu sıcaklık değerleri literatürde (Reineccius 2004, Jafari vd 2008) de uçucu yağ kapsüllenmesi için uygun değerler olarak bildirilmiştir. Kurutma performansını etkileyen hava hızı ise püskürterek kurutma cihazının %85 aspirasyon gücü ile sağlanmıştır. Farklı kompozisyonlarda hazırlanan emülsiyonlar belirlenen hava çıkış sıcaklığını sağlayacak hızda (450-750 mL/saat) peristaltik pompa yardımıyla atomizere beslenmiştir. Homojen bir besleme yapabilmek amacıyla emülsiyonlar manyetik karıştırıcı kullanılarak sürekli karıştırılmıştır. Sisteme beslenen bu emülsiyonlar 5 barlık sabit hava basıncı (yaklaşık 500 L/saat hava hızına karşılık gelmektedir) ile döndürülen atomizer yardımıyla kurutma odasına püskürtülerek kurutulmuş ve kuruyan mikrokapsüller siklon seperatörde ayrıldıktan sonra ürün toplama kabına toplanmıştır (Şekil 3.4.). Elde edilen ürünler nem almayacak şekilde 2'şer adet amber renkli örnek şişelerine paralelli olarak doldurulmuş ve analizler gerçekleştirilene kadar -18°C'de bekletilmiştir. Bu örneklerde üretim ve depolama sonrasında analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.3. Püskürterek kurutma sistemi



Şekil 3.4. Püskürterek kurutmada elde edilen mikrokapsüller

3.2.2. Analizler

3.2.2.1. Kapsülleme ve ürün verimi

Bergamut ve limon yağlarının püskürterek kurutulması sonucunda elde edilen mikrokapsüllerin kapsülleme ve ürün verimleri sırasıyla Eşitlik 1 ve Eşitlik 2 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$KV = \frac{KY}{EY} * 100 \quad (1)$$

$$\ddot{U}V = \frac{\ddot{U}}{BK} * 100 \quad (2)$$

Bu eşitliklerde;

KV : Kapsülleme verimi (%)

KY : Kapsüldeki uçucu yağ miktarı (mL)

- EY* : Emülsiyondaki yağ miktarı (mL)
ÜV : Ürün verimi (%)
Û : Elde edilen ürün miktarı (g)
BK : Emülsiyondaki kurumadde miktarı (g)

olarak verilmiştir.

3.2.2.2. Toplam uçucu yağ miktarı

Bergamut ve limon kabuğu toplam uçucu yağ miktarları ile bu yağlardan üretilen mikrokapsüllerdeki toplam uçucu yağ miktarları neoclevenger distilasyon düzeneği ile belirlenmiştir (Beristain vd 2001, Bouisba vd 2009). Bergamut ve limon kabuğunun toplam uçucu yağ miktarının belirlenmesi amacıyla 200.0 g rendelenmiş yaş kabuk (Materyal kısmında tanımlanmıştır) 3 saat süreyle buhar distilasyonuna tabi tutularak damıtılan uçucu yağ miktarı ölçülmüş ve aşağıdaki eşitlik yardımıyla toplam uçucu yağ oranı hesaplanmıştır.

$$TUY = \frac{DUY}{RKM} * 100$$

Eşitlikte;

TUY : Toplam uçucu yağ oranı (mL/100 g rendelenmiş kabuk)

DUY : Damıtılmış uçucu yağ miktarı (mL)

RKM : Buhar distilasyonuna tabi tutulan rendelenmiş kabuk miktarı (g)

3.2.2.3. Uçucu yağ kompozisyonunun belirlenmesi

Bu çalışma kapsamında bergamut ve limon kabuğu uçucu yağları ile bu yağlar kullanılarak üretilen mikrokapsüllerden damıtılan uçucu yağların kompozisyonu GC-MS (Shimadzu QP-2010) ile Verzera vd (2004)'ye göre analiz edilmiştir. Bu amaçla neoclevenger düzeneğinden elde edilen uçucu yağlar hekzan ile 1:20 oranında seyreltilerek sıvı enjeksiyon ünitesinden kolona yüklenmiştir.

Analiz koşulları:

Enjeksiyon	: 1:25 oranında (bölerek)
Kolon	: TRB-5 MS (30 m uzunluk x 0.25 mm iç çap x 0.25 mm film kalınlığı)
Taşıyıcı gaz	: He (90 kPa basınç ve 45.7 cm/s doğrusal hızda)
Enjeksiyon bloğu sıcaklığı	:250°C
Kolon sıcaklığı	:40°C’de 2 dak bekleme ve 40°C’den 240°C’ye, 3°C/dak gradyan sıcaklık artışıyla)
İyonlaştırma enerjisi	: 70 eV
Tarama aralığı	: 40-400 D, m/z
Tarama hızı	: 769 kütle/s
Çözücü geçme zamanı (Solvent cut time)	: 4.2 dak

Kromatogramların integrasyonları otomatik olarak yapılmış ve yüksekliği 100.000 mV’ den küçük olan pikler değerlendirmeye dahil edilmemiştir. Değerlendirmeye alınmayan bileşenlerin % alan bazında toplam miktarı % 0.001 olarak hesaplanmış ve bu oranın ihmal edilebilir miktarda olduğu kabul edilmiştir. Analiz sonrasında kromatogramlarda tespit edilen pikler FFNSC GC/MS Library ver. 1.2. kütüphanesinde Alıkonma indeksi (RI) değerlerine göre tanımlanmıştır.

3.2.2.4. Nem miktarı analizi

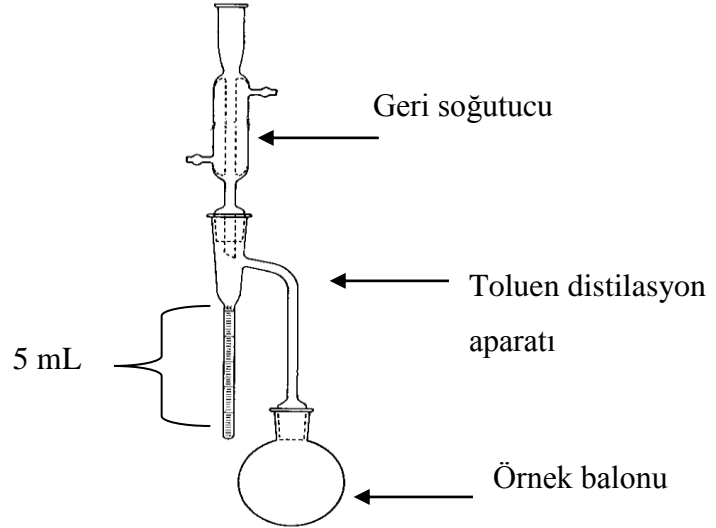
Toz örneklerin nem miktarı Beristain vd (2001) ’ye göre belirlenmiştir. Bu amaçla püskürterek kurutulan örneklerden 8.00 g alınarak 250 ml’lik balon içine konulmuş ve üzerine 200 mL toluen eklenmiştir. Bu karışım toluen distilasyon aparatı (Şekil 3.5) kullanılarak 3 saat süre boyunca distile edilmiştir. Distilasyon sonunda toplayıcı kısım da suyun hacmi okunmuştur. Nem miktarı (N) aşağıdaki eşitlikle ile ağırlıkça yüzde olarak hesaplanmıştır.

$$N = \frac{100 \times V}{m}$$

N : Nem miktarı (mL/100g)

V : toplanan su miktarı (mL)

m : deney numunesinin ağırlığı (g)



Şekil 3.5. Toluen distilasyon düzeneği

3.2.2.5. Su aktivitesi analizi

Mikrokapsüllerin su aktivitesi (a_w) değeri su aktivitesi ölçme cihazı (TESTO-650) kullanılarak belirlenmiştir. Bu amaçla 2 g mikrokapsül, cihazın örnek kabına konulmuş ve oda sıcaklığında ($25 \pm 1^\circ\text{C}$) denge nem değerine ulaşana dek bekletilmiştir. Denge halindeki a_w değeri dijital göstergeden kaydedilmiştir.

3.2.2.6. Yığın yoğunluğu analizi

Mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu Beristain vd (2001)'e göre yapılmıştır. Bu amaçla püskürtülerek kurutulmuş 2 g örnek 25 mL'lik ölçülü silindire tartıldıktan sonra, yığın yoğunluğu ölçme cihazı içerisine yerleştirilmiştir. Ölçülü silindiri cihazın hareket ünitesinde 20 defa (toz örnek yığımında oluşan boşlukların kaybolması için) kaldırılıp bırakıldıktan sonra toz örnek hacmi okunmuştur. Yığın yoğunluğu örnek miktarının hacme bölünmesiyle hesaplanmış ve sonuçlar kg/m^3 olarak verilmiştir.

3.2.2.7. Bulanıklık analizi

Mikrokapsüllerin bulanıklığını ölçmek için 0.1 g örnek 100 mL su ile çözüldürülmüş, daha sonra karıştırılarak homojen hale getirilmiş ve ölçümler Tajchakavit vd (2001) 'e göre ölçülmüştür. Türbidimetre cihazının (Hach 2100N) hücreğine yerleştirilen yaklaşık 10 ml örneğin bulanıklık değeri NTU (Nephelometric Turbidity Unit) olarak belirlenmiştir.

3.2.2.8. Çözünme oranı

Mikrokapsüllerin çözünürlüğü Cano-Chauca vd (2005)'e göre belirlenmiştir. Bu amaçla 0.1 g örnek, oda sıcaklığındaki 10 mL saf su içerisine aktarılmış ve karışım manyetik karıştırıcıda (VWR Stirrer) 600 rpm'de 5 dak süreyle karıştırılmıştır. Elde edilen çözelti santrifüj tüplerine kayıpsız aktarılarak, 3000 x g'de 5 dak santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrasında üstte kalan sıvı kısımdan alınan 20 mL örnek önceden darası alınmış cam petri kaplarına aktarılmış ve 70 °C'de sabit tartıma gelene kadar kurutulmuştur. Ağırlık farkından hesaplanan % çözünme oranı örneklerin kuru maddesi üzerinden verilmiştir.

3.2.2.9. Mikrokapsüllerin aroma tutma kapasitesinin belirlenmesi

Mikrokapsüllerin aroma tutma kapasitesini belirlemek amacıyla, 10'ar gram mikrokapsül ayrılmış, doymuş MgCl₂ çözeltisiyle sağlanan sabit nem ortamında ve 25°C sıcaklıkta desikatör içerisinde 20 gün süre ile depolanmıştır. 20.günün sonunda mikrokapsüllerde bulunan toplam uçucu yağ miktarı belirlenmiştir. Mikrokapsüllerden 0.gün örneklerinden elde edilen toplam uçucu yağ miktarı ile 20 gün sonunda elde edilen toplam uçucu yağ miktarı karşılaştırılmıştır. Ayrıca 20.gün sonunda elde edilen uçucu yağların bileşimi gaz kromatografisi kütle spektrometresi (Shimadzu QP-2010 GC-MS) ile tekrar belirlenerek depolama sırasında uçucu yağ bileşimindeki değişimin ortaya konulması hedeflenmiştir.

3.2.2.10. Parçacık boyutu dağılımı

Kapsüllenmiş örneklerde parçacık boyut analizi Fuchs vd 2006' ya göre lazer kırınım prensibi ile çalışan parçacık boyut analiz cihazının toz modülü(Malvern, Mastersizer 2000SR) kullanılarak yapılmıştır. Ölçümler yaklaşık 2 gram mikrokapsül konularak

yapılmış ve sonuçlar cihaz yazılımı yardımıyla D_{10}, D_{50} ve D_{90} değeri (μm) olarak hesaplanmıştır.

3.2.3. İstatistiksel analizler

Araştırma tesadüf parselleri deneme desenine göre yürütülmüştür. Araştırmada her bir uçucu yağ için 3 tekerrürlü distilasyon ve mikroenkapsülasyon yapılarak ürünler elde edilmiştir. Bu ürünlerde gerçekleştirilen analizler paralelli olarak yürütülmüştür. Verilere varyans analiz testi uygulanmış, önemli bulunan farklılıklar Duncan Çoklu Karşılaştırma Testine tabi tutulmuştur (Düzgüneş vd 1987).

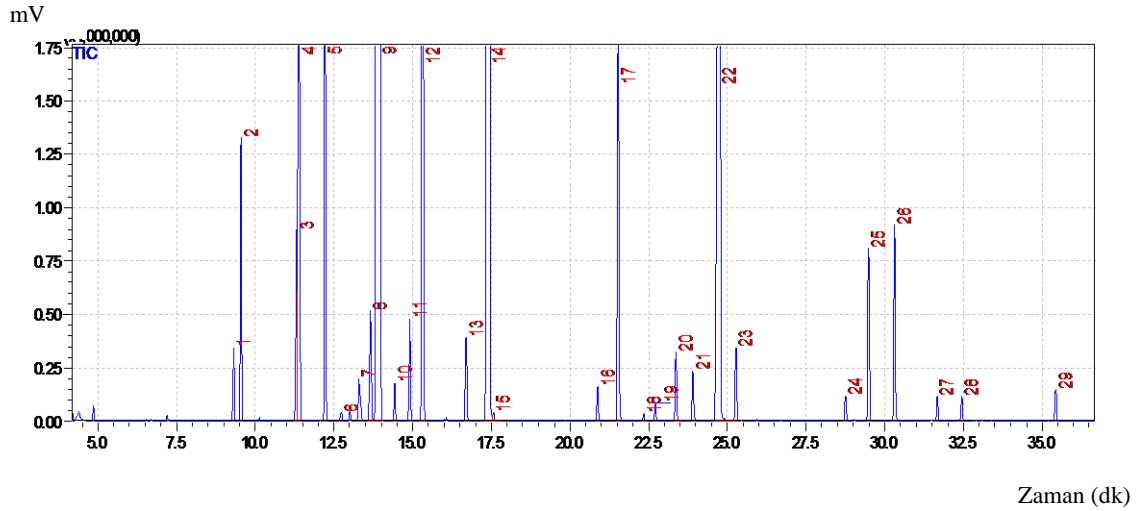
Sonuçlar SAS İstatistik yazılımı (SAS Institute, Inc.,(1996)) kullanılarak hesaplanmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Bergamut Kabuğu Uçucu Yağ Miktarı ve Uçucu Yağ Kompozisyonu

Bergamut meyvesinin ortalama % 6.63'ünü flavedo kısmınının oluşturduğu belirlenmiştir. Rendelenmiş yaş kabukta (flavedo) belirlenen uçucu yağ miktarının % 5.96 ± 0.07 mL olduğu tespit edilmiştir. Bu değerler birlikte değerlendirildiğinde toplam uçucu yağ miktarının tüm meyve ağırlığında % 0.39'a tekabül ettiği görülmektedir. Eleni vd (2009) Yunanistan'da üretilen bergamut meyvesinin hidrodistilasyonu sonucu kabuk yağ verimini ve kompozisyonunu belirlemek için yaptıkları çalışmada yaş kabuk üzerinden uçucu yağ verimini % 1.8 olarak tespit etmişlerdir. Araştırmacıların bulguları ile mevcut bulgulardaki farklılığın, bergamut uçucu yağının eldesinde kullanılan kabuk kısmının farklılığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Mevcut çalışmada elde edilen değer, bergamut kabuğunun flavedo kısmına göre hesaplanan değeri temsil ederken, literatür değeri tüm meyve kabuğuna göre hesaplanmıştır. Ayrıca bu farklılıkların bergamut çeşidi, hasat dönemi, toprak özellikleri, rakım ve iklim koşullarından da etkilenebileceği göz ardı edilmemelidir.

Bergamut uçucu yağının bileşimi GC-MS ile analiz edilmiş ve elde edilen kromatogram Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Kromatogram üzerinde bergamut uçucu yağına özgü 29 bileşik tanımlanmıştır. Bu bileşiklerin % dağılımı Çizelge 4.1' de verilmiştir.



Şekil 4.1. Bergamut yağının GC-MS analizinde elde edilen kromotogram

Çizelge 4.1. Bergamut yağında tespit edilen bileşenler

No	RI*	Bileşik adı	Alkonma Süresi (dk)	Q** (%)	Alan (%)
1	926	<i>α- Thujene</i>	9.305	98	0.27
2	933	<i>α -Pinene</i>	9.540	98	1.07
3	971	<i>Sabinene</i>	11.305	99	0.76
4	973	<i>β-Pinene</i>	11.383	98	4.60
5	992	<i>Myrcene</i>	12.214	98	1.75
6	1003	<i>α- Phenalldrelene</i>	12.725	85	0.06
7	1018	<i>α -terpinene</i>	13.289	96	0.30
8	1023	<i>p- Cymene</i>	13.659	98	0.60
9	1030	<i>Limonene</i>	13.992	96	39.20
10	1039	<i>(Z) - β -Ocimene</i>	14.428	92	0.17
11	1049	<i>(E)- β -Ocimene</i>	14.901	98	0.46
12	1058	<i>γ -Terpinene</i>	15.327	97	6.40
13	1087	<i>Terpinolene</i>	16.689	97	0.42
14	1103	<i>Linalool</i>	17.453	98	17.58
15	1105	<i>Nonanol</i>	17.575	90	0.06
16	1175	<i>Terpinen-4-ol</i>	20.868	93	0.20
17	1189	<i>α - Terpeneol</i>	21.529	97	2.28
18	1206	<i>Decanal</i>	22.331	94	0.04
19	1214	<i>Caprylyl acetate</i>	22.703	98	0.10
20	1228	<i>Nerol</i>	23.359	98	0.41
21	1240	<i>Neral</i>	23.888	96	0.31
22	1259	<i>Linalyl acetate</i>	24.780	97	19.51
23	1270	<i>Geranial</i>	25.266	97	0.43

Çizelge 4.1' in devamı

24	1349	<i>Terpinyl acetate</i>	28.743	97	0.17
25	1366	<i>Neryl acetate</i>	29.479	98	1.06
26	1385	<i>Geranyl acetate</i>	30.305	98	1.21
27	1417	<i>β-Caryophyllene</i>	31.657	89	0.18
28	1436	<i>α-trans-Bergamotene</i>	32.433	97	0.18
29	1509	<i>Bisabolene <beta-></i>	35.420	97	0.23
		<i>Linalool/ Linayl acetate</i>			0.90
		<i>Linalool+ Linayl acetate</i>			37.09

* RI: Retention Index (Alıkonma indeksi)

** Q : Benzerlik yüzdesi

Elde edilen sonuçlara göre bergamut yağının başlıca uçucu bileşenlerinin; *limonene* (% 39.20) , *linalyl asetat* (%19.51), *linalool* (% 17.58) , *γ-terpinene* (% 6.39) , *β-pinene* (% 4.60) , *α-terpineol* (% 2.28), *myrecene* (% 1.75) , *geranyl acetate* (% 1.21) , *α-pinene* (% 1.07) ve *neryl acetate* (% 1.06)' tan oluştuğu görülmüştür.

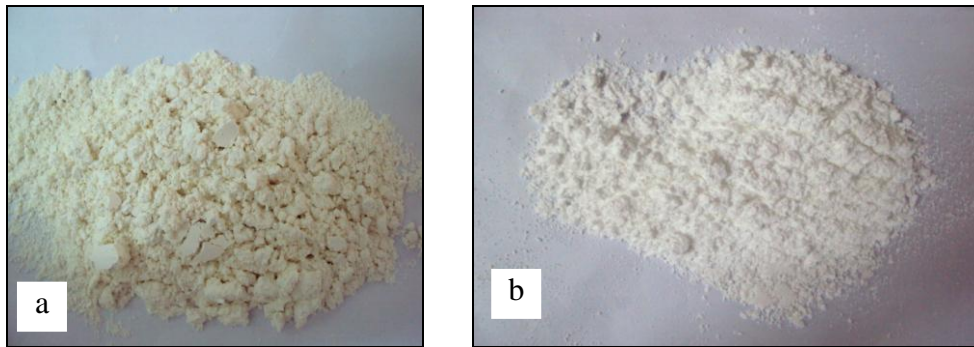
Eleni vd (2009), distile edilmiş bergamut kabuğu uçucu yağında 30 adet bileşen olduğunu bildirmişler ve bergamut uçucu yağının ana bileşenlerini; *limonene* (%31.66), *linalool* (% 31.76) , *linalyl acetate* (% 10.72) *γ-terpinene* (% 10.32), *α-terpineol* (% 3.85) ve *myrecene* (% 1.33) olarak tespit etmişlerdir. Ayrıca aynı çalışmada, iyi kalite olarak belirttikleri soğuk preslenmiş bergamut yağında %25.58 *limonene*, % 15.33 *linalool*, % 40.51 *linalyl acetate*, % 10.04 *γ-terpinene*, % 0.26 *α-terpineol* ve % 0.58 *myrecene* bulunduğunu rapor etmişlerdir. Araştırmacılar distile edilmiş ve soğuk preslenmiş yağda göze çarpan en önemli farkın *linalyl acetate* ve *linalool* miktarının değişimi olduğunu tespit etmişlerdir. Bu durumun hidrodistilasyon sırasında, sıcaklık etkisiyle *linalyl acetate*'ın parçalanması ve *linalool*'ün de izomerize olmasından kaynaklandığı belirtilmiştir. Sawamura vd (2005) ise İtalya'da Calabria bölgesinden hasat ettikleri bergamutlardan soğuk presleme yöntemiyle elde ettikleri uçucu yağda 55 bileşen tespit etmişlerdir. Bu çalışmada da bergamut uçucu yağının ana bileşenlerinin; *limonene* (% 37.2) , *linalyl acetate* (% 30.1), *linalool* (% 8.8) , *γ-terpinene* (% 6.8), ve *β-pinene* (% 6.12) olduğu bildirilmiştir.

Bazı çalışmalarda *Linalool/Linalyl acetate* oranının ve *Linalool+Linalyl acetate* miktarının bergamut yağlarının kalitesinde belirleyen faktörlerden olduğu

belirtilmektedir (Verzera vd 2003, Sawamura vd 2005, Eleni vd 2009). *Linalool/ Linalil acetate* oranı mevcut çalışmada 0.90 olarak tespit edilmiştir. İtalya'nın Calabria bölgesinde yetiştirilen bergamutlardan elde edilen yüksek kaliteli olarak nitelendirilen bergamut kabuğu uçucu yağında, bu oran 0.3 olarak belirlenmiştir (Verzera vd 2003, Sawamura vd 2005, Eleni vd 2009). Eleni vd (2009) soğuk preslenmiş ve su ile distile edilmiş bergamut yağının kompozisyonunu belirledikleri çalışmada, bu oranın soğuk preslenmiş yağda hasat dönemine göre 0.38-0.59 arasında değiştiğini, su ile distile edilmiş yağda ise 2.96 olduğunu tespit etmişlerdir. Distile edilmiş yağda, sıcaklık etkisiyle *linalyl acetate*'ın bozulmasının ve *linalool*'ün izomerizasyonunun bu değerlerin yükselmesine ve yağın kalitesini düşürmesine neden olduğu belirtilmiştir. *Linalool+Linalil acetate* miktarı ise % 37.01 olarak tespit edilmiştir. Bu oranın Calabria bölgesinde üretilen ticari değeri yüksek, bergamut kabuğu uçucu yağında % 50 civarında olduğu belirtilmiştir.

4.2. Bergamut Yağından Üretilen Mikrokapsüllerin Kalite Özellikleri

Bergamut yağı farklı oranlarda taşıyıcı madde (Arap zıncı, maltodekstrin) kullanılarak püskürterek kurutma yöntemiyle kapsüllendikten sonra mikrokapsüllerde; uçucu bileşen kompozisyonu, nem, su aktivitesi, yağın yoğunluğu, çözünürlük, bulanıklık, parçacık boyutu analizleri yapılmıştır. Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüller Şekil 4.2'de görülmektedir.

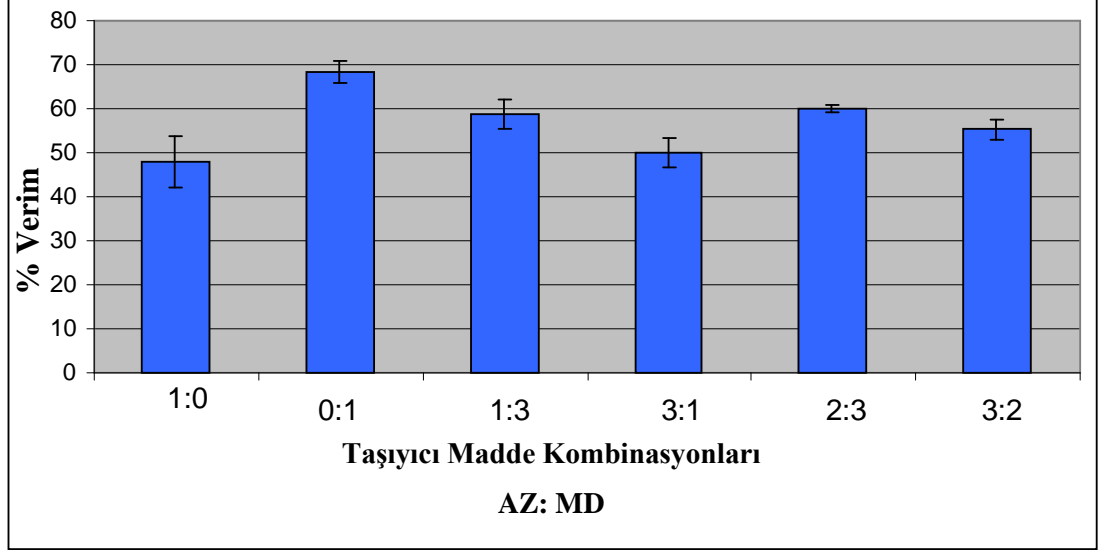


Şekil 4.2. Mikrokapsüllerin görüntüsü

((a) Arap zıncı ile üretilen mikrokapsüller, (b) Maltodekstrin ile üretilen mikrokapsüller)

4.2.1. Ürün verimi

Püskürterek kurutma sonunda elde edilen toplam ürün hem kurutucunun ürün haznesinde toplanan mikrokapsülleri hem de siklondan fırça yardımıyla alınan



Şekil 4.3. Bergamut yağı kapsüllemesinde elde edilen ürün verimleri(%) ($X \pm SH$)

mikrokapsülleri temsil etmektedir. Elde edilen mikrokapsüllerin ürün verim değerlerine ait sonuçlar Şekil 4.3'te gösterilmiştir. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin verim değerleri %47.89-68.24 arasında değişmiştir. Bergamut yağının kapsüllemesi sonucunda elde edilen ürün verimine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.2'de, Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları ise Çizelge 4.3'te verilmiştir.

Çizelge 4.2. Bergamut yağının kapsüllemesinde elde edilen ürün verimine ait varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı Madde	5	164.0630122	4.75*
Hata	12	34.524388	

(*) $P < 0.05$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Bu sonuçlara göre mikrokapsülasyonda kullanılan taşıyıcı madde ve oranına bağlı olarak ürün verimi önemli ($P < 0.05$) düzeyde farklılık göstermektedir. Genel olarak

emülsiyondaki maltodekstrin oranı arttığında ürün veriminin önemli düzeyde ($P<0.05$) arttığı, buna karşılık arap zıncı oranı arttığında ise, ürün veriminin önemli ($P<0.05$) düzeyde düştüğü saptanmıştır.

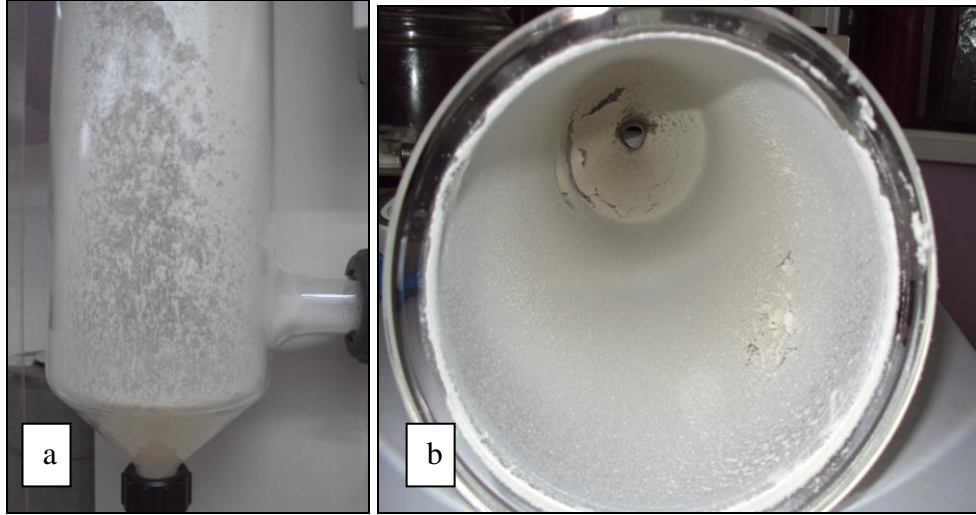
Çizelge 4.3. Bergamut yağının kapsüllenmesinde farklı taşıyıcı madde kullanımının ürün verimleri ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi Sonuçları

Taşıyıcı Madde (AZ:MD)	Ürün Verimi (%)
1:0	47.89 ^c ± 5.80 [*]
0:1	68.24 ^a ± 2.52
1:3	58.79 ^{abc} ± 3.50
3:1	49.91 ^c ± 3.33
2:3	59.90 ^{ab} ± 0.89
3:2	55.31 ^{bc} ± 2.21

Değişik harfler ortalamaların $P<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

* Ortalama ± standart hata (N=3)

Belirlenen bu farklılığa aynı taşıyıcı maddelerle çalışılan benzer çalışmalarda da değinilmiştir (Gianfrancesco vd 2009, Oliveira vd 2009). Bu farklılığın püskürterek kurutma sırasında ortaya çıkan yapışma probleminden kaynaklandığı düşünülmektedir. Püskürterek kurutma sistemine beslenen emülsiyonların bir kısmının kurutma silindiri ve seperatörün çeperlerine yapıştığı gözlenmiştir (Şekil 4.4).



Şekil 4.4. Kurutma prosesi sonrası ürünün püskürtüldüğü silindirin dıştan(a) ve içten görüntüsü (b)

Yapışma problemi kurutma haznesi yüzey sıcaklığı, ürünün nem içeriği, kurutulan temel bileşenlerin camsı geçiş sıcaklığı ile ilişkilidir (Gianfrancesco vd 2009). Partikül yüzeyi plastik bölgeye (Camsı geçiş sıcaklığının birkaç derece üzeri) geldiğinde, yapışkan özelliğe sahip olur ve diğer parçacıklarla çarpışarak birleşir ve kümeleşir. Camsı geçiş sıcaklığı düşük ve higroskopik olan maddeler, yüksek sıcaklıklarda kurutma sırasında kurutma silindiri çeperlerine daha çok yapışır. Bu durum, hem ürün stabilitesini hem de ürün verimini azaltmaktadır. Yapışma probleminin önlenmesinde maltodekstrinler gibi yüksek molekül ağırlıklı karbonhidratların kullanımı etkili olmaktadır. Maltodekstrinler, camsı geçiş sıcaklığını arttırmaları nedeniyle tozun nem çekme özelliğini azaltır (Oliveira vd 2009). Maltodekstrinin camsı geçiş sıcaklığının belirlenmesine yönelik pek çok araştırma mevcuttur (Roos ve Karel 1991, Kurozawa vd 2009, Avaltroni vd 2004), ancak literatürde arap zamkının camsı geçiş sıcaklığının belirlenmesine yönelik herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Mevcut araştırmada kullanılan maltodekstrinin (DE 12) camsı geçiş sıcaklığı yaklaşık 170°C'dir. Mevcut çalışmada arap zamkı kullanımında artan yapışkanlığın arap zamkının yapısal farklılığı ve maltodekstrine göre daha düşük camsı geçiş sıcaklığına sahip olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

4.2.2. Mikrokapsüllerin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi

Bergamut uçucu yağının püskürterek kurutma yöntemiyle kapsülasyonu sonucu elde edilen mikrokapsüllerde % uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimleri Çizelge 4.4’de verilmiştir. Kapsülleme verimi, mikrokapsüllerden geri kazanılan yağ miktarının, emülsiyon kuru maddesindeki yağ miktarına oranı olarak hesaplanmıştır. Çizelge 4.4’e göre mikrokapsüllere hapsedilen uçucu yağ miktarları % 3.06-4.10 arasında değişmiştir. Püskürterek kurutma öncesi emülsiyon kuru maddesinin %5’inin uçucu yağ olduğu dikkate alındığında bu yağın bir kısmının mikrokapsül eldesi sırasında kaybedildiği görülmektedir.

Çizelge 4.4. Bergamut yağı mikrokapsüllerindeki uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi

Taşıyıcı madde AZ:MD	Uçucu yağ miktarı (mL/100g mikrokapsül)	Kapsülleme verimi (%)
1:0	3.505 ± 0.245*	70.68 ± 4.36*
0:1	2.750 ± 0.120	55.05 ± 2.44
1:3	3.435 ± 0.125	68.68 ± 2.43
3:1	3.630 ± 0.060	72.57 ± 1.13
2:3	2.720 ± 0.060	54.42 ± 1.22
3:2	3.230 ± 0.070	64.64 ± 1.42

*Ortalama ± standart hata (N=2)

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen mikrokapsüllerin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.5’de, Duncan Çoklu Karşılaştırma testi sonuçları Çizege 4.6’da verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, kapsülasyonda kullanılan taşıyıcı madde türünün ve oranının uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi üzerine % 99 güven aralığında önemli düzeyde etkisinin olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.5. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimine ait varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	Uçucu yağ miktarı		Kapsülleme verimi	
		KO	F	KO	F
Taşıyıcı madde	5	0.30645333	9.00**	124.6841333	10.50**
Hata	6	0.03405000		11.8744667	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.6. Bergamut yağı mikrokapsüllerindeki uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde AZ:MD	Uçucu yağ miktarı (g/100g mikrokapsül)	Kapsülleme verimi (%)
1:0	3.505 ^a ± 0.245*	70.68 ^a ± 4.36*
0:1	2.750 ^b ± 0.120	55.05 ^b ± 2.44
1:3	3.435 ^a ± 0.125	68.68 ^a ± 2.43
3:1	3.630 ^a ± 0.060	72.57 ^a ± 1.13
2:3	2.720 ^b ± 0.060	54.42 ^b ± 1.22
3:2	3.230 ^a ± 0.070	64.64 ^a ± 1.42

Değişik harfler ortalamaların P<0.05 seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

* Ortalama ± Standart hata (N=2)

Sonuçlar incelendiğinde, en yüksek kapsülleme verimi 3:1 AZ:MD oranında, en düşük kapsülleme verimi ise 2:3 AZ:MD oranında taşıyıcı madde ile üretilen mikrokapsüllerde tespit edilmiştir. Arap zamkı oranının yüksek olduğu kombinasyonlarda kapsülleme veriminin de yükseldiği tespit edilmiştir. Farklı taşıyıcı maddelerin kullanımı sonucu kapsülleme veriminin belirlenmesine yönelik pek çok araştırma yapılmıştır. (Bhandari vd 1999, Padduka vd 2000, Beristain vd 2001, Huynh vd 2008). Nitekim arap zamkının çok iyi bir taşıyıcı madde olduğu ve aroma

tutunumunu iyi derecede sağladığı bildirilmiştir (Reineccius 2004). McNamee vd (2001) yaptıkları çalışmada, arap zambının %50'si yerine glukozun kullanıldığı soya yağının mikrokapsüllemesi işleminde, mikrokapsülasyon verimi % 74'den % 92'ye çıktığını rapor etmişlerdir. Kapsülleme veriminin, emülsiyon damlacık büyüklüğü ve emülsiyon stabilitesine bağlı olarak değiştiği bildirilmektedir. Emülsiyon parçacık büyüklüğü arttığında, kapsülasyon veriminin azaldığı bildirilmektedir (Huynh vd 2008).

4.2.3. Kapsülleme sonrası elde edilen ürünlerin uçucu yağ bileşimi

Bergamut uçucu yağının farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla kapsüllemesi sonucu elde edilen mikrokapsüllerde hapsedilen uçucu yağ geri kazanılmış ve bu uçucu yağın kompozisyonu GC-MS ile belirlenmiştir. Elde edilen uçucu yağ bileşimleri Çizelge 4.7'de verilmiştir.

Çizelge 4.7. Bergamut yağı mikrokapsüllerinden gerikazanılan uçucu yağların kompozisyonu

NO	Bileşik adı	AZ:MD					
		1:0	0:1	1:3	3:1	2:3	3:2
1	<i>α- Thujene</i>	0,22	0,14	0,16	0,19	0,20	0,18
2	<i>α- Pinene</i>	0,90	0,75	0,74	0,83	0,80	0,81
3	<i>Sabinene + β-pinene</i>	4,68	3,75	3,87	4,50	4,37	4,14
4	<i>Myrcene</i>	1,86	2,21	2,21	2,03	1,92	2,29
5	<i>α-Phellandrene</i>	0,06	0,07	0,06	0,06	0,06	0,06
6	<i>α- Terpinene</i>	0,29	0,38	0,35	0,31	0,31	0,36
7	<i>p-Cymene</i>	0,60	0,76	0,75	0,81	0,74	0,99
8	<i>Limonene</i>	43,22	41,62	40,19	39,70	39,39	41,87
9	<i>(Z) – β-Ocimene</i>	0,34	0,45	0,45	0,39	0,36	0,48
10	<i>(E)- β-Ocimene</i>	0,79	1,01	1,02	0,90	0,86	1,08
11	<i>γ-Terpinene</i>	6,59	6,49	6,22	6,20	6,62	6,43
12	<i>Terpinolene</i>	0,53	0,75	0,69	0,59	0,59	0,69
13	<i>Linalool</i>	18,37	20,99	22,25	21,01	19,01	22,76
14	<i>Nonanal</i>	-	-	0,04	-	-	-

Çizelge 4.7'nin devamı

15	<i>Terpinen-4-ol</i>	0,21	0,48	0,42	0,31	0,26	0,38
16	<i>α-Terpineol</i>	3,30	5,41	5,26	4,34	3,54	4,67
17	<i>Decanal</i>	0,04	0,06	0,06	0,05	0,06	0,05
18	<i>Capryl acetate</i>	0,11	0,13	0,14	0,13	0,15	0,13
19	<i>Nerol</i>	0,58	0,92	1,01	0,81	0,70	0,80
20	<i>Neral</i>	0,28	0,31	0,35	0,32	0,35	0,28
	<i>Geraniol +Linalyl</i>						
21	<i>acetate</i>	11,89	7,46	6,95	10,38	13,33	5,42
22	<i>Geranial</i>	0,42	0,46	0,50	0,45	0,50	0,38
23	<i>Terpinyl acetate</i>	0,19	0,17	0,19	0,21	0,24	0,17
24	<i>Neryl acetate</i>	1,60	1,83	2,03	1,99	2,03	1,89
25	<i>Geranyl acetate</i>	2,29	2,75	3,09	2,89	2,76	2,90
26	<i>β-Caryophyllene</i>	0,20	0,19	0,20	0,23	0,27	0,21
27	<i>Bergamotene α- trans</i>	0,21	0,19	0,20	0,22	0,27	0,23
28	<i>β-Bisabolene</i>	0,27	0,26	0,27	0,30	0,37	0,30

Kapsülleme sonrası uçucu yağ bileşimleri incelendiğinde, gerikazanılan bergamut uçucu yağındaki bazı bileşenlerin oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna göre değiştiği görülmüştür. Elde edilen sonuçlara göre, *Limonene* % 39.39-43.58, *Linalool* % 18.37-22.68, *γ -Terpinene* % 6.20-6.61, *β -pinene* % 3.87-4.68, *α -Terpineol* % 3.30-5.26, *Geranyl acetate* % 2.29-3.09 ve *Neryl acetate* % 1.60-2.03 arasında değişmiştir. Bileşimler incelendiğinde göze çarpan en önemli sonuç, *Linalyl acetate*'in değişimidir. Bu bileşen kapsülasyonda kullanılan uçucu yağda % 19.51 oranında belirlenmiştir. Ancak mikrokapsülasyon sonrasında geri kazanılmış bergamut kabuğu uçucu yağı içerisindeki bu bileşiğin oranının düştüğü saptanmıştır. Bunun yanında, başlangıç yağında tespit edilmeyen *geraniol* ise mikrokapsülasyon sonrası gerikazanılan uçucu yağda *linalyl acetate* ile beraber çatal pik olarak gelmiştir. Bu bulgular başlangıçta belirlenen *Linalyl acetate*'in mikrokapsülasyon işlemi sırasında kısmen geraniole döndüğünü düşündürmektedir. Ancak çatal pik olarak çıkan bu iki pikin toplam oranının gerikazanılan yağ içerisinde *Linalyl acetate*'in başlangıç oranına kıyasla düşük bulunmuş olması, bu bileşiğin kısmen geraniole dönerken bir kısmının da püskürterek kurutma işlemi sırasında uçarak kaybolmuş olabileceğini de düşündürmüştür.

4.2.4. Nem miktarı ve su aktivitesi

Farklı taşıyıcı madde oranları kullanılarak elde edilen mikrokapsüllerin nem miktarı ve su aktivitesi değerleri Çizelge 4.8 'de verilmiştir. Buna göre örneklerin nem miktarı değerleri % 1.91-2.83 arasında, a_w değerleri ise 0.120-0.145 arasında değişmiştir.

Turchiuli vd (2005)'de yaptıkları çalışmada püskürterek kurutulmuş tozların su aktivitesi değerini 0.1-0.2 değerleri arasında tespit etmişlerdir. Su aktivitesinin 0.2 değerinin altında ve nem değerinin 5mL/ 100g' in altında bulunması durumunda partiküllerin yapışkan olmadığını, depolama sırasında mikrobiyolojik açıdan daha stabil olduğunu belirtmişlerdir.

Çizelge 4.8. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesi değerleri

Taşıyıcı madde oranı AZ :MD	Nem miktarı (mL/100 g mikrokapsül)	Su aktivitesi (a_w)
1:0	2.71 ± 0.21*	0.145 ± 0.01*
0:1	2.82 ± 0.16	0.130 ± 0.03
1:3	1.91 ± 0.25	0.120 ± 0.02
3:1	2.83 ± 0.49	0.123 ± 0.02
2:3	2.39 ± 0.38	0.138 ± 0.01
3:2	2.55 ± 0.58	0.134 ± 0.01

* Ortalama ± Standart hata (N=3)

Çizelge 4.9. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesine ait varyans analiz sonucu

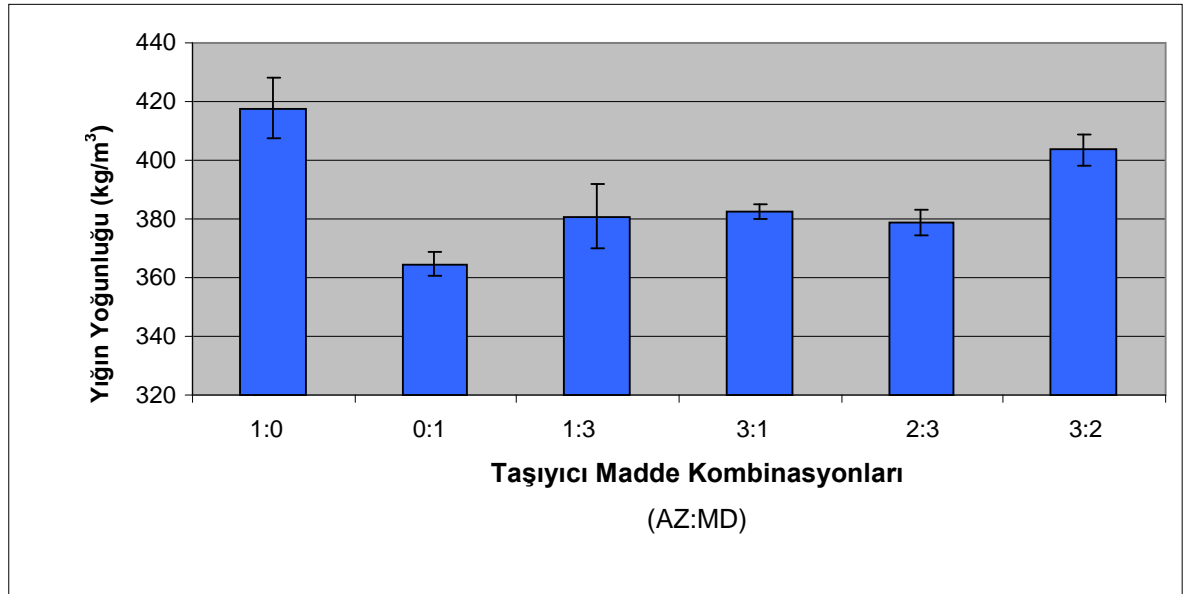
Varyasyon Kaynağı	SD	Nem miktarı		Su aktivitesi	
		KO	F	KO	F
Taşıyıcı madde	5	0.87446139	0.65	0.36710489	0.87
Hata	12	1.34382311		0.42385867	

Mikrokapsül üretiminde ürünlerin nem ve su aktivitesi değerleri kurutma sırasında uygulanan çıkış sıcaklığı ile sabit tutulmaya çalışılmıştır. Nitekim nem ve su aktivitesi

değerlerine ait varyans analizi sonuçları ortalamaların önemli bir farklılık göstermediği ortaya koyulmuştur (Çizelge 4.9).

4.2.5. Yığın yoğunluğu

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu dağılımı Şekil 4.4’de verilmiştir. Örneklerin yığın yoğunlukları 364-417 kg/m³ arasında değişmiştir.



Şekil 4.4. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu dağılımı (X±SH)

Mikrokapsüllerin yığın yoğunluğuna ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.10’da, Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları ise Çizelge 4.11’de verilmiştir. Buna göre taşıyıcı maddeye ve oranına bağlı olarak mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu önemli (P<0.05) düzeyde farklı bulunmuştur. Emülsiyonda kullanılan arap zankı oranının artmasıyla yığın yoğunluğu önemli (P<0.05) düzeyde artarken, maltodekstrin oranının artmasıyla yığın yoğunluğu önemli düzeyde (P<0.05) azalmıştır.

Çizelge 4.10. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerine ait varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı madde	5	1103.063971	7.56 ^{**}
Hata	12	145.828516	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.11. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Yığın yoğunluğu (kg/m ³)
1:0	417.71 ^a ± 10.36 [*]
0:1	364.66 ^c ± 4.10
1:3	380.87 ^c ± 10.76
3:1	382.32b ^c ± 2.41
2:3	378.68 ^c ± 4.31
3:2	403.53 ^{ab} ± 5.22

Değişik harfler ortalamaların P<0.05 seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

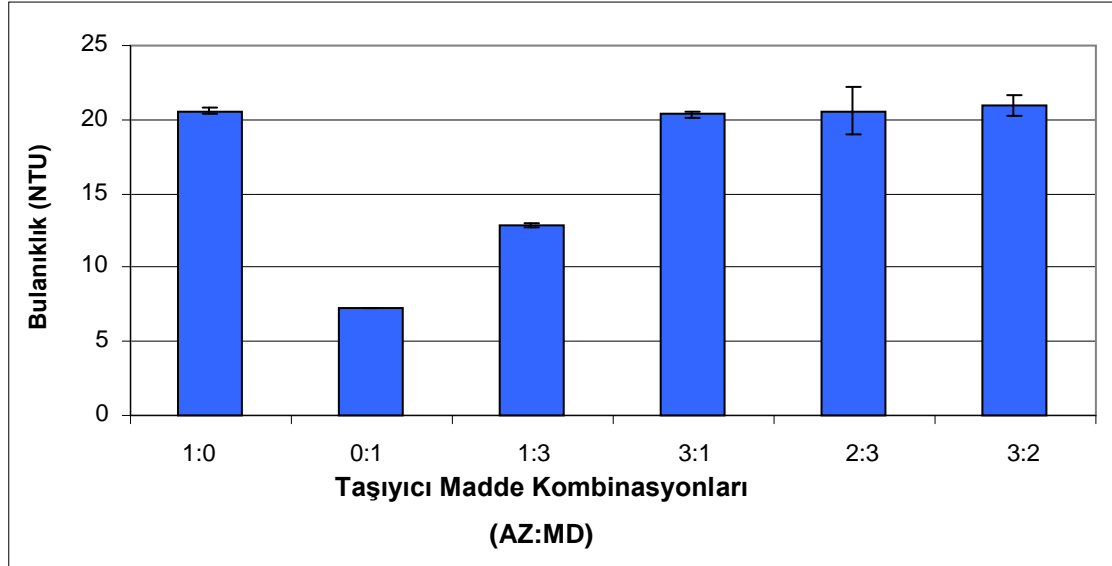
* Ortalama ± Standart hata (N=3)

Yığın yoğunluğu, kurutma işlemi sırasında uygulanan emülsiyon besleme hızı, hava hızı, emülsiyon konsantrasyonu gibi faktörlerden etkilenmektedir (Şahin 2009). Kurutma esnasında oluşan parçacıkların şekli ve büyüklüğü taşıyıcı maddeye göre değişkenlik göstermektedir. Arap zıncığı ile çalışıldığında püskürterek kurutma çıkış sıcaklığını sabit tutmak amacıyla besleme hızı artırılmıştır. Püskürterek kurutma işleminde, hava hızı, hava giriş ve çıkış sıcaklıkları, aspiratör hızı gibi parametreler sabit tutulup, besleme hızı artırıldığında atomizerden çıkan damlacıkların boyutu küçüldüğü için elde edilen mikrokapsüllerin parçacık boyutu da küçülmektedir (Anonymous 2009c). Elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu da parçacık boyutunun küçülmesine bağlı olarak artmaktadır. Nitekim sonuçlar incelendiğinde, en

yüksek yığın yoğunluğu AZ:MD oranının 1:0 olduğu durumda görülmüştür. Gözenekli yapı ve büyük partikül boyutu yığın yoğunluğunu düşürmektedir. Maltodekstrin kullanılan örneklerde yığın yoğunluğunun azaldığı görülmektedir. Bunun nedeni ise maltodekstrin ağırlıklı emülsiyonların arap zampına göre daha düşük besleme hızı gerektiriyor olmasıdır.

4.2.6. Bulanıklık Analizi

Bergamut yağı mikrokapsüllerinin su ile hazırlanan % 0,1'lik çözeltilerinin bulanıklığı turbidimetre ile ölçülmüş ve NTU cinsinden okunan değerler Şekil 4.5.'de grafik edilmiştir. Örneklerin bulanıklık değerleri 7.293-20.967 NTU arasında değişmiştir .



Şekil 4.5. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin sulu çözeltilerine ait bulanıklık değerleri($X \pm SH$)

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen mikrokapsüllerin bulanıklık değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.12'de, Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları ise Çizelge 4.13'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre mikrokapsülasyonda kullanılan taşıyıcı madde ve oranının bulanıklık üzerine % 99 güven aralığında önemli düzeyde etkisinin olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.12.Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı madde	5	91.0402722	56.75**
Hata	12	1.6041611	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.13. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen bergamut mikrokapsüllerinde bulanıklık değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Bulanıklık (NTU)
1:0	20.567 ^a ± 0.233 [*]
0:1	7.293 ^c ± 0.023
1:3	12.867 ^b ± 0.120
3:1	20.333 ^a ± 0.219
2:3	20.600 ^a ± 1.626
3:2	20.967 ^a ± 0.669

Değişik harfler ortalamaların P<0.01 seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

*Ortalama ± Standart hata (N=3)

Çizelge 4.13 incelendiğinde, arap zankı ve maltodekstrin uygulamalarına bağlı olarak bulanıklığın değiştiği görülmektedir. Buna göre maltodekstrin kullanılarak üretilen mikrokapsüllerden hazırlanan çözeltinin bulanıklık değerinin en az seviyede olduğu buna karşın arap zankını daha fazla içeren mikrokapsüllerden hazırlanan çözeltilerin daha bulanık olduğu görülmektedir. Collado-Fernandez vd (2000), sulu çözeltilerde bulanıklığının sıvı fazda bulunan koloidal madde varlığına, parçacık ve parçacığın içinde bulunduğu ortam arasındaki kırılma indeksi farkına, parçacık büyüklüğüne ve sıvıya renk veren madde miktarına bağlı olarak değiştiğini bildirmektedirler.

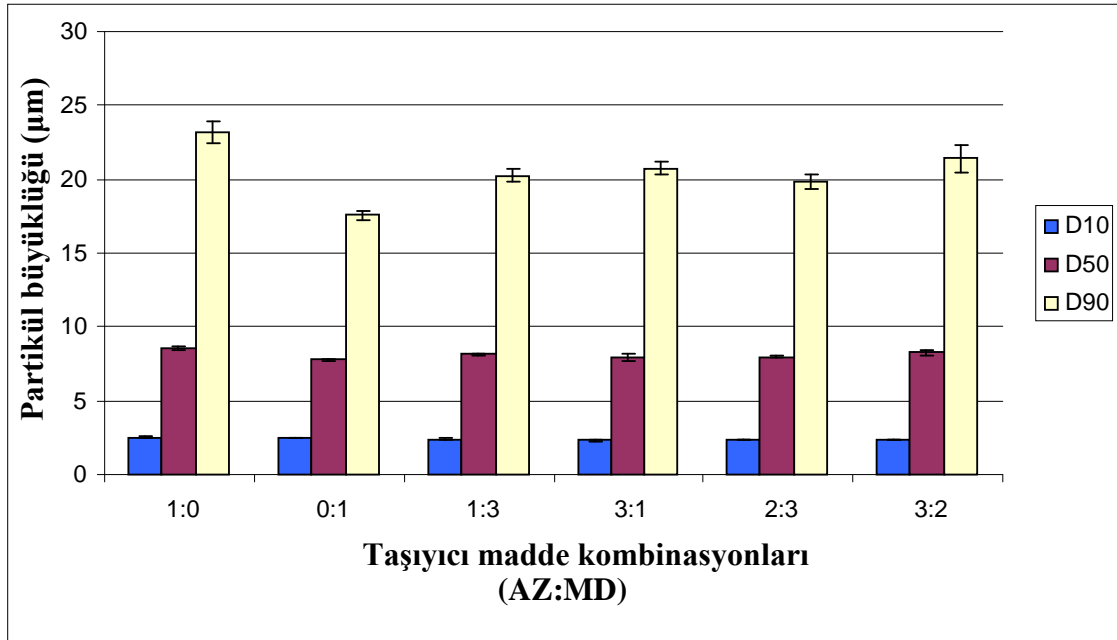
4.2.7. Çözünme oranı

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla kapsüllenen bergamut yağının çözünürlük analizi yapılmış ve örneklerin tamamının su içerisinde % 100 çözüldüğü görülmüştür.

4.2.8. Parçacık boyutu dağılımı

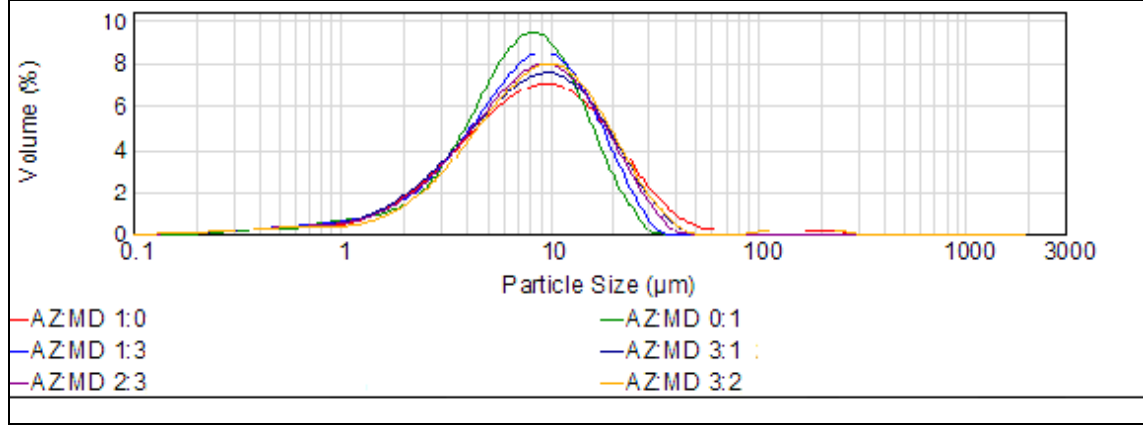
Bergamut yağının farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen mikrokapsüllerinin parçacık boyutu Fuchs vd (2006) tarafından kullanılan lazer saptırma prensibi ile çalışan parçacık boyut analiz cihazı (Malvern, Mastersizer 2000SR) ile toz modül kullanılarak ölçülmüştür.

Bergamut yağı kapsüllerinin parçacık boyutu analiz sonuçları D10, D50 ve D90 olarak verilmiştir. Bu değerler örnekteki mikrokapsül çaplarının %10, %50 ve %90'ının belirtilen değere eşit ya da bu değerlerin altında bir değer olduğunu göstermektedir. Bergamut uçucu yağı kapsüllerine ait bu sonuçlar Şekil 4.6'da, partikül büyüklüğü dağılımına ait grafikler ise Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil.4.6. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin parçacık boyut dağılımı (X±SH)

Elde edilen sonuçlara göre mikrokapsüllerin D10 değeri 2.510- 2.657 μm arasında, D50 değeri 7.650-8.872 μm arasında, D90 değeri ise 16.507-23.190 μm arasında değişmektedir.



Şekil 4.7. Bergamut mikrokapsüllerine ait boyut dağılımı

Bergamut yağından üretilen mikrokapsüllerin parçacık boyutuna ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.14 ve 4.15’de verilmiştir. Sonuçlara göre, D10 değerleri için %95 güven aralığında önemli bir fark bulunmazken, D50 ve D90 değerlerinde sırasıyla %95 ve % 99 güven aralığı seviyesinde önemli farklılıklar belirlenmiştir.

Çizelge 4.14. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin D10 ve D50 değerleri için varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	D10		D50	
		KO	F	KO	F
Taşıyıcı madde	5	0.01431636	1.18	0.71015160	4.14*
Hata	12	0.01210283		0.17173883	

(*) P<0.05 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.15. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin D90 değerleri için varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı madde	5	23.2066935	6.13**
Hata	12	3.7887924	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.16.Bergamut yağı mikrokapsüllerinin partikül büyüklüğü ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı Madde (AZ:MD)	D50(μm)	D90(μm)
1:0	8.872 ^a ± 0.072*	23.190 ^a ± 0.991
0:1	7.650 ^c ± 0.235	16.507 ^c ± 0.655
1:3	7.853 ^{bc} ± 0.311	17.942 ^c ± 0.779
3:1	8.510 ^{ab} ± 0.161	22.091 ^{ab} ± 0.659
2:3	8.138 ^{abc} ± 0.105	19.427 ^{bc} ± 0.349
3:2	8.706 ^a ± 0.386	22.833 ^{ab} ± 2.237

Sütunlardaki değişik harfler ortalamaların P<0.05 ve P< 0.01 seviyesinde farklı olduğunu ifade eder.

* Ortalama± standart hata (N=3)

Önemli bulunan sonuçlara Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi uygulanmıştır (Çizelge 4.16). Bu sonuçlara göre, D50 ve D90 değerleri itibariyle arap zamkı veya maltodekstrinin tek başına kullanılmaları durumunda parçacık boyutunda önemli düzeyde fark meydana gelmektedir. Arap zamkı kullanıldığında mikrokapsüllerin çapının büyüdüğü, buna karşın maltodekstrin oranının artmasıyla ise küçüldüğü saptanmıştır.

Yığın yoğunluğu sonuçları incelendiğinde, arap zamkı kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin, maltodekstrin ile üretilen mikrokapsüllere göre daha küçük parçacık büyüklüğüne sahip olduğu açıklanmıştır. Ancak partikül büyüklüğü sonuçları incelendiğinde, en düşük parçacık çapı sadece maltodekstrin ile üretilen mikrokapsüllere buna karşılık en büyük parçacık çapı ise sadece arap zamkı ile üretilen mikrokapsüllere aittir. Bu durum higroskopiklik ile açıklanabilir. Arap zamkı maltodekstrine göre daha higroskopiktir. Higroskopik maddeler, ürünün daha fazla nem çekmesine neden olur ve topaklaşma gerçekleşir. Arap zamkının daha higroskopik olması nedeniyle daha fazla nem çektiği, topaklaştığı ve parçacık boyutunun bu nedenle büyüdüğü düşünülmektedir. Nitekim Jaya ve Das (2004), vakum altında kurutulmuş mango tozunda nem çekme ve topaklanmanın kurutma öncesi ekstrakta eklenen maltodekstrindeki artışa paralel olarak azaldığını bildirmişlerdir.

4.2.9. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin aroma tutma kapasitesi

Bergamut yağı mikrokapsüllerinin aroma tutma kapasitesini belirlemek amacıyla örnekler 20 gün süre ile sabit sıcaklık ve nemde depolanmıştır. 20 gün sonunda mikrokapsüllerde bulunan toplam uçucu yağ miktarı belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.17’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, 20.gün sonunda bergamut uçucu yağı mikrokapsüllerindeki toplam uçucu yağ miktarı değerlerinde başlangıca göre formülasyondaki taşıyıcı madde oranlarına göre farklı miktarlarda düşüş olduğu gözlenmiştir. Bu beklenen bir durumdur.

Çizelge 4.17. Bergamut yağı mikrokapsüllerinden 0.gün ve 20.gün sonunda elde edilen uçucu yağ miktarı (%)

Taşıyıcı Madde (AZ:MD)	Uçucu yağ miktarı (0.gün) (g/ 100 g mikrokapsül)	Uçucu yağ miktarı (20.gün) (g/ 100 g mikrokapsül)
1:0	3.505 ± 0.245*	3.455± 0.145*
0:1	2.750 ± 0.120	2.785 ± 0.025
1:3	3.435 ± 0.125	2.640 ± 0.060
3:1	3.630 ± 0.060	3.455 ± 0.065
2:3	2.720± 0.060	2.895 ± 0.715
3:2	3.230 ± 0.070	3.190 ± 0.590

* Ortalama± standart hata (N=2)

20 gün depolanmış mikrokapsüllerden geri kazanılan uçucu yağın bileşimi analiz edilmiş, sonuçlar Çizelge 4.18’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, taşıyıcı madde kombinasyonuna bağlı olarak bazı minör bileşenlerin kaybolduğu gözlenmiştir.

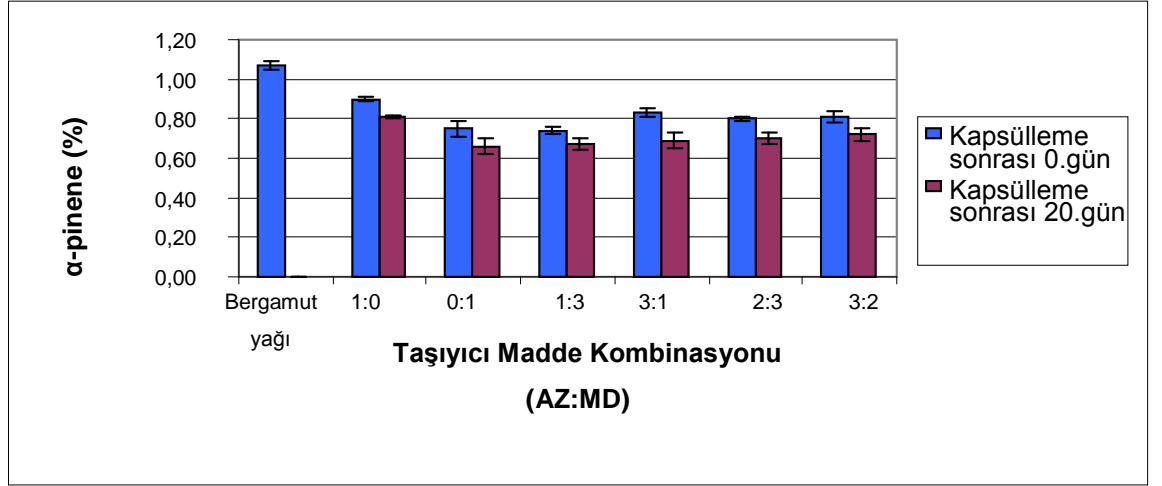
Çizelge 4.18. 20 gün depolanan mikrokapsüllerden elde edilen bergamut yağlarının kompozisyonu

NO	Bileşik adı	AZ:MD					
		1:0	0:1	1:3	3:1	2:3	3:2
1	<i>α- Thujene</i>	0,20	0,15	0,15	0,15	0,16	0,17
2	<i>α- Pinene</i>	0,81	0,66	0,67	0,69	0,70	0,72
3	<i>Sabinene</i>	0,52	0,33	0,46	0,41	0,44	0,40
4	<i>β -Pinene</i>	3,77	3,33	3,45	3,41	3,45	3,54
5	<i>Myrcene</i>	1,97	1,72	1,90	1,76	1,79	1,86
6	<i>α-Phellandrene</i>	-	-	0,04	-	-	-
7	<i>α- Terpinene</i>	0,27	0,20	0,24	0,25	0,23	0,26
8	<i>p-Cymene</i>	1,22	3,22	2,16	1,07	1,64	1,20
9	<i>Limonene</i>	43,00	40,56	41,88	44,31	41,03	42,92
10	<i>(Z) – β Ocimene</i>	0,36	0,34	0,41	0,35	0,35	0,38
11	<i>(E)- β-Ocimene</i>	0,83	0,76	0,92	0,81	0,81	0,88
12	<i>γ-Terpinene</i>	5,90	4,04	5,36	5,93	5,34	5,91
13	<i>Terpinolene</i>	0,52	0,48	0,56	0,51	0,50	0,55
14	<i>Linalool</i>	19,23	20,81	20,25	19,72	20,21	20,48
15	<i>Nonanal</i>	0,06	-	0,06	-	0,04	-
16	<i>Terpinen-4-ol</i>	0,21	0,35	0,27	0,22	0,24	0,26
17	<i>α -Terpineol</i>	3,18	4,36	4,14	3,63	3,85	4,05
18	<i>Capraldehyde</i>	-	0,04	0,05	-	0,04	
19	<i>Capryl acetate</i>	0,12	0,14	0,14	0,11	0,12	0,12
20	<i>Nerol</i>	0,63	0,82	0,81	0,59	0,72	0,74
21	<i>Neral</i>	0,28	0,39	0,37	0,25	0,33	0,30
22	<i>Geraniol + Linayl acetate</i>	11,56	10,45	8,55	10,35	11,58	8,95
23	<i>Geranial</i>	0,40	0,49	0,48	0,38	0,45	0,42
24	<i>Terpinyl acetate</i>	0,18	0,22	0,23	0,18	0,21	0,20

Çizelge 4.18'in devamı

25	<i>Neryl acetate</i>	1,72	2,14	2,27	1,74	2,02	2,00
26	<i>Geranyl acetate</i>	2,48	3,17	3,40	2,59	2,96	3,00
27	<i>β-Caryophyllene</i>	0,20	0,23	0,23	0,18	0,23	0,21
28	<i>Bergamotene α-trans</i>	0,19	0,25	0,24	0,17	0,24	0,21
29	<i>β-Bisabolene</i>	0,26	0,34	0,31	0,23	0,32	0,27

Jafari vd (2008), püskürterek kurutma sırasında bazı uçucu bileşenlerin kaybının kaçınılmaz olduğunu ve işlem sırasında aroma tutunumunun, taşıyıcı maddenin özelliklerine ve uçucu bileşenlerin yapısal özelliklerine bağlı olduğunu bildirmektedir. Molekül ağırlığı, buhar basıncı, bağıl uçuculuk ve polaritenin uçucu bileşenlerin tutunumu etkileyen önemli faktörler arasında gösterilmiştir (Bertolini vd 2001). Bu nedenle, her bir bileşen için püskürterek kurutma sırasında tutunum değişmektedir. Mevcut çalışmada, bergamut uçucu yağında % 1'den büyük alana sahip bileşenlere, kapsülasyon sonrası ve 20 gün depolama sonrası değerleri üzerinden istatistiksel değerlendirme yapılmıştır. Bu amaçla *α -pinene*, *sabinene*, *β -pinene* myrecene, *limonene*, *γ -Terpinene*, *linalool*, *α -Terpineol*, *geranyl acetate* ve *linalyl acetate* değişimi değerlendirilmiştir. Ancak *Sabinene* ve *β -pinene* bergamut yağında ayrı ayrı tanımlanabilirken mikrokapsülasyon sonrası bu iki bileşen beraber tespit edilmiştir. *Linalyl acetate* ise kapsülasyon sonrası *geraniol*'e parçalanmış ve *geraniol* ile beraber tespit edilebilmişlerdir. Bu nedenle bu bileşenler istatistikî analize tabi tutulmamıştır.



Şekil 4.8. Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki α -pinene oranının (%) taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Çizelge 4.19. Bergamut yağı mikrokapsüllerinde α -pinene (%) değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	0.03748120	15.99**
Hata	26	0.00234359	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

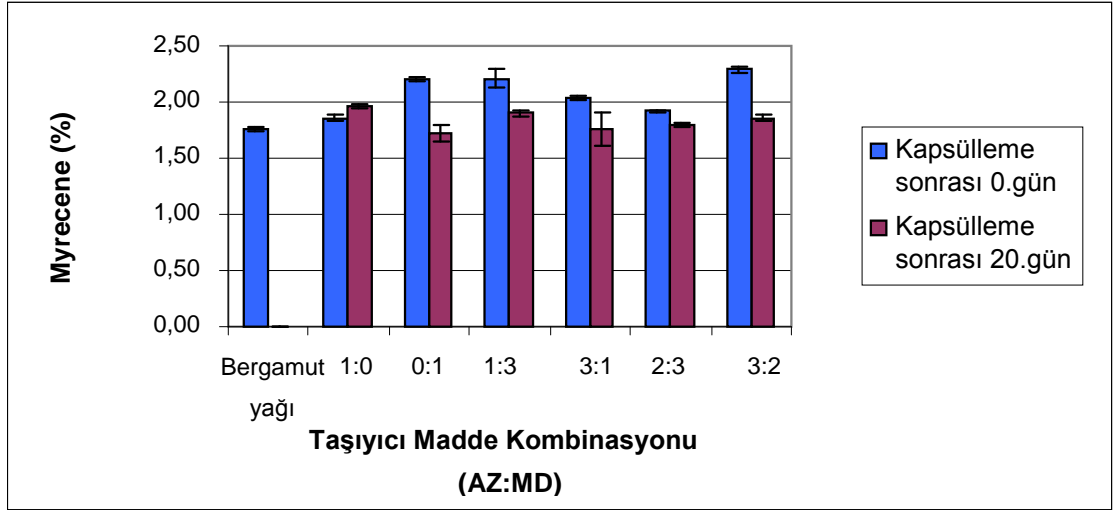
Bergamut yağı ve bu yağ ile üretilen mikrokapsüllerde α -pinene oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi Şekil 4.8'de verilmiştir. Belirlenen α -pinene değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.19'de, bu değerlerin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Çizelge 4.20'de verilmiştir. Taşıyıcı maddenin ve depolamanın α -pinene oranı üzerine önemli (P<0.01) düzeyde etkisinin olduğu saptanmıştır (Çizelge 4.19).

Çizelge 4.20. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut mikrokapsüllerindeki *α-pinene* ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Kapsülleme sonrası(0.gün) <i>α-pinene</i> (%)	Kapsülleme sonrası (20.gün) <i>α-pinene</i> (%)
1:0	0.90 ^b ±0.01	0.81 ^{cd} ±0.01
0:1	0.75 ^{cde} ±0.04	0.66 ^e ±0.04
1:3	0.74 ^{cde} ±0.02	0.67 ^e ±0.03
3:1	0.83 ^{bc} ±0.02	0.69 ^e ±0.04
2:3	0.80 ^{cd} ±0.01	0.70 ^e ±0.03
3:2	0.81 ^{cd} ±0.03	0.72 ^{de} ±0.03
Kapsülleme öncesi Bergamut yağı		1.07 ^a ±0.03

Sutun ve satırlardaki değişik harfler ortalamaların $P < 0.01$ seviyesinde farklı olduğunu ifade eder

Duncan Çoklu Karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde, kapsülleme sonrası *α-pinene*'in yüzde miktarında önemli ($P < 0.01$) düzeyde azalış olduğu gözlenmiştir. Ayrıca, tüm taşıyıcı madde kombinasyonlarında 20 gün depolama sonrası mikrokapsüllerdeki *α-pinene* içeriklerinde, depolama başlangıcına göre önemli ($P < 0.01$) düzeyde azalış gözlenmiştir. Hem kapsülleme sonrası hem de depolama sonrasında en yüksek *α-pinene* oranı, sadece arap zıncığı kullanılarak üretilen mikrokapsüller tespit edilmiştir. *α-pinene* oranında kapsülleme ve depolama sırasında görülen bu azalışın, *α-pinene*'in bağlı uçuculuğunun yüksek olmasından kaynaklandığını düşündürmektedir. Nitekim *α-pinene*, belirlenen diğer bileşenlere göre en düşük kaynama noktasına (155°C) sahiptir (Anonymous 2010d).



Şekil 4.9. Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki *myrecene* oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Bergamut yağı ve bu yağ ile üretilen mikrokapsüllerde *myrecene* oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi Şekil 4.9'da verilmiştir. Tespit edilen *myrecene* değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.21'de, Duncan Çoklu Karşılaştırma testi sonuçları ise Çizelge 4.22'de görülmektedir. Taşıyıcı maddenin ve depolamanın *myrecene* oranı üzerine önemli ($P < 0.01$) düzeyde etkisinin olduğu saptanmıştır (Çizelge 4.21).

Çizelge 4.21. Bergamut yağı mikrokapsüllerindeki *myrecene* değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	0.10769359	12.66 ^{**}
Hata	26	0.00850769	

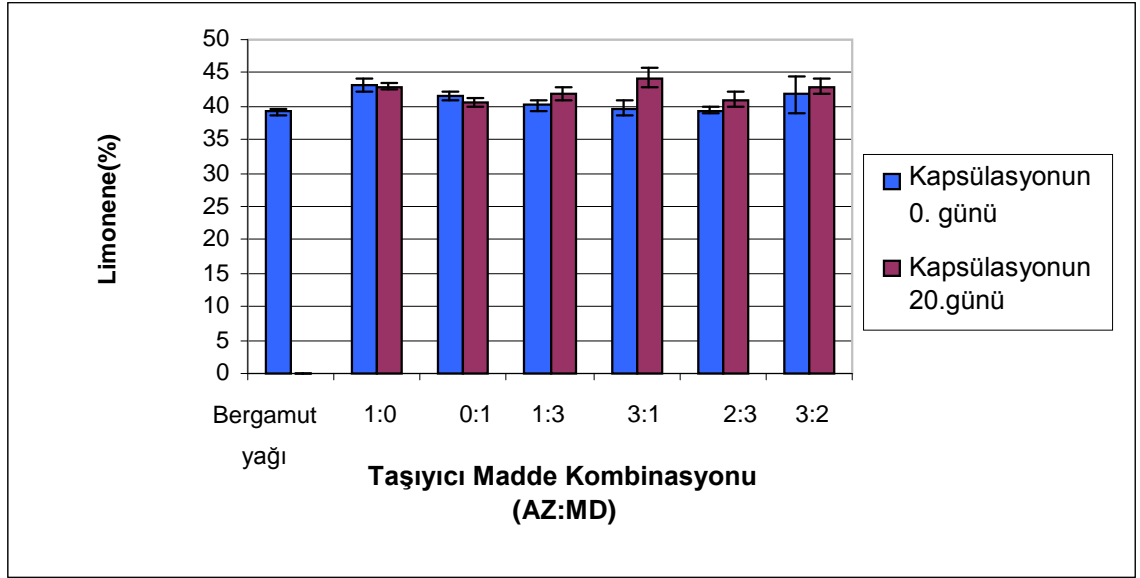
(^{**}) $P < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.22. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen bergamut mikrokapsüllerinin *myrecene* değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Kapsülleme sonrası (0.gün) <i>myrecene</i> (%)	Kapsülleme sonrası (20.gün) <i>myrecene</i> (%)
1:0	1.86 ^{bcd} ±0.02	1.97 ^b ±0.02
0:1	2.21 ^a ±0.02	1.72 ^d ±0.07
1:3	2.21 ^a ±0.08	1.90 ^{bc} ±0.03
3:1	2.03 ^b ±0.02	1.76 ^{cd} ±0.14
2:3	1.92 ^{bc} ±0.01	1.79 ^{cd} ±0.02
3:2	2.29 ^a ±0.03	1.86 ^{bcd} ±0.03
Kapsüllenmemiş Bergamut yağı		1.75 ^{cd} ±0.02

Satır ve sütunlardaki değişik harfler ortalamaların P< 0.01 seviyesinde farklı olduğunu ifade eder.

Duncan çoklu karşılaştırma sonuçları incelendiğinde, taşıyıcı madde olarak sadece arap zankı kullanılarak üretilen mikrokapsüllerde *myrecene* 'in yüzde miktarında önemli (P>0.01) derecede değişim olmamıştır. Ancak diğer taşıyıcı madde kombinasyonları ile üretilen mikrokapsüllerde *myrecene* oranında önemli düzeyde artış gözlenmiştir. *Myrecene* içeriğindeki bu artışın, püskürterek kurutma işlemi sırasındaki diğer bileşenlerin kapsüllerde daha az tutunmasından kaynaklanabileceği düşündürmektedir. Ayrıca arap zankı ile üretilen mikrokapsüllerde *myrecene* oranında önemli (P>0.01) bir değişimin olmaması, arap zankının aroma tutunumunu iyi derecede sağlayan bir taşıyıcı madde olmasından kaynaklanabilir (Mcnamee vd 2001). 20 gün depolama sonrası mikrokapsüllerdeki *myrecene* içerikleri incelendiğinde, AZ:MD 1:0 olan üretim dışındaki diğer kombinasyonlarda önemli (P<0.01)düzeyde azalma gözlenmiştir.



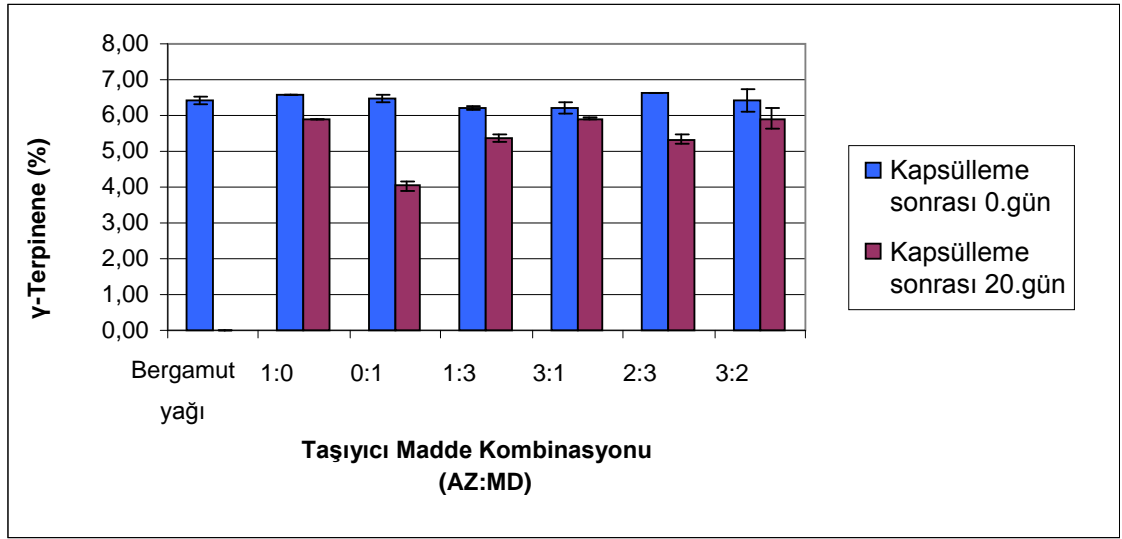
Şekil 4.10 Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki *limonene* oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Bergamut yağı ve bu yağ ile üretilen mikrokapsüllerde *limonene* oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi Şekil 4.10’da verilmiştir. Tespit edilen *limonene* değerlerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.23’de verilmiştir.

Çizelge 4.23. Bergamut yağı mikrokapsüllerinde belirlenen *Limonene* değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	7.8016474	2.00
Hata	26	3.8929718	

Taşıyıcı maddenin ve depolamanın *limonene* oranı üzerine önemli ($P>0.05$) bir etkisinin olmadığı saptanmıştır. Kapsülleme ve 20 gün depolama sonrasında *limonene* yüzdesinde önemli bir değişimin olmaması, *limonene*’in yüzde dağılım içerisinde en büyük paya sahip olmasından ve dolayısıyla diğer bileşenlerdeki değişimlerin bu oranı önemli derecede etkilememesinden kaynaklanabilir. Ayrıca 175-176 °C kaynama noktasına sahip olan *limonene*’in uçuculuğunun diğer monoterenlere göre daha az olmasından kaynaklanabilir.



Şekil 4.11. Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerin γ -Terpinene oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Bergamut yağı ve bu yağ ile üretilen mikrokapsüllerde γ -Terpinene oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi Şekil 4.11’de verilmiştir. Tespit edilen γ -Terpinene değerlerine ait varyans analiz sonuçları Çizelge 4.24’de, Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Çizelge 4.25’de görülmektedir. Taşıyıcı maddenin ve 20 gün süre ile depolamanın γ -Terpinene oranı üzerine önemli ölçüde ($P<0.01$) etkisinin olduğu saptanmıştır (Çizelge 4.24).

Çizelge 4.24. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin γ -Terpinene oranına ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	1.51931923	23.37**
Hata	26	0.06501795	

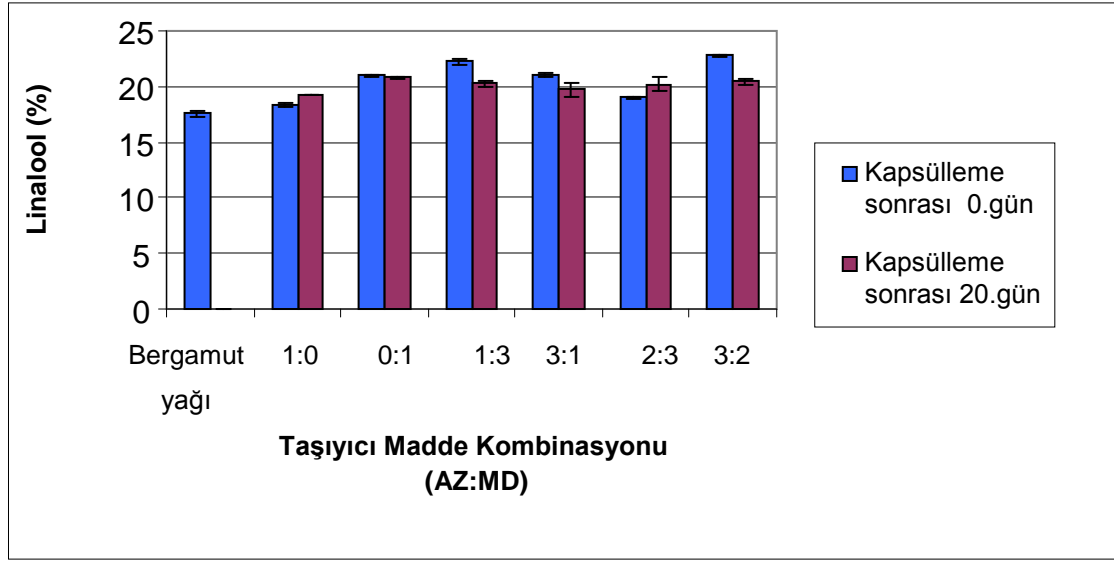
(**) $P<0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.25. Bergamut yağı mikrokapsüllerinde γ -Terpinene(%) 'e ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	0.gün γ -Terpinene (%)	20.gün γ -Terpinene (%)
1:0	6.59 ^a ± 0.01	5.90 ^b ± 0.01
0:1	6.49 ^a ±0.11	4.04 ^d ± 0.13
1:3	6.22 ^{ab} ± 0.06	5.36 ^c ± 0.09
3:1	6.20 ^{ab} ± 0.17	5.91 ^b ± 0.03
2:3	6.62 ^a ± 0.01	5.34 ^c ± 0.12
3:2	6.43 ^a ± 0.32	5.91 ^b ± 0.28
Kapsüllenmemiş bergamut yağı	6.40^a± 0.11	

Satırlardaki ve sütunlardaki değişik harfler ortalamaların P< 0.01 seviyesinde farklı olduğunu ifade eder.

Duncan çoklu karşılaştırma sonuçları incelendiğinde, kapsülleme sonrası γ -Terpinene'in oranının, farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarına göre istatistiksel olarak önemli bir farklılık göstermediği ancak 20 günlük depolama sonunda önemli(P<0.01) düzeyde azaldığı tespit edilmiştir. 20 günlük depolama sonrasında, arap zıncığı oranının maltodekstrine göre daha fazla olduğu kombinasyonlarda (AZ:MD 1:0, 3:1 ve 3:2) γ -Terpinene tutunumun daha fazla olduğu ve *myrecene* sonuçları ile paralellik gösterdiği tespit edilmiştir. γ -Terpinene' in 183°C kaynama noktasına sahip bir monoterpen olması dolayısıyla da bağıl uçuculuğunun az olmasının da bu durumu etkilediği düşünülmektedir.



Şekil 4.12. Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerindeki *linalool* oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı *linalool* değişimi Şekil 4.12’de verilmiştir. Taşıyıcı madde ve depolamaya bağlı olarak *linalool*(%)’ün önemli ($P<0.01$) düzeyde değiştiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.26). Duncan Çoklu Karşılaştırma testine tabi tutulan ortalamalar Çizelge 4.27’de verilmiştir.

Çizelge 4.26. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin *Linalool* oranına ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	6.33016966	22.26 ^{**}
Hata	26	0.28441282	

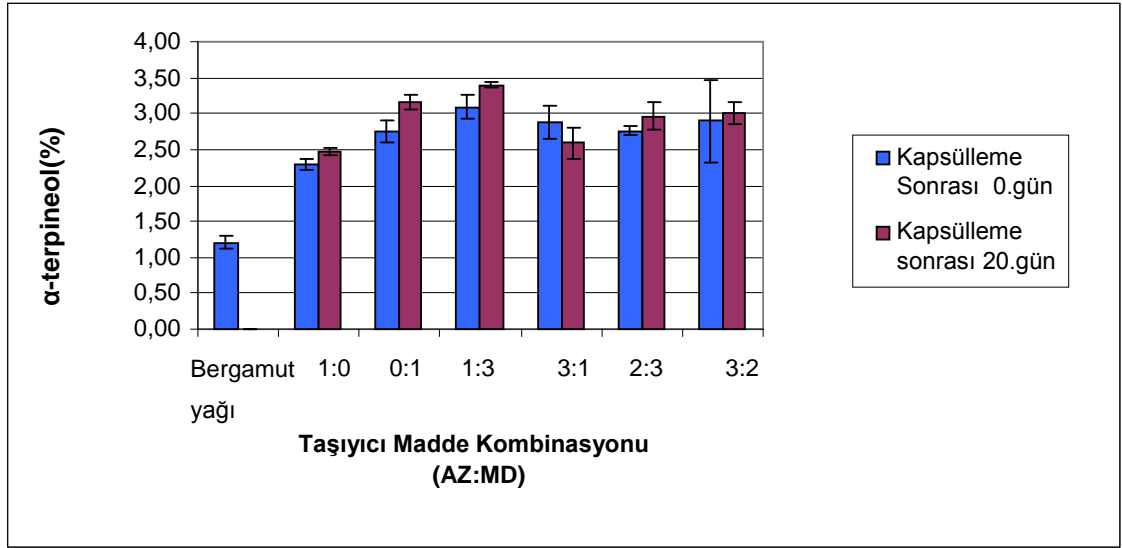
(**) $P<0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.27. Bergamut yağı mikrokapsüllerinden elde edilen yağda *Linalool*(%) 'e ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde	0.gün	20.gün
AZ:MD	<i>Linalool</i> (%)	<i>Linalool</i> (%)
1:0	18.37 ^f ±0.16	19.23 ^{de} ±0.06
0:1	20.99 ^b ±0.09	20.81 ^b ±0.14
1:3	22.25 ^a ±0.23	20.25 ^{bc} ±0.21
3:1	21.01 ^b ±0.22	19.72 ^{cd} ±0.65
2:3	19.01 ^{de} ±0.07	20.21 ^{bc} ±0.67
3:2	22.76 ^a ±0.15	20.48 ^{bc} ±0.26
Kapsüllenmemiş Bergamut yağı	17.58^f±0.23	

Satırlardaki ve sütünlardaki değişik harfler ortalamaların P< 0.01 seviyesinde farklı olduğunu ifade eder.

Sonuçlar incelendiğinde, kapsülleme sonrası geri kazanılan uçucu yağda *linalool* oranında artış olduğu belirlenmiştir. Arap zıncığı/maltodekstrin oranının 1:0 olduğu emülsiyonlardan üretilen mikrokapsüllerdeki *linalool* oranı ile kapsüllenmemiş bergamut yağındaki *linalool* oranı arasında önemli bir fark bulunmamıştır. Ancak diğer taşıyıcı madde kombinasyonları ile üretilen mikrokapsüllerdeki *linalool* oranının önemli (P<0.05) düzeyde arttığı saptanmıştır. Bu bileşende belirlenen bu oransal artışın püskürterek kurutma işlemi sırasında diğer bileşenlerin kapsüllenemeyip kaçmasından kaynaklanabileceğini düşündürmektedir. Elde edilen bergamut mikrokapsüllerin 20 günlük depolanmasını takiben geri kazanılan yağdaki *linalool* içeriğinin taşıyıcı madde kombinasyonlarına göre değişimi karşılaştırılmış, 1:0 ve 2:3 AZ:MD oranları ile üretilen mikrokapsüllerdeki yağda *linalool* oranının önemli (P<0.05) düzeyde arttığı, ancak; 1:3, 3:1 ve 3:2 AZ:MD kombinasyonları ile üretilen ürünlerde ise azaldığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.13. Bergamut yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki α -Terpineol oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı α -Terpineol (%) değişimi Şekil 4.13’de verilmiştir. Taşıyıcı madde ve depolamaya bağlı olarak α -Terpineol yüzdesininin önemli ($P<0.01$) düzeyde değiştiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.28).

Çizelge 4.28. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin α -terpineol (%) değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	2.20108675	9.99**
Hata	26	0.22043590	

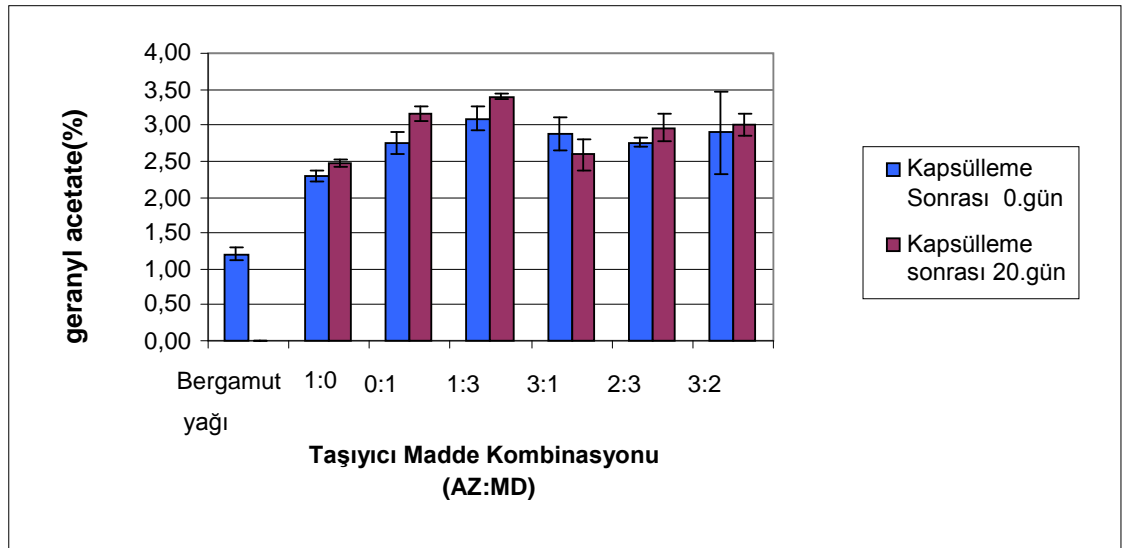
(**) $P<0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.29 inceleniğinde, kapsülleme sonrası α -terpineol’ün yüzde miktarında artış olduğu görülmektedir. Bunun nedeni, geri kazanılan yağdaki bazı bileşenlerin miktarında azalma olmasıdır. Bu durumda yüzde dağılım içerisinde bir bileşendeki azalış α -terpineol yüzdesininin artmasına neden olmaktadır. Bu artışın α -terpineol’ün 219°C kaynama noktası derecesine sahip olması nedeniyle (Anonymous 2010e) bağlı uçuculuğun diğer bileşenlere göre düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.29. Bergamut yağı mikrokapsüllerinden elde edilen yağdaki α -terpineol oranına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde oranı AZ:MD	0.gün α -terpineol (%)	20.gün α -terpineol (%)
1:0	3.30 ^{de} ±0.09	3.18 ^e ±0.03
0:1	5.41 ^a ±0.11	4.36 ^{bc} ±0.12
1:3	5.26 ^a ±0.44	4.14 ^{bcd} ±0.12
3:1	4.34 ^{bc} ±0.46	3.63 ^{cde} ±0.32
2:3	3.54 ^{cde} ±0.05	3.85 ^{bcd} ±0.24
3:2	4.67 ^{ab} ±0.57	4.05 ^{bcd} ±0.14
Kapsüllenmemiş bergamut yağı	2.28^f±0.08	

Satırlar ve sütunlardaki değişik harfler ortalamaların P<0.01 seviyesinde farklı olduğunu ifade eder.



Şekil 4.14. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı geranyl acetate değişimi

Şekil 4.14' te geranyl acetate yüzdesinin taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi verilmiştir. Taşıyıcı madde ve depolamaya bağlı olarak geranyl acetate yüzdesininin önemli (P<0.01) düzeyde değiştiği tespit edilmiştir (Çizelge

4.30). Elde edilen sonuçlara Duncan çoklu karşılaştırma testi uygulanarak önemli farklılıklar ortaya konulmuştur (Çizelge 4.31).

Çizelge 4.30. Bergamut yağı mikrokapsüllerinin *geranyl acetate* değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	0.88750000	6.87**
Hata	26	0.12918462	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.31. Bergamut mikrokapsüllerinden elde edilen yağda *geranyl acetate* (%) değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde AZ:MD	0.gün	20.gün
	<i>geranyl acetate</i> (%)	<i>geranyl acetate</i> (%)
1:0	2.29 ^c ±0.08	2.48 ^{bc} ±0.05
0:1	2.75 ^{abc} ±0.16	3.17 ^{ab} ± 0.10
1:3	3.09 ^{ab} ±0.16	3.40 ^a ±0.03
3:1	2.89 ^{abc} ±0.23	2.59 ^{bc} ±0.22
2:3	2.76 ^{abc} ±0.07	2.96 ^{abc} ±0.19
3:2	2.90 ^{abc} ±0.57	3.01 ^{ab} ±0.15
Kapsüllenmemiş bergamut yağı	1.21^d±0.08	

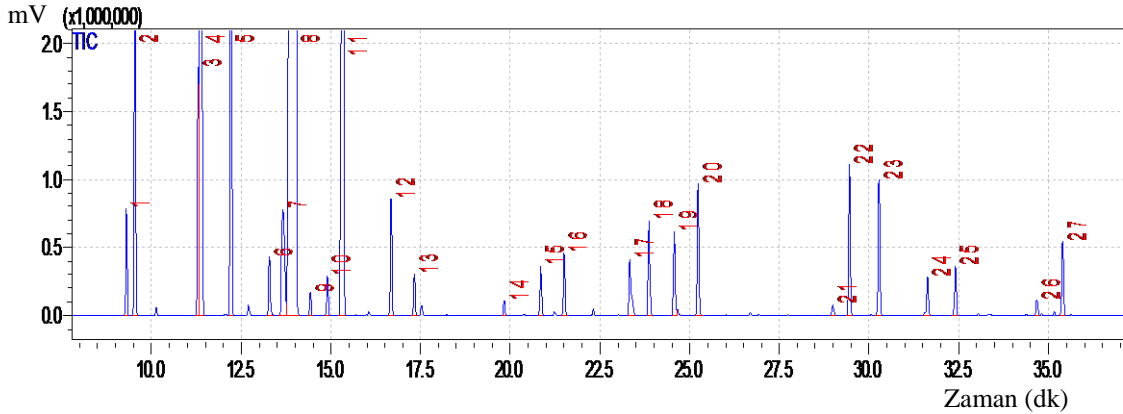
Satırlardaki ve sütunlardaki değişik harfler ortalamaların P< 0.01 seviyesinde farklı olduğunu ifade eder.

Sonuçlar incelendiğinde, kapsülleme sonrası *geranyl acetate*'in yüzde miktarında farklı taşıyıcı madde oranlarında ve 20 gün depolama sonunda istatistikî olarak bir farklılık gözlenmemiştir. Ancak kapsülleme sonrası önemli derecede artış gözlenmektedir. Bunun nedeni olarak diğer bileşenlerin yüzde oranlarında *geranyl acetate*' a göre daha fazla azalma olması düşünülmektedir.

4.3. Limon Kabuğu Uçucu Yağ Miktarı ve Uçucu Yağ Kompozisyonu

Distilasyon ile elde edilen limon kabuğu uçucu yağının miktarı, limon kabuğundan rendelenerek ayrılan flavedo kısmından elde edilmiştir. Materyal olarak kullanılan meyvelerin flavedo kısmının bütün meyvenin % 12.92'si olduğu belirlenmiştir. Toplam uçucu yağ miktarı rendelenmiş yaş kabukta % 3.83±0.16 mL olarak belirlenmiş ve meyvenin flavedo kısmının oranı dikkate alınarak, uçucu yağ oranı tüm meyvede % 0.49 olarak tespit edilmiştir. Ahmad vd (2006) 4 farklı turuncgil çeşidinin uçucu yağ verimi ve bileşimi üzerine yaptıkları çalışmada Eureka limon çeşidinin meyve kabuğundaki uçucu yağ oranının % 1.12 oranında olduğu tespit etmişlerdir. Araştırmacıların bulguları ile mevcut çalışmadaki bulguların farklılığını limon uçucu yağının elde edildiği meyve kısmının farklılığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Mevcut çalışmada elde edilen bulgu sadece limon kabuğunun flavedo kısmına göre hesaplanan değeri temsil etmektedir.

Limon kabuk uçucu yağının bileşimi GC-MS ile belirlenmiştir. Limon kabuk uçucu yağına ait kromatogram ile sonuçlar Şekil 4.15'de ve Çizelge 4.32'de verilmiştir. Tezin bu bölümden sonraki kısmında "limon kabuk uçucu yağı" yerine " limon yağı" ifadesi kullanılmıştır.



Şekil 4.15. Limon yağının GC-MS ile analizi sonucu elde edilen kromatogram

(mV: mikrovolt)

Limon yağının GC-MS ile analizi sonucunda toplam 27 adet bileşen tanımlanabilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre limon yağının başlıca uçucu

bileşenlerinin; *Limonene* (%66.38), *γ-terpinene* (%12.03), *sabinen* ve *β-pinene* (%9.30), *myrcene* (%2.37) ve *α-pinene* (%1.87) olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.32. Limon uçucu yağında tespit edilen bileşenler

No	RI	Bileşik adı	Alıkonma Süresi	Q* (%)	Alan (%)
1	925	<i>α-Thujene</i>	9.287	99	0.48
2	930	<i>α-Pinene</i>	9.522	98	1.87
3	971	<i>Sabinene +</i>	12.197	99	9.30
4	973	<i>β-Pinene</i>		98	
5	992	<i>Myrcene</i>	13.271	98	2.37
6	1015	<i>α-Terpinene</i>	13.647	97	0.34
7	1023	<i>p-Cymene</i>	14.015	97	0.70
8	1030	<i>Limonene</i>	14.415	95	66.38
9	1039	<i>β-(Z)- Ocimene</i>	14.887	94	0.11
10	1049	<i>β-(E)-Ocimene</i>	15.327	98	0.20
11	1058	<i>γ-Terpinene</i>	16.670	97	12.03
12	1086	<i>Terpinolene</i>	17.318	97	0.62
13	1100	<i>Linalool</i>	19.823	96	0.19
14	1153	<i>Menthone</i>	20.842	81	0.07
15	1174	<i>Terpinene-4-ol</i>	21.492	94	0.25
16	1188	<i>α-Terpineol</i>	23.328	97	0.32
17	1228	<i>Nerol</i>	23.860	97	0.40
18	1239	<i>Neral</i>	24.566	96	0.50
19	1255	<i>Geraniol</i>	25.227	97	0.48
20	1269	<i>Geranial</i>	28.987	96	0.68
21	1354	<i>Citronellyl acetate</i>	29.453	92	0.06
22	1365	<i>Neryl acetate</i>	30.280	98	0.85
23	1384	<i>Geranyl acetate</i>	31.632	97	0.77
24	1416	<i>Caryophyllene</i>	32.410	88	0.23
25	1435	<i>α-trans Bergamotene</i>	34.683	97	0.28
26	1491	<i>Valencene</i>	35.397	91	0.08
27	1508	<i>β-Bisabolene</i>	48.407	97	0.42

(*) Q : Benzerlik yüzdesi

Verzera vd (2004), limon ve portakal kabuk uçucu yağlarının bileşimlerini belirledikleri çalışmalarında, organik olarak yetiştirilen limonlarda, kabuk uçucu yağının başlıca bileşenlerinin *Limonene* (%65.69), *γ-Terpinene* (%9.88), *Sabinene* ve *β-pinene* (%12.97), *Myrecene* (%1.70), *α-Pinene* (%2.07), *Geranial* (%1.74) ve *Neral* (%1.03) olduğunu bildirmektedirler. Ahmad vd (2006)'da Euraka limon çeşitinin kabuk uçucu yağı bileşimini belirledikleri çalışmada, uçucu yağda *d-Limonene* (%53.61), *γ-Terpinene* (%18.57), *Sabinene* (%0.43), *β-pinene* (%10.80), *Myrecene* (%10.16), *α-Pinene* (%2.63) *Geranial* (%1.74) ve *Neral* (%1.03) bulunduğunu rapor etmişlerdir.

Vekiari vd (2002), mevsimsel değişimlerin limon kabuk uçucu yağı bileşimi üzerine etkilerini araştırdıkları çalışmalarında, neryl acetate, geranyl acetate ve citronellal bileşenlerinin miktarının mevsimsel değişimlerden önemli derecede etkilendiğini ortaya koymuşlardır. Ayrıca mevsimsel değişimlerle beraber coğrafik etkilerin de kompozisyon değişiminde etkili olabileceğini belirtmişlerdir.

Mevcut çalışmada elde edilen bulgular bu konuda yapılmış diğer araştırma sonuçlarıyla uyumlu bulunmuştur. Bileşimdeki farklılıkların limon çeşidi, toplanma zamanı ve yetiştirme koşullarındaki (toprak, rakım, iklim) farklılıklardan kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

4.4. Limon Yağından Üretilen Mikroksüllerin Kalite Özellikleri

Limon yağı farklı oranlarda taşıyıcı madde (Arap zıncığı, maltodekstrin) kullanılarak püskürtülerek kurutma yöntemiyle kapsüllenmiş ve elde edilmiş mikroksüllerde; uçucu bileşen kompozisyonu, nem, su aktivitesi, yığın yoğunluğu, çözünürlük, bulanıklık, parçacık boyutu analizleri yapılmıştır.

4.4.1. Ürün Verimi

Püskürtülerek kurutma sonunda elde edilen ürün miktarı, kurutucunun ürün haznesinde toplanan ve siklondan alınan mikroksülleri temsil etmektedir. Ürün verimi, alınan bu mikroksüllerin miktarının, beslenen emülsiyonun kurumaddesine oranlanmasıyla

hesaplanmıştır. Limon yağı mikrokapsülasyonundaki ürün verimi % 46.21-55.26 değerleri arasında değişmiştir (Çizelge 4.33). En düşük verim, sadece arap zamkının taşıyıcı madde olarak kullanıldığı üründe, en yüksek verim ise sadece maltodekstrinin kullanıldığı üründe elde edilmiştir.

Limon yağı mikrokapsüllerinin ürün verimine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.34'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre kapsülasyonda kullanılan taşıyıcı maddeye ve oranına bağlı olarak önemli bir verim farklılığı bulunmamıştır.

Ancak varyans analizi sonucunda farklılığın önemli bulunmamasına rağmen, ham veriler incelendiğinde en yüksek verim, sadece maltodekstrinin kullanıldığı uygulamada görülmüştür. Arap zankı ve maltodekstrinin beraber kullanımı ile ürün veriminin tek başına Arap zankı kullanılmasına kıyasla, arttığı da gözlenmiştir. Her ne kadar istatistiki olarak önemli bir farklılık görülme de limon yağı mikrokapsüllerinin ürün verimi sonuçları bergamut yağı mikrokapsüllerinin ürün verimi sonuçları ile aynı paralellik göstermiştir. Bunun nedenin de daha önce açıklanan yapışma problemi olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.33. Limon yağının kapsüllemesinde farklı taşıyıcı madde kullanımı sonucu elde edilen ürün verimleri

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Ürün Verimi (%)
1:0	46.21 ± 2.08*
0:1	55.76 ± 2.24
1:3	50.70 ± 4.24
3:1	49.39 ± 2.58
2:3	52.77 ± 0.51
3:2	49.65 ± 2.59

Ortalama± standart hata (N=3)

Çizelge 4.34. Limon yağının kapsüllemesinde elde edilen ürün verimi değerlerine ait varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı madde	5	31.6789256	1.55
Hata	12	20.4724333	

4.4.2. Mikrokapsüllerin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi

Limon yağının kapsülasyonu sonucu elde edilen mikrokapsüllerin uçucu yağ miktarları ve kapsülleme verimleri Çizelge 4.35’de verilmiştir. Kapsülleme verimi, mikrokapsüllerden geri kazanılan yağ miktarının, emülsiyon kuru maddesindeki yağ miktarına oranı olarak hesaplanmıştır. Mikrokapsüllere hapsedilen toplam uçucu yağ miktarları % 3.74-5.00 arasında değişmiştir. Püskürterek kurutma öncesi emülsiyon kuru maddesinin %5’inin uçucu yağ olduğu dikkate alındığında bu yağın bir kısmının mikrokapsül eldesi sırasında kaybedildiği görülmektedir.

Çizelge 4.35. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonları ile üretilen limon yağı mikrokapsüllerindeki uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Uçucu yağ miktarı (g/100g mikrokapsül)	Kapsülleme verimi (%)
1:0	3.703 ± 0.417*	74.01+8.35
0:1	3.937 ± 0.112	78.74+2.21
1:3	4.093 ± 0.194	81.85+3.85
3:1	4.250 ± 0.186	84.98+3.69
2:3	3.863 ± 0.303	77.24+6.04
3:2	4.133 ± 0.082	82.70+1.63

* Ortalama±standart hata (N=3)

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen mikrokapsüllerin % uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.36’da verilmiştir. Bu sonuçlara göre kapsülasyonda kullanılan taşıyıcı madde kombinasyonlarının, son ürünlerdeki uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimi üzerine % 95 güven aralığında önemli düzeyde etkisinin olmadığı görülmüştür.

Çizelge 4.36. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin uçucu yağ miktarı ve kapsülleme verimine ait varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	Uçucu yağ miktarı		Kapsülleme verimi	
		KO	F	KO	F
Taşıyıcı madde	5	0.11977333	0.67	48.418732	0.68
Hata	12	0.17876111		71.094613	

4.4.3. Kapsülleme sonrası elde edilen ürünlerin uçucu yağ bileşimi

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonları ile elde edilen mikrokapsüllerde hapsedilen uçucu yağ distilasyonla gerikazanılarak bu yağın bileşimi GC-MS ile analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.37’de verilmiştir. Kromotogramların integrasyonu yapılırken yüksekliği 100000 mV değerinin üzerinde olan pikler değerlendirilmeye alınmıştır. Çizelge 4.37’de farklı taşıyıcı madde kompozisyonlarında tespit edilen uçucu bileşenlerin yüzde oranları verilmiştir.

Limon yağının farklı orandaki taşıyıcı madde kombinasyonları ile kapsülasyonlarından geri kazanılan yağdaki ana bileşenlerin rendelenmiş limon kabuğundan elde edilen bu yağdaki ana bileşenler ile aynı olduğu görülmüştür. Diğer minör bileşenlerde de belirgin bir değişim tespit edilememiştir.

Çizelge 4.37. Limon yağı mikrokapsüllerinden gerikazanılan uçucu yağların kompozisyonu

NO	Bileşik adı	AZ:MD					
		1:0	0:1	1:3	3:1	2:3	3:2
1	<i>α-Thujene</i>	0.40	0.44	0.39	0.44	0.43	0.40
2	<i>α -Pinene</i>	1.74	1.76	1.67	1.83	1.75	1.68
	<i>Sabinene +</i>						
3	<i>β -Pinene</i>	8.34	9.10	8.46	8.76	8.69	8.41
4	<i>Myrcene</i>	2.48	2.48	2.47	2.54	2.52	2.42
5	<i>α - Phellandrene</i>	0.07	0.07	0.06	0.07	0.07	0.06
6	<i>α -Terpinene</i>	0.44	0.37	0.42	0.41	0.42	0.40
7	<i>p-Cymene</i>	0.77	0.64	0.93	0.71	0.65	0.85
8	<i>Limonene</i>	66.17	65.89	67.66	66.42	65.36	66.11
9	<i>(Z)- β -Ocimene</i>	0.12	0.13	0.11	0.12	0.13	0.12
10	<i>(E)- β Ocimene</i>	0.22	0.23	0.21	0.23	0.24	0.23
11	<i>γ- Terpinene</i>	12.12	12.21	12.02	12.13	12.29	12.23
12	<i>Terpinolene</i>	0.74	0.70	0.71	0.71	0.75	0.72
13	<i>Linalool</i>	0.20	0.20	0.13	0.17	0.19	0.18
14	<i>Nonanol</i>	0.05	0.06	0.05	0.05	0.06	0.06
15	<i>Menthone</i>	0.02	0.07	-	0.07	0.07	0.06
16	<i>Terpinen-4-ol</i>	0.42	0.22	0.23	0.31	0.33	0.33
17	<i>α -Terpineol</i>	0.44	0.26	0.21	0.25	0.30	0.30
18	<i>Nerol</i>	0.32	0.29	0.14	0.29	0.27	0.25
19	<i>Citronellol</i>	-	-	0.06	-	0.09	0.08
20	<i>Neral</i>	0.48	0.49	0.38	0.44	0.52	0.52
21	<i>Geraniol</i>	0.38	0.40	0.22	0.34	0.42	0.38
22	<i>Geranial</i>	0.68	0.68	0.56	0.62	0.72	0.75
23	<i>Citronellyl acetate</i>	0.08	0.09	0.07	0.08	0.10	0.09
24	<i>Neryl acetate</i>	1.03	1.04	0.90	1.00	1.17	1.11
25	<i>Geranyl acetate</i>	0.96	0.97	0.85	0.94	1.10	1.03
26	<i>β -Caryophyllene</i>	0.30	0.28	0.26	0.25	0.32	0.29
27	<i>α -trans Bergamotene</i>	0.35	0.33	0.30	0.30	0.38	0.34
28	<i>Valencene</i>	0.10	0.09	0.09	0.08	0.11	0.11
29	<i>β -Bisabolene</i>	0.55	0.50	0.46	0.45	0.59	0.53

4.4.4. Nem miktarı ve su aktivitesi

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonları ile elde edilen mikrokapsüllerin nem miktarı ve su aktivitesi değerleri Çizelge 4.38’de verilmiştir. Buna göre örneklerin nem miktarı değerlerinin % 2.58-4.15, su aktivitesi değerlerinin ise 0.153-0.187 arasında değiştiği belirlenmiştir. Bergamut yağının kapsüllenmesinde de olduğu gibi limon yağının kapsüllenmesinde de, ürünlerin nem ve su aktivitesi değerleri kurutma sırasındaki sabit çıkış sıcaklığı ile hedeflenen değerlerde tutulmaya çalışılmıştır. Nitekim varyans analizi sonuçları farklı taşıyıcı madde kombinasyonları ile üretilen mikrokapsüllerin nem ve su aktivitesi değerlerine ait ortalamaların önemli bir fark göstermediğini ortaya koymuştur (Çizelge 4.39).

Çizelge 4.38. Limon yağı mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesi

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Nem miktarı (mL/100 g mikrokapsül)	Su aktivitesi (a_w)
1:0	3.76 ± 0.65*	0.170 ± 0.02*
0:1	2.58 ± 0.37	0.153 ± 0.00
1:3	3.28 ± 0.51	0.187 ± 0.01
3:1	3.72 ± 0.35	0.173 ± 0.01
2:3	3.66 ± 0.72	0.163 ± 0.01
3:2	4.15 ± 1.17	0.167 ± 0.01

* Ortalama ± standart hata (N=3)

Su aktivitesin 0.2’nin altında ve nem değeri %5 in altında bulunması durumunda partiküllerin yapışkan olmadığı ve mikrobiyolojik açıdan depolama sırasında stabil olduğunu belirtilmiştir (Turchuili vd 2005). Beristain vd (2003) kapsüllenmiş portakal uçucu yağının depolanması sırasında yapışma ve kekleşmeyi inceledikleri çalışmada, tozları farklı su aktivitesi değerine sahip ortamlarda depolamış ve 0.743-0.972 su aktivitesine sahip ortamlarda kapsül duvarının parçalandığı, aromanın tamamının kaybolduğunu belirtmişlerdir. Ancak 0.1-0.7 arasında su aktivitesine sahip ortamlarda aroma tutunumun yüksek olduğu rapor etmişlerdir.

Çizelge 4.39. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinde nem miktarı ve su aktivitesi değerlerine ait varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	Nem miktarı			Su aktivitesi	
	SD	KO	F	KO	F
Taşıyıcı madde	5	0.87446139	1.25	0.00036889	0.65
Hata	12	1.34382311		0.00029444	

(*) P<0.05 seviyesinde farklılık ifade eder.

4.4.5. Yığın yoğunluğu

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen limon mikrokapsüllerin yığın yoğunluğuna ait sonuçlar Çizelge 4.40'da verilmiştir. Kullanılan taşıyıcı maddeye göre örneklerin yığın yoğunlukları 382-404 kg/ m³ arasında değişmiştir.

Çizelge 4.40.Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Yığın yoğunluğu (kg/m ³)
1:0	399.6 ± 4.4
0:1	382.5 ± 6.6
1:3	382.9 ± 6.2
3:1	404.6 ± 2.4
2:3	402.6 ± 5.2
3:2	395.1 ± 9.1

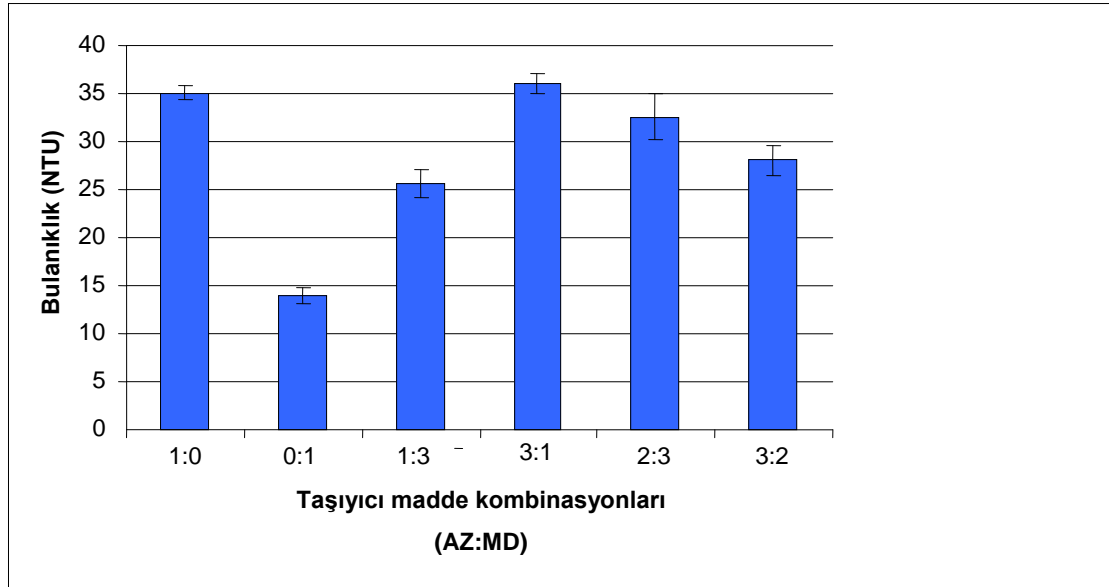
Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğuna ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.41'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre kapsülasyonda kullanılan taşıyıcı maddeye ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak yığın yoğunluğundaki değişimin istatistiksel olarak önemli olmadığı görülmüştür (P>0.05).

Çizelge 4.41.Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerine ait varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı madde	5	284.036891	2.64
Hata	12	107.640661	

4.4.6. Bulanıklık Analizi

Limon yağı mikrokapsüllerinin su ile hazırlanan % 0.1'lik çözeltilerinin bulanıklığı turbidimetre ile ölçülmüş ve elde edilen sonuçlar NTU olarak verilmiştir. Taşıyıcı madde kombinasyonlarına bağlı bulanıklık değerleri Şekil 4.16' da görülmektedir.



Şekil 4.16. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonları ile üretilen bergamut yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerleri

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen mikrokapsüllerin bulanıklık değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.42'de, Duncan Çoklu Karşılaştırma sonuçları ise Çizelge 4.43'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre kapsülasyonda kullanılan taşıyıcı madde ve oranının bulanıklık üzerine % 99 güven aralığında önemli

düzeyde etkisinin olduğu görülmüştür. Örneklerin bulanıklık değerleri 13.95-35.98 NTU arasında değişmiştir.

Çizelge 4.43 incelendiğinde, arap zankı ve maltodekstrin kombinasyonlarına bağlı olarak bulanıklığın değiştiği görülmüştür. Buna göre maltodekstrin kullanılarak üretilen mikrokapsüllerden hazırlanan sulu çözeltilerde bulanıklık değerinin en düşük seviyede olduğu ancak arap zankı oranının yüksek olduğu mikrokapsüllerde bulanıklığın arttığı gözlenmiştir.

Çizelge 4.42.Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı madde	5	201.219006	32.74**
Hata	12	6.146039	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.43.Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin bulanıklık değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	Bulanıklık (NTU)
1:0	35.05 ^a ± 0.74
0:1	13.95 ^c ± 0.75
1:3	25.70 ^b ± 1.44
3:1	35.98 ^a ± 1.00
2:3	32.58 ^a ± 2.36
3:2	28.03 ^b ± 1.60

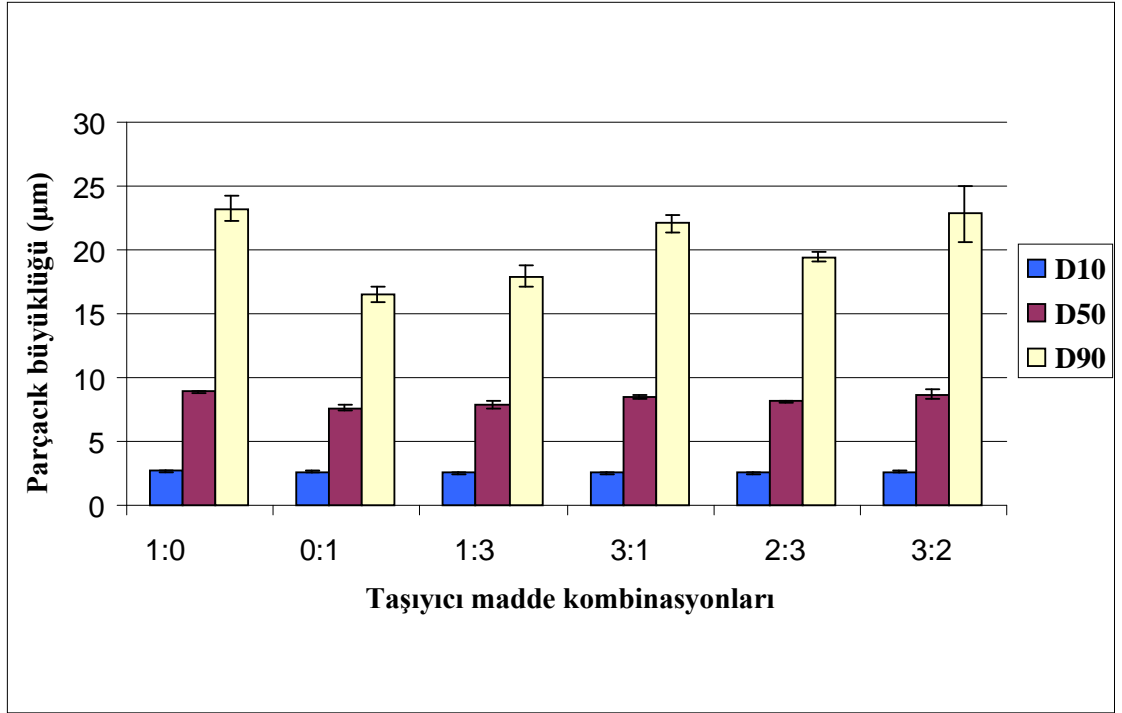
Sütündeki değişik harfler ortalamaların P<0.01 seviyesinde farklı olduğunu göstermektedir.

4.4.7. Çözünme oranı

Elde edilen limon yağı mikrokapsüllerinde çözünme oranı analizi yapılmış ve örneklerin tamamının % 100 çözüldüğü belirlenmiştir.

4.4.8. Parçacık boyutu dağılımı

Limon yağı mikrokapsüllerinin parçacık boyutu, parçacık boyut analiz cihazı (Malvern, Mastersizer 2000SR) toz modülü kullanılarak yapılmıştır. Sonuçlar D10, D50 ve D90 olarak ifade edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 4.17’ de, parçacık boyut dağılımına ait grafik ise Şekil 4.18’de verilmiştir.



Şekil 4.17. Limon yağı mikrokapsüllerinin boyut dağılımı

Şekil 4.17 incelendiğinde, D10 değerleri 2.310- 2.522 µm arasında değişmektedir. Taşıyıcı maddenin sadece arap zankı olduğu durumda parçacıkların %10’ u 2.522 µm , % 50’si 8.558 µm ve % 90’ı 23.153 µm nin altındadır.

Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla elde edilen limon mikrokapsüllerinin büyüklüklerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.44.a ve 4.44.b’ de verilmiştir. Sonuçlar D10, D50 ve D90 değerleri için ayrı ayrı hesaplanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde D10 ve D90 değerleri için uygulamalar arasında % 99 güven aralığında önemli derecede fark bulunmuştur. D50 değerleri için % 95 önem seviyesinde sonuçlar arasında önemli farklılık bulunmaktadır.

Çizelge 4.44.a. Limon yağı mikrokapsüllerinin D10 ve D50 değerleri için varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	D10		D50	
		KO	F	KO	F
Taşıyıcı madde	5	0.02771312	10.80**	0.24205249	4.16*
Hata	12	0.00256656		0.05813861	

(*) P<0.05 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.44.b.Limon yağı mikrokapsüllerinin D90 değerleri için varyans analiz sonucu

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Taşıyıcı madde	5	10.29062317	9.26**
Hata	12	1.11070889	

(**) P<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.45’de, Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, D90 değerleri için arap zankı ve maltodekstrinin tek başına kullanılmaları arasında önemli düzeyde fark bulunmuştur. Arap zankı kullanıldığında partiküllerin maltodekstrine göre daha büyük çapta olduğu gözlenmiştir. Maltodekstrin oranının artmasıyla parçacık boyutunun azaldığı görülmektedir. Bu sonuçlar bergamut yağı mikrokapsülleri için elde edilen sonuçlar ile uyumludur. Arap zankı kullanımı sonucu daha küçük parçacık boyutu beklenmesine karşın, daha büyük mikrokapsüllerin oluşmasının nedeninin daha önce açıklandığı üzere higroskopiklikten kaynaklandığı öngörülmektedir.

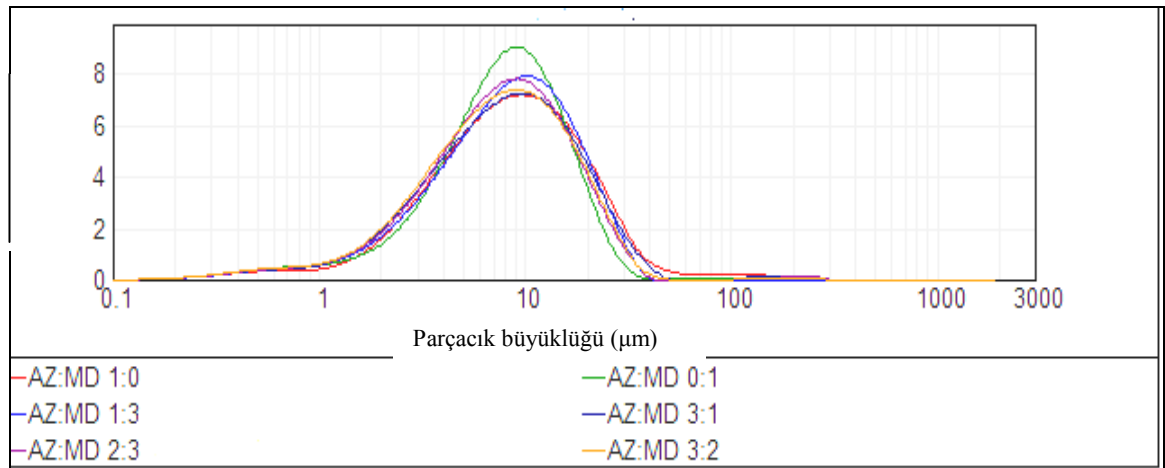
Partikül büyüklüğünün aromanın alıkonması üzerine çok büyük etkisi vardır. Soottitantawat vd (2005) püskürterek kurutma ile kapsüllenmiş D-limonenin parçacık büyüklüğünün aromanın alıkonması üzerine yaptıkları çalışmada, parçacık büyüklüğü arttıkça, oksidasyona karşı daha etkili bir koruma sağladığını belirtmişlerdir. Arap zankı, arap zankı-maltodekstrin ve HICAP 100 karışımları kullandıkları çalışmalarında, küçük parçacık büyüklüğünde aroma salınımı hız katsayısının daha

yüksek olduğunu tespit etmişler ve arap zamkı kullanıldığında aroma alıkonmasının daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir.

Çizelge 4.45.Limon yağı mikrokapsüllerinin D10, D50 ve D90 değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma testi sonuçları

Taşıyıcı madde AZ:MD	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)
1:0	2.522 ^a ± 0.032	8.558 ^a ± 0.104	23.153 ^a ± 0.763
0:1	2.496 ^a ± 0.028	7.752 ^c ± 0.040	17.542 ^c ± 0.322
1:3	2.391 ^b ± 0.034	8.130 ^{abc} ± 0.107	20.232 ^{ab} ± 0.410
3:1	2.299 ^b ± 0.038	7.951 ^{bc} ± 0.204	20.755 ^b ± 0.456
2:3	2.310 ^b ± 0.013	7.974 ^{bc} ± 0.095	19.841 ^b ± 0.518
3:2	2.337 ^b ± 0.023	8.284 ^{ab} ± 0.204	21.388 ^{ab} ± 0.944

Satırlar ve sütunlardaki farklı harfler ortalamaların $p < 0.05$ düzeyinde farklı olduğunu gösterir.



Şekil.4.18. Parçacık boyut dağılımı

4.4.9. Limon yağı mikrokapsüllerinin aroma tutma kapasitesi

Limon yağı mikrokapsüllerinin aroma tutma kapasitesini belirlemek amacıyla 20 gün süre ile depolanan mikrokapsüllerde bulunan toplam uçucu yağ miktarı başlangıçtaki uçucu yağ miktarı ile kıyaslanmıştır. Mikrokapsüllerin 20 gün depolama sonundaki % uçucu yağ miktarları Çizelge 4.46'da verilmiştir. Elde edilen uçucu yağ bileşimi de GC-MS'de belirlenmiş ve sonuçlar Çizelge 4.47 'de verilmiştir.

Çizelge 4.46. incelendiğinde 20.gün sonunda toplam uçucu yağ miktarı değerlerinde başlangıca göre düşüş olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.46. Limon yağı mikrokapsüllerinin üretim sonrası 0.gün ve 20.gün örneklerinden elde edilen uçucu yağ miktarı

Taşıyıcı Madde (AZ:MD)	0.gün (g/ 100 g mikrokapsül)	20.gün (g/ 100 g mikrokapsül)
1:0	3.703 ± 0.417*	3.987± 0.134*
0:1	3.937 ± 0.112	3.020± 0.162
1:3	4.093 ± 0.194	3.863 ± 0.033
3:1	4.250 ± 0.186	4.153 ± 0.303
2:3	3.863 ± 0.303	3.673 ± 0.227
3:2	4.133 ± 0.082	3.853 ± 0.122

*Ortalama ± Standart hata (N=3)

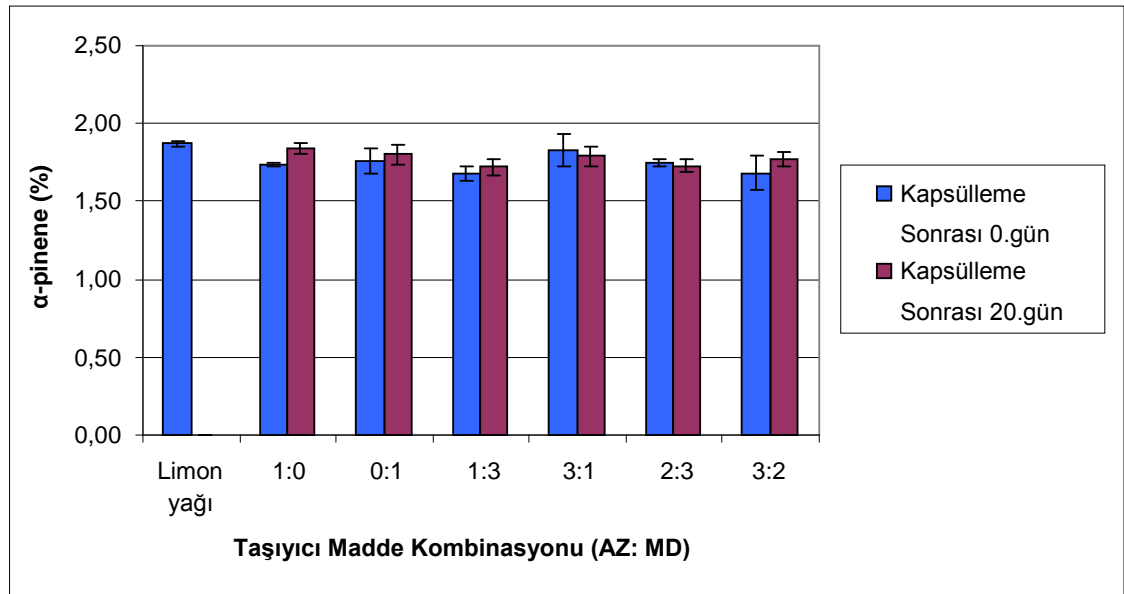
Çizelge 4.47. 20 gün depolama sonunda mikrokapsüllerden gerikazanılan uçucu yağların kompozisyonu

NO	Bileşik adı	AZ:MD					
		1:0	0:1	1:3	3:1	2:3	3:2
1	<i>α-Thujene</i>	0.42	0.44	0.41	0.44	0.43	0.44
2	<i>α -Pinene</i>	1.80	1.79	1.72	1.79	1.73	1.77
3	<i>Camphene</i>	0.04	0.04	-	-	-	-
4	<i>Sabinene + β -Pinene</i>	8.52	8.91	8.49	8.61	8.48	8.44
5	<i>Myrcene</i>	2.56	2.49	2.34	2.49	2.39	2.35
6	<i>α - Phellandrene</i>	0.07	0.06		0.07		
7	<i>α -Terpinene</i>	0.45	0.29	0.33	0.41	0.37	0.39
8	<i>p-Cymene</i>	0.83	2.55	1.73	0.83	1.22	1.27
9	<i>Limonene</i>	65.05	64.82	67.06	65.10	66.46	66.98
10	<i>(Z)- β -Ocimene</i>	0.13	0.12	0.11	0.13	0.12	0.11
11	<i>(E)- β Ocimene</i>	0.24	0.22	0.20	0.24	0.22	0.21
12	<i>γ- Terpinene</i>	12.22	10.96	11.34	12.14	11.78	11.62
13	<i>Terpinolene</i>	0.79	0.67	0.66	0.74	0.70	0.68
14	<i>Linalool</i>	0.23	0.19	0.18	0.24	0.19	0.17
15	<i>Nonanol</i>	0.06	0.06	-	0.06	0.06	-
16	<i>Menthone</i>	0.04	0.07	-	0.07	0.05	-
17	<i>Terpinen-4-ol</i>	0.48	0.23	0.29	0.40	0.32	0.34
18	<i>α -Terpineol</i>	0.43	0.24	0.28	0.38	0.29	0.29
19	<i>Capraldehyde</i>	0.04	0.04	-	-	-	-
20	<i>Nerol+ Citronellol</i>	0.38	0.34	0.26	0.40	0.30	0.30
21	<i>Neral</i>	0.49	0.54	0.45	0.53	0.46	0.44
22	<i>Geraniol</i>	0.44	0.38	0.31	0.46	0.34	0.33
23	<i>Geranial</i>	0.73	0.73	0.64	0.76	0.65	0.64
24	<i>Citronellyl acetate</i>	0.09	0.10	0.08	0.10	0.09	-
25	<i>Neryl acetate</i>	1.14	1.17	0.99	1.15	1.05	1.01
26	<i>Geranyl acetate</i>	1.04	1.10	0.93	1.08	0.99	0.94

Çizelge 4.47'nin devamı

27	β -Caryophyllene	0.31	0.33	0.26	0.33	0.30	0.30
	α -trans						
28	Bergamotene	0.37	0.41	0.33	0.39	0.36	0.36
29	Valencene	0.11	0.13	0.09	0.12	0.10	0.11
30	β -Bisabolene	0.57	0.63	0.49	0.59	0.54	0.54

Kapsülleme işleminin ve depolamanın limon uçucu yağı bileşimi üzerine etkisini belirlemek amacıyla yapılan istatistiksel analizde kapsüllenmemiş limon yağı, mikrokapsülleme sonrası gerikazanılan yağ ve 20 gün süreyle depolanmış mikrokapsüllerden geri kazanılan yağ bileşimi karşılaştırılmıştır.



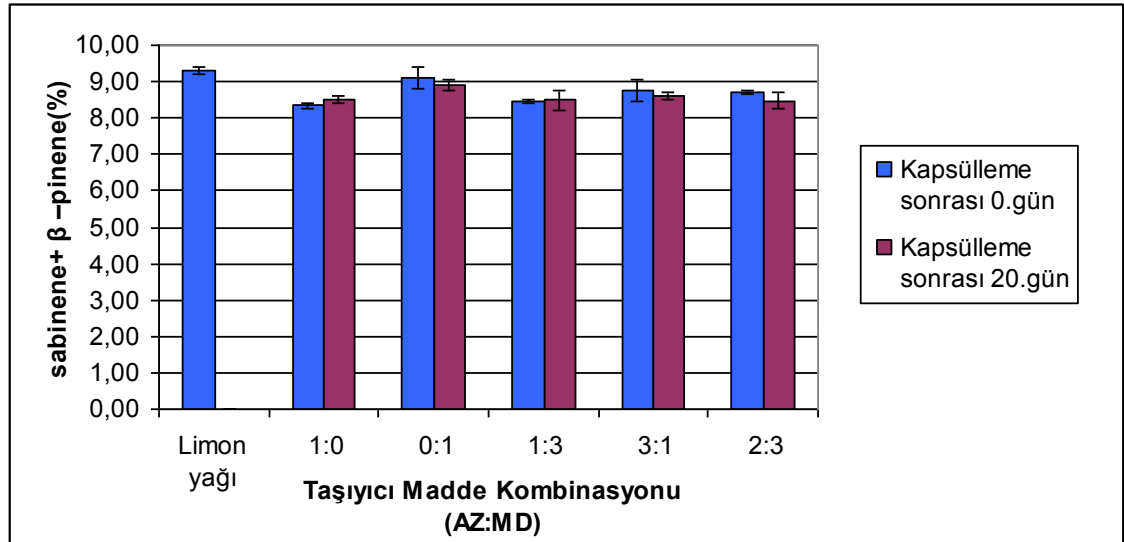
Şekil 4.19. Limon yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki α -pinene oranının (%) taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Şekil 4.19'da α -pinene alanının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi verilmiştir. Taşıyıcı madde ve depolamaya bağlı olarak α -pinene değişiminin istatistiksel olarak önemli ($P > 0.05$) olmadığı tespit edilmiştir (Çizelge 4.48).

Çizelge 4.48. Limon yağı mikrokapsüllerinde α -pinene (%) değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	0.04107521	1.04
Hata	26	0.00990513	

Püskürterek kurutma işlemi ile kapsül oluşumu sırasında, aroma maddelerinin tutunumu emülsiyonun çözünürlüğü ve difüzyonu ile ilişkilidir. Arap zamkıyla kapsüllenen benzer molekül ağırlığına sahip monoterpenler içerisinde bir sıralama yapıldığında tutunumun büyükten küçüğe doğru hidrokarbon, aldehit ve alkol şeklinde değiştiği bildirilmektedir. Ayrıca ilk 20 günlük depolama sonunda arap zamkıyla kapsüllenen monoterpenlerin miktarında az bir değişim olduğu ancak bu depolama periyotundan sonra monoterpenlerin çoğunun önemli düzeyde kaybedildiği ve monoterpenlerin tutunma sırasının β -pinene > citral > limonene > α -myrcene > linalool değiştiği rapor edilmiştir (Bertolini vd 2001).



Şekil 4.20. Taşıyıcı madde kombinasyonu ve depolamaya bağlı *sabinene*+ β -pinene değişimi

Şekil 4.20'de *sabinene*+ β -*pinene* yüzdesinin taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi verilmiştir. Taşıyıcı madde ve depolamaya bağlı olarak *sabinene*+ β -*pinene* yüzdesinin değişimi istatistiksel olarak önemli ($p<0.05$) bulunmuştur (Çizelge 4.49).

Çizelge 4.49. Limon yağı mikrokapsüllerindeki *sabinene*+ β -*pinene* değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	0.25408590	2.35*
Hata	26	0.10794103	

(*) $P<0.05$ seviyesinde farklılık ifade eder

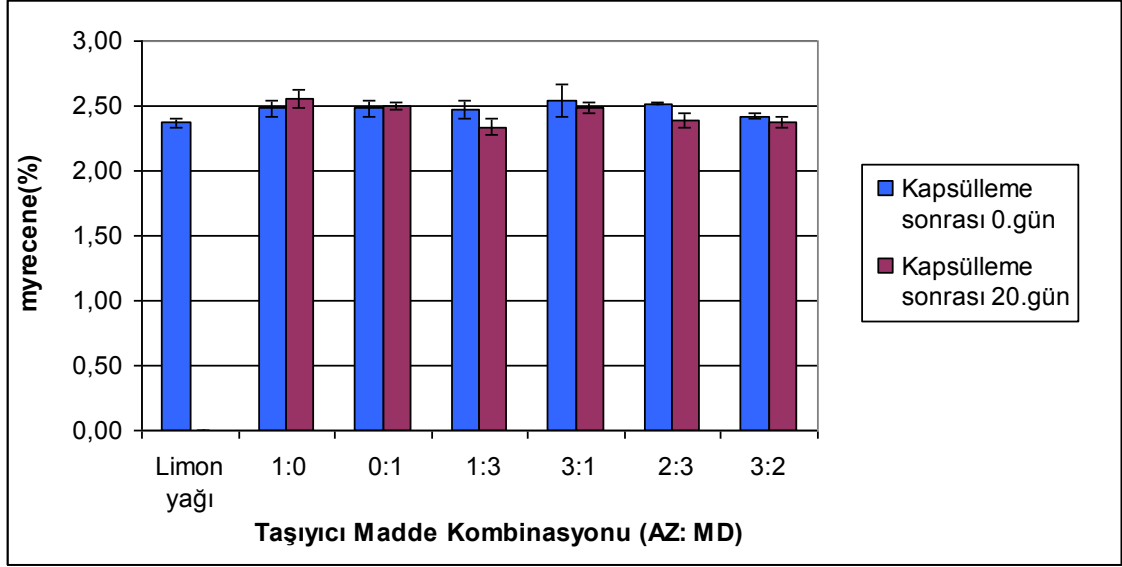
Çizelge 4.50. Farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarıyla üretilen limon yağı mikrokapsüllerinin üretim sonrası ve 20 gün depolama sonrası uçucu yağdaki geri kazanılan uçucu yağda *sabinene*+ β -*pinene* değerlerine ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

Taşıyıcı madde (AZ:MD)	0.gün	20.gün
	<i>sabinene</i> + β - <i>pinene</i> (%)	<i>sabinene</i> + β - <i>pinene</i> (%)
1:0	8.34 ^c ±0.09	8.52 ^{bc} ±0.09
0:1	9.10 ^{ab} ±0.31	8.92 ^{abc} ±0.15
1:3	8.46 ^{bc} ±0.07	8.49 ^{bc} ±0.26
3:1	8.76 ^{abc} ± 0.30	8.61 ^{bc} ±0.11
2:3	8.69 ^{bc} ±0.05	8.48 ^{bc} ±0.23
3:2	8.41 ^c ±0.29	8.44 ^c ±0.12
Kapsüllenmemiş Limon yağı	9.30 ^a ± 0.08	

Satırlar ve sütunlardaki farklı harfler ortalamaların $P<0.05$ düzeyinde farklı olduğunu gösterir.

Duncan Çoklu Karşılaştırma sonuçları incelendiğinde, kapsülleme sonrası *sabinene*+ β -*pinene*'in oranında, AZ:MD kombinasyonun 0:1 olduğu uygulama dışındaki kombinasyonlarda önemli derecede ($P<0.05$) azalma tespit edilmiştir (Çizelge

4.50). Ancak 20 günlük depolama sonrasında, mikrokapsüllerin *sabinene*+ β -*pinene* oranında önemli bir değişim olmamıştır.

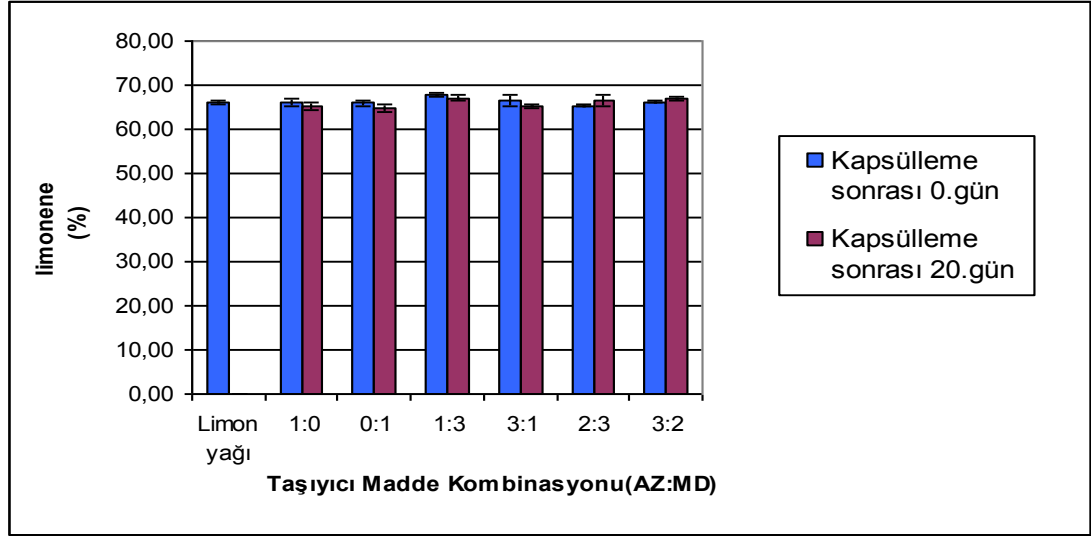


Şekil 4.21. Limon yağı ile üretilen mikrokapsüllerdeki *myrcene* oranının (%) taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi

Limon yağı ve bu yağ ile üretilen mikrokapsüllerde *myrcene* oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi Şekil 4.21’de verilmiştir. Tespit edilen *myrcene* değerlerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.51’de görülmektedir. Taşıyıcı maddenin ve depolamanın *myrcene* oranı üzerine önemli ($P>0.01$) düzeyde etkisinin olmadığı saptanmıştır (Çizelge 4.51).

Çizelge 4.51. Limon yağı mikrokapsüllerinde *myrcene* (%) değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	0.01384947	1.34
Hata	26	0.01034808	



Şekil 4.22. Taşıyıcı madde kombinasyonu ve depolamaya bağlı *limonene*(%) değişimi

Limon yağı ve bu yağ ile üretilen mikrokapsüllerde *limonene* oranının taşıyıcı madde kombinasyonuna ve depolamaya bağlı değişimi Şekil 4.22’de verilmiştir. Tespit edilen *limonene* değerlerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.52’de görülmektedir. Taşıyıcı maddenin ve depolamanın *myrecene* oranı üzerine önemli ölçüde ($P<0.01$) etkisinin olmadığı saptanmıştır (Çizelge 4.52).

Çizelge 4.52. Limon yağı mikrokapsüllerinde *limonene* değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	KO	F
Uygulama	12	2.18647863	1.27
Hata	26	1.71545385	

5. SONUÇ

Bu araştırma ile gıda endüstrisinde kullanım alanı olan ve yeterince değerlendirilmeyen uçucu özellikteki bergamut ve limon kabuk yağlarından farklı gıda formülasyonlarında kullanılabilen yeni bir ürün geliştirilmiştir. Turunçgil kabuk yağlarının sağlık üzerine faydalı etkileri olduğu bilinmektedir ancak gıdalarda doğrudan kullanımında güçlükler vardır ve bu yağlar depolamaya oldukça hassastır. Bu çalışmada bergamut (*Citrus bergamia*) ve limon (*Citrus limon Burm. cv. Kütdiken*) kabuğu uçucu yağları arap zankı ve maltodekstrinin farklı kombinasyonlarıyla kapsüllenmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin kalitesini belirlemeye yönelik bazı fiziksel ve kimyasal analizler gerçekleştirilmiştir.

Araştırma sonuçları, bergamut ve limon kabuk yağının kapsüllenmesinde farklı taşıyıcı madde kullanımının ürün verimi üzerine önemli düzeyde etkisi olduğunu göstermiştir. Maltodekstrin oranının artırılması ürün verimini artırmıştır. Ancak arap zankının tek başına kullanıldığı veya yüksek olduğu kombinasyonlarda aroma tutunumu daha fazla olmuştur. Bergamut ve limon kabuğu uçucu yağlarının mikrokapsülasyonunda genel olarak AZ:MD 1:3 veya 2:3 kombinasyonunun aroma tutunumu ve ürün verimi açısından tercih edilebilecek taşıyıcı madde kombinasyonları olduğu sonucuna varılmıştır.

Maltodekstrin ve arap zankı kullanımı sonucu mikrokapsüllerin parçacık boyutu, bulanıklık, yığın yoğunluğu değerleri önemli düzeyde değişmiştir. Aroma stabilitesinin belirlenmesine yönelik yapılan analizler sonucunda örneklerin uçucu yağ miktarlarının ve bileşiminin 20 gün süresince önemli ölçüde değişmediği görülmüştür.

Araştırma sonuçları, mevcut haliyle kullanımında güçlükler yaşanan turunçgil uçucu yağlarının, kullanımı kolay, ve katma değeri daha yüksek daha stabil toz formda ürünlere dönüştürülebileceğini göstermiştir. Bu ürünlerin, gıda sanayinde aroma artırıcı katkı maddesi olarak kullanım potansiyeli bulunmaktadır. Araştırma sonuçları ayrıca aroma maddelerinin mikrokapsülasyon işleminde ürün kalitesini arttırmak ve daha stabil

ürün elde etmek amacıyla farklı kapsülleyici ajanların kombine olarak kullanımının avantajlı olduğunu göstermiştir.

6. KAYNAKLAR

- AHMAD, M.M., REHMAN, S.U., IQBAL, Z., ANJUM, F.M. and SULTAN, J.,I. 2006. Genetic Variability To Essential Oil Composition In Four Citrus Fruit Species. *Pakistan Journal of Botany*, 38(2): 319-324.
- AKGÜN,C.,2006.Turunçgiller Sektör Profili <http://www.ito.org.tr/Dokuman/Sektor/1-97.pdf>.
- ANANDARAMAN, S. and REINECCIUS, G.A. 1986. Stability of encapsulated orange peel oil *Food Technology*, 40(11):88-93.
- ANONİM, 2008.<http://www.ambar.com.tr/sektorel/sektorelraporlar/3372.html>.
- ANONYMOUS, 2009a. <http://en.wikipedia.org/wiki/Maltodextrin>.
- ANONYMOUS,2009b.http://www.buchi.com/Mini_Spray_Dryer_B-290.179.0.html
Mini Spray Dryer B290.
- ANONYMOUS,2009c. <http://www.buchi.com/Spray-Drying.69.0.html>. Training Papers Spray Dryer.
- ANONYMOUS, 2010a. <http://faostat.fao.org/>.
- ANONYMOUS, 2010b. <http://www.essentialoils.co.za/essential-oils/bergamot.htm#Oilproperties>.
- ANONYMOUS,2010c.<http://www.essentialoils.co.za/essentialoils/lemon.htm#Oilproperties>.
- ANONYMOUS, 2010d. <http://en.wikipedia.org/wiki/Alpha-Pinene>.
- ANONYMOUS, 2010e. <http://en.wikipedia.org/wiki/Terpineol>.
- AVALTRONI, F., BOUQUERAND, P.E., NORMAND, V.2004. Maltodextrin molecular weight distribution influence on the glass transition temperature and viscosity in aqueous solutions. *Carbohydrate Polymers*,58:323-334.
- AZCAN,N. 1994. Bazı eucalyptus türlerinin yaprak uçucu yağlarının distilasyonu. Eskişehir Osmangazi Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı. Eskişehir, ss. 63.
- BAYRAK, A., 2006. Gıda Aromaları. *Gıda Teknolojisi Dergisi*, 32.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G.V., ORTEGA-RIVAS, E., JULIANO, P., and YAN, H.2005. Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality. Kluwer Academic/ Plenum Publishers, New York.

- BERISTAIN, C. I., GARCM, H. S. and VERNON-CARTER, E. J. 2001. Spray-dried Encapsulation of Cardamom (*Elettaria cardamomum*) Essential Oil with Mesquite (*Prosopis juliflora*) Gum. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie*, 34: 398-401.
- BERISTAIN, C. I., AZUARA, E., TAMAYO, T. and VERNON-CARTER, E.J.2003. Effect of caking and stickiness on the retention of spray-dried encapsulated orange peel oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83: 1613–1616.
- BERTOLINI, A.C., SIANI, A.C. and GROSSO, R.F. 2001. Stability of Monoterpenes Encapsulated in Gum Arabic by Spray-Drying. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 49:780-785.
- BHANDARI, B. R., DUMOULIN, E. D., RICHARD, H. M. J., NOLEAU, I. ve LEBERT, A. M., 1992. Flavor Encapsulation by Spray Drying: Application to Citral and Linalyl Acetate.*Journal of Food Science*, 57: 217–221.
- BOUISBA, N., VIAN, A.M., FERHAT, M.A., MEKLATI, B.Y. and CHEMAT, F. 2009. A new process for extraction of essential oil from Citrus peels: Microwave hydrodiffusion and gravity. *Journal of Food Engineering*, 90: 409-413.
- CAI, Y.Z. and CORKE, H. 2000. Production and Properties of Spray-dried Amaranthus Betacyanin Pigments, *Journal of Food Science*, 65: 1248–1252.
- CANO-CHAUCA, M., STRINGHETA, P.C., RAMOS, A.M. CAL-VIDAL, J. 2005. Effect of carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6: 420-428.
- CEMEROĞLU, B. 2004. Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi. Editör: Bekir Cemeroğlu. Kültür ve Turizm Bakanlığı. Ankara.
- CEYLAN, A. 1996. Tıbbi bitkiler –II. Ege Üniversitesi, Ziraat Fakültesi Tarla Bitkileri Bölümü Yayınları, Ders Kitabı, İzmir, 293 ss.
- COLLADO-FERNANDEZ, M., GONZALES-SANJOSE, M.L. and PINO-NAVARRO, R. 2000. Evaluation of turbidity: correlation between Kerstesz turbidimeter and nephelometric turbidimeter. *Food Chemistry*, 71: 563-566.
- COSCO, S.2006. Polymer Based Microparticles For Advanced Composite Materials Applications. Phd.Thesis, University of Naples ‘ Federico II’, 92 pp.
- DHARMAWAN, J., KASAPIS, S. and CURAN, P., 2008. Characterization of Volatile Compounds in Selected Citrus Fruits from Asia -Part II. Peel Oil.*The Journal of Essential Oil Research*, 20:21-24.

- DESORBY, S.A., NETTO, F.M. and LABUZA, T.P. 1997 Comparison of Spray-drying, Drum-drying and Freeze-drying for Beta Carotene Encapsulation and Preservation. *Journal of Food Science*, 62:1159–1162.
- DOKIC-BAUCAL, L., DOKIC, P. and JAKOVLJEVIC, J. 2004. Influence of Different Maltodextrins on Properties of O/W Emulsions. *Food Hydrocolloids*, 18:233-239.
- DÜZGÜNEŞ, O., KESİCİ, T., KAUNCU, O. ve GÜRBÜZ, F. 1987. Araştırma ve Deneme Metodları (İstatistik Metodlar - II). Ziraat Fakültesi Yayınları, Ankara.
- ELENI, M. , ANTONIOS M., KOLIOPOULOS G., ALEXIOS-LEANDROS S. and PROKOPIS M. 2009. High Quality Bergamot Oil from Greece: Chemical Analysis Using Chiral Gas Chromatography and Larvicidal Activity against the West Nile Virus Vector. *Molecules*, 14: 839-849.
- FERHAT, M.A., MEKLATI, B.Y., SAMADJA, J. CHEMAT, F. 2006. An improved microwave Clevenger apparatus for distillation of essential oils from orange peel oil. *Journal of Chromotography A*, 1112:121-126.
- FIGOLI, A., DONATO, L., CARNEVALE, R., TUNDIS, R., STATTI, G.A., MENICHINI, F. and DRIOLIA, E. 2006. Bergamot essential oil extraction by pervaporation. *Desalination*, 193(1-3):160–165.
- FINNEY, J., BUFFO, R. and REINECCIUS, G.A. 2002. Effects of Type of Atomization and Processing Temperatures on the Physical Properties and Stability of Spray-dried Flavors. *Journal of Food Science*, 67:1108-1114.
- FUCHS M., TURCHIULI C., BOHIN M., CUVELIER M.E., ORDONNAUD C., PEYRAT-MAILLARD, M.N. and DUMOULIN, E. 2006 Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration *Journal of Food Engineering*, 75: 27–35.
- GIANFRANCESCO A., TURCHIULI C., DUMOULIN E., PALZER S. 2009. Prediction of Powder Stickiness along Spray Drying Process in Relation to Agglomeration. *Particulate Science and Technology*, 27: 415–427.
- GOULA, A.M., KARAPANTIOS, T.D., ACHILIAS, D.S. and ADAMOPOULOS, K.G. 2008. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. *Journal of Food Engineering*. 85:73-83.
- HARDAS, N., DANVIRIYAKUL, S., FOLEY, J., NAWAR, W.W., CHINACHOTI, P. 2002. Effect of relative humidity on the oxidative and physical stability of encapsulated milk fat. *Journal of the American Oil Chemistry Society*, 79 (2):151-158.

- HECHT., J.P. and KING C.J.2000. Spray Drying: Influence of Developing Drop Morphology on Drying Rates and Retention of Volatile Substances 2.Modelling. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 39:1766-1734.
- HUYNH, V., CAFFIN, N., DYKES, G.A. and BHANDARI, B. 2008. Optimization of the Microencapsulation of Lemon Myrtle Oil Using Response Surface Methodology. *Drying Technology*, 26: 357–368.
- JAYA, S. and DAS, H. 2004. Effect of maltodekstrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powder properties. *Journal of Food Engineering*. 63: 125-134.
- JAFARI, S.M., ASSADPOOR, E., HE, Y. and BHANDARI, B. 2008. Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. *Drying Technology*, 26: 816-835.
- JIMENEZ, M., GARCIA, H.S, and BERISTAIN, C.I. 2004. Spray-drying Microencapsulation and Oxidative Stability of Conjugated Linoleic Acid, *European Food Research and Technology*, 219, 588-592.
- KAUSHIK, V. and ROOS, Y.H. 2007. Limonene Encapsulation in Freze-Drying of Gum Arabic –Sucrose-Gelatin Systems. *LWT Food Science and Technology*, 40:1381-1391.
- KARGEL, B.C.W. 2000. Effect of Polymeric Phase Transitions on The Controlled Release and Oxidative Stability of Flavour Model Systems Encapsulated in Tradational Carbonhydrate Carries, (PhD Thesis), Faculty of the Graduate School of the University of Minnesota.
- KUROZAWA, L. E.,PARK K.J. and HUBİNGER M.D. 2009. Effect of maltodextrin and gum arabic on water sorption and glass transition temperature of spray dried chicken meat hydrolysate protein. *Journal of Food Engineering*, 91:287–296.
- KUTLULAR Ö. 2007. Bazı adaçayı ve kekik türlerinin uçucu yağlarının süper ısıtılmış su ile ekstraksiyonları ve GC-MS ile karakterizasyonları. Yüksek Lisans Tezi. Pamukkale Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Kimya Anabilim Dalı. Denizli, ss.83.
- MADENE, A., JACQUOT, M., SCHER, J. and DESOBRY, S. 2006. Flavour Encapsulation and Controlled Release – a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 41:1–21.
- MCNAMEE, B. F., O’RIORDAN, E. D. and O’SULLIVAN, M. 1998. Emulsification and Microencapsulation properties of gum Arabic. *Journal of Agricultural Food Chemistry* , 46: 4551–4555.

- MCNAME, B.F., O'RIORDAN, E.D. and O'SULLIVAN, M. 2001. Effect of Partial Replacement of Gum Arabic with Carbohydrates on Its Microencapsulation Properties. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 49: 3385-3388.
- MORRONE, L. A., ROMBOLÀ, L., PELLE, C., CORASANITI, M.T., ZAPPETTINI S., PAUDICE P., BONANNO G. and BAGETTA G. 2007. The essential oil of bergamot enhances the levels of amino acid neurotransmitters in the hippocampus of rat: Implication of monoterpene hydrocarbons. *Pharmacological Research*, 55: 255-262.
- MOUFIDA, S. and MARZOUK, B. 2003. Biochemical characterization of blood orange, sweet orange, lemon, bergamot and bitter orange. *Phytochemistry*, 62:1283-1289.
- OLIVEIRA M.A., GERALDO, A.M., FIGUEIREDO, R.W., SOUZA A.C.R, BRITO, E.S., and AZEREDO, H.M.C. 2009. Addition of cashew tree gum to maltodextrin-based carriers for spray drying of cashew apple juice. *International Journal of Food Science and Technology*, 44: 641-645.
- PADDUKA, I., BHANDARI, B. and D'ARCY, B. 2000. Evaluation of Various Extraction Methods of Encapsulated Oil from *b*-Cyclodextrin-Lemon Oil Complex Powder. *Journal of Food Composition and Analyses*, 13:59-70.
- PERNICE, R., BORRIELLO, G., FERRACANE, R., BORRELLI, R. C., CENNAMO, F. and RITIENI, A. 2009. Bergamot: A Source of Natural Antioxidants for Functionalized Fruit Juices. *Food Chemistry*, 112: 545-550.
- RE, M.I. 1998. Microencapsulation by Spray Drying. *Drying Technology*, 16:1195-1236.
- RE', M. I. and LIU, Y. J., 1996, Microencapsulation by Spray Drying: Influence of Wall System on the Retention of the Volatile Compounds. *10th International Drying Symposium*, Krakow. Vol. A, pp. 541-549.
- REINECCIUS, G.A. and COULTER, S.T. 1969. Flavor retention during drying. *Journal of Dairy Science*, 52 (8):1219-23.
- REINECCIUS, G.A. 1989. Flavour Encapsulation. *Food Reviews International*. 5:147-176.
- REINECCIUS G.A. 2004. The Spray Drying of Food Flavors, *Drying Technology* 22(6):1289-1324.
- RODRIGUEZ-HUEZO, M.E., PEDROZA-ISLAS, R., PRADO-BARRAGAN, L.A., BERISTAIN, C.I., and VERNON-CARTER, E.J. 2004. Microencapsulation by Spray Drying of Multiple Emulsions Containing Carotenoids. *Journal of Food Science*, 69:E351-E359.

- ROOS, Y. and KAREL, M. 1991. Water and molecular weight effects on glass transitions in amorphous carbonhydrates and carbohydrate solutions. *Journal of Food Science*, 56:1676-1681.
- RUBERTO, G. 2002. Analyses of Volatile Components of Citrus Essential Oils. IN: Jackson J.F. and Linkens H.F.(Editors), Analyses of Taste and Aroma ,Springer
- RULKENS, W. H. and THIJSEN, H. A. C. 1972. The retention of organic volatiles in spray-drying aqueous carbohydrate solutions. *Journal Food Technology*, 7: 95-105.
- SAWAMURA, M., THI MINH TU, N., YU, X. and YU, B. 2005. Volatile Constituents of the Peel Oils of Several Sweet Oranges in China. *Journal of essential oil research*, 17(1): 2-6.
- SAWAMURA, M, ONISHI, Y., IKEMOTO, J., THI MINH TU, N. and THI LAN PHI, N. 2006. Characteristic odour components of bergamot (*Citrus bergamia* Risso) essential oil. *Flavor and Fragrance Journal*, 21: 609-615.
- SHUE, T.Y. ve ROSENBERG, M. 1995. Microencapsulation by Spray Drying Ethyl Caprylate in Whey Protein and Carbohydrate Wall Systems. *Journal of Food Science*, 60: 98–103.
- SOOTTITANTAWAT, A., YOSHII H., FURUTA T, OHKAWARA M. and LINKO P. 2003. Microencapsulation by Spray Drying: Influence of Emulsion Size on the Retention of Volatile Compounds. *Journal of Food Science*, 68(7) :2256-2262.
- SOOTTITANTAWAT,A., BIGEARD,F., YOSHII,H., FURUTA,T., OHKAWARA,M., LINKO,P. 2005. Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated d-limonene by spray drying. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*,6: 107– 114.
- SOUSA SAMPAIO DE A.R., RAEISSI S.,AGUIAR-RICARDO A., DUARTE C.M.M. and PETERS, C.J. 2004 High pressure phase behavior of the system ethane + orange peel oil . *Journal of Supercritical Fluids*, 29:59–67.
- STATTIA, G.A., CONFORTIA,F. SACCHETTIB, G., MUZZOLIB, M., AGRIMONTIC, C. and MENICHINIA F. 2004. Chemical and biological diversity of Bergamot (*Citrus bergamia*) in relation to environmental factors. *Fitoterapia*, 75: 212-216.
- ŞAHİN, H. 2009. Dağ Çayından (*Sideritis stricta*) Çözünür Bitki Çayı Üretim Olanıklarının Araştırılması.Doktora Tezi. Akdeniz Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı. Antalya, ss. 155.

- TAJCHAKAVIT, S.,BOYE, J.I. and COUTURE, R. 2001. Effect of processing on post bottling haze formation in apple juice.*Food Reseach International*, 34: 415-424.
- TURCHIULI,C., FUCHS,M., BOHIN,M., CUVELIER, M.E.,ORDONNAUD C.,PEYRAT-MAILLARD M.N. and DUMOULIN E., 2005 Oil Encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6:29-35.
- VEKIARI,S.A.,PROTOPAPADAKIS,E.E.,PAPADOPOULOU,P.,PAPANICOLAOU D., PANOU,C. and VAMVAKIAS, M. 2002. Composition and Seasonal Variation of the Essential Oil from Leaves and Peel of a Cretan Lemon Variety. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 147-153.
- VERZERA, A., TROZZI, A.,GAZEA, F.,CICCIARELLO and G.,COTRONEO, A. 2003.Effects of Rootstock on the Composition of Bergamot (*Citrus bergamia* Risso et Poiteau) Essential Oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51: 206-210.
- VERZERA, A.,TROZZI, A., DUGO, G., DI BELLA, G. and COTRONEO, A.2004 .Biological lemon and sweet orange essential oil composition. *Flavour and Fragrance Journal* , 19: 544–548.
- VIKRAM, S., SHABDE, V.S. and HOO, K.A. 2008. Optimum Controller Design for a Spray Drying Process. *Control Engineering Practice*, 16: 541-552.
- ZELLER, B.L., SALEEB,F.Z. and LUDESCHER, R.D. 1999. Trends in development of porous carbohydrate food ingredients for use in flavor encapsulation. *Trends in Food Science and Technology*, 9:389-394.

ÖZGEÇMİŐ

Kübra Sultan ÖZDEMİR 1985 yılında Trabzon'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Antalya'da tamamladı. 2003 yılında girdiđi Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliđi Bölümü'nden 2007 yılında Gıda Mühendisi ünvanı ile mezun oldu. Şubat 2008'de Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliđi Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans eğitime başladı. Şubat 2009'da aynı kurumda Araştırma Görevlisi kadrosuna atandı. Halen aynı kurumda görevine devam etmektedir.