



**T.C.**

**ORDU ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ÇÖVEN EKSTRAKTININ KURUTULMASI VE  
DONDURMADA EMÜLGATÖR OLARAK  
KULLANILMASININ ARAŞTIRILMASI**

**AYŞE KOCACIK**

**DOKTORA TEZİ**

**GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ORDU 2021**

## TEZ BİLDİRİMİ

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan ve kullanılan intihal tespit programının sonuçlarına göre; bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdiği yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

**AYŞE KOCACIK**

**Bu çalışma Ordu Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğünün BD-1703 numaralı projesi ile desteklenmiştir.**

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

## ÖZET

### ÇÖVEN EKSTRAKTININ KURUTULMASI VE DONDURMADA EMÜLGATÖR OLARAK KULLANILMASININ ARAŞTIRILMASI

AYŞE KOCACIK

ORDU ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ, 143 SAYFA

(TEZ DANIŞMANI: Prof. Dr. Zekai TARAKÇI)

(İKİNCİ TEZ DANIŞMANI: Prof. Dr. Hasan TEMİZ)

Çöven (*Gypsophila arrostii*), yüzey aktif özelliklerinden dolayı sulu çözeltilerde kararlı ve sabun benzeri köpük oluşturan saponin maddesini yüksek miktarda içermektedir. Bu çalışmanın amacı, farklı kurutma yöntemlerinin saponin bazlı çöven ekstraktının fizikokimyasal ve arayüzey özellikleri üzerindeki etkisini belirlemek ve çöven ekstraktı tozunu dondurmada emülgatör olarak kullanabilme imkanını araştırmaktır. İlk olarak, çöven köklerinden su ile kaynatılarak üretilen çöven ekstraktı farklı kurutma yöntemleri (dondurarak kurutma, vakum etüv, püskürtmeli kurutma) kullanılarak toz forma dönüştürülmüştür. Uygulanan kurutma yöntemleri, tozların su aktivitesi, nem içeriği, yığın yoğunluğu, renk, suda çözünürlük, partikül boyut dağılımı, zeta potansiyel ve FESEM morfolojileri gibi bazı fizikokimyasal özellikleri üzerinde etkili olmuştur. FTIR spektrumları ve X-ışını difraktomları ise farklı kurutma yöntemlerinin çöven tozlarının kimyasal yapılarında herhangi bir değişikliğe yol açmadığını göstermiştir. Çöven tozlarının sulu çözeltileri, yüksek köpük kapasitesi ve stabilitesi göstermiştir. Çöven tozlarından %0.75 konsantrasyonla hazırlanan emülsiyonlar, emülsiyon oluşturma aktivitesi ve stabilitesi, kremalaşma indeksi gibi bazı emülsiyon özellikleri bakımından pH 6'da optimum performans göstermiştir. Ayrıca emülsiyonlar, nispeten yüksek negatif yüzey potansiyeline ( $\zeta = -49.76$  mV) sahip bulunmuştur. Ancak, floresan mikroskop görüntüleri, emülsiyonların pH 2-3'te koalesansa karşı stabil olmadıklarını göstermiştir. İkinci olarak, emülgatör olarak mono-digliserit yerine farklı düzeylerde çöven tozu kullanılarak dondurma örnekleri üretilmiştir. Dondurma mikslerinin çöven tozu konsantrasyonu arttıkça, reolojik özelliklerinden görünür viskozite ve kıvam katsayısı değeri artarken, akış davranış indeksi değeri azalma meydana gelmiştir. Çöven tozu kullanımının dondurmaların mikroyapısı üzerindeki etkileri ise SEM ile araştırılmıştır. Çöven tozunun yüksek konsantrasyonlarda ilave edildiği dondurmalarda genellikle buz kristallerinin boyutu ve bulunma sıklığı azalmıştır. Çöven tozunun dondurmada mono-digliserit yerine kullanılması, örneklerin erime, donma ve camsı geçiş gibi termal özellikleri üzerinde istatistiksel olarak bir farklılık oluşturmamıştır ( $p > 0.05$ ). Son olarak, dondurmalar 2 ay boyunca  $-22^{\circ}\text{C}$ 'de depolanmış ve depolama süresi ve çöven konsantrasyonunun dondurmanın bazı fizikokimyasal ve duyusal özellikleri üzerine etkileri periyodik olarak analiz edilmiştir. Sonuç olarak, çöven ekstraktı tozunun dondurmada doğal bir emülgatör kaynağı olarak başarıyla kullanılabileceği belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Çöven tozu, Dondurma, Emülgatör, *Gypsophila arrostii*, Kurutma yöntemleri, Saponin.

## ABSTRACT

### INVESTIGATION OF DRYING OF SOAPWORT EXTRACT AND ITS UTILIZATION AS AN EMULSIFIER IN ICE CREAM

AYŞE KOCACIK

ORDU UNIVERSITY INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED  
SCIENCES

DEPARTMENT OF FOOD ENGINEERING

PHD THESIS, 143 PAGES

(SUPERVISOR: Prof. Dr. Zekai TARAKÇI)

(CO-SUPERVISOR: Prof. Dr. Hasan TEMİZ)

Soapwort (*Gypsophila arrostii*) contains saponin, which creates a stable soap-like foam in its aqueous solutions owing to its surface-active properties, in high amounts. The objective of this study is to determine the effect of different drying methods on the physicochemical and interfacial properties of saponin-based soapwort extract and to investigate the potential of soapwort extract powder utilization as an emulsifier in ice cream. Firstly, the soapwort extract, produced by boiling the soapwort roots with water, was converted into powder form using different drying methods (freeze-drying, vacuum oven, spray drying). The applied drying methods were effective on some physicochemical properties of the powders such as water activity, moisture content, bulk density, color, water-solubility, particle size distribution, zeta potential, and FESEM morphologies. FTIR spectra and X-ray diffractograms showed that different drying methods did not lead to any changes in the chemical structures of soapwort powders. The aqueous solutions of soapwort powders exhibited high foam capacity and stability. The emulsions prepared with 0.75% concentration from the soapwort powder presented an optimum performance at pH 6 in terms of emulsifying properties such as emulsifying activity, emulsifying stability, and creaming index. Furthermore, these emulsions were found to have a relatively high negative surface potential ( $\zeta = -49.76$  mV). However, fluorescent microscope images showed that the emulsions were not stable against coalescence at pH 2-3. Secondly, ice cream samples were produced using different levels of soapwort powder instead of mono-diglyceride, the emulsifier. The increase of soapwort powder concentration in the ice cream mixes affected the rheological properties; the apparent viscosity and consistency coefficient value increased, while the flow behavior index value decreased. The effects of using of soapwort powder on the microstructure of ice creams were investigated by SEM. The size and frequency of ice crystals generally decreased in ice creams to which soapwort powder was added at high concentrations. The utilization of soapwort powder, as a replacer of mono-diglyceride, in ice cream samples did not affect the thermal characteristics such as melting, freezing, and glass transition significantly ( $p > 0.05$ ). Finally, the ice creams were stored at  $-22^{\circ}\text{C}$  for 2 months and the effects of storage time and soapwort powder concentration on some physicochemical and sensory properties of the ice cream were analyzed periodically. As a conclusion, it was determined that soapwort powder can be used successfully as a natural emulsifier source in ice cream.

**Keywords:** Drying methods, Emulsifier, *Gypsophila arrostii*, Ice cream, Saponin, Soapwort powder.

## TEŞEKKÜR

Öncelikle, gerekli şartları yaratarak bana bu çalışmayı gerçekleştirebilme imkanını veren Rabbim'e sonsuz şükürler olsun.

Doktora tez danışmanlığımı üstlenerek, mevcut çalışmanın gerçekleştirilmesine olan inanç ve hoşgörüsünün yanısıra tüm emek ve katkılarından dolayı danışman hocam Sayın Prof. Dr. Zekai TARAKÇI'ya ve emek ve katkılarını cömertçe sunan Tez İzleme Komitesi üyesi hocalarım Sayın Prof. Dr. Hüseyin GENÇCELEP ve Sayın Doç. Dr. Atilla ŞİMŞEK'e,

BD-1703 VE HD-1702 kodlu projelerle çalışmayı mali olarak destekleyen Ordu Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi ve personeline, gerektiğinde yardımlarını esirgemeyen Ordu Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü akademik personeline,

Varlıkları hayatıma zenginlik katan, duaları, teşvikleri ve yardımlarıyla tez çalışmamı tamamlamamda önemli katkıları olan canım annem ve babam, değerli kardeşlerim ve canyoldaşım eşime,

Tez çalışmasının yoğun temposunda değerli varlıkları ve saf sevgileriyle ruhuma ayrı bir teneffüs ve sevinç kaynağı olan canım kızım Zehra Nur ve canım oğlum Mehmet Eymen'e en kalbi duygularıyla teşekkür ederim.

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
<b>TEZ BİLDİRİMİ</b> .....	I
<b>ÖZET</b> .....	II
<b>ABSTRACT</b> .....	III
<b>TEŞEKKÜR</b> .....	IV
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	V
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	VIII
<b>ÇİZELGE LİSTESİ</b> .....	X
<b>SİMGELER ve KISALTMALAR LİSTESİ</b> .....	XI
<b>EKLER LİSTESİ</b> .....	XII
<b>1. GİRİŞ</b> .....	1
1.1 Çöven Bitkisi.....	1
1.2 Saponinler .....	3
1.2.1 Saponinin Yapısı ve Özellikleri .....	3
1.2.2 Saponin Kaynakları.....	6
1.2.3 Saponinlerin Ticari Uygulamaları.....	6
1.2.4 Saponinlerin Biyolojik Aktivitesi .....	7
1.2.5 Saponinin Yapısı ve Özellikleri Üzerine Prosesin Etkisi.....	10
1.2.6 Saponin Analiz Yöntemleri.....	10
1.3 Kurutma Yöntemleri .....	12
1.4 Emülsiyonlar .....	16
1.5 Dondurma.....	20
<b>2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR</b> .....	24
2.1 Saponin Kaynaklarının Emülsiyon Oluşturmada Kullanımı.....	24
2.2 Çöven Ekstraktının Gıda Üretiminde Kullanımı.....	30
<b>3. MATERYAL ve YÖNTEM</b> .....	34
3.1 Materyal .....	34
3.2 Yöntem.....	34
3.2.1 Çöven Kökünden Ekstrakt Eldesi .....	35
3.2.2 Çöven Ekstraktından Çöven Tozu Eldesi .....	36
3.2.2.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi .....	36
3.2.2.2 Dondurarak Kurutma Yöntemi .....	37
3.2.2.3 Vakum Etüv ile Kurutma Yöntemi .....	38
3.2.3 Çöven Tozunda Yapılan Analizler.....	39
3.2.3.1 Fizikokimyasal Analizler .....	39
3.2.3.2 Çözünürlük Analizi .....	39
3.2.3.3 X- Işını Kırınımı (XRD) Analizi.....	39
3.2.3.4 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi .....	39
3.2.3.5 Zeta Potansiyeli ve Partikül Boyutu Analizi.....	40
3.2.3.6 Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Görüntüleme ....	40
3.2.3.7. Toplam Saponin Analizi .....	40
3.2.3.7.1 Çöven ekstraktı saflaştırma .....	40
3.2.3.7.2 Spektrofotometrik Yöntem ile Analiz.....	41
3.2.3.8 Köpürme Analizleri.....	42
3.2.3.9 Emülsiyon Analizleri .....	42
3.2.3.9.1 Zeta Potansiyeli ve Damlacık Boyutu Analizi .....	43

3.2.3.9.2 Emülsiyon Aktivite İndeksi.....	43
3.2.3.9.3 Emülsiyon Stabilite İndeksi .....	43
3.2.3.9.4 Kremalaşma İndeksi.....	44
3.2.3.9.5 Floresan Mikroskobu ile Görüntüleme .....	44
3.2.3.10 TOPSIS Yöntemi ile Optimum Arayüzey Özelliklerinin Belirlenmesi .....	44
3.2.4 Dondurma Üretimi ve Analizleri .....	46
3.2.4.1 Dondurma Mikslerinin Reolojik Analizi .....	47
3.2.4.2 Dondurma Analizleri.....	48
3.2.4.2.1 Kuru madde Miktarı.....	48
3.2.4.2.2 Yağ Miktarı .....	48
3.2.4.2.3 Protein Miktarı .....	48
3.2.4.2.4 Kül Miktarı.....	49
3.2.4.2.5 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümleri.....	49
3.2.4.2.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Görüntüleme .....	50
3.2.4.3 Dondurmalarda Depolama Süresince Yapılan Analizler .....	50
3.2.4.3.1 pH Değeri Analizi .....	50
3.2.4.3.2 Titrasyon Asitliği Analizi.....	50
3.2.4.3.3 Renk Analizi.....	50
3.2.4.3.4 Hacim Artış (overrun) İndeksi Analizi .....	51
3.2.4.3.5 İlk damlama ve Tamamen Erime Süresi .....	51
3.2.4.3.6 Duyusal Analiz.....	51
3.2.5 İstatistiksel Analiz.....	52
<b>4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....</b>	<b>53</b>
4.1 Farklı Yöntemle Kurutulmuş Çöven Tozlarının Özelliklerinin Belirlenmesi .....	53
4.1.1 Fizikokimyasal Özellikleri .....	54
4.1.2 Çözünürlük Analizi .....	57
4.1.3 XRD Analizi .....	59
4.1.4 FTIR Analizi .....	59
4.1.5 FESEM Görüntüleri .....	62
4.1.6 Partikül Boyutu ve Dağılımı .....	65
4.1.7 Zeta Potansiyel Analizi .....	66
4.1.8 Toplam Saponin Miktarları .....	68
4.1.9 Köpük Kapasitesi ve Stabilitesi Analizleri .....	70
4.1.10 Emülsiyon Özellikleri .....	73
4.1.10.1 Emülsiyon Damlacık Boyutu ve Dağılımı .....	73
4.1.10.2 Emülsiyonların Zeta potansiyeli .....	76
4.1.10.3 Emülsiyon Aktivite İndeksi.....	79
4.1.10.4 Emülsiyon Stabilite İndeksi .....	81
4.1.10.5 Emülsiyon Kremalaşma İndeksi .....	82
4.1.10.6 Floresan Mikroskop Görüntüleri.....	84
4.1.11 TOPSIS'le Optimum Kurutma Yöntemi ve Çalışma pH'sının Analizi .....	87
4.2 Dondurma.....	88
4.2.1 Dondurma Miksi Reolojik Özellikleri .....	88
4.2.2 Dondurma Örneklerinin Kimyasal Kompozisyonu .....	92
4.2.3 Dondurma Örneklerinin DSC Analizi.....	93
4.2.4 Dondurma Örneklerinin SEM Görüntüleri .....	98
4.2.5 Dondurma Örneklerinin Depolama Analiz Sonuçları.....	104
4.2.5.1 Renk Analizi.....	104

4.2.5.1.1 L* Renk Deęeri.....	104
4.2.5.1.2 a* Renk Deęeri.....	105
4.2.5.1.3 b* Renk Deęeri .....	107
4.2.5.2 pH Analizi .....	108
4.2.5.3 Titrasyon Asitlięi Analizi.....	109
4.2.5.4 İlk damlama ve Tamamen erime süresi Analizi.....	110
4.2.5.5 Hacim Artışı Analizi .....	115
4.2.5.6 Dondurma Örneklerinin Duyusal Analizi .....	118
4.2.5.6.1 Renk ve Görünüş.....	118
4.2.5.6.2 Yapı ve Kıvam .....	119
4.2.5.6.3 Tat ve Koku.....	121
4.2.5.6.4 Genel Beęeni.....	123
<b>5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....</b>	<b>126</b>
<b>6. KAYNAKLAR .....</b>	<b>130</b>
EKLER.....	141
ÖZGEÇMİŞ.....	143



## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa

Şekil 1.1 Saponin ekstraktının köpük oluşturma.....	3
Şekil 1.2 <i>Gypsophila</i> saponinlerinin genel yapısı.....	4
Şekil 1.3 Monodesmozidik ve bidesmozidik saponinlerin yapısı.....	5
Şekil 1.4 Emülsiyonlarda gelişebilen destabilizasyon mekanizmaları .....	18
Şekil 1.5 Yüzey aktif maddenin emülsiyon oluşturma ve stabilize etme mekanizması .....	19
Şekil 3.1 Çalışmanın İş Akış Şeması .....	35
Şekil 3.2 Çalışmada kullanılan çöven kökleri ve öğütülmüş hali.....	35
Şekil 3.3 Çöven ekstraktının püskürtmeli kurutucu ile toza dönüştürülmesi.....	37
Şekil 3.4 Çöven ekstraktının liyofilizatör ile toza dönüştürülmesi.....	38
Şekil 3.5 Çöven ekstraktının vakum etüv ile toza dönüştürülmesi.....	38
Şekil 3.6 Çöven ekstraktının saflaştırılması .....	41
Şekil 3.7 <i>Quillaja saponaria</i> L. saponine ait kalibrasyon grafiği.....	42
Şekil 3.8 Dondurma üretimi iş akış şeması.....	47
Şekil 3.9 Duyusal analiz için hazırlanan dondurma örnekleri .....	51
Şekil 4.1 Çöven ekstraktının etüv kurutma denemesi ve farklı yöntemlerle kurutulmuş toz formları.....	53
Şekil 4.2 Çöven tozlarının çözünürlükleri üzerine sıcaklığın etkisi. ....	58
Şekil 4.3 Çöven tozlarına ait XRD desenleri .....	59
Şekil 4.4 Çöven tozlarına ait FTIR spektralleri .....	60
Şekil 4.5 Dondurarak kurutulmuş çöven tozlarının partikül yapısının FESEM görüntüleri .....	64
Şekil 4.6 Vakum etüv yöntemi ile kurutulan çöven tozlarının partikül yapısının FESEM görüntüleri .....	64
Şekil 4.7 Püskürtmeli kurutucu ile kurutulan çöven tozlarının partikül yapısının FESEM görüntüleri .....	64
Şekil 4.8 Çöven Tozlarının partikül boyutu dağılımı .....	65
Şekil 4.9 Vanilin-sülfirik asit yöntemi ile toplam saponin tayini .....	68
Şekil 4.10 a) 2 mg/ ml QS standardı ve b) çöven ekstraktının UV-Vis spektrumu....	69
Şekil 4.11 Farklı Kurutma Yöntemleri ile elde edilen çöven tozlarının köpük kapasitesi özellikleri.....	70
Şekil 4.12 Farklı kurutma yöntemleriyle elde edilen çöven tozlarının köpük stabilitesi özellikleri.....	71
Şekil 4.13 Emülsiyonların damlacık boyutu dağılımı .....	75
Şekil 4.14 Dondurarak kurutulmuş çöven tozları ile elde edilen emülsiyonların zeta potansiyelleri .....	78
Şekil 4.15 Vakum etüv kurutulmuş çöven tozları ile elde edilen emülsiyonların zeta potansiyelleri .....	78
Şekil 4.16 Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozları ile elde edilen emülsiyonların zeta potansiyelleri .....	79
Şekil 4.17 QS ile hazırlanan emülsiyonların zeta potansiyelleri .....	79
Şekil 4.18 Mono-digliserit ile hazırlanan emülsiyonların zeta potansiyelleri .....	79
Şekil 4.19 Çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki emülsiyon aktivite indeksi değerleri .....	80

<b>Şekil 4.20</b>	Çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki emülsiyon stabilite indeksi değerleri.....	81
<b>Şekil 4.21</b>	Çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların görüntüleri.....	82
<b>Şekil 4.22</b>	Çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların kremalaşma indeksi.....	83
<b>Şekil 4.23</b>	Dondurarak kurutulmuş çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki floresan mikroskop görüntüleri .....	84
<b>Şekil 4.24</b>	Vakum etüv ile kurutulmuş çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki floresan mikroskop görüntüleri .....	85
<b>Şekil 4.25</b>	Püskürtmeli kurutma tekniği ile kurutulmuş çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki floresan mikroskop görüntüleri	86
<b>Şekil 4.26</b>	Dondurma miksellerinin reolojik akış davranış özellikleri .....	91
<b>Şekil 4.27</b>	Dondurma örneklerine ait DSC termogramı.....	96
<b>Şekil 4.28</b>	K kodlu %100 mono-digliserit içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	99
<b>Şekil 4.29</b>	D1 kodlu %90 mono-digliserit ve %10 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	99
<b>Şekil 4.30</b>	D2 kodlu %80 mono-digliserit ve %20 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	99
<b>Şekil 4.31</b>	D3 kodlu %70 mono-digliserit ve %30 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	100
<b>Şekil 4.32</b>	D4 kodlu %60 mono-digliserit ve %40 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	100
<b>Şekil 4.33</b>	D5 kodlu %50 mono-digliserit ve %50 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	100
<b>Şekil 4.34</b>	D6 kodlu %40 mono-digliserit ve %60 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	101
<b>Şekil 4.35</b>	D7 kodlu %30 mono-digliserit ve %70 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	101
<b>Şekil 4.36</b>	D8 kodlu %20 mono-digliserit ve %80 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	101
<b>Şekil 4.37</b>	D9 kodlu %10 mono-digliserit ve %90 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	102
<b>Şekil 4.38</b>	D10 kodlu %100 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri .....	102
<b>Şekil 4.39</b>	Dondurma örneklerinin L* renk değeri .....	105
<b>Şekil 4.40</b>	Dondurma örneklerinin a* renk değeri.....	106
<b>Şekil 4.41</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde b* renk değeri.....	108
<b>Şekil 4.42</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde pH değerleri.....	109
<b>Şekil 4.43</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde titrasyon asitliği değerleri	110
<b>Şekil 4.44</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde ilk damlama süreleri .....	113
<b>Şekil 4.45</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tamamen erime süreleri ...	114
<b>Şekil 4.46</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde hacim artışı .....	117
<b>Şekil 4.47</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde renk ve görünüş puanları .	119
<b>Şekil 4.48</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde yapı ve kıvam puanları ....	120
<b>Şekil 4.49</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tat ve koku puanları .....	122
<b>Şekil 4.50</b>	Dondurma örneklerinin depolama sürecinde genel beğeni puanları .....	124

## ÇİZELGE LİSTESİ

### Sayfa

Çizelge 3.1 Dondurma emülgatör formülasyonu .....	46
Çizelge 4.1 Farklı kurutma yöntemleri ile elde edilen çöven tozlarının bazı fiziko kimyasal özellikleri .....	54
Çizelge 4.2 Çöven tozlarının partikül boyutu .....	65
Çizelge 4.3 Farklı yöntemle elde edilen çöven tozlarının zeta potansiyel değerleri .	67
Çizelge 4.4 Farklı Kurutma yöntemleriyle elde edilen çöven tozlarının toplam saponin miktarı .....	70
Çizelge 4.5 Emülgatör tipine bağlı olarak hazırlanan emülsiyonların damlacık boyutu .....	74
Çizelge 4.6 Emülsiyonların zeta potansiyelleri .....	76
Çizelge 4.7 Çok Kriterli Karar Verme (TOPSİS) sonuçları .....	87
Çizelge 4.8 Dondurma miksine ait bazı reolojik veriler .....	90
Çizelge 4.9 Dondurma örneklerinin kimyasal kompozisyonu.....	92
Çizelge 4.10 Dondurma örneklerinin erime sıcaklığı DSC verileri.....	93
Çizelge 4.11 Dondurma örneklerinin donma termal özellikleri .....	95
Çizelge 4.12 Dondurma örneklerinin camısı geçiş (Tg) verileri .....	96
Çizelge 4.13 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde L* renk değerleri .....	104
Çizelge 4.14 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde a* renk değerleri.....	106
Çizelge 4.15 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde b* renk değerleri .....	107
Çizelge 4.16 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde pH değerleri.....	108
Çizelge 4.17 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde titrasyon asitliği değeri	110
Çizelge 4.18 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde ilk damlama süreleri ...	111
Çizelge 4.19 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tamamen erime süreleri (s) .....	113
Çizelge 4.20 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde hacim artışı değerleri ...	115
Çizelge 4.21 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde renk ve görünüş puanları .....	118
Çizelge 4.22 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde yapı ve kıvam puanları	119
Çizelge 4.23 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tat ve koku puanları.....	122
Çizelge 4.24 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde genel beğeni puanları ..	123

## SİMGELER ve KISALTMALAR LİSTESİ

---

<b>a<sub>w</sub></b>	: Su aktivitesi
<b>Mm</b>	: Mikrometre
<b>Nm</b>	: Nanometre
<b>µL</b>	: Mikrolitre
<b>µM</b>	: Mikromolar
<b>°C</b>	: Santigrat derece
<b>Cm</b>	: Santimetre
<b>Dk</b>	: Dakika
<b>G</b>	: Gram
<b>Mg</b>	: Miligram
<b>mV</b>	: Milivolt
<b>Pa</b>	: Paskal
<b>pH</b>	: Asitlik va bazlık derecesini gösteren ölçüt
<b>R<sup>2</sup></b>	: Determinasyon Katsayısı
<b>Rpm</b>	: Dakikadaki devir sayısı
<b>ANOVA</b>	: Varyans analizi
<b>ADI</b>	: Kabul edilebilir günlük alım miktarı
<b>DSC</b>	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
<b>EAI</b>	: Emülsiyon aktivite indeksi
<b>ESI</b>	: Emülsiyon stabilite indeksi
<b>FAO</b>	: Gıda ve Tarım Örgütü
<b>FDA</b>	: Amerikan Gıda ve İlaç Dairesi
<b>FTIR</b>	: Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
<b>FESEM</b>	: Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskopu
<b>GRAS</b>	: Genel olarak güvenilir ve zararsız kabul edilen
<b>HPLC</b>	: Yüksek Basınçlı Sıvı Kromatografisi
<b>HCL</b>	: Hidroklorikasit
<b>LC-MS</b>	: Sıvı kromatografisi-Kütle spektrometresi
<b>NaOH</b>	: Sodyum Hidroksit
<b>NaCl</b>	: Sodyum klorür
<b>QS</b>	: Quillaja Saponin
<b>Quil A</b>	: Saponin bazlı adjuvant
<b>SDS</b>	: Sodyum Dodesil Sülfat
<b>SEM</b>	: Taramalı elektron mikroskobu
<b>SPSS</b>	: Sosyal Bilimler için İstatistik paket programı
<b>TSE</b>	: Türk Standartları Enstitüsü
<b>TGA</b>	: Termogravimetrik analiz
<b>TLC</b>	: İnce tabaka kromatografisi
<b>TOPSIS</b>	: Çok kriterli karar verme tekniği
<b>UV</b>	: Ultraviyole
<b>WHO</b>	: Dünya Sağlık Örgütü
<b>XRD</b>	: X ışını kırınım Difraktometresi

---

## EKLER LİSTESİ

### Sayfa

<b>EK 1:</b> Dondurma örneklerinin duyusal analiz değerlendirmelerinde uygulanan puan cetveli.....	142
--	-----

## 1. GİRİŞ

Günümüzde, doğal ve bitki kaynaklı katkı maddelerini içeren gıda ürünlerini tüketmeye yönelik bilinç ve talep giderek artmaktadır. Bu durum sentetik katkı maddelerinin yerine biyoaktif özelliklere sahip, geri dönüşümlü, çevreye uyumlu, ucuz ve insan sağlığı için tehlikeli olmayan doğal yüzey aktif maddelerin kullanılmasına yönelik araştırmalara ivme kazandırmıştır (Pradhan ve Bhattacharyya, 2017; Gundewadi ve ark., 2018). Bitkiler doğal yüzey aktif maddelerin önemli kaynakları arasındadır. Özellikle bitkilerde sentezlenen sekonder bileşiklerden olan saponinler, yüzey aktif özelliğe sahip glikozit yapıda bileşiklerdir. Saponin bileşiklerini içeren bitki kaynakları geçmişten beri çeşitli hastalıkların tedavisinde ve önlenmesinde kullanılmakta olup, günümüzde ise sentetik yüzey aktif maddelere alternatif olabilmesi yönüyle araştırmacıların ilgisini çekmektedir. Saponinler, diğer doğal yüzey aktif madde kaynakları ile mukayese edildiğinde, çok düşük konsantrasyonlarda küçük yağ damlacıklı emülsiyonlar oluşturabilmekte ve bu emülsiyonlar çevresel koşulların geniş aralığında stabil kalabilmektedir (Ozturk ve McClements, 2016). Ancak saponinin yüzey aktif özelliği, botanik orijinine ve moleküler yapısına bağlı olarak değişebilmektedir (Böttcher ve Drusch, 2016).

Saponinler, 1800'lü yılların başında *Saponaria officinalis* köklerinden ekstrakte edilerek ilk defa keşfedilmiştir. O zamandan beri başta *Gypsophila arrostii* bitkisi kökleri ve *Quillaja saponaria* ağacı kabuğu olmak üzere çeşitli bitkisel kaynaktan benzeri saponin bileşikleri ekstrakte edilmiştir. Halihazırda *Quillaja saponaria* ve *Yucca schidigera* ekstraktları gıda katkı maddesi olarak kullanılabilen yasal izinli, ticari saponin kaynakları olup, son zamanlarda daha az bilinen diğer saponin kaynaklarının emülsifiye edici ajan ve köpük ajanı olarak kullanım potansiyellerine yönelik çalışmalar hızla artmaktadır (Gonzalez ve Sörensen, 2020).

### 1.1 Çöven Bitkisi

Ülkemizin endemik bitkilerinden olan *Gypsophila arrostii*; ortalama %20 oranlarında saponin içeren, doğal yüzey aktif madde kaynağı olarak kullanım potansiyeli olan bir bitkidir. Latince adı *Gypsophila* olan çöven bitkisi, ortalama 50-60 cm uzunluğunda ve kalın kazık kök, çok dallı kısa bir gövde ve küçük çiçeklere sahip çok yıllık otsu bir bitkidir (Baylan, 1990).

Karanfilgiller (Caryophyllaceae) familyasına ait ve yeryüzünde 100'e yakın türü olan *Gypsophila* cinsinin ülkemizde 55 tane türü bulunmakta olup, bunlardan 33 tanesi endemiktir. *Gypsophila* cinsine ait türlerin genellikle kök ve rizomları kullanılmakta olup, ülkemizin değişik yerlerinde çöven, çöğen, çevgen, çöven otu, helva kökü, tarla çöveni, helva çöveni ve şark çöveni gibi değişik isimlerle bilinmektedir (Korkmaz ve Özçelik, 2011). Çöven bitkisinin yüzey aktif özelliğe sahip saponin glikoziti içermesi, ayırıcı ve önemli bir özelliği olup, çeşitli alanlarda kullanılabilme imkanını oluşturmaktadır (Zhu ve ark., 2019). Çöven köklerinin su ile kaynatılması sonucu elde edilen ekstrakt; yüzyıllardır sabun ve deterjan üretiminde, ipek ve hassas kumaşların temizliğinde, altın ağartmada ve balgam ve idrar söktürücü özelliğinden dolayı ilaç yapımında kullanıldığı bildirilmekle beraber, gıda ürünlerinin üretiminde de geleneksel olarak ve sanayi çapında kullanılmaktadır. Özellikle Doğu Anadolu Bölgesi'ne ait yöresel bir gıda ürünü olan otlu peynirin yapımında, Bartın ve Amasra'da çöven ekmeği üretiminde, Karadeniz yöresinde Mayıs yedisi helvası, Trakya bölgesinde köpüksü helva ve katı üzüm pekmezi üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca Türk mutfağında tahin helvası, kerebiç ve paşa lokumu üretiminde gıda bileşeni olarak kullanılmaktadır (Güçlü-Üstündağ ve Mazza, 2007; Özçelik ve Yıldırım, 2011; Ozdikicierler ve ark., 2014). Ülke içerisinde geleneksel olarak ve bahsedilen ürünlerin içerisinde gıda katkı maddesi olarak değerlendirilmesinden ziyade ihracatı yapılan bir bitkidir. Ülkemizdeki çövenin değerinin çok altında bir fiyatla ihraç edildiği ve yurt dışında işlenen ve standardize edilen saponin olarak, kat kat fiyatla bize geri gelmekte olduğu bildirilmektedir (Özçelik ve Yıldırım, 2011). Bitki köklerinden elde edilen ham saponinden yurt dışında kimyadan gıdaya çeşitli sektörlerde hammadde kaynağı olarak yararlanılmaktadır (Battal ve ark., 2003; Özçelik ve Yıldırım, 2011).

Ülkemizde *Gypsophila* cinsinin saponin bakımından zengin ve ekonomik önemi olan 5 türü çoğunlukla doğal olarak yetişmekte veya yetiştirilmektedir. Bu türlerin saponin içeriği %10 ile %25 arasında değişmektedir. Van çöveni olarak bilinmekte olan *G. bicolor* %20-25, Konya, Beyşehir ve Isparta yöresinde yetişen *G. arrostii* var. *nebulosa* %19-22, Çorum- Yozgat çöveni *G. ericalyx* %10-14, Niğde çöveni olarak bilinen *G. perfoliata* var. *anatolica* %15- 19 oranında saponin içermesi nedeniyle kullanımı tercih edilmektedir (Özçelik ve Yıldırım, 2011).

## 1.2 Saponinler

Saponinler, sapogenin (aglikon, genin) adı verilen polisiklik halkaya şekerlerin (glikon) glikozidik olarak bağlanması ile oluşan glikozitlerdir. Saponin glikozitlerini diğer glikozitlerden ayıran noktası, yüzey aktif özellikleridir. Hidrofobik bir aglikon ve hidrofilik bir glikon içermesi nedeni ile su varlığında çalkalama işlemiyle sabun benzeri köpük oluşturan ve yüzey gerilimini düşüren amfifilik bileşiklerdir. Zaten saponin isimlendirmesi, Latince'deki sabun anlamındaki sapo kelimesinden gelmekte olup bu fonksiyonel özelliği vurgulamaktadır (Augustin ve ark., 2011).



Şekil 1.1 Saponin ekstraktının köpük oluşturmaları

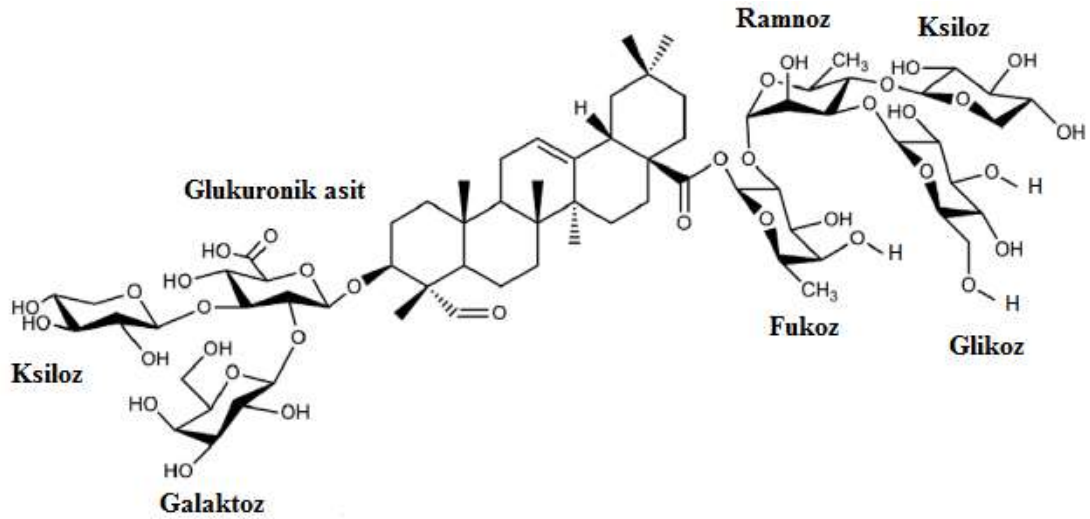
### 1.2.1 Saponinin Yapısı ve Özellikleri

Bitkilerde yaygın olarak üretilmesine karşın çok kompleks yapıda olmaları nedeniyle herhangi bir bitki türünde biyosentez mekanizması tam olarak aydınlanmamıştır. Sapogeninin, temel kimyasal yapısındaki farklılığa bağlı olarak, triterpenoid ve steroid olmak üzere iki farklı tipi bulunmaktadır. Triterpenoid ve steroid sapogeninin her ikisinin de biyosentez başlangıç maddesi asetik asit olup, asetik asitten, mevalonik asit ve takiben farnesil pirofosfat daha sonra skualen oluşmaktadır. Skualen ise oksidasyon reaksiyonu ile 2,3-oksidoskualene dönüşmektedir. 30 carbon atomuna sahip 2,3-oksidoskualen maddesi fitosterol sentezinin ana metabolitlerinden olup, sonrasında bu metabolitten çeşitli reaksiyonlar ile fitosteroller, triterpenoid ve steroid sapogeninler sentezlenmektedir (Haralampidis ve ark., 2002). Sapogeninlerin biyosentezi sırasında karbon iskeleti yapısına göre dammaran, tirukallan, lupan, hopan, oleanan, taraksasteran, ursan, sikloartan, anostan,



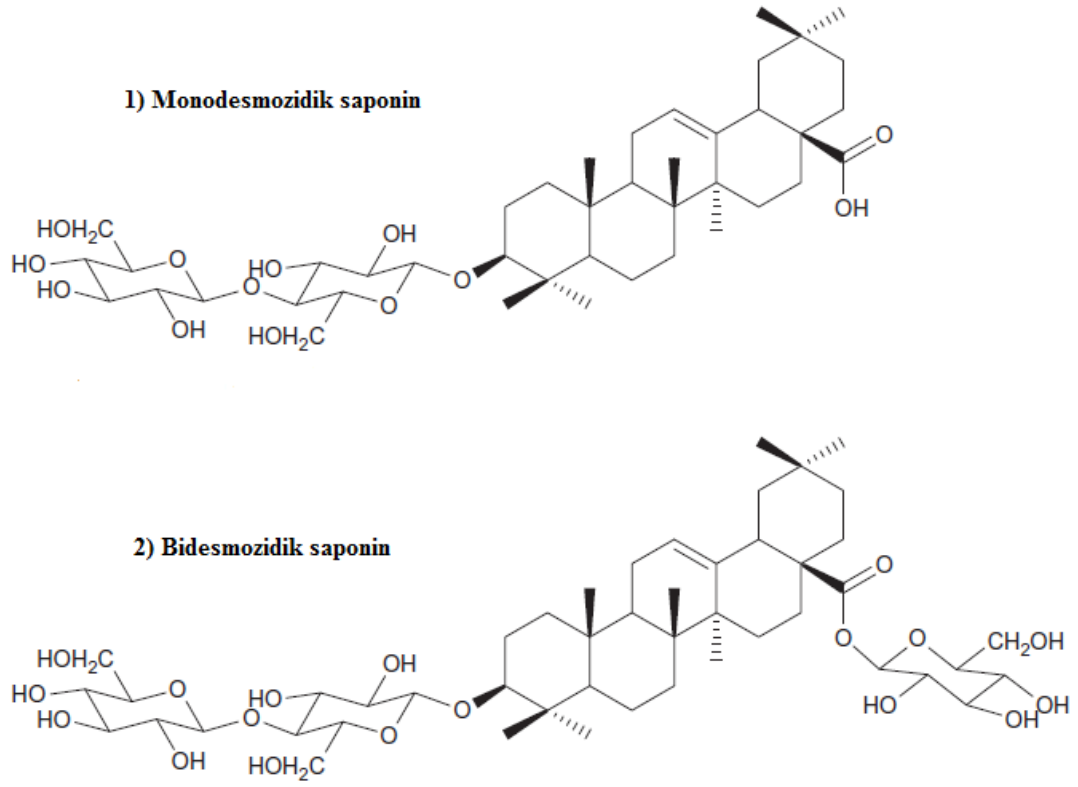
kukurbitan ve steroid olmak üzere 11 farklı tip sapogenin oluşmakla beraber, bitkilerde çoğunlukla oleanan tipi sapogenin bulunmaktadır (Vincken ve ark., 2007; Augustin ve ark., 2011). *Gypsophila* cinsi de oleanan tip triterpenoid sapogenin içermektedir (Gevrenova ve ark., 2019). Triterpenoid saponinlerden oleanan tip aglikona sahip olanların köpük ve emülsiyonlarda daha stabil arayüzey tabakası oluşturabileceği bildirilmektedir (Böttcher ve Drush, 2017).

Karbon iskeletindeki farklılığa ilave olarak, sapogenin kısmındaki –OH, -COOH ve CH<sub>3</sub> gibi gruplar ve sapogenine bağlı şeker gruplarının kompozisyonu ve bağlandığı konuma bağlı olarak da saponin çeşitliliği artmaktadır (Vincken ve ark., 2007). Şeker olarak glikoz, fruktoz, galaktoz, arabinoz, ksiloz, ramnoz ve glikozun asit formu olan glukuronik asit bulunmaktadır (Şekil 1.2).



**Şekil 1.2** *Gypsophila* saponinlerinin genel yapısı (Gevrenova ve ark., 2019)

Saponinler, sapogenine bağlı sakkarit zincir sayısına göre de monodesmozidik ve bidesmozidik olarak sınıflandırılır (Şekil 1.3). Şeker grupları sapogenine bir noktadan bağlı ise saponin monodesmozidik yapıda olup, şeker zinciri genellikle sapogeninin 3. karbon atomuna bağlanır. Sapogenine iki sakkarit zincirinin bağlı olduğu durumlarda ise bidesmozidik yapı oluşmakta ve genellikle ikinci zincir, 28. karbon atomunda bulunan karboksil grubuna bağlanmaktadır (Augustin ve ark., 2011).



**Şekil 1.3** Monodesmozidik ve bidesmozidik saponinlerin yapısı (Augustin ve ark., 2011)

Literatür araştırmaları saponinin arayüzey aktivitesinin botanikal orjinine ve moleküler yapısına bağlı olarak değiştiğini göstermektedir. Sapogenin türü, sapogenine bağlanan şeker zincirinin sayısı ve uzunluğu, şeker ünitelerinin bağlanma şekli gibi kimyasal kompozisyonuna ait tüm karakteristikler saponinin hemolitik aktivitesini ve yüzey aktif özelliklerini etkilemektedir. Örneğin; monodesmozik saponinlerin bidesmozik saponinlere göre çok daha yüksek bir hemolitik aktiviteye sahip olduğu, bidesmozidik saponinlerin ise monodesmozidik saponinlere göre daha yüksek köpük ve emülsiyon oluşturma özelliğine sahip olduğu bildirilmektedir (Tippel ve ark., 2016; Böttcher ve Drusch, 2017).

Saponin amorf, kokusuz, renksiz, tahriş edici ve hemolitik özellikte bileşiklerdir. Soğuk kanlı canlılar, yumuşakçalar, parazit ve böcekler için toksik özelliğe sahipken, sıcak kanlı canlılar üzerinde belirli dozlara kadar tehlike oluşturmadığı rapor edilmiştir. Saponinler, kana doğrudan verildiğinde kırmızı kan hücrelerinin hemolizine sebep olmalarıyla toksik etkiye sahip olmalarına rağmen ağız yolu ile alındığında bağırsaktan emilimleri olmayıp, feçesle atılmalarıyla normal

şartlarda insanlar üzerinde toksik etki oluşturmamaktadır. Gıdalarda belirli düzeylerde kullanıldığı zaman hiçbir toksik etkilerinin olmadığı ya da çok az olduğunu hayvan toksikoloji çalışmaları desteklemektedir (Güçlü-Üstündağ ve Mazza, 2007). Çöven köklerinin su ile kaynatılması sonucu elde edilen ekstrakt tahin helvası ve lokum gibi ürünlerin içerisinde gıda bileşeni olarak kullanılmaktadır (Çam ve Topuz, 2018).

### 1.2.2 Saponin Kaynakları

Saponinler, bitkilerde sekonder metabolit olarak sentezlenen ve otçul böcek ve patajenlerin yaptığı saldırılara karşı bitkinin savunma mekanizmalarını iyileştiren biyoaktif maddelerdir. Bitkiler aleminde 100'den fazla familyada yaygın olarak bulunmakta olduğu bildirilmektedir. Saponinin başlıca kaynakları *Quillaja saponaria*, alfalfa (*Medicago sativa*), at kestanesi (*Aesculus hippocastanum*), meyan kökü (*Glycyrrhiza* türleri), sabunotu (*Saponaria officinalis*), yucca (*Yucca schidigera*), çöven (*Gypsophila paniculata* gibi) ve Ginseng (*Panax* genus) gibi gıda olarak tüketilmeyen fakat sağlık ve endüstri uygulamalarında kullanılan yabancı bitkilerdir. Bu kaynakların yanı sıra saponin soya, nohut, bezelye, mercimek, fasulye, şeker pancarı, yer fıstığı, ıspanak, çilek, böğürtlen, yulaf, biber, kinoa, çay gibi günlük olarak tükettiğimiz temel gıda maddelerinin içerisinde de bulunmaktadır (Güçlü-Üstündağ ve Mazza, 2007; Cheok ve ark., 2014). Ayrıca bulunduğu bitki kaynağına bağlı olarak acı veya tatlı tatta olabilmektedir. Kinoa ve alfalfa bitkisinin saponin kaynaklı acı tat içerdiği, glisirizin ise sükrozdan 50 kat daha tatlı olduğu bildirilmektedir. Saponinler, bu bitkilerin çoğunlukla kök ve tohum kısmında birikmekte olup; su, etanol ve metanol gibi polar çözügenler vasıtasıyla bulunduğu bitki kaynaklarından ekstrakte edilebilmektedir (Baylan, 1990).

### 1.2.3 Saponinlerin Ticari Uygulamaları

Saponin içeren bitki ekstraktları veya bu bitkilerden saflaştırma prosesleri sonucu elde edilen saponin maddesi geleneksel ya da ticari olarak eczacılık, kozmetik, kimya ve gıda sanayinde kullanılmaktadır. *Saponaria officinalis*, *Yucca schidigera* ve *Quillaja saponaria*'dan izole edilen ticari ekstraktlar mevcuttur. Amerika Birleşik Devletleri Tarım Bakanlığı (USDA) tarafından genel olarak güvenli kabul edilen (GRAS) başlıca ticari saponin kaynağı *Quillaja saponaria* ağacından elde edilen olup, Avrupa'da içeceklerde köpürtme ajanı olarak kullanılmasına onay verilmiştir (Böttcher ve Drusch, 2017). Ayrıca, meyan kökü (liquorice) gibi bitki ekstraktlarının

gıda ürünlerinde lezzet verici maddeler olarak kullanılmasına Avustralya, İngiltere, Amerika Birleşik Devletleri'nde izin verilmektedir (Baylan, 1990).

*Quillaia saponaria* ağacından elde edilen saponin içeren Q-naturale, E999 kodu ile ticari gıda katkı maddesi olarak mevcuttur (Ozturk ve McClements, 2016). Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi (EFSA), 1978 yılında Qillaja ekstraktı (E999) için günlük güvenli doz alımı 0-5 mg sprey kurutulmuş toz/kg vücut ağırlığı olarak belirlemiştir. FAO/WHO Gıda Katkı Maddeleri Ortak Uzman Komitesi ise yasal olarak ADI değerini 0-1 mg/kg vücut ağırlığı olarak kabul etmişlerdir. 2 yıl süren fare deneylerinde 1500 mg/kg vücut ağırlığı olarak günlük alımının genotoksisite açısından bir risk oluşturmaması sonucuna dayanarak EFSA, günlük alım doz miktarının artırılarak 3mg/kg vücut ağırlığı olarak güncellenmesini 2019 yılında tavsiye etmiştir (Younes ve ark., 2019).

Saponin içeren bitkiler ev yapımı sabun ve deterjan üretiminde yüzey aktif madde olarak yüzyıllardır kullanılmaktadır. Ayrıca saponin ekstraktları duş jeli, şampuan, banyo köpüğü, saç kremi ve losyonu, sıvı sabun, bebek bakım ürünleri, yaşlanmayı geciktirdiği öne süren bazı ürünler ve diş macunu gibi kozmetik, temizlik ve fitoterapi ürünlerinin reçetesinde de bulunabilmektedir (Güçlü-Üstündağ ve Mazza, 2007).

#### **1.2.4 Saponinlerin Biyolojik Aktivitesi**

Bitkilerin çoğunda yaygın olarak bulunan saponin, dünya çapında geleneksel ve tıbbi bitkilerin terapötik etkisinde önemli role sahip biyoaktif bileşikler olarak kabul edilmekte ve yüzyıllardır popüler olarak kullanılmaktadır. Özellikle geleneksel Çin tıbbında saponinin farmakolojik özelliğe sahip olan bitkisel drog ve halk ilaçlarının temel bileşeni olduğuna inanılmaktadır. Ana bileşeni saponin olan ginseng, geleneksel doğu tıbbında yüzyıllardır kullanılan önemli bir bitki olup, günümüzde de tüm dünyada kullanılan önemli geleneksel ilaçlardan biridir. Yine saponin içeren *Bupleturum*, antienflamatuvar özelliğe sahip olup, Japon ve Çin Farmakopeleri'nde resmi olarak listelenen ve Asya'da enflemasyona bağlı hastalıklarda kullanılmakta olan bir bitkidir. Ayrıca saponin içeren bitkilerin Akdeniz halk tıbbında yaygın bir şekilde kullanıldığı bir çok farmokolojik araştırmada bildirilmiştir. Ayrıca soya fasulyesi,

sarımsak gibi gıdaların sağlık açısından yararlı olmalarında saponinin de bir katkısı olabileceği literatürde bildirilmiştir (Sparg ve ark., 2004).

Bununla birlikte, pek çok saponin bileşiğinin antiviral, sitotoksik, antidiyabetik gibi çeşitli biyolojik etkilerine dair kanıtların artması ile son yıllarda gıda ve odun dışı orman ürünlerinden elde edilen saponinler, farmakolojik araştırmaların odağı haline gelmiştir (Singh ve ark., 2017).

Saponinlerin antienflamatuar aktivitesi (Kwak ve ark., 2003) ve *Astragalus* türlerine ait saponinlerin ise güçlü immüno-düzenleyici aktivite oluşturduğu rapor edilmiştir (Nalbantsoy ve ark., 2012). Glisirizin ve glisirizin saponini içeren meyan kökünün güçlü antiviral etkiye sahip olduğunun rapor edildiği çeşitli çalışmalar vardır (Cinatl ve ark., 2003; Hoever ve ark., 2005; Wolkerstorfer ve ark., 2009; Michaelis ve ark., 2011; Luo ve ark., 2020). Glisirizin saponininin karaciğer kanseri veya ölüme kadar ilerleyebilen kronik karaciğer hastalığının ana sebebi olan Hepatit C virüsü üzerinde etkili bir antihepatit ajanı olabileceği bildirilmiştir (Ashfaq ve ark., 2011). Miyakoshi ve ark., (2000) *Yucca schidigera* bitkisinden, Woldemichael ve Wink (2001) ise *Chenopodium quinoa* tohumlarından elde ettikleri triterpenoid saponinlerin antifungal aktivite sergilediğini bildirmişlerdir. Antifungal aktivite, saponinlerin mantar hücre membranında bulunan sterollerle interaksiyona girmesi sonucu hücre membran bütünlüğünün kaybolması ve hücre zarında gözeneklerin meydana gelmesi ile oluşmaktadır. Hücre bütünlüğü bozulması ile hücre hayatını sürdürememektedir. Ayrıca saponinlerin böcekler üzerinde insektisidal aktivite, parazit üzerinde antiparazit aktivite, yumuşakçalar üzerinde mollusisit aktivite ve balıklar üzerinde ise toksik aktiviteye neden olduğu çeşitli çalışmalarla kanıtlanmıştır (Sparg ve ark., 2004).

*Saponaria officinalis*, *Quillaja Saponaria* ve *Yucca schidigera* bitkilerinden saflaştırılan saponin karışımlarının kolesterol düşürücü etkisi de belirlenmiştir (Kim ve ark., 2003). Saponinlerin kolesterol düşürücü aktivitesi, safra asitlerini bağlayarak emilimini engellemesi ve sonrasında vücuttan atılımını sağlaması veya kolesterol ile kompleks oluşturarak ince bağırsaklardan kolesterolün emilimini engellemesi suretiyle meydana gelebilmektedir (Sidhu ve Oakenfull, 1986).

*Gypsophila* türlerinin köklerinden izole edilen saponinlerin güçlü  $\alpha$ -glukozidaz inhibe edici aktivite gösterdiğine dair de çalışmalar vardır (Luo ve ark., 2008; Yao ve

ark., 2011; Yin ve ark., 2014; Altay ve ark., 2019). Sapogeninin yapısında yer alan serbest polar grupları (OH, C=O),  $\alpha$ -glukozidaz enzimine bağlanarak  $\alpha$ -glukozidaz enzimi üzerinde inhibitör aktiviteye sebep olduğu bildirilmektedir (Luo ve ark., 2008).

Özellikle son zamanlarda, araştırmacılar saponinin potansiyel kemoterapi ilacı olarak kanser tedavisinde kullanılmasına dair çalışmalara yoğunlaşmışlardır. Literatürde çeşitli bitki türlerinden elde edilen farklı saponin bileşiklerinin, kanser tedavisinde terapötik doğal kaynaklı ajan olarak kullanılabilme potansiyelerinin olduğunu açığa çıkartan pekçok çalışma vardır. (Rejinold ve ark., 2011; Nath ve ark., 2016; Jia ve ark., 2017; Mbaveng ve ark., 2018; Ozer ve ark., 2018; Guzman ve ark., 2020). *Gypsophila* türlerinin köklerinden elde edilen saponinlerin de kanser hücre hatlarında sitotoksik aktivite gösterdiği kaydedilmiştir (Weng ve ark., 2010; Yotova ve ark., 2012; Voutquenne-Nazabadioko ve ark., 2013; Pertuit ve ark., 2014; Gevrenova ve ark., 2019).

Saponinler hali hazırda steroidal ilaçların semi sentezinde başlatıcı noktayı oluşturması nedeniyle (Sparg ve ark., 2004) ve bazı aşılarda ise adjuvant olarak (Morein ve ark., 1984; Sun ve ark., 2009a; Shi ve ark., 2019) kullanılmaktadır. Adjuvan, antijen maddenin immun sistemi uyarıcı etkisini artırmak için aşı içerisine ilave edilen katkı maddeleridir. Mevcut olarak kullanılan alüminyum bazlı kimyasal adjuvanların karsinojenik olması, lokal veya sistemik reaksiyonlara izin vermesi, antijenin immünojenitesini artırmada ki etkinliğinin az olması ve immün yanıt olarak Th1'den çok Th2'yi indüklemesi gibi dezavantajlarının bulunması, son zamanlarda saponinlerin adjuvan olarak kullanılmasına yönelik araştırmalara ivme kazandırmıştır (Rajput ve ark., 2007; Verza ve ark., 2012; Nalbantsoy ve ark., 2011). Günümüzde aşı çalışmalarında adjuvant kaynağı olarak *Quillaja saponaria* ağacının kabuğundan çıkarılmakta olan Quil A ve ondan türevlenen QS-21 yaygın olarak kullanılmasına rağmen, yapısal olarak aglikonun 3. ve 28. karbon atomuna bağlı şeker zincirleri içeren saponinleri içermesi ile *Quillaja saponaria* saponinlerine benzeyen, *Gypsophila* ve *Saponaria* saponinlerinin de, adjuvan aktivitelerinin olduğu bildirilmiştir (Sun ve ark., 2009b).

### 1.2.5 Saponinin Yapısı ve Özellikleri Üzerine Prosesin Etkisi

Saponin bileşikleri kompleks bir yapıya sahip olmaları nedeniyle depolama boyunca ve proses sırasında özelliklerini ve aktivitelerini değiştiren kimyasal dönüşümler geçirebilirler. Sulu ortamda ısıtma işlemi sırasında hidrotermoliz, enzimatik ve mikrobiyel aktiviteden dolayı ya da asit veya alkali varlığında ise şeker ve saponenin arasındaki glikozidik bağ ve şekerler arasındaki interglikozidik bağlar hidrolize olabilmektedir. Asitle tam hidroliz aglikon ve monasakkarit bileşenlerini verirken, hafif asit uygulaması ile glikozidik şeker zincirinin kırılması ile prosapogeninler oluşmaktadır (Güçlü-Üstündağ ve Mazza, 2007).

### 1.2.6 Saponin Analiz Yöntemleri

Saponinler ilk kez 1800'lü yılların başlarında ilk defa *Saponaria officinalis* bitkisinin köklerinde keşfedilmiş ve ekstraktı çıkarılmıştır. Daha sonra yaygın olarak *Gypsophila arrostii* ve *Quillaja saponaria* bitkilerinin köklerinden benzeri saponin ekstraktları çıkarılmış ve yaygın olarak yüzey aktif özelliği kaydedilmiştir (Gonzalez ve Sörensen, 2020).

Saponinler bitkilerden solvent ile kolaylıkla ekstrakte edilirler. Fakat bu ekstraktlar benzer polariteye sahip farklı çok sayıda saponin bileşiklerini içeren karışımlardır. Her bir saponin bileşiği saponenin yapısı ve şekerlerin farklı kimyasal kompozisyonunu içermesi nedeniyle farklı özelliklere sahiptir. Bu nedenle karışımdan her bir saponin bileşiğinin ayrı ayrı izole edilmesi oldukça zor ve zaman alıcıdır. Bir bitki türü çok sayıda farklı saponin çeşidi içermektedir. Buna en iyi örnek Ginseng bitkisi olup 40 adet farklı saponin bileşiğini içermekte, fakat yalnız 6 ya da 7 adet saponin bileşiğinin standardı bulunmaktadır (Oleszek ve Bialy, 2006). *Gypsophila* türünde de farklı saponin bileşikleri tespit edilmiştir (Arslan, 2020). Bu durum saponin miktarını tayin etmede en büyük engellerden biridir. Saponin çeşitlerinin bitkiden bitkiye farklılık göstermesi, uçucu olmamaları, güçlü kromofor yapıya sahip olmamaları izolasyon ve tayinde zorluk oluşturan etkenlerdendir (Oleszek ve Bialy, 2006).

Bitkilerden saponinin ekstraksiyonu su, metanol ve etanol gibi polar çözücüler kullanılarak yapılır. Ekstraksiyon öncesi ya da sonrası yağ ve yağimsı maddeler petrol eteri gibi apolar çözücülerle ekstrakte edilir. Sıvı-sıvı ekstraksiyon tekniği ile uygun solvent (n-bütanol) kullanılarak safsızlıkları içeren apolar faz uzaklaştırılır. Son olarak

n-bütanol fazı vakum altında uzaklaştırılarak ekstrakt yoğunlaştırılır. Bu yöntem ile kompleks bir karışımdan saponinin ayrımı ham olarak gerçekleşmektedir. Ekstraktan bileşiklerin daha ileri düzeyde izolasyonu silika jel kolon kromatografisi, semi-preparatif HPLC ve tekrarlanan preparatif TLC gibi kromatografik yöntemler kullanılarak gerçekleştirilmektedir (Baylan, 1990).

Saponinler izole edildikten sonra MS (Kütle Spektrometresi), NMR (Nükleer Magnetik Rezonans) ve FTIR (Fourier Transform Infrared Spektrometresi) gibi analitik teknikler ile kimyasal yapıları açığa çıkarılmaktadır (Oleszek ve Bialy, 2006).

Saponinlerin tayininde geçmişten günümüze farklı yöntemler kullanılmıştır. İlk olarak kullanılan yöntemler gravimetrik yöntemler veya fiziksel olarak saponinin köpük oluşturma testine dayanmaktadır. Lalitha ve ark., (1987)'nin bitki köklerinin içerdiği saponin miktarının tayini için kullandığı yöntemine göre petrol eteri ile muamele edilerek yağ ve reçinelerinden arındırılan bitki kökleri etanol ile ekstrakte edilir ve sonrasında elde edilen ekstrakt konsantre edilir. Ekstraktın soğutulması sonrasında aseton ilavesi ile saponinin beyaz renkte dibe çöktüğü gözlemlenir. Aseton ekstraktan uzaklaştırılır ve kuru kısım tartılarak saponin miktarı belirlenir.

Daha sonraları geliştirilen spektroskopik teknikle tayinde ise toplam saponin miktarı tayin edilmektedir. Bu teknik; kolay, hızlı ve ucuz olması ile sıklıkla kullanılan bir teknik olmuştur. Bu teknikle, toplam saponin miktarı genellikle vanilin-sülfirik yöntemi ile tayin edilmekte olup, standardın seçimi ve kullanılan dalga boyu göz önünde bulundurulması gereken noktalardır. Yöntemin temel prensibi; vanilin ile triterpenoid saponinin oksidasyon reaksiyonudur. Oksidant olarak sülfirik asit kullanılmakta olup, reaksiyon sonucu açığa çıkan renk 'purple' olarak tanımlanmaktadır. Saponinin biyolojik özelliğine dayanan hemolitik aktivite yöntemiyle tayini de yine spektrofotometrik teknikle yapılmaktadır (Cheok ve ark., 2014).

Son zamanlarda ise bitki ekstraktlarında bulunan saponinin tayini ince tabaka kromatografisi, yüksek performanslı sıvı kromatografisi ve gaz kromatografisi yöntemleriyle yapılmaktadır. Ham ekstraktta bulunan saponinin tespitinde İTK ve renklendirme reaktiflerinin kullanılması oldukça yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. İnce tabaka ve sıvı kromatografisi yöntemi saponinin glikozit formuyla



teşhisine imkân tanımaktayken gaz kromatografisi yönteminde saponinin yapı ve miktarının teşhisi için bir takım ön işlemler gerekmektedir. Ekstrakt saflaştırıldıktan sonra enzim, asit veya baz ile hidrolize edilmekte sonra derivatize edilmektedir. Bu ön işlemler sonrasında saponin aglikonu ve şekerlerin kalitatif ve kantitatif analizi gaz kromatografisiyle yapılabilmektedir (Baylan, 1990).

Saponinlerin uçucu olmamaları ve yüksek polariteye sahip olmaları, tek bir standardının olmaması nedeniyle miktar tayininde kromatografik analiz tekniklerinden HPLC yaygın olarak kullanılmaktadır. Ayırım için C18 kolonları genellikle kullanılmaktadır. Saponinin HPLC ile analizi UV dedektör ile yapılmaktadır. UV dedektör ile tespit edilecek olan maddenin kromofor özelliğinin olması önemli bir parametredir. Ancak, saponinlerin kromofor özelliğinin zayıf olması bu tekniğin kullanılmasındaki büyük engellerdendir. Ayrıca spesifik olmayan 200 ve 210 nm dalga boyu aralığında ve çok düşük miktarlarda tayini yapılabilmektedir. LC-MS ile teşhis ve miktar tayini, HPLC ile analize kıyasla daha güvenilir bir teknik olmasına rağmen, bu yöntemin kullanılmasını sınırlayan ve zorlayan bazı yönler bulunmaktadır. Güvenilir ve rutin uygulanabilir metotlarının geliştirilebilmesi, kromatografik ayırma yöntemi ile elde edilen uygun standartların varlığını gerektirmektedir (Yao ve ark., 2008; Oleszek ve Bialy, 2006).

### **1.3 Kurutma Yöntemleri**

Gıda endüstrisinde kurutma işlemi; gıdaların kuru madde oranını artırılması, kullanıma hazır hale getirilmesi, raf ömrünün artırılması ve kitle yoğunluğunda değişiklikler meydana getirilmesi gibi amaçlarla uygulanmaktadır. Gıda bileşeni olarak kullanılan sıvı ekstraktların toz forma dönüştürülmesi ise dondurma gibi su oranının artırılmaması gereken ürünler ve diğer pekçok ürün içerisinde kullanılabilme imkanını ve kolaylığını sağlamaktadır (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Gıda maddelerinin tümü için kurutma işlemi gerçekleştirilirken göz önüne alınan temel parametreler; camsı geçiş sıcaklığı, su aktivitesi, kurutma koşul ve mekanizmaları ve meydana gelebilecek olan kimyasal ve fiziksel değişikliklerdir (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Kurutma işleminde hedef; uzun muhafaza süresine sahip ve kaliteli ürünler elde edebilmek, üretimde düşük maliyet ve işlem kolaylığı sağlamak ve mümkün

olabilecek en yüksek kurutma hızına ulaşmaktır. Bu nedenle kurutma sırasında ısı ve kütle aktarım hızının artırılması konusu dikkate alınması gereken en temel noktalardandır. Isı ve kütle aktarım hızı üzerinde etkili olan faktörler ise sıcaklık derecesi, kurutucu havanın nemi ve hızı, ürünün ısı ile temas yüzeyinin büyüklüğü, ortam basıncının atmosferik veya vakumlu olması olup, kurutma yöntemine bağlı olarak değişmektedir (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Toz örneklerin nem içeriği ve su aktivitesi ise meydana gelebilecek olan biyokimyasal değişimleri ve raf ömrünü belirlemektedir. Kurutulmuş gıdaların düşük su aktivitesi değerleri (0.20–0.40) enzimatik, hidrolitik ve mikrobiyel gelişime karşı stabil olmalarını sağlar (Caliskan ve Dirim, 2016). Ayrıca yüksek şeker içerikli ekstraktların kurutulması sonrasında ise yüksek nem çekme ve yapışkanimsı hale geçme gibi sorunlar açığa çıkabilmektedir (Chen ve Özkan, 2007). Dolayısıyla ekstraktın ihtiva ettiği nemin etkin ve hızlı bir şekilde uzaklaştırıldığı kurutma yönteminin tercihi önemlidir. Yüksek şeker içeriğinden ötürü uzun süreli depolanamayan çöven ekstraktının toz formuna dönüştürülmesi ile ürünün su içeriği düşürülerek raf ömrü artırılmaktadır.

Sıvı ekstraktın içerdiği suyun uzaklaştırılması, ürünün raf ömrünün uzatılmasının yanı sıra ağırlığının azaltılması ve daha az yer kaplamasını sağlar. Böylelikle, işçilik, ambalajlama, depolama ve nakliye giderleri düşmektedir. Toz ürünün daha az yer kaplaması, kitlesel yoğunluk özelliklerine bağlıdır. Kitlesel yoğunluk ise, toz partiküllerinin boyut ve dağılımına ve yüzey şekillerine bağlı olarak değişmektedir (Saldamlı ve Saldamlı, 2004; Tonon ve ark., 2008). Toz partiküllerin boyut ve dağılımı ve yüzey şekilleri gıda bileşeni olarak kullanımı sırasında ürün içerisinde çözünbilme süresine etki etmektedir (Chen ve Özkan, 2007).

Kurutulacak olan üründen suyun etkin ve hızlı bir şekilde uzaklaştırabilmesinde önemli noktalardan biride ürünün kendine özgü kimyasal yapısı olup, diğer faktörlere göre kontrol edilebilirliği daha zordur. Gıda maddesinin kimyasal içeriklerine bağlı olarak her ürün kurutma işlemine farklı tepki göstermektedir. Örneğin, yüksek şeker içeren gıdaların su bağlama özellikleri, düşük su aktivitesi ve nem içeriği sağlayacak şekilde kurutulabilmelerini zorlaştırmaktadır. Bu durum camsı geçiş olarak adlandırılan faz geçişi ile alakalıdır (Tonon ve ark.,

2008). Gıdaların kimyasal içeriği ve nem içerikleri camsı geçiş sıcaklığını etkilemektedir. Çöven ekstraktı yapısında glukuronik asit ve şekerleri yüksek miktarda içermektedir. Bu durum kurutma sırasında camsı geçiş sıcaklığının düşük olmasından dolayı çökelme, yapışma ve ağdamsı gibi hallerin tecrübe edilerek tam olarak suyun uzaklaştırılmaması sorununu açığa çıkarabilmektedir (Telis ve Martínez-Navarrete, 2009). Ürünün camsı geçiş noktasının yükseltilmesi, viskozitenin artırılması, higroskopikliğinin azaltılarak yapışma, ağdalaşma sorunun giderilmesi amacıyla maltodekstrin ve nişasta gibi malzemelerin ilave edilmesi de söz konusu olabilmektedir. Yine ürüne özgü olarak kurutma işlemi sırasında fiziksel, kimyasal ve fonksiyonel özelliklerde birtakım değişimler meydana gelebilmektedir. Örneğin, ısı işlem uygulanması ile proteinler su tutma kabiliyetlerini kaybetmektedirler. Ayrıca, Wang ve ark., (2010) keten tohumu gamının fonksiyonel özelliklerinin kurutma yöntemlerine bağlı olarak değişebildiğini ve en yüksek köpük kapasitesinin etüv ile kurutulan örneklerde olduğunu belirtmişlerdir. Bu nedenle farklı kurutma yöntemlerin nihai toz ürünün fizikokimyasal ve arayüzey özellikleri üzerine etkisinin saptanması gerekmektedir.

Gıdaların kurutulmasında yaygın olarak kullanılan kurutma yöntemleri, geleneksel kurutma (sıcak hava ile), dondurarak kurutma, vakumlu kurutma ve püskürtmeli kurutmadır. Dondurarak ve vakumlu kurutma işlemi ürünün yüksek sıcaklık ve oksidasyona karşı hassas olan bileşenlerinin ve yapısının korunması nedeni ile daha ziyade pahalı gıdalarda kullanılması avantaj oluştururken, sıcak hava ile kurutma yöntemi maliyet açısından çok daha ekonomik olmaktadır. Bu durum göz önüne alınarak kullanılacak olan kurutma tekniği seçilmelidir (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Püskürtmeli kurutma sistemi ile kurutulacak olan sıvının atomizer vasıtasıyla çok küçük damlacık boyutlarında sıcak hava sirkülasyonunun yapıldığı kurutma ünitesine püskürtülmesi, ürün içerisindeki suyun hızlı bir şekilde buharlaştırılması ve sonrasında kurutulmuş ürün ve su buharı ihtiva eden havanın ayrıştırılması ile nihai toz ürün elde edilmektedir. Püskürtmeli kurutucular, kuru maddesi yüksek sıvı ve püre ve ince pulp halindeki yarı sıvı gıdaların kurutulmasında kullanılmaktadır. Örneğin; süt, yumurta, domates ve bitki ekstraktlarının toz haline dönüştürülmesi ve bebek maması, maya, balık unu gibi gıdaların üretiminde çoğunlukla kullanılmaktadır. Bu

kurutma yönteminin avantajları kısa sürede kurutma işleminin gerçekleşmesi, rehidre özelliğinin iyi olması, daha tek düze ürün boyutu elde edebilme imkanının bulunması, sürekli ve yüksek miktarda ürün işleme kapasitesinin olması, yüksek sıcaklık koşullarından dolayı ürünlerin hijyenik elde edebilmesi, düşük üretim maliyeti, kolay ve basit işlem koşullarıdır (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Etüv kurutma yöntemi, geleneksel kurutma yöntemi olarak da bilinen en eski kurutma yöntemlerinden biridir. Etüvler, hava taşınımlı kurutucuların en basit tipi olup, belirli sıcaklıklarda sterilize etme, ısıtma, kurutma veya kuru madde tayini gibi maksatlar için kullanılan laboratuvar fırınıdır. Bu yöntem, sıcak havanın ürün üzerinde taşınımı (konveksiyon) ile ürünün içerdiği serbest suyun normal atmosfer basıncında uzaklaştırılması prensibine bağlıdır. Ancak yüksek sıcaklık uygulamaları ürünün besinsel, fiziksel ve duyuşsal kalitesinde deęişimlere sebep olabilmektedir (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Vakumlu kurutma yönteminde, örneğın bulunduğu zeminin ısıtılması ve ortam basıncının düşürülmesi ile örnek içerisinde bulunan su buharlaştırılır ve kondensör ile yoğunlaştırılarak uzaklaştırılır. Vakum sayesinde ortamdaki havanın uzaklaştırılması, daha yüksek kurutma hızı sağlamanın yanısıra oksidasyona ve sıcaklığa karşı hassas olan ürünlerin kurutulmasında geleneksel yöntemlere göre avantaj sağlamaktadır. Vakumlu kurutma teknikleri genel olarak turunçgil sularının kristal formda elde edilmesinde ve instant çayın kurutulmasında başarılı bir şekilde kullanılmaktadır (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Dondurarak kurutma yönteminde kurutulacak ürünün ön işlem olarak dondurulması gerekmektedir. Dondurulmuş ürün kurutma ortamına yerleştirildikten sonra ortamın havası vakum pompası ile alınır, sonrasında ortam basıncının düşürülmesi ile buz kristalleri buharlaştırılarak ürün içerisindeki su uzaklaştırılır. Kahve ekstraktı, tavuk kuşbaşı et, mantar ve çilek gibi hassas meyvelerin kurutulmasında kullanılmaktadır. Dondurarak kurutma yönteminin bazı dezavantajları da vardır. Dondurarak kurutulmuş ürünün gözenekli yapıda olması hızla havadaki nemi ve oksijeni bağlama özelliğini artırmakta olup, bu sorunun bertaraf edilmesi için ambalajlama ve depolamada daha dikkatli olunması gerekmektedir (Saldamlı ve Saldamlı, 2004).

Çöven ekstraktının püskürtmeli kurutucu ile toz haline dönüştürülmesine dair literatürde bazı çalışmalar (Ozdikicierler ve ark., 2014; Çam ve Topuz, 2018) olmasına rağmen farklı kurutma yöntemlerinin çöven tozlarının fizikokimyasal, kimyasal ve arayüzey özelliklerine etkisinin mukayese edildiği bir çalışma bulunmamaktadır.

#### **1.4 Emülsiyonlar**

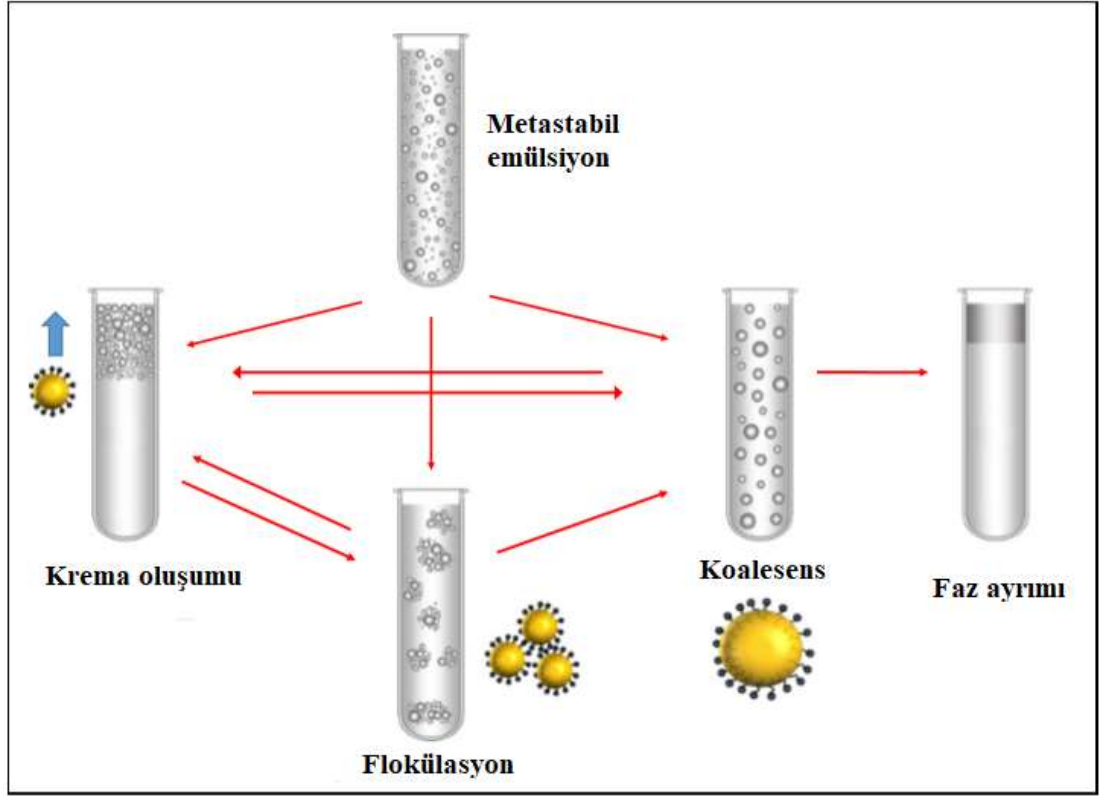
Gıda ürünlerinin birçoğu ya tamamen emülsiyon halindedir ya da üretim aşamalarının bir kısmında emülsiyon işlemine tabi tutulmuşlardır. Emülsiyon işlemi, gıda ürünlerinin belirli bir tekstüre sahip olmasında önemlidir. Ayrıca günümüzde renk, aroma, vitamin, koruyucu, biyoaktif madde gibi fonksiyonel gıda bileşenlerinin taşıyıcı sistemlerinin oluşturulmasında emülsiyon tekniğinden faydalanılmaktadır. Emülsiyon temelli taşıyıcı sistemler, fonksiyonel gıda bileşenlerinin enkapsüle edilerek muhafaza edilmelerine ve ürün içerisinde etkin bir şekilde kullanımlarına imkan tanımaktadır (Bouyer ve ark., 2012).

Emülsiyon, yoğunluk farkından dolayı birbiri içerisinde normal şartlarda çözünmeyen iki sıvıdan (genellikle su ve yağ) birinin diğeri içerisinde küçük küresel damlacıklar şeklinde dağılması ile oluşur. Emülsiyonda küçük küresel damlacıklar şeklinde dağılan faz, iç faz veya süreksiz faz, küçük küresel damlacıkların etrafını saran sıvı faz ise sürekli faz veya dış faz olarak isimlendirilir. Emülsiyonlar su ve yağ fazının birbiri içerisindeki dağılımındaki çeşitliliğe bağlı olarak farklı şekillerde sınıflandırılırlar. Yağ damlacıkları, su fazı içerisinde homojen olarak dağılmışsa bu su içinde yağ emülsiyonu (yağ/su) tam tersi olarak su damlacıkları yağ fazı içerisinde dağılmışsa bu yağ içinde su emülsiyonu (su/yağ) olarak isimlendirilmektedir. Gıda ürünlerinin içerisinde süt, dondurma, mayonez, krema ve soslar su içinde yağ emülsiyonuna örnek verilirken; tereyağı ve margarin gibi ürünler ise yağ içinde su emülsiyonuna örnek verilebilecek ürünlerdir. Emülsiyonlar, iç fazın damlacık boyutuna göre de sınıflandırılır. Damlacık boyutu 10-100 nm aralığında olanlar nano emülsiyonlar, 100-1000 nm aralığında olanlar mikro emülsiyonlar ve 1000 nm-1000 µm aralığında olanlar ise makro emülsiyonlardır (McClements, 2015).

Emülsiyonlar kendiliğinden oluşmaz. Hidrofobik etki sebebiyle yağ ve su moleküllerinin interaksiyonu termodinamik olarak elverişsizdir. Çalkalama, karıştırma ve homojenizasyon gibi fiziksel işlemlerin uygulanmasıyla su ve yağ fazını

içeren karışıma enerji verilerek iki faz arası yüzey artırılmakta ve emülsiyon yapısı oluşturulmuş olmaktadır. Bu fiziksel işlemler gerçekleştirilmesine rağmen iki fazın birbiri içerisinde çözünmemesi sebebiyle emülsiyonlar kararlı bir yapıya sahip olamamakta ve zamanla su ve yağ fazı ayrılmaktadır. Fazların ayrışmasını engellemek amacı ile emülsiyon oluşturma aşamasında üçüncü bir bileşen olarak emülsifiye edici madde ilavesi yapılmaktadır. Bu emülsifiye edici maddeler; yüzey aktif madde, sürfektan, emülsifiyer ve emülgatör olarak da isimlendirilir. Emülsifiye edici maddeler, hem suyu seven (hidrofilik) hem yağı seven (hidrofobik) moleküllere sahip amfifilik maddeler olmalarıyla emülsiyonun kararlı yapıya sahip olmasını sağlamaktadır (McClements, 2015).

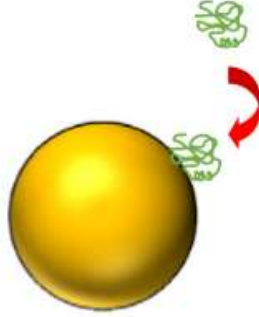
Su ve yağ molekülleri arasındaki bölge diğer deyişle sınır, arayüz olarak adlandırılmaktadır. Bu sınır bölgesi emülsiyon hacminin çok küçük bir kısmını oluşturmalarına rağmen emülsiyon oluşum ve stabilitesinin kontrol edildiği kritik bir bölgedir. Emülsiyonlar yağ ve su fazları arasındaki yoğunluk farkı ve yüzey gerilimi olması nedeniyle ara yüzey alanını en aza indirme dolayısıyla ayrılma eğilimi içerisindedirler. Ayrıca pH, iyonik güç, sıcaklık gibi farklı emülsiyon ortamları krema oluşumu, flokülasyon, sedimentasyon, koalesans, faz ayrımı ve Ostwald olgunlaşması gibi destabilizasyon mekanizmalarının oluşumuna zemin hazırlamaktadır. Şekil 1.4'de emülsiyon çeşitlerinde meydana gelen bazı fiziksel kararsızlıklar şema olarak gösterilmiştir. Kremalaşma, sedimentasyon ve flokülasyon iki faz arasındaki yoğunluk farkına bağlı olarak geri dönüşümlü olarak gelişir ve basit bir çalkalama işlemi ile emülsiyon tekrar eski haline dönebilir. Ostwald olgunlaşması, küçük olan damlacığın laplace basıncından dolayı büyük olanın lehine hareketi, koalesans ise Brownian hareketi ile birbirine yakın damlacıkların birleşmesi ile daha büyük damlacıkların oluşmasıdır ki bu iki destabilizasyon mekanizmasında geri dönüşsüz olarak gerçekleşmektedir (Sofjan ve Hartel, 2004; Bouyer ve ark., 2012).



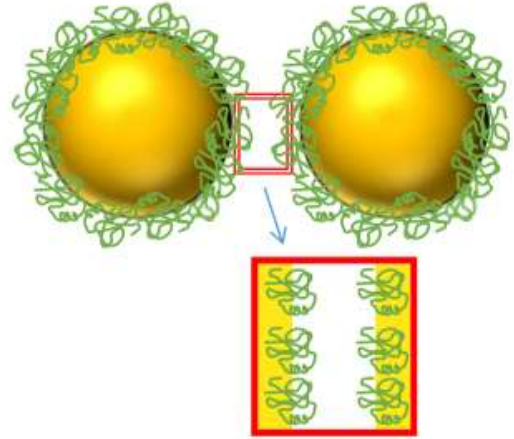
**Şekil 1.4** Emülsiyonlarda gelişebilen destabilizasyon mekanizmaları (McClements ve Gurus, 2016)

Emülsiyonların kararlı hale getirilmesi yüzey geriliminin azaltılması ve arayüzeyin artırılması ile sağlanır. Emülgatörler, homojenizasyon işlemi ile küçük damlalar halinde dağılan fazın yüzeyine hızlı bir şekilde tutunmaları, hızlı bir şekilde emülsiyonu oluşturan fazlar arasındaki yüzey gerilimini düşürmeleri ve yağ damlacıkları yüzeyinde topaklanmayı önleyecek şekilde bir mekanik ve elektrostatik tabaka oluşturmaları ile emülsiyonlardaki damlacık hareketleri ve birleşmelerini azaltarak faz ayrılmasını önlerler (Şekil 1.5).

### Emülsiyon oluşumu



### Emülsiyon Stabilizasyonu



**Şekil 1.5** Yüzey aktif maddenin emülsiyon oluşturma ve stabilize etme mekanizması (McClements ve Gumus, 2016)

Emülsiyonların oluşturulması ve sonrasında stabilitelerinin istenilen düzeyde sürdürülmesi için arayüzey karakteristiklerini etkileyen önemli parametreler aşağıda sıralanmıştır (McClements, 2015).

Arayüzey kompozisyonu (bileşimi); arayüzeyde bulunan yüzey aktif maddenin tipi ve konsantrasyonu arayüzeyin yapısını, boyutunu, elektriksel karakteristiğini, reolojisini güçlü bir şekilde etkiler ve böylece emülsiyonun özelliklerini belirlemede önemli rol oynar. Bir başka deyişle, arayüzey tabakasının yapısı ve kalınlığı emülsiyon damlacıkları arasındaki kolloidal kuvvetlerin büyüklüğünü belirler. Örneğin; arayüzey tabakasının kalınlığı arttıkça damlacıklar arasındaki sterik itme artar.

Arayüzeyin elektriksel özellikleri; arayüzeyin elektriksel özellikleri (yani yüzey yük yoğunluğu ve potansiyeli) emülsiyon damlaları arasındaki elektrostatik interaksiyonların oranı ve şiddetini belirlemede önemlidir. Ayrıca iyonların emülsiyon damlacıklarının yüzeyine adsorpsiyonunu etkiler.

Arayüzey enerjisi; arayüzeyde depolanan serbest enerji (yüzey ya da arayüzey gerilimi olarak tanımlanan) arayüzey alanının değiştirilebilmesini kolaylaştırır. Yani, homojenizasyon sırasında damlacıkların kırılması ve deforme olması için gerekli olan mekanik enerjiyi etkiler. Ayrıca yüzey aktif maddeler ile stabilize edilmiş olan emülsiyonların koalesansa karşı stabilitelerini belirler. Bu nedenle, arayüzey enerjisi emülsiyon oluşumunda önemlidir.



Arayüzey duyarlılığı; pH, iyonik güç, sıcaklık gibi çevresel faktörlere karşı gıda emülsiyonlarının dayanıklılığını belirler. Örneğin, bazı arayüzeylerin özellikleri pH değiştiğinde kaydadeğer bir şekilde değişmezken, diğerleri kalınlık ve yük bakımından değişikliğe uğrayabilir.

Stabil emülsiyonların oluşumu özetle dağılan iç fazın damlacık boyutu ve dağılımı, damlacık konsantrasyonu ve yükü gibi parametrelerle alakalıdır. Damlacık boyutu ve dağılımı çoğunlukla dinamik ışık saçılım yöntemiyle belirlenirken, damlacık yüzeyi ve çevresindeki yük yoğunluğu ise zeta ( $\zeta$ ) potansiyeli tayiniyle ölçülmektedir. Zeta potansiyel dağılan fazın birbiriyle etkileşimlerindeki temel parametrelerden olup, emülsiyon oluşumu ve stabilitesinde rol alan fizikokimyasal mekanizmaların durumu hakkında önemli bilgiler sunar (McClements, 2015).

### **1.5 Dondurma**

Dondurma, besleyici olması, ferahlatıcı özelliği ve beğenilen tat, aroma ve tekstürüyle çokça tercih edilen bir gıda ürünüdür. Dondurma süt, şeker, yağ, stabilizatör, emülgatör ve bazen de renk ve aroma maddelerinin ilave edilmesiyle oluşturulan karışıma havanın dahil edilmesi ve sonrasında dondurulması ile elde edilen bir süt ürünüdür. Köpük emülsiyonlardan olan dondurma; hava kabarcıkları, yağ globülleri ve buz kristallerinin disperse olduğu kompleks bir fizikokimyasal yapıya sahiptir. Ürüne dahil edilen hava dondurmanın tekstürünü büyük oranda etkilemektedir. Dondurma karışımının belirli sıcaklık derecesinde karıştırılması sırasında, hava ürün içerisine girmekte ve sonrasında hava kabarcıklarının büyüklüğünün azalması ve yağ globüllerinin kısmi koagüle olarak hava-serum ara yüzeyinde çevrenmesi ile köpük emülsiyonu oluşmaktadır (Sofjan ve Hartel, 2004; Eisner ve ark., 2005). Dondurmanın üstün kalitede olması büyük oranda, tekstürüne, erimeye karşı dirençli olmasına ve depolama aşamasında meydana gelebilecek olan sıcaklık dalgalanmalarına karşı buz kristallerinin büyüme riskinin en az olmasına bağlıdır. Bahsedilen kalite parametrelerinin sağlanması ve sürdürülmesi amacıyla dondurma karışımına uygun çeşit ve miktarda stabilize edici ve emülsifiye edici maddeler ilave edilmektedir. Emülsifiye edici maddeler, dondurma üretiminde karışımı oluşturan serum fazı ile hava ve yağ globülleri arasındaki yüzey gerilimini azaltarak ve köpüklenme işlemi sırasında hava arayüzüne doğru hareket eden yağ globüllerine adsorbe olarak ve dondurma miksinde yağ ve havanın daha iyi dağılımını

sağlarlar. Böylelikle emülsifiye edici maddeler, miksin üç boyutlu stabil bir yapı kazanarak dondurma haline geçmesinde ve dolayısıyla hacim artışının (overrun) sağlanmasında önemli bileşenlerdir (Eisner ve ark., 2005). Ayrıca dondurmada yağın dağılmasını sağlayarak daha homojen ve pürüzsüz bir yapı elde edilmesinde büyük katkıları vardır (Koçan ve Koçak, 2002). Stabilizatörler ise serbest su moleküllerini bağlamak suretiyle dondurma karışımının viskozitesini artıran, dondurmanın ise yapı ve kıvam kazanmasını sağlayan ve erimeye karşı direncini artıran maddelerdir. Ayrıca depolama sırasında sıcaklık dalgalanmalarına karşı buz kristallerinin büyümesini engellemek suretiyle dondurmanın depolama stabilitesini sağlayan önemli bileşenlerdendir (Sofjan ve Hartel, 2004).

Dondurma üretiminde yüzey aktif madde olarak düşük moleküler ağırlığa sahip emülgatörler, köpük ajanı (fosfolipidler) ve makro moleküller (protein v.b.) kullanılmaktadır. Yüzey aktif maddeler özellikle de, köpürme ajanı fonksiyonuna sahip olanlar sınırlı sayıdadır. Özellikle, yumurta (ovalbumin, lizozim) ve süt (kazein, serum) proteinleri ve lesitin fosfolipidi (yumurta sarısı ve soya fasülyesi gibi) asidik koşullara karşı hassas olup yüksek sıcaklıklarda etkinlikleri azalmaktadır. Bu nedenle günümüzde sürdürülebilir ve doğal emülgatör ve köpürtücü ajanların araştırılmasına odaklanılmıştır (McClements ve Gumus, 2016). Ayrıca sentetik bazlı mono-digliserit ve polisorbit gibi yüzey aktif maddeler yerine doğal ve yenilenebilir maddelerin tercih edilmeleri, sentetik yüzey aktif madde kullanımı ile açığa çıkabilecek olan ekonomik, sağlık ve çevre problemlerinin çözümünde de etkili olabileceği düşünülmektedir (Bouyer ve ark., 2012). Saponinler doğal, biyoparçalanabilir, sürdürülebilir bitki kaynaklı olmalarının yanısıra diğer doğal emülsifier kaynakları ile mukayese edildiğinde çok düşük dozlarda küçük yağ damlacıkları oluşturabilmeleri ve bu emülsiyonların çevresel koşulların geniş aralığında stabil kalabilmeleri gibi avantajları vardır (Ozturk ve McClements, 2016; Toppel ve ark., 2016). Çeşitli endüstrilerde kullanım alanı olan saponinler, çoğu sentetik yüzey aktif maddelere benzer yapı özelliğine sahip noniyonik yüzey aktif maddelerdir (Güçlü-Üstündağ ve Mazza, 2007; Bai ve ark., 2016). Bu bağlamda, yüksek saponin içerikli çöven ekstraktının doğal emülgatör ve köpürtücü madde olarak gıdalarda kullanım imkanlarının araştırılması önem kazanmaktadır.

Çöven ekstraktının emülgatör olarak tahin helvasında (Baylan, 1990; Ozdikicierler ve ark., 2014; Çam ve Topuz, 2018), sultan lokumunda (Uslu ve ark., 2010; Ozdikicierler ve ark., 2014; Çam ve Topuz, 2018), Batı Karadeniz Bölgesi'nin yöresel çöven ekmeğinde (Çağlayanlar, 2006), kek üretiminde (Çelik ve ark., 2007) hacim ve tekstürü geliştirmek amacıyla kullanıldığı bazı çalışmalar mevcuttur. Çöven ekstraktının köpük ve emülsiyon gibi dispersiyon sistemlerinden oluşan dondurmada stabilizatör olarak kullanılmasına dair bir çalışma (Keçeli ve Konar, 2003) olmasına rağmen, çöven tozunun dondurmada emülgatör olarak kullanım imkanını ve çöven tozu ilavesinin dondurmanın fizikokimyasal özellikleri ve depolama stabilitesi üzerine etkisini inceleyen kapsamlı bir çalışmaya rastlanmamıştır. Keçeli ve Konar (2003), çöven ekstraktının sıvı formunu dondurmada salep yerine stabilizatör olarak kullanmışlardır. Çöven ekstraktı içeren dondurmaların duyuşsal olarak beğenildiği belirtilirken, diğler stabilizatörlere göre dondurmanın kuru madde miktarı ve viskozitesinin daha düşük olduğunu ve sertliğinin ise daha yüksek olduğunu kaydetmişlerdir. Dondurma ürününde sertlik genellikle kuru madde oranının düşüklüğü ile bağlantılı olarak buz kristallerinin miktarındaki artışla ilgilidir. Dolayısıyla bu çalışmada çöven ekstraktı toz formunda dondurmaya ilave edilmesiyle dondurmanın kuru madde oranı düşürülmemiş olacaktır. Ayrıca çöven ekstraktı saleple mukayese edildiğinde su tutma kapasitesi yok denecek kadar azdır. Fakat stabil köpük ve emülsiyon oluşturabilme özelliği sayesinde salebe ilaveten emülgatör yerine kullanılmasının dondurmanın kalite özellikleri üzerinde olumlu etkiler oluşturabileceği düşünölmüştür.

Ayrıca, kurutma yöntemleri başlığı altında bahsedilen bilgiler üzere, herhangi bir gıdanın kurutulması sırasında ve sonrasında toz ürünün istenilen kalitede olması kurutma yöntemlerine bağılı olarak değışebilmektedir. Çöven ekstraktının püskürtmeli kurutucu ile toz haline dönüştürölmesine dair literatürde bazı çalışmalar (Ozdikicierler ve ark., 2014; Çam ve Topuz, 2018) olmasına rağmen farklı kurutma yöntemlerinin çöven tozlarının fizikokimyasal, kimyasal ve arayüzey özelliklerine etkisinin mukayese edildiği bir çalışma bulunmamaktadır.

Böylece bu çalışmada: (1) çöven ekstraktının farklı yöntemlerle kurutulmasının fizikokimyasal (nem içeriği, su aktivitesi, yığın yoğunluğu, renk, partiköl boyut ve dağılımı ve zeta potansiyel ve SEM görüntüleri) kimyasal (XRD,

FTIR ve Toplam saponin miktarı) ve arayüzey (köpük ve emülsiyon oluşturma) özellikleri üzerine etkisinin belirlenmesiyle literatürdeki bu boşluğun kısmen de olsa doldurulması ve çöven ekstraktının toz haline dönüştürülmesinde kullanılabilen alternatif kurutma yöntemlerinin ortaya konması (2) Türkiye’de ürün olarak değerlendirilmesinden ziyade ihracatı yapılan ve yüksek miktarda bitki kaynaklı yüzey aktif madde içeren çöven köklerinden elde edilen ekstraktın, toz formunun mono-diğliserit yerine dondurmalarla belirli düzeylerde ilavesinin dondurma miksinin bazı reolojik özellikleri, dondurmanın ise buz kristalleri oluşumu, termal özellikleri üzerine etkisinin belirlenmesiyle dondurmada emülgatör olarak kullanılabilme imkanının açığa çıkartılması (3) çöven tozu ilavesinin depolama sürecinde dondurmaların bazı özellikleri üzerine etkisinin araştırılması amaçlanmıştır.

## 2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

### 2.1 Saponin Kaynaklarının Emülsiyon Oluşturmada Kullanımı

Su ve yağ fazı içeren bir karışımda, hidrofobik etkiden dolayı iki faz arasındaki interaksiyon zor gerçekleşmektedir. Ayrıca, gıdalar içerisinde kullanılmak istenen hidrofobik özellikli biyoaktif madde ve nutrasötiklerin suda çözünürlüğünün düşük olması, gıdalar içerisinde dağılımını zorlaştırmaktadır. Örneğin, yağda çözünen vitaminlerin zayıf kimyasal stabilite ve düşük suda çözünürlük özellikleri, biyoyararlılıklarının azalması ile neticelenmekte olup, bu bileşikler fonksiyonel gıda ve içecek ürünlerine ekleyebilmek amacıyla etkin taşıma sistemlerinin tasarlanması gerekmektedir (Ozturk ve ark., 2014a).

Günümüzde sağlıklı ve fonksiyonel gıda ürünü geliştirme çalışmaları bütün zamanlara göre daha fazla önem ve anlam kazanmıştır. Bu amaçla gıda ürünlerine fonksiyonel, biyoaktif özelliğe sahip bileşenlerin ilavesi ya da mevcut sentetik olanlarla yer değiştirilmesi üzerine araştırma ve yeni ürün geliştirme çalışmaları hedef haline gelmiştir. Gıdalarda bulunan saponinler, yapılan ilk bilimsel çalışmalarda antibesinsel faktörler olarak kabul edilip, insan tüketiminin azaltılmasını netice veren sonuçlara varılmasına rağmen son zamanlarda yapılan bazı çalışmalarda antidiyabetik, antiviral ve antikanser gibi çeşitli biyoaktif özelliklerinin olduğuna dair kanıtların artması ile saponinler gıda katkısı olarak kullanılma konusunda artan bir ilgi odağı haline gelmiştir. Son yıllarda araştırmacılar, saponin içeren ekstraktların üstün emülsiyon oluşturma ve stabilite etme yeteneklerinden dolayı hidrofobik maddelerin emülsifiye edilmesinde, doğal emülsifier kaynağı olarak kullanılmasına oldukça ilgi göstermektedirler. Literatürdeki çalışmalar ağırlıklı olarak, saponin kaynaklarının diğer emülsifiye edici maddelerle kullanımındaki sinerjik etkisi ve nanoemülsiyon oluşturabilme imkanlarının araştırılmasına dairdir.

Tippel ve ark., (2016) hidrofobik yapıya sahip karotenoidlerin sulu çözeltilerde çözünürlüğünü artırmak amacıyla yüksek yüzey aktif özelliğe sahip Quillaja saponini (QS) kullanmışlardır.

Jian ve ark., (2011) çay saponinlerinin sentetik yüzey aktif maddelerle birlikte kullanımının köpük oluşturma ve stabilitesi, yüzey gerilimini azaltma etkisi bakımından incelemişlerdir. Çay saponinleri ile setiltrimetilamonyum bromid veya

sodyum dodesil sülfat arasında sinerjistik etki oluşurken, polioksietilen lauril eter ile sinerjistik etki oluşmadığını gözlemlemişlerdir.

Uluata ve ark., (2015) yaptıkları çalışmada omega-3 nano emülsiyonlarını doğal sürfaktanlardan lesitin ve QS ve yapay sürfaktanlardan Tween 80 ve sodyumdodesil sülfat (SDS) kullanarak stabilize etmişler ve nano emülsiyonların fiziksel ve oksidatif stabilitelerini araştırmışlardır. Emülsiyonlar arasında kremalaşma ve partikül boyutu gibi fiziksel stabilite unsurları bakımından farklılık gözlenmemişken, hidroperoksit ve propanal oluşumu gibi oksidatif bozulmalara karşı en stabil emülsiyonun QS ile formüle edilen nanoemülsiyonlarda olduğunu ve durumu QS'in serbest radikali süpürücü özelliği ile açıklamışlardır.

Ozturk ve ark., (2014a) yaptıkları çalışmada doğal emülsifiye edici maddelerden lesitin ve QS kullanarak, nanoemülsiyon bazlı vitamin taşıma sistemlerini yüksek basınçlı homojenizatör ile üretmiş ve ortalama partikül boyutu ve zeta potansiyel değerleri üzerine taşıma sistemi kompozisyonu ve çevresel faktörlerin (pH, iyonik güç ve sıcaklık) etkisini araştırmışlardır. Yağ fazının eşit oranda (%50) E vitamini/portakal yağı içeren emülsiyonlarda minimum ortalama partikül boyutu (lesitin için, 0.13µm ve QS için, 0.12µm) elde edilmiştir. Yüksek tuz konsantrasyonunda elektrostatik perdelemeden dolayı stabilitenin bozulduğunu belirtilmiştir. QS ve lesitin içeren emülsiyonların pH 3-8 aralığında stabil nanoemülsiyon oluştururken, pH 2'de elektrostatik itme kuvveti kaybından dolayı stabilitelerinin bozulduğu ve bütün nanoemülsiyonların sıcaklık 30-90°C aralığında stabil olduğunu açıklamışlardır.

Chung ve ark., (2017) sıvı kahve beyazlatıcısı formülasyonunda su içerisinde yağ emülsiyonlarını oluşturmak ve stabilize etmek amacıyla doğal emülsifiye edici maddelerden küçük moleküler yapıya sahip QS ve lesitin etkinliğini karşılaştırdıkları çalışmada saponinli emülsiyonların ζ potansiyeli konsantrasyona bağlı olarak -44 ve -53 mV arasında değişirken, lesitinli emülsiyonlarda ζ potansiyelin -66 ve -72 mV arasında değiştiğini tespit etmişlerdir. Her iki emülsifiye edici maddeninde kahve kremalarında kararlı emülsiyonlar oluşturma potansiyellerinin olduğunu vurgulamışlardır.

Siram ve ark., (2016) yaptıkları çalışmada, model ilaç olarak imatinib mesilat ve lipid taşıyıcısı olarak stearik asitin katı lipid nanopartiküller oluşturulmasında emülsifiye edici madde olarak QS kullanımının etkisini araştırdılar. QS kullanımı ile ilişkili olarak hemoliz sorunu olmadığı ve üretilen nanopartikül ilaçların insan göğüs kanser hücre hattı MCF7 üzerinde daha yüksek sitotoksosite gösterdiğini in vitro olarak tespit etmişlerdir. Öte yandan, fare makrofaj RAW264.7 hücre hattı üzerinde herhangi bir toksisite gözlemlenmediği ve QS'in emülsifiye edici ajan olarak nano ilaç salınımında büyük bir potansiyele sahip olduğunu vurgulamışlardır.

Bai ve ark., (2016) yaptıkları çalışmada serum proteini, gam arabik, soya lesitini ve QS kullanarak çift kanal mikrofluidizasyon yöntemi ile nanoemülsiyonlar elde etmişler ve emülgatör tip ve konsantrasyonunun nanoemülsiyonlar üzerine etkisini incelemişlerdir. Emülgatörün yağ-su arayüzeyinde yüzey gerilimini düşürme etkisini QS>serum protein izolatu>soy lesitini>gam arabik olarak bulmuşlardır. Serum protein izolatu ve QS'in düşük emülgatör konsantrasyonlarında gam arabik ve soya lesitinine göre daha küçük damlacıklı nanoemülsiyonlar oluşturduğunu ve bu durumun saponin ve peynir altı suyu proteinlerinin yağ su arayüzeyine çok daha hızlı tutunmalarından kaynaklanabileceğini açıklamışlardır. Ayrıca 20°C'de bir ay depolamanın nanoemülsiyonların görüntüsünde bir farklılık oluşturmazken damlacık boyunda sadece küçük bir artış olduğunu belirtmişlerdir. Doğal emülsifiye edici maddelerin küçük damlacık boyutuna sahip nanoemülsiyonların oluşturulması ve gıda, besin takviyesi ve ilaçlarda kullanılması bakımından elverişli olduğunu vurgulamışlardır.

Zhu ve ark., (2019) Tween 80, çay saponini ve QS yüzey aktif maddelerinin yüksek basınçlı homojenizatör ile hazırlanan emülsiyonlarının oluşum ve stabilitesi üzerine yüzey aktif madde tipinin etkisini; damlacık boyutu, zeta potansiyeli, mikro yapı ve kremalaşma stabilitesi ölçerek incelemişlerdir. Çay saponininin düşük yüzey aktif madde konsantrasyonlarında nano-ölçekte ( $d_{32} < 200$  nm) damla oluşturma kapasitesine sahip olduğunu ve 30-90°C arası sıcaklık 0-200 mM NaCl tuz düzeyleri ve pH 3-9 arasında damlacık agregasyonuna karşı stabil kaldığını tespit etmişlerdir. Ayrıca 5, 37 ve 55°C olmak üzere farklı sıcaklıkta depolandığında uzun dönemli iyi bir stabilite sergilediğini, fakat yüksek pH (2) ve iyonik (300-500 mM NaCl) koşullarda damlacık flokülasyonu ve koalesansın meydana geldiğini

gözlemlemişlerdir. Çay saponininin diğer iki yüzey aktif maddeye göre pek çok koşullarda benzer veya daha iyi sonuçlar gösterdiğini, gıda ve diğer endüstri uygulamalarında emülsiyon oluşturmak ve stabilize etmek için kullanılabilir bir doğal yüzey aktif madde olduğunu belirtmişlerdir.

Zhang ve ark., (2015) içeceklere ilave edilmek üzere portakal yağı nanoemülsiyonlarını ( $d < 100$  nm) oluşturmak için emülsifiye edici madde olarak QS kullanmışlardır. Mikro akışkanlandırıcı kullanarak hazırlanan portakal yağı nanoemülsiyonlarının ortalama 67 nm'ye kadar küçük damlacık boyutunun oluştuğunu ancak, depolama periyodu sırasında ostwald olgunlaşması tarzında bir destabilizasyon mekanizmasının gerçekleştiğini tespit etmiş ve ester zıncığı gibi bir stabilizatörün emülsiyonlara ilave edilmesini önermişlerdir.

Zhang ve ark., (2016) mikrofluidizasyon yöntemi ile portakal yağı emülsiyonları oluşturmak ve stabilize etmek için modifiye nişasta ve QS'in etkinliğini karşılaştırmışlardır. Yağ fazına Ostwald olgunlaşması inhibitörü ve viskozite düzenleyici olarak değişik oranlarda (%0-60) ester gam, %20 modifiye nişasta içeren ve %6 QS ilave ederek nanoemülsiyonlar oluşturmuşlardır. QS ile stabilize edilmiş nanoemülsiyonların damlacık boyutu ortalama 69 nm olup modifiye nişasta içeren emülsiyonlara göre çok daha küçük damlacık boyutuna sahip olduğu tespit edilmiştir. 23°C'de 2 haftalık depolama periyodunda QS ile hazırlananlar emülsiyonlar stabil kalırken, modifiye nişasta ile hazırlananların türbidite değeri ve ortalama damlacık boyutunda artış gözlemlemişlerdir. Ayrıca QS ve modifiye nişasta ile stabilize edilmiş nanoemülsiyonların pH 3.6'da yapılan zeta potansiyeli ölçümleri sırasıyla  $> -20$  mV ve  $< -5$  mV olarak ölçülmüş olup, modifiye nişastalı emülsiyonların düşük arayüzey yükü ve yüksek arayüzey gerilimi nedeniyle damlacıkların birleşmesine karşı yetersiz stabilizeye sahip olduğunu belirtmişlerdir.

Yang ve ark., (2013) gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan sentetik bir yüzey aktif madde olan Tween 80 ile doğal yüzey aktif maddelerden Q-Naturale molekülünün emülsiyon oluşturma ve stabilize etmedeki etkinliğini karşılaştırmışlardır. Q-Naturale ve Tween 80'in benzer arayüzey gerilimi oluşturduğu ve Q-Naturale, Tween 80 kadar küçük damlacıklar ( $\approx 120$  nm) oluşturmasında belirli düzeyde küçük damlacıklar ( $\approx 170$  nm) oluşturduğunu saptamışlardır. Ayrıca, Q-



Naturale ile emülsifiye edilmiş olan emülsiyonların 0-500 mM arası NaCl konsantrasyonlarında ve 20-90°C sıcaklıklarda ve pH 2-8 arasında koalesansa karşı stabil olduğu fakat yüksek asidik (pH 2) ve yüksek iyonik (400 mM NaCl) şartlarda emülsiyonlarda flokülasyon olayının gerçekleştiğini belirtmişlerdir. Q-Naturale'nin etkili bir doğal yüzey aktif madde olduğu ve sentetik yüzey aktif maddeler yerine kullanılabilceğini vurgulamışlardır.

Xu ve ark., (2019) tarafından yapılan çalışmada ise emülgatör olarak hidrolize pirinç glutelini ve QS kullanılmasının emülsiyonların oluşum ve stabilitesi üzerine etkisini incelenmişlerdir. Emülgatör karışımı ile hazırlanan emülsiyonlarda QS'nin oranı arttıkça homojenizasyon sonucu yağ damlacıklarının boyutunda önemli ölçüde küçülme meydana gelmiştir. Emülgatör karışımı ile hazırlanan emülsiyonlar ile QS'nin tek başına kullanıldığı emülsiyonların damlacık boyutu ve zeta potansiyeli analizinde benzer sonuçlar elde edilmiş ve bu durum saponinin ara yüzeyde daha baskın olarak adsorbe olabilme kapasitesi ile açıklanmıştır. Ayrıca, QS emülsiyonlarının diğer emülsiyonlara oranla daha geniş pH (3-7) aralığında kremalaşma ve agregasyona karşı stabil olduğunu belirtilmiştir. Yüksek tuz ve sıcaklık koşullarında ise hidrolize pirinç glutelini ve QS beraber kullanıldığı zaman daha stabil emülsiyonlar oluştuğu ve bu durumun güçlü sterik itmeye sebep olan kalın arayüzey tabakasının oluşmasından kaynaklandığı açıklanmıştır.

Sedaghat Doost ve ark., (2019) yaptıkları çalışmada emülgatör olarak QS kullanarak yüksek  $\zeta$ -potansiyele ( $-49.0 \pm 1.3$  mV) sahip kekik uçucu yağı içeren nano emülsiyonlar oluşturmuşlardır. Düşük yoğunluk ve yüksek hidrofobik özelliği ile sulu bir sistemde dağılamayan timolün nano emülsiyon oluşturulması ile daha iyi çözüldüğü ve yüksek yüzey alanına sahip olması ile taze tavuk göğsü etine uygulandığı zaman serbest timole göre antioksidan ajanı olarak etkinliğinin arttığını tespit etmişlerdir. Ayrıca +4 °C'de uzun depolama periyodunda nano emülsiyonların antioksidan aktivitesinde bir değişiklik olmadığı ve timol nanoemülsiyonlarının gıda ürünlerinin raf ömrünü uzatmak amacıyla kullanılabilceğini bildirmişlerdir.

Peng ve ark., (2018) yaptıkları çalışmada kurkumin nanopartikülleri üretilmesinde yüzey aktif madde olarak saponin kullanmışlardır. Kurkumin nanopartikülleri yüksek NaCl konsantrasyonu (>200 mM) ve düşük pH değerinde (<3)

elektrostatik itme kuvvetinin düşmesi nedeniyle agregasyona karşı stabil olmadığı fakat bu koşullar dışında hazırlanan emülsiyonların +4°C'de depolanması sırasında stabil kaldığını bildirmişlerdir. Ayrıca kurkumin nanoemülsiyonlarının serbest kurkumine göre in vitro olarak yapılan biyo erişebilirlik ve in vivo olarak yapılan biyo yararlılık analizlerinde çok daha iyi sonuçlar elde edildiğini bildirmişlerdir.

Shu ve ark., (2018) tarafından yapılan çalışma da ise astaksantin ile zenginleştirilmiş nanoemülsiyonlarının oluşum ve stabilizasyonunda ginseng saponini kullanılmıştır. Ginseng saponininin arayüzey gerilimi düşürme açısından yüksek etkinliğe sahip olduğunu ve yüksek basınçlı homojenizatör ile yaklaşık 125 nm boyutta damlacık oluşturma kapasitesine sahip olduğunu ve 5, 25 ve 40°C'de 15 günlük depolama boyunca hafif bir değişiklik ile stabil kaldığını belirtmişlerdir.

Riquelme ve ark., (2019) nanoemülsiyonların fiziksel stabilitesini araştırdıkları çalışmada QS, Tween 80 ve lesitin içeren nanoemülsiyonların santrifüjleme işlemi sonrasında herhangi bir krema oluşmayarak stabil kaldığını gözlemlemişlerdir. QS, Tween 80 ile karşılaştırıldığında etkinliği emülsiyonların elektronegatifliğin artması ve yüzey geriliminin azalması bakımından daha yüksek bulunurken, partikül boyutunun küçültülmesi (<100 nm) bakımından daha düşük bulunmuştur. Bu nedenle diğer emülsifiye edici maddelerle beraber kullanımının emülsiyonların stabilitesi bakımından daha iyi sonuçlar vereceğini belirtmişlerdir. Ayrıca, QS'in ilave edilmesinin emülsiyonların termal stabilitesini artırdığını ve bu nedenle sterilizasyon ve pastörizasyon esaslı gıdaların hazırlanmasında kullanılabileceği vurgulamışlardır.

Gonzalez ve Sörensén, (2020) yaptıkları çalışmada saponin içeren *Saponaria officinalis* ekstraktının sükröz, sodyum klorür, etanol ve düşük pH'lı ortamlardaki köpük oluşturma ve stabilitesini incelemiş ve sonuç olarak yarı kararlı katı benzeri köpük oluştuğu, diğer doğal kaynaklara göre daha yüksek kritik misel konsantrasyonunun meydana geldiği, oluşan köpüklerin pH değişikliğinden hafif bir şekilde etkilendiği ve ısı işlemi ile köpük oluşumunun arttığı belirlenmiştir. Ayrıca *Saponaria officinalis* ekstraktının sükröz, sodyum klorür ve etanollü ortamlardaki köpük özelliklerinin önemli bir şekilde değişmediği ve çok çeşitli gıda ortamlarında yüzey aktif madde olarak kullanım imkanının gelecek vaad edebileceğini belirtmişlerdir.

Luo ve ark., (2017) yaptıkları çalışmada soya lesitini ve QS'i %50 yağ içerikli emülsiyonların oluşturulmasında kullanmış ve bu ikili yüzey aktif madde karışımlarının her bir yüzey aktif maddenin tek başına kullanımlarına göre daha küçük damlacıklı ve daha yüksek fiziksel stabiliteli emülsiyonlar oluşturduklarını belirtmişlerdir.

Böttcher ve Drusch (2016) yaptıkları çalışmada ise farklı bitki kaynaklarından elde edilen ve yapısal olarak farklı olan saponin ekstraktlarının arayüzey ve köpük özelliklerini araştırmışlardır. Bidesmozidik triterpenoid yapıdaki *Quillaja saponaria* Molina (QS), *Gypsophila* (GYP) ve monodesmozidik triterpenoid yapıdaki *Camellia oleifera* Abel (TS) ve *Aesculus hippocastanum* (ESC) kaynaklarından elde edilen ekstraktlarla düşük arayüzey gerilimi ve stabil köpük oluşumu meydana gelirken, steroid saponin içeren *Tribulus terrestris* (TT) ve monodesmosidik triterpenoid saponin içeren *Glycyrrhiza glabra* (GA) ekstraktları ile daha zayıf arayüzey ve köpük özelliğine sahip olduğunu gözlemlemişler ve bu durumu glisirizinin daha az sayıda şeker zinciri içermesiyle ilişkilendirmişlerdir.

Böttcher ve ark., (2017) su ve yağ arayüzeyinde saponin ve beta-laktoglobulin karışımlarının adsorpsiyon, reoloji ve emülsiyon özelliklerinin belirlendiği çalışmada saponin ve beta-laktoglobulinin tek başına kullanıldığı durumda emülsiyonlarda daha büyük damlacık oluştuğu ve zeta potansiyelin -30 mV civarında olduğunu, karışım halinde kullanıldıklarında ise damlacık boyutu azalırken, zeta potansiyel konsantrasyona bağlı olarak -51 ve -67 mV değerlerine kadar düştüğünü gözlemlemişlerdir. Emülsiyonların görsel olarak değerlendirildiğinde ise yüzey aktif maddeler tek başına kullanıldıklarında kremalaşma ve koalesansa bağlı destabilizasyon gerçekleşirken, yüzey aktif maddeler karışım olarak kullanıldıklarında ise sadece koalesansın gerçekleştiğini bildirmişlerdir.

## 2.2 Çöven Ekstraktının Gıda Üretiminde Kullanımı

Çelik ve ark., (2007) sünger kek üretiminde yumurta akı proteinleri yerine köpürme özelliği bulunan *G. arrostii* var. *nebulosa* köklerinden elde ettikleri çöven ekstraktını %75'e kadar ikame etmenin kek hamurunun fiziksel ve reolojik özelliklerinde genel olarak değişiklik oluşturmadığını tespit etmişlerdir. Çöven ekstraktı ilavesi, sünger kekin duyuşsal özelliklerinde herhangi bir olumsuzluğa yol

açmazken, çignenebilirlik özelliğini %75 oranında iyileştirdiği ve kek hamuru formülasyonunda çöven ekstraktının belirli bir orana kadar yumurta akı proteinleri yerine köpük oluşturma ajanı olarak kullanılabilceğini belirlemiştir.

Kara (2021) yüksek fruktoz ihtiva etmesi nedeniyle doğrudan kurutulamayan ve içerisine yüksek miktarlarda yardımcı maddeler eklenmesi ile kurutulabilen nar suyunu, köpük kurutma yöntemi ile düşük miktarda köpürtme ve stabilizasyon ajanı ilave ederek kurutmuştur. Nar suyunun köpürtülebilmesi için saponin içeren çöven ve at kestanesi ekstraktları ilave edilerek kurutma yapılmış ve normal şartlar altında toza dönüştürülmeyen nar suyunun, saponin içerikli ekstraktlar sayesinde toza dönüştürülmesinin mümkün olduğu ve yüksek kalitede kurutulmuş ürün elde edildiği belirtilmiştir.

Çam ve Topuz, (2018) 4.5 mm boyutlarına küçültülen çöven (*Gypsophila bicolor*) köklerini 1:10 oranında su ile 95°C'de 3 saat boyunca ekstrakte etmiş ve ekstraktın konsantrasyonu ters osmoz yöntemi ile artırmışlardır. Püskürtmeli kurutucu ile toz haline getirdikleri ekstraktın toplam saponin tayinini gravimetrik yöntemle 46.3 gr saponin / 100 gr olarak bulmuşlardır. Su aktivitesi 0.36, ortalama parçacık boyutu 7.74 µm, yığın yoğunluğu 469 kg/m<sup>3</sup> ve suda çözünürlüğünü ise %94 olarak bulmuşlardır. Çöven tozu ile çövenin ticari olarak kullanılan sıvı ekstrakt formunun lokum üretiminde örneklerin renk ve görünümünde bir farklılık oluşturmazken, tahin helvası üretiminde çöven tozu kullanımı ile duyusal analiz puanlarının yükseldiğini ve tahin helvalarının yapısal özelliklerinin ise iyileştiğini bildirmişlerdir.

Battal ve ark., (2003) çöven ekstraktının saponin içeriği üzerine çöven kökü parçacık boyutu ve kaynatma süresinin etkisini incelemişlerdir. Bu amaç için çöven kökü geri soğutucu altında 24 saate kadar kaynatılmıştır. Çalışma sonuçlarına göre en yüksek saponin miktarı (7.556 g/100 g çöven), parçacık boyutunun 710-1180 µm olduğu çöven köklerinde belirlenmiş ve kaynatma deneme sonuçlarına istinaden 8. saatten sonra ekstraktın saponin ve briks değerinde önemli bir artış olmadığını tespit etmişlerdir.

Baylan (1990) 30 kg kadar çöven kökünü üzerini örtecek kadar su ile doldurup 4-5 kez kaynatmış ve 50 L kadar çöven kökü ekstraktı elde etmiştir. İnce Tabaka Kromatografisi (TLC) yöntemi ile, çöven köklerinde %2.81-4.17, helva üretiminde

kullanılan çöven kökü ekstraktında ise %0,56-1,62 (119-266mg/kg) arasında saponin bulunduğunu tespit etmiştir.

Ozdikicierler ve ark., (2014) *Gypsophila* bitkisinin köklerinden elde ettikleri ekstraktı maltodekstrin ilave ederek 15, 22.5 ve 30 briks konsantre ettikten sonra farklı iç hava (110°C, 135°C, 160°C) ve dış hava (50°C, 65°C, 80°C) sıcaklıkları kullanarak püskürtmeli kurutucu ile kurutmuşlardır. Hava giriş sıcaklığı 160°C, hava çıkış sıcaklığı 76.2°C olan çalışma koşullarında ve 15 briks dereceli ekstrakta en iyi sonuçlar elde edildiğini belirtmişlerdir. Çöven tozların 6 ay ortam şartlarında depolanmasının ürünün köpürme, saponin, nem, yığın yoğunluğu ve çözünabilirlik değerlerini değiştirmediğini gözlemlemişlerdir. Ayrıca çöven tozu ile ürettikleri tahin helvası ve lokum ile geleneksel sıvı ekstrakt ile üretilen ürünler arasında duyuşal ve analitik kalite kriterleri açısından önemli bir farklılığın olmadığını bildirmişlerdir.

Keçeli ve Konar, (2003) dondurma üretiminde salep yerine alternatif olabilecek stabilizatörlerin dondurmanın kalite parametreleri üzerine etkisini araştırmışlardır. Stabilizatör olarak, salep, keçi boynuzu, arap sakızı, jelatin, karboksimetil selüloz ve çöven kullandıkları çalışmada tüm dondurmaların duyuşal olarak beğenildiğini belirtmişlerdir. Salep ilave edilen dondurmaların kuru madde oranı %30.47 bulunurken, çöven ekstraktlı dondurmanın kuru madde miktarı %29.72 olarak bulunmuştur. Ayrıca hacim artışı ve ilk damla süresi bakımından dondurmalar arasında istatistiksel bir farklılık bulunmazken, çöven ekstraktının sulu formda ilave edildiği dondurmaların en düşük viskozite ve en yüksek sertlik değerlerine sahip olduğunu saptamışlardır.

Uşlu ve ark., (2010) yaptıkları çalışmada %8, 12 ve 20 nişasta içecek şekilde sade lokumlar, ayrıca %12 oranında nişasta ve %9.5 çöven ekstraktı ilaveli sultan lokumu üretmişlerdir. Çöven ekstraktının sultan lokumuna ayrı bir lezzet kazandırdığı ve duyuşal analizde %12 nişasta içeren lokum örnekleri ile benzer puanlarının olduğunu belirtmişlerdir.

Çağlayanlar (2006) Batı Karadeniz Bölgesi'nin yöresel çöven ekmeğinin fiziksel, duyuşal ve mikrobiyolojik kalitesinin, çöven ekmeği hamurunun ise reolojik özelliklerini belirlediği çalışmada, çöven ekstraktını; %0 (Kontrol), %25, %50 ve %100 oranında hamur eldesinde kullanmıştır. Çöven ekstraktı ilavesi ile hamurun

stabilite, su absorpsiyonu, uzama kabiliyeti ve kabarma indeksi artarken; mukavemet ve maksimum direncinin düřtüğünü; ekmeklerin ise renk, tekstür ve gözenekliliğın olumlu yönde geliştiğı ve ekmek içi yumuşaklığın ise arttığını bildirmiştir. Çövenin %100 oranında ilavesinin, toplam mikroorganizma, maya ve küf miktarlarını istatistiksel olarak önemli düzeyde düşürdüğünü tespit etmiştir.

### 3. MATERYAL ve YÖNTEM

Çalışmaya Orman ve Su İşleri Bakanlığı, Doğa Koruma ve Milli Parklar Genel Müdürlüğü 23.11.2016 tarihli 72784983-488.04-234894 sayılı Araştırma İzni alındıktan sonra başlanmıştır.

#### 3.1 Materyal

Çalışmamızda kullanılan çöven (*Gypsophila arrostii* var. *nebulosa*) kökleri, Isparta İli Atabey İlçesi'nden toplanmıştır. Çöven köküne ait tür teşhisi Süleyman Demirel Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi, Biyoloji Bölümü Öğretim Üyesi Prof. Dr. Hasan ÖZÇELİK tarafından yapılmıştır (Özçelik, 2016). Çöven ekstraksiyonu ve analizlerde kullanılan kimyasal malzemeler, analitik ve kromatografik saflıktadır. Dondurma üretiminde kullanılan malzemeler; tam yağlı UHT inek sütü (İçim, Ak Gıda), %35 yağlı krema (İçim, Ak Gıda), toz şeker (Torku, Konya Şeker), yağsız süt tozu (Nestlé Milano, Fransa), salep ve mono-digliserit piyasadan temin edilmiştir.

#### 3.2 Yöntem

Çalışma 3 aşamalı olarak planlanmıştır. Birinci aşamada; çöven ekstraktı çıkarılmış ve 3 farklı kurutma yöntemi (dondurarak, vakum etüv ve püskürtmeli kurutma) yöntemleri kullanılarak çöven tozları elde edilmiştir. Farklı kurutma yöntemlerinin çöven ekstraktı tozlarının kalite parametreleri üzerine etkisini ölçmek amacı ile bazı fizikokimyasal analizler, XRD ve FTIR analizleri, emülsiyon ve köpük oluşturma özellikleri ve SEM görüntüleri analiz edilmiştir. Farklı pH ortamlarındaki köpük ve emülsiyon oluşturma özellikleri, TOPSİS yöntemi uygulanarak en optimum alternatif belirlenmiştir. İkinci aşamada; çöven tozu dondurma miksi içerisine emülgatör olarak, mono-digliserit yerine belirli oranlarda ikame edecek şekilde ilave edilerek, 2 tekerrürlü olarak üretilmiş ve dondurma miksinin reolojik özellikleri incelenmiştir. Dondurma örneklerinin ise kimyasal kompozisyonu, DSC ile erime, donma ve camsı geçiş özellikleri ve SEM ile mikroyapısı incelenmiştir. Üçüncü aşamada ise; üretilen dondurma örnekleri 2 ay depolanmış ve 1., 30. ve 60. gün olarak 3 analiz periyodunda pH, titrasyon asitliği, hacim artışı, ilk damlama ve tamamen erime süresi, renk değerleri ve duyu nitelikleri bakımından çöven konsantrasyonu, depolama süresinin etkisi belirlenmiştir. Çalışmaya ait iş akış şeması Şekil 3.1'de verilmiştir.



**Şekil 3.1** Çalışmanın İş Akış Şeması

### 3.2.1 Çöven Kökünden Ekstrakt Eldesi

Ordu Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölüm Laboratuvarına getirilen çöven kökleri çeşme altında bol su ile fırçalanarak topraklarından arındırılmıştır. Yıkama işleminden sonra 60°C’de fanlı etüvde 2-3 saat boyunca kurutulmuştur. Kurutulan çöven kökleri çekiç yardımı ile parçalandıktan sonra Samsun Ondokuz Mayıs Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümünde bulunan kırıcı-öğütücü tip laboratuvar değirmeninde öğütülmüştür. Çalışmada öğütme işlemi sonrasında elekten geçirilerek 1.7-2.5 mm parçacık boyutuna tasnif edilen çöven kökleri kullanılmıştır (Şekil 3.2).



**Şekil 3.2** Çalışmada kullanılan çöven kökleri ve öğütülmüş hali



Çöven kökünden ekstrakt eldesi için öğütülmüş çöven köklerinden (*Gypsophila arrostii*), 1 kg tartılarak üzerine 10 kg su ilave edilmiş ve karışım 8 saat boyunca kaynatılması sonrasında elde edilen ekstraktlar filtre kağıdından süzildükten sonra birleştirilerek son konsantrasyon 29.5 briks olana kadar konsantre edilmiş ve kurutma aşamasına kadar -22 °C’de muhafaza edilmiştir. Suda çözünen kuru madde tayini; Hanna HI 96801 cihazı ile yapılmıştır.

### **3.2.2 Çöven Ekstraktından Çöven Tozu Eldesi**

Çöven ekstraktının toz forma dönüştürülebilmesi için etüv, vakum etüv, dondurarak kurutma ve püskürterek kurutma olmak üzere dört farklı kurutma yöntemi denenmiştir. Etüv kurutma yöntemi deneme çalışmalarında, ekstrakt yapışkan-macunumsu bir şekilde kuruyarak toz forma dönüşmemiştir. Bu nedenle bu kurutma yöntemi çalışmaya dahil edilmemiştir.

#### **3.2.2.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi**

Çöven ekstraktının püskürterek kurutma yöntemi ile toz forma dönüştürülmesi Samsun Ondokuz Mayıs Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölüm laboratuvarında bulunan Buchi Mini Spray Dryer B-290 (İsviçre) cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.3). Kurutma işlemi için cihazın çalışma koşulları literatür bilgileri esas alınarak ekstraktın besleme hızı 12 ml/dk, hava giriş sıcaklığı 160°C, hava çıkış sıcaklığı 80°C, kuru hava debisi 414 L/saat, pompa hızı %35, aspiratör hızı %100 olarak ayarlanmıştır. Kurutma işlemi sonrasında elde edilen çöven tozu kapaklı cam kavanozlarda ağzı parafilm ile kaplanarak +4°C’de muhafaza edilmiştir.



**Şekil 3.3** Çöven ekstraktının püskürtmeli kurutucu ile toza dönüştürülmesi

### **3.2.2.2 Dondurarak Kurutma Yöntemi**

Çöven ekstraktının dondurarak kurutma yöntemi ile toz forma dönüştürülmesi için cam petri kaplarına 20 ml ölçüde konulan ekstrakt  $-20^{\circ}\text{C}$ 'de 22 saat bekletilerek dondurulmuştur. Daha sonra  $-50^{\circ}\text{C}$ 'de 0.1 mbar basınçta laboratuvar ölçekli liyofilizatör (Labconco, ABD) ile 24 saat boyunca kurutulmuştur (Şekil 3.4).



Şekil 3.4 Çöven ekstraktının liyofilizatör ile toza dönüştürülmesi

### 3.2.2.3 Vakum Etüv ile Kurutma Yöntemi

Çöven ekstraktının vakum etüv yöntemi ile toz forma dönüştürülmesi, 70°C'de 70 mbar basınçta laboratuvar ölçekli vakum etüv cihazı (Memmert, Almanya) kullanılarak 2 saat boyunca yapılmıştır. Kurutma sırasında cihaz içerisinde oluşan vakumun ekstrakta meydana getirdiği köpürme sayesinde örneğin yüzey alanının artmasıyla ürün toz forma dönüştürülebilmiştir (Şekil 3.5). Kurutma işleminde seçilen sıcaklık ve vakum değerleri ön denemeler ile belirlenmiştir.



Şekil 3.5 Çöven ekstraktının vakum etüv ile toza dönüştürülmesi

### **3.2.3 Çöven Tozunda Yapılan Analizler**

#### **3.2.3.1 Fizikokimyasal Analizler**

Çöven tozlarının nem içeriği; 3 gr örneğin 105°C'deki etüvde sabit tartıma gelene kadar kurutulması sonrasında oluşan ağırlık kaybından yararlanarak % olarak hesaplanmıştır (AOAC, 1990). Çöven tozlarının su aktivitesi; su aktivitesi ölçüm cihazı (Aqualab dew point water activity mater 4TE, ABD) kullanılarak belirlenmiştir. Çöven tozlarının renk tayini; Minolta Chroma Meter (Osaka, Japan) cihazı kullanılarak L\*, a\*, b\* renk sistemi cinsinden belirlenmiştir. Çöven tozların yığın yoğunluğu ise; Caliskan ve Dirim (2016) tarafından kullanılan yöntemde bazı değişikliklerle uygulanmıştır. 5 gr çöven tozu 25 ml plastik ölçüm mezürüne tartılmış ve ortalama 5 cm yükseklikten 120 kez zemine vurulması sonrasında toz kütlelerinin mezürde kapladığı son hacme bölünmesiyle yığın yoğunluğu hesaplanmıştır.

#### **3.2.3.2 Çözünürlük Analizi**

Çöven tozlarının çözünürlük analizi Goula ve Adamopoulos (2008) tarafından uygulanan yöntemle yapılmıştır. 2 gr çöven tozu tartılmış ve üzerine 50 ml saf su ilave edilerek manyetik karıştırıcıda 600 rpm hızda 4.5x 12 mm boyutunda manyetik balık yardımıyla karıştırılmıştır. Sonuçlar, tozların tamamen çözünebilmesi için gereken sürenin saniye cinsinden kaydedilmesi ile belirlenmiştir. Farklı yöntemlerle kurutulmuş olan çöven tozlarının çözünürlük hızı üzerine sıcaklığın etkisini tespit için analizler 4, 25, 55 ve 85°C'de uygulanmıştır.

#### **3.2.3.3 X- Işını Kırınımı (XRD) Analizi**

Çöven tozlarının XRD analizleri, Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (KİTAM) tarafından yapılmıştır. Örneklerin XRD desenleri, Rigaku SmartLab X-ray difraktometre (40 kV, 30 mA, Almanya) cihazı ile 5-50° (2θ) açıları ve 2°/dk hız koşullarında elde edilmiştir.

#### **3.2.3.4 Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi**

Çöven ekstraktının farklı yöntemlerle kurutulmasının kimyasal yapıda bir değişikliğe sebep olup olmadığını saptayabilmek için FTIR analizi, Yıldız Teknik Üniversitesi Gıda Mühendisliği'nde bulunan ATR-FTIR (Bruker Tensor 27, Almanya) cihazı ile yapılmıştır. Örneklerin FTIR spektrumu 600-4000 cm<sup>-1</sup> dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir.

### **3.2.3.5 Zeta Potansiyeli ve Partikül Boyutu Analizi**

Çöven tozlarının zeta potansiyeli ve partikül boyutu analizleri Erciyes Üniversitesi Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (ERNAM) tarafından Zetasizer ZS90 cihazı (Malvern Instruments, İngiltere) ile gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçları Zetasizer Software programı ile değerlendirilmiştir.

### **3.2.3.6 Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Görüntüleme**

Kurutulmuş çöven tozlarının partikül yapısının görüntülenmesi, Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) ZEISS GEMİNİ 500 cihazı ile Erciyes Üniversitesi, Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (TAUM) tarafından gerçekleştirilmiştir. Çöven tozlarının FESEM görüntüleri, 3 kV voltajda 250 ve 3500 kat büyütülerek incelenmiştir.

### **3.2.3.7 Toplam Saponin Analizi**

#### **3.2.3.7.1 Çöven ekstraktı saflaştırma**

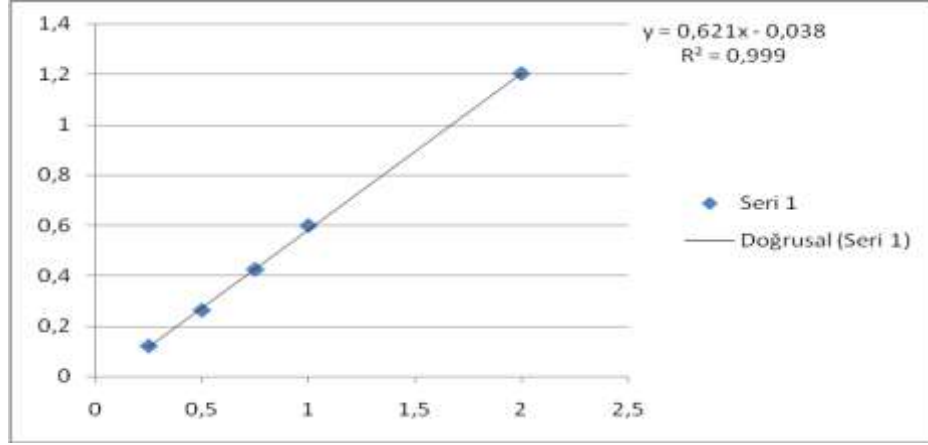
30 ml 10° briks'lik çöven suyu ayırma hunisine aktarılmıştır. İçerisinde bulunabilecek renk ve benzeri safsızlık unsurlarını uzaklaştırmak amacıyla 30 ml dietileter ile eter fazı renksizleşene kadar ayırma hunisi içinde ekstraksiyon yapılmış ve üsteki eter fazları atılmıştır (Şekil 3.6). Eter ile ekstraksiyon sırasında emülsiyon meydana gelmiş ve bu emülsiyon birkaç damla n-bütanol damlatılarak giderilmiştir. Daha sonra ekstraktta 2.5 gr sodyum klorür ilave edilmiş ve 0.1 N HCl çözeltisi kullanılarak pH değeri 4.5 olacak şekilde ayarlanmıştır. Yapılan bu işlem ile sulu ekstrakt içerisindeki saponinin bir sonraki ekstraksiyon aşamasında kullanılan n-bütanol çözgeni içerisine geçme oranının artırılması ve kolaylaştırılması sağlanmıştır. pH değeri 4.5 olarak ayarlanan ekstrakt ayırma hunisi içerisinde 30 ml su ile doyurulmuş n-bütanol ile bütanol fazı renksizleşene kadar ekstrakte edilmiş ve bütanollü üst faz alınarak sulu faz olan alttaki faz atılmıştır. n-bütanol ile yapılan ekstraksiyon sırasında oluşan emülsiyon birkaç damla etanol kullanılarak giderilmiştir. Birleştirilen n-bütanollü ekstrakt toplam hacmi kadar %5'lik sodyum klorür çözeltisi ile 2 defa ayırma hunisinde yıkanmış ve oluşan alt fazlar atılmıştır. Tuzlu su ile yıkama aşamasından sonra ekstrakt bir kez de damıtık su ile yıkanmıştır. Daha sonra n-bütanollü ekstrakt rotary evaporatörle vakum altında 65°C sıcaklıkta yoğunlaştırılmıştır (Baylan, 1990).



Şekil 3.6 Çöven ekstraktının saflaştırılması

### 3.2.3.7.2 Spektrofotometrik Yöntem ile Analiz

Ektraksiyonlar ve ön işlemler sonrasında elde edilen numunenin saponin içeriği spektrofotometre cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Farklı şekillerde kurutulmuş olan çöven tozlarının toplam saponin tayini, Hiai ve ark., (1976) tarafından kullanılan yöntemde bazı modifikasyonlar yapılarak gerçekleştirilmiştir. Bu analiz metodu sülfirik asit varlığında vanilin ve saponin kompleksinin renk oluşturması prensibine bağlıdır. Bu amaç için %8'lik vanillin (Merck-Art. 8510) çözeltisi 99.5% etanol içerisinde hazırlanmıştır. 0.25 ml çöven örneği 0.25 ml vanillin çözeltisi ile karıştırılmış ve üzerine 2.5 ml % 72'lik sülfirik asit ilave edilmiştir. Örnekler, 10 dk boyunca 60 °C' de inkübasyona bırakılmıştır. *Quillaja saponaria* L. bark saponin (Sigma-Aldrich-47036) standardı ve örnek kullanılarak 200 ile 700 nm arasında tarama yapılarak en iyi absorbanın olduğu dalga boyu belirlenmiştir. Örneklerin  $\lambda=448$  nm'de absorbanları ölçülmüştür. Standart olarak *Quillaja saponaria* L. bark saponin kalibrasyon eğrisinin çiziminde referans olarak kullanılmıştır. Şekil 3.7'de ise toplam saponin miktarını hesaplamada referans alınan QS standardına ait kalibrasyon eğrisi grafikleri belirli konsantrasyonlardaki absorbanı okunarak çizilmiştir.



Şekil 3.7 *Quillaja saponaria* L. saponine ait kalibrasyon grafiği (mg/ml)

### 3.2.3.8 Köpürme Analizleri

Çöven tozlarının köpük kapasitesi (KO) ve köpük stabilitesini (KS) belirlemek amacıyla Nagarajan ve ark., (2012) tarafından uygulanan metod modifiye edilerek uygulanmıştır. Bu amaç için 250 mg örnek 50 ml'lik mezüre konulmuş ve 25 ml su ilave edilmiştir. 0.1 M ve 5 M HCl veya 0.1 M ve 5M NaOH ile örneklerin pH'sı 2, 3, 4, 5, 6 ve 7'ye ayarlanmıştır. Örnekler ultra turrax ile 14000 devir/dak. da 3 dak. boyunca çırpılmıştır. Homojenizasyondan hemen sonra ve oda sıcaklığında 60 dk beklendikten sonra örneklerin köpük hacmi ölçülerek köpük kapasitesi ve stabilitesi aşağıdaki formüller yardımıyla belirlenmiştir.

$$KO: (V_T/V_0) \times 100 \quad (3.1)$$

$$KS: (V_t/V_0) \times 100 \quad (3.2)$$

- $V_T$  : Çırpma sonrası toplam hacim  
 $V_0$  : Çırpma öncesi başlangıç hacim  
 $V_t$  : 60 dk sonraki toplam köpük hacmi

### 3.2.3.9 Emülsiyon Analizleri

Çöven tozlarının emülsiyon analizlerinin gerçekleştirilmesi amacıyla 50 ml'lik falkon tüpe 150 mg çöven tozu tartılmış ve üzerine 15 ml saf su ve 5 ml ayçiçek yağı ilave edilmiştir. 0.1 M ve 5 M HCl veya 0.1 M ve 5 M NaOH ile örneklerin pH'sı 2, 3, 4, 5, 6 ve 7'ye ayarlanmıştır. Örnekler ultra turrax ile 20000 devir/dk'da 1 dk boyunca homojenize edilmiştir.

### 3.2.3.9.1 Zeta Potansiyeli ve Damlacık Boyutu Analizi

Emülsiyonların zeta potansiyeli ve damlacık boyutu analizleri Erciyes Üniversitesi Nanoteknoloji Araştırma Merkezinde (ERNAM) tarafından Zetasizer ZS90 cihazı (Malvern Instruments, İngiltere) ile gerçekleştirilmiştir. Zeta potansiyeli ölçümü örneklerin herbirinin kendi pH'sı ve pH 3 noktasında gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçları Zetasizer Software programı ile değerlendirilmiştir.

### 3.2.3.9.2 Emülsiyon Aktivite İndeksi

Çöven tozlarının emülsiyon aktivite analizleri Nagarajan ve ark., (2012) tarafından kullanılan yöntem modifiye edilerek kullanılmıştır. Emülsiyon oluştuktan hemen sonra ve 10 dk sonra 10 µl örnek bir tüp içerisine alınarak üzerine 5 ml %0.1 sodyum dodesil sülfat çözeltisi ilave edilmiş ve ardından tüp içerisindeki karışım yol boyu 1 cm olan küvetlere alınarak karışımın 500 nm dalga boyundaki adsorbansı spektrofotometrede ölçülmüştür. Karışımın emülsiyon aktivite indeksi aşağıdaki formül kullanılarak belirlenmiştir.

Literatürde bu yöntem, daha ziyade protein konsantrasyonu baz alınarak kullanılmasına rağmen kullanılan ekstrakt konsantrasyonu baz alınarak hesaplamaların yapıldığı çalışmalarda vardır (Wang ve ark., 2010; Kaewmanee ve ark., 2014).

$$EAI (m^2/g) = 2 \times 2.303 \times A \times DF / I\phi C \quad (3.3)$$

- A : 500 nm dalga boyundaki absorbans değeri  
I : Küvet yol boyu  
DF : Seyreltme faktörü  
 $\phi$  : Hacimsel yağ fraksiyonu  
C : Emülsiyonun birim hacmi başına protein ağırlığı(g/ml<sup>-1</sup>)

### 3.2.3.9.3 Emülsiyon Stabilite İndeksi

Çöven tozlarının emülsiyon stabilite indeksi değerleri 0. ve 10. dakika absorbans değerlerinin belirlenmesi ile hesaplanmıştır. Emülsiyon stabilite indeksi değeri aşağıda belirtilen formülle hesaplanmıştır.

$$ESI (min) = A_0 / (A_0 - A_{10}) \times \Delta t \quad (3.4)$$

- A<sub>0</sub> : 0. Dakikadaki absorbans değeri  
A<sub>10</sub> : 10. dakikadaki absorbans değeri  
 $\Delta t$  : Zaman aralığı



#### 3.2.3.9.4 Kremalařma İndeksi

Emülsiyonların kremalařma indeksi analizini gerekleřtirmek amacıyla 20 ml emülsiyon örneęi (1.5 x 17 cm) yükseklikteki cam test tüpüne aktarılmıř ve +4°C’de depolanarak 1. ve 7. gün analiz edilmiřtir. Depolama sürecinde oluřma ihtimali olan tabakalar; üst kısımda normal emülsiyondan daha opak ve daha beyaz renkte görünen krema tabakası ortada emülsiyonla aynı renkte olan süspansiyon tabakası ve alt kısımda ise emülsiyona göre daha řeffaf ve saydam görüntüde olan serum tabakasıdır. Kremalařma indeksinin belirlenmesinde krema tabakası esas alınmıř ve krema tabakasının yükseklięinin ölçülmesi prensibine baęlı olarak analiz gerekleřtirilmiřtir (Wu ve ark., 2012). Kremalařma indeksi ařaęıdaki formül yardımıyla hesaplanmıřtır.

$$\% CI_{KT} = (H_{KT}/H_T) \times 100 \quad (3.5)$$

% CI : Emülsiyonun kremalařma indeksi  
H<sub>KT</sub> : Krema tabakasının yükseklięi  
H<sub>T</sub> : Emülsiyon tabakasının yükseklięi

#### 3.2.3.9.5 Floresan Mikroskobu ile Görüntüleme

Farklı yöntemler ile kurutulmuř öven tozları ile hazırlanmıř emülsiyonların morfolojilerini görüntülemek amacıyla floresan mikroskop kullanılmıřtır. Emülsiyonun yaę fazının floresan mikroskopta görüntülenebilmesi için, Nile red boyama yöntemi kullanılmıřtır. Nile red boyası etanolde (1 mg/ml) özdürölmüř ve 1 ml emülsiyon ierisine 100 µl Nile red özeltisi eklenerek yaę fazı floresan mikroskopta görünür hale getirilmiřtir. Görüntüleme iřlemi DAPI filtre kullanılarak yapılmıř ve görüntüler 20x büyütme oranında kaydedilmiřtir. Görüntüleme Ordu Üniversitesi ODÜMARAL merkezinde gerekleřtirilmiřtir.

#### 3.2.3.10 TOPSIS Yöntemi ile Optimum Arayüzey Özelliklerinin Belirlenmesi

Farklı yöntemlerle kurutulmuř öven tozlarının farklı pH’larda oluřturulan özelti ve emülsiyonlarının optimum arayüzey özelliklerinin belirlenmesi amacıyla, Çok Kriterli Karar Verme (TOPSIS) yöntemi uygulanmıř ve karar verme kriteri olarak özelti ve emülsiyonların kremalařma indeksi, köpük oluřturma kapasitesi, köpük stabilitesi, emülsiyon aktivitesi ve emülsiyon stabilitesi indeksi deęerleri baz alınmıřtır. Analiz altı ařamalıdır (Ozturk ve ark., 2014b).

İlk olarak, karara matrisi ařaęıdaki formül ile normalize edilmektedir.

$$x_{ij} = \frac{a_{ij}}{\sqrt{\sum_{k=1}^m a_{kj}^2}} \quad k = 1, 2, 3, \dots, i, \dots, k, \quad i = 1, 2, \dots \quad (3.6)$$

İkinci olarak, normalize karar matrisi aşağıdaki formül ile oluşturulmuş olup, ölçülecek olan beş parametrenin hepsinin katsayısı 0.20 olarak belirlenmiştir.

$$v_{ij} = x_{ij} \times w_{ij} \quad (3.7)$$

Üçüncü olarak, aşağıdaki formüller vasıtasıyla pozitif ve negatif ideal sonuçlar belirlenmiştir. Kremalaşma indeksi negatif parametre, diğerleri ise pozitif parametre olarak kabul edilmiştir.

$$A^+ = \{v_1, v_2, v_3, \dots, V_n^+\} \quad (\text{maksimum sonuçlar}) \quad (3.8)$$

$$A^- = \{v_1, v_2, v_3, \dots, V_n^-\} \quad (\text{minimum sonuçlar}) \quad (3.9)$$

Dördüncü olarak, aşağıda verilen formüllerle pozitif ve negatif ideal sonuçlardan her bir alternatifin uzaklığı belirlenmiştir.

$$d_i^+ = \sqrt{(v_{ij} - v_{ij}^+)^2} \quad (3.10)$$

$$d_i^- = \sqrt{(v_{ij} - v_{ij}^-)^2} \quad (3.11)$$

Beşinci olarak, her bir alternatif için ideal sonuca yakınlık katsayısını ifade eden C değeri aşağıdaki formülle belirlenmiştir.

$$C = \frac{d_i^-}{d_i^+ + d_i^-} \quad (3.12)$$

Son olarak, C değerlerine göre alternatifler sıralanmış ve en yüksek 3 sonuç, en iyi arayüzey özelliği gösteren kurutma tekniği ve çalışma pH'sı olduğu sonucuna varılmıştır.

- $x_{ij}$  : Normalize edilmiş değer
- $v_{ij}$  : Ağırlıklı normalize değer
- $w_{ij}$  : Kriterin belirlenen katsayısı
- $d_i^+$  : Pozitif ideal sonuçtan alternatifin uzaklığı
- $d_i^-$  : Negatif ideal sonuçtan alternatifin uzaklığı

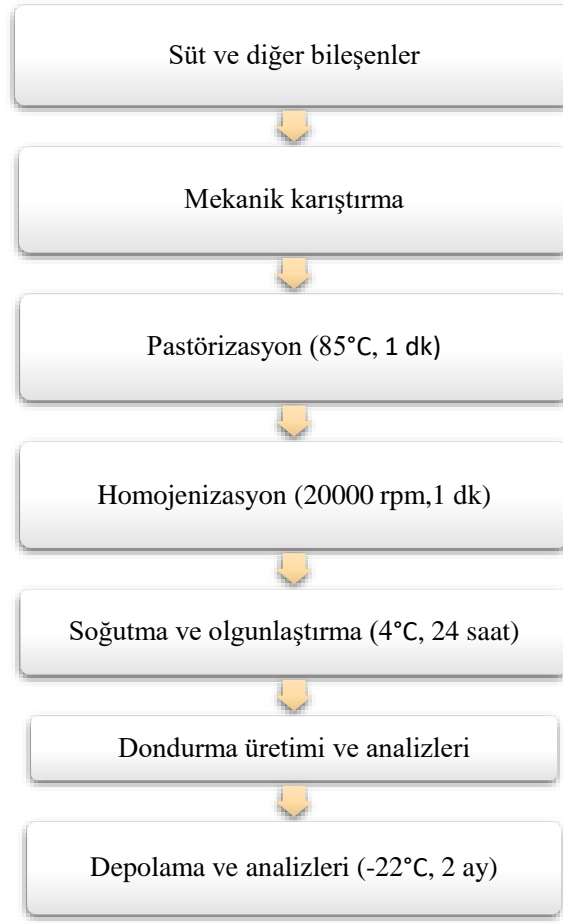
### 3.2.4 Dondurma Üretimi ve Analizleri

Dondurma miksi %72 süt, %7.2 krema (%35 yağlı), %7.2 süt tozu, %12.95 şeker, %0.5 salep ve %0.15 emülgatör olacak şekilde dondurma formülasyonu oluşturulmuştur. Emülgatör olarak ise mono-digliserit yerine çöven tozu (püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen çöven tozu), Çizelge 3.1’de verildiği şekilde farklı oranlarda ilave edilmiştir. Dondurma üretiminde püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen çöven tozunun tercih edilme sebebi ise diğer kurutma yöntemlerine göre daha düşük nem içermesidir.

**Çizelge 3.1** Dondurma emülgatör formülasyonu (%)

Örnek Kodu	Çöven Tozu	Mono-digliserit
K	0.0	100
D1	10	90
D2	20	80
D3	30	70
D4	40	60
D5	50	50
D6	60	40
D7	70	30
D8	80	20
D9	90	10
D10	100	0.0

Süt içerisine toz bileşenler ve krema ilave edilmiş, topaklanma olmaması amacıyla çırpma teli ile sürekli karıştırılarak 85°C’ye ısıtılmış ve 1 dk boyunca pastörize edilmiştir. Ocaktan indirilen dondurma miksi 1 dk süreyle ultratüraks ile 20000 rpm hızla homojenize edilmiştir. Dondurma miksleri 4°C’de 24 saat süreyle olgunlaşmaya bırakılmıştır. Olgunlaşan dondurma miksleri dondurma makinasında (Delonghi II Gelataio ICK5000) 20 dk boyunca karıştırma ve soğutma işlemine tabi tutularak dondurmaya işlenmiştir. Dondurma örnekleri, analizleri yapılana kadar -18 °C’de depolanmıştır.



Şekil 3.8 Dondurma üretimi iş akış şeması

#### 3.2.4.1 Dondurma Mikslerinin Reolojik Analizi

Dondurma mikslerinin görünür viskozite değerleri ve akış davranış özellikleri kesme kontrollü ve peltier sistemli reometre (Thermo-HAAKE, Mars III, Karlsruhe, Almanya) cihazı ile koni-plaka konfigürasyonu (koni çapı: 35 mm, aç: 2°) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçümler 4°C’de gerçekleştirilmiş ve her ölçüm öncesi sıcaklığın dengeye gelmesi için 1 dk beklenilmiştir. Reometrenin plakası üzerine mikropipet yardımıyla 1 ml dondurma miksi konulmuş ve ölçüm sırasında kesme hızı 0-200 s<sup>-1</sup> olarak ayarlanarak görünür viskozite, kesme hızı ve kesme gerilimi verileri kaydedilmiştir. Bütün dondurma miksleri, 3 paralel olarak analiz edilmiştir.

Dondurma mikslarına ait akış davranış özellikleri Ostwald de Waale model kullanılarak belirlenmiştir. Modele ait formül ve parametreler aşağıda verilmiştir.

$$\tau = K (\dot{\gamma})^n \quad (3.13)$$

- $\tau$  : kayma gerilimini (Pa)  
 $K$  : kıvam katsayısı (Pa.s<sup>n</sup>)  
 $\dot{\gamma}$  : kesme hızını (s<sup>-1</sup>)  
 $n$  : akış davranış indeksi (boyutsuz)

### 3.2.4.2 Dondurma Analizleri

#### 3.2.4.2.1 Kuru madde Miktarı

Dondurma örneklerinin kuru madde tayini AOAC 940.26 No'lu metoda göre yapılmıştır (AOAC, 1990). Bu amaçla sabit tartıma getirilip darası alınan tartım kaplarına aktarılan 2-3 gr örnek, 105°C'deki etüvde, sabit tartıma gelene kadar kurutulmuş ve sonrasında ağırlık kaybı baz alınarak, örneklerin % kuru madde miktarları hesaplanmıştır.

#### 3.2.4.2.2 Yağ Miktarı

Dondurma örneklerinde yağ oranı Gerber yöntemine göre ve TS 1330'a göre belirlenmiştir (Anonim, 1999). Bütirometre içerisine sırasıyla, 10 ml sülfürik asit ve 1 ml amil alkol ilave edilmiştir. Daha sonra üç kat su ile seyreltilmiş olan dondurma örneklerinden 11 ml bütirometrenin iç çeperine damlatılmak suretiyle ilave edilmiş, ağzı kapatılmış ve yavaşça karıştırılmıştır. Bütirometreler 65°C'lik su banyosunda, 5 dk bekletildikten sonra 1100 rpm hızla 5 dk boyunca santrifüj edilmiştir. Bütirometrenin üst kısmında biriken yağ miktarının okunabilmesi amacıyla, tıpa itilerek, yağın dereceli kısımda birikmesi sağlanmıştır. Ölçülen yağ hacmi, seyreltme faktörü dikkate alınarak (%) olarak hesaplanmıştır.

#### 3.2.4.2.3 Protein Miktarı

Dondurmalarda toplam azot oranı, Kjeldahl yöntemine göre belirlenmiştir. Kjeldahl tüplerine 1 gr örnek, 10 mL sülfürik asit (d=1.84 g/mL, %95 saflıkta) ve katalizör ilave edilmiş ve yakma işlemi uygulanmıştır. Yakma işlemi sonrasında otomatik destilasyon cihazı ile distilasyon işlemi (50 mL %35' lik NaOH, 50 mL saf su ve 30 mL %4' lük borik asit) yapılmış ve elde edilen destilat 0.1 N HCl çözeltisi ile titre edilmiştir. Aynı işlemler referans örnek içinde uygulanmıştır. Örnekte kullanılan

HCl miktarından referans örnekte kullanılan HCl miktarı çıkarılmıştır. % Azot miktarı aşağıda verilen formül ile hesaplandıktan sonra, çıkan sonuç 6.38 faktörü ile çarpılarak protein miktarı belirlenmiştir (Çelik ve Temiz, 2020).

$$\%Azot = 100 \times \frac{V \times N \times 0.014}{G} \quad (3.14)$$

V : HCl çözeltisinin hacmi (mL)  
N : HCl çözeltisinin normalitesi  
g : Örnek ağırlığı (g)

#### 3.2.4.2.4 Kül Miktarı

Dondurma örneklerinin kül miktarı tayini, AOAC 940.26 No'lu metoda göre yapılmıştır (AOAC., 1990). 550°C'de sabit tartıma getirilip darası alınan porselen krozelere 2-3 gr örnek tartılmış ve daha sonra 105°C'deki etüvde 3 saat süreyle, kül analizindeki sıçramayı önlemek için ön yakma işlemi uygulanmıştır. Örnekler etüvde 3 saat kurutulduktan sonra 650°C'deki kül fırınına alınmış ve siyah kalıntı kalmayana kadar yakma işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem sonunda örnekler, desikatöre alınmış ve sabit tartıma geldikten sonra tartılmıştır. Örneklerin % kül miktarları hesaplanmıştır.

#### 3.2.4.2.5 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümleri

Dondurma örneklerinin termal özellikleri, soğutma ünitesi ile donatılmış Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC, Q100, TA Instruments Inc., ABD) cihazıyla Yıldız Teknik Gıda Mühendisliği Bölümü'nden hizmet alımı ile yapılmıştır. 15 mg örnek alüminyum krozelere tartılarak üzeri hermetik olarak kapatılmış ve boş bir kroze referans kroze olarak cihaza yerleştirilmiştir. İlk olarak, 10°C/dk artışlarla sıcaklık derecesi -80°C'ye soğutulmuştur. 2 aşamada sıcaklık -80°C'den -40°C'ye ısıtılmış ve maksimum buz oluşumunu sağlamak için bu sıcaklıkta 30 dk bekletilmiştir. 3. aşama olarak 10°C/dk artışlarla sıcaklık -80°C'ye soğutulmuş ve 5 dk bekletilmiştir. 6. aşamada -80°C'den 20°C'ye 5°C/dk artışla ısıtılmıştır. Elde edilen termogramlar ile camsı geçiş noktası, erime noktası ve donma noktası sıcaklıkları tayin edilmiştir (Kavaz, 2015).

#### **3.2.4.2.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Görüntüleme**

Dondurma örneklerinde buz kristalleri SEM (QUANTA FEG 250), Gaz ikincil elektron detektörü (GSED) kullanılarak x4000 ve x16000 oranında büyütülerek görüntülenmiştir. Analizler NABİLTEM tarafından yapılmıştır.

#### **3.2.4.3 Dondurmalarda Depolama Süresince Yapılan Analizler**

Dondurma örneklerinin renk, pH, titrasyon asitliği, hacim artış indeksi, ilk damlama ve tamamen erime süresi, duyu analizleri 1., 30. ve 60. günlerde yapılmıştır.

##### **3.2.4.3.1 pH Değeri Analizi**

Dondurma örneklerinin pH değerleri, Ohaus marka pH metre kullanılarak belirlenmiştir.

##### **3.2.4.3.2 Titrasyon Asitliği Analizi**

5 g dondurma miksi üzerine 25 ml saf su ilave edilerek örneğin su içerisinde homojen bir şekilde dağılması sağlandıktan sonra bir kaç damla fenolftalein indikatöründen damlatılıp, ayarlı 0.1 N NaOH çözeltisi ile hafif pembe renk elde edilinceye kadar titre edilmiştir. Asitlik, harcanan alkali miktarının aşağıdaki formülde yerine konmasıyla laktik asit cinsinden % asitlik olarak tespit edilmiştir (Cemeroğlu, 2007).

$$\% \text{ Asitlik} = ((V \times N \times 0.098) / M) \times 100 \quad (3.15)$$

V	:	Harcanan 0.1 N NaOH çözeltisinin hacmi (mL)
N	:	Titrasyonda kullanılan ayarlı NaOH çözeltisinin normalitesi
M	:	Örnek miktarı (g)

##### **3.2.4.3.3 Renk Analizi**

Renk ölçümleri, renk ölçüm cihazı (Minolta, Chromameter CR-400, Japonya) kullanılarak yapılmıştır ve sonuçlar CIE Skalasına göre verilmiştir. L\*, a\* and b\* değerleri sırasıyla parlaklık, kırmızılık ve sarılık değerlerini göstermektedir.

#### 3.2.4.3.4 Hacim Artış (overrun) İndeksi Analizi

Dondurma örneklerinin hacim artış indeksi analizi eşit hacimli plastik kaplara doldurulan dondurmalarda yapılmıştır. Dondurma örneklerinin ve erimiş haldeki ağırlığının (miks ağırlığı) mukayesesine dayalı olan yöntem kullanılmıştır. Hacim artışı % olarak (%HA) aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanmıştır (Soukoulis ve Tzia, 2018).

$$\% HA = ((MA - DA) / DA \times 100) \quad (3.16)$$

DA : Dondurmanın ağırlığı (g)

MA : Eritilmiş dondurma karışımının ağırlığı (g)

#### 3.2.4.3.5 İlk damlama ve Tamamen Erime Süresi

100 ml'lik olarak kaplara doldurulan dondurma örnekleri 1 mm gözenekli tel üzerine konularak oda sıcaklığında örneklerin ilk damlama süresi ve tamamen erime süreleri kaydedilmiş ve toplam süre saniye cinsinden verilmiştir.

#### 3.2.4.3.6 Duyusal Analiz

Çöven ekstraktı tozu ve mono-digliserit kullanılarak hazırlanan dondurma örneklerinin renk-görünüş, koku-tat, yapı-kıvam, genel kabul edilebilirlik özellikleri, TSE 4265 baz alınarak Ek. 1'de sunulan dondurma duyusal analiz kriter ve puan cetveline göre hazırlanan duyusal değerlendirme formu ile 10 eğitimli panelist tarafından 5 puan üzerinden değerlendirilerek yapılmıştır. Duyusal analiz için hazırlanan dondurma örnekleri Şekil 3.9'da görülmektedir.



Şekil 3.9 Duyusal analiz için hazırlanan dondurma örnekleri



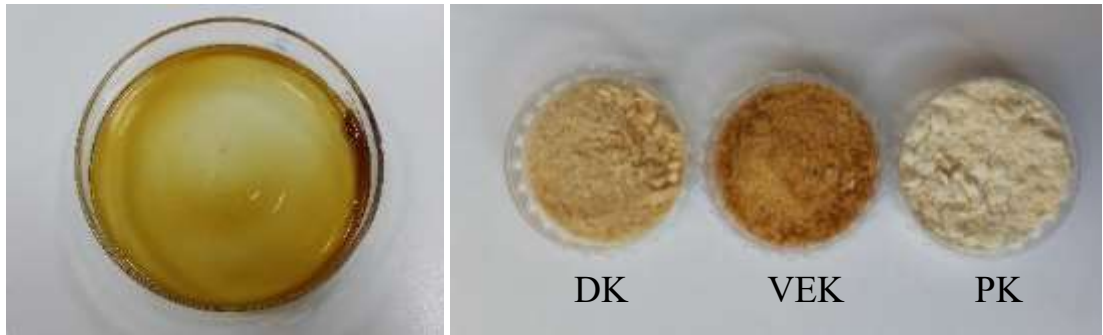
### **3.2.5 İstatistiksel Analiz**

Çalışmada elde edilen çöven tozları ve çöven tozlarıyla hazırlanan emülsiyon örnekleri, dondurma miksleri ve üretilen dondurma örneklerinin analiz edilen bazı özellikleri bakımından gruplar arasında fark olup olmadığı SPSS (IBM, 26 versiyon) istatistik program kullanılarak tek faktör ANOVA ile analiz edilmiştir. Dondurma örnekleri arasında depolama süresince ölçülen özellikler bakımından bir farklılık olup olmadığı iki faktör ANOVA ve Tukey çoklu karşılaştırma testine tabi tutularak yapılmıştır.

## 4. BULGULAR ve TARTIŞMA

### 4.1 Farklı Yöntemle Kurutulmuş Çöven Tozlarının Özelliklerinin Belirlenmesi

Çöven ekstraktı dondurarak, vakum etüv ve püskürtmeli kurutma yöntemleri ile toz formuna dönüştürülmüştür (Şekil 4.1). Dondurarak kurutma yönteminde -50 °C’de 0.1 mbar basınç uygulaması ile ürün toz formuna dönüştürülmüştür. Püskürtmeli kurutma yönteminde çöven ekstraktı hava giriş sıcaklığı 160°C ve hava çıkış sıcaklığı 80°C kurutma koşullarında kurutulmuştur. Vakum etüv yönteminde ise deneme çalışmaları sırasında düşük sıcaklık derecelerinin (50 ve 60°C) tercih edilmesi, örneğin toz formuna dönüşmesi için yeterli gelmediği tespit edilmiş ve bu nedenle 70°C sıcaklık uygulaması seçilmiştir. Ayrıca uygulanan 70 mbar vakum oranlarında ortam basıncının düşürülmesiyle örnekte köpüklerin oluşumu gözlemlenmiş ve köpük tabakalarının geniş yüzey alanı oluşturması sayesinde buharlaşma hızlı bir şekilde gerçekleşerek ekstrakt camsı görünümlü toz formuna dönüştürülebilir bir nitelik kazanmıştır. Normal etüv yöntemiyle 70°C’de yapılan kurutma denemelerinde ise vakum işleminin olmamasıyla ekstrakt toz formuna dönüşmemiş, yapışkanimsi ve macunumsu bir ürün oluşmuştur. Bu durum çöven ekstraktının içerdiği saponinin yapısında bulunan düşük molekül ağırlıklı şekerler ve glukuronik asit varlığından kaynaklanmaktadır. Bu bileşiklerin camsı geçiş sıcaklığı düşük olup kurutma işleminin ilerleyen zamanlarında viskozitenin artması ile lastiksi fazda kalarak yapışkanimsi bir form almış ve camsı faza geçememiştir (Telis ve Martínez-Navarrete, 2009). Bu sonuçlara dayanarak etüv uygulaması ile kurutma işleminin öğütülebilir toz formunda olabilmesi için belirli bir düzeyde vakum ve sıcaklığın gerekli olduğu sonucuna varılmıştır.



**Şekil 4.1** Çöven ekstraktının etüv kurutma denemesi ve farklı yöntemlerle kurutulmuş toz formları

#### 4.1.1 Fizikokimyasal Özellikleri

Farklı yöntemlerle kurutulan çöven tozlarının bazı fizikokimyasal özellikleri Çizelge 4.1’de sunulmuştur. Farklı yöntemlerle kurutma işleminin toz örneklerin nem içeriği, su aktivitesi, yığın yoğunluğu ve renk değerleri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli çıkmıştır ( $p<0.05$ ).

Nem içeriği, su aktivitesi ve yığın yoğunluğu gibi özellikler toz gıda ürünleri için önemlidir. Toz ürünün raf ömrü, nem içeriği ve su aktivitesi ile yakından ilgilidir. Çöven tozlarının nem içeriği %2.93 ve %5.93 arasında değişmiştir. Püskürtmeli kurutma yönteminde %2.93 nem içeriği bulunmuştur. Çam ve Topuz (2018) ise aynı yöntem ile benzer sıcaklık parametrelerinde yaptığı kurutma işlemi sonucu çöven tozlarının %3.89 ile daha yüksek nem içerdiğini belirlemişlerdir. Kurutulan ekstraktın viskozitesi ve besleme hızı gibi işlem parametrelerine bağlı olarak atomizasyon ile oluşan damlacık boyutları farklılaşabilir. Bu durum ise, ısı transfer hızında değişiklikler ortaya çıkararak farklı nem içerikli ürünler oluşturabilmektedir.

**Çizelge 4.2** Farklı kurutma yöntemleri ile elde edilen çöven tozlarının bazı fizikokimyasal özellikleri

Çöven Tozları	Nem içeriği (%)	Su aktivitesi	Yığın Yoğunluğu (kg/m <sup>3</sup> )	L*	Renk a*	b*
<b>DK</b>	4.18±0.42 <sup>a</sup>	0.3126±0.0 <sup>b</sup>	345±12 <sup>a</sup>	76.58±1.94 <sup>b</sup>	2.78±0.31 <sup>b</sup>	27.74±0.48 <sup>b</sup>
<b>VEK</b>	5.93±0.90 <sup>b</sup>	0.4824±0.0 <sup>c</sup>	472±15 <sup>c</sup>	48.16±0.97 <sup>a</sup>	8.82±0.34 <sup>c</sup>	32.96±0.81 <sup>c</sup>
<b>PK</b>	2.93±0.22 <sup>a</sup>	0.2875±0.0 <sup>a</sup>	435±18 <sup>b</sup>	93.58±1.47 <sup>b</sup>	-0.29±0.12 <sup>a</sup>	14.90±1.16 <sup>a</sup>

DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu; a-c: Aynı sütundaki farklı küçük harfler, incelenen nitelik bakımından çöven tozları arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Nem içeriği ve su aktivitesi değerleri, en düşük püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilirken en yüksek değer vakum etüv yöntemi ile kurutulan örneklerde tespit edilmiştir. Püskürtmeli kurutma işlemi sırasında atomizer vasıtasıyla kurutma ünitesine püskürtülen sıvı damlacıkları mikron boyutunda olmasından dolayı yüzey alanı artmış, böylelikle ekstraktın içerdiği su diğer kurutma tekniklerine göre çok daha kolay ve etkin bir şekilde uzaklaştırılabilmektedir. Ancak vakum kurutma işleminde ısı transferinin hava akımı ile değil de kurutucu tepsi yüzeyinden yapılması ve zamanla su içeriğinin azalması ile birlikte ekstraktın yüzeyinde kabuk oluşumunun da etkisiyle suyun uzaklaştırılması zorlaşmaktadır. Bu nedenlerden dolayı vakum etüv kurutma yöntemiyle elde edilen tozların nem içeriği ve su aktivitesi değerleri diğer kurutma

yöntemleri ile elde edilen örneklere göre daha yüksek olduğu düşünülmüştür. Literatür kaynakları incelendiğinde genellikle, püskürtmeli kurutucu ile elde edilen tozların su aktivitesi ve nem içeriğinin diğer yöntemlere göre daha düşük olduğu çeşitli çalışmalarda gözlemlenen bir durumdur (Caliskan ve Dirim, 2016).

Yüksek şeker içerikli gıdaların kurutulması sırasında ya da sonrasında yüksek nem çekme gibi sorunlar açığa çıkabilmektedir. Şeker ve asit içeriği yüksek olan çöven ekstraktında yapışkanlık sorunu saponinin yapısında bulunan düşük molekül ağırlıklı şekerler ve glukuronik asit varlığından kaynaklanmaktadır. Bu bileşiklerin ortak özelliği camsı geçiş sıcaklığı değerlerinin düşük olmasıdır. Camsı geçiş sıcaklığında moleküllerin hareketliliği ve viskozite azalarak çökme ve yapışma sorunları açığa çıkmaktadır (Chen ve Özkan, 2007). Bu nedenlerden dolayı tozların en az nem içermesi önem arz etmektedir.

Kurutulmuş gıdaların düşük su aktivitesi değerleri (0.20-0.40) enzimatik, hidrolitik ve mikrobiyel gelişime karşı stabil olmalarını sağlar (Caliskan ve Dirim, 2016). Püskürtmeli kurutma tekniğiyle elde edilen tozların düşük su aktivitesi değerleri (0.2875) kimyasal ve mikrobiyolojik bozulmalara karşı daha stabil yapabilmektedir. Vakum etüv yöntemi ile elde edilen tozların su aktivitesi (0.4824) ve nem içeriği (%5.93) ise diğer kurutma tekniklerine göre daha yüksektir.

Ozdikicierler ve ark., (2014) maltodekstrin ile kaplayarak püskürtmeli kurutucu ile elde ettikleri çöven tozlarının su aktivitesi değerlerini, farklı kurutma sıcaklık koşulları ve briks derecesine bağlı olarak 0.077 ile 0.453 arasında belirlemişlerdir. Bu çalışmada, benzer briks ve sıcaklık parametrelerinde, su aktivitesi değerleri daha yüksek (0.2875) tespit edilmiştir. Çalışmalara ait sonuçlardaki farklılığın, çöven tozunun maltodekstrin ile kaplanmasıyla kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kurutma işlemi ile sıvı ekstraktların toz haline dönüştürülmesi, ürünün raf ömrünün uzatılmasının yanı sıra paketleme, taşıma gibi proseslerde işlem kolaylığı ve maliyeti düşürmesi açısından gereklilik arz etmektedir. Yığın yoğunluğu en yüksek ( $472 \text{ kg/m}^3$ ) vakum etüv kurutma yöntemi ile elde edilen tozlarda elde edilmiştir.

Püskürtmeli kurutma yönteminde, yığın yoğunluğu,  $435 \text{ kg/m}^3$  olarak ölçülmüş olup, Çam ve Topuz (2018) %20 çözünebilir kuru madde içerikli çöven ekstraktını

püskürtmeli kurutucu ile 450-500 ml/sa besleme hızı ve bu çalışmayla benzer sıcaklık parametrelerinde kuruttukları çalışmada, çöven tozlarının yığın yoğunluğunu 469 kg/m<sup>3</sup> olarak ölçmüşlerdir. Aradaki küçük farklılık ise bizim ekstraktımızın konsantrasyonun %30 çözünebilir kuru madde içerikli olup, 720 ml/sa besleme hızı ile kurutulmuş olmasına bağlı olabilir. Besleme hızı ve ekstraktın viskozitesindeki farklılıklar, damlacıkların daha küçük damlacıklara indirgenmesine, bu durum ise kurutulmuş toz ürünün parçacık boyutunun azalmasına ve dolayısıyla yığın yoğunluğunun düşmesine sebep olmuş olabilir. Dondurarak ve püskürtmeli kurutma yöntemi toz ürünün yığın yoğunluğunu önemli ölçüde azaltırken, vakum kurutma tekniğinde yığın yoğunluğu partikül büyüklüğünün artmasıyla daha yüksek ölçülmüştür. Bu çalışmada yığın yoğunluğunu en çok azaltan (345 kg/m<sup>3</sup>) kurutma yöntemi dondurarak kurutma yöntemi olmuştur. Dondurarak kurutmada porozite diğer bir deyişle gözeneklilik Şekil 4.2’de görüldüğü üzere artmıştır. Yığın yoğunluğu gözeneklilikle ters orantılı olup, yüksek gözenekliliğe sahip olan malzemeler daha düşük kütle yoğunluğuna sahiptir (Chranioti ve ark., 2016). Küçük boyutlu partiküllerin oluşması, partiküller arası çekici kuvvetlerin artmasına sebep olmakta ve bu durum da yığın yoğunluğunun azalmasına sebep olmaktadır (Mirhosseini ve Amid, 2013). Ayrıca birim hacimde daha geniş temas yüzey alanlı olan küçük boyutlu parçacıkların partiküller arası boşlukları doldurması malzemenin sıkıştırılabilirliğini artırarak paketlenmesinde avantaj sağlamaktadır. Böylelikle, yığın yoğunluğu toz ürünün kalitesinin belirlenmesinde önemli özelliklerden olan partikül şekli, boyut ve dağılımı hakkında da fikir vermektedir (Tonon ve ark., 2008).

Çöven ekstraktı tozlarının, renk özellikleri kurutma tekniğine bağlı olarak farklılık göstermiştir (Çizelge 4.1). Kurutma işlemi örneklerin aydınlık değerlerinde önemli bir artışa sebep olmuştur. Aydınlık (L=100) ve karanlık (L=0) göstergesi olan L\* değeri püskürtmeli kurutucuda (93.58) bulunurken, bunu dondurarak kurutma (76.58) takip etmiş, en düşük değer (48.16) vakum etüvle kurutma tekniğinde elde edilmiştir. Bu çalışmayla uyumlu bir şekilde, Caliskan ve Dirim (2016), sumak ekstraktından püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemi ile elde ettikleri tozların aydınlık değerlerinin arttığını bildirmiştir. Kırmızılık (+a) değeri en düşük olarak püskürtmeli kurutucu ile kurutulan tozlarda bulunurken, Şekil 4.1’de görüldüğü gibi en yüksek a\* değeri 8.82 ile vakum etüv kurutucu ile elde edilen tozlarda bulunmuştur.

Vakum etüv kurutma yönteminde kurutma işlemi oluşan köpük yüzeylerinden sağlanması ve püskürtmeli kurutma yöntemine göre daha büyük tabakalar şeklinde kurumanın gerçekleşmesi ve işlem sırasında da sıcak havaya daha fazla maruz kalmış olması; düşük  $L^*$  değeri ve yüksek  $a^*$  değerine sahip toz ürün elde edilmesine sebep olmuş olmuştur. Sarılık değeri ( $+b$ ) değeri, en yüksek olarak vakum etüv ile yapılan kurutma yönteminde elde edilirken, en düşük ise püskürtmeli kurutucuda elde edilmiştir.

Ozdikicierler ve ark., (2014) çöven ekstraktının maltodekstrin ile kaplayarak benzer briks ve püskürtmeli kurutma koşullarında  $L^*$ ,  $a^*$  ve  $b^*$  değerlerini sırasıyla 82.60, 2.36 ve 13.21 olarak ölçmüştür. Bu çalışmaya göre daha düşük aydınlık ve daha yüksek kırmızılık değerinin belirlenmiş olması, çöven tozunun maltodekstrin ile kaplanarak kurutulmuş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

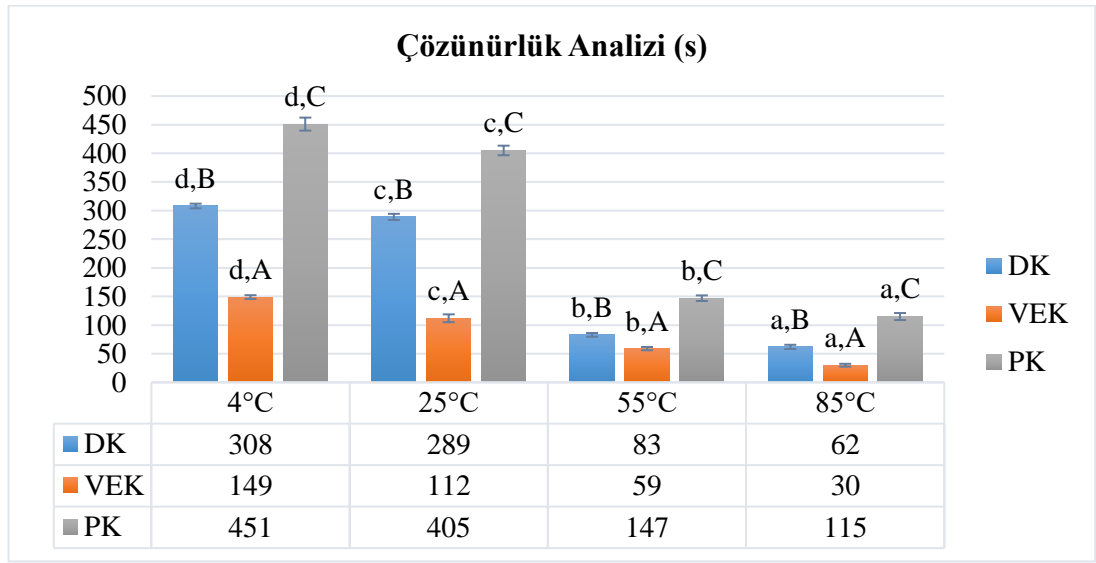
Wang ve ark., (2010) keten tohumu gamı tozlarının, kurutma yöntemine bağlı olarak en yüksek parlaklık değerini sırasıyla püskürtmeli kurutma, dondurarak kurutma ve vakum etüv yönteminde belirlemişlerdir.  $a^*$  değeri ise en düşük püskürtmeli en yüksek vakum etüv yöntemi ile elde edilen tozlarda belirlenmiş olup, bu çalışmada elde edilen sonuçlarla uyumludur.

#### **4.1.2 Çözünürlük Analizi**

Toz formdaki gıda bileşenlerinin yüksek hızla ve kolay çözünebilmesi, gıda üretimi esnasında kullanımını kolaylaştırmaktadır. Çözünürlük analizi, tozların sulu çözeltilerdeki davranışlarının belirlenmesinde en güvenilir ölçütlerden biridir. Çözünebilme, ıslanma, batma ve dağılma gibi çözünebilme aşamalarının gerçekleşmesi sonrasında meydana gelir (Chen ve Özkan, 2007).

Çözünürlük analizi sonucunda en yüksek çözünürlük hızı vakum etüv kurutmada elde edilmiş olup,  $4^{\circ}\text{C}$  ve  $85^{\circ}\text{C}$ 'de sırasıyla 149 s ve 30 s olarak değişmiştir. Vakum etüv kurutma yönteminde diğer yöntemlere göre çözünme süresi daha kısa olmuştur. Bu durum, oluşturulan vakum sayesinde kurutma sırasında ekstraktta ince köpük serum tabakalarının oluşması ve sonrasında kurumanın gerçekleşmesi ile ince ve büyük toz partiküllerinin oluşmasına bağlıdır. Böylelikle, çözünme sırasında suyun toz partiküllerine penetrasyonunu artırmıştır (Chen ve Özkan, 2007). En düşük çözünürlük hızı ise püskürterek kurutulmuş örneklerde saptanmıştır (Şekil 4.2).

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma yönteminde ürünün çok küçük partiküllere dönüşmesi sebebiyle partiküller arası çekim kuvveti artmış olup, bu durum özellikle püskürtmeli kurutucu ile elde edilen toz örneklerin, su içerisinde yığın halinde hareket etmesine ve su ile temas yüzeylerinin azalmasına sebep olarak, çözünürlük süresini artırmıştır. Püskürtmeli kurutucudan elde edilen çöven tozlarının partikül büyüklükleri genel olarak 10 µm'nin altında kalmakta ve bu durum partiküller arasında moleküler çekim kuvvetlerinin oluşmasına (kohezyon kuvvetleri) sebep olarak tozların çözünebilirliğini düşürmektedir (Chen ve Özkan, 2007).



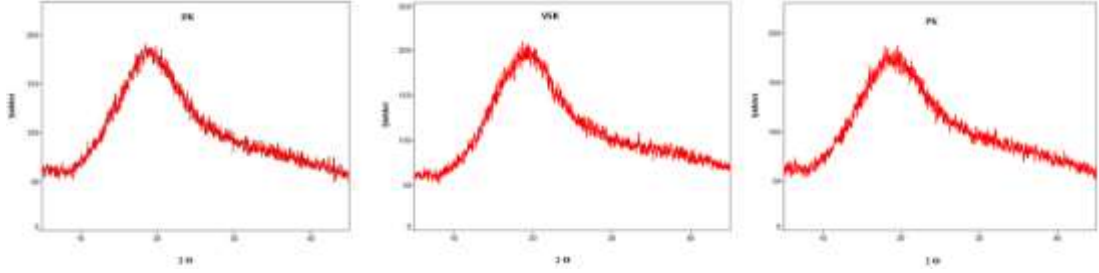
**Şekil 4.2** Çöven tozlarının çözünürlükleri üzerine sıcaklığın etkisi.

DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu. a-c: Farklı küçük harfler, uygulanan sıcaklık bakımından önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir. A-C: Farklı büyük harfler, çözünürlük bakımından çöven tozları arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Ozdikicierler ve ark., (2014) maltodekstrin kaplayarak kuruttukları çöven tozlarının 30°C'de çözünürlük süresini 477 s olarak ölçmüş olup, bu çalışma da 25°C'de çözünürlük süresi daha düşük (405 s) belirlenmiştir. Bu sonuç, çöven ekstraktının maltodekstrin ilave edilmeden kurutulmasıyla çözünürlük süresinin daha kısa olabileceğini göstermektedir. Ayrıca, Ozdikicierler ve ark., (2014) 30 brikslik çözelti ile elde etmiş oldukları çöven tozlarının ortalama partikül boyutunu yaklaşık 30 µm olarak belirlemiş olup, bu çalışmada püskürtmeli kurutma ile elde edilen çöven tozlarının partikül boyutu Şekil 4.7'de görüldüğü üzere daha küçük olmasına rağmen daha kısa çözünme süresi belirlenmiştir.

### 4.1.3 XRD Analizi

Farklı kurutma yöntemlerinde uygulanan ısı farklılıklarının çöven tozlarının yapılarında kimyasal bir değişiklik oluşturup oluşturmadığını belirlemek amacıyla yapılan XRD analizi sonuçları Şekil 4.3'te gösterilmiştir. Toz örneklerine ait XRD desenleri incelendiğinde, üç örnekte de herhangi pik oluşmadığı ve netice olarak kimyasal yapıda değişiklik meydana gelmediği gözükmemektedir.



**Şekil 4.3** Çöven tozlarına ait XRD desenleri DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu

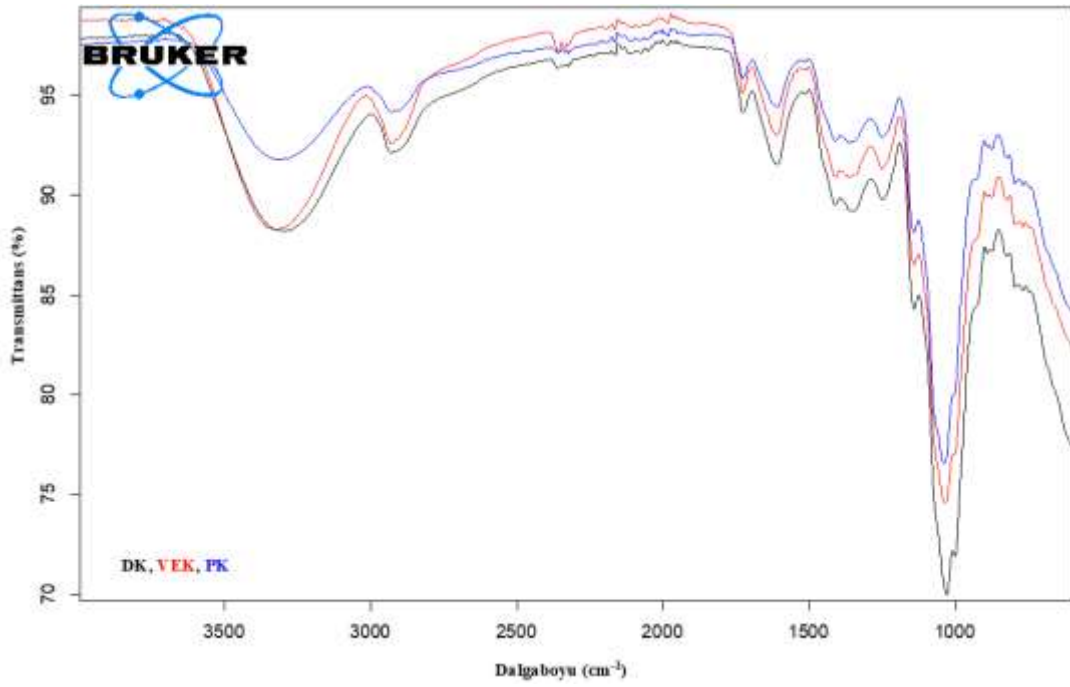
XRD analizinde pik gözlemlenmemesi incelenen malzemenin amorf olduğunu, pik açığa çıkması ise kristal yapıda olduğunu göstermekte olup, literatürle uyumlu bir şekilde çöven tozlarının amorf yapıda olduğu anlaşılmaktadır. Jarzebski ve ark., (2019) saponin içeren *Aesculus hippocastanum* L. ekstraktının XRD desenini, bu çalışmayla uyumlu bir şekilde amorf olduğunu bildirmişlerdir. Peng ve ark., (2018) yaptıkları çalışmada bu çalışmayla uyumlu olarak, saf saponinin XRD sonuçlarına göre hiçbir kırınım piki gözlemlenmediği ve bu durumun saponinin kristal bir durumda olmayıp amorf yapıda olduğunu göstermekte olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca saponin maddesi, kristal yapıda olan kurkumin ile nanopartikül oluşturulmasında kullanıldığında ise kurkuminin kristal yapısını inhibe ettiğini ve nanopartiküllerin amorf özellik gösterdiğini ve nanopartiküllerin amorf formunun ise ilaç ve gıda takviyesi gibi çeşitli salınım uygulamalarında biyoyararlılığı artırması nedeniyle avantaj oluşturduğunu belirtmişlerdir.

### 4.1.4 FTIR Analizi

Şekil 4.4'de farklı yöntemlerle kurutulmuş olan çöven tozlarına ait FTIR spektrumları verilmiştir. FTIR analizi sonuçlarına göre; 3320  $\text{cm}^{-1}$  bandında şeker ve nem içeriğine bağlı olarak O–H titreşimlerini gösteren geniş bir pik oluşmuştur. 2930  $\text{cm}^{-1}$  civarındaki pik ise metil gruplarındaki C–H bağlarının karakteristik gerilim



titreşimleridir.  $1730\text{ cm}^{-1}$  civarındaki gerilme piki ise karbonil bağlarının C=O uzantısı olup, saponin ekstraktında karboksil grupların varlığına işaret etmektedir.  $1608\text{ cm}^{-1}$  bandındaki pik ise C=C bağlarındaki gerilmeleri göstermektedir. Sapogenine bağlı şeker halkalarının varlığı ise  $1030$  ve  $1140\text{ cm}^{-1}$  civarlarında oluşan C-O-C titreşim pikleriyle kendini göstermektedir. Saponinin glikozidik yapısı,  $3450$  ve  $1055\text{ cm}^{-1}$  bandında güçlü bir absorpsiyonla hidroksil (OH) gruplarının varlığı ile gözükmiştir (Kareru ve ark., 2008).



**Şekil 4.4** Çöven tozlarına ait FTIR spektralleri. DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu

Bu çalışmada tespit edilen saponinin karakteristik FTIR fonksiyonel grup absorpsiyonları Peng ve ark. (2018), Jarzëbski ve ark. (2019), Almutairi ve Ali (2015), ve Böttcher ve Drusch (2016) tarafından yapılan çalışmalarla uyumludur. Kareru ve ark., (2008) farklı tıbbi bitkilere ait FTIR spektrumlarını analiz ettikleri çalışmada absorpsiyon piklerinin benzerlik gösterdiğini gözlemlemişlerdir. Ayrıca oleanan tipi triterpenoid saponinlerin  $1730\text{ cm}^{-1}$  civarında açığa çıkan C=O gerilme pikinin oleanolik asit –ester bağlarından kaynaklandığını, bu saponinlerin yapıya iki glikon bağlantısı ile (glikozidik ve ester grup) bağlanmalarından dolayı bidesmozidik yapıda olmalarının muhtemel olduğunu ve bu pikin teşhis edilmediği *Entada leptostachya* ve

*Rapanea rhododendroides* bitkilerine ait saponinlerin ester bağının yokluğundan dolayı monodesmozidik yapıda olabileceğini bildirmişlerdir.

Almutairi ve Ali (2015) QS'in farklı ekstrakt ve standartlarında  $1730\text{ cm}^{-1}$  bandında ayırıcı bir şekilde konumlanmış bir pikin var olduğunu ve oleanan tip triterpenoid saponinlerin glikozidik ve ester grupları olmak üzere sapogenine iki glikon bağlantısı içerdiklerinden dolayı, C=O infrared absorbansı verdiğiğine değinmişlerdir. Bu çalışmada  $1730\text{ cm}^{-1}$  bandında C=O bağına ait pik oluşmuş olup *Gypsophila* bitkisinin bidesmozidik ve oleanan tip triterpenoid yapıya sahip olduğunu desteklemektedir.

$1250$  ve  $600\text{ cm}^{-1}$  arası parmak izi bölgesinde açığa çıkan pikler her madde için ayırıcıdır. Diğer bir deyişle iskelet titreşimlerinin olduğu bu bölge moleküle spesifik olarak yapının teşhisinde önemli bir bölgedir. Sun ve ark., (2010) *Asparagus officinalis* L. köklerinden izole ettikleri steroidal saponinlerin üzerine yaptıkları çalışmada  $3420$  ve  $1045\text{ cm}^{-1}$  bandında hidroksil gruplarının güçlü absorpsiyon verdiğini ve steroidal saponin yapısının tipik absorpsiyonlarının ise  $987$ ,  $919$ ,  $897$  ve  $840\text{ cm}^{-1}$  bantlarında olduğunu rapor etmişlerdir.

Böttcher ve Drusch (2016) *Gypsophila* saponinlerinin ara yüzeydeki pH ve iyonik güçteki değişikliklerden çok etkilenmemelerini, FTIR analizlerinde  $1730\text{ cm}^{-1}$  bandında açığa çıkan C=O pikinin düşük absorpsiyonu ile ilişkilendirmişlerdir. *Gypsophila* saponinlerinin, QS, GA ve ESC'ye göre çok düşük C=O pikine sahip olmasının düşük miktarlarda karboksilik grubun varlığına işaret etmekte olduğunu belirtmişlerdir. Non iyonik yüzey aktif maddelerin ana avantajı iyonik güç değişikliğine karşı duyarsız olmalarıdır. Bu ise molekül içerisinde ayrışabilir durumda bir iyonik grubun olmamasından kaynaklanmaktadır (McClements ve Gumus, 2016).

Almutiri ve Ali (2015), sabun cevizi (*Sapindus mukorossi*)'nin ham ekstraktı ve *Quillaja saponaria* standardına ait FTIR spektrumunun birbirine çok benzer bir spektruma sahip olduğu ve bu nedenle ekstraktın saflaştırma aşamalarına gerek kalmadan analizinin yapılabileceğini rapor etmişlerdir. Bu çalışmada ise saflaştırılmamış çöven tozları kullanılmış olup, spektrumlarında pik kaybolması, kayması veya yeni pik oluşumu gibi herhangi bir değişikliğin ortaya çıkmaması, kurutmada farklı yöntem kullanılmasının kimyasal yapıda değişikliğe yol açmadığını

göstermektedir. Püskürtmeli kurutma yöntemiyle kurutulmuş olan çöven tozlarına ait  $3320 \text{ cm}^{-1}$  civarında gözlemlenen sinyalin diğer toz örnekleri ile karşılaştırıldığında şiddetinin düşük olması nem oranının düşüklüğüyle açıklanabilir. Moniri ve ark., (2020) üronik asit ve polisakkarit içerikli dere otu tohumunu (*Lepidium sativum*) farklı yöntemler ile kurutmanın parmak izi bölgesinde herhangi bir değişikliğe yol açmadığını belirlemişlerdir.

#### 4.1.5 FESEM Görüntüleri

Şekil 4.5, 4.6, 4.7’de FESEM ile elde edilen görüntüler, kurutma yöntemlerine bağlı olarak çöven tozlarının yüzey morfolojisinde farklılıklar oluştuğunu göstermektedir.

Şekil 4.5’te görüldüğü gibi dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen çöven tozlarının farklı boyutlarda, düzensiz ve süngerimsi yapıya sahip olup, bu yapı dondurarak kurutmaya özgü olarak açığa çıkan ve Chranioti ve ark., (2016) tarafından yapılan çalışmadaki görüntüyle de benzerlik içerisindedir.

Dondurarak kurutma sıvı ürünün ön işlem olarak dondurulması sonrasında ürün içerisindeki buz kristalleri halinde bulunan suyun süblimasyon ile uzaklaştırılması yöntemidir. Donma işlemi sırasında ekstraktaki su ile çözünmüş halde bulunan diğer bileşenler ayrışmaktadır. Bu durumdan dolayı, suyun uzaklaştırılması ile kurutulmuş olan tozda gözenekli yapı oluşmaktadır. Toz ürünün yapısındaki gözeneklerin boyut ve dağılımı donma sırasında oluşan buz kristallerinin boyut ve dağılımına bağlı olarak değişmektedir (Chranioti ve ark., 2016).

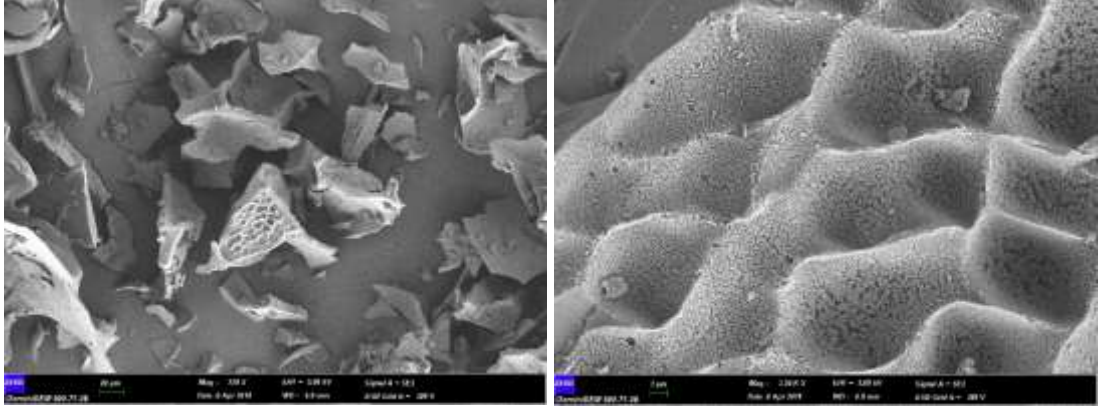
Vakum etüv yönteminde ise ortam basıncının düşmesiyle örnekte köpüklerin oluşumu ve köpük tabakalarının ise ince ve geniş yüzey alanı oluşturması sonrasında meydana gelen kuruma ile ekstrakt camsı görünümlü toz formuna dönüşmüştür (Şekil 4.6).

Şekil 4.7 incelendiğinde; çöven tozlarında püskürtmeli kurutma tekniği ile kurutulan malzemelerin tipik şekli olan küresel şekiller oluşmuştur (Chranioti ve ark., 2016). Nadiren bazı çatlak oluşumu gözlemlenirken genel olarak küresel şekillerin yüzeylerinde içe çökmelerin meydana gelmesiyle düz olmayan buruşuk bir yüzey oluşmuş olup, partikül boyutunun da heterojen olduğu görülmektedir. Partiküllerin dış yüzeyi yeterince elastik değilse aşırı genleşme sonrasında çatlaklar, parçalanmalar

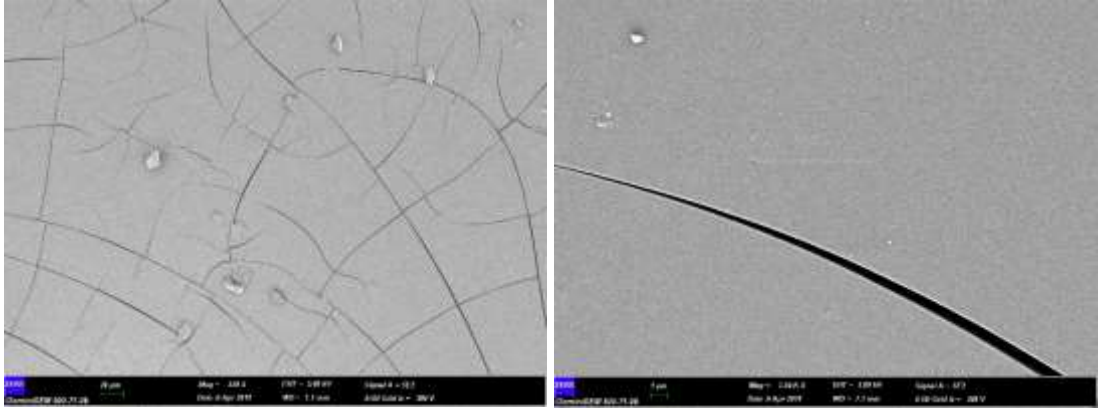
oluşabilir (Jafari ve ark., 2007). Püskürtmeli kurutma yöntemi ile üretilen küresel partiküller üzerinde oluşan çöküntülere literatürdeki çalışmalarda sıkça rastlanmaktadır. Püskürtmeli kurutma işlemi sırasında sıcak hava ile karşılaşan ekstrakt damlalarının yüzeyinde hızlıca buharlaşma meydana gelerek kabuk oluşmaktadır. Damlacık içerisinde ise su yüksek sıcaklıkta buharlaşırken basınç oluşturarak genişlemeye sebep olur ve su buharın tamamen uzaklaşması sonrasında ise genişleyen yapının yüzeyinde yani kabukta çöküntüler meydana gelmektedir (Ferrari ve ark., 2012).

Püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen partiküllerin boyutu, ekstraktın viskozitesi ile de alakalıdır. Ekstraktın viskozitesi düştükçe, kurutma kabine atomizasyon sırasında daha küçük boyutlu damlacıkların beslenmesi, küçük boyutlu partiküllerin oluşumuna imkan tanıyacaktır. Ayrıca kurutma işlemi sırasında partiküllerde meydana gelen büzüşme oranının artması, partikül boyutunun daha da küçük olmasına sebep olmaktadır. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen küresel partiküllerin şekil ve boyutundaki heterojenlik ise genel olarak meydana gelebilen bir durumdur (Tonon ve ark., 2008; Ferrari ve ark., 2012).

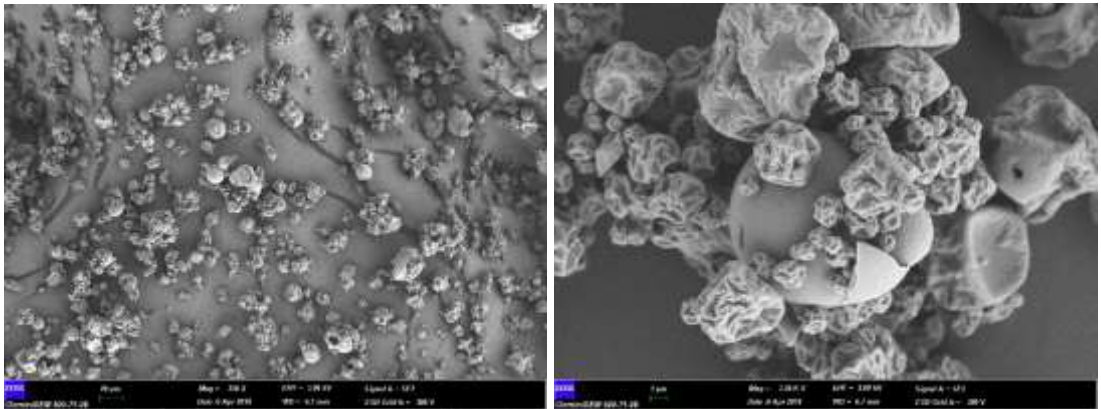
Ferrari ve ark., (2012) 180°C gibi yüksek iç hava sıcaklık derecelerinde kurutulan numunelerde düz bir yüzey meydana gelirken, 140°C gibi düşük sıcaklıklarda büzüşmeler meydana geldiğini gözlemlemişlerdir. Tonon ve ark., (2008) yaptıkları çalışmada kurutma için kullanılan sıcaklığın artması ile düz yüzeyli partiküllerin sayısında artış meydana geldiğini bildirmiştir. Bu durum, yüksek sıcaklıklarda artan kurutma hızı ile damlacık içinde ve yüzeyinde daha eş zamanlı ve hızlı bir kuruma sonucunda meydana gelmiş olabilir. Kurozawa ve ark., (2009) büzüşme oranının iç hava sıcaklığı ile alakalı olduğunu ve suyun yavaş bir hızla difüzyonun yapıda deformasyon, büzüşme ve çökmelere sebep olabileceğini belirtmişlerdir. Bu çalışmada ise 160°C hava giriş sıcaklığının uygulanması, sıvı ekstrakt damlacıklarının büzüşme olmadan kurummasına imkan tanımamıştır. Çam ve Topuz (2018), püskürtmeli kurutucu ile bu çalışma ile benzer sıcaklık koşullarında elde ettikleri çöven tozunun partikül boyut dağılımı 0.2 ile 50µm arasında belirlemiş olup, bu çalışmada püskürtmeli kurutma ile elde edilen çöven tozlarının partikül boyutu yaklaşık olarak 20µm'yi geçmemiş olup, sonuçlar arasındaki farklılığın besleme çözeltisinin viskozitesine ve hızına bağlı olarak ortaya çıktığı düşünülmektedir.



**Şekil 4.5** Dondurarak kurutulmuş çöven tozlarının partikül yapısının FESEM görüntüleri ( $\times 250$  ve  $\times 3500$  büyütme)



**Şekil 4.6** Vakum etüv yöntemi ile kurutulan çöven tozlarının partikül yapısının FESEM görüntüleri ( $\times 250$  ve  $\times 3500$  büyütme)



**Şekil 4.7** Püskürtmeli kurutucu ile kurutulan çöven tozlarının partikül yapısının FESEM görüntüleri ( $\times 250$  ve  $\times 3500$  büyütme)

Ozdikicierler ve ark., (2014) çöven ekstraktını düşük molekül ağırlıklı maltodekstrin ile kaplayarak 160°C’de püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde ettikleri çöven tozu partikülleri de bu çalışmayla benzer yüzey özelliği göstermektedir. Çöven ekstraktının püskürtmeli kurutma sırasında, şeker içeriği yüksek olan gıdalarda ihtimal dahilinde olan ağdamsı bir şuruba ya da akide haline dönüşme riski meydana gelmemiş olup ürün maltodekstrin ile kaplanmasına gerek kalmadan toz haline dönüşmüştür.

#### 4.1.6 Partikül Boyutu ve Dağılımı

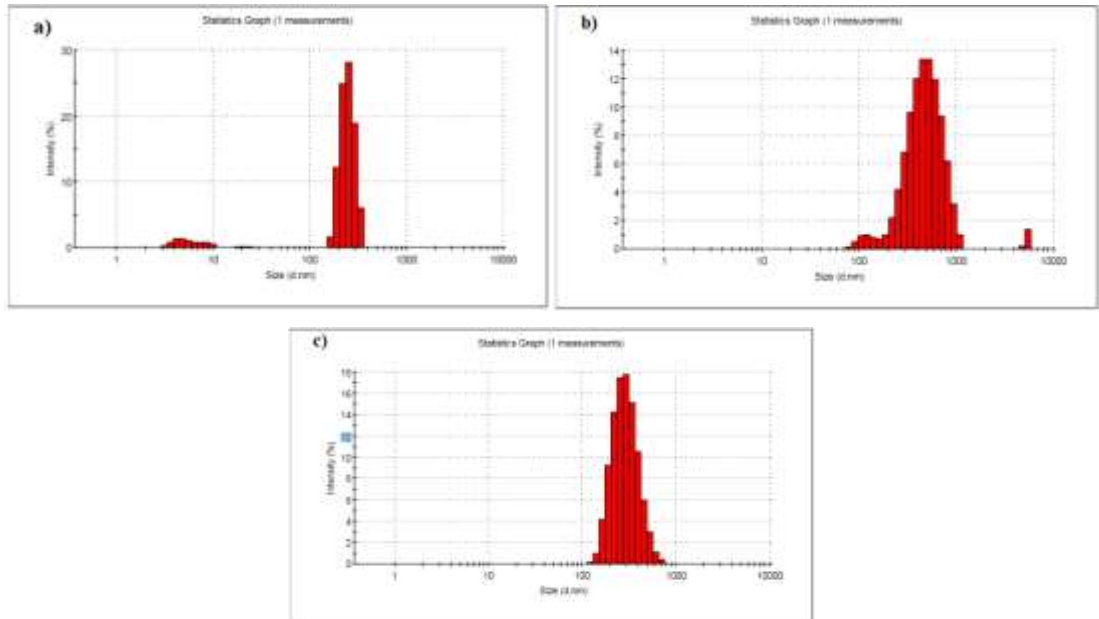
Çizelge 4.2’de görüldüğü gibi çöven tozlarının partikül boyutları 418.62 nm ve 449.61 nm arasında değişmiş olup aralarındaki fark istatistiksel olarak önemli bulunmamıştır ( $p>0.05$ ).

**Çizelge 4.3** Çöven tozlarının partikül boyutu

Çöven Tozu	Partikül boyutu (nm)
DK	449.61±10.64 <sup>a</sup>
VEK	431.95±53.67 <sup>a</sup>
PK	418.62±20.38 <sup>a</sup>

DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu. a: Sütundaki aynı küçük harfler, incelenen nitelik bakımından çöven tozları arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.

Şekil 4.8’e göre dondurarak ve püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlarda 2 farklı boyutta dağılım gözlemlenmiştir.



**Şekil 4.8** Çöven Tozlarının partikül boyutu dağılımı a) dondurarak kurutma, b) püskürtmeli kurutma c) vakum etüv kurutma

Çöven tozlarının partikül boyutu; yığın yoğunluğu, su aktivitesi, nem içeriği ve çözünabilirlik gibi çeşitli özelliklerini etkilemektedir. Tozların 2 farklı boyutta dağılım göstermesi, geniş partiküllerin arasındaki boşlukları daha küçük partiküllerin doldurması ve dolayısıyla daha az yer kaplaması bakımından önemli bir özellik olup, yığın yoğunluğu değerlerini düşürmektedir (Tonon ve ark., 2009). Bu sonuç, dondurarak ve püskürtmeli kurutma yöntemleri ile kurutulmuş olan tozların yığın yoğunluğu değerlerinin düşük çıkması ile teyit edilmektedir. Böylelikle ambalaj, depolama, işçilik ve nakliye giderleri azalmaktadır. Aynı zamanda küçük toz partiküllerinin büyük partiküllerin arasındaki boşlukları doldurması ürünün depolama sırasında hava ile temas yüzeyini azaltarak nem çekme sorununa karşı daha stabil kalabileceğini de düşünebiliriz. Yüksek şeker içerikli çöven ekstraktının nem çekmeye karşı hassas olması nedeniyle iki farklı boyutta partikül dağılımının meydana gelmesi avantajlı gözükmektedir.

#### **4.1.7 Zeta Potansiyel Analizi**

Zeta potansiyel ( $\zeta$ ), çözeltilerde dağılan partiküllerin yüzeyi ve çevresinde oluşan elektriksel tabakanın ölçütü olup, çözeltilerin stabilitesi hakkında bilgi vermektedir (Wang ve ark., 2010). Genellikle +30 ve -30 mV arası zeta potansiyel değerine sahip çözeltilerin stabilitesi düşük olmakta, bu sınırlar dışında kalan zeta potansiyel değerlerinde ise stabilite artmaktadır. Yüksek mutlak zeta potansiyel değerleri, moleküllerin arasındaki itme kuvvetlerinin çözelti içerisinde iyi bir stabilite oluşturduğunu göstermektedir. Diğer bir deyişle düşük mutlak değerli zeta potansiyel değerleri çözelti içerisindeki moleküllerin bir araya gelmesini engelleyen herhangi bir kuvvetin oluşmadığını ve dolayısıyla stabilitenin düşük olduğunu göstermektedir (Wang ve ark., 2010; Kaewmanee ve ark., 2014).

Çizelge 4.3’de sunulmuş olan çöven ekstraktı tozlarının zeta potansiyel ve kondüktivite değerleri bakımından aralarındaki fark istatistiksel olarak önemli ( $p < 0.05$ ) bulunmuştur. Zeta potansiyel değerleri -21.76 mV ile en yüksek dondurarak kurutulmuş çözeltilerde bulunurken, vakum etüv ve püskürtmeli kurutma yöntemleri ile elde edilen tozlar benzer zeta potansiyel değerine sahiptir. Negatif zeta potansiyel değeri, partiküllerin elektrik yüklerinin parçacıklar arasında itici bir kuvvet oluşturduğunu göstermekle beraber, elde edilen düşük zeta potansiyel değerleri

partiküllerin yeterli yüke sahip olmadığını ve bundan dolayı çözelti içerisinde kararlı bir şekilde dağılmadıklarını göstermektedir.

**Çizelge 4.4** Farklı yöntemle elde edilen çöven tozlarının zeta potansiyel değerleri

Çöven tozları	Zeta Potential (mV)	Kondüktivite (mS/cm)
<b>DK</b>	-21.76±0.20 <sup>a</sup>	1.25±0.05 <sup>a</sup>
<b>VEK</b>	-18.50±0.82 <sup>b</sup>	1.93±0.09 <sup>b</sup>
<b>PK</b>	-18.43±1.25 <sup>b</sup>	1.93±0.09 <sup>b</sup>

DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu. a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler, incelenen nitelik bakımından çöven tozları arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

En yüksek zeta potansiyel değerleri dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen çöven tozlarında bulunmuş olup, bu durumun kondüktivite sonuçları ile alakalı olduğu Çizelge 4.3'de açıkça gözükmemektedir. Dondurarak kurutma yönteminde kondüktivitenin azalması ile negatif zeta potansiyel değerinde artış olmuştur. Çöven ekstraktına ısı işlem uygulanarak kurutulması, çöven tozlarının kondüktivite değerlerini artırmıştır. Bir çözeltideki kondüktivite değeri, onun içerdiği tuzluluk oranı (iyon içeriği) ile alakalıdır. Kondüktivite değeri çözeltilerin stabilitesini etkilemekte olup, stabil bir çözeltinin oluşması için düşük kondüktivite değerlerinin olması gerekmektedir. İyonların partiküllerin yüzeyine küçük miktarlarda bile adsorbe olması, partiküllerin yük yoğunluğu üzerinde tam tersi bir etki yapmaktadır (Kaewmanee ve ark., 2014).

Wang ve ark., (2010) keten tohumu gamı tozlarının kurutma yöntemine bağlı olarak zeta potansiyel değerini püskürtmeli, vakum etüv ve dondurarak kurutmada sırasıyla -27.7, -29.5 ve -31.5 mV olarak tespit etmişlerdir. Bu çalışmayla benzer şekilde dondurarak kurutulmuş elde edilen tozların zeta potansiyel değeri daha yüksek belirlenmiştir.

Moniri ve ark., (2020) üronik asit ve polisakkarit içerikli dere otu tohumunun (*Lepidium sativum*) 40, 60 ve 80°C'de vakum etüv yöntemi ile elde edilen ekstraktlarında zeta potansiyel değerlerini sırasıyla -43.2, -32.1 ve -38.6 mV, dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen ekstraktlarda ise -40.5 mV olarak ölçmüşler ve bu çalışmayla benzer olarak en düşük kondüktivite değerini dondurarak kurutulmuş ekstraktlarda belirlemişlerdir.



#### 4.1.8 Toplam Saponin Miktarları

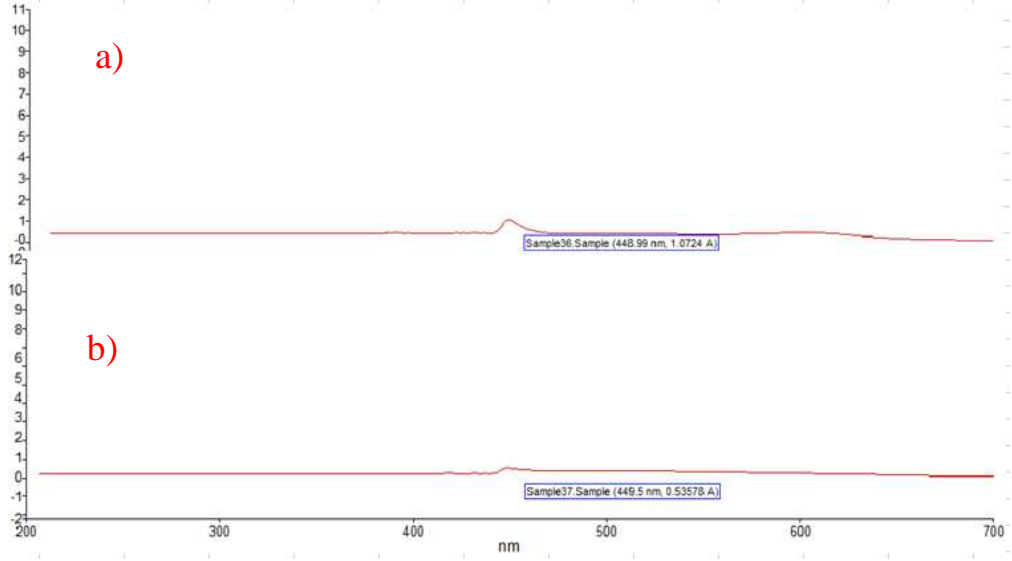
Ektraksiyonlar ve ön işlemler sonrasında elde edilen örneklerin toplam saponin içeriği spektrofotometrik yöntemle vanilin-sülfirik asit yöntemine göre yapılmıştır (Şekil 4.9).



**Şekil 4.9** Vanilin-sülfirik asit yöntemi ile toplam saponin tayini a) Reaksiyonun hazırlanması b) Reaksiyonun ısıl inkübasyon sonrası renk değişimi

Önceki çalışmalarda dalgaboyunun seçimi saponin kaynağı ve çeşidine bağlı olarak farklılaşmakta olup, pekçok araştırmacı genellikle 544 nm'de absorbans okuması yapmışlardır (Jarzëbski ve ark., 2019). Hiai ve ark., (1976) 23. karbon atomuna OH grubunun bağlandığı triterpenoid sapogeninlerin, 460 ve 485 nm dalgaboyları civarında yüksek absorbans noktasına sahip olduğunu ve bazı durumlarda 3. karbon atomuna bağlı olan OH grubu ve karbon çift bağının varlığının ise absorbansı etkileyebileceğini açıklamışlardır.

Shahi ve ark., (2021) *Acanthophyllum squarrosom* köklerinden elde ettikleri saponin içerikli ekstraktın toplam saponin tayinini vanilin-sülfirik metodu ile 473 nm'de yapmışlardır. Tan ve ark., (2015) bitter melon bitkisinin ekstraktlarının püskürtmeli kurutucu ile elde ettikleri tozlarında spektrofotometrik yöntemi kullanmış ve 560 nm'de karışımın absorpsiyonunu ölçmüşlerdir. Bu çalışmada ise spektrofotometre ile yapılan tarama sonucunda saponinin en yüksek dalga boyu 448 nm olarak ölçülmüştür (Şekil 4.10).



Şekil 4.10 a) 2 mg/ ml QS standardı ve b) çöven ekstraktının UV-Vis spektrumu

Çöven tozlarının toplam saponin içerikleri ise Çizelge 4.4’de verilmiştir. Farklı yöntemlerle kurutulan çöven tozlarının toplam saponin içeriğindeki farklılık istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Dondurarak ve vakum etüvle kurutulmuş çöven tozlarının toplam saponin içeriği istatistiksel olarak benzer bulunurken ( $p>0.05$ ), püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen tozların toplam saponin içeriği %47.44 ile diğer yöntemlerden daha düşük belirlenmiştir ( $p<0.05$ ). Singh ve ark., (2017) saponinlerin gıda prosesleri ve pişirme koşullarına dayanıklı olduğunu belirttiklerinden dolayı, bu farklılığın saflaştırma aşamasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Pham ve ark., (2017) *Catharanthus roseus* bitkisini 40°C’de ultrasonik su banyosunda 60 dk boyunca tutarak elde ettikleri ekstraktın, 80°C’de sıcak hava ile kurutulması ile 50 °C’de vakum etüvle kurutulması sonrasında saponin içeriği bakımından bir farklılık oluşmadığını, en yüksek saponin içeriğinin ise 35°C’de infrared kurutma ile elde edilen ekstraktlarda olduğunu belirtmişlerdir.

Böttcher ve Drusch (2016) yaptıkları çalışmada kullandıkları *gypsophila* ekstraktının toplam saponin madde miktarını vanilin-sülfirik asit metodu ile kuru maddede %45.5 oranında olduğunu bildirmişlerdir. Çam ve Topuz (2018), *Gypsophila bicolor*’un su ile kaynatılması sonucu elde ettikleri ekstraktın püskürtmeli kurutucu ile kurutulması sonrasında toplam saponin miktarını gravimetrik yöntemle 46.3 g/100 g olarak belirlemişlerdir. Bu çalışmada ölçülen toplam saponin miktarı %47.14 ile %50.99 arasında değişmekte olup, literatürde *gyphsophila* ekstraktının vanilin-sülfirik

asit metodu (Böttcher ve Drusch, 2016) ve gravimetrik yöntemle (Çam ve Topuz 2018) belirlenen toplam saponin madde miktarı ile büyük bir uyumluluk içerisinde.

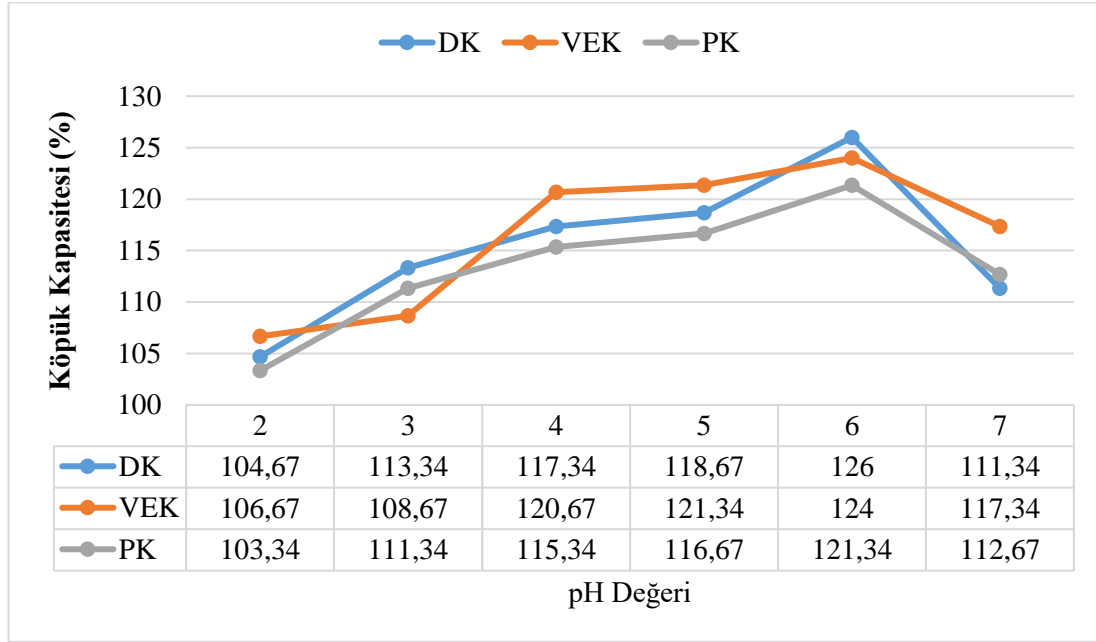
**Çizelge 4.5** Farklı Kurutma yöntemleriyle elde edilen çöven tozlarının toplam saponin miktarı

Çöven Tozları	Toplam Saponin Miktarı (%)
DK	50.99±0.8 <sup>a</sup>
VEK	50.12±0.8 <sup>a</sup>
PK	47.44±1.2 <sup>b</sup>

DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler, incelenen nitelik bakımından çöven tozları arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık (P<0.05) olduğunu gösterir.

#### 4.1.9 Köpük Kapasitesi ve Stabilitesi Analizleri

Kurutma yönteminin çöven ekstraktının köpük oluşturma kapasitesi ve stabilitesi üzerine etkisi Şekil 4.11 ve 4.12’de sunulmuştur. Farklı yöntemlerle kurutulmuş çöven tozlarının değişik pH düzeylerine sahip ortamlardaki köpük oluşturma kapasitesi % 103.34 ile % 121.34 arasında tespit edilmiştir.



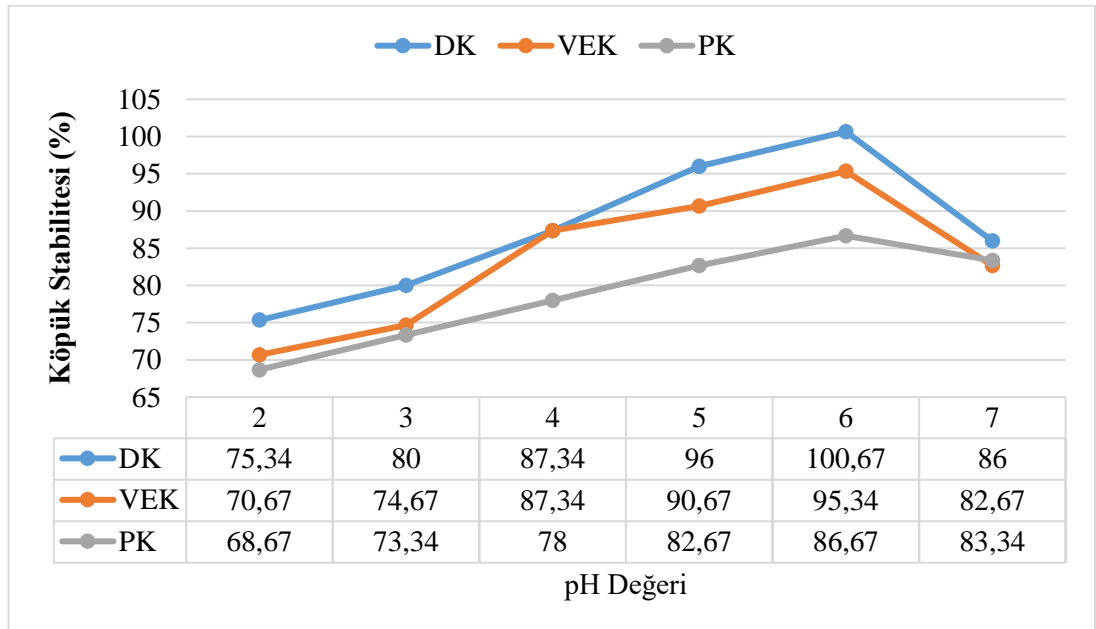
**Şekil 4.11** Farklı Kurutma Yöntemleri ile elde edilen çöven tozlarının köpük kapasitesi özellikleri DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu

Moniri ve ark., (2020) üronik asit ve polisakkarit içerikli dere otu tohumunu (*Lepidium sativum*) farklı yöntemler ile kuruttukları çalışmada, köpük kapasitesi ve

stabilitesi açısından örnekler arasında bir farklılık oluşmadığını belirtmişlerdir. Góral ve Wojciechowski (2020) pekçok saponin kaynağının (*Saponaria officinalis* ve *Vaccaria hispanica* hariç), 15 dk kaynatma ile ekstraksiyonunun, oda sıcaklığında 24 saat boyunca yapılan ekstraksiyona göre önemli derecede yüzey aktivitesinin azaldığını kaydetmişlerdir.

Ozdikicierler ve ark., (2014) püskürtmeli kurutucu ile kurutulan çöven tozların köpük oluşturma kapasitesini 77.5 ml ile 105.3 ml aralığında, sıvı ekstrakt ile elde edilen köpük hacmini ise 100.33 ml'ye yakın değerlerde ölçmüştür. Ayrıca püskürtmeli kurutucu ile farklı sıcaklık koşullarında elde edilen tozların köpük oluşturma kapasitesinin benzer olduğunu ve farklı sıcaklık parametrelerinin köpük kapasitesi bakımından herhangi bir olumsuz etki oluşturmadığını belirtmişlerdir. Ozdikicierler ve ark., (2014) tarafından yapılan çalışmada olduğu gibi bu çalışmada da çöven ekstraktı tozları yüksek köpük oluşturma kapasitesine sahiptir. Bu durum, saponinin özellikle su-hava emülsiyonlarında yüksek viskoelastik özellik sergilemesi ile alakalıdır (Gonzalez ve Sörensen, 2020).

Şekil 4.12'ye göre 60 dk sonrasında ölçülen köpük stabilitesi değerleri ise %68.67 ile 100.67 arasında ölçülmüştür.



**Şekil 4.12** Farklı kurutma yöntemleriyle elde edilen çöven tozlarının köpük stabilitesi özellikleri DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüvle kurutulmuş çöven tozu ve PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu

Köpük stabilitesinin belirlendiği analizlerde, 60 dk bekleme periyodu sonrası oluşan köpük hacminin bir miktar azalması, yerçekimsel kuvvetler ile alakalıdır. Hava kabarcıkları arasındaki arayüzeydeki viskoelastik tabakayı oluşturan serum tabakası yerçekiminin etkisiyle zamanla incelerek akmasıyla köpüklerin stabilitesi düşmektedir (Böttcher ve Drusch, 2016). Buna rağmen, bu çalışmada oluşturulan köpükler yüksek stabiliteye sahiptir.

Çöven tozları yapılarındaki şeker gruplarına ait hidrojen bağlarının ara yüzeyde güçlü viskoelastik film oluşturma yetenekleri sayesinde güçlü köpük kapasitesi ve stabilitesi değerine sahiptir. Literatürde oleanan tip triterpenoid saponinlerin en stabil arayüzey filmi oluşturduğu bildirilmektedir (Böttcher ve Drusch, 2016). Böttcher ve Drusch (2016) saponin bileşiğinin su-hava arayüzeyinde su-yağ ara yüzeyine göre daha yüksek viskoelastik arayüzey filmi oluşturduğunu açıklamışlardır. Çalışmamızda kullanılan çöven ekstraktında bulunan saponin bileşikleri, FTIR analiz sonuçları ve literatür araştırmalarına istinaden bidesmozidik triterpenoid yapıda saponinleri içerdiği açıktır.

Golemanov ve ark., (2013) 12 adet triterpenoid ve steroid saponinin arayüzey viskoelastikliyini ölçtükleri çalışmada triterpenoid saponinlerin yüksek arayüzey viskoelastikliğine sahip olduğunu, steroid saponinlerin ise aksine zayıf elastiklik özelliği gösterdiğini gözlemlemişlerdir. Normalde küçük moleküler ağırlıklı bileşiklerin arayüzeyde güçlü film oluşturamadığı ve kayma deformasyonuna karşı bozulabildikleri bilinmesine rağmen, saponinlerin yapısında bulunan şeker molekülleri arasındaki hidrojen bağları arayüzeyde güçlü bir viskoelastik film oluşturduğu ve yüksek elastik kayma ve dilatasyon modülü değerlerine sahip olduğunu belirtmişlerdir.

Böttcher ve Drusch (2016) yaptıkları çalışmada, steroidal saponin kaynağı olan *Tribulus terrestris* bitkisinden elde edilen ekstraktın %2 gibi yüksek konsantrasyonlarda kullanıldığında bile, oluşturulan köpüğün stabil olmadığı ve benzer şekilde triterpenoid saponin kaynağı olan fakat sapogenine tek bir şeker zincirinin bağlı olduğu monodesmozidik saponin kategorisinde olan *Glycyrrhiza glabra* ekstraktının da su-hava arayüzeyinde viskoelastik bir film oluşturamadığı, *Quillaja saponaria* ve

*gypsophila*'dan elde edilen ekstraktların köpük oluşumu üzerine ortam şartlarının etkisinin çok düşük düzeyde olduğu ve stabil köpükler elde edildiği kaydedilmiştir.

Gonzalez ve Sörensen (2020) *Saponaria officinalis*'i 5 g/L konsantrasyonda kullandıkları köpürme analizinde 0. dk tüm sıvının tamamen köpüğe dönüştüğünü ve köpük oluşturma prosesi boyunca sıvı içerisine dahil edilen gazın toplam hacminin %451 köpük kapasitesi değeri olarak ölçmüşlerdir. 1 saat sonrasında da oluşan köpük hacminin %85'inin korunduğunu belirtmişlerdir. Saponinle elde edilen köpüğün lesitinle elde edilen köpüğe göre çok daha yoğun, viskoz ve parlak olduğu ve stabil köpük oluşumunun viskozitenin yüksek olması ile ilgili olduğunu açıklamışlardır.

Şekil 4.11 ve 4.12'ye göre, düşük pH ortamlarında köpük hacminde önemli bir değişiklik olmaması, Gonzalez ve Sörensen (2020) tarafından yapılan çalışmayla uyumluluk içersindedir. Düşük pH değerlerinde köpük stabilitesindeki küçük değişiklik meydana gelmesi, saponin içerikli ekstraktların düşük pH'lı gıdalarda kullanımında da iyi sonuçlar verebileceğini göstermektedir.

#### **4.1.10 Emülsiyon Özellikleri**

Farklı yöntemlerle kurutulan çöven tozları kullanılarak hazırlanan emülsiyonların damlacık boyutu ve farklı pH ortamlarındaki zeta potansiyeli, emülsiyon aktivitesi, stabilitesi ve kremalaşma indeksi analizleri yapılmıştır. Emülsiyonlar, %0.75 çöven ekstraktı %25 ayçiçek yağı ve %75 su ile hazırlanmıştır.

##### **4.1.10.1 Emülsiyon Damlacık Boyutu ve Dağılımı**

Emülsiyonların ortalama damlacık boyutu dağılımı Çizelge 4.5'de sunulmuştur. Çizelge 4.5'e göre en yüksek damlacık boyutu 1066.27 nm ile püskürtmeli kurutma ile elde edilen çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonlarda bulunurken en düşük emülsiyon damlacık boyu 321.56 nm ile dondurarak kurutulmuş olan çöven tozu ile elde edilen emülsiyonlarda ölçülmüştür. Vakum etüv yöntemi ile kurutulmuş çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların ise ortalama damlacık buyutu (773.55 nm) ticari olarak satılan QS ile oluşturan emülsiyonlarınkine (769.29 nm) çok yakın bir değere sahiptir. Ayrıca, dondurarak kurutulmuş çöven tozu ile oluşturulan emülsiyonlardaki damlacık boyutu referans olarak aynı şartlarda ölçülen QS (769.29 nm) ve mono-digliseritle (590.18 nm) hazırlanan emülsiyonlara göre çok daha küçük damlacık boyutu olduğu belirlenmiştir.

**Çizelge 4.6** Emülgatör tipine bağlı olarak hazırlanan emülsiyonların damlacık boyutu

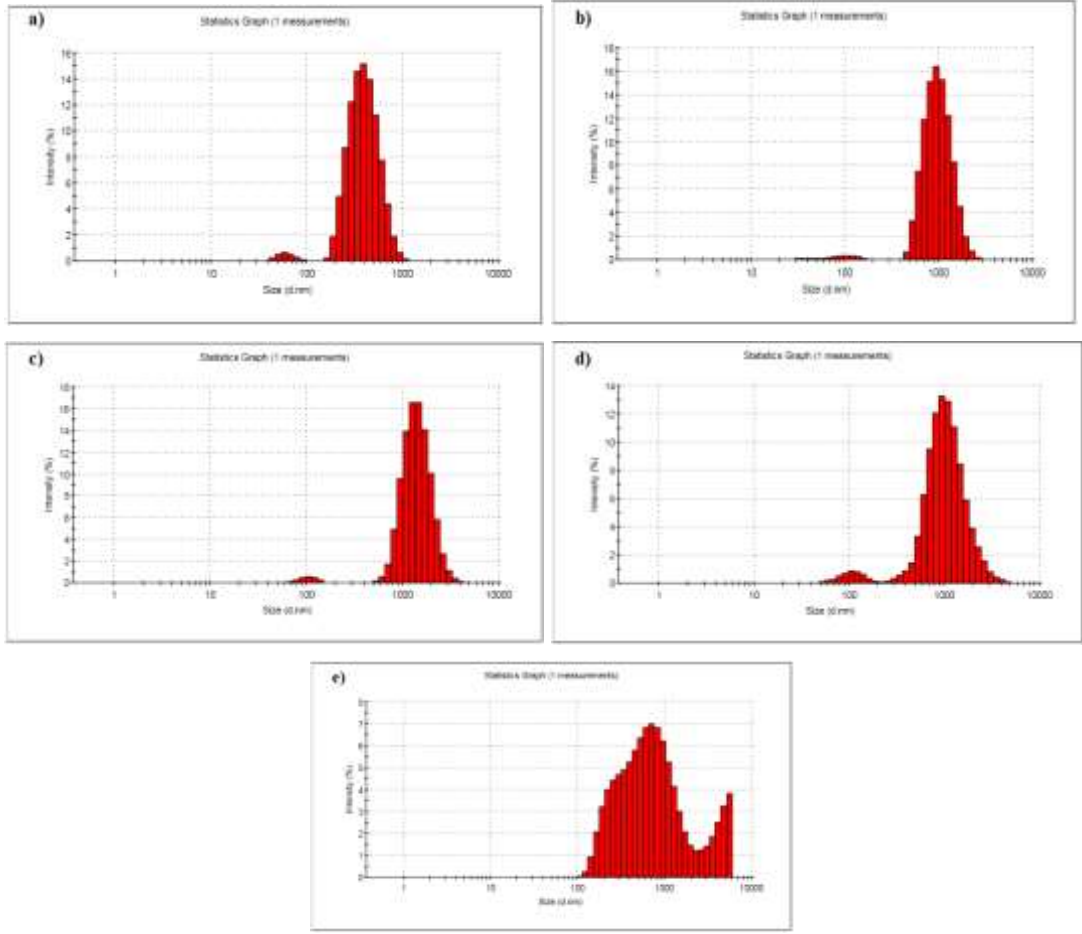
<b>Emülgatör tipi</b>	<b>Damlacık boyutu (nm)</b>
<b>DK</b>	321.56±5.18 <sup>a</sup>
<b>VEK</b>	773.55±21.18 <sup>c</sup>
<b>PK</b>	1066.27±11.40 <sup>d</sup>
<b>QS</b>	769.29±7.33 <sup>c</sup>
<b>MDG</b>	590.18±14.47 <sup>b</sup>

DK: Dondurarak Kurutulmuş Çöven Tozu, VEK: Vakum Etüvle Kurutulmuş Çöven Tozu, PK: Püskürtmeli Kurutulmuş Çöven Tozu, QS: Quillaja Saponin, MDG: Mono-digliserit; a-d: Aynı sütündeki farklı küçük harfler, incelenen nitelik bakımından örnekler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Göksel-Saraç (2018) rendering tesisi artık yağından ürettiği mono-digliseriti %1 konsantrasyonda kullanarak %50 su ve %50 yağ ortamında hazırladığı emülsiyonların ortalama damlacık boyutunu 576.38 nm, bu çalışmada mono-digliseritle hazırlanan emülsiyonlar için bulunan değerlerle (590.18 nm) çok benzer olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlar, çöven tozları ile küçük damlacık boyutlu (321.56-1066.27 nm) emülsiyonların oluşturulmasının imkan dahilinde olduğunu göstermektedir.

Şekil 4.13'te emülsiyon damlacık boyutu dağılımı sunulmuş olup, çöven tozu ile elde edilen emülsiyonların damlacık boyutu dağılımı, QS ile hazırlanan emülsiyonlarınkine benzer olmuştur. Mono-digliseritle hazırlanan emülsiyonlara ait damlacık boyutları çöven tozları ve QS'le kıyaslandığında çok daha heterojen bir profile sahiptir. Mono-digliserit ile hazırlanan emülsiyonun damlacık boyutlarındaki heterojenlik, Göksel-Saraç (2018), tarafından yapılan çalışmada resmedilenle benzerdir.

Ozturk ve McClements (2016), aynı yüzey aktif madde konsantrasyonunda saponinli emülsiyonların lesitinli emülsiyonlara göre çok daha düşük damlacık boyutuna sahip olduğunu gözlemlemişlerdir. Bu durumu homojenizasyon prosesi boyunca küçük moleküler ağırlığa sahip olan (1.67 kDa) saponinin çok daha hızlı bir şekilde damlacık yüzeyine adsorbe olmasıyla açıklamışlardır. Ayrıca, yüzey aktif maddelerin hareket hızında farklılığı ise lesitin daha viskoz olan yağ fazı içerisinde hareket etme, saponinin ise düşük viskozite değerine sahip su fazı içerisinde hareket etme özelliklerinden kaynaklandığını açıklamışlardır.



**Şekil 4.13** Emülsiyonların damlacık boyutu dağılımı a) DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, b) VEK: Vakum etütle kurutulmuş çöven tozu C) PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu d) QS: Quillaja Saponin, e) MDG: Mono-digliserit

Yang ve ark., (2013) QS kullanarak geniş çevresel koşullarda iyi fiziksel stabilite gösteren nanoemülsiyonları ( $d < 200$  nm), Zhang ve ark., (2015) ise içeceklerde düşük türbiditeli portakal yağı nanoemülsiyonlarını ( $d < 100$  nm) microfluidizer ile üretmişlerdir. Bai ve ark., (2016) saponinin arayüzey gerilimini gam arabik, serum proteini ve soya lesitinine göre daha hızlı azaltarak  $0.139 \mu\text{m}$  çapında damlacıklar oluşturduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmada, emülsiyonların geleneksel yöntemle oluşturulması, bahsedilen çalışmalarda ise emülsiyonların microfluidizer vasıtasıyla homojenizasyonun yapılması üretilen damlacıkların boyutlarında farklılıklar oluşturmuştur.



#### 4.1.10.2 Emülsiyonların Zeta potansiyeli

Emülsiyonların kendi mevcut ölçülen pH'larında ve izoelektrik noktalarındaki zeta potansiyel değerleri ve kondüktivite değerleri Çizelge 4.6'da sunulmuştur. Çizelge 4.6'ya göre dondurarak, vakum etüv ve püskürtmeli kurutma yöntemleri ile elde edilen çöven tozlarıyla hazırlanan emülsiyonlar için zeta potansiyel değerleri sırasıyla -45.80, -49.76 ve -41.27 mV olarak ölçülmüştür.

Çizelge 4.7 Emülsiyonların zeta potansiyelleri

pH	Emülgatör tipi	pH	Zeta Potansiyel (mV)	Kondüktivite (mS/cm)
İzoelektrik Nokta	DK	3.4	-23.90±0.66 <sup>f</sup>	0.991±0.96 <sup>f</sup>
	VEK	3.2	-25.66±0.94 <sup>f</sup>	0.887±0.02 <sup>e</sup>
	PK	3	-14.50±0.32 <sup>g</sup>	1.163±0.01 <sup>g</sup>
	QS	3	-46.73±1.02 <sup>c</sup>	0.972±0.02 <sup>f</sup>
	MDG	3.4	-37.10±1.08 <sup>e</sup>	0.714±0.00 <sup>d</sup>
Örnek pH	DK	6	-45.80±0.71 <sup>c</sup>	0.695±0.01 <sup>d</sup>
	VEK	5	-49.76±0.16 <sup>bc</sup>	0.623±0.01 <sup>c</sup>
	PK	6	-41.27±1.34 <sup>d</sup>	0.619±0.01 <sup>c</sup>
	QS	5.3	-51.27±1.15 <sup>b</sup>	0.527±0.00 <sup>b</sup>
	MDG	5.7	-76.20±2.50 <sup>a</sup>	0.010±0.00 <sup>a</sup>

DK: Dondurarak Kurutulmuş Çöven Tozu, VEK: Vakum Etüvle Kurutulmuş Çöven Tozu, PK: Püskürtmeli Kurutulmuş Çöven Tozu, QS: Quillaja Saponin, MDG: Mono-digliserit; a-f: Aynı sütündeki farklı küçük harfler, incelenen nitelik bakımından örnekler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Zeta potansiyel, emülsiyon damlacıklarının dış yüzeyinde oluşan elektriksel tabakanın yük ve yoğunluğunu göstermektedir. Emülsiyonların stabilitesinde dağılan fazın yüzeyinde oluşan elektriksel tabaka önemli rol oynamaktadır. Elektriksel tabakanın oluşturduğu itme kuvveti ile damlacıklar, flokülasyon ve koelesans gibi destabilizasyon mekanizmalarına karşı daha stabil olmaktadır. Zeta potansiyel değerleri, damlacık yüzeyinde biriken yükün tipine ve miktarına bağlı olarak değişebilmektedir. Zeta potansiyelin mutlak değerinin artışı, damlacık yüzeyinde oluşan elektriksel tabakanın kalınlaştığının işareti olup, emülsiyonların daha stabil olabileceğini göstermektedir. Emülsiyonların zeta potansiyel değerinin -30 mV'den küçük veya +30 mV'den büyük olması halinde stabilitelerinin artacağı bildirilmektedir. Örneğin; emülsiyonların zeta potansiyel değeri -30'dan küçük ise yağ damlacıkları yüzeyi negatif yük yoğunluğu ile kaplanması sonucu damlacıklar arasında elektrostatik itme kuvveti oluşur. Bu durum, yağ damlacıklarının emülsiyon

içerisinde daha kararlı bir şekilde dispersiyonunu sağlamaktadır (Bouyer ve ark., 2012; McClements ve Jafari, 2018).

Wang ve ark., (2010) farklı kurutma yöntemi ile elde edilen keten tohumu gamı tozlarına ait emülsiyonların zeta potansiyel değerini püskürtmeli, vakum etüv ve dondurarak kurutmada sırasıyla -94.25, -98.42 ve -100.72 mV olarak belirlemişlerdir. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozların zeta potansiyel değeri, bu çalışmayla benzer şekilde diğer yöntemlerle elde edilen tozlara göre daha düşük olmuştur.

Vakum etüv yöntemi ile elde edilen çöven tozları ile elde edilen emülsiyonların zeta potansiyel değeri, referans olarak ölçülen QS ile istatistiksel olarak benzer sonuç vermiştir. En yüksek zeta potansiyel değeri ise -76.20 mV ile ticari mono-digliserit ile hazırlanan emülsiyonlarda tespit edilmiştir.

Çizelge 4.6'da emülsiyonların kondüktivite değeri düştükçe zeta potansiyel değeri yükselmiştir. Emülsiyonların kondüktivite değeri düştükçe negatif zeta potansiyel değerinin yükseldiği Şekil 4.14, 4.15, 4.16, 4.17 ve 4.18'de de açıkça görülmektedir. Kondüktivite değeri çözeltilerin stabilitesini etkilemekte olup, stabil bir çözeltinin oluşması için düşük kondüktivite değerlerinin olması gerekmektedir (Castro Porto ve Cristianini, 2014). Emülsiyonların kondüktivite değeri, içerdikleri iyon miktarı ile alakalıdır. Normal şartlarda non iyonik yüzey aktif maddelerin herhangi bir yük ile yüklenmesi beklenmezken, düşük pH veya yüksek pH'da H<sup>+</sup> veya OH<sup>-</sup> iyonundan yada ortamda bulunan iyonize yüzey aktif safsızlıklardan dolayı yüklenilebilir (Yang ve ark., 2013). İyonların damlacıkların yüzeyine küçük miktarlarda bile adsorbe olması bile partiküllerin yük yoğunluğu üzerinde tam tersi bir etki yapabilmektedir (Kaewmanee ve ark., 2014). Emülsiyon damlacıklarının etkin yükü, sürekli faz içerisindeki karşıt iyonların varlığı nedeniyle gerçek yükünden farklılaşabilmektedir (Bouyer ve ark. 2012).

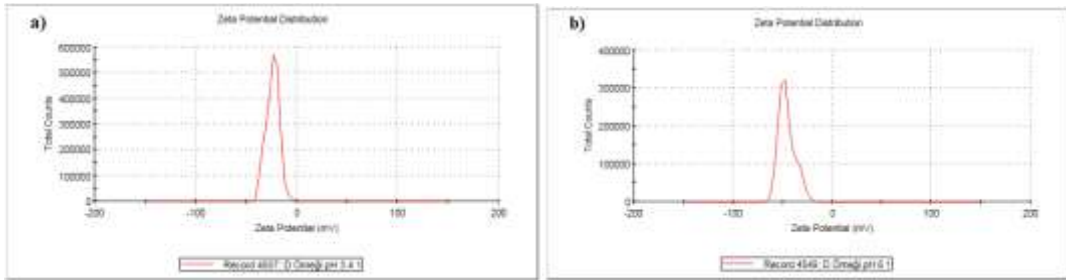
Sedaghat Doost ve ark., (2019) kekik uçucu yağında bulunan timol bileşeni ile nanoemülsiyonlarının oluşturulmasında biyoyüzey aktif madde olan QS'i kullanmışlardır ve nanoemülsiyonların zeta potansiyel değerleri bu çalışmayla uyumlu bir şekilde yüksek derecede negatif (-49±1.3 mV) çıkmıştır.

Xu ve ark., (2019) QS içeren ekstraktların zeta potansiyelini pH 3'te -29.8 mV, pH 7'de ise -63.4 mV olarak ölçmüşlerdir. Bu çalışmadaki sonuçlarda da pH'ın

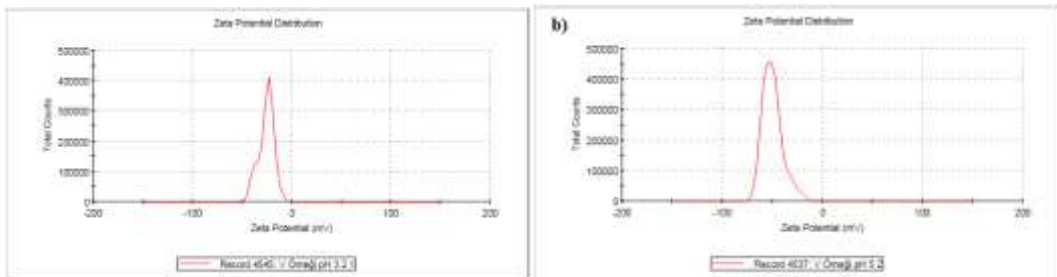
düşmesi ile zeta potansiyel değerinin negatifliği düşmüştür. Saponin bileşiklerinin yapısındaki karboksilik gruplar, negatif yükün kaynağı olup emülsiyon sırasında oluşan damlacıklar arasında güçlü elektrostatik itme kuvvetlerinin oluşmasına yol açmaktadır (Shu ve ark., 2018).

Karboksilik grupları, zeta potansiyelde büyük düşüşlerin meydana geldiği nokta olan pH 3.5 değerinin yakınlarında bir pKa değerine sahiptir. Karboksilik asit zayıf asitlerden olup, pH 3.5 değeri civarında elektriksel yüklerinde büyük oranda azalışlar meydana gelmektedir. pH değeri yükseldikçe  $pH > pKa$  olacağı için bu grup  $H^+$  iyonunu salarak güçlü bir şekilde yüklenir ( $COO^-$ ). Düşük pH'larda ise  $pH < pKa$  olacağı için karboksilik grup protonasyon ile  $H^+$  iyonu ile ( $COOH$ ) iyonsuzlaşır (Yang ve ark., 2013; Ozturk ve ark., 2014a; Zhu ve ark., 2019).

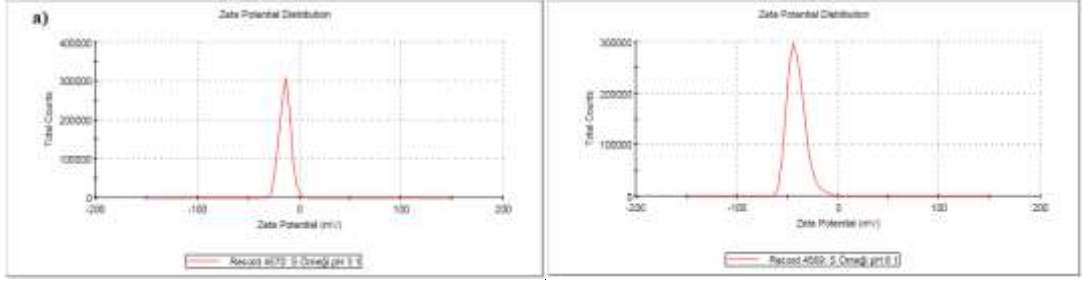
MDG ile hazırlanan emülsiyonların örneğin kendi pH derecesinde kondüktivite değerinin (0.01 mS/cm) çöven ile hazırlanan emülsiyonlara (0.619-0.695 mS/cm) göre çok düşük olması noniyonik olması ile ilgili olabilir.



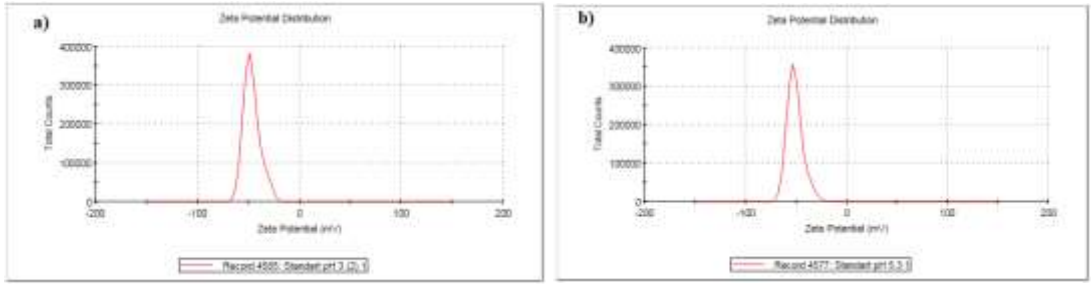
**Şekil 4.14** Dondurarak kurutulmuş çöven tozları ile elde edilen emülsiyonların zeta potansiyelleri a) pH 3.4 b) pH 6



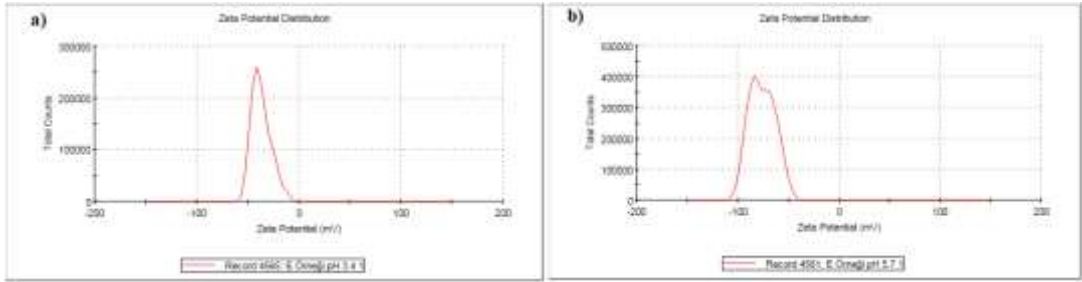
**Şekil 4.15** Vakum etüv kurutulmuş çöven tozları ile elde edilen emülsiyonların zeta potansiyelleri a) pH 3.2 b) pH 6



**Şekil 4.16** Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozları ile elde edilen emülsiyonların zeta potansiyelleri a) pH 3 b) pH 6



**Şekil 4.17** QS ile hazırlanan emülsiyonların zeta potansiyelleri a) pH 3 b) pH 5.3



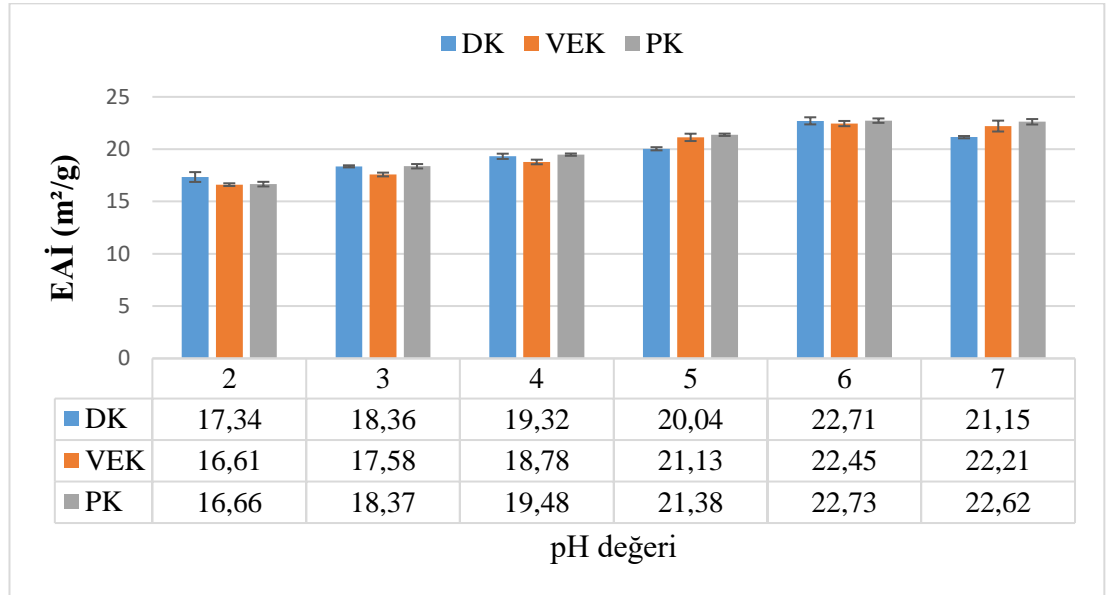
**Şekil 4.18** Mono-digliserit ile hazırlanan emülsiyonların zeta potansiyelleri a) pH 3.4 b) pH 5.7

#### 4. 1.10.3 Emülsiyon Aktivite İndeksi

Emülgatörlerin aktivitesi, homojenizasyon işlemi ile küçük damlacık boyutuna küçültülen iç fazın yüzeyine hızlı bir şekilde tutunmaları, hızlı bir şekilde emülsiyonu oluşturan fazlar arasındaki yüzey gerilimini düşürmeleri ve yağ damlacıkları yüzeyinde toplanmayı önleyecek şekilde bir mekanik ve elektrostatik tabaka oluşturmaları ile açığa çıkmaktadır (Bouyer ve ark., 2012).

Emülgatörlerin emülsiyon oluşturma aktivitelerinin spektrofotometrik olarak belirlendiği Nagarajan ve ark., (2012) tarafından kullanılan yöntem doğrudan protein konsantrasyonuna bağlı olarak formülize edilmiştir. Bu yöntem kullanılarak keten tohumundan elde edilen düşük protein içerikli (%0.92-1.63) gamların emülsiyon

aktivitesi ve stabilitesi analizlerinin yapıldığı çalışmalar da mevcut olup, EAİ ve ESİ değerleri hesaplanırken emülsiyonda kullanılan yüzey aktif maddenin konsantrasyonu baz alınmıştır (Wang ve ark., 2010; Kaewmanee ve ark., 2014). Benzer şekilde çöven tozlarının protein konsantrasyonu çok düşük olması ve çalışmamızda emülsiyon oluşumunun temel maddesi protein değilde saponin kaynaklı olması nedeni ile protein konsantrasyonundan bağımsız olarak çöven tozu konsantrasyonu dikkate alınarak EAİ ve ESİ hesaplanmıştır. Çöven tozlarının emülsiyon aktivitesi sonuçları Şekil 4.19'da verilmiştir. Kurutma yöntemleri arasında emülsiyon aktivitesi bakımından çok farklı bir sonuç elde edilmemiştir. Bu durum FTIR analizlerinde de belirlendiği gibi saponinin kimyasal yapısında bir değişikliğin meydana gelmemesiyle açıklanabilir. Diğer yapılan emülsiyon analizlerinde desteklediği şekilde pH 2 ve 3'de en düşük emülsiyon aktivitesi gerçekleşmiştir. Bu durum çöven ekstraktının yüzey aktif özelliğini oluşturan saponinin bileşiğinin yapısındaki karboksilik asitin pH 3.5 değeri civarında elektriksel yüklerinde büyük oranda azalışlar meydana gelmesi ve arayüzeydeki elektrostatik tabakanın zayıflaması ile açığa çıkmaktadır. En yüksek emülsiyon aktivitesi ise pH 5 ve 7 aralığında bulunmuştur.

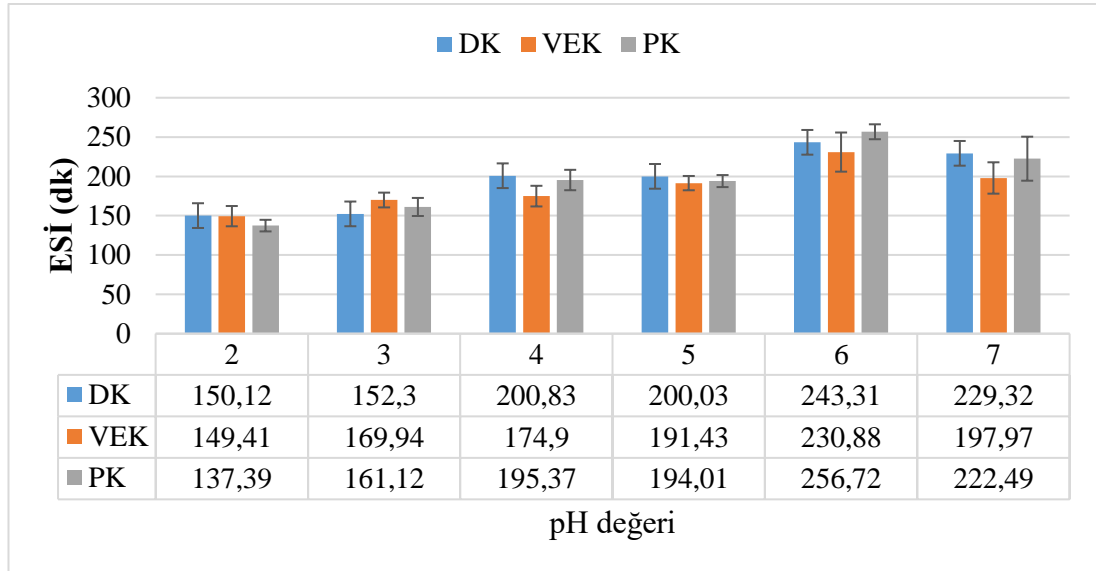


**Şekil 4.19** Çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki emülsiyon aktivite indeksi değerleri. DK: Dondurarak Kurutulmuş Çöven Tozu, VEK: Vakum Etüvle Kurutulmuş Çöven Tozu, PK: Püskürtmeli Kurutulmuş Çöven Tozu

Kaewmanee ve ark., (2014) yaptıkları çalışmada keten tohumu çeşidine bağlı olarak 300-900 m<sup>2</sup>/g arasında değişen EAI değerleri kaydetmişlerdir. Moniri ve ark., (2020) üronik asit ve polisakkarit içerikli dere otu tohumundan (*Lepidium sativum*) farklı kurutma yöntemleri ile elde ettikleri ekstraktların emülsiyon aktivitesi ve stabilitesi analizlerinde yüksek negatif zeta potansiyel değerine sahip örneklerin daha iyi emülsiyon aktivitesi göstermiş olduğunu tespit etmiş olup, çalışmamızda da benzer durum tespit edilmiştir.

#### 4.1.10.4 Emülsiyon Stabilite İndeksi

Emülsiyonlar, yağ ve su fazları arasındaki yoğunluk farkı ve yüzey gerilimi olması nedeniyle arayüzey alanını en aza indirme dolayısıyla ayrılma eğilimi içerisindedirler. Ayrıca pH, iyonik güç, sıcaklığın farklılaştığı emülsiyon ortamları krema oluşumu, flokülasyon, sedimentasyon, koalesans, faz ayrımı ve Ostwald olgunlaşması gibi destabilizasyon mekanizmalarının oluşumunu tetiklemektedir (McClements, 2015). Bu nedenle çöven tozlarının farklı pH ortamlarında da su ve yağ arayüzeyinde oluşturduğu filmin kararlılığı spektrofotometrik yöntem ile analiz edilerek emülsiyon stabilitesi belirlenmiş ve sonuçlar Şekil 4.20’de verilmiştir.

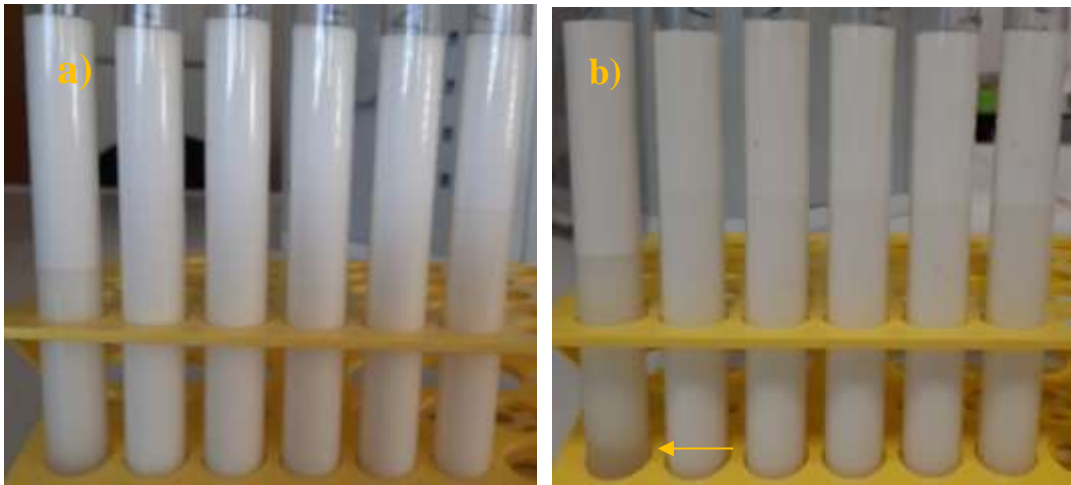


**Şekil 4.20** Çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki emülsiyon stabilite indeksi değerleri. DK: Dondurarak Kurutulmuş Çöven Tozu, VEK: Vakum Etüvle Kurutulmuş Çöven Tozu, PK: Püskürtmeli Kurutulmuş Çöven Tozu

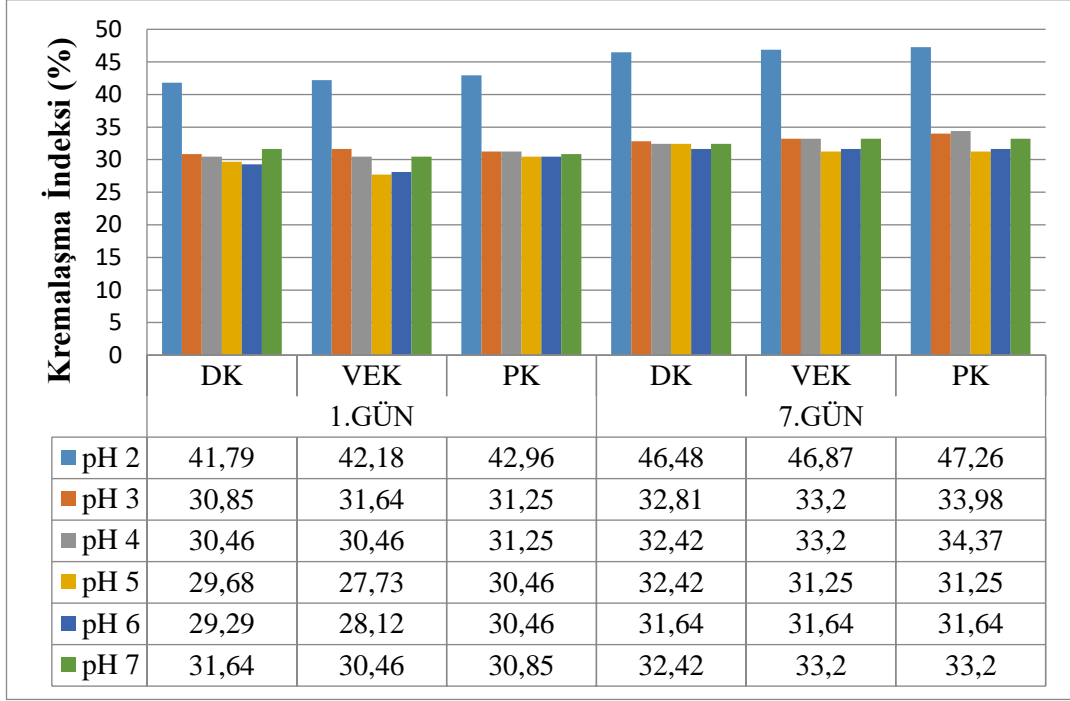
Farklı tekniklerle kurutulmuş çöven tozlarının farklı pH ortamlarında oluşturdukları emülsiyon aktivitesi ve emülsiyonların stabilitesi bakımından benzer davranış açığa çıkmıştır. Diğer yapılan emülsiyon analizlerinde desteklediği şekilde pH 2 ve 3’de en düşük stabilite gerçekleşmiştir. pH 5 ve 7 aralığında ise stabilite daha iyi bulunmuştur.

#### 4.1.10.5 Emülsiyon Kremalaşma İndeksi

Çöven tozu ile hazırlanmış emülsiyonların 4°C’de farklı pH derecelerindeki kremalaşma indeksi Şekil 4.21 ve 4.22’de verilmiştir. Şekil 4.21’de görüldüğü gibi, emülsiyonların kremalaşma indeksi pH değişimine bağlı olarak değişmiş ve pH 2 dışındaki pH’larda kremalaşma oranı daha düşük olmuştur. Kremalaşma büyük ölçüde ilk 24 saat içerisinde gerçekleşerek 7 günlük depolamada kremalaşma oranı çok fazla değişmemiştir. Ancak, depolamanın 7. gününde pH 2’de serum fazının bir miktar ayrıldığı gözlemlenmiştir. Kremalaşma destabilizasyon mekanizması, iki faz arasındaki yoğunluk farkından dolayı yerçekimi etkisinde fazların ayrılmasına bağlı olarak gelişmektedir. Kullanılan yüzey aktif maddeye ek olarak, ortamda ayrı bir stabilizatör maddenin yokluğu nedeniyle, ortam viskozitesininin düşük düzeyde olması Stokes kanuna göre, yağ damlacıklarının hareket hızını artırarak yerçekimsel ayrılma mekanizmasını tetiklemektedir. Emülsiyon örneklerinin yüzey aktif madde oranının artırılması ya da stabilizatör ilavesiyle kremalaşma olayı engellenebilmektedir. Ayrıca yapılan bir çalışmada saponin içeren çözeltilere şeker ilavesinin yarı katı ve kararlı emülsiyonlar oluşturduğu bildirilmiştir (Gonzalez ve Sörensen, 2020).



Şekil 4.21 Çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların görüntüleri a) 1. gün b) 7. gün



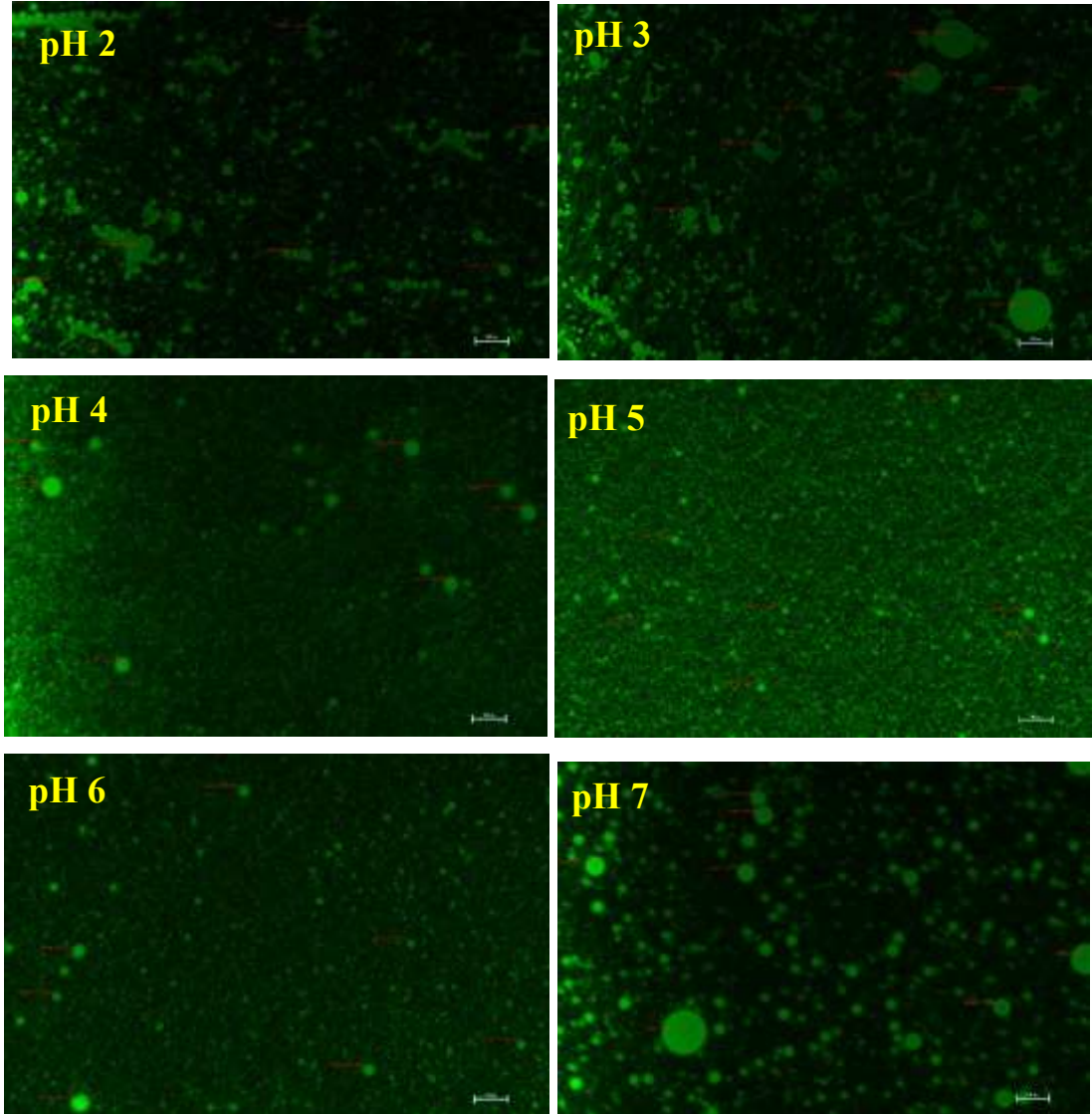
**Şekil 4.22** Çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların kremalaşma indeksi DK: Dondurarak Kurutulmuş Çöven Tozu, VEK: Vakum Etüvle Kurutulmuş Çöven Tozu, PK: Püskürtmeli Kurutulmuş Çöven Tozu

Bu çalışmada elde edilen görsellerdekine benzer şekilde Yang ve ark., (2013) QS kullanarak hazırladıkları emülsiyonlarda pH 2'de kremalaşma olduğunu gözlemlemişlerdir. Böttcher ve ark., (2017) %0.005 oranında QS kullanarak hazırladıkları emülsiyonlarda 7 gün sonrasında tamamen faz ayrılması gerçekleşmediği, fakat kremalaşma ve koalesansın meydana geldiğini kremalaşma analiz resimlerini de sunarak bildirmişlerdir. Ayrıca, %0.05 QS ve %0.1 betalaktoglobülün ilave ettikleri emülsiyonlarda daha düşük kremalaşmanın olduğunu bildirmişlerdir. Xu ve ark., (2019) yüzey aktif madde olarak hidrolize pirinç glutelinini ve QS kullanmanın emülsiyonların oluşum kapasitesi ve stabilitesi üzerine etkisi incelemiş ve QS içeren emülsiyonların diğer emülsiyonlara oranla daha geniş pH (3-7) aralığında kremalaşma ve agregasyona karşı stabil olduğunu belirtmişlerdir. Yüksek tuz ve sıcaklık koşullarında ise QS'e ilaveten hidrolize pirinç glutelinini kullanıldığı zaman daha stabil emülsiyonlar oluştuğu ve bu durumun hidrolize pirinç glutelin ilavesi ile güçlü sterik itmeye sebep olan kalın arayüzey tabakasının oluşmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir.

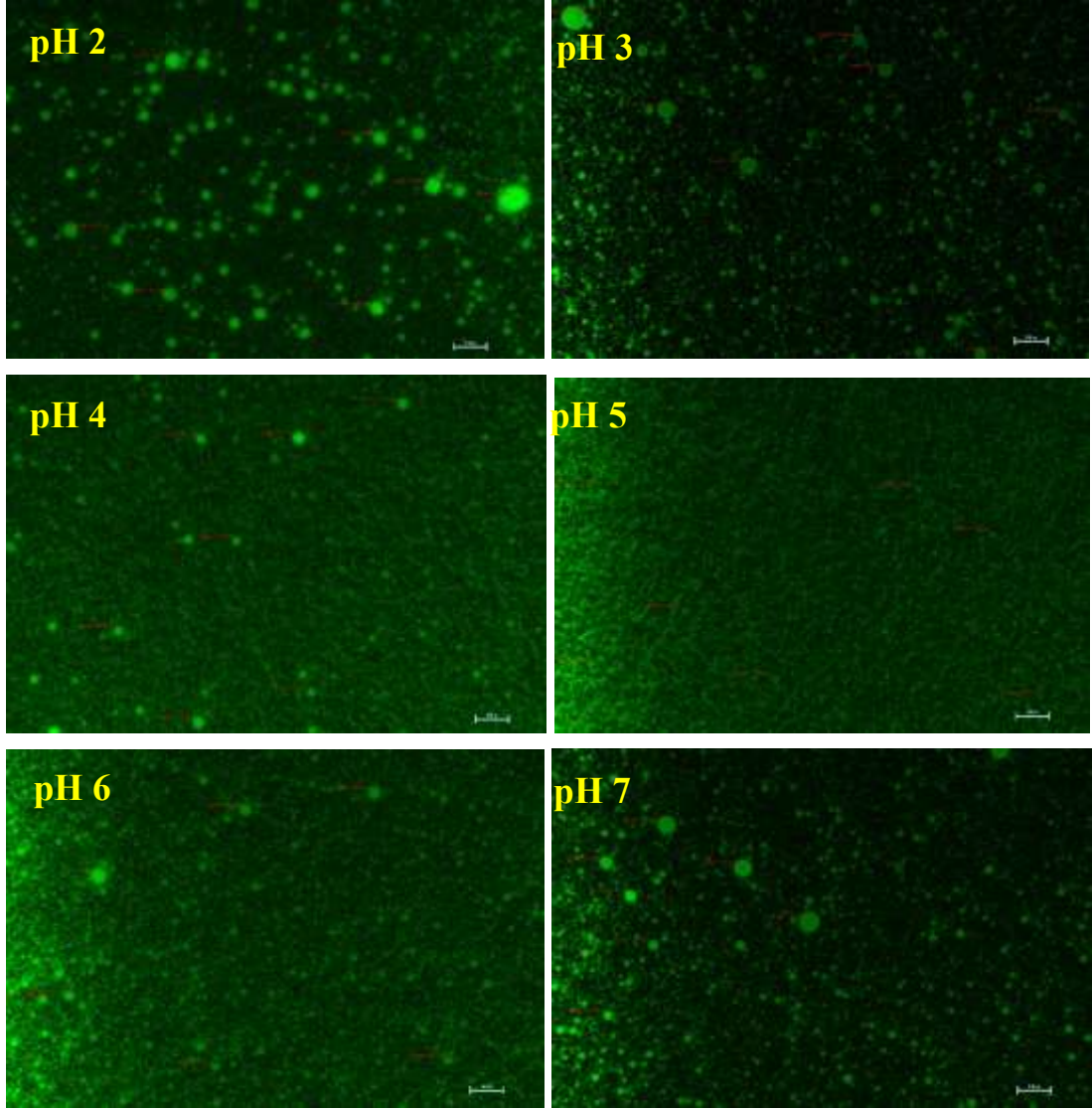


#### 4.1.10.6 Floresan Mikroskop Görüntüleri

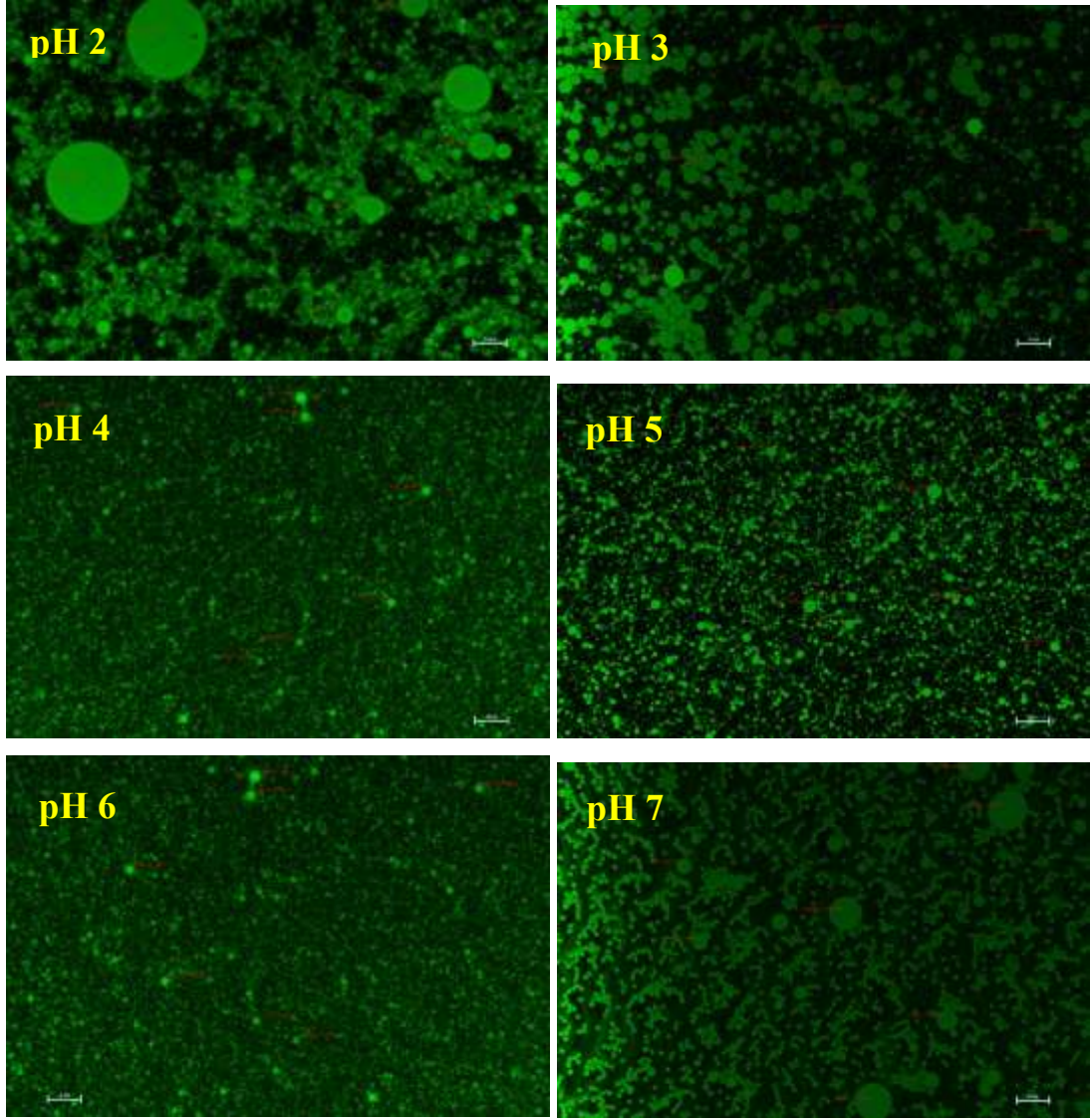
Farklı kurutma yöntemleri ile elde edilen çöven tozları kullanılarak hazırlanan emülsiyonların farklı pH derecelerindeki Floresan Mikroskop Görüntüleri Şekil 4.23, 4.24 ve 4.25'te verilmiştir.



Şekil 4.23 Dondurarak kurutulmuş çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki floresan mikroskop görüntüleri



**Şekil 4.24** Vakum etüv ile kurutulmuş çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki floresan mikroskop görüntüleri



**Şekil 4.25** Püskürtmeli kurutma tekniği ile kurutulmuş çöven tozu ile hazırlanan emülsiyonların farklı pH ortamlarındaki floresan mikroskop görüntüleri

Çöven tozlarının emülsiyon oluşturma özellikleri pH değişimine bağlı olarak değişmiş ve pH 2-3 dışındaki pH'larda emülsiyon oluşturma özellikleri daha yüksek olmuştur. Düşük pH 2-3 değerlerinde de yağ damlacıklarının koalesansa uğradığı açıktır. Düşük pH değerlerinde saponinle çevrilmiş yağ damlacıklarının arasındaki elektrostatik itme kuvvetleri azalacağından dolayı yağ damlacıkları koalesansa uğramaktadır (Tippel ve ark., 2016). Elektrostatik itme kuvvetlerindeki azalış ise saponinlerin yapısındaki negatif yük kaynağı olan karboksilik asitin zayıf asitlerden olup, pH 3.5 değeri civarında bir pKa değerine sahip olmaları ile bu noktada iyonsuzlaşmaları ile açıklanmaktadır (Yang ve ark., 2013; Ozturk ve McClements, 2016; Zhu ve ark., 2019).

Floresan mikroskop görüntüleri, literatürdeki diğer çalışmaların sonucu ile uyumlu bir şekilde, özellikle pH 4-6 arasında yağ damlacıklarının homojen ve küçük partikül boyutlarında dağılım gösterdiği gözükmektedir (Yang ve ark., 2013; Zhu ve ark., 2019). Noniyonik emülgatörler, emülsiyon ortamlarının pH ve tuz değişimlerine karşı daha stabildir (Göksel-Saraç, 2018). Böttcher ve Drusch (2016) *gypsophila* saponinlerinin iyonlaşabilen karboksil grubunu düşük miktarda içerdiğini ve bu nedenle noniyonik yüzey aktif madde gibi davranabileceğini, FTIR sonuçlarına bağlı olarak açıklamıştır.

#### 4.1.11 TOPSIS'le Optimum Kurutma Yöntemi ve Çalışma pH'sının Analizi

Çöven tozlarından oluşturulan köpük ve emülsiyonların optimum arayüzey özelliklerinin sağlandığı, kurutma yöntemi ve emülsiyon ortam pH'sının incelendiği analiz metodlarının bütünü ortak bir kapsamda değerlendirilmesi amacıyla, Çok Kriterli Karar Verme (TOPSIS) yöntemi uygulanmıştır. Farklı kurutma tekniği ile elde edilen çöven ekstraktlarının ortam pH'sına bağlı olarak ortaya koydukları arayüzey performansı Çizelge 4.7'de sunulmuştur.

**Çizelge 4.8** Çok Kriterli Karar Verme (TOPSIS) sonuçları

Sıralama	Alternatifler		C değeri
	Kurutma Yöntemi	pH	
1	VEK	6	0.9480
2	DK	6	0.9322
3	PK	6	0.8573
4	VEK	5	0.8514
5	DK	7	0.8364
6	VEK	7	0.8229
7	PK	5	0.7963
8	DK	5	0.7733
9	PK	7	0.7670
10	DK	4	0.6819
11	PK	4	0.6812
12	VEK	4	0.6778
13	PK	3	0.6184
14	DK	3	0.6038
15	VEK	3	0.5821
16	DK	2	0.0551
17	VEK	2	0.0270
18	PK	2	0.0040

DK: Dondurarak kurutulmuş çöven tozu, VEK: Vakum etüv ile kurutulmuş çöven tozu, PK: Püskürtmeli kurutulmuş çöven tozu

Farklı yöntemlerle üretilen çöven tozlarının arayüzey özelliklerinin belirlenmesi amacıyla köpük oluşturma kapasitesi ve stabilitesi ve çöven tozları ile hazırlanan emülsiyonların kremalaşma indeksi, emülsiyon aktivitesi ve emülsiyon stabilitesi indeksi analizleri farklı pH ortamlarında gerçekleştirilmiştir. Çizelge 4.7’de görüldüğü gibi, vakum etüv yöntemi ile kurutulmuş çöven tozu ve bu tozun pH 6 ortamında en iyi arayüzey özelliği sergileyerek en iyi alternatif olmuştur. Bu alternatif sonrasındaki diğer tercih edilebilecek iki alternatif ise sırasıyla yine aynı pH ortamında dondurarak ve püskürtmeli kurutma tekniği ile kurutulmuş çöven tozlarıdır. Floresans mikroskop görüntüleri ve zeta potansiyel sonuçlarının desteklediği gibi pH 5 ortamında vakum etüv yöntemi ile kurutulan tozların diğer pH düzeylerine göre daha iyi bir fonksiyonel özellik sergilediği TOPSİS sonuçlarında da 4. en iyi alternatif olması ile açıkça gözükmemektedir. Yine pH 2 ortamında tüm toz örnekler en kötü fonksiyonel özelliklerini sergiledikleri; kremalaşma indeksi ve floresan mikroskop görüntülerinde desteklediği gibi aşıkardır. Örneklerin köpük oluşturma kapasitesi, köpük stabilitesi, emülsiyon kremalaşma indeksi, emülsiyon aktivitesi ve emülsiyon stabilitesi indeksi olmak üzere, TOPSİS kapsamında değerlendirilen her bir parametrenin öneminin eşit olduğu düşünülerek katsayısının eşit seçilmesi ile bu katsayıların farklı subjektif bir tercihi ve dağıtılması ile ortaya çıkabilecek olan değişik sonuç ihtimallerinin bertaraf edilerek daha objektif bir sonuca varıldığı düşünülmektedir.

## **4.2 Dondurma**

### **4.2.1 Dondurma Miksi Reolojik Özellikleri**

Dondurmada serum fazının viskozitesi hava kabarcıklarının dağılımı, dondurmanın erime hızı, buz kristallerin boyutunu ve rekristalizasyonu gibi parametreleri etkilemektedir. Dondurmanın dondurucuda daha düşük sıcaklıklara soğutulması sırasında donmuş hale geçmeyen suyun buz kristallerine dahil olması ile buz kristallerinin büyüklüğü artmaktadır. Ayrıca dondurmanın donmamış fazı olan serum fazındaki mikroviskozitenin düşük olması buz kristallerinin drenaj etkisi ile erime sürecini hızlandırmaktadır (Eisner ve ark., 2005).

Çizelge 4.8’de emülgatör olarak mono-digliserit yerine püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen çöven tozunun farklı oranlarda ilave edilmesiyle üretilen dondurma mikslerinin akış davranış özellikleri sunulmuştur. Dondurma mikslerinin

reolojik özelliklerinin modellenmesinde Ostwald de Waale modeli kullanılmıştır ( $R^2>0.89$ ). Görünür viskozite değerleri, dondurma gibi düşük viskoziteli gıdalara ağızda uygulanan kesme hızı değerini sunan  $50 \text{ s}^{-1}$  referans alınarak görünür viskozite değeri verilmiştir (Soukoulis ve ark., 2008).

Dondurma mikslерinin akış davranış özellikleri arasındaki farklılık istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) bulunmuş olup, kıvam katsayısı, akış davranış indeksi ve görünür viskozite değerleri ürünlerin emülgatör oranlarındaki değişmeye bağlı olarak sırasıyla  $1.4400\text{-}2.0020 \text{ Pas}^n$ ,  $0.5196\text{-}0.5510$  ve  $0.1817\text{-}0.2247 \text{ Pas}$  arasında bulunmuştur. Genel olarak çöven konsantrasyonunun artması ile dondurmaların görünür viskozitesinde artış, akış davranış indeksi değerlerinde ise düşme meydana gelmiştir. Bu durum çöven tozunun içerdiği bileşikler ile alakalı olduğu düşünülmektedir. Çöven tozunun saponin bileşeni kendisinde şeker zincirleri içermekle beraber, şeker varlığında yoğun viskoelastik köpükler oluşturmaktadır (Gonzalez ve Sörensen, 2020). Dondurma miksi yüksek şeker içerdiği için saponin bileşiğinin şekerle interaksiyonu neticesinde mikslерin viskozitesi yükselmiş olabilir.

Çelik ve ark., (2007) sünger kek hamuruna belirli oranlarda yumurta yerine çöven ilave ettikleri çalışmada, kontrol grubunun kıvam katsayısını  $148.97 \text{ Pas}^n$ , yumurta yerine %25, %50 ve %75 oranında çöven ekstraktı ikame edilen hamurların kıvam katsayısını sırasıyla  $132.50$ ,  $129.87$  ve  $112.23 \text{ Pas}^n$  ile istatistiksel olarak benzer davranış gösterdiğini, çöven ilave edilmeden yumurta oranının benzer oranlarda azaltılması ile kıvam katsayılarının  $104.67\text{-}79.33 \text{ Pas}^n$  arasında değişen değerlerle azalmanın meydana geldiğini ve akış davranış indeksi değerlerinin ise arttığını tespit etmiş olmaları, çöven ekstraktının kek hamurunun kıvamına katkıda bulunduğunu gösterdiği gibi bu çalışmada da dondurma miksi örneklerinde benzer durum gözlemlenmiştir.

D2, D7, D8 ve D10 kodlu dondurma mikslерinde kıvam katsayısı ve görünür viskozite değerleri diğer dondurma örneklerine göre daha yüksek bulunurken, K, D3, D4 ve D6 kodlu dondurma mikslерinde ise daha düşük kıvam katsayısı ve görünür viskozite değerleri bulunmuştur. Dondurma mikslерinin  $n$  değerlerinin  $0.5196\text{-}0.5510$  arasında değerlerle 1'den küçük olması Newton olmayan akış davranış yani pseudoplastik akış özelliği gösterdiğine işaret etmektedir (Kurt ve Atalar, 2018).

Ayrıca bu akış davranış indeksi değerleri duyuşsal olarak arzu edilen yapı ve kıvam özelliğini dondurmaya kazandırdığı bildirilmektedir (Javidi ve ark., 2016).

**Çizelge 4.9** Dondurma mikşine ait bazı reolojik veriler

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Ostwald de Waale Model Parametreleri			$\eta_{50}$ (Pa s)
		$K$ (Pas <sup>n</sup> )	$n$	$R^2$	
<b>K</b>	0.0	1.4400±0.076 <sup>a</sup>	0.5510±0.008 <sup>e</sup>	0.9991	0.1833±0.003 <sup>a</sup>
<b>D1</b>	10	1.7177±0.183 <sup>bc</sup>	0.5262±0.008 <sup>abc</sup>	0.9995	0.1923±0.020 <sup>abc</sup>
<b>D2</b>	20	1.7723±0.115 <sup>bcd</sup>	0.5235±0.007 <sup>abc</sup>	0.9989	0.1953±0.009 <sup>abc</sup>
<b>D3</b>	30	1.6147±0.090 <sup>ab</sup>	0.5376±0.008 <sup>abcde</sup>	0.9994	0.1910±0.006 <sup>ab</sup>
<b>D4</b>	40	1.5397±0.037 <sup>ab</sup>	0.5453±0.029 <sup>de</sup>	0.9994	0.1883±0.001 <sup>ab</sup>
<b>D5</b>	50	1.6217±0.014 <sup>ab</sup>	0.5382±0.040 <sup>bcd</sup>	0.9994	0.1920±0.040 <sup>abc</sup>
<b>D6</b>	60	1.5740±0.005 <sup>ab</sup>	0.5322±0.001 <sup>abcd</sup>	0.9994	0.1817±0.001 <sup>a</sup>
<b>D7</b>	70	1.7827±0.054 <sup>bcd</sup>	0.5399±0.004 <sup>cde</sup>	0.9993	0.2127±0.003 <sup>cd</sup>
<b>D8</b>	80	2.0020±0.136 <sup>d</sup>	0.5207±0.011 <sup>ab</sup>	0.9996	0.2187±0.004 <sup>d</sup>
<b>D9</b>	90	1.9083±0.116 <sup>cd</sup>	0.5196±0.002 <sup>a</sup>	0.9996	0.2083±0.013 <sup>bcd</sup>
<b>D10</b>	100	1.9247±0.029 <sup>cd</sup>	0.5340±0.003 <sup>abcde</sup>	0.9994	0.2247±0.010 <sup>d</sup>

K: Mono-diglisericitli kontrol dondurma, #: Mono-diglisericit yerine kullanılma oranı, a-e: Aynı sütundaki farklı küçük harfler örneklerde çöven oranına bağılı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

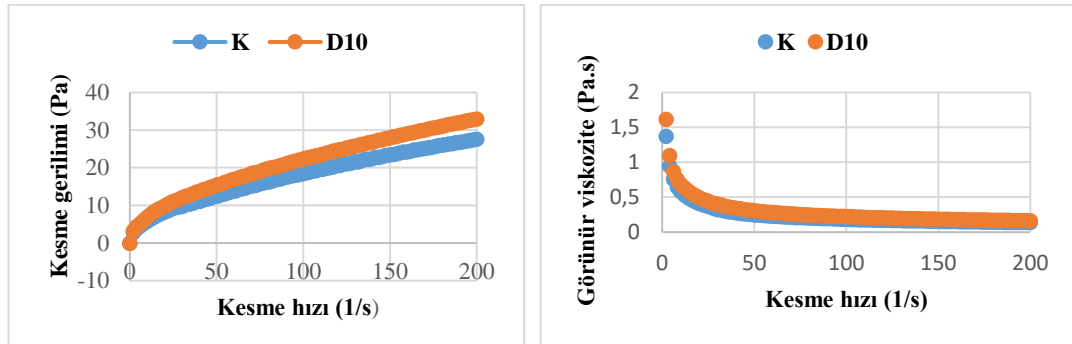
Dondurma üretiminde viskozitenin emulsifier tipi ve oranına bağılı olarak değıştığıne dair bazı çalışmalar vardır. Koçan ve Koçak (2002), kullanılan mono-diglisericit oranı arttıkça dondurma numunelerinin viskozitesinin arttığını belirtmiştir. Durmaz ve ark., (2020) yaklaşık %0.7 salep ve %0.3 oranında mono-diglisericit ile bu çalışmadaki dondurmalara göre kıvam katsayısı daha yüksek (8.80 Pas<sup>n</sup>) ve akış davranış indeksini daha düşük (0.361) bulunmuştur. Acan ve ark., (2020) %75 şeker pancarı melasına %25 maltodekstrin ilave ederek püskürtmeli kurutucu ile kuruttukları tozu, hacim verici ajan olarak dondurmaya farklı oranlarda şeker yerine ilave etmişlerdir. Dondurma örnekleri %0.43 oranında salep içermekte ve ayrıca emülgatör de içermemekte olup, %100 şeker pancarı melası ve %100 şeker içeren örneklerin kıvam katsayısı sırasıyla 5.69 ve 1.03 Pas<sup>n</sup>, akış davranış indeksi ise 0.44 ile 0.50 arasında değışmiş olup, %100 şeker katılmış örneklerin kıvam katsayısı bu çalışmadakinden daha düşük bulunmuştur.

Innocente ve ark., (2002) proteaz ve peptonun dondurmada emülgatör olarak etkinliğini araştırdıkları çalışmada ticari mono-diglisericit, proteaz-pepton ve emülgatör kullanmaksızın üç tip olarak ürettikleri dondurmalarda en yüksek kıvam katsayısı değerlerine proteaz-pepton ilaveli dondurmalar sahipken, emülgatör kullanılmayan dondurmalarda kıvam katsayısının düştüğünü tespit etmişlerdir. Muse ve Hartel

(2004), polisorbata 80'i üç farklı düzeyde kullandıkları ve tatlandırıcı olarak sükröz kullanılan dondurmalarda akış davranış indeksini 0.49 ile 0.50 arasında bulmuş olup, polisorbata 80'in reolojik veriler üzerinde herhangi bir katkısının olmadığını belirtmişlerdir.

Karasu (2009) farklı yağ ve gam çeşitleri kullanarak ürettikleri bitkisel yağlı sütlü buz örneklerine ait mikslerin 20°C'deki kıvam katsayısını 0.3019-1.710 olarak ve akış davranış indeksi değerlerini ise 0.2609-0.7174 arasında kaydetmişlerdir. Bu çalışma süt bazlı dondurma örneklerinde ve 4°C'de uygulanmış olmasına rağmen, kıvam katsayısı ve akış davranışı indeksi değerleri, Karasu (2009) tarafından belirlenmiş olan sonuç aralığı içerisinde tespit edilmiştir.

Şekil. 4.26'da %100 mono-digliserit içeren K kodlu (kontrol dondurma örneği) ile %100 çöven içeren D10 kodlu örneğe ait kesme hızındaki değişime bağlı olarak, kesme gerilimi ve görünür viskozite değerlerindeki değişimin grafiği sunulmuştur. Reolojik analiz sırasında örneklere uygulanan kesme hızındaki artışa bağlı olarak görünür viskozite değerinde azalma, kesme geriliminde ise artış meydana gelmiştir. Dondurma üzerine yapılan önceki birçok çalışmada kesme hızına bağlı olarak incelleme davranışı bu çalışmada olduğu gibi gözlemlenmiştir (Kurt ve Atalar, 2018; Acan ve ark., 2020; Durmaz ve ark., 2020).



Şekil 4.26 Dondurma mikslarının reolojik akış davranış özellikleri

Dondurmanın serum fazı, yüksek oranında şeker, yağ ve proteinden oluşmaktadır. Bu faz, buz kristalleri ve hava kabarcıklarının çevresini sarmaktadır. Homojenizasyon ile küçük boyutlara indirilen yağ damlacıkları emülgatör varlığında olgunlaşma aşamasında kısmi koalesansa uğramakta ve dondurma miksinin çırpılması sırasında ürüne dahil edilen havanın çevresinde tabaka oluşturarak hava



kabarcıklarının stabilitesini sağlamaktadır. Normalde yağ damlacıkları proteinlere göre kesme gerilimine karşı daha hassas olup, incelen davranış sergilerken, kısmi kristalizasyon mekanizması ile hava kabarcıklarının çevresinde agregasyonu güçlenmektedir (Eisner ve ark., 2005).

#### 4.2.2 Dondurma Örneklerinin Kimyasal Kompozisyonu

Dondurma örneklerine ait toplam kuru madde, kül, protein ve yağ içeriği Çizelge 4.9'da sunulmuştur.

**Çizelge 4.10** Dondurma örneklerinin kimyasal kompozisyonu (%)

Örnekler	Çöven				
	Oranı (%)#	TKM	Kül	Protein	Yağ
<b>K</b>	0.0	32.082±0.02 <sup>ab</sup>	1.0342±0.03 <sup>a</sup>	4.6614±0.09 <sup>a</sup>	4.40±0.40 <sup>a</sup>
<b>D1</b>	10	32.582±0.09 <sup>cd</sup>	1.0219±0.02 <sup>a</sup>	4.6614±0.06 <sup>a</sup>	4.13±0.23 <sup>a</sup>
<b>D2</b>	20	32.928±0.09 <sup>d</sup>	1.0289±0.02 <sup>a</sup>	4.7600±0.02 <sup>a</sup>	4.53±0.23 <sup>a</sup>
<b>D3</b>	30	32.865±0.24 <sup>d</sup>	1.0319±0.03 <sup>a</sup>	4.7177±0.10 <sup>a</sup>	4.40±0.40 <sup>a</sup>
<b>D4</b>	40	32.253±0.20 <sup>abc</sup>	1.0189±0.02 <sup>a</sup>	4.7318±0.11 <sup>a</sup>	4.13±0.23 <sup>a</sup>
<b>D5</b>	50	32.494±0.03 <sup>bcd</sup>	1.0534±0.04 <sup>a</sup>	4.7037±0.06 <sup>a</sup>	4.53±0.23 <sup>a</sup>
<b>D6</b>	60	32.516±0.16 <sup>bcd</sup>	1.0295±0.02 <sup>a</sup>	4.6755±0.02 <sup>a</sup>	4.13±0.23 <sup>a</sup>
<b>D7</b>	70	32.943±0.16 <sup>d</sup>	1.0258±0.03 <sup>a</sup>	4.6755±0.02 <sup>a</sup>	4.40±0.40 <sup>a</sup>
<b>D8</b>	80	32.635±0.17 <sup>cd</sup>	1.0473±0.03 <sup>a</sup>	4.7459±0.09 <sup>a</sup>	4.27±0.23 <sup>a</sup>
<b>D9</b>	90	32.968±0.30 <sup>d</sup>	1.0638±0.02 <sup>a</sup>	4.7318±0.04 <sup>a</sup>	4.53±0.23 <sup>a</sup>
<b>D10</b>	100	31.913±0.06 <sup>a</sup>	1.0640±0.03 <sup>a</sup>	4.7037±0.09 <sup>a</sup>	4.13±0.23 <sup>a</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, a-d: Aynı sütundaki farklı küçük harfler örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Dondurma örneklerinin toplam kuru madde miktarları %32.968-31.913 arasında değişmiştir. Çelik ve ark., (2010) sade ve safranlı olarak ürettikleri dondurmalarda ortalama %33 düzeyinde toplam kuru madde içerdiğini belirtip, kuru madde içeriği bakımından dondurmalar arasında benzerlik olduğunu bildirmişlerdir.

Dondurma örneklerinin kül miktarı %1.0640-1.0189 arasında belirlenmiştir. Kavaz (2015) çakal eriği ilaveli dondurmalarda kül miktarını %1.02-1.25 arasında belirlemiştir. Dondurma örneklerinin protein içerikleri ise %4.66 ile 4.76 arasında olup, pek çok araştırmada dondurma için kaydedilen değerlere benzerdir (Murtaza ve ark., 2004; Kavaz, 2015).

Dondurmaların yağ içerikleri %4.13 ile %4.53 arasında değişmekte olup, literatürdeki diğer çalışmalardaki değerlerle uyumludur (Akalin ve Erişir, 2008; Dertli ve ark., 2016). Rossa ve ark., (2012) %4, %6, ve %8 oranında yağ içeren

dondurmalarda yağların kısmi destabilizasyonunun %4 yağ içerikli dondurmalarda daha düşük oluştuğunu ve bu durumun hacim artışı değerlerinde daha olumlu sonuçlar verdiğini bildirmişlerdir. Koçan ve Koçak (2002) farklı oranlarda monogliserit kullanımının dondurma numunelerinin kuru madde, yağ gibi kimyasal kompozisyonunda bir farklılık oluşturmadığını kaydetmiştir. Bu çalışmada da kül, protein ve yağ içeriği bakımından istatistiksel farklılık çıkmamıştır ( $p>0.05$ ).

#### 4.2.3 Dondurma Örneklerinin DSC Analizi

Dondurma formülasyonunda mono-digliserit yerine farklı oranlarda çöven tozu kullanımının dondurmaların erime, donma ve camsı geçiş noktaları üzerine etkisi incelenmiştir. Sıcaklığa bağlı olarak açığa çıkan ısı akışı verilerinin kullanılmasıyla hesaplanan  $T_{ilk}$  (erime başlangıç sıcaklığı),  $T_{pik}$  (erimenin en hızlı olduğu sıcaklık),  $T_{son}$  (erimenin tamamlandığı sıcaklık),  $\Delta T$  (erime süresi) ve  $\Delta H$  (erimenin gerçekleşmesi için gerekli enerji) değerleri bakımından dondurma örnekleri arasında istatistiksel bir farklılık bulunmamış olup ( $p>0.05$ ), bulgular Çizelge 4.10, 4.11 ve 4.12’de sunulmuştur. Çizelge 4.10’da görüldüğü gibi, dondurmaların erime özelliklerinden  $T_{ilk}$  değeri -7.48 ile -6.37 °C,  $T_{pik}$  değeri 0.68 ile -0.94 °C,  $T_{son}$  değeri 5.49 ile 3.11 °C,  $\Delta T$  değeri 12.25 ile 11.04 °C, ve  $\Delta H$  değeri ise 95.99 ile 85.68 J/g arasında bulunmuştur.

**Çizelge 4.11** Dondurma örneklerinin erime sıcaklığı DSC verileri

Örnekler	$T_{ilk}$ (°C)	$T_{pik}$ (°C)	$T_{son}$ (°C)	$\Delta T$ (°C)	$\Delta H$ (J/g)
<b>K</b>	-6.76±0.51 <sup>a</sup>	0.68±0.14 <sup>a</sup>	5.49±0.29 <sup>a</sup>	12.25±0.29 <sup>a</sup>	85.68±1.20 <sup>a</sup>
<b>D1</b>	-7.33±0.19 <sup>a</sup>	0.47±0.90 <sup>a</sup>	4.92±0.01 <sup>a</sup>	12.24±1.70 <sup>a</sup>	93.42±6.03 <sup>a</sup>
<b>D2</b>	-7.37±0.23 <sup>a</sup>	0.26±0.40 <sup>a</sup>	4.61±0.18 <sup>a</sup>	11.98±0.08 <sup>a</sup>	92.03±0.47 <sup>a</sup>
<b>D3</b>	-6.74±0.33 <sup>a</sup>	0.50±0.45 <sup>a</sup>	5.20±1.01 <sup>a</sup>	11.93±1.88 <sup>a</sup>	90.64±7.21 <sup>a</sup>
<b>D4</b>	-6.87±0.22 <sup>a</sup>	0.42±0.88 <sup>a</sup>	5.02±1.16 <sup>a</sup>	11.88±1.94 <sup>a</sup>	95.66±1.72 <sup>a</sup>
<b>D5</b>	-7.37±0.76 <sup>a</sup>	-0.94±0.35 <sup>a</sup>	3.11±0.82 <sup>a</sup>	11.09±1.33 <sup>a</sup>	87.66±12.8 <sup>a</sup>
<b>D6</b>	-7.48±0.89 <sup>a</sup>	-0.54±0.01 <sup>a</sup>	3.83±0.27 <sup>a</sup>	11.31±1.63 <sup>a</sup>	95.99±5.21 <sup>a</sup>
<b>D7</b>	-7.04±0.06 <sup>a</sup>	-0.01±0.26 <sup>a</sup>	4.47±0.05 <sup>a</sup>	11.51±0.14 <sup>a</sup>	91.86±1.74 <sup>a</sup>
<b>D8</b>	-6.83±0.55 <sup>a</sup>	0.01±0.76 <sup>a</sup>	4.47±0.89 <sup>a</sup>	11.30±0.48 <sup>a</sup>	90.29±0.18 <sup>a</sup>
<b>D9</b>	-6.90±0.08 <sup>a</sup>	0.42±0.61 <sup>a</sup>	4.95±0.84 <sup>a</sup>	11.84±1.29 <sup>a</sup>	89.66±1.29 <sup>a</sup>
<b>D10</b>	-6.37±0.02 <sup>a</sup>	-0.11±0.41 <sup>a</sup>	4.67±0.50 <sup>a</sup>	11.04±0.68 <sup>a</sup>	90.05±3.69 <sup>a</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, Çöven oranı; D1: %10, D2: %20, D3: %30, D4: %40, D5: %50, D6: %60, D7: %70, D8: %80, D9: %90, D10: %100, a: Aynı sütundaki aynı küçük harfler, örnekler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.

Durmaz ve ark., (2020) yaklaşık %0.7 salep ve %0.3 oranında mono-digliserit kullanarak ürettikleri dondurmada, erimeye başlangıç sıcaklığını -14.1 °C, erimenin bittiği sıcaklığı 11 °C, tamamen erime için ihtiyaç duyulan enerjiyi ise 132 J/g olarak

bulmuşlardır. Kullanılan salep ve mono-digliserit oranındaki artışla orantılı olarak dondurmalar, bu çalışmada elde edilen dondurmalara göre daha düşük sıcaklıklarda erimeye başlamasına rağmen, erime süreci daha uzun bir zamanda tamamlanarak erimeye karşı daha dirençli olmuştur.

Acan ve ark., (2020) şeker pancarı melası tozunu hacim verici ajan olarak kullandıkları çalışmada  $T_{ilk}$ ,  $T_{pik}$ ,  $T_{son}$ ,  $\Delta H$  değerini sırasıyla  $-6.59$  °C,  $0.50$  °C ve  $11.31$  °C ve  $117.11$  J/g arasında bulmuş ve dondurmada şeker veya şeker pancarı melası kullanılmış olmasının erime özellikleri bakımından istatistiksel olarak bir farklılık oluşturmadığını tespit etmişlerdir. Bu çalışmada dondurmaya mono-digliserit yerine çöven ilavesi erime özellikleri bakımından istatistiksel olarak bir farklılık oluşturmamıştır. Ayrıca dondurmaların erimeye başladığı ve erimenin maksimum derecede olduğu sıcaklıklar iki çalışmada da benzer olmasına rağmen, Acan ve ark., (2020) erimenin tamamlandığı sıcaklığı, bu çalışmada belirlenen sıcaklık değerlerinden daha yüksek belirlemişlerdir.

Dondurma erime sıcaklığı aralığının büyüklüğü ( $\Delta T$ ) homojen buz kristali dağılımını gösteren bir indikatördür. Dar bir aralık, buz kristallerinin homojen dağılımını ve daha ince ve küçük buz kristallerinin oluşumunu göstermekte olup, depolama boyunca buz kristallerinin stabilitesinin daha iyi olduğunu gösterir (Alvarez ve ark., 2005).

Entalpi değerleri su içeriği ile ilişkilidir. Yüksek erime entalpi değerleri dondurma örneklerinin içerisindeki yüksek su varlığına işaret etmektedir (Soukoulis ve ark., 2009). Dondurma örneklerinde istatistiksel olarak benzer sonuçların elde edilmesi, örneklerin katı madde içeriklerinin ve su bağlama özelliğine sahip olan protein ve salep içeriklerinin yani özetle formülasyonlarının aynı olmasından kaynaklanmaktadır. Aynı zamanda emülgatör içeriği içerisinde çöven oranının değişmesi de dondurmanın termal özelliklerini etkilememiştir.

Sıcaklığa bağlı olarak açığa çıkan ısı akışı verilerinin kullanılmasıyla hesaplanan donma özelliklerinden  $T_{ilk}$  (donma başlangıç sıcaklığı),  $T_{pik}$  (donmanın en hızlı olduğu sıcaklık),  $T_{son}$  (donmanın tamamlandığı sıcaklık)  $\Delta T$  (donma süresi) ve  $\Delta H$  (donmanın gerçekleşmesi için gerekli ısı) değerleri bakımından dondurma örnekleri arasında istatistiksel bir farklılık bulunmamış olup ( $p>0.05$ ), bulgular

Çizelge 4.11’de sunulmuştur. Çizelge 4.11’de görüldüğü gibi, dondurmaların donma özelliklerinden  $T_{ilk}$  değeri -12.02 ile -16.64 °C,  $T_{pik}$  değeri -15.59 ile -19.84 °C,  $T_{son}$  değeri -24.08 ile -30.28 °C,  $\Delta T$  değeri 12.05 ile 13.78 °C, ve  $\Delta H$  değeri ise 137.65 ile 154.00 J/g arasında bulunmuştur.

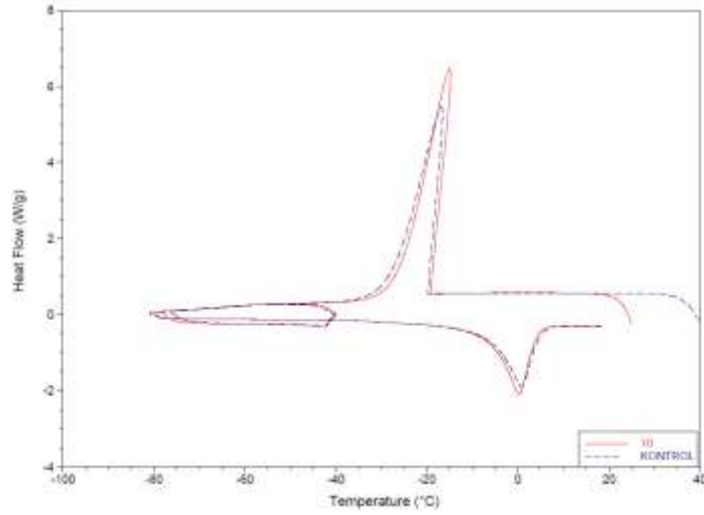
Dondurmalarda donmaya başlama sıcaklığının düşmesi; buz kristallerinin başlangıç boyutunu ve sonrasında buz kristallerinin büyümesini etkileyen kritik bir parametredir. Sulu faz içerisindeki şeker donma noktasını düşürmektedir. Dondurma -22°C gibi düşük sıcaklık değerlerinde sertleşmeye bırakıldığı zaman, ilk önce 0°C’nin altına kadar soğutulduğunda serbest su donarak buz kristal çekirdeği oluşturmaktadır. Daha sonra ortam sıcaklığı aşırı soğutma ile daha düşük derecelere getirildikçe, termodinamik stabilite düşüklüğünde aşamalı olarak buz kristalleri büyümeye başlar. Bağlı su oranı ve donma noktasının düşmesine bağlı olarak buz kristallerinin başlangıç boyutu ve sonrasındaki büyüme oranı değişmektedir (Soukoulis ve ark., 2009).

**Çizelge 4.12** Dondurma örneklerinin donma termal özellikleri

Örnekler	$T_{ilk}$ (°C)	$T_{pik}$ (°C)	$T_{son}$ (°C)	$\Delta T$ (°C)	$\Delta H$ (J/g)
<b>K</b>	-16.64±0.16 <sup>a</sup>	-19.84±0.22 <sup>a</sup>	-30.28±0.46 <sup>a</sup>	13.64±0.42 <sup>a</sup>	137.65±5.75 <sup>a</sup>
<b>D1</b>	-14.92±0.05 <sup>a</sup>	-18.30±1.32 <sup>a</sup>	-28.43±0.29 <sup>a</sup>	13.51±0.34 <sup>a</sup>	143.78±1.28 <sup>a</sup>
<b>D2</b>	-15.28±0.95 <sup>a</sup>	-18.60±0.59 <sup>a</sup>	-28.14±0.72 <sup>a</sup>	12.86±0.33 <sup>a</sup>	142.00±0.70 <sup>a</sup>
<b>D3</b>	-15.76±0.66 <sup>a</sup>	-19.33±0.15 <sup>a</sup>	-29.34±1.08 <sup>a</sup>	13.58±0.59 <sup>a</sup>	151.50±0.00 <sup>a</sup>
<b>D4</b>	-12.88±1.32 <sup>a</sup>	-15.59±0.08 <sup>a</sup>	-26.10±1.93 <sup>a</sup>	13.22±0.86 <sup>a</sup>	149.00±4.30 <sup>a</sup>
<b>D5</b>	-12.02±0.76 <sup>a</sup>	-15.59±1.11 <sup>a</sup>	-24.08±0.35 <sup>a</sup>	12.05±1.15 <sup>a</sup>	151.50±7.50 <sup>a</sup>
<b>D6</b>	-12.20±1.12 <sup>a</sup>	-15.88±1.69 <sup>a</sup>	-25.37±1.38 <sup>a</sup>	13.17±0.37 <sup>a</sup>	154.00±3.60 <sup>a</sup>
<b>D7</b>	-14.85±0.44 <sup>a</sup>	-18.45±0.20 <sup>a</sup>	-27.76±0.17 <sup>a</sup>	12.91±0.38 <sup>a</sup>	144.30±4.40 <sup>a</sup>
<b>D8</b>	-14.03±0.61 <sup>a</sup>	-18.30±0.88 <sup>a</sup>	-27.33±1.90 <sup>a</sup>	13.30±0.42 <sup>a</sup>	148.45±0.55 <sup>a</sup>
<b>D9</b>	-14.12±0.95 <sup>a</sup>	-17.20±0.37 <sup>a</sup>	-27.58±0.90 <sup>a</sup>	13.46±0.70 <sup>a</sup>	145.85±6.55 <sup>a</sup>
<b>D10</b>	-14.28±0.68 <sup>a</sup>	-18.60±0.30 <sup>a</sup>	-27.79±1.63 <sup>a</sup>	13.78±0.96 <sup>a</sup>	149.30±4.70 <sup>a</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, Çöven oranı; D1: %10, D2: %20, D3: %30, D4: %40, D5: %50, D6: %60, D7: %70, D8: %80, D9: %90, D10: %100, a: Aynı sütundaki aynı küçük harfler, örnekler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.

Şekil 4.27 ve Çizelge 4.11 incelendiğinde %100 mono-digliserit içeren dondurma örneği ile %100 çöven içeren dondurma örneği arasında donma özellikleri bakımından istatistiksel bir farklılık oluşmadığı görünmektedir.



**Şekil 4.27** Dondurma örneklerine ait DSC termogramı

Dondurma örneklerinin camsı geçiş sonuçları, Çizelge 4.12’de verilmiştir. Dondurma örnekleri arasında camsı geçiş noktaları bakımından oluşan farklılık istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ( $p>0.05$ ). Kontrol dondurmada camsı geçiş orta noktası  $-32.01$  ve %100 çöven içeren dondurmada ise  $-32.94$  olarak ölçülmüştür.

**Çizelge 4.13** Dondurma örneklerinin camsı geçiş ( $T_g$ ) verileri

Örnekler	Çöven Oranı (%) <sup>#</sup>	$T_{g\text{ ilk}} (°C)$	$T_{g\text{ pik}} (°C)$	$T_{g\text{ son}} (°C)$
<b>K</b>	0.0	$-31.24 \pm 0.16^a$	$-32.01 \pm 0.01^a$	$-33.91 \pm 0.28^a$
<b>D1</b>	10	$-31.81 \pm 0.05^a$	$-32.14 \pm 0.08^a$	$-33.76 \pm 0.00^a$
<b>D2</b>	20	$-31.57 \pm 0.95^a$	$-32.18 \pm 0.26^a$	$-33.96 \pm 0.13^a$
<b>D3</b>	30	$-31.47 \pm 0.66^a$	$-32.18 \pm 0.21^a$	$-33.85 \pm 0.80^a$
<b>D4</b>	40	$-33.25 \pm 1.32^a$	$-32.16 \pm 0.56^a$	$-33.64 \pm 0.99^a$
<b>D5</b>	50	$-32.35 \pm 0.76^a$	$-32.77 \pm 0.28^a$	$-33.79 \pm 0.31^a$
<b>D6</b>	60	$-31.92 \pm 1.12^a$	$-32.82 \pm 0.57^a$	$-34.13 \pm 0.13^a$
<b>D7</b>	70	$-31.67 \pm 0.44^a$	$-32.27 \pm 0.24^a$	$-34.17 \pm 0.14^a$
<b>D8</b>	80	$-31.28 \pm 0.61^a$	$-32.00 \pm 0.32^a$	$-34.12 \pm 0.94^a$
<b>D9</b>	90	$-30.89 \pm 0.95^a$	$-32.14 \pm 0.33^a$	$-33.60 \pm 0.67^a$
<b>D10</b>	100	$-31.77 \pm 0.68^a$	$-32.94 \pm 0.99^a$	$-33.80 \pm 0.43^a$

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler, örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Kavaz (2015) tarafından üretilen dondurmalarda camsı geçiş sıcaklığının pik noktası  $-43.49$  olarak bulunurken, bu çalışmada mono-digliseritli dondurmada  $-32.01$  ve çövenli dondurmada ise  $-32.94$  olarak bulunmuştur. Kavaz (2015) tarafından üretilen dondurmalar daha yüksek miktarda salep ve mono-digliserit içermesiyle beraber, kuru madde miktarı (%40) bu çalışmaya göre (%32) çok daha yüksek olması, dondurmanın

viskozitesini artırarak suyun moleküler hareketliliğini düşürmekte olup, camsı geçiş noktasını -43.49 değerine düşürmüştür.

Camsı geçiş özelliği dondurmanın serum fazındaki suyun hareketliliğini gösteren bir indikatördür. Dondurma örneklerinin Tg'si (camsı geçiş sıcaklığı) dondurma formülasyonuna bağlı olarak -23 ile -43 arasında değişebilmektedir. Bu aralık haricinde düşük Tg değerlerinde yüksek viskoziteden dolayı rekristalizasyon gibi bozulma reaksiyonlarına karşı stabilken, yüksek Tg değerlerinde viskozite azalarak moleküler hareketlilik ve difüzyon mekanizmalarında artış meydana gelmektedir (Pintor-Jardines ve ark., 2018).

Camsı geçiş, dondurmaların depolama boyunca termodinamik olarak stabiliteyi ile alakalı bir durumdur. Dondurmaların yüksek viskoz durumdan camsı duruma geçişini kontrol eder. Dondurma miksinde bulunan stabilizatörler, suyu bağlayarak viskoziteyi artırmak suretiyle camsı geçişini kontrol ederler. Camsı geçiş sıcaklığı üstünde buz kristali büyümesi su difüzyon kinetiği ile kontrol altına alınırken camsı geçiş sıcaklığı altındaki sıcaklıklarda viskozitenin artması ile stabilize sağlanmaktadır (Soukoulis ve ark., 2009). Bu çalışmada dondurmaların camsı geçişinin başladığı ve bittiği sıcaklık noktaları arasında mono-digliserit yerine çöven kullanılması istatistiksel olarak fark oluşturmamıştır ( $p > 0.05$ ). Bu durum, dondurma formülasyonlarının emülgatör çeşidi dışında aynı olması yani aynı miktarda protein, karbonhidrat ve stabilizatör içermesi neticesinde su molekülünün hareketinin aynı derecelerde sınırlandırılmasıyla açıklanabilir. Zira, %0.5-2 gibi düşük konsantrasyonlarda stabilizatör kullanılması durumunda dondurmalarda erime ve donma özellikleri, camsı geçiş sıcaklığı, erime entalpisi, buz kristallerinin heterojen bir şekilde oluşumu gibi özelliklerini değiştirmedeği ve böylece başlangıç buz kristalleri oluşumunu etkilemeyeceği yönde literatürde nadiren bazı raporlar (Acan ve ark., 2020; Durmaz ve ark., 2020) olmasına rağmen, pek çok çalışmada kuru madde miktarının artması veya stabilizatörlerin viskoziteyi artırmasıyla doğru orantılı bir şekilde dondurmada ki buz kristallerinin büyümesinin kontrol altında tutulduğu bildirilmiştir (Regand ve Goff, 2003; Pintor-Jardines ve ark., 2018). Kavaz (2015) yaptıkları çalışmada ise %0.6 salep ve %0.2 oranında mono-digliserit kullanarak %40 kuru madde içerikli olarak ürettikleri dondurmalarda erimeye başlangıç sıcaklığı -1.48°C ve donmaya başlangıç sıcaklığı ise -9.52 °C olarak kaydedilmiş olup, bu

çalışmada %0.15 mono-digliserit, %0.5 salep kullanılmış olup, %32 kuru madde içerikli dondurmalar üretilmiştir. Mono-digliseritle üretilen dondurmalar,  $-6.76^{\circ}\text{C}$ 'de erimeye  $-16.64^{\circ}\text{C}$ 'de ise donmaya başlamış, emülgatör olarak çöven kullanılan dondurmalar ise  $-6.37^{\circ}\text{C}$ 'de erimeye ve  $-14.28^{\circ}\text{C}$ 'de ise donmaya başlamıştır. İki çalışma arasındaki farklılıklar kuru madde içeriği ve emülgatör ve salep oranındaki farklılıkla alakalı olduğu düşünülmektedir.

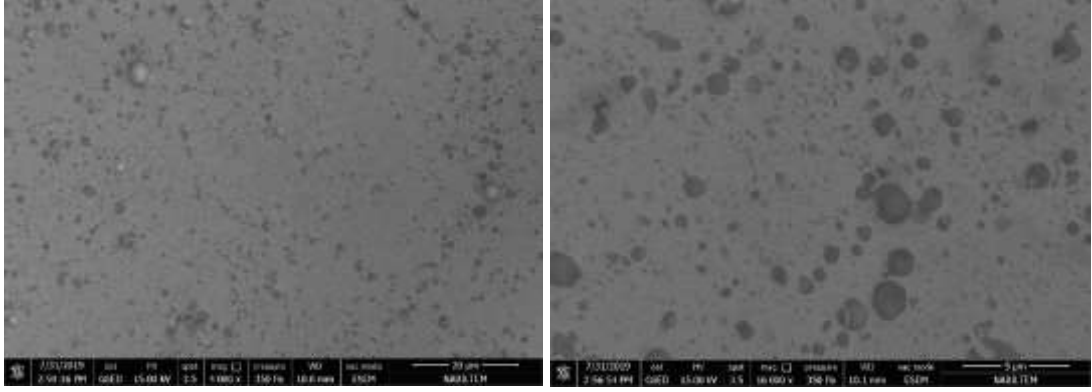
#### **4.2.4 Dondurma Örneklerinin SEM Görüntüleri**

Dondurma örneklerinin görüntüleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile alınmıştır. Dondurma numunelerin sırasıyla SEM resimleri Şekil 4.28, 4.29, 4.30, 4.31, 4.32, 4.33, 4.34, 4.35, 4.36, 4.37 ve 4.38'de sunulmuştur. Şekillerden görüldüğü üzere, değişen mono-digliserit oranlarına bağlı olarak dondurma örneklerindeki buz kristallerinin bulunma yoğunluğu ve büyüklüğü irdelendiğinde örnekler arasında ciddi bir farklılık gözlemlenmemiştir.

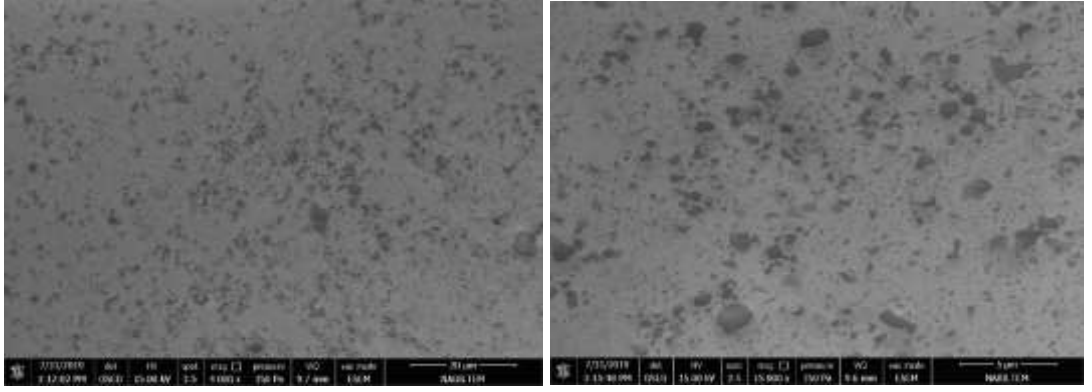
Dondurma laktoz, şeker, protein ve polisakkaritten oluşan ve buz kristalleri, hava kabarcıkları ve kısmen koagüle olmuş yağ damlacıklarını içeren oldukça kompleks donmuş bir üründür. Dondurma termodinamik olarak stabil olmadığından dolayı depolama boyunca rekristalizasyon meydana gelerek üründeki buz kristalleri boyutu artabilmekte ve bu durum sonucu kalite kaybı meydana gelmektedir. Rekristalizasyon olayı ise dondurmanın hacim artışı, viskozitesi, başlangıç buz kristali büyüklüğü, donma hızı, depolama sırasındaki sıcaklık dalgalanmaları, kullanılan stabilizatörün etkinliğine bağlı olarak gelişir.

Stabilizatörler, su bağlama özellikleri gereği, buz kristallerine suyun difüzyonunu azaltmak suretiyle bu sorunu kontrol ederler (Sofjan ve Hartel, 2004). Regand ve Goff (2003) stabilizatör çeşidine bağlı olarak buz kristallerinin büyüklüğünün farklı derecede arttığını gözlemlemişlerdir.

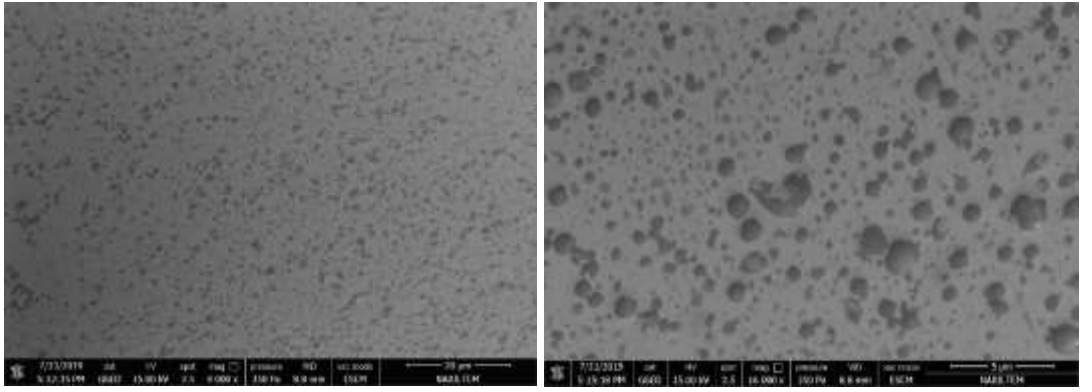
Dondurma içerisindeki havanın homojen ve küçük damlalar halinde dağılmış olması; buz kristallerinin şekil, boyut ve dağılımını etkilemektedir. Böylece, buz kristalleri depolama boyunca Ostwald olgunlaşmasından dolayı büyümesi engellenebilir. Ostwald olgunlaşması, küçük buz kristallerinin daha büyük buz kristallerinin lehine difüzyon olması ile kaybolmasıdır (Eisner ve ark., 2005).



**Şekil 4.28** K kodlu %100 mono-digliserit içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)

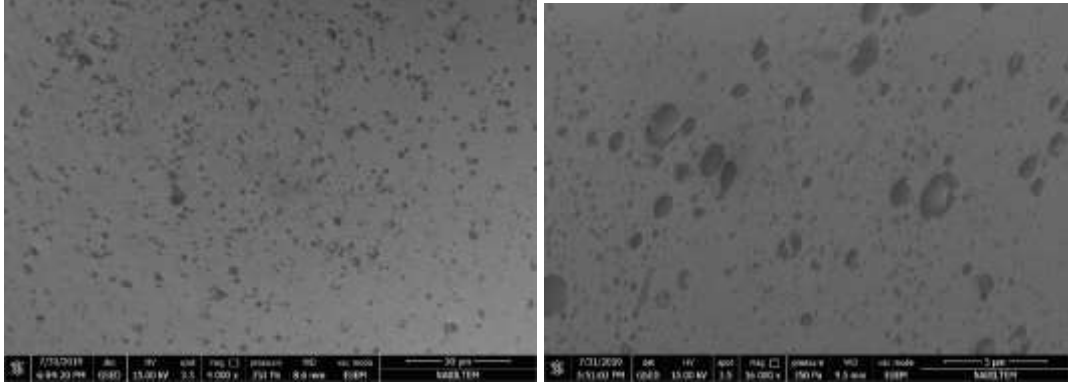


**Şekil 4.29** D1 kodlu %90 mono-digliserit ve %10 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)

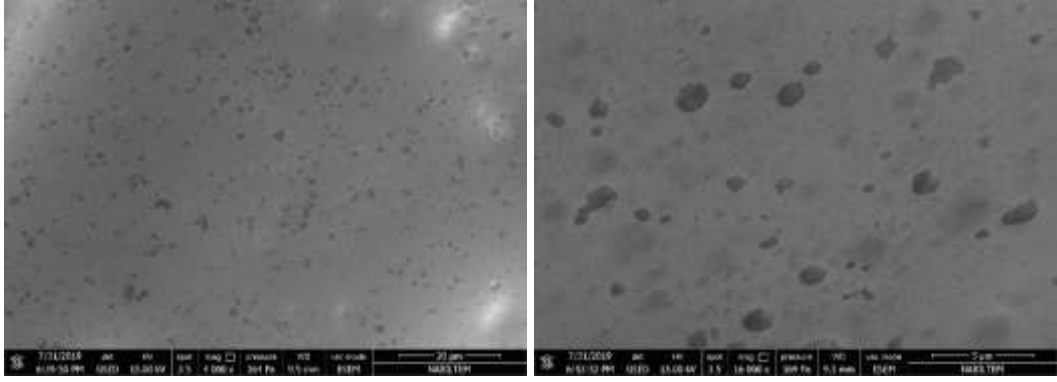


**Şekil 4.30** D2 kodlu %80 mono-digliserit ve %20 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)

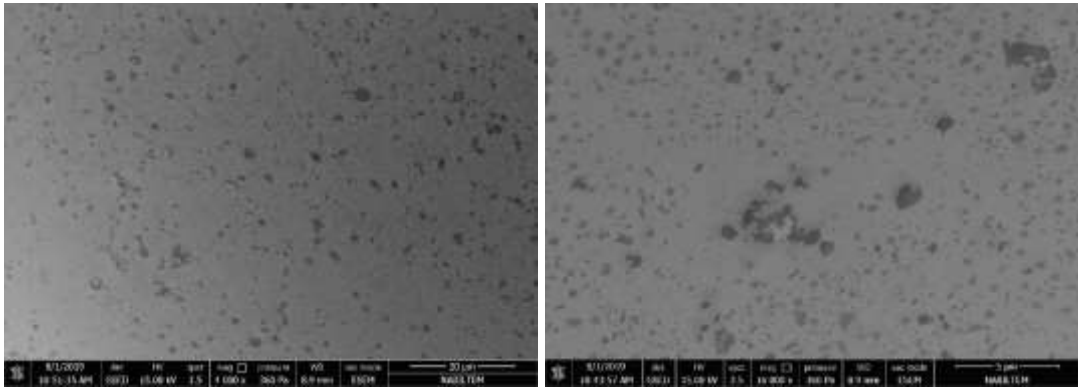




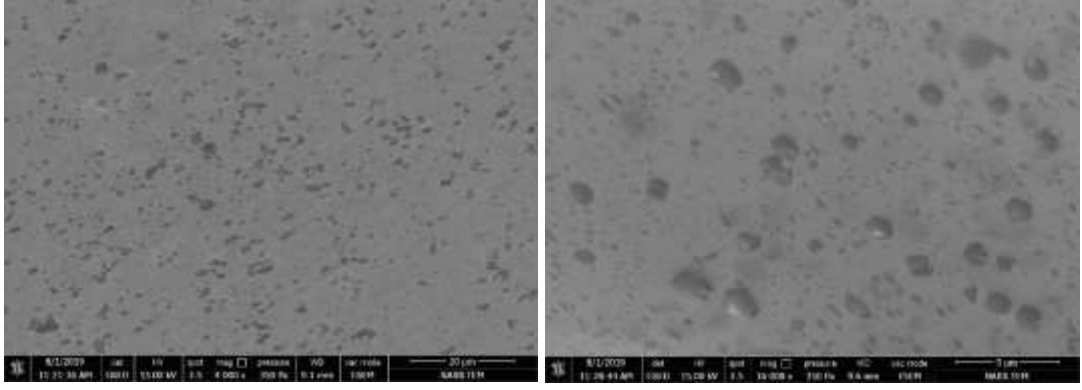
**Şekil 4.31** D3 kodlu %70 mono-digliserit ve %30 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)



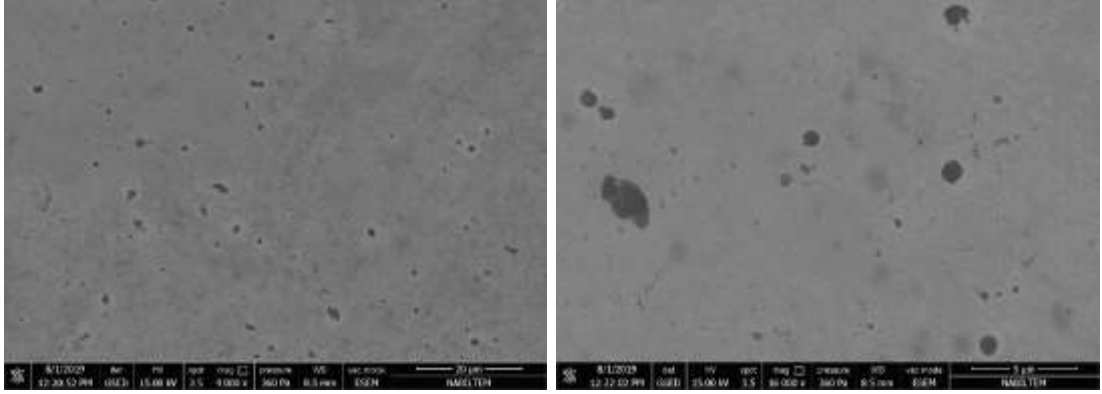
**Şekil 4.32** D4 kodlu %60 mono-digliserit ve %40 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)



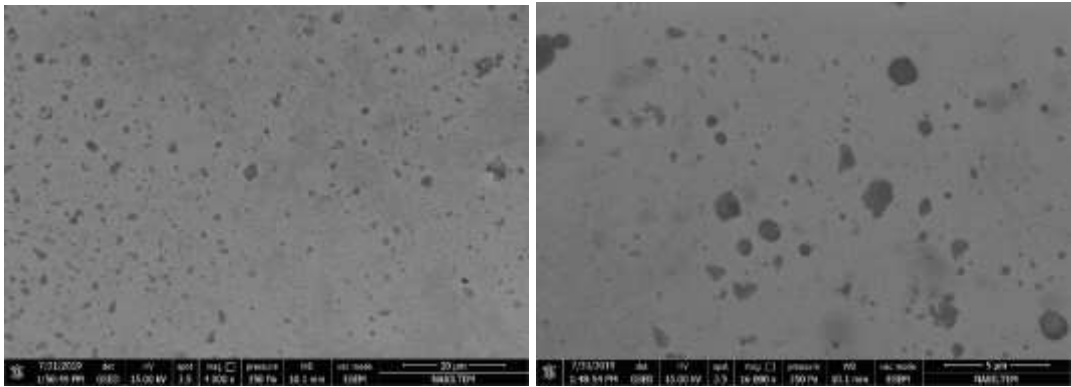
**Şekil 4.33** D5 kodlu %50 mono-digliserit ve %50 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)



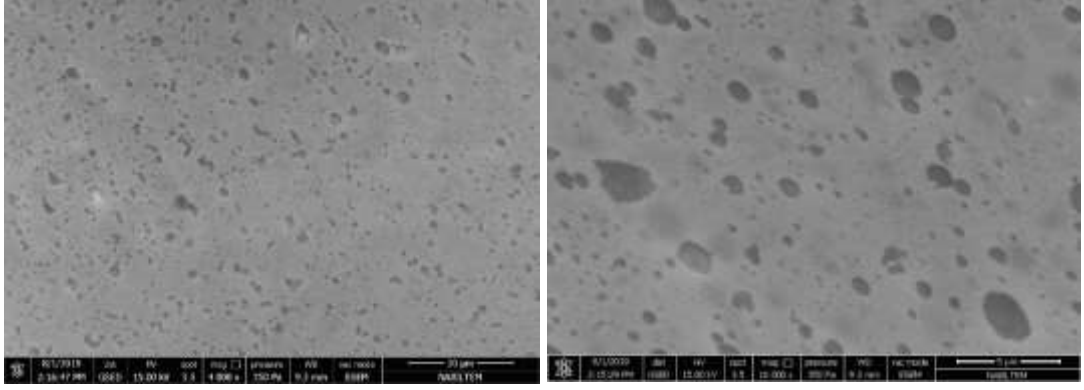
**Şekil 4.34** D6 kodlu %40 mono-digliserit ve %60 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)



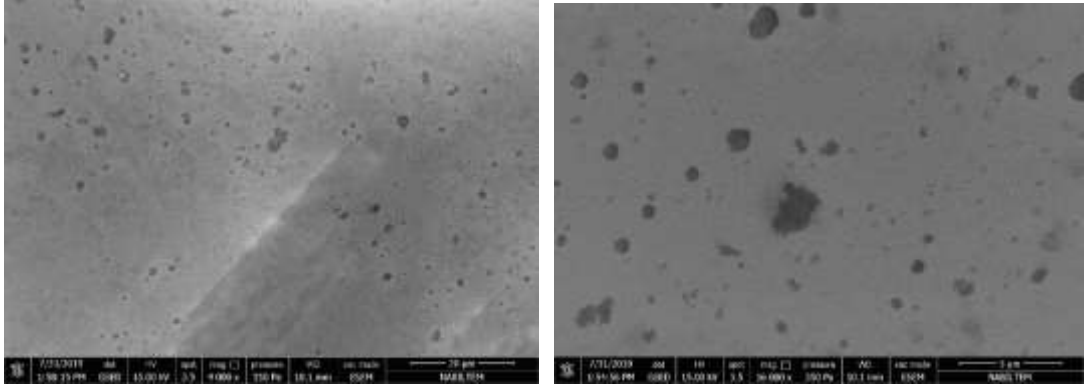
**Şekil 4.35** D7 kodlu %30 mono-digliserit ve %70 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)



**Şekil 4.36** D8 kodlu %20 mono-digliserit ve %80 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)



**Şekil 4.37** D9 kodlu %10 mono-digliserit ve %90 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)



**Şekil 4.38** D10 kodlu %100 çöven tozu içeren dondurma örneğinin SEM görüntüleri (4000 ve 16000 kat büyütme)

Literatürde  $55\mu\text{m}$ 'den büyük buz partiküllerinin ağızda hissedilen ve kumumsu bir yapı oluşturduğu bildirilmektedir (Eisner ve ark., 2005). Dondurma  $\times 16000$  büyütme oranı ile çekilmiş SEM resimleri incelendiğinde, en büyük buz kristali büyüklüğünün bile  $5\mu\text{m}$ 'nin çok altında bir boyutta kaldığı gözlenmekte olup, duyu analizi yapı ve kıvam puanlarında buzlu ve kumumsu bir yapı oluşmadığı teyit edilmektedir.

Ayrıca, buz kristalleri arası mesafe  $10\mu\text{m}$ 'den büyükse, bu durum sıcaklık dalgalanmaları ile eriyip tekrar donmuş olan dondurmalarda rekristalizasyon mekanizması sırasında suyun bir kristaldan diğerine geçişini göstermektedir (Regand ve Goff, 2003). Bu çalışmada, SEM resimlerinde irili ufaklı bir çok buz kristalinin heterojen ve birbirine yakın dağılım göstermiş olması ile dondurmada bulunan buz kristalleri koelesans, Ostwald olgunlaşması ve rekristalizasyon gibi destabilizasyon mekanizmalarına karşı daha stabil olabilir.

Buz kristalizasyonu, donma sıcaklığının düşmesi ile bağlantılı olup DSC donma noktası özelliklerinde istatistiksel bir farklılığın çıkmamış olması SEM görüntülerindeki bulgular ile uyumluluk göstermektedir.

SEM resimleri incelendiğinde, çok farklı sonuçlar çıkmamakla beraber emülgatör kombinasyonu içerisinde çöven oranının arttığı D7, D8 ve D10 kodlu dondurma örneklerinde daha az buz kristali oluşumu gözlemlenmiştir. Bu durum çöven oranının artması ile viskozitenin ve hacim artışı değerlerinin biraz yükselmesi ile alakalı olabileceği düşünülmüştür. Dondurmadaki buz kristallerinin boyutu, hacim artışı değerlerine de bağlıdır (Sofjan ve Hartel, 2004). Dondurmada dağılan hava, yağ ve buz kristallerinin dağılımını düzenleyerek buz kristallerinin boyutunun genel olarak azalmasına sebep olmuş olabilir. Varela ve ark., (2014) %0.5 stabilizatör ve emülgatör olarak %14 yumurta ilavesi ile ürettiği dondurmaların, hidrokoloid ilavesi olmaksızın ürettikleri dondurmalara göre penetrasyon testlerindeki sertlik değerlerini daha yüksek bulmuş olup, bu durumu hacim artışı ve yağ destabilizasyonu gibi faktörlere bağlamış ve yumurta ilavesinin de önemli derecede buz kristalleri oluşumunu azaltabileceğini bildirmişlerdir.

Pintor-Jardines ve ark., (2018) yüksek fruktoz içerikli agave ilave ettikleri dondurmalarda nem içeriği arttıkça buz kristallerinin azaldığını gözlemlemişler ve bunu ilave edilen agavenin suyu adsorbe etmesi ile ilintilendirmişlerdir. Bu çalışmada dondurmaya ilave edilen çöven tozu konsantrasyonu arttıkça dondurmanın serum fazındaki çözünür katı içeriğinin yükselmesi ve dondurmanın donması sırasında çövenin yapısında bulunan hidroksil gruplarının kimyasal olarak serum fazındaki serbest suyu bağlaması ile geri kalan solüsyonun daha viskoz hale gelmesi ile aşırı buz kristali oluşumu ve büyümesinin engellendiği düşünülebilir. Etüv kurutma yöntemi ile çöven ekstraktındaki bağlı suyun uzaklaştırılmaması ve macunumsu şekilde bir ürün ortaya çıkması ve vakum etüv yöntemi ile kurutulan çöven tozlarının fazla miktarda su ihtiva etmesi, çöven tozu içerisindeki bileşiklerin su bağlama özelliği ile alakalı olabilir.

#### 4.2.5 Dondurma Örneklerinin Depolama Analiz Sonuçları

Dondurma örneklerinin renk, pH, hacim artış indeksi, ilk damlama süresi, tamamen erime süresi ve duyu analizleri, 1. 30. ve 60. günlerde yapılmıştır.

##### 4.2.5.1 Renk Analizi

Dondurma örneklerinin 1. 30. ve 60. gün L\*, a\* ve b\* değerleri sırasıyla parlaklık, kırmızılık ve sarılık değerlerini göstermektedir.

##### 4.2.5.1.1 L\* Renk Değeri

Dondurmada emülgatör olarak mono-digliserit yerine belirli düzeylerde çöven tozu kullanılmıştır. Dondurma örneklerinde kullanılan çöven düzeyine bağlı olarak benzer sonuçlar açığa çıkmıştır. Çizelge 4.13 incelendiğinde, dondurma örneklerinin L\* renk değeri ortalama 91 olarak bulunmuş olup; L\* değerini Kavaz (2015) 84.89; Durmaz ve ark., (2020) 84.38 olarak bulmuştur. Bu çalışma ile literatürdeki çalışmalar arasındaki renk farkının hammaddelerin temin edildiği kaynak ve kullanılan konsantrasyonlarındaki farklılıklardan olabileceği düşünülmektedir.

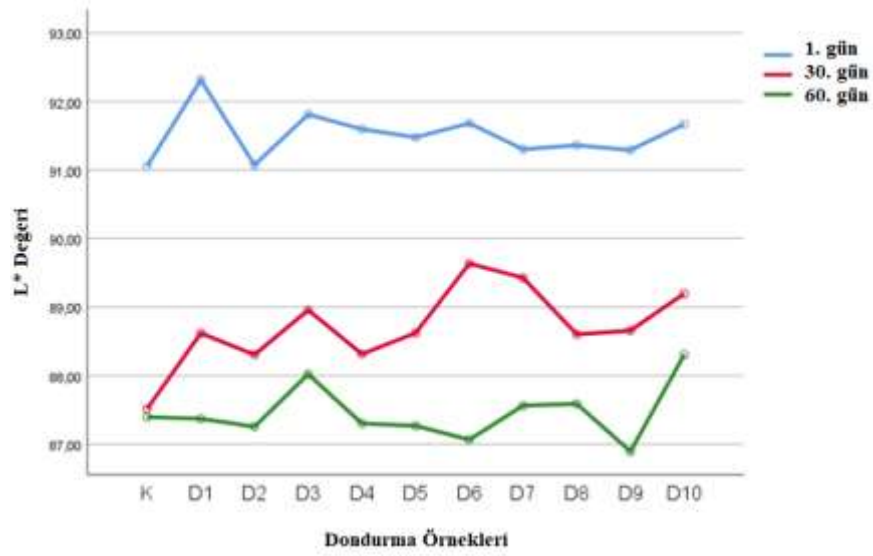
Acan ve ark., (2020) şeker pancarı melası tozunu hacim verici ajan olarak kullandıkları çalışmada şekerle üretilmiş dondurmalarda L\* değerini 81.74 olarak bulurken, şeker yerine %100 şeker pancarı melası tozu ile üretilmiş dondurmaların L\* değerinin 50.94'e düştüğünü belirlemişlerdir. Kurt ve Atalar (2018) ürettikleri dondurmalarda ayva çekirdeği gamı konsantrasyonu (%0-0.75) arttıkça, L\* değerinde bir azalma meydana geldiğini tespit etmişlerdir.

Çizelge 4.14 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde L\* renk değerleri

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	L* değeri		
		1.gün	30.gün	60. gün
K	0.0	91.05±0.41 <sup>Ba</sup>	87.51±1.00 <sup>Aa</sup>	87.39±0.31 <sup>Aa</sup>
D1	10	92.31±0.36 <sup>Cb</sup>	88.61±0.97 <sup>Bab</sup>	87.36±0.28 <sup>Aa</sup>
D2	20	91.07±0.61 <sup>Ba</sup>	88.30±0.85 <sup>Aab</sup>	87.25±0.43 <sup>Aa</sup>
D3	30	91.81±0.36 <sup>Bab</sup>	88.95±1.19 <sup>Aab</sup>	88.02±0.34 <sup>Aa</sup>
D4	40	91.59±0.74 <sup>Bab</sup>	88.31±0.88 <sup>Aab</sup>	87.29±0.25 <sup>Aa</sup>
D5	50	91.47±0.44 <sup>Ca</sup>	88.62±1.05 <sup>Bab</sup>	87.26±0.41 <sup>Aa</sup>
D6	50	91.68±0.42 <sup>Cab</sup>	89.63±1.04 <sup>Bb</sup>	87.06±0.32 <sup>Aa</sup>
D7	70	91.30±0.65 <sup>Ca</sup>	89.42±1.01 <sup>Bab</sup>	87.56±0.65 <sup>Aa</sup>
D8	80	91.36±0.28 <sup>Ba</sup>	88.60±1.29 <sup>Aab</sup>	87.58±0.58 <sup>Aa</sup>
D9	90	91.29±0.36 <sup>Ba</sup>	88.65±1.16 <sup>Aab</sup>	86.89±1.03 <sup>Aa</sup>
D10	100	91.67±0.35 <sup>Cab</sup>	89.19±1.00 <sup>Bab</sup>	88.30±1.57 <sup>Aa</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık (P<0.05) olduğunu, A-B: Aynı satırdaki farklı büyük harfler örneklerde depolamaya bağlı olarak istatistiksel önemli bir farklılığın (P<0.05) olduğunu gösterir.

Şekil 4.39’da görüldüğü gibi dondurmaların depolama sürecinde L\* parlaklık değerlerinde bir azalış meydana gelmiş olup, depolama sürecinde meydana gelmiş olan farklılık istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $p<0.05$ ). Soukoulis ve ark., (2008) ürettikleri dondurmaların 16 haftalık depolama sonrasında duyu analizlerinde beyazlıktan sarılığa doğru bir kayma meydana geldiğini belirtmiş ve bu değişikliğin serum fazındaki donmuş katı konsantrasyonuna bağlı olarak ortaya çıkmış olabileceğini bildirmişlerdir.



Şekil 4.39 Dondurma örneklerinin L\* renk değeri

#### 4.2.5.1.2 a\* Renk Değeri

Dondurma örneklerinin a\* renk değeri, 2.83-3.33 arasında değişmiştir. Depolama sürecinin ilerlemesi ile a\* değerinde genellikle bir artış meydana gelmiştir. (Çizelge 4.14, Şekil 4.40).

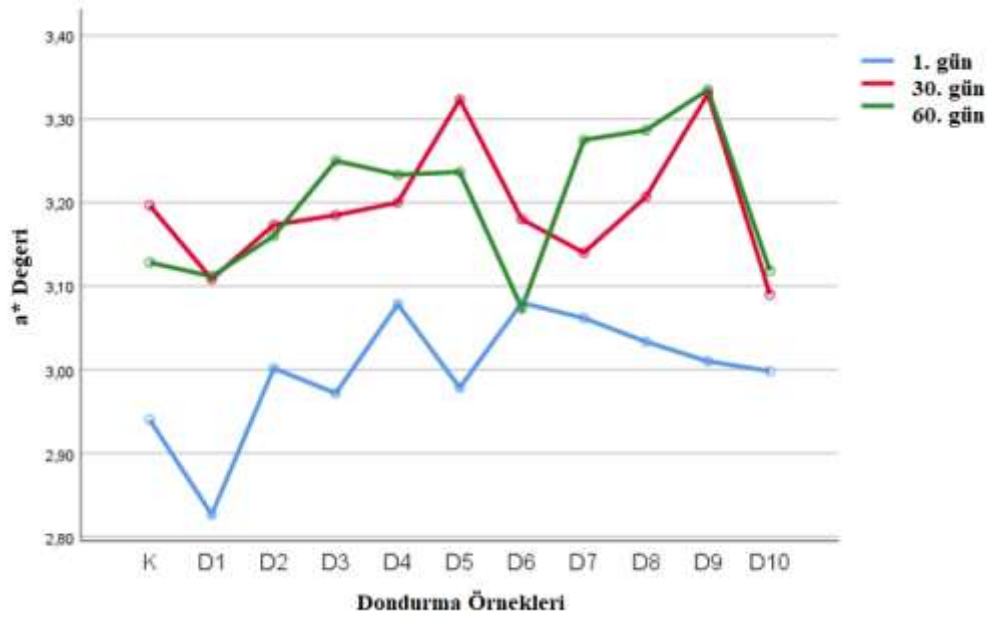
Dondurma örneklerinin a\* renk değeri, 2.83-3.33 arasında pozitif değer olarak bulunmuş olup, kırmızıya kayan bir renk oluşmuştur. Durmaz ve ark., (2020) -1.02; Kavaz (2015) -3.01 negatif değeri ile yeşile kayan bir renk oluşumu gözlemlemişlerdir. Kurt ve Atalar (2018) ayva çekirdeği gamı ilavesi arttıkça dondurmaların a\* değerinin -2.38’den 1.22’ye doğru arttığını kaydetmişlerdir.

**Çizelge 4.15** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde a\* renk değerleri

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	a* değeri		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0.0	2.94±0.04 <sup>Aab</sup>	3.20±0.05 <sup>Bbc</sup>	3.13±0.08 <sup>Babc</sup>
<b>D1</b>	10	2.83±0.06 <sup>Aa</sup>	3.10±0.04 <sup>Bab</sup>	3.11±0.06 <sup>Bab</sup>
<b>D2</b>	20	3.00±0.14 <sup>Ab</sup>	3.17±0.03 <sup>Babc</sup>	3.16±0.06 <sup>Babcd</sup>
<b>D3</b>	30	2.97±0.06 <sup>Aab</sup>	3.18±0.07 <sup>Bbc</sup>	3.25±0.05 <sup>Bbcde</sup>
<b>D4</b>	40	3.07±0.11 <sup>Ab</sup>	3.20±0.04 <sup>Bbc</sup>	3.23±0.05 <sup>Bbcde</sup>
<b>D5</b>	50	2.98±0.06 <sup>Aab</sup>	3.32±0.07 <sup>Bd</sup>	3.23±0.14 <sup>Bbcde</sup>
<b>D6</b>	50	3.08±0.11 <sup>Ab</sup>	3.18±0.03 <sup>Aabc</sup>	3.07±0.06 <sup>Aa</sup>
<b>D7</b>	70	3.06±0.08 <sup>Ab</sup>	3.14±0.05 <sup>Aabc</sup>	3.27±0.10 <sup>Bcde</sup>
<b>D8</b>	80	3.03±0.07 <sup>Ab</sup>	3.20±0.03 <sup>Bc</sup>	3.28±0.10 <sup>Bde</sup>
<b>D9</b>	90	3.01±0.08 <sup>Ab</sup>	3.33±0.05 <sup>Ad</sup>	3.33±0.07 <sup>Ae</sup>
<b>D10</b>	100	2.99±0.07 <sup>Ab</sup>	3.09±0.04 <sup>Ba</sup>	3.11±0.05 <sup>Bab</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler, örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu, A-B: Aynı satırdaki farklı büyük harfler, örneklerde depolamaya bağlı olarak istatistiksel önemli bir farklılığın ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Acan ve ark., (2020) şekerle üretilmiş dondurmalarda a\* değerini -2.63 olarak bulurken, şeker yerine %100 şeker pancarı melası tozu ile üretilmiş dondurmaların a\* değerini kırmızılık derecesinin yükseldiğini gösteren 6.55 olarak kaydetmişlerdir. Bu durum şeker yerine, yüksek oranlarda şeker pancarı melası kullanılması ile alakalı olabilir. Çöven tozunun sulu çözeltileri koyu renge sahipken, bu çalışmada kullanılan çöven oranına bağlı olarak yüksek kırmızı renk meydana gelmemiştir.



**Şekil 4.40** Dondurma örneklerinin a\* renk değeri

#### 4.2.5.1.3 b\* Renk Değeri

Çizelge 4.15 ve Şekil 4.41 incelendiğinde, dondurma örneklerinin b\* renk değeri üzerinde, örnek çeşidi ve depolama süresine bağlı olarak meydana gelen farklılıklar istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $P<0.05$ ). Çöven tozunun dondurmaya farklı oranlarda ilavesi ile b\* değeri 13.22 ile 11.46 arasında değişmiş olup, depolama sürecinin ilerlemesi ile dondurmaların b\* değerinde düşüş meydana gelmiştir.

**Çizelge 4.16** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde b\* renk değerleri

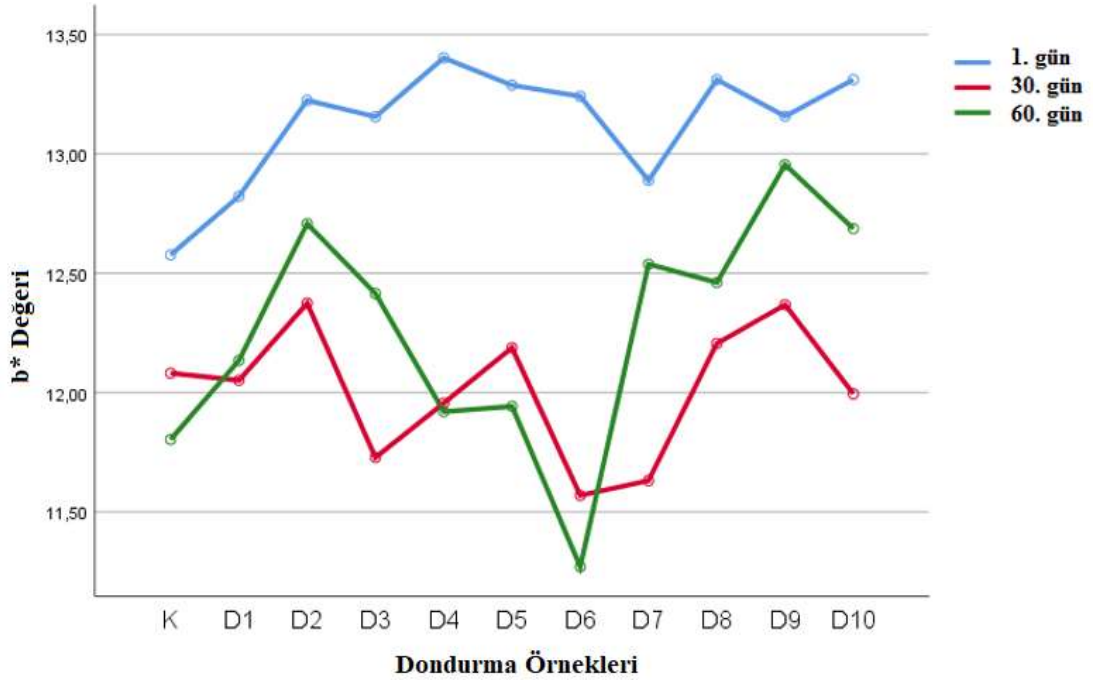
Örnekler	Çöven Oranı (%)#	b* değeri		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0.0	12.57±0.44 <sup>Ba</sup>	11.94±0.16 <sup>Aabc</sup>	11.98±0.34 <sup>Aabc</sup>
<b>D1</b>	10	12.72±0.20 <sup>Bab</sup>	12.11±0.12 <sup>Abc</sup>	12.04±0.31 <sup>Aabc</sup>
<b>D2</b>	20	13.08±0.16 <sup>Cab</sup>	12.26±0.20 <sup>Ac</sup>	12.79±0.12 <sup>Bcd</sup>
<b>D3</b>	30	13.04±0.20 <sup>Cab</sup>	11.70±0.37 <sup>Aab</sup>	12.56±0.29 <sup>Bbcd</sup>
<b>D4</b>	40	13.27±0.20 <sup>Bb</sup>	11.81±0.21 <sup>Aabc</sup>	12.07±0.54 <sup>Aabc</sup>
<b>D5</b>	50	13.08±0.40 <sup>Bab</sup>	12.08±0.36 <sup>Abc</sup>	11.77±0.32 <sup>Aab</sup>
<b>D6</b>	50	13.21±0.44 <sup>Bab</sup>	11.46±0.15 <sup>Aa</sup>	11.69±0.73 <sup>Aa</sup>
<b>D7</b>	70	12.77±0.52 <sup>Bab</sup>	11.61±0.33 <sup>Aab</sup>	12.54±0.43 <sup>Bbcd</sup>
<b>D8</b>	80	13.09±0.15 <sup>Bab</sup>	12.09±0.16 <sup>Abc</sup>	12.29±0.64 <sup>Aabcd</sup>
<b>D9</b>	90	13.07±0.43 <sup>Bab</sup>	12.31±0.47 <sup>Ac</sup>	13.07±0.33 <sup>Bd</sup>
<b>D10</b>	100	13.22±0.24 <sup>Cb</sup>	12.00±0.16 <sup>Abc</sup>	12.75±0.08 <sup>Bcd</sup>

K: Mono-diglisertli kontrol dondurma, #: Mono-diglisert yerine kullanılma oranı, a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler, örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu, A-C: Aynı satırdaki farklı büyük harfler, örneklerde depolamaya bağlı olarak istatistiksel önemli bir farklılığın ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Dondurma örneklerinin b\* renk değeri bakımından örnekler arasında aşırı bir farklılık oluşmazken, depolama sırasında sarılık rengini gösteren değerde çok hafif bir düşme meydana gelmiştir. Bu çalışmada b\* değeri ortalama 12 olarak bulunurken Kavaz (2015) 10.70; Durmaz ve ark., (2020) ise 8.90 olarak bulmuşlardır.

Acan ve ark., (2020) şekerle üretilmiş dondurmalarda b\* değerini 4.30 olarak bulurken, şeker yerine %100 şeker pancarı melası tozu ile üretilmiş dondurmaların b\* değeri sarılık derecesinin yükseldiğini gösteren 18.17 değerinde bulunmuştur. Kurt ve Atalar (2018) ayva çekirdeği gamı ilavesi arttıkça dondurmaların b\* değeri 10.42'den 8.88'e doğru azaldığını kaydetmişlerdir.





Şekil 4.41 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde b\* renk değeri

#### 4.2.5.2 pH Analizi

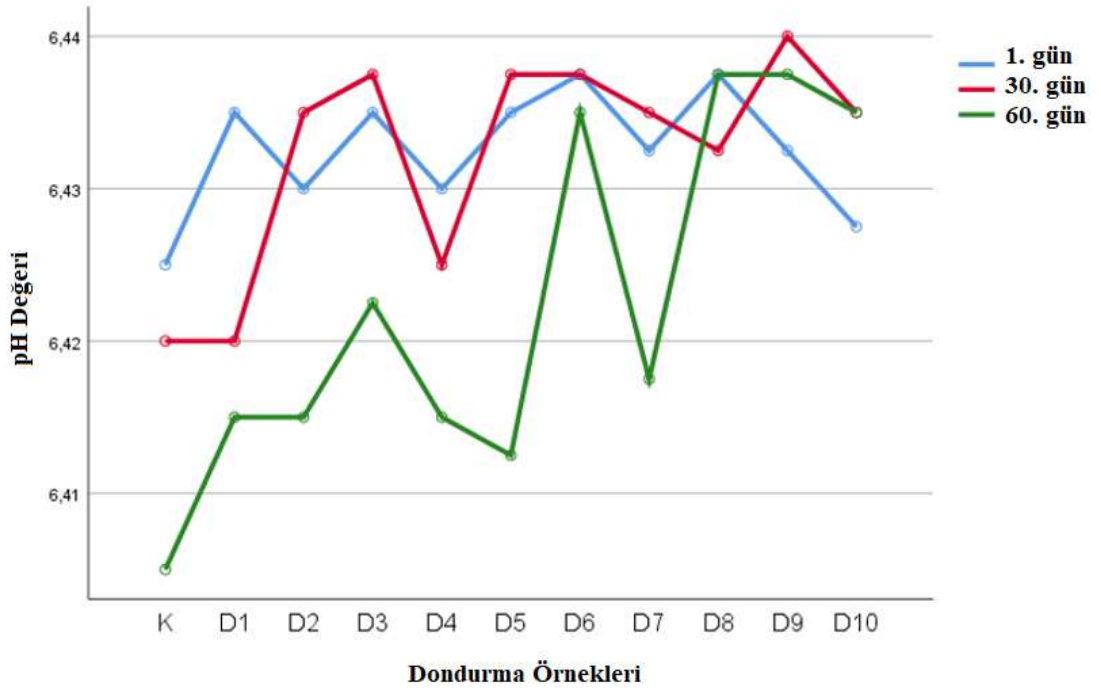
Dondurma örneklerinin 1. 30. ve 60. gün pH değerleri Çizelge 4.16 ve Şekil 4.42’de verilmiştir.

Çizelge 4.17 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde pH değerleri

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
K	0.0	6.42±0.05 <sup>Ba</sup>	6.42±0.11 <sup>ABa</sup>	6.40±0.01 <sup>Aa</sup>
D1	10	6.43±0.01 <sup>Ba</sup>	6.42±0.01 <sup>Aa</sup>	6.41±0.01 <sup>Aab</sup>
D2	20	6.43±0.00 <sup>Ba</sup>	6.44±0.00 <sup>Bab</sup>	6.41±0.01 <sup>Aab</sup>
D3	30	6.43±0.00 <sup>ABa</sup>	6.43±0.00 <sup>Bab</sup>	6.42±0.01 <sup>Aabc</sup>
D4	40	6.43±0.00 <sup>Ba</sup>	6.42±0.00 <sup>ABab</sup>	6.41±0.01 <sup>Aab</sup>
D5	50	6.43±0.01 <sup>Ba</sup>	6.43±0.01 <sup>Bab</sup>	6.41±0.00 <sup>Aa</sup>
D6	50	6.43±0.01 <sup>Aa</sup>	6.43±0.01 <sup>Aab</sup>	6.43±0.01 <sup>Abc</sup>
D7	70	6.43±0.01 <sup>Aa</sup>	6.43±0.01 <sup>Aab</sup>	6.41±0.01 <sup>Aabc</sup>
D8	80	6.43±0.01 <sup>Aa</sup>	6.43±0.01 <sup>Aab</sup>	6.43±0.00 <sup>Ac</sup>
D9	90	6.43±0.00 <sup>Aa</sup>	6.44±0.00 <sup>Ab</sup>	6.43±0.00 <sup>Ac</sup>
D10	100	6.42±0.01 <sup>Aa</sup>	6.43±0.01 <sup>Aab</sup>	6.43±0.01 <sup>Abc</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler, örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu, A-B: Aynı satırdaki farklı büyük harfler, örneklerde depolamaya bağlı olarak istatistiksel önemli bir farklılığın ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Dondurmaların ölçülen pH değerleri 6.41 ile 6.44 arasında değişmekte olup literatürdeki dondurma ürünü üzerine yapılan diğer çalışmalarla benzerlik göstermektedir (Koçan ve Koçak, 2002). Çelik ve ark., (2010) safranlı ve safransız dondurmalarda sırası pH'yı 6.58 ve 6.61 olarak ölçmüşlerdir. Depolama sonucu pH'da azalma bu çalışmada olduğu gibi, Murtaza ve ark., (2004) tarafından yapılan çalışmada da depolamanın ilerleyen süreçlerinde benzer bir durum tespit edilmiş ve pH'daki bu düşük oranlı azalışın laktoz şekerinin belirli bakteriler tarafından laktik aside dönüştürülmesi ile alakalı olabileceğinden bahsedilmiştir.



Şekil 4.42 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde pH değerleri

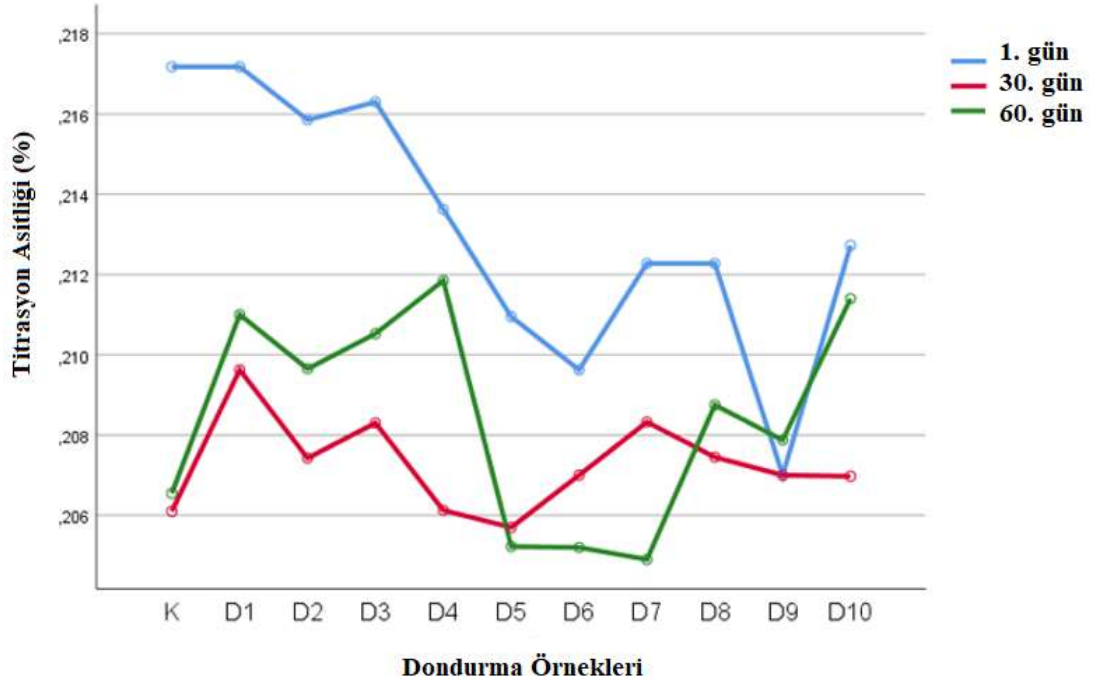
#### 4.2.5.3 Titrasyon Asitliği Analizi

Dondurma örneklerinin 1. 30. ve 60. gün titrasyon asitliği değerleri, laktik asit cinsinden % asitlik olarak Çizelge 4.17'de verilmiştir. Dondurma örneklerinin titrasyon asitliği değerleri %0.21 ve 0.22 arasında ölçülmüş olup, çöven oranı ve depolama sürecine bağlı olarak istatistiksel bir farklılık olmamıştır. Örneklerde açığa çıkan titrasyon asitliği değerleri literatürdeki diğer çalışmalarla uyumluluk göstermektedir (Koçan ve Koçak, 2002).

Çizelge 4.18 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde titrasyon asitliği değeri (%)

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
K	0.0	0.22±0.00 <sup>Ba</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D1	10	0.22±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D2	20	0.22±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>
D3	30	0.22±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D4	40	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D5	50	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D6	50	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D7	70	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D8	80	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D9	90	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>
D10	100	0.21±0.00 <sup>Aa</sup>	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>	0.21±0.01 <sup>Aa</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, Aynı sütundaki aynı küçük harfler ve aynı satırdaki aynı büyük harfler istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.



Şekil 4.43 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde titrasyon asitliği değerleri

#### 4.2.5.4 İlk damlama ve Tamamen erime süresi Analizi

Dondurma örneklerinin 1. 30. ve 60. gün ilk damlama ve tamamen erime süreleri sırasıyla Çizelge 4.18 ve 4.19'da saniye cinsinden verilmiştir. Çizelge 4.18 ve Şekil 4.44'de görüldüğü gibi, ilk damlama süreleri 2191 s ile 2367 s arasında değişmiştir. Dondurma örneklerinin çöven oranı ve depolama sürecine bağlı olarak ilk damlama süreleri ve tamamen erime sürelerinde istatistiksel bir farklılık olmamıştır

( $p>0.05$ ). DSC sonuçlarında, dondurma örneklerinin çöven oranına bağlı olarak erime özelliklerinde istatistiksel bir farklılık belirlenmemiş olması (Çizelge 4.10), bu sonuçları teyit etmektedir.

**Çizelge 4.19** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde ilk damlama süreleri (s)

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0.0	2307±107.7 <sup>Aa</sup>	2320±72.97 <sup>Aa</sup>	2427±98.24 <sup>Aa</sup>
<b>D1</b>	10	2265±42.49 <sup>Aa</sup>	2331±76.30 <sup>Aa</sup>	2547±239.0 <sup>Aa</sup>
<b>D2</b>	20	2261±77.55 <sup>Aa</sup>	2294±123.6 <sup>Aa</sup>	2475±232.2 <sup>Aa</sup>
<b>D3</b>	30	2234±243.1 <sup>Aa</sup>	2273±203.7 <sup>Aa</sup>	2609±290.7 <sup>Aa</sup>
<b>D4</b>	40	2268±190.3 <sup>Aa</sup>	2329±119.2 <sup>Aa</sup>	2579±279.9 <sup>Aa</sup>
<b>D5</b>	50	2225±152.6 <sup>Aa</sup>	2248±129.4 <sup>Aa</sup>	2618±289.6 <sup>Aa</sup>
<b>D6</b>	50	2211±78.22 <sup>Aa</sup>	2221±182.8 <sup>Aa</sup>	2585±316.4 <sup>Aa</sup>
<b>D7</b>	70	2338±92.18 <sup>Aa</sup>	2227±165.9 <sup>Aa</sup>	2461±286.4 <sup>Aa</sup>
<b>D8</b>	80	2234±134.6 <sup>Aa</sup>	2213±190.2 <sup>Aa</sup>	2446±267.5 <sup>Aa</sup>
<b>D9</b>	90	2301±99.31 <sup>Aa</sup>	2254±194.4 <sup>Aa</sup>	2411±290.0 <sup>Aa</sup>
<b>D10</b>	100	2297±92.18 <sup>Aa</sup>	2339±118.2 <sup>Aa</sup>	2246±252.8 <sup>Aa</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, a-b: Aynı sütündeki farklı küçük harfler örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu, A-B: Aynı satırdaki farklı büyük harfler, örneklerde depolamaya bağlı olarak istatistiksel önemli bir farklılığın ( $P<0.05$ ) olduğunu gösterir.

Salep ve alternatif bazı stabilizatör maddelerin inek sütünden yapılan dondurmaların özellikleri üzerine etkilerinin incelendiği çalışmada, dondurma ürününde ilk kez ilave edilen çöven ekstraktının hacim artışı, erimeye karşı direnç ve şekil muhafazası yönünden etkili olduğu ve dondurma teknolojisinde alternatif stabilizatör kaynağı olarak kullanılabilceğini belirtilmiştir (Keçeli ve Konar, 2003).

Kavaz (2015) besni üzümü ilave ederek ürettiği dondurmalarda %0.6 salep ve %0.2 oranında mono-digliserit kullanmıştır. Kontrol grubu dondurmalarının kuru madde miktarı (%40), emülgatör oranı (%0.2), bu çalışmada üretilen dondurmalara göre kuru madde (%32), salep (%0.5) ve emülgatör miktarı (%0.15) bakımından daha yüksek olmasına rağmen, hacim artışı değeri (%35) benzer ve ilk damlama süresi ve tamamen erime süreleri sırasıyla 1260s ve 5100s ile daha düşük kaydedilmiştir.

Kurt ve Atalar (2018) %0.75 salep yerine ikame olarak ayva çekirdeği gamı ilave ettikleri dondurmaların ilk damlama süreleri, bu çalışmayla benzer olmasına rağmen, dondurmalar daha erken sürede tamamen erimiştir. Ayrıca, dondurmada ayva çekirdeği gamı kullanılmasına bağlı olarak, hacim artışı değerleri %30.03 ile 26.94 arasında değişmiş olup bu çalışmada üretilen dondurmalara göre daha az hacim artışı

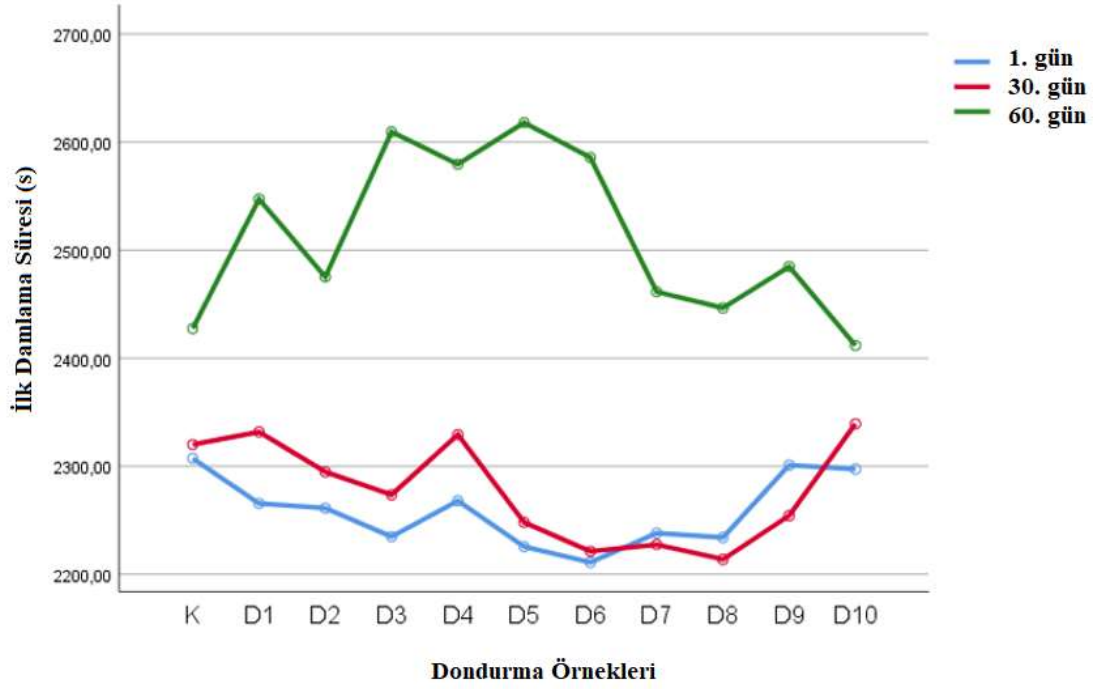
meydana gelmiştir. Bu durum, dondurmaların ortalama %3 yağ ve %3.04-3.48 protein içermesi ve ayrıca emülgatör kullanılmamasına bağlı olarak, hava kabarcıklarının stabil bir şekilde dondurmaya dahil edilememesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Güven ve Karaca (2002) stabilizatör olarak %0.5 oranında karboksimetil selüloz kullanarak kuru madde oranı %32.4-36.4 arasında değişen vanilyalı dondurmalar üretmişlerdir. %21.77-23.54 arası bir hacim artışı meydana gelmiş olup, hacim artışı değerleri yükselirken, tamamen erime sürelerinde kısalma meydana gelmiştir. Yağ miktarının düşük olması ve emülgatör yokluğu, yağ damlacıklarının hava kabarcıklarının çevresindeki kısmi agregasyonunun yetersizleştirmiş olabilir. Bu durum ise iyi bir ısı yalıtkanı olan havanın dondurmada yetersiz miktarına ve stabilitesinin düşmesine sebep olarak, dondurmaların erimesini hızlandırdığı düşünülmektedir.

Emülgatörler, yüzey gerilimini azaltmaları ile, miksin çırpılabilir niteliğini iyileştirerek, yağ damlacıkları ve hava kabarcıklarının dağılımını düzenlerler. Bu sayede dondurmanın önemli kalite parametrelerinden hacim artışını sağlar ve erime hızını düşürürler (Murtaza ve ark., 2004). Ayrıca dondurmadaki hava ve yağ iyi bir yalıtkan oldukları için ısı transferini yavaşlatarak dondurmanın geç erimesini sağlamaktadır (Akbari ve ark., 2016).

Dondurmaya çırpılma sırasında dahil edilen hava kabarcıklarının çevresi, kısmen koagüle olmuş yağ damlacıkları tarafından sarılır ve yağ damlacıklarının yüzeyine tutunan emülgatörler ile bu oluşturulan emülsiyonun stabilitesi sağlanır. Yağların az koagüle olması ya da fazla koagülasyona uğraması istenen neticenin oluşmasını engeller. Az koagülasyonla hava kabarcıklarının stabilitesi sağlanamayacağı gibi yüksek yağ koagülasyonu ise sterik engel oluşturarak buz kristallerinin erimesi ve akma sürecini hızlandıracaktır (Eisner ve ark., 2005). Rossa ve ark., (2012) yaptıkları çalışmada yağ oranı arttıkça daha fazla koagülasyon meydana gelmiş ve bu durum ise hava kabarcıklarının stabilitesini azaltarak hacim artışını düşürmüştür.

Dondurmada erime hava hücrelerinin dağılımından ziyade hava kabarcıkları arasındaki arayüzey tabakasının kalınlığı ile yani serum fazının viskozitesi ile ilgilidir (Sofjan ve Hartel, 2004).



Şekil 4.44 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde ilk damlama süreleri

Çizelge 4.19’da görüldüğü gibi tamamen erime süreleri 5818 s ile 6228 s arasında değişmiştir.

Çizelge 4.20 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tamamen erime süreleri (s)

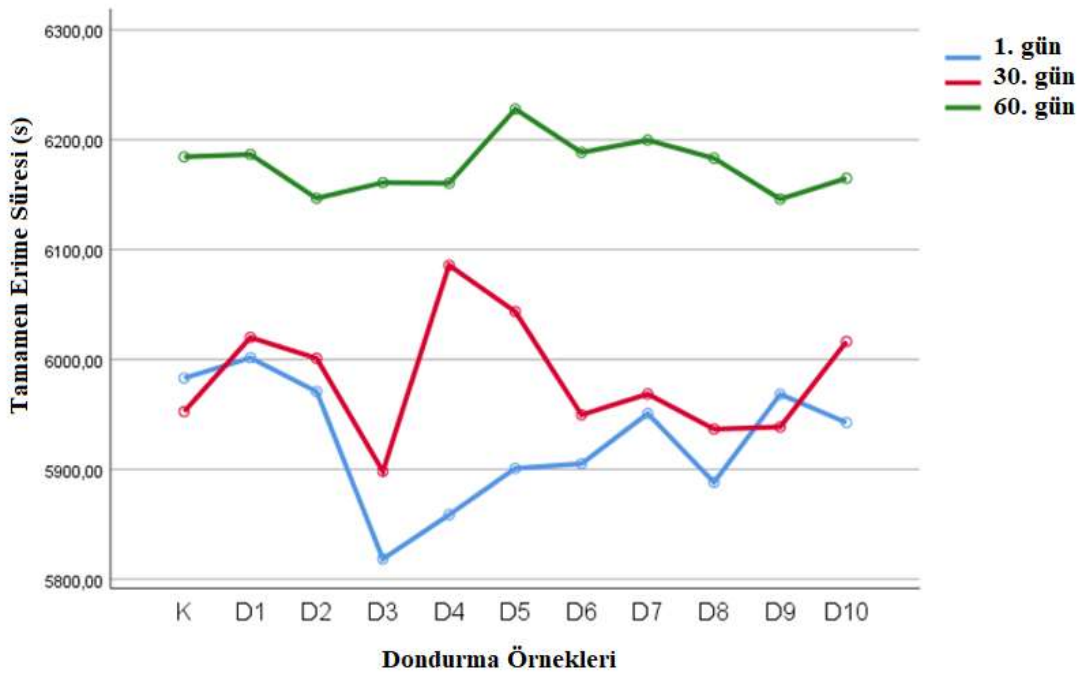
Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0.0	5983±79.5 <sup>Aa</sup>	5952±304.6 <sup>Aa</sup>	6184±241.2 <sup>Aa</sup>
<b>D1</b>	10	6001±71.5 <sup>Aa</sup>	6020±179.8 <sup>Aa</sup>	6186±280.1 <sup>Aa</sup>
<b>D2</b>	20	5970±89.6 <sup>Aa</sup>	6001±162.5 <sup>Aa</sup>	6146±257.2 <sup>Aa</sup>
<b>D3</b>	30	5818±74.9 <sup>Aa</sup>	5898±228.3 <sup>Aa</sup>	6161±289.2 <sup>Aa</sup>
<b>D4</b>	40	5858±69.6 <sup>Aa</sup>	6085±276.4 <sup>Aa</sup>	6160±300.6 <sup>Aa</sup>
<b>D5</b>	50	5900±71.3 <sup>Aa</sup>	6043±403.9 <sup>Aa</sup>	6228±279.6 <sup>Aa</sup>
<b>D6</b>	50	5905±93.6 <sup>Aa</sup>	5949±388.0 <sup>Aa</sup>	6188±336.5 <sup>Aa</sup>
<b>D7</b>	70	5950±94.1 <sup>Aa</sup>	5968±284.6 <sup>Aa</sup>	6199±316.7 <sup>Aa</sup>
<b>D8</b>	80	5888±78.2 <sup>Aa</sup>	5936±239.5 <sup>Aa</sup>	6183±280.7 <sup>Aa</sup>
<b>D9</b>	90	5968±67.1 <sup>Aa</sup>	5938±265.9 <sup>Aa</sup>	6146±312.8 <sup>Aa</sup>
<b>D10</b>	100	5942±107.5 <sup>Aa</sup>	6016±246.9 <sup>Aa</sup>	6165±280.6 <sup>Aa</sup>

K: Mono-diglisertli kontrol dondurma, #: Mono-diglisert yerine kullanılma oranı, Aynı sütundaki aynı küçük harfler ve aynı satırdaki aynı büyük harfler istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.

Shahi ve ark., (2021) mono-diglisert ilaveli olarak ürettikleri kontrol dondurmalarda ilk damla sürelerini 17.1 dk olarak tespit ederken, *Acanthophyllum squarrosum* köklerinden elde ettikleri saponinli ekstraktların ilave edildiği

dondurmalarda konsantrasyona bağlı olarak tamamen erime sürelerinin uzayarak 19.4-24.3 dk arasında bulunduğunu ve *Acanthophyllum squarrosum* ekstraktının dondurmada köpük, emülsiyon ve stabilizasyon ajanı olarak kullanılabilmesi için yüksek potansiyele sahip olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmada ise dondurmaların erime süreleri arasında istatistiksel bir farklılık olmayıp, iki çalışma arasındaki sonuç farklılığı kullanılan saponin kaynağına ve miktarına bağlı olarak değiştiği düşünülmektedir.

Dondurma miksinin kıvam katsayısı, buz kristallerinin yapısı, mikse dahil edilen hava miktarı ve yağ damlacıklarının donma sırasında oluşturduğu yapı erime hızını etkilemektedir (Bahram-Parvar ve ark., 2013). Ancak, Soukoulis ve ark., (2010) yaptıkları çalışmada hacim atışı değeri ile erime hızı arasında bir korelasyon saptamamış ve bu durumu hacim artışı değerlerinin dar bir aralıkta değişmesi ile ilintilendirmişlerdir.



**Şekil 4.45** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tamamen erime süreleri

Campos ve ark., (2016) chia tohumunu emülgatör ve stabilizatör olarak kullandıkları çalışmada, kontrol grubu dondurmaların erime hızının yüksek olduğu, chia tohumu konsantrasyonu arttıkça, dondurmaların erime hızının yavaşladığını tespit etmişlerdir. Hava kabarcıklarının dondurma içerisine çokça dahil edilmesiyle erimenin

yavaşlamasını, havanın iyi bir yalıtkan özelliğe sahip olmasının sonucu olarak ısı transfer hızını yavaşlatmasıyla açıklamışlardır.

#### 4.2.5.5 Hacim Artışı Analizi

Dondurma örneklerinin 1. 30. ve 60. gün hacim artış oranı % olarak (%HA) olarak Çizelge 4.20 ve Şekil 4.46'da verilmiştir. Çizelge 4.20'de görüldüğü gibi, hacim artışı değerleri %33.89 ile %38.42 arasında değişmiştir. Dondurma örneklerinin 1. gün analizlerinde, %100 çöven tozu içeren D10 kodlu dondurma örneği %38.34 hacim artışı değerine sahipken, K kodlu kontrol örneğinde %34.75 hacim artışı belirlenmiştir. Dondurma örneklerinin çöven oranı ve depolama sürecine bağlı olarak hacim artışı değerlerinde istatistiksel bir farklılık olmamıştır ( $p>0.05$ ).

**Çizelge 4.21** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde hacim artışı değerleri (%)

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0.0	34.75±2.07 <sup>Aa</sup>	34.70±1.90 <sup>Aa</sup>	34.45±1.12 <sup>Aa</sup>
<b>D1</b>	10	34.59±2.56 <sup>Aa</sup>	34.23±2.99 <sup>Aa</sup>	34.17±1.02 <sup>Aa</sup>
<b>D2</b>	20	34.80±1.98 <sup>Aa</sup>	34.41±1.84 <sup>Aa</sup>	34.54±2.07 <sup>Aa</sup>
<b>D3</b>	30	34.92±0.70 <sup>Aa</sup>	34.80±2.22 <sup>Aa</sup>	33.89±1.14 <sup>Aa</sup>
<b>D4</b>	40	34.91±3.71 <sup>Aa</sup>	35.13±0.97 <sup>Aa</sup>	34.84±1.22 <sup>Aab</sup>
<b>D5</b>	50	35.32±2.36 <sup>Aa</sup>	35.58±3.15 <sup>Aa</sup>	35.22±1.08 <sup>Aab</sup>
<b>D6</b>	50	36.62±2.75 <sup>Aa</sup>	36.25±3.44 <sup>Aa</sup>	36.16±2.44 <sup>Aab</sup>
<b>D7</b>	70	36.87±2.52 <sup>Aa</sup>	37.33±3.69 <sup>Aa</sup>	36.45±1.29 <sup>Aab</sup>
<b>D8</b>	80	37.03±0.56 <sup>Aa</sup>	37.89±2.53 <sup>Aa</sup>	36.99±1.51 <sup>Aab</sup>
<b>D9</b>	90	37.40±1.71 <sup>Aa</sup>	37.73±1.16 <sup>Aa</sup>	37.18±1.39 <sup>Aab</sup>
<b>D10</b>	100	38.34±1.28 <sup>Aa</sup>	37.13±2.11 <sup>Aa</sup>	38.42±1.73 <sup>Ab</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, a-b: Aynı sütundaki farklı küçük harfler örneklerde çöven oranına bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P<0.05$ ) olduğunu, A: Aynı satırdaki aynı büyük harfler depolama sürecine bağlı olarak istatistiksel olarak önemli bir farklılığın ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.

Shahi ve ark., (2021) *Acanthophyllum squarrosum* köklerinden elde ettikleri saponinli ekstraktları dondurmaya ilave ettiklerinde hacim artışı değerlerinin konsantrasyona bağlı olarak artan bir şekilde %37.4-45.2 arasında değiştiğini belirlemişlerdir.

Çelik ve ark., (2010) yaptıkları çalışmada kuru madde içeriği (%33) ve yağ oranı (%4) ile bu çalışmadaki sonuçlara benzer olup, safransız olarak ürettikleri kontrol grubu dondurmalarında %35.93 hacim artış oranı ile bu çalışmadaki sonuçlara benzer sonuçlar elde edilmiştir. Safran ilavesinin ise hacim artışı yükselttiğini (%48.94) belirtmişlerdir. Kuru madde oranları bu çalışmada olduğu gibi gruplar



arasında çok benzer çıkmış olması ve viskozite değerlerinin bir miktar düşmüş olmasına rağmen safran ilavesi ile hacim artışı değerlerinin yükselmesi, bu çalışmada da çöven tozu konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak gözlemlenmiş olup, bu durum ilave edilen maddelerin emülsifiye edici özelliği ile alakalı olabileceği düşünülmektedir.

Göksel Saraç (2018) ticari mono-digliserit ve atık yağlardan elde ettiği mono-digliserit ile ürettiği bitkisel yağlı sütlü buz örneklerinin hacim artışı değerlerinin %24.2 ile %36.8 aralığında değiştiğini tespit etmiştir.

Innocente ve ark., (2002) yaptıkları çalışmada kontrol grubu olan mono-digliserit ilaveli dondurmalarda %32.8 hacim artışı meydana geldiğini belirtmişlerdir. Bu çalışmada ise %100 monodigliserit ilaveli dondurmalarda hacim artışı değerleri ortalama %34.64 olarak ölçülmüş olup, bahsedilen bu çalışmalarla benzer sonuçlar elde edilmiştir (Muse ve Hartel, 2004).

Acan ve ark., (2020) şekerle üretilmiş dondurmalarda hacim artışı değerini %52 olarak bulurken, şeker yerine %100 şeker pancarı melası tozu ile üretilmiş dondurmalarda bu değer %24.53 ile büyük oranda düşmüş olup, bu çalışmada ise çöven konsantrasyonu arttıkça hacim artışı değerlerinde istatistiksel bir farklılık ortaya çıkmamıştır.

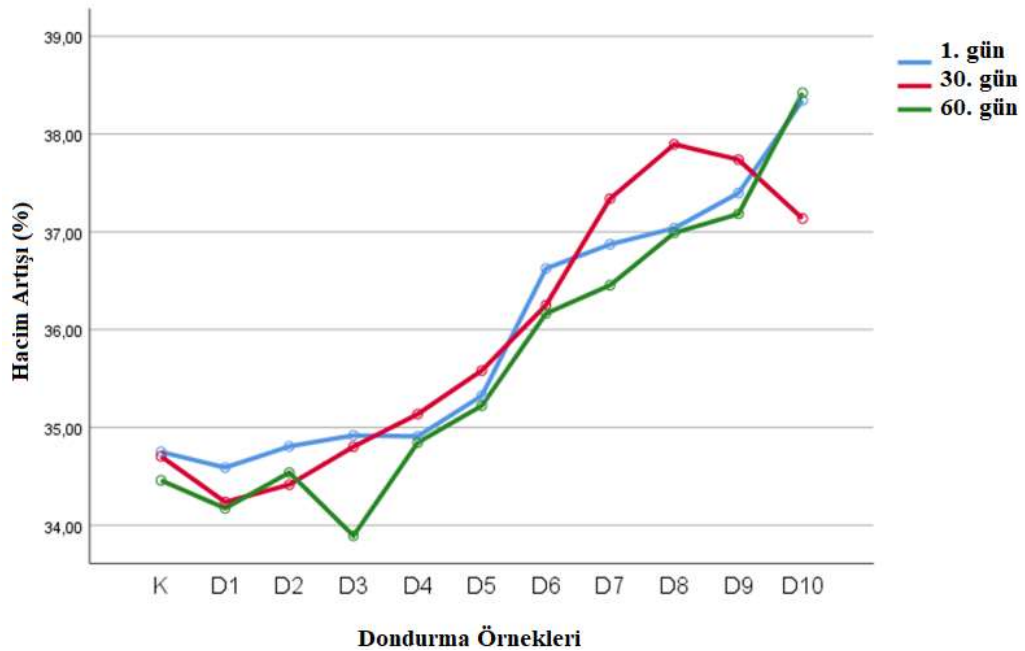
Akalın ve Erişir (2008) bu çalışmayla benzer kuru madde ve yağ içerikli, fakat %0.65 emülgatör ve stabilizatör karışımı ile %4 oligosakkarit ve %4 inülin ilavesi ile ürettikleri dondurmalarda kontrol grubu %23.6, probiyotikli %27.6, oligofruktozlu probiyotikli %31.7 değerleriyle bu çalışmaya göre hacim artışı daha düşük olurken, inülinli probiyotik dondurmalarda %50.6 ile bu çalışmaya göre daha yüksek hacim artışı değerleri elde edilmiştir. Bu durum inülinin su tutma kapasitesi ile alakalı olup, çöven ekstraktının su tutma kapasitesinin daha düşük olmasıyla alakalı olabilir. Çöven ekstraktının hacim artırma özelliğinin daha ziyade, hava kabarcıkları arasında dayanıklı viskoelastik filmler oluşturma potansiyeli ile alakalı olduğu düşünülmektedir (Gonzalez ve Sörensen, 2020).

Dondurma örneklerine hava dahil edilmesiyle meydana gelen hacim artışı sertlik ve erime davranışı gibi fiziksel özelliklerini de etkilemektedir. Bu nedenle emülgatörlerin hava kabarcıklarının çevresinde stabilize olmadan dağılımı önem arz

etmektedir. Dondurma üretim aşaması sırasında homojenizasyon işlemi ile hava kabarcıklarının küçük boyutlu olarak dağılımının sağlanması ve sonrasında da yağ damlacıklarının hava kabarcıklarının arayüzeyine tutunarak stabil bir yapının oluşması sağlanmaktadır. Yağ damlacıkları hava arayüzeyini oluşturan ince serum tabakası üzerinde kısmen birleşerek hava kabarcıklarının dağılmasını önlemektedir. Stabilitesi artmış hava kabarcıklarının varlığı dondurmaların erime hızını yavaşlatacaktır. Bu nedenle yağların emülgatörler ile stabilizasyonu önemlidir (Sofjan ve Hartel, 2004).

Ayrıca, havanın yüksek oranda ve küçük kabarcıklar şeklinde dondurmaya dahil edilmesi dondurmada buz kristallerinin daha geniş bir alanda ve küçük partiküller şeklinde dağılmasını sağlayıp ve buz kristallerinin birleşerek büyümesini de önleyebilecektir. Aynı zamanda, düşük hacim artışı ile daha büyük buz kristalleri oluşacağından dolayı daha sert dondurmalar elde edilebilecektir (Sofjan ve Hartel, 2004).

Sofjan ve Hartel (2004) dondurmada yüksek hacim artışı ile küçük buz kristalleri ve hava kabarcıklarının oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Bu çalışmada ise hacim artışı değerleri istatistiksel olarak benzer olurken, çöven konsantrasyonu arttıkça buz kristallerinin sayısının genellikle benzer olması ve bulunma sıklığının ise genellikle azalmasını, SEM resimleri de teyit etmektedir.



Şekil 4.46 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde hacim artışı

## 4.2.5.6 Dondurma Örneklerinin Duyusal Analizi

### 4.2.5.6.1 Renk ve Görünüş

Mono-digliserit ve çöven ekstraktı tozunun emülgatör olarak farklı oranlarda kullanılması ile hazırlanan dondurma örneklerinin renk ve görünüş özelliğinin değerlendirilmesine yönelik duyusal analiz sonuçları Çizelge 4.21 ve Şekil 4.47’de verilmiştir. Dondurma örneklerinin duyusal olarak analiz edilen renk ve görünüş puanları üzerinde, çöven oranı ve depolama sürecine bağlı olarak istatistiksel bir farklılık olmamıştır.

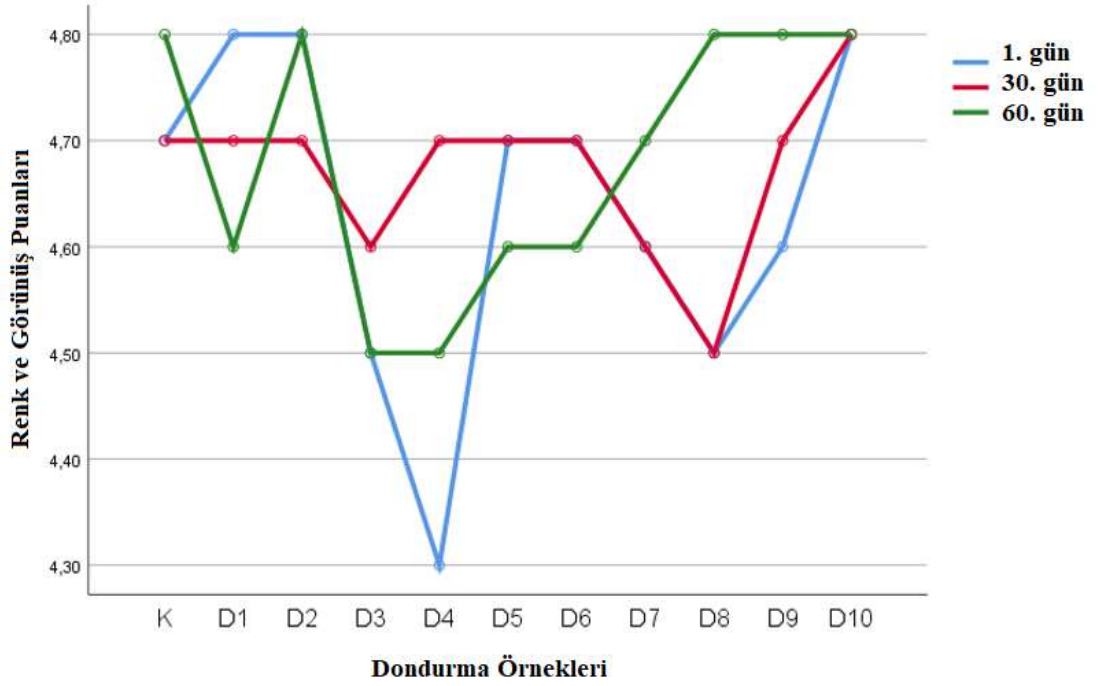
Renk ve görünüş özelliği bakımından dondurma örnekleri 1. gün duyusal analizlerinde 4.30 ile 4.80 arasında puan almıştır. %100 mono-digliserit içeren K kodlu kontrol dondurma örneği 1., 30. ve 60. gün duyusal analizlerinde sırasıyla 4.70, 4.70 ve 4.80 puan almıştır. Emülgatör olarak %100 çöven içeren D10 kodlu dondurma örneği ise 1., 30. ve 60. gün duyusal analizlerinin tamamında 4.80 puan almıştır.

**Çizelge 4.22** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde renk ve görünüş puanları

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0.0	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>
<b>D1</b>	10	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.60±0.52 <sup>Aa</sup>
<b>D2</b>	20	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>
<b>D3</b>	30	4.50±0.52 <sup>Aa</sup>	4.60±0.69 <sup>Aa</sup>	4.50±0.70 <sup>Aa</sup>
<b>D4</b>	40	4.30±0.67 <sup>Aa</sup>	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.50±0.70 <sup>Aa</sup>
<b>D5</b>	50	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.60±0.52 <sup>Aa</sup>
<b>D6</b>	50	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.60±0.52 <sup>Aa</sup>
<b>D7</b>	70	4.60±0.52 <sup>Aa</sup>	4.60±0.52 <sup>Aa</sup>	4.70±0.67 <sup>Aa</sup>
<b>D8</b>	80	4.50±0.53 <sup>Aa</sup>	4.50±0.53 <sup>Aa</sup>	4.80±0.63 <sup>Aa</sup>
<b>D9</b>	90	4.60±0.52 <sup>Aa</sup>	4.70±0.48 <sup>Aa</sup>	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>
<b>D10</b>	100	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>	4.80±0.42 <sup>Aa</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, Aynı sütundaki aynı küçük harfler ve aynı satırdaki aynı büyük harfler istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.

Akbari ve ark., (2016) inülinli olarak ürettikleri dondurmaların görünüş özelliklerinin kontrol grubu dondurmalara göre daha düşük puanlar almış olup, aksine bu çalışmada çöven ilavesi renk ve görünüş puanlarında istatistiksel bir farklılık oluşturmamıştır ( $p>0.05$ ).



Şekil 4.47 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde renk ve görünüş puanları

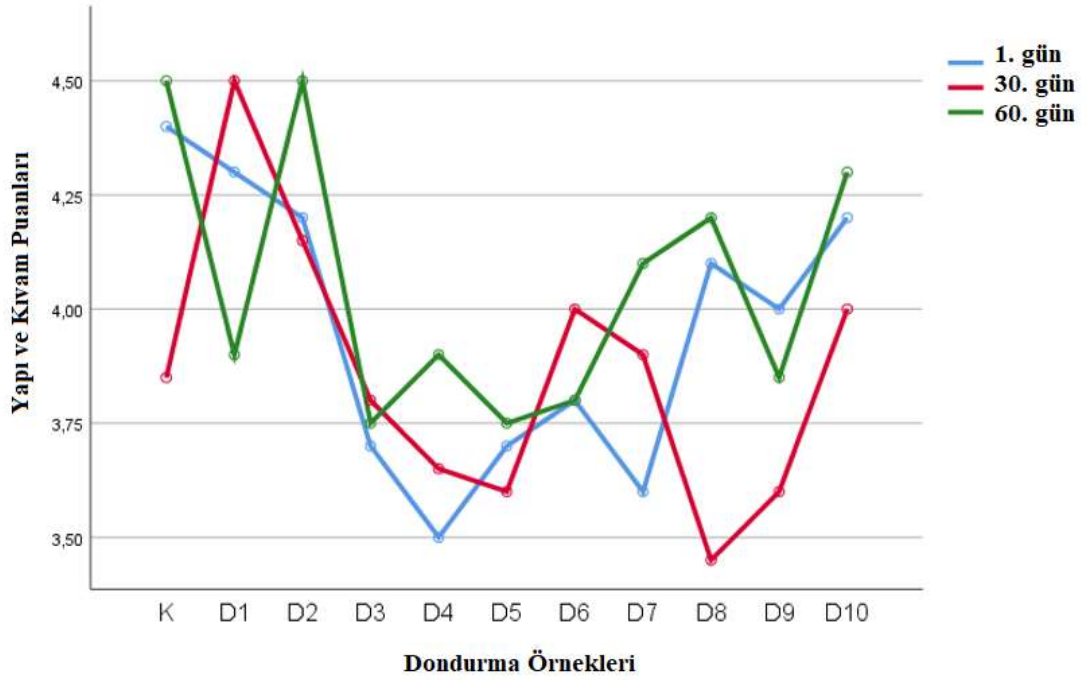
#### 4.2.5.6.2 Yapı ve Kıvam

Mono-digliserit ve çöven ekstraktı tozunun emülgatör olarak farklı oranlarda kullanılması ile hazırlanan dondurma örneklerinin yapı ve kıvam özelliğine ait duyu analizi sonuçları Çizelge 4.22 ve Şekil 4.48’de verilmiştir.

Çizelge 4.23 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde yapı ve kıvam puanları

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0	4.40±0.70 <sup>Aa</sup>	3.85±0.88 <sup>Aa</sup>	4.40±0.70 <sup>Aa</sup>
<b>D1</b>	10	4.30±0.67 <sup>Aa</sup>	4.50±0.71 <sup>Aa</sup>	4.30±0.67 <sup>Aa</sup>
<b>D2</b>	20	4.20±0.79 <sup>Aa</sup>	4.15±0.82 <sup>Aa</sup>	4.20±0.79 <sup>Aa</sup>
<b>D3</b>	30	3.70±0.67 <sup>Aa</sup>	3.80±0.92 <sup>Aa</sup>	3.70±0.67 <sup>Aa</sup>
<b>D4</b>	40	3.50±0.52 <sup>Aa</sup>	3.65±1.11 <sup>Aa</sup>	3.50±0.52 <sup>Aa</sup>
<b>D5</b>	50	3.70±0.67 <sup>Aa</sup>	3.60±0.97 <sup>Aa</sup>	3.70±0.67 <sup>Aa</sup>
<b>D6</b>	50	3.80±1.13 <sup>Aa</sup>	4.00±1.05 <sup>Aa</sup>	3.80±1.13 <sup>Aa</sup>
<b>D7</b>	70	3.60±0.84 <sup>Aa</sup>	3.90±0.57 <sup>Aa</sup>	3.60±0.84 <sup>Aa</sup>
<b>D8</b>	80	4.10±0.57 <sup>Aa</sup>	3.45±0.69 <sup>Aa</sup>	4.10±0.57 <sup>Aa</sup>
<b>D9</b>	90	4.00±0.67 <sup>Aa</sup>	3.60±0.84 <sup>Aa</sup>	4.00±0.67 <sup>Aa</sup>
<b>D10</b>	100	4.20±0.63 <sup>Aa</sup>	4.00±1.05 <sup>Aa</sup>	4.20±0.63 <sup>Aa</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, Aynı sütundaki aynı küçük harfler ve aynı satırdaki aynı büyük harfler istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.



**Şekil 4.48** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde yapı ve kıvam puanları

Dondurma örneklerinin duyuşal olarak analiz edilen yapı ve kıvam puanları üzerine, çöven oranı ve depolama süreci bakımından istatistiksel olarak önemli farklılıklar oluşmamıştır ( $p>0.05$ ). Yapı ve kıvam özelliği bakımından dondurma örnekleri 1. gün duyuşal analizlerinde 3.50 ile 4.40 arasında puan almıştır. %100 mono-diğliserit içeren K kodlu kontrol dondurma örneği 1., 30. ve 60. gün duyuşal analizlerinde sırasıyla 4.40, 3.85 ve 4.40 puan alırken; emülgatör olarak %100 çöven içeren D10 kodlu dondurma örneği ise 4.20, 4.00 ve 4.20 puan almıştır.

Keçeli ve Konar (2003) çöven ekstraktını dondurma üretiminde tek başına stabilizatör kaynağı olarak ve sıvı ekstrakt formunda ilave etmiş olması dondurmanın kuru madde miktarını düşürmüştür. Sıvı ekstrakt, dondurmanın kuru madde miktarı ve viskozitesini düşürürken, daha büyük buz kristallerinin oluşumuna neden olması ile daha sert dondurmalar elde edilmiş olması muhtemeldir. Bu çalışmada ise çöven ekstraktının toz formunda katılması ve ayrıca dondurma formülasyonlarında stabilizatör olarak salebin olması, dondurmanın kuru madde miktarını artırarak viskozitesini düzenlemiştir. Böylelikle buz kristallerin sayısı, boyutu ve dağılımını düzenleyerek yapı ve kıvam bakımından ağızda buzculuk ve sertlik gibi kusur oluşmamıştır. Ozdikicierler ve ark., (2014) çöven tozu ile ürettikleri tahin helvası ve lokum ile geleneksel sıvı ekstrakt ile üretilen ürünler arasında duyuşal ve analitik kalite

kriterleri açısından önemli bir farklılığın olmadığını bildirmişken, Çam ve Topuz (2018) tahin helvası üretiminde çöven tozlarının kullanımının duyu analizlerde en yüksek puan alırken, yapısal özelliklerinin de daha iyi olduğunu bildirmişlerdir.

Akbari ve ark., (2016) %0.5 oranında emülgatör ve stabilizatör karışımı ve inülin ilaveli olarak ürettikleri dondurmaların duyu tekstür özellikleri bakımından kontrol grubu dondurmalara göre daha düşük puanlar almış olup, erime özellikleri bakımından %4 inülin ilaveli dondurmalar kontrol grubuna yakın puan almıştır. Dondurmanın ağızdaki tekstürü, dondurmanın kabul edilebilirliğini belirlemede önemli rolü olan kalite özelliklerindedir (Varela ve ark. 2014). Bu çalışmada ise, stabilizatör olarak % 0.5 salep içeren dondurmalara %0.15 oranını geçmeyecek şekilde mono-digliserit yerine çöven ilave edilmesi yapı ve kıvam puanlarında istatistiksel olarak önemli bir farklılık oluşturmamış olmasıyla avantaj oluşturmaktadır.

Dondurma miksini dondurma ürününe dönüştürülmesi esnasında uygulanan soğutma destekli karıştırma prosesi sırasında ürüne dahil edilen havanın miktarı ve bu havanın emülgatörlerin etkinliği ile küçük damlacıklar halinde dağılması ağızda istenilen yapı ve kıvam hissini depolama boyunca sağlamasına vesile olmaktadır (Eisner ve ark., 2005). Dondurma içerisine ilave edilen emülgatörlerin görevi küçük hava kabarcıklarının etrafını saran yağ damlacıklarının agregasyona uğramasına engel olmak ve böylelikle küçük hava kabarcıkları ve buz kristallerinin oluşumu ve stabiliteyi sağlayarak dondurmanın tekstürel kalitesinin istenilen düzeyde olmasını sağlamaktır (Sofjan ve Hartel, 2004). Ayrıca küçük hava kabarcıklarının oluşması, dondurmanın ısınmasıyla beraber ağızda erir erimez hızlı bir şekilde viskozitesinin azalmasını desteklemesiyle ağızda dondurmadan beklenen kremamsı düz bir his bırakmaktadır (Eisner ve ark., 2005).

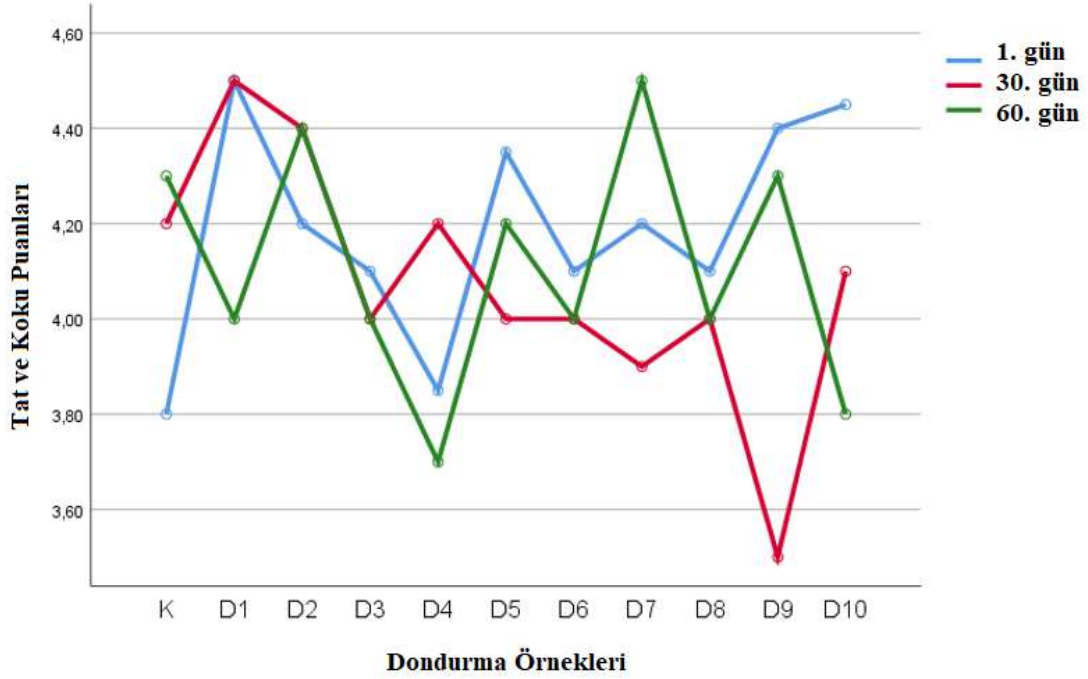
#### **4.2.5.6.3 Tat ve Koku**

Dondurma formülasyonunda farklı oranlarda çöven ekstraktının mono-digliserit yerine dondurmaya ilavesi, dondurmalarının tat ve koku duyu analiz puanları üzerine etkisi Çizelge 4.23 ve Şekil 4.49'da sunulmuştur. Dondurma örneklerinin duyu olarak analiz edilen tat ve koku puanları üzerine, çöven konsantrasyonu ve depolama süresi bakımından önemli farklılıklar oluşmamıştır ( $p>0.05$ ).

Çizelge 4.24 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tat ve koku puanları

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
K	0.0	3.80±0.79 <sup>Aa</sup>	4.20±0.79 <sup>Aa</sup>	4.30±0.82 <sup>Aa</sup>
D1	10	4.50±0.53 <sup>Aa</sup>	4.50±0.71 <sup>Aa</sup>	4.00±1.15 <sup>Aa</sup>
D2	20	4.20±0.92 <sup>Aa</sup>	4.40±0.70 <sup>Aa</sup>	4.40±0.70 <sup>Aa</sup>
D3	30	4.10±0.74 <sup>Aa</sup>	4.00±0.94 <sup>Aa</sup>	4.00±0.82 <sup>Aa</sup>
D4	40	3.85±0.67 <sup>Aa</sup>	4.20±1.13 <sup>Aa</sup>	3.70±0.95 <sup>Aa</sup>
D5	50	4.35±0.47 <sup>Aa</sup>	4.00±1.05 <sup>Aa</sup>	4.20±0.63 <sup>Aa</sup>
D6	50	4.10±0.74 <sup>Aa</sup>	4.00±0.94 <sup>Aa</sup>	4.00±1.05 <sup>Aa</sup>
D7	70	4.20±0.63 <sup>Aa</sup>	3.90±1.20 <sup>Aa</sup>	4.50±0.97 <sup>Aa</sup>
D8	80	4.10±0.87 <sup>Aa</sup>	4.00±0.67 <sup>Aa</sup>	4.00±0.94 <sup>Aa</sup>
D9	90	4.40±0.52 <sup>Aa</sup>	3.50±0.97 <sup>Aa</sup>	4.30±1.06 <sup>Aa</sup>
D10	100	4.45±0.50 <sup>Aa</sup>	4.10±0.86 <sup>Aa</sup>	3.80±0.79 <sup>Aa</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, Aynı sütundaki aynı küçük harfler ve aynı satırdaki aynı büyük harfler istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.



Şekil 4.49 Dondurma örneklerinin depolama sürecinde tat ve koku puanları

Bu çalışmada, çöven ilavesi dondurmaların tat ve koku puanlarında olumsuz sonuç oluşturmamış olup, dondurma örnekleri 1. gün duyuşsal analizlerinde 3.80 ile 4.50 arasında puan almıştır. %100 mono-digliserit içeren K kodlu kontrol dondurma örneđi 1., 30. ve 60. gün duyuşsal analizlerinde sırasıyla 3.80, 4.20 ve 4.30 puan alırken; emülgatör olarak %100 çöven içeren D10 kodlu dondurma örneđi ise 4.45, 4.10 ve 3.80 puan almıştır.

Acan ve ark., (2020) şeker pancarı melası tozu ile üretilmiş dondurmaların şekerle üretilmiş dondurmalarla göre duyu tat ve koku puanlarında ciddi düşmelerin olduğunu bildirmişlerdir. Durmaz ve ark., (2020) doğal renklendirici olarak mikroalgleri dondurmaya ilave ettikleri çalışmada dondurmalar duyu renk değerleri bakımından iyi puanlar alırken, tat ve koku puanlarının düşmüş olduğunu bu nedenle kullanım miktarının sınırlandırılması gerektiğini belirtmişlerdir. Akbari ve ark., (2016) aroma maddesi olarak %0.1 vanilin ilave ederek inülinli olarak ürettikleri dondurmaların aroma özellikleri, kontrol grubu dondurmalarla göre daha düşük puanlar almış olup, bu çalışmada vanilin bulunmamasına rağmen çöven ilavesi, tat ve aroma puanlarında istatistiksel bir farklılık oluşturmamıştır. Chavan ve ark., (2017) chia tohumunu %0.1-%0.4 arasında dondurmaya ilave ettiklerinde chia konsantrasyonu arttıkça daha fazla hacim artışı meydana gelirken, tat ve koku puanlarında kontrol dondurmalarına göre düşüş meydana geldiğini kaydetmişlerdir.

#### 4.2.5.6.4 Genel Beğeni

Mono-digliserit ve çöven ekstraktı tozunun emülgatör olarak farklı oranlarda kullanılması ile hazırlanan dondurma örneklerinin genel kabul edilebilirlik durumlarının değerlendirilmesine yönelik duyu analiz sonuçları Çizelge 4.24 ve Şekil 4.50’de verilmiştir.

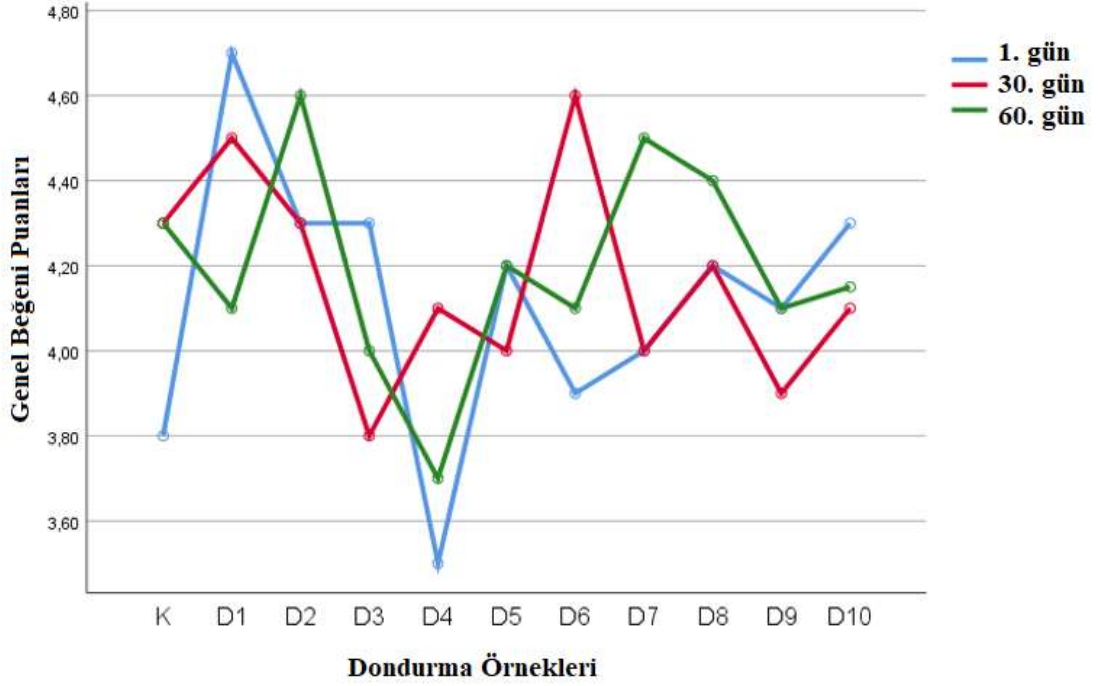
**Çizelge 4.25** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde genel beğeni puanları

Örnekler	Çöven Oranı (%)#	Depolama süresi (gün)		
		1.gün	30.gün	60. gün
<b>K</b>	0	3.80±0.79 <sup>Aab</sup>	4.30±0.48 <sup>Aa</sup>	4.30±0.67 <sup>Aa</sup>
<b>D1</b>	10	4.70±0.48 <sup>Ab</sup>	4.50±0.52 <sup>Aa</sup>	4.10±0.87 <sup>Aa</sup>
<b>D2</b>	20	4.30±0.82 <sup>Aab</sup>	4.30±0.48 <sup>Aa</sup>	4.60±0.52 <sup>Aa</sup>
<b>D3</b>	30	4.30±0.82 <sup>Aab</sup>	3.80±0.79 <sup>Aa</sup>	4.00±0.94 <sup>Aa</sup>
<b>D4</b>	40	3.50±0.71 <sup>Aa</sup>	4.10±0.99 <sup>Aa</sup>	3.70±1.06 <sup>Aa</sup>
<b>D5</b>	50	4.20±0.42 <sup>Aab</sup>	4.00±0.47 <sup>Aa</sup>	4.20±0.79 <sup>Aa</sup>
<b>D6</b>	50	3.90±0.99 <sup>Aab</sup>	4.60±0.70 <sup>Aa</sup>	4.10±0.87 <sup>Aa</sup>
<b>D7</b>	70	4.00±0.67 <sup>Aab</sup>	4.00±0.47 <sup>Aa</sup>	4.50±0.71 <sup>Aa</sup>
<b>D8</b>	80	4.20±0.63 <sup>Aab</sup>	4.20±0.42 <sup>Aa</sup>	4.40±0.70 <sup>Aa</sup>
<b>D9</b>	90	4.10±0.57 <sup>Aab</sup>	3.90±0.57 <sup>Aa</sup>	4.10±0.88 <sup>Aa</sup>
<b>D10</b>	100	4.30±0.67 <sup>Aab</sup>	4.10±0.74 <sup>Aa</sup>	4.15±0.88 <sup>Aa</sup>

K: Mono-digliseritli kontrol dondurma, #: Mono-digliserit yerine kullanılma oranı, Aynı sütundaki aynı küçük harfler ve aynı satırdaki aynı büyük harfler istatistiksel olarak önemli bir farklılık ( $P>0.05$ ) olmadığını gösterir.



Dondurma örnekleri, genel beğeni bakımından 1. gün duyusal analizlerinde 3.50 ile 4.70 arasında puan almıştır. %100 mono-digliserit içeren K kodlu kontrol dondurma örneği 1., 30. ve 60. gün duyusal analizlerinde sırasıyla 3.80, 4.30 ve 4.30 puan alırken; emülgatör olarak %100 çöven içeren D10 kodlu dondurma örneği ise 4.30, 4.10 ve 4.15 puan almıştır.



**Şekil 4.50** Dondurma örneklerinin depolama sürecinde genel beğeni puanları

Murtaza ve ark., (2004) farklı emülgatör oranlı olarak ürettikleri dondurmaların duyusal genel kabul edilebilirlik analiz sonucunun depolamaya bağlı olarak bir farklılık oluşturmadığını bildirmişlerdir.

Keçeli ve Konar (2003), stabilizatör ve emülgatör kaynağı olarak arap sakızı, jelatin, keçi boynuzu, salep, karboksimetilselüloz ve çöveni dondurma üretiminde mukayese ettikleri çalışmada, tüm dondurmaların duyusal bakımdan birbirine yakın puan almış olması, bizim çalışmamızdaki duyusal analiz sonuçları ile uyumakta olup çöven ekstraktının mono-digliserit yerine dondurma üretiminde kullanılabileceğini göstermektedir.

Shahi ve ark., (2021) *Acanthophyllum squarrosum* köklerinden elde ettikleri saponinli ekstraktları dondurmaya emülgatör ve stabilizatör olarak ilave ettikleri çalışmada, ekstraktın konsantrasyonu arttıkça acı tat puanlarında bir miktar artış olmasına rağmen, genel kabul edilebilirlik puanlarında artış olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada da genel kabul edilebilirlik puanları bakımından dondurmalar arasında istatistiksel olarak bir farklılık oluşmamasıyla beraber, çöven ekstraktın gelen acı bir tat olmaması ise avantaj oluşturmaktadır.

Uslu ve ark., (2010) çöven ekstraktının sultan lokumuna ayrı bir lezzet kazandırdığı ve duyusal analizde %12 nişasta içeren lokum örnekleri ile benzer puanlarının olduğunu belirtmişlerdir.

Çelik ve ark., (2007) tarafından yapılan sünger keklerin duyusal analiz puanlarında en yüksek puanları çöven ekstraktı ilaveli kekler almıştır.

Acan ve ark., (2020) dondurma üretiminde şeker yerine %100 şeker pancarı melası tozu ilavesinin dondurmaların tat ve koku, erimeye karşı direnç ve genel kabul edilebilirlik puanlarını önemli düzeyde düşürmüş olup, bu çalışmada duyusal değerlendirme puanlarında düşüş meydana gelmemiştir.

Chavan ve ark., (2017) chia tohumunu %0.1-%0.4 arasında dondurmaya ilave ettiklerinde chia konsantrasyonu arttıkça daha fazla hacim artışı meydana gelirken, görünüş, tekstür ve genel beğeni puanlarında kontrol dondurmalarına göre düşüş meydana gelmiştir.

## 5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, farklı yöntemlerle kurutulan çöven tozlarının fizikokimyasal analizleri, farklı pH'larda köpük oluşturma etkinlikleri ve emülsiyon aktivite ve stabiliteleri belirlenmiştir. Ayrıca, dondurmada emülgatör olarak yaygın bir şekilde kullanılan mono-digliserit yerine çöven tozunun kullanılmasının dondurma miksinin reolojik akış davranış özellikleri, dondurmanın ise kimyasal kompozisyonu, buz kristalleri boyut ve sıklığı, erime, donma ve camsı geçiş gibi özellikleri üzerine etkisi ve depolama boyunca renk, hacim artışı, ilk damlama ve tamamen erime süreleri ve duyu nitelikler bakımından dondurma örneklerinde bir değişiklik olup olmadığı araştırılmıştır.

Çalışma sonucu olarak, çöven ekstraktının farklı yöntemlerle kurutulmasının çöven ekstraktı tozlarının renk, yığın yoğunluğu, nem içeriği ve su aktivitesi ve çözünürlük süreleri bakımından istatistiksel farklılıklar meydana gelmiştir. En düşük su aktivitesi ve nem içeriği püskürtmeli kurutucuda elde edilirken, en düşük yığın yoğunluğu dondurarak kurutulmuş tozlarda, aydınlık değeri en yüksek olan tozlar püskürtmeli kurutma ile kurutulmuş tozlarda elde edilmiştir. Vakum etüv yöntemi ile kurutulan tozlar en kısa süre çözünme süresine sahipken, püskürtmeli kurutucu ile elde edilen tozların çözünme süresi daha uzun sürede gerçekleşmiştir. FESEM görüntülerinde ise püskürtmeli kurutucuda küresel, büzüşmüş ve küçük boyutlu heterojen partiküller oluşurken, dondurarak kurutmada ise süngerimsi yapıda ve vakum etüv yönteminde ise camsı film tabakasına benzer düz yüzeyle partiküller elde edilmiş olup, kurutma yöntemlerine özgü olan şekiller elde edilmiştir. Köpük ve emülsiyon analizlerinde ise pH 2 dışında iyi sonuçlar elde edilmiş olup, TOPSİS değerlendirmesi sonucu en iyi üç alternatifin sırasıyla, pH 6'da vakum etüv, dondurarak kurutma ve püskürtmeli kurutma olduğu bulunmuştur. Çöven tozlarının çözeltilerdeki partikül boyut ve dağılımı bakımından istatistiksel olarak bir farklılık bulunmazken ( $p>0.05$ ), kondüktivite değerine bağlı olarak zeta potansiyel değeri, dondurarak kurutulmuş tozlarda daha yüksek tespit edilmiştir. Toplam saponin miktarı sonuçlarına göre, dondurarak ve vakum etüv yöntemi ile elde edilen tozlarda istatistiksel farklılık oluşmazken ( $p>0.05$ ), püskürtmeli kurutma yönteminde daha düşük saponin miktarı bulunmuştur. FTIR ve XRD analizlerinde ise toz örnekler

arasında bir farklılık oluşmamış olup, kurutma yönteminin kimyasal yapıda bir değişiklik oluşturmadığı sonucuna varılmıştır.

Genel olarak değerlendirildiğinde çalışmada kullanılan püskürtmeli kurutma, dondurarak kurutma ve vakum etüv kurutma yöntemlerinin üçü ile de toz haline dönüştürülebileceği sonucuna varılmıştır. İşlem süresi kısalığı ve daha az nem içermesi nedeniyle püskürtmeli kurutma yöntemi daha avantajlı olarak düşünülebilir. Vakum etüv ile kurutulan tozların çözünme süresinin çok kısa olması onları avantajlı yaparken uzun sürede kuruması dezavantajlarındandır. Bu nedenle ekstraktın çırpma işlemi ile köpük haline dönüştürülmesi sonrasında vakum etüv ile kurutulmasının işlem süresi ve fizikokimyasal özellikleri bakımından farklılık oluşturup oluşturmayacağı ileride yapılacak çalışmalarda denenmesi önerilebilir.

Çöven ekstraktının, dondurmada mono-digliserit yerine emülgatör olarak kullanılabilme potansiyelinin yüksek olduğunu gösteren önemli sonuçlar elde edilmiştir. Sonuçlara göre değişen oranlarda çöven ekstraktı ve mono-digliserit içeren dondurmalarda kimyasal kompozisyon açısından bir değişiklik olmazken, dondurma miksellerinde çöven konsantrasyonu arttıkça dondurma örneklerinin genellikle kıvam katsayısı ve görünür viskozite değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. SEM resimleri, çöven konsantrasyonu arttıkça genellikle buz kristali bulunma sıklığının azaldığını göstermektedir. Dondurma örneklerinin erime, donma ve camsı geçiş noktaları bakımından istatistiksel bir farklılık belirlenmemiştir. Ayrıca duyu analizi sonuçlarına göre dondurmaya emülgatör olarak mono-digliserit yerine çöven ilave edilmesi herhangi bir olumsuz sonuç oluşturmamış ve iki aylık depolama sürecinde dondurma örneklerinin duyu analizi puanlarında istatistiksel bir farklılık meydana gelmemiştir. Bu sonuçlara göre çöven ekstraktı tozlarının, pek çok ticari uygulamada kullanılan hayvan bazlı ve sentetik emülgatörler yerine alternatif olarak kullanılacak bitkisel bazlı emülgatörlerin uygun ve etkili bir kaynağı olduğu sonucuna varılmıştır.

Bu çalışma çöven ekstraktının dondurmada emülgatör olarak kullanılabilme imkanını gösteren başlangıç seviyesinde bir çalışma olup, daha detaylı ve kapsamlı planlanan çalışmalarla bu çalışmada belirlenmeyen özelliklerin açığa çıkartılması gerekmektedir. Zira, çöven bitkisi ülkemizde mamül madde içerisinde kullanılma

sıklığı hak ettiği düzeyde olmayıp, daha ziyade ihracatı yapılmaktadır. Halbuki çöven bitkisi, yüksek yüzey aktif özelliğe sahip triterpenoid saponinlerin zengin bir kaynağı olup, yurt dışında saponin ihtiva eden bazı bitkilerden ekstrakte edilen saponin maddeleri, güvenli gıda katkı maddesi olarak onaylanmış ve halihazırda kullanılmaktadır. Ülkemizde ise çöven bitkisinin değerlendirilmesine dair bahsedilen eksikliğin giderilerek çövenin hakettiği değere getirilmesi ve ülke ekonomisine kazandırılması dikkate alınması gereken önemli bir konudur.

Çöven ekstratı ilaveli dondurmalar ile mono-digliserit kullanılarak hazırlanan dondurmalar arasında ölçülen bazı nitelikler bakımından benzer sonuçlar elde edilmiştir. Bu çalışma, mono-digliseritlerin hayvansal kaynaklı olabilme ihtimalleri gereği, inanç ve kişisel tercih nedeniyle mono-digliserit katkılı dondurma tüketme konusunda tereddütü olan insanlar için çöven ekstraktının dondurmada bitkisel kaynaklı emülgatör olarak, iyi bir alternatif olduğunu göstermektedir. Ayrıca literatürdeki bazı çalışmaların özetlendiği tez kısmından da anlaşıldığı üzere, yüksek biyolojik aktif özelliğe sahip olan çöven ekstraktının dondurmaya ilave edilmesi ile dondurmaların sadece emülsifiye edilmeleri değil aynı zamanda tıbbi açıdan da fonksiyonel hale getirilmeleri sağlanmaktadır. Özellikle kolesterol düşürücü etkisi ve antidiyabetik aktivitesi olduğu vurgulanan saponin bileşiklerini içeren çöven ekstratı, yüksek yağ ve şeker ihtiva eden dondurma gibi bir ürün için, tıbbi ve emülsiyon fonksiyonlu, çok değerli bir katkı maddesi olacağı düşünülmektedir.

Bu çalışmada hazırlanan emülsiyonlar ve dondurma örnekleri geleneksel yöntemle hazırlanmıştır. Geleneksel yöntemin kullanılmasıyla oluşturulan emülsiyonlarda homojenizasyon gibi proses aşamaları yeterli hızda gerçekleşmediği için yağ damlacıkları istenilen boyuta küçültülemediklerinden dolayı yüzey aktif maddelerin etkinliği nisbeten az olmaktadır. Yüzey aktif maddelerin yüksek hızlılıkla yağ damlacıklarının çevresini sararak yağ damlacıklarının birleşmesinin önlenmesi ve daha küçük yağ damlacıklarının oluşması ile daha stabil mikro ve nano boyutta emülsiyonların oluşması mümkündür. Bu nedenle emülsiyon analizleri ve dondurma üretiminde uygulanan homojenizasyon işleminin hız, basınç ve sıcaklığın ayarlanabildiği bir cihazla yapılması önerilmektedir. Böylelikle literatürde saponin içeren diğer bitki kaynakları ve QS ekstraktı kullanılarak yapılmış olan diğer çalışmalarla daha aynı şartlarda ve doğru mukayesesinin yapılarak *Gypsophila*

bitkisinin üstünlükleri varsa açığa çıkartılması sağlanmalıdır. Ayrıca, emülsiyon analizlerinde tek bir emülsifiye edici madde, yağ ve su fazı konsantrasyonu kullanılmıştır. Emülsifiye edici madde, yağ ve su fazlarının farklı oranları ile hazırlanan emülsiyonlar ile daha geniş bir aralıkta emülsiyon ve köpük oluşturma ve stabilize etme kabiliyetleri ölçülmelidir.

Köpük kapasitesi ve stabilitesi analizlerinde elde edilen yüksek değerler saponin içeren çöven ekstraktının arayüzeylerde viskoelastikiyetinin iyi olduğunu göstermekte ve protein, yağ ve şeker içeriği yoğun olan ve de çırpılma prosesini ihtiva eden bir ürün olan dondurmada kullanımı da iyi sonuçlar vermiştir. Dondurma örneklerinin reolojik analizlerinde sadece yatışkan faz özellikleri analiz edilmiş olup, viskoelastik özelliklerini gösteren daha kapsamlı analizler yapılabilir.

Çöven ekstraktı, sultan lokumu, cevizli helva ve tahin helvası gibi ürünlerde de kullanılmak üzere hazırlanan şekliyle yani geleneksel yöntemle ekstrakte edilmiştir. Zeta potansiyel analiz sonuçlarına göre kendi pH'larında iyi bir stabilite göstermelerine rağmen mono-digliserit ve QS ile hazırlanan emülsiyonlarla mukayese edildiğinde daha yüksek iyon içermeleri safsızlıklarının yüksek olmasından kaynaklanabilmektedir. Zira kullanılan QS ve mono-digliserit yüksek saflılık oranlarına sahip olup, daha iyi ve aynı şartlarda bir mukayese yapabilmek için, çöven ekstraktından saflaştırma prosesi sonrası elde edilen saponinin de ayrıca emülsiyon ve köpük oluşturma analizleri ve dondurmaya ilave edildiğindeki performansının ölçüldüğü çalışmalar yapılabilir. Ayrıca bu çalışmada çöven ekstraktı, mono-digliserit ile mukayese edilmiştir. Lesitin, tween 80 gibi farklı emülgatör kaynaklarında ilave edilerek, mukayese seçeneğinin genişletildiği çalışmalar yapılabilir.

## 6. KAYNAKLAR

- Acan, BG. Toker, OS., Aktar, T., Tamturk, F., Palabiyik, I. & Konar, N. (2020). Using spray-dried sugar beet molasses in ice cream as a novel bulking agent. *International Journal of Food Science and Technology*, 55, 1298-1310.
- Akalın, AS., & Erişir, D. (2008). Effects of inulin and oligofructose on the rheological characteristics and probiotic culture survival in low-fat probiotic ice cream. *Journal of Food Science*, 73(4), 184-188.
- Akbari, M., Eskandari, MH., Niakasari, M. & Bedeltavana, A. (2016). The effect of inulin on the physicochemical properties and sensory attributes of lower-fat ice cream. *International Dairy Journal*, 57, 52-55.
- Almutairi, MS. & Ali, M. (2015). Direct detection of saponins in crude extracts of soapnuts by FTIR. *Natural Product Research*, 29, 1271-1275.
- Altay, A., Tohma, H. Durmaz, L. Taslimi, P., Korkmaz, Gulcin, MI. & Koksall, E. (2019). Preliminary phytochemical analysis and evaluation of in vitro antioxidant, antiproliferative, antidiabetic, and anticholinergics effects of endemic *Gypsophila* taxa from Turkey. *Journal of Food Biochemistry*, 43, e12908.
- Alvarez, B., Wolters, L., Vodovotz, Y. & Ji, T. (2005). Physical properties of ice cream containing milk protein concentrates. *Journal of Dairy Science*, 88, 862-871.
- Anonim, (1999). Yoğurt Standardı. TS 1330. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- AOAC. (1990). Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (15th Edition), Washington.
- Arslan, I. (2020). Quillaic acid-containing saponin-based immunoadjuvants trigger early immune response. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 30, 467-473.
- Ashfaq, UA, Masoud, MS., Nawaz, Z. & Riazuddin, S. (2011). Glycyrrhizin as antiviral agent against Hepatitis C Virus. *Journal of Translational Medicine*, 9, 112.
- Augustin, JM., Kuzina, V., Andersen, SB. & Bak, S. (2011). Molecular activities, biosynthesis and evolution of triterpenoid saponins. *Phytochemistry*, 72, 435-457.
- Bahram-Parvar, M., Tehrani, MM. & Razavi, SMA. (2013). The effects of a novel stabilizer blend in combination with carrageenan on melting, textural, and sensory properties of vanilla ice cream during storage. *Food Bioscience*, 3, 10-18.
- Bai, L., Huan, S., Gu, J. & McClements, DJ. (2016). Fabrication of oil-in-water nanoemulsions by dual-channel microfluidization using natural emulsifiers: Saponins, phospholipids, proteins, and polysaccharides. *Food Hydrocolloids*, 61, 703-711.
- Battal, H., Sarı, F. & Veliöğlü, S. (2003). Çöven ekstraktı üretimi üzerine bir araştırma. *Anadolu University Journal of Science and Technology*, 4(1), 75-84.

- Baylan N. (1990). Tahin helvalarında saponin miktarı üzerine araştırma. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Bölümü Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Ankara, 64s.
- Bouyer, E., Mekhloufi, G., Rosilio, V., Grossiord, JL. & Agnely, F. (2012). Proteins, polysaccharides, and their complexes used as stabilizers for emulsions: Alternatives to synthetic surfactants in the pharmaceutical field? *International Journal of Pharmaceutics*, 436, 359-378.
- Böttcher, S. & Drusch, S. (2016). Interfacial properties of saponin extracts and their impact on foam characteristics. *Food Biophysics*, 11, 91-100.
- Böttcher, S. & Drusch, S. (2017). Saponins — Self-assembly and behavior at aqueous interfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*, 243, 105-113.
- Böttcher, S., Keppler, JK. & Drusch, S. (2017). Mixtures of Quillaja saponin and beta-lactoglobulin at the oil/water-interface: Adsorption, interfacial rheology and emulsion properties. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 518, 46-56.
- Caliskan, G. & Dirim, SN. (2016). The effect of different drying processes and the amounts of maltodextrin addition on the powder properties of sumac extract powders. *Powder Technology*, 287, 308-314.
- Campos, BE., Ruivo, TD., da Silva Scapim, MR., Madrona, GS. & de C. Bergamasco, R. (2016). Optimization of the mucilage extraction process from chia seeds and application in ice cream as a stabilizer and emulsifier. *LWT - Food Science and Technology*, 65, 874-883.
- Castro Porto, B. & Cristianini, M. (2014). Evaluation of cashew tree gum (*Anacardium occidentale* L.) emulsifying properties. *LWT - Food Science and Technology*, 59, 1325-1331.
- Cemeroğlu, B. (2007). Gıda Analizleri. Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları, Yayın No: 34, Ankara, 535 s.
- Chavan, VR., Gadhe, KS., Dipak, S. & Hingade, ST. (2017). Studies on extraction and utilization of chia seed gel in ice cream as a stabilizer. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 6(5), 1367-1370.
- Chen, XD. & Özkan, N. (2007) Stickiness, functionality and microstructure of food powders. *Drying Technology*, 25, 6, 959-969.
- Cheok, CY. Salman, HAK. & Sulaiman, R. (2014). Extraction and quantification of saponins: A review. *Food Research International*, 59, 16-40.
- Chranioti, C., Chanioti, S. & Tzia, C. (2016). Comparison of spray, freeze and oven drying as a means of reducing bitter aftertaste of steviol glycosides (derived from *Stevia rebaudiana* Bertoni plant) – Evaluation of the final products. *Food Chemistry*, 190, 1151-1158.
- Chung, C. Sher, A. Rousset, P., Decker, EA. & McClements, DJ. (2017). Formulation of food emulsions using natural emulsifiers: Utilization of quillaja saponin and soy lecithin to fabricate liquid coffee whiteners. *Journal of Food Engineering*, 209, 1-11.



- Cinatlı, J., Morgenstern, B., Bauer, G., Chandra, P., Rabenau, H. & Doerr, HW. (2003). Glycyrrhizin, an active component of liquorice roots, and replication of SARS-associated coronavirus. *Lancet*, 361, 2045-2046.
- Çağlayanlar, E. (2006). Çöven ekstraktının maya performansı, hamur reolojik özellikleri ve ekmek kalitesi üzerine etkisi. Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Denizli, 50s.
- Çam, İB. & Topuz, A. (2018). Production of soapwort concentrate and soapwort powder and their use in Turkish delight and tahini halvah. *Journal Food Process Engineering*. 12605.
- Çelik, İ., Yılmaz, Y., Işık, F. & Üstün, Ö. (2007). Effect of soapwort extract on physical and sensory properties of sponge cakes and rheological properties of sponge cake batters. *Food Chemistry*, 101, 907-911.
- Çelik, Ş., Cankurt, H. & Doğan, C. (2010). Safran ilavesinin sade dondurmanın bazı özelliklerine etkisi. *Gıda*, 35 (1), 33-39.
- Dertli, E., Toker, OS., Durak, MZ., Yılmaz, MT., Tatlısu, NB., Sagdic, O. & Cankurt, H. (2016). Development of a fermented ice-cream as influenced by *in situ* exopolysaccharide production: Rheological, molecular, microstructural and sensory characterization. *Carbohydrate Polymers*, 136, 427-440.
- Durmaz, Y., Kilicli, M. Toker, OS., Konar, N., Palabiyik, I. & Tamtürk, F. (2020). Using spray-dried microalgae in ice cream formulation as a natural colorant: Effect on physicochemical and functional properties. *Algal Research*, 47, 101811.
- Eisner, MD., Wildmoser, H. & Windhab, EJ. (2005). Air cell microstructuring in a high viscous ice cream matrix. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 263, 390-399.
- Ferrari, CC., Germer, SPM. & de Aguirre, JM. (2012). Effects of spray drying conditions on the physicochemical properties of blackberry powder. *Drying Technology*, 30 (2), 154-163.
- Gevrenova, R., Zaharieva, MM., Kroumov, AD., Voutquenne-Nazabadioko, L., Zheleva-Dimitrova, D., Balabanova, V., Hajdenski, HM. & Konstantino, S. (2019). *Gypsophila* saponins enhance the cytotoxicity of etoposide in HD-MY-Z lymphoma cells. *Food and Chemical Toxicology*, 133, 110777.
- Göksel-Saraç, M. (2018). Rendering artık yağlarından emülsifiye edici ajan üretimi ve model gıdalarda arayüzey (INTERFACIAL) reolojik uygulamaları. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi, 218s.
- Golemanov, K., Tcholakova, S., Denkov, N., Pelan, E. & Stoyanov, SD. (2013). Remarkably high surface visco-elasticity of adsorption layers of triterpenoid saponins. *Soft Matter*, 9, 5738-5752.
- Gonzalez, PJ. & Sørensen, PM. (2020). Characterization of saponin foam from *Saponaria officinalis* for food applications. *Food Hydrocolloids*, 101, 105541.
- Góral, I. & Wojciechowski, K. (2020). Surface activity and foaming properties of saponin-rich plants extracts. *Advances in Colloid and Interface Science*, 279, 102145.

- Goula, AM. & Adamopoulos, KG. (2008). Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. Powder properties, *Drying Technology*, 26 (6), 726-737.
- Gundewadi, G., Sarkar, DJ. Rudra, SG. & Singh, D. (2018). Preparation of basil oil nanoemulsion using *Sapindus mukorossi* pericarp extract: Physico-chemical properties and antifungal activity against food spoilage pathogens. *Industrial Crops & Products*, 125, 95-104.
- Guzmán, L., Villalón, K., Marchant, MJ., Tarnok, ME., Cárdenas, P., Aquea, G. Acevedo, W., Padilla, L. Bernal, G. Molinari, A. & Corvalán, A. (2020). In vitro evaluation and molecular docking of QS-21 and quillaic acid from *Quillaja saponaria* Molina as gastric cancer agents. *Scientific Reports*, 10, 10534.
- Güçlü-Üstündağ, Ö. & Mazza, G. (2007). Saponins: Properties, applications and processing. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 47, 231-258.
- Güven, M. & Karaca, OB. (2002). The effects of varying sugar content and fruit concentration on the physical properties of vanilla and fruit ice-cream-type frozen yogurts. *International Journal of Dairy Technology*, 55, (1), 27-31.
- Haralampidis, K., Trojanowska, M. & Osbourn, AE. (2002). Biosynthesis of triterpenoid saponins in plants. *Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology*, 75, 31-49.
- Hiai, S., Oura, H., & Nakajima, T. (1976). Color reaction of some saponins and saponins with vanillin and sulfuric acid. *Planta Medica*, 29, 116-122.
- Hoever, G., Baltina, L., Michaelis, M., Kondratenko, R., Baltina, L., Tolstikov, GA., Doerr, HW. & Cinatl, JJ. (2005). Antiviral activity of glycyrrhizic acid derivatives against SARS-coronavirus. *Journal of Medicinal Chemistry*, 48, 1256-1259.
- Innocente, N., Comparin, D. & Corradini, C. (2002). Proteose-peptone whey fraction as emulsifier in ice-cream preparation. *International Dairy Journal*, 12, 69-74.
- Jafari, SM., He, Y. & Bhandari, B. (2007). Encapsulation of nanoparticles of d-limonene by spray drying: role of emulsifiers and emulsifying techniques. *Drying Technology*, 25, 6, 1069-1079.
- Jarzębski, M., Smulek, W., Siejak, P., Kobus-Cisowska, J., Pieczyrak, D., Baranowska, HM., Jakubowicz, J., Sopata, M. Białopiotrowicz, T. & Kaczorek, E. (2019). *Aesculus hippocastanum* L. extract as a potential emulsion stabilizer. *Food Hydrocolloids*, 97, 105237.
- Javidi, F., Razavi, SMA., Behrouzian, F. & Alghooneh, A. (2016). The influence of basil seed gum, guar gum and their blend on the rheological, physical and sensory properties of low fat ice cream. *Food Hydrocolloids*, 52, 625-633.
- Jia, LY., Wu, XJ., Gao, Y., Rankin, GO., Pigliacampi, A., Bucur, H., Li, B., Tu, YY. & Chen, YC. (2017). Inhibitory effects of total triterpenoid saponins isolated from the seeds of the tea plant (*Camellia sinensis*) on human ovarian cancer cells. *Molecules*, 22, 1649.

- Jian, HL., Liao, XX., Zhu, LW., Zhang, WM. & Jiang, JX. (2011). Synergism and foaming properties in binary mixtures of a biosurfactant derived from *Camellia oleifera* Abel and synthetic surfactants. *Journal of Colloid and Interface Science*, 359(2), 487-492.
- Kaewmanee, T. Bagnasco, L., Benjakul, S., Lanteri, S., Morelli, CF., Speranza, G. & Cosulich, ME. (2014). Characterisation of mucilages extracted from seven Italian cultivars of flax. *Food Chemistry*, 148, 60-69.
- Kara, RN. (2021). Köpük kurutma yöntemiyle nar suyu tozu üretiminde saponinlerin kullanılabilirliğinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Necmettin Erbakan Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya.
- Karasu S. (2009). Yenilebilir bitkisel yağlı sütlü buzun reolojik özelliklerinin optimize edilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Kareru, PG., Keriko, JM., Gachanja, AN. & Kenji, GM. (2008). Direct detection of triterpenoid saponins in medicinal plants. *African Journal of Traditional Complementary and Alternative medicines*, 5, 56-60.
- Kavaz, A. (2015). The effects of blackthorn (*Prunus spinosa* L.) addition on certain quality characteristics of ice cream. *Journal of Food Quality*, 38, 413-421.
- Keçeli, T. & Konar, A. (2003). Salep ve alternatif bazı stabilizatör maddelerin inek sütünden yapılan dondurmaların özelliklerine olan etkileri. *Gıda*, 28, 4, 415-419.
- Kim, SW., Park, SK., Kang, SI., Kang, HC., Oh, HJ., Bae, CY., & Bae, DH. (2003). Hypocholesterolemic property of *Yucca schidigera* and *Quillaja saponaria* extracts in human body. *Archives of Pharmacol. Research*, 26, 1042-1046.
- Koçan, D. & Koçak, C. (2002). Vanilyalı dondurma üretiminde Quest Admul MG 4143 emülsifiye edici ajanünün farklı kullanım olanaklarının dondurma niteliklerine etkisi. *Gıda*, 27 (5), 369-377.
- Özçelik, H. & Yıldırım, B. (2011). Türkiye çövenlerinin (*Gypsophila* L. ve *Ankyropetalum* Fenzl spp.) ekonomik önemi, kullanım olanakları ve korunması üzerine düşünceler. *SDU Faculty of Forestry Journal*, 12, 57-61.
- Kurozawa, LE., Morassi, AG., Vanzo, AA., Park, KJ. & Hubinger, MD. (2009). Influence of spray drying conditions on physicochemical properties of chicken meat powder. *Drying Technology*, 27(11), 1248-1257.
- Kurt, A. & Atalar, I. (2018). Effects of quince seed on the rheological, structural and sensory characteristics of ice cream. *Food Hydrocolloids*. 82, 186-195.
- Kwak, WJ., Han, CK., Chang, HW., Kim, HP., Kang, SS. & Son, KH. (2003). Loniceroside C, an antiinflammatory saponin from *Lonicera japonica*. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, 51, 333-335.
- Lalitha, T., Seshadri, R. & Venkataraman, LV. (1987). Isolation and properties of saponins from *Madhuca butyracea* seeds. *Journal Agricultural Food Chemistry*, 35, 744-748.

- Luo, JG., Ma, L. & Kong, LY. (2008). New triterpenoid saponins with strong  $\alpha$ -glucosidase inhibitory activity from the roots of *Gypsophila oldhamiana*. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 16, 2912-2920.
- Luo, P., Liu, D. & Li, J. (2020). Pharmacologic perspective: glycyrrhizin may be an efficacious therapeutic agent for COVID-19. *International Journal of Antimicrobial Agents*. 55(6), 105995.
- Luo, X., Zhou, Y., Bai, L., Liu, F., Zhang, R., Zhang, Z., Zheng, B., Deng, Y. & McClements, DJ. (2017). Production of highly concentrated oil-in-water emulsions using dual-channel microfluidization: Use of individual and mixed natural emulsifiers (saponin and lecithin). *Food Research International*, 96, 103-112.
- Mbaveng, AT., Ndontsa, BL., Kuete, V., Nguekeu, YMM., Çelik, I., Mbouangouere, R., Tane, P. & Efferth, T. (2018). A naturally occurring triterpenoid saponin ardisiacrispin B displayed cytotoxic effects in multi-factorial drug resistant cancer cells *via* ferroptotic and apoptotic cell death. *Phytomedicine*, 43, 78-85.
- McClements, DJ. (2015). Food emulsions: Principles, practices, and techniques (3Th ed.). CRC press, Boca Raton.
- McClements, DJ. & Gumus, CE. (2016). Natural emulsifiers: Biosurfactants, phospholipids, biopolymers, and colloidal particles: Molecular and physicochemical basis of functional performance. *Advances in Colloid and Interface Science*. 234, 3-26.
- McClements, DJ. & Jafari, SM. (2018). Improving emulsion formation, stability and performance using mixed emulsifiers: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 251, 55-79.
- Michaelis, M., Geiler, J., Naczk, P., Sithisarn, P., Leutz, A., Doerr, HW. & Cinatl, JJr. (2011). Glycyrrhizin Exerts Antioxidative Effects in H5N1 Influenza A Virus-Infected Cells and Inhibits Virus Replication and Pro-Inflammatory Gene Expression. *PLoS One*, 6 (5), e19705.
- Mirhosseini, H. & Amid, BT. (2013). Effect of different drying techniques on flowability characteristics and chemical properties of natural carbohydrate-protein Gum from durian fruit seed. *Chemistry Central Journal*, 7, 1.
- Miyakoshi, M., Tamura, Y., Masuda, H., Mizutani, K., Tanaka, O., Ikeda, T., Ohtani, K., Kasai, R. & Yamasaki, K. (2000). Antiyeast steroidal saponins from *Yucca schidigera* (*Mohave yucca*), a new anti-food-deteriorating agent. *Journal of Natural Products*, 63, 332-338.
- Moniri, H., Farahmandfar R., Motamedzadegan, A. (2020). Cress seed (*Lepidium sativum*) gum dried by vacuum, freeze, and microwave drying methods: Structural, rheological, emulsifying, and foaming properties. *Journal of Food Process Engineering*, 43, e13408.
- Morein, B., Sundquist, B., Hoglund, S., Dalsgaard, K. & Osterhaus, A. (1984). Iscom, a novel structure for antigenic presentation of membrane proteins from enveloped viruses. *Nature*, 308, 457-460.

- Murtaza, MA., Mueenuddin, G., Huma, N., Shabbir, MA., & Mahmood, S. (2004). Quality evaluation of ice cream prepared with different stabilizers/emulsifier blends. *International Journal of Agriculture and Biology*, 6, 65-67.
- Muse, MR., & Hartel, RW. (2004). Ice cream structural elements that affect melting rate and hardness. *Journal of Dairy Science*, 87(1), 1-10.
- Nagarajan, M., Benjakul, S., Prodpran, T., Songtipya, P. & Kishimura, H. (2012). Characteristics and functional properties of gelatin from splendid squid (*Loligo formosana*) skin as affected by extraction temperatures. *Food Hydrocolloids*, 29, 389-397.
- Nalbantsoy, A., Nesil, T., Dilsiz, Ö., Aksu, G., Khan, S. & Bedir, E. (2012). Evaluation of the immunomodulatory properties in mice and in vitro antiinflammatory activity of cycloartane type saponins from *Astragalus* species. *Journal of Ethnopharmacology*, 139, 574-581.
- Nalbantsoy, A., Nesil, T., Erden, S., Çalış, İ. & Bedir, E. (2011). Adjuvant effects of *Astragalus* saponins Macrophyllsaponin B and Astragaloside. *Journal of Ethnopharmacology*, 134 (3), 897-903.
- Nath, L.R., Gorantla, JN., Thulasidasan, AKT., Vijayakurup, V., Shah, S., Anwer, S., Joseph, SM., Antony, J., Veena, KS., Sundaram, S., Marelli, UK., Lankalapalli, RS. & Anto, RJ. (2016). Evaluation of Uttroside B, A Saponin from *Solanum Nigrum* Linn, as a Promising Chemotherapeutic Agent Against Hepatocellular Carcinoma. *Scientific Reports*, 6, 1-13.
- Oleszek, W. & Bialy, Z. (2006). Chromatographic determination of plant saponins-An update (2002–2005). *Journal of Chromatography A*, 1112,78-91.
- Ozturk, B. & McClements, DJ. (2016). Progress in natural emulsifiers for utilization in food emulsions. *Current Opinion in Food Science*, 7, 1-6.
- Ozer, O., Boke, N., Nalbantsoy, A., & Kirmizigul, S. (2018). Phytochemistry increased cytotoxic potential of infrequent triterpenoid saponins of *Cephalaria taurica* obtained through alkaline hydrolysis. *Phytochemistry*, 152, 29-35.
- Ozturk, B., Argin, S., Ozilgen, M. & McClements, DJ. (2014a). Formation and stabilization of nanoemulsion-based Vitamin E delivery systems using natural surfactants: Q uillaja saponin and lecithin. *Journal of Food Engineering*, 142, 57-63.
- Ozturk, G., Dogan, M. & Toker, OS. (2014b). Physicochemical, functional and sensory properties of mellorine enriched with different vegetable juices and TOPSIS approach to determine optimum juice concentration. *Food Bioscience*, 7, 45-55.
- Özçelik, H. (2016). Sözlü görüşme. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Biyoloji Bölümü, Botanik Anabilim Dalı, Isparta, (Görüşme tarihi: 04.08.2016), e-posta: hasanozcelik@sdu.edu.tr.
- Özçelik, H. & Yıldırım, B. (2011). Türkiye çövenlerinin (*Gypsophila* L. ve *Ankyropetalum Fenzl* spp.) ekonomik önemi, kullanım olanakları ve korunması üzerine düşünceler. *SDÜ Orman Fakültesi Dergisi*, 12, 57-61.

- Ozdikicierler, O., Dirim, SN. & Pazır F. (2014). The effects of spray drying process parameters on the characteristic process indices and rheological powder properties of microencapsulated plant (*Gypsophila*) extract powder. *Powder Technology*, 253, 474-480.
- Peng, S., Li, Z., Zou, L., Liu, W., Liu, C. & McClements, DJ. (2018). Improving curcumin solubility and bioavailability by encapsulation in saponin-coated curcumin nanoparticles prepared using a simple pH-driven loading method. *Food Function*, 9(3), 1829-1839.
- Pertuit, D., Avunduk, S., Mitaine-Offer, AC., Miyamoto, T., Tanaka, C., Paululat, T., Delemasure, S., Dutartre, P. & Lacaille-Dubois, MA. (2014). Triterpenoid saponins from the roots of two *Gypsophila* species. *Phytochemistry*, 102, 182-188.
- Pham, HNT., Van, VQ., Bowyer, MC. & Scarlett, CJ. (2017). Effect of extraction solvents and thermal drying methods on bioactive compounds and antioxidant properties of *Catharanthus roseus* (L.) G. Don (Patricia White cultivar). *Journal of Food Processing Preservation*, 41, e13199.
- Pintor-Jardines, A., Arjona-Román, JL., Totosaus-Sánchez, A., Severiano-Pérez, P., González-González, LR. & Escalona-Buendia, HB. (2018). The influence of agave fructans on thermal properties of low-fat, and low-fat and sugar ice cream. *LWT - Food Science and Technology*, 93, 679-685.
- Pradhan, A. & Bhattacharyya, A. (2017). Quest for an eco-friendly alternative surfactant: Surface and foam characteristics of natural surfactants. *Journal of Cleaner Production*, 150, 127-134.
- Rajput, ZI., Hu, S., Xiao, C. & Arijo, AG. (2007) Adjuvant effects of saponins on animal immune responses. *Journal of Zhejiang University SCIENCE B*, 8(3), 153-161.
- Rejinold, NS., Muthunarayanan, M., Muthuchelian, K., Chennazhi, KP., Nair, SV. & Jayakumar, R. (2011). Saponin-loaded chitosan nanoparticles and their cytotoxicity to cancer cell lines in vitro. *Carbohydrate Polymers*, 84, 407-416.
- Regand, A. & Goff, HD. (2003). Structure and ice recrystallization in frozen stabilized ice cream model systems. *Food Hydrocolloids*, 17, 95-102.
- Riquelme, N., Zuniga, R.N. & Arancibia, C. (2019). Physical stability of nanoemulsions with emulsifier mixtures: Replacement of tween 80 with quillaja saponin. *LWT - Food Science and Technology*, 111, 760-766.
- Rossa, PN., Burin, VM. & Bordignon-Luiz, MT. (2012). Effect of microbial transglutaminase on functional and rheological properties of ice cream with different fat contents. *LWT - Food Science and Technology*, 48, 224-230.
- Saldamlı, İ. & Saldamlı, E. (2004). Gıda Endüstrisi Makineleri. Savaş yayınevi, 547s.
- Sedaghat Doost, A., Van Camp, J., Dewettinck, K. & Van der Meeren, P. (2019) Production of thymol nanoemulsions stabilized using Quillaja Saponin as a biosurfactant: Antioxidant activity enhancement. *Food Chemistry*, 293, 134-143.

- Shahi, SK., Didar, Z., Hesarinejad, MA. & Vazifedoost, M. (2021). Optimized pulsed electric field-assisted extraction of biosurfactants from Chubak (*Acanthophyllum squarrosum*) root and application in ice cream. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 101, 3693-3706.
- Shi, S., Zhu H., Xia X., Liang, Z., Ma, X. & Sun, B. (2019). Vaccine adjuvants: Understanding the structure and mechanism of adjuvant activity. *Vaccine*, 37, 3167-3178.
- Shu, G., Khalid, N., Chen, Z., Neves, MA., Barrow, CJ. & Nakajima, M. (2018). Formulation and characterization of astaxanthin-enriched nanoemulsions stabilized using ginseng saponins as natural emulsifiers. *Food Chemistry*, 255, 67-74.
- Sidhu, GS. & Oakenfull, DG. (1986). A mechanism for the hypocholesterolaemic activity of saponins. *British Journal of Nutrition*, 55, 643-649.
- Singh, B., Singh, JP., Singh, N. & Kaur, A. (2017). Saponins in pulses and their health promoting activities: A review. *Food Chemistry*, 233, 540-549.
- Siram, K., Raghavan, CV., Marslin, G., Rahman, H., Selvaraj, D., Balakumar, K. & Franklin, G. (2016). Quillaja saponin: A prospective emulsifier for the preparation of solid lipid nanoparticles. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 147, 274-280.
- Sofjan, RP. & Hartel, RW. (2004). Effects of overrun on structural and physical characteristics of ice cream. *International Dairy Journal*, 14, 255-262.
- Soukoulis, C., Chandrinos, I. & Tzia, C. (2008). Study of the functionality of selected hydrocolloids and their blends with k-carrageenan on storage quality of vanilla ice cream. *LWT- Food Science and Technology*, 41, 1816-1827.
- Soukoulis, C., Lebesi, D., & Tzia, C. (2009). Enrichment of ice cream with dietary fibre: Effect on rheological properties ice crystallization and glass transition phenomena. *Food Chemistry*, 115, 665-671.
- Soukoulis, C., Rontogianni, E. & Tzia, C. (2010). Contribution of thermal, rheological and physical measurements to the determination of sensorially perceived quality of ice cream containing bulk sweeteners. *Journal of Food Engineering*, 100, 634-641.
- Soukoulis, C. & Tzia C. (2018). Grape, raisin and sugarcane molasses as potential partial sucrose substitutes in chocolate ice cream: A feasibility study. *International Dairy Journal*, 76, 18-29.
- Sparg, SG., Light, ME. & van Staden, J. (2004). Biological activities and distribution of plant saponins. *Journal of Ethnopharmacology*, 94, 219-243.
- Sun, HX., Xie, Y. & Ye, YP. (2009a). Advances in saponin-based, adjuvants. *Vaccine*, 27(12), 1787-1796.
- Sun, HX., Xie, Y. & Ye, YP. (2009b). ISCOMs and ISCOMATRIX™. *Vaccine*, 27, 4388-4401.
- Sun, Z., Huang, X. & Kong, L. (2010). A new steroidal saponin from the dried stems of *Asparagus officinalis* L. *Fitoterapia*, 81, 210-213.

- Tan, SP., Kha, TC., Parks, SE., Stathopoulos, CE. & Roach, PD. (2015). Effects of the spray-drying temperatures on the physicochemical properties of an encapsulated bitter melon aqueous extract powder. *Powder Technology*, 281, 65-75.
- Telis, VRN. & Martínez-Navarrete, N. (2009). Collapse and color changes in grapefruit juice powder as affected by water activity, glass transition, and addition of carbohydrate polymers. *Food Biophysics*, 4, 83-93.
- Tippel, J., Reim, V., Rohn, S., & Drusch, S. (2016). Colour stability of lutein esters in liquid and spray dried delivery systems based on Quillaja saponins. *Food Research International*, 87, 68-75.
- Tonon, RV., Brabet, C. & Hubinger, MD. (2008). Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 88, 411-418.
- Tonon, RV., Brabet, C., Pallet, D., Brat, P. & Hubinger, MD. (2009). Physicochemical and morphological characterisation of acai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced with different carrier agents. *International Journal of Food Science and Technology*, 44, 1950-1958.
- TSE-4265. (1992). Dondurma-Süt Esaslı, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- Uluata, S., McClements, DJ. & Decker, EA. (2015). Physical stability, autoxidation, and photosensitized oxidation of  $\omega$ -3 oils in nanoemulsions prepared with natural and synthetic surfactants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63, 9333-9340.
- Uslu, MK., Erbaş, M., Turhan, İ. & Teti, N. (2010). Nişasta miktarının ve çöven suyu ilavesinin lokumların bazı özellikleri üzerine etkileri. *Gıda*. 35(5), 331-337.
- Varela, P., Pintor, A. & Fiszman, S. (2014). How hydrocolloids affect the temporal oral perception of ice cream. *Food Hydrocolloids*, 36, 220-228.
- Verza, SG., Silveira, F., Cibulski, S., Kaiser, S., Ferreira, F., Gosmann, G., Roehe, PM. & Ortega, GG. (2012). Immunoadjuvant activity, toxicity assays, and determination by UPLC/Q-TOF-MS of triterpenoid saponins from *Chenopodium quinoa* seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(12), 3113–3118.
- Voutquenne-Nazabadioko, L., Gevrenova, R., Borie, N., Harakat, D., Sayagh, C., Alexander, W., Thakur, M., Zaharieva, M. & Henry, M. (2013). Triterpenoid saponins from the roots of *Gypsophila trichotoma* Wender. *Phytochemistry*, 90, 114-127.
- Vincken, JP. Heng, L., de Groot, A. & Gruppen, H. (2007). Saponins, classification and occurrence in the plant kingdom. *Phytochemistry*, 68, 275-297.
- Wang, Y., Li, D., Wang, LJ., Li, SJ. & Adhikari, B. (2010). Effects of drying methods on the functional properties of flaxseed gum powders. *Carbohydrate Polymers*, 81, 128-133.
- Weng, A., Jenett-Siems, K., Schmieder, P., Bachran D., Bachran, C., Göricka, C., Thakur, M., Fuchs, H. & Melziga, MF. (2010). A convenient method for saponin isolation in tumour therapy. *Journal of Chromatography B*, 878, 713–718.



- Woldemichael, GM. & Wink, M. (2001). Identification and biological activities of triterpenoid saponins from *Chenopodium quinoa*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49, 2327-2332.
- Wolkerstorfer, A., Kurz, H., Bachhofner, N. & Szolar OHJ. (2009). Glycyrrhizin inhibits influenza A virus uptake into the cell. *Antiviral Research*, 83, 171-178.
- Wu, NN., Huang, X., Yang, XQ., Guo, J., Zheng, EL. & Yin, SW. (2012). Stabilization of soybean oil body emulsions using ι-carrageenan: Effects of salt, thermal treatment and freeze-thaw cycling. *Food Hydrocolloids*, 28, 110-120.
- Xu, X., Sun, Q., & McClements, D. J. (2019). Enhancing the formation and stability of emulsions using mixed natural emulsifiers: Hydrolyzed rice glutelin and quillaja saponins. *Food Hydrocolloids*, 89, 396-405.
- Yang, Y., Leser, ME., Sher, AA. & McClements, DJ. (2013). Formation and stability of emulsions using a natural small molecule surfactant: Quillaja saponin (Q-Naturale). *Food Hydrocolloids*, 30, 589-596.
- Yao, S., Luo, J., Huang, X. & Kong, L. (2008). Application of preparative high-speed counter-current chromatography/preparative high-performance liquid chromatography mode in rapid separation of saponins. *Journal of Chromatography B*, 864, 69-77.
- Yao, S., Luo, JG., Ma, L. & Kong, LY. (2011). Two new triterpenoid saponins from the roots of *Gypsophila paniculata* with potent α-Glucosidase inhibition activity. *Chinese Journal of Natural Medicines*, 9 (6), 401-405.
- Yin, Z., Zhang, W., Feng, F., Zhang, Y. & Kang, W. (2014). α-Glucosidase inhibitors isolated from medicinal plants. *Food Science and Human Wellness*, 3, 136-174.
- Yotova, M. Krasteva, I., Jenett-Siems, K., Zdraveva, P. & Nikolov, S. (2012). Triterpenoidoids in *Gypsophila trichotoma* Wend. *Phytochemistry Letters*, 5, 752-755.
- Younes, M., Aquilina, G., Castle, L. Engel, KH., Fowler, P., Fernandez, MJF., Fürst, P., Gürtler, R., Gundert-Remy, U., Husøy, T., Mennes, W., Oskarsson, A., Shah, R., Waalkens-Berendsen, I., Wölflle, D., Boon, P., Lambrè, C., Tobback, P., Wright, M., Rincon, AM., Smeraldi, C., Tard, A. & Moldeus, P. (2019). Re-evaluation of Quillaia extract (E 999) as a food additive and safety of the proposed extension of use. *EFSA Journal*, 17(3), 5622.
- Zhang, J., Bing, L. & Reineccius, GA. (2015). Formation, optical property and stability of orange oil nanoemulsions stabilized by Quillaja saponins. *LWT - Food Science and Technology*, 64, 1063-1070.
- Zhang, J., Bing, L. & Reineccius, GA. (2016). Comparison of modified starch and Quillaja saponins in the formation and stabilization of flavor nanoemulsions. *Food Chemistry*, 192, 53-59.
- Zhu, Z., Wen, Y., Yi, J., Cao, Y., Liu, F. & McClements, DJ. (2019). Comparison of natural and synthetic surfactant at forming and stabilizing nanoemulsions: Tea saponins, Quillaja saponin, and Tween 80. *Journal of Colloid and Interface Science*, 536, 80-87.

# **EKLER**

**EK 1:** Dondurma örneklerinin duyuusal analiz değerlendirmelerinde uygulanan puan cetveli

Özellik	Nitelik	Puan
RENK VE GÖRÜNÜŞ	ÇOK İYİ	5
	İYİ Net olmayan renk Görünümü biraz bozuk	4
	AZ KUSURLU Tabii olmayan renk	3
	KUSURLU Görünüm çok bozuk	2
YAPI VE KIVAM	ÇOK İYİ	5
	İYİ Sert ve sıkı	4
	AZ KUSURLU Delikli hava kabarcıklı Yapışkan Gevşek, dağılan Çamurumsu, ıslak	3
	KUSURLU Kristalleşmiş	2
TAT VE KOKU	ÇOK İYİ	5
	İYİ Düşük asitlik Şeker azlığı Şeker fazlalığı	4
	AZ KUSURLU Acı, yamıgımsı, maltımsı Sütten gelebilecek yem kokusu Aroma eksikliği Aroma fazlalığı Pişmiş tat Yüksek asitlik	3
	KUSURLU Küf tadı Ekşimsi Mayamsı Acı ve sabunumsu	2
GENEL BEĞENİ	ÇOK BEĞENDİM	5
	BEĞENDİM	4
	BEĞENMEDİM	3
	HİÇ BEĞENMEDİM	2

## ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı	Ayşe KOCACIK
Doğum Yeri	
Doğum Tarihi	
Uyruğu	<input checked="" type="checkbox"/> T.C. <input type="checkbox"/> Diğer:
Telefon	
E-Posta Adresi	
Eğitim Bilgileri	
Lisans	
Üniversite	Mustafa Kemal Üniversitesi
Fakülte	Ziraat Fakültesi
Bölümü	Gıda Mühendisliği
Mezuniyet Yılı	09.06.2009
Yüksek Lisans	
Üniversite	Erciyes Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı
Mezuniyet Tarihi	14.08.2012
Doktora	
Üniversite	Ordu Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı
Mezuniyet Tarihi	Tarih girmek için tıklayın veya dokunun.
Yayımlar	