İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BİTTER ÇİKOLATANIN FİZİKOKİMYASAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE KONÇLAMA ŞARTLARININ ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Sibel KOCA

Anabilim Dalı : Gıda Mühendisliği

Programı : Gıda Mühendisliği

OCAK 2011

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BİTTER ÇİKOLATANIN FİZİKOKİMYASAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE KONÇLAMA ŞARTLARININ ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Sibel KOCA
(506081518)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 20 Aralık 2010
Tezin Savunulduğu Tarih : 21 Ocak 2011

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Y. Onur DEVRES (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Ferhat YARDIM (İTÜ)
Yrd. Doç. Dr. Filiz ALTAY (İTÜ)

OCAK 2011

Çok kıymetli aileme,

ÖNSÖZ

Bitter çikolata; karıştırma, inceltme, konçlama, temperleme işlemlerinin ardından kalıplanması ve soğutulup ambalajlanması ile satışa sunulmaktadır. Üretimin en önemli basamaklarından biri olan konçlama işlemi, son ürünün lezzeti ve fiziksel özelliklerine büyük ölçüde katkı sağlamaktadır. Çikolatanın iyi bir kaliteye sahip olmasını sağlamak konçlamanın doğru işlem koşullarında üretilmesiyle mümkündür ve bu sayede son tüketiciyi tatmin edecek ürün üretilebilmektedir.

Bu çalışmada çeşitli konçlama parametreleri kullanılarak bitter çikolata üretildikten sonra, partikül büyüklüğü, nem miktarı, reolojik özellikleri, diferansiyel taramalı kalorimetre analizi, tekstür ve renk analizleri yapılıp çikolatanın fizikokimyasal özellikleri üzerine konçlamanın etkisi incelenmiştir.

Yüksek Lisans çalışmam sırasında ilgisini, güler yüzünü ve anlayışını esirgemeyen, her konuda bilgisi ve deneyimi ile çalışmamı yönlendiren, değerli zamanını ayıran sevgili Hocam Prof. Dr. Y. Onur DEVRES'e teşekkürlerimi sunarım.

Değerli zamanını ayırarak bilgisi ve tecrübesiyle yardımlarını esirgemeyen Yrd. Doç. Dr. Filiz ALTAY'a ve yardımlarını esirgemeyen Gıda Mühendisliği Bölümü araştırma görevlilerine teşekkür ederim.

Laboratuar çalışmalarım sırasındaki katkılarından dolayı Prof. Dr. Frederic DEPYPERE'ye, eğitmenim Claudia DELBAERE'ye ve yüksek lisans eğitimim sırasında tez çalışmamın hammaddelerinin temini ve tezimin yürütülmesine katkıda bulunan Ghent Üniversitesi'ne teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca sonsuz desteklerini benden esirgemeyen aileme ve bu çalışma sırasında manevi destekleri ile yanımda olan Kaan ÇETİNKAYA'ya ve arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Aralık 2010

Sibel Koca

(Gıda Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ ..... **v**
İÇİNDEKİLER ..... **vii**
KISALTMALAR ..... **ix**
ÇİZELGE LİSTESİ ..... **xi**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **xiii**
ÖZET ..... **xv**
SUMMARY ..... **xvii**
1. GİRİŞ **1**
2. LİTERATÜR ÖZETİ **3**
2.1 Bitter Çikolata 3
2.1.1 Bitter çikolatanın ana özellikleri 3
2.1.2 Sütlü çikolata ile bitter çikolata arasındaki farklılıklar 5
2.1.3 Beyaz çikolata ile bitter çikolata arasındaki farklılıklar 5
2.2 Çikolata Üretimi 5
2.2.1 Karıştırma 6
2.2.2 İnceltme 6
2.2.3 Konçlama 6
2.2.4 Temperleme 8
2.2.5 Soğutma ve depolama 9
2.3 Çikolata Üretimi Boyunca Konçlamanın Etkileri 9
2.3.1 Konçlama 9
2.3.1.1 Konçlama sıcaklığının etkileri 11
2.3.1.2 Konçlama süresinin etkileri 12
2.3.1.3 Koncun dönme hızının ve yönünün etkisi 14
2.3.2 Bitter çikolatanın fizikokimyasal özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan analizler 15
2.3.2.1 Reolojik davranışların incelenmesi 15
2.3.2.2 Partikül boyut dağılımının belirlenmesi 17
2.3.2.3 Nem içeriğinin belirlenmesi 18
2.3.2.4 Diferansiyel taramalı kalorimetre ölçümü 19
2.3.2.5 Sertlik ölçümü 20
2.3.2.6 Renk ölçümü 20
3. MATERYAL VE METOT **23**
3.1 Materyal 23
3.2 Metot 23
3.2.1 Bitter çikolataların hazırlanması 23
3.3 Yapılan Analizler 26
3.3.1 Reoloji analizi 26
3.3.2 Partikül boyut dağılım analizi 26
3.3.3 Nem miktarı ölçümü 26

3.3.4 Tempermetre ölçümü 27
3.3.5 Diferansiyel taramalı kalorimetre analizi 27
3.3.6 Tekstür analizi 28
3.3.7 Renk analizi 28
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 29
4.1 Hammaddelerin Nitelikleri 29
4.2 İnceltilmiş Ürünün Nitelikleri 30
4.3 Konçlanmış Ürünün Nitelikleri 32
4.3.1 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerine kuru konçlamanın sıcaklığının etkisi 32
4.3.1.1 Partikül boyut dağılımı 32
4.3.1.2 Nem içeriği 34
4.3.1.3 Reoloji 35
4.3.2 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerine kuru konçlama süresinin etkisi 38
4.3.2.1 Partikül boyut dağılımı 39
4.3.2.2 Nem içeriği 40
4.3.2.3 Reoloji 41
4.3.3 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerine kuru konçlamanın rotasyon hızının etkisi 44
4.3.3.1 Partikül boyut dağılımı 44
4.3.3.2 Nem İçeriği 46
4.3.3.3 Reoloji 46
4.3.3 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerinde kuru konçlamanın rotasyon yönünün etkisi 49
4.3.4.1 Partikül boyut dağılımı 50
4.3.4.2 Nem içeriği 51
4.3.4.3 Reoloji 52
4.4 Temperlenen Ürünün Nitelikleri 55
4.4.1 Tempereğrisi 55
4.4.2 Diferansiyel taramalı kalorimetre 56
4.4.3 Sertlik ölçümleri 58
4.4.4 Renk ölçümü 59
5. SONUÇ VE ÖNERİLER 63
KAYNAKLAR 65
EKLER 69
ÖZGEÇMİŞ 73

KISALTMALAR

KM **:** Kakao likörü (kitlesi)
CTU **:** Çikolata temperleme birimi
DTK **:** Diferansiyel taramalı kalorimetre
PBD **:** Partikül boyut dağılımı
CIE **:** Uluslar arası aydınlatma komisyonu
SCE **:** Speküler bileşenler harici
TI **:** Temper indeks

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3.1 : Üretimde kullanılan konçlama basamaklarının parametreleri..... 23
Çizelge 4.1 : Bitter çikolatanın kakao kitlesi ve şekerinin partikül boyut dağılımı .. 29
Çizelge 4.2 : Bitter çikolatalar için kullanılan ham maddelerin nem içerikleri..... 30
Çizelge 4.3 : İnceltilmiş ürünlerin partikül boyut dağılımı 31
Çizelge 4.4 : Kuru konçlamanın değiştirilen sıcaklıkları ve sabit kalan parametreler..... 32
Çizelge 4.5 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların partikül boyutları ve span değerleri..... 32
Çizelge 4.6 : Kuru konçlamanın değiştirilen süreleri ve sabit kalan parametreler.... 38
Çizelge 4.7 : Farklı zamanlar kullanılarak kuru konçlama uygulanan çikolataların partikül boyutları ve span değerleri..... 39
Çizelge 4.8 : Kuru konçlamanın değiştirilen hızları ve sabit kalan parametreler 44
Çizelge 4.9 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak üretilen bitter çikolataların partikül boyut dağılımı ve span değerleri..... 45
Çizelge 4.10 : Kuru konçlamanın değiştirilen yönleri ve sabit kalan parametreleri . 51
Çizelge 4.11 : Farklı rotasyon yönlerinde üretilen bitter çikolataların partikül boyut dağılımları 55
Çizelge 4.12 : Bitter Çikolatanın Temper İndeks, Eğim ve CTU değerleri 59
Çizelge 4.13 : Farklı konçlama şartları kullanılarak üretilmiş bitter çikolataların tekstür analizleri 59
Çizelge A.1 : Farklı sıcaklıklarda kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri..... 66
Çizelge A.2 : Farklı süreler kullanılarak kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri..... 67
Çizelge A.3 : Farklı hızlarda kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri 68
Çizelge A.4 : Farklı yönlerde kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri 69

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Kakao çekirdeklerini çikolata ve diğer kakao ürünlerine dönüştürme sürecini gösteren akım şeması 4
Şekil 2.2 : Konçlama basamakları. 7
Şekil 2.3 : Çikolata örneğinin temperleme prosesi. 8
Şekil 2.4 : Konçlama süresince meydana gelen değişimler 13
Şekil 2.5 : Çikolatanın 8, 12, 21 ve 76 saat konçlama sonrası düzgünlük (pürüzsüzlük), çikolata lezzeti ve ağzı kaplama durumlarına göre yoğunluk dereceleri 13
Şekil 2.6 : Karıştırma işlemi tipleri, (a) kayma and (b) uzama. 15
Şekil 2.7 : Reolojik davranış tipleri. 16
Şekil 2.8 : L, a, b renk sıkalası 21
Şekil 3.1 : Laboratuar tipi 3 lü silindirli inceltici 24
Şekil 3.2 : Laboratuar tipi koncun çapaları (a, b). 24
Şekil 3.3 : Üretimin akış şeması ve alınan örneklerin kullanıldığı analizler 25
Şekil 4.1 : Bitter çikolatanın şeker ve kakao kitlesinin partikül boyut dağılımı 30
Şekil 4.2 : İnceltme sonrası bitter çikolatanın partikül boyut dağılımı örneği 31
Şekil 4.3 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrasında, partikül boyut dağılımları 34
Şekil 4.4 : Farklı sıcaklıkta konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri 35
Şekil 4.5 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların, 30 dakika sıvı konçlama sonrasındaki akış davranışı 36
Şekil 4.6 : Farklı sıcaklıklarda konçlanmış bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri 37
Şekil 4.7 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrasında Casson akma gerilimleri 38
Şekil 4.8 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası viskozite değerleri 39
Şekil 4.9 : Farklı zamanlar kullanılarak konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrasında, partikül boyut dağılımları 40
Şekil 4.10 : Farklı zamanlar uygulanarak konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri 40
Şekil 4.11 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrasındaki akış davranışları 41
Şekil 4.12 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlama yapılan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrasındaki Casson değerleri 42
Şekil 4.13 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlama yapılan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlamadan sonrası Casson akma gerilimi . 43
Şekil 4.14 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlama yapılan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlamadan sonra viskozite değerleri 43

Şekil 4.15 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrası partikül boyut dağılımları 44
Şekil 4.16 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri 45
Şekil 4.17 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası akış davranışları 47
Şekil 4.18 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri 47
Şekil 4.19 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson akma gerilimleri ... 48
Şekil 4.20 : Farklı rotasyon hızlarında konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası viskozite değerleri. 49
Şekil 4.21 : Numunelerin fotoğrafları a)Kayma aşaması, kuru konçlamanın 103.dakikası (4saat Kayma- 2saat Karıştırma) b)Karıştırma aşaması, kuru konçlamanın 103. Dakikası 50
Şekil 4.22 : Farklı rotasyon yönleri kullanarak konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrası partikül boyut dağılımları 51
Şekil 4.23 : Farklı rotasyon yönlerinde konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri 52
Şekil 4.24 : Farklı rotasyon yönleri kullanılarak konçlanan bitter çikolatanın 30 dakika sıvı konçlama sonrası akış davranışı 53
Şekil 4.25 : Farklı rotasyon yönleri kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri 53
Şekil 4.26 : Farklı rotasyon yönlerinde konçlanan bitter çikolataların 30, 60, 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson akma gerilimleri 54
Şekil 4.27 : Farklı rotasyon yönlerinde konçlanan bitter çikolataların 30, 60, 120 dakika sıvı konçlamadan sonra viskozite değerleri 55
Şekil 4.28 : Bitter çikolatanın erime profili örneği 57
Şekil 4.29 : (a) Farklı kuru konçlama işlemleri uygulanmış bitter çikolataların pik alanı ve pik maksimumu (b) yarı yüksekliğinin pik genişliği 58
Şekil 4.30 : Farklı konçlama koşullarında konçlanan bitter çikolatalrın renk analizleri 60
Şekil B.1 : Tempereğrisi grafiği örneği 71
Şekil B.2 : Soğutma işleminden sonra çikolata barlarının örnek resimleri 72

BİTTER ÇİKOLATANIN FİZİKOKİMYASAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE KONÇLAMA ŞARTLARININ ETKİSİ

ÖZET

Bitter çikolata antioksidan içeriği en yüksek ve çikolata çeşitleri arasında en sağlıklı tür olarak kabul edilmektedir. Bitter çikolatanın bileşimi ve minimal bileşenleri kakao düzeninde sabittir. Çikolataların kalitesi kakao likörü, şeker, kakao yağı tarafından belirlenir. Kakao bileşenlerinin oranı ne kadar çok olursa çikolata o kadar bitter olmaktadır. Tüketici tercihlerinde son zamanlarda daha sağlıklı ürünlerin tüketimi yönündeki değişimler, diğer çikolatalara nazaran bitter çikolata tüketimini arttırmıştır.

Kakao iştah açıcı, idrar söktürücü olarak çeşitli alanlarda kullanılır. Çikolatanın kandaki seratonin düzeyini yükselttiği ve iyi bir antidepresan olduğu da bilinmektedir. Bitter çikolata, kakao içeriğinin fazla olması ve dolayısıyla insan sağlığına yararlı etkilerinden ötürü tüketici tercihlerinde üst sıralarda yer almaktadır.

Bu çalışmada, çikolata üretiminin en önemli basamaklarından biri olan konçlamanın, bitter çikolatanın fizikokimyasal özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Kuru konçlamanın sıcaklık (60, 70, 80 ve 90°C), süre (4, 6 ve 12 saat), hız (600 ve 1200 rpm) ve yön (Karıştırma-Kesme/Kesme-Karıştırma) parametreleri değiştirilmiştir. Üretim sırasında konçlama hariç diğer parametreler sabit tutulmuştur. Hazırlanan örneklerin reoloji, partikül boyut dağılımı, su miktarı, erime profili, tekstür ve renk analizleri Ghent üniversitesi laboratuarlarında yapılmıştır. Hazırlanan çikolataların analizleri konç sıcaklığı, işlemin toplam süresi, koncun rotasyon hızı ve rotasyon yönü parametrelerine göre sınıflandırılmış olup sonuçlar çizelgeler ve şekiller vasıtasıyla gösterilmiştir.

Bu çalışmada koncun sıcaklık, süre ve hız faktörlerinin, rotasyon yönü faktörüne göre örneklerin fizikokimyasal özellikleri üzerinde daha etkili olduğu görülmüştür. Bu parametrelerin değişiminin çikolatanın partikül büyüklüğünü, su içeriğini ve reolojik özelliklerini etkilediği saptanmıştır. Konçlama sıcaklığının değişimi örneklerin su içeriğini etkilemiş ve 90°C'de konçlanan örneklerin su içeriğinde diğer örneklere göre belirgin azalmalara sebep olmuştur. Konçlama süresinin, örneklerin Casson akma gerilimine ve viskozitesine etki ettiği görülmüştür. Koncun rotasyon hızının partikül boyutunu etkilediği ve 1200 rpm'de konçlanan çikolatanın 600 rpm'de konçlanan örneğe göre daha küçük partikül boyutuna sahip olduğu belirlenmiştir. Koncun rotasyon yönündeki değişikliğin bitter çikolatanın fizikokimyasal özelliklerine herhangi bir etkide bulunmadığı gözlenmiştir.

Diferansiyel taramalı kalorimetre, tekstür ve renk analizlerinin sonucunda temperleme işleminin doğru yapıldığı belirlenmiştir.

Sonuç olarak, konçlama işlemi sıcaklığının ve süresinin bitter çikolatanın fizikokimyasal özelliklerini ve dolayısıyla kalitesini etkilediği saptanmıştır.

EFFECT OF CONCHING CONDITIONS ON THE PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES OF BITTER CHOCOLATE

SUMMARY

Dark chocolate is considered having the highest antioxidant amount and the healthiest kind of chocolate among others. The composition of the dark chocolate and its minimum particulars for cacao are fixed. The quality of the chocolate is determined whether it has high levels of cocoa mass, sugar and cocoa butter. As the ratios of the components of the cocoa increase in the chocolate the darker it becomes. When compared with other chocolates, the consumption of bitter chocolate has increased due to tendency of consumers choices towards healthier foods recently.

Cocoa has been used as appetizer and diuretic in different fields. It is a known fact that chocolate increases the serotonin level in blood and it is a good antidepressant. Thanks to these qualities, the chocolate has its place on the top choices of the consumers when the cocoa content of the chocolate is high.

In this study, effects of different parameters in the conching process which is the one of the most important processes in chocolate production, on physical and chemical properties of the chocolate were investigated. The dry conching process of temperature (60, 70, 80 ve 90°C), time (4, 6 ve 12 hours), rotation direction (mixing-shearing/shearing-mixing) and the rotation speed (600 and 1200rpm) were changed, while other parameters were kept constant. Measurements for rheological properties, particle size, moisture content, melting profile, texture and color analysis of chocolate samples were conducted at the Gent University. The results were categorized according to their temperature, time, rotation direction and speed, and the results were shown with charts and diagrams.

In this study, the factors of temperature, time and rotation speed were determined to be more important than the rotation direction. It was confirmed that these parameters affect the particle size, moisture content and rheological properties of the chocolate. It was determined that the change of the conching temperature affects moisture content. It was also seen that the change in conching time had an effect on the Casson yield stress and viscosity. The rotation speed of conching affects particle size distribution of chocolate. It was detected that the rotation speed of conching influences the particle size thus 1200 rpm caused lower particle size than 600 rpm. It was determined that the change of rotation direction does not have a clear effect on the physical and chemical features of dark chocolate.

The results of differantial scanning calorimeter, color, and texture analysis, it was determined that tempering process was made right.

Conclusively, temperature and time parameters of conching process affects physical and chemical features of dark chocolate.

1. GİRİŞ

Çikolatalar cezbedici tatları, müthiş kokuları ve güzel görünümleriyle ilgi çekici ve leziz yiyecekler arasında yer almaktadır. Şekerli mamul sektörünün en önemli çeşitlerinden biri olarak Türkiye'de üretimine başlanmış ve Avrupa'dan yaklaşık 100 yıl sonra ülkemizde yaygınlaşmış ve pazarını oluşturmuş bir türev olarak tanınmaktadır. Türkiye'de ilk çikolata fabrikası 1927 yılında Feriköy'de kurulmuştur (Palacıoğlu, 2003). Bu yiyecek maddesi temel gıdalar gibi doğrudan ve sadece karın doyurmak veya beslenmek amacıyla yenmesi zorunlu olmayan, daha ziyade hoş ve keyifli tadı için tüketilen bir besindir. Çikolatanın doğrudan çikolata olarak tüketilmesi için çikolata fabrikalarında birbirinden farklı reçetelerde hazırlanması ve paketlenmesi gerekmektedir. Günümüzde çok çeşitli renk ve kalıplarda çikolatalar yapılabilmektedir. Birinci çikolata kategorileri siyah, sütlü ve beyaz çikolatalardır. Bunlar farklı kakao likörü, süt yağı, kakao yağı oranına sahiptirler. Bunun sonucunda protein, yağ ve karbonhidrat oranlarıda çeşitlenmektedir (Afoakwa**,** 2007a). Ayrıca çikolataların sade, fındıklı, antep fıstıklı, sütlü, hindistan cevizli, üzümlü, likörlü ve krokanlı, vb. gibi birçok çeşitleri de vardır. Bol miktarda kakao yağı ve şeker de ihtiva ettiğinden yüksek enerjilidir. Özellikle kakao oranının yüksek olması sebebiyle siyah çikolatada daha fazla bulunan antioksidan ve demir, fosfor, magnezyum, kalsiyum, klor, bakır, nikel, iyot, çinko vb. mineraller (Januszewska, 1996) sayesinde çok faydalı ve besin değeri yüksek bir yiyecektir.

Bitter (siyah) çikolata gıda endüstrisi içerisindeki önemli ürünlerden biridir. Bileşiminde en az %35 toplam kakao kuru maddesi içeren bir üründür (Anon, 2003). Bitter çikolatanın diğer çikolatalardan daha yararlı olduğu bilinmektedir. İnsanlar sağlığa yardımcı olan bir çok özelliği yanında lezzeti için de bitter çikolatayı tercih etmektedirler (Escobar, 2010).

Bitter çikolata, hammaddeler kullanılarak karıştırma, inceltme, konçlama, temperleme, kalıplama ve soğutma basamaklarından oluşan bir dizi prosesin sonucunda üretilmektedir. Konçlama işlemi üretim sırasındaki en önemli basamaktır.

Bu işlem çikolata üretimi boyunca son ürünün kalitesinin, olası lezzet özelliklerinin, ve akış özelliklerinin belirleyicisidir.

Konçlama boyunca çikolata istenmeyen gazlardan ve nemden arındırılır. Sıcaklık ve mekanik etki ile çikolatanın viskozitesi azaltılır, homojen bir yapıya sahip olması ve istenen aromanın oluşturulması sağlanır.

Bitter çikolata konçlama prosesinden diğer çikolatalara nazaran daha çok etkilenen bir üründür. İşlem parametreleri ürünün fizikokimyası üzerinde belirleyici olmaktadır. Konç parametreleri olan, sıcaklık, zaman, dönme hızı ve dönme yönü için optimum koşulların sağlanması gerekmektedir. Çikolatalarda lezzet değişimi ile ilgili yapılmış çalışma sayısı oldukça kısıtlı olmakla birlikte, konçlama parametrelerinin fizikokimyasal özellikler üzerine etkisi ile ilgili çalışmaya rastlanmamıştır.

Bu çalışmada bitter çikolata üretimi yapılarak farklı konçlama şartlarında çikolatanın fizikokimyasal özellikleri üzerine etkilerini saptama yanında minimum maliyet ile tüketime uygun çikolatayı üretebilmebilmenin tespiti amaçlanmaktadır. Üretim sırasında alınan örneklerden bitter çikolataların reolojik özellikleri, partikül boyut analizleri, nem analizleri yapılarak çikolataların farklı konçlama parametreleri ile fizikokimyasal özelliklerdeki değişimler açısından incelenmiştir. Ayrıca temperleme işleminin üretilen çikolatalar arasında herhangi bir fark oluşturmadığı da diferansiyel taramalı kalorimetre analizi, tekstür ve renk analizi ile saptanmıştır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1 Bitter Çikolata

Çikolata ve çikolata ürünleri tebliğine göre bitter çikolata, bileşiminde en az %18 kakao yağı ve en az %14 yağsız kakao kuru maddesi olacak şekilde en az %35 toplam kakao kuru maddesi içeren çikolatadır (Anon., 2003).

Bitter çikolatanın kalitesi yüksek biçimde son ürün içindeki emülgatörlerin ve yağ fazının kompozisyonu, şeker ve kakaodan gelen katı partiküllerin boyut dağılımına bağlıdır (Afoakwa ve diğ., 2008a).

2.1.1 Bitter çikolatanın ana özellikleri

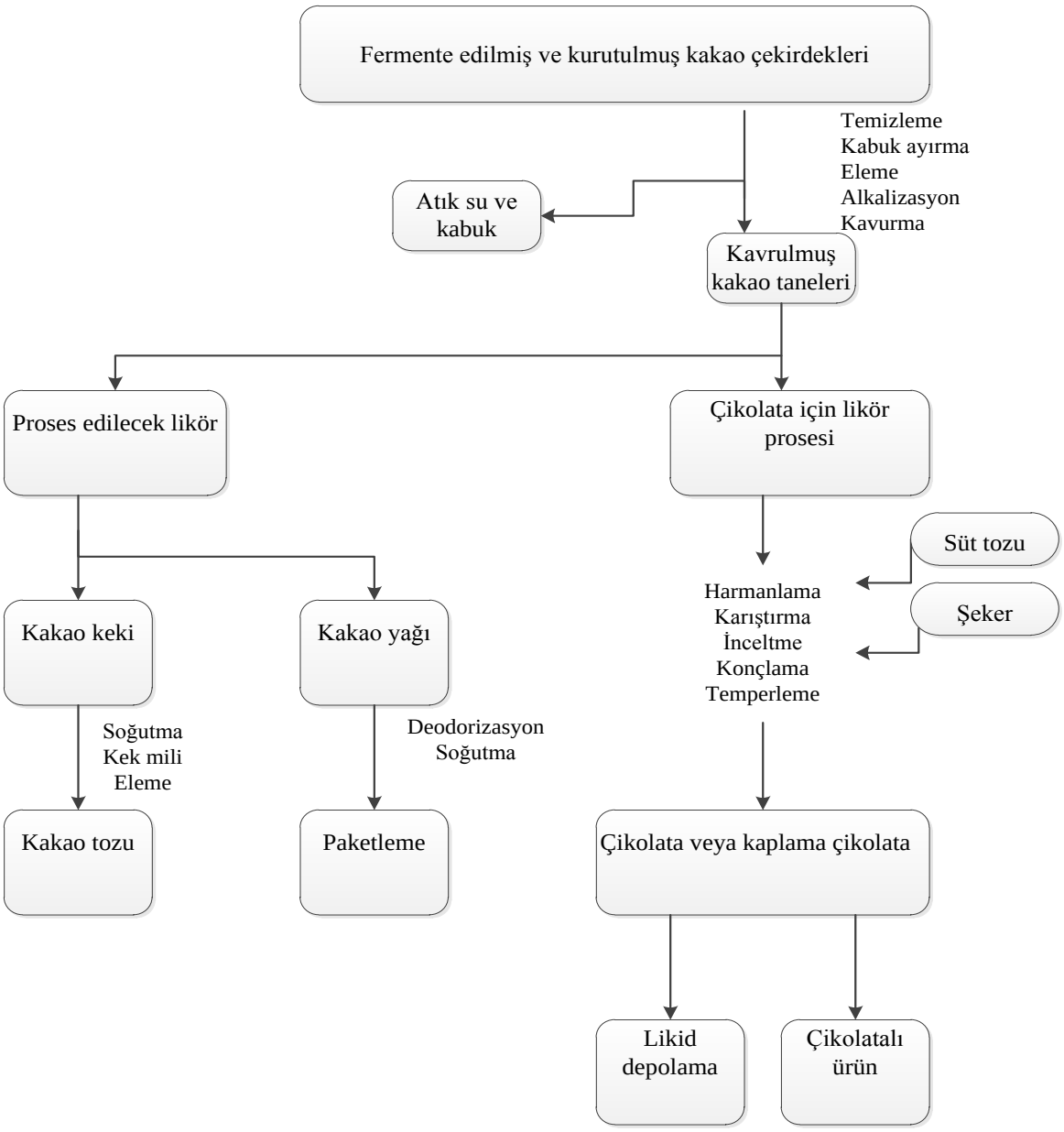
Bitter çikolata yüksek kakao içeriğine sahiptir ve yüksek kakao yüzdelerine sahip olmasından ötürü diğer çikolatalar ile karşılaştırıldığında daha pahalı bir ürün olduğu görülmektedir. Bitter çikolata zengin bir epikateşin ve gallik asit kaynağıdır. Bu sayede kalp rahatsızlıklarına karşı koruyucu özelliğe sahip olduğu düşünülmektedir. Bunların yanısıra bitter çikolata antioksidan açısından önemli bir üründür ve radikal oluşumlarını azaltmaktadır (Ziegleder, 2004; Şit, 2008). Kan basıncını düşürdüğü, kardiyovasküler sistemi güçlendirdiği ve glikoz metabolizmasına yardımcı olduğu da bilinmektedir. Kakao çekirdeklerini, çikolata ve diğer kakao ürünlerine dönüştürme sürecini gösteren akım şeması Şekil 2.1'de gösterilmektedir.

Üretim boyunca, bitter çikolata için inceltme ve konçlama işlemleri çikolatanın partikül boyutu ve viskozitesini belirlerken, spesifik tekstür ve duyusal nitelikleri oluşturur. Bitter çikolata için gerekli olan partikül boyut dağılımı maksimum 35 μm olmalıdır. Erimiş çikolata reolojik olarak akma gerilimi (akışa başlamak için gerekli minimum enerji miktarı) ve plastik viskozite ile birlikte Newtonyen dışı bir sıvı olarak davranır (Afoakwa ve diğ., 2008b).

Bitter çikolata hoş koku ve tatların birleşimi (acı, asidik, tatlı ve tuzlu) sayesinde yüksek kaliteli bir lezzete sahiptir. Bu lezzeti sağlayan anahtar bileşikler yapılan çalışmalarla belirlenmiştir.

Çikolata karakteristiğini sağlayan bu üç ana bileşik 2-metilpropanal, 2-metilbutanal, and 3-metilbutanal (Counet ve diğ., 2002; Afoakwa ve diğ., 2009a)' dür.

Ayrıca, asetilpirol ve furfurilpirolün bitter çikolatalara özgü bileşikler arasında yer aldığı ve kakao kokusuna sahip olduğu saptanmıştır (Fadel ve diğ., 2006; Afoakwa ve diğ., 2009a). Metilpirazinin bitter çikolata aroması içinde 19-32 ppb konsantrasyon arasında olduğu da ilk yapılan çalışmalar sırasında belirlenmiştir (Fadel ve diğ., 2006).



Şekil 2.1 : Kakao çekirdeklerini, çikolata ve diğer kakao ürünlerine dönüştürme sürecini gösteren akım şeması (Korkubilmez, 2005; Öztürk, 2010)

2.1.2 Sütlü çikolata ile bitter çikolata arasındaki farklılıklar

Sütlü çikolata kakao yağı, şeker, emülsiye edici olarak lesitin, süt tozu ya da sütün kakao likörü ile harmanlanması ile üretilir. Sütlü çikolatanın tekstürü özellikle konçlama, süt tozu, lesitin ve kakao yağından etkilenmektedir (Korkubilmez, 2005; Prawira ve Barringer, 2008).

Sütlü ve bitter çikolata arasındaki farklıklıkların başında renk, lezzet, insan sağlığı üzerine etkileri, hammaddelerin çeşidi ve yüzdesi de sayılabilmektedir. Sütlü çikolatanın lezzeti bitter çikolataya nazaran üretim koşullarından daha az etkilenmektedir (Korkubilmez, 2005; Prawira ve Barringer, 2008). Konç işlemi süresince gerçekleşen lezzet gelişimi sütlü çikolata için çok önemli olmamakla birlikte konç süresi de daha kısadır. Sütlü çikolatalar 5 ile 12 saat arasında konçlama süresine tabi tutulmaktadır. Lezzet süt tozu ve şekerden etkilenmektedir (Bolenz ve diğ., 2003). Sütlü çikolata üretim sırasında bitter çikolataya göre daha fazla inceltme işlemine maruz kalmaktadır. Bu sayede bitter çikolatadan daha pürüzsüz, daha tatlı ve kremsi bir yapıya sahip olmaktadır.

2.1.3 Beyaz çikolata ile bitter çikolata arasındaki farklılıklar

Beyaz çikolata süt veya süt tozu, kakao yağı ve şekerin, isteğe bağlı olarak ilave edilen vanilya ve tatlandırıcıların harmanlanmasıyla üretilen bir şekerlemedir. Beyaz çikolata, kakao materyallerini içermez ve çikolata lezetine sahip değildir. Kakao likörünün eksikliğinden kaynaklı olarak beyaz çikolata tamamen kremsi ve tatlıdır. Bitter çikolata kakaonun en yüksek yüzdelerine sahiptir ve sağlık açısından yararları beyaz ve sütlü çikolataya göre daha fazladır (Url-5, 2010).

2.2 Çikolata Üretimi

Çikolatanın kompozisyonu kısmen çikolatanın tipine bağlı olarak değişmektedir. Yağın, kakao içeriklerinin ve şekerin ortalama düzeyi sırasıyla %30, %20 ve %50'dir. Tatlandırıcı ve emülsifiye ediciler yüzde 1'in altındaki bir seviyede eklenir (Gülbay, 2007; Camu ve diğ., 2008). Üretim süreçleri hammaddelerin hazırlık süreci, hammaddelerin karışımı, çikolata hamurunun inceltilmesi, konçlama ve temperlemedir.

2.2.1 Karıştırma

Karıştırma işleminin amacı çikolatayı oluşturan hammaddelerin homojen karışmasını sağlamaktır. Hammaddeler pürüzsüz ve "çikolata hamuru" olarak bilinen kalın bir sıvı olarak inceltme işlemine başlanması için hazır duruma gelir (Korkubilmez, 2005; Minifie, 1989). Karıştırma işlemi boyunca sıcaklık genellikle 55-65°C arasında ve süre 10-15 dakika olarak uygulanmaktadır.

2.2.2 İnceltme

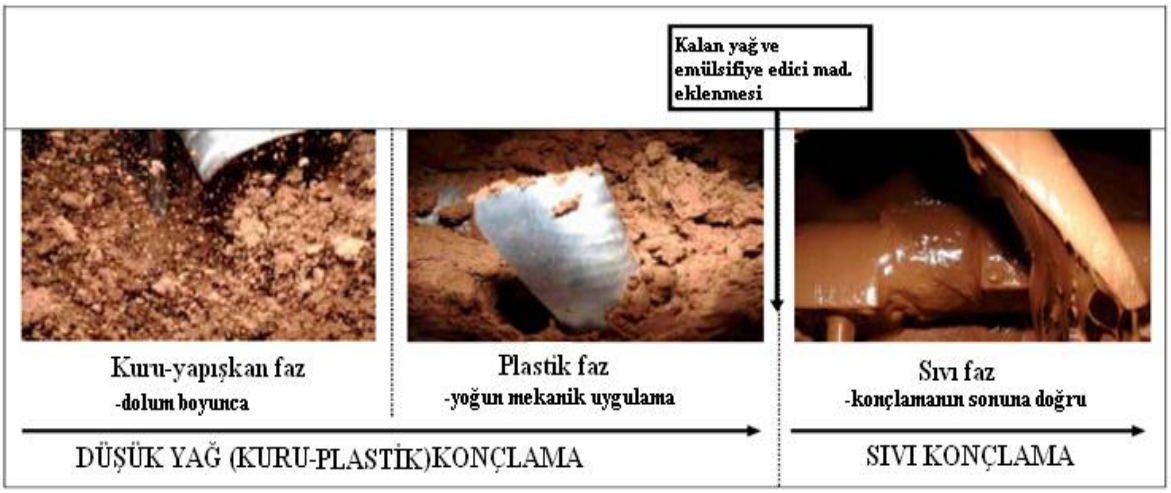
Çikolata içerisinde dağınık halde bulunan partiküllerin, ağızda kumsu bir his bırakmaması için yeteri kadar küçük boyuta indirilmesi işlemidir (Korukluoğlu, 2007). Çikolata hamurunun inceltilme aşaması pürüzsüz bir doku oluşturmak için önemli bir aşamadır ve modern çikolata endüstrisi içerisinde özellikle istenilmektedir (Minifie, 1989). Çikolata hamuru, her biri bir öncekinin dönme hızından daha fazla olan silindirlerde ezilerek istenilen inceliğe getirilir. Bu işlem sonucunda hamur, toz ürün haline dönüşür. Alt silindirden üst silindire doğru hızlar artmaktadır. Çikolata ince şeritler halinde bir silindirden diğerine doğru transfer olur ve silindirlerden sıyrılarak kesme eylemi ile sonuçlanır. Tanecik boyutu çikolata tipine ve nerede kullanılacağına göre değişir (Korukluoğlu, 2007). Son ürünün ve hamurun öğütme inceliğinin uygun olması için silindirlerin sıcaklığının ayarlanması gerekmektedir. Silindirlerin sıcaklıkları; üst silindirin 26 ile 35°C, dördüncü silindir 38 ile 49°C, üçüncü silindir 29 ile 40°C, ikinci silindir 26 ile 35°C ve beslenme silindiri 26 ile 35°C arasında olmalıdır (Minifie, 1989). İnceltmeden sonra ürün higroskopiktir ve çevreden nem ve kokuların emilimine hassas bir duruma gelir. Bu yüzden inceltme işlemi nemin kontrol altında tutulduğu bir ortamda ve kısa sürede gerçekleştirilmelidir.

2.2.3 Konçlama

Konçlama, ürünün kalite ve stabilitesini etkileyen önemli bir üretim aşamasıdır. Çikolata üretimi boyunca istenilen lezzetin ve akış özelliklerinin sağlanması için merkez bir işlem olarak görev almaktadır. Fiziksel, reolojik ve kimyasal işlemlerin birbiriyle etkileşimde olduğu ve aynı anda meydana geldiği bir aşamadır (Ziegleder, 2004; Prawira, 2008). Konçlama, kumsu yapıda olan karışımın sıvı forma dönüşmesini sağlamaktadır.

Konçlama basamakları dolum, düşük yağlı konçlama (kuru konçlama, plastik konçlama), geri kalan yağın ve lesitinin eklenmesi (sıvı konçlama ve boşaltma)'dir. Konç basamakları Şekil 2.2'de görülmektedir. Şekilden de görüldüğü üzere konçlama işlemi üç ayrı basamaktan oluşmaktadır. Fakat genellikle kuru ve sıvı konçlama olarak iki basamak olarak adlandırılmaktadır (Schumacher, 2009).

Konçlama işlemi, toz ürünün mekanik olarak karıştırılmasını sağlar. Çikolata tipine ve formülüne uygun olarak konçlama sıcaklığı değişmektedir. Bitter çikolatalar için uygulanan konçlama sıcaklığı 70°C'den 82°C'ye kadar değişmektedir (Minifie, 1989).



Şekil 2.2 : Konçlama basamakları (Ziegleder, 2004)

Konçlama boyunca meydana gelen fiziksel ve kimyasal reaksiyonlar aşağıda sunulmuştur.

1 – Nem içeriğinin düşürülmesi

Nem içeriği %1,6'dan %0,5-0,8'e düşürülür. Nem, çikolatada kalınlaştırıcı etkiye sahiptir. Nem içeriği, istenen viskoziteyi sağlamak için ilave edilmesi gereken kakao yağı miktarını arttırmaktadır. Bu yüzden ekonomik maliyeti nedeniyle suyun çikolata hamurundan uzaklaştırılması gereklidir.

2- İstenmeyen uçucu bileşiklerin uzaklaştırılması

Konçlama işlemi boyunca uygun havalandırma, nem ve diğer uçucuların ortamdan ayrılması için gereklidir. Düşük kaynama noktasına sahip olan aldehitler ve asetik asit, nemin ortamdan ayrılması ile uzaklaştırılmaktadır.

3 -Homojenizasyon

• Partiküllerin topaklaşması kayma kuvveti yardımıyla bozulmaktadır.

• Çikolata kitlesi ve şeker partikülleri kakao yağı ile kaplanır. Bu sayede daha yumuşak ve pürüzsüz bir lezzetin yanı sıra yumuşak bir doku oluşumu sağlanmaktadır.

• Gerekli olan akış karakteristiği ile sıvı ürün oluşuncaya kadar konçlama işlemi yapılmaktadır. Çikolata lesitin gibi bir emülsifiye edicinin eklenmesi ile daha az viskoz duruma getirilir (Gülbay, 2007; Öztürk, 2009).

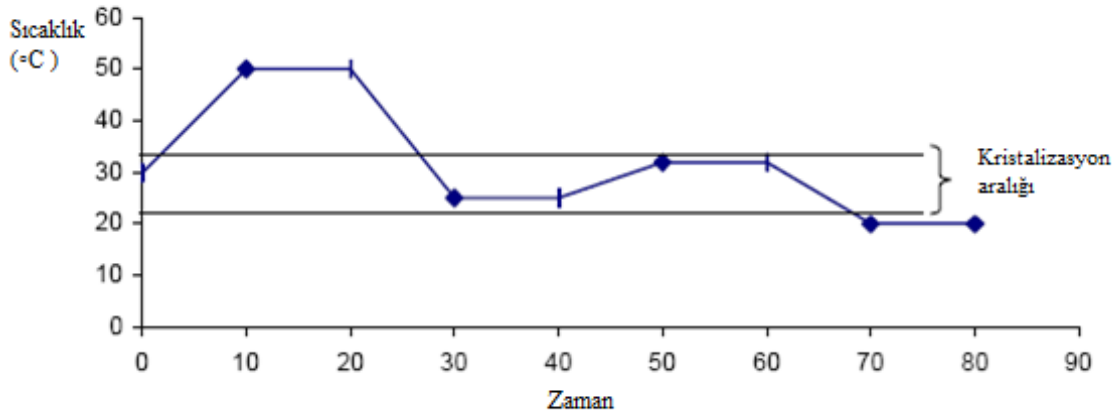
4- Aroma gelişimi

• İstenmeyen uçucuların uzaklaştırılması sağlanır. Bazı buruk lezzete sahip olan polifenoller proteinlerle birlikte ortamdan uzaklaştırılır. Bu sayede çikolata daha az buruk ve daha olgun bir tada sahip olacaktır.

• Sütün (sütlü çikolatalar için) serbest aminoasitleri ile indirgen şekerler arasında gerçekleşen Maillard reaksiyonu gerçekleşir. Reaksiyon konç sıcaklığında yavaştır. Bununla birlikte koncun kayma kuvveti yardımıyla partiküller etkileşir ve bir arada tutulur (Gülbay, 2007).

2.2.4 Temperleme

Çikolata içindeki yağ kristalizasyonu kompleks bir prosestir. Temperleme çikolata içindeki yağların kristal yapısının dikkatli bir biçimde ısıtılması ve soğutulması ile değişiminin olduğu bir aşamadır, (Şekil 2.3) (Afoakwa ve diğ., 2009d; Gülbay 2007).



Şekil 2.3 : Çikolata örneğinin temperleme prosesi (Loisel, 1997)

Temperlemenin basamakları şu şekilde tanımlanabilir:

•Tüm yağ kristallerinin erimesi için çikolatayı 50°C (bitter çikolata) veya 45°C'ye (sütlü çikolata) kadar ısıtma

•Kristalizasyon noktasına kadar çikolatanın soğutulması (yaklaşık 28 - 30°C)

•Sıcaklığın yaklaşık 27°C'ye kadar düşmesine izin verilir böylece çikolata kristalize olmaya başlar. Stabil ve sitabil olmayan yağ kristalleri oluşur.

•Sonra sadece stabil olmayan kristal oluşumların erimesi için sıcaklık dikkatli biçimde 30 - 32°C'ye yükseltilir (Loisel, 1997).

•Son kademede, çikolata içinde kalan kristaller sadece stabil kristaller olacaktır. Böylece çikolatanın tekstürü istenen duruma gelecektir (Gülbay, 2007; Tait, 2002; Smith, 2006; Url-4, 2010).

2.2.5 Soğutma ve depolama

Kakao yağının katılaşmasını sağlamak için depolamadan önce soğutulmalıdır. Soğutma oranı çiçeklenmenin önlenmesi adına önemlidir. Çikolatalar soğutulduktan sonra ambalajlanarak uygun nem ve sıcaklığa sahip depolarda tutulur (Lonchampt ve diğ., 2004). İdeal depolama sıcaklığı 15°C ile 17°C arasında ve bağıl nem miktarının da %50'den daha az olması gerekmektedir. Hızlı soğutma kararsız kristal polimorfların kristalizasyonunu oluşturabilmesinin yanı sıra ince çatlakların oluşumu ve çikolata yüzeyi üzerinde gözeneklerin oluşmasına neden olabilir. Ayrıca farklı aromaları kolay absorbe edebildiği için çikolatalar diğer gıdalardan ayrı olarak depolanmalıdır.

2.3 Çikolata Üretimi Boyunca Konçlamanın Etkileri

2.3.1 Konçlama

Konçlama sırasında istenmeyen bazı asidik lezzetleri kakaodan uzaklaştırmak gerekmektedir. Bu bileşiklerin çoğunun kaynama noktası konçlama sıcaklığından çok daha yüksektir.

Konçlama, aldehitlerin ve yağ asitlerinin buharlaşmasını sağlayan, yumuşak dokunun gelişiminin tamamlandığı mekanik bir karıştırma aşamasıdır. Buharlaşma ile çikolatanın acılığı azalmakta ve çikolata asıl lezzetine kavuşmaktadır. Çikolatanın konçlama sürecinin anlaşılması, ağızda bıraktığı yumuşaklık hissindeki rolünün anlaşılmasını gerektirir. Bu etki oldukça belirgindir. Konçlanmamış çikolatanın, konçlanmıştan daha sert olduğu görülür. Bu durum, kakao yağının, şeker kristallerini yumuşatması ve fiziksel olarak değiştirmesinden ziyade, kakaoyu ve şekerin tüm parçalarını kapladığı düşünülerek açıklanabilmektedir (Hoskin ve Dimick, 1980).

Çikolatanın sıcaklığı, kakao yağının sıvılık derecesini ve konçlama için gerekli zamanı belirlediği için, zaman ve sıcaklık arasındaki ilişkiyi açıklayabilir. Partiküllerin yağ ile kaplanması yumuşak dokunun ve istenen kırılma kuvvetine sahip çikolatanın oluşumunu teşvik etmektedir (Prawira ve Barringer, 2008).

Konçlama sırasında uygun havalandırma, nem ve diğer uçucuların ortamdan ayrılması için önemlidir. Koncun ürün ile beslenmesi tozlu ve kirli bir işlem olup, konç tiplerine bağlı olarak konç üzerindeki havalandırma yollarının bazılarını tıkayabilir. Bu işlem koncun veriminin azalmasına ve konçlama sürelerinin artmasına sebep olabilir.

Nemin ortamdan uzaklaştırılma oranı çikolata kitlesinin sıcaklığına bağlıdır. Daha yüksek bir sıcaklık sadece kitledeki su moleküllerinin daha hareketli olmasını sağlamakla kalmayıp, verilen havanın nem içeriği için konçtaki bağıl nemi azaltarak böylelikle buharlaşmanın oranını hızlandırmaktadır. Bu sebeplerden ötürü yüksek bir başlangıç sıcaklığı konçlama prosesi için yararlı olacağı düşünülebilir. Ancak bu durum, genellikle konçta yüksek serbest nem seviyelerine sebep olup bunlarında hidrofilik şekerler tarafından absorbe edilmesine neden olur. Bunun önlenmesi kitle sıcaklığının yağı eritmeye yetecek kadar yüksek olmasını sağlamakla olur. Ancak bu sıcaklığın konç içerisindeki suyu başlangıçta hızlı bir şekilde buharlaştıracak kadar yüksek olmaması gerekmektedir (Korukluoğlu, 2007; Öztürk, 2009).

Kullanılan gerçek maksimum sıcaklık kullanılan malzemelere ve son ürün için istenilen tadın türüne bağlıdır.

Üretim sırasında, çikolatanın bazı özellikleri değişir ve gelişir. Konçlama, çikolatanın duyusal ve fizikokimyasal özelliklerini değiştiren önemli bir aşamadır. Değişim sürecinin koşulları her çikolata için uygun hale getirilebilir.

Konçlamanın çikolata üretimi sırasındaki genel etkileri aşağıda sunulmuştur:

-Emülsifikasyon ve taninlerin oksidasyonu sebebiyle renk değişimi olması

-Su içeriği %0.5 – %0.8'e kadar azaltılması

-Aldehit ve asetik asit uzaklaştırılması

-İstenmeyen uçucular uzaklaştırılması

-Çikolata içindeki buruk tada sebep olan polifenollerin bazıları proteinlerle kombine edilerek uzaklaştırılması

-Yumuşak ve homojen bir tekstür oluşumu sağlanması (Gülbay, 2007).

-Çikolatanın vizkozitesinin ayarlanması

-Topaklanmanın ayrıştırılması

-Partiküllerin yağ ile kaplanmasıdır.

Konçlama işlemi sırasında çikolata tipine ve formülasyonuna bağlı olarak değiştirilebilen sıcaklık, süre, dönme yönü ve dönme hızı diğer üretim aşamalarına nazaran çikolatanın fiziksel gelişimi ve aroma gelişimi üzerine daha fazla etkiye sahiptir (Beckett, 2009).

2.3.1.1 Konçlama sıcaklığının etkileri

Konçlama kuru, plastik ve sıvı konçlama olarak üç ayrı basamaktan oluşmaktadır. Bu üç ayrı basamakta çikolatanın nem içeriğinin farklı olması gibi son ürünün özellikleri üzerine değişik etkilere sahiptir. Nem içeriğinin azaltılma oranı çikolata kitlesinin sıcaklığına bağlıdır. Sıcaklığın değişimi, topaklaşmanın oluşma riskini minimize etmesi açısından önemlidir. Başlangıçtaki nem miktarı bitter çikolata için %1'in altındadır. Yüksek sıcaklık ile su molekülleri hareketli duruma gelir ve konç içerisinden uzaklaşır. Konçlama sırasında kullanılacak maksimum sıcaklık hammaddenin tipine ve nihai üründe istenen tat türüne bağlı olarak değişmektedir.

Sulistyowati ve Misnawi (2008)'nin yaptıkları çalışmada 5 – 12 g kg^{-1} alkali konsantrasyonu ile 68°C'yi aşmayan sıcaklıkta çikolatanın sertliği ve kalitesi için en iyi şartlar sağlanmıştır.

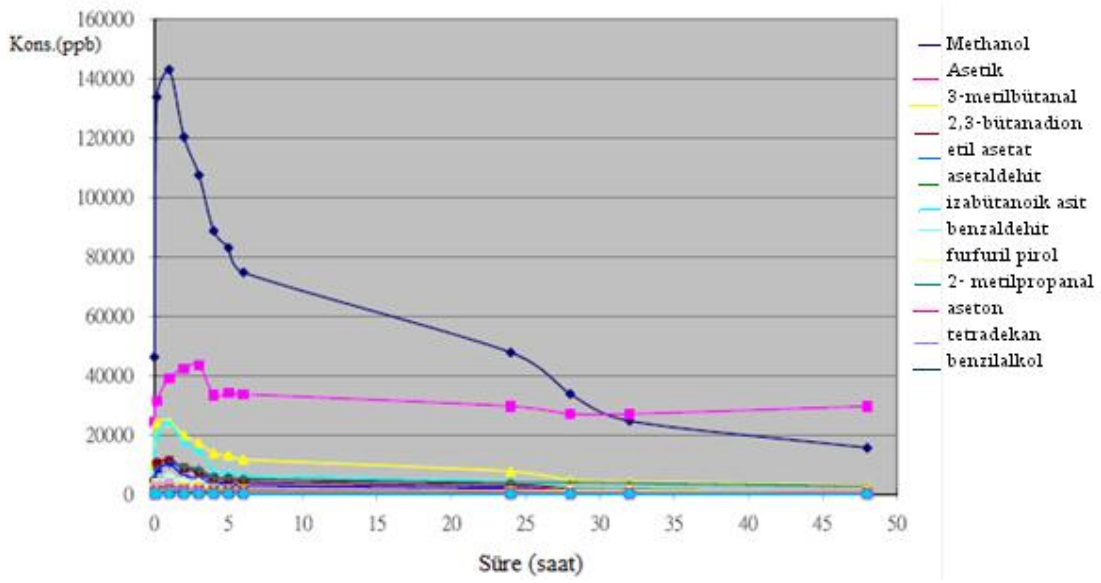
2.3.1.2 Konçlama süresinin etkileri

Konçlama süresi esas olarak bitter çikolatanın lezzetinin gelişimi üzerine önemli etkiye sahiptir (Bolenz ve diğ., 2003). Konçlama süresince meydana gelen değişimler Şekil 2.4'de görülmektedir. 45 - 50 saate kadar konçlama işlemi uygulanmış olan çikolatalarda, kuru konçlama başlangıcında 3-metilbütanal, asetik asit, 2,3-butanediol gibi bir çok maddenin konsantrasyonlarında değişimler meydana gelmektedir. Metanolün değişen konsantrasyonu diğer maddelere oranla belirgin farklılık göstermiştir. Schumacher ve diğ., (2009) uygun konçlama süresinin çikolatanın duyusal karakterini değiştirdiğini belirtmişlerdir.

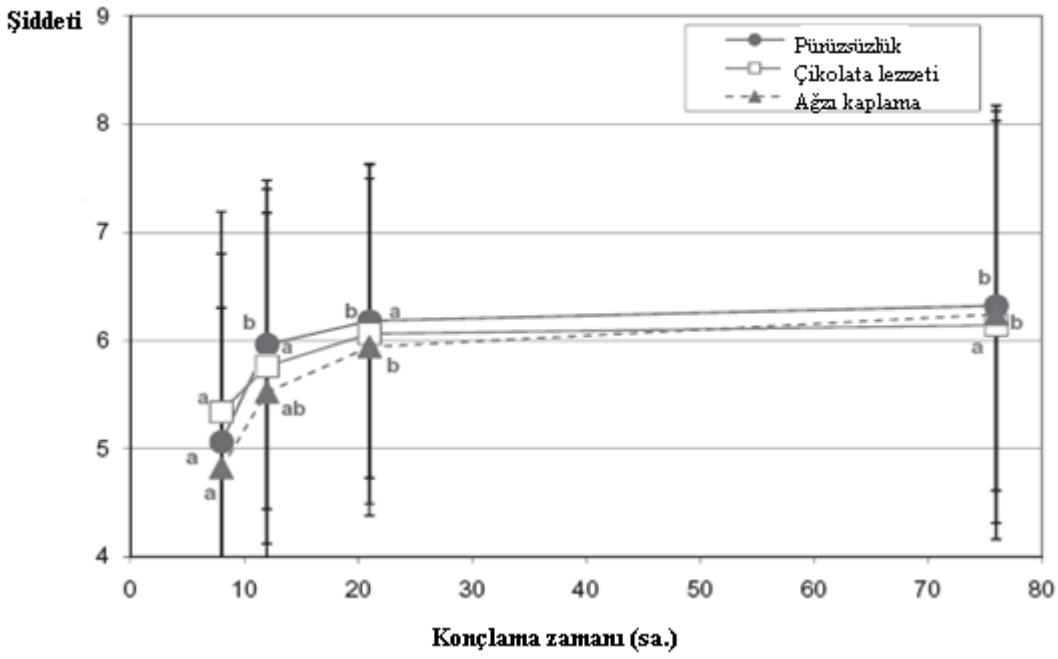
Konçlama süresinin 3 ile 7 saat arasında ayarlanması, katı partiküllerin kakao yağı ile kaplanmasında yetersizliğe sebep olmuş ve partikül boyut dağılımlarını etkilediği saptanmıştır. Daha uzun konçlanma zamanına göre partikül boyutu da büyük kalmaktadır. Ayrıca çikolatanın fiziksel özellikleri etkilenmekte ve kumlu bir yapıya sahip olmaktadır (Schumacher ve diğ., 2009).

Kısa konçlama süresi çikolatanın lezzeti üzerinde önemsiz farklar yarattığı görülmüştür. Diğer çalışmalardan farklı olarak Bolenz ve diğ., (2003) yaptığı çalışmada standart üretimden farklı biçimde 90 dakika boyunca hızlı konçlama işleminin fiziksel ve duyusal özellikleri değiştirmediği görülmüştür. Ayrıca çalışmadaki panelistler 8 - 72 saat konçlama işlemine tabi tutulmuş çikolataların lezzetinde önemli farklar tanımlayamamışlardır. Kısa konçlama süresinin lezzet üzerine etkisi olmadığı gözlense de uzun konçlama süresinin daha pürüzsüz ve uygun fiziksel özelliklere sahip çikolata üretmede etkili olduğu saptanmıştır.

Şekil 2.5'de 8 ile 76 saat arasında konçlandıktan sonra çikolatanın pürüzsüzlüğü ve lezzetinin değişim oranının yoğunluğu görülmektedir.



Şekil 2.4 : Konçlama süresince meydana gelen değişimler (Baringer, 2008)



Şekil : 2.5 : Çikolatanın 8, 12, 21 ve 76 saat konçlama sonrası düzgünlük (pürüzsüzlük), çikolata lezzeti ve ağzı kaplama durumlarına göre yoğunluk dereceleri (Prawira ve Barringer, 2008)

Şekil 2.5'de 8 ile 76 saat boyunca işlem görmüş olan çikolataların kabul edilebilirliği arasında önemli farklılıklar görülmemiştir. Fakat tercih edilme durumunda önemli farklılık saptanmıştır.

Maniere ve Dimick (1979), bitter çikolata üzerine yaptıkları çalışmada 24 ve 44 saat konçlanmış çikolatanın tercih edilmesinde farklılık olmadığını saptamışlardır. Konçlanmış çikolatalar konçlanmamış çikolatalara oranla daha güçlü bir aromaya sahiptir. Ancak Maniere ve Dimick (1979) 0, 24 ve 44 saat konçlanmış çikolatalarda kabul edilebilirliğinde farklılık olduğunu belirtmişlerdir.

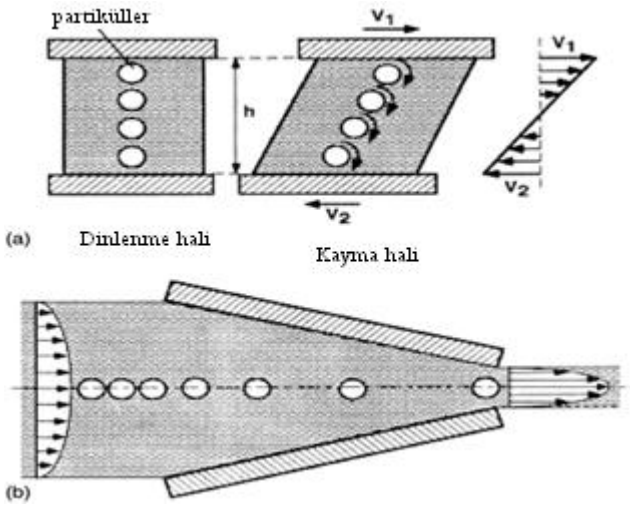
2.3.1.3 Koncun dönme hızının ve yönünün etkisi

Besleme malzemesi konca genellikle toz malzeme olarak verilir, sıklıkla az miktarda bir yağ (yaklaşık %1) dolumun başında konca yerleştirilir. Toz karışım ve yağ, karışma hareketi ve artan sıcaklıkla kısa sürede kolaylıkla ufalanan bir kitleye dönüşür. Çikolata kitlesi daha hamurumsu hale geldiğinden bazen büyük parçalar konç çapalarına yapışıp, tüm konç çapaları çikolata kitlesi ile kaplanabileceğinden etkin bir karışım sağlanamaz. Bu sıcaklık ve/veya yağ içeriğinde yapılacak değişikliklerle dengelenebilir (Beckett, 2009).

Konç bir kayma ve karıştıma aracıdır (Jolly ve diğ., 2003). Karıştırma işlemi kayma ve uzama olarak iki tipe ayrılmaktadır. Kayma ve uzama tipleri Şekil 2.6'da görülmektedir.

Konçlama işlemi sırasında çikolata hamurumsu olduğunda, devam eden nemin uzaklaştırılması işleminden dolayı ve ayrıca katı partiküllerin çoğu o anda yağ ile kaplanmakta olduğundan viskozite düşmeye başlar. Viskozite kısmen çikolataya verilecek çalışma miktarına bağlıdır.

Karıştırmanın yoğunluğunun bir faktörü olan yavaş kayma oranında karıştırılan çikolata, karıştırıldığında viskozite eşit duruma gelecek ve kararlı formda kalacaktır. Eğer kayma oranı arttırılırsa viskozite giderek azalacaktır. Bu yüksek kayma oranının düşük viskoziteye sebep olduğu ve daha kalın yapıda bir çikolata ürettiği anlamına gelmektedir. Ayrıca karıştırma ile birlikte sürtünme ısısı da artmaktadır.



Şekil 2.6 : Karıştırma işlemi tipleri, (a) kayma ve (b) uzama (Jolly ve diğ., 2003)

2.3.2 Bitter çikolatanın fizikokimyasal özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan analizler

2.3.2.1 Reolojik davranışların incelenmesi

Gıdaların ve onların içeriklerini oluşturan katkıların reolojik özellikleri gıdanın formülasyonunun hazırlanmasında ve üretimin her aşamasında önemlidir. Reoloji, bir maddenin akma ve deformasyonunun basınç ve zamana bağlı olarak incelenmesidir (Schramm, 1998). Bir gıda maddesinin kıvamı ve şekli gibi reolojik özellikler o gıdanın duyular tarafından algılanmasını sağlar ve bu da ürünün kalitesini belirler. Bu sebepten ötürü reolojik ölçümler üretim sırasında giren ve çıkan ürünleri kontrol etmek, işlem-hammadde arasındaki ilişkiyi araştırmak, üretim sırasındaki stratejiyi belirlemek ve son ürün yapısını incelemek için gereklidir. Reolojik özellikler, çikolata üretiminde iyi tekstüre sahip yüksek kaliteli ürünlerin üretilmesinde önemlidir. Yüksek viskoziteye sahip çikolatalar ağızda hamur gibi tad bırakırken ağızda kalmaktadır. Viskozite çikolata bileşimi, üretim metodu ve partikül büyüklüğü dağılımı ile ilişkilidir (Afoakwa ve diğ., 2007a; Macosko, 1994).

Eritilmiş çikolata Newtonian olmayan bir sıvı gibi hareket eder. Newtonian olmayan akışkan, kayma hızına göre viskozitesi değişen erimiş çikolata gibi sıvılardır. Eritilmiş çikolata akma gerilimi ile ideal olmayan plastik bir davranış göstermektedir (Afoakwa ve diğ., 2007a).

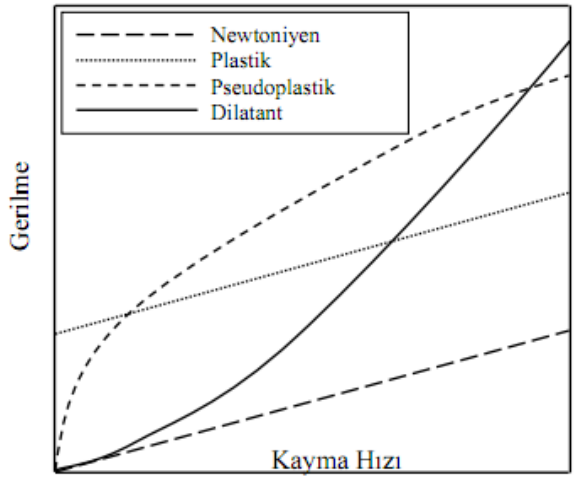
Newtonian olmayan akış eğrileri üç sınıfa ayrılır:

a) Plastik akış

b) Pseudoplastik akış

c) Dilatant akış

Plastik akışa sahip (Bingham akış), sıvılar hemen akmazlar ve kayma gerilimi belli bir eşik değerine "yield value" ulaşınca akış görülür. Plastik akış eşik değerinden sonra Newtonian sistemlerin akışı gibi davranış gösterirler. Pseudoplastik akışta eşik değeri yoktur. Pseudoplastik bir materyalin viskozitesi tek bir nokta ile ifade edilemez. Pseudoplastik bir maddenin viskozitesi kayma hızı arttıkça azalır. Dilatant akış, pseudoplastik akışın tersi davranış gösterir. Kayma gerilimi arttıkça viskozite de artar (Çelebi, 2009; Perona, 2008). Akış davranışları Şekil 2.7'de görülmektedir.



Şekil 2.7 : Reolojik davranış tipleri (Shramm,1998)

Herschel-Bulkley, Casson ve Bingham çikolata reolojisini karakterize etmek için kullanılan önemli modellerdir. Uluslararası Şekerleme Birliği (ICA) Casson eşitliğinin kullanımını çikolatanın reolojik ölçümlerinde parametrelerin hesaplanmasında kullanılmasını kabul etmiştir.

Visko-plastik sıvıların akışını tanımlayan Casson model, iki aşamalı bir süspansiyonun katı ve sıvı fazlarının interaktif bir davranış modeli yapısına dayalıdır. Casson model hem akma gerilimi hem de kayma incelmesi Newtonian olmayan viskozite için göstermektedir. Reolojik davranışlar üzerine (akma gerilimi ve kayma viskozitesi) partikül boyutu, hammadde bileşimi önemli rol oynamaktadır (Afoakwa ve diğ., 2008b; Afoakwa ve diğ., 2009b).

Katıların viskoelastik özelliklerini, yarı-katı ve akışkanların ölçümü reometreler ile yapılmaktadır. Genellikle, çikolatanın viskozitesi pahalı viskozite düzenleyicileri ve kakao yağının eklenmesi ile kontrol edilmektedir (Afoakwa ve diğ., 2008a). Fiziksel özellikler, reolojik davranışlar ve çikolatanın duyusal algılanması proses teknikleri, partikül büyüklüğü dağılımı ve ingredient kompozisyonundan önemli ölçüde etkilenir (Afoakwa ve diğ., 2007a).

Afoakwa ve diğ., (2009b) erimiş çikolatanın reolojik özellikleri üzerindeki partikül boyut dağılımının ve kompozisyonunun etkilerini kayma oranı kontrollü bir reometre kullanarak araştırmışlardır. Tüm reolojik parametreler lesitin, yağ miktarı ve partikül boyut dağılımından etkilenmiştir. Artan partikül boyutu Casson plastik viskozite, Casson akma gerilimi ve tiksotropide azalmaya sebep olmuştur. En büyük etki %25 yağ ve %0,3 lesitin için saptanmıştır. Yağ, reolojik özellikleri en çok etkileyen içerik olup partikül boyut dağılımı ve lesitin sırasıyla bunu izlemiştir.

2.3.2.2 Partikül boyut dağılımının belirlenmesi

Partikül boyut dağılımı esas olarak reolojik özellikleri etkileyen kritik bir parametre olup ve duyusal karakter üzerine direk bir etkiye sahiptir. Ayrıca bitter çikolatanın üretimi boyunca bileşimindeki yağ ve lesitinin birbiriyle etkileşimi, partikül boyutu görünüşün ve tekstürün değişiminde önem arzetmektedir (Afoakwa ve diğ., 2008a; Afoakwa ve diğ., 2008b; Ziegleder ve Hogg, 1999).

Çikolatada partikül büyüklüğü çikolatanın duyusal özellikleri kadar maliyetinide etkilemektedir. Partikül boyut dağılımı, bitter çikolatanın yapısını özellikle doku ve reojisini değiştirirken partiküller arası ve mikro ağ yapısına da etki etmektedir. Partiküllerin formasyonu sonucu yüzey alanının artması ile viskoziteyi azaltmak için daha fazla kakao yağı eklenmesi gerektiğinden maliyet yükselmektedir. Ayrıca partiküllerin inceltilmesi sırasında parçacık boyutunun çok fazla küçülmesi maliyeti arttırırken istenilmeyen duyusal özelliklerede sebep olmaktadır. Eğer partikül büyüklüğü çok fazla azaltılmaz ise çikolataya daha yumuşak bir yapı kazandırmaktadır.

Partikül boyut dağılımı analizi temel olarak lazer ışık difraksiyonu ya da lazer ışık saçılımı yöntemleriyle yapılmaktadır. Partikül boyut dağılım analizi lazer difraksiyon metodu ile 0.1 ve 3000 μm arasında boyuta sahip olan çikolatalar için uygundur (Url-3, 2010). Partikül boyut dağılımı ölçülürken ışık demeti içindeki partiküller, partikül

boyutuna, bu partiküllerin optik özelliklerine, ışık kaynağına bağlı yoğunluk ve açılarla boşluk içinde dağılacaktır (Url-3, 2010). Bir lazer ışını bir sıvı ya da hava içinde partiküllerin başından sonuna doğru geçmektedir. Partikül büyüklüğü azaldıkça kırınım açısı artmaktadır.

Lazer ışık kaynağından çıkan ışın, uzaysal olarak filtre edildikten sonra mercekler yardımıyla paralel ışık çizgileri şekline getirilir. Mercekler vasıtasıyla, bu çizgiler algılayıcının merkezinde bir noktaya odaklanır. Lazer ışık kaynağından çıkan ışın önüne bir tane akışı rastlamazsa, saçınıma uğramadan algılayıcının merkezindeki delikten geçecektir. Bu ışık arkadaki karartma algılayıcısının üstüne düşecektir. Fakat ışık tane akışına rastlar ise, tane boyutuyla ters orantılı bir açıyla kırılacaktır.

Mikrometreler de partikül boyut dağılım analizlerinde sıklıkla kullanılmaktadır. Lazer difraksiyonu ölçüm sonuçları tam ve doğru bilgi sağladığı için mikrometreye göre daha çok tercih edilmektedir (Löser, 2009).

Partikül boyutları incelendiğinde, en büyük partiküllerin ağızda kumlu bir his oluşmasına sebep olduğu ve daha küçük partiküllerin akış özelliklerini etkilediği saptanmıştır (Robbins, 1983). İyi bir bitter çikolata üretiminin yapılması için partikül boyutunun 35µm'den küçük olması gerekmektedir. Çikolata bu özelliği sağlamadığı zaman yüksek viskozitesi ve yetersiz tekstürü yüzünden kabul edilemeyen bir kaliteye sahip olacaktır (Afoakwa ve diğ., 2009c). Yapılan boyut analizi ile ürün bileşimi ve karakteri için hedeflenen limit değerler belirlenir.

Yapılan çalışmalarda partiküllerin etkileşiminin artması çikolatanın daha sert ve yüksek viskoziteye sahip olmasına sebep olmuştur. Etkileşimin az olması durumunda da zıt sonuçlar doğurmuştur (Do ve diğ., 2007).

2.3.2.3 Nem içeriğinin belirlenmesi

Su, gıdaların temel bileşenidir ve örneklerdeki içeriğinin bulunması çok önemlidir. Gıdaların görünüşünü, duyusal özelliklerini ve raf ömrünü etkilemektedir. Su içeriğinin saptanması dikkatli bir şekilde örnek hazırlamayı gerektirmektedir. Bunun için değişik yöntemler kullanılabilmektedir. Bunlar infrared ile kurutma, etüv ile kurutma ve damıtma (uçucu yağ içeren maddeler için) olarak sınıflandırılabilmektedir.

Etüv ile kurutma ve infrared ile kurutmada temel prensip belli bir sıcaklıkta numunedeki madde kaybının tespitine dayanır. Bu yöntemler uçucu yağ içeren ürünler için kullanılamamaktadır. Damıtma ise uçucu yağ içeren ürünler için kullanılmaktadır.

Su içeriğinin miktarının belirlenmesinde genellikle Karl Fischer titrasyon yöntemi kullanılmakta olup ürün içindeki su içeriğinin miktarını analitik olarak belirlemede kullanılmaktadır. Bu yöntemin arkasındaki temel prensip sulu ortam içindeki iyot ve kükürtdioksit arasındaki Bunsen reaksiyonuna dayanmaktadır.

Karl Fischer titrasyonunun arkasındaki genel reaksiyonlar:

$CH_3OH + SO_2 + RN \rightarrow [RNH]SO_3CH_3$

$H_2O + I_2 + [RNH]SO_3CH_3 + 2RN \rightarrow [RNH]SO_4\,CH_3 + 2[RNH]I$

(RN = temel)

Reaksiyon içinde görüldüğü üzere iyot ve suyun tüketimi 1:1 oranında olmalıdır. Böylece örneğin su içeriğini hesaplamak için titrasyon hacmi kullanılabilir.

Karl Fischer titrasyonları volumetrik ve kulometrik olarak iki şekilde gerçekleştirilebilir. Volumetrik Karl Ficher titrasyonunda harcanan her Karl Fischer reaktifinin (mgH_2O/mL) mL'si örnekteki suyun mg değerine eşittir. Bu reaktiften harcanan mL örnekteki su miktarı kadar (mg)'dır. Öncelikle deneyde kullanılan solvent kuruluğa kadar titre edilir ve daha sonra örnek direk olarak Karl Fischer hücresine koyulur. Bu yöntemde iki türlü reaktif kullanılmaktadır. Kulometrik yöntem, bir elektrokimyasal hücrede bulunan elektroaktif madde ya da bu maddelerin tamamının elektroliz edilmesiyle harcandığı yöntemlerdir.

2.3.2.4 Diferansiyel taramalı kalorimetre ölçümü

Çikolatanın ana bileşenlerinden biri kakao yağıdır. Kakao yağının polimorfizmi çikolatanın depolama boyunca çiçeklenme, küçülme, parlaklık ve kırılganlık gibi fiziksel özelliklerine etki etmektedir (Loisel ve diğ., 1998).

Kakao yağında kararsızlık olup olmadığını saptamaya yarayan yöntemlerden biri olan diferansiyel taramalı kalorimetre, çoğu materyallerin reaksiyon kinetiğini analiz etmede kullanılan termo analitik bir tekniktir. Diferansiyel taramalı kalorimetre enerjinin farklı miktarını ölçmekte olup analiz sırasında örneğin ve referansın aynı

sıcaklıkta tutulması gerekir (Url-1, 2005). Diferansiyel taramalı kalorimetre, sıcaklık ve zamanın fonksiyonu olarak ısı akışını belirlemektedir. Erime, kristalizasyon, camsılığa geçiş gibi örneklerin termal dönüşümü ile ilgili bir yöntemdir.

DTK'nın örnek ısı kapasitesinin ölçümü için iki farklı yöntemi bulunmaktadır. Bunlar izotermal ve izotermal olmayan uygulamalardır. İzotermal uygulama çikolatanın kristalizasyon profilini belirlemede kullanılan bileşim içindeki küçük farklılıklar için daha hasssas olan bir yöntemdir. İzotermal yöntem ile analiz uygulanırken çikolata önce eritilmekte ve sonra izotermal kristalizasyon noktasına soğutulmaktadır (Robinson and Sichina 2000; Stapley, 1999).

2.3.2.5 Sertlik ölçümü

Tekstür, materyalin fiziksel yapısının kombinasyonudur ve onun mekanik ve yüzeysel özellikleridir (Lia ve diğ., 2009). Sertlik ölçümü makro yapı örnekleri hakkında fikir edinmemizi sağlayan büyük deformasyon yöntemlerinden biridir. Sertlik ölçümü, çeşitli ölçüm uçları eklenmiş tekstür analizör kullanılarak saptanmaktadır (Do ve diğ., 2007). Çikolatanın merkezi üzerine maksimum güç uygulanarak sertlik ölçümü yapılmaktadır. Katı çikolarda uygulanan bu yöntemden farklı olarak erimiş çikolatalarda silindirik ölçüm ucu ile penetrasyon gücü uygulanmaktadır.

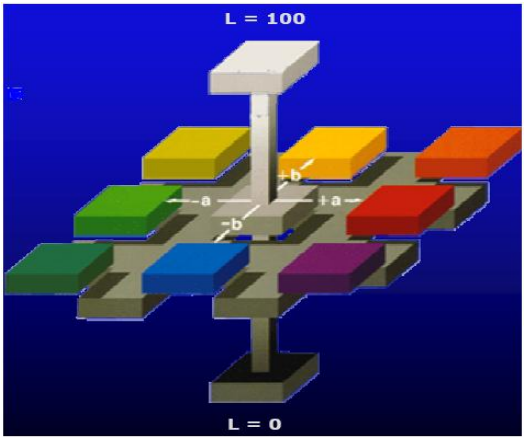
Penetrasyon için maksimum güç penetrasyonda istenilen çalışma aralığında güç eğrisinin altındaki alandan tanımlanmıştır. Çikolatanın sertliği, konçlama ve alkalizasyondan etkilenmektedir. Ayrıca bazı araştırmacılar (Sulistyowati, 2008) çikolata sertliğinin alkali konsantrasyonunda etkilendiği, fakat konçlama sıcaklığından etkilenmediğini belirlemişlerdir (Sulistyowati ve Misnawi, 2008).

2.3.2.6 Renk ölçümü

Tüketici tercihi açısından gıdaların rengi önemlidir. Gıdaların rengi renk ölçer cihazlar (spektrofotometre) ile objektif ölçülebileceği gibi bir panel düzenlenerek subjektif olarak da ölçülebilmektedir. Renk ölçer cihazlarla bir gıdanın rengini tanımlamak için üç büyüklük kullanılmaktadır.

Üç boyutlu renk ölçüm sistemlerinin ilki CIE sistemidir. CIE sistemi gıdaların renginin objektif ölçümünde temel sistemdir. CIElab olarak adlandırılan sistemde L*a*b* değerleri yukarıdan aşağıya doğru L* ekseni olacak şekilde tanımlanmaktadır. L*a*b* değerlerinin eksen üzerindeki konfigürasyonu Şekil 2.8'de görülmektedir. L* için maksimum değer 100'dür ve bu değer mükemmel yansıtan bir ışık dağıtıcısını (difüzör) temsil eder. L* için minimum değer olan sıfır ise siyahı temsil etmektedir. a* ve b* değerleri için özel bir sayısal sınır yoktur. Pozitif a* kırmızı, negative ise yeşili göstermektedir. Pozitif b* sarı, negatif ise mavi rengi temsil etmektedir (Url-2, 2010; Url-6, 2010).

CIE sisteminden farklı olarak Munsell, Hunter gibi daha başka üç boyutlu objektif sistemler de kullanılmaktadır. Üç boyutlu objektif renk ölçüm sistemlerinden başka bir gıdanın renginin, yüzeyinden yansıyan ışık ya da pigment miktarına bağlı olarak ölçülmesine dayanan objektif yöntemler de bulunmaktadır (Url-2, 2010).



Şekil: 2.8 : L, a, b renk sıkalası (Url-2, 2010)

3. MATERYAL VE METOT

3.1 Materyal

Bitter çikolataların üretiminde kullanılan kakao yağı ve kakao likörü Cargill (Wormer, Hollanda)'den alınmıştır. Kullanılan diğer hammaddelerden biri olan, ön rafine işlemi uygulanmış şeker Barry Callebaut (Lebbeke, Belçika)'dan ve soya lesitini Belcolade (Erembodegem, Belçika)'den temin edilmiştir.

3.2 Metot

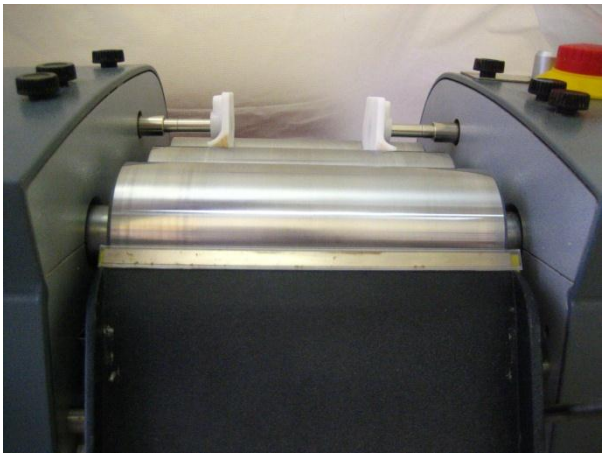
3.2.1 Bitter çikolataların hazırlanması

Bitter çikolatalar Ghent üniversitesi kakao laboratuarında %48 şeker, %40 kakao likörü, %11,6 yağ, %0,4 soya lesitini kullanılarak ve farklı kuru konçlama parametreleri (Çizelge 3.1) esas alınarak üretilmiştir. Örneklerin üretilmesinde öncelikle kakao likörü ve kakao yağı 40°C sıcaklıkta sıvı hale getirilmiştir. Hammaddelerin bir kısmı (%40 kakao likörü, karışımın yağ içeriği %27 olacak şekilde kakao yağı ve %48 ön rafine işlemi görmüş şeker) 10 dakika boyunca 65°C'de karıştırıcıda (Hobart tip mikser, Verhoest makinaları, Izegem, Belçika) homojen hale getirilmiştir.

Çizelge 3. 1 : Üretimde kullanılan konçlama basamaklarının parametreleri

	Konçlama Basamakları	
Parametreler	**Kuru konçlama**	**Sıvı konçlama**
Sıcaklık	60°C →60°C / 60°C →70°C / 60°C →80°C / 60°C → 90°C	45°C
Süre	4saat/ 6saat / 12saat	2saat
Dönme hızı	600 rpm / 1200 rpm	1500 rpm
Dönme yönü	Karıştırma→Kesme / Kesme→Karıştırma	Kesme→ Karıştırma

Numune karıştırma işlemini takiben karışım inceltme işlemine alınmıştır. Ürün 35°C sıcaklığa ve 400 rpm dönme hızına ayarlanmış incelticide (Exakt, Almanya) üst kısımdan beslenme yoluyla inceltme işlemi uygulanarak partikül boyutu küçültülmüştür. Laboratuar tipi üçlü vals Şekil 3.1'de gösterilmektedir. İnceltme işleminden sonra ürün tartılarak konçlama sırasında eklenecek olan kakao yağı miktarı hesaplanmıştır.

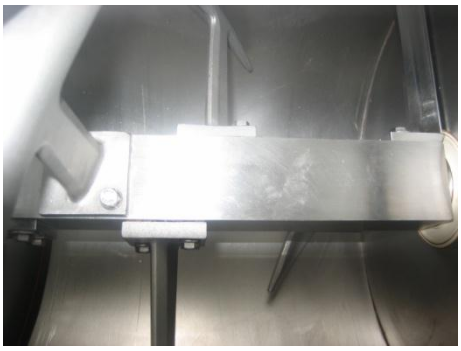


Şekil 3.1 : Laboratuar tipi 3 lü silindirli inceltici

İnceltme işleminin ardından her bir çikolata üretimi için konçlama parametreleri Çizelge 3.1'de gösterildiği gibi ayarlanmıştır. Konçlama işleminin başlangıcında inceltilmiş ürün ile birlikte %1 kakao yağı konca eklenmiştir. Kuru konçlama süresi bitiminde %0,4 soya lesitini ve geri kalan kakao yağı eklenerek sıvı konçlama işlemine geçilmiştir. Sıvı konçlama, Çizelge 3.1'den de görüldüğü üzere üretilen 8 farklı çikolata için aynı parametrelere sahiptir.



(a)



(b)

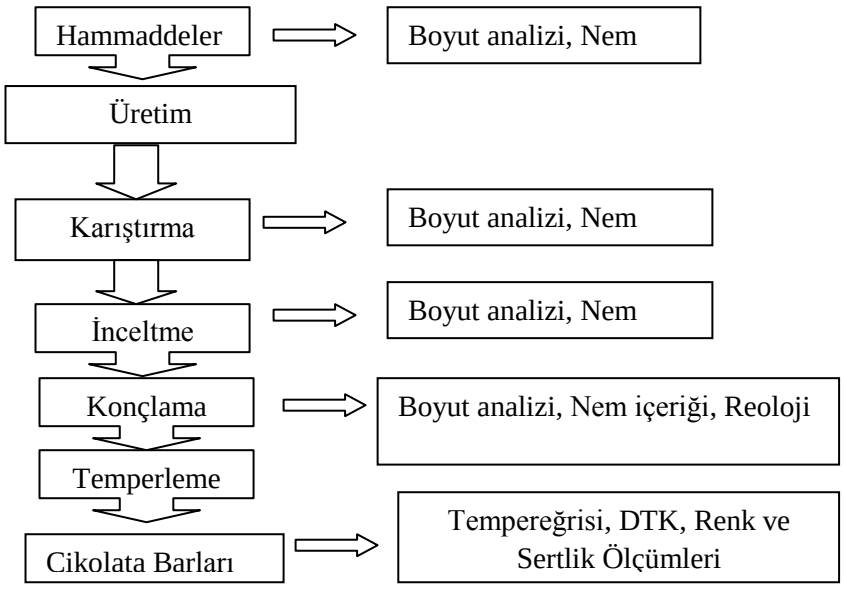
Şekil 3.2: Laboratuar tipi koncun çapaları (a, b**)**

Üretim sırasında (karıştırma, inceltme ve konçlama) her bir işlemin ardında nem ve partikül boyut analizi için örnekler alınmıştır. Ayrıca konçlama işleminin ardından reoloji analizi için 30, 60 ve 120 dakika sonrasında örnekler alınmıştır. Üretimin son

aşaması olan temperleme işlemi likid konçlama sonrasında bir gün bekletilen ürünün tekrar 40-45°C'ye eritilmesi ile manuel olarak yapılmıştır.

Ürünün bir kısmı (ürünün 3 te 2'si kadarı) soğuk mermer masaya dökülerek kısmen kristalize olana (± 25-27°C sıcaklığa gelenceye kadar) kadar ileri-geri yayılmıştır. Kısmen kristalize olmuş çikolata geri kalan kısmı (1/3) ile karıştırılmış ve kararsız polimorflar eritilerek çikolata içinde kararlı kristallerin kalması sağlanmıştır. Tam bu noktada üründen örnek alınarak tempermetre (Aasted Mikroverk, Farum, Danimarka) ile temperlemenin kontrolü yapılmış ve temperlenmiş çikolata kalıplara dökülmüştür. Kalıplar içinde önce bir saat boyunca 8°C'de tutulmuş ve ardından kalıplardan tepsiler üzerine çıkartılan çikolata barları 12°C'de 1.5 saat boyunca daha soğutulmuştur. Soğutulan ürün Ekler kısmında (Şekil B.2)'da gösterilmektedir.

Farklı kuru konçlama parametreleri kullanılarak üretimi tamamlanan bitter çikolatalardan temperlemenin bu çikolatalarda farklılık yaratıp yaratmadığının kontrolü için DTK, tekstür ve renk analizleri için örnekler alınmıştır. Üretim basamakları ve alınan örneklerin kullanıldığı analizler Şekil 3.2'de görülmektedir.



Şekil 3.3 : Üretimin akış şeması ve alınan örneklerin kullanıldığı analizler

3.3 Yapılan Analizler

3.3.1 Reoloji analizi

Reoloji analizi AR 2000 ex ve AR 2000 (TA instruments New Castle, Amerika Birleşik Devletleri) reometreleri, 40 mm çelik plaka, düz plaka geometri (TA instruments New Castle, Amerika Birleşik Devletleri) ve TA advantage veri analiz yazılımı kullanılmıştır. Örnekler 40°C sıcaklıkta 1-1,5 saat bekletilerek sıvı hale getirilmiştir. Artan kayma hızlarında (0,01→100) reolojik özellikler ölçülmüştür. Thermo regulator kullanımı ile ölçüm boyunca sıcaklık 40°C'de tutulmuştur. Her bir çikolata için kayma gerilimleri kaydedilmiştir. Ayrıca Casson modele göre Casson viskozite ve Casson akma değerleri elde edilmiştir.

3.3.2 Partikül boyut dağılım analizi

Bu ölçüm lazer difraksiyon yöntemi ile 300RF lensli partikül boyut analizör (Malvern Instrument Ltd., Malvern, İngiltere) ve Malvern ekipman yazılımı (Malvern Instrument Ltd., Malvern, İngiltere) kullanılarak yapılmıştır. Çikolata örnekleri 1-1,5 saat boyunca 40°C sıcaklıkta eritilmiştir. 0.5 g örnek alınarak 10ml'lik izopropanol (Sigma –Aldrich, Bornem, Belçika) ile çözündürülmüştür. Analizör haznesine yerleştirilen izopropanol içerisine engelleme miktarı %10-30 olacak şekilde, izopropanolde daha önce çözündürülmüş olan örnek eklenmiş ve analiz edilmiştir.

Partikül boyut dağılımının D[v,0.9], D[v,0.5], D[v,0.1], D[3,2], D[4,3] ve Span değerleri saptanmıştır. D[v,0.9], D[v,0.5], D[v,0.1] sırasıyla bu boyutlardan daha daha küçük çaplara sahip tüm partiküllerin %90, %50 ve %10'unu, D[3,2], Sauter ortalama çap olarak da adlandırılmakta olup aynı hacim / yüzey alanına sahip partiküllerin çaplarını ve D[4,3], partiküllerin birim hacimleri temel olarak ortalama çapı ifade etmektedir ($\sum n_i d_i^4 / \sum n_i d_i^3$). Span değeri, %10, 50 ve 90 dağılımını temel alarak dağılımların genişliğini tanımlamaktadır.

3.3.3 Nem miktarı ölçümü

Su içeriğinin tayininde Karl Fischer titrino (Metrohm, Antwerpen, Belçika), iyodun metanol içerisinde çözülmesiyle elde edilen bir titrant ve reaksiyonun hızlı

oluşmasını sağladığı için titrasyon süresinin kısalmasında avantaj sağlayan kükürt dioksit, baz ve metanol içeren bir çözücü (Sigma–Aldrich, Bornem, Belçika) kullanılmıştır. Karıştırma ve konçlama sonrasında alınan örnekler 40-45°C sıcaklıkta eritilmiştir. İnceltme işlemi sonrasında alınan örnek ise oda sıcaklığında bekletilmiştir. 25ml çözücü ile suyun mg/ml olarak değeri titratör ile saptandıktan sonra örneğın 1.5 g bir şırınga yardımıyla hazneye yerleştirilmiştir. Titrasyon sonucu örnekteki su miktarı aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır (3.1).

$$\%Su\ (H_2O) = \frac{\text{Suyun tayini için tüketilmiş titrantın hacmi(ml)} \times \text{Su(mg/mL)}}{\text{Örneğin ağırlığı (g)} \times 10} \qquad \textbf{(3.1)}$$

3.3.4 Tempermetre ölçümü

Temperleme, çikolatadaki dengesiz kristallerin çok dikkatli olarak eritilip dengeli kristallerin elde edilmesi işlemidir. Temperleme işlemi bitimi sırasında bu işlemin doğruluğu tempermetre (Aasted Mikroverk, Farum, Danimarka) ile yapılmıştır. Tempermetre haznesine alınan çikolatanın ölçümü sonrasında elde edilen temper eğrisinden temper indeks, çikolata temper birimi ve eğim değerleri belirlenmiştir.

3.3.5 Diferansiyel taramalı kalorimetre analizi

Erime profili analizinde soğutma sistemli Diferansiyel taramalı kalorimetre 2010 (TA instruments New Castle, Amerika birleşik devletleri) ve Universal Analysis 2000 yazılımı kullanılmıştır. Çikolata barlarından seçilmiş 3 örnek temperlendikten 1 ve 7 gün sonra DTK analizine tabi tutulmuştur. Örneklerin her birininin üst yüzey katmanları çelik bir spatül yardımıyla soyulup yassı DTK kaplarına yerleştirilerek basınçla hermetik biçimde kapatılmıştır. Sıcaklık 22°C'den 65°C'ye 5°C/dakika hız olacak şekilde ayarlanmıştır. Referans (boş) ile aynı sıcaklıkta tutularak örnek analiz edilmiştir. Analiz sonrası elde edilen erime eğrisinin integrasyonu için başlangıç ve bitiş noktaları (yaklaşık 40°C) Universal Analysis yazılımı kullanılarak ve eğri üzerindeki pik alanı, (J/g), yarı yüksekliğin pik genişliği (°C), pik maksimum (°C) değerleri cihazın yazılım programı ile belirlenmiştir.

3.3.6 Tekstür analizi

Bu ölçüm için tekstür analiz cihazı TA500 (Texture Analyzer Model TA Plus, Lloyd Instruments Ltd., Hampshire, İngiltere) ve Nexygen™ (NexyGen Plus, Lloyd Instruments Ltd., Hampshire, İngiltere) yazılımı kullanılmıştır. Örnekler temperlendikten sonra 7 gün boyunca oda sıcaklığında beklemiştir. Ölçümde dikdörtgen uç bağlantılı prob ile yük hücresi 500N ve tetik kuvveti 0,2N olacak şekilde ayarlanarak çikolataların sertlikleri ölçülmüştür.

3.3.7 Renk analizi

L, a, b değerleri renk ölçüm cihazı MINOLTA CM-2500d (Osaka, Japan) kullanılarak ölçülmüştür. Temperleme işleminden sonra 7 gün boyunca oda sıcaklığında tutulan çikolatalar renk analiz cihazı (spektrofotometre) ile analiz edilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu araştırmada konçlama işleminin sıcaklık, süre, hız ve rotasyon yönü parametrelerinin, değiştirilerek bitter çikolatanın fizikokimyasal özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Değişimlerine göre sınıflandırılan 8 farklı çikolata Çizelge 3.1'de görülebilmektedir. Bu bölümde, yapılan deneyler neticesinde elde edilen tüm bulgular ilgili başlıklar altında incelenmiştir. Konçlamanın sıcaklık, süre, rotasyon hızı ve rotasyon yönü parametreleri etkisinin reoloji, PBD, nem, DTK, tekstür ve renk analizleri açısından sonuçlarının değerlendirilmesi olarak dörtlü bir ayrıma tabi tutulmaktadır.

4.1 Hammaddelerin Nitelikleri

Bu araştırmada kullanılan ham maddelerin analizleri PBD profillerine ve nem miktarına dayanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu araştırmada dört farklı hammadde kullanılmıştır. Bunlar Cargill (Wormer, Hollanda)'den temin edilen kakao yağı ve kakao kitlesi, Barry Callebaut (Lebbeke-Wieze, Belçika)'den ön inceltme işlemine tabi tutulmuş şeker ve Belcolade (Erembodegem, Belçika)'den temin edilen soya lesitinidir. Kakao kitlesinin ve şekerin partikül boyut dağılımları Çizelge 4.1'de gösterilmektedir.

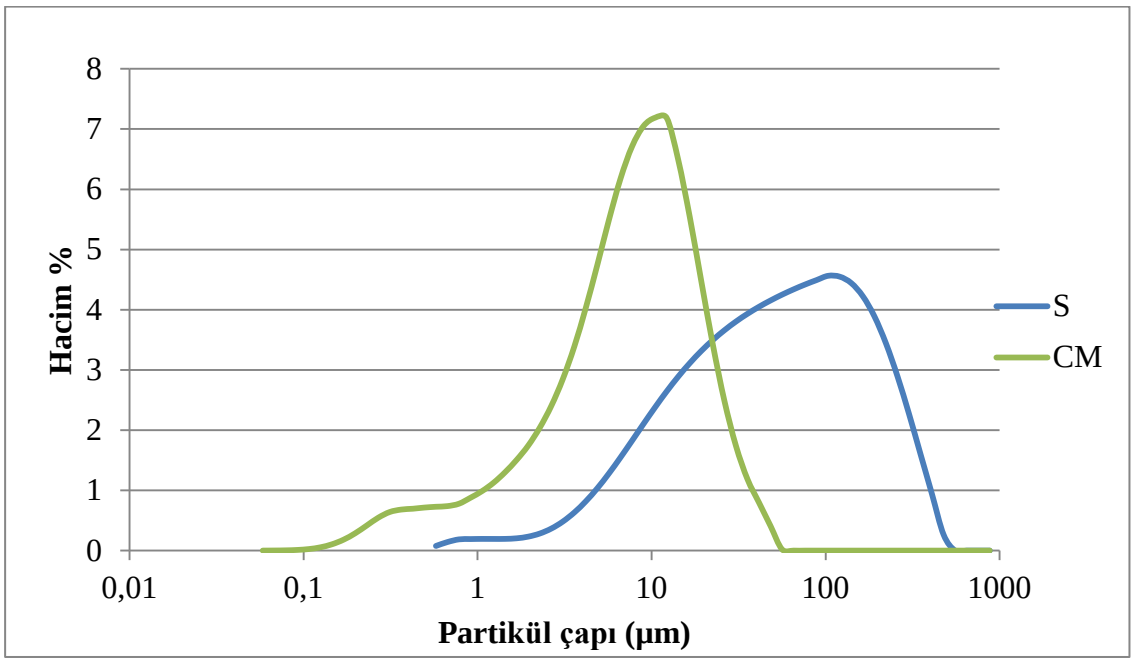
Çizelge 4. 1 : Bitter çikolatanın kakao kitlesi ve şekerinin partikül boyut dağılımı

	$D_{10\%}$ (µm)	$D_{50\%}$ (µm)	$D_{90\%}$ (µm)	Span (-)
Şeker	7,748 ± 0,051	49,734 ± 1,004	202,44 ± 1	3,915 ± 0,061
KM*	1,364 ± 0,068	7,504 ± 0,125	19,71 ± 0,68	2,444 ± 0,065

KM : Kakao likörü (kitlesi)

Şeker partiküllerinin %90'ı 202,44 µm den daha küçük bir çapa sahiptir. Yine Şekil 4.1'den görülebileceği üzere şekerin partikül boyut dağılımı diğer içeriklerden daha büyüktür. Aynı içerikler tüm üretimlerde kullanılmıştır. Bu yüzden, içeriklerin bitter çikolata üretimi üzerinde farklılık yaratacak bir etkisi bulunmamaktadır. Bununla beraber, konçlanmamış çikolatanın konçlanmışa kıyasla daha sert olduğu bilinmektedir (Hoskin ve Dimick, 1980). Bu durum, kakao yağının çikolata ve şeker

içeriği dikkate alınarak açıklanabilir. Bu durum ham maddelerin konçlamada nasıl etkili olduklarını göstermektedir (Hoskin ve Dimick, 1980).



Şekil 4.1 : Bitter çikolatanın şeker ve kakao kitlesinin partikül boyut dağılımı

Ham maddelerin nem içeriği sonuçları kakao kitlesi için %0,98, kakao yağı için %0,17 ve şeker için %0,07 olarak Çizelge 4.2 de gösterilmektedir.

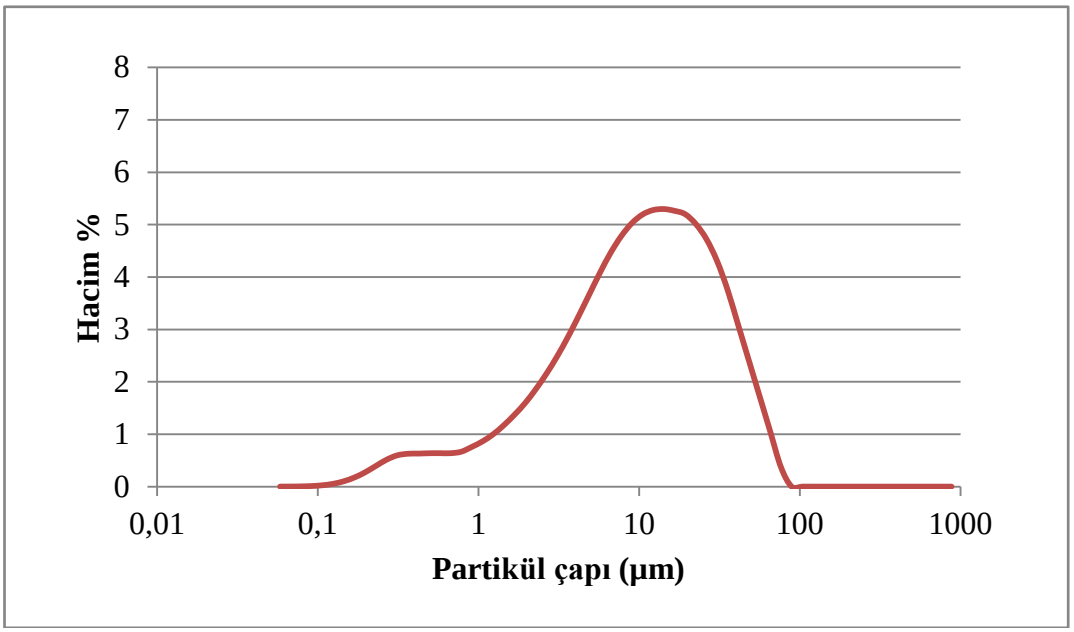
Çizelge 4. 2: Bitter çikolatalar için kullanılan ham maddelerin nem içerikleri

Hammaddeler	**Nem Miktarı (%)**
Şeker:	0,07 ± 0,01
Kakao Likörü:	0,98 ± 0,07
Kakao Yağı:	0,17 ± 0,02

4.2 İnceltilmiş Ürünün Nitelikleri

Hammaddeler karıştırıldıktan sonra yapılan inceltme işlemi bitiminde alınan örneklerden partikül boyut dağılımı ve nem içeriği analiz edilmiştir. Konçlama aşamasına kadar ürünlerde herhangi bir değişiklik yapılmadığından, çikolataların partikül boyut dağılımında herhangi bir değişiklik beklenmemiştir (Çizelge 4.3).

Şekil 4.2'de inceltme sonrası, bitter çikolatanın partikül boyutu dağılımı örneği gösterilmektedir. Ayrıca bütün çikolataların nem analizleri sonucunda çikolataların inceltme işleminden sonraki ortalama nem içeriği 1,25±0,11 olarak saptanmıştır.



Şekil 4.2 : İnceltme sonrası bitter çikolatanın partikül boyut dağılımı örneği

Çizelge 4. 3 :İnceltilmiş ürünlerin partikül boyut dağılımı

Sabit kalan parametreler	**Değiştirilen parametreler**	**$D_{10\%}$ (µm)**	**$D_{50\%}$ (µm)**	**$D_{90\%}$ (µm)**	**Span (-)**
6saat,	60°C	1,76 ± 0,45	9,59 ± 0,41	31 ± 4,05	3,04 ± 0,38
1200rpm-M-S	70°C	1,45 ± 0,08	10 ± 0,43	33,4 ± 1,94	3,19 ± 0,06
	80°C	1,71 ± 0,49	9,8 ± 0,34	32 ± 3,68	3,09 ± 0,38
	90°C	1,61 ± 0,18	9,84 ± 0,2	33,5 ± 1,87	3,24 ± 0,19
70°C,	4saat	1,49 ± 0,14	9,08 ± 0,43	30,1 ± 1,96	3,15 ± 0,11
1200rpm-M-S	12saat	1,63 ± 0,46	8,95 ± 0,49	27,9 ± 2,56	2,93 ± 0,27
70°C, 6saat, M-S	600rpm	1,54 ± 0,22	9,7 ± 0,32	33,3 ± 1,76	3,28 ± 0,11
70°C, 6saat,1200rpm	S-M	1,58 ± 0,23	9,96 ± 0,34	34,5 ± 2,42	3,3 ± 0,17

M: Karıştırma (2saat), S:Kesme(4saat)

4.3 Konçlanmış Ürünün Nitelikleri

4.3.1 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerine kuru konçlamanın sıcaklığının etkisi

Bu araştırmada, sıcaklık parametresi (Çizelge 4.4) çikolata üretiminin konçlama aşamasında 60°C, 70°C, 80°C ve 90°C olarak değiştirilmiştir. Konçlama aşamasını takiben, reoloji, partikül boyut dağılımı, nem içeriğinde meydana gelen değişiklikler analiz edilmiştir. Temperlemenin doğru yapılıp yapılmadığının tespiti amacıyla, çikolataların temperlenmesi sonrasında DTK, tekstür ve renk analizleri yapılmıştır.

Çizelge 4. 4 : Kuru konçlamanın değiştirilen sıcaklıkları ve sabit kalan parametreler

Sıcaklık	Süre	Hız	Dönme yönü
60°C →60°C 60°C→70°C 60°C→80°C 60°C→90°C	6saat	1200rpm	Karıştırma→Kesme

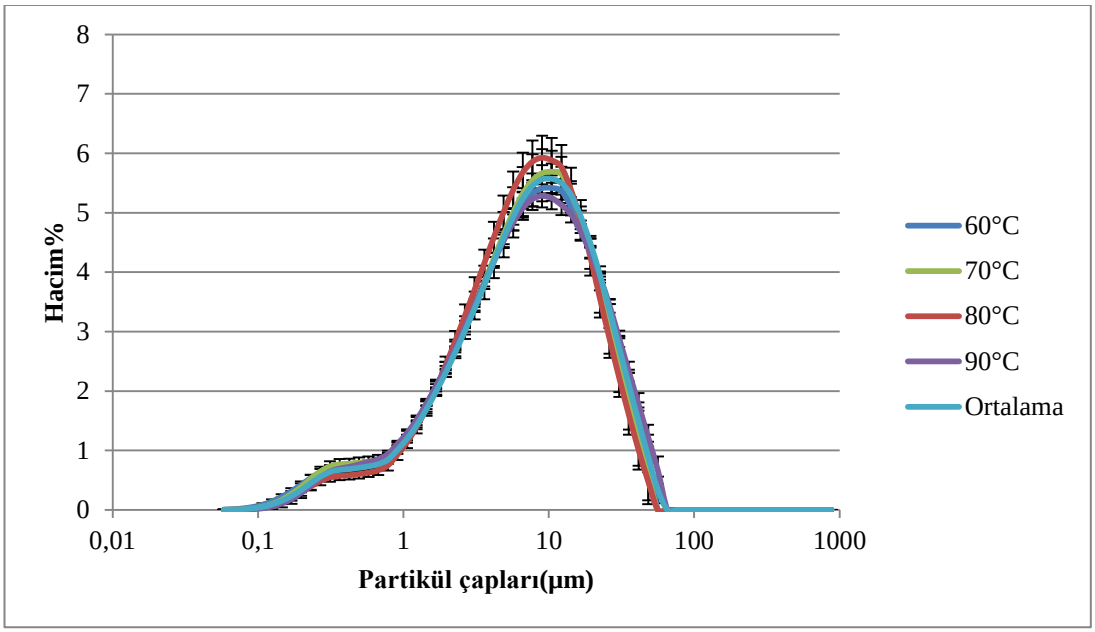
4.3.1.1 Partikül boyut dağılımı

60°C, 70°C, 80°C ve 90°C'de kuru konçlama yapılan çikolataların partikül boyut dağılımları Çizelge 4.5'de görülmektedir. Boyut farklılıklarından 90°C ve 60°C de partikül boyutları geniş bir aralıkta seyrederken 70°C ve 80°C için bu aralık kısmen daha dar olduğu gözlenmektedir. İnce partiküllerden kaba partiküllere doğru uzanan bu dağılımlar, çikolatanın reolojik ve tekstürel nitelikleri üzerinde doğrudan bir etki yapmaktadır (Afoakwa, 2007a).

Çizelge 4. 5: Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların partikül boyutları ve span değerleri (Konçlama süresi: 6 saat, hızı: 1200rpm, karıştırma-kesme)

	$D_{10\%}$ (µm)	$D_{50\%}$ (µm)	$D_{90\%}$ (µm)	Span (-)
60°C	1,105 ± 0,108	6,961 ± 0,28	24,118 ± 1,613	3,304 ± 0,154
70°C	1,195 ± 0,146	7,055 ± 0,481	22,716 ± 2,482	3,044 ± 0,205
80°C	1,262 ± 0,143	6,933 ± 0,368	22,109 ± 1,614	3,011 ± 0,253
90°C	1,11 ± 0,062	6,875 ± 0,114	24,673 ± 1,029	3,428 ± 0,156

Şekil 4.3'de farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların partikül boyut dağılımlarının farklılıkları gösterilmiştir. Çikolataların 60°C de ki partiküllerinin %90'ı 22,109 µm dan daha küçük bir çapa sahip olduğu görülmekte olup ve diğer çikolatalarla kıyaslandığında daha küçük bir partikül boyut dağılımına sahiptir.

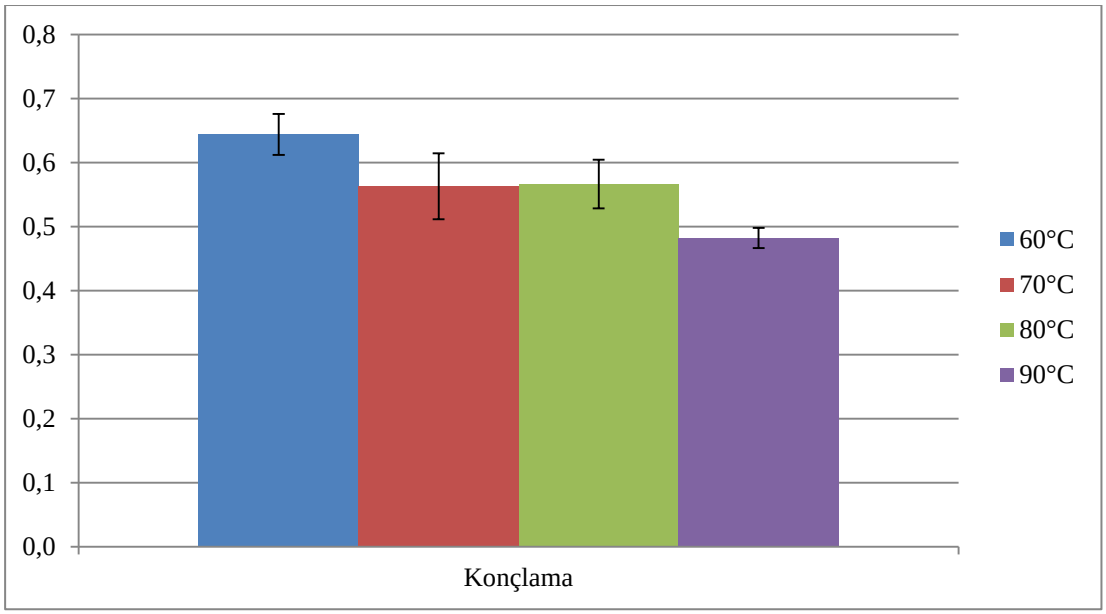


Şekil 4.3 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrasında, partikül boyut dağılımları (Konçlama süresi: 6 saat, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

Şekil 4.3'den anlaşılacağı üzere, 90°C ve 60°C'de üretilen bitter çikolataların boyut dağılımları 70°C ve 80°C'de üretilenlere kıyasla kısmen daha büyük partikül boyutları göstermektedir. Kuru konçlama işlemi boyunca artan enerji girişi ve sıcaklık ile plastik yapıda kitle oluşumu artmaktadır (Ziegleder, 2004). Artan sıcaklık ile oluşan büyük kitle koncun çapalarına yapışarak iyi karışımın gerçekleşmesini engellediğinden partikül boyutunun büyük kalmasına sebebiyet verdiği düşünülmüştür. Bir başka deyişle, yüksek sıcaklık sebebiyle üretilen bitter çikolatada hızlı bir topaklanma beklenir. 90°C de konçlama işlemi yapılan ürünün diğerlerine kıyasla daha büyük partikül boyutuna sahip olmasının, çabuk topaklanma ve şeker partiküllerinin kakao yağı tarafından yetersiz kaplanmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.3.1.2 Nem içeriği

Farklı sıcaklıklarda konçlanan çikolatalar için Karl Fischer metoduyla yapılan nem analizlerinin sonuçları Şekil 4.4'de görülmektedir. Konçlama sonrası yapılan analizlerde 60°C, 70°C, 80° C ve 90°C'de nem içeriklerinde farklılıklar görülmüştür.



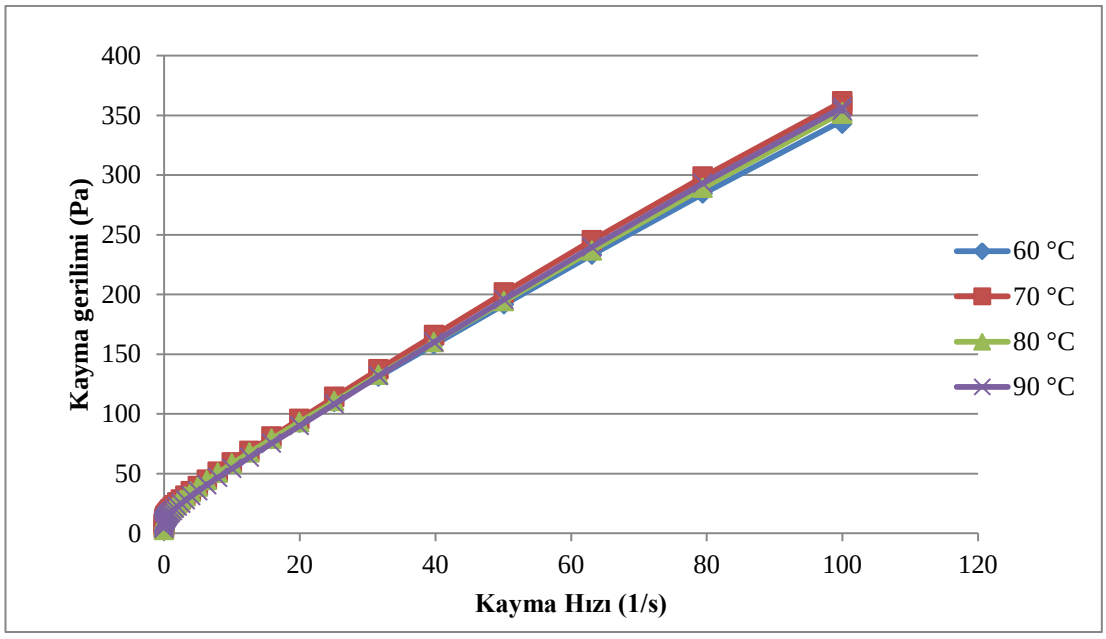
Şekil 4.4 : Farklı sıcaklıkta konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri (Konçlama süresi: 6 saat, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

Konçlama sonrası yapılan analizlerde 70°C ve 80°C'de konçlanan çikolataların sırasıyla nem içerikleri %0,56 ve % 0,57'dir. Hemen hemen aynı olan bu değerlere kıyasla 60°C'de konçlanan çikolatanın nem içeriği az da olsa daha yüksek değerdedir. 90°C'de kuru konçlama, uygulanan dört farklı sıcaklık değerleri içerisinde uygulanan en yüksek sıcaklık değeridir. Kuru konçlama sırasında uygulanan sıcaklığın sonucu olarak nem içeriğinde hızlı bir azalma bekenmektedir. Beklenildiği üzere, 90°C'de konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri %0,48 olarak nem içerikleri analizleri sonucunda en düşük değeri vermektedir.

Şekil 4.4'de görüldüğü üzere, 70°C ve 80°C'de konçlanan bitter çikolataların nem içeriği değerleri arasında büyük farklılıklar görülmemektedir. Bu da bu dereceler arasında sıcaklığın değişiminin nem içeriği üzerinde önemli bir etki yaratmadığını gösterir.

4.3.1.3 Reoloji

Sıvı konçlama aşamasının 30, 60 ve 120 dakika sonrasında alınan numunelerinde, dört farklı sıcaklıkta 1200 rpm hız ve aynı rotasyon yönü (karıştırma 2 saat- kesme 4 saat) ile 6 saat boyunca kuru konçlanma işlemine tabi tutulan çikolataların akış davranışları aşağıdaki grafiklerde görülmektedir. Bu numunelerin reolojik davranış analizleri AR 2000 ve AR 2000ex reometresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.5, 30 dakika sıvı konçlama sonrası, farklı sıcaklıklarda konçlanmış bitter çikolataların akış davranışını göstermektedir.

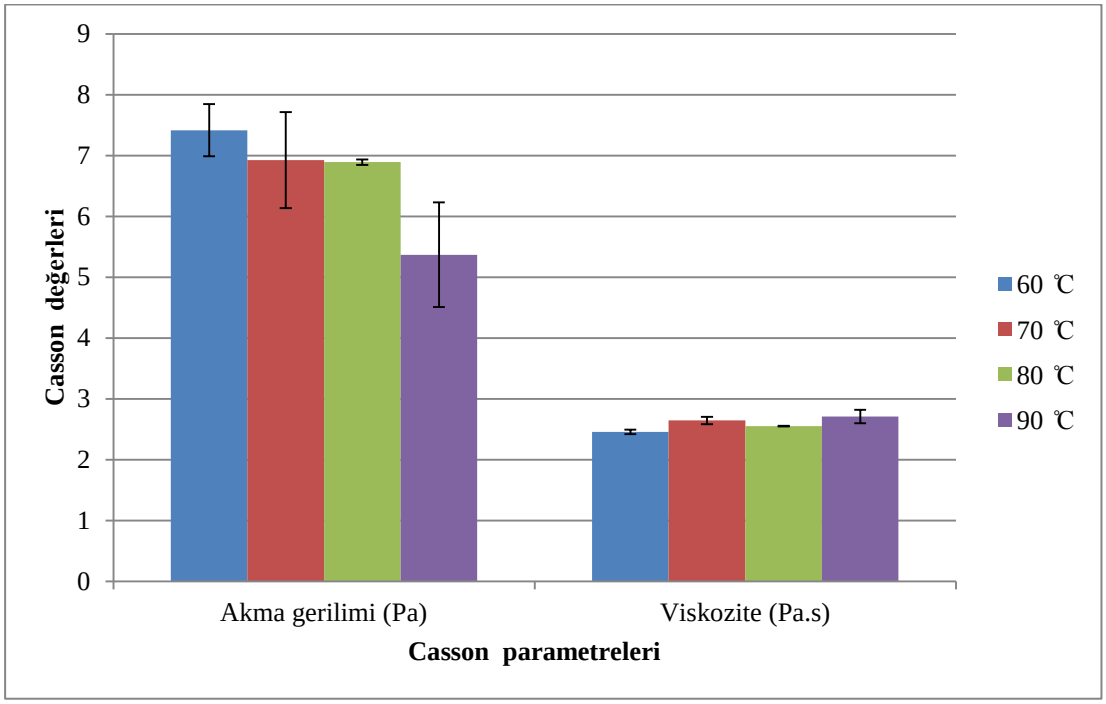


Şekil 4.5 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların, 30 dakika sıvı konçlama sonrasındaki akış davranışı (Konçlama süresi: 6 saat, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

Beklendiği üzere reolojik özellikler birbirinden çok farklı sonuçlar doğurmamıştır. Şekil 4.5'de görülebileceği üzere, sıvı konçlamadan 30 dakika sonra, 60°C de kuru konçlanmış bitter çikolata diğerlerine nazaran daha farklı akış davranışına sahiptir.

30 dakika sıvı konçlama sonrası örneklerin Casson değerleri Şekil 4.6'da gösterilmektedir. Sıcaklığın artmasını takiben, Casson akma gerilimi azalmaya başlamıştır (Şekil 4.6). Casson akma geriliminin standart sapmasında meydana gelen farklılıklar, deney tekrarlarının farklı günlerde yapılmasından kaynaklı olduğu tespitinde bulunulmuştur. Ayrıca viskozite değerleri arasında büyük farklılıklar mevcut değildir.

Yüksek nem içerikli şeker partiküllerinin topaklanması sonucu, kumlu ve ağızda hoşa gitmeyen bir tekstür oluşur. Şeker partiküllerindeki nem hem viskoziteyi hem de sürtünmeyi arttırır. Viskozite neme bağlı olarak hemen hemen %20 oranında artar. Nemin artmasını takiben ise sulu faz oluşur (Afaokwa ve diğ., 2008c). Viskozitede büyük farklar oluşmamasının sonucu olarak su içeriğinin uygun oranlarda olduğu desteklenmiştir.

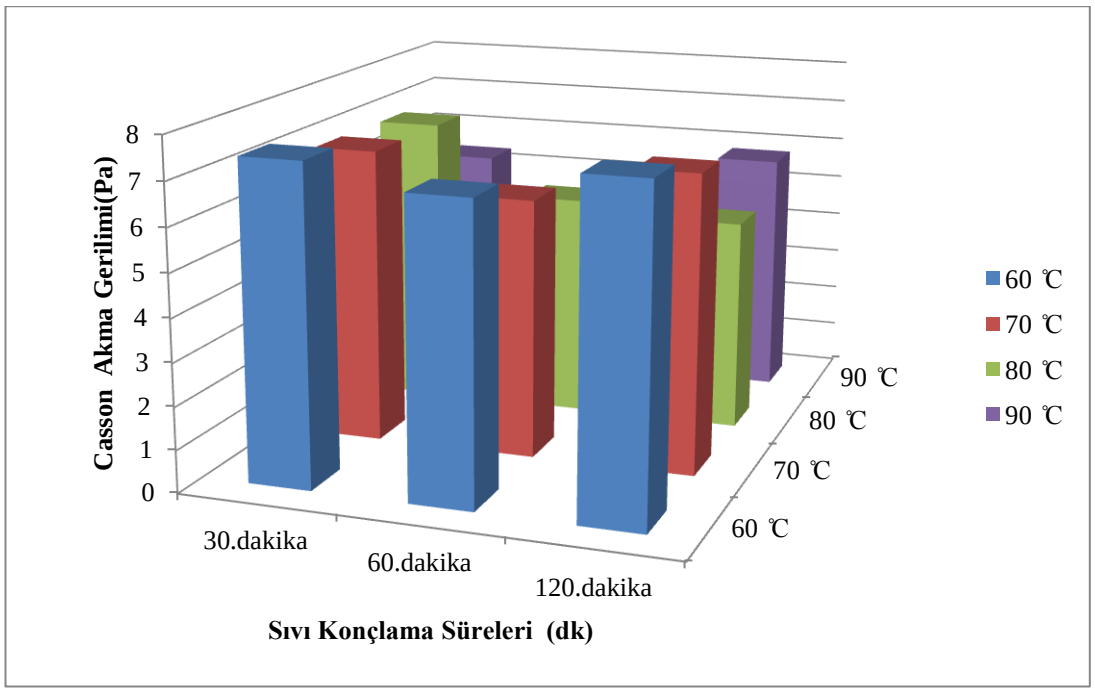


Şekil 4.6 : Farklı sıcaklıklarda konçlanmış bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri (Konçlama süresi: 6 saat, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

Çikolatadaki küçük partikül boyutları çikolatanın kalitesini, özellikle fiziksel özelliklerini geliştirici olarak bilinmektedir (Afoakwa, 2007a). Partikül boyut dağılımı, çikolatanın reolojisini (Afaokwa ve diğ., 2008c), ortalama partikül boyutu ise akma gerilimini etkilemektedir (Beckett, 2000). Sıcaklığın değiştirilmesi partikül boyutunu çok fazla etkilemediğinden, partikül boyutunun akma gerilimini ve viskoziteyi önemli ölçüde etkilemediği yargısında bulunulabilir.

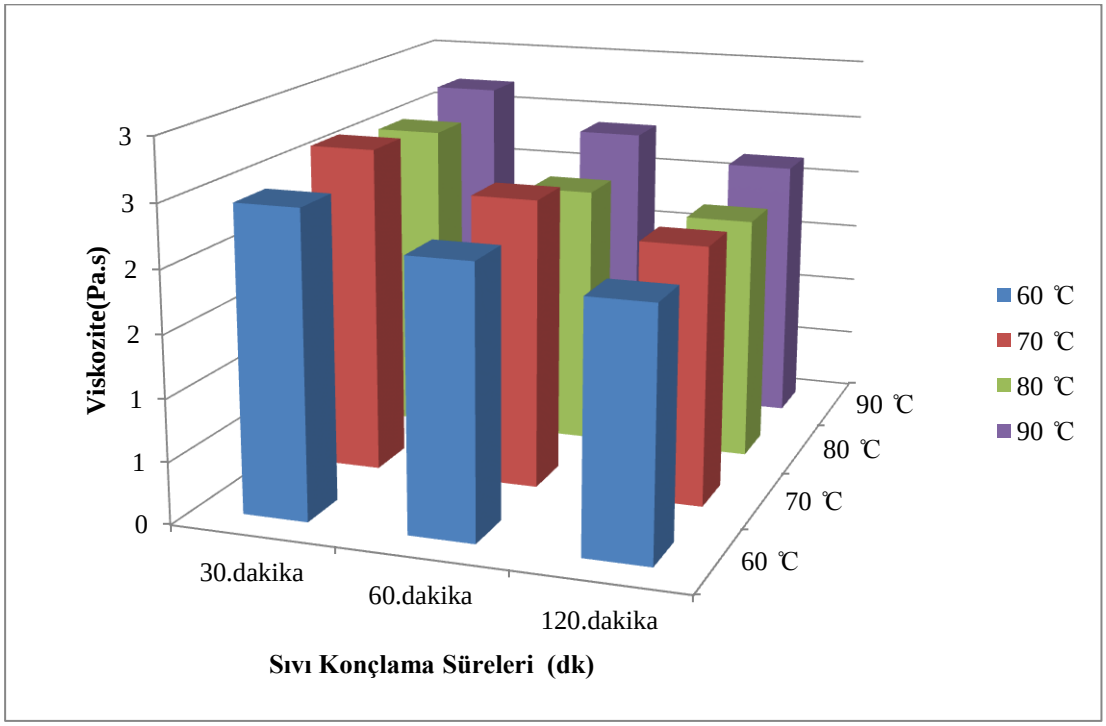
Şekil 4.7'de üretilen çikolataların Casson akma gerilimlerinin zamana göre değişimleri gösterilmektedir. Sürenin arttırılmasını takiben, 80°C'de üretilen bitter çikolatanın Casson akma geriliminde azalma görülmektedir. Ölçülen yüksek standart sapmanın nedeni, deney tekrarlarının farklı günlerde yapılmış olmasından kaynaklanmaktadır. Standart sapma Çizelgeleri ekler kısmında görülebilmektedir.

Deneylerin tekrarlanması süresince çikolatanın eritilmesi ve soğutulmasının konçlanmış çikolataların kimyasını etkilediği ve farklı akma gerilimleri elde ettikçe yüksek standart sapmaya neden olduğu sonucu çıkarılabilir. Bu aynı zamanda, 80°C'de üretilen bitter çikolatanın Casson akma geriliminde meydana gelen farklılığın da nedeni olmuştur.



Şekil 4.7 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrasında Casson akma gerilimleri (Konçlama süresi: 6 saat, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

Şekil 4.8'de farklı sıcaklıklarda üretilen bitter çikolataların zamana göre Casson viskozite değerlerinde meydana gelen değişimleri göstermektedir. Burada görülebileceği üzere, zamana göre bir azalma mevcuttur. 30 dakika konçlama sonrasında gitttikçe azalmakta ve 120 dakika konçlama sonrasında en düşük viskozite değerine ulaşmaktadır. Sıvı konçlamada, kitle kakao yağının da etkisiyle sıvılaşmaya başlar, kalan topaklanmalar parçalanır, tutulmuş olan hava salınır ve viskozite ile akma gerilimi değerleri önemli ölçüde azalır (Ziegleder, 2004).



Şekil 4.8 : Farklı sıcaklıklarda konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası zamana göre viskozite değerleri (Konçlama süresi: 6 saat, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

4.3.2 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerine kuru konçlama süresinin etkisi

Konçlama zamanının değişiminin bitter çikolata üzerindeki etkisinin analizi için, sırasıyla 4, 6 ve 12 saat olan üç farklı konçlama süreleri kullanılmıştır.

Çizelde 4.6'da kuru konçlama zamanlarının değişimi ve bu değişimler boyunca sabit kalan diğer parametreler görülmektedir.

Çizelge 4. 6 : Kuru konçlamanın değiştirilen süreleri ve sabit kalan parametreler

Sıcaklık	Süre	Hız	Dönme yönü
60°C→70°C	4saat 6saat 12saat	1200rpm	Karıştırma→Kesme

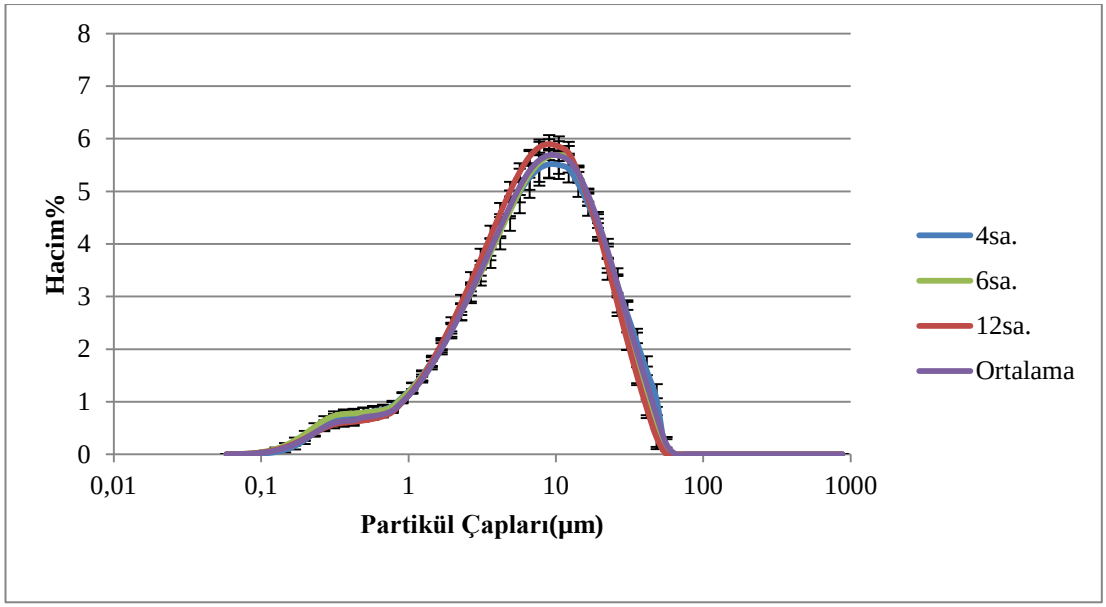
4.3.2.1 Partikül boyut dağılımı

Zamanın partikül boyut dağılımı üzerindeki etkisi 4, 6 ve 12 saat aynı rotasyon yönünde (karıştırma 2 saat- kayma 4 saat) 70°C'de 1200 rpm hızla konçlanan üç farklı çikolatanın karşılaştırılması ile incelenmiştir. Çizelge 4.7'de partikül boyut dağılımındaki farklılıkları gösterilmektedir.

Çizelge 4.7 : Farklı zamanlar kullanılarak kuru konçlama uygulanan bitter çikolataların partikül boyutları ve span değerleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

	$D_{10\%}$ (µm)	$D_{50\%}$ (µm)	$D_{90\%}$ (µm)	Span (-)
4saat	1,192 ± 0,138	6,95 ± 0,319	23,336 ± 1,472	3,189 ± 0,204
6saat	1,195 ± 0,146	7,055 ± 0,481	22,716 ± 2,482	3,044 ± 0,205
12saat	1,256 ± 0,161	6,548 ± 0,171	21,477 ± 1,477	3,087 ± 0,19

Partikül boyut dağılımı sonuçları arasındaki farklılıklar Şekil 4.9'da görülebilmektedir. Şekil 4.9'da görüldüğü üzere, 4, 6 ve 12 saat kuru konçlanan çikolatalar benzer partikül boyut dağılımı göstermektedirler. 12 saatlik D[v, 0.9] ölçümünün 21,477 µm den daha küçük bir çapa sahip olduğu Çizelge 4.7 den anlaşılmaktadır. Buradan hareketle diğerleriyle karşılaştırıldığında neredeyse aynı partikül boyutu dağılımına sahip olduğu görülebilmektedir.



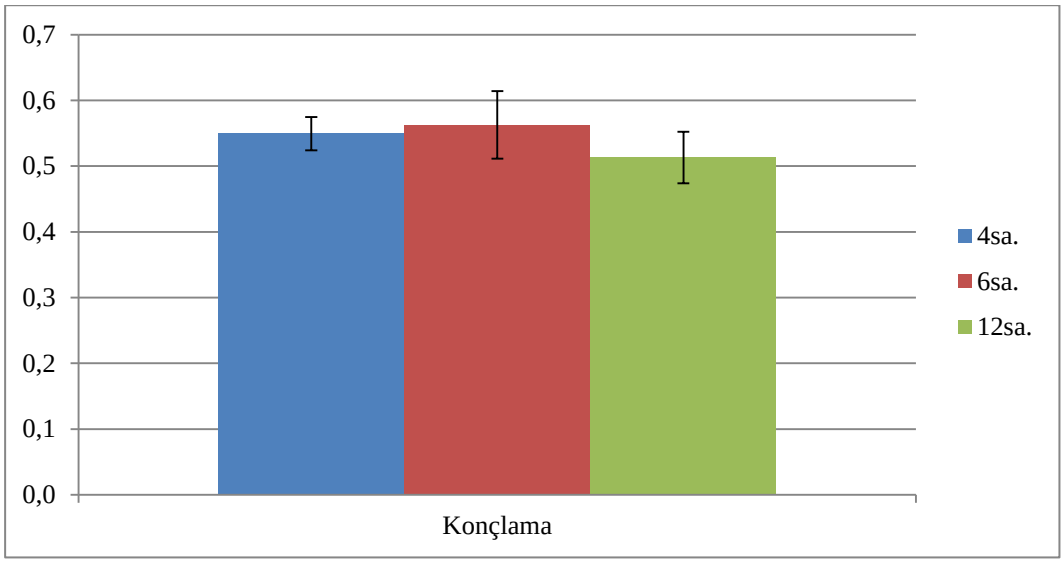
Şekil 4.9 : Farklı zamanlar kullanılarak konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrasında partikül boyut dağılımları (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

Konçlama süresi ve enerji girişi en büyük etkiyi duyusal özellikler üzerinde göstermektedir. Fakat bu etki oldukça kısa bir konçlama süresi için geçerli olmaktadır (Ziegleder 2004).

Kısa konçlama süresince yağın çikolata içindeki katı partikülleri örtmek için yeterli zamana sahip değildir. Bu yüzden, partikül boyut dağılımına konçlama zamanı tesir etmektedir. Her ne kadar konçlama zamanı çikolatanın fiziksel özelliklerini etkiliyorsa da, 4, 6 ve 12 saaatlik konçlamanın sonunda herhangi bir partikül boyut farkı görülmemektedir. Daha yüksek partikül boyutları 4 saatten az konçlama yapılması halinde beklenebilmektedir.

4.3.2.2 Nem içeriği

Bitter çikolatanın nem içeriği üzerine kuru koçlama süresince yapılan değişikliklerin etkisi Şekil 4.10'da görülebilmektedir. Konçlama, inceltme ve karıştırma sonrası alınan numuneler Karl Fischer titrasyon tekniği ile analiz edilmiştir.



Şekil 4.10 : Farklı zamanlar uygulanarak konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı:1200 rpm, karıştırma-kayma)

Şekil 4.10'dan görüldüğü üzere, 4, 6 ve 12 saat konçlanan bitter çikolataların nem içeriği değerleri kısmen benzer sonuçlar göstermiştir. Bu durum kuru konçlamada zamanın değişmesinin nem içeriğine etkisini net olarak ortaya koymaktadır.

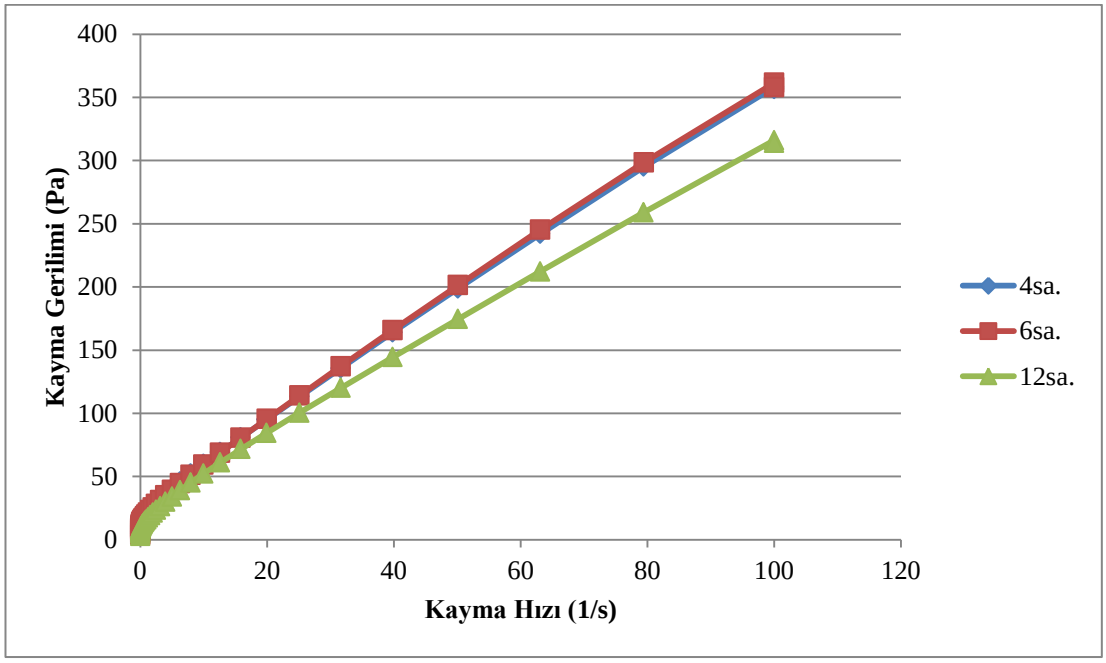
Konçlama sonrası, su içeriği %1.6'dan %0.5-0.8'e özellikle zaman ve sıcaklığın etkisiyle azalır (Gülbay, 2007; Afaokwa ve diğ., 2008a). Beklendiği üzere, konçlama sonrası 70°C'de 12 saat konçlanmış ürünün nem içeriği %0,51 değerine eşittir.

70°C'de 1200 rpm hızda 4 ve 6 saat boyunca konçlanan ürünlerde benzer nem içerikleri göstermişlerdir. Bu durumda, kuru konçlama sürelerinin değişiminin çikolataların nem içeriğinde belirgin bir farklılığa yol açmadığı saptanmıştır.

4.3.2.3 Reoloji

Konçalamanın süresinin, bitter çikolatanın reolojik davranışı üzerindeki etkileri Şekil 4.11'de görülebilmektedir.

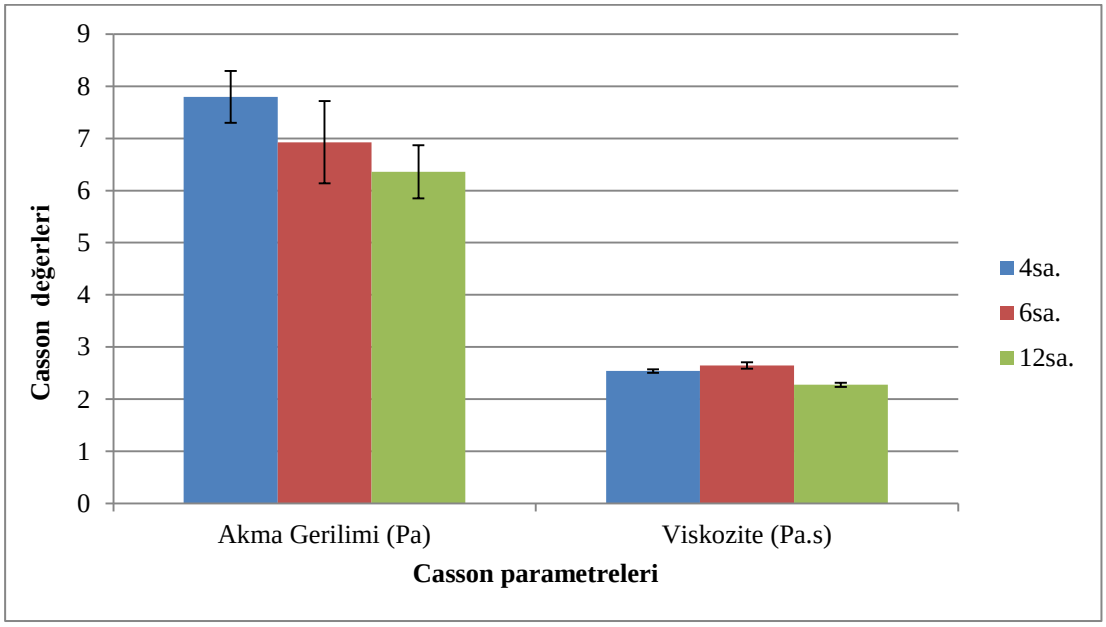
30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlamadan sonra alınan numunelerle yapılan analizler en düşük viskozitenin 12 saat konçlanan üründe olduğunu göstermiştir. 4 ve 6 saat konçlama süreleri arasındaki farklar 12 saatten daha az olmuştur. Sıvı konçlamanın başlamasından 60 ve 120 dakika sonra yapılan analizler de 4 saat konçlanan çikolatanın en yüksek ve 12 saat konçlanan ürünün en düşük viskoziteye sahip olduğu belirlenmiştir.



Şekil 4.11 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrasındaki akış davranışları (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

30 dakika sıvı konçlama sonrasındaki bitter çikolataların Casson değerleri Şekil 4.12 de görülebilmektedir. 4, 6 ve 12 saat konçlanmış ürünün, sıvı konçlamadan 30 dakika sonraki Casson değerleri, bu araştırmada ortaya çıkan partikül boyut dağılımı sonuçlarında herhangi bir fark olmadığını göstermektedir.

Ayrıca konçlama süresinin artması sonucu, Casson akma gerilimi ile orantılı olarak azalmaktadır. 4 ve 6 saat konçlanmış bitter çikolatanın aksine, 12 saat konçlanmış bitter çikolata viskozitesi değerinde belirgin bir fark görülebilmektedir.



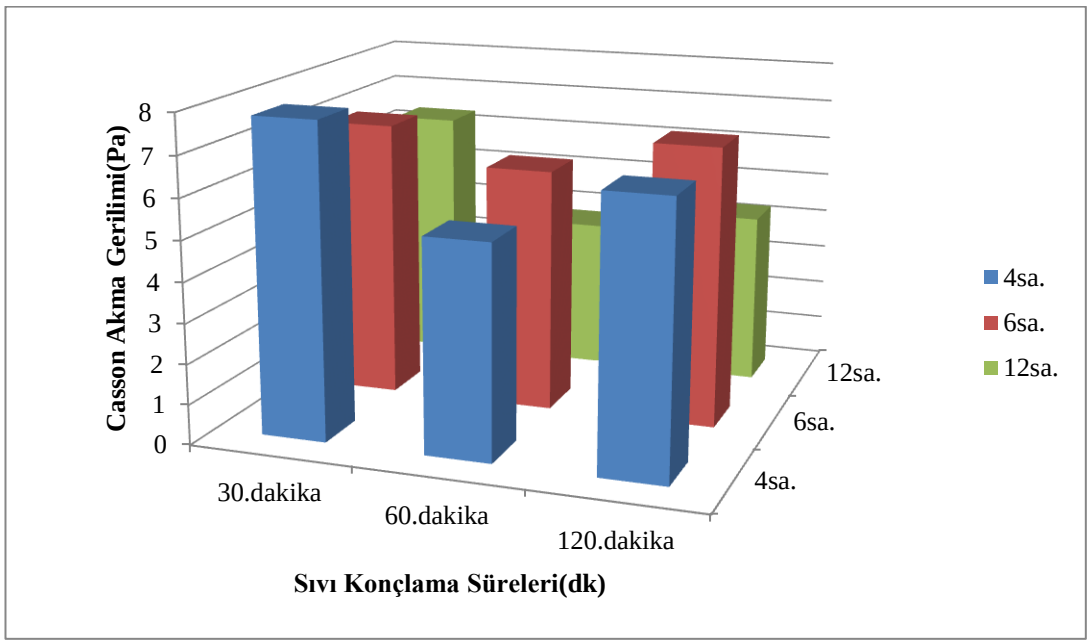
Şekil 4.12 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlama yapılan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrasındaki Casson değerleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200rpm, karıştırma-kesme)

4, 6 ve 12 saat boyunca kuru konçlama uygulanan bitter çikolataların sıvı konçlamadan 30, 60 ve 120 dakika sonra alınan örneklerin Casson akma gerilimlerinin zamana göre değişimleri Şekil 4.13'de görülmektedir. Partikül boyutlarının azalması, akma değerlerinde önemli azalmalara yol açmıştır. Düzgün ve en küçük partikül boyutu nedeniyle, 21 ve 76 saat gibi uzun konçlama süresine tabi numuneler önemli derecede kısa konçlama süresine tabi numunelerden daha iyi olduğu görülmüştür (Prawira, 2008).

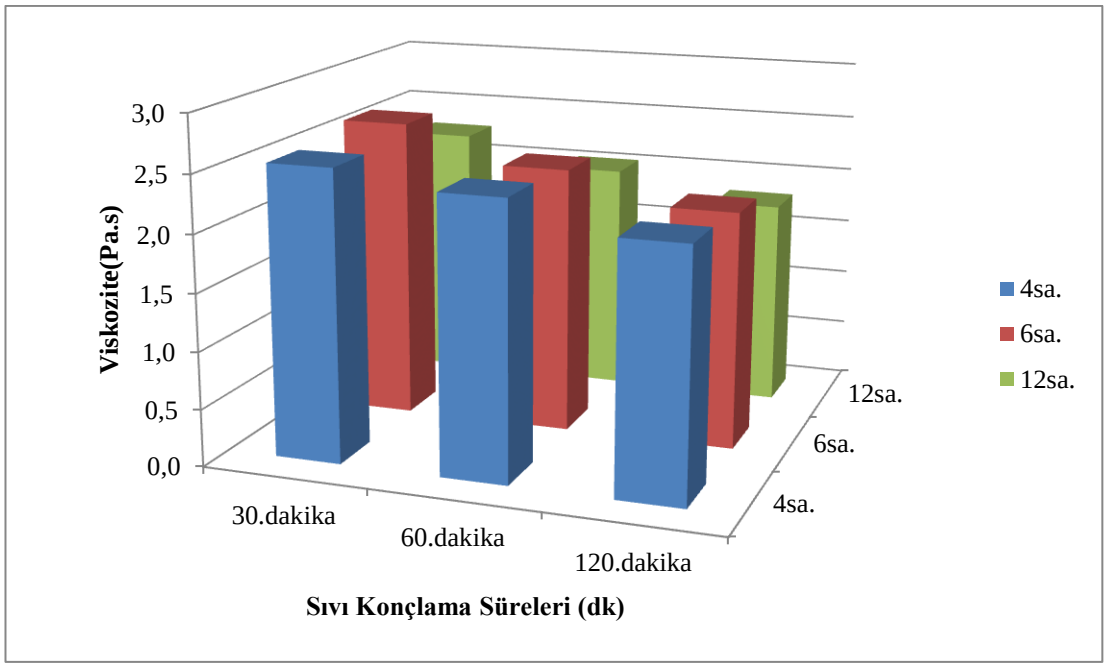
12 saat konçlanan çikolatada görüldüğü üzere uzun konçlama zamanı, akma gerilimi üzerinde açık bir etkiye sahiptir. Uzun konçlama süresinin etkisiyle, 12 saat konçlanan çikolata en düşük akma gerilimi değerine sahiptir. 4 ve 6 saat konçlanan çikolatalarda açık bir fark görülememektedir.

Şekil 4.14'de sıvı konçlamanın başlamasından 30, 60 ve 120 dakika sonra yapılan analizler en düşük viskozite değerine 12 saat konçlanan ürünün sahip olduğu, bunu sırasıyla 6 saat ve 4 saat konçlanan ürünlerin takip ettiği görülmektedir.

Konçlama süresindeki artış, kakao yağının etkisini arttırmaktadır. Bu yüzden, viskozitenin zamana bağlı olarak azalmakta olduğu saptanmıştır.



Şekil 4.13 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlama yapılan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlamadan sonra Casson akma gerilimi (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200rpm karıştırma-kesme)



Şekil 4.14 : Farklı zamanlar uygulanarak kuru konçlama yapılan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlamadan sonra viskozite değerleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

4.3.3 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerine kuru konçlamanın rotasyon hızının etkisi

Konçlamanın rotasyon hızı, bitter çikolata üzerindeki etkisini analiz etmek için 600rpm ve 1200rpm olarak değiştirilmiştir. Çizelge 4.8'de değiştirilen ve sabit kalan kuru konçlama parametreleri gösterilmektedir.

Çizelge 4. 8 : Kuru konçlamanın değiştirilen hızları ve sabit kalan parametreler

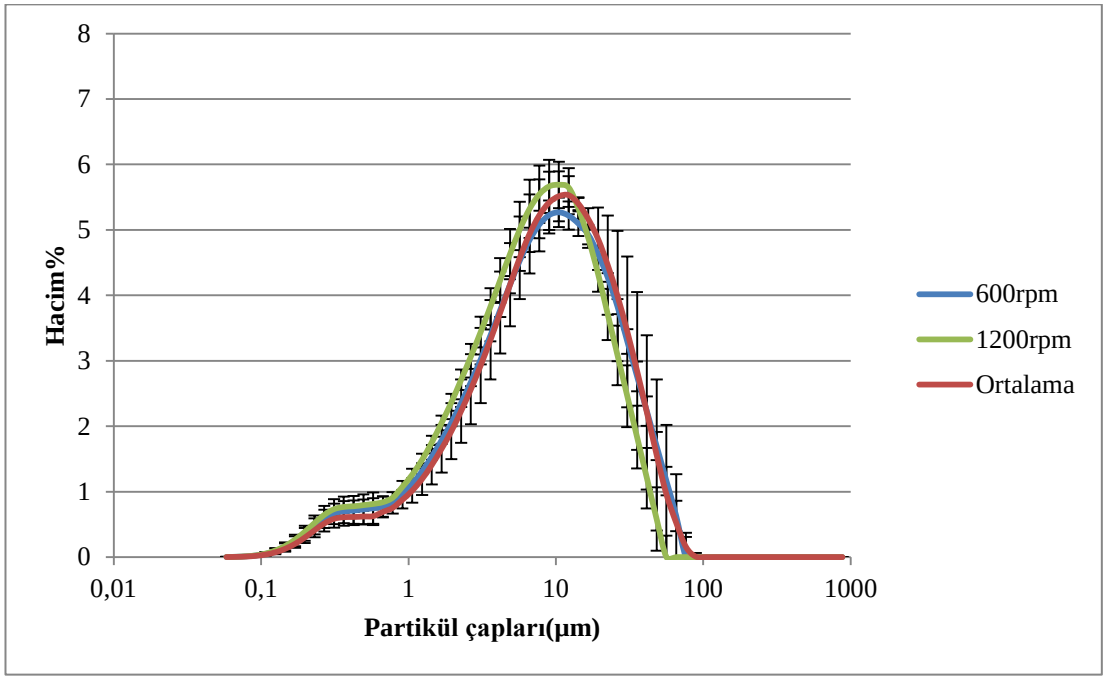
Sıcaklık	Süre	Hız	Dönme yönü
60°C→70°C	6saat	600rpm 1200rpm	Karıştırma→Kesme

4.3.3.1 Partikül boyut dağılımı

Konçlamanın rotasyon hızının, partikül boyut dağılımı üzerindeki etkisi 600 ve 1200 rpm hızında kuru konçlanmış bitter çikolataların karşılaştırılması ile incelenmiştir.

Şekil 4.15, farklı rotasyon hızında konçlanan bitter çikolataların partikül boyut dağılımını göstermektedir. Şekil 4.15'de yer alan partikül boyut dağılımı analizleri 600 rpm hızda kuru konçlanan bitter çikolatanın 1200 rpm hızla kuru konçlanan bitter çikolataya kıyasla daha büyük bir partikül boyut dağılımına sahip olduğunu göstermiştir. Yine Şekil 4.15'den görülebileceği üzere 1200 rpm hızda kuru konçlanan bitter çikolatanın daha küçük partikül boyutuna sahip olması yüzünden ağızda daha az kumlu hissi vereceği sonucuna varılabilmektedir.

Çizelge 4.9'da yer alan partikül boyut dağılımı sonuçları partikül boyut dağılımdaki varyasyonları göstermektedir.



Şekil 4.15 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrası partikül boyut dağılımları (Konçlama sıcaklığı: 70°C, süresi: 6 saat, karıştırma-kesme)

Çizelge 4.9'da yer alan D[v,0.9] ölçümü partiküllerin %90'ının 22,716 µm den daha küçük bir çapa sahip olduğunu göstermiştir. Ayrıca 600 rpm hızda kuru konçlanan bitter çikolatanın partiküllerinin %90'ının 26,275 µm den daha küçük bir çapa sahip olduğunu da göstermektedir. 1200 rpm'de konçlanan çikolatanın 600 rpm'de konçlanan çikolataya kıyasla daha ufak bir partikül boyut dağılımına sahip olduğu açıkça görülmektedir.

Çizelge 4. 9 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak üretilen bitter çikolataların partikül boyut dağılımı ve span değerleri

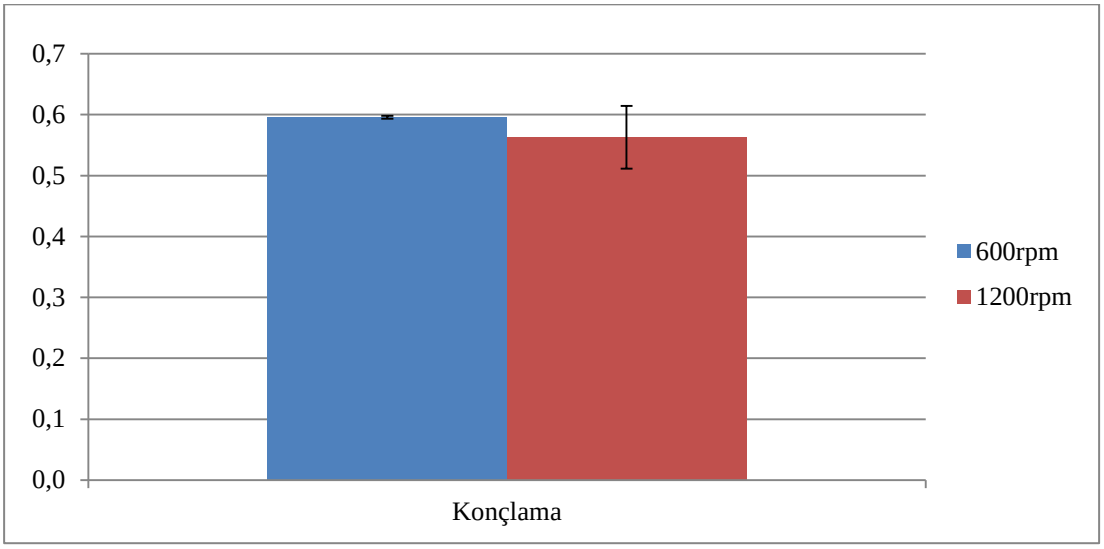
	$D_{10\%}$ (µm)	$D_{50\%}$ (µm)	$D_{90\%}$ (µm)	Span (-)
600rpm	1,251 ± 0,2	7,601 ± 0,385	26,275 ± 1,91	3,293 ± 0,206
1200rpm	1,195 ± 0,146	7,055 ± 0,481	22,716 ± 2,48	3,044 ± 0,205

600 rpm hızda bitter çikolatanın kuru konçlanması, 35 mikron limitini aşmamakta, bununla birlikte Şekil 4.15'e göre partikül boyutu üzerindeki açık etkisi görülebilmektedir.

4.3.3.2 Nem İçeriği

Kuru konçlamada meydana gelen rotasyon hız değişikliklerinin bitter çikolata üzerindeki fiziksel etkisini saptamak amacıyla nem ölçümleri Karl Fischer tekniği kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.16). Konçlama sonrası, beklenildiği üzere nem içeriği bitter çikolatalarda %0.6 ila %0.8 oranında azaltılmaktadır.

Şekil 4.16'dan görüldüğü üzere, (70°C) aynı konçlama sıcaklığında aynı sürede (6 saat) ve aynı rotasyon yönleri (karıştırma 2 saat- kesme 4 saat) kullanılarak üretilen iki çikolata, değişen rotasyon hızları nem içeriğinde herhangi bir farklılığa yol açmamaktadır. Bu nedenle, 600 ve 1200 rpm hızda konçlanan bitter çikolatalar benzer nem içeriği değerlerine sahiptirler.

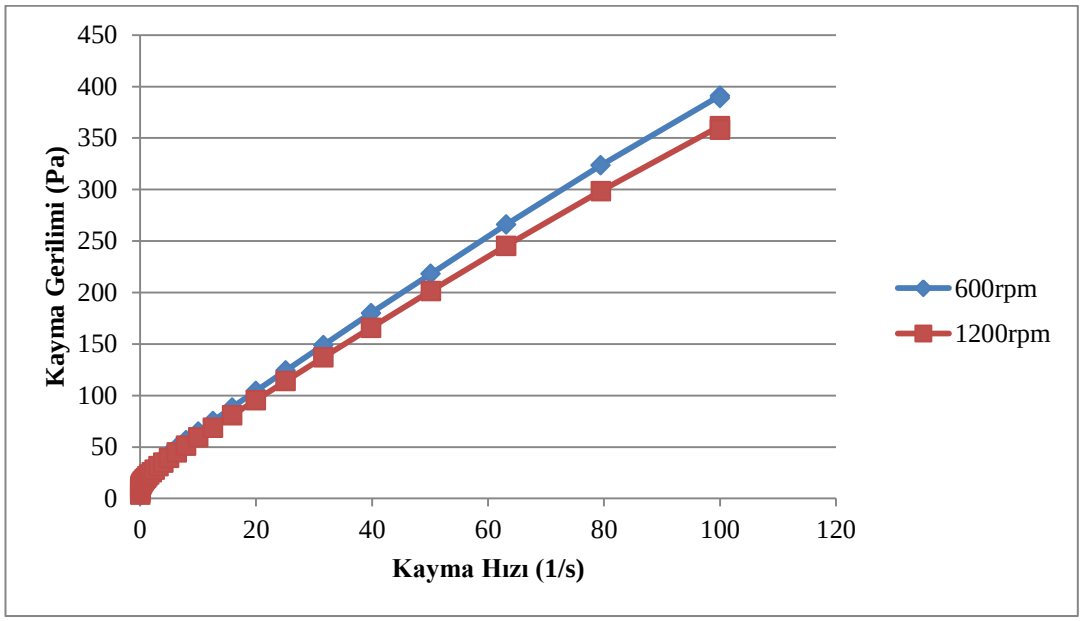


Şekil 4.16 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, süresi: 6 saat, karıştırma-kesme)

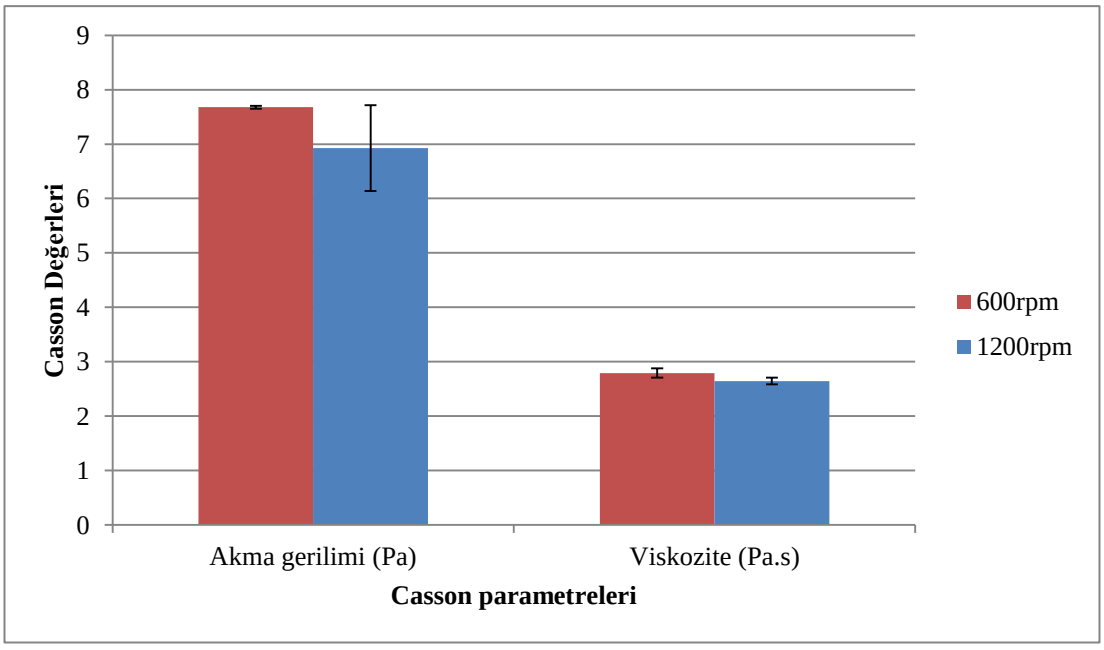
4.3.3.3 Reoloji

Reolojik davranışların etkisini saptamak amacıyla, AR 2000 ve AR 2000ex reometresi kullanılarak 600 ve 1200 rpm hızda üretilen bitter çikolataların sıvı konçlama başladıktan 30, 60 ve 120 dakika sonra alınan numunelerinin analizleri yapılmıştır. 30 dakika sıvı konçlama sonrası yapılan analizlerde tüm reoloji analizleri sonuçları söz konusu olan değişimlerin iki bitter çikolata arasında belirgin farklılıklar yarattığını göstermektedir (Şekil 4.17). Şekil 4.17'de seçilen hızların bitter çikolatanın reolojik özelliklerine etkisini göstermektedir. 600 rpm hızının kullanılması ile viskozitede büyük azalmalar görülmüştür. 600 rpm ile 1200 rpm arasında önemli reolojik davranış farklılığı gözlemlenmiştir.

Casson değerleri Şekil 4.18'de gösterilmiştir. Viskozitede iki çikolata için önemli farklılıklar saptanmıştır. Ayrıca, 1200 rpm hızda kuru koçlanan bitter çikolatada 30 dakika sıvı konçlama sonrasında düşük viskozite değerleri görülmüştür.



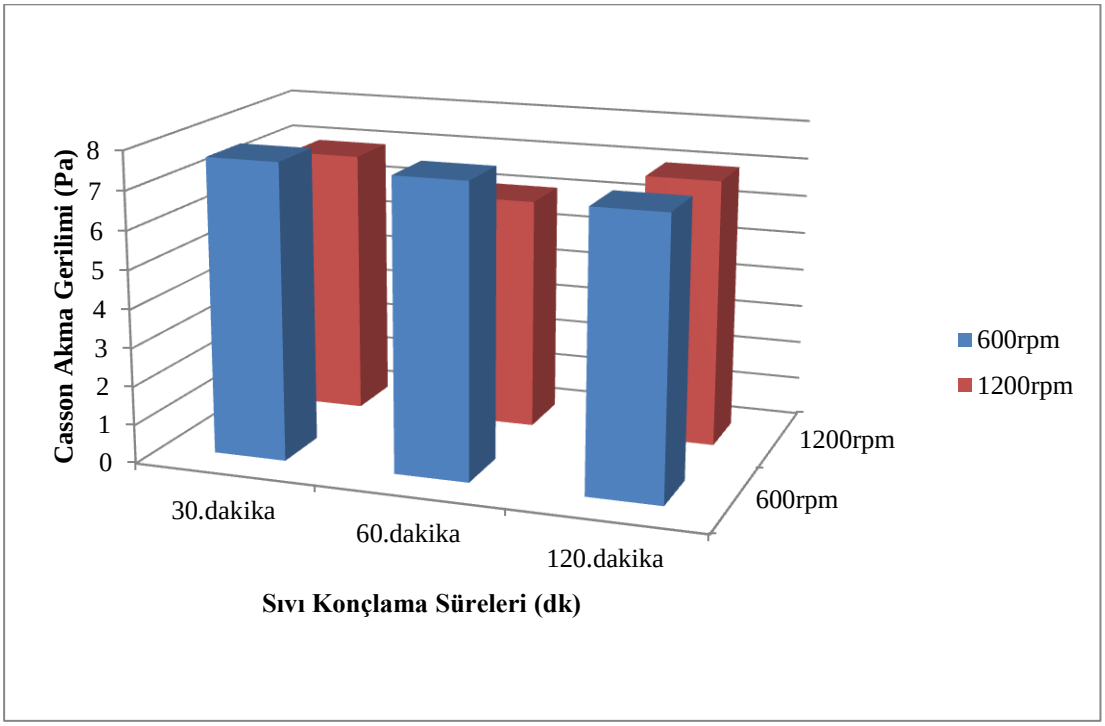
Şekil 4.17 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası akış davranışları (Konçlama sıcaklığı: 70°C, süresi: 6 saat, karıştırma-kesme)



Şekil 4.18 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, süresi: 6 saat, karıştırma-kesme)

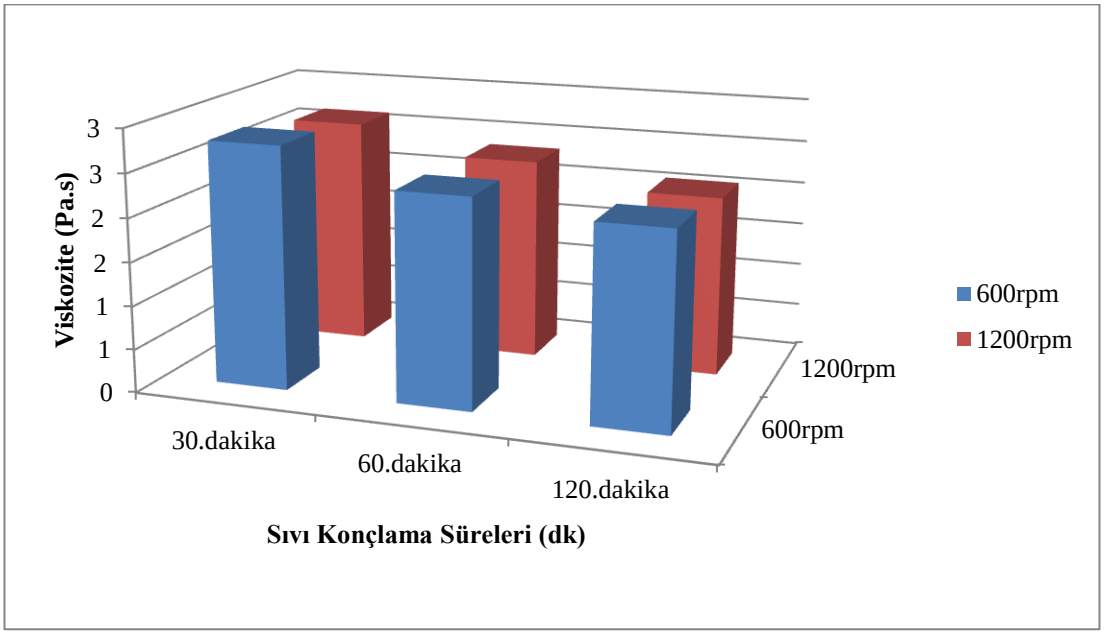
Bilindiği üzere, partikül boyut dağılımı, çikolata reolojisi üzerinde etkilere sahiptir. Bunun gereği olarak, ortalama partikül boyut akma gerilimini etkilemektedir.

Çizelge 4.19'da görüldüğü üzere, konçlama sonrası partikül boyutları arttığında, bu durum akma gerilimi değerlerinde önemli bir artışa sebep olmuştur. 600 rpm de kuru konçlanan bitter çikolata 1200 rpm de kuru konçlanan bitter çikolataya kıyasla daha kumlu ve kaba bir kimyaya sahip olacaktır. 600 rpm hızda konçlanan bitter çikolatanın akma gerilimi partikül boyut dağılımı tarafından etkilendiği düşünülmüştür. Süreye bağlı azalma Şekil 4.19'da gösterilmektedir. Üstelik her ne kadar sonuçlar arasında büyük farklılıklar olmasa da, 1200 rpm hızda konçlanan bitter çikolata daha az akma gerilmine sahiptir.



Şekil 4.19 : Farklı rotasyon hızları kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson akma gerilimleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, süresi: 6 saat, karıştırma-kesme)

Farklı rotasyon hızlarında konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrasında alınan örneklerinden analiz edilen Casson viskozite değerleri Şekil 4.20'de gösterilmiştir.



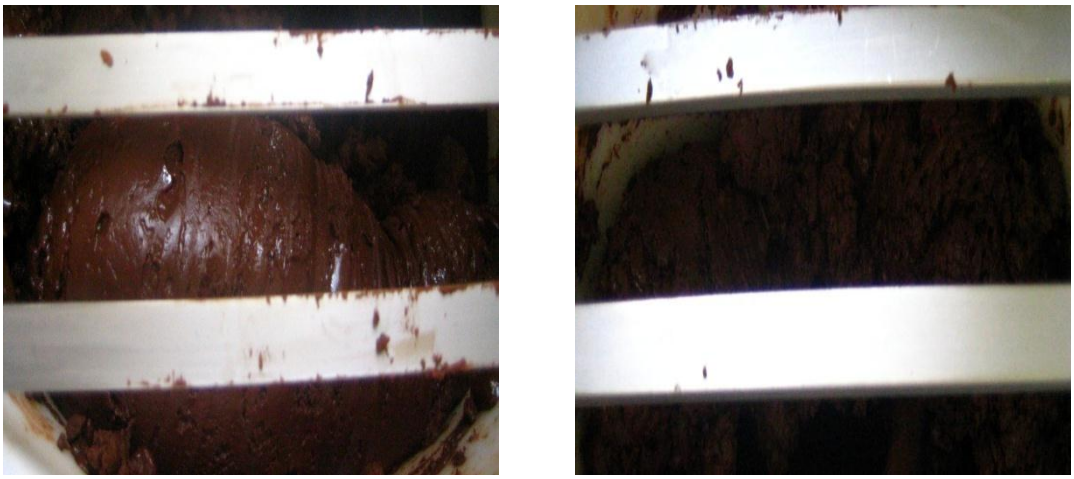
Şekil 4.20 : Farklı rotasyon hızlarında konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlamadan sonra Casson viskozite değerleri (Konçlama sıcaklığı:70°C, süresi: 6 saat, karıştırma-kesme)

Buna göre, Casson viskozitesi düzenli bir azalma gösterirken, 1200 rpm hızda kuru konçlanan bitter çikolata ise en az viskoziteye sahip olmaktadır.

4.3.3 Bitter çikolataların fizikokimyasal nitelikleri üzerinde kuru konçlamanın rotasyon yönünün etkisi

Kuru konçlamanın rotasyon yönündeki değişikliklerin bitter çikolatanın üzerindeki etkileri bu bölümde incelenmiştir. Kuru konçlama sırasında numunelerin görünümü Şekil 4.21'de yer alan fotoğraflar ile görülebilmektedir.

Çizelge 4.10'da görüldüğü üzere, kuru konçlamanın rotasyon yönü önce 2saat karıştırma-4saat kesme olarak, sonrasında da 4saat kesme-2saat karıştırma olarak değiştirilmiştir.



(a) (b)

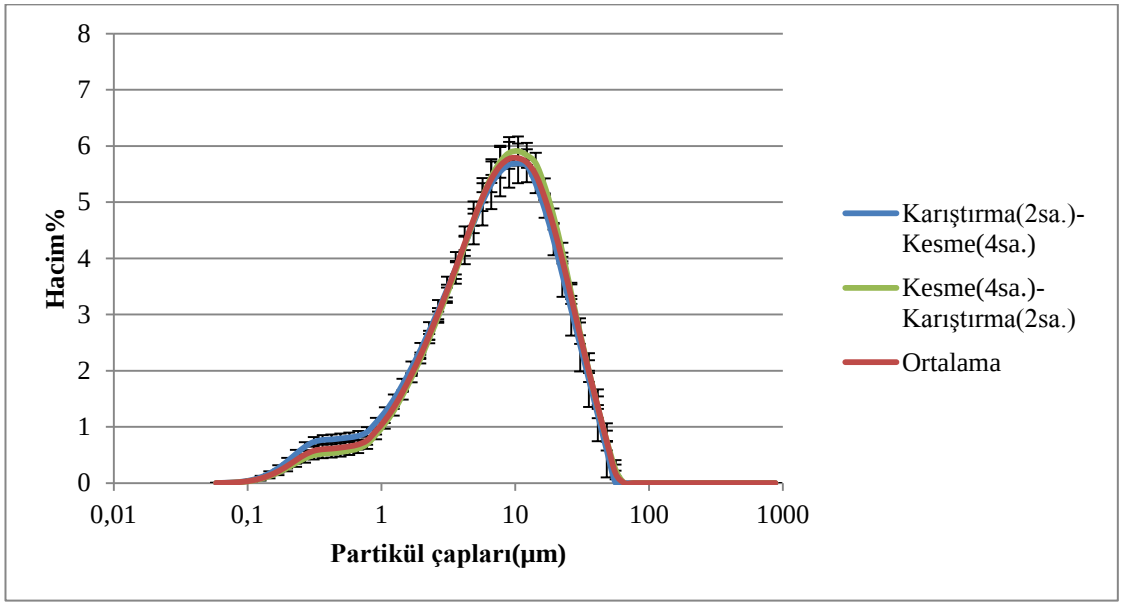
Şekil 4.21 : Numunelerin fotoğrafları a) Kesme aşaması, kuru konçlamanın 103.dakikası (4saat Kesme-2saat Karıştırma) b) Karıştırma aşaması, kuru konçlamanın 103. dakikası (Konçlama sıcaklığı:70°C, hız:1200 rpm, karıştırma 2saat –kesme 4saat)

Çizelge 4. 10 : Kuru konçlamanın değiştirilen yönleri ve sabit kalan parametreler

Sıcaklık	Süre	Hız	Dönme Yönü
60°C→70°C	6saat	1200rpm	Karıştırma→Kesme Kesme→ Karıştırma

4.3.4.1 Partikül boyut dağılımı

Farklı dönme yönleri sırası kullanılarak üretilen çikolataların partikül boyut dağılımları Şekil 4.22'de gösterilmiştir. Bu iki çikolatadan biri kuru konçlamanın 2saat karıştırma- 4saat kesme işlem sırasını takip ederek üretilirken diğeri bu sıranın aksi izlenerek üretilmiştir.



Şekil 4.22 : Farklı rotasyon yönleri kullanarak konçlanan bitter çikolataların sıvı konçlama sonrası partikül boyut dağılımları (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hız: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

Şekil 4.22'den görülen partikül boyut dağılım grafiğinde partikül boyutlarının arasında fark saptanmamıştır. Çizelge 4.11'de görülebileceği üzere, ilk olarak iki saat karıştırma ve sonra 4 saat kesme ile ilk olarak 4 saat kesme sonrasında 2 saat karıştırma yapılan partiküllerin %90'ının ölçümlerinin sonucu ortaya çıkan değerler benzer olduğu gibi 22 µm'dan daha küçük bir çapa sahiptir.

Çizelge 4. 11 : Farklı rotasyon yönleri kullanılarak konçlanan bitter çikolataların partikül boyutları ve span değeri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200 rpm, süresi: 6 saat)

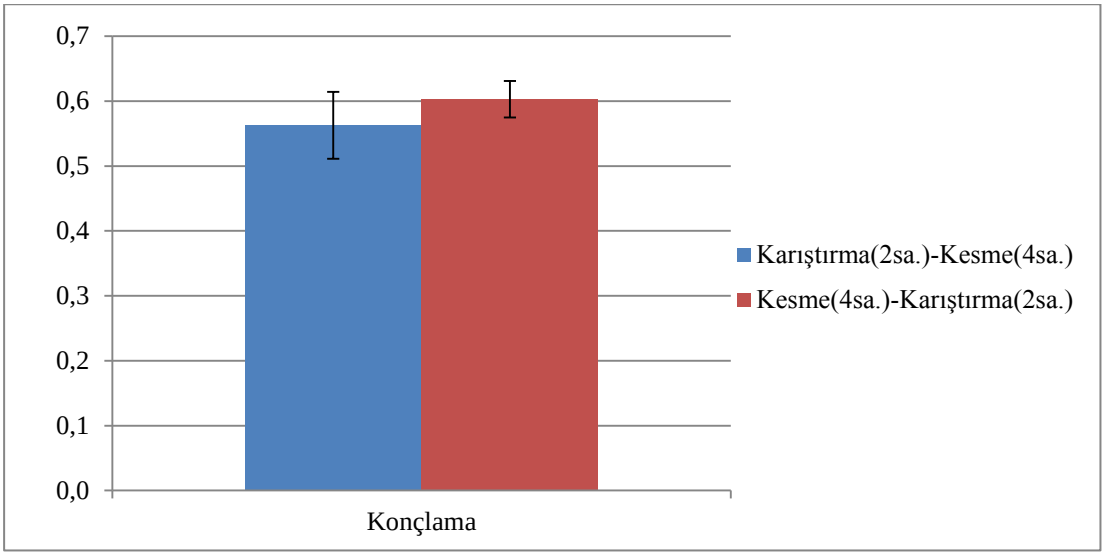
	$D_{10\%}$ (µm)	$D_{50\%}$ (µm)	$D_{90\%}$ (µm)	Span (-)
Karıştırma-Kesme	1,195 ± 0,146	7,055 ± 0,481	22,716 ± 2,482	3,044 ± 0,205
Kesme-Karıştırma	1,378 ± 0,14	7,054 ± 0,147	22,607 ± 1,012	3,01 ± 0,163

4.3.4.2 Nem içeriği

Farklı yönlerde kuru konçlama uygulanan ürünlerin nem içerikleri analizleri Şekil 4.23'de gösterilmiştir. Konçlanan ürünlerin nem içeriği analizleri Şekil 4.23'den anlaşılabileceği üzere, rotasyon yönünde meydana gelen değişiklik ürünlerin nem

içeriği üzerinde önemli bir etkiye sahip değildir. İlk önce karıştırma işlemi uygulanan ürünün nem içeriği 0,56±0,05 olurken, diğeri için bulunan değer 0,60±0,02 dir.

Rotasyon yönünün değişmesinin nem içeriği üzerinde herhangi bir etkisi yoktur. Bu durumun kuru konçlama boyunca mevcut olan sabit sıcaklık (70°C) ve sabit konçlama süresinden (6 saat) kaynaklandığı düşünülebilir.

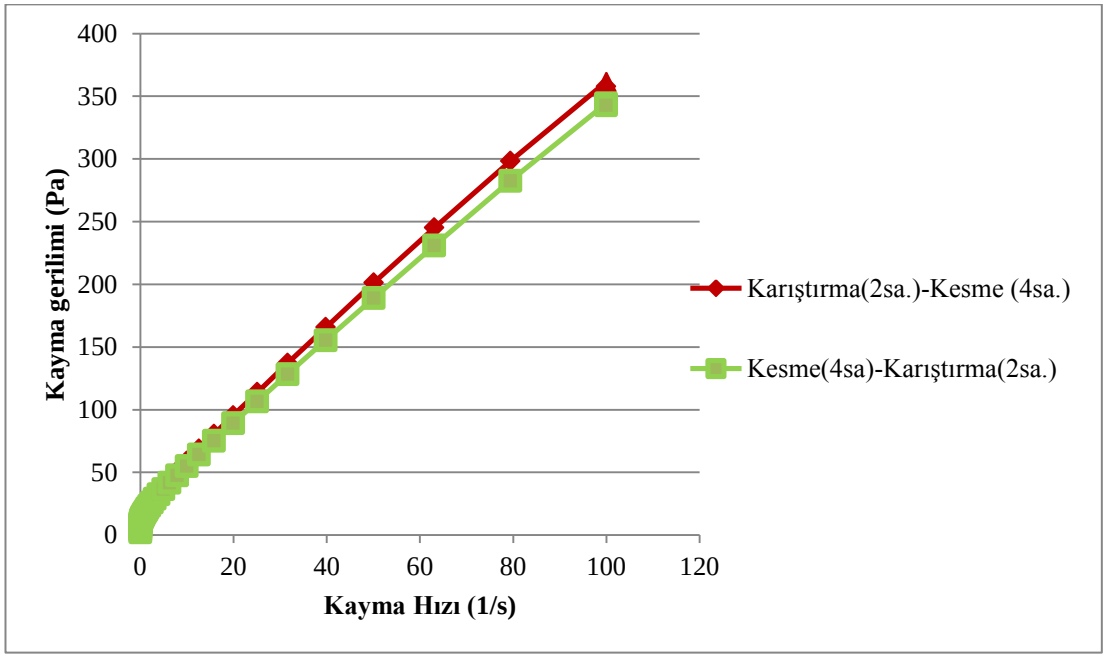


Şekil 4.23 : Farklı rotasyon yönleri kullanılarak konçlanan bitter çikolataların nem içerikleri (Konçlama sıcaklığı: 70˚C, hızı: 1200rpm, süresi: 6 saat)

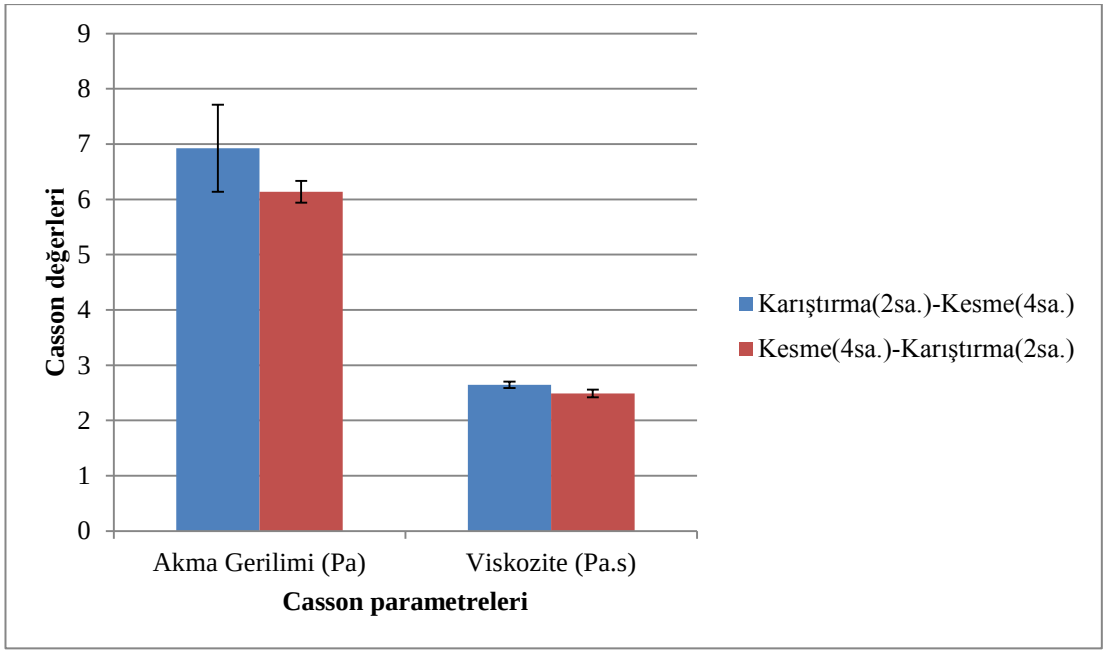
4.3.4.3 Reoloji

Farklı yönler kullanılarak konçlanan (M-S ve S-M) ürünler AR 2000 ve AR 2000ex reometresi kullanılarak analiz edilmiştir. Kuru konçlamanın değiştirilmiş rotasyon yönlerindeki akış davranışlarının grafiği Şekil 4.24'de görülmektedir. Şekil 4.24'e göre, önce 4 saat kesme sonra 2 saat karıştırma işlemine tabi tutulmuş ürün ile önce 2 saat karıştırma sonra 4 saat kesme işlemine tabi tutulmuş ürün karşılaştırıldığında benzer reolojiye sahip oldukları anlaşılmaktadır.

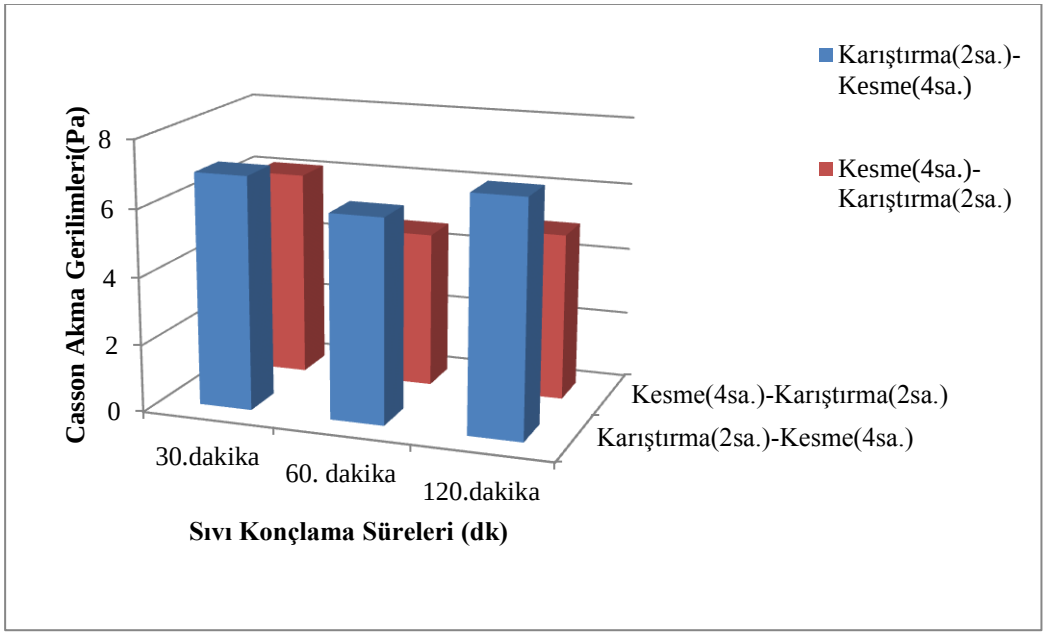
Casson değerleri, 30 dakika sıvı konçlama sonrasında alınan örneklerden iki ürünün Casson viskozitesi ve akma gerilimlerinin tam olarak aynı olmadığını Şekil 4.25 de göstermektedir. Zamana bağlı Casson akma gerilimi ve viskozite değerleri (30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası alınan örneklerde) Şekil 4.26 ve Şekil 4.27'de görülebilmektedir.



Şekil 4.24 : Farklı rotasyon yönleri kullanılarak konçlanan bitter çikolatanın 30 dakika sıvı konçlama sonrası akış davranışı (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200rpm, 6saat)



Şekil 4.25 : Farklı rotasyon yönleri kullanılarak konçlanan bitter çikolataların 30 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200rpm, 6saat)

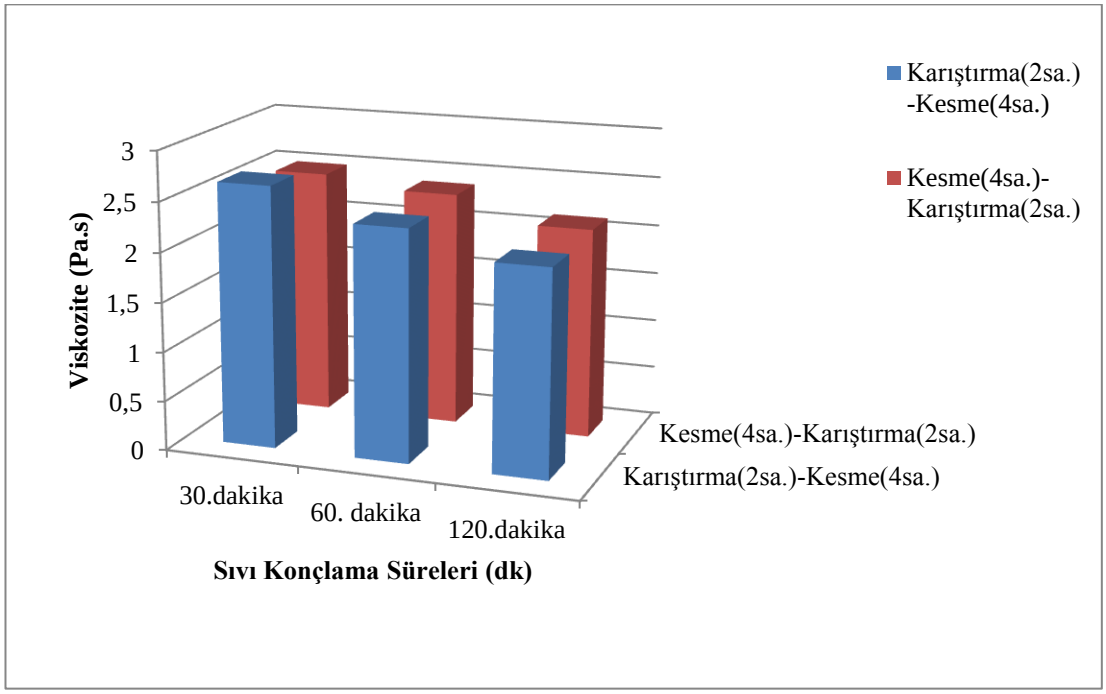


Şekil 4.26 : Farklı rotasyon yönlerinde konçlanan bitter çikolatanın 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson akma gerilimleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200 rpm, 6 saat)

Sırasıyla 2 saat karıştırma ve 4 saat kesme işlemine tabi tutulan konçlanmış ürünün Casson değerleri bu ürünlerin partikül boyutu ile doğru orantılı bir ilişki göstermiştir.

Şekil 4.22'de görüldüğü üzere, iki ürün için konçlama sonrası partikül boyutları birbirleriyle çok benzer sonuçlar göstermiştir. Fakat önce 4 saat kesme sonra 2 saat karıştırma işlemine tabi tutulan konçlanmış ürünün Şekil 4.26'da görüleceği üzere özellikle 60 ve 120 dakika sonrası akma gerilimleri önemli azalma göstermiştir.

Şekil 4.27'de farklı rotasyon yönlerinde konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrasında alınan örneklerinden analiz edilen Casson viskoziteleri görülmektedir. Şekil 4.27'den görülebileceği üzere, farklı rotasyon yönünde konçlanan bitter çikolataların Casson viskozitesi orantılı bir ilişki göstermiştir. Bu nedenle, farklı rotasyon yönünde konçlanan bitter çikolataların akış davranışları bitter çikolataların viskozitesi üzerinde aynı etkiyi göstermektedir. Ayrıca nem içeriği ile partikül boyutu arasında bir fark görülememekte, rotasyon yönü değişiminde görülen farkın nedeni tam olarak açıklanamamaktadır.



Şekil 4.27 : Farklı rotasyon yönlerinde konçlanan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlamadan sonra, viskozite değerleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hızı: 1200rpm, 6saat)

4.4 Temperlenen Ürünün Nitelikleri

4.4.1 Tempereğrisi

Temperleme çikolata üretiminin önemli bir evresidir. Temperleme boyunca meydana gelen fiziksel süreçleri anlamak sürecin kendisini anlamanın temelidir. İyi temperlenmiş bir bitter çikolata iyi bir parlaklığa ve uzun raf ömrüne sahiptir.

Tempermetreden okunan temper indeksi, eğim ve CTU değerleri temperlemenin niteliğinin değerlendirilmesi için gösterilmiştir. Çikolatalar için uygun değerler sağlandıktan sonra (eğim: 0-1, CTU>23°C, temper indeks: 4-5) kalıplanmıştır. Ekler kısmında (Şekil B.1) tempereğrisi üzerinde CTU, TI ve eğim değerleri daha detaylı şekilde görülebilmektedir.

Aynı temperleme şartları sağlanarak tempereğrisi değerleri incelenen, değiştirilmiş konçlama parametreleri ile üretilen tüm bitter çikolataların benzer indeks, CTU ve eğim değerlerine sahip olduğu Çizelge 4.12'de görülmektedir.

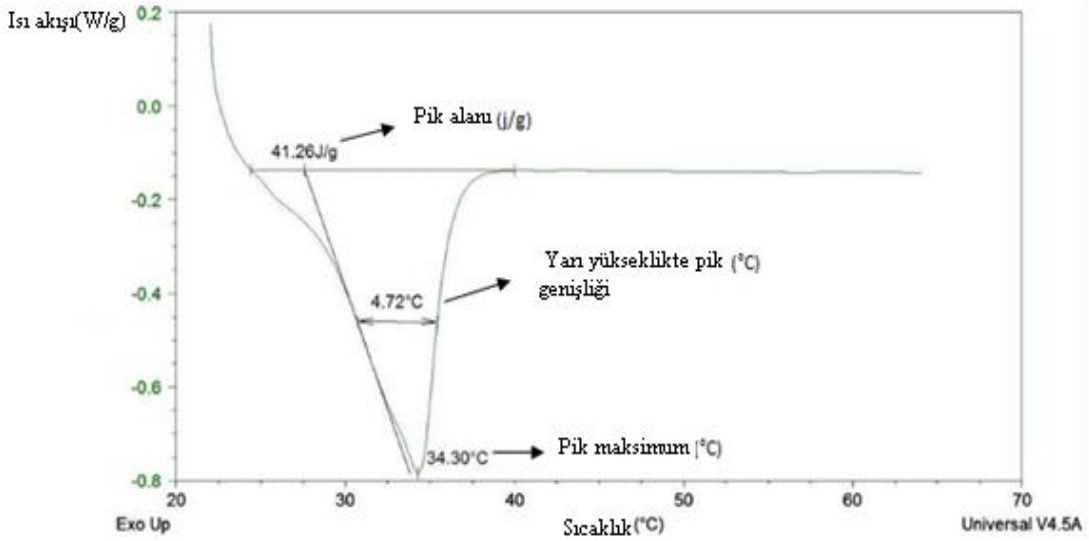
Çizelge 4. 12 : Bitter çikolataların temper indeks, eğim ve CTU değerleri

Sabit parametreler	6saat/ 1200rpm/M-S				70°C/ 1200rpm/M-S			70°C/ 6saat/M-S		70°C/6saat/ 1200rpm	
Değiştirilen parametreler	60°C	70°C	80°C	90°C	4saat	6saat	12saat	600rpm	1200rpm	S-M	M-S
Eğim	0,16	0,14	0,1	0,09	0	0,14	0,07	0,17	0,14	0,18	0,14
CTU(°C)	23,7	23,7	23,7	23,6	24,3	23,7	23,9	23,5	23,7	23,8	23,7
TI	4,3	4,4	4,6	4,6	5	4,4	4,7	4,3	4,4	4,2	4,4

Çizelge 4.12'nin gösterdiği üzere, bu sonuçlar birbirine oldukça yakın ve dolayısıyla temperleme; farklı sıcaklık, zaman, rotasyon hızı ve yönünde üretilen çikolatalar arasında önemli bir fark doğurmamaktadır.

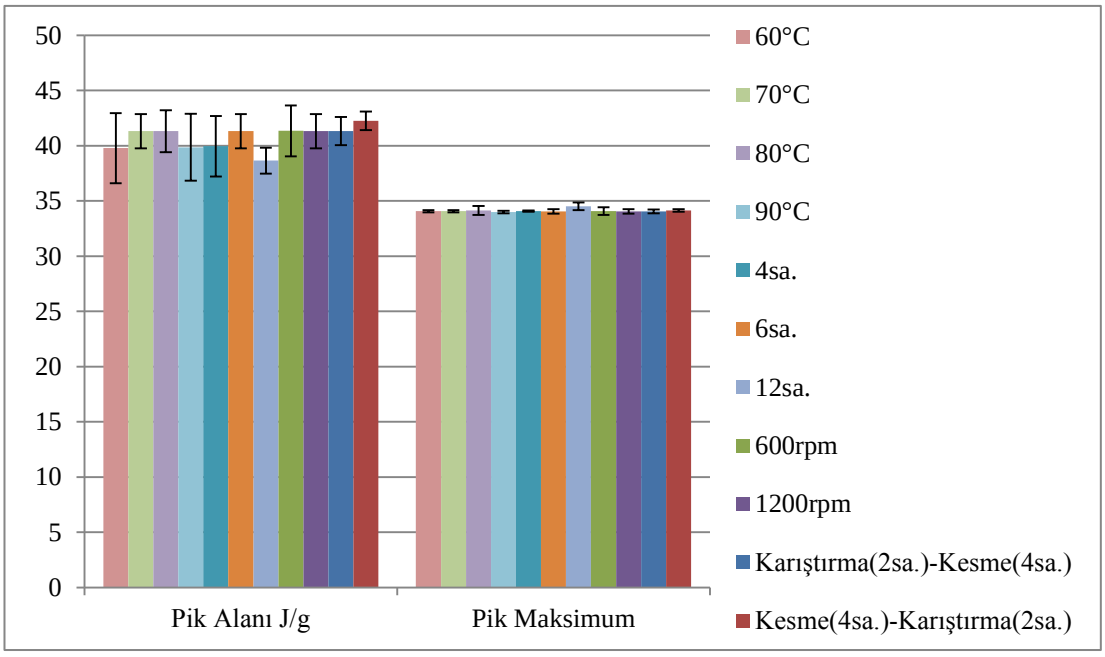
4.4.2 Diferansiyel taramalı kalorimetre

Temperlemenin doğru olarak yerine getirilip getirilemediğini anlamak maksadıyla renk, tekstür ve DTK analizleri yapılmıştır. DTK analizleri temperlemeden 1 gün ve 7 gün sonra yapılarak çikolataların iyi temperlenip temperlenmediği kontrol edilmiştir. Şekil 4.28'de bitter çikolatanın erime profillerine örnek olarak, yapılan DTK analizlerinden örnek bir grafik ve Şekil 4.29'da farklı zaman, sıcaklık, rotasyon hızı ve yönünde kuru konçlanan bitter çikolataların pik alanları ve pik maksimum değerleri gösterilmektedir. Erime eğrilerinin genellikle aynı formda olduğu Şekil 4.29'da görülmektedir.

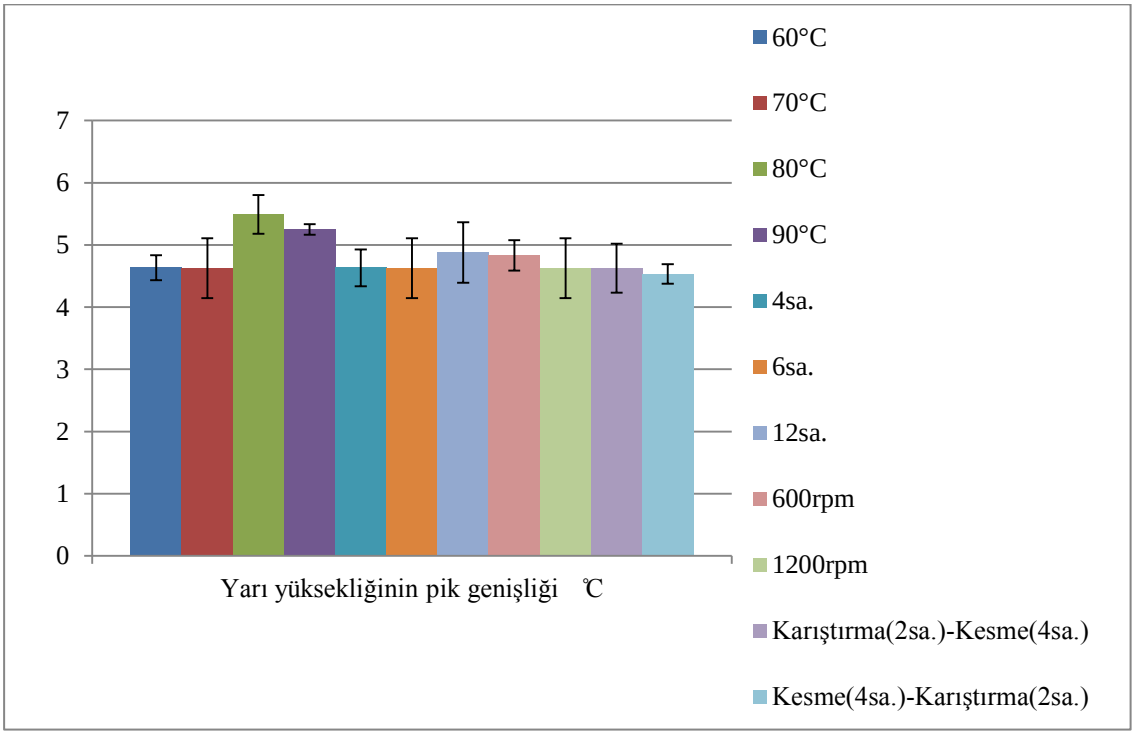


Şekil 4.28 : Bitter çikolatanın erime profili örneği (Numune için kuru konçlama şartları: sıcaklık:70°C, süre: 6 saat, hız:1200 rpm, 4 saat kesme-2 saat karıştırma)

Temper eğrisi değerlerinden görüldüğü üzere; bu çikolatalar iyi temperlenmiş (well-tempered) çikolatalardır. Ayrıca diğer analizler gibi DTK analizi de bu durumu doğrulamaktadır.



(a)



(b)

Şekil 4.29 : (a) Farklı kuru konçlama işlemleri uygulanmış bitter çikolataların pik alanı ve pik maksimumu (b) yarı yüksekliğinin pik genişliği (Stabil konçlama şartları; sıcaklık: 70°C, süre: 6 saat, hız: 1200 rpm, karıştırma-kesme)

4.4.3 Sertlik ölçümleri

Temperlemeden 7 gün sonra, temperlemenin kontrolü amacıyla tekstür analiz cihazı kullanılarak gerçekleştirilen sertlik ölçümü ile bu araştırmanın makro yapı analizi sonuçları belirlenmiştir.

Çizelge 4.13 ile farklı konçlama koşullarında konçlanan bitter çikolatanın maksimum yükleri görülebilmektedir. Çizelge 4.13'e göre, bitter çikolatalar oldukça benzer maksimum yük değerlerine sahiptirler.

Çizelge 4. 13 : Farklı konçlama şartları kullanılarak üretilmiş bitter çikolataların tekstür analizleri

Değiştirilmiş parametreler	Maksimum yükleme
60°C	38,4 ± 6,45
70°C	43,2 ± 5,98
80°C	38,7 ± 3,6
90°C	40,1 ± 5,13
4saat	35,5 ± 3,16
6saat	43,2 ± 5,98
12saat	42,4 ± 5,99
600rpm	38,7 ± 4,36
1200rpm	43,2 ± 5,98
M-S	43,2 ± 5,98
M-S	37,3 ± 3,54

M: Karıştırma, S: Kesme

Farklı konçlama şartları kullanılarak üretilen bitter çikolataların tekstür analizlerinde benzer sonuçlar alınmasında, partikül boyut dağılımı analizi ile viskozite sonucunda belirgin farklılıklar elde edilememesinin bir 'faktör' olduğu yargısına varılmaktadır.

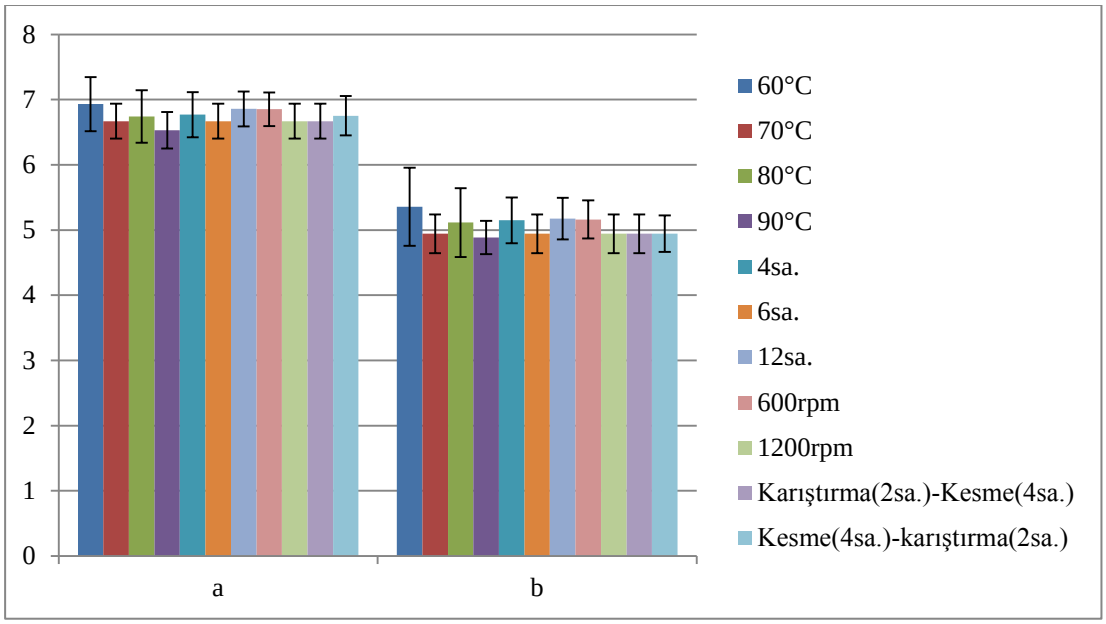
Farklı sürelerde konçlanan bitter çikolatanın maksimum yükleri çizelgede görülebilmektedir. 4, 6 ve 12 saat konçlanan bitter çikolataların maksimum yükleri birbirine yakın değerlerdedir. Fakat 4 saat konçlanmış olan bitter çikolata daha düşük (tüm çikolatalar içinde) sertlikte olduğu görülmüştür.

Çikolatanın konçlama süresinin artması esnekliği arttırdığı için az konçlanmış olan (4 saat) bitter çikolatanın sertliğinin de aynı doğrultuda düşük olması beklenmektedir. Bu durum 4 saat konçlanmış çikolatanın diğerlerine oranla yeterli esnekliğe sahip olmadığını desteklemekte ve temperleme işleminden kaynaklı bir farklılık olmadığı; farklı hızlarda ve yönlerde konçlanan çikolatalarda sertlik analizi sonuçları bu çikolataların benzer sertlik değerlerine sahip olduğunu göstermiş ve yapılan temperleme işleminden kaynaklı bir farklılık olmadığını doğrulamıştır.

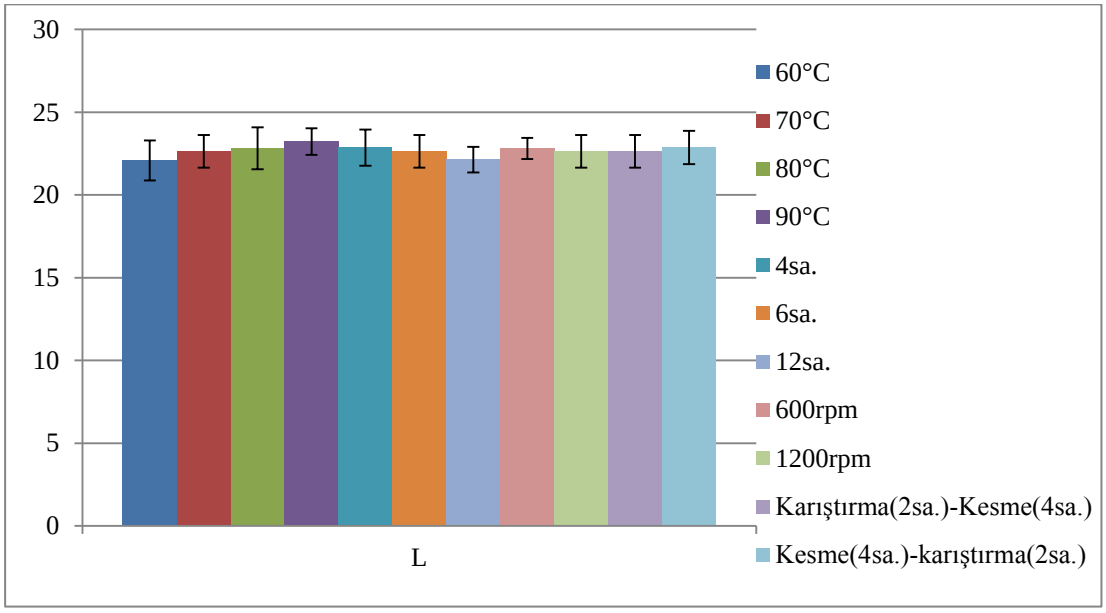
4.4.4 Renk ölçümü

Temperlemeden 7 gün sonra, farklı konçlanma koşullarda üretilen bitter çikolatanın renk analizleri MINOLTA 2500d Spektrofotometre (Osaka, Japonya) kullanılarak

gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.30'da üretilen tüm bitter çikolataların renk analiz sonuçları gösterilmiştir. Sonuçlar beklenildiği üzere tüm çikolatalar için benzerdir. Farklı konçlama şartlarında koçlanan bu bitter çikolatalarında SCE (Specular Component Exclude) değerleri (L, a ve b) benzerlik göstermektedir.



(a)



(b)

Şekil 4.30 : Farklı konçlama koşullarında konçlanan bitter çikolataların renk analizleri (Sabit konçlama koşulları: sıcaklık: 70˚C, süre: 6 saat, hız: 1200 rpm, karıştırma- kesme)

Sıcaklığın değişiminin, renk üzerinde etkisi olduğu düşünülebilir. Fakat bu etki, çikolatanın bitter çikolata olması sebebiyle saptanamamıştır. Şekil 4.30'da, 4, 6 ve 12

saat konçlanmış çikolataların SCE (L, a ve b) sonuçları görülebilmekte ve genellikle tüm ürünlerin benzer değerlere sahip olduğu ortaya çıkmaktadır.

Renk ölçümünün SCE değerleri, farklı rotasyon yönlerinde, farklı rotasyon hızlarında konçlanmış olan bitter çikolatalar için benzer değerler olarak belirlenmiştir.

Buradan hareketle, SCE değerleri arasında herhangi bir fark bulunmamasının neticesinde, kuru konçlamanın şartlarının değişiminin, çikolataların renk değerleri üzerinde herhangi bir etkisi olmadığı sonucuna varılabilmektedir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, bitter çikolata üretiminin en önemli basamaklarından biri olan kuru konçlama işleminin konç sıcaklığı, işlemin toplam süresi, koncun rotasyon hızı ve rotasyon yönü parametreleri değiştirilerek çikolatanın fizikokimyasal özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir.

Çalışmanın birinci aşamasında, hazırlanan çikolataların partikül boyut dağılımı, nem, reoloji, erime profili, tekstür ve renk analizleri yapılmıştır.

İlk olarak, değiştirilen konçlama sıcaklıkları için bitter çikolatanın fizikokimyasal özelliklerindeki değişimler incelenmiştir. Aynı konçlama süresi, hızı ve yönü kullanılarak (konçlama süresinin 6 saat, karıştırma hızının 1200 rpm ve işlem sırasındaki dönme yönünün önce 2 saat karıştırma sonra 4 saat kesme) değişik sıcaklıklarda hazırlanan çikolataların farklı partikül boyut dağılımına sahip olduğu görülmüştür. 90 ve 60°C'deki kuru konçlama sıcaklığında hazırlanan örneklerin 70 ve 80°C'deki örneklere göre kısmen daha büyük boyutta partiküllere sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca konçlama sıcaklığının 90°C olarak uygulandığı çikolata örneklerinin nem içeriği, diğer örneklerin nem içeriklerine göre düşüktür. 90°C'de konçlanmış örneklerin Casson akma gerilimi ve viskozitesi, diğer çikolataların Casson akma gerilimi ve viskozitesine göre azdır. Akma geriliminde ve viskozitede meydana gelen bu etkinin nem miktarı ve partikül boyut dağılımı farklılığından kaynaklandığı saptanmıştır.

Aynı sıcaklık, hız ve rotasyon yönünde (70°C, 1200 rpm, Karıştırma-Kesme), farklı süreler uygulanarak (4, 6 ve 12 saat) hazırlanan 3 farklı örneğin partikül boyut dağılımının değişmediği saptanmıştır. 12 saat boyunca konçlanmış örneklerin nem miktarının, 4 ve 6 saat konçlanan örneklerin nem miktarına göre az olduğu belirlenmiştir. 12 saat kuru konçlamanın reolojik özellikleri etkilediği ve diğer çikolatalara nazaran düşük Casson akma gerilimi ve viskozitesine sahip olduğu saptanmıştır.

Farklı hızlarda (600 ve 1200 rpm), aynı sıcaklık, süre ve rotasyon yönlerinde (70°C, 6 saat, Karıştırma-Kesme), gerçekleştirilen konçlama işleminin etkisi incelendiğinde

belirgin değişimlerin söz konusunu olmadığı görülmüştür. 600 rpm'de kuru konçlama işleminin partikül boyut dağılımı ve reolojik özellikleri etkilediği saptanmıştır. Kuru konçlama hızının azaltılması partikül boyutunu arttırmış, viskozite ve akma geriliminde azalmaya sebep olmuştur.

Aynı sıcaklık, süre, hız (70°C, 6 saat, 1200 hızda) ve farklı dönme yönleri (2 saat Karıştırma-4 saat Kesme / 4 saat Kesme-2 saat Karıştırma) kullanılarak hazırlanan örneklerin fizikokimyasal özelliklerinde herhangi bir farklılık olmadığı saptanmıştır.

Temperlemenin kontrolü amacıyla tüm örnekler için gerçekleştirilen diferansiyel taramalı kalorimetre ve renk analizleri sonucunda herhangi bir farklılık saptanmamıştır. Sertlik analizinde, 4 saat süresince konçlanmış örnekler dışındaki tüm örneklerin maksimum yükleme değerlerinde farklılık görülmemiştir. 4 saat konçlanmış ürün daha az maksimum yükleme değerine sahiptir. Bu durum, 4 saat konçlama işleminde ürünün diğer ürünlere göre daha az esnekliğe sahip olduğunu göstermiştir.

Konçlama sıcaklığının ve süresinin değişimi bu çalışmada görüldüğü üzere bitter çikolatanın fiziksel özelliklerini etkilemektedir. Bundan sonraki çalışmaların konusunu farklı sıcaklıklar ve sürelerde uygulanan konçlama işleminin, bitter çikolatanın lezzetine ve fiziksel özelliklerine etkilerinin incelenmesi ayrıca konçlama süresinin ve farklı orijinli kakao likörlerinin çikolata esnekliğine etkilerinin belirlenmesi oluşturabilir.

KAYNAKLAR

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., 2007a. Factors influencing rheological and texture qualities in chocolate - a review. *Trends in Food Science and Technology*. **18** (6), 290–298.

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., 2008a. Effects of particle size distribution and composition on rheological properties of dark chocolate. *Eur Food Res Technol* **226** (6) 1259–1268.

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., Vieira, J., 2008b. Particle size distribution and compositional effects on textural properties and appearance of dark chocolates. *Journal of Food Engineering* **87** (2) 181–190.

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., Ryan, A., 2008c. Flavor formation and character in cocoa and chocolate: a critical review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, **48** (9), 840 – 857.

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., Ryan, A., 2009a. Matrix effects on flavour volatiles release in dark chocolates varying in particle size distribution and fat content using GC–mass spectrometry and GC–olfactometry. *Food Chemistry* **113**, 208–215.

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., and Vieira, J., 2009b. Comparison of rheological models for determining dark chocolate viscosity. *International Journal of Food Science and Technology* **44** (1), 162–167.

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., Vieira, J., 2009c. Microstructure and mechanical properties related to particle size distribution and composition in dark chocolate. *International Journal of Food Science and Technology*, **44** (1), 111-119.

Afoakwa, E.O., Paterson, A., Fowler, M., Vieira, J., 2009d. Fat bloom development and structure-appearance relationships during storage of under-tempered dark chocolates. *Journal of Food Engineering* **91** (4), 571–581.

Anon., 2003. Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği. Resmi Gazete No 25171, Tarih 17.07.2003.

Barringer, S., 2008. The chemistry of chocolate flavor. The Ohio State University Colombus OH, USA Retrieved June, 15, 2008 from library.osu.edu/assets/Uploads/Sciencecafe/Barringer020310.pdf

Beckett, S. T., 2000. The Science of Chocolate. *Royal Society of Chemistry, Paperbacks*, 1- 29.

Beckett, S.T., 2009. Industrial chocolate manufacture and use, 4th edition, Nestle R&D Centre, York, UK, Beckett., Blackwell Science, Oxford, UK, pp. 192-218.

Bolenz, S., Thiessenhusen, T., Schape, R., 2003. Fast conching for milk chocolate. *European Food Research and Technology*, **218** (1), 62–67.

Camu N., De Winter T., Takrama J., Bernaert H., De Vuyst L., 2008 Fermentation of cocoa beans: influence of microbial activities and polyphenol concentrations on the flavour of chocolate. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **88** (13), 2288–2297.

Counet, C., Callemien, D., Ouwerx, C., Collin, S., 2002. Use of gas chromatography-olfactometry to identify key odorant compounds in dark chocolate. comparison of samples before and after conching. *Journal of Agricutural and Food Chemistry*, **50** (8), 2385-2391.

Çelebi N., 2009. Modern Farmasötik Teknoloji, 2. Baskı. TEB Eczacılık Akademisi Yayınları, Mattek Ltd. Şti., Ankara. ss. 391-400.

Do, A. L., Hargreaves, J.M., Wolf, B., Hort, J., Mitchell, J.R., 2007. Impact of particle size distribution on rheological and textural properties of chocolatemodels with reduced fat content. *Journal of Food Science*, **72** (9), 541-552.

Escobar, T., 2010. Healthy dark chocolate. Retrieved May 20, 2010, from www.myteamtrainigsite.com/docs/dark chocolate comprehensive

Fadel, H.H., Mageed M.A.A., Kader, A., Samad, M.E., Lotfy, S.N., 2006. Cocoa substitute: Evaluation of sensory qualities and flavour stability. *Eur Food Res Technol*, **223** (6), 125–131.

Gülbay, S., 2007. The Effects of storage and process conditions on fat bloom formation in chocolate, *MSc. Thesis*, Gaziantep University, Gaziantep. 5-7.

Hoskin, J.M., ve Dimick, P.S., 1980. Observations of chocolate during conching by scanning electron microscopy and viscometry. *Journal of Food Science Volume* **45** (6), 1541-1545.

Januszewska, R., 1996. Chocolate industry in a new european perspective, *MSc. Thesis*, Faculty Of Agricultural And Applied Biological Sciences, Gent. 6-7.

Jolly, M.S., Blackburn, S., Beckett, S.T., 2003. Energy reduction during chocolate conching using a reciprocating multihole extruder. *Journal of Food Engineering* **59** (2/3), 137-142.

Korkubilmez, M., 2005. Farklı orijinli kakao çekirdeklerinden elde edilen kakao likörlerinin çikolatanın lezzetine olan etkisi. *Y.L Tezi*, Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 29-62.

Korukluoğlu, M., 2007. Çikolata üretimi ve özellikleri. Uludağ üniversitesi, Gıda mühendisliği, Bursa.

Lia M., Nightingale A., Lee. S., Engeseth N. J., 2009. Textural changes in chocolate characterized by instrumental and sensory techniques. *Journal of Texture Studies*, 40, 427-444.

Lonchampt, P., Hartel, R.W., 2004. Fat bloom in chocolate and compound coatings. *Eur. J. Lipid Sci. Technol*, **106** (4), 241–274.

Loisel, C., Lecq, G., Keller, G., Ollivon, M., 1998. Dynamic crystallization of dark chocolate as affected by temperature and lipid additives. *Journal of Food Science*, **63** (1), 73-79.

Loisel, C., Keller G., Lecq, G., Launay B. E., Ollivonc M., 1997. Tempering of chocolate in a scraped. *Journal Of Food Science*, **62** (4), 773-780

Löser U., 2009. Industrial chocolate manufacture and use, 4th edition, Nestle R&D Centre, York, UK, S. T. Beckett., Blackwell Science, Oxford, 518-526.

Macosko,C. W., 1994. Rheology principles, measurements and applications, Wiley-VCH, United States, pp. 65-106.

Maniere, F.Y., Dimick, P.S., 1979. Effect of Conching on the Flavor of Dark Semi-sweet Chocolate. *The 31st P.M.C.A.* Production Conference.

Minifie, W. B., 1989. Chocolate, cocoa and confectionery. Science and technology, 3rd edition *Aspen publishers*, Gaithersburg, Maryland, 3- 35.

Perona, P., 2008. Rheology and non-Newtonian fluid mechanics with application. Institute of Environmental Enginerring Zurich,Switzerland. Retrieved January, 10, 2011 from www.luiw.ethz.ch/FC_labor/projekte/wasserwirtschaft/Rheology_NNF.pdf.

Prawira, M., Barringer, S.A., 2008. Effects of conching time and ingredients on preference of milk chocolate. *Journal of Food Processing and Preservation* **33** (5), 571–589.

Palacıoğlu, S., 2003. Çikolata sektör profili. İstanbul Ticaret Odası, İstanbul.

Robinson, P. **and Sichina, B.,** 2000. Characterization of chocolate using power compensated DSC. Perkin Elmer instruments, Retrieved February 20, 2010, from www.perkinelmer.com

Robbins W. J., 1983. Methods for measuring particle size distribution of chocolate products. *The 37th P.M.C.A.* Production Conference.

Schumacher, A.B., Brandelli, A., Schumacher, E.W., Macedo, F.C., Pieta L., Klug, T.V., Jong, E.V., 2009. Development and evaluation of a laboratory scale conch for chocolate production. *International Journal of Food Science and Technology*, **44** (3), 616–622.

Schramm, G., 1998. A practical approach to rheology and rheometry, *2nd edition Gebrueder Haake GmbH*, Germany 15-20

Şit S., 2008. Gıda sektöründe kullanilan kakaonun kalitesinin belirlenmesinde kullanilan analiz yöntemleri. *Y. Lisans Tezi*, Yildiz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 2008.

Smith K., 2006. Chocolate tempering. Confectionery manufacturing expo, Brussels, Belgium, 1-13

Sulistyowati and Misnawi 2008. Effects of alkali concentration and conching temperature on antioxidant activity and physical properties of chocolate. *International Food Research Journal* **15**, 1-5.

Stapley A. G. F., Tewkesbury H., Fryer P. J., 1999**.** The effects of shear and temperature history on the crystallization of chocolate. *JAOCS*, 76 (2) 677-685.

Tait, S., 2002. Investigation of growth rate in seeded and non-seeded cocoa butter. An *U.graduate Thesis*, The University of Queensland, Department of Chemical Engineering, Queensland. 3-7.

Url-1 < http://pslc.ws/macrog/dsc.htm>, alındığı tarih 23.08.2005.

Url-2 <http://www.hunterlab.com>, alındığı tarih 30.07.2010

Url-3 <http://www.malvern.com>, alındığı tarih 23.08.2010.

Url-4 <http://www.aasted.eu/brochures/06/03/document.pdf>, alındığı tarih 05.09.2010.

Url-5<www.johnson-pump.com>, alındığı tarih 22.09.2010

Url-6 <www.cie.co.at>, alındığı tarih 09.10.2010

Öztürk V., 2009. Kişisel görüşme

Ziegleder G., 2004. Conching. Advanced Chocolate Technology. Bühler Seminar, Uzwil, September.

Ziegleder G. and Hogg R., 1999. Industrial chocolate manufacture and use, 3rd edition, Nestle R&D Centre, York, UK, S. T. Beckett., Blackwell Science, Oxford, 115-135.

EKLER

EK A

Çizelge A.1: Farklı sıcaklıklarda kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri (Konçlama süresi: 6 saat, hız: 1200rpm, karıştırma-kesme)

30.dakika	Akma gerilimi (Pa)	Viskozite (Pa.s)
60°C	7,416 ± 0,430	2,456 ± 0,036
70°C	6,925 ± 0,789	2,645 ± 0,061
80°C	6,891 ± 0,045	2,552 ± 0,008
90°C	5,369 ± 0,859	2,712 ± 0,111
60.dakika	Akma gerilimi (Pa)	Viskozite (Pa.s)
60°C	6,899 ± 0,210	2,165 ± 0,037
70°C	6,056 ± 0,231	2,338 ± 0,010
80°C	5,268 ± 1,427	2,133 ± 0,122
90°C	4,388 ± 0,151	2,384 ± 0,022
120.dakika	Akma gerilimi (Pa)	Viskozite (Pa.s)
60°C	7,571 ± 0,267	1,980 ± 0,048
70°C	6,944 ± 0,258	2,080 ± 0,003
80°C	4,991 ± 0,036	1,986 ± 0,007
90°C	5,782 ± 0,326	2,175 ± 0,012

Çizelge A.2 : Farklı süreler kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri (Konçlama sıcaklığı: 70°C, hız:1200rpm, karıştırma-kesme)

30.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
4saat	7,795 ± 0,495	2,541 ± 0,034
6saat	6,925 ± 0,789	2,645 ± 0,061
12saat	6,358 ± 0,511	2,276 ± 0,040
60.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
4saat	5,283 ± 0,095	2,406 ± 0,026
6saat	6,056 ± 0,231	2,338 ± 0,010
12saat	3,765 ± 0,110	2,038 ± 0,007
120.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
4saat	6,663 ± 0,179	2,159 ± 0,013
6saat	6,944 ± 0,258	2,080 ± 0,003
12saat	4,285 ± 0,142	1,812 ± 0,040

Çizelge A.3 : Farklı hızlarda kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri (Konçlama sıcaklığı:70°C, süresi: 6 saat, karıştırma-kesme)

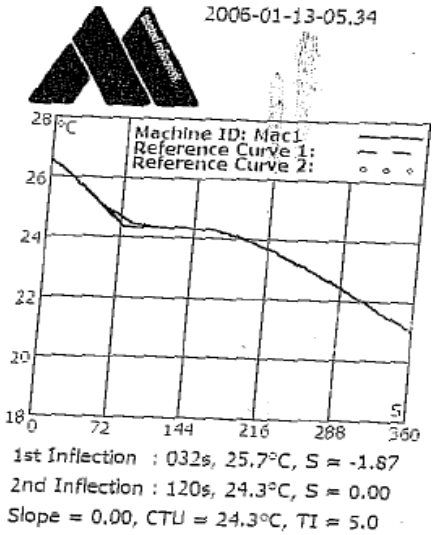
30.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
600rpm	7,677 ± 0,024	2,792 ± 0,086
1200rpm	6,925 ± 0,789	2,645 ± 0,061
60.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
600rpm	7,551 ± 0,245	2,395 ± 0,026
1200rpm	6,056 ± 0,231	2,338 ± 0,010
120.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
600rpm	7,152 ± 0,458	2,235 ± 0,034
1200rpm	6,944 ± 0,258	2,080 ± 0,003

Çizelge A.4 : Farklı yönlerde kuru konçlama uygulanmış olan bitter çikolataların 30, 60 ve 120 dakika sıvı konçlama sonrası Casson değerleri (Konçlama sıcaklığı:70°C, süresi: 6 saat, hız 1200rpm)

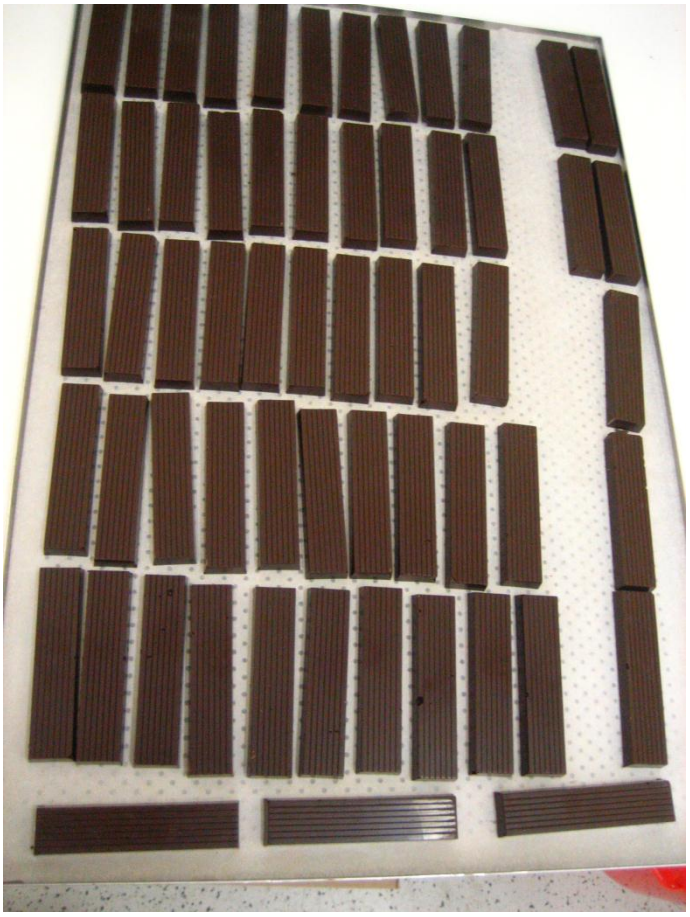
30.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
Karıştırma(2saat)-Kesme (4saat)	6,925 ± 0,789	2,645 ± 0,061
Kesme (4saat)-Karıştırma (2saat)	6,136 ± 0,197	2,491 ± 0,070
60. dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
Karıştırma (2saat)-Kesme (4saat)	6,056 ± 0,231	2,338 ± 0,010
Kesme (4saat)-Karıştırma (2saat)	4,625 ± 0,038	2,380 ± 0,028
120.dakika	Akma gerilimleri (Pa)	Viskozite (Pa.s)
Karıştırma (2saat)-Kesme (4saat)	6,944 ± 0,258	2,080 ± 0,003
Kesme (4saat)-Karıştırma (2saat)	4,957 ± 0,076	2,130 ± 0,022

EK B

Şekil B.1: Tempereğrisi grafiği örneği



Şekil B.2: Soğutma işleminden sonra çikolata barlarının örnek resimleri



ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Sibel KOCA

Doğum Yeri ve Tarihi: İstanbul/ 14.01.1986

Adres: Merkez Mh. Özuzmanlar Sit. A Blok Yenibosna/ İstanbul

Lisans Üniversite: Uludağ Üniversitesi - Ziraat Fakültesi

Gıda Mühendisliği Bölümü