ÇANKIRI KARATEKİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HODAN TOHUMU *BORAGO OFFİCİNALİS* L. YAĞI ENKAPSÜLASYONU

Melike KÖKSAL

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ÇANKIRI
2022

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Melike KÖKSAL tarafından hazırlanan **"Hodan Tohumu *Borago officinalis* L. Yağı Enkapsülasyonu"** adlı tez çalışması 22/12/2022 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalında **Yüksek Lisans Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Danışman **:** Dr. Öğr. Üyesi Seda ÖZGEN

Jüri Üyeleri **:**

Başkan **:** Prof. Dr. Kemal SARIOĞLU
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı
Erciyes Üniversitesi

Üye **:** Dr. Öğr. Üyesi Seda ÖZGEN
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı
Çankırı Karatekin Üniversitesi

Üye **:** Doç. Dr. Deniz BAŞ
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı
Çankırı Karatekin Üniversitesi

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. İbrahim ÇİFTÇİ

Enstitü Müdürü

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Çankırı Karatekin Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğine göre hazırlamış olduğum "**Hodan Tohumu *Borago officinalis* L. Yağı Enkapsülasyonu**" konulu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, tezin Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nden başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve bu çalışmanın Çankırı Karatekin Üniversitesi tarafından kullanılan "Bilimsel İntihal Tespit Programı"yla tarandığını, "intihal içermediğini" beyan ederim. Çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması halinde ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm. Çankırı Karatekin Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca gereğinin yapılmasını arz ederim (22/12/2022).

Melike KÖKSAL

Bu çalışma Çankırı Karatekin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından MF210621L04 numaralı proje ile desteklenmiştir.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

HODAN TOHUMU *BORAGO OFFİCİNALİS* L. YAĞI ENKAPSÜLASYONU

Melike KÖKSAL

Çankırı Karatekin Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Seda ÖZGEN

Hodan (*Borago officinalis L.)* Avrupa'da özellikle Akdeniz bölgesinde doğal olarak yetişen bitki geleneksel tıp ve yenilebilir bitkisel kaynak olarak kullanılan bir bitkidir. Özellikle tohumundan elde edilen değerli bir yağ asidi olan ϒ-linolenik asit (GLA)'in sağlık açısından değerinin anlaşılmasıyla ve potansiyel pazarı nedeniyle yüksek oranda GLA içeren bu bitkiye olan ilgi artmıştır.

Sunulan tez çalışmasında hodan tohumundan elde edilen ϒ-linolenik asit içeriği yüksek olan ham yağ gellan gam (GG) ve sodyum aljinat (Na-alg) kullanılarak iyonik jelleşme yöntemi ile enkapsüle edilmiştir. Enkapsülasyon işlemi Design Expert programı kullanılarak Tepki Yüzey Metodu (RSM) ile modellenmiştir ve optimum koşulların belirlenmesi amacıyla, 3 faktör Central Composite Design deneme deseni kullanılmıştır. Sodyum-aljinat jeli konsantrasyonu, GG jeli konsantrasyonu ve kalsiyum klorür ($CaCl_2$) yüzdesi olarak 3 değişken bağımsız parametre olarak belirlenmiştir. Çalışılacak bu değişkenlere göre hazırlanan taneciklerin enkapsülasyon verimi, ortalama kapsül çapı ve enkapsülasyon etkinliği değerlendirilmiştir.

Elde edilen bu kompleksin karakterizasyonu için FTIR, ışık mikroskop görüntüleri ve SEM analizleri yapılmıştır. En son aşamada ise kapsüllenen sabit yağ, kapsüllerden ekstrakte edilerek yağ asidi dağılımı belirlenmiş ve enkapsülasyon işlemi doğrulanmıştır. Ulaşılan sonuçlarda hem Na-alg'ın hemde GG'ın, kapsüllerin fiziksel, kimyasal ve morfolojik özellikleri üzerine etkisi olduğu görülmüştür. Enkapsülasyon veriminde en etkili parametrenin $CaCl_2$ yüzdesi olduğu, enkapsülasyon etkinliğinde Na-alg ile GG etkisinin, ortalama partikül çapında ise etkili parametrenin GG yüzdesinin olduğu belirlenmiştir. Kapsüllendikten sonra ekstrakte edilen yağda yapılan yağ asidi dağılımı profilinde ϒ- linolenik asit (%33,61), oleik asit (%21,6) ve linoleik asidin (%29,14) başlıca yağ asitleri olduğu tespit edilerek literatürle uyumlu sonuçlara ulaşılmıştır. Sonuç olarak, bu çalışma hodan tohum yağının invers jelleşme yöntemiyle ve her iki kaplama maddesiyle enkapsüle edilebileceğini ve farklı kaplama maddeleri kullanılarak gıdalara uygulanma potansiyeli de taşıdığını göstermektedir.

2022, 56 sayfa

ANAHTAR KELİMELER: *Borago officinalis* L., Hodan tohum yağı, Enkapsülasyon, İyonik jelasyon

ABSTRACT

Master of Science Thesis

ENCAPSULATION OF HODAN SEED (*BORAGO OFFICINALIS*) OIL

Melike KÖKSAL

Çankırı Karatekin University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Food Engineering

Advisor: Asst. Prof. Dr. Seda ÖZGEN

Borage (*Borago officinalis L.*) is a plant that grows naturally in Europe, especially in the Mediterranean region, and is used as a traditional medicine and edible herbal resource. Especially with the understanding of the health value of ϒ-linolenic acid (GLA), a valuable fatty acid obtained from its seed, and due to its potential market, the interest in this plant, which contains high levels of GLA, has increased.

In the presented thesis, crude oil with high ϒ-linolenic acid content obtained from borage seed was encapsulated by ionic gelation method using GG and sodium alginate. The encapsulation process was modeled with the Response Surface Method (RSM) using the Design Expert program and a 3-factor Central Composite Design experimental design was used to determine the optimum conditions. Three independent variable parameters were determined as sodium-alginate gel concentration, GG gel concentration, and percent $CaCl_2$. The encapsulation efficiency, average capsule diameter and encapsulation efficiency of the particles prepared according to these parameters were evaluated.

FTIR, light microscope images and SEM analyzes were performed for the characterization of this complex. In the last step, the encapsulated fixed oil was extracted from the capsules to determine the fatty acid distribution and the encapsulation process was confirmed. The results showed that both sodium alginate and GG had an effect on the physical, chemical and morphological properties of the capsules. It was determined that the most effective parameter on the encapsulation efficiency was the percentage of $CaCl_2$, the effect of sodium alginate and GG on the encapsulation efficiency, and the percentage of GG in the mean particle diameter. In the fatty acid distribution profile made in the oil extracted after encapsulation, it was determined that ϒ-linolenic acid (33.61%), oleic acid (21.6%) and linoleic acid (29.14%) were the main fatty acids, and results were consistent with the literature. To conclude, this research shows that borage seed oil can be encapsulated by both reverse gelation method and coating materials, and has the potential to be applied to different foods with different coating materials.

2022, 56 pages

Keywords: *Borago officinalis* L., Hodan seed oil, Encapsulation, Ionic gelation

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

"Hodan Tohumu *Borago Officinalis* L. Yağı Enkapsülasyonu" adlı bu çalışma 2020-2022 yılları arasında hazırlanarak Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'ne "Yüksek Lisans Tezi" olarak sunulmuştur.

Yüksek lisans eğitimim boyunca bilgi ve deneyimiyle destek olan tez danışmanım Sayın Dr. Öğr. Üyesi Seda ÖZGEN ve desteklerini hep hissettiğim bana her zaman inanan, güvenen ve teşvik eden canım aileme her daim yanımda oldukları, sabırları ve fedakarlıklarından dolayı teşekkür ederim.

Melike KÖKSAL

Çankırı, Aralık 2022

İÇİNDEKİLER

ÖZET ..... **i**
ABSTRACT ..... **ii**
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR ..... **iii**
İÇİNDEKİLER ..... **iv**
SİMGELER DİZİNİ ..... **vi**
KISALTMALAR DİZİNİ ..... **vii**
ŞEKİLLER DİZİNİ ..... **viii**
ÇİZELGELER DİZİNİ ..... **ix**
1. GİRİŞ **1**
2. LİTERATÜR ÖZETİ **2**
2.1 *Borago officinalis*: Hodan Otu **2**
2.2 Bitkinin Kimyasal Özellikleri **3**
2.3 Gama-linolenik Asit ve Sağlık Üzerine Etkileri **5**
2.4 Enkapsülasyon Teknolojisi **8**
2.4.1 Mikroenkapsülasyon **9**
2.4.2 Enkapsülasyon teknikleri **10**
2.4.3 Sodyum aljinat ve gellan gam biyopolimerleri **14**
2.5 Hodan Yağı ve Enkapsülasyonu ile İlgili Yapılan Çalışmalar **16**
3. MATERYAL VE METOT **20**
3.1 Materyal **20**
3.2 Metot **20**
3.2.1 Bitkisel kaynaktan ham yağ elde edilmesi **20**
3.2.2 İnvers jelleşme yöntemi ile sodyum aljinat-gellan gam membranlı hodan yağı çekirdekli mikrokapsül üretimi **21**
3.3 Hodan Yağı Yüklenmiş olan Kapsüllerin Karakterizasyonu **24**
3.3.1 Enkapsülasyon verimi **24**
3.3.2 Kapsüllerde enkapsülasyon etkinliği **24**
3.3.3 Kapsüllerin taramalı elektron ve ışık mikroskobu ile incelenmesi **25**
3.3.4 Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi ile karakterizasyon **25**
3.3.5 Yağ asidi profilinin belirlenmesi **25**

3.3.6 İstatistiksel Analiz.....26
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 27
4.1 Sodyum Aljinat-Gellan Gam Membranlı Ham Yağ Çekirdekli Kapsüllerin Sentezi 27
4.2 Kapsüllerin Analizleri.....29
4.2.1 Enkapsülasyon verimi (%).....29
4.2.2 Ortalama partikül çapı (mm) 33
4.2.3 Enkapsülasyon etkinliği (%).....35
4.2.4 Kapsüllerin optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu görüntüleri 36
4.2.5 Fourier transform infrared spektrometresi ile kimyasal karakterizasyon 41
4.2.6 Kapsüllerin yağ asidi dağılımı profili 44
5. SONUÇ VE ÖNERİLER 45
KAYNAKLAR 47
ÖZGEÇMİŞ.....56

SİMGELER DİZİNİ

%	Yüzde
µl	Mikrolitre
µm	Mikrometre
$CaCl_2$	Kalsiyum klorür
Cs	Kitosan
dk	Dakika
D_n	Ortalama partikül çapı
g	Gram
GG	Gellan gam
$K_2S_2O_8$	Potasyum persülfat
kg	Kilogram
mg	Miligram
mL	Mililitre
Na_2CO_3	Sodyum karbonat
Na-alg	Sodyum aljinat
N_i	Partikül sayısı
nm	Nanometre
ºC	Santigrat derece
rpm	Revolution per minute (devir/dakika)

KISALTMALAR DİZİNİ

ALA	Alfa linoleik asit
ANOVA	Analysis of variance (varyans analizi)
DPPH	1,1- difenil-2-pikrilhidrazil radikali
GAE	Gallik Asit Eşdeğeri
GLA	Gama linolenik asit
HPLC	High performance liquid chromatography (yüksek performanslı sıvı kromatografisi)
RSM	Response surface methodology (tepki yüzey metodu)
SDA	Stearidonik asit
SEM	Scanning electron microscopy (taramalı elektron mikroskobu)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2. 1 *B. officinalis L.* bitki genel görünümü 2
Şekil 2.2 *B. officinalis L.* tohum genel görünümü..... 4
Şekil 2.3 Enkapsülasyon mekanizması (Gökmen *et al.* 2012)..... 9
Şekil 2.4 İyonik jelasyon/kalsiyum-aljinat çapraz bağlanma mekanizması (Shi *et al.* 2011). 13
Şekil 2.5 Aljinatın kimyasal yapısı (Vos *et al.* 2010) 15
Şekil 2.6 GG kimyasal yapısı (Singh *et al.* 2021)..... 15
Şekil 3.1 Enkapsülasyon deney düzeneği 23
Şekil 4.1 Damlatma sistemi deney düzeneği..... 28
Şekil 4.2 Farklı oranlarda Na-alg ve GG ile kaplanmış hodan yağı kapsülleri..... 29
Şekil 4.3 (%) enkapsülasyon verimi üzerine $CaCl_2$, GG ve Na-alg oranının (%) etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri 32
Şekil 4.4 $CaCl_2$ oranı (%), GG oranı (%) ve Na-alg oranının (mm) ortalama partikül çapı üzerine etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri 34
Şekil 4.5 (%) enkapsülasyon etkinliği üzerine $CaCl_2$, GG ve Na-alg oranının (%) etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri..... 36
Şekil 4.6 Kuru kapsüllerin stereo optik mikroskop kamerasından alınan görüntüleri (sırasıyla 1-20 numaralı örnekler) 39
Şekil 4.7 Oluşturulan deneysel matrikste 10 numaralı kapsüle ait farklı büyütmelerde SEM görüntüleri (Na-alg oranı/ GG oranı 3) 40
Şekil 4.8 Oluşturulan deneysel matrikste 3 numaralı kapsüle ait farklı büyütmelerde SEM görüntüleri (Na-alg oranı/ GG oranı 0,33) 41
Şekil 4.9 Na-alg ile kaplanmış kapsüle ait FTIR spektrumu 42
Şekil 4.10 GG ile kaplanmış kapsüle ait FTIR spektrumu 43
Şekil 4.11 Na-alg -GG ile birlikte kaplanmış kapsüle ait FTIR spektrumu..... 43
Şekil 4.12 Kapsüllenmiş hodan tohumu yağ asidi dağılımı kromotogramı 44

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1 Enkapsülasyon aşamasında kullanılan bağımsız değişkenler 22
Çizelge 4. 1 Deneysel matrikse göre sentezlenen kapsüllerin % enkapsülasyon verimi, partikül çapları ve % enkapsülsyon etkinliği sonuçları 30
Çizelge 4.2 Enkapsülasyon verimi (%) için yazılım programı tarafından önerilenen fonksiyonlar. 30
Çizelge 4.3 Bağımsız değişkenlerin % enkapsülasyon verimi üzerine etkisini gösteren (ANOVA) tablosu 31
Çizelge 4.4 Ortalama partikül çaplarının (mm) için yazılım programı tarafından önerilenen fonksiyonlar 33
Çizelge 4.5 Bağımsız değişkenlerin ortalama partikül çapları (mm) üzerine etkisini gösteren varyans analizi (ANOVA) tablosu 34
Çizelge 4.6 Enkapsülasyon etkinliği (%) için kullanılacak olan model öneri sonuçları. 35
Çizelge 4.7 % Enkapsülasyon etkinliği için önerilen varyans analizi (ANOVA) tablosu 35
Çizelge 4. 8 Hodan Tohum Yağı Başlıca Yağ Asidi Dağılımı 44

1. GİRİŞ

Uzun yıllardır özellikle besin kaynağı olarak, hastalıkların iyileştirilmesi ve tedavi yöntemleri gibi çeşitli alanlarda tıbbi aromatik bitkilerden faydalanılmaktadır. Özellikle günümüzde doğal yollarla tedavi yöntemlerinin artması, insanların sağlıklı yaşam ve beslenme isteği fonksiyonel gıdaların tüketimini ve talebini artırmıştır. Böylelikle insanların değerli, işlem görmemiş yağlara da önemi git gide artmaktadır. *Borago officinalis L*. bitkisi zengin gama-linolenik (GLA) ve α-linolenik asit (ALA) içeriğinden dolayı literatürde ve uygulamada önemli bir yere sahiptir. Hodan tohumu olarak bilinen bu bitkinin tohumları ayrıca bir başka yağ asidi olan stearidonik asitide (SDA) içermektedir. Linoleik asit, GLA, SDA, erusik asitin bir bitkide bulunuşu bitki için oldukça önemli bir yere sahiptir.

Mikroenkapsülasyon yöntemi, aktif bir maddenin duvar, çerçeve ya da kabuk denilen bir ya da daha çok kaplama maddesi ile çevrelenerek kaplanmasına denmektedir. Mikrokapsüllerin çapları 3-800 μm arasında değişmektedir. Mikroenkapsülasyon yönteminde kullanılacak kaplama malzemesi oldukça önemlidir. Kullanılacak malzeme biyouyumlu olmalıdır yani aktif bileşen aynı kalmalıdır. Yapılan tez çalışmasında kaplama maddesi olarak GG ve Na-alg kullanılmıştır. Aktif bileşen olarak ise önemli yağ asitleri içeren saf hodan tohumu yağı kullanılmıştır.

Bu çalışmada, *Borago officinalis L*. bitkisi tohumlarından ekstraksiyon yöntemiyle ham yağın elde edilmesi ve elde edilen bu yağın iyonik jelasyon yöntemi ile kapsüllenmesi ve bu üretilmiş kapsüllerin karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1 *Borago officinalis*: Hodan Otu

Borago officinalis, *Boraginaceae* ailesine ait olup latince adı *Borago officinalis L.* olarak bilinmektedir. Hodan bitkisinin ana vatanının Suriye ve Asya olduğu bilinir. Batı Akdeniz bölgeleri, İspanya ve Kuzey Afrika'dan gelmiş ve daha sonraları birçok farklı yerde yetiştirilmiştir. Tarihsel belgeler, Kuzey Afrika kabilelerinden insanların onu İspanya'ya ve daha sonra diğer bölgelere aktardığını göstermektedir. Ancak birçok araştırmacı bu bitkinin Akdeniz bölgelerine özgü olduğunu söylemektedir. Ülkemizde ise İstanbul, Gelibolu, Samsun bölgelerinde yayılım göstermektedir (Asadi-Samani *et al*. 2014). Boraginaceae familyasından *Borago officinalis*, hodan, burrage, bourrache ve bugloss olarak bilinir Hodan, boyu 70-100 cm aralığında değişen tek yıllık ot yapılı, tüysü bir bitkidir (Farhadi R. *et al*. 2012). Bitki sukulent (sulu) bir yapıya sahiptir. Gövdeleri düz, genellikle dallı, içi boş ve sert liflerle kaplıdır. Yapraklarının da sert liflerle kaplı olduğu bilinmektedir. Çiçek renkleri genellikle mavidir ve nadiren de olsa beyaz veya gül rengi görülür. Sulama imkanı yeterli olan topraklarda ve güneş ışığı alabilen yerlerde iyi yetişen, soğuğa dayanıklılığı yüksek olan bir bitkidir. Zayıf kuru toprakları tolere edemez, ancak sağlıklı koşullarda büyüme imkanı sağlanır. Ayrıca orta düzeyde güneşe maruz kalan topraklarda daha iyi büyüyebilir. Bitkinin sağlıklı büyümesi için yeterli toprak pH aralığı 6,6 olarak bilinmektedir. Şekil 2.1'deki hodan bitkisi her iklim ve toprak türüne uygun olmaktadır ancak nemli topraklara ve yağışı bol iklim tiplerinde üretime daha uygun olduğu söylenebilir (Colombo *et al.* 2010).



Şekil 2. 1 *B. officinalis L.* bitki genel görünümü

2.2 Bitkinin Kimyasal Özellikleri

Kök, Yaprak ve Çiçekler

Hodan yapraklarının bileşikleri şöyledir; eser miktarda likosamin, pirolizidin alkaloidleri, colin, sopinin, sopindian, α-Linolenik asit (ALA %55) ve Gama-linolenik asit (GLA %4) ve diğer yağ asitleri; potasyum (%3), silisik asit (%1,5-22,0); nitrat, asetik, malik ve laktik asit; δ-bornesitol; yaprak kısmı ayrıca %30'a kadar glikoz, galaktoz, arabinoz ve alantoeine hidrolize olabilen müsilaj içermektedir. Gama-linolenik yağ asitlerinin en fazla miktarı Mayıs veya Haziran aylarında gövdenin üst yapraklarında görülmektedir. Yaprak ve gövdede bulunan gam ve müsilaj miktarı %3,8, çiçek salkımında ise %5'dir. Potasyum (%5,3) ve kalsiyum (%6,2) içerdiği bilinmektedir (Hermann *et al.* 2002, Asadi-Samani *et al.* 2014).

Stearidonik asit (SDA), hodan yapraklarında ikinci sık görülen yağ asididir. Hayvanların bu tür yağ asitlerini sentezleme yetenekleri düşük olduğundan günlük diyete dahil edilmeleri gerekmektedir. Bu hayati bileşikler, hayvanların sağlığını ve yaşam kalitesini artırmaktadır. Linolenik asit ve palmetik asit genellikle çiçeklerde bulunur ve olgun hodan yapraklarının yüksek miktarda ALA içerdiği bilinmektedir (Wang H *et al.* 2004).

Tohum

GLA'nın en bilinen kaynaklarından biri *Boraginaceae* familyasıdır. Boraginaceae familyasından 45 bitki biyokütlesi üzerinde yapılan bir çalışmada tüm türlerin GLA içerdiği ve en düşük miktarın (%7) Cerinthe major L. İle en yüksek miktarın ise Şekil 2.2'de bulunan hodan türlerinde bulunduğu (%28) tespit edilmiştir. Bu yağ asidi bitkilerde az miktarda bulunmasına rağmen besinsel ve tıbbi değeri nedeniyle çok önemli sayılmaktadır (Harvey 1997). Boraginaceae familyasında SDA yağ asidi içeriğinin %2 olduğu bilinmektedir (Sayanova *et al*. 1999). Boraginaceae'nin ekili ve yabani türlerinin tohum yağında bulunan yağ asitleri üzerine birden fazla çalışmalar yapılmıştır. Bu aile içerisinde linoleik asit, ALA, GLA, SDA ve erusik asit miktarı

önemlidir. Tokoferollerin doğal etkili antioksidanlar olduğu bilinmektedir ve hodan türleri yüksek miktarda δ-tokoferol içermektedir (Velasco *et al.* 1999, Eskin 2008).



Şekil 2.2 *B. officinalis L.* tohum genel görünümü

Şekil 2.2'de gösterilmiş olan yağlı tohumlarda fenolik bileşikler bulunmaktadır ve çeşitli çalışmalarla antioksidan özelliklerinin görüldüğü kanıtlanmıştır. Borage tohum yağında bulunan yüksek miktarda gama linolenik asit içeriğiyle önemli bir tohumdur. Kapsamlı bir araştırmada, hodan ekstraktlarının antioksidan özellikleri belirtilmiştir (Wettasinghe *et al*. 1999). Hodanın antioksidan özellikleri içerdiği fenolik bileşiklere bağlanır. Hodan tohumu ekstraktında bulunan başlıca fenolik bileşikler ise şöyledir; rosmarinik asit, sinerjik asit ve sinaptik asit. Rosmarinik asit, gıda sektöründe sıklıkla kullanılan biberiye ekstraktının ana bileşenidir. Öte yandan sinerjik asit ve sinaptik asit, kolza tohumu ve kanolanın fenol ve ana antioksidanlarında yer almaktadır (Wang *et al.* 2004, Sánchez-Escalante A. *et al.* 2003, Mhamdi B. *et al.* 2009) Linoleik asit ve palmitik asidin, olgunlaşmış hodan tohumlarında bulunan baskın yağ asitleri olduğu öne sürülmüştür. Yüksek miktarda GLA nedeniyle hodan yağı, gıda ve ilaç araştırma grupları tarafından araştırılmaktadır (Galwey *et al.* 1990). GLA içeren yağlar, insanda GLA eksikliğinden kaynaklanan bazı hastalıkların tedavisinde kullanılmaktadır (Huang *et al.* 1995).

Kütle spektrometrisi (GC-MS) ile bağlantılı gaz kromatografisi kullanılarak yapılan bir analizde Borago officinalis tohum yağında diğerlerinin yanı sıra 16 uçucu bileşiğin varlığı tespit edilmiştir; β-karyofillen (%26), p-simen-8-ol (%19,7), az miktarda

nonadekan (%0,7) ve heksanol (%0,7). Ayrıca tohum yağı monoterpenler (%17,2) ve seskiterpenler (%26) içermektedir. Ek olarak, γ-linolenik asit (%10–28), linoleik asit (%35-40) ve α-linolenik asit (%4–5) gibi yağ asitleri içerdiği bilinmektedir. Tohumlardan elde edilen ekstraktta, 1,65 mg/g kuru ağırlık miktarında biberiye asidi varlığı kaydedilmiştir (De Haro *et al.* 2002). Test edilen tüm genotipler arasında mavi çiçek açan bu türün, beyaz çiçek açan türlere kıyasla daha düşük bir γ-linolenik asit konsantrasyonuna sahip olduğu görülmüştür. Borago officinalis'in tohum yağında (%24,2) oleik asit ve erusik asitler de tespit edilmiştir.

Kromatografik çalışmalarda, Gudej ve Tomczyk (2004) birçok fenolik asidin (vanillik asit, kumarik asit, hidroksibenzoik, gentisik asit, kafeik rosmarinik asit vb.), skopoletin ve flavonoidlerin (kersetin, isorhamnetin, kaempferol dahil) varlığını fark ettiler. Ek olarak, hodan bitkisi yaklaşık %20 mukus bileşikleri, tanenler (%3-5), mineral tuzlar (%1,5-2,2 çözünür silika dahil, kalsiyum ve potasyum nitrat %3), organik asitler, saponinler, allantoin (%0,5–1), vitaminler, kolin, bornesitol, sijanojenik bileşikler (15 mg HCN/kg) ve tokoferoller içerir. *Borago officinalis L.*'nin yaprakları organik asitler, mukus, karoten ve az miktarda potasyum nitrat içermektedir. Ancak bu bitkinin tam kimyasal bileşiminin şimdiye kadar belirlenememiş olduğu belirtilmelidir.

2.3 Gama-linolenik Asit ve Sağlık Üzerine Etkileri

GLA, gıda takviyelerinde ve bazı hastalıkların tedavisi için sıklıkla kullanılan bileşiklerden biridir. Hodan tohumu yağının birçok özelliği, yağın %15-22'sini oluşturan GLA içeriğine bağlanmaktadır. GLA, hodan tohumu yağı da dahil olarak bitkisel yağlardan elde edilir. Bu n-6 çoklu doymamış yağ asidi, osteoporoz, kanser ve diyabet gibi günümüzde sık rastlanılan çeşitli hastalıkların önlenmesinde ve tedavisinde kullanılır.

Doymamış yağ asitleri, hücre zarının yapı ve fonksiyonunun korunmasında, kolesterol sentezi ve transferinin ayarlanmasında ve deriden su kaybının önlenmesinden etkilendikleri için hayvan hücrelerinde çok önemli yere sahiptir (Harvey 1997).

GLA içeren yağlar, gıda takviyesi olarak kullanılmaktadır ve tıbbi kullanımları onaylanmıştır. Genel olarak GLA, lokal egzama, kalp hastalıkları, döngüsel mastalji, multipl skleroz ve artrit gibi hastalıkların tedavisinde takviye gıda ve ilaç reçetesi olarak kullanılır (Campra-Madrid *et al.* 2002, Stymne *et al.* 1986). Çoklu doymamış yağ asitlerini insan vücudu sentezleyemez ve diyetlerle sağlanılmalıdır. Prostaglandin, tromboksanlar ve lökotrienler gibi aktif fizyolojik bileşiklerin en önemli öncüsüdürler. İnsan vücudu derisi, GLA'yı linolenik asit veya araşidonik asit tarafından biyosentezleyemez (Barre 2001). Bu nedenle GLA içeriği yüksek olan hodan tohumu yağının gündelik tüketimi cilt sorunlarını önemli ölçüde iyileştirdiği bilinir. Bu yağı kullandıktan sonra ciltteki kuruluk ve kaşıntının azaldığı görülmüştür. Son zamanlardaki çalışmaların sonuçları, *Borago officinalis L.*'nin solunum sistemi rahatsızlıklarında, idrar yollarında, metabolik bozukluklarda, gut, artrit cilt hastalıklarında ve menopoz rahatsızlıklarında tedavi edici olarak kullanılabileceğini göstermektedir. Aktif bileşikler içerdiğinden gıda takviyelerinin üretiminde *Borago officinalis L.* bitkisi kullanılmaktadır. Aynı zamanda yemeklerde sıklıkla kullanılan bir bitkidir (Schlegel-Zawadzka *et al.* 2002) Ginseng ve Ginkgo biloba gibi hodan da zihinsel süreçlerin iyileştirilmesinde doğal ilaç etkisi göstermektedir. Bir çalışma sonrasında bitkinin, 90 yaşın üzerindeki insanların yaklaşık %35'inde hafızayı iyileştirdiğine inanılmaktadır (Moszczyński *et al.* 2001). Yağdaki GLA, sinir uyarısının doğru şekilde alınmasına ve iletilmesine gelen nöronların zarlarının düzgün bir şekilde yapılmasını sağladığı söylenmektedir. Prof. Paulin Moszczyński, klinik çalışmalarında hodan yağı (*Boraginis oleum*) takviyesinin insanların en az %30'unda serebral ateroskleroz semptomlarını hafiflettiğini doğruladığını savundu. Ayrıca, konsantrasyonun ve hafızanın arttığını ve duygusal değişkenliğin azaldığı kaydedilmiştir (Moszczyński *et al.* 2001). Hodan bitkisi, inflamatuar kronik hastalıkların iyileşmesinde sonuçları kanıtlanmış GLA içeriği yüksek kaynaklardan biridir. Hodan tohumu yağı, Psoriasis vulgaris döküntülerinde iyileştirici etkisi olduğu görülmüştür (Amenta *et al.* 2000, Bensouilah *et al.* 2003). Hodan tohumu yağı araştırmaları sonucu, alkaloitlerin varlığından kaynaklanan yan etkilerin olma ihtimalini ortaya çıkarmıştır. Hodan tohumu yağı, kronik cilt enflamatuar hastalıklarının tedavisinde kullanılmaktadır. Cilt kaşıntısı vb. sorunların da hodan bitkisi özü ile iyileştiği görülmüştür (Mhamdi *et al.* 2009, Meletis *et al.* 2002). Boraginaceae

familyasındaki birkaç bitki, özellikle Borage ve onun İran türü (Echium amoenum) İran tıbbında geçmiş zamandan bugüne kadar sakinleştirme etkisi kullanılmaktadır (May *et al.* 2012).

Son zamanlarda, kurutulmuş hodan çiçeğinin obsesif kompulsif bozukluğun tedavisinde değerli olabileceği söylenmiştir. Çift kör, paralel gruplu bir çalışmada altı hafta süreli, plasebo kontrollü, obsesif kompulsif bozukluk tanısı konan 44 hastada gerçekleştirilen çalışmanın sonuçları, yararlı anksiyolitik etki göstermiştir (Sayyah *et al*. 2009, Sarris *et al*. 2012).

Romatoid artrit otoimmün sistem kaynaklı hastalıklardan biridir. Sunulan bir çalışmada amaç, eklem iltihabı ve doku hasarlarının giderilmesinde kullanılan esansiyel doymamış yağ asitlerini bulunduran bitkisel yağların alımı sırasındaki etkinliğini ve yan etkilerini değerlendirmekti. 37 hastadan oluşan grup, eklem zarı iltihabı ile birlikte romatoid artritin tüm semptomlarıyla test edildi. Tedavi süresince hastalara 1,4 g/d GLA içeren hodan tohumu yağı ve kontrol olarak pamuk yağı uygulandı. 24 ay sonra, hastaların semptomlarında azalma ($p<0,05$) gözlemlenilmiştir. Hodan alımıyla eklem ağrılarında %36 azalma ve eklem şişmesinde %41 azalma tespit edilmiştir. Bu çalışmanın sonuçları, romatoid artrit tedavisinde GLA kullanımının etkili olduğunu doğrulamaktadır. Hodan yağı alımı sırasında hiçbir olumsuz etki olmadığı gözlenmiştir. Özetlemek gerekirse, GLA içeren yağların romatoid artrit semptomlarını hafifletmede fayda sağlayabileceğine dair kanıtlar elde edilmiştir (Cameron *et al.* 2011).

Yüksek γ-linolenik asit içeriği nedeniyle *Borago officinalis* dermatolojik hastalıkların tedavisinde de kullanılabilir. Atopik dermatit genetik bozukluklara dayanan bir hastalıktır. Bu genetik bozukluk kendiliğinden meydana çıkar ve yok edilmesi mümkün değildir. Birçok uzman, GLA içeriği nedeniyle atopik dermatitli hastalarda güvenli olduğu ve cildin yenilenmesini hızlandırdığı için *Borago officinalis'ten* elde edilen yağın kullanılmasını önermektedir (Mhamdi *et al.* 2009). Yayınlanmış verilere göre Doymamış yağ asitlerinin, Atopik dermatit rahatsızlığını gidermede etkili olabilmesi mümkündür ancak sonuçlar tedavi etkinliğini tam anlamıyla doğrulamamaktadır.

2003 yılında, Takwale ve ekibi atopik dermatit tedavisinde hodan yağının güvenilirliğini göstermek için çift körlü bir deney yürütmüştür. Hodan yağı (920 mg) içeren kapsüller, 84 hastaya 3 ay boyunca günde çift doz uygulanmıştır. Bu süreden sonra, atopik dermatitli çocuklarda ve yetişkinlerde hodan yağı kullanımının semptomların şiddetini değiştirmediğini gözlemlediler. Ancak araştırmacılar, bu durumda tedavi süresinin çok kısa olabileceğini öne sürüyorlar (Takwale *et al.* 2003).

Cilt problemi olan hastalara GLA açısından zengin ürünler önerilmektedir. Uzun süreli hodan yağı kullanımından sonra cilt ve saç görünümündeki iyileşme fark edilecek düzeydedir. Bu nedenle hodan yağı, kuru ve hassas ciltlerin ve akneli ciltlerin bakımında kullanılan kozmetiklerin yaygın bir bileşenidir. Anti-inflamatuar, anti-apse ve siyah nokta etkisi vardır (Kowalczyk *et al.* 2016).

Son yıllarda "fonksiyonel gıdalara" olan ilginin arttığı görülmektedir. Yemeklere şifalı otların eklenmesi sadece tat, koku ve estetik vermekle kalmaz, aynı zamanda belirtilen fizyolojik eylemi de ortaya çıkarır. Fonksiyonel gıda kullanımında ana hedef, sağlığın iyileştirilmesi ve hastalık geliştirme riskinin azaltılmasıdır. Biyoaktif maddeler, doymamış yağ asitleri, vitaminler, prebiyotikler ve probiyotikler dahil olmak üzere gıdalarda kullanılabilir. Geleneksel yöntemlerle alınabildiği gibi biyoteknolojik yöntemlerle de modifiye edilerek alınabilir. Polonya'da, hodan yağının margarinlere ve yağ soslarına uygulanması olasılığı üzerine çeşitli çalışmalar yapılmıştır (Kapka-Skrzypczak L *et al.* 2012, Kuan *et al.* 2012).

2.4 Enkapsülasyon Teknolojisi

Enkapsülasyon; gıdalar içinde gaz, sıvı veya katı halinde bulunan bileşenlerin başka bir ajan madde ile kaplanması olarak tanımlanmaktadır. (Madene *et al.* 2006). Çekirdek malzemesinin bir duvar malzemesi içine hapsolmasını sağlayıp kapsül oluşturmayı hedefleyen sistemlerdir (Ezhilarasi *et al.* 2012). Şekil 2.3'teki enkapsülasyon işlemi, aktif maddeyi dış etkilerden korumayı, aktif bileşenin kararlı olmasını amaçlamaktadır (Gökmen *et al.* 2012). Enkapsülasyon teknolojisi gıda, kimya, tıp, eczacılık, veterinerlik

vb. alanlarda kullanılan bir teknoloji olarak yaygınlaşmıştır (Narang *et al.* 2007, Nedovic *et al.* 2011, Gökmen *et al.* 2012, Çoruhli 2013, Varhan and Koç 2018).



Şekil 2.3 Enkapsülasyon mekanizması (Gökmen *et al.* 2012)

2.4.1 Mikroenkapsülasyon

Enkapsülasyon Mikroenkapsülasyon, aktif bir materyalin çeperinin bir veya birden çok kaplama malzemesi (duvar materyali) ile kaplanmasıyla mikrometre veya milimetre ölçülerine sahip kapsüllerin elde edilmesi için kullanılan bir türdür. Mikrokapsüller basit küre şeklinde görünüp çevresinde homojen bir duvar yer aldığı bilinmektedir. Mikrokapsüllerin içinde bulunan madde öz, çekirdek, dolgu maddesi veya iç faz olarak bilinirken dış kısmında yer alan kabuk ise duvar, kaplama materyali, membran ya da duvar maddesi olarak bilinir (Gharsallaoui *et al.* 2007). Mikrokapsüllerin boyutları 0,2 μm'den daha büyük kabuk ve çekirdekten oluşmaktadır.

Mikroenkapsülasyon teknolojisinin gıda endüstrisinde kullanılmasının oldukça eskiye dayandığı bilinmektedir. Son yıllarda mikroenkapsülasyonun öneminin artmasının nedenlerinden biri de fonksiyonel ürünlerin ortaya çıkmasıdır.

Mikroenkapsülasyonun gıda endüstrisinde kullanım amaçlarını şöyle sıralayabiliriz;

- Kaplanacak biyoaktif bileşenlerin dış etmenlere karşı korunmasının sağlanması
- Buharlaşma ile kaybın önüne geçilmesi,
- Fiziksel özelliklerinin korunurluğunun artırılması,
- Biyoaktif bileşenin kaplanmasıyla taşınmanın kolaylığı
- Kapsüllenecek bileşenlerin tat ve kokusunun korunmasının sağlanması,

- Farklı bileşiklerle reaksiyonun engellenmesi
- Eser miktarda kullanımının seyreltilebilme olanağının olması şeklindedir (Desai and Park 2005).

2.4.2 Enkapsülasyon teknikleri

Enkapsülasyon uygulamalarında sıklıkla kullanılan teknikler bulunur. Bu teknikler, uygulanacak prosese göre, çekirdeği oluşturan aktif materyale, mikro veya nanokapsül eldesi için uygulanmasına, elde edilmesi istenilen parçacık boyutuna, çekirdek ve çekirdeği kaplayan duvarın özelliklerine, üretim ölçüsüne ve maliyet oranına göre tercih edilir. Başlıcala yöntemleri şöyle sıralayabiliriz; püskürterek kurutma, liyofilizasyon, püskürterek soğutma, koaservasyon, ekstraksiyon ve emülsifikasyondur (Caballero *et al.* 2003).

Püskürterek Kurutma

Püskürtmeli kurutma yöntemi; su içeriği yüksek olan ve kolaylıkla pompalanabilir sıvılarda ölçeklenebilirliği, devamlı çalışması ve standart özelliklerinin oldukça yüksek olması nedeniyle yoğunlukla tercih edilen bir yöntemdir (Yerlikaya and Şen Arslan 2019). Bu kaplama yöntemi uygulama süresinin kısalığı ve kontrol edilebilirliğinin kolay olması avantaj sayılmaktadır. Püskürterek kurutma yöntemi farklı ürün gruplarının kullanılması ve renk, tat gibi ürün özelliklerini yüksek ölçüde korumasıyla tercih edilme oranı yüksek bir yöntemdir (Haque *et al.* 2015). Bunlarla birlikte maliyetinin kısmen düşük olması, kristallenme derecesi ve partikül yoğunluğu, gibi parametreler üzerinde kontrol sağlanması bu yöntemin tercih edilme oranını artırmaktadır (Haggag and Faheem 2015). Püskürterek kurutmada karbonhidratlar, proteinler, gamlar ve selülozlar yoğunlukla kaplama malzemesi olarak tercih edilmektedir (Gharsallaoui *et al.* 2007). Püskürterek kurutma işlemi, inert gaz veya sıcak hava gibi akışkanın etkisiyle sulu veya organik çözeltilerin atomizasyonunu arkasından kurutulmasını içermektedir (Haque *et al.* 2015). Sistemdeki akışkan faz, kurutma kısmına küçük birer damlacıklar şeklinde püskürtülür ve bu damlacıklar sıcak hava/gaz ortamına doğru hızla hareket ederek küçük toz parçacıklar şeklinde kuruyarak

düşmektedir (Nuzzo *et al.* 2015). Besleme bileşimine ve işlemin etkilerine bağlı olarak parçacıklar nano boyutlu malzemeler (210-280 nm), mikron boyutunda ince tozlar (10-50 μm) veya aglomeratlar (3 mm'ye kadar) olarak elde edilebilmektedir (Gharsallaoui *et al.* 2007).

Püskürterek Soğutma

Sprey soğutmalı kapsülleme tekniğinin amacı partiküllerin soğuk havaya maruz bırakılarak katılaşmasını sağlamaya dayanmaktadır. Mikropartiküller, aktif materyalin bulunduğu öz çekirdek ve duvar malzemesinin bulunduğu solüsyonun içinde bulunmaktadır. Bu karışım, ilk olarak kurutma aracı ile nebülizasyon işlemine sokulur. Daha sonra, havanın düşük sıcaklıktaki sirküle hareketi ile ortamdaki sıcaklık düşürülür. Sıcaklığın düşmesi ile malzeme katı hale gelmeye başlar; çekirdek madde, duvar malzemesinin içine alınmasıyla kapsüllenir (Champagne and Fustier 2007). Püskürterek soğutma yöntemi düşük sıcaklıklarda yapılması gereken kapsüller için uygun bir yöntemdir. Bunun yanında, ölçeklendirme yaparken kolay olması nedeniyle ve maliyetlerimin düşüklüğü sebebiyle de yoğunlukla tercih edilen yöntemler arasında bulunur. Dezavantajları ise, materyal içerisindeki çekirdek maddenin kapasitesinin düşmesi ya da çekirdeğin direk dışarı gönderilmesi istenmeyen durumlardandır. Bu teknik, genellikle mineral ve vitamin kapsüllenmesi için kullanılmaktadır (Rathore *et al.* 2013).

Koaservasyon Metodu

Koaservasyon, fizikokimyasal özelliklerin değişmesi ve (örneğin pH, sıcaklık, iyonik kuvvet ve polarite) kabuk maddesi olarak belirlenen polimerin çekirdeğin yanında çökmesini sağlayan bir yöntemdir. Yöntem, tek makromolekül bulunduruyorsa basit koaservasyon; karşı yüklerin iki veya daha çok molekülü bulunduğunda kompleks koaservasyon adı verilir. Bu kompleks koaservasyon işlemi, yüksek bir sıcaklık veya organik bir çözelti istemediğinden kolay uygulanan ve maliyeti az bir metod olarak bilinir. Özellikle aromalı yağların kapsüllenmesinde bu yöntem tercih edilmektedir. Yöntemin dezavantajı ise ortam koşullarının değişmesiyle uygulanan bit metod olduğu

için uygun pH, elektrolit ve kolloid konsantrasyonlarında uygulanmaktadır (Comunian *et al*. 2013).

Liyofilizasyon

Liyofilizasyon, aktif materyalin vakum aracılığıyla süblimlenmesinin sağlanarak dondurulması ve dehidrasyonunun uygulanmasına dayanır. Bu işlem, fazla sıcaklıklara gereksinilmeden materyalden suyun atılmasını sağladığı için uygulanabilirlik oranı yüksektir. Yöntemin geliştirilme amacı, yüksek sıcaklıkların neden olduğu etkileri azaltarak kaliteli ürünler ortaya çıkarmaktır. Liyofilizasyon, çoğunlukla esans ve tatlandırıcı kapsüllenmesinde tercih edilen ve kullanılan bir yöntemdir. Ticari olarak uygulanması ve maliyetinin yüksek olması ayrıca fazla zaman harcaması nedeniyle tercih edilme oranı düşüktür (Marques *et al.* 2006).

Emülsifikasyon

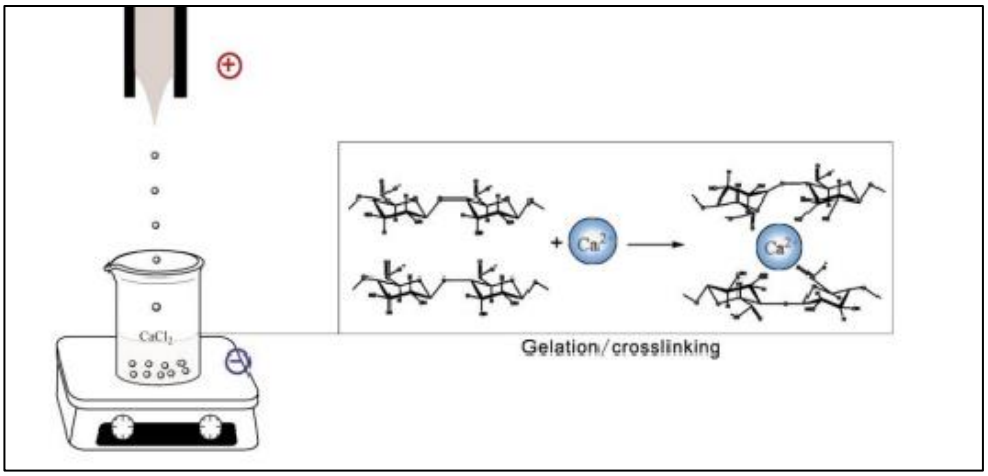
Bu yöntemde, çekirdeği oluşturacak çekirdek madde, duvar malzemesinin içindeki organik çözücü içerisine atılır. Emülsiyon elde etmek için olan su veya yağ ile karışım karıştırılır. Bir sonraki adım ise, organik çözücünün ortamdan buharlaştırma yöntemi ile ayrılmasıdır. Organik maddenin uzaklaşması ile birlikte duvar malzemesi ve iç fazın etkileşime geçmesiyle duvar malzemesi polimer çekirdeği içerisine alarak globül oluşturur (Zanetti 2001). Emülsifikasyon, nano ve mikro boyutta partikül elde edilmesinde yöntemin kolay olması, hazırlama esnasındaki malzemelerin değiştirilebilir olması ve formülasyonun basitliği gibi nedenlerle oldukça tercih edilmiştir. Emülsifikasyon tekniği yaygın olarak vitaminleri, mineralleri enzimleri ve mikroorganizmaları kapsülleme yöntemlerinde kullanılmaktadır (Fang and Bhandari, 2010).

İyonik Jelasyon Yöntemi

İyonik jelleşme yöntemi, damlatma veya elektrostatik sprey prosedürü kullanılarak yapılan bir kapsülleme metodudur. Kapsüllenecek aktif bileşik, polimerik çözelti içerisinde çözdürülür. İyonik çözeltiye gelen damlacıklar, aktif bir şekilde polisakkarit

matrisinde dağılmış olan küre biçimli jel yapıları oluştururlar. Bu yöntem, çevresel faktörlere duyarlı olan maddelerin kapsül oluşturmasını sağlayan bir yöntem olup, çok yüksek sıcaklık, aşırı bir karıştırma veya organik çözücüler kullanılmadığından dolayı kayıpların en az olduğu yöntemlerden biridir. Yöntemin büyük bir dezavantajı ise, düşük moleküllü materyallerin kaplanmasının, asitlikten bağımsız olarak iyonik jel yapısında kolaylıkla difüzyon oluşturması ve hızlı salınım problemlerinin ortaya çıkmasıdır. Genellikle kaplama materyali olarak Na-alg, gam, pektin, kitin, kitosan kullanılmaktadır, Ca^{+2} ise en çok kullanılan retikülasyon ajanıdır (Kim *et al.* 2017, Maestrelli *et al.* 2008).

İyonik jelasyon metodu kolay, hızlı ve ekonomik yönden avantajlı bir yöntem olup çok miktarda ürün üretimine uygun bir yöntem olmadığı için daha çok laboratuvar ortamında uygulanmaktadır. Bu metotta, polimer çözeltisi ile aktif madde homojenize edilerek enjektör vasıtasıyla dağıtıcı faza ($CaCl_2$ gibi) küresel jel partikülleri elde etmek amacıyla damlatılır. Damlatma yöntemi kalsiyum-aljinat taneciklerinin üretilmesinde kullanılan bir metot olup, çapraz bağlanma $CaCl_2$ molekülündeki kalsiyum ile sodium aljinat molekülündeki sodyumun bağlanması prensibine dayanır. Şekil 2.4'te kalsiyum ve sodyum iyonları arasındaki çapraz bağlanma mekanizması gösterilmiştir.



Şekil 2.4 İyonik jelasyon/kalsiyum-aljinat çapraz bağlanma mekanizması (Shi *et al.* 2011).

İyonik jelleşme metodunda, polimer çözelti enjektör, titreşimli enjektör veya püskürtmeli enjektör gibi araçlarla katılaştırıcı çözelti içerisine damlacıklar halinde

düşürülmekte jel oluşumu esnasında, kalsiyum iyonları ile sodyum iyonları yer değiştirmekte ve sonuçta aktif maddeyi hapseden küresel Ca-aljinat kapsülleri oluşmaktadır (Göksungur and Güvenç, 2002).

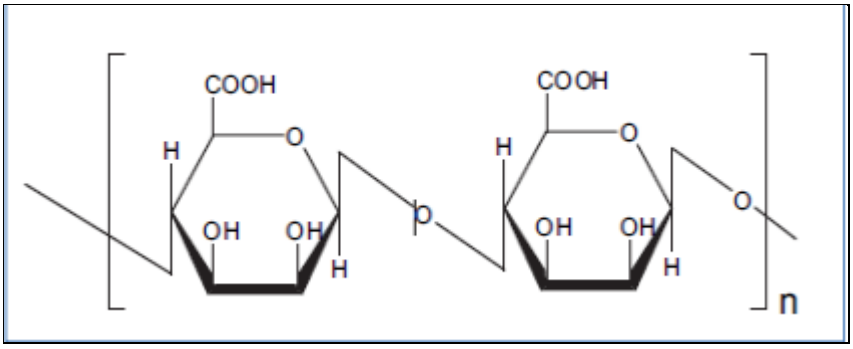
İyonik jelasyon yöntemi ile üretilen kapsüllerin boyutu enjektörün çapına, titreşimiçin kullanılan sisteme, aljinat çözeltisinin viskozitesine ve $CaCl_2$ çözeltisi ile enjektör sistem arasındaki mesafeye bağlı olarak dar bir aralıkta değişim göstermektedir. Bazı damlatma teknikleri ile boyutların eşitliğini yakalamak zor olduğundan dolayı kapsülleri son yıllarda geliştirilen şırınga ekstrüzyon sistemi (titreşimli üniteler, elektriksel ve potansiyel hava jeti ile aljinat akışını sağlayan) gibi teknolojik aletler geliştirilerek küresel ve fazla miktarlarda kapsüller üretilerek taneciklerin ticarileştirilmesinin mümkün olabileceği görülmüştür. Destekleyici sistemlerin varlığında üretilen kapsüller 100-1000 μm aralığında oluşurken, genel damlatma metoduna göre üretim hızının arttığı çapın küçüldüğü bildirilmiştir (Leong *et al.* 2015).

Kalsiyum miktarına bağlı değişken olarak bağlar arasındaki ilişki kalıcı veya geçici bağlılık oluşturabilir. Bu durum kalsiyum miktarı ile orantılıdır. Kalsiyum miktarı gerktiğinden düşük olduğunda bağlanma daha geçici olurken, daha yüksek kalsiyum seviyelerinde bağların sağlam ve kalıcı olması nedeniyle çökelme ya da jelasyon oluşumu gözlemlenmektedir. Kimyasal yapı, jel oluşturma kinetiği, moleküler büyüklük, katyon gözeneklilik, stabilite, şişme davranışı, biyobozunurluk, biyouyumluluk ve jel oluşturma kapasitesi gibi fonksiyonel özellikler üzerinde önemli seviyelerde etkilidir (George and Abraham, 2006).

2.4.3 Sodyum aljinat ve gellan gam biyopolimerleri

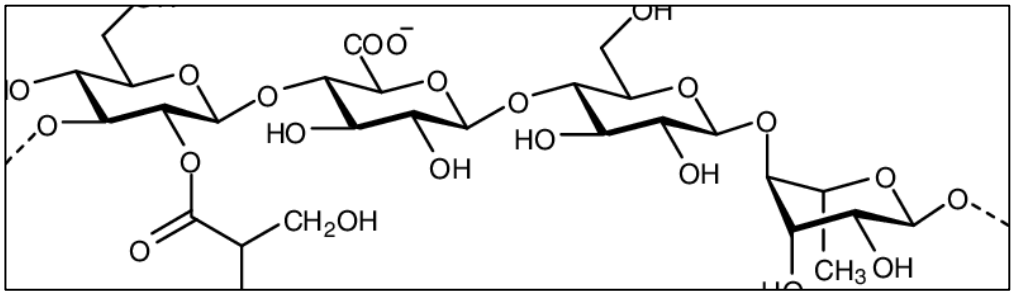
Aljinatlar farklı türlerdeki alglerin hücrelerinden elde edilen, L-guluronik asit ve D-mannuronik asit olmak üzere çift monomerden oluşan heteropolisakkaritlerdir (Şekil 2.5). Enkapsülasyon yönteminde yan ürün olarak kullanılan aljinatlar olumsuz bir etki göstermemesi, kolay elde edilebilir ve ekonomik olması, yüksek kaliteye sahip jeller elde edilmesi, $CaCl_2$ ile probiyotik bakteriler vb. malzemelerin kaplanmasında

matriksler oluşturması gibi avantajları bulunur (Martín *et al.* 2015, Wani *et al.* 2016, Sarao and Arora 2017, Albadran *et al.* 2018).



Şekil 2.5 Aljinatın kimyasal yapısı (Vos *et al.* 2010)

Ticari olarak *Sphingomonas elodea* veya *Pseudomonas elodea* bakterilerinden mikrobiyal fermantasyon ile hazırlanan GG, lineer ve hidrofik yapıda olan anyonik bir ekzopolisakkarittir. Yapısındaki β-D-glukoz, β-D-glukuronik asit ve α-L-ramnoz monosakkarit üniteleri, 2:1:1 molar oranlarda bulunmaktadır (Şekil 2.6). GG molekülleri, yüksek sıcaklıkta rastgele sarımlar (random coils), düşük sıcaklıkta ise çift sarmallar (double helices) formundadır. Sıcaklığa duyarlı, biyolojik olarak uyumlu, biyolojik yollarla parçalanabilir yapıda olan GG toksik değildir ve anyonik özelliğinden dolayı mukoadezif yapıya sahiptir (Zia *et al.* 2018).



Şekil 2.6 GG kimyasal yapısı (Singh *et al.* 2021)

Toksik olmayan ve Amerika Birleşik Devletleri Gıda ve İlaç Dairesi (FDA) tarafından onaylı olan Na-alg ve GG gıda endüstrisinde stabilizatör, emülgatör, bağlayıcı, jelleştirici, pıhtılaştırıcı, film oluşturucu ve koyulaştırıcı ajan olarak kullanılmaktadır. Hem Na-alg hemde $CaCl_2$ özellikle Ca^{+2} iyonunun ortamda bulunmasıyla güçlü jeller

oluşturma yeteneğine sahiptir.

2.5 Hodan Yağı ve Enkapsülasyonu ile İlgili Yapılan Çalışmalar

Ru-yi Li ve Yan Shi (2017) tarafından yapılan çalışmada; sprey kurutma ile elde edilen mikrokapsüllü hodan yağının fizikokimyasal özellikleri ve stabilitesi üzerindeki etkisini araştırmıştır. Duvar materyali olarak peynir altı suyu proteini konsantresi, veya süt proteini sodyum kazeinat, β-glukan ve maltodekstrin karışımları kullanıldı. Hodan yağının farklı duvar malzemeleriyle mikrokapsülasyonu yüksek kapsülleme verimliliği gösterdi. Sodium caseinate ve maltodextrin ile hazırlanan mikrokapsüllenmiş hodan yağı, %96,62'lik optimum kapsülleme verimi gösterdi. Hodan yağı ve mikrokapsüllenmiş hodan yağının oksidatif stabiliteleri, 30 gün boyunca 45°C ve %33 bağıl nemde hızlandırılmış depolama testi ile ölçüldü. Kapsüllenmiş hodan yağı, saf hodan yağından daha düşük peroksit değerleri gösterirken, sodyum kazeinat, peynir altı suyu proteini konsantresi ve maltodekstrin ile hazırlanan mikrokapsüller saf hodan yağından lipid oksidasyona karşı daha yüksek koruma sağlamıştır.

Rehman ve arkadaşları **(**2020**)** yaptıkları çalışmada; hodan tohumu yağı resveratrol ve kurkumin emülsifikasyon yöntemiyle Oktenil süksinik anhidrit modifiye nişastasının duvar materyali olarak kullanılmasıyla bir araya getirmede etkili olabileceğini ortaya koymuşlardır. Her iki türde modifiye nişasta oktenil süksinik anhidrit ile kaplı mikrokapsüller düzgün fizikokimyasal özelliklere sahip kapsüller ortaya çıkarmıştır. Bununla birlikte, Hi-cap100 (HCP) kaplı mikrokapsüller, 4 haftalık depolama boyunca 40°C'de biyoaktif bileşiklerin daha fazla hapsedilmesini sağlamıştır. HCP tarafından sağlanan bu yüksek koruma, daha düşük moleküler ağırlığı ve farklı moleküler yoğunluğu sağlamıştır, bu da spreyle kurutulmuş mikrokapsüllerin sıkı bir katman oluşturabilmesini ayrıca tüm biyoaktiflerin çekirdek malzeme olarak oksidasyondan koruma sağlamasını mümkün kılmıştır. Kurkuminin bir antioksidan ajan olarak kapsüllenmesi, spreyle kurutulmuş mikrokapsüllerin oksidatif stabilitesini artırmayı sağlamıştır. Bu nedenle ulaşılan bulgular; resveratrol, kurkumin ve γ-linolenik asit dahil olmak üzere biyoaktif bileşikler içeren takviye edici gıdaların tanıtılmasında faydalı olacaktır.

Abdur Rehman ve ekibi (2020) yaptıkları çalışmada; Nane yağının doğal bir antioksidan kaynağı olarak kullanılmasının, nanoemülsiyon dağıtım sisteminin elde edilmesine yardımcı olan oksidatif reaksiyonları geciktirme konusundaki etkisi nedeniyle hodan tohumu yağının oksidatif stabilitesini ve kapsül verimini artırmasında etkili olacağı düşünülmüştür. Yapılan çalışmada, farklı nane yağı konsantrasyonlarının eklenmesinin, hodan tohumu yağı yüklü nanoemülsiyonların fizikokimyasal özelliklerini etkilediğini göstermiştir. 5:5 v/v nane yağı: hodan tohumu yağı içeren NE3 formülasyonu, diğer formülasyonlara kıyasla depolama sırasında üstün fiziksel ve oksidatif stabilite gösterdi ve daha yüksek antioksidan aktivite sergiledi. Ayrıca daha yüksek kapsülleme verimliliği gözlemlendi. Tersine, NE4 ve NE5 formülasyonlarında faz ayrımı, kremleşme ve topaklanma gözlemlendi. Özetle araştırma bulguları, NE3 formülasyonunun, fonksiyonel gıdalar, diyet takviyeleri ve içeceklerde gama linoleik asitce zenginleştirilen nanoemülsiyonların geliştirilmesi için yararlı olabilecek bir antioksidan potansiyele sahip olduğunu göstermiştir.

Tiejun Lu ve diğerleri (2007) tarafından yapılan çalışmada; Basınç, sıcaklık, akış hızı ve tabaka uzunluğu değerlendirilen hodan tohumunun sıkıştırılmış CO_2 ile yağ ekstraksiyonu üzerindeki etkileri belirlendi. Deneysel aralıklar içinde, özütleme oranlarının esas olarak yağın sıkıştırılmış CO_2 içindeki çözünürlüğü tarafından kontrol edildiği bulundu. Akış hızı ve tabaka uzunluğunun ekstraksiyon eğrileri üzerindeki etkileri, basınç ve sıcaklıktan daha azdı, film direnci ve alıkonma süresi açısından sonuçlar tartışıldı. Tohumların ön muamelesinden sonra yağın bir kısmının çözücüye serbestçe erişebildiğine dair kanıtlara dayanan teorik bir model, deneysel ekstraksiyon eğrilerini doğrulamak için başarıyla kullanılmıştır.

İran'da farklı bölgelerde yetiştirilen *borago officinalis* tohum yağının bileşimindeki farklılıkları gözlemlemek için Elham Morteza ve diğerleri, 2015'te yapılan çalışmada; farklı ekolojik koşullara, özellikle yağış ve sıcaklığa sahip bölgelerde hodanda hem tohum yağı içeriğinde hem de yağ asidi içeriğinde önemli değişiklikler olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle, bitkinin yetişme yeri, tıp bilimi açısından hodan tohumunun yağ kalitesini etkilemede önemli bir faktördür.

Zemmouri (2019) tarafından yapılan çalışmada, Cezayir *Borago officinalis'in* yüksek fenolik içeriği ve antioksidan potansiyeli araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar hodanın etanolik ekstraktının reaktif oksijen türlerine karşı oldukça aktif olduğunu göstermiştir. Ek olarak, *Borago officinalis'in* yaprak ekstrelerinin kromatografik analizi, hodandan ilk kez elde edilen 10 flavonoid ve bir oleuropein varlığı görülmüştür. Ekstraktların antioksidan aktivitesi bu bileşiklere bağlı olabileceği öne sürülmüştür. Ayrıca, bu araştırma, Cezayir hodanının gıda ve/veya ilaç endüstrilerinde potansiyel bir kullanımı ile iyi bir antioksidan kaynağı olabileceğini ortaya koymuştur. Ancak, daha fazla araştırma gereklidir.

Bandoniene ve Murkovic (2002) tarafından hodan ekstraktındaki radikal süpürücü bileşiklerin tespiti için yapılan çalışmada; ham hodan (*Borago officinalis L.*) ekstraktının antioksidan aktivitesinin değerlendirilmesi DPPH serbest radikal yöntemi kullanılarak belirlendi. Hodan özütü, absorbansın hızlı bir şekilde azalmasına neden oldu ve 2,2V-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) radikaline karşı yüksek hidrojen verme kapasitesi gösterdi. Yeni HPLC-DPPH yöntemi, bu hodan özütündeki çeşitli radikal süpürücü bileşenlerin tanımlanması ve nicel analiz için uygulandı. Bu çevrimiçi HPLC-DPPH yöntemi, DPPH kararlı radikalin metanolik çözeltisi kullanılarak geliştirilmiştir. HPLC ile ayrılmış analitler, kolon sonrası metanol içindeki DPPH çözeltisi ile reaksiyona girdi. Antioksidatif bileşenlerin ayrılması, %2 su, %2 asetik asit ve %80 asetonitril faz konsantrasyonunda ile HPLC ile 280 nm'de gerçekleştirildi. HPLC analizi, hodan özünde birkaç radikal süpürücü bileşenin varlığını ortaya çıkarmıştır. Kromatogramlardan elde edilen sonuçlar, ekstrede bulunan bazı bileşiklerin yüksek radikal söndürme kabiliyetine sahip olduğunu göstermektedir. Hodan yapraklarının ham ekstraktındaki baskın antioksidan bileşik, rosmarinik asit olarak tanımlandı.

Casas ve arkadaşları (2021) yaptıkları çalışmada; hodan yağının sağlığı geliştirici özelliklere sahip bir ürün olduğunu onaylamışlardır. Çoklu doymamış yağ asitlerinin yüksek içeriği, bu yağı mükemmel bir diyet ürünü yapmaktadır. Konvansiyonel rafine etme işlemleri, yağın yararlı özelliklerini etkileyecek biçimde bozulmasına neden olur. Bundan dolayı, çevre dostu olan ve nihai ürünün faydalı özelliklerini değiştirmeyen alternatif yöntemlerin araştırılması gerekmektedir. Bu çalışmada, yağ ekstraksiyonu için

süper kritik karbon dioksit uygulandıktan sonra iki fraksiyonlama yöntemi analiz edilmiştir: kademeli siklon ayırıcılar ve ters akım kolonu. Her iki yöntemle elde edilen sonuçlara göre; işlenmemiş yağ asidi profili değişmeden kaldı ve elde edilen ürünler, ham yağınkilerle karşılaştırıldığında daha düşük asitlik sergilediği, gelişmiş antioksidan ve sitotoksik özellikler sergilediği için oldukça tatmin edici bulunmuştur. Fraksiyonlanmış yağlar doğrudan diyet takviyesi olarak kullanılabilir ve diğer gıda ürünlerini tamamlayabilecek bir çoklu doymamış yağ asidi kaynağıdır.

3. MATERYAL VE METOT

3.1 Materyal

Çalışmada enkapsülasyon işleminde kullanılmak üzere olarak yerel piyasadan temin edilen hodan otu tohumu kullanılmıştır. Hodan otu tohumu kuru olarak temin edilmiştir ve +4°C sıcaklıktaki buzdolabında işleninceye kadar depolanmıştır.

3.2 Metot

Yapılan bu araştırma 3 aşamalıdır:

- İlk aşamada hammadde kaynağından ham sabit yağ elde edilmiştir.
- Sonraki basamakta elde edilmişolan bu ham yağ; iyonik jelleşme yöntemi kullanılarak Na-alg ve GG birlikte kullanılarak enkapsüle edilmiştir.
- Üçüncü aşamada ise sentezlenen aktif madde yüklü kapsüllerin gerekli karakterizasyon ve analizleri yapılmıştır.

3.2.1 Bitkisel kaynaktan ham yağ elde edilmesi

Hodan tohumu örnekleri, tartılıp Soxhlet kartuşlarına aktarılmış ve ağızları pamuk ile kapatılmıştır. Kartuşlar ve darası alınmış balonlar ekstraksiyon işlemi için Soxhlet cihazına yerleştirilmiştir. Kartuşların içine yaklaşık 250 mL hegzan ilave edilmiştir. Sifon yaptırılarak 6 saat ekstraksiyon işlemine devam edilmiştir. İşlem sonunda bu süre içerisinde balonda yağ ve solvent toplanmıştır. İşlem bittikten sonra balonun içerisinde biriken miselladaki hegzan dönel buharlaştırıcı (Heidolph G1, Almanya) yardımıyla uzaklaştırılmıştır. Böylece balonda sadece hodan tohumundan ekstrakte edilen yağ kalmaktadır. Balonlar desikatörlere alınmış ve desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulmuş ve sabit tartıma geldiğinde tartılmıştır. Daha sonra % olarak ham yağ içeriği hesaplanmıştır. Elde edilen örnek enkapsülasyon işleminde çekirdek materyali olarak kullanılmıştır.

3.2.2 İnvers jelleşme yöntemi ile sodyum aljinat-gellan gam membranlı hodan yağı çekirdekli mikrokapsül üretimi

Sunulan araştırmanın devam eden aşamasında, ekstraksiyon ile elde edilen tohum yağı optimum koşulları belirlenerek Na-alg ve GG kaplı tanecikler halinde "invers jelasyon (damlatma) yöntemi" kullanılarak enkapsüle edilmiştir. Aljinat çözeltisinden kalsiyum tuzları ile mikroküre lerin elde edilmesi yaygınlıkla kullanılan bir yöntem olup genellikle mikro ve makro boyutta kapsüller elde edilmektedir. Kalsiyum iyonunun varlığında aljinatta çapraz bağ oluşmaya başlar, bu da aljinatın pıhtılaşmasına ve kapsül yapının oluşturmasına neden olur (Aghel *et al.* 2011). Anyonik bir polisakkarit olan GG da yine $CaCl_2$ ile çapraz bağ oluşturmaktadır.

Yapılan literatür çalışmalarına dayanarak optimal enkapsülasyon şartlarının belirlenmesi için farklı koşullar çalışılmıştır. Enkapsülasyon işlemi sırasında en önemli faktörler, enkapsülasyon etkinliği yani enkapsüle edilmek istenen hedef bileşenin ne kadarının yapı içinde tutulabildiği, kapsüllerin boyutları ve ürünlerdeki stabiliteleridir. Hodan tohumu yağının Na-alg - GG kaplı taneciklerle enkapsüle edildiği optimum deneysel şartların belirlenmesi amacıyla Yüzey Yanıt Metodolojisi kullanılmıştır. Bu nedenle, 3 faktör Central Composite Design deneme matriksi Design Expert 12.0 deneme sürümü kullanılarak hazırlanmıştır. Optimum deneysel enkapsülasyon şartlarının belirlenmesi için uygun parametreler denenmiştir. Sodyum-aljinat jel konsantrasyonu, GG jeli konsantrasyonu ve $CaCl_2$ yüzdesi olarak 3 farklı parametre belirlenmiştir (Çizelge 3.1). Bu parametrelere göre enkapsülasyon etkinliği, ortalama kapsül çapı, enkapsülasyon verimi değerlendirilmiştir. Bağımsız değişkenlerin sayısal değerleri ise yapılan ön denemeler sonucunda belirlenerek deneysel uygulamaya geçilmiştir.

Çizelge 3.1 Enkapsülasyon aşamasında kullanılan bağımsız değişkenler

Bağımsız Değişkenler	TYM Seviyeleri		
	-1	**0**	**1**
GG Oranı (%)	0,5	1	1,5
Na-alg Oranı (%)	0,5	1	1,5
$CaCl_2$ Oranı (%)	2	6	10

Aljinat çözeltisinin hazırlanması

Belirlenen derişimde Na-alg çözeltisi hazırlamak için gerekli miktardaki toz Na-alg saf suda 600 rpm'de 4 saat karıştırılarak çözülmüştür. Polimer tamamen çözündükten sonra da yaklaşık 1 saat su banyosunda düşük hızda karıştırılarak gaz kabarcıkları uzaklaştırılmış ve kullanılmadan önce +4°C'de buzdolabı koşullarında yaklaşık 12 saat dinlendirilmiştir.

GG çözeltisinin hazırlanması

İstenilen derişimde GG çözeltisi hazırlamak için belirli miktardaki jelleştirici gam çözeltiye eklenip 500 rpm'de karıştırılarak çözülmüştür. Hazırlanan çözelti kullanılmadan önce 12 saat dinlendirilmiştir (4°C'de).

$CaCl_2$ çözeltisinin hazırlanması

Enkapsülasyon işleminde aljinat boncukların elde edilmesinde çapraz bağlayıcı ajan olarak $CaCl_2$ çözeltisi %2, %6 ve %10 oranlarında kullanılmıştır ve yapılan çalışmada çapraz bağlayıcı ($CaCl_2$) konsantrasyonu model değişken parametlerine göre değiştirilerek devam edilmiştir.

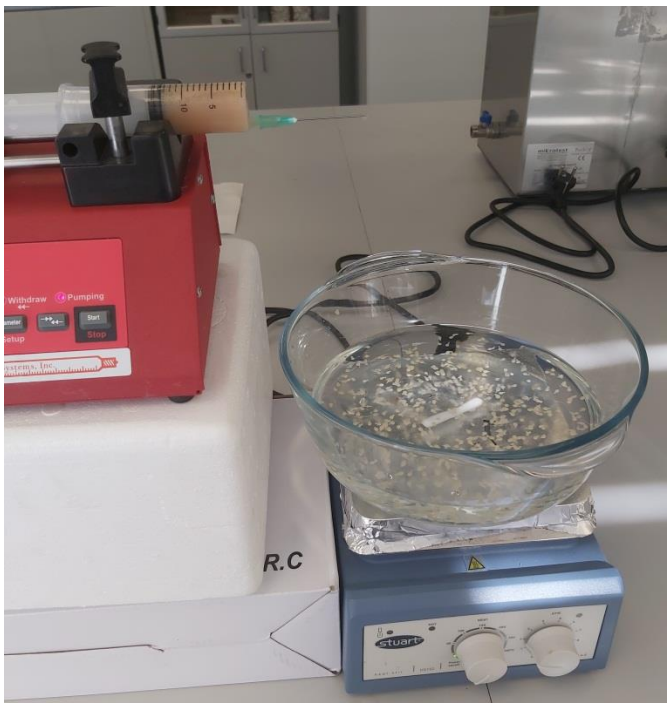
Jelleşme ortamının hazırlanması

Hazırlanan stok çözeltiler uygulanan modelin belirttiği oranarda karışrırılmış ve herbirine aktif madde olarak belirli konsantrasyonda (%0,35'lik) hodan tohumu yağı ilave edilerek manyetik karıştırıcıda karıştırılarak homojenize edilmiştir. Daha sonra

jelleşme çözeltisini hazırlamak için çözelti mekanik karıştırıcı yardımı ile (ultraturrax) 5000 rpm'de yaklaşık 4 dakika karıştırılmıştır. Hazırlanan çözeltide emülsiyon stabil bir yapıya geldikten sonra bu emülsiyon enkapsülasyon işleminde kullanılmıştır.

Hodan tohum yağının invers jelasyon yöntemi ile Na-alg ve GG kullanılarak enkapsülasyonu

Hazırlanan jelleşme çözeltilerinden 30 mL enjektör yardımı ile belirlenen miktarlarda damlatma çözeltileri içerisine damlatılmıştır (Şekil 3.1). Her 15 mL'lik damlatma işleminden sonra oluşan küreler, jel yapının kuvvetlenmesi, dağılmaması ve çapraz bağlanma reaksiyonunun tamamlanması amacıyla damlatma çözeltisinde yaklaşık 30 dakika bekletilmiştir. Çözeltilerden çıkarılan kapsüller saf su ile yıkanmış ve sonrasında süzülerek oda sıcaklığında kurutulmuştur. Şekil 3.1'de gösterilen enkapsülasyon işlemleri 2 tekerrürlü olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.1 Enkapsülasyon deney düzeneği

3.3 Hodan Yağı Yüklenmiş olan Kapsüllerin Karakterizasyonu

3.3.1 Enkapsülasyon verimi

Yapılan tez çalışmasında üretilen kapsüllerin % verim değerleri gravimetrik yöntem kullanılarak belirlenmiştir. Jelleşme çözeltisinin yani kapsül oluşturmadan önceki kuru madde ağırlığı ile kapsül oluşumundan sonraki kuru kapsüllerin ağırlıkların farkı % enkapsülasyon verimi olarak hesaplanmıştır.

3.3.2 Kapsüllerde enkapsülasyon etkinliği

Enkapsülasyon etkinliği kapsüllerdeki yağın ekstrakte edilmesiyle ve bu ekstraklardaki antioksidan aktivite testi ile belirlenebilmiştir. Homojen bir şekilde 1 ± 0,001 g tartılan her bir kapsül örneği 20 mL hegzan ilave edilerek homojenizatör (IKA T18 Basic Ultra-Turrax) ile 5000 rpm'de yaklaşık 2 dakika karıştırılmıştır. Sonrasında çözgenle muamele edilen örnekler santrifüjlenmiştir (+4°C'de, 5000 rpm'de 20 dakika). İşlem sonrasında üst faz yeni bir falkona alınmış kalan süzüntüye tekrar 20 mL çözgen ilave edilerek aynı işlemlere tabi tutulmuştur. Bu ekstraktlar derin dondurucuda analiz edilene kadar muhafaza edilmiştir.

Almajano *et al.* (2007) ve Wang and Xiong (2005) tarafından sunulan ABTS Yok Etme metodunda 2,45 mM $K_2S_2O_8$ ve 7 mM ABTS (2,2'-azino-bis (3-etilbenztiyoazolin-6-sülfonik asit)) çözeltileri 1/1 oranında karıştırılarak karanlık ve oda sıcaklığında 16 saat inkübasyona bırakılmıştır. Hazırlanan bu ABTS radikal çözeltisinin 734 nm' de absorbansı ölçülerek 1.850±0.05 absorbansına ulaşılana kadar etil alkol ile seyreltilmiştir (Agilent, Carry 60 UV-Vis, Amerika). Bu absorbans değeri kontrol absorbansı olarak kullanılmıştır Daha sonra bu radikal çözeltisinden deney tüplerine 4'er mL alınarak üzerlerine 100 µL hodan yağı ekstrelerinden eklenerek oda sıcaklığında ve karanlıkta 2 saat inkübasyona bırakılmıştır. Bu sürenin sonunda 734 nm' de PBS (Fosfat Tamponu, pH=7.4)' den oluşan köre karşı örneklerin absorbansı kaydedilmiştir. Azalan absorbans ortamdan yok edilen ABTS radikallerinin miktarına

eşittir. ABTS Yok Etme metodunda ekstrakt örneklerinin ortamda aktif olarak bulunan ABTS radikallerinin ne kadarını yok ettiği ise aşağıdaki formülle (Denklem 3.1) hesaplanmıştır:

$$\% \text{ ABTS Süpürme Aktivitesi} = [(A_0-A_1)/A_0] \times 100 \quad (3.1)$$

A_1 örneklerin absorbansı, A_0 kontrolün absorbansı olarak alınmıştır.

3.3.3 Kapsüllerin taramalı elektron ve ışık mikroskobu ile incelenmesi

Kapsüllerin yüzey görüntüleri ve morfolojik analizleri taramalı elektron mikroskobu/enerji dağıtıcı x-ışını spektroskopisi (SEM/EDX-Carl Zeiss Sigma 300 VP) ile yapılmıştır. Kapsüllerin genel görüntüleri ve morfolojik yapısı ise NIKON SMZ-800N ışık mikroskobu vasıtasıyla belirli oranda büyütme ile görüntülenmiştir.

3.3.4 Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi ile karakterizasyon

Üretilen kapsüllerin yapısal karakterizasyonu ATR modülüne sahip Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi (FTIR-Bruker) ile yapılmıştır. Sonuçta ulaşılan spektrumlardaki kimyasal yapılar karşılaştırmalı olarak yorumlanmış ve incelenmiştir.

3.3.5 Yağ asidi profilinin belirlenmesi

Borago (hodan) tohumlarında ekstraksiyonu yapılan olan sabit yağların yağ asidi kompozisyonlarının belirlenmesi yağlarda metilasyon işlemi yapıldıktan sonra FAME (Fatty Acid Methyl Esters) IUPAC No:2.301'e göre yapılmıştır (IUPAC, 1979).

Bu analizde yağ asitleri kompozisyonu, Shimadzu GC-2010 modelli gaz kromatografisi cihazında Teknokroma (60 m × 0,25 mm i.d., 0,2 μm film kalınlığı; Supelco, Bellefonte, PA, ABD) kapiler kolon ve alev iyonlaştırma detektörü (FID) kullanılarak yapılmıştır. Yağ asitlerinin fraksiyon tayininde çıkan pikler 37 FAME yağ asidini içeren standart

karışımından (SupelcoTM 37 Component FAME mix, Supelco, Bellefonte, PA, ABD) yararlanılarak tanımlanmıştır. Analiz sırasında gelen pikler, standart karışımdan yararlanarak pikin zamanı ve pikin alan hesaplaması ile fraksiyonları tespit edilmiş ve sonuçlar % yağ asidi olarak verilmiştir. Gaz kromatografisinin çalışma koşulları ise aşağıda belirtildiği gibi programlanmıştır:

Taşıyıcı gaz: Helyum, Gaz akış hızı: 1,5mL/dk, Basınç: 30,49 psi, Fırın sıcaklığı: 100°C 1 dak tutulup, 25°C/dk hızla 175°C'ye sonrasında 4°C/dk hızla 175°C'den 230°C'ye yükseltilip 5 dak bu sıcaklıkta sabit tutulmuştur.

İnlet sıcaklığı: 250°C
Dedektör sıcaklığı: 250°C
Enjeksiyon miktarı: 1µl

3.3.6 İstatistiksel Analiz

Verilerin değerlendirilmesinde Design Expert 12.0 paket programı deneme sürümü kullanılmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

İstatistiksel olarak herhangi bir bağımsız değişkenin proses üzerindeki etkilerinin belirlenmesi, bağımlı değişkenler (cevaplar) aracılığı ile yapılmaktadır. Bu nedenle deney tasarımı yapılırken bağımlı değişkenlerin doğru bir şekilde belirlenmesi önem taşımaktadır. Oluşturulan deney modelinde modelin kapsüller üzerine etkilerinin incelenmesi amacıyla kapsüllerin enkapsülasyon verimi (%), enkapsülasyon etkinliği (%), antioksidan aktivite (%) ve ortalama partikül çapı (mm) incelenmiştir. Kurulan deney tasarımı üzerinde etkisi etkisi olduğu düşünülen bağımsız değişkenler ise; Na-alg oranı (%), GG oranı (%) ve $CaCl_2$ oranı (%) olarak belirlenmiştir. Yanıt yüzey tasarımı için yapılması ön görülen deney grupları Design Expert® programı tarafından önerilmiştir ve kullanılan bağımsız değişkenler ile seviyeleri Tablo'da verilmiştir.

Kullanılan program tarafından önerilen deneylerin yapılmasıyla bağımlı değişkenlere ait elde edilen sonuçlar kullanılarak önerilmiş modelin istatistiksel olarak uygunluğu Varyans Analizi (ANOVA) yapılarak tespit edilmiştir. Modelin uygunluğu R^2 ile ifade edilmiş ve istatistiksel önemi F testi ile belirlenmiştir.

En iyi modellemeyi yapan fonksiyon seçilirken;

• Modelin; önemli (significant),

• Lack of fitin; önemli değil (not significant),

• • R^2 ; ~1, • Düzeltilmiş R^2 ; ~1,

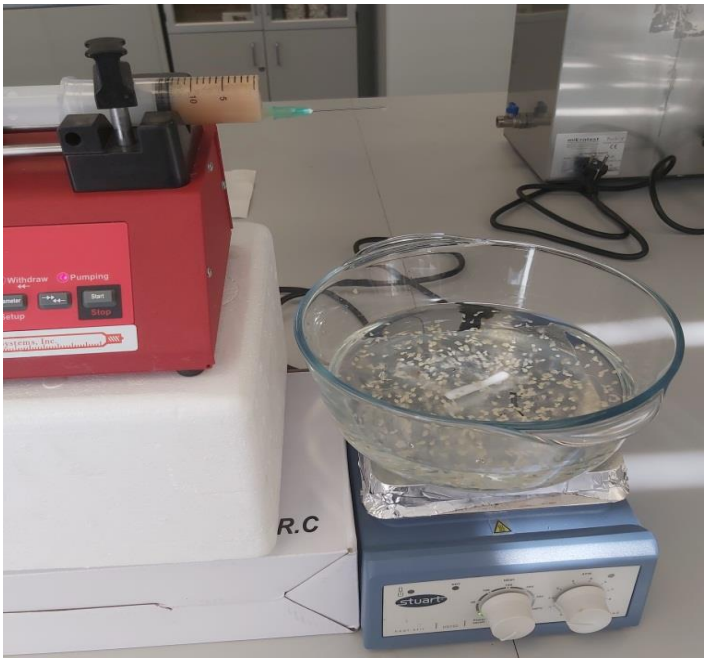
• Tahminlenen R^2 ; ~1,

• Varyasyon katsayısı (C.V%) minumum olması göz önünde bulundurulmuştur.

4.1 Sodyum Aljinat-Gellan Gam Membranlı Ham Yağ Çekirdekli Kapsüllerin Sentezi

Enkapsülasyon işleminde kaplanmış bir kapsülde aktif maddenin etkinliği, kapsülün kalınlığı, boy dağılımı, zar porozitesi ile birlikte mekanik özellikleri ve yüzey alanı ile ifade edilmektedir.

Yapılan araştırmanın bu aşamasında elde edilen hodan tohum yağı doğal biyopolimerlerden seçilen Na-alg ve GG kaplı mikroküreler oluşturmak üzere "invers jelleşme (damlatma) yöntemi" kullanılarak kapsüllenmiştir. Kalsiyum iyonu ile Na-alg'ta ve GG'da çapraz bağ oluşumu artar, fiziksel şekilde bağlanma gerçekleşir ve kapsül oluşmasına neden olur. Kalsiyum tuzları ile aljinat çözeltisinden ve GG'dan küreler elde edilmesi yaygın olarak kullanılan iyonik jelleşme tekniğidir. Bu amaçla düşük çaplı (0,8 mm çaplı yeşil renkli) şırınga ucu kullanılarak pompadan damlatılan emülsiyonun küçük sıvı damlacıkları halinde çözeltide küreselleşmesi prensibinden yararlanılmıştır (Şekil 4.1).



Şekil 4.1 Damlatma sistemi deney düzeneği

Araştırma kapsamında oluşturulmuş olan deney tasarımında 2 farklı kaplama maddesinin karışımı kullanılmıştır. Hazırlanan farklı oranlardaki GG, farklı oranlardaki aljinat ve farklı oranlardaki $CaCl_2$ çözeltilerinden elde edilen hodan tohumu yağı yüklü kapsüller Şekil 4.2'de verilmektedir.



Şekil 4.2 Farklı oranlarda Na-alg ve GG ile kaplanmış hodan yağı kapsülleri

4.2 Kapsüllerin Analizleri

4.2.1 Enkapsülasyon verimi (%)

Hodan tohum yağı yüklenmiş Na-alg-GG duvarı ile kaplı iyonik jelleşme yöntemiyle elde edilen kapsüllere ait enkapsülasyon verimi gravimetrik yöntem kullanılarak hesaplanmıştır (Çizelge 4.1).

Çizelge 4. 1 Deneysel matrikse göre sentezlenen kapsüllerin % enkapsülasyon verimi, partikül çapları ve % enkapsülsyon etkinliği sonuçları

Run	Design Matrix			Deneysel Sonuçlar		
	A Na-alg Oranı (%)	B GG Oranı (%)	C $CaCl_2$ Oranı (%)	Enkapsülasyon Verimi (%)	Partikül Çapı (mm)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)
1	0,5	0,5	2	55,29	1,90	79,79
2	1	1	10	97,36	2,36	69,34
3	0,5	1,5	2	61,27	2,21	59,08
4	0,5	1	6	76,72	2,09	62,16
5	1	1	6	84,54	2,54	61,59
6	1,5	1,5	10	99,59	2,63	71,66
7	1	1	2	65,18	2,45	67,45
8	1	1	6	86,1	2,35	63,11
9	1	0,5	6	58,12	1,83	69,7
10	1,5	0,5	2	74,57	1,91	74,86
11	1,5	0,5	10	91,93	1,94	65,69
12	1,5	1	6	84,17	1,92	57,33
13	1	1	6	85,46	2,56	68,79
14	1,5	1,5	2	78,96	2,52	77,77
15	1	1	6	85,55	2,56	68,37
16	0,5	1,5	10	94,09	2,52	65,27
17	1	1	6	84,14	2,45	65,58
18	1	1,5	6	88,33	2,68	53,7
19	1	1	6	83,52	2,47	59,72
20	0,5	0,5	10	86,21	2,12	69,35

Optimizasyon işlemi için üretilen kapsüllerin % enkapsülasyon değerlerinin yaklaşık 55-99,5 aralığında değiştiği belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Design Expert® 12 programında değerlendirildiğinde program tarafından önerilen linear model kullanılmıştır. Enkapsülasyon verimi için kullanılan modele ait model öneri sonuçları ve ANOVA testi sonuçları Çizelge 4.2'de verilmiştir.

Çizelge 4.2 Enkapsülasyon verimi (%) için yazılım programı tarafından önerilenen fonksiyonlar.

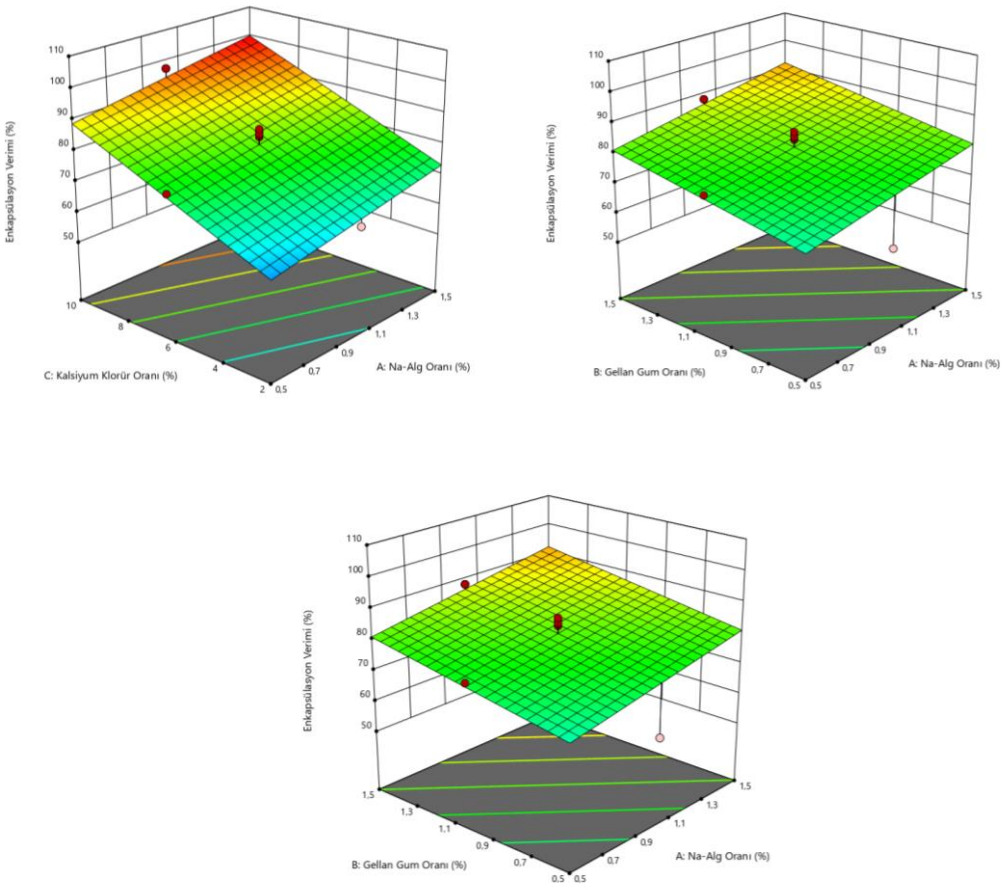
Kaynak	p-değeri	Model uyumsuzluğu p-değeri	Düzeltilmiş R^2	Öngörülen R^2	
Linear	**< 0,0001**	**0,0002**	**0,7765**	**0,7011**	**Önerilen**
2FI	0,5196	0,0001	0,7675	0,5660	
Quadratic	0,3932	0,0001	0,7728	0,2005	
Cubic	0,0776	0,0002	0,8896	-39,8818	Aliased

Enkapsülasyon verimi için bulunan sonuçlar program tarafından analiz edilerek her bir fonksiyon (Quadratic, 2FI, lineer ve Cubic) için istatiksel parametreler hesaplanmıştır. Tablodan da görüldüğü üzere enkapsülsyon verimi için; Lineer fonksiyon yazılım tarafından önerilmiştir ve "cubic" polinomda ise "alias" gözlenmiştir.

Yapılan ANOVA analiz sonuçlarına göre model 0,0085 P değeri ile etkin bulunmuştur. Aynı analiz sonucunda R^2 değeri> 0,8118 olarak ölçülmüştür (Çizelge 4.3).

Çizelge 4.3 Bağımsız değişkenlerin % enkapsülasyon verimi üzerine etkisini gösteren (ANOVA) tablosu

Kaynak	**Kareler Toplamı**	**df**	**Ortalamanın Karesi**	**F-değeri**	**p-değeri**	
Model	2417,72	3	805,91	23,01	< 0,0001	önemli
A- Na-alg Oranı (%)	309,58	1	309,58	8,84	0,0090	
B- GG Oranı (%)	314,95	1	314,95	8,99	0,0085	
C- $CaCl_2$ Oranı (%)	1793,19	1	1793,19	51,20	< 0,0001	
Residual	560,41	16	35,03			
Lack of Fit	555,62	11	50,51	52,77	0,1002	önemsiz
Pure Error	4,79	5	0,9573			
Cor Total	2978,13	19				



Şekil 4.3 (%) enkapsülasyon verimi üzerine $CaCl_2$, GG ve Na-alg oranının (%) etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri

Enkapsülasyon verimi üzerine bağımsız değişkenlerin etkisi Şekil 4.3'te 3 boyutlu grafiklerle gösterilmektedir. Kapsül numunelerinin enkapsülasyon verimi verilerinin model tasarımına uyarlanması sonucu ANOVA sonuçları tablodaki gibi elde edilmiştir. Elde edilen modeli belirlemek için kurulan denklem (Denklem 4.1) ise aşağıdaki gibi elde edilmiştir.

$$Enkapsülasyon\ Verimi\ (\%) = 81{,}05 + (5{,}56 * (A)\ sodyum\ aljinat\ oranı) + (5{,}61 * (B)\ gellan\ gam\ oranı) + (13{,}39 * (C)\ kalsiyum\ klorür\ oranı) \quad (4.1)$$

4.2.2 Ortalama partikül çapı (mm)

Optimizasyon işlemi için üretilen kapsüllerin ortalama partikül çaplarının (mm) yaklaşık 1,80-2,7 mm aralığında değiştiği belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Design Expert® 12 programında değerlendirildiğinde program tarafından önerilen quadratic model kullanılmıştır. Ortalama partikül çapı için kullanılan modele ait model öneri sonuçları Çizelge 4.4'te verilmiştir.

Çizelge 4.4 Ortalama partikül çaplarının (mm) için yazılım programı tarafından önerilenen fonksiyonlar

	p-değeri	**Model uyumsuzluğu p-değeri**	**Düzeltilmiş R^2**	**Öngörülen R^2**	
Linear	**0,0035**	**0,0145**	**0,4807**	**0,3494**	**Önerilen**
2FI	0,7013	0,0098	0,4247	-0,0689	
Quadratic	**0,0300**	**0,0306**	**0,6825**	**0,1383**	**Önerilen**
Cubic	0,5081	0,0080	0,6725	-98,6297	Aliased

Yapılan ANOVA analiz sonuçlarına göre model 0,0066 P değeri ile etkin bulunmuştur. Aynı analiz sonucunda R^2 değeri> 0,8329 olarak ölçülmüştür.

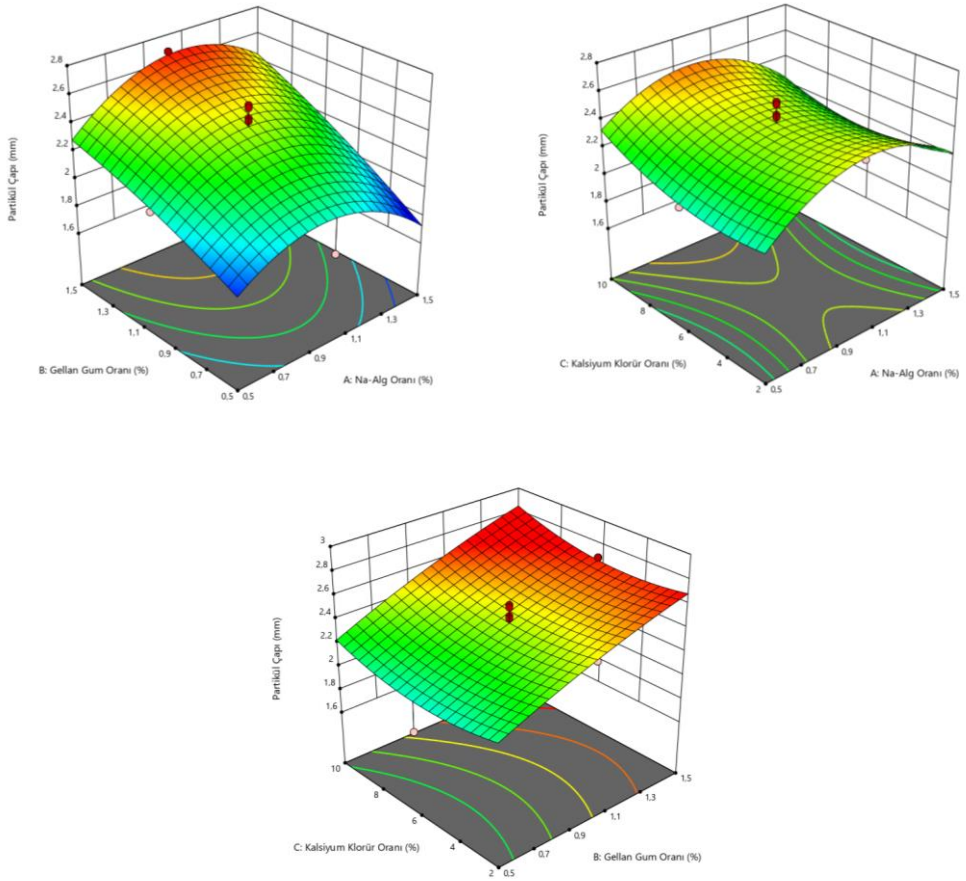
Kapsül numunelerinin partikül çaplarına ait ANOVA sonuçları yukarıdaki tablodaki gibidir. Buna göre de elde edilen modeli belirlemek için program tarafından kurulan denklem (Denklem 4.2) aşağıdaki gibi elde edilmiştir.

$$Ortalma\ partikül\ çapı\ (mm) = 2{,}52 + (0{,}1771 * A) + (0{,}1180 * B) - (0{,}0079 * C) - (0{,}0770 * AB) - (0{,}0072 * AC) + (0{,}0280 * BC) - (0{,}0670 * A^2) - (0{,}0727 * B^2) - (0{,}1345 * C^2) \quad (4.2)$$

Enkapsülasyon verimi üzerine bağımsız değişkenlerin etkisi Şekil 4.4'te 3 boyutlu grafiklerle Çizelge 4.5'te ise ANOVA tablosu ile gösterilmektedir.

Çizelge 4.5 Bağımsız değişkenlerin ortalama partikül çapları (mm) üzerine etkisini gösteren varyans analizi (ANOVA) tablosu

Kaynak	Kareler Toplamı	df	Ortalamanın Karesi	F-değeri	p-değeri	
Model	1,26	9	0,1402	5,54	0,0066	önemli
A- Na-alg Oranı (%)	0,0006	1	0,0006	0,0253	0,8768	
B- GG Oranı (%)	0,8180	1	0,8180	32,32	0,0002	
C- $CaCl_2$ Oranı (%)	0,0336	1	0,0336	1,33	0,2758	
AB	0,0435	1	0,0435	1,72	0,2191	
AC	0,0190	1	0,0190	0,7512	0,4064	
BC	0,0036	1	0,0036	0,1427	0,7135	
A^2	0,2320	1	0,2320	9,17	0,0127	
B^2	0,0045	1	0,0045	0,1778	0,6822	
C^2	0,0330	1	0,0330	1,30	0,2801	
Residual	0,2531	10	0,0253			
Lack of Fit	0,2192	5	0,0438	6,47	0,0306	önemli
Pure Error	0,0339	5	0,0068			
Cor Total	1,51	19				



Şekil 4.4 $CaCl_2$ oranı (%), GG oranı (%) ve Na-alg oranının (mm) ortalama partikül çapı üzerine etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri

4.2.3 Enkapsülasyon etkinliği (%)

Enkapsülasyon etkinliği için bulunan sonuçlar program tarafından analiz edilerek her bir fonksiyon (Quadratic, 2FI, lineer ve Cubic) için istatiksel parametreler hesaplanmıştır. Tablodan da görüldüğü üzere enkapsülsyon etkinliği için; Quadratic fonksiyon yazılım tarafından önerilmiştir ve "cubic" polinomdaise "alias" gözlenmiştir (Çizelge 4.6).

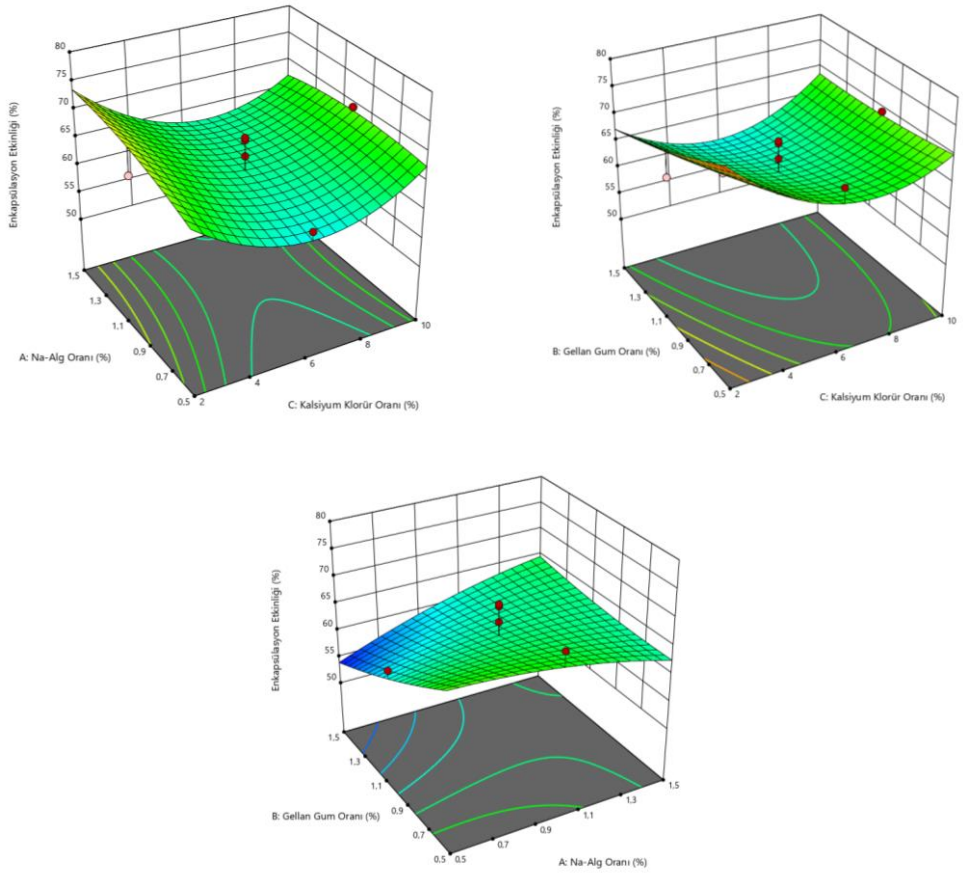
Çizelge 4.6 Enkapsülasyon etkinliği (%) için kullanılacak olan model öneri sonuçları

Kaynak	p-değeri	Model uyumsuzluğu p-değeri	Düzeltilmiş R^2	Öngörülen R^2	
Linear	0,3693	0,0622	0,0190	-0,5483	
2FI	0,1944	0,0752	0,1489	-2,1292	
Quadratic	**0,0578**	**0,1652**	**0,4596**	**-0,9403**	**Önerilen**
Cubic	0,2446	0,1441	0,5926	-58,3217	Aliased

Yapılan ANOVA analiz sonuçlarına göre model 0,0578 P değeri ile etkin bulunmuştur. Aynı analiz sonucunda R^2 değeri> 0,7156 olarak ölçülmüştür (Çizelge 4.7). Enkapsülasyon verimi üzerine bağımsız değişkenlerin etkisi Şekil 4.5'te 3 boyutlu grafiklerle gösterilmektedir**.**

Çizelge 4.7 % Enkapsülasyon etkinliği için önerilen varyans analizi (ANOVA) tablosu

Kaynak	Kareler Toplamı	df	Ortalamanın Karesi	F-değeri	p-değeri	
Model	602,98	9	67,00	2,80	0,0425	önemli
A- Na-alg Oranı (%)	13,60	1	13,60	0,5673	0,4687	
B- GG Oranı (%)	101,82	1	101,82	4,25	0,0662	
C- $CaCl_2$ Oranı (%)	31,12	1	31,12	1,30	0,2811	
AB	141,71	1	141,71	5,91	0,0353	
AC	15,21	1	15,21	0,6346	0,4442	
BC	48,46	1	48,46	2,02	0,1854	
A^2	4,46	1	4,46	0,1861	0,6753	
B^2	1,28	1	1,28	0,0533	0,8221	
C^2	149,63	1	149,63	6,24	0,0315	
Residual	239,64	10	23,96			
Lack of Fit	171,85	5	34,37	2,53	0,1652	önemsiz
Pure Error	67,79	5	13,56			
Cor Total	842,62	19				



Şekil 4.5 (%) enkapsülasyon etkinliği üzerine $CaCl_2$, GG ve Na-alg oranının (%) etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri

Kapsül numunelerinin % enkapsülasyon etkinliği değerlerine ait ANOVA sonuçları tablodaki gibidir. Buna göre de elde edilen modeli belirlemek için program tarafından kurulan denklem (Denklem 4.3) aşağıdaki gibi elde edilmiştir.

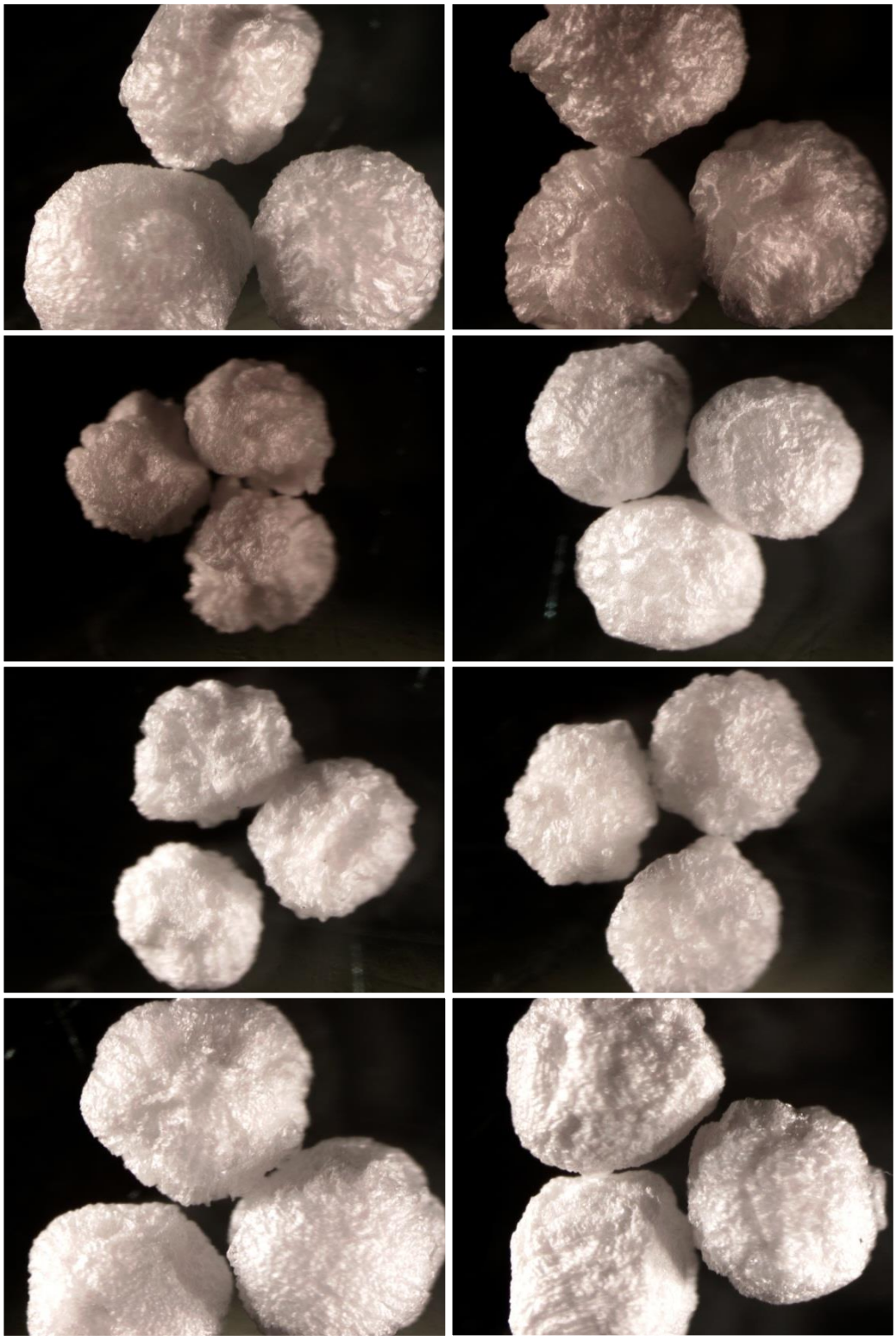
$$Enkapsülasyon\ Etkinliği\ (\%) = 5{,}91 - (1{,}02 * A) - (-0{,}0870 * B) + (0{,}1236 * C) + (0{,}2475 * AB) - (0{,}1028 * AC) + (0{,}0110 * BC) + (1{,}34 * A^2) - (0{,}6700 * B^2) + (0{,}1318 * C^2) \quad (4.3)$$

4.2.4 Kapsüllerin optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Kapsüllerin optik analizi kameralı optik mikroskop kamerasından alınan görüntülerin işlenerek boyutlandırılması yoluyla yapılmıştır (Şekil 4.6). Bu bölümde program tarafından belirlenmiş olan farklı membran kompozisyonlarında hazırlanan kurutulmuş kapsüllerin ortalama çapları (mm) hesaplanmıştır. Membran çözeltisinde kullanılan

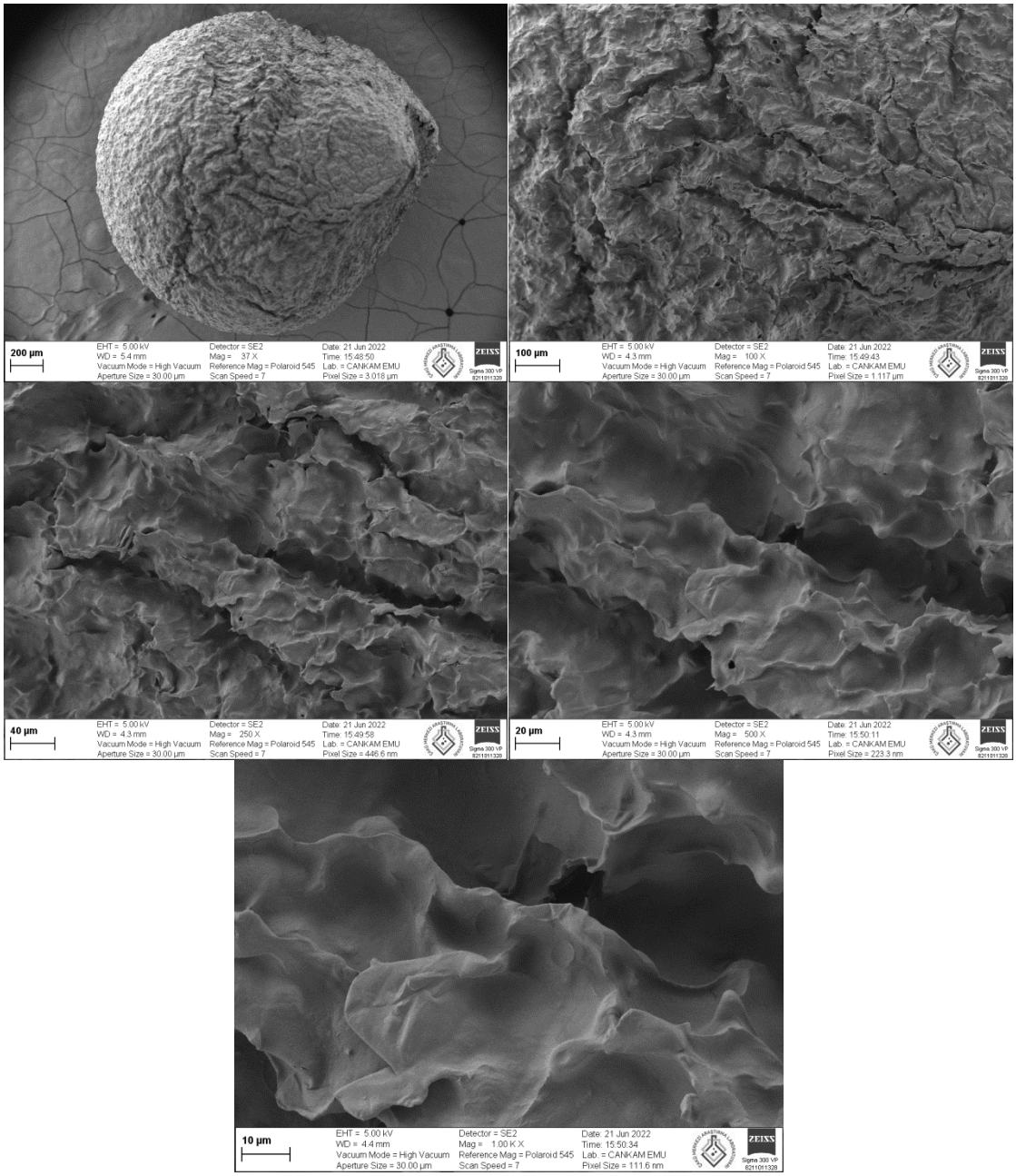
biyopolimerin türü, cinsi, viskozitesi ve molekül ağırlığı kapsül duvarının fiziksel, mekaniksel ve fizikokimyasal özellikleri açısından etkili bir parametre olduğu görünmektedir. Görüntüler incelenecek olursa, enkapsülasyon işleminde kullanılan Na-alg ve GG'ın ve bu polimerlerin viskozitelerinin kapsül morfolojisi, yüzey ve şekilleri üzerine en etkili parametre olduğu gözlemlenmektedir (Şekil 4.7 ve Şekil 4.8).



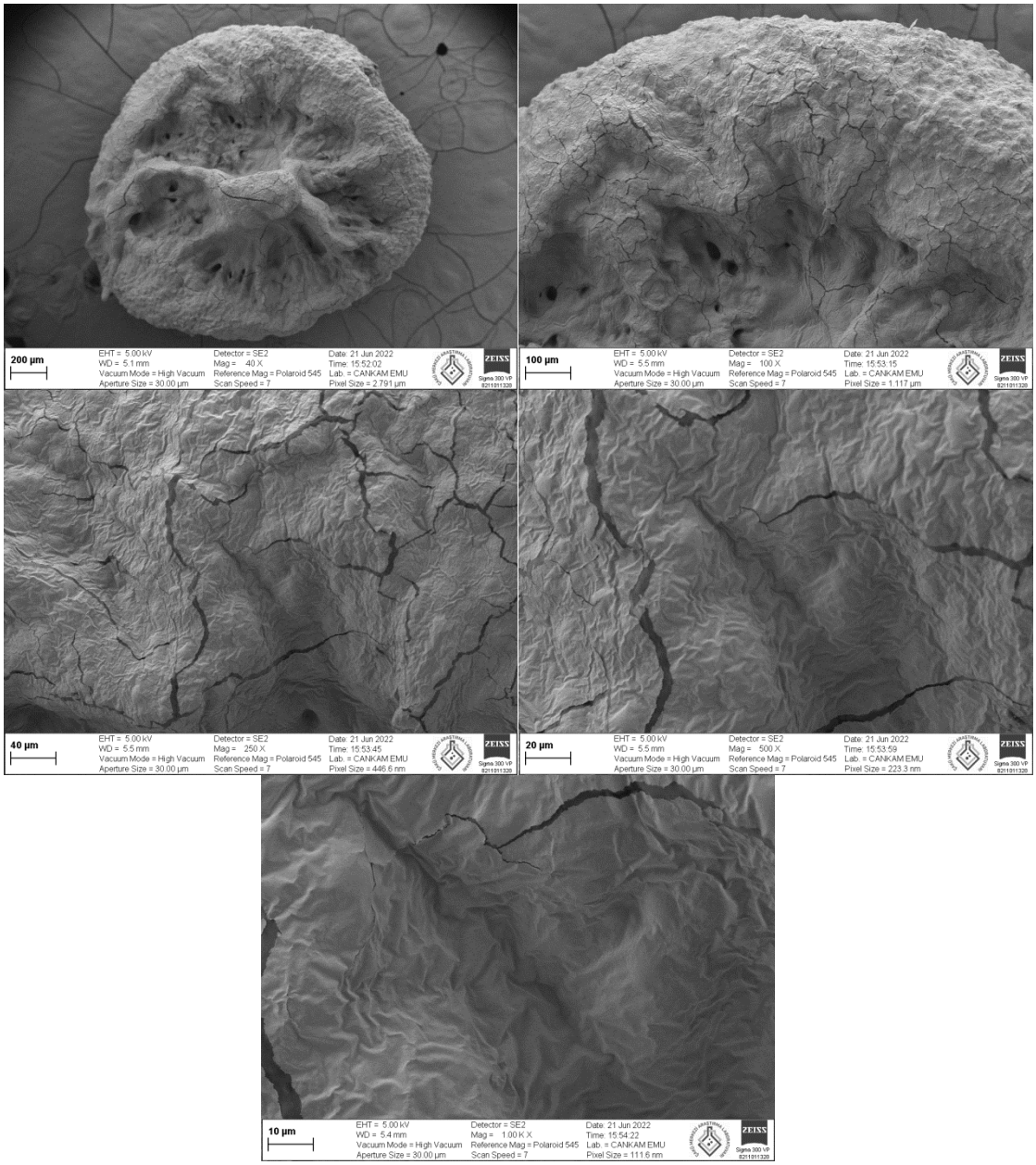




Şekil 4.6 Kuru kapsüllerin stereo optik mikroskop kamerasından alınan görüntüleri (sırasıyla 1-20 numaralı örnekler)



Şekil 4.7 Oluşturulan deneysel matrikste 10 numaralı kapsüle ait farklı büyütmelerde SEM görüntüleri (Na-alg oranı/ GG oranı 3**)**



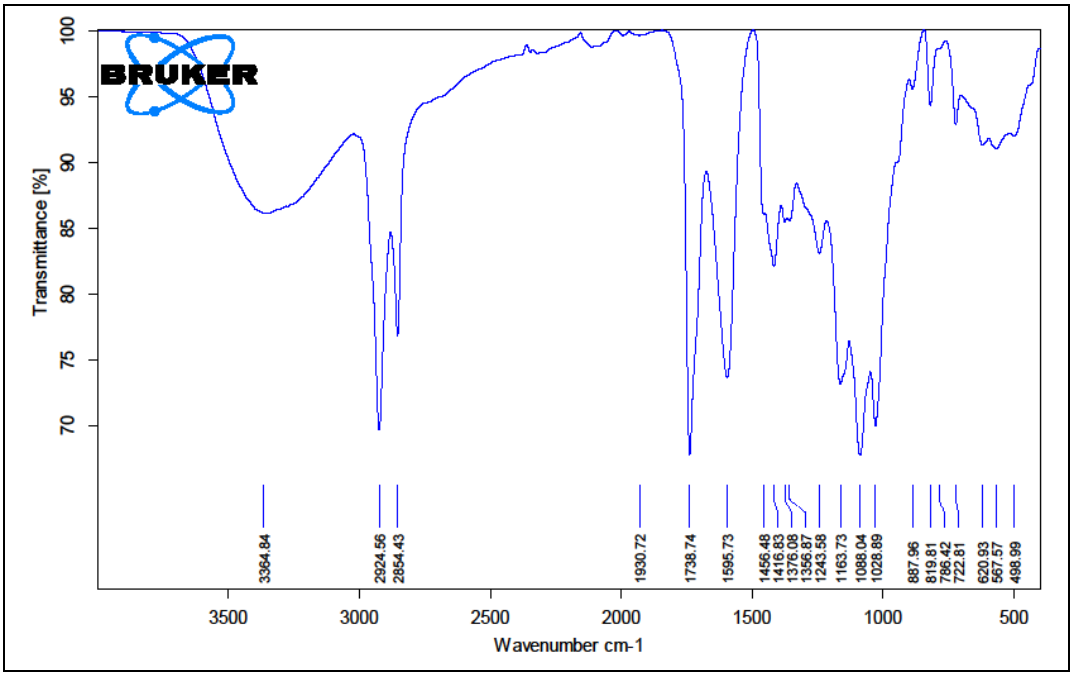
Şekil 4.8 Oluşturulan deneysel matrikste 3 numaralı kapsüle ait farklı büyütmelerde SEM görüntüleri (Na-alg oranı/ GG oranı 0,33)

4.2.5 Fourier transform infrared spektrometresi ile kimyasal karakterizasyon

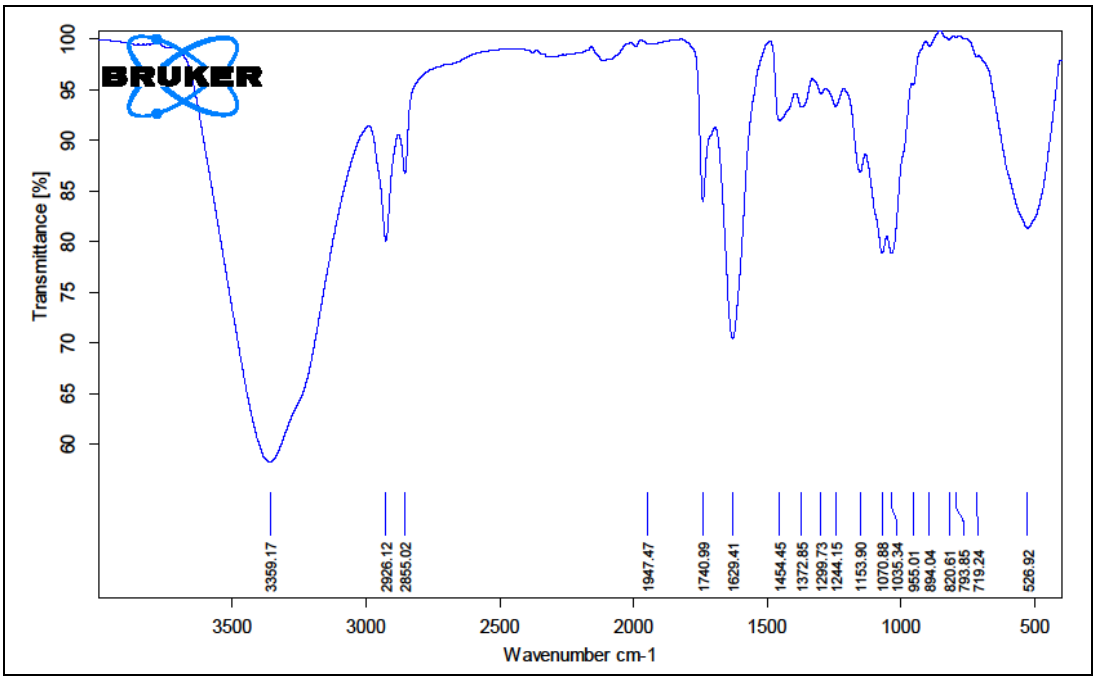
Sadece Na-alg ile kaplanmış, sadece GG ile kaplanmış ve Na-alg -GG ile kaplanmış kapsüllere ait (FTIR) spektrumları karşılaştırmalı olarak incelendiğinde; her iki polimerin karakteristik piklerinin birbiri ile benzerlik gösteridği görülmektedir.

$CaCl_2$ ile çapraz bağlanmış Na-alg, $CaCl_2$ ile çapraz bağlanmış GG ve Na-alg-GG ile kaplanmış taneciklerin FTIR spektrumları sırasıyla Şekil 4.9, Şekil 4.10 ve Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Çapraz bağlı Na-alg'ın FTIR spektrumunda, 1594 ve 1419 cm^{-1}'de görülen güçlü absorpsiyon bantları karboksil gruplarına ait asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerine atfedilmektedir. 1024 cm^{-1}'deki band ise C-O-C titreşimine aittir.

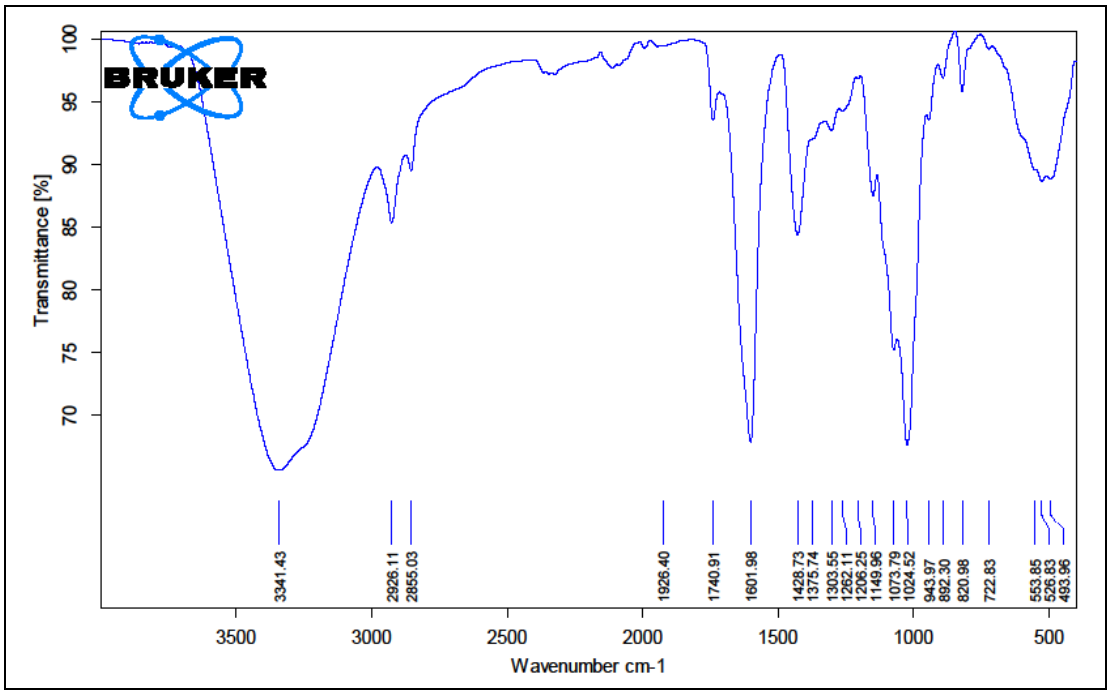
Çapraz bağlı GG'ın spektrumunda görülen 1024, 1401, 1603, 2889 ve 3307 cm^{-1}'deki tepe noktaları, C–O bağı, COO– (simetrik), COO– (asimetrik), alifatik CH ve –OH bağına atfedilmektedir (Bekin et al. 2014, Dai et al. 2008).



Şekil 4.9 Na-alg ile kaplanmış kapsüle ait FTIR spektrumu



Şekil 4.10 GG ile kaplanmış kapsüle ait FTIR spektrumu



Şekil 4.11 Na-alg -GG ile birlikte kaplanmış kapsüle ait FTIR spektrumu

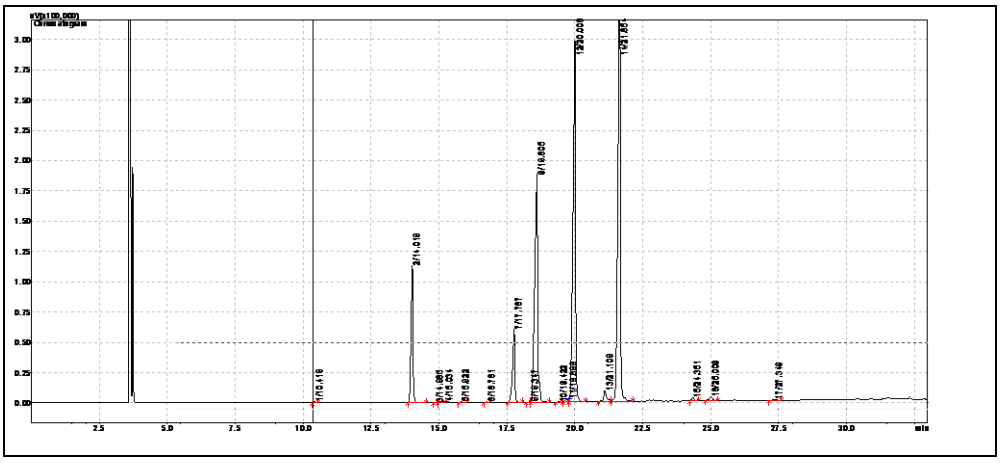
4.2.6 Kapsüllerin yağ asidi dağılımı profili

Yağ asidi dağılımı açısından ϒ- linolenik asit, oleik asit ve linoleik asidin *Borago officinalis* tohumlarında bulunan üç ana bileşen oldukları bilinmektedir. Literatür ile benzerlik göstermektedir (Asadi-Samani *et al.* 2014, López-Martínez *et al.* 2004). Çizelge 4.8 %yağ asidi bileşimini Şekil 4.12 ise kromatogramı göstermektedir.

Çizelge 4. 8 Hodan Tohum Yağı Başlıca Yağ Asidi Dağılımı

	Yağ Asidi Bileşimi (%)
Palmitik Asit (C16:0)	8,12
Stearik Asit (C18:0)	5,19
Oleik Asit (C18:1)	21,6
Linoleik Asit (C18:2)	29,14
ϒ- Linolenik Asit (C18:3)	33,61

Asadi-Samani ve ekibinin yaptığı çalışmada, hodan (*Borago officinalis*), ticari olarak hodan tohumu yağı için yetiştirilmesine rağmen, tıbbi ve farmatik kullanımları için de yetiştirilen bitki hodan tohumu yağı, diyet veya gıda takviyesi olarak kullanılan gama-linolenik asit (%26-38) açısından zengin bir bitki olduğu; tohum yağının linoleik asit (%35-38), oleik asit (%16-20), palmitik asit (%10-11), stearik asit (%3,5-4,5) gibi çok sayıda yağ asidi içerdiği belirtilmiştir. Çalışmanın sonuçları ulaşmış olduğumuz sonuçlarla oldukça büyük benzerlik göstermektedir.



Şekil 4.12 Kapsüllenmiş hodan tohumu yağ asidi dağılımı kromotogramı

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Gıda bilimi ve teknolojisindeki gelişmelerle ve yapılan araştırmalarla işlenmiş gıda ürünlerine vücudumuz için yararlı olan doğal aktif bileşenlerin ve ekstraktların katılmasıyla fonksiyonel tasarım gıdaların oluşması fikri hayatımıza girmiştir sonrasında ise bu alan büyüyerek genişlemiştir.

Sonralarda ise gıda endüstrisinde, bu aktif, hassas malzemeyi, çekirdek malzemenin reaktivitesini ve kütle transferini azaltarak çevrenin olumsuz etkilerine (örneğin ışık, oksijen, pH ve su) karşı korumak için kapsülleme işlemi kullanılmıştır. Çekirdek malzemenin depolama sırasında çevre ortama taşınmaması, kontrollü salınım mekanizmasının uygulanması, çekirdek malzemenin hoş olmayan koku ve tatlarının maskelenmesi, istenilen ortama daha kısa sürede kolayca ve homojen dağılması, işlenmesini kolaylaştırması ve biyoaktif maddelerin biyoyararlanımını arttırmak gibi oldukça etkin avantajlarla kullanım alanı bulmuştur.

Sunulan çalışmada, yapısında güçlü doymamış yağ asitleri bulunan hodan tohum yağının olumsuz çevre koşullarından ve uygulanan ekstra işlemlerden etkilenmesini önleyebilmek etmek için enkapsüle edilmiştir.

Enkapsülasyon işleminde kullanılması mümkün olan uygun taşıyıcı ve taşıyıcınn konsantrasyonu belirlenerek kapsüllerin karakterizasyonu çalışılmıştır. Elde edilen bulgulara göre Na-alg oranının yüksek olduğu oranların kaplama yani duvar materyali olarak kullanılması durumunda yapısı oldukça düzgün, pürüzsüz, homojen, tam küre şeklinde ve küre yüzeyleri düzgün, daha şeffaf, kaplama kalitesi oldukça iyi, parlak ve boy dağılım aralığı daha düşük ve stabil kapsüller başarı ile elde edilmiştir.

Enkapsülasyon etkinliği ve verimi ayrıca da kapsüllerin biyoaktif özellikleri de incelendiğinde Na-alg oranının yüksek olduğu durumda deneylerin iyi sonuç verdiği ve çekirdek maddesini en iyi oranda hapsettiği görülmüştür. GG oranının yüksek olduğu oranların duvar materyali olarak kullanıldığı kapsüllerde ise; kaplama

kalitesinin zayıf olduğu gözlemlenmiştir. Kurutulmuş kapsüllerde oldukça poröz bir yapı gözlenmiştir. Özellikle ıslak olan kapsüllerde çekirdek sızıntısının yanında mekaniksel olarak dayanıksız zayıf küreler elde edilmiştir. Tam küreselliğini koruyamamış boy dağılım aralığı geniş kapsüllerde kullanılan polimer yapıdan kaynaklı renk faklılıkları da gözlenmiştir.

Sunulan çalışma ve ulaşılan sonuçlar hodan tohum yağının invers jelleşme yöntemiyle enkapsüle edilebileceğini, her iki duvar materyalinin de kullanılabileceğini ve farklı gıda örneklerinde uygulanma olasılığı taşıdığını göstermektedir. Aynı zamanda fonksiyonel özelliklerini daha iyi anlamak ve diğer endüstriyel uygulama alanlarını araştırmak için çevresel koşullara ve çeşitli gıda sistemlerine karşı kararlılığının daha detaylı araştırılması gerekmektedir.

KAYNAKLAR

Aghel, N., Ramezani, Z. and Amirfakhrian, S. 2011. Isolation and quantification of lycopene from tomato cultivated in Dezfoul, Iran. Jundishapur J. Nat. Pharm. Prod., 6(1): 9-15.

Albadran, H. A., Chatzifragkou, A., Khutoryanskiy, V. V. and Charalampopoulos, D. 2018. Development of surfactant-coated alginate capsules containing Lactobacillus plantarum. Food Hydrocoll., 82: 490-499.

Almajano, M. P., Delgado, M. E. and Gordon, M. H. 2007. Changes in the antioxidant properties of protein solutions in the presence of epigallocatechin gallate. Food Chem., 101(1): 126-130.

Amenta, R., Camarda, L., Di Stefano, V., Lentini, F. and Venza, F. 2000. Traditional medicine as a source of new therapeutic agents against psoriasis. Fitoterapia, 71: 13-20.

Asadi-Samani, M., Bahmani, M. and Rafieian-Kopaei, M. 2014. The chemical composition, botanical characteristic and biological activities of *Borago officinalis*: a review. Asian Pac. J. Trop. Med., 7: S22-S28.

Bandonien, D. and Murkovic, M. 2002. The detection of radical scavenging compounds in crude extract of borage (*Borago officinalis L.*) by using an on-line HPLC-DPPH method. J. Biochem. Biophys. Methods., 53(1-3): 45-49.

Barre, D. E. 2001. Potential of evening primrose, borage, black currant, and fungal oils in human health. Ann. Nutr. Metab., 45(2): 47-57.

Bekin, S., Sarmad, S., Gürkan, K., Keçeli, G. and Gürdağ, G. 2014. Synthesis, characterization and bending behavior of electroresponsive sodium alginate/poly (acrylic acid) interpenetrating network films under an electric field stimulus. Sens. Actuators B: Chem., 202: 878-892.

Bensouilah, J. 2003. Psoriasis and aromatherapy. Int. J. Aromath., 13(1): 2-8.

Caballero, B., Clay, T., Davis, S. M., Ethelbah, B., Rock, B. H., Lohman, T. and Stevens, J. 2003. Pathways: a school-based, randomized controlled trial for the prevention of obesity in American Indian schoolchildren. Am. J. Clin. Nutr., 78(5): 1030-1038.

Cameron, B., Butbul Aviel, Y., Stremler, R., Benseler, S. M., Laxer, R. M., Ota, S. and Feldman, B. M. 2011. Sleep and fatigue and the relationship to pain, disease activity and quality of life in juvenile idiopathic arthritis and juvenile dermatomyositis. Rheumatology, 50(11): 2051-2060.

Campra-Madrid, P. and Guil-Guerrero, J. L. 2002. High-performance liquid chromatographic purification of γ-linolenic acid (GLA) from the seed oil of two Boraginaceae species. Chromatographia, 56(11): 673-677.

Casas-Cardoso, L., Mantell, C., Obregón, S., Cejudo-Bastante, C., Alonso-Moraga, Á., de la Ossa, E. J. M. and de Haro-Bailón, A. 2021. Health-promoting properties of borage seed oil fractionated by supercritical carbon dioxide extraction. Foods, 10(10): 2471.

Champagne, C. P. and Fustier, P. 2007. Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. Curr Opin Biotechnol., 18(2): 184-190.

Colombo, M. L. 2010. An update on vitamin E, tocopherol and tocotrienol–perspectives. Molecules, 15(4): 2103-2113.

Comunian, T. A., Thomazini, M., Alves, A. J. G., de Matos Junior, F. E., de Carvalho Balieiro, J. C. and Favaro-Trindade, C. S. 2013. Microencapsulation of ascorbic acid by complex coacervation: Protection and controlled release. Int. Food Res. J., 52(1): 373-379.

Çoruhli, T. 2013. Karadut antosiyaninlerinin iyonik jelasyon yöntemi ile enkapsülasyonu ve enkapsülasyon parametrelerinin tepki yüzeyi metodu ile optimize edilmesi. Doktora tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 99 sayfa, İstanbul.

Dai, L., Liu, X., Liu, Y. and Tong, Z. 2008. Concentration dependence of critical exponents for gelation in gellan gum aqueous solutions upon cooling. Eur. Polym. J., 44(12): 4012-4019.

De Haro, A., Domínguez, V. and del Río, M. 2002. Variability in the content of gamma-linolenic acid and other fatty acids of the seed oil of germplasm of wild and cultivated borage *(Borago officinalis L.).* J. Herbs Spices Med. Plants., 9(4): 297-304.

De Vos, P., Faas, M. M. Spasojevic, M., and Sikkema, J. 2010. Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. Int. Dairy J., 20(4): 292-302.

Desai, K. G. H. and Jin Park, H. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. Dry. Technol., 23(7): 1361-1394.

Eskin, N. M. 2008. Borage and evening primrose oil. Eur. J. Lipid Sci. Technol., 110(7): 651-654.

Ezhilarasi, P. N., Indrani, D., Jena, B. S. and Anandharamakrishnan, C. 2013. Freeze drying technique for microencapsulation of Garcinia fruit extract and its effect on bread quality. J. Food Eng., 117(4): 513-520.

Fang, Z. and Bhandari, B. 2010. Encapsulation of polyphenols–a review. Trends Food Sci. Technol., 21(10): 510-523.

Farhadi, R., Sakenian, N. and Azizi, P. 2012. Design and construction of rotary potato grader.(Part I). Bulg. J. Agric. Sci., 18(2): 304-314.

Galwey, N. W. and Shirlin, A. J. 1990. Selection of borage *(Borago officinalis)* as a seed crop for pharmaceutical uses. Heredity, 65(2): 249-257.

George, M. and Abraham, T. E. 2006. Polyionic hydrocolloids for the intestinal delivery of protein drugs: alginate and chitosan—a review. J. Control. Release, 114(1): 1-14.

Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A. and Saurel, R. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. Int. Food Res. J., 40(9): 1107-1121.

Gökmen, S., Palamutoğlu, R. and Sarıçoban, C. 2012. Gıda endüstrisinde enkapsülasyon uygulamaları. Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi, 7(1): 36-50.

Göksungur, Y. and Güvenç, U. 2002. Kalsiyum aljinatta hücre immobilizasyonu ve biyoteknolojideki uygulamaları. Gıda, 27(6): 511-518.

Gudej, J. and Tomczyk, M. 2004. Determination of Flavonoids, Tannins and Ellagic acid in leaves fromRubus L. species. Arch. Pharm. Res., 27(11): 1114-1119.

Haggag, Y. A. and Faheem, A. M. 2015. Evaluation of nano spray drying as a method for drying and formulation of therapeutic peptides and proteins. Front. Pharmacol., 6: 140.

Haque, M. A. and Adhikari, B. 2015. Drying and denaturation of proteins in spray drying process. Indust. Dry., 33(10): 971-985.

Harvey, R. G. 1999. A blinded, placebo controlled study of the efficacy of borage seed oil and fish oil in the management of canine atopy. Vet. Rec., 144(15): 405-407.

Hermann, B. P., Seidenberg, M. and Bell, B. 2002. The neurodevelopmental impact of childhood onset temporal lobe epilepsy on brain structure and function and the risk of progressive cognitive effects. Prog. Brain Res., 135: 429-438.

Huang, J. and Redmann, R. E. 1995. Salt tolerance of Hordeum and Brassica species during germination and early seedling growth. Can. J. Plant Sci., 75(4): 815-819.

Kapka-Skrzypczak, L. 2012. Dietary habits and body image perception among Polish adolescents and young adults-a population based study. Ann Agric. Environ Med., 19(2): 299-308.

Kim, J. U., Kim, B., Shahbaz, H. M., Lee, S. H., Park, D. and Park, J. 2017. Encapsulation of probiotic Lactobacillus acidophilus by ionic gelation with

electrostatic extrusion for enhancement of survival under simulated gastric conditions and during refrigerated storage. Int. J. Food Sci., 52(2): 519-530.

Kowalczyk, D. and Biendl, M. 2016. Physicochemical and antioxidant properties of biopolymer/candelilla wax emulsion films containing hop extract–A comparative study. Food Hydrocoll., 60: 384-392.

Kuan, C. Y., Yee-Fung, W., Yuen, K. H. and Liong, M. T. 2012. Nanotech: propensity in foods and bioactives. Crit. Rev. Food Sci. Nutr., 52(1): 55-71.

Leong, J. Y., Tey, B. T., Tan, C. P. and Chan, E. S. 2015. Nozzleless fabrication of oil-core biopolymeric microcapsules by the interfacial gelation of Pickering emulsion templates. ACS Appl. Mater. Interfaces., 7(30): 16169-16176.

Li, R. Y. and Shi, Y. 2018. Microencapsulation of borage oil with blends of milk protein, β-glucan and maltodextrin through spray drying: physicochemical characteristics and stability of the microcapsules. J. Sci. Food Agric., 98(3): 896-904.

López-Martínez, J. C., Campra-Madrid, P. and Guil-Guerrero, J. L. 2004. γ-Linolenic acid enrichment from *Borago officinalis* and *Echium fastuosum* seed oils and fatty acids by low temperature crystallization. J. Biosci. Bioeng., 97(5): 294-298.

Lu, T., Gaspar, F., Marriott, R., Mellor, S., Watkinson, C., Al-Duri, B. and Santos, R. 2007. Extraction of borage seed oil by compressed CO2: effect of extraction parameters and modelling. J. Supercrit. Fluids, 41(1): 68-73.

Madene, A., Jacquot, M., Scher, J. and Desobry, S. 2006. Flavour encapsulation and controlled release–a review. Int. J. Food Sci., 41(1): 1-21.

Maestrelli, F., Cirri, M., Corti, G., Mennini, N. and Mura, P. 2008. Development of enteric-coated calcium pectinate microspheres intended for colonic drug delivery. Eur. J. Pharm. Biopharm., 69(2): 508-518.

Marques, J. T., Devosse, T., Wang, D., Zamanian-Daryoush, M., Serbinowski, P., Hartmann, R. and Williams, B. R. 2006. A structural basis for discriminating

between self and nonself double-stranded RNAs in mammalian cells. Nature Biotech., 24 (5): 559-565.

Martín, M. J., Lara-Villoslada, F., Ruiz, M. A. and Morales, M. E. 2015. Microencapsulation of bacteria: A review of different technologies and their impact on the probiotic effects. Innov. Food Sci. Emerg. Technol., 27: 15-25.

May, B. H., Lu, C. and Xue, C. C. 2012. Collections of traditional Chinese medical literature as resources for systematic searches. J. Altern. Complement. Med., 18(12): 1101-1107.

Meletis, C. D. and Wagner, E. 2002. Natural remedies for promoting skin health. Altern. Complement. Ther., 8(3): 186-190.

Mhamdi, B., Wannes, W. A., Bourgou, S. and Marzouk, B. 2009. Biochemical characterization of borage (*Borago officinalis L.*) seeds. J. Food Biochem., 33(3): 331-341.

Morteza, E., Akbari, G. A., Moaveni, P., Alahdadi, I., Bihamta, M. R., Hasanloo, T. and Joorabloo, A. 2015. Compositions of the seed oil of the *Borago officinalis* from Iran. Nat. Prod. Res., 29(7): 663-666.

Moszczyński, P., Żabiński, Z., Moszczyński Jr, P., Rutowski, J., Słowiński, S. and Tabarowski, Z. 2001. Immunological findings in cigarette smokers. Toxic Lett., 118(3): 121-127.

Narang, A. S., Delmarre, D. and Gao, D. 2007. Stable drug encapsulation in micelles and microemulsions. Int. J. Pharm., 345(1-2): 9-25.

Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S. and Bugarski, B. 2011. An overview of encapsulation technologies for food applications. Procedia Food Sci., 1: 1806-1815.

Nuzzo, R. 2015. How scientists fool themselves–and how they can stop. Nature, 526(7572): 182-185.

Rathore, S., Desai, P. M., Liew, C. V., Chan, L. W. and Heng, P. W. S. 2013. Microencapsulation of microbial cells. J. Food Eng, 116 (2): 369-381.

Rehman, A., Jafari, S. M., Tong, Q., Karim, A., Mahdi, A. A., Iqbal, M. W. and Manzoor, M. F. 2020. Role of peppermint oil in improving the oxidative stability and antioxidant capacity of borage seed oil-loaded nanoemulsions fabricated by modified starch. Int. J. Biol. Macromol., 153: 697-707.

Sánchez- Escalante, A., Djenane, D., Torrescano, G., Beltrán, J. A. and Roncales, P. 2003. Antioxidant action of borage, rosemary, oregano, and ascorbic acid in beef patties packaged in modified atmosphere. J. Food Sci., 68(1): 339-344.

Sarao, L. K. and Arora, M. 2017. Probiotics, prebiotics, and microencapsulation: A review. Crit. Rev. Food Sci. Nutr., 57(2): 344-371.

Sarris, J., Moylan, S., Camfield, D. A., Pase, M. P., Mischoulon, D., Berk, M. and Schweitzer, I. 2012. Complementary medicine, exercise, meditation, diet, and lifestyle modification for anxiety disorders: a review of current evidence. J. Evid. Based Complement. Altern. Med., 345(1-2): 9-25.

Sayanova, O., Shewry, P. R. and Napier, J. A. 1999. Histidine-41 of the cytochrome b5 domain of the borage fatty acid desaturase ıs essential for enzyme activity. Plant Physiol., 121(2): 641-646.

Sayyah, J. and Sayeski, P. P. 2009. Jak2 inhibitors: rationale and role as therapeutic agents in hematologic malignancies. Curr. Oncol. Rep., 11(2): 117-124.

Schlegel-Zawadzka, M., Zachwieja, Z., Huzior-Baajewicz, A. and Pietrzyk, J. J. 2002. Comparative analysis of zinc status, food products' frequency intake and food habits of 11-year-old healthy children. Food Addit. Contam., 19(10): 963-968.

Shi, J., Liu, X., Sun, X. and Cao, S. 2011. Hybrid alginate beads with thermal responsive gates for smart drug delivery. Polym. Adv. Technol., 22(11): 1539-1546.

Singh, A., Thakur, S., Singh, N., Kaur, S. and Jain, S. K. 2021. Novel gellan gum-based in situ nanovesicle formulation of docetaxel for its localized delivery using depot formation. AAPS Pharm. Sci. Tech., 22(5): 1-17.

Stymne, S. and Stobart, A. K. 1986. Biosynthesis of γ-linolenic acid in cotyledons and microsomal preparations of the developing seeds of common borage (*Borago officinalis*). Biochem. J., 240(2): 385-393.

Takwale, A., Tan, E., Agarwal, S., Barclay, G., Ahmed, I., Hotchkiss, K. and Berth-Jones, J. 2003. Efficacy and tolerability of borage oil in adults and children with atopic eczema: randomised, double blind, placebo controlled, parallel group trial. BMJ, 327(7428): 1385.

Varhan, E. and Mehmet, K., 2018. Gıda Bileşenlerinin Sprey Soğutma Yöntemi İle Enkapsülasyonu. Food and Health, 4(3): 202-212.

Velasco, L. and Goffman, F. D. 1999. Chemotaxonomic significance of fatty acids and tocopherols in Boraginaceae. Phytochem., 52(3): 423-426.

Wang, H., Liao, H., Ochani, M., Justiniani, M., Lin, X., Yang, L. and Ulloa, L. 2004. Cholinergic agonists inhibit HMGB1 release and improve survival in experimental sepsis. Nat. Med., 10(11): 1216-1221.

Wang, H., Provan, G. J. and Helliwell, K. 2004. Determination of rosmarinic acid and caffeic acid in aromatic herbs by HPLC. Food Chem., 87(2): 307-311.

Wang, L. L. and Xiong, Y. L. 2005. Inhibition of lipid oxidation in cooked beef patties by hydrolyzed potato protein is related to its reducing and radical scavenging ability. J. Agric. Food Chem., 53(23): 9186-9192.

Wani, T. A., Shah, A. G., Wani, S. M., Wani, I. A., Masoodi, F. A., Nissar, N. and Shagoo, M. A. 2016. Suitability of different food grade materials for the encapsulation of some functional foods well reported for their advantages and susceptibility. Crit. Rev. Food Sci. Nutr., 56(15): 2431-2454.

Wettasinghe, M. and Shahidi, F. 1999. Antioxidant and free radical-scavenging properties of ethanolic extracts of defatted borage (*Borago officinalis L.)* seeds. Food Chem., 67(4): 399-414.

Yerlikaya, S. and Arslan, H. Ş. 2019. Dondurularak ve püskürterek kurutulmuş süt tozlarının bazı mikrobiyolojik ve fizikokimyasal özelliklerinin karşılaştırılması. Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 8(2): 677-687.

Zanetti, M., Camino, G., Reichert, P. and Mülhaupt, R. 2001. Thermal behaviour of poly (propylene) layered silicate nanocomposites. Macromol. Rapid Commun., 22(3): 176-180.

Zemmouri, H., Ammar, S., Boumendjel, A., Messarah, M., El Feki, A. and Bouaziz, M. 2019. Chemical composition and antioxidant activity of *Borago officinalis L.* leaf extract growing in Algeria. Arab. J. Chem., 12(8): 1954-1963.

Zia, K. M., Tabasum, S., Khan, M. F., Akram, N., Akhter, N., Noreen, A. and Zuber, M. 2018. Recent trends on gellan gum blends with natural and synthetic polymers: A review. Int. J. Biol. Macromol., 109: 1068-1087.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı ve Soyadı : Melike KÖKSAL

Eğitim

Yüksek Lisans	Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı	2019-Halen
Lisans	Çankırı Karatekin Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü	2015-2019

İş Deneyimi

Yıl	**Kurum**	**Görev**
2018-2020	Salkım Gıda ve İnş. Ltd. Şti	Gıda Mühendisi
2022-Halen	Arina Gıda Tah.Tur.San.Aş.	Gıda Mühendisi