T.C.
HARRAN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KEKİK EKSTRESİNDE ASETİLLENDİRİLMİŞ NİŞASTANIN MİKROENKAPSÜLE ÖZELLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Abdulhalık UĞURTAY

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ŞANLIURFA
2020

Doç. Dr. Eyyüp KARAOĞUL danışmanlığında Abdulhalık UĞURTAY'ın hazırladığı **"Kekik Ekstresinde Asetillendirilmiş Nişastanın Mikroenkapsüle Özelliğinin Araştırılması"** konulu bu çalışma 17/09/2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

İmza

Danışman: Doç. Dr. Eyyüp KARAOĞUL .....

Üye: Prof. Dr. İbrahim Abdülhey HAYOĞLU .....

Üye: Doç. Dr. Ertuğrul ALTUNTAŞ .....

Bu Tezin Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yapıldığını ve Enstitümüz Kurallarına Göre Düzenlendiğini Onaylarım.

Doç. Dr. İsmail HİLALİ
Enstitü Müdürü

Bu çalışma HÜBAK Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: 19174

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

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET i
ABSTRACT ii
TEŞEKKÜR iii
ŞEKİLLER DİZİNİ iv
ÇİZELGELER DİZİNİ vii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ viii
1. GİRİŞ 1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR 7
2.1. Kekik Ekstresi ile İlgili Yapılmış Çalışmalar 7
2.2. Kekik Suyu ile İlgili Yapılmış Çalışmalar 9
2.3. Modifiye Nişasta ile İlgili Yapılmış Çalışmalar 10
3. MATERYAL ve YÖNTEM 15
3.1. Materyal 15
3.1.1. Kekik bitkisine uygulanan ön işlemler 15
3.2. Yöntem 16
3.2.1. Nişastanın modifikasyon işlemi 18
3.2.2. Nişastanın asetillendirme işlemi 19
3.2.3. Asetillendirilmiş nişastanın FT-IR cihazında analiz edilmesi 21
3.2.4. Kekik bitkisinin ekstraksiyon yöntemi 22
3.2.5. Kekik suyunun çıkarılması işlemi 23
3.2.6. Mikroenkapsülasyon işlemi 23
3.2.7. Fiziksel ve kimyasal analizler 25
3.2.7.1. Su aktivitesi 25
3.2.7.2. Islanabilirlik analizi 26
3.2.7.3. Kitle ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu analizi 27
3.2.7.4. Hausner ve carr indeks analizi 28
3.2.7.5. Verim analizi 28
3.2.7.6. Toplam fenolik madde miktarı analizi 29
3.2.7.6.1. Kekik suyu, ekstre ve bunların enkapsüle tozlarında toplam fenolik madde miktarı analizi 30
3.2.7.7. Toplam flavonoid miktarı analizi 30
3.2.7.7.1. Kekik suyu, ekstre ve enkapsüle tozlarda toplam flavonoid miktarı analizi .. 31
3.2.7.8. DPPH ile antioksidant madde analizi 32
3.2.7.8.1. Kekik suyu, ekstre ve bunların enkapsüle tozlarında DPPH ile antioksidant madde analizi 33
3.2.7.9. ABTS ile antioksidant madde analizi 33
3.2.7.9.1. Kekik suyu.ekstre ve enkapsüle tozların ABTS ile antioksidant madde analizi 34
3.2.7.10. Kondense tanen analiz miktarı 35
3.2.7.10.1. Kekik suyu ve ekstrelerinde kondense tanen analiz miktarı 35
3.2.7.11. Duyusal analiz 36
3.2.7.12. SEM analizi 38
3.2.7.13. XRD analizi 38
3.2.7.14. İstatistiksel analiz 40
3.2.8. Asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin FT-IR cihazında indeks hesaplamaları…….. 40
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA 41
4.1. Nişastanın Asetillendirilmesi 41
4.2. Kekik Suyu ve Ekstresinin Fizikokimyasal Analizleri 44
4.2.1. Kekik suyu ve ekstrelerinin DPPH ile % inhibisyon analiz sonuçları 44
4.2.2. Kekik suyu ve ekstrelerinin ABTS radikaline karşı % inhibisyon değerleri 45
4.2.3. Kekik suyu ve ekstrelerinin toplam fenolik madde miktarı (TFMM) analiz sonuçları ... 47
4.2.4. Kekik suyu ve ekstrelerinin toplam flavanoid miktarı (TFM) analizi 48

4.3. Püskürtmeli ve Dondurarak Kurutma İçin Enkapsülasyon Koşulları 50
4.3.1. Püskürtmeli (Spray dryer) kurutucuda kekik suyu ve ekstresinin enkapsülasyon koşulları 50
4.3.2. Dondurarak kurutmada (Liyofilizasyon) kekik suyu ve ekstresinin enkapsülasyon koşulları 52
4.4. Kekik Suyu ve Ekstrelerinin Enkapsülasyon Reçeteleri 53
4.5. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüle Tozlarının Fiziksel Analizler Değerleri 58
4.6. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin DPPH % İnhibisyon Değerleri 66
4.7. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin ABTS % İnhibisyon Değerleri 71
4.8. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin Toplam Fenolik Madde Miktarı Analiz Değerleri 76
4.9. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin Toplam Flavanoid Miktarı Analiz Değerleri 79
4.10. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin Duyusal Analiz Sonuçları 81
4.11. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüle Tozlarının SEM Analiz Görüntüleri 88
4.11.1. Püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edilen tozların SEM görüntüleri 88
4.11.2. Dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 99
4.12. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin XRD Analiz Sonuçları 108
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER 112
KAYNAKLAR 120
ÖZGEÇMİŞ 128
EKLER 130
EK 1. MD/GA kaplama materyalinin kullanılmasıyla KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 130
EK 2. Saf nişasta kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 131
EK 3. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 132
EK 4. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 133
EK 5. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 134
EK 6. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 135
EK 7. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 136
EK 8. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 137
EK 9. MD/GA kaplama materyalinin kullanılmasıyla KES'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 138
EK 10. Saf nişasta kaplama materyalinin kullanılmasıyla KES'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri 139
EK 11. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 140
EK 12. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 141
EK 13. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 142
EK 14. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 143
EK 15. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 144
EK 16. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri 145
EK 17. MD/GA kaplama materyalinin KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 146
EK 18. Saf nişasta kaplama materyalinin KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 147
EK 19. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 148

EK 20. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 149
EK 21. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 150
EK 22. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 151
EK 23. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 152
EK 24. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri 153
EK 25. MD/GA kaplama materyalinin KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 154
EK 26. Saf nişasta kaplama materyalinin KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 155
EK 27. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 156
EK 28. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 157
EK 29. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 158
EK 30. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 159
EK 31. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 160
EK 32. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri 161

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KEKİK EKSTRESİNDE ASETİLLENDİRİLMİŞ NİŞASTANIN MİKROENKAPSÜLE ÖZELLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Abdulhalık UĞURTAY

Harran Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Eyyüp KARAOĞUL
Yıl: 2020, Sayfa:161

Bu çalışma kapsamında, mikro ve nano enkapsülasyon teknolojisinde duvar materyali olarak kullanılması için mısır nişastasının asetilasyonu gerçekleştirildi. Asetilasyon işlemleri için hidrofil grupların hidrofob gruplara dönüştürülmesinde asetik asit, elma sirkesi, Sitrik asit, malik asit, tartarik asit ve laktik asit olarak doğal, toksik olmayan ve gıda endüstrisinde kullanılabilen kimyasallar tercih edilmiştir. Asetillendirilmiş nişastanın üretimi ve kekik bitkisinde mikroenkapsülasyon işleminin araştırılması planlanmıştır. Yapılan asetillendirmede nişasta yapısındaki 1640 cm^{-1} dalga sayısı geriliminde olan karbonil gruplarının esterleşmesi yapılmıştır. Bu sayede nişastaya emülsifiye edici özellik kazandırılması sağlanmıştır. Yapılan asetillendirme işleminin verimlilik ve uygulanabilirliğinin araştırılması için kekik bitkisi kullanılarak mikroenkapsülasyon yapılmıştır. Mikroenkapsülasyon için hem kekik suyu hem de kekik ekstresi kullanılmıştır. Kekik suyunun üretimi mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi ile gerçekleştirilmiştir (400 w,1 saat). Kekik ekstresinin üretiminde ise maserasyon yöntemi uygulanmıştır. Mikroenkapsülasyon öncesi kekik suyu ve ekstrelerin kimyasal karakterizasyonu için toplam antioksidan, fenolik, flavanoid, kondanse tanen analizleri yapılmıştır. Kapsüle formuna dönüştürülmüş tozların ise fizikokimyasal analizleri için; su aktivitesi, toplam verim, kitle ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu, Carr indeks, Hausner oranı, ıslanabilirlik, toplam antioksidan, fenolik, flavanoid, kondanse tanen ve duyusal analizleri ile bunların morfolojik özellikleri (Taramalı elektron mikroskobu, SEM ve X ışını difraktometresi, XRD) incelenmiştir. Ayrıca sonuçlar istatistiksel olarak karşılaştırılmıştır.

Kekik suyu ve ekstrelerde AA değerleri önemli bulunmuştur. Ancak Kekik sularının daha yüksek AA gösterdikleri belirlenmiştir. Toplam fenolik madde miktarı (TFMM) analizinde Kekik ekstresinde 766.98 mg GAE/kg olarak tespit edilmiştir. Kekik suyunda ise 628.99 mg GAE/kg bulunmuştur. Toplam flavanoid miktarı (TFM) analizinde ise kekik ekstresinde 6945.63 µg QCE/g belirlenmiştir. Kekik suyunda TFM değeri saptanamamıştır. Ayrıca kekik suyu ve ekstrelerde kondanse tanen sonuçları bulunamamıştır. Enkapsüle tozların fiziksel analizleri değerlendirildiğinde en düşük su aktivitesi değeri (0,078) referans olan MD/GA'da iken, üretilen modifiye nişastalarda ise en düşük su aktivitesi (0,111) değeri ile asetik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin KSL'den elde edilen tozlarda saptanmıştır. Islanabilirlik değerinin en iyi olduğu değer (302.66 sn) sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen tozlarda bulunmuştur. Verim açısından dondurarak kurutma yönteminin daha iyi olduğu gözlemlenmiştir. Tozların carr indeks ve hausner oranları incelendiğinde KSL'den elde edilen tozların daha iyi kabul edilebilir seviyede oldukları tespit edilmiştir. DPPH ve ABTS radikallerine karşı bütün tozlarda AA bulunmuştur. En yüksek AA değerleri kekik ekstre enkapsüle tozlarında tespit edilmiştir. TFMM analiz sonuçlarında kekik ekstresinden elde edilen tozlarda daha yüksek TFMM olduğu belirlenmiştir. En yüksek TFMM değeri 913.32 mg GAE/kg ile Saf nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen enkapsüle tozlarda bulunmuştur. Kekik suyunun kullanıldığı enkapsüle tozlarda TFM değeri bulunmamıştır. Kekik ekstrelerinin TFM değeri ise 2275.86 µg QCE/g ile sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen tozlarda bulunmuştur. Duyusal özellikler incelendiğinde en iyi değerlerin KSL'den elde edilen tozlarda belirlenmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde referans olan MD/GA KM en yakın değerlerin Sirke ve Tartarik ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak kullanıldığı enkapsüle tozlarda bulunmuştur. XRD sonuçlarında modifiye edilmiş nişastaların kristal bölgelerin amorf yapılara dönüştüğü tespit edilmiştir.

ANAHTAR KELİMELER: Nişasta, Asetillendirme, ekstraksiyon yöntemleri, Kekik, FT-IR, Mikroenkapsülasyon

ABSTRACT

MSc Thesis

INVESTİGATİON OF MİCROENCAPSULATİON PROCESS İN THYME EXTRACT OF ACETYLATED STARCH

Abdulhalık UĞURTAY

Harran University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Food Engineering

Supervisor: Assoc. Doç. Dr. Eyyüp KARAOĞUL

Year:2020, Page:161

In this study, acetylation of corn starch was performed to be used as wall material in micro and nano encapsulations. Natural, non-toxic chemicals that can be used in the food industry such as acetic acid, apple cider vinegar, lemon balm, malic acid, tartaric acid and lactic acid were preferred for the conversion of hydrophilic groups into hydrophobic groups for acetylation processes. It was planned to investigate the production of acetylated starch and the microencapsulation process in the thyme plant. In the acetylation, esterification of the carbonyl groups in the starch structure with a wave number of 1640 cm-1 was performed. In this way, it was ensured that the starch was given an emulsifying feature. Microencapsulation was performed using thyme plant in order to investigate the efficiency and applicability of the acetylation process. Both thyme juice and thyme extract were used for microencapsulation. The production of thyme juice was carried out by microwave assisted extraction method (400 w, 1 hour). The maceration method was used in the production of thyme extract. Total antioxidant, phenolic, flavonoid, condensed tannins were analyzed for the chemical characterization of thyme juice and extracts before microencapsulation. For the physicochemical analysis of powders converted into capsule form; water activity, total yield, mass and compacted mass density, Carr index, Hausner ratio, wettability, total antioxidant, phenolic, flavonoid, condensed tannin and sensory analysis and their morphological properties (Scanning electron microscope, SEM and X-ray diffractometer, XRD) . In addition, the results were compared statistically.

AA values were found significant in thyme juice and extracts. However, it was determined that Thyme waters showed higher AA. In the analysis of total phenolic substance (TFMM), it was determined as 766.98 mg GAE / kg in Thyme extract. 628.99 mg GAE / kg was found in thyme juice. In the analysis of total flavanoid amount (TFM), 6945.63 µg QCE / g was determined in thyme extract. TFM value could not be determined in thyme juice. In addition, condensed tannin results in thyme juice and extracts were not found. When the physical analysis of the encapsulated powders was evaluated, the lowest water activity value (0.078) was in MD / GA, which is the reference, while the lowest water activity value (0.111) in the produced modified starches was found in the powders obtained from KSL acetylated starch KM with acetic acid. . The best value (302.66 sec) was found in powders obtained from KSS as DM of starch acetylated with vinegar. It was observed that freeze drying method was better in terms of efficiency. When the carr index and hausner ratios of the powders were examined, it was found that the powders obtained from KSL were at a better acceptable level. The highest AA values were found in thyme extract encapsulated powders. According to the results of TFMM analysis, it was determined that the powders obtained from thyme extract had higher TFMM. The highest TFMM value was found in encapsulated powders obtained from KEL with 913.32 mg GAE / kg as DM of pure starch. No TFM value was found in encapsulated powders using thyme juice. TFM value of thyme extracts was found in powders obtained from KES as KM of starch acetylated with vinegar with 2275.86 µg QCE / g. When the sensory properties were examined, the best values were determined in the powders obtained from KSL. When the SEM images were examined, the closest values of MD / GA KM, which were the reference, were found in encapsulated powders in which Vinegar and Tartaric acetylated starch were used as KM. In XRD results, it was determined that the crystal regions of modified starches transformed into amorphous structures.

KEY WORDS: Starch, Acetylation, extraction methods, Thyme, FTIR, Microencapsulation

TEŞEKKÜR

Yüksek lisansım süresince danışmanlığımı yapan, bilgi, deneyim ve zamanını benden esirgemeyen, her zaman sabır ve güvenle bu yolda ilerlememi sağlayan, kendisi ile çalışmaktan mutluluk duyduğum hocam Sayın Doç. Dr. Eyyüp KARAOĞUL'a, tez jüri üyelerim Sayın Dr Öğr. Üyesi Ertuğrul ALTUNTAŞ ve Prof. Dr. İbrahim HAYOĞLU'na,

Yüksek lisans çalışmalarımda hiçbir zaman yardımlarını esirgemeyen Gıda Mühendisliği doktora öğrencisi Sümeyra AL'a, yüksek lisans öğrencisi Saliha ÖZER'e, Ardahan üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkez Öğr. Gör. Hamza ADIGÜZEL'e,

19174 nolu proje kapsamında bu tez çalışmasında maddi destek veren Harran Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü (HÜBAP)'ne,

Laboratuvar çalışmalarını yapmamız için imkan sağlayan Tıbbi Itri ve Aromatik Bitkiler Araştırma Merkezi ve Kalkınma Bakanlığı Güneydoğu Anadolu Projesi (GAP) Bölge Kalkınma İdaresi'ne,

Eğitim hayatım boyunca daima arkamda olan ve desteklerini esirgemeyen rahmetli babam Mehmet UĞURTAY, annem Menice UĞURTAY ve bütün kardeşlerime,
en içten teşekkürlerimi sunarım.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1.1. Kekik bitkisi (*Thymbra spicata*) görüntüsü 2
Şekil 1.2. Thymbra spicata türünün Türkiye yayılış haritası (URL 1) 3
Şekil 1.3. Nişasta ürününün görüntüsü 4
Şekil 3.1. Kekik bitkisinin öğütücü ile küçültülmesi 16
Şekil 3.2. Tez çalışmasında Uygulanan işlemler diyagramı 17
Şekil 3.3. Kekik suyu ve ekstresine mikroenkapsülasyon öncesi yapılan analizler diyagramı 17
Şekil 3.4. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarına uygulanan analizler diyagramı 18
Şekil 3.5. Nişastanın asetillendirme reaksiyonun iş akış şeması 19
Şekil 3.6. Asetillendirme işlemi için pH ayarlanması 20
Şekil 3.7. Asetillendirme işlemi için kullanılan mikrodalga sistemi 21
Şekil 3.8. Nişasta asetillendirilmesinin bağ oluşum grafiği 21
Şekil 3.9. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) 22
Şekil 3.10. Kekik ekstresinde maserasyon yöntemi 22
Şekil 3.11. Kekik suyunun mikrodalga destekli ekstraksiyon yönteminden elde edilmesi 23
Şekil 3.12. Püskürtmeli kurutucu (spray dryer) görüntüsü 24
Şekil 3.13. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin dondurarak kurutma (liyofilzasyon) cihazı ile mikroenkapsülasyonu 25
Şekil 3.14. Su aktivitesi analiz cihazı 26
Şekil 3.15. Islanabilirlik analiz görüntüsü 26
Şekil 3.16. Kitle yoğunluğu ve sıkışıtırılmış kitle yoğunluğu analizi 27
Şekil 3.17. TFMM analizi için oluşturulan gallik asit kalibrasyon eğrisi 29
Şekil 3.18. Toplam Fenolik Madde Miktarı(TFMM) 30
Şekil 3.19. TFM için oluşturulan Quercetin kalibrasyon eğrisi 31
Şekil 3.20. Toplam flavanoid miktarı (TFM) Analizi 32
Şekil 3.21. DPPH ile Antioksidant analizi 33
Şekil 3.22. ABTS ve DPPH için oluşturulan Troloxs kalibrasyon eğrisi 34
Şekil 3.23. ABTS ile andioksidant madde analizi 35
Şekil 3.24. Kondanse tanen analizi 36
Şekil 3.25. SEM analiz cihazı 38
Şekil 3.26. XRD analiz cihazı 39
Şekil 4.1. Asetillendirilmiş nişastanın FT-IR analiz sonuçları 42
Şekil 4.2. Asetillendirilmiş nişasta maddelerinin indeks hesaplama değerleri 43
Şekil 4.3. Kekik suyu ve ekstrelerinin 50 µl/ml konsantrasyonundaki DPPH inhibisyon değerlerinin troloxs cinsinden değişim grafiği 45
Şekil 4.4. Kekik suyu ve ekstresinin 200 µl/ml konsantrasyondaki ABTS inhibisyon değerlerinin troloxs cinsinden değişim grafiği 46
Şekil 4.5. Kekik suyu ve ekstrelerinin TFMM'nin değişim grafiği 47
Şekil 4.6. Kekik suyu ve ekstresinin TFM değişim grafiği 49
Şekil 4.7. 50 mg/L konsantrasyonunda kekik suyu ve ekstre enkapsülerinin mg TEAC/L cinsinden DPPH analiz sonuçlarının değişim grafiği 68
Şekil 4.8. Kekik suyu enkapsüle tozlarının 50 mg/ L'deki DPPH % inhibisyon değişim grafiği 69
Şekil 4.9. Kekik ekstre enkapsüle tozların 50 mg/ L'deki DPPH % inhibisyon değişim grafiği 70
Şekil 4.10. 200 mg/L konsantrasyonundaki kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinin mg TEAC/ L cinsinden ABTS antioksidan aktivite değerlerinin değişim grafiği 73
Şekil 4.11. Kekik suyu enkapsüle tozlarının 200 mg/L'deki ABTS % inhibisyon değişim grafiği 73
Şekil 4.12. Kekik ekstre enkapsüle tozlarının 200 mg/L'deki ABTS % inhibisyon değişim grafiği 74
Şekil 4.13. Kekik suyu enkapsüle tozlarının TFMM değişim grafiği 77
Şekil 4.14. Kekik ekstre enkapsüle tozlarının TFMM değişim grafiği 78
Şekil 4.15. Kekik ekstre enkapsüle tozlarının TFM değişim grafiği 80
Şekil 4.16. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların koku özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği 83
Şekil 4.17. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların tat ve aroma duyusal analiz değerlerinin değişim grafiği 84

Şekil 4.18. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların acılık duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği 85
Şekil 4.19. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların gecikmiş tat duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği 86
Şekil 4.20. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların Genel beğeni duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği 87
Şekil 4.21. MD/GA kaplama materyalinin KSS'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri 89
Şekil 4.22. MD/GA kaplama materyalinin KES'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri 89
Şekil 4.23. Nişasta kaplama materyalinin KSS'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 90
Şekil 4.24. Saf Nişasta kaplama materyalinin KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 90
Şekil 4.25. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 91
Şekil 4.26. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 91
Şekil 4.27. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 92
Şekil 4.28. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 93
Şekil 4.29. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 94
Şekil 4.30. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 94
Şekil 4.31. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 95
Şekil 4.32. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 95
Şekil 4.33.Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 96
Şekil 4.34. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 97
Şekil 4.35. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 98
Şekil 4.36. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 98
Şekil 4.37. MD/GA KM'nin KSL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 100
Şekil 4.38. MD/GA KM'nin KEL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 100
Şekil 4.39. Saf nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 101
Şekil 4.40. Saf Nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 101
Şekil 4.41. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 102
Şekil 4.42. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 102
Şekil 4.43. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 103
Şekil 4.44. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 103
Şekil 4.45. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 104
Şekil 4.46. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 104
Şekil 4.47. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de üretilmesi ile elde tozların SEM görüntüleri 105

Şekil 4.48. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de üretilmesi ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 105
Şekil 4.49. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 106
Şekil 4.50. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri 106
Şekil 4.51. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 107
Şekil 4.52. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri 107
Şekil 4.53. KSL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim garfiği 108
Şekil 4.54. KSL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim garfiği 108
Şekil 4.55. KEL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim grafiği 109
Şekil 4.56. KEL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim grafiği 109

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

Çizelge 3.1. Asetillendirme işlemi için kullanılan hesaplama maddelerin hesaplama diyagramı 20
Çizelge 3.2. Carr indeks, Hausner oranı ve akışkanlık ilişkisi 28
Çizelge 3.3. Duyusal analiz değerlendirme formu 37
Çizelge 4.1. FT-IR pik alan diyagramı gösterimi 42
Çizelge 4.2. Asetillendirilmiş nişasta maddelerinin indeks değerleri 43
Çizelge 4.3. Kekik suyu ve ekstrelerinin DPPH % inhibisyon değerleri 44
Çizelge 4.4. Kekik suyu ve ekstrelerinin ABTS % inhibisyon değerleri 46
Çizelge 4.5. Kekik suyu ve ekstrelerin TFMM analiz değerleri 47
Çizelge 4.6. Kekik suyu ve ekstresinin TFM analiz değerleri 48
Çizelge 4.7. Kekik suyunun püskürtmeli kurutma için enkapsülasyon reçetesi 51
Çizelge 4.8. Kekik ekstresinin püskürtmeli kurutma için enkapsülasyon reçetesi 51
Çizelge 4.9. Kekik suyunun dondurarak kurutmada enkapsülasyon reçetesi 52
Çizelge 4.10. Kekik ekstresinin dondurarak kurutmada enkapsülasyon reçetesi 53
Çizelge 4.11. Kekik suyunun püskürtmeli kurutma(sprey dryer) ile enkapsülasyonu için alınan reçete 54
Çizelge 4.12. Kekik ekstresinin püskürtmeli kurutma (sprey dryer) ile enkapsülasyonu için alınan reçete 55
Çizelge 4.13. Kekik suyunun dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemiyle enkapsülasyon için yapılan reçete 56
Çizelge 4.14. Kekik ekstresinin dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemiyle enkapsülasyon için yapılan reçete 57
Çizelge 4.15. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsülasyon için belirlenen optimum değerler 58
Çizelge 4.16. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların % verim değerleri 59
Çizelge 4.17. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının su aktivitesi analiz sonuçları 60
Çizelge 4.18. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin enkapsüle tozların ıslanabilirlik (sn) analiz sonuçları 61
Çizelge 4.19. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin enkapsüle tozların kitle yoğunluğu analiz sonuçları 62
Çizelge 4.20. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının sıkıştırılmış kitle yoğunluğu analiz sonuçları 63
Çizelge 4.21. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının hausner oranı analiz sonuçları 64
Çizelge 4.22. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin enkapsüle tozların Carr indeks analiz sonuçları 65
Çizelge 4.23. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının DPPH % inhibisyon değerleri 67
Çizelge 4.24. 50 mg/L konsantrasyonunda kekik suyu ve ekstre enkapsülerinin mg TEAC/L cinsinden DPPH analiz sonuçları 68
Çizelge 4.25. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının ABTS % inhibisyon değerleri 72
Çizelge 4.26. 50 mg/L konsantrasyonundaki Kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinin mg TEAC/ L cinsinden ABTS antioksidan aktivite değerleri 72
Çizelge 4.27. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının TFMM analiz değerleri 76
Çizelge 4.28. Kekik ekstre enkapsüllerinin TFM değerleri 79
Çizelge 4.29. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının duyusal analiz sonuçları 82
Çizelge 4.30. KSL ve KEL'den elde edilen tozların kristal ve nano boyutları 110

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

AA	Antioksidan aktivite
Dk	Dakika
FT-IR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
g	Gram
GA	Gam arabik
KEL	Kekik ekstre Liyofilizasyon
KES	Kekik Ekstre Sprey
KM	Kaplama Materyali
KSL	Kekik suyu Liyofilizasyon
KSS	Kekik suyu Sprey
L	Litre
MD	Maltodekstrin
Mik.	Mikrodalga
mL	Mililitre
nm	Nanometre
µL	Mikrolitre
SEM	Taramalı elektron mikroskopu
TFM	Toplam flavanoid miktarı
TFMM	Toplam fenolik madde miktarı
XRD	X-ışını dikraktometresi

1. GİRİŞ

Son yıllarda önemi gittikçe artan tıbbi ve aromatik bitkiler üzerine bir çok çalışma yapılmaktadır. Bu kapsamda yeni ıslah çalışmaları, sürdürülebilir üretim ve kalitenin sağlanmasının yanı sıra farklı kültürler geliştirmeyi amaçlamaktadır (Özgüven, 2005). Bu çalışmalar ile tıbbi ve aromatik bitkilerin verimi ve piyasa değerinin arttırılması istenmektedir. Bu bitkiler Yüzlerce yıldan beri halk tarafından kullanılmakta ve önemi bilinmektedir (Alma ve ark., 2011).

Ülkemizin sahip olduğu coğrafi konum ve farklı iklim şartları nedeni ile tıbbi ve aromatik bitkiler bakımından bitki çeşitliliği fazladır. Bu türlerde yabani üretimin yanı sıra son yıllarda kültürel alanlar oluşturularak üretim yapılmaktadır. Tıbbi ve aromatik bitkiler gıda, içecek, kozmetik ve ilaç yapımında kullanılmaktadır. Tıbbi aromatik bitkilerin önemi yapılan çalışmalarla ortaya konulmuştur. Bununla birlikte son yıllarda insanların doğal bitki ve ürünlere olan eğilimlerinin artmasıyla ekonomik değerleri önemli derecede artmıştır. Ülkemizde iç piyasada önemli bir değere sahip tıbbi ve aromatik bitkiler dışsatımda da önemli bir ihracat ürünü olarak satılmaktadır (Başer, 2000; Özgüven, 2005).

Tıbbi ve aromatik bitkiler arasında bulunan kekik bitkisi ekonomik ve kullanım potansiyeli yüksek bir bitki çeşididir. *Lamiaceae* familyası kuzey yarım kürede ve akdeniz bölgesinde daha çok bulunan yıllık veya çok yıllık otsu veya çalılıklardır (Başer, 1994; Zeybek ve ark., 2002, Şekil 1.1.). Türkiye'de *Lamiaceae* familyası içersinde bir çok tür yer almaktadır. Bu familyaya ait 45 cins, 545 tür ve 730 takson bulunmaktadır (Kocabaş ve Karaman 2001). Bu türler *Thymus, Satureja, Thymbra origanum,* ve *Coridothymus* türleridir. Türkiye'de birçok çeşidinin bulunmasına karşın uçucu yağı karvakrol ve timol içeren türlere kekik adı verilmiştir (Alma ve ark., 2011).

Kekik ihracatında ülkemiz önemli bir paya sahiptir. Fakat ihraç edilen kekiğin doğadan toplanması hem doğal floranın tahrip olmasına hem de ürünün istenilen kalitede olmamasına sebebiyet vermektedir. Bu nedenle günümüzde kekik bitkisi

kültüre alınması düşünülmektedir (Alma ve ark., 2011). Kekik genel olarak baharat ve çay olarak tüketilmesinin yanı sıra ilaç ve kozmetik alanında da kullanılmaktadır. Ayrıca çevre düzenlenmesinde süs bitkisi olarak kullanımı mevcuttur (Bahtiyarca, 2008).



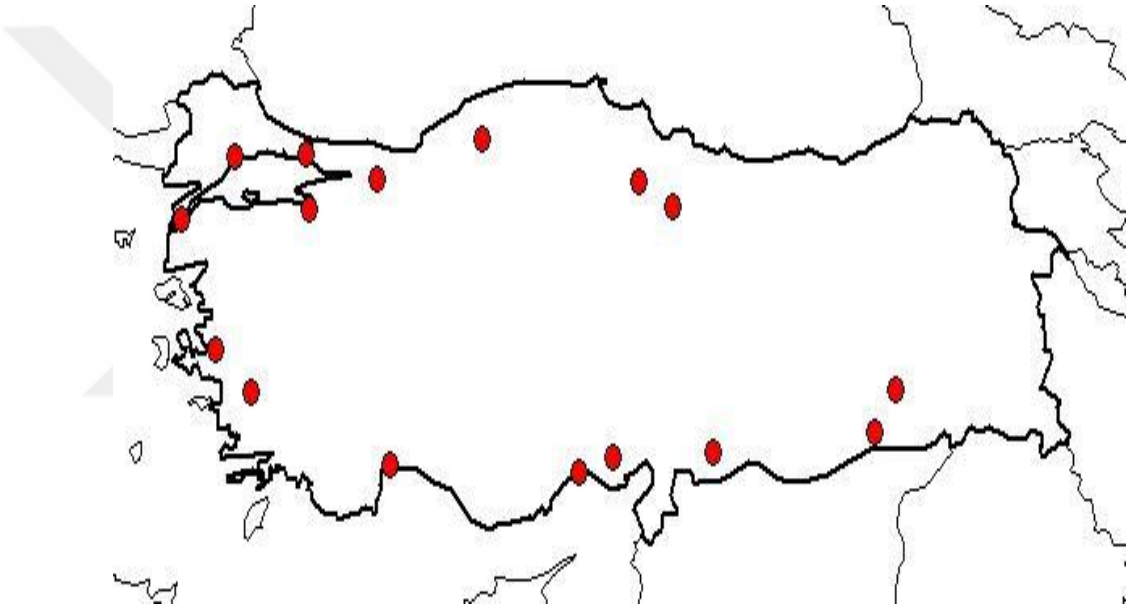
Şekil 1.1. Kekik bitkisi (*Thymbra spicata*) görüntüsü

Kekiğin halk arasında, mide rahatsızlıklarında dispepsi ve gastrit (Zeybek ve Haksel, 2010), Soğuk algınlığında öksürük ve bronşlar için, Ağız ve diş sağlığı temizliğinde ise antibakteriyel ve antiseptik olarak kullanımı mevcuttur. Ayrıca balgam söktürücü, solunum bozuklukları ve idrar yolu bozukluklarının tedavisinde de kullanılır (Gruenwald ve ark ., 2000).

Son yıllarda gıdaların korunmasında kekik gibi doğal yapıya sahip bitkiler sentetik gıda katkı maddelerinin yerine alternatif olarak tercih edilmektedir. Çünkü yapay kimyasallar içeren katkı maddelerinin gıda ürünleri ile etkileşiminin zararlı olabileceği belirtilmektedir (Yanishlieva ve ark ., 2006). Yapılan çalışmalarda kekik ekstraktı ve uçucu yağının güçlü antimikrobiyal, antifungal ve antioksidan aktivitelere sahip olduğu belirtilmiştir (Imelouane ve ark., 2009 ; Rota ve ark., 2008 ; Del Toro-Sánchez ve ark., 2010; Alizadeh, 2013). Ayrıca kekik ekstresinin lipid oksidasyonunu engellediği yapılan çalışmalarla ortaya konulmuştur (Aranha ve ark., 2012). Kekik gibi

doğal yapıya sahip bitkilerin gıda muhafazasında kullanılmasının nedeni tüketiciler tarafından kabul edilebilir güvenirliğe sahip olmalarıdır (Sacchetti ve ark., 2005). Kekik türlerinde uçucu yağın ana bileşenlerinin Carvacrol, ɣ-Terpinen ve Benzeni 1-metil-4 olduğu ifade edilmiştir (Alma ve ark., 2011).

Türkiye kekik bitkisi çeşitliliği yüksek olan bir konuma sahiptir (Şekil 1.2.). Ülkemizde geçmiş yıllarda kekik üretimi %90 yabani, %10 tarımsal üretim yapılmaktaydı. Ancak son yıllarda ekonomik ve sağlık açısından değerinin artması ile tarım üretiminde %50 oranında artış gözlemlenmektedir (Bayram ve ark., 2010).



Şekil 1.2. Thymbra spicata türünün Türkiye yayılış haritası (URL 1)

Nişasta ; bitki ve yumrularda bulunan, canlılar için önemli enerji kaynağıdır. Genellikle mısır, buğday, patates gibi ürünlerden elde edilmektedir. Yenilenebilir, doğal ve hammadde temini kolay olduğu için geniş bir kullanım potansiyeline sahiptir. Nişasta soğuk suda çözünmeyen doğal bir polimer yapısına sahiptir. Nişasta polimeri amiloz ve amilopektinden meydana gelmektedir (Karaoğul, 2016).

Nişasta sahip olduğu fonksiyonel özellikleri sayesinde sos, çorba, süt ürünleri, şekerleme ve unlu mamüllerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte

nişastanın yüksek sıcaklık, düşük asite karşı düşük dirençli olmaları endüstriyel uygulamalarda kullanımını sınırlamaktadır (Singh ve ark., 2007).

Son yıllarda Gıdalarda Ambalaj malzemesi olarak kullanılan Plastiğin yol açtığı çevre kirliliği nedeni ile alternatif doğa dostu ürünler geliştirilmektedir. Nişastanın doğal biyopolimer yapısı, biyolojik olarak bozunabilir ve temininin kolay olması gibi özelliklerinden dolayı uygun biyopolimer olduğu belirtilmiştir (Karaoğul ve ark., 2018, Şekil 1.3.).



Şekil 1.3. Nişasta ürününün görüntüsü

Nişastanın endüstriyel kullanımlarını geliştirmek ve arttırmak için nişastanın fiziksel ve kimyasal özelliklerinin geliştirilmesi ile modifiye nişasta elde edilmektedir (Sodhi ve ark., 2005). Nişastaya Belirli özellikleri vermek için çok sayıda kimyasal modifikasyon uygulanmaktadır. Yapılan Kimyasal modifikasyon, fonksiyonel grupların nişasta molekülü ile reaksiyona sokulmasını içerir. Bu müdahale belirgin Şekilde değiştirilmiş fiziko-kimyasal özelliklere yol açar. Doğal granüler nişastaların kimyasal olarak modifiye edilmesi, jelatinleşme ve yapıştırma gibi fiziko-kimyasal özellikleri derinlemesine değiştirir (Seow ve ark., 1993).

Nişastanın modifiye edilmesi için asetilasyon, hidroksipropilasyon, çapraz bağlama ve çift modifikasyon gibi çeşitli kimyasal yollarla yapısal olarak modifiye edilmektedir (Das ve ark., 2010). Asetillendirme işlemi için asetat anhidrit, piridin ve

vinil asetat gibi kimyasal maddeler kullanılmaktadır (Li ve ark.,2007: Raina ve ark., 2006; Hill ve ark., 1996).

Son yıllarda gıdaların raf ömrünü ve kullanılabilirliğini arttırmak için mikroenkapsülasyon işlemi uygulanmaktadır. Mikroenkapsülasyon işlemi, ürünün katı veya sıvı formunda bir kaplama materyali ile kapsülleme işlemidir (Fang ve ark., 2010). Kaplama materyali ürünü çevreleyerek duvar görevi görmektedir. Bu uygulama ile taşıma ve depolama esnasında ürünün stabilitesini korumanın yanısıra istenmeyen çevresel faktörlerle (nem, koku, ışık) etkileşimini önlemek amaçlanmıştır (McClements ve ark., 2009). Bu teknolojinin gıda ürünlerinde yaygın kullanımı olmasının yanı sıra ilaç, kimya, tıp ve ziraat alanlarında da kullanılmaktadır (Champagne ve ark., 2010).

Mikroenkapsülasyon işlemi çeşitli yöntemlerle yapılmaktadır. Bunlar; püskürtmeli kurutma (spray dryer), dondurarak kurutma (liyofilizasyon), süper kritik akışkan çökeltme, ve çözücünün buharlaştırma yöntemleridir (Tyagi ve ark., 2011). Ancak püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri daha çok tercih edilmektedir (Cheng ve ark., 2017).

Püskürtmeli kurutma yöntemi, kaplama materyalleri ile hazırlanan sıvı karışımların sıcak hava ile toz formuna dönüştürülmesidir. Elde edilen enkapsüle tozlar diğer yöntemlere kıyasla düşük su aktivitesi değerine sahiptirler. Ayrıca Kurutma süresinin az olması bir diğer avantajdır (Cheng ve ark., 2017). Dondurarak kurutma (liyofilizasyon) ise ürün içindeki bağlı suyun dondurulması ve vakum ile uzaklaştırılması esasına dayanır. Sıcaklıkla bozulabilen ürünlerde daha çok tercih edilmektedir (Cheng ve ark., 2017).

Mikroenkapsülasyon işleminde kullanılan kaplama materyalleri, gıda ürününe özgü, toksit etkisi bulunmayan ve ürünün fonksiyonel özelliklerini koruyan nitelikte olmalıdır. Kapsülleme işleminde genel olarak karbonhidrat, protein, lipit ve gam özellikteki polisakkarit ürünler kullanılmaktadır. Ürünün yapısına bağlı olarak değişmekle birlikte karbonhidrat yapılı ürünler daha çok tercih edilmektedir. (Fang ve

ark., 2010). Ancak Karbonhidrat yapılı materyallerin emilsüfiyer (su tutma) özellikleri düşük olduğu için gam yapılı ürünlerle birlikte kullanılmaktadırlar.

Bütün bu nedenlerden dolayı bu çalışmada;

- Nişastanın asetillendirme işleminin yapılması,
- Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin elde edilmesi,
- Kekik suyu ve ekstrelerin fizikokimyasal analizlerin yapılması,
- Kekik suyu ve ekstrelerinin asetillendirilmiş nişasta kaplama materyali ile mikroenkapsülasyonunun yapılması (püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemi)
- Kekik suyu ve ekstre Enkapsüle tozların toplam fenolik madde miktarı, toplam flavanoid, kondanse tanen, antosiyanin madde miktarları, antioksidan aktivite değerleri, fizksel analizler(su aktivitesi, ıslanabilirlik, kitle yoğunluğu, sıkıştırılmış kitle yoğunluğu, carr indeks, hausner oranı ve morfolojik analizlerinin yapılması,
- Katma değeri yüksek kullanıma hazır ve ekonomik değeri yüksek ürün oluşturulması amaçlanmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

2.1. Kekik Ekstresi ile İlgili Yapılmış Çalışmalar

Bensid ve ark. (2014), yaptıkları çalışmada kekik ve karanfil bitkilerini etanol ile ekstrakte etmiş ve hamsi balığının soğuk depolanması esnasında direk muamale ederek buzlu ortamda bekletmişlerdir. Ekstraktların uygulanması ile balığın fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik kalite parametrelerinin değişimini gözlemlemişlerdir. Çalışmada referans olarak ekstre eklenmemiş balıklar ayrı bir şekilde depolanmıştır. Çalışma sonuçlarında duyusal parametrelerde referans balıkların 9 gün boyunca bozulmadan muhafaza edildiğini, ekstre eklenmiş balıkların ise 12 gün muhafaza edildiğini gözlemlemişlerdir. Kimyasal parametrelerde kullanılan ekstrelerin Ph değişimini önemli derecede etkilemediğini peroksit ve tiyobarbitürik asit değerlerinin belirgin bir antioksidan etki gösterdiğini belirtmişlerdir. Ayrıca balıklarda serbest yağ asidi ve toplam uçucu azot değerlerinin oluşumunun azaldığını gözlemlemişlerdir. Mikrobiyolojik parametrelerde ise aerobik mezofil ve psikotropik bakteri sayısının referans balıklarda daha az olduğunu bulmuşlardır. Bu çalışma ile kekik ve karanfil ekstrelerinin depolama üzerinde olumlu etkilerinin olacağını ifade etmişlerdir.

Benli ve ark. (2005), kekik bitkisinin antimikrobiyal etkisini araştırmak için 4 maya ve 10 tane bakteri (*Enterococcus gallinarum,Enterococcus faecalis ,Bacillus subtilis, Escherichia coli suşları Saccharomyces cerevisiae, Candida albicans, Shigella, Escherichia coli, Candida crusei, Streptococcus pyogenes ,Streptococcus aureus, Listeria monocytogenes, Candida albicans, Pseudomonas aeruginosa*) üzerinde ve 8 farklı çözücü (Aseton Dimetilsülfoksit (DMSO), Etil Asetat, Kloroform, Etanol, Metanol, Distile su ve %5'lik Tween karışımı ile Distile su (Kaynatma) ile kekik ekstraktı hazırlanarak çalışmalar yapılmıştır. Bunun sonucunda en iyi inhibisyonu oluşturan çözgenler Su + %5'lik Tween karışımı (16 mm inhibisyon zonu) ve metanol (15 mm inhibisyon zonu) olduğunu ve tamamının etki gösterdiği mikroorganizmanın *Bacillus subtilis* olduğunu belirtmişlerdir.

Bleoanca ve ark. (2016), Taze peynirlerin işlenmesinde kullanılan yüksek basınçlı işlem yoğunluğu azaltmak ve *Listeria monocytogenes* bozulma etkisini azaltmak için doğal antimikrobiyal etkiye sahip kekik ekstresini kullanmışlardır. Çalışmada kekik ekstresini elde etmek için süper kritik ekstraksiyon cihazı kullanılmıştır. Çalışma sonucunda taze peynire uygulanan kekik ekstresinin yüksek basınçlı işlem yoğunluğunu azalttığını ve *listeria monocytogenes* bozulma etkisininde düştüğünü belirtmişlerdir. Sonuç olarak kekik ekstresinin peynir ve benzeri gıda ürünlerinin muhafazasında kullanılabileceğini ifade etmişlerdir.

Javadian ve ark. (2017), yaptıkları çalışmada kekik ekstraktı ile kapsüllenmiş gümüş sazan balıklarının kapsüllenmemiş balıklara kıyasla kimyasal ve mikrobiyolojik özelliklerinin değişimini gözlemlemişlerdir. Çalışma kapsamında (4 ± 1 °C) soğuk depolamada saklanan ürünler mikrobiyolojik (toplam yaşayabilir sayı, psikrotrofik sayım) ve kimyasal (peroksit değeri ve toplam uçucu azot) analizleri yapılmıştır. Ayrıca kapsüllenmiş ekstraktın gümüş sazan balığına aşılanan *E.coli* popülasyonunun kontrol altındaki etkinliği araştırılmıştır. Çalışmalar sonucunda kapsüllenmiş kekik içeren numunelerin, diğer işleme kıyasla peroksit değeri ve toplam uçucu azotta daha az değişiklik olduğunu gözlemlemişlerdir. Kapsüllenmiş kekik aynı zamanda numunelerdeki mezofilik ve psikrotrofik bakterilerin büyümesi, kontrol süresi ve depolama süresi boyunca kapsüllenmemiş özüt içeren numunelere kıyasla daha iyi sonuçlar bulunmuştur. Ayrıca kapsüllenmiş balıkların *E. coli* popülasyonunu 9. günden itibaren depolama süresinin sonuna kadar kabul edilebilir seviyenin altına düşürdüğünü gözlemlemişlerdir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlara göre kapsüllenmiş balıkların kimyasal ve mikrobiyolojik özellerinin daha iyi olduğu sonucuna varmışlardır.

Engelbertz ve ark. (2012), yaptıkları çalışmada kekik ekstresinin antispazmodik etkisinin timolden yoksun ekstrelerde de olup olmadığını test etmek için çalışmalar yapmışlardır. Yaptıkları çalışmada timolden yoksun kekik ekstrelerini sıçanlarda denemişlerdir. Çalışma sonucunda timolden yoksun kekik ekstrelerinin antispazmodik etki gösterdiklerini belirtmişlerdir. Ayrıca antispazmodik etkinin timol bulunan ekstrelerde daha fazla olduğunu da ifade etmişlerdir.

Temiz (2006), yaptığı çalışmada kekik ekstresinin beta glukanın hormona dirençli prostat kanseri tedavisinde etkisinin olup olmadığını araştırmıştır. yapılan deneyler sonucunda kekik ekstreleri verilen hormona dirençli prostat kanseri bulunan hayvanlarda belirli oranda tümör gelişimini azaltıcı etkisinin olduğunu saptamıştır.

Jorge ve ark. (2015), yaptıkları çalışmada kekik ve kekik ekstraktlarının ısıl oksidasyon altında soya yağı içindeki antioksidan etkisini araştırmışlardır. 3.000 mg/kg kekik ve kekik oleoresin içeren soya fasulyesi yağı ve her ikisinin karışımının yanı sıra ter-butilhidrokinon (TBHQ; 50 mg/kg) içeren soya fasulyesi yağı ve sade soya fasulyesi ısıl oksidasyona tabi tutulmuştur. Isıl oksidasyon sonrasında fiziko-kimyasal özellikler ve yağ asidi profili değerlendirilmiştir. Çalışma sonucunda kekik ve kekik ekstraktlarının sentetik antioksidandan daha iyi bir oksidatif etki gösterdiğini belirtmişlerdir.

Yanishlieva ve Marinova. (2001), kekik bitkisinin antioksidan etkisini araştırmak için yaptıkları çalışmada ise, 40 ^{0}C'de muhafaza edilen uskumru balığına uygulanmış %0.5 oranındaki kurutulmuş kekiğin antioksidan etkinliğinin %0.5 kurutulmuş biberiye ve 200 ppm BHT'ye eş değer olduğunu ortaya koymuşlardır.

2.2. Kekik Suyu ile İlgili Yapılmış Çalışmalar

Gülmez ve ark. (2006), yaptıkları çalışmada Satış yerlerinden alınan maydanoz örneklerinin kekik suyunda hijyen açısından önemli olan koliform ve e.coli' ye karşı dekontaminasyon sağlayıp sağlamayacağına karşı bir araştırma yapmışlardır. Yapılan çalışmada kekik suyunda bekletilen maydanozlarda e.coli popülasyonunun tamamen yok ettiğini ve koliformlarıda Türk gıda kodeksi değerlerinin altına düşürdüğünü belirtmişlerdir.

2.3. Modifiye Nişasta ile İlgili Yapılmış Çalışmalar

Babic ve ark. (2009), yaptıkları çalışmada Mısır nişastasının asetik anhidritle asetillendirilmesiyle modifiye nişasta elde etmeye çalışmışlardır. Çalışmada asetillendirme işlemi; nişastanın %4, %6 ve %8 oranlarında asetik anhidrid kullanılarak reaksiyon yapılmıştır. Reaksiyon işlemi sonucunda modifiye mısır nişastalarının jelatinleşme, retrogradasyon ve reolojik özellikleri incelenmiştir. Sonuç olarak Asetillenmiş mısır nişastalarının Substitüsyon derecesi, sırasıyla % 4, %6 ve %8 asetik anhidrid için 0.048. 0.067 ve 0.085 bulunmuştur. Ayrıca Jelatinleşme sıcaklığı (başlangıç, tepe ve sonuç) ve jelatinleşme entalpisi değerlerinin doğal nişastada modifiye edilmiş nişastaya göre daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. asetillenmiş nişasta jellerinde retrogradasyon değerlerinde önemli ölçüde azalma görülmüş ve ikame derecesi arttıkça retrogradasyon entalpisinin de azaldığını gözlemlemişlerdir. Asetillenmiş nişastaların ayrıca, nişasta jellerinin sertliği ve yapışkanlığının yanı sıra nişasta macunlarının kıvamında da daha düşük viskozite ve kıvama sahip olduklarını ifade etmişlerdir.

Bartz ve ark. (2015), yaptıkları çalışmada amerikan otunu asetik anhidrit ile modifiye ederek potansiyel gıda ve gıda dışı uygulamalarda kullanılacak yeni bir nişasta elde etmeye çalışmışlardır. Çalışma kapsamında asetik anhidritin yanı sıra katalizör olarak 1.5 veya 10 mM iyot kullanılmıştır. Bunun sonucunda bazı fizikokimyasal, fonksiyonel ve morfolojik özelliklerinin değişimini gözlemlemişlerdir. Bu kapsamda Asetil gruplarının giriş derecesi, katalizör olarak artan iyot seviyesiyle orantılı olarak artmıştır. Granüllerin şekli ise değişmeden kalmıştır. Ancak düşük seviyede yüzey korozyonu oluşmuş ve toplam nispi kristalliği azalmıştır. Yapışma sıcaklığı, entalpi ve diğer jelatinleşme sıcaklıkları modifikasyonla azaltılmıştır. 10 mM iyodin'de kuvvetle indirgenen pik viskozite hariç, macunların viskozitesinde bir artış olduğunu saptamışlardır.

Bello ve ark. (2010), Arpa nişastasını iki farklı seviyede (düşük derece: LD (0.9) ve yüksek derece: HD (2.7)) çalışarak modifiye nişasta elde etmeye çalışmışlardır. Çalışma kapsamında arpalanmış nişastanın morfolojik ve fizikokimyasal

özelliklerindeki değişim araştırılmıştır. Asetillenmiş arpa nişastalarının asetil gruplarında C-O gerilmesine karşılık gelen 1226 cm^{-1} sinyal gözlemlenmiştir. Morfolojik özelliklerde ise; asetillenmiş nişasta içindeki nişasta granüllerinin HD ile füzyonu gözlemlenmiştir. Bu etki, yapıştırma testinde belirlenmiştir. Çünkü HD nişastasının viskoamilograf profili, tepe viskozitesinde, viskozite bozulmasında ve viskozitede gerileme bulunmadığını göstermiştir. Tepe jelatinleşmesi ise doğal ve LD yapılmış nişastada benzer iken HD asetillenmiş nişastada azalmıştır. Jelatinleşme entalpi değeri, örnekler arasında farklılık göstermiş ve sıralanan çift sarmalların kristalleşme kaybının HD asetillenmiş arpa nişastasında daha yüksek olduğunu göstermiştir.

Bushra ve ark. (2013), yaptıkları çalışmada Maş fasulyesi nişastasını asetat, vinil asetat (esterleştirici madde olarak) ve katalizör olarakta potasyum karbonat (K_2CO_3) kullanılarak mikrodalga ile modifiye nişasta elde etmeye çalışmışlardır. Bu kapsamda Potasyum karbonatın (00.117 mmol/ AGU) çeşitli konsantrasyonlarda kısa sürede sübstitüsyon derecesinin (DS=0.003027) artışıyla nişasta asetat elde edildiğini belirtmişlerdir. Bunun sonucunda FT-IR ölçümünde 1742 cm^{-1}'de ester karbonil grubunun (CO) piki bulunduğunu kanıtlamışlardır. Ayrıca modifiye nişastanın morfolojik özelliklerinde de değişim gözlemlenmiştir. Modifiye nişasta granüllerinin hidrofilik özelliğinde artış ve sıcaklıkta jelatinleşme entalpisinde ise azalma gözlemlenmiştir.

Das ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada tatlı patates (*Ipomoea batatas)* türündeki nişastanın kimyasal modifikasyon ile (% 4 ile % 10 arasında değişen vinil asetat ve %7 ile belirli bir seviyede propilen oksit kullanılarak çift modifikasyon, ardından % 0.05 ile % 0.12 arasında değişen seviyelerde adipik asit anhidrit) kullanılarak modifiye nişasta elde etmişlerdir. Çalışmada İkame derecesi, asetillenmiş ve çift modifiye nişasta numuneleri için sırasıyla% 0.018-0.058 ve% 0.020-0.034 arasında değişmiştir. Modifiye edilmiş nişastada; Su bağlama ve yağ bağlama kapasitelerinde, çözünürlükte, macun berraklığında ve jel mukavemetinde artış gözlemlenmiş ancak her iki modifiye edilmiş nişastada kopma mukavemeti, jel elastikiyeti ve yapışkanlığında önemli derecede azalma olmuştur. Modifiye edilmiş

nişastanın SEM analizinde modifikasyonun nişasta morfolojisini değiştirdiğini ortaya koymuştur. SEM analizinde modifiye nişastanın orta çekirdekli bölgede, derin büyümesi olan hafif topaklanma oluşumlarına neden olduğunu belirtmişlerdir. Oysaki çift modifiye edilmiş nişastalarda görünüşün farklı olduğunu belirtmişlerdir.

Gonzalez ve ark. (2019), yaptıkları çalışmada doğada parçalanabilen doğal yapıya sahip nişastanın modifiye edilerek alternatif bir film elde edilmek istenmiştir. Bu kapsamda nişastaya hidrofob özellik kazandırmak için Asetilasyon ve çapraz bağlama gibi kimyasal modifikasyonlar uygulanarak modifiye nişasta elde edilmeye çalışılmıştır. Çift nişasta modifikasyonunun tek nişasta modifikasyonuna kıyasla işlevselliğinin daha iyi olduğunu belirtmişlerdir. Yapılan modifikasyonlar ve çapraz bağlanmalar sonucunda Çift modifiye nişastanın amilopektin çift helislerindeki değişiklikler, X-ışını difraksiyon modellerinden, yapıştırma profillerinden ve termal özelliklerinden daha belirgin bir fark olduğunu belirtmişlerdir. Asetil grupları içinde sübstitüsyon derecesi (0.058 ± 0.006) düşük bulunmuştur. Belirtildiğine göre çapraz bağlama baskın asetilasyon Modifiye nişasta filmi, doğal mukabilinden (% 57.4) daha yüksek uzama yüzdesine (% 82.81) sahip olduğunu belirtmişlerdir. Ancak taze ve depolanmış filmlerde ise daha düşük gerilme mukavemeti (yerli için 3.51 MPa ve çift modifiye için 2.17 MPa) ve daha düşük kristallik oranına sahiptirler. Bunun yanı sıra Sorpsiyon izotermleri, ikili modifikasyonun, bağlayıcı su için reaktif bölgelerin sayısını azalttığını ve tek tabakalı değerde bir azalmaya sebep olmuştur. Ancak çözünürlük ve su buharı geçirgenliğinde bir azalmaya neden olduğunu da ifade etmişlerdir. Sonuç olarak Nişastanın ikili modifikasyonu, biyolojik olarak çözünebilir nişasta filmlerinin özelliklerini geliştirmek için uygun bir seçenek olduğunu belirtmişlerdir.

Karaoğul ve ark. (2018), yaptıkları çalışmada doğal PVA / nişasta biyo hibrid film üretmişlerdir. Üretilen filmin mekanik, termal, morfolojik özelliklerini geliştirmek için katılan katkı maddeleri ve modifikasyonların önemini araştırmışlardır. Bu kapsamda PVA/nişasta biyo hibrid filmine plastikleştiriciler, çapraz bağlayıcılar, dolgu maddeleri, fiziksel, kimyasal arıtma ve doğal malzemeler ile termoplastik nişasta maddeleri ekleyerek çalışmalar yapmışlardır. Yapılan çalışmalar sonucunda

katılan plastikleştiricilerin esneklik ve diğer özelliklerini önemli ölçüde arttırdığını ifade etmişlerdir. Çapraz bağlama modifikasyonunun amorf bölgeyi arttırdığını bununda fizikokimyasal ve mekanik özellikleri üzerine olumlu etkileri olduğunu belirtmişlerdir. Dolgu maddeleri,doğal malzemeler, modifikasyonlar ve termoplastik nişasta maddelerinin de PVA / nişasta biyo hibrid filmin fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri üzerine önemli yönde etkilediğini belirtmişlerdir.

Shaigh ve ark. (2019), yaptıkları çalışmada asetillendirme ve hidroksipropillenme işlemiyle doğal olarak parçalanabilen, düşük maliyet ve esnek yapı gibi özelliklere nişastadan film üretmeye çalışmışlardır. Çalışma kapsamında Asetilasyon seviyelerinin (% 4 ve% 8) ve hidroksipropilasyon (% 10 ve % 30) seviyelerinin, filmlerin reolojik, fiziksel, termal, mekanik ve bariyer özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. SEM sonuçları, modifiye nişasta filmlerinin, doğal nişasta filmine (NF) kıyasla daha pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğunu belirtmişlerdir. Reolojik değerlendirmede, % 30 hidroksipropillenmiş nişasta çözeltisinin diğer çözeltilerden daha yüksek viskoziteye sahip olduğunu gözlemlemişlerdir. Ayrıca % 4 ve % 8 asetillenmiş nişasta içeren filmler, düşük su buharı geçirgenliği (WVP) ve suda çözünürlük (WS) ile birlikte mükemmel nem bariyeri özelliğine sahip filmler üretilmiştir. Filmlerde Kopma uzaması (% EAB) ve % 10 ve % 30 hidroksipropillenmiş nişasta filmlerin saydamlığı (% T) NF'den daha yüksek ve artan propilen oksit miktarı ile orantılı olarak artış gözlemlenmiştir. Camsı geçiş sıcaklığı (Tg) ise film formülasyonuna modifiye nişastaların eklenmesiyle düşürüldüğü ifade edilmiştir.

Huang ve ark. (2007), yaptıkları çalışmada Sarı bezelye nişastasını küçük ve büyük boyutlu granül fraksiyonları halinde fraksiyonlayarak asetik anhidrit ve vinil asetatla ayrı ayrı modifiye etmişlerdir. Asetilasyon işlemi iki ürün içinde hem elemeden önce hem de elemeden sonrası içinde yapılmıştır. Modifikasyon sonucunda asetik anhidrit reaktif olarak kullanıldığında küçük boyutlu granül fraksiyonları için farklı ikame dereceleriyle sonuçlandığını ifade etmişlerdir. Ayrıca Vinil asetat ile modifikasyon, aynı granül ebadı ve aynı ikame derecesi (DS) için asetik anhidrit ile modifikasyondan çok daha yüksek viskoziteli ürünler elde edilmiştir. Asetil

gruplarının yeri ve dağılımı, izole edilmiş amiloz ve amilopektinin alfa-amilaz hidrolizatları kromatografi ve kütle spektrometrisi ile analiz ederek incelemişlerdir. Kütle spektrumları, ikame edici dağılımının esas olarak reaktifin tipine bağlı olduğunu ve granül boyutundan etkilenmediğini gözlemlemişlerdir. Hem amiloz hem de amilopektinin, heterojen bir Şekilde modifiye edildiğini ve reaksiyonların granülün farklı bölgelerinde gerçekleştiğini tespit etmişlerdir. Son olarak Vinil asetat reaktif olarak kullanıldığında granül boyunca asetilasyonun daha homojen olarak gerçekleştiğini ve asetik anhidrit ile reaksiyonun büyük ölçüde granülün dış tabakasında gerçekleşmiş ihtimalini öne sürmüşlerdir.

Zamudio ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada Muz nişastasını okside etmiş ve üç farklı seviyede asetillendirme işlemi yapmışlardır. Çalışma kapsamında Çift modifiye edilmiş nişasta, çitosan ilavesi ile film hazırlamak için kullanılmıştır. Yapılan film 'in Fiziksel, mekanik ve bariyer özellikleri test edilmiştir. Oksidasyon seviyesi, filmin nem içeriğini arttırmış, ancak asetilasyon ve kitosan ilavesi bu özelliği azaltmıştır. Bunun yanı sıra Oksidasyon seviyesinin, filmin beyazlığını arttırdığını ifade etmişlerdir. Film'in Çözünürlüğü, sıcaklık ve oksidasyon seviyesi ile artış gösterdiğini, fakat filmin depolama süresiyle azaldığını da gözlemlemişlerdir. İkili modifikasyon, oksitlenmiş muadilinden daha düşük bir çözünürlük değeri üretmiş ve kitosan ilavesiyle, en yüksek çözünürlük değerine ulaştığını belirtmişlerdir. Ayrıca Kitosan ilavesi, filmin gerilme mukavemetini arttırmıştır. Su buharı geçirgenliği, hidrofilik karakter nedeniyle oksidasyon seviyesi ile artmıştır, ancak asetilasyonun bu parametreyi düşürdüğünü, çünkü asetilasyonun, ester grubu nedeni ile nişastanın hidrofobik özelliğinin artmasına sebep olduğunu belirtmişlerdir. Sonuç olarak Çift modifiye edilmiş muz nişastası ve kitosan ilavesi ile hazırlanan filmlerin bazı gelişmiş fiziksel, mekanik ve bariyer özelliklere sahip olduğunu ve spesifik uygulamalarda kullanılabileceklerini ifade etmişlerdir.

Hill ve ark. (1996) ve Lohmar ve ark. (1950), kullandıkları kimyasalların nişastayla reaksiyona girerek hidroksil grupları ile karboksil gruplarının yer değiştirdiğini ve polimerin özelliklerini modifiye etmekte ve hidrofob özellik kattığını yaptıkları çalışmalarda belirtmişlerdir

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Çalışmada asetillendirme işlemi için kullanılan Nişasta TATSAN Gıda Sanayi Üretim LTD. Şirketinden temin edildi. Tartarik ve Laktik asit Gemici Gıda Tic.LTD. Şirketinden, Malik asit Biotechsa End. Tem. Kimyasal ürünleri LTD. Şirketinden, Üzüm sirkesi CARL KÜHNE Fermantasyon ve Gıda SAN. TİC. A.Ş'den, Asetik asit Merck KGaA Ecza ve Kimyasal ürünleri firmasından, Sitrik asit BAĞDAT Baharat**,** Gıda San. ve Tic. LTD. Şirketinden temin edildi. Kapsülasyon işleminde kullanılan kekik bitkisi ise Mardin'in Dargeçit ilçesinin altınoluk köyünden temin edildi. Mardin'de doğal yayılışa sahip olan bu kekik türü, yaklaşık 900 metre yüksekliğinde ve 37° 39′ 34.1604" kuzey paralellerinde 41° 43′ 20.1072" doğu meridyeninden temin edildi. Kekik bitkisi numunelerinin teşhisi Harran Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Biyoloji bölümü Botanik Anabilim dalından doktora öğrencisi Maruf BALOS tarafından yapıldı. Kekik bitkisinin *Lamiaceae* familyasının *Thymbra spicata ssp. Spicat* cinsi olduğu tespit edilmiştir.

3.1.1. Kekik bitkisine uygulanan ön işlemler

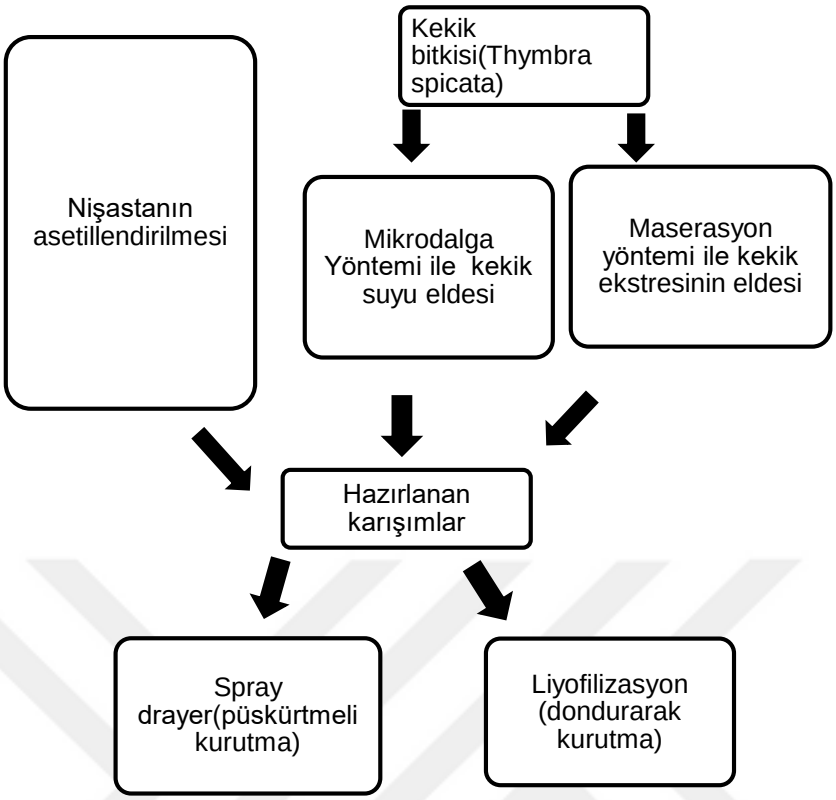
Kekik bitki numuneleri lavion Marka HC- 100 model öğütme makinasından öğütülerek toz haline getirildi (Şekil 3.1.). Ekstraksiyon çalışmaları için oda sıcaklığında muhafaza edildi.



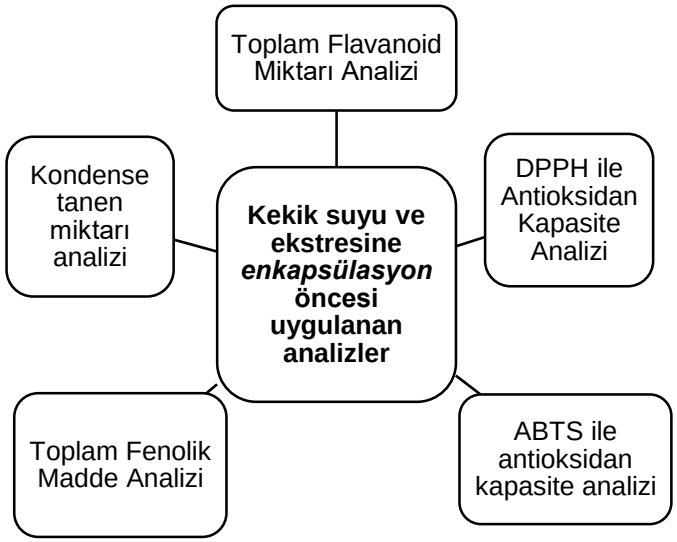
Şekil 3.1. Kekik bitkisinin öğütücü ile küçültülmesi

3.2. Yöntem

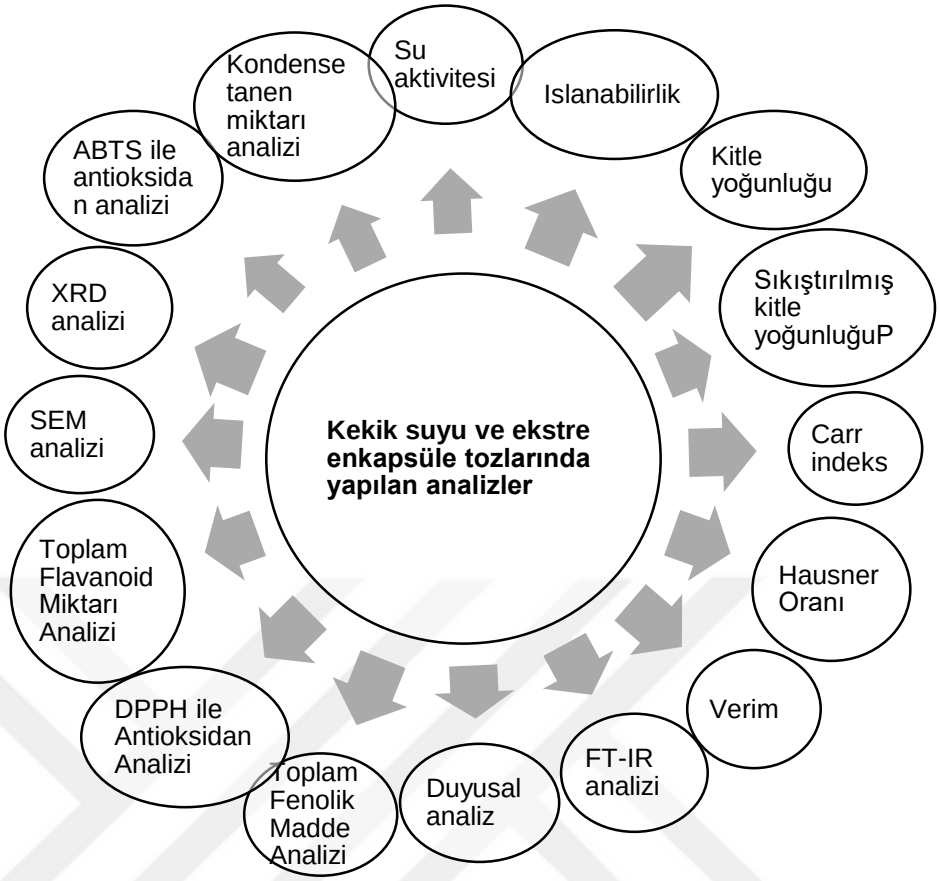
Bu çalışmada uygulanan yöntem ve elde edilen ürünlerde yapılan analizler Şekil 3.2., Şekil 3.3. ve Şekil 3.4.'de verilmiştir. Buna göre gıda ürünlerinde uygulanan mikroenkapsülasyon işleminde kullanılan MD/GA kaplama materyalleri yerine tek bir ürün olarak yeni bir kaplama materyali oluşturulmak istendi. Bu amaçla nişastanın asetillendirme işlemi yapıldı. Bu kapsamda nişasta üzüm sirkesi, Asetik asit, Sitrik asit, Malik asit, Laktik asit ve Tartarik asit gibi toksik olmayan ürünler kullanılarak reaksiyonlar gerçekleştirildi. Yapılan modifiye nişastanın verim ve uygulanabilirliğinin araştırılması için kekik suyu ve ekstresi kullanılarak püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerinde mikroenkapsülasyon yapıldı. Elde edilen enkapsüle tozların fiziksel, kimyasal ve morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için analizler uygulandı.



Şekil 3.2. Tez çalışmasında Uygulanan işlemler diyagramı



Şekil 3.3. Kekik suyu ve ekstresine mikroenkapsülasyon öncesi yapılan analizler diyagramı

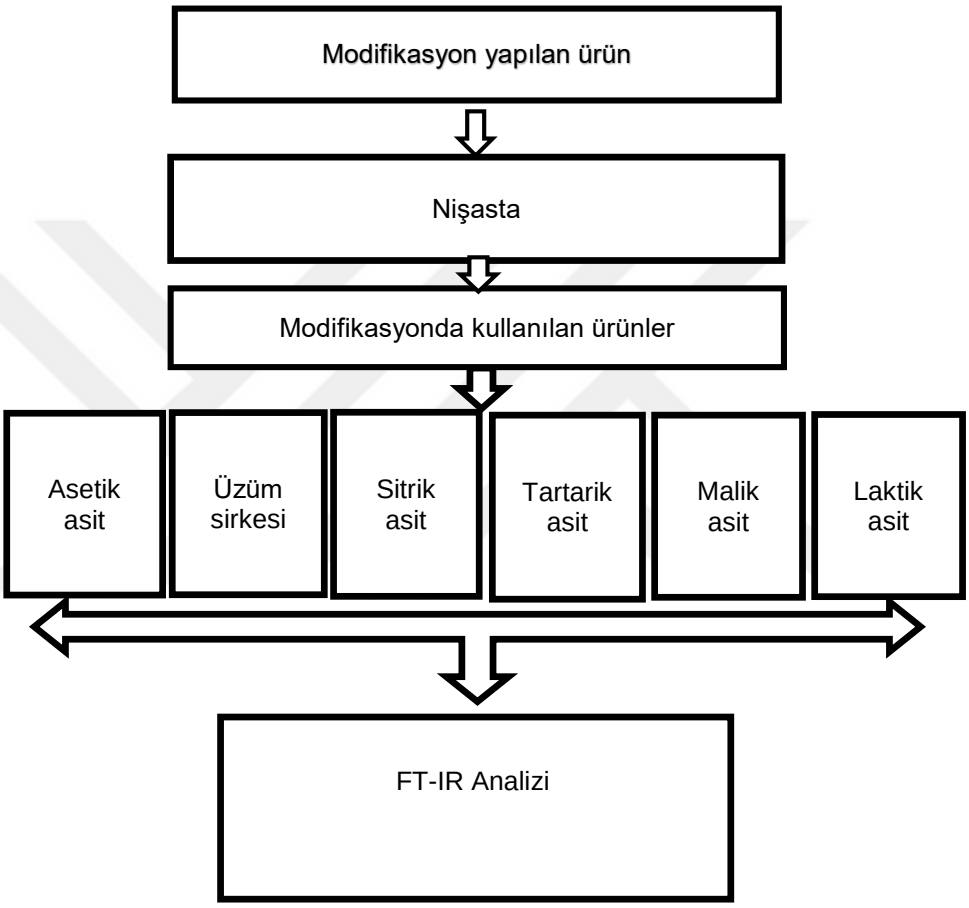


Şekil 3.4. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarına uygulanan analizler diyagramı

3.2.1. Nişastanın modifikasyon işlemi

Nişasta sahip olduğu yapısal özelliklerinden dolayı hidrofilik özelliği yüksek bir üründür. Bu özelliği kaplama materyali olarak kullanımını kısıtlamaktadır. Bu nedenle karbonhidrat yapılı kaplama materyalleri hidrofob özelliği yüksek gamlar ve benzeri ürünlerle birlikte kullanılmaktadır. Karbonhidrat yapılı kaplama materyallerinin hidrofob özelliğini geliştirmek için modifikasyonlar uygulanmaktadır. Bu çalışmada modifikasyon yöntemi olarak asetillendirme işlemi tercih edildi. Bu kapsamda Nişastanın asetillendirilmesi işlemi gerçekleştirildi. Nişastanın asetillendirilmesi işlemi yapısındaki hidroksil gruplarının, karboksil grupları ile yer değiştirerek nişastaya hidrofob özellik kazandırma esasına dayanır. Asetillendirme işlemi için Piridin, Asetil klorür ve potasyum karbonat gibi farklı maddeler ile denemeler yapıldı ve FT-IR cihazında yapılan asetillendirmeler test edildi. Yapılan denemelerde başarılı

olundu. Ancak bu maddelerin toksik yapıda ve sağlık açısından zararlı oldukları bilindiği için zararlı olmayan maddelerle asetillendirme işlemi yapılmak istendi. Bu nedenle asetik asit, üzüm sirkesi, sitrik asit, tartarik asit, malik asit ve laktik asit olmak üzere 6 farklı madde kullanılarak nişastanın asetillendirilmesi işlemi yapıldı (Şekil 3.5.).Yapılan denemeler FT-IR cihazında analiz edildi ve sonuçlar başarılı bulundu.



Şekil 3.5. Nişastanın asetillendirme reaksiyonun iş akış şeması

3.2.2. Nişastanın asetillendirme işlemi

Asetillendirme işleminde her reaksiyon için nişastanın 1 gr molekül ağırlığına karşılık gelen miktar kadar kullanılacak maddeler (asetik asit, üzüm sirkesi, tartarik asit, Sitrik asit, laktik asit, malik asit) tartılarak balon jojeye eklendi (Çizelge 3.1.). Karışım üzerine reaksiyon ortamı sağlaması için 200 ml saf su eklenerek nişasta

çözündürüldü. Daha sonra reaksiyonun oluşması için ortam pH'sı potasyum hidroksit ile pH 7.5'e hafif bazik ortama ayarlandı (Şekil 3.6.).

Çizelge 3.1. Asetillendirme işlemi için kullanılan hesaplama maddelerin hesaplama diyagramı

Kullanılan madde	Molekül ağırlığı	1 gr nişastaya karşılık gelen ağırlık
Nişasta	180.16	-
Üzüm sirkesi	60.05	0.333
Asetik asit	60.05	0.333
Sitrik asit	192.23	10.664
Malik asit	134.09	0.744
Laktik asit	90.08	0.5
Tartarik asit	150.086	0.833



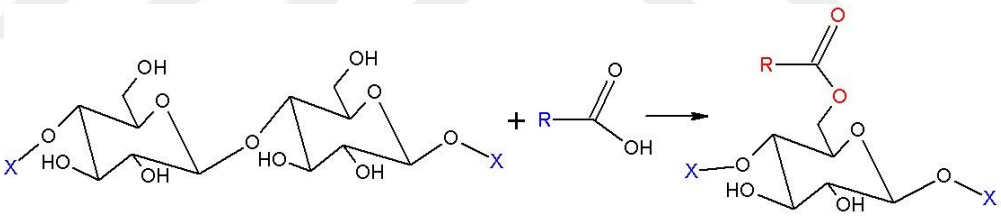
Şekil 3.6. Asetillendirme işlemi için pH ayarlanması

Karışımın pH değeri ayarlandıktan sonra mikrodalga destekli ekstraksiyon sisteminde asetillendirme işlemi uygulandı (Şekil 3.7.). Mikrodalga destekli

ekstraksiyon sisteminin optimum şartları için denemeler yapılmış ve bunun sonucunda en iyi çalışma şartlarının 1 saat ve 400 W olarak belirlendi.



Şekil 3.7. Asetillendirme işlemi için kullanılan mikrodalga sistemi



Şekil 3.8. Nişasta asetillendirilmesinin bağ oluşum grafiği

3.2.3. Asetillendirilmiş nişastanın FT-IR cihazında analiz edilmesi

Asetillendirme işlemi ile karbonil gruplarının hidroksiller yerine bağlanması gerçekleştirildi. Nişastaya asetil grubunun bağlanma formasyonu Şekil 3.8.'de gösterilmektedir. Karbonil gruplarının nişastaya bağlandığını ispatlamak için Forier Transform Infrared Refraktometre (FT-IR) cihazı kullanıldı. FT-IR cihazı IRSpirit model ve SHIMADZU marka (Kyoto, Japon) olup, analizler 600 cm^{-1} ila 4000 cm^{-1} dalga sayısı aralığında analiz edildi (Şekil 3.9.).



Şekil 3.9. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR)

3.2.4. Kekik bitkisinin ekstraksiyon yöntemi

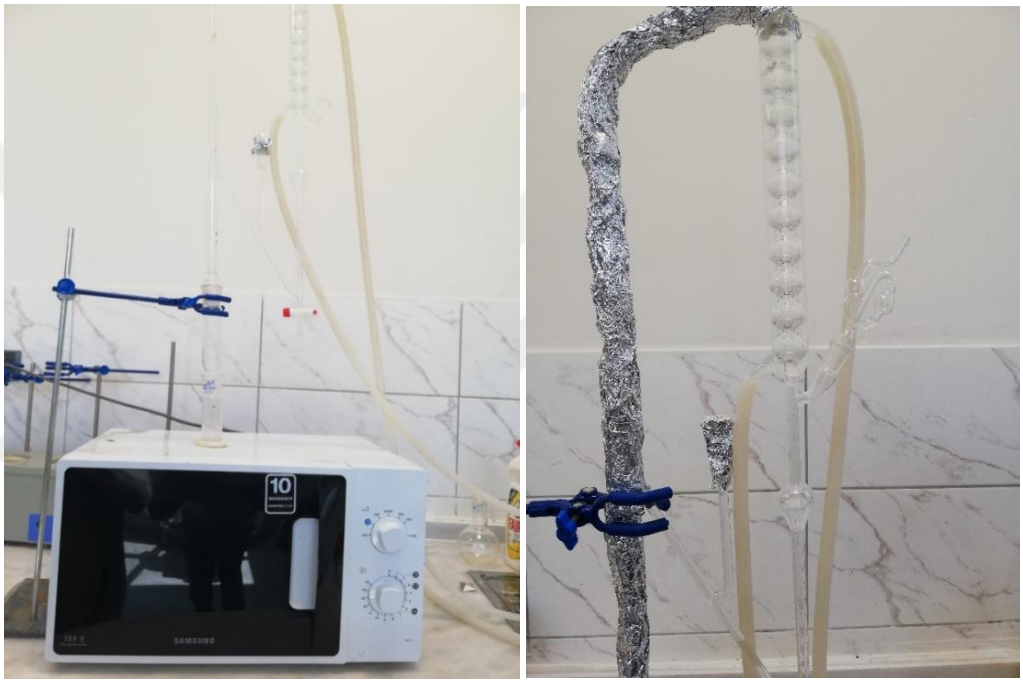
Kekik bitkisinin ekstraksiyonu için maserasyon yöntemi tercih edildi. Bu yöntemde öğütülen kekik bitkisinden 25 gr tartılıp 200 ml saf su eklenerek 24 saat boyunca karanlık oda sıcaklığı ortamında bekletildi (Şekil 3.10.). Bekleme sonunda kekik ekstreleri filtre kağıdı yardımıyla süzüldü.



Şekil 3.10. Kekik ekstresinde maserasyon yöntemi

3.2.5. Kekik suyunun çıkarılması işlemi

Kekik suyunun çıkarılması için kekik bitkisi 25 gr tartıldı ve üzerine 200 ml saf su eklenerek mikrodalga destekli uçucu yağ düzeneğinde kekik suyu toplandı. Kekik suyunun en iyi elde edilme şartları için denemeler yapıldı. Optimum çalışma şartları 200 watt 'da 1 saat olarak belirlendi. bunun dışında yapılan çalışmalarda yüksek watt'ta ürünün köpürme ve yanma gibi beklenmeyen durumlar meydana geldi. Bu nedenlerden dolayı köpürme ve yanmanın olmadığı watt tespit edildi (Şekil 3.11.).



Şekil 3.11. Kekik suyunun mikrodalga destekli ekstraksiyon yönteminden elde edilmesi

3.2.6. Mikroenkapsülasyon işlemi

Mikroenkapsülasyon işlemi, kaplama materyalleri ile kaplanarak homojen hale getirilen ürünün toz formuna dönüştürülme teknolojisidir. Bu teknikte genellikle püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri tercih edilmektedir. Bu çalışmada kekik suyu ve ekstrelerinde asetillendirilmiş nişasta kaplama materyali olarak kullanıldı. Etkinliğinin araştırılması için püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri tercih edildi (Şekil 3.12. ve 3.13.). Ayrıca yapılan asetillendirme işleminin

karşılaştırılması için de MD/GA ve saf nişasta referans kaplama materyali olarak tercih edildi.

Püskürtmeli kurutmada ekstrelerin toz haline dönüştürülmesi işlemi için optimum Spray dryer şartları (200 ml kekik ekstresi, kaplama duvarı 16 g MD/GA, saf nişasta, sirke, asetik asit, Sitrik asit, malik asit, laktik asit, tartarik asit ile asetilledirilmiş nişasta), giriş sıcaklığı 152 °C, MD/GA oranı %80, aspiratör çalışma hızı % 90 ve cihaz besleme hızı ise 10 ml/dakika) olarak belirlendi. Kekik suyunun mikroenkapsülasyon çalışma şartları; 200 ml kekik suyu, kaplama duvarı 16 g (MD/GA, saf nişasta, sirke , asetik asit, Sitrik asit, malik asit, laktik asit, tartarik asit ile asetilledirilmiş nişasta), giriş sıcaklığı 149.49 °C, MD/GA oranı %50, aspiratör çalışma hızı %90 ve cihaz besleme hızı 10 ml/dakika olarak ayarlandı.



Şekil 3.12. Püskürtmeli kurutucu (spray dryer) görüntüsü

Kekik ekstresinde liyofilizasyon çalışma şartları; 20 g duvar materyali (MD/GA, saf nişasta, sirke , asetik asit, Sitrik asit, malik asit, laktik asit, tartarik asit ile asetilledirilmiş nişasta), 50 ml örnek ve MD/GA oranı %58 olarak belirlenmiştir.

Kekik suyunun liyofilizasyon çalışma şartları; 20 g duvar materyali (MD/GA, saf nişasta, sirke, asetik asit, Sitrik asit, malik asit, laktik asit ve tartarik asit ile asetilledirilmiş nişasta), 50 ml örnek ve MD/GA oranı %57 olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.13. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin dondurarak kurutma (liyofilzasyon) cihazı ile mikroenkapsülasyonu

3.2.7. Fiziksel ve kimyasal analizler

3.2.7.1. Su aktivitesi

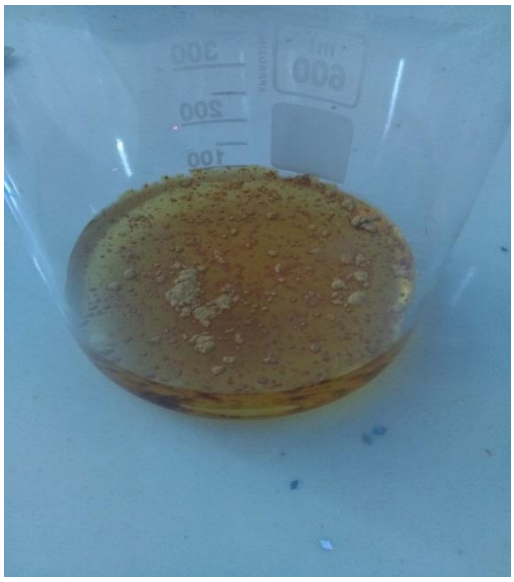
Gıda içindeki suyun yapıya ne Şekilde bağlı olduğunu, bazı kimyasal ve enzimatik reaksiyonlarla mikrobiyolojik faaliyetler için kullanılabilme durumunu ve derecesini gösterir. Mikroenkapsülasyon yapılarak toz haline getirilen kekik suyu ve ekstrelerinin su içerikleri literatürde not edilmiş bir metotla Aqualap model su aktivitesi cihazıyla yapılmıştır (Tatar ve ark., 2014) (Şekil 3.14.).



Şekil 3.14. Su aktivitesi analiz cihazı

3.2.7.2. Islanabilirlik analizi

Islanabilirlik, bir sıvının katı bir yüzeye yayılma derecesi olarak tanımlanabilir. Islanabilirlik derecesi, iki maddenin bağlanma ve yapışma özelliğini gösterir. Bağlanma arttıkça ıslanabilirlik de artar. Enkapsüle edilen toz ekstraktların ıslanabilirlikleri 1 gr tozun 100 ml saf su yüzeyinden tamamen ıslanıp kaybolmasına kadar geçen zaman olarak hesaplanmıştır (Turchiuli ve ark., 2005). Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında ıslanabilirlik analizi yapıldı (Şekil 3.15.).

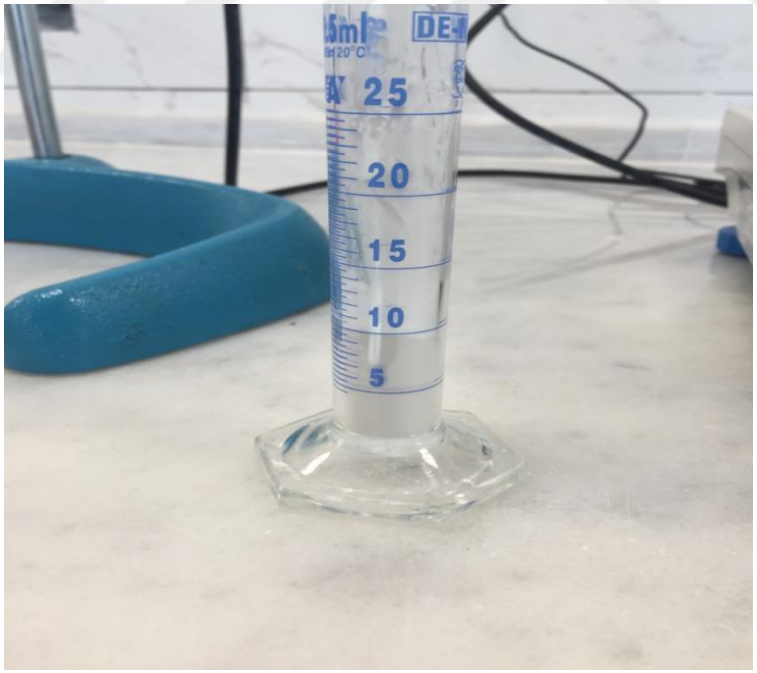


Şekil 3.15. Islanabilirlik analiz görüntüsü

3.2.7.3. Kitle ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu analizi

Toz gıdaların kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluğu, ürünün partikül çap ve boyutuna göre değişmektedir. Düşük yığın yoğunluğunun paket hacmini arttırdığını ve düşük yığın yoğunluğuna sahip ürünlerin ise boşluklar arasında daha fazla hava barındırdığını belirtmişlerdir (Barbosa ve ark., 2005; Koç ve ark., 2011).

Mikroenkapsüle edilmiş kekik ekstre ve suyunun kitle ve sıkıştırılmış kitle yoğunlukları, yapılmış çalışmalar baz alınarak yapıldı (Tatar ve ark., 2014). Buna göre enkapsüle edilmiş tozlardan 5 gr alınarak 25 ml'lik mezüre belli bir yükseklikten aktarılarak yapıldı. Kitle yoğunluğu örneğin kütlesinin mezürde kapladığı hacme oranı ile hesaplanmaktadır. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ise 5 gr konulan mezürün 200 defa belli bir hızda ve yükseklikte düz bir zemine vurulması işlemidir. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu hesaplaması ise toz ağırlığının sıkıştırma işlemi sonucu kapladığı hacme oranı olarak hesaplandı (Şekil 3.16.) .



Şekil 3.16. Kitle yoğunluğu ve sıkışıtırılmış kitle yoğunluğu analizi

3.2.7.4. Hausner ve carr indeks analizi

Carr indeks toz ürünün akabilirliğini gösterirken, yapışkanlık derecesini ise Hausner oranı göstermektedir. Bu nedenle yapışkanlık derecesi yüksek olan toz ürünün akışkanlığı düşüktür (Koç ve ark., 2011). Üretilen enkapsüle tozların yapışkanlık ve akışkanlığını belirlemek için Carr indeks ve Hauser oranı hesaplanmaktadır. Mikroenkapsüle edilmiş kekik suyu ve ektrelerinin Hausner oranı hesaplanması sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerinin kitle yoğunluğuna oranlanması olarak bulunacaktır. Carr indeks ise aşağıda verilen formüle göre belirlenecektir (Turchiuli ve ark., 2005).

$$\text{Carr indeks} = \frac{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu-Kitle yoğunluğu}}{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu}} \times 100 \quad (3.1)$$

$$\text{Hausner oranı} = \frac{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu}}{\text{Kitle yoğunluğu}} \quad (3.2)$$

Çizelge 3.2. Carr indeks, Hausner oranı ve akışkanlık ilişkisi

Carr indeks	Akışkanlık	Hausner oranı
≤10	Mükemmel	1.00-1.11
11-15	İyi	1.12-1.18
16-20	Orta	1.19-1.25
21-25	Geçerli	1.26-1.34
26-31	Zayıf	1.35-1.45
32-37	Çok zayıf	1.46-1.59
38≥	Çok kötü	1.60≥

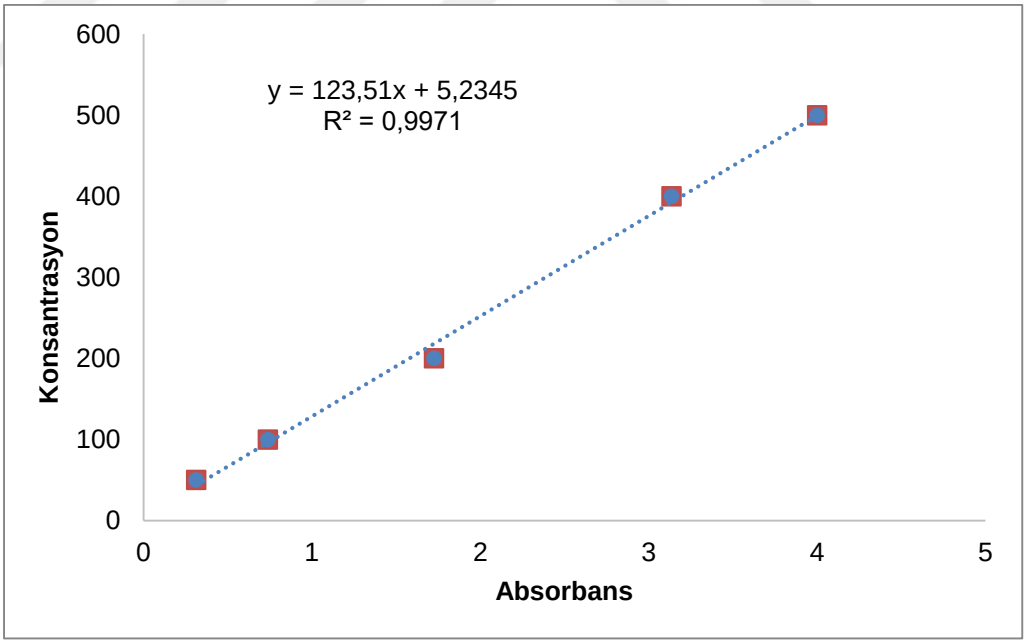
3.2.7.5. Verim analizi

Kekik ekstraktı ve suyunun Asetillendirilmiş nişasta ile mikroenkapsüle edilmesi sonucunda mikroenkapsüle edilmiş miktarı ve buna girdi oluşturan bileşenlerin kütleleri aşağıda verilen formüle göre hesaplama yapılmıştır (Quispe-Condori ve ark., 2011).

$$\text{Verim \%} = \frac{\text{Püskürtmeli kurutmadan elde edilen mikrokapsüllerin kütlesi}}{\text{Püskürtmeli kurutmaya beslenen girdilerin kütlesi (kuru madde üzerinden)}} \times 100 \quad (3.3)$$

3.2.7.6. Toplam fenolik madde miktarı analizi

Fenolik bileşiklerin sağlık üzerine etkilerinin radikal süpürücü, enzimatik aktiviteyi düzenleyici, hücre proliferasyonunu inhibe edici, antibiyotik, antialerjik etki gösterdikleri belirtilmiştir (Bravo 1998). Bu nedenle kekik suyu, kekik ekstresi ve bunların enkapsüle tozlarında toplam fenolik madde miktarları belirlenecektir. Toplam fenolik madde miktarı (TFMM) analizi orijinali Singletonand Rossi 1965 tarafından geliştirilen Liet tarafından modifiye edilen metot esas alınarak gerçekleştirilecektir. Gallik asitin farklı konsanstrasyonlarındaki absorbansı ölçülmüş ve kalibrasyon eğrisi oluşturuldu.. Oluşturulan kalibrasyon eğrisinin regrasyon değeri 0.99'dan büyük ve lineeritesinin yüksek oranda olduğu tespit edildi (Şekil 3.17.).



Şekil 3.17. TFMM analizi için oluşturulan gallik asit kalibrasyon eğrisi

3.2.7.6.1. Kekik suyu, ekstre ve bunların enkapsüle tozlarında toplam fenolik madde miktarı analizi

Kekik suyu, ekstre ve enkapsüle tozların toplam fenolik madde miktarı(TFMM) analizi için ilk önce folin reaktifi hazırlandı. Folin reaktifi 1:9 oranında olacak Şekilde saf su ile hazırlandı. Daha sonra %7.5 'lik Na_2CO_3 çözeltisi hazırlandı. Çözeltiler hazırlandıktan sonra yeni tüplere kekik suyu ve ekstresinden 0,4 ml numune alındı. Üzeri hazırlanan 2 ml folin reaktifi ve 1,6 ml Na_2CO_3 çözeltisi eklenerek vortekste karıştırıldı. Kekik suyu ve ekstrelerin enkapsüle tozlarında ise farklı olarak ürünün yapısından dolayı tozdan 0,01 gr tartılıp 0,1 ml saf su eklenerek çözündürüldü. Daha sonra hazırlanan çözeltiler konularak 1 saat karanlık oda koşullarında bekletildi. Bekleme sonucunda numuneler SHIMADZU UV-1280 UV-VIS model spektorofotometrede 765 nm dalga boyunda okumalar gerçekleştirildi (Şekil 3.18.). Yapılan analizler 3 tekerrür yapılarak çalışıldı. Yapılan TFMM analizinin hesaplanması gallik asit cinsinden (mg/ml) hesaplandı.

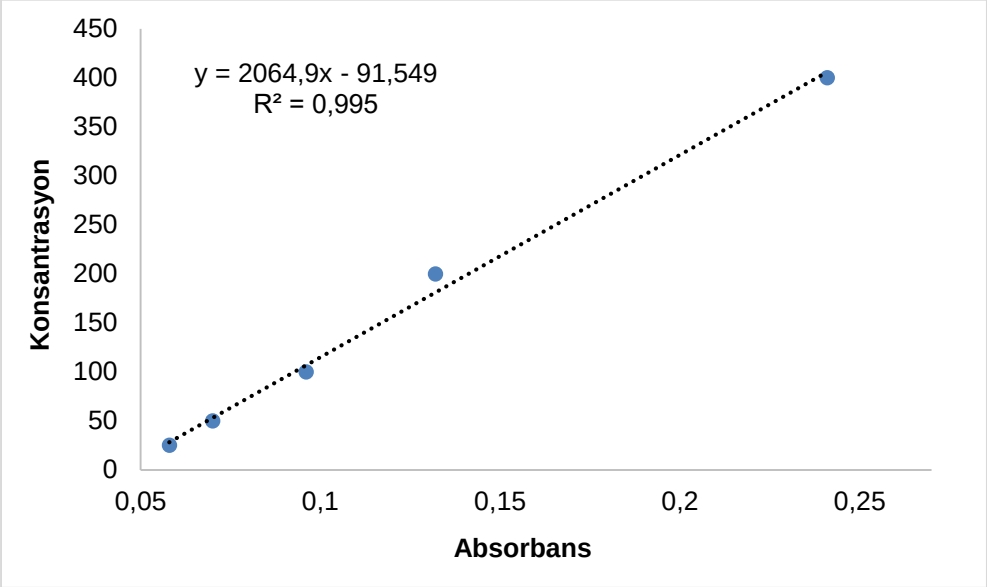


Şekil 3.18. Toplam Fenolik Madde Miktarı (TFMM)

3.2.7.7. Toplam flavonoid miktarı analizi

Yapılan çalışmalarla doğal antioksidanlar içerisinde bulunan flavonoidlerin, antioksidan, enzim inhibitarü gibi önemli özelliklere sahip olduğunu belirtmişlerdir (Harborne ve ark., 1982).

Bu çalışmada elde edilen kekik suyu, kekik ekstresi ve bunların enkapsüle tozlarının flavanoid içeriğine sahip olup olmadığını belirlemek için analiz yapıldı. Çalışma kapsamında toplam flavonoid miktarı (TFM) analizi (Zhinsen ve ark., 1999) metoduna göre gerçekleştirilecektir. Quercetin referansının farklı konsanstrasyonlarındaki absorbansı ölçülmüş ve kalibrasyon eğrisi oluşturulmuştur. Oluşturulan kalibrasyon eğrisinin regrasyon değeri 0.99'dan büyük ve lineeritesinin yüksek oranda olduğu tespit edildi (Şekil 3.19.).

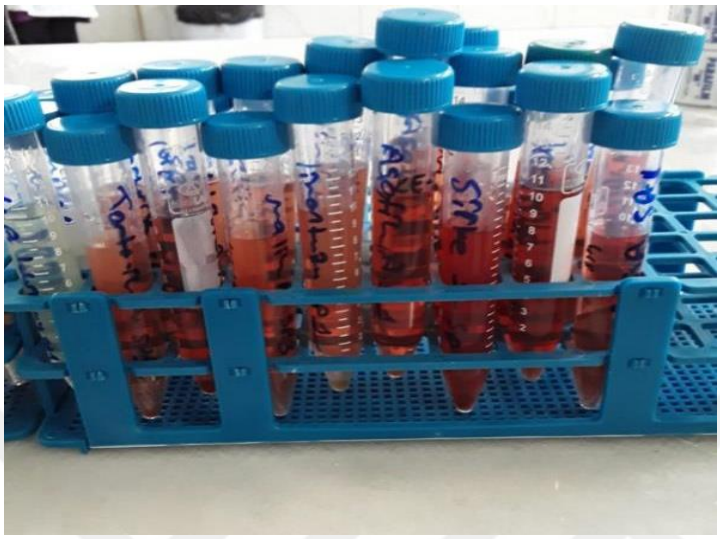


Şekil 3.19. TFM için oluşturulan Quercetin kalibrasyon eğrisi

3.2.7.7.1. Kekik suyu, ekstre ve enkapsüle tozlarda toplam flavonoid miktarı analizi

Kekik suyu,ekstre ve bunların enkapsüle tozlarında flavanoid miktarını belirlemek için kimyasal çözeltiler hazırlandı. Bu kapsamda %5'lik $NaNO_2$ çözeltisi, %10 luk $AlCl_3$ çözeltisi ve 1 M NaOH çözeltisi hazırlandı. Çözeltiler hazırlandıktan sonra tüplere kekik suyu ve ekstrelerinden 1 ml numune konuldu. Üzerine 4 ml çözücü (saf su) eklenip vortekslenerek çözündürüldü. Daha sonra 0,3 ml %5'lik $NaNO_2$ çözeltisi ve 0,3 ml %10'luk $AlCl_3$ çözeltisi eklendi. Karıştırılıp 5 dk bekletme işlemi yapıldı. Bekleme sonrasında 2 ml 1 M NaOH çözeltisi eklenerek 6 dk bekletildi. daha sonra tüplerin hacmi çözücü ile 10 ml'ye tamamlandı. Kekik suyu ve ekstrelerinin

enkapsüle tozlarında farklı olarak 0,01 gr toz numuneler konulup çözeltiler konularak hazırlandı. Hazırlanan tüplerin absorbansı SHIMADZU UV-1280 UV-VIS marka model spektrofotometrede 510 nm dalga boyunda okuma yapıldı (Şekil 3.20.).



Şekil 3.20. Toplam flavanoid miktarı (TFM) Analizi

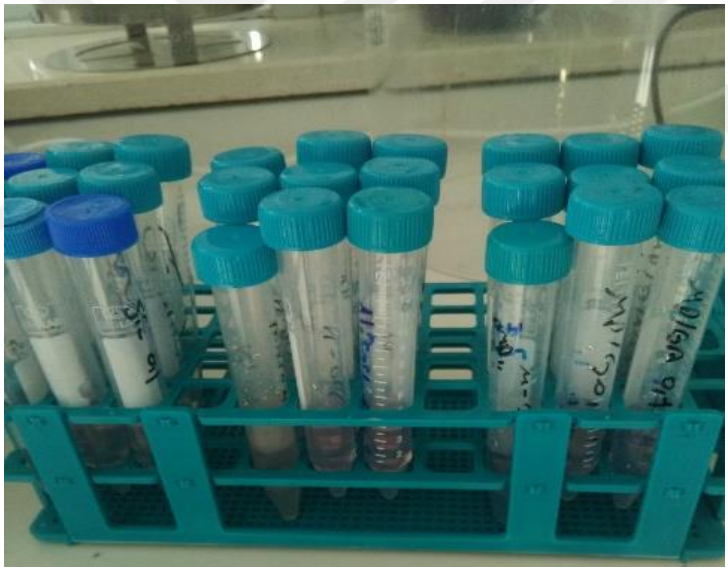
3.2.7.8. DPPH ile antioksidant madde analizi

Antioksidanlar, serbest radikallerin oluşumunu engelleyerek veya mevcut radikalleri süpürerek hücrenin zarar görmesini engelleyen ve yapısında genellikle fenolik fonksiyon taşıyan moleküllerdir (Kahkönen et al., 1999; Nagai et al., 2005) Bu çalışmada ilk kez Blois (1958) tarafından 1,1-difenil-2-pikril hidrazil (DPPH) radikallerinin antioksidan moleküllerin tayininde kullanılabileceğinin önerilmesi ile ortaya çıkmış olan metodunun kısmı modifikasyonu ile yapıldı (Brand-Williams ve ark., 1995).

Yöntemin esası DPPH içeren çözelti ile hidrojen atomu verme eğilimi olan bir molekülün (antioksidan) çözeltisinin karıştırılması sonucu DPPH radikalinin indirgenmesine ve çözeltinin başlangıçta olan renginin kaybolmasına dayanır. Çözeltiler spektrofotometre cihazında okuma yapılarak analiz edilir.

3.2.7.8.1. Kekik suyu, ekstre ve bunların enkapsüle tozlarında DPPH ile antioksidant madde analizi

Kekik suyu ve ekstrelerinin antioksidan kapasitesini belirlemek için numunelerden tüplere; 0.1 ml numune – 2.9 ml saf su, 0.2 ml numune - 2.8 ml saf su, 0.3 ml numune - 2.7 ml saf su olacak Şekilde 3 tekerrür hazırlandı. Hazırlanan karışımların üzerine 1 ml DPPH radikali eklenip vortekste karıştırıldı. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında farklı olarak 0,1 gr toz tartılıp üzeri 10 ml saf su ile çözündürüldü. Bu karışımdan yeni tüplere normal analiz gibi çözeltiler konularak tüpler hazırlandı. Daha sonra oda sıcaklığında 30 dk karanlık ortamda bekletildi. Bu süre bekleme sonucunda SHIMADZU UV-1280 UV-VIS model spektrofotometre cihazında 518 nm dalga boyunda okuma yapıldı (Şekil 3.21.).



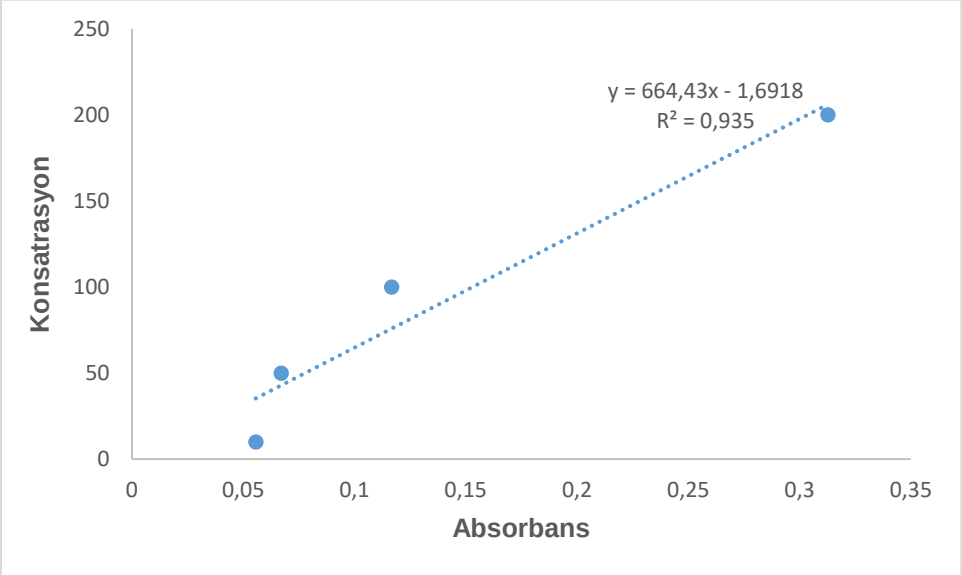
Şekil 3.21. DPPH ile Antioksidant analizi

3.2.7.9. ABTS ile antioksidant madde analizi

$ABTS^+$ katyon radikali süpürme aktivite analizi Re ve ark. (1999) 'a göre gerçekleştirildi. 7 mM $ABTS^+$ katyonu sulu çözeltisi ile suda çözünmüş 0.00245 M potasyum persülfat ($K_2S_2O_8$) karıştırıldı.. Hazırlanan çözelti 12 saat oda sıcaklığında

bekletildi. $ABTS^+$ çözeltisini kullanmadan önce spektrofotometrede 734 nm'deki absorbansı 0.708±0.025'ye gelene kadar saf su ile seyreltildi.

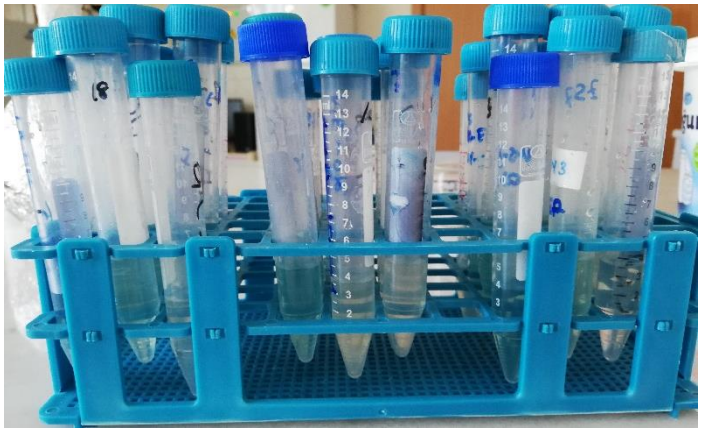
Troloxs referansının 10, 50, 100, 200 konsanstrasyonlarındaki absorbansı ölçülmüş ve kalibrasyon eğrisi oluşturulmuştur. Oluşturulan kalibrasyon eğrisinin regrasyon değeri 0.93'den büyük ve lineeritesinin yüksek oranda olduğu tespit edildi (Şekil 3.22.). DPPH ve ABTS analizlerinin troloxs cinsinden hesaplanması troloxs kalibrasyon eğrisinde elde edilen formüle göre hesaplanmıştır.



Şekil 3.22. ABTS ve DPPH için oluşturulan Troloxs kalibrasyon eğrisi

3.2.7.9.1. Kekik suyu.ekstre ve enkapsüle tozların ABTS ile antioksidant madde analizi

Kekik suyu ve ekstre numunelerinden 0,8 ml alındı. Daha sonra üzeri $ABTS^+$ çözeltisi ile 4 ml'ye tamamlandı.. kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinde ise 0,01 gr tartılıp 10 ml saf suda çözündürlerek hazırlanan karışımdan yeni tüplere 0,8 ml alınıp aynı Şekilde kimyasal çözeltiler eklendi. Hazırlanan karışımlar oda sıcaklığında, 10 dk karanlık ortamda bekletildi. Ardından Shimadzu UV-1800 UV-VIS Spektrofotometre cihazında 734 nm dalga boyunda absorbans değerleri ölçüldü (Şekil 3.23.).



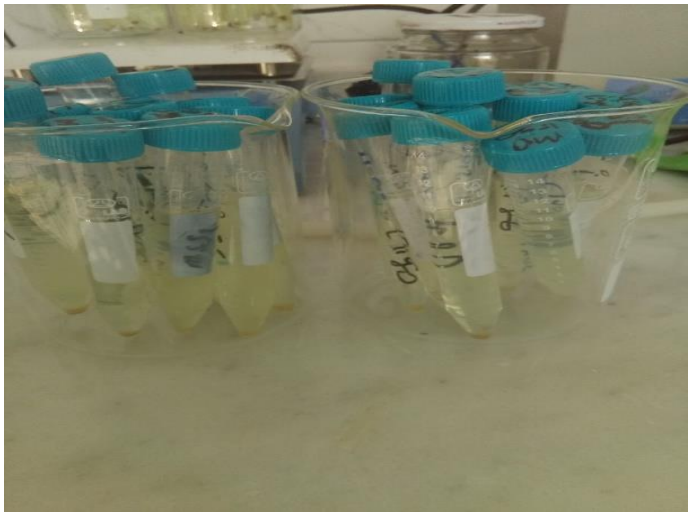
Şekil 3.23. ABTS ile andioksidant madde analizi

3.2.7.10. Kondense tanen analiz miktarı

Kekik suyu ve ekstrelerinde toplam kondense tanen miktarı (Karaoğul ve ark., 2017) tarafından belirlenen analiz metoduna göre yapıldı . Buna göre; bütanol, HCI ve Fe_2SO_3 karışımları ile hazırlanan tanen çözeltisinin kaynayan suda bekletilmesi ve oda sıcaklığında soğutulduktan sonra Spektrofotometrede 518 nm dalga boyunda okuma yapılması esasına dayanır.

3.2.7.10.1. Kekik suyu ve ekstrelerinde kondense tanen analiz miktarı

Kekik suyu ve ekstrelerinde tanen analizi için 95 ml n-bütanol, 5 ml HCI (35'lik) ve 0.05 gr Fe_2SO_4 tanen çözeltisi hazırlandı. Hazırlanan çözelti ve manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Tüplere sıvı numunelerden 1 ml alınıp üzeri hazırlanan tanen çözeltisi ile 10 ml tamamlandı. Hazırlanan karışım kaynayan su banyosunda 1 saat bekletildi. Bekleme sonunda alınan tüpler soğutulupve SHIMADZU UV-1280 UV-VIS model spektrofotometre cihazında 580 nm dalga boyunda okuma yapılarak ölçüm yapıldı. Yapılan her analiz 3 tekerrür olacak Şekilde analiz edildi (Şekil 3.24.).



Şekil 3.24. Kondanse tanen analizi

3.2.7.11. Duyusal analiz

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının duyusal analizleri, Gıda mühendisliği bölümü öğretim üyeleri ve öğrencilerinden oluşan 5 panelistin katılımı ile yapılmıştır. Kullanılan duyusal analiz değerlendirme formu ve puan cetveli Çizelge 3.3.'te verilmiştir. Puan cetveli tercihleri (çok iyi, iyi, orta, iyi değil ve kötü) ile yapılmıştır (Anonymous, 1988).

Çizelge 3.3. Duyusal analiz değerlendirme formu

Panelistin adı soyadı: Tarih:

KEKİK SUYU VE EKSTRE ENKAPSÜLE TOZLARININ DUYUSAL ANALİZ FORMU

Numune ve yöntem	Duvar materyali	Koku	Tat-Aroma	Acılık	Gecikmiş tat	Genel beğeni
KES	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	7					
	kontrol					
KEL	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	7					
	kontrol					
KSS	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	7					
	kontrol					
KSL	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	7					
	kontrol					
5:Çok iyi 4: İyi 3:Orta 2:İyi değil 1:Kötü						

3.2.7.12. SEM analizi

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerinin yüzey morfolojisi ve kimyasal kompozisyonu taramalı elektron mikroskopu aracılığı ile incelendi (Zeiss Evo 50 SEM, Almanya). Mikrokapsüller çift taraflı yapışkan karbon bantlar üzerine monte edilmiş ve kaplamada yüksek iletkenlik için paladyum kullanıldı. Örnekler 20 kV'da 500, 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülerek incelendi (Şekil 3.25.).



Şekil 3.25. SEM analiz cihazı

3.2.7.13. XRD analizi

Dondurarak kurutma ile elde edilen nanoenkapsüllerinin yapı analizleri 40 kV / 30 mA'da çalışan bir difraktometre kullanılarak (Rigaku Ultima III) CuKα (1.54 nm) x-ışını kırınımı ile analiz edildi (Şekil 3.26.). Tarama açısı 5 ile 40 (2θ) arasında seçildi. Ayrıca XRD örneklerinin nanoenkapsüle boyutu aşağıdaki yarı maksimum tam genişliği (FWHM) aracılığıyla Scherrer's eşitliğine göre hesaplandı.

$$D = \frac{K*\lambda}{\beta*\cos\theta}$$

D: Nanoenkapsüle toz boyutu
K: Sayısal sabit 0.941
λ: X-ray dalga boyu (1.54 nm)
β: FWHM (yarı maksimumun tam genişliği)



Şekil 3.26. XRD analiz cihazı

Kekik suyu ve ekstrelerin dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozların yapısal değişiminin incelenmesi için kristalite hesabı aşağıdaki formülle hesaplanmıştır (Zhang ve ark., 2009).

$$\text{Cristality} = \frac{A_C}{A_C+A_a} \qquad (3.4.)$$

3.2.7.14. İstatistiksel analiz

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının analiz sonuçlarının yorumlanması için istatistik yapılmıştır. Normal dağılım gruplar için de ANOVA testi uygulandı. Çoklu gruplamaların ortalamaları arasındaki farklılıklar içinde TUKEY testi yapıldı. İstatistik için 22.0 SPSS (SPSS ınc., chicago, usa) paket programı kullanıldı.

3.2.8. Asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin FT-IR cihazında indeks hesaplamaları

Asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin FT-IR cihazında alınan pik değerlerinin indeks hesaplamaları yapılmıştır. İndeks değerleri aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır (Karaoğul ve ark., 2020).

$$\text{İndeks değeri} = \frac{1560}{2932} \qquad (3.5)$$

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

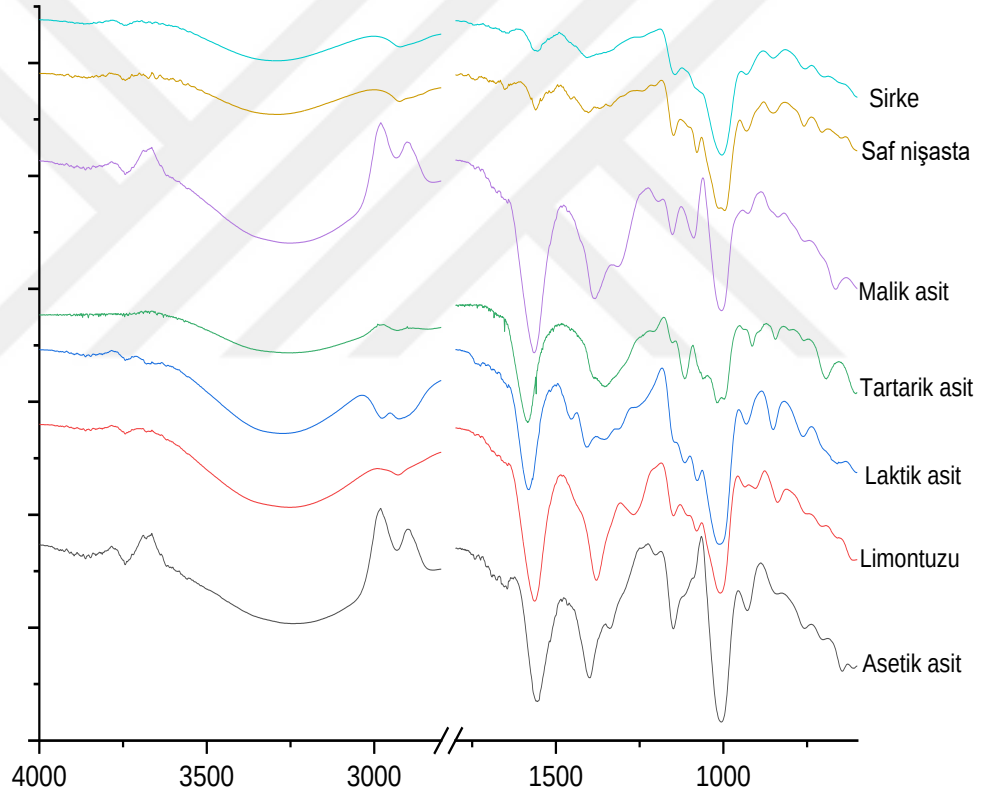
Bu çalışma kapsamında mikroenkapsülasyonda çoğunlukla duvar materyali olarak kullanılan MD/GA'e muadil, yeni bir duvar malzemesinin üretilmesi hedeflendi. Bu maksatla nişastanın asetilasyon işlemi, toksik olmayan ve gıda olarak tüketilebilen materyaller ile üretildi. Kaplama materyallerinin denenmesi için kekik bitkisinin kekik suyu ve kekik ekstreleri kullanıldı. Hem elde edilen kekik suyu ve ekstresinin hem de kapsülasyon sonrası tozların fiziko-kimyasal analizleri yapıldı. Altı farklı asetilasyon maddesi (Üzüm Sirkesi, Asetik asit, Sitrik asit, Malik asit, Laktik asit, Tartarik asit) ile asetillendirilmiş nişasta, saf nişasta ve MD/GA kaplama materyalleri, püskürtmeli kurutma (spray dryer) ve dondurarak kurutma (liyofilizasyon) cihazları kullanılarak enkapsülasyon işlemi gerçekleştirildi.

4.1. Nişastanın Asetillendirilmesi

Nişastanın asetilasyon işlemi, hidroksil uçlarının karbonil esaslı asetik asit, üzüm sirkesi, tartarik asit, Sitrik asit, laktik asit ve malik asit kimyasallarının kullanımı sonucu gerçekleşmiştir. Nişasta molekülünde yapısal bağlanmanın değişimi için Fourier Transform Infrared Refraktometre (FT-IR) kullanılmıştır. Modifiye edilmiş nişastanın FT-IR analiz sonuçları Şekil 4.1.' de verilmiştir. Ayrıca Çizelge 4.1.'de literatür çalışmalarına göre düzenlenmiş fonksiyonel grupların FT-IR spektrumları verilmiştir.

Çizelge 4.1. FT-IR pik alan diyagramı gösterimi

Dalga sayısı (cm^{-1})	Fonksiyonel Gruplar	Kaynaklar
3300-3900	O-H nişasta yapısında bulunan hidroksil grubu	(Xu ve ark., 2010)
2920	C-H deformasyon titreşim bağları	(Sha ve ark., 2012)
1640	O-H nişasta yapısındaki hidroksil gupları	(Zhang ve ark., 2011)
1560-1580	C=O grubu asetilasyon sonucu oluşan karbonil grupları	(Basilio-Cortes ve ark., 2019; Miao ve ark., 2014; Zhang ve ark., 2011)
1400	C=O karbonil grupları	(Xu ve ark., 2010)
1150,1080,1000	C-O-H gruplarının C-O gerilimleri	(Nata ve ark., 2014)



Şekil 4.1. Asetillendirilmiş nişastanın FT-IR analiz sonuçları

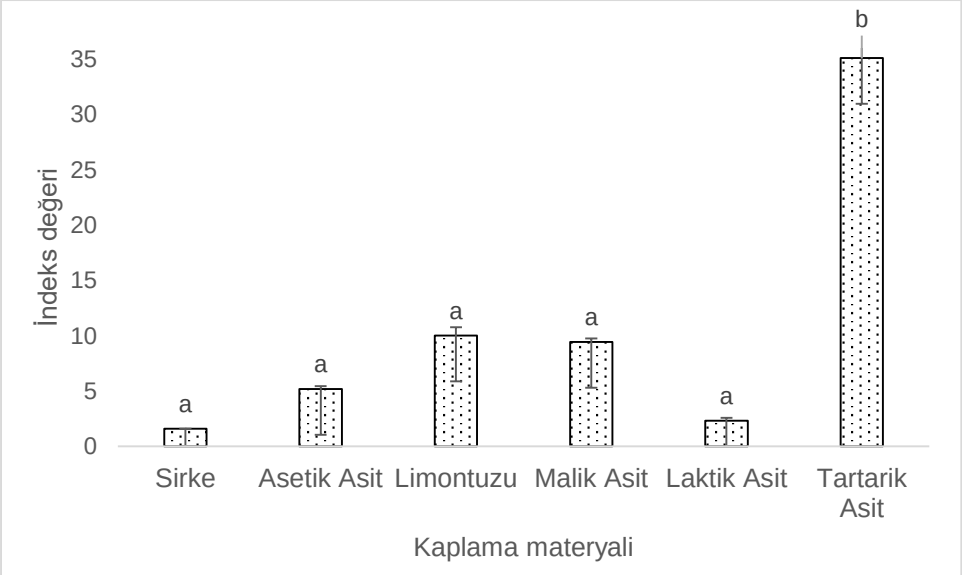
Şekil 4.1'de verilen 3300 cm^{-1} ve 3900 cm^{-1} aralığındaki pik değerlerinin hidroksil grubu (-OH) olduğu bilinmektedir (Xu ve ark., 2010). Şekilde verilen diğer bir pik değeri ise 2920 cm^{-1} ve 2980 cm^{-1} aralığında görülen (–CH) grubudur (Sha ve ark., 2012). Ayrıca diyagramda verilen 1150,1080, 1000 cm^{-1} pik değerlerinin (–CO) grubu olarak nitelendirilmektedir (Nata ve ark., 2014). Diyagramda verilen nişastanın

asetillendirilmesi sonucu hidroksil gruplarına karbonil gruplarına dönüşmesi, 1560 – 1580 cm^{-1} arası ortaya çıkan karboksil grubunun asimetrik uzantısı olarak yorumlanmıştır (Basilio-Cortes ve ark., 2019; Miao ve ark., 2014; Zhang ve ark., 2011). Son olarak verilen 1400 cm^{-1} pik değerinin karbonil grubu olduğu bilinmektedir (Xu ve ark., 2010).

Çizelge 4.2. Asetillendirilmiş nişasta maddelerinin indeks değerleri

Duvar	İndeks değeri
Sirke	1.58±0.01[a]
Asetik asit	5.18±0.26[a]
Sitrik asit	10.01±0.75[a]
Malik asit	9.42±0.33[a]
Laktik asit	2.31±0.26[a]
Tartarik asit	35.10±4.14[b]

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.2. Asetillendirilmiş nişasta maddelerinin indeks hesaplama değerleri

Çizelge 4.2. ve Şekil 4.2.'de asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin indeks hesaplamaları verilmiştir. Veriler incelendiğinde en yüksek değerin tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastada olduğu belirlenmiştir. En düşük deformasyon ise sirke ile asetillendirilmiş nişastada bulunmuştur. Kaplama materyalleri fiziksel olarak incelendiğinde Sitrik asit ve Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalleri dışındaki modifiye nişasta maddelerinin daha düşük yapışkan yapıda

oldukları gözlemlenmiştir. En yüksek yapışkan değer ise asetik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinde tespit edilmiştir.

4.2. Kekik Suyu ve Ekstresinin Fizikokimyasal Analizleri

4.2.1. Kekik suyu ve ekstrelerinin DPPH ile % inhibisyon analiz sonuçları

Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen kekik suyu ve maserasyon yöntemi ile elde edilen kekik ekstrelerinin DPPH radikaline karşı % inhibisyon değerlerinin hesaplanması için antioksidan analizi yapılmıştır. Yapılan analiz sonuçları 25, 50, 75 µl/ml cinsinden hesaplanmış ve Çizelge 4.3.'te verilmştir. Ayrıca 50 µl/ml konsantrasyondaki orta değerlerin troloxs cinsinden değerleri Şekil 4.3.'te gösterilmiştir.

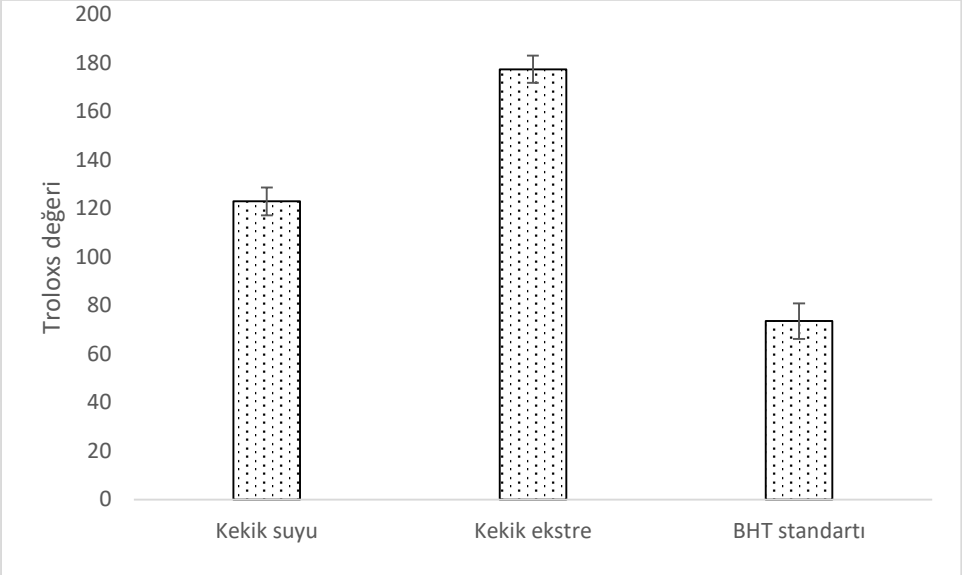
Çizelge 4.3. Kekik suyu ve ekstrelerinin DPPH % inhibisyon değerleri

Numune türü	Konsantrasyon	DPPH % inhibisyon	mg TEAC/L
Kekik suyu	25 µl/ml	*85,41±0.86	122.33±4.52
	50 µl/ml	85.28±1.09	122.99±5.72
	75 µl/ml	86.64±1.04	115.91±5.43
Kekik ekstre	25 µl/ml	84.94±1.43	124.77±7.46
	50 µl/ml	74.85±1.43	177.48±5.57
	75 µl/ml	64.07±0.65	233.73±3.40
	BHT standartı		73.61±7.31

* Üç paralel analizin ortalaması ± standart sapma

Kekik suyu ve ekstrelerinin DPPH radikaline karşı % inhibisyon değerleri incelendiğinde kekik suyu numunesinin daha yüksek oranda antioksidant aktivite (AA) gösterdiği belirlenmiştir. Ayrıca sentetik antioksidant olan BHT standartı ve numunelerin % inhibisyon değerlerinin troloxs cinsinden hesaplanmış değerleri yine Çizelge 4.3.'te gösterilmektedir. BHT standartının değeri 73.61 ppm olarak bulunmuştur. Numuneler troloxs cinsinden incelendiğinde de kekik suyu örneklerinin daha iyi değerlere sahip olduğu gözlemlenmiştir. Troloks cinsinden sonuçlar

değerlendirildiğinde % 50 konsantrasyonu temizleme miktarı en az BHT standardı ile gözlenmiştir. Daha az miktar ile aynı radikali temizleme kapasitesi sergilemiştir. Numunelerden ise 115.91 ppm ile 75 µl/ml konsantrasyonunda kekik suyu en iyi performans sergilemiştir.



Şekil 4.3. Kekik suyu ve ekstrelerinin 50 µl/ml konsantrasyonundaki DPPH inhibisyon değerlerinin troloxs cinsinden değişim grafiği

Roby ve ark. (2013), yaptıkları çalışmada kekik (*Thymus vulgaris* L.), adaçayı (*Salvia officinalis* L.) ve mercanköşk (*Origanum majorana* L.) bitkilerinin antioksidan aktivite, toplam fenolik ve fenolik bileşiklerin içeriğini araştırmışlardır. Çalışma sonucunda kekik bitkisinin diğer türlerden daha yüksek antioksidan aktivite gösterdiğini ifade etmişlerdir. Ayrıca fenolik madde miktarı açısından da önemli bulunmuştur. Çalışmamızda da antioksidan değerlerinin yüksek oranda bulunması nedeni ile benzer sonuçlar bulunmuştur.

4.2.2. Kekik suyu ve ekstrelerinin ABTS radikaline karşı % inhibisyon değerleri

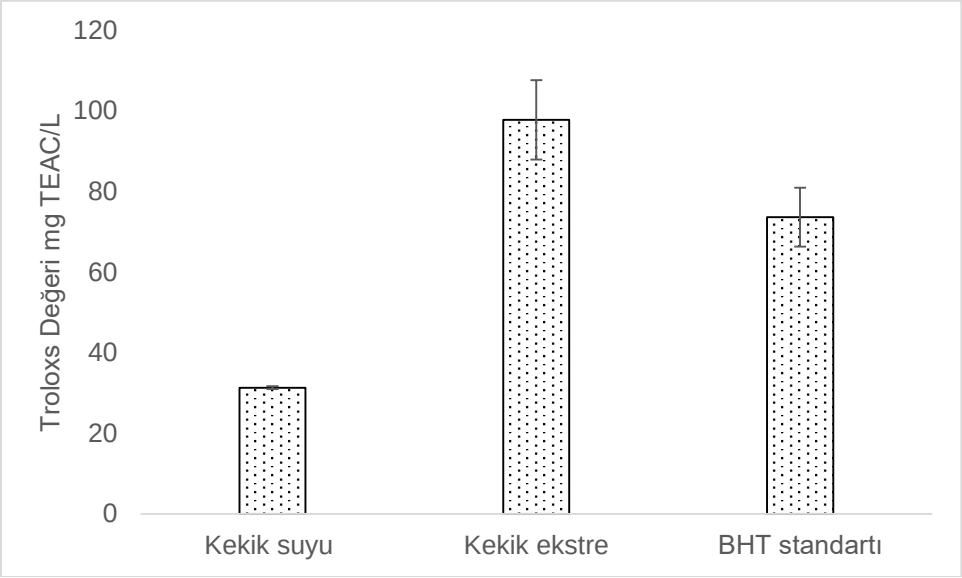
Mikrodalga destekli ekstrakiyon yöntemi ile elde edilen kekik suyu ve maserasyon yöntemi ile elde edilen kekik ekstrelerinin ABTS radikaline karşı % andioksidan aktivite (AA) değerleri belirlenmiştir. Analiz sonucu çıkan değerler % inhibisyon ve troloxs cinsinden Çizelge 4.4.'te verilmiştir**.**

Çizelge 4.4. Kekik suyu ve ekstrelerinin ABTS % inhibisyon değerleri

Numune Türü	Konsantrasyon	ABTS % inhibisyon	mg TEAC/L
Kekik suyu	100 µl/ml	*99.20±0.17	29.75±0.76
	200 µl/ml	98.85±0.08	31.30±0.38
	300 µl/ml	98.80±0.14	31.52±0.66
Kekik ekstre	100 µl/ml	88.34±1.19	78.03±5.31
	200 µl/ml	83.90±2.21	97.75±9.86
	300 µl/ml	74.09±2.31	141.38±10.30
	BHT Standartı		73.61±7.31

* Üç paralel analizin ortalaması ± standart sapma

Kekik suyu ve ekstrelerinin ABTS % inhibisyon değerleri incelendiğinde kekik suyu numunesinde AA değerinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Çizelge 4.4.'te görüldüğü üzere sentetik antioksidan olan BHT standartı ve numunelerin troloxs cinsinden değerleri hesaplanmıştır. BHT standartının değeri 73.61 ppm olarak bulunmuştur. Numunelerin troloxs cinsinden değerlerinde de kekik suyu değerleri daha düşük bulunmuştur. Numunelerde ise en az değer 29.75 ppm ile kekik suyunun 100 µl/ml konstrasyonunda tespit edilmiştir. Ayrıca örneklerin ABTS inhibisyon değerlerinin troloxs cinsinden grafiği Şekil 4.4.'te verilmiştir.



Şekil 4.4. Kekik suyu ve ekstresinin 200 µl/ml konsantrasyondaki ABTS inhibisyon değerlerinin troloxs cinsinden değişim grafiği

Kekik ekstresinde yapılan benzer bir çalışmada Eruygur ve ark. (2017), *Thymbra spicata* L. türünde etanol ekstresinin antioksidan, antimikrobiyal ve sitotoksin etkisini araştırmışlardır. Çalışma sonucunda kekik ektresinin yüksek oranda antioksidan etki gösterdiği belirtilmiştir. Benzer Şekilde çalışmamızda AA değeri yüksek bulunmuştur.

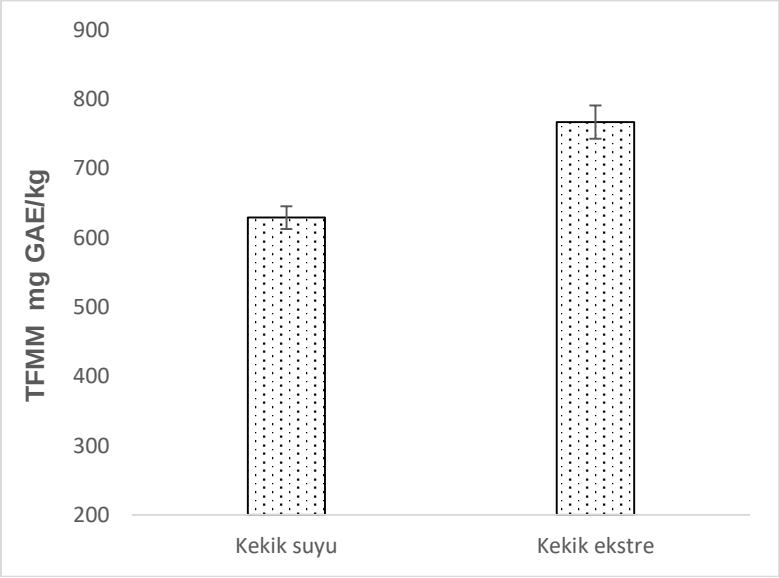
4.2.3. Kekik suyu ve ekstrelerinin toplam fenolik madde miktarı (TFMM) analiz sonuçları

Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen kekik suyu ve maserasyon yöntemi ile elde edilen kekik ekstrelerinin toplam fenolik madde miktarı analizleri yapılmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.5. ve Şekil 4.5.'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.5. Kekik suyu ve ekstrelerin TFMM analiz değerleri

Numune türü	TFMM mg GAE/kg
Kekik suyu	*628.99±16.45
Kekik ekstre	766.98±23.95

* Üç paralel analizin ortalaması ± standart sapma



Şekil 4.5. Kekik suyu ve ekstrelerinin TFMM'nin değişim grafiği

Sonuçlar incelendiğinde kekik ekstresinin kekik suyundan daha yüksek TFMM içerdiği belirlenmiştir. Bunun yanı sıra kekik suyunda da önemli derecede fenolik madde bulunmaktadır.

Köksal ve ark. (2010), kekik bitkisinin antioksidan ve antiradikal aktivitelerinin belirlenmesi için antioksidan, toplam fenolik ve flavanoid miktarları analizleri yapmışlardır. Çalışma sonucunda fenolik madde miktarı değerlerinin sulu çözücülerde 256 µg GAE/mg ve flavanoid madde içeriğinin ise 44.2 µg QCE/mg olarak bulmuşlardır. Ayrıca bu değerlerin iyi derecede olduğunu ifade etmişlerdir. Aynı şekilde çalışmamızda fenolik madde içeriğinin yüksek olması bakımından benzerlik göstermektedir.

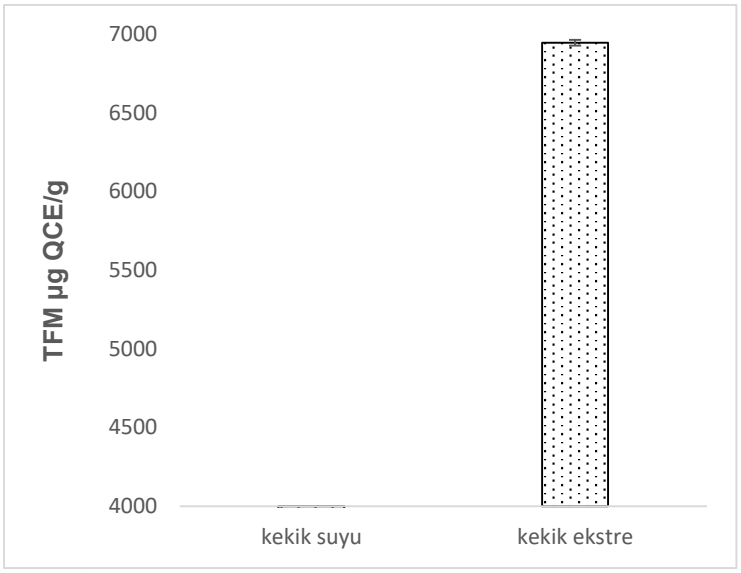
4.2.4. Kekik suyu ve ekstrelerinin toplam flavanoid miktarı (TFM) analizi

Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen kekik suyu ve maserasyon yöntemi ile elde edilen kekik ekstrelerinin toplam flavanoid miktarı (TFM) içeriğinin belirlenmesi için analiz yapılmış çıkan sonuçlar Çizelge 4.6. ve Şekil 4.6.'da verilmiştir.

Çizelge 4.6. Kekik suyu ve ekstresinin TFM analiz değerleri

Numune Türü	TFM µg QCE/g
Kekik suyu	0
Kekik ekstre	*6945.63±18.92

* Üç paralel analizin ortalaması ± standart sapma



Şekil 4.6. Kekik suyu ve ekstresinin TFM değişim grafiği

Kekik suyu ve ekstrelerinin TFM analiz sonuçları incelendiğinde kekik ekstresinin yüksek oranda TFM içerdiği görülmektedir (Çizelge 4.6. ve Şekil 4.6.). Ancak kekik suyununda TFM değeri saptanamamıştır.

Özkan (2007), yaptığı çalışmada Türkiyede *Lamiaceae* familayasına ait baharat veya çeşni olarak kullanılan bazı bitkilerin antioksidan, fenolik, flavanoid ve antimikrobiyal etkilerini belirlemek bir dizi çalışma yapmıştır. Çalışma sonucunda kekik bitkisi türlerinin önemli derecede antioksidan, fenolik ve flavanoid miktarı değerlerine sahip olduğunu belirtmiştir. Dağ kekiğinin Flavanoid içeriğini 1562.21 µg QCE/g olarak tespit etmiştir. Çalışmamızda daha yüksek flavanoid içeriği bulunmuştur.

4.3. Püskürtmeli ve Dondurarak Kurutma İçin Enkapsülasyon Koşulları

Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin enkapsülasyonunda seçilecek değerler için optimizasyon çalışmaları Design expert 7.0.0 programı ile belirlenmiştir.

Mikroenkapsülasyon işlemi ile elde edilen tozların parametrelere göre önem seviyeleri belirlenmiştir. Bu parametreler sıcaklık, duvar materyali miktarı, kaplama materyallerinin oranı, verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik, kitle yoğunluğu, sıkıştırılmış kitle yoğunluğu, carr indeks, hausner oranı ve etkinlik değerleridir.

Sıcaklık ve duvar materyalinin önem derecesi diğer parametrelere göre daha düşük seviyededir. Toz ürünlerin su aktivitesi değeri ürünün mikrobiyal bozulma derecesini belirlediği için yüksek bir öneme sahiptir. Islanabilirlik analizi ürünün mikroenkapsülasyon sonrası kaplama materyalinin nem alıp çözünme özelliğinin süresini belirlediği için önemlidir. Carr indeks ve hausner oranı değerleri enkapsüle tozların akabilirlik ve yapışma gibi istenilen yüksek fiziksel özellikleri belirdikleri için önem seviyeleri yüksek seçilir. Etkinlik değeri kaplama materyalinin ürünü kapsülleme verimini ifade ettiği için önem seviyesi yüksek seçilmektedir.

4.3.1. Püskürtmeli (Spray dryer) kurutucuda kekik suyu ve ekstresinin enkapsülasyon koşulları

Kekik suyunun püskürtmeli kurutma ile enkapsüle edilmesi için Design expert 7.0.0'de seçilen optimum sınırlar ve önem seviyeleri Çizelge 4.7.'de verilmiştir. Sıcaklık değerleri 120-180 °C, duvar malzemesi 10-50 g arasında, MD/GA oranı ise %20-80 arasında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik, kitle yoğunluğu vb. analizler için önem dereceleri 1-5 arasından seçilmiştir (Çizelge 4.7.).

Çizelge 4.7. Kekik suyunun püskürtmeli kurutma için enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem
Sıcaklık º C	minimum	120	180	1
Duvar (G)	minimum	10	50	1
MD/GA (%)	maksimum	20	80	3
Verim (%)	maksimum	20	42	5
Su aktivitesi	minimum	0.166	0.386	5
Islanabilirlik (sn)	maksimum	250	300	3
Kütle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.3	0.4	3
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.434	0.666	3
Hausner oranı	minimum	1.13	1.76	5
Carr indeks	minimum	11.52	43.36	5
Etkinlik	Maksimum	26.34	100	5

Kekik ekstresinin püskürtmeli kurutma yönteminde enkapsülasyon için seçilen optimum değerler ve önem seviyeleri Çizelge 4.8.'de verilmiştir. Sıcaklık 120-180 °C, duvar malzemesi 5-20 g arasında, MD/GA ise %20-80 Aralığında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik, kitle yoğunluğu gibi analizler için önem derecesi 2-5 arasında seçilmiştir.

Çizelge 4.8. Kekik ekstresinin püskürtmeli kurutma için enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem
Sıcaklık °c	minimum	120	180	5
Duvar (g)	minimum	5	20	3
MD/GA (%)	-	20	80	3
Verim (%)	maksimum	11.9342	52.549	5
Su aktivitesi	minimum	0.221	0.29	5
Islanabilirlik (sn)	maksimum	280	420	5
Kitle yoğunluğu (g/ml)	-	0.4	0.5	2
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	-	0.66	1	2
Hausner oranı	minimum	1.32	2.3	5
Carr indeks	minimum	19.24	56.26	3
Etkinlik	maksimum	71	227	3

4.3.2. Dondurarak kurutmada (Liyofilizasyon) kekik suyu ve ekstresinin enkapsülasyon koşulları

Kekik suyunun dondurarak kurutma ile mikroenkapsülasyon işlemi için Design expert 7.0.0'te seçilen optimum sınırlar ve önem seviyeleri Çizelge 4.9.'da verilmiştir. MD/GA oranı %20-80 arasında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik, kitle yoğunluğu vb. analizler için önem dereceleri 3-5 arasından seçilmiştir (Çizelge 4.9.).

Çizelge 4.9. Kekik suyunun dondurarak kurutmada enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem
MD/GA (%)	maksimum	20	80	3
Verim (%)	maksimum	87.8	95.82	5
Su aktivitesi	minimum	0.147	0.365	5
Islanabilirlik (sn)	maksimum	120	200	3
Kütle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.333	0.476	3
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.476	0.555	3
Hausner oranı	minimum	1.15	1.5	3
Carr indeks	minimum	13.2	33.4	3
Etkinlik	maksimum	29.94	57.8	5

Kekik ekstresinin enkapsülasyonunda kullanılacak olan dondurarak kurutma yönteminde ise Design expert'te seçilen optimum değer ve önem seviyeleri Çizelge 4.10.'da verilmiştir. MD/GA oranı %20-80 arasında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik, kitle **y**oğunluğu**,** sıkıştırılmış kitle yoğunluğu vb. analizler için önem dereceleri 3-5 arasından seçilmiştir (Çizelge 4.10.).

Çizelge 4.10. Kekik ekstresinin dondurarak kurutmada enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem
MD/GA (%)	maksimum	20	80	3
Verim (%)	maksimum	41.38	100.4	3
Su aktivitesi	minimum	0.122	0.278	5
Islanabilirlik (sn)	maksimum	119	201	3
Kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.714	0.769	3
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.833	0.909	3
Hausner oranı	minimum	1.083	1.666	3
Carr indeks	minimum	7.68	21.45	3
Etkinlik	maksimum	187	303	5

4.4. Kekik Suyu ve Ekstrelerinin Enkapsülasyon Reçeteleri

Çizelge 4.11. ve Çizelge 4.12.'de püskürtmeli kurutma ile elde edilecek kekik suyu ve kekik ekstreleri, Çizelge 4.13. ve Çizelge 4.14.'te dondurarak kurutma ile elde edilecek kekik suyu ve kekik ekstreleri için Design expert 7.0.0 programından alınan reçete ve sonuçlar verilmiştir. Çizelgelerde verilen değerlere göre optimum sonuçlar belirlenmiş ve enkapsülasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 4.11. Kekik suyunun püskürtmeli kurutma(sprey dryer) ile enkapsülasyonu için alınan reçete

	Sıcaklık °c	Duvar	MD/GA	Verim	Su aktivitesi	Islanabilirlik (sn)	Kitle yoğunluğu (g/ml)	Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	Hausner oranı	Carr indeks	Etkinlik
1	150	30	50	27.69	0.225	290	0.3	0.5	1,66	40	50
2	150	30	50	31.78	0.249	270	0.333	0.526	1,57	36.69	100
3	150	10	50	40.47	0.286	260	0.333	0.5	1,50	33.4	77.59
4	150	30	80	33.48	0.271	250	0.333	0.5	1,50	33.4	75.74
5	180	10	80	41.91	0.314	250	0.333	0.526	1,57	36.69	43.949
6	120	50	80	28.8	0.22	260	0.4	0.666	1,66	39.93	51.57
7	120	10	20	39.55	0.347	260	0.333	0.588	1,76	43.36	45.83
8	180	30	50	40.79	0.234	290	0.333	0.476	1,42	30,04	41.24
9	150	30	50	23.53	0.273	280	0.312	0.5	1,60	37.60	56.84
10	180	50	20	25.79	0.268	295	0.3	0.476	1,58	36.97	65.28
11	150	30	20	20.29	0.208	300	0.357	0.555	1,55	35.67	45.86
12	120	30	50	35.66	0.386	290	0.4	0.526	1,31	23.95	87.00
13	150	30	50	29,80	0.212	290	0.37	0.526	1,42	29.65	27.13
14	150	50	50	31.83	0.166	300	0.4	0.588	1,47	31.97	26.34
15	150	30	50	30.26	0.203	280	0.384	0.434	1,13	11,52	78.82

Çizelge 4.12. Kekik ekstresinin püskürtmeli kurutma (sprey dryer) ile enkapsülasyonu için alınan reçete

	sıcaklık (°c)	duvar	md/ga	verim	su aktivitesi	ıslanabilirlik (sn)	kitle yoğunluğu (g/ml)	sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	hausner oranı	carr ındex	etkinlik
1	120	5	20	26.75	0.303	280	0.5	1	2	50	197
2	150	12.5	50	46.06	0.261	360	0.434	0.9	2.07	51.7	128
3	150	12.5	20	36.35	0.313	360	0.5	0.66	1.32	19.24	158
4	120	20	20	31.25	0.361	400	0.4	0.66	1.65	39.39	93
5	150	20	50	28.73	0.299	410	0.476	0.66	1.38	20.87	120
6	180	20	20	19	0.23	380	0.454	0.66	1.45	31.21	164
7	150	12.5	80	29.6	0.281	300	0.434	0.66	1.52	34.24	134
8	120	20	80	35.72	0.424	380	0.4	0.66	1.65	39.39	71
9	180	5	80	28.17	0.29	280	0.5	0.66	1.32	24.24	145
10	180	12.5	50	11.93	0.274	360	0.5	1	2	50	136
11	180	20	80	14.21	0.317	360	0.4	0.66	1.65	39.39	146
12	180	5	20	17.03	0.319	280	0.434	0.66	1.52	34.24	173
13	150	5	50	24.12	0.367	280	0.434	1	2.3	56.26	187
14	150	12.5	50	27.18	0.314	360	0.434	0.66	1.52	34.24	153
15	150	12.5	50	44.11	0.221	400	0.434	0.66	1.52	34.24	147
16	150	12.5	50	52.54	0.302	420	0.4	0.66	1.65	39.39	143
17	150	12.5	50	26.58	0.312	420	0.434	0.66	1.52	34.24	108
18	150	12.5	50	15.35	0.306	360	0.4	0.66	1.52	34.24	190
19	120	12.5	50	24.39	0.388	380	0.434	0.66	1.52	34.24	139
20	120	5	80	22.46	0.304	370	0.4	0.66	1.52	34.24	227
21	150	12.5	50	19.76	0.306	410	0.5	1	2	50	161

Çizelge 4.13. Kekik suyunun dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemiyle enkapsülasyon için yapılan reçete

	MD/GA(%)	Verim	Su aktivitesi	Islanabilirlik (sn)	Kitle Yoğunluğu (g/ml)	Sıkıştırılmış Kitle yoğunluğu (g/ml)	Hausner Oranı	Carr Index	Etkinlik
1	65.00	91.44	0.148	180	0.416	0.526	1.26442	20.9125	29.9469
2	20.00	89.84	0.205	190	0.434	0.5	1.15207	13.2	42.3814
3	20.00	89.58	0.245	200	0.476	0.555	1.16597	14.2342	45.6835
4	35.00	89.62	0.296	180	0.384	0.5	1.30208	23.2	53.6088
5	50.00	87.8	0.147	180	0.333	0.476	1.42943	30.042	57.8077
6	80.00	90.75	0.255	130	0.333	0.5	1.5015	33.4	45.6262
7	80.00	95.82	0.365	120	0.357	0.526	1.47339	32.1293	49.9093

Çizelge 4.14. Kekik ekstresinin dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemiyle enkapsülasyon için yapılan reçete

	MD/GA	Verim	Su aktivitesi	Islanabilirlik(sn)	Kitle yoğunluğu (g/ml)	Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	Carr indeks	Hausner oranı	Etkinlik
1	65.00	95.55	0.137	201	0.714	0.833	14.28	1.166	254.982
2	20.00	100.4	0.122	150	0.714	0.909	21.45	1.273	303.409
3	20.00	92.65	0.191	194	0.714	0.833	14.28	1.166	281.680
4	35.00	95.6	0.271	129	0.714	0.833	14.28	1.166	266.435
5	50.00	67.57	0.126	157	0.714	0.833	14.28	1.166	242.185
6	80.00	64.48	0.233	119	0.714	0.833	14.28	1.666	187.966
7	80.00	41.38	0.278	154	0.769	0.833	7.68	1.083	220.641

Çizelge 4.15. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsülasyon için belirlenen optimum değerler

Numune türü	Kurutma yöntemi	Sıcaklık °c	Duvar (g)	MD/GA (%)
Püskürtmeli kurutma (sprey dryer)	**Kekik suyu**	149.49	10	50
	Kekik ekstre	152	16	80
Dondurarak kurutma (liyofilizasyon)	**Kekik suyu**	-	20	57
	Kekik ekstre	-	20	58

Çizelge 4.15.'te kekik suyunun püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerinde mikroenkapsülasyon optimum çalışma değerleri verilmiştir. Püskürtmeli kurutma için; 149.49 °C, 10 g duvar malzemesi ve %50 MD/GA, dondurarak kurutma için ise 20 g duvar malzemesi ve %57.09 MD/GA olarak belirlenmiştir.

Kekik ekstresinin püskürtmeli kurutma için optimum değerler; 152 °C, 16 g duvar malzemesi ve %80 MD/GA, dondurarak kurutma için ise 20 g duvar malzemesi ve %58 MD/GA olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.15.).

4.5. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüle Tozlarının Fiziksel Analizler Değerleri

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının püskürtmeli (sprey dryer) ve dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemleri kullanılarak elde edilen tozların % verim sonuçları Çizelge 4.16.'da verilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde püskürtmeli kurutucu kullanılarak yapılan kurutma yönteminde verimin dondurarak kurutma yönteminden daha düşük olduğu belirlenmiştir. Püskürtmeli kurutmada en yüksek verim değerleri referans madde olan MD/GA ve Saf nişasta kaplama materyallerinde (KM) gözlemlenmiştir. Ancak kekik suyunun sprey enkapsüle tozlarında Sitrik asit ve tartarik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'de yüksek verim elde edilmiştir. Dondurarak kurutmada ise yapılan modifiye nişasta kaplama materyalleri referans KM olan MD/GA, Saf nişasta verim değerlerine yakın ve bazı örneklerde daha yüksek sonuçlar elde edilmiştir.

Çizelge 4.16. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların % verim değerleri

Duvar Materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	50.45	83.55	40.54	80.2
Nişasta	52.87	94.95	31.01	89.5
Sirke	10.5	40.77	11.7	31.65
Asetik asit	12.52	83.9	27.05	71.85
Sitrik asit	18.11	83.56	39.69	92.23
Laktik asit	14.12	75.33	13.12	13.12
Malik asit	11.64	94.78	19.72	70.92
Tartarik asit	17.11	83.52	27.05	92.17

Saikia ve ark. (2015), yaptıkları çalışmada Averrhoa carambola (Karambola) bitkisini püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsüle etmişlerdir. Verim sonuçlarında dondurarak kurutma yönteminin püskürtmeli kurutmadan daha yüksek verim elde edildiğini belirtmişlerdir. Aynı Şekilde çalışmamızda benzer sonuçlar elde edilmiştir.

Kekik suyu ve ekstrelerinin mikroenkapsülasyon işlemi sonucu elde edilen enkapsüle tozların su aktivitesi değerleri Çizelge 4.17.'de gösterildiği gibi 0.078 ve 0.416 arasında değişmektedir. En yüksek su aktivitesi değeri Sirkenin kaplama materyali olarak KSL'de kullanılması ile elde edilen tozlarda bulunur iken, En düşük su aktivitesi değeri MD/GA kaplama materyalinin KSL'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda bulunmuştur. Duvar materyalleri arasında istatistiksel olarak önemli farklılıklar bulunmuştur ($p<0.05$). Aynı Şekilde metotlar karşılaştırıldığında da genel olarak değerlerin farklı olduğu gözlemlenmiştir ($p<0.05$). Enkapsüle tozların Su aktivitesi değerleri mikrobiyal gelişme sınırının altında olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.17. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının su aktivitesi analiz sonuçları

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	0.33 ± 0.003^{eC}	0.087 ± 0.003^{aA}	0.205 ± 0.004^{dB}	0.078 ± 0.007^{aA}
Nişasta	0.24 ± 0.003^{bC}	0.187 ± 0.002^{bB}	0.248 ± 0.002^{eC}	0.121 ± 0.007^{bA}
Sirke	0.28 ± 0.003^{dB}	0.342 ± 0.002^{hC}	0.205 ± 0.002^{dA}	0.416 ± 0.005^{fD}
Asetik asit	0.23 ± 0.002^{aC}	0.196 ± 0.003^{cB}	0.199 ± 0.001^{cdB}	0.111 ± 0.004^{bA}
Sitrik asit	0.24 ± 0.002^{bB}	0.241 ± 0.003^{eB}	0.136 ± 0.001^{aA}	0.314 ± 0.004^{eC}
Laktik asit	0.25 ± 0.003^{cD}	0.226 ± 0.001^{dC}	0.194 ± 0.003^{cA}	0.210 ± 0.004^{cB}
Malik asit	0.28 ± 0.002^{dD}	0.263 ± 0.002^{fC}	0.144 ± 0.001^{bA}	0.210 ± 0.002^{cB}
Tartarik asit	0.28 ± 0.002^{dD}	0.273 ± 0.003^{gC}	0.253 ± 0.001^{eB}	0.238 ± 0.003^{dA}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Rezende ve ark. (2018), yaptıkları çalışmada püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerini kullanarak Barbados kirazı (Malpighia emarginata DC) tortu ve özütünü enkapsüle toz formuna dönüştürmüşlerdir. Çalışma kapsamında enkapsüle tozların kimyasal ve morfolojik özelliklerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda; püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen tozlarda su aktivitesi değerlerinin daha yüksek olduğunu ifade etmişlerdir.

Mikroenkapsülasyon işlemi sonucu elde edilen enkapsüle tozların ıslanabilirlik değerleri Çizelge 4.18.'de gösterilmiştir. Islanabilirlik değerleri 15.33 ve 302.66 sn arasında tespit edilmiştir. En yüksek ıslanabilirlik değeri Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak KSS'den elde edillen enkapsüle tozlarda tespit edilmiştir. En düşük ıslanabilirlik değeri ise Saf nişastanın kaplama materyali olarak KSS'de kullanılması ile elde edilen tozlarda olduğu saptanmıştır. Değerler genel olarak incelendiğinde üretilen KM'nin yüksek ıslanabilirlik değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Her iki üründe de Duvar materyalleri kıyaslandığında istatistiksel olarak önemli derecede fark bulunmuştur ($p<0.05$). Aynı Şekilde mikroenkapsülasyon yöntemleri arasında da fark önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Püskürtmeli kurutma (spray dryer) yöntemi ile enkapsüle edilen tozların dondurarak kurutmadan daha yüksek ıslanabilirlik değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Yapılan asetillendirilmiş nişasta KM'nin saf nişastadan daha yüksek ve MD/GA yakın değerler bulunması modifikasyonun yüksek verimliliğini göstermektedir.

Çizelge 4.18. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin enkapsüle tozların ıslanabilirlik (sn) analiz sonuçları

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	204±3.605^{cB}	180.33±2.516^{dA}	250±5^{Cc}	245.66±5.131^{fC}
Nişasta	31.66±1.527^{aC}	21.66±1.527^{aB}	15.33±0.57^{Aa}	32.33±2.081^{bC}
Sirke	262.33±2.081^{eB}	301±3.605^{fC}	302.66±2.51^{Fc}	205.33±5.033^{eA}
Asetik asit	152±2^{bC}	21.33±1.527^{aA}	272.33±2.51^{Dd}	111.33±4.041^{cB}
Sitrik asit	242.66±2.516^{dC}	200.66±4.041^{eB}	301±3.60^{Fd}	32±2^{bA}
Laktik asit	205±5^{cD}	53.33±3.055^{bA}	181.66±1.52^{Bc}	111±3.605^{cB}
Malik asit	255.66±4.041^{eC}	47.33±2.516^{bA}	272±2^{Dd}	167.66±2.516^{dB}
Tartarik asit	264±2.645^{eC}	122±2^{cB}	280.33±1.52^{Ed}	21.33±1.154^{aA}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının kitle yoğunlukları Çizelge 4.19.'da verilmiştir. Kitle yoğunluklarının değerleri 0.130-0.750 arasında tespit edilmiştir. En yüksek değer Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak KSL'de kulanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda bulunmuştur. En düşük değer ise Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KSL'den elde edilen enkapsüle tozlarda bulunmuştur. Yapılan modifiye nişasta KM ile referans olan MD/GA ve Saf nişasta değerleri arasında benzer sonuçlar elde edilmiştir. Kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinin her ikisinde de duvar materyalleri arasında önemli farklılıklar bulunmaktadır ($p<0.05$). Mikroenkapsülasyon yöntemleri arasında da istatistiksel olarak farklar bulunmuştur ($p<0.05$).

Çizelge 4.19. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin enkapsüle tozların kitle yoğunluğu analiz sonuçları

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	0.37 ± 0.008^{eC}	0.267 ± 0.004^{bA}	0.337 ± 0.004^{cB}	0.652 ± 0.024^{fD}
Nişasta	0.41 ± 0.009^{fA}	0.492 ± 0.013^{eB}	0.503 ± 0.005^{fB}	0.557 ± 0.003^{eC}
Sirke	0.28 ± 0.004^{cD}	0.265 ± 0.004^{bC}	0.206 ± 0.005^{bB}	0.130 ± 0.008^{aA}
Asetik asit	0.20 ± 0.002^{aA}	0.198 ± 0.002^{aA}	0.196 ± 0.005^{bA}	0.455 ± 0.001^{dB}
Sitrik asit	0.39 ± 0.008^{efA}	0.428 ± 0.010^{dAB}	0.453 ± 0.005^{eB}	0.750 ± 0.031^{gC}
Laktik asit	0.25 ± 0.003^{bB}	0.365 ± 0.007^{cC}	0.165 ± 0.001^{aA}	0.385 ± 0.001^{cD}
Malik asit	0.33 ± 0.006^{dD}	0.265 ± 0.004^{bB}	0.166 ± 0.001^{aA}	0.272 ± 0.004^{bB}
Tartarik asit	0.40 ± 0.016^{efAB}	0.411 ± 0.009^{dB}	0.357 ± 0.001^{dA}	0.750 ± 0.031^{gC}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının sıkıştırılmış kitle yoğunlukları Çizelge 4.20.'de verilmiştir. Sıkıştırılmış Kitle yoğunluklarının değerleri 0.20-0.880 arasında belirlenmiştir. En yüksek değer Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak KSL'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda bulunmuştur. En düşük değer ise Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KSL'den elde edilen enkapsüle tozlarında tespit edilmiştir. Asetillendirme işlemi sonucu üretilen modifiye nişasta KM ile referans KM arasında yakın ve benzer sonuçlar elde edilmiştir. Mikroenkapsülasyon işleminde kullanılan duvar materyallerinin farklılığı istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Mikroenkapsülasyon kurutma yöntemleri arasında da önemli derecede farklılıkların olduğu görülmektedir ($p<0.05$).

Laokuldilok ve ark. (2015), püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsüle edilen yapışkan siyah pirinç (*Oryza sativa L*) kepek antosiyaninlerinin toz ürünler üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Çalışmalar sonucunda yığın yoğunluğu değerlerini 0.23 ile 0.34 g/ml arasında bulmuşlardır. Çalışmamızda yüksek değerlerin yanı sıra düşük değerlerde mevcuttur.

Çizelge 4.20. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının sıkıştırılmış kitle yoğunluğu analiz sonuçları

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	0.545 ± 0.016^{cB}	0.37 ± 0.008^{cA}	0.51 ± 0.01^{dB}	0.75 ± 0.0317^{eC}
Nişasta	0.652 ± 0.024^{dA}	0.65 ± 0.024^{Fa}	0.665 ± 0.001^{gA}	0.73 ± 0.0317^{eB}
Sirke	0.405 ± 0.009^{aD}	0.36 ± 0.007^{bcC}	0.285 ± 0.0005^{bB}	0.20 ± 0.0024^{aA}
Asetik asit	0.394 ± 0.008^{aB}	0.32 ± 0.006^{abA}	0.321 ± 0.011^{cA}	0.62 ± 0.0045^{dC}
Sitrik asit	0.652 ± 0.024^{dB}	0.54 ± 0.016^{eA}	0.628 ± 0.01^{fB}	0.88 ± 0.0437^{fC}
Laktik asit	0.500 ± 0.025^{bcC}	0.49 ± 0.013^{dC}	0.248 ± 0.002^{aA}	0.43 ± 0.0053^{cB}
Malik asit	0.484 ± 0.011^{bC}	0.29 ± 0.005^{aA}	0.285 ± 0.001^{bA}	0.33 ± 0.0066^{bB}
Tartarik asit	0.484 ± 0.013^{bA}	0.57 ± 0.017^{eB}	0.555 ± 0.003^{eB}	0.83 ± 0.0040^{fC}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının Hausner oranı değerleri Çizelge 4.21.'de verilmiştir. Hausner oranları 1.11 - 1.98 arasında olduğu tespit edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde en iyi değerlerin Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak KEL'de kullanılması ile elde edilen tozlarda, Laktik ve Tartarik asitin de KSL'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda olduğu gözlemlenmiştir. En kötü hausner oranına sahip enkapsüle toz ise Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda olduğu tespit edilmiştir. Modifiye nişasta edilmiş KM'nin hausner oranlarının referans maddelere yakın ve daha iyi değerde olduğu sonuçlar gözlemlenmiştir. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin daha iyi sonuç gösterdiği belirlenmiştir. Duvar materyalleri incelendiğinde İki üründe de istatistiksel olarak önemli derecede farklılıklar gözlemlenmiştir ($p<0.05$). Kullanılan ürünler arasında da önemli derecede farklılıklar bulunmuştur ($p<0.05$). Genel olarak bakıldığında Liyofilizasyon ile kurutma işlemi yapılmış enkapsüle tozların daha iyi yapışkanlık derecesine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.21. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının hausner oranı analiz sonuçları

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	1.43±0.013^{bB}	1.41±0.009^{bE}	1.51±0.016^{cC}	1.15±0.006^{aA}
Nişasta	1.58±0.021^{cB}	1.32±0.012^{aC}	1.32±0.01^{aA}	1.31±0.048^{cdA}
Sirke	1.40±0.009^{bA}	1.36±0.007^{aD}	1.38±0.03^{bA}	1.52±0.011^{eB}
Asetik asit	1.96±0.066^{dC}	1.65±0.012^{bF}	1.63±0.032^{dB}	1.37±0.006^{dA}
Sitrik asit	1.65±0.024^{cD}	1.27±0.008^{bB}	1.38±0.007^{bC}	1.17±0.008^{abA}
Laktik asit	1.98±0.074^{dD}	1.34±0.009^{bD}	1.49±0.009^{cC}	1.11±0.012^{aA}
Malik asit	1.43±0.059^{bC}	1.11±0.002^{aA}	1.71±0.009^{eD}	1.23±0.038^{bcB}
Tartarik asit	1.20±0.025^{aB}	1.39±0.011^{cE}	1.55±0.001^{cD}	1.11±0.045^{aA}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Kekik suyu ve ekstrelerinin Carr indeks değerleri Çizelge 4.22.'de verilmiştir. Verilen Carr indeks değerlerinin 10.14 - 49.59 arasında olduğu tespit edilmiştir. En iyi akabilirlik derecesine sahip ürünün Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KSL'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda bulunmuştur. En kötü akabilirlik derecesine sahip enkapsüle toz ürünü ise Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KES'de kullanılması sonucu elde edilen enkapsüle tozlarda tespit edilmiştir. Duvar materyalleri değerlendirildiğinde istatistiksel olarak önemli derecede farklılıklar bulunmaktadır ($p<0.05$). Aynı Şekilde kurutma yöntemleri arasında da istatistiksel farklılıklar belirlenmiştir ($p<0.05$). Bunun yanı sıra Liyofilizasyon ile enkapsüle edilmiş ürünlerin daha iyi carr indeks değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.22. Kekik suyu ve kekik ekstrelerinin enkapsüle tozların Carr indeks analiz sonuçları

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	30.38±0.657^{bB}	29.46±0.451^{eB}	33.78±0.72^{cC}	13.05±0.006^{aA}
Nişasta	37±0.866^{cA}	25.91±0.687^{cB}	24.38±0.72^{aB}	23.80±0.481^{cdB}
Sirke	28.85±0.485^{bA}	26.55±0.410^{dA}	27.65±1.87^{bA}	36.82±0.446^{eB}
Asetik asit	48.97±1.767^{dC}	39.73±0.452^{fB}	38.71±1.21^{dB}	27.46±0.335^{dA}
Sitrik asit	39.48±0.888^{cD}	21.43±0.522^{bB}	27.84±0.37^{bC}	15.01±0.634^{abA}
Laktik asit	49.59±1.923^{dA}	25.61±0.534^{cdB}	33.33±0.35^{cC}	10.66±0.974^{aA}
Malik asit	30.30±2.885^{bC}	10.62±0.164^{aA}	41.63±0.33^{eD}	19.06±2.480^{bcB}
Tartarik asit	17.29±1.705^{aB}	28.5±0.600^{eC}	35.69±0.078^{cD}	10.14±3.605^{aA}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Quispe-Condori ve ark. (2011), zein ile keten yağında püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerini kullanarak enkapsüle toz üretmişlerdir. Çalışma incelendiğinde püskürtmeli kurutucu ile elde edilen tozlarda en iyi hausner ve carr indeks değerleri sırasıyla 1.23 ve 34.40 olarak bulunmuştur. Dondurarak kurutma değerleri ise hausner oranı 1.11 carr indeks ise 29.04 bulunmuştur. Dondurarak kurutma ile elde edilen edilen tozların daha iyi değerde olduklarını ifade etmişlerdir. Aynı şekilde benzer olarak çalışmamızda dondurarak kurutma ile elde edilen tozların daha iyi akabilirlik ve yapışkanlık özellik gösterdikleri tespit edilmiştir.

4.6. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin DPPH % İnhibisyon Değerleri

Kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinin antioksidatif özelliği, serbest radikal süpürme aktivitelerine göre incelenmiştir. Çizelge 4.23.'te kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinin DPPH % inhibisyonunun 25, 50 ve 75 mg/L konsantrasyondaki değerleri verilmiştir. Çizelge 4.24. ve Şekil 4.7.'de 50 mg/L yarı konsantrasyondaki inhibisyonu troloks cinsinden hesaplanmıştır. Ayrıca sentetik antioksidan BHT değeride hesaplanmıştır. BHT'nin trolox cinsinden değeri 73.61 ppm olarak bulunmuştur. Sonuçlar incelendiğinde ise en iyi sonucun 74.93 ppm ile referans olan MD/GA kaplama materyalinin KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda olduğu belirlenmiştir. Modifiye edilmiş nişasta kaplama materyallerinde en iyi değer Laktik asit ve Sirkenin KES enkapsüle tozlarında 83.13 ve 83,68 ppm olarak bulunmuştur. Çizelge 4.24. Genel olarak incelendiğinde Modifiye edilmiş nişasta kaplama materyallerinin troloxs değerleri referans KM olan MD/GA ve Saf nişasta değerlerine yakın sonuçlar elde edilmiştir. Kekik ekstresi kullanılarak üretilen enkapsülasyon tozların daha yüksek troloxs değeri gösterdikleri belirlenmiştir.

Çizelge 4.23. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının DPPH % inhibisyon değerleri

Numune K.	Duvar M.	KES	KEL	KSS	KSL
25 mg/L	MD/GA	90.40±1.39^{cdC}	86.12±1.37^{bcB}	82.49±0.51^{bA}	84.10±0.94^{bAB}
	Nişasta	90.91±0.25^{cdC}	86.25±1.98^{bcB}	82.46±0.37^{bA}	85.78±0.46^{bB}
	Sirke	91.36±0.54^{dD}	87.29±0.25^{cC}	79.89±0.69^{aA}	84.13±0.93^{bB}
	Asetik asit	88.66±0.59^{bcC}	85.87±0.48^{abcB}	80.04±0.96^{aA}	84.35±1.49^{bB}
	Sitrik asit	85.92±0.56^{aC}	83.12±0.50^{aB}	81.27±0.32^{abA}	83.39±0.94^{abB}
	Laktik asit	88.43±1.18^{abcC}	84.73±1.61^{abcB}	81.84±0.77^{bAB}	81.04±1.31^{aA}
	Malik asit	86.95±1.50^{abB}	84.22±0.82^{abAB}	81.84±0.38^{bA}	83.17±1.36^{abA}
	Tartarik asit	87.31±0.64^{abC}	83.93±0.39^{abB}	81.50±0.09^{abA}	83.55±1.21^{abB}
50 mg/L	MD/GA	91.85±0.36^{cD}	88.94±0.16^{bC}	82.24±0.16^{dA}	84.85±1.62^{aB}
	Nişasta	91.81±0.53^{cD}	88.03±0.39^{bC}	82.09±0.11^{dA}	84.60±1.23^{aB}
	Sirke	90.57±0.34^{abcC}	91.07±0.50^{cC}	79.05±0.51^{abA}	84.44±0.79^{aB}
	Asetik asit	90.46±0.14^{abcD}	87.48±0.09^{bC}	78.43±0.67^{aA}	83.85±1.19^{aB}
	Sitrik asit	89.50±0.72^{abC}	83.89±0.75^{aB}	81.69±0.27^{cdA}	83.17±0.60^{aB}
	Laktik asit	90.66±0.73^{bcB}	89.03±1.21^{bB}	82.21±0.37^{dA}	82.77±0.70^{aA}
	Malik asit	89.42±0.61^{aC}	85.16±0.42^{aB}	80.42±1.02^{bcA}	85.16±1.50^{aB}
	Tartarik sit	90.40±0.58^{abcC}	85.28±0.80^{aB}	81.59±0.27^{cdA}	83.11±1.13^{aA}
75 mg/L	MD/GA	91.94±0.22^{bC}	91.33±0.27^{dC}	82.52±0.09^{dA}	84.91±1.42^{aB}
	Nişasta	91.69±0.42^{bD}	89.81±0.79^{cdC}	81.87±0.60^{cdA}	84.10±0.40^{aB}
	Sirke	90.43±0.40^{aC}	91.36±0.33^{dC}	78.12±0.54^{aA}	83.58±0.35^{aB}
	Asetik asit	90.30±0.29^{aC}	89.03±0.58^{bcdC}	78.00±0.61^{aA}	84.89±0.59^{aB}
	Sitrik asit	90.17±0.40^{aD}	85.83±2.10^{aC}	80.01±0.16^{bA}	82.58±1.21^{aB}
	Laktik asit	89.66±0.25^{aB}	89.62±0.54^{cdB}	81.69±0.40^{cdA}	82.62±1.04^{aB}
	Malik asit	89.85±0.25^{aD}	87.39±0.34^{abcC}	80.63±0.38^{bcA}	85.19±1.15^{aB}
	Tartarik asit	90.40±0.39^{aD}	86.90±1.10^{abC}	81.16±0.47^{bcA}	83.79±1.37^{aB}

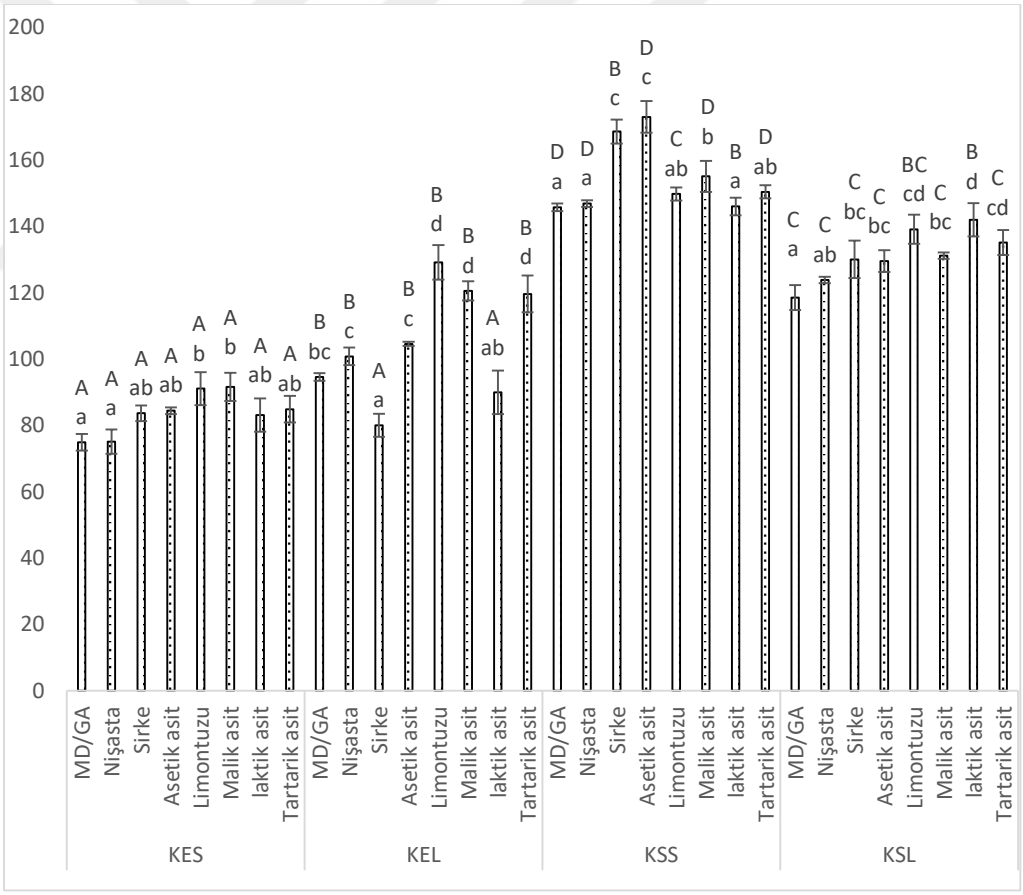
Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)

Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

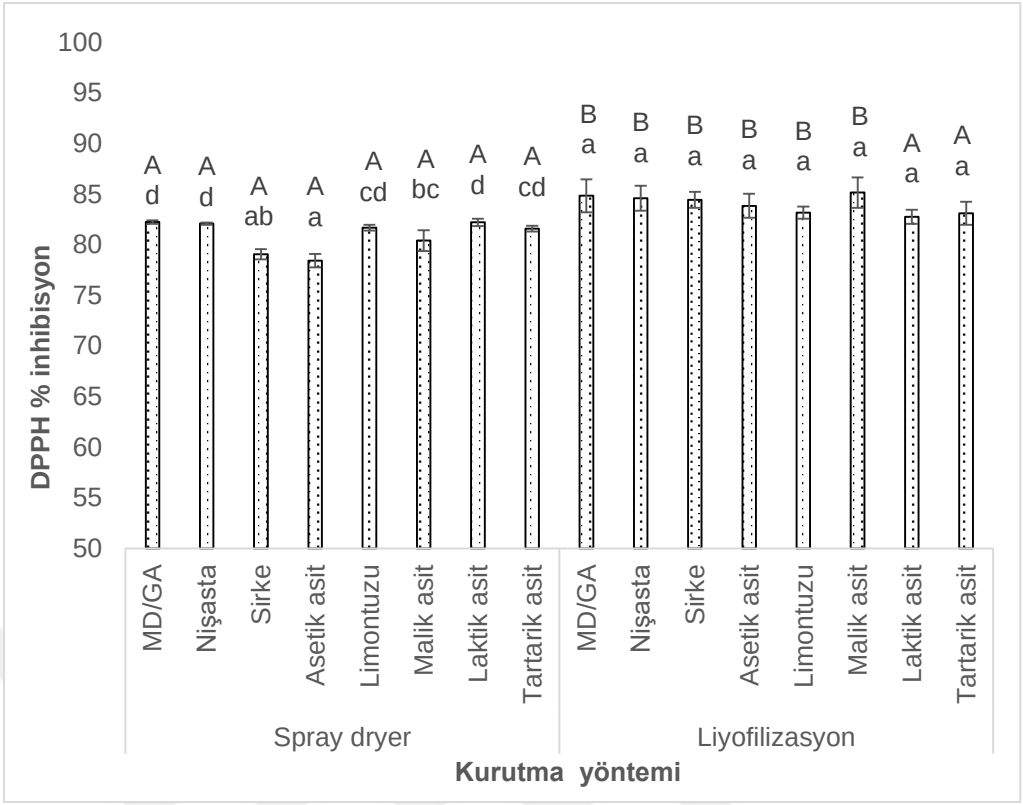
Çizelge 4.24. 50 mg/L konsantrasyonunda kekik suyu ve ekstre enkapsülerinin mg TEAC/L cinsinden DPPH analiz sonuçları

Numune K.	Duvar M.	KES	KEL	KSS	KSL
50 mg/L	MD/GA	74.93±2.51^{aA}	94.65±1.15^{bcB}	145.81±1.15^{aD}	118.57±3.75^{aC}
	Nişasta	75.16±3.65^{aA}	100.85±2.68^{cB}	146.91±1.01^{aD}	123.88±0.93^{abC}
	Sirke	83.68±2.34^{abA}	80.03±3.45^{aA}	168.62±3.65^{cB}	130.08±5.65^{bcC}
	Asetik asit	84.46±1.01^{abA}	104.61±0.66^{cB}	173.05±4.79^{cD}	129.53±3.28^{bcC}
	Sitrik asit	91.10±4.98^{bA}	129.20±5.18^{dB}	149.79±1.99^{abC}	139.16±4.35^{cdBC}
	Malik asit	91.66±4.22^{bA}	120.56±2.89^{dB}	155.11±4.69^{bD}	131.19±0.93^{bcC}
	Laktik asit	83.13±5.03^{abA}	89.99±6.570^{abA}	146.03±2.68^{aB}	142.04±5.03^{dB}
	Tartarik asit	84.90±4.00^{abA}	119.67±5.53^{dB}	150.46±1.99^{abD}	135.18±3.75^{cdC}
	BHT standartı	73.61±7.31			

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



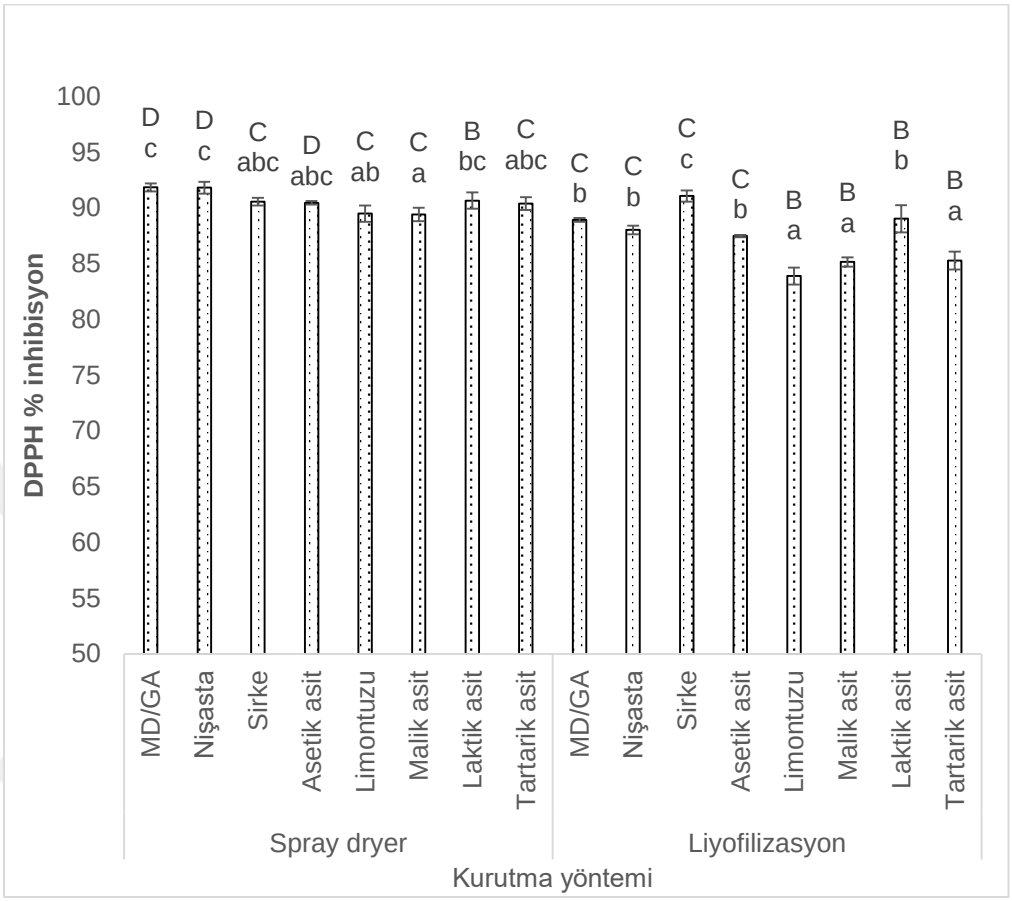
Şekil 4.7. 50 mg/L konsantrasyonunda kekik suyu ve ekstre enkapsülerinin mg TEAC/L cinsinden DPPH analiz sonuçlarının değişim grafiği



Şekil 4.8. Kekik suyu enkapsüle tozlarının 50 mg/ L'deki DPPH % inhibisyon değişim grafiği

Kekik suyunun püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen enkapsüle tozların DPPH radikaline karşı antioksidant aktivite (AA) değerleri 50 mg/L cinsinden Çizelge 4.23. ve Şekil 4.8.'de verilmiştir. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarda en yüksek AA değeri referans karşılaştırma duvar malzemesi olarak kullanılan MD/GA'te %82.24 tespit edilmiştir. Deneysel üretim duvar malzemelerinden ise en yüksek değer %82.21 Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastada bulunmuştur. En düşük AA % 78.43 Asetik asitin modifiye nişastada kullanılması sonucu elde edilen KM'de tespit edilmiştir. Dondurarak kurutma yöntemi kullanılarak elde edilen enkapsüle tozlarda ise referans maddelerden daha yüksek sonuçlar belirlenmiştir. En yüksek AA %85.16 ile Malik asit, en düşük AA %82.77 değeri ile Laktik asitin modifiye nişastada kullanıldığı ürünlerde bulunmuştur. Genel olarak değerler incelendiğinde modifiye edilmiş nişasta ürünlerinde referans kaplama materyallerine yakın sonuçlar bulunmuştur. Duvar materyalleri ve kurutma yöntemleri istatistiksel olarak değerlendirildiğinde örneklerin çoğunluğunda önemli farklılıklar bulunmuştur ($p<0.05$). Enkapsüle tozların mikroenkapsülasyon yöntemleri

kıyaslandığında ise KSL'den elde edilen tozların AA değerleri KSS'den elde edilen tozlardan daha yüksek AA göstermiştir.



Şekil 4.9. Kekik ekstre enkapsüle tozların 50 mg/ L'deki DPPH % inhibisyon değişim grafiği

Kekik ekstrelerinin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen enkapsüle tozların DPPH radikaline karşı AA değerleri 50 mg/L cinsinden Çizelge 4.23. ve Şekil 4.9. 'da verilmiştir. KES'den elde edilen tozlarda en yüksek AA %91.85 ile referans KM olan MD/GA, en düşük AA değeri ise % 89.42 ile Malik asit ile üretilen modifiye nişasta enkapsüle tozlarında bulunmuştur. KEL'den elde edilen enkapsüle tozlarda ise en yüksek AA % 91.07 ile Sirke, en düşük AA %83.89 ile Sitrik asitte bulunmuştur. Analiz sonuçlarında hem referans olan MD/GA, Saf nişasta hem de modifiye edilmiş kaplama materyallerinin kullanıldığı örneklerde kaplamanın iyi yapıldığı ve bunun sonucunda DPPH radikaline karşı yüksek değerde AA gösterdikleri belirlenmiştir. Mikroenkapsülasyon yöntemleri karşılaştırıldığında genel olarak KES'den elde edilen enkapsüle tozların AA değerlerinin KEL'den daha

iyi AA gösterdikleri gözlemlenmiştir. Sonuçların İstatistiksel değerleri incelendiğinde hem duvar materyalleri hem de mikroenkapsülasyon yöntemlerinde farklar önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Mikroenkapsülasyon yöntemleri arasında da genel olarak önemli istatistiksel farklılıklar gözlemlenmiştir ($p<0.05$).

Çoksarı (2012), yaptığı yüksek lisans çalışmasında farklı azotlu gübre dozlarında yetiştirilen ekinezya türlerinin (*echinacea pallida nutt*), *Echinacea purpurea* (L.) Moench) farklı kurutma yöntemlerinin ekstrat kalitesi üzerine etkisini çalışmışlardır. Çalışmalar sonucunda püskürtmeli kurutma ile elde edilen ekstraktların inhibisyon değerini %67.48 olarak bulmuştur. Dondurarak kurutmadan elde edilen tozlarda ise %63.73 değerinde tespit etmiştir. Bu nedenle püskürtmeli kurutucu ile elde edilen tozların daha yüksek AA gösterdiğini belirtmiştir. Aynı şekilde çalışmamızda püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozların andioksidan değerleri daha yüksek bulunmuştur.

4.7. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin ABTS % İnhibisyon Değerleri

Kekik suyu ve ekstrelerinin mikroenkapsülasyon işlemleri sonucu elde edilen tozların ABTS radikaline karşı yüzde süpürme aktiviteleri 200 mg/L cinsinden Çizelge 4.25.'te verilmiştir. Tozların ABTS % inhibisyon değerlerinin troloxs eşdeğerleri de hesaplanmıştır.Troloxs eşdeğerleri sonuçları Çizelge 4.26. ve Şekil 4.10.'da verilmiştir. Buna göre sentetik antioksidan olan BHT standartından daha düşük ve iyi değere sahip sonuçlar bulunmuştur. En iyi değer Laktik asitin nişasta asetillendirilmesi işlemi sonucu üretilen kaplama materyalinin KSL'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozlarda bulunmuştur. Ancak genel olarak değerlerin yüksek olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.25. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının ABTS % inhibisyon değerleri

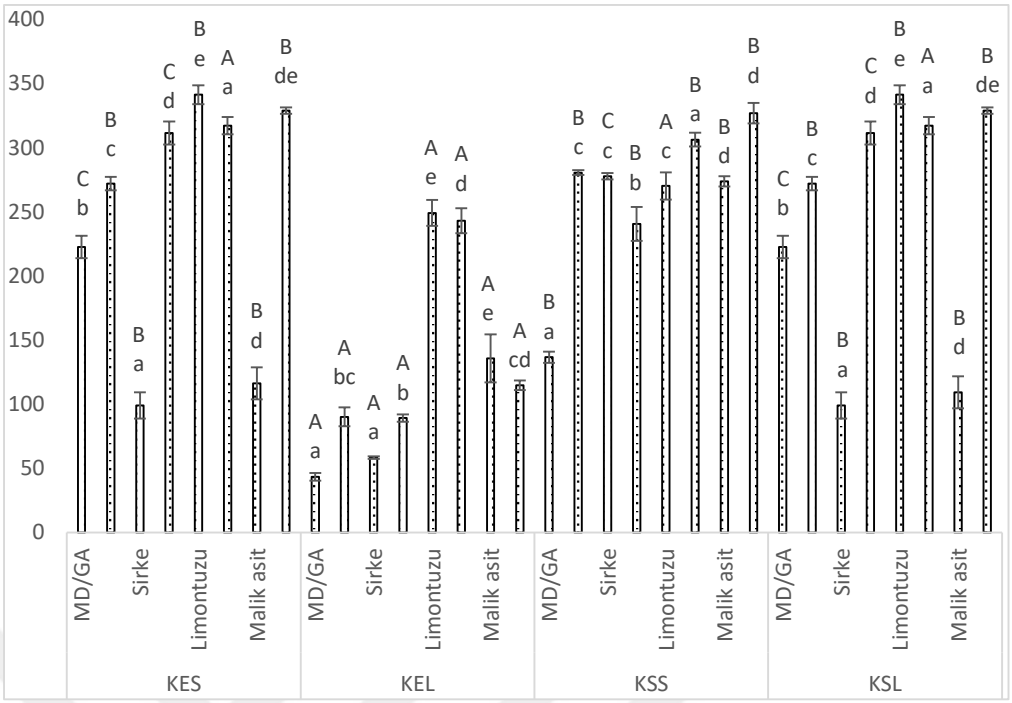
Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	99.89±0.79^{cC}	97.66±0.71^{eC}	75.96±1.42^{dB}	55.79±2.84^{dA}
Nişasta	98.65±0.23^{bC}	86.72±1.73^{cdB}	42.50±0.65^{bA}	44.51±1.22^{cA}
Sirke	98.13±0.15^{abD}	94.19±0.23^{eC}	42.96±0.65^{bA}	84.75±2.39^{eB}
Asetik Asit	98.54±0.08^{bD}	86.93±0.67^{dC}	51.82±3.09^{cB}	35.34±2.07^{bA}
Sitrik asit	97.87±0.08^{abD}	49.30±3.29^{aB}	44.92±2.47^{bB}	28.28±2.40^{aA}
Malik Asit	98.18±0.08^{abC}	50.95±2.27^{aB}	36.63±1.74^{aA}	34.00±2.18^{bA}
Laktik Asit	97.56±0.39^{abC}	76.04±4.37^{bB}	44.10±0.90^{bA}	80.13±3.82^{eB}
Tartarik Asit	97.35±0.56^{aC}	80.94±1.20^{bcB}	31.73±1.86^{aA}	31.06±0.65^{abA}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

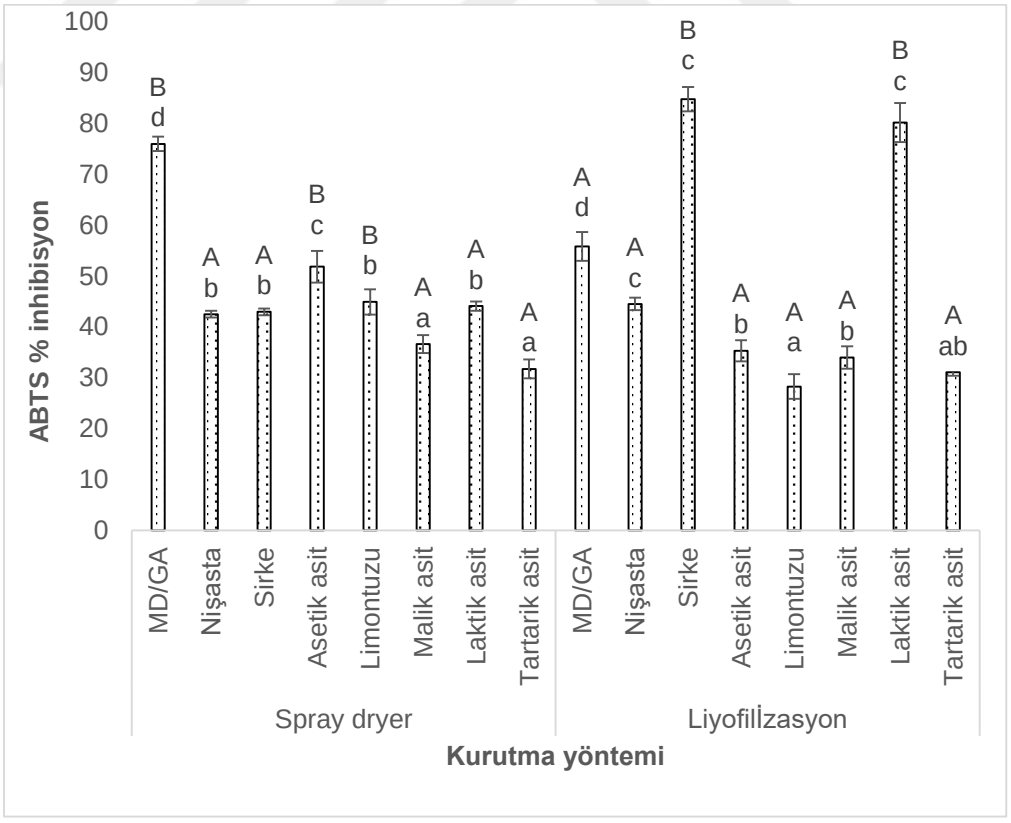
Çizelge 4.26. 50 mg/L konsantrasyonundaki Kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinin mg TEAC/ L cinsinden ABTS antioksidan aktivite değerleri

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	222.66±8.77^{bC}	43.48±3.04^{aA}	136.73±4.32^{aB}	222.66±8.77^{bC}
Nişasta	272.05±5.27^{cB}	90.22±7.40^{bcA}	280.69±1.99^{cB}	272.05±5.27^{cB}
Sirke	99.08±10.30^{aB}	58.32±1.01^{aA}	277.81±2.51^{cC}	99.08±10.30^{aB}
Asetik asit	311.47±8.92^{dC}	89.33±2.89^{bA}	240.60±13.31^{bB}	311.47±8.92^{dC}
Sitrik asit	341.37±7.34^{eB}	249.24±10.08^{eA}	270.28±10.65^{cA}	341.37±7.34^{eB}
Laktik asit	116.35±12.43^{aA}	135.84±18.71^{dA}	273.82±3.89^{cB}	26±12.43^{aA}
Malik asit	317.23±6.64^{dB}	243.04±9.72^{eA}	306.38±5.37^{dB}	317.23±6.64^{dB}
Tartarik asit	328.97±2.51^{deB}	114.80±3.65^{cdA}	326.98±8.00^{dB}	328.97±2.51^{deB}
	BHT standartı	73.61±7.31		

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

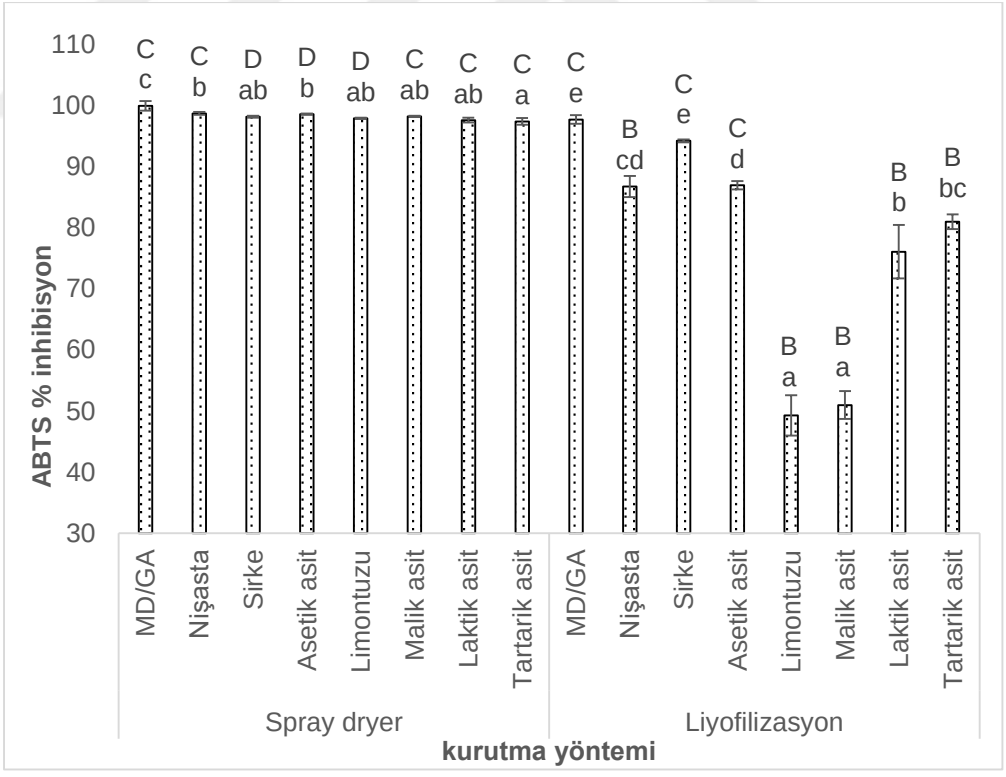


Şekil 4.10. 200 mg/L konsantrasyonundaki kekik suyu ve ekstre enkapsüllerinin mg TEAC/ L cinsinden ABTS antioksidan aktivite değerlerinin değişim grafiği



Şekil 4.11. Kekik suyu enkapsüle tozlarının 200 mg/L'deki ABTS % inhibisyon değişim grafiği

Kekik suyunun püskürtmeli (KSS) ve dondurarak kurutma (KSL) yöntemleri kullanılarak elde edilen tozların ABTS radikaline karşı yüzde antioksidan süpürme aktiviteleri Çizelge 4.25. ve Şekil 4.11.' de verilmiştir. Buna göre KSS ile elde edilen tozlarda en yüksek AA % 75.95 ile referans MD/GA KM'nin kullanıldığı tozlarda bulunmuştur. Referans maddelere en yakın değer %51.82 ile Asetik asitin kullanıldığı nişasta modifikasyonunun kullanıldığı enkapsüle tozlarda bulunmuştur. En düşük AA değeri ise %31.73 ile Tartarik asitin kaplama materyali olarak kullanıldığı tozlarda saptanmıştır. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen tozlarda en yüksek AA % 84.75 değeri Sirkenin kullanıldığı modifiye nişasta KM'de bulunmuş ve referans maddelerden daha yüksek bulunmuştur. Buna en yakın diğer bir sonuç ise %80.13 ile Laktik asit İle asetillendirilmiş nişasta KM'de olduğu saptanmıştır. En düşük AA değer ise %28.28 Sitrik asit ile modifiye edilmiş nişastanın enkapsüle tozlarında belirlenmiştir. İstatistiksel olarak duvar materyalleri arasında genel olarak önemli farklılıklar gözlemlenmiştir ($p<0.05$).



Şekil 4.12. Kekik ekstre enkapsüle tozlarının 200 mg/L'deki ABTS % inhibisyon değişim grafiği

Kekik ekstrelerinin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri kullanılarak elde edilen enkapsüle tozların ABTS radikaline karşı % inhibisyon değerleri Çizelge 4.25. ve Şekil 4.12' de verilmiştir. KES'de en yüksek AA %99.89 ile MD/GA referans KM'de bulunmuştur. Üretilen modifiye nişastaların kullanıldığı ürünlerde ise en yüksek değer %98.54 ile Asetik asitte belirlenmiştir. En düşük AA değeri ise %97.35 ile Tartarik asitin kaplama materyali olarak kullanıldığı enkapsüle tozlarda saptanmıştır. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen tozların % inhibisyon değerlerinin KES'den daha düşük olduğu ve en yüksek AA % 97.66 ile MD/GA referans KM'de tespit edilmiştir. Yapılan modifiye nişasta ürünlerinde ise en yüksek değer %94.19 ile Sirke ile asetillendirilmiş nişasta KM'de saptanmıştır. En düşük AA ise % 49.30 ile Sitrik asitin kullanıldığı enkapsüle tozlarda bulunmuştur. Mikroenkapsülasyon yöntemleri kıyaslandığında ise KES'den elde edilen tozlarda AA'nin KEL 'den daha iyi olduğu gözlemlenmiş ve istatistiksel olarak farklılıklar bulunmuştur ($p<0.05$). Ayrıca duvar materyalleri arasında da önemli farklılıklar tespit edilmiştir ($p<0.05$).

Rezende ve ark. (2018), yaptıkları çalışmada aserola (*malpighia emarginata*) hamuru ile kalıntılarını püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsüle toz üretmişlerdir. Elde edilen enkapsüle tozların kimyasal, morfolojik ve kemometrik karakterizasyon çalışmaları yapılmştır. Enkapsüle tozların ABTS radikaline karşı AA değerleri belirlenmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen enkapsüle tozların AA değerlerinin birbirine yakın olduğunu ifade etmişlerdir. çalışmamızda bazı örneklerde değişkenlik göstermesinin yanı sıra aynı ürünlerde yakın değerler saptanmıştır. Bu nedenle bu çalışma kurutma yöntemleri ve sonuçların benzerliği açısından paralellik göstermektedir.

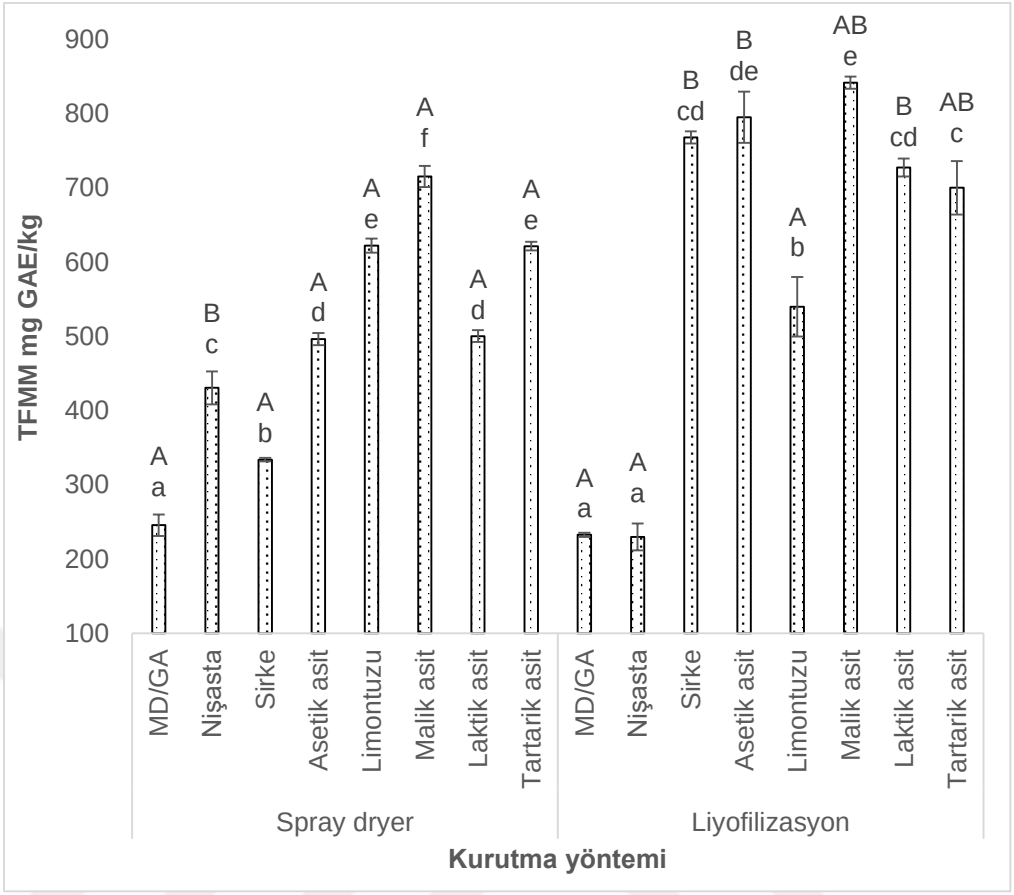
4.8. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin Toplam Fenolik Madde Miktarı Analiz Değerleri

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri kullanılarak elde edilen enkapsüle tozların Toplam Fenolik Madde Miktarı (TFMM) değerleri Çizelge 4.27.'de mg GAE/kg cinsinden verilmiştir.

Çizelge 4.27. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının TFMM analiz değerleri

Duvar materyalleri	KES	KEL	KSS	KSL
MD/GA	717.70±11.64^{abcB}	702.55±28.15^{abB}	245.77±14.39^{aA}	232.72±2.75^{aA}
Nişasta	750.55±34.19^{bcC}	913.32±63.36^{bD}	430.81±22.24^{cB}	229.92±18.28^{aA}
Sirke	860.30±26.07^{deB}	737.79±51.11^{abB}	333.99±2.26^{bA}	768.05±8.28^{cdB}
Asetik Asit	757.88±61.81^{bcB}	649.53±28.24^{aB}	496.51±8.25^{dA}	795.38±34.45^{deB}
Sitrik asit	699.92±10.29^{abA}	833.79±21.65^{abA}	622.32±9.45^{eA}	539.98±40.19^{bA}
Malik Asit	899.16±34.81^{eB}	851.41±66.87^{abAB}	715.35±14.24^{fA}	841.98±8.32^{eAB}
Laktik Asit	823.42±36.01^{cdC}	732.52±36.71^{abBC}	500.46±8.13^{dA}	727.70±12.07^{cdB}
Tartarik Asit	631.74±33.94^{aA}	737.13±35.13^{abB}	621.66±5.70^{eA}	700.37±36.05^{cAB}

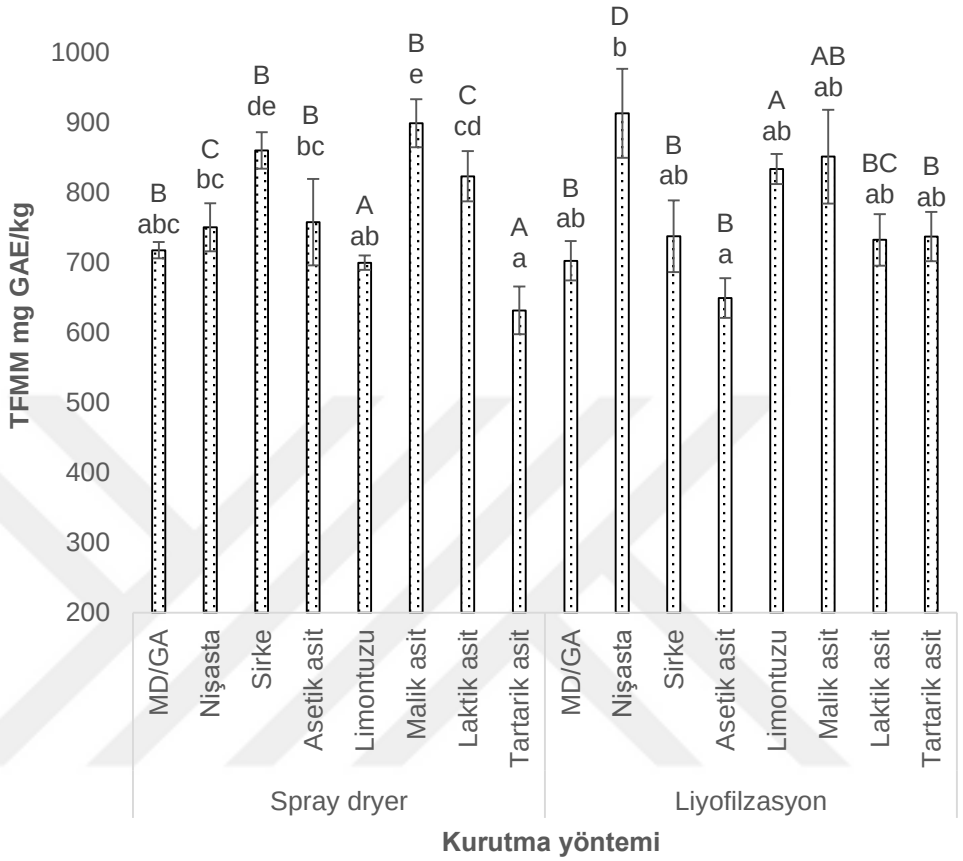
Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.13. Kekik suyu enkapsüle tozlarının TFMM değişim grafiği

Kekik suyunun püskürtmeli (KSS) ve dondurarak kurutma yöntemi (KSL) ile elde edilen enkapsüle tozların TFMM değerleri Çizelge 4.27. ve Şekil 4.13.'de gösterilmiştir. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarda en yüksek TFMM değeri 715.35 mg GAE/kg Malik asit ile üretilen modifiye nişasta KM'nin kullanıldığı tozda bulunmuştur. En düşük değer ise 245.77 mg GAE/kg ile referans olan MD/GA kaplama materyalinin kullanıldığı enkapsüle tozlarda tespit edilmiştir. KSL'den elde edilen tozlarda en yüksek TFMM değeri 841.98 mg GAE/kg Malik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin kullanıldığı tozlarda saptanmıştır. En düşük TFMM değeri ise 229.92 mg GAE/kg ile Saf nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı enkapsüle tozlarda bulunmuştur. Duvar materyalleri değerlendirildiğinde istatistiksel olarak önemli farklılıklar görülmektedir ($p<0.05$). Bunun yanı sıra mikroenkapsülasyon yöntemleri arasında da farklılıklar görülmektedir ($p<0.05$). Genel olarak KSS'den elde edilen tozların KSL'den daha yüksek TFMM değerine sahip olduğu belirlenmiştir. KSS ve KSL tozlarında kullanılan Üretilen modifiye

nişasta kaplama materyallerinin sonuçları referans maddelerden daha yüksek bulunmuştur.



Şekil 4.14. Kekik ekstre enkapsüle tozlarının TFMM değişim grafiği

Kekik ekstrelerinin iki farklı mikroenkapsülasyon yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozların TFMM değerleri Çizelge 4.27. ve Şekil 4.14.'te verilmiştir. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarda en yüksek TFMM değeri 899.16 mg GAE/kg ile Malik asit ile üretilen modifiye nişasta KM'nin kullanıldığı tozlarda bulunmuştur. En düşük TFMM değeri ise 631.74 mg GAE/kg ile Tartarik asit kaplama materyalinin kullanıldığı enkapsüle tozlarda belirlenmiştir. Dondurarak kurutma ile elde edilen tozlarda en yüksek TFMM 913.32 mg GAE/kg ile referans KM olan Saf nişasta, en düşük TFMM değeri 649.53 mg GAE/kg Asetik asit ile modifiye edilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı enkapsüle tozlarda tespit edilmiştir. İstatistiksel olarak duvar materyalleri arasında önemli farklılıklar gözlemlenmiştir

($p<0.05$). Ayrıca mikroenkapsülasyon yöntemleri arasında da farklılıklar tespit edilmiştir ($p<0.05$).

Pop ve ark. (2013), potansiyel antimikrobiyal özelliklere sahip Avrupa ökse otu*(Viscum albümü*, Fars cevizi *(Juglans regia*), ve beyaz söğüt kabuğu *(Salix alba)*) örneklerini püskürtmeli, dondurarak ve akışkan yataklı kurutma yöntemlerinde toz formuna dönüştürmüşlerdir. Elde edilen enkapsüle tozların fenolik madde miktarı analizlerini yapmışlardır. Sonuçlar değerlendirildiğinde en iyi TFMM değeri dondurarak kurutma yöntemide olduğunu fakat bu yöntemin pahalı ve uzun süreli olması dezavantaj olarak değerlendirilmiştir. Püskürtmeli kurutma yönteminin ucuz ve hızlı analiz özelliğinden dolayı avantajlı olduğunu belirtmişlerdir.

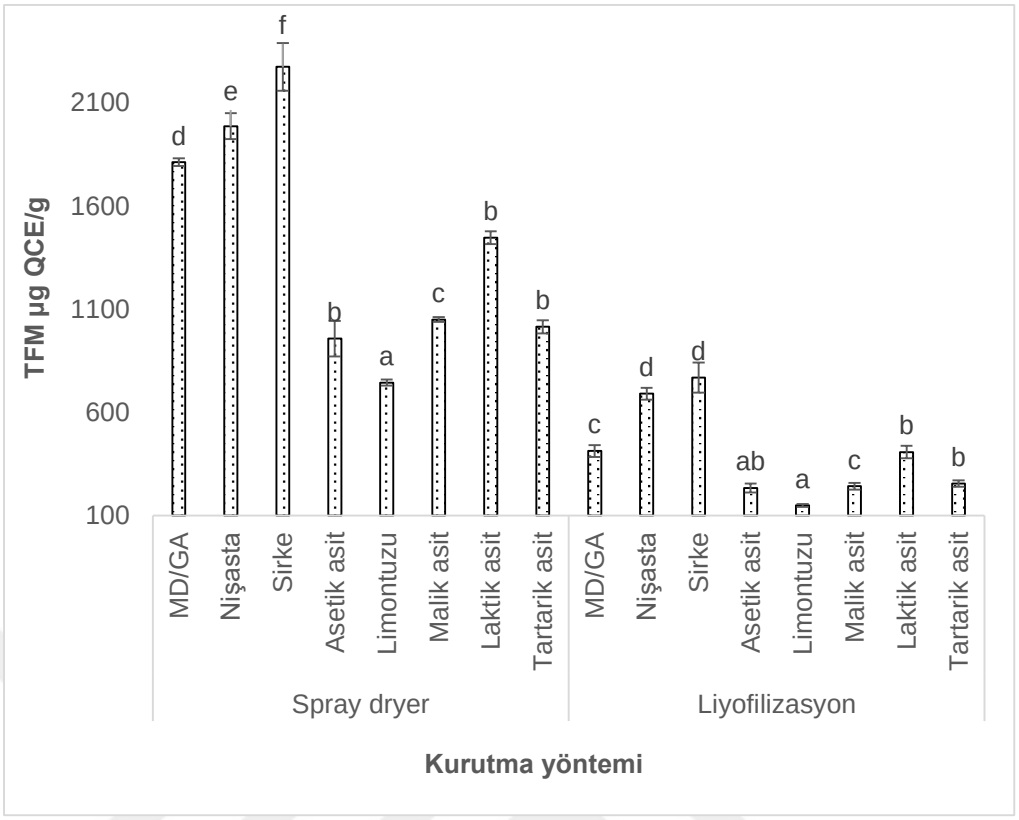
4.9. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin Toplam Flavanoid Miktarı Analiz Değerleri

Kekik ekstrelerinin iki farklı mikroenkapsülasyon yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozlarında TFM analizi yapılmış ve çıkan sonuçlar Çizelge 4.28. ve Şekil 4.15.'te verilmiştir.

Çizelge 4.28. Kekik ekstre enkapsüllerinin TFM değerleri

Duvar materyalleri	KES	KEL
MD/GA	1813.33±18.98^{d}	412.98±29.22^{c}
Nişasta	1987.81±62.66^{e}	691.05±29.12^{d}
Sirke	2275.86±115.3^{f}	769.52±73.00^{d}
Asetik Asit	958.46±86.14^{b}	233.33±21.90^{ab}
Sitrik asit	744.74±14.60^{a}	149.36±7.300^{a}
Laktik Asit	1447.49±31.27^{c}	408.16±30.55^{c}
Malik Asit	1050.35±11.49^{b}	242.28±15.66^{b}
Tartarik Asit	1015.24±32.12^{b}	255.36±14.89^{b}

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.15. Kekik ekstre enkapsüle tozlarının TFM değişim grafiği

Kekik ekstrelerinin püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarda en yüksek TFM içeriğinin 2275.86 µg QCE/g Sirke ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin kullanıldığı enkapsüle tozlarda saptanmıştır. En düşük TFM içeriği ise 744.74 µg QCE/g Sitrik asit ile modifiye edilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı kekik ekstrelerinde tespit edilmiştir. Dondurarak kurutma ile elde edilen kekik ekstrelerinin tozlarında ise aynı Şekilde en yüksek ve düşük değerler Sirke ve Sitrik asit maddelerinin modifiye nişastada kulllanılması ile elde edilen KM'de bulunmuştur. Bu değerler sırasıyla en yüksek TFM içeriği 769.52 µg QCE/g, en düşük TFM içeriği ise 149.36 µg QCE/g olarak belirlenmiştir. mikroenkapsülasyonda kullanılan duvar materyalleri arasında istatistiksel olarak önemli farklılıklar gözlemlenmiştir ($p<0.05$). İki mikroenkapsülasyon yöntemi karşılaştırıldığında püskütmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozların daha yüksek TFM aktivite gösterdikleri saptanmıştır. Ayrıca kekik suyunun püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri sonucu elde edilen enkapsüle tozların TFM analizleri yapılmış ancak sonuç bulunamamıştır.

Gomes ve ark. (2018), Papaya hamurunun püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemi ile kurutulması sonucu elde edilen tozların fenolik bileşik, antioksidan aktivite ve fiziko-kimyasal özelliklerini araştırmışlardır. Püskürtmeli kurutma işlemi yapılan hamurun daha yüksek flavanoid içeriğe sahip olduğunu belirtmişlerdir. Bu sonuç çalışmamızla paralellik göstermektedir.

4.10. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin Duyusal Analiz Sonuçları

Kekik suyu ve ekstrelerinin referans ve üretilen kaplama materyaleri ile yapılan enkapsüle tozların duyusal analizleri yapılmıştır. Duyusal analiz için koku, tat-aroma, acılık, gecikmiş tat ve genel beğeni sorularına verilen yanıtlar, kaplama materyallerinin tadım analizlerine etkisi açısından değerlendirilmiştir. Duyusal analiz verileri Çizelge 4.29.'da verilmiştir.

Çizelge 4.29. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının duyusal analiz sonuçları

Duyusal Özellik	Duvar Materyalleri	KSS	KSL	KES	KEL
Koku	Nişasta	1.5±0.5^{abA}	2.7±0.9^{abA}	2.5±1.0^{aA}	1.7±0.5^{aA}
	Sirke	2.2±0.5^{abcA}	2.0±0.8^{abA}	2.5±1.0^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Asetik asit	2.0±0.8^{abcA}	1.2±0.5^{aA}	2.5±0.5^{aA}	1.7±0.5^{aA}
	Sitrik asit	3.2±0.9^{bcA}	1.7±0.5^{abA}	2.7±0.9^{aA}	2.2±0.5^{abA}
	Malik asit	1.7±0.5^{abcA}	2.2±0.9^{abA}	1.5±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Laktik asit	1.2±0.5^{aA}	2.5±0.5^{abA}	1.7±0.9^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Tartarik asit	2.2±0.9^{abcA}	1.5±0.5^{abA}	1.2±0.5^{aA}	1.7±0.5^{aA}
	Kontrol	3.5±1.2^{cA}	3.0±0.8^{bA}	2.7±0.9^{aA}	3.5±0.5^{bA}
Tat-Aroma	Nişasta	1.5±0.5^{aA}	3.0±0.8^{abA}	2.7±0.9^{abA}	2.2±0.5^{aA}
	Sirke	2.2±0.5^{abAB}	2.0±0.8^{aAB}	3.0±0.8^{bB}	1.2±0.5^{aA}
	Asetik asit	1.2±0.5^{aA}	1.7±0.5^{aA}	1.7±0.5^{abA}	1.7±0.5^{aA}
	Sitrik asit	3.7±0.9^{bcB}	1.7±0.9^{aA}	2.7±0.5^{abAB}	2.5±0.5^{abAB}
	Malik asit	1.5±0.5^{aA}	1.7±0.5^{aA}	2.2±0.5^{abA}	1.7±0.5^{aA}
	Laktik asit	1.7±0.5^{aA}	3.2±0.5^{abB}	1.5±0.5^{aA}	1.7±0.9^{aA}
	Tartarik asit	2.5±0.5^{abcA}	2.5±0.5^{abA}	1.7±0.5^{abA}	2.2±0.5^{aA}
	Kontrol	4.0±0.8^{cB}	3.7±0.5^{bAB}	2.7±0.5^{abA}	3.7±0.5^{bAB}
Acılık	Nişasta	1.5±0.5^{aA}	3.5±0.5^{cdB}	1.2±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Sirke	1.2±0.5^{aA}	2.0±0.8^{abcAB}	2.7±0.5^{bB}	1.5±0.5^{aAB}
	Asetik asit	1.5±0.5^{aA}	2.2±0.5^{abcA}	1.2±0.5^{aA}	1.2±0.5^{aA}
	Sitrik asit	4.2±0.5^{bB}	1.5±0.5^{aA}	1.7±0.5^{abA}	1.7±0.5^{aA}
	Malik asit	1.5±0.5^{aA}	1.7±0.9^{abA}	1.2±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Laktik asit	1.7±0.5^{aA}	4.0±0.8^{dB}	1.5±0.5^{aA}	1.2±0.5^{aA}
	Tartarik asit	2.5±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Kontrol	4.2±0.5^{bA}	3.2±0.5^{bcdA}	1.7±0.5^{abA}	2.0±0.5^{aA}
Gecikmiş tat	Nişasta	1.2±0.5^{aA}	3.5±0.5^{bB}	2.2±0.9^{aAB}	2.7±0.5^{aB}
	Sirke	2.2±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}	2.5±0.5^{aA}	1.7±0.9^{aA}
	Asetik asit	1.5±0.5^{aA}	2.2±0.5^{abA}	1.2±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Sitrik asit	4.0±0.8^{bB}	2.2±0.5^{abA}	2.2±0.9^{aA}	2.5±0.5^{aAB}
	Malik asit	1.7±0.5^{aA}	2.5±0.5^{abA}	2.0±0.8^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Laktik asit	2.2±0.9^{aAB}	3.2±0.5^{bB}	1.2±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Tartarik asit	2.5±0.5^{aA}	2.2±0.9^{abA}	1.5±0.5^{aA}	2.2±0.5^{aA}
	Kontrol	4.2±0.5^{bC}	3.5±0.5^{bBC}	2.2±0.5^{aA}	2.7±0.5^{aAB}
Genel beğeni	Nişasta	1.5±0.5^{aA}	3.0±1.1^{aA}	2.2±0.9^{aA}	1.7±0.5^{aA}
	Sirke	2.0±0.8^{abcA}	2.2±1.2^{aA}	3.0±0.8^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Asetik asit	2.0±0.8^{abcA}	1.7±0.5^{aA}	2.5±0.5^{aA}	1.7±0.5^{aA}
	Sitrik asit	3.5±1.0^{bcA}	2.0±0.8^{aA}	2.7±0.5^{aA}	2.5±0.5^{abA}
	Malik asit	1.5±0.5^{aA}	2.0±1.1^{aA}	1.7±0.5^{aA}	1.5±0.5^{aA}
	Laktik asit	1.7±0.5^{abA}	3.0±1.4^{aA}	2.0±1.1^{aA}	1.7±0.5^{aA}
	Tartarik asit	2.5±0.5^{abcA}	2.0±1.1^{aA}	1.7±0.9^{aA}	1.7±0.5^{aA}
	Kontrol	3.7±1.2^{cA}	3.2±0.9^{aA}	2.5±0.5^{aA}	3.5±0.5^{bA}

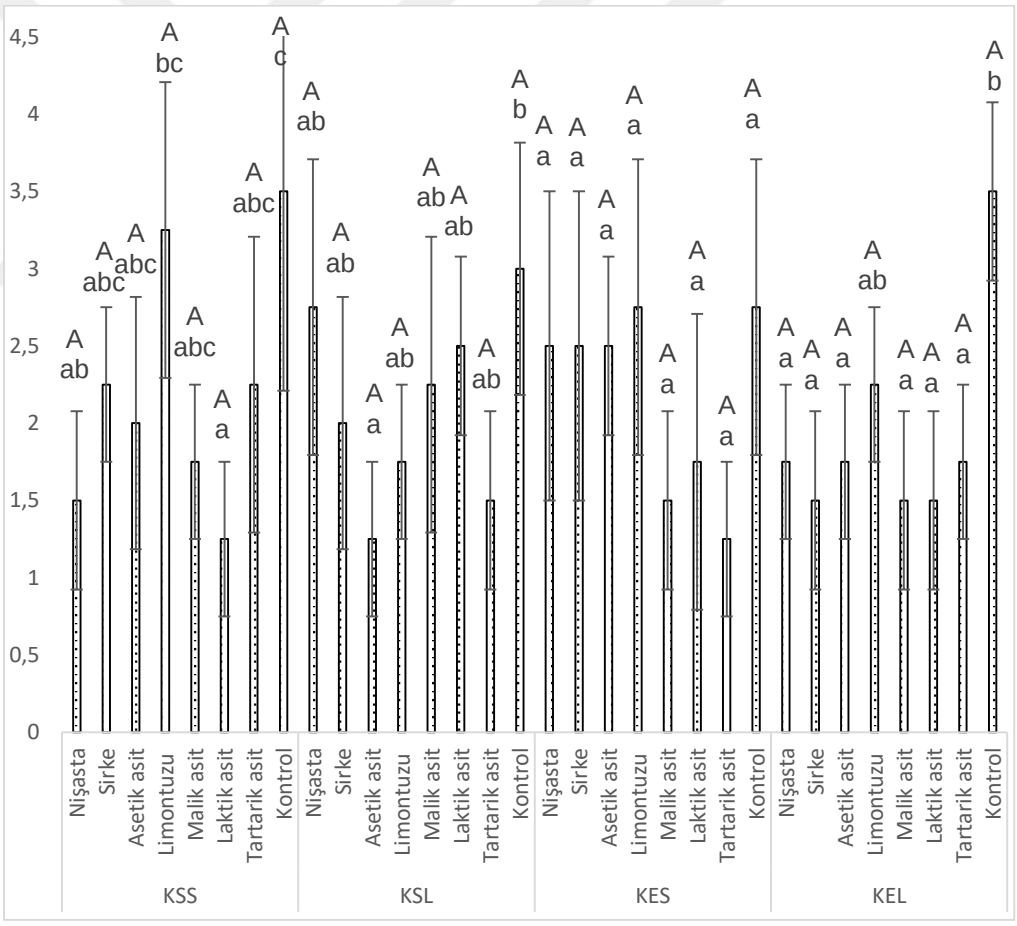
5:Çok iyi 4: İyi 3:Orta 1:İyi değil 1:Kötü

Tukey testine göre aynı sütundaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin duvar materyallerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)

Tukey testine aynı satırdaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

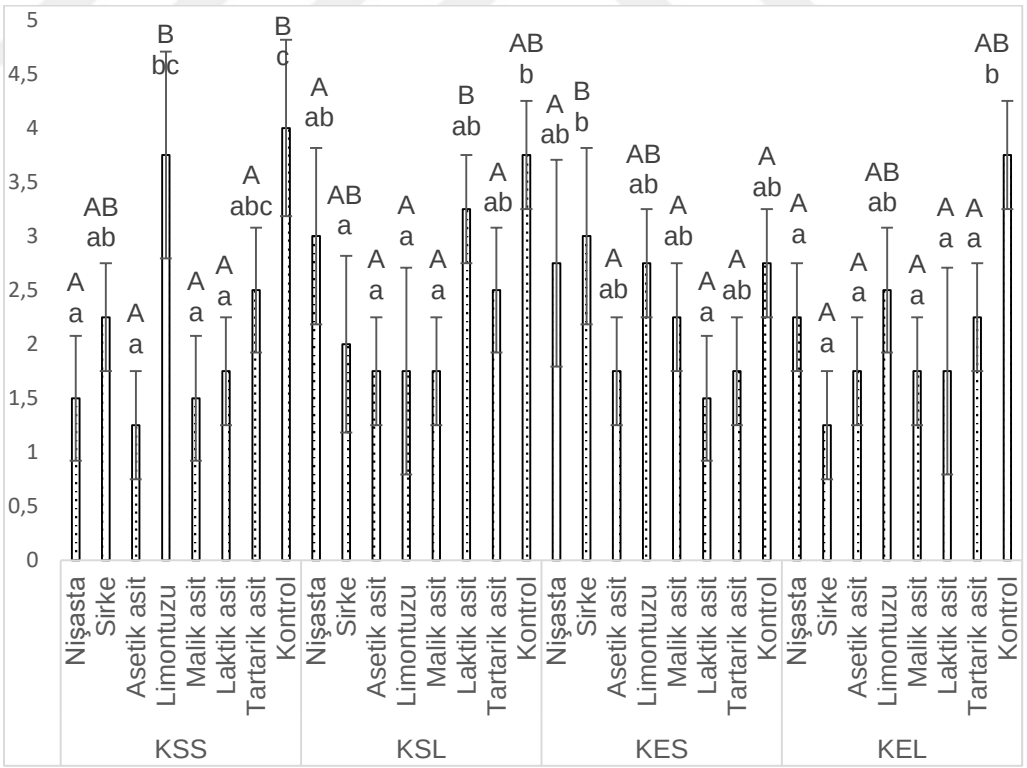
Duyusal analiz parametrelerinden koku, Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında önemli bir duyusal değerlendirme kriteridir. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında yapılan koku duyusal özellik analiz sonuçları Çizelge 4.29. ve Şekil 4.16.'da verilmiştir. KSS'de kontrol 3.5 puan ile orta düzey üzerinde özellik

göstermiş ve en yakın değer 3.2 puan ile Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örnekte tespit edilmiştir. KSL' de kontrol 3.0 puan ile iyi derecede koku özelliği göstermiş ve buna en yakın değer 2.7 puan ile nişasta kaplama materyalinin kulllanıldığı numunede gözlemlenmiştir. KES'de en iyi özellik gösteren ve kontrol numunesinden daha yüksek değere sahip numune nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örnekte gözlemlenmiştir. KEL'de ise kontrol 3.5 puan ile orta düzeyinin üstünde özellik göstermiş ve buna en yakın değer 2.2 puan ile Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişasta örneğinde bulunmuştur. Genel olarak incelendiğinde koku özelliğinin orta değerinin altında olduğu tespit edilmiştir. Değerler istatistiksel olarak değerlendirildiğinde duvar ve metot karşılaştırmaları arasında önemli farklılıklar bulunmamıştır ($p>0.05$).



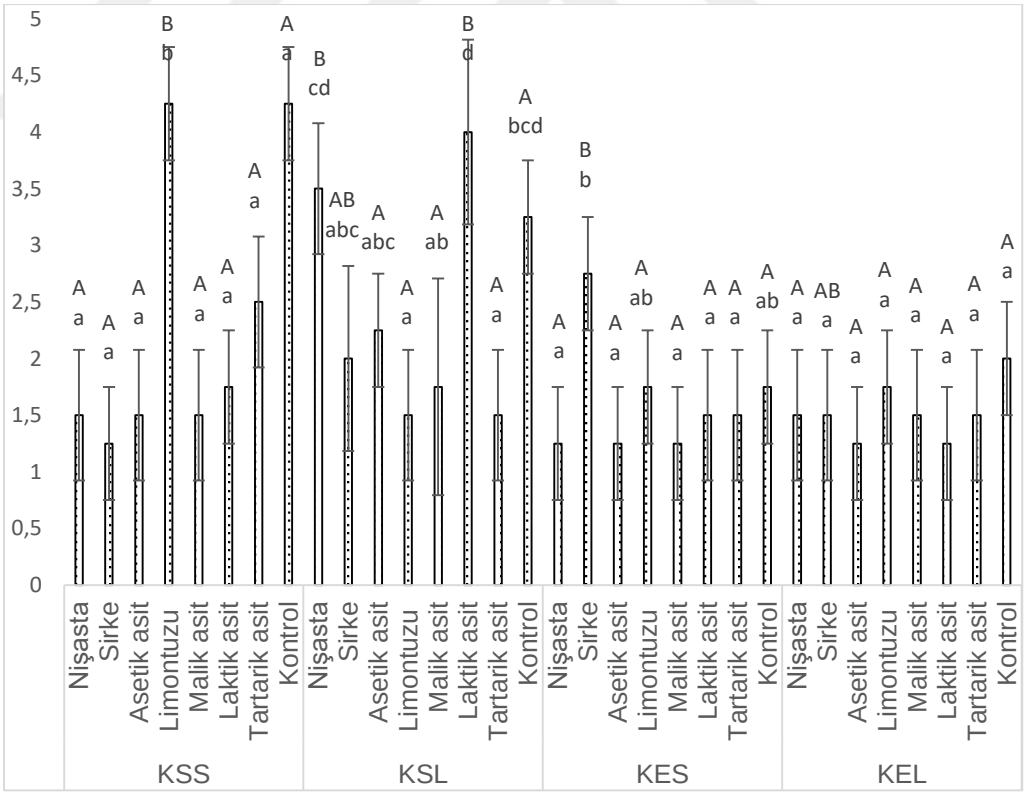
Şekil 4.16. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların koku özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği

Duyusal analizlerde incelenen bir diğer kriter tat ve aroma özelliğidir. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında yapılan tat ve aroma duyusal özellik sonuçları Çizelge 4.29. ve Şekil 4.17.'de verilmiştir. KSS'de kontrol 4 puan ile iyi derecede özellik göstermiş ve en yakın değer 2.7 puan ile Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örnekte saptanmıştır. KSL' de kontrol 3.7 puan ile orta derece üzerinde tat ve aroma özelliği göstermiş ve buna en yakın değer 3.0 puan ile orta derecede nişasta kaplama materyalinin kulllanıldığı numunede gözlemlenmiştir. KES'de en iyi özellik gösteren ve kontrol numunesinden daha yüksek değere sahip 3.0 puan ile sirke ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örnekte tespit edilmiştir. KEL'de ise kontrol 3.7 puan ile orta düzeyinin üstünde özellik göstermiş ve buna en yakın değer 2.5 puan ile kötü özellik gösteren Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişasta örneğinde bulunmuştur. Genel olarak incelendiğinde tat ve aroma özelliğinin orta değerinin altında olduğu tespit edilmiştir. Duvar materyalleri arasında genel olarak fark bulunmaktadır ($p<0.05$). Ancak metotlar arasında bazıları hariç istatistiksel olrak önemli farklılıklar bulunamamıştır ($p>0.05$).



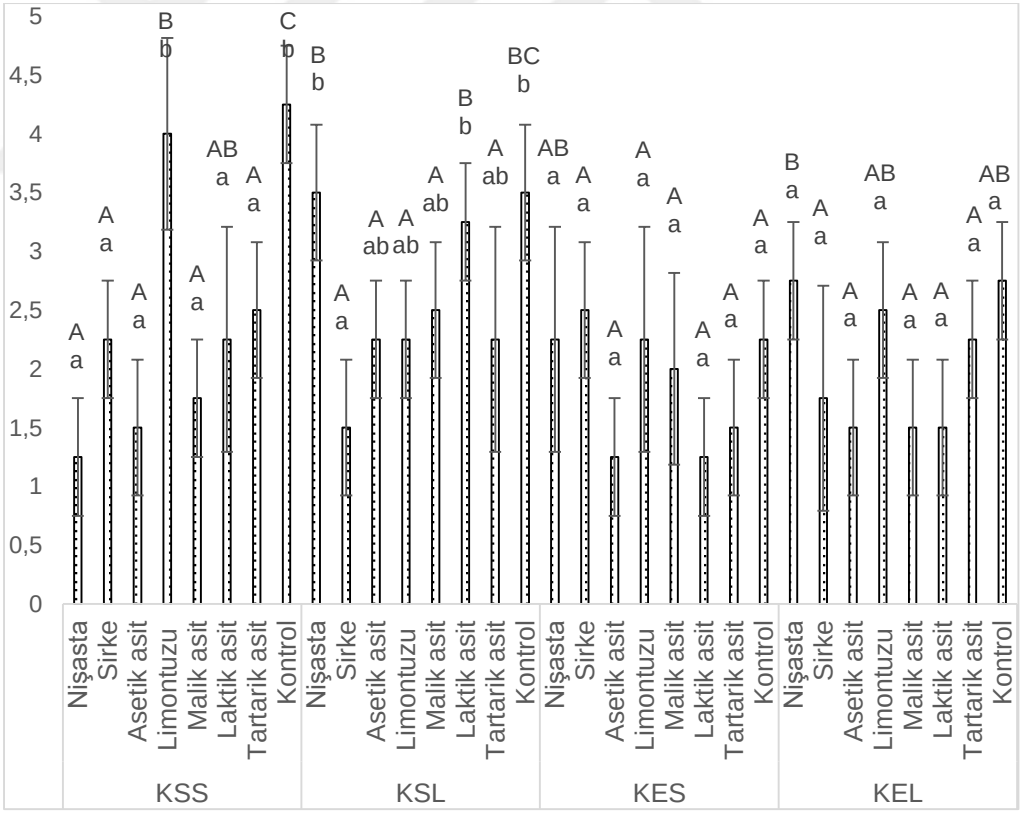
Şekil 4.17. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların tat ve aroma duyusal analiz değerlerinin değişim grafiği

Kekik bitkisinde duyusal özellik olarak acılık istenilen bir kriterdir. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında yapılan acılık duyusal özellik sonuçları Çizelge 4.29. ve Şekil 4.18.'de verilmiştir. KSS'de kontrol ve Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak kullanıldığı örnek 4.2 puan ile iyi derecenin üstünde özellik göstermiştir. KSL' de 4.0 puan alan laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak kulllanıldığı örnek iyi derecede özellik göstermiş ve kontrolden daha yüksek sonuç elde edilmiştir. KES'de en iyi özellik gösteren ve kontrol numunesinden daha yüksek değere sahip 2.7 puan ile sirke ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örnekte tespit edilmiştir. KEL'de ise kontrol 2.0 puan ile orta düzeyinin altında özellik göstermiş ve buna en yakın değer 1.7 puan ile kötü özellik gösteren Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişasta örneğinde bulunmuştur. Genel olarak incelendiğinde acılık özellik orta değerini altında saptanmıştır. Numune türü ve metotlar arasında değişkenlik göstermekle birlikte bazı duvar materyalleri arasında farklılıklar gözlemlenmiştir ($p<0.05$).



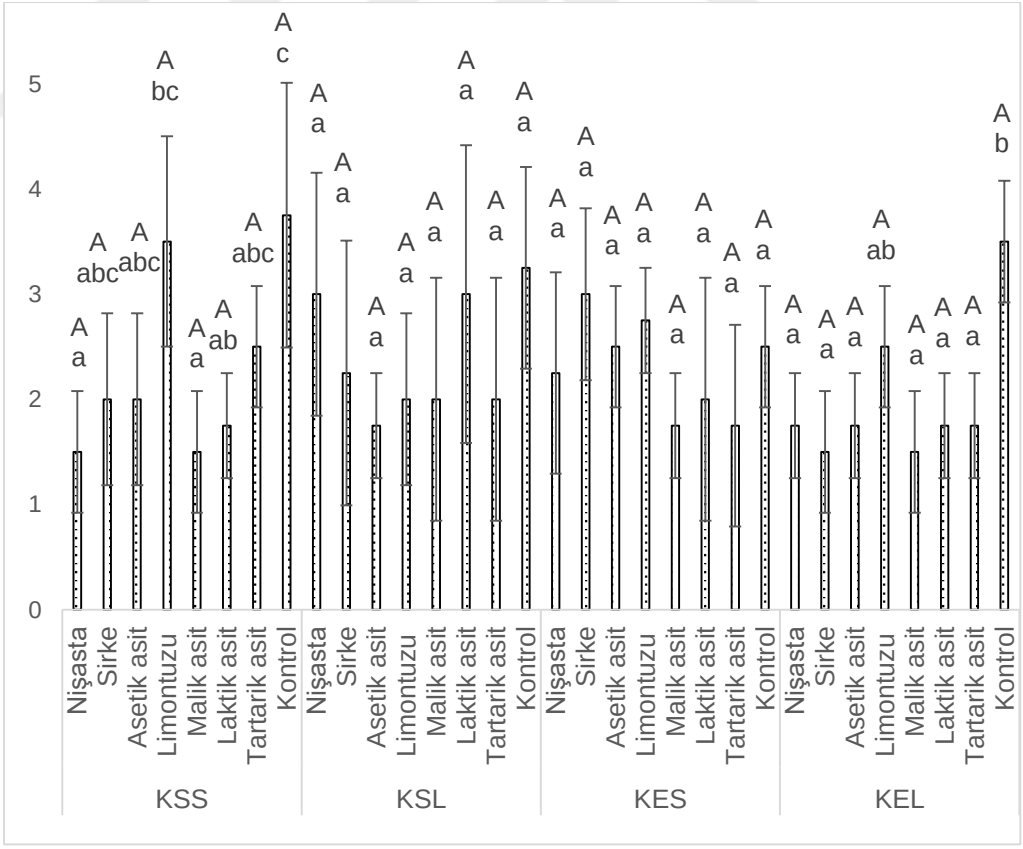
Şekil 4.18. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların acılık duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği

Duyusal analizlerde gecikmiş tat istenilen ve önemli bir değerlendirme kriteridir. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında yapılan gecikmiş tat özellik sonuçları Çizelge 4.29. ve Şekil 4.19.'da verilmiştir. KSS'de kontrol 4.2 puan ile iyi derecenin üzerinde özellik göstermiş ve en yakın değer 4.0 puan Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak kullanıldığı örnekte saptanmıştır. KSL' de kontrol ve nişasta ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak kulllanıldığı örnekte 3.5 puan ile orta değerin üzerinde özellik göstermişlerdir. KES'de en iyi özellik gösteren ve kontrol numunesinden daha yüksek değere sahip 2.5 puan ile sirke ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örnekte tespit edilmiştir. KEL'de ise kontrol 2.7 puan ile orta düzeyinin altında özellik göstermiş ve nişastanın kaplama materyali olarak kullanıldığı örnekte aynı sonuç bulunmuştur. Değerler istatistiksel olarak değerlendirildiğinde duvar ve metotlar arasında değişken sonuçlar elde edilmiştir.



Şekil 4.19. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların gecikmiş tat duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği

Genel beğeni kriteri duyusal analizlerde diğer kriterlerin ortalaması alınarak yapılan bir değerlendirmedir. Kekik suyu ve ekstrelerinin enkapsüle tozlarında yapılan genel beğeni duyusal özellik sonuçları Çizelge 4.29. ve Şekil 4.20.'de verilmiştir. KSS'de kontrol 3.7 puan ile iyi derecenin üzerinde özellik göstermiş ve en yakın değer 3.5 puan değerinde Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak kullanıldığı örnekte saptanmıştır. KSL' de kontrol 3.2 puan ile orta değerin üzerinde özellik göstermiş ve en yakın örnekler 3.0 puan ile nişasta ve laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kullanıldığı örneklerde bulunmuştur. KES'de en iyi özellik gösteren ve kontrol numunesinden daha yüksek 3.0 değere sahip sirke ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örnekte bulunmuştur. KEL'de ise kontrol 3.5 puan ile orta düzeyin üstünde özellik göstermiş ve en yakın değer 2.5 puan değerine sahip Sitrik asitin kaplama materyali olarak kullanıldığı örnek olmuştur. Sonuçlar arasında duvar ve metot karşılaştırılmasında önemli farklılıklar tespit edilmemiştir ($p<0.05$).



Şekil 4.20. Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozların Genel beğeni duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği

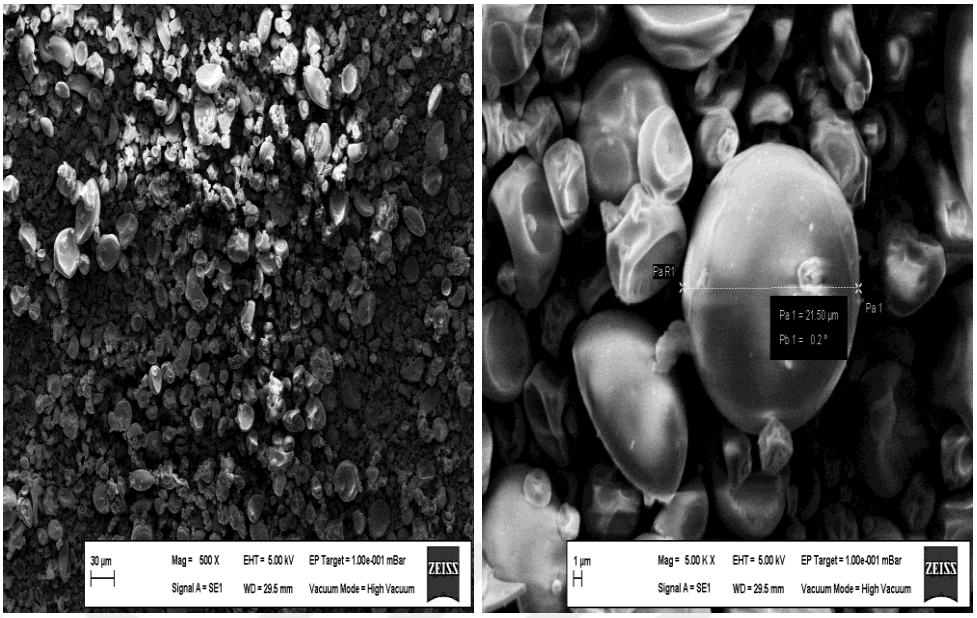
Duyusal analiz sonuçları değerlendirildiğinde kekik suyu örneklerinin kekik ekstrelerden daha yüksek özellik gösterdiği gözlemlenmiştir. Genel olarak Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kullanıldığı örneklerde daha yüksek değerler elde edilmiştir.

4.11. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüle Tozlarının SEM Analiz Görüntüleri

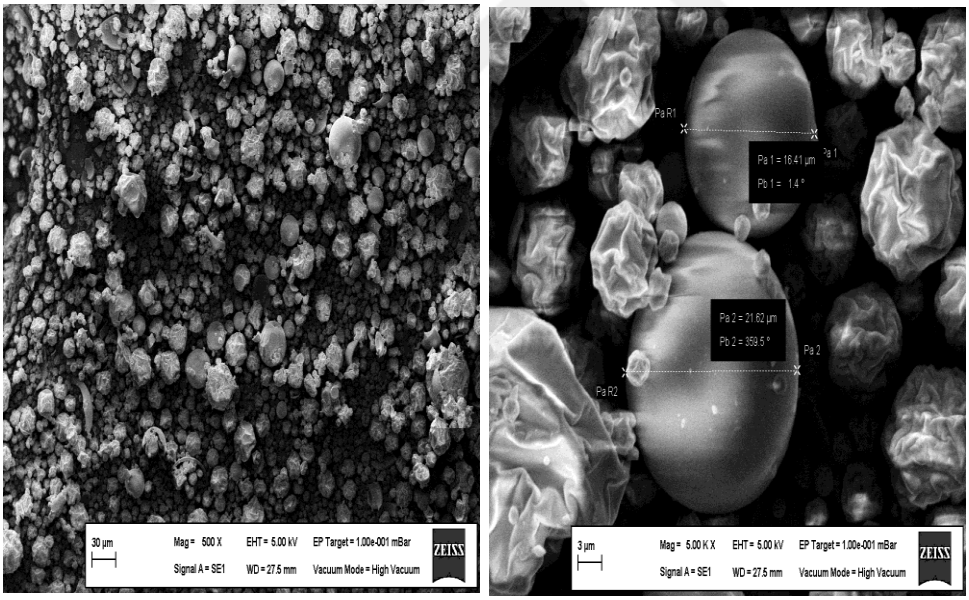
Enkapsülasyon sonrası üretilen tozların morfolojik özelliklerinin yorumlanması için taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntüler alındı. Görüntü çekimleri 500, 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülerek çekildi. Kapsülasyonun fiziksel görünümleri bu fotoğraflara göre yorumlandı. Duvar içerisinde mikrokürecik yapıların maksimum doluluk kapasiteleri, reçetelerde uygulanan duvar malzeme enkapsülasyonun maksimum seviyede olması ile yorumlandı. Bazı fotoğraflar ise maksimum doluluğa erişememiş hafif yassılaşmış formda gözlendi. Bu durum ise kapsülasyonun istenilen seviye ve verimde olmaması anlamına gelmektedir. SEM görüntülerinin 1000 ve 3000 kat yakınlaştırılmış Şekilleri EKLER kısmında yer almaktadır.

4.11.1. Püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edilen tozların SEM görüntüleri

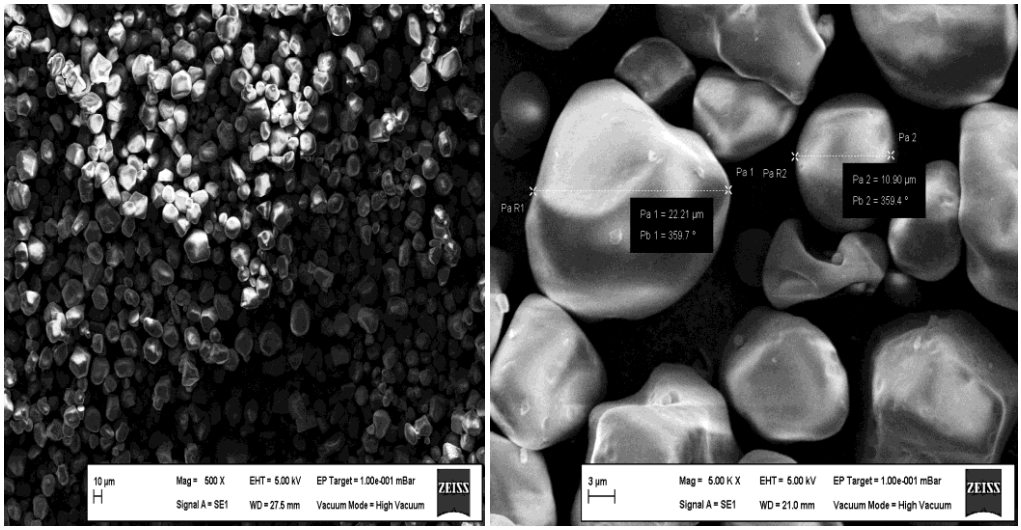
Çalışmada Referans KM olarak kabul edilen MD/GA kaplama materyalinin KSS ve KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri Şekil 4.21. ve Şekil 4.22.'de verilmiştir. Verilen görüntüler 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış Şekilde gösterilmektedir. Görüntüler incelendiğinde kekik suyu ve ekstre ürünlerinin. mikro kürecikleri maksimum seviyede doluluğa yaklaştırdığı tespit edilmiştir. Bu durum kapsülasyonun maksimum seviyeye yakın olduğunu göstermektedir. Ancak SEM görüntüleri 500 kat yakınlaştırıldığında, bazı küreciklerin yassılaşmış bir formda düşük kapsülasyon performansında oluştuğu anlaşılmıştır. Bu durum kapsülasyonlarda bazı küreciklerin kaplama yapabildiği ancak maksimum seviyede kapsülasyonun olmadığı olarak yorumlanmaktadır. 5000 kat yakınlaştırılmış görüntülerde mikroküreciklerin çapları da ölçülmüştür. Buna göre kekik suyu tozlarının çapı 21.50 µm ve kekik ekstre tozlarının çapları ise ortalama 19.01 µm çapında bulunmuşur.



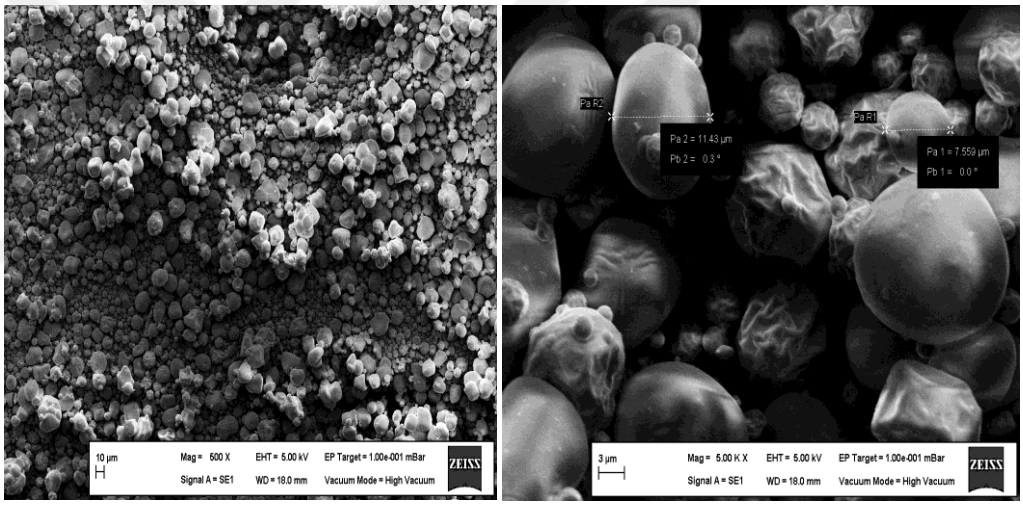
Şekil 4.21. MD/GA kaplama materyalinin KSS'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri



Şekil 4.22. MD/GA kaplama materyalinin KES'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri



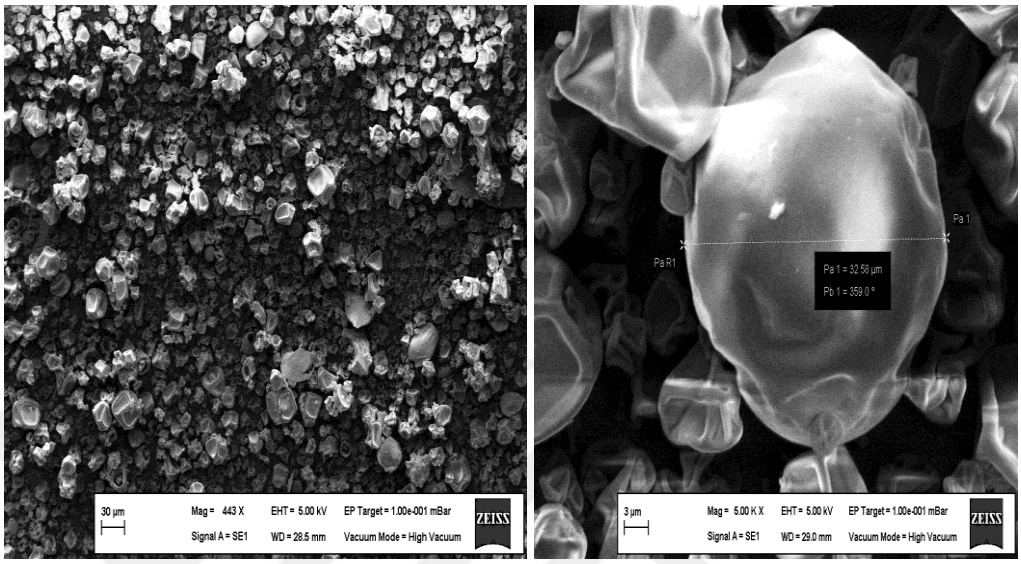
Şekil 4.23. Nişasta kaplama materyalinin KSS'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri



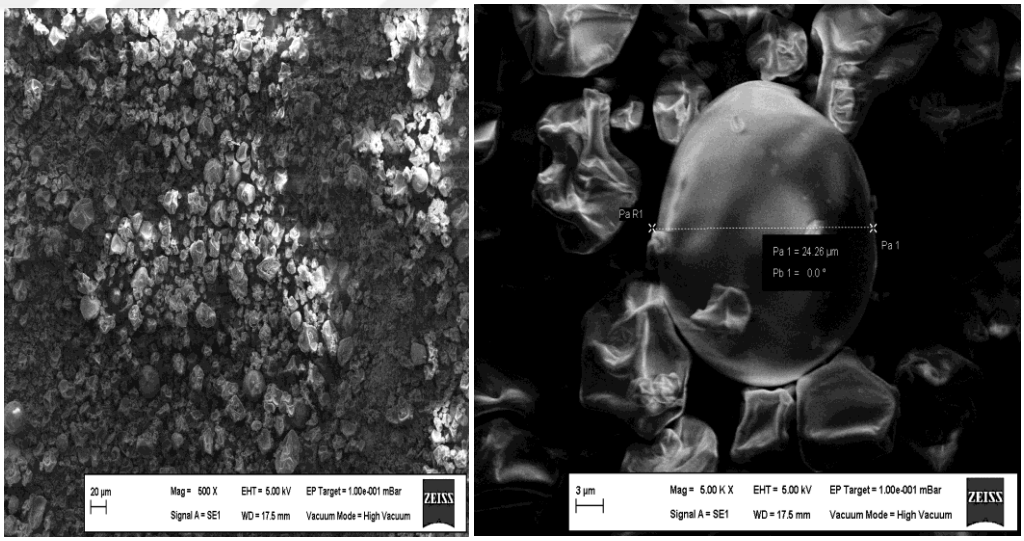
Şekil 4.24. Saf Nişasta kaplama materyalinin KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Saf Nişasta kaplama materyalinin KSS ve KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri Şekil 4.23. ve Şekil 4.24.'te Verilmiştir. Görüntüler 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış biçimde gösterilmiştir. Görüntüler incelendiğinde KSS'den elde edilen tozların mikrokürecik yapıları balon şeklinde olmadığı bu yüzden kapsülleme işleminin düşük olduğu gözlemlenmiştir. KES'den elde edilen tozların yapısı balon şeklinde ama MD/GA ile kıyaslandığında kapsüllemenin düşük miktarda olduğu gözlenmektedir. Ayrıca 5000 kat yakınlaştırılmış görüntülerde mikroküreciklerin çaplarıda ölçülmüştür. Buna göre

kekik suyunun partikül çapı ortalama 16.55 µm ve kekik ekstresinin çapı ise ortalama 9.5 µm olarak ölçülmüştür. Partikül çaplarından da anlaşılacağı üzere nişasta ile enkapsüle edilmiş tozların düşük kaplama gösterdiği gözlemlenmektedir.



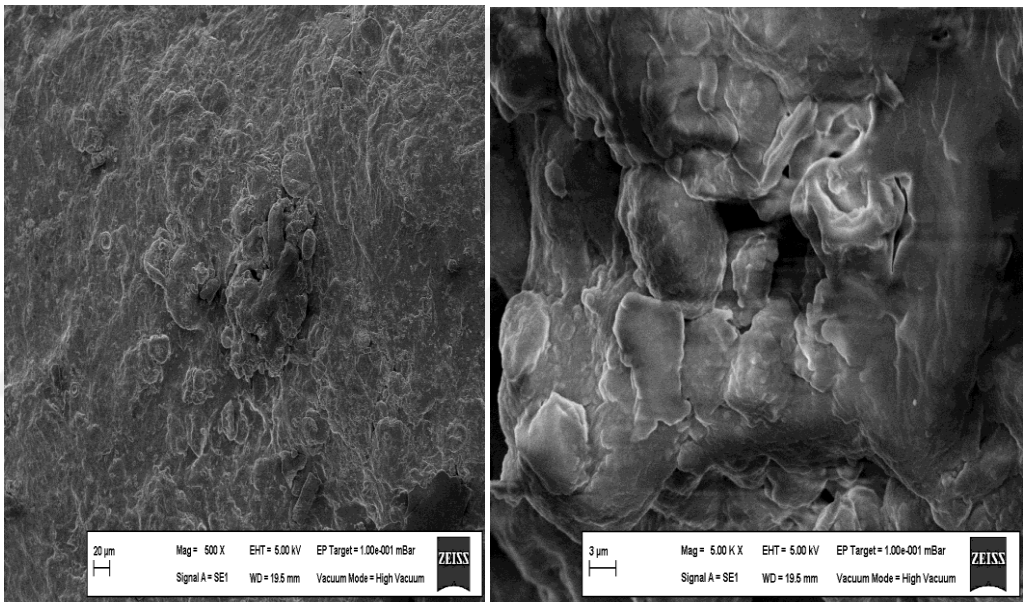
Şekil 4.25. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen tozların SEM görüntüleri



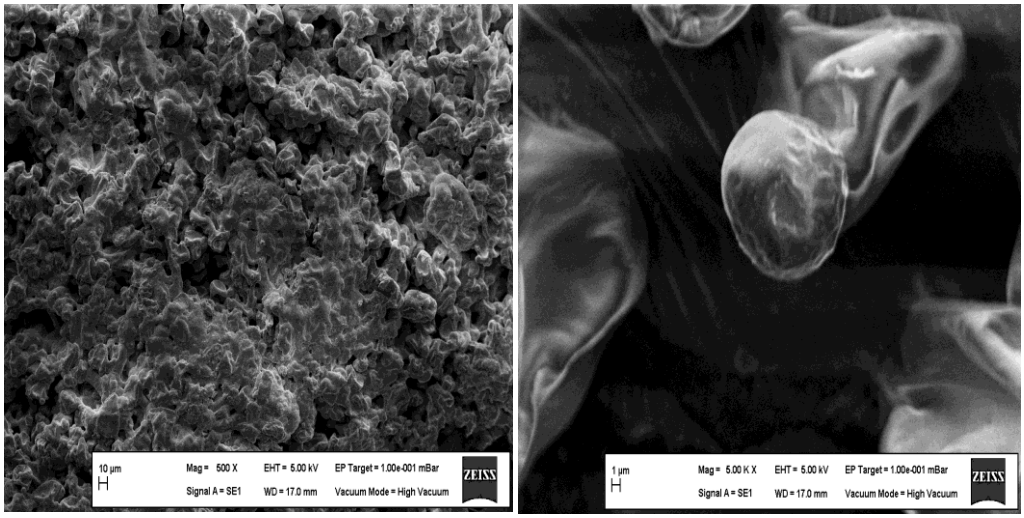
Şekil 4.26. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen tozların SEM görüntüleri

Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS ve KES'de kullanılması ile elde edilen Enkapsüle tozların görüntüleri 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış biçimde Şekil 4.25. ve Şekil 4.26.'da verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde mikro küreciklerin

balon şeklinde ve maksimum seviyeye yakın kapsüllemenin oluştuğunu göstermektedir. Ancak 500 kat yakınlaştırılmış görüntüler incelendiğinde tam doluluğa ulaşmamış yassı şeklinde yapılar da mevcuttur. Bu yüzden kapsüllemenin başarılı olduğu ama yüzde yüz olmadığı gözlemlenmektedir. Mikro küreciklerin çapları da 5000 kat yakınlaştırılmış görüntülerde verilmiştir. Kekik suyunun enkapsüle tozundaki mikro kürecik çapı 32.58 µm ve kekik ekstre 24.26 µm olarak ölçülmüştür. Kürecik çaplarının boyutu referans olan MD/GA kaplama materyalinden daha yüksek bulunmuştur. Bu sonuç asetillendirme işlemi ile elde edilen KM başarılı oluşunu desteklemektedir.

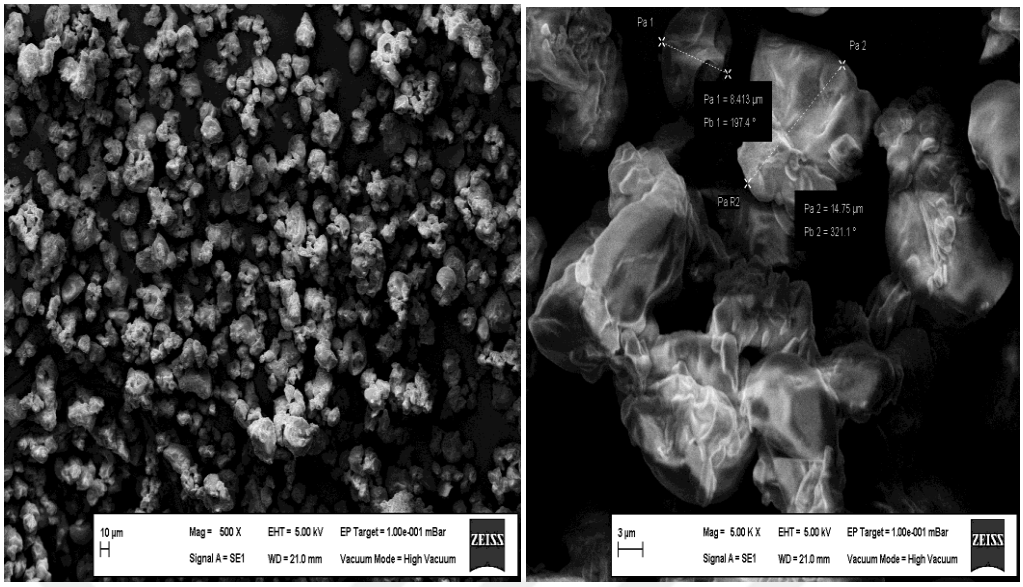


Şekil 4.27. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

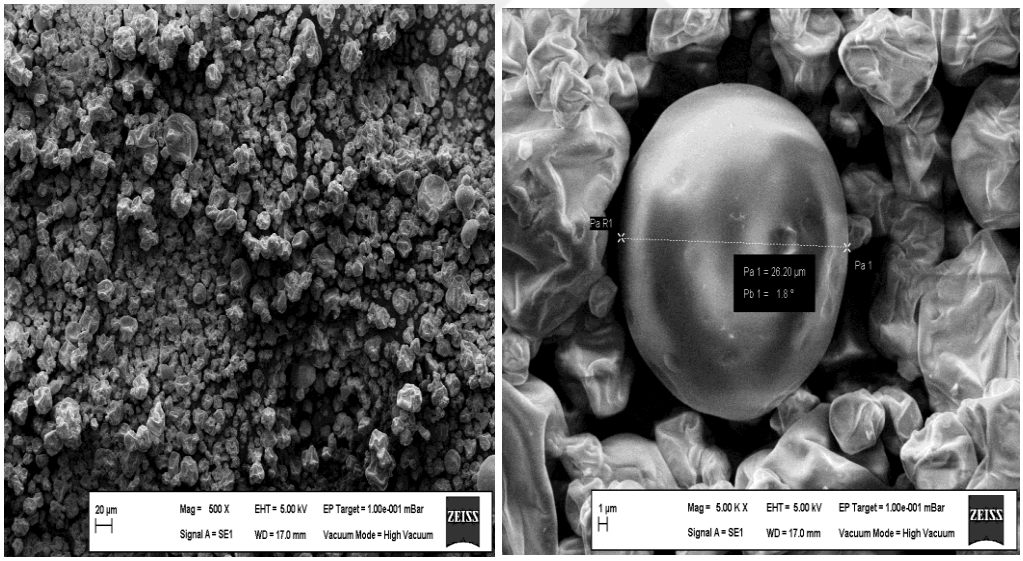


Şekil 4.28. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS ve KES'den elde edilen enkapsüle tozların 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış SEM görüntüleri Şekil 4.27. ve Şekil 4.28.'de Verilmiştir. Görüntülerde yapının mikro kürecik yapıdan ziyade yapışkan ve deformasyona uğramış Şekilde görülmektedir. Diğer kaplama materyallerine kıyasla farklı yapı tespit edilmiştir. Kaplamaların birbirlerine bütünleşik yapıda olduğu gözlemlenmiştir. Genellikle bu yapıda gözlemlenen veriler, mikroenkapsülasyonun yanı sıra nanoenkapsülasyon olarak yorumlanmıştır. Bu yorumu desteklemesi amacı ile XRD analizi ile boyut ölçümleri yapılmıştır. Nanoenkapsülasyon hakkında yorumlanan SEM fotoğrafları, XRD verileri ile desteklenmiştir.



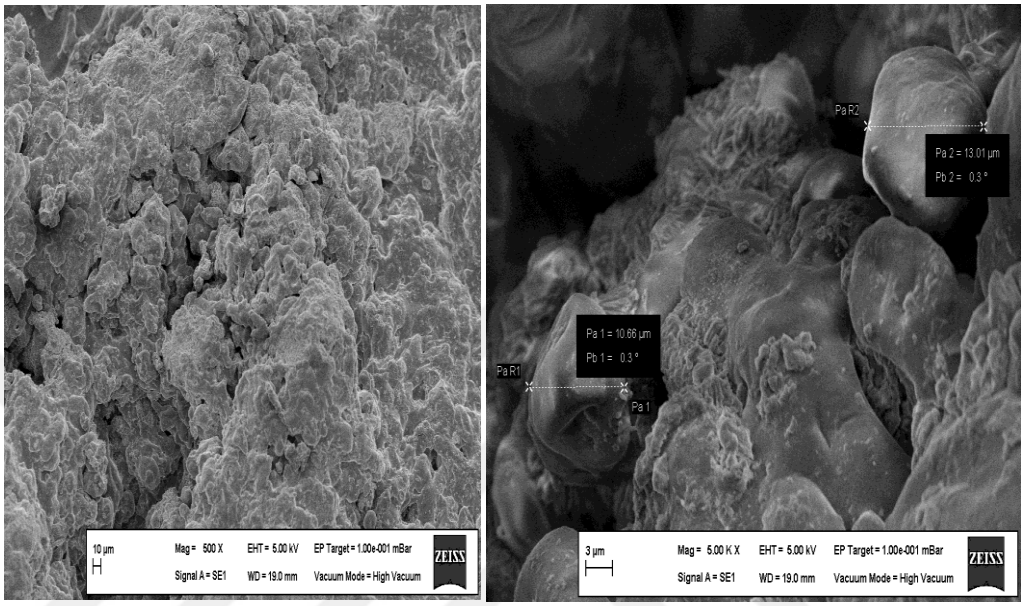
Şekil 4.29. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri



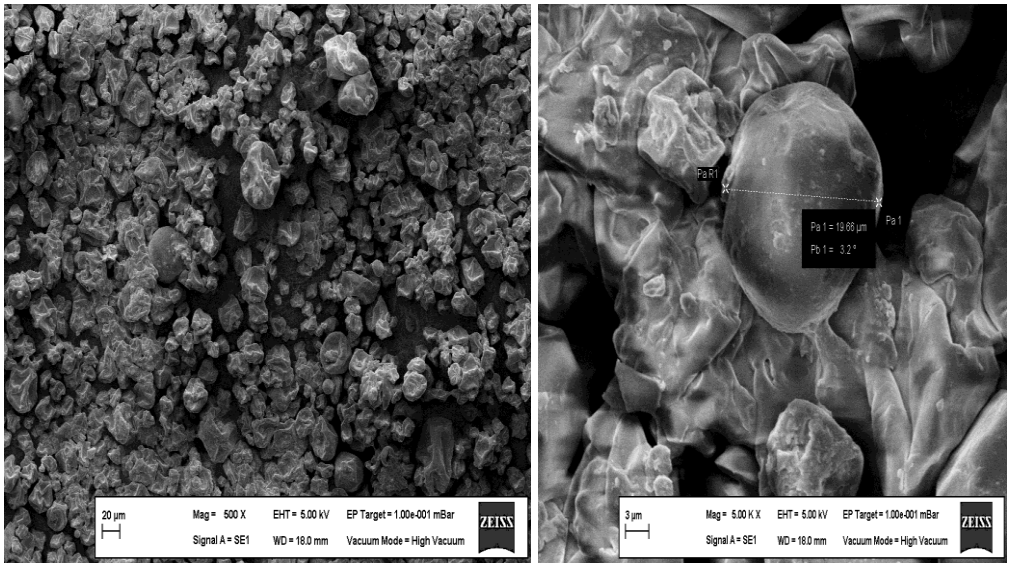
Şekil 4.30. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılması ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS ve KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri Şekil 4.29.ve Şekil 4.30.'da verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde KSS'den elde edilen enkapsüle tozların görüntüsü yassı şeklinde ve düşük kapsüllemenin oluştuğunu göstermektedir. KES'den elde edilen enkapsüle tozlarda ise balon şeklinde maksimum doluluğa yakın kapsüllemenin oluştuğu görülmektedir. Ancak 500 kat yakınlaştırılmış görüntülerde yassı şeklinde

yapılarda tespit edilmiştir. Kapsüllemenin başarılı olduğunu ancak maksimum seviyede oluşmadığını göstermektedir. Ayrıca 5000 kat yakınlaştırılmış görüntülerde mikro küreciklerin çaplarıda ölçülmüştür. Kekik suyunun partikül çapı ortalama 11.57 µm ve kekik ekstresinin partikül çapı ise 26.20 µm olarak belirlenmiştir.

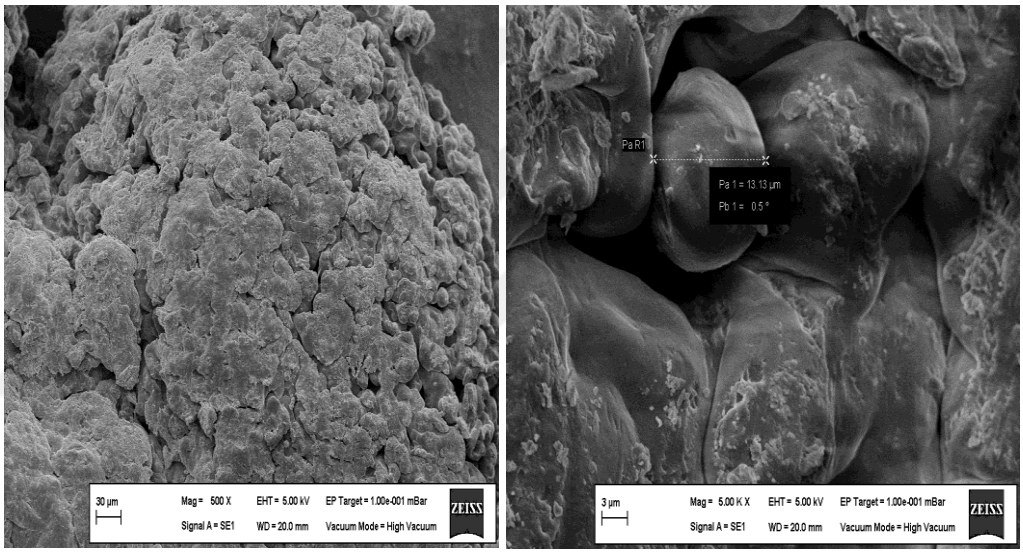


Şekil 4.31. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

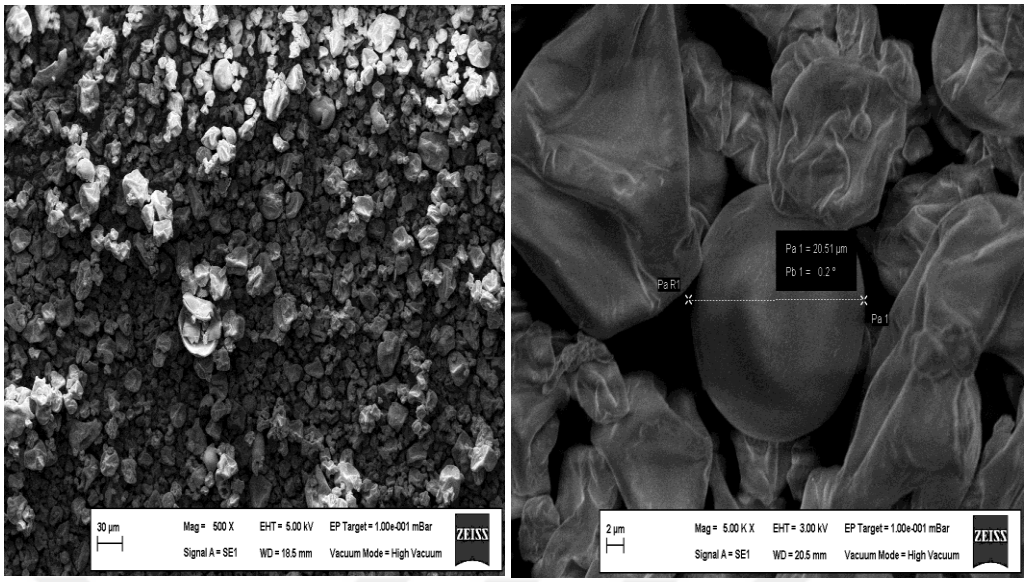


Şekil 4.32. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS ve KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri Şekil 4.31. ve Şekil 4.32.'de Verilmiştir. SEM görüntüleri 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış biçimde gösterilmiştir. Görüntüler incelendiğinde KES'den elde edilen tozların KES'den daha iyi mikro küreciklerin oluştuğu görülmektedir. Genel olarak değerlendirildiğinde kapsülleme işleminin yapıldığı ancak referans MD/GA ve Sirke ile asetillendirilmiş KM'den daha düşük olduğu gözlemlenmektedir. 5000 yakınlaştırılmış görüntülerde partikül çaplarıda ölçülmüştür. kekik suyunun partikül çapı ortalama 12 µm ve kekik ekstresinin partikül çapı 19.66 µm olarak tespit edilmiştir..

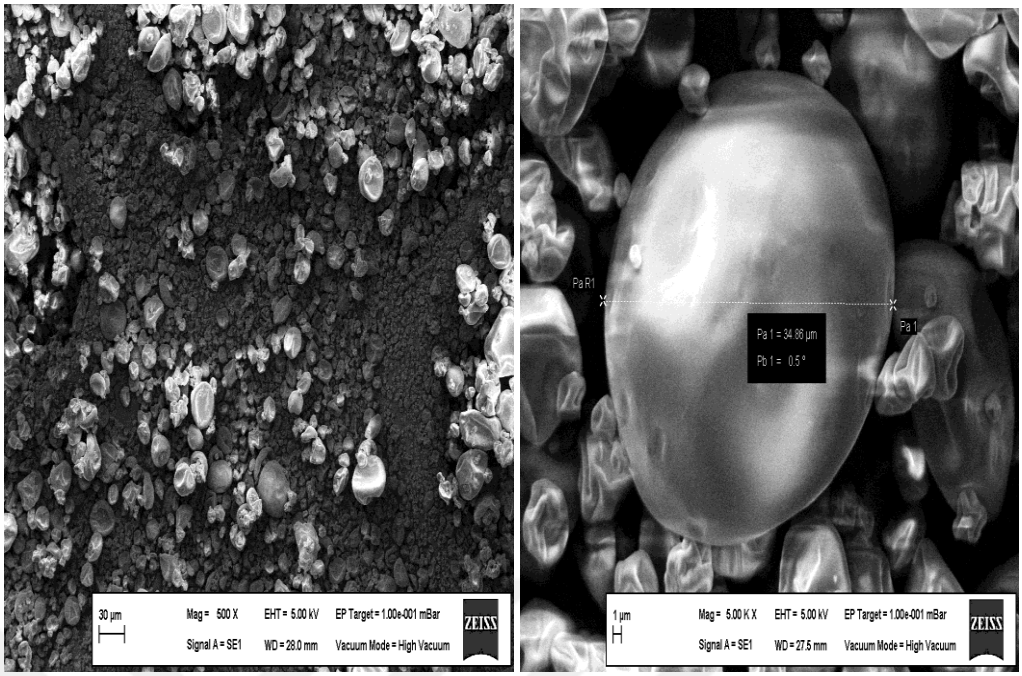


Şekil 4.33.Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

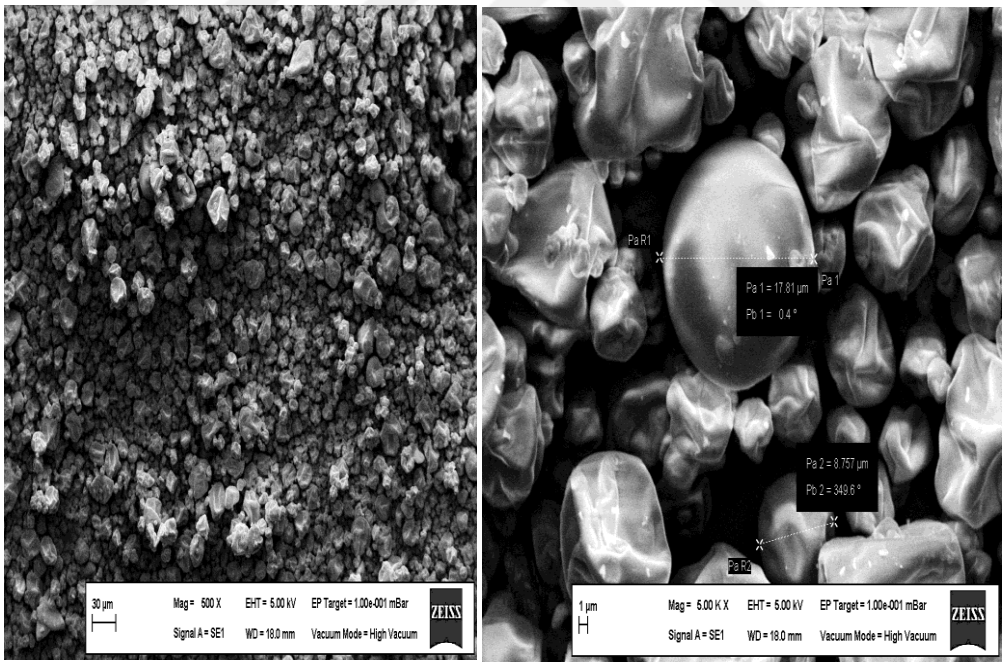


Şekil 4.34. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS ve KES'de kullanılması ile elde edilen Enkapsüle tozların 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış SEM görüntüleri Şekil 4.33. ve Şekil 4.34.'te verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde mikro küreciklerin balon şeklinde olmadığı gözlemlenmiştir. kapsüllemenin yapıldığı ancak yüksek seviyeye yakın olmadığı görülmektedir. MD/GA , Sirke ve Tartarik asitin KM olarak kullanıldığı örneklerden daha düşük kapsülleme yapıldığı tespit edilmiştir. Mikro küreciklerin çapları da 5000 kat yakınlaştırılmış görüntülerde verilmiştir. kekik suyu ve ekstresinin partikül çapları sırasıyla 13.13 ve 20.5 µm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.35. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri



Şekil 4.36. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

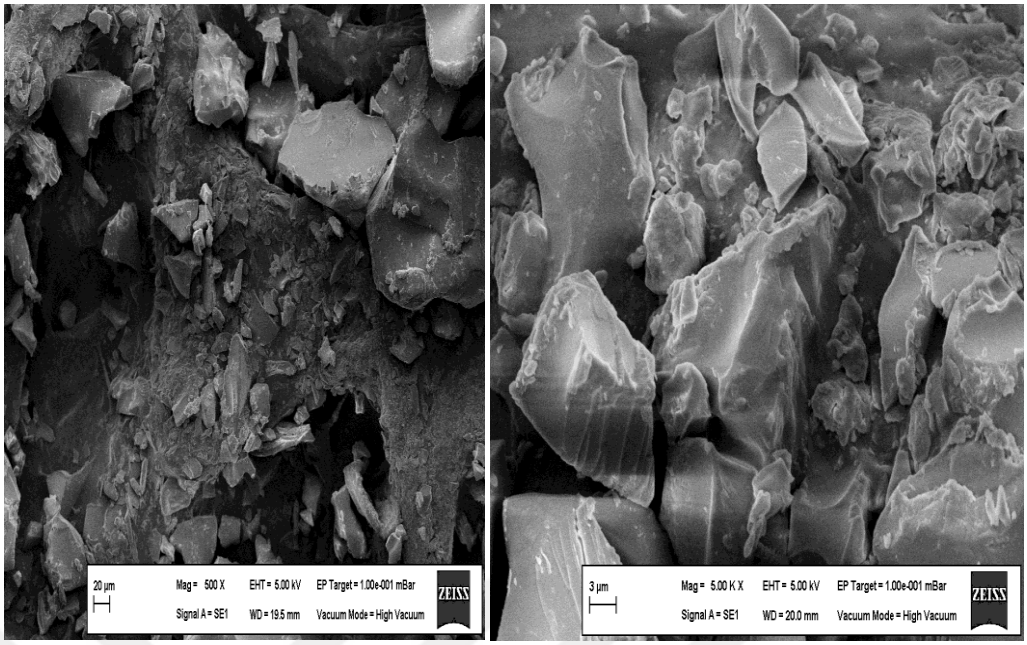
Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSS ve KES'de kullanılması ile elde edilen Enkapsüle tozların 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış SEM

görüntüleri Şekil 4.35. Ve Şekil 4.36.'da verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde mikro küreciklerin balon şeklinde ve maksimum seviyeye yakın kapsüllemenin oluştuğunu göstermektedir. Ancak 500 kat yakınlaştırılmış görüntüler incelendiğinde tam doluluğa ulaşmamış yassı şeklinde yapılar da mevcuttur. Bu yüzden kapsüllemenin başarılı olduğu ama yüzde yüz olmadığı gözlemlenmektedir. Mikro küreciklerin çapları da 5000 kat yakınlaştırılmış görüntülerde verilmiştir. kekik suyunun enkapsüle tozundaki mikro kürecik çapı 34.86 µm ve kekik ekstre 17.81 µm olarak ölçülmüştür. Tartarik asitle yapılan kapsülasyonun MD/GA kaplama materyaline yakın kapsüllemenin yapıldığı gözlemlenmiştir.

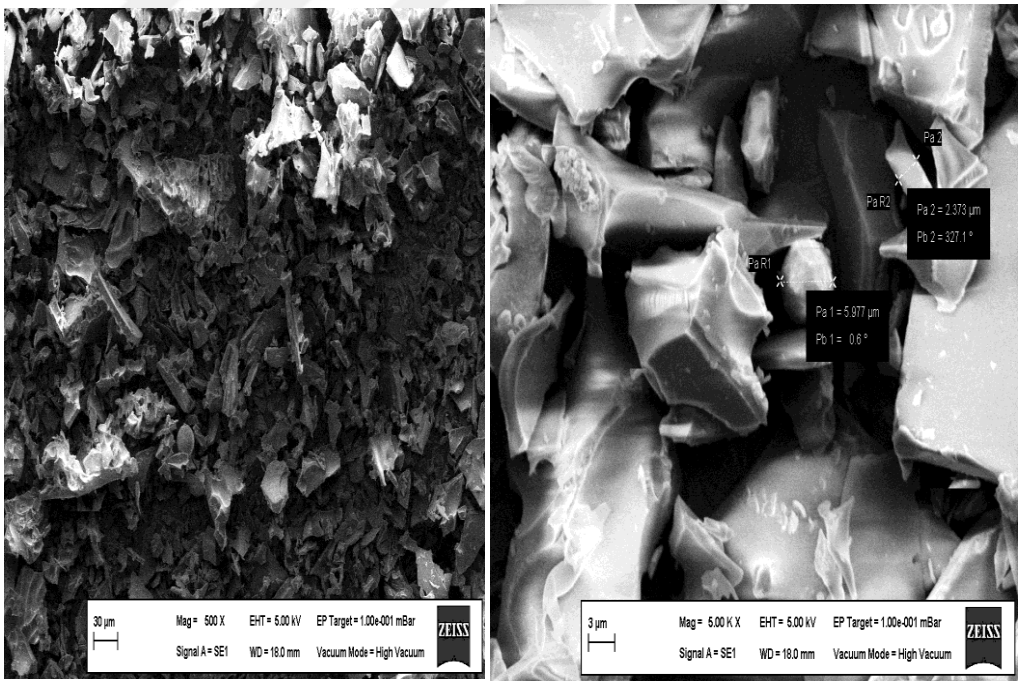
Archania ve ark. (2019), *Hibiscus sabdariffa* L. (Kerkede) bitkisi ekstraktını gam arabik-maltodekstrin ile enkapsüle etmişlerdir. Mikroenkapsüllerin yüzeylerinin pürüzsüz olduğunu ve herhangi bir kopukluk olmadığını gözlemlenmişlerdir. Sonuçların benzer çıkması sebebiyle çalışmamızla paralellik göstermektedir.

4.11.2. Dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Kekik suyu ve ekstrelerinde referans KM olarak MD/GA kullanılarak Liyofilizasyon cihazında kurutma işlemi yapılmıştır. Enkpasüle edilen tozların SEM görüntüleri Şekil 4.37. ve Şekil 4.38.'de 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış şekilde verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde KSS ve KES'den elde edilen tozların SEM görüntülerinde olan mikro kürecik yapılar tespit edilmemiştir. Bu görüntülerde yapıların düzlemsel ve pürüzsüz olduğu gözlemlenmiştir. Bu nedenle mikroenkapsülasyon işlemi yerine nanoenkapsülasyon yapıldığı düşünülmektedir. Bu yüzden enkapsüle tozların XRD analizleri yapılmıştır.



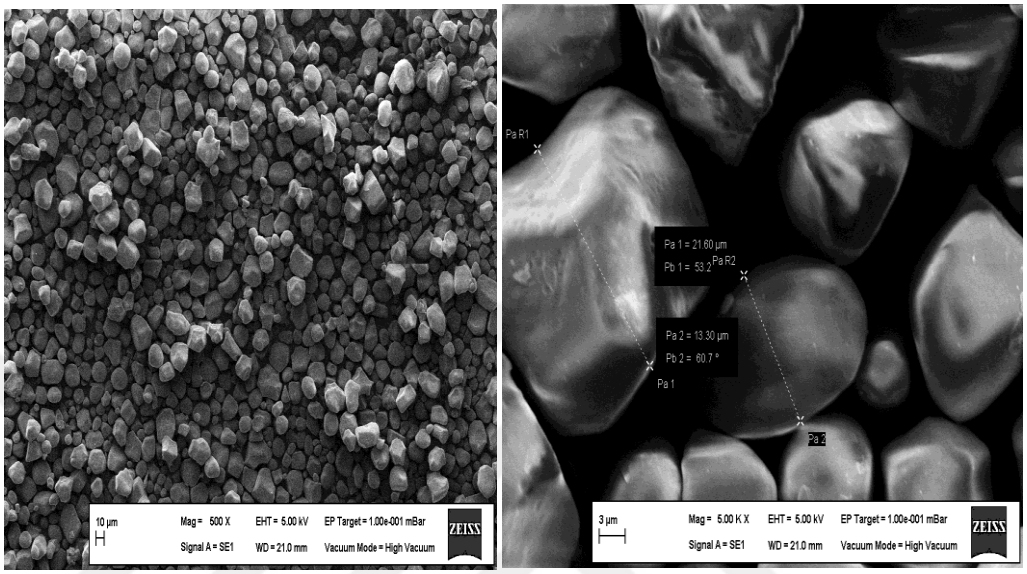
Şekil 4.37. MD/GA KM'nin KSL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri



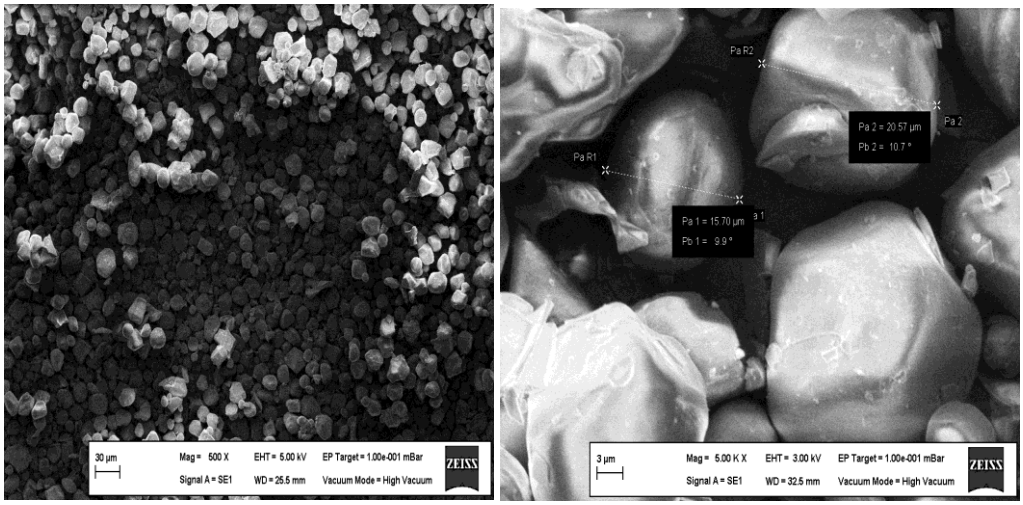
Şekil 4.38. MD/GA KM'nin KEL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Kekik suyu ve ekstrelerinde referans olarak saf nişastanın KM olarak Liyofilizasyonda kullanılması ile enkapsüle tozlar elde edilmiştir. BU tozların SEM görüntüleri Şekil 4.39. ve Şekil 4.40.'ta gösterildiği gibi 500 ve 5000 kat

yakınlaştırılmış şekilde verilmiştir. Görüntülerde saf nişasta yapısının hiç değişmediği ve işlem görmemiş halinde olan oval yapı görülmektedir. Bu yapı nişastanın sahip olduğu yapıdır ve literatür çalışmalarında mevcuttur. Bu nedenle saf nişastanın mikro ve nanoenkapsülasyon özellik göstermediği tespit edilmiştir.



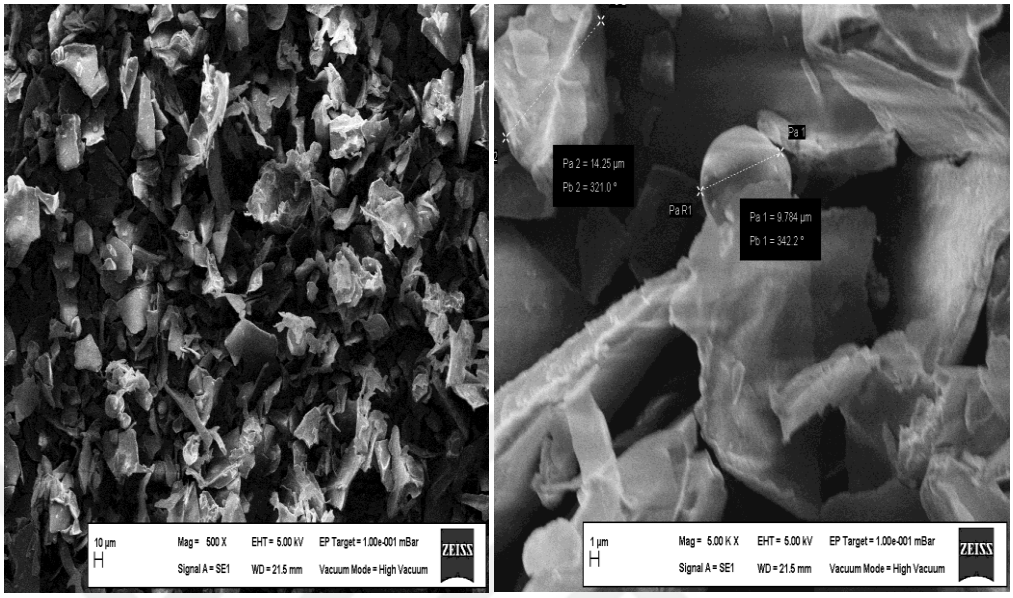
Şekil 4.39. Saf nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri



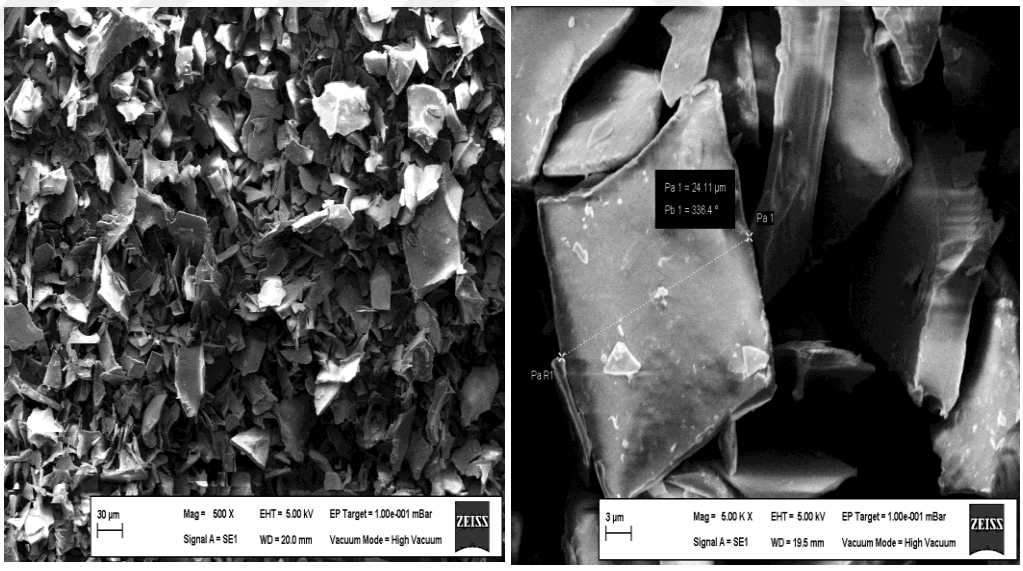
Şekil 4.40. Saf Nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri

Sirke ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin KSL ve KEL'den elde edilen tozların 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış SEM görüntüleri Şekil 4.41. ve Şekil 4.42.'de verilmiştir. Yapılar incelendiğinde KES'den elde edilen tozların yapısal olarak daha

düzenli oldukları görülmektedir. Ayrıca KES'den elde edilen tozlarda yapıların daha geniş, düzlemsel ve pürüzsüz oldukları da gözlemlenmiştir.



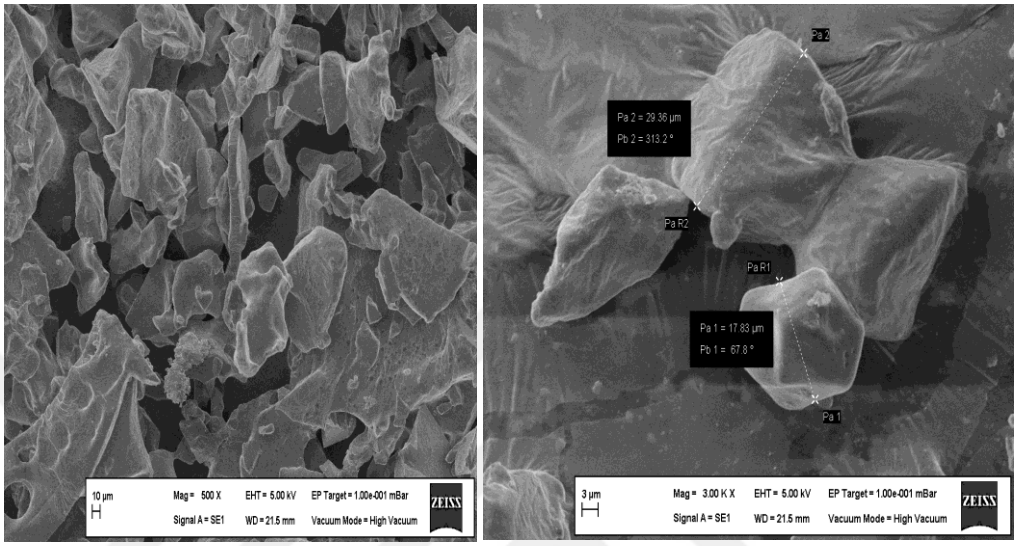
Şekil 4.41. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri



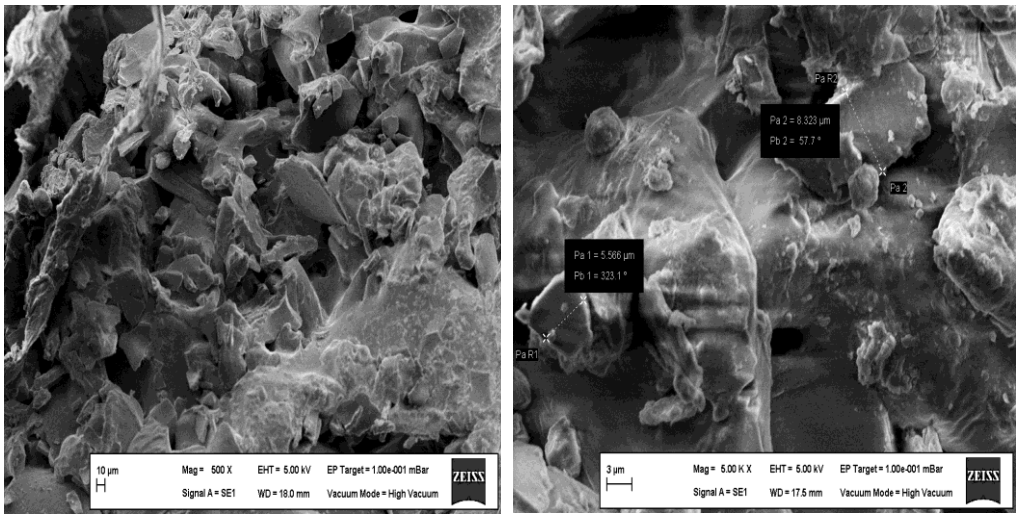
Şekil 4.42. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Kekik suyu ve ekstrelerinde Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak Liyofilizasyon cihazında kullanılması ile enkapsüle tozlar üretilmiştir. Bu tozların sem görüntüleri Şekil 4.43 ve Şekil 4.44'te gösterilmiştir. Buna göre yapıların

referans olan MD/GA ve Sirkenin olduğu tozlardan daha yapışkan yapılar gözlemlenmiştir. Bu tozların yapısal olarak yapışkan ve fiziksel özellikler bakımından düşük olduğu tespit edilmiştir**.** KSL'den elde edilen tozların KEL'den daha düzenli yapıda olduklarıda gözlemlenmiştir.



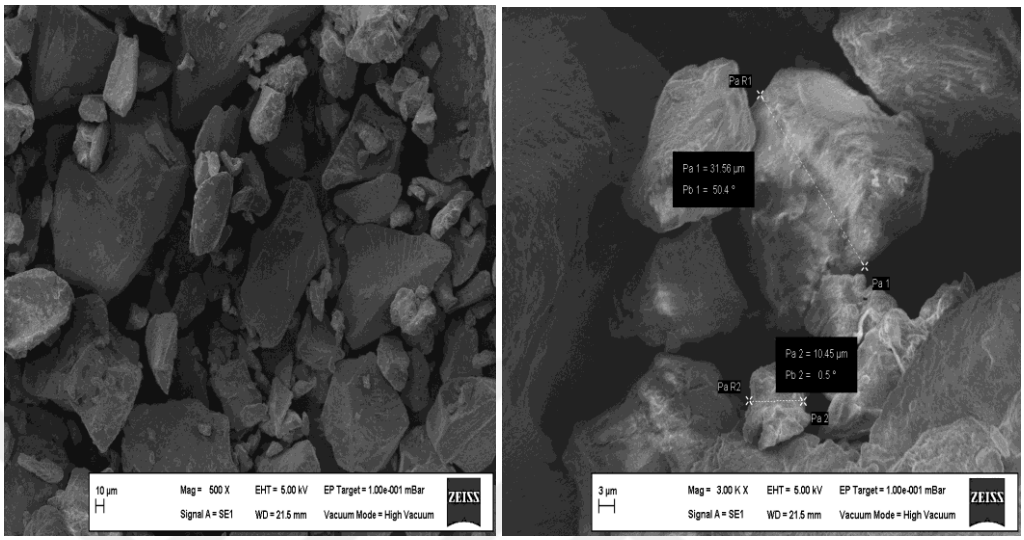
Şekil 4.43. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri



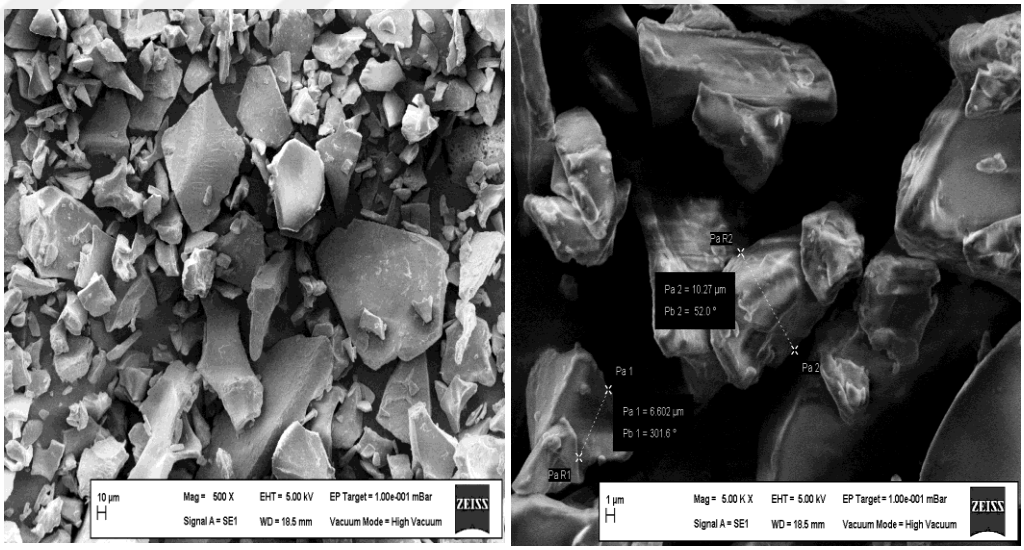
Şekil 4.44. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri

Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KSL ve KEL'de kullanılması ile enkapsüle tozlar elde edilmiştir. Bu tozların morfolojik özellikleri için yapılan SEM

analiz sonuçları Şekil 4.45. ve Şekil 4.46.'da verilmiştir. yapılar incelendiğinde MD/GA ve Sirke yapılarına benzer sonuçlar elde edilmiştir. 500 kat yakınlaştırılmış görüntülerde düzlemsel ve kristalimsi yapılar daha net ve açık görülmektedir.



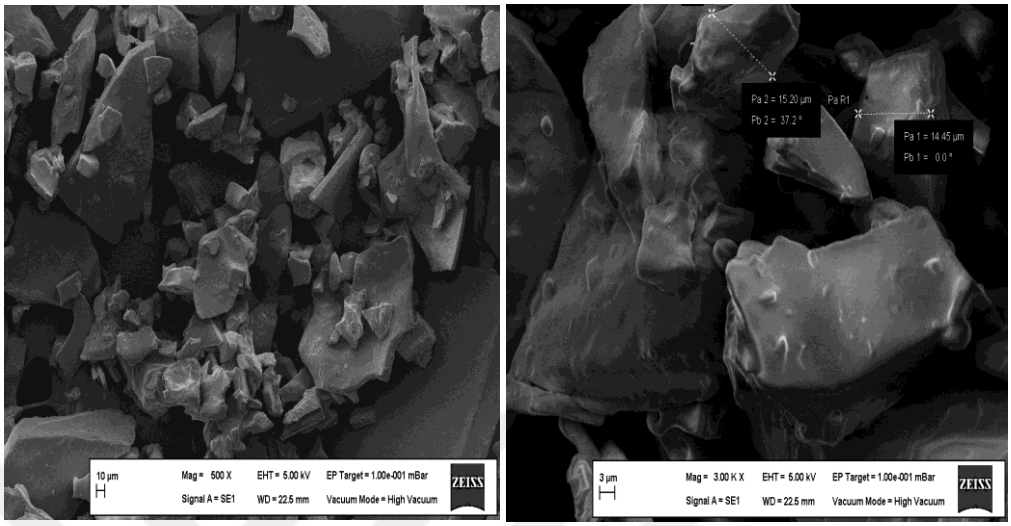
Şekil 4.45. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri



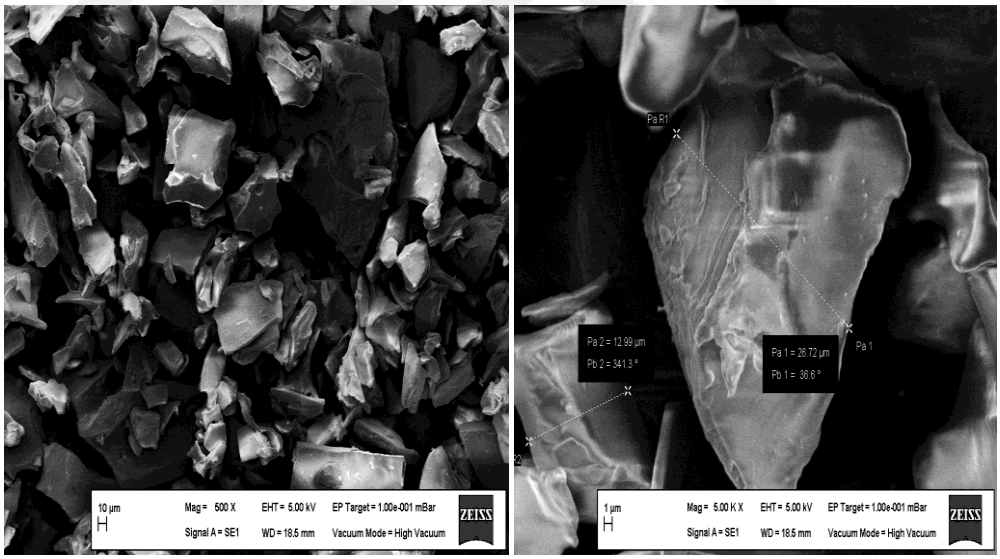
Şekil 4.46. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Kekik suyu ve ekstrelerinin Malik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin verimliliğini araştırmak için Liyofilizasyon cihazı kullanılarak elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri Şekil 4.47. ve Şekil 4.48.'de verilmiştir. Yapılar MD/GA,

Sirke ve Sitrik asitin KM olarak kullanıldığı tozlara benzer yapılar gözlemlenmiştir. Ancak yapılar daha çok parçalanmış yapıda görülmektedir.



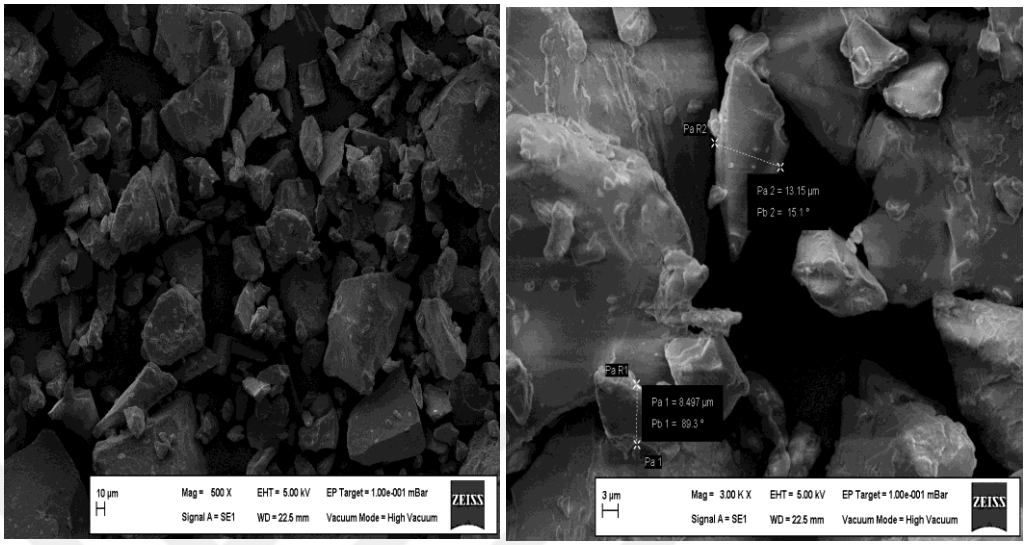
Şekil 4.47. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de üretilmesi ile elde tozların SEM görüntüleri



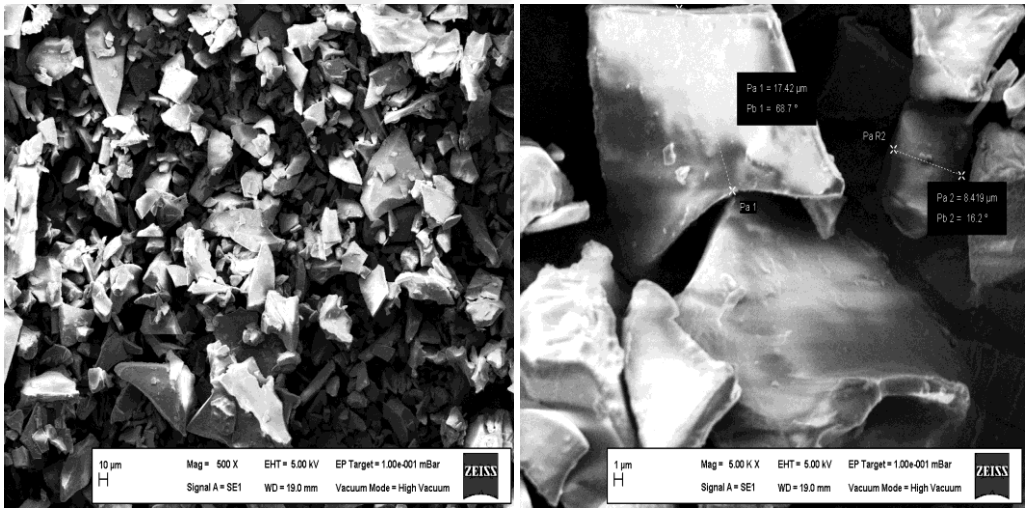
Şekil 4.48. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de üretilmesi ile elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Laktik asit ile modifiye edilen nişastanın KM olarak KSL ve KEL'de kullanılarak üretilen tozların morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için SEM görüntüleri Şekil 4.49. ve Şekil 4.50.'de 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış şekilde

gösterilmiştir. KSL'den elde edilen tozlarda yapılar daha küçük, KEL'den elde edilen tozlarda ise daha geniş yapıda düzlemsel yapılar elde edilmiştir.



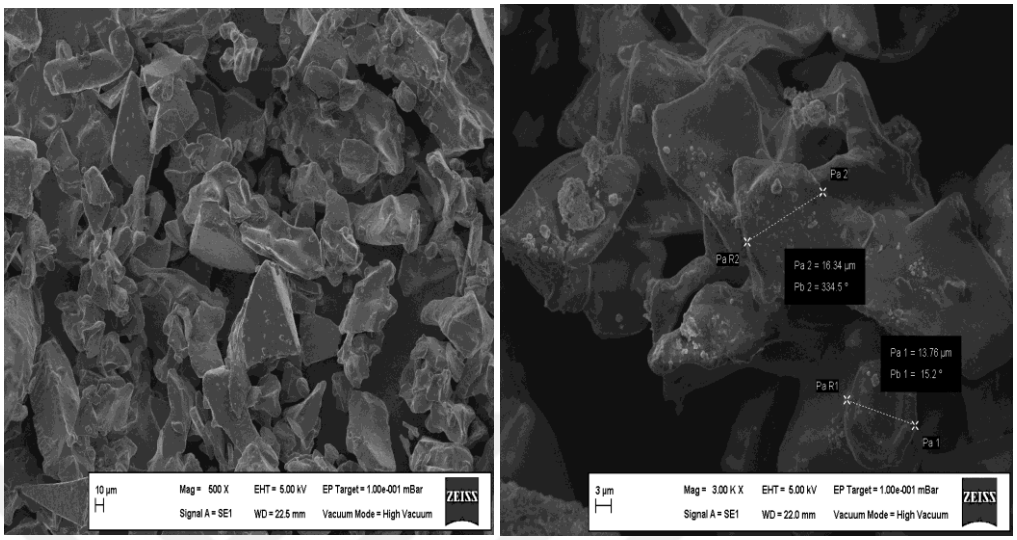
Şekil 4.49. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri



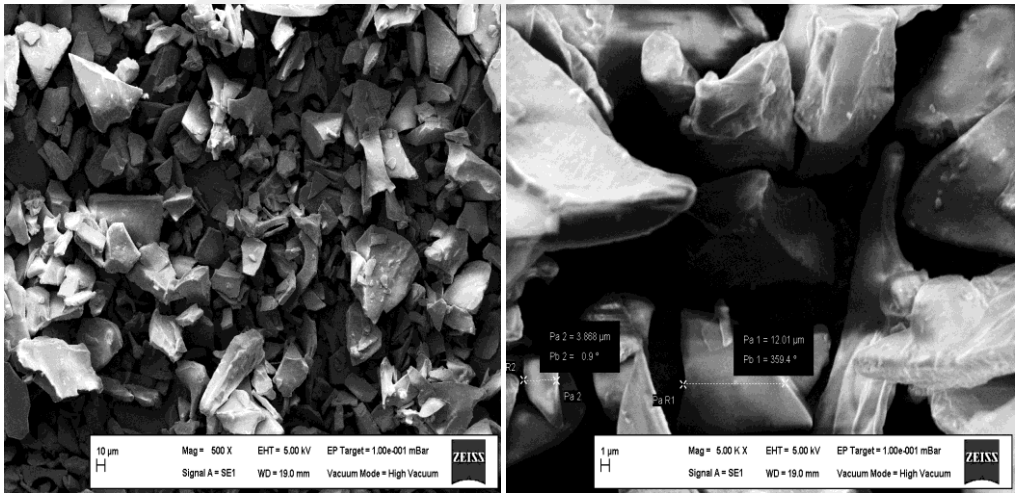
Şekil 4.50. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri

Kekik suyu ve ekstresinde Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın Liyofilizasyonda kurutma işlemi sonucu elde edilen tozların SEM görüntüleri Şekil 4.51. ve Şekil 4.52.'de gösterilmiştir. Görüntüler 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış şekilde verilmiştir. KSL'den elde edilen tozların daha yapışkan ve bağlı yapıda

oldukları gözlemlenmiştir. 500 kat yakınlaştırılmış görüntülerde de yapıların değişik boyutlarda ve düzlemsel oldukları görülmektedir.



Şekil 4.51. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri

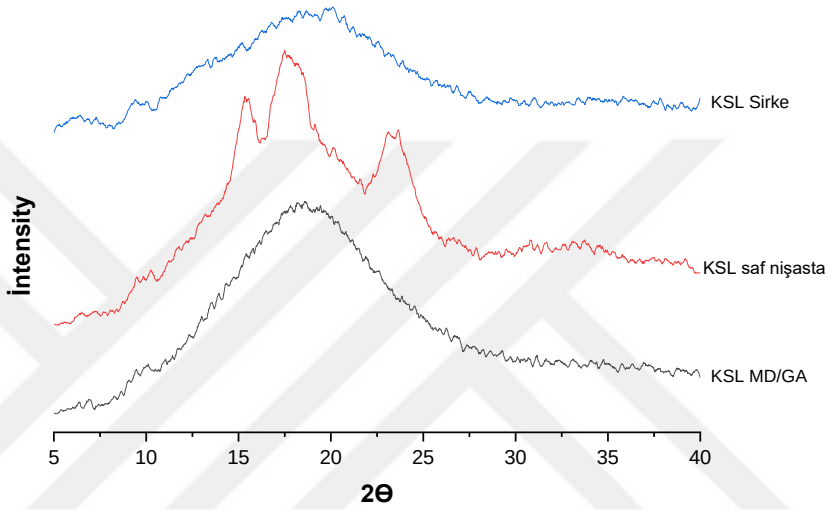


Şekil 4.52. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'den elde edilen tozların SEM görüntüleri

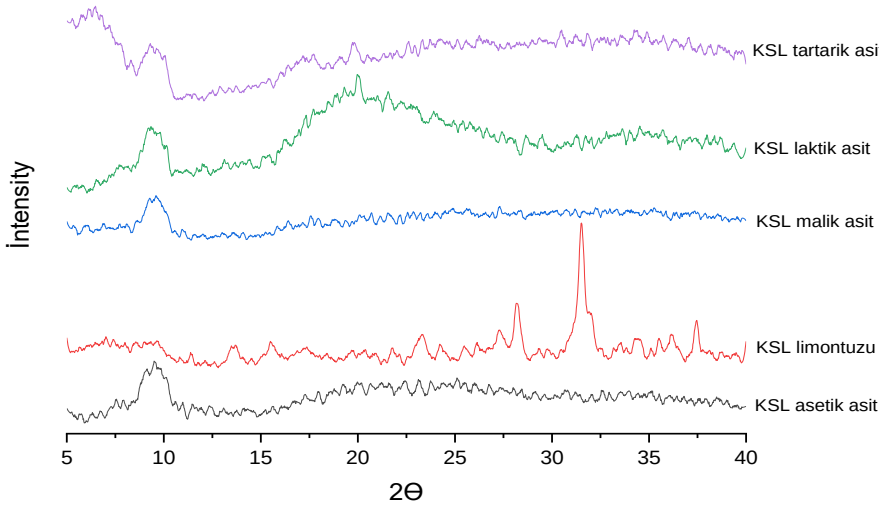
Chen ve ark. (2013), yaptıkları çalışmada balık yağını fitosterol esterleri ve limonenle, püskürtmeli ve dondurarak kurutma ile enkapsülasyon işlemi uygulamışlardır. Mikrokapsüllerin kırık cam benzeri bir yüzeye, kristalimsi, düzensiz yapıya sahip olduğunu ve liyofilizasyon işleminden kaynaklanan kırılgan bir yapıya sahip olduğunu belirtmişlerdir.

4.12. Kekik Suyu ve Ekstre Enkapsüllerinin XRD Analiz Sonuçları

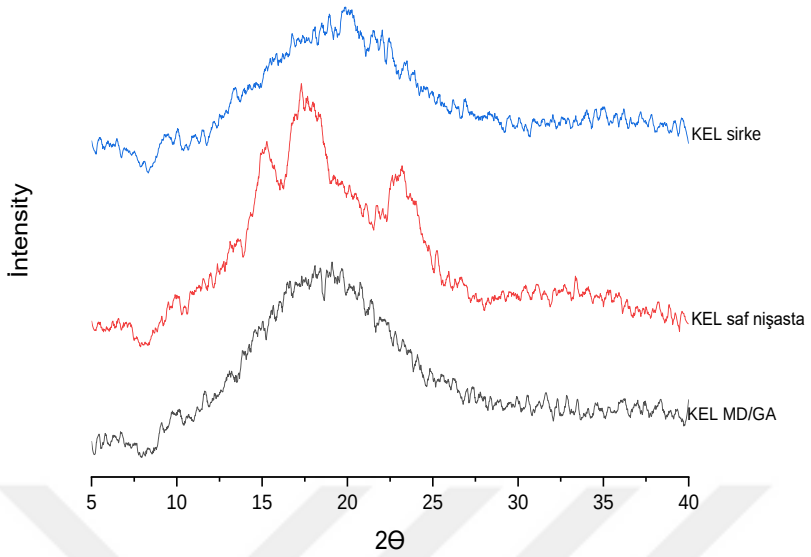
Kekik suyu ve ekstrelerin dondurarak kurutma yöntemi ile elde dilen enkapsüle tozların SEM görüntüleri incelendiğinde mikrokürecik yapılar gözlemlenmemiştir. Bu nedenle XRD analizi yapılmıştır.



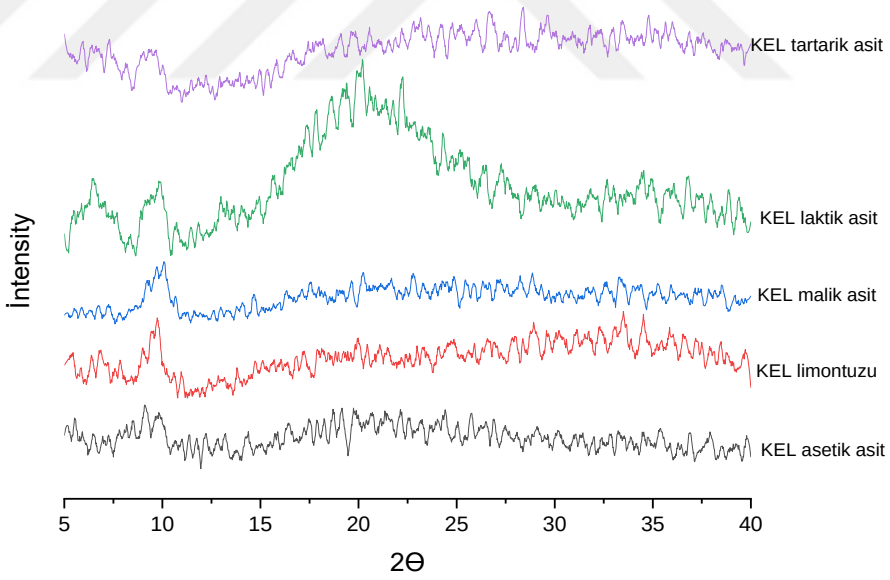
Şekil 4.53. KSL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim garfiği



Şekil 4.54. KSL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim garfiği



Şekil 4.55. KEL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim grafiği



Şekil 4.56. KEL'den elde edilen tozların XRD analiz sonuçlarının değişim grafiği

Kekik suyu ve ekstre enkapsüle tozlarının yapısal değişim grafikleri Şekil 4.53. Şekil 4.54., Şekil 4.55. ve Şekil 4.56.'da verilmiştir. Doğal nişasta ,MD/GA ve modifiye edilmiş nişastaların kimyasal değişimleri görülmektedir. Benzer bir

çalışmada Alves ve ark. (2013), Elde ettikleri tozların XRD analizleri sonucunda; maltodekstrin ve gam arabiğin amorf karaktere sahip olduğunu belirtmişlerdir. Maltodesktrin ve gam arabiğin; amorf, şekilsiz bir karaktere sahip olmasından dolayı kristalli yapı oluşmadığı tespit edilmiştir

Doğal nişasta yapısında 15.1° , 18.4°, 23.4° pik değerlerinde yapı görülmektedir. Modifiye edilmiş nişasta kaplama materyalleri incelendiğinde doğal nişasta yapısının değiştiği ve 9° yeni bir pikin ortaya çıktığı gözlemlenmiştir. Ayrıca nişasta yapısındaki kristal bölgelerin modifikasyon etkisi ile amorf yapılara dönüştüğü gözlemlenmiştir. Garg ve ark., 2011; Bai ve ark. (2009), yaptıkları çalışmalarda asetillendirilmiş nişasta yapısındaki kristal bölgelerin amorf yapılara dönüştüğünü ve 9° yeni pikin ortaya çıktığı onlarda gözlemlemişlerdir. Çizelge 4.30.'da görülen kristalite değerleri incelendiğinde saf nişasta yapısındaki düzenli yapının modifikasyonla değiştiği gözlemlemektedir. Modifikasyon arttıkça kristal yapıda azalmaktadır.

Çizelge 4.30. KSL ve KEL'den elde edilen tozların kristal ve nano boyutları

Numune ve Yöntem	Duvar materyali	2Θ	FWHM	Nano boyutu (nm)	Kristalite değeri (%)
KSL	MD/GA	18,62	1,17	2,49	6,84
	Saf nişasta	15,42	0,412	49,16	31,17
	Sirke	19,96	1.008	3,38	10,05
	Asetik asit	22,5	0,957	12,04	11,65
	Sitrik asit	23,37	0,27	16,89	27,64
	Malik asit	24,84	0,36	8,14	12,83
	Laktik asit	20,04	0,7683	4,56	8,3
	Tartarik asit	23,97	0,89	3,90	10,69
KEL	MD/GA	19.00	1,041	2,79	10,66
	Saf nişasta	23,37	0,36	12,67	37,87
	Sirke	19,87	0.991	3,35	11,73
	Asetik asit	19,79	0,487	6,68	22,59
	Sitrik asit	20,04	0,851	4,11	28,82
	Malik asit	20,22	0,587	6,38	23,39
	Laktik asit	20,22	0,77	4,86	29,24
	Tartarik asit	26,68	0,963	4,21	7,3

Ayrıca Çizelge 4.30.'da numunelerin FWHM değerleri verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde; MD/GA kaplama materyaline en yakın değerlerin sirke ve tartarik asit

ile asetillendirilmiş nişasta KM olduğu tozlarda bulunmuştur. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen tozlarda görülen mikrokürecik çaplarından çok daha küçük boyutta kapsüllemenin yapıldığı gözlemlenmiştir.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Bu çalışmada enkapsülasyonlarda duvar materyali olarak kullanılan maltodekstrin ve gam arabik kaplama materyallerine muadil, yeni bir duvar materyalinin üretimi planlanmıştır. Bu maksatla mısır nişastasının hidroksil uçları asetillendirilerek nişastaya karbonil uçlar bağlanmış ve polariteleri farklılaştırılmıştır. Nişasta asetillendirilmesi literatür çalışmalarında asetik anhidrit, sodyum karbonat vb. toksik kimyasal yapıya sahip maddelerle yapıldığı bilinmektedir. Bu çalışma sürecinde ise doğal ve toksik olmayan gıda ürünleri (asetik asit, üzüm sirkesi, Sitrik asit, malik asit, tartarik asit, laktik asit) kullanılarak nişasta asetillendirilmesi yapılmış ve karbonil uçlarının bağlandığı FT-IR analizi ile ortaya konmuştur. Yapılan asetillendirilmiş nişastanın mikroenkapsülasyonda KM olarak verimliliğinin araştırılması için kekik suyu ve ekstresi kaplanacak malzeme olarak tercih edilmiştir. Kekik suyu ve ekstresinin enkapsülasyon işlemi için püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri tercih edilmiş ve enkapsüle tozlar üretilmiştir. Mikroenkapsülasyonda kaplama materyali olarak 6 farklı madde ile asetillendirilmiş nişasta, referans madde olarakta MD/GA ve Saf nişasta kullanılmıştır. Elde edilen enkapsüle tozların fiziksel analizlerde; Su aktivesi, Kitle yoğunluğu, Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu, Carr indeksi ve Hauser oranı, Kimyasal analizlerde; Toplam Fenolik Madde miktarı, Toplam flavanoid Miktarı, Kondanse tanen, DPPH ve ABTS radikallerine karşı Antioksidan Aktivite değerleri, Morfolojik özellikleri içinde SEM ve XRD analizleri yapılmıştır. Ayrıca kekik suyu ve ekstresinin mikroenkapsülasyon öncesi Toplam Fenolik Madde miktarı, Toplam flavanoid Miktarı, Kondanse Tanen, DPPH ve ABTS radikallerine karşı Antioksidan Aktivite değerleri tespit edilmiştir. Analiz verilerinin istatistiksel değerlendirmeleri de yapılmıştır.

Çalışmanın ana amacı olan asetillendirilmiş nişasta modifikasyonu yapılmış ve FT-IR analiz sonuçları bu iddayı desteklemiştir. Bunun sonucunda doğal nişasta yapısındaki hidroksil gruplarının karbonil grupları ile yer değiştirme reksiyonu gerçekleştiği gözlemlenmiştir. FT-IR diyagramlarında da görüldüğü üzere 1640 cm^{-1} deki pik değerinin değişim ile 1560-1580 cm^{-1} değerine kaydığı gözlemlenmiştir.

Modifikasyonun başarılı olduğu literatür çalışmalarıyla da örtüşmüştür. Ayrıca modifiye edilmiş nişasta kaplama materyalleri ile enkapsüle edilen tozların SEM ve XRD sonuçları incelendiğinde de sonuçların modifikasyonu başarılı olduğu destekler nitelikte veriler elde edilmiştir. SEM görüntülerinde literatür çalışmalarına benzer yapılar gözlemlenmiştir. XRD analiz sonuçlarında ise 15º, 18º ve 24º pik değerlerindeki doğal nişasta yapısındaki kristal bölgelerin modifikasyon sonucu 9º pik değerinde oluştuğu ve amorf yapının arttığı yapılan çalışmalarda ortaya konmuştur.

Kekik suyu ve ekstrelerinin püskürtmeli ve dondurarak kurutma işlemi öncesinde yapılan DPPH ve ABTS radikallerine karşı % inhibisyon değerlerinde kekik suyunun daha yüksek AA gösterdiği tespit edilmiştir. TFMM analizinde ise kekik ekstresi daha iyi sonuç vermiştir. Kekik suyunda TFM değeri de saptanamamıştır. Ayrıcakekik suyu ve ekstrelerinde kondanse tanen analizi yapılmış ancak sonuç bulunamamıştır.

Asetillendirme işlemi ile üretilen kaplama materyallerinin verimliliği, Kekik ekstre sprey, Kekik ekstre Liyofilizasyon, Kekik suyu sprey ve Kekik suyu Liyofilizasyon ve metotlarına göre aşağıda yorumlanmıştır.

Kekik ekstresinin sprey dryer (KES) ile kurutma işlemi sonucu elde edilen tozların analiz sonuçları değerlendirildiğinde;

- Enkapsüle tozların Su aktivitesi, Islanabilirlik, Verim, Kitle yoğunluğu, Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu, Carr indeks, Hausner oranı değerlerinde asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin kullanıldığı örneklerde referans olan MD/GA ve saf nişastaya benzer sonuçlar elde edildiği gözlemlenmiştir. Genel olarak bakıldığında referans maddelere en yakın değerler Tartarik asit ve Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin daha iyi fiziksel özellik gösterdiği tespit edilmiştir. Ancak saf nişasta KM'nin kullanıldığı enkapsüle tozların ıslanabilirlik değerlerinin yapılan modifiye nişasta kaplama materyallerinden daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Nişastaya uygulanan işlem ile fonksiyonel özellik kazandığı anlaşılmıştır.

- Enkapsüle tozların DPPH ve ABTS radikallerine karşı antioksidan aktivite değerleri incelendiğinde asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin referans kaplama materyallerine yakın AA gösterdikleri belirlenmiştir.
- Tozların TFMM değerleri incelendiğinde Sirke, Malik asit ve Laktik asit ile asetilllendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin kullanıldığı tozlarda fenolik madde içeriklerinin referans maddelerden yüksek olduğu ve diğer modifiye kaplama materyallerinde yakın sonuç gösterdikleri gözlemlenmiştir. Modifikasyon işleminin TFMM miktarını daha iyi kapsüle ettiği anlaşılmıştır.
- TFM sonuçları incelendiğinde Sirke ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin kullanıldığı örneklerde daha yüksek değerler bulunmuştur. Bu değerler referans olan MD/GA ve Saf nişastadan daha yüksektir. Diğer modifiye nişasta kaplama materyallerinde ise sonuçlar referans maddelerden düşük bulunmuştur. enkapsüle tozların TFM açısından düşük özellik gösterdikleri tespit edilmiştir.
- Enkapsüle tozların TFM sonuçlarında Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyali olarak kullanıldığı enkapsüle tozlarda değerin referans madde olan MD/GA ve nişastadan daha yüksek sonuçlar bulunmuştur.
- Tozların Kondanse tanen analizleri yapılmış ancak sonuç tespit edilmemiştir.
- Tozların duyusal analiz sonuçları değerlendirildiğinde üretilen modifiye nişastalar ve kontrol KM'nin kullanıldığı ekstrelerde yakın duyusal özellikler gözlemlenmiştir. Bunun yanı sıra Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın kontrol KM'den daha yüksek duyusal veriler tespit edilmiştir. Genel olarak incelendiğinde Malik asit ile asetilllendirilmiş nişasta kaplama materyalinin kulllanıldığı enkapsüle tozlar daha düşük sonuçlar almıştır.
- Enkapsüle tozların morfolojik özeliklerinin belirlenmesi için yapılan SEM görüntüleri incelendiğinde ise referans madde olan MD/GA kaplama materyaline en yakın değerlerin Sirke, Sitrik asit, Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin kullanıldığı enkapsüle tozlarda tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra diğer modifiye nişasta kaplama materyallerinde de mikrokürecik yapıların oluştuğu ancak kasülleme paketçiğinin daha düşük oranlarda gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Ancak saf nişasta görüntüleri incelendiğinde yapıların mikrokürecik yapıdan ziyade oval şeklinde olduğu ve literatür çalışmalarında nişastanın bu formda görüldüğü tespit edilmiştir.

Kekik ekstresinin Liyofilizasyon (KEL) ile kurutma işlemi sonucu elde edilen tozların analiz sonuçları değerlendirildiğinde;

- Fiziksel analiz sonuçları incelendiğinde Verim, Su aktivitesi, Kitle yoğunluğu, Sıkıştırılmış Kitle yoğunluğu, Carr indeks, Hausner oranı analiz sonuçlarında referans olan MD/GA, saf nişasta ve asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin kullanıldığı enkapsüle tozlarda benzer sonuçlar bulunmuştur. Verim değerlerinde Liyofilizasyon yönteminin daha yüksek verim elde edildiği gözlemlenmiştir. KES'den elde edilen tozlara kıyasla ıslanabilirlik değerlerinin daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Ancak carr indeks ve hausner oranları daha iyi kabul edilebilir düzeyde bulunmuştur.
- Enkapsüle tozların DPPH ve ABTS radikallerine karşı % inhibisyon değerleri incelendiğinde KES'den edilen tozlara kıyasla daha düşük AA gösterdikleri belirlenmiştir. Referans ve üretilen modifiye nişasta KM arasında önemli farklılıklar tespit edilmemiştir. En iyi antioksidan aktivite değerinin Sirke ile modifiye edilen nişasta KM'nin kullanıldığı kekik ekstre örneklerinde bulunmuştur. Bu nedenle modifiye nişasta KM'nin iyi kapsülleme yaptığı görülmektedir.
- Tozların TFMM sonuçlarında en yüksek değerin referans olan saf nişasta KM'nin kulllanıldığı tozlarda olduğu tespit edilmiştir. Üretilen modifiye nişasta KM'nin olduğu tozlarda TFMM değerlerinin referans olan MD/GA'dan daha yüksek olduğu saptanmıştır. Ancak Asetik asit daha düşük bulunmuştur. Genel olarak değerler incelendiğinde TFMM sonuçlarının iyi düzeyde olduğu gözlemlenmiştir.
- TFM değerlerinde KES tozlarında olduğu gibi Sirke ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin olduğu tozlarda referans maddelerden daha yüksek sonuçlar elde edilmiştir. Aynı şekilde diğer üretilen modifiye nişasta KM'de düşük değerler tespit edilmiştir. KEL'den elde edilen tozların düşük TFM değerine sahip oldukları sonucuna varılmıştır.
- Tozların Kondanse tanen analizleri yapılmış ama sonuç bulunamamıştır.
- Duyusal analiz sonuçlarında KEL'den elde edilen tozların KES'den daha düşük duyusal özellik gösterdikleri tespit edilmiştir. Sitrik asit ile Üretilen modifiye

nişasta KM ile elde edilen tozların, referans olan MD/GA tozlarından sonra en beğenilen ürün olduğu gözlemlenmiştir.

- Enkapsüle tozların morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için SEM analizleri yapılmıştır. Görüntüler incelendiğinde KES'den elde edilen enkapsüle tozlarda görülen kürecik yapıların olmadığı gözlemlenmiştir. Mikroküreciklerin yerine yapıların düzlemsel, prüzsüz ve kristalimsi şekilde oluştuğu tespit edilmiştir. Saf nişasta KM'nin kullanıldığı tozlarda ise yapıların oval şeklinde ve işlem görmemiş saf nişasta yapısında görülen yapı ile aynı özellikte olduğu sonucuna varılmıştır.
- Enkapsüle tozlaron yapısal değişiminin belirlenmesi için XRD analizleri yapılmış ve modifiye nişastaların kristalite yapılarından amorf bölgelere dönüştükleri belirlenmiştir.

Kekik suyunun Sprey dryer (KSS) yöntemi kullanılarak elde edilen tozların analiz sonuçları değerlendirildiğinde;

- Fiziksel analiz değerleri incelendiğinde verim açısından en yüksek değerin referans madde olan MD/GA KM'nin kullanıldığı tozlarda bulunmuştur. Üretilen modifiye nişastaların kulllanıldığı tozlarda ise en yüksek verim Sitrik asitin olduğu tozlarda saptanmıştır. Carr indeks ve hausner oranında en yüksek değer saf nişastanın olduğu tozlarda bulunmuştur. Üretilen modifiye nişastalarda ise Sirke ve Sitrik asit KM'nin kullanıldığı tozlarda tespit edilmiştir. Islanabilirlik analiz sonuçlarında en yüksek değer Sirke ve Limontunun kullanıldığı tozlarda belirlenmiştir. Islanabilirlik değerinde nişastanın çok düşük olması asetillendirme işleminin verimliliğini ortaya koymaktadır. Bütün tozların su aktivitesi değerleri mikrobiyal gelişme sınırının altında bulunmuştur.
- Tozların DPPH radikaline karşı % inhibisyon değerleri incelendiğinde referans ve üretilen KM'de benzer sonuçlar elde edilmiştir. ABTS radikalinde ise MD/GA KM'nin olduğu tozlarda daha yüksek AA tespit edilmiştir. Ancak değerlerin kekik ekstre tozlarından daha düşük olduğu belirlenmiştir.
- TFMM sonuçları değerlendirildiğinde kekik suyu ile enkapsüle edilen tozlarda diğer örneklerde olduğu gibi en yüksek değerin Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak kullanıldığı tozlarda saptanmıştır. Kekik suyunun

enkapsüle tozlarında TFMM değeri kekik ekstre tozlardan daha düşük bulunmuştur. Ayrıca modifiye nişasta KM'nin kullanıldığı tozlarda değerler referans maddelerden daha yüksek bulunmuştur.

- Enkapsüle Tozların TFM ve Kondanse tanen analizleri yapılmış ancak sonuç bulunamamıştır.
- Duyusal özellikler incelendiğinde kontrol olan MD/GA ile enkapsüle edilen tozlara en yakın duyusal özellik gösteren ürün Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak kullanıldığı tozlarda saptanmıştır. Genel olarak tozlar orta düzeyin altında özellik göstermişlerdir.
- Morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için yapılan SEM analizlerinde KES'de görüldüğü gibi mikroenkapsülasyonun gerçekleştiği ve en iyi değerlerin MD/GA referans tozlarından sonra Sirke, Sitrik asit ve Tartarik asitin KM olarak kullanıldığı tozlarda tespit edilmiştir.

Kekik suyunun Liyofilizasyon (KSL) ile kurutma işlemi sonucu elde edilen tozların analiz sonuçları değerlendirildiğinde;

- Fiziksel analiz sonuçlarında verimin yüksek olduğu ürünlerin Tartarik asit ve Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastaların KM olarak kullanıldığı tozlarda tespit edilmiştir. Su aktivitesi değerleri düşük ve istenilen seviyede bulunmuştur. ıslanabilirlik değerleri KSS değerlerinden düşük ve en iyi değerin diğer örneklerde olduğu gibi Sirke ile asetillendirilmiş nişasta enkapsüle tozlarında olduğu gözlemlenmiştir. Carr indeks ve Hausner oranları en iyi ve kabul edilebilir düzeylerde tespit edilmiştir. Bu analizlerde en iyi değerler Laktik ve Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin olduğu tozlarda saptanmıştır. genel olarak fiziksel özelliklerinin iyi olduğu sonucuna varılmıştır.
- Tozların DPPH radikaline karşı % inhibisyon değerleri KSS'den elde edilen tozlardan yüksek, KES ve KEL' den elde edilen tozların sonuçlarına göre düşük bulunmuştur. Üretilen modifiye nişasta ve referans olan örneklerde benzer sonuçlar tespit edilmiştir. En yüksek AA değeri Malik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM olduğu tozlarda saptanmıştır. ABTS radikaline karşı % inhibisyon değerlerinde ise en iyi AA'nin Sirke ve Laktik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin olduğu tozlarda bulunmuştur.

- TFMM sonuçlarında en iyi değerin Malik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM olduğu tozlarda bulunmuştur. Ayrıca üretilen bütün modifiye nişasta KM'nin olduğu tozlarda referanslardan daha yüksek TFMM değerleri tespit edilmiştir.
- Tozların TFM ve kondanse tanen analizleri analizleri yapılmış ancak sonuç bulunamamıştır.
- Duyusal özellikler değerlendirildiğinde en iyi değerlerin kontrol örneklerinden sonra Laktik asit ile asetillendirilmiş nişasta KM'nin kullanıldığı tozlarda bulunmuştur. genel olarak duyusal özellikler orta düzeye yakın sonuçlar gözlemlenmiştir.
- Morfolojik özelliklerin incelenmesi iin yapılan SEM görüntülerinde KEL'den elde edilen örneklere benzer yapılar gözlemlenmiştir. Görüntülerde yapıların düzlemsel ve krstalimsi şeklinde olduğu belirlenmiştir.
- XRD sonuçlarında asetillendirilmiş nişastaların amorf yapılara dönüştükleri gözlemlenmiştir. Ayrıca nano boyutta hesaplamalar yapılmış ve mikroenkapsülasyon yerine nanoenkapsülasyonun yapıldığı düşünülmektedir.

Sonuç olarak bakıldığında asetillendirme işleminin başarılı olduğu yapılan çalışmalarla desteklenmiştir. Toksik olmayan maddelerle asetillendirme yapılmış ve hidrofob özelliği yüksek kaplama materyalleri elde edilmiştir. Bu materyallerden Sirke, Sitrik asit ve Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyallerinin daha iyi fiziksel, kimyasal ve morfolojik özelliklerde olduğu gözlemlenmiştir. Bu maddelerden en düşük olanı ise Asetik asit ile asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalidir. Kekik suyu ve ekstresinin mikroenkapsülasyonu ile kullanıma hazır fizikokimyasal özellikleri yüksek ürün elde edilmiştir.

Çalışma sonucunda asetillendirilmiş nişasta kaplama materyalleri içerisinde Sirke, Sitrik asit ve Tartarik asit ile modifiye edilmiş nişasta KM'nin kullanımı önerilmektedir. Yapılan yeni modifiye nişastaların mikroenkapsülasyonda kullanılmasıyla elde edilen tozların raf ömrü çalışmaları yapılabilir. Asetik asit, Malik asit ve Laktik asit gibi daha yapışkan özellikteki ürünlerin geliştirilmesi ve istenilen ürüne göre yapının düzenlenmesi gibi çalışmalar da yapılabilir. Yapılan literatür

çalışmalarında olduğu gibi mikroenkapsülasyonda püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerinin kullanılması önerilmektedir

KAYNAKLAR

ALİZADEH, A., 2013. Essential oil constituents, phenolic content and antioxidant activity in Iranian and British Thymus vulgaris L. International Journal of Agriculture and Crop Sciences, 6: 213–218.

ALMA M. H., KARAOĞUL E., ERTAŞ M. ve ALTUNTAŞ E., 2011. Analaysis and Comparison of Some Thyme Kinds Growing Natural Habitat and Culture Habitat. II. International NonWood Forest Products Symposium, 8-10 Eylül 2011, Isparta, s. 68.

ALVES, S. F., BORGES, L. L., DOS SANTOS, T. O., DE PAULA, J. R., CONCEİÇÃO, E. C., and BARA, M. T. F., 2013. Microencapsulation of Essential Oil from Fruits of Pterodon emarginatus Using Gum Arabic and Maltodextrin as Wall Materials: Composition and Stability. Drying Technology, 32(1): 96-105.

ANONYMOUS, 1988. Gıdaların Organoleptik Muayene Metotları. Koruma ve Kontrol Genel Müd. Yayın Dairesi Başkanlığı, Mesleki Yayınlar, No:3 Ankara.

ARANHA, C.P.M. and JORGE, N., 2012. Antioxidant potential of oregano extract (*Origanum vulgare* L.). Br. Food J, 114: 954–965.

BABİC, J., SUBARİC, D., ACKAR, D., KOPJAR, M., and TİBAN, N. N., 2009. Acetylation and characterisation of corn starch. Journal of Food Science and Technology (Mysore), 46(5): 423-426.

BAHTİYARCA BAĞDAT, R., 2008. Tıbbi ve Aromatik Bitkilerin Kullanım Alanları, Tıbbi Adaçayı (*Salvia Officinalis* L.) ve Ülkemizde Kekik Adıyla Bilinen Türlerin Yetiştirme Teknikleri. Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Dergisi, Özel Sayı, 15(1-2): S.85(19–28).

BAİ, Y., SHİ, Y. C., and WETZEL, D. L., 2009. Fourier transform infrared (FT-IR) microspectroscopic census of single starch granules for octenyl succinate ester modification. Journal of agricultural and food chemistry, 57(14): 6443-6448.

BARBOSA-CANOVAS, G.V. (ED.), ORTEGA-RİVAS, E., JULİANO, P., and YAN, H., 2005. Food powders: Physical properties, processing, and functionality. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 372p.

BARTZ, J., GOEBEL, J. T., GİOVANAZ, M. A., DA ROSA ZAVAREZE, E., SCHİRMER, M. A., and DİAS, A. R. G., 2015. Acetylation of barnyardgrass starch with acetic anhydride under iodine catalysis. Food chemistry, 178: 236-242.

BASİLİO-CORTÉS, U. A., GONZÁLEZ-CRUZ, L., VELAZQUEZ, G., TENİENTE-MARTÍNEZ, G., GÓMEZ-ALDAPA, C. A., CASTRO-ROSAS, J., and BERNARDİNO-NİCANOR, A., 2019. Effect of dual modification on the spectroscopic, calorimetric, viscosimetric and morphological characteristics of corn starch. Polymers, 11(2):333.

BASER, K. H. C., ÖZEK, T., KÜRKÇÜOGLU, M., and TÜMEN, G., 1994. The essential oil of Origanum vulgare subsp. hirtum of Turkish origin. Journal of Essential Oil Research, 6(1): 31-36.

BASER, K. H. C., 2000. "Uçucu yağların parlak geleceği". Tıbbi ve Aromatik Bitkiler Bülteni Sayı: 15, Anadolu Üniversitesi Tıbbi ve Aromatik Bitki ve İlaç Araştırma Merkezi, Eskişehir.

BAYRAM, E., KIRICI, S., TANSİ, S., YILMAZ, G., KIZIL, O. A. S., ve TELCİ, İ., 2010. Tibbi ve aromatik bitkiler üretiminin arttirilmasi olanaklari. TMMOB Ziraat Mühendisleri Odasi, Ziraat Mühendisligi VII. Teknik Kongresi, 11-15.

BELLO-PÉREZ, L. A., AGAMA-ACEVEDO, E., ZAMUDİO-FLORES, P. B., MENDEZ-MONTEALVO, G., and RODRİGUEZ-AMBRİZ, S. L., 2010. Effect of low and high acetylation degree in the morphological, physicochemical and structural characteristics of barley starch. *LWT*-Food Science and Technology, 43(9): 1434-1440.

BENLİ, M., ve YİĞİT, N., 2005. Ülkemizde yaygın kullanımı olan kekik (Thymus vulgaris) bitkisinin antimikrobiyal aktivitesi. Orlab On-Line Mikrobiyoloji Dergisi, 3(8): 1-8.

BENSİD, A., UCAR, Y., BENDEDDOUCHE, B., and ÖZOGUL, F., 2014. Effect of the icing with thyme, oregano and clove extracts on quality parameters of gutted and beheaded anchovy (Engraulis encrasicholus) during chilled storage. Food Chemistry, 145: 681-686.

BLEOANCĂ, I., SAJE, K., MİHALCEA, L., ONİCİUC, E. A., SMOLE-MOZİNA, S., NİCOLAU, A. I., and BORDA, D., 2016. Contribution of high pressure and thyme extract to control Listeria monocytogenes in fresh cheese-A hurdle approach. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 38: 7-14.

BRAND-WİLLİAMS, W., CUVELİER, M. E., and BERSET, C. L. W. T., 1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. LWT-Food science and Technology, 28(1):25-30.

BRAVO, L., 1998. Polyphenols: chemistry, dietary sources, metabolism, and nutritional significance. Nutrition reviews, 56(11): 317-333.

BUSHRA, M., XU, X. Y., and PAN, S. Y., 2013. Microwave assisted acetylation of mung bean starch and the catalytic activity of potassium carbonate in free-solvent reaction. Starch-Stärke, 65(3-4): 236-243.

CHAMPAGNE, C. P., LEE, B. H., and SAUCİER, L., 2010. Immobiliza-tion of cells and enzymes for fermented dairy or meat pro-ducts. In N. J. Zuidam, and V. A. Nedović (Eds.), Encapsula-tion technologies for active food ingredients and food pro-cessing, London: Springer, 345–365.

CHEN, Q., ZHONG, F., WEN, J. Y., MCGİLLİVRAY, D., and QUEK, S. Y., 2013. Properties and Stability of Spray-Dried and Freeze-Dried Microcapsules Co-Encapsulated with Fish Oil, Phytosterol Esters, and Limonene. Drying Technology, 31(6): 707-716.

CHENG, A. W., XİE, H. X., Qİ, Y., LİU, C., GUO, X., SUN, J. Y., and LİU, L. N., 2017. Effects of storage time and temperature on polyphenolic content and qualitative characteristics of freeze-dried and spray-dried bayberry powder. LWT, 78: 235-240.

ÇOKSARI, G., 2012. Farklı azotlu gübre dozlarında yetiştirilen Ekinezya türlerinde (Echinacea pallida (Nutt) Nutt, Echinacea purpurea (l.) Moench) uygulanan farklı kurutma yöntemlerinin ekstrakt kalitesi üzerine etkileri.Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, doktora tezi, Konya, 106s.

DAS, A. B., SİNGH, G., SİNGH, S., and RİAR, C. S., 2010. Effect of acetylation and dual modification on physico-chemical, rheological and morphological characteristics of sweet potato (Ipomoea batatas) starch. Carbohydrate Polymers, 80(3): 725-732.

DEL TORO-SÁNCHEZ, C., AYALA-ZAVALA, J., MACHİ, L., SANTACRUZ, H., VİLLEGAS-OCHOA, M., ALVAREZ-PARRİLLA, E., and GONZÁLEZ-AGUİLAR, G., 2010. Controlled release of antifungal volatiles of thyme essential oil from β-cyclodextrin capsules. Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry, 67(3-4): 431–441.

ENGELBERTZ, J., LECHTENBERG, M., STUDT, L., HENSEL, A., and VERSPOHL, E. J., 2012. Bioassay-guided fractionation of a thymol-deprived hydrophilic thyme extract and its antispasmodic effect. Journal of Ethnopharmacology, 141(3): 848-853.

ERUYGUR, N., ÇETİN, S., ATAŞ, M., and ÇEVİK, Ö., 2017. A study on the antioxidant, antimicrobial and cytotoxic activity of Thymbra spicata L. var. spicata ethanol extract. Cumhuriyet Tıp Dergisi, 39(3): 531-538.

GARG, S., and JANA, A. K., 2011. Characterization and evaluation of acylated starch with different acyl groups and degrees of substitution. Carbohydrate Polymers, 83(4): 1623-1630.

FANG, Z., and BHANDARİ, B., 2010. Encapsulation of polyphenols – a review. Trends in Food Science and Technology, 21: 510-523.

GONZÁLEZ-SOTO, R. A., NÚÑEZ-SANTİAGO, M. C., and BELLO-PÉREZ, L. A., 2019. Preparation and partial characterization of films made with dual-modified (acetylation and crosslinking) potato starch. Journal of the Science of Food and Agriculture, 99(6): 3134-3141.

GOMES, W. F., FRANÇA, F. R. M., DENADAİ, M., ANDRADE, J. K. S., DA SİLVA OLİVEİRA, E. M., DE BRİTO, E. S., and NARAİN, N., 2018. Effect of freeze-and spray-drying on physico-chemical characteristics, phenolic compounds and antioxidant activity of papaya pulp. Journal of food science and technology, 55(6): 2095-2102.

GRUENWALD, J., BRENDLER, T., JAENİCKE C., 2000. Physicians Desk Reference (PDR) for Herbal Medicines. Medical Economics Company, Montvale, New Jersey, 516-520p.

GÜLMEZ, M., ORAL, N., SEZER, Ç., DUMAN, B., and VATANSEVER, L., 2006. Satış yerlerinden alınan maydanoz örneklerinin kekik suyu ve sirke ile dekontaminasyonu. Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi, 12(1): 41-47.

HARBORNE, J. B., and MABRY, T. J., 1982. The Flavonoids: Advances in Research'', Chapman an d Hall. London. Phytochemical Analysis, 6: 55.

HİLL, C. A. S., and JONES, D., 1996. The dimensional stabilisation of Corsican pine sapwood by reaction with carboxylic acid anhydrides. The effect of chain length. Holzforschung-International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood, 50(5): 457-462.

HUANG, J., SCHOLS, H. A., JİN, Z., SULMANN, E., and VORAGEN, A. G., 2007. Pasting properties and (chemical) fine structure of acetylated yellow pea starch is affected by acetylation reagent type and granule size. Carbohydrate Polymers, 68(3): 397-406.

IMELOUANE, B., AMHAMDİ, H.,WATHELET, J. P., ANKİT,M., KHEDİD, K., and EL BACHİRİ, A., 2009. Chemical composition and antimicrobial activity of essential oil of thyme (Thymus vulgaris) from eastern Morocco. International Journal of Agriculture and Biology, 11: 205–208.

JAVADİAN, S. R., SHAHOSSEİNİ, S. R., and ARİAİİ, P., 2017. The effects of liposomal encapsulated thyme extract on the quality of fish mince and Escherichia coli O157: H7 inhibition during refrigerated storage. Journal of Aquatic Food Product Technology, 26(1): 115-123.

JORGE, N., VERONEZİ, C. M., and DEL RÉ, P. V., 2015. Antioxidant Effect of Thyme (Thymus vulgaris L.) and Oregano (Origanum vulgare L.) Extracts in Soybean Oil Under Thermoxidation. Journal of Food Processing and Preservation, 39(6): 1399-1406.

KÄHKÖNEN, M. P., HOPİA, A. I., VUORELA, H. J., RAUHA, J. P., PİHLAJA, K., KUJALA, T. S., and HEİNONEN, M., 1999. Antioxidant activity of plant extracts containing phenolic compounds. Journal of agricultural and food chemistry, 47(10):3954-3962..

KARAOĞUL E., 2016. Epoksilenmiş Soya Yağı, gliserin ve bazı dolgu maddeleri kullanarak pva/nişasta esaslı biyo-hibrit ambalaj film üretimi ve karakterizasyonu. Kahramanmaraş sütçü imam üniversitesi, Fen bilimleri enstitüsü, doktora tezi, Kahramanmaraş, 221s.

KARAOĞUL, E ., AL, S., KARAKUŞ, M. Ş., ATASOY, A. F., and ALMA, M. H., 2020. Novel analyzing approaches for chemical characterization of sunflower oils during deep-frying by FT-IR. Fresenius Environmental Bulletin, Volume 29:7847-7853.

KARAOGUL, E., ALTUNTAŞ, E., ve ALMA, M. H., 2017. Tanenlerin quercus türlerinde sınıflandırılması ve kantitatif analizi. Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi, 2(3): 17-24.

KARAOGUL E., ALTUNTAS E., SALAN T., ve ALMA M.H., 2018. The Effects of Novel Additives Used in PVA/Starch Biohybrid Films, IntechOpen Publisher, Filler Book,81727: p.1-16.

KOCABAS, Y. Z., and KARAMAN, S., 2001. Essential oils of Lamiaceae family from south east Mediterranean region (Turkey). Pakistan Journal of Biological Sciences, 4(10): 1221-1223.

KOÇ, M., KOÇ, B., ve KAYMAK-ERTEKİN, F., 2011. Toz gıdaların fiziksel karakterizasyon özellikleri. Akademik Gıda, B (4): 60-70.

KÖKSAL, E., BURSAL, E., ve GÜLÇİN, İ., 2010. Kekik bitkisinin (*Thymus vulgaris*) antioksidan ve antiradikal giderme aktivitelerinin belirlenmesi ile total fenolik ve total flavonoit miktarlarının tespiti. 24. Ulusal Kimya Kongresi, Karaelmas Üniversitesi, 29 Haziran-2 Temmuz, Zonguldak,

LAOKULDİLOK, T., and KANHA, N., 2015. Effects of processing conditions on powder properties of black glutinous rice (Oryza sativa L.) bran anthocyanins produced by spray drying and freeze drying. LWT-Food Science and Technology, 64(1): 405-411.

LOHMAR BY ROLLAD AND C.E.RIST., 1950. UNIVERSITY OF Texas, Received march 20, 19:50

Lİ, X., TABİL, L. G. and PANİGRAHİ, S., 2007. Chemical treatment of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. Journal of Polymer Environment, 15:25-33.

MCCLEMENTS D., AND LESMES U., 2009. Structure-function relati-onships to guide rational design and fabrication of particu-late food delivery systems. Trends Food Sci Technol; 20: 448-57.

MİAO, M., Lİ, R., JİANG, B., CUİ, S. W., ZHANG, T., and JİN, Z., 2014. Structure and physicochemical properties of octenyl succinic esters of sugary maize soluble starch and waxy maize starch. Food chemistry, 151: 154-160.

NAGAİ, T., MYODA, T., and NAGASHİMA, T., 2005. Antioxidative activities of water extract and ethanol extract from field horsetail (tsukushi) Equisetum arvense L. Food chemistry, 91(3): 389-394.

NATA, I. F., CHEN, K. J., AND LEE, C. K., 2014. Facile microencapsulation of curcumin in acetylated starch microparticles. Journal of microencapsulation, 31(4):344-349.

ÖZGÜVEN, M., SEKİN, S., GÜRBÜZ, B., ŞEKEROĞLU, N., AYANOĞLU, F.,ERKEN.S., 2005. Tütün, Tıbbi Ve Aromatik Bitkiler Üretimi Ve Ticareti. Türkiye Ziraat Mühendisliği VI. Teknik Kongresi, 3-7 Ocak 2005, Ankara.

ÖZKAN, G., 2007. Türkiye'de Lamiaceae (Labiatae) familyasına ait baharat veya çeşni olarak kullanılan bazı bitkilerin fenolik bileşenleri ile antioksidan ve antimikrobiyal etkilerinin belirlenmesi. Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, doktora tezi, Konya, 146s.

POP, C., RANGA, F., FETEA, F., AND SOCACİU, C., 2013. Application of three alternative technologies (spray drying, fluid bed drying and freeze drying) to obtain powdered formulas from plants with antimicrobial potential. Bulletin of University of Agricultural Sciences and Veterinary Medicine Cluj-Napoca. Animal Science and Biotechnologies, 70(1): 95-103.

QUİSPE-CONDORİ, S., SALDAÑA, M. D., and TEMELLİ, F., 2011. Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying. LWT-Food Science and Technology, 44(9): 1880-1887.

RAİNA, C. S., SİNGH, S., BAWA, A. S., and SAXENA, D. C., 2006. Some characteristics of acetylated, cross-linked and dual modified Indian rice starches. European Food Research and Technology, 223: 561–570.

RAUHA, J.P., REMES, S., HEINONEN, M.,HOPIA, A., KAHKONEN, M., KUJAJA, T., PIHLAJ, A.K., VUORELA, H. and VUORELA, P., 2000. Antimicrobial effects of Finnish plant extracts containing flavonoids and other phenolic compounds. Int. J. Food Microbiol. 56: 3–12.

REZENDE, Y. R. R. S., NOGUEİRA, J. P., and NARAİN, N., 2018. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (Malpighia emarginata DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. Food chemistry, 254:281-291.

RE, R., PELLEGRİNİ, N., PROTEGGENTE, A., PANNALA, A., YANG, M., and RİCE-EVANS, C., 1999. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. Free radical biology and medicine, 26(9-10): 1231-1237.

ROBY, M. H. H., SARHAN, M. A., SELİM, K. A. H., and KHALEL, K. I., 2013. Evaluation of antioxidant activity, total phenols and phenolic compounds in thyme (Thymus vulgaris L.), sage (Salvia officinalis L.), and marjoram (Origanum majorana L.) extracts. Industrial Crops and Products, 43: 827-831.

ROTA, M. C., HERRERA, A.,MARTÍNEZ, R.M., SOTOMAYOR, J. A., and JORDÁN, M. J., 2008. Antimicrobial activity and chemical composition of Thymus vulgaris, Thymus zygis and Thymus hyemalis essential oils. Food Control, 19(7): 681–687.

SACCHETTİ, G., MAİETTİ, S., MUZZOLİ, M., SCAGLİANTİ, M., MANFREDİNİ, S., RADİCE, M., and BRUNİ, R., 2005. Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. Food chemistry, 91(4): 621-632.

SAİKİA, S., MAHNOT, N. K., and MAHANTA, C. L., 2015. Optimisation of phenolic extraction from Averrhoa carambola pomace by response surface methodology and its microencapsulation by spray and freeze drying. Food Chemistry, 171: 144-152.

SEOW, C. C., and THEVAMALAR, K., 1993. Internal plasticization of granular rice starchby hydroxypropylation: Effects on phase transitions associated withgelatinization. Starch, 45: 85–88.

SHA, X. S., XİANG, Z. J., BİN, L., JİNG, L., BİN, Z., JİAO, Y. J., and KUN, S. R. (2012). Preparation and physical characteristics of resistant starch (type 4) in acetylated indica rice. Food Chemistry, 134(1): 149-154.

SHAİKH, M., HAİDER, S., ALİ, T. M., and HASNAİN, A., 2019. Physical, thermal, mechanical and barrier properties of pearl millet starch films as affected by levels of acetylation and

hydroxypropylation. International journal of biological macromolecules, 124: 209-219.
SİNGH, J., KAUR, L., and MCCARTHY, O.J., 2007. Factors influencing the physicochemical, morphological, thermal and rheological properties of some chemically modified starches for food applications-a rewiev. Food Hydrocolloids, 21: 1-22.
SİNGLETON, V. L., and ROSSİ, J. A., 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. American journal of Enology and Viticulture, 16(3): 144-158.
SODHİ, N. S., and SİNGH, N., 2005. Characteristics of acetylated starches prepared using starches separated from different rice cultivars. Journal of Food Engineering, 70(1): 117-127.
TATAR, F., TUNÇ, M. T., DERVİSOGLU, M., CEKMECELİOGLU, D., and KAHYAOGLU, T., 2014. Evaluation of hemicellulose as a coating material with gum arabic for food microencapsulation. Food research international, 57:168-175.
TEMİZ, YUSUF., 2006. Sarımsak, Kekik Otu, Siyah Çay Ekstreleri ve Beta Glukanın Hormona Dirençli Prostat Kanseri Hayvan Modelinde Tümörün Büyümesi Üzerindeki Etkileri. Marmara Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Tıpta Uzmanlık Tezi, İstanbul, 30s.
TURCHİULİ, C., FUCHS, M., BOHİN, M., CUVELİER, M. E., ORDONNAUD, C., PEYRAT-MAİLLARD, M. N., AND DUMOULİN, E., 2005. Oil encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 6(1):29-35.
TYAGİ, V. V., KAUSHİK, S. C., TYAGİ, S. K., and AKİYAMA, T., 2011. Development of phase change materials based microencapsulated technology for buildings: a review. Renewable and sustainable energy reviews, 15(2): 1373-1391.
URL 1. http://www.tubives.com/
XU, S. S., XİANG, Z. J., BİN, L., JİNG, L., BİN, Z., JİAO, Y. J., & KUN, S. R., 2012. Preparation and physical characteristics of resistant starch (type 4) in acetylated indica rice. Food Chemistry, 134(1): 149-154.
XU, Y., DİNG, W., LİU, J., Lİ, Y., KENNEDY, J. F., GU, Q., and SHAO, S., 2010. Preparation and characterization of organic-soluble acetylated starch nanocrystals. Carbohydrate Polymers, 80(4): 1078-1084.
YANİSHLİEVA, N. V., and MARİNOVA, E. M., 2001. Stabilisation of edible oils with natural antioxidants. European journal of lipid science and technology, 103(11): 752-767.
YANİSHLİEVA, N. V., MARİNOVA, E., and POKORNÝ, J., 2006. Natural antioxidants from herbs and spices. European Journal of lipid science and Technology, 108(9): 776-793.
ZAMUDİO-FLORES, P. B., TORRES, A. V., SALGADO-DELGADO, R., and BELLO-PÉREZ, L. A., 2010. Influence of the oxidation and acetylation of banana starch on the mechanical and water barrier

properties of modified starch and modified starch/chitosan blend films. Journal of Applied Polymer Science, 115(2): 991-998.
ZEYBEK, U., ve ZEYBEK, N., 2002. “Farmasötik Botanik”, Değiştirilmiş 3. Baskı, Ege Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Yayınları, Bornova, İzmir, 3:378-387.
ZEYBEK, U., ve HAKSEL, M., 2010. Türkiye’de ve Dünyada Önemli Tıbbi Bitkiler ve Kullanım Alanları. İzmir, Zade Sağlık Yayınları, 131-2.
ZHANG, L., XİE, W., ZHAO, X., LİU, Y., and GAO, W. 2009. Study on the morphology, crystalline structure and thermal properties of yellow ginger starch acetates with different degrees of substitution. Thermochimica Acta, 495(1-2):57-62.
ZHANG, B., HUANG, Q., LUO, F. X., FU, X., JİANG, H., and JANE, J. L. 2011. Effects of octenylsuccinylation on the structure and properties of high-amylose maize starch. Carbohydrate Polymers, 84(4): 1276-1281.
ZHİSHEN, J., MENGCHENG, T., and JİANMİNG, W., 1999. The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals. Food chemistry, 64(4): 555-559.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı	Abdulhalık UĞURTAY
Uyruğu	T.C.
Doğum Yeri ve Tarihi	Mardin- 01.05.1995
Telefon	05412408768
e-mail	abdulhalikugurtay@gmail.com

EĞİTİM

Derece	**Adı, İlçe, İl**	**Bitirme Yılı**
Lise	Turgut özal anadolu lisesi/Batman	2013
Üniversite	Iğdır Üniversitesi /IĞDIR	2017
Yüksek Lisans	Harran Üniversitesi/ŞANLIURFA	2020

YAYINLAR

1- **ABDULHALIK UĞURTAY**, SALİHA ÖZER, SÜMEYRA AL, EYYÜP KARAOĞUL (2019). Mısır Nişastasının Asetillendirilmesi ve FT-IR ile Yapısal Özelliklerinin Belirlenmesi. 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi, 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s.329-340.

2- SÜMEYRA AL, **ABDULHALIK UĞURTAY**, SALİHA ÖZER, EYYÜP KARAOĞUL (2019). Mikrodalga, Geleneksel ve Maserasyon Ekstraksiyon Yöntemleri ile Trüf mantarı *(Tuber aestivum)* Ekstrelerinin Fizikokimyasal Özellikleri. 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi, 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s.341-351

3- SALİHA ÖZER, SÜMEYRA AL, **ABDULHALIK UĞURTAY**, EYYÜP KARAOĞUL (2019). Anadolu Sığla *(Liquidambar orientalis* Miller*)* Yağının

Çeşitli Alanlarda Kullanım Olanaklarının Araştırılması. 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi, 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s.352-360.

4- EYYÜP KARAOĞUL, SÜMEYRA AL, SALİHA ÖZER**, ABDULHALIK UĞURTAY** (2019). *Sinapis alba* (Akhardal) Bitkisinin Farklı Polaritedeki Çözücülerle Ekstraksiyonu ve Karakterizasyonu. 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi, 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s.316-328.

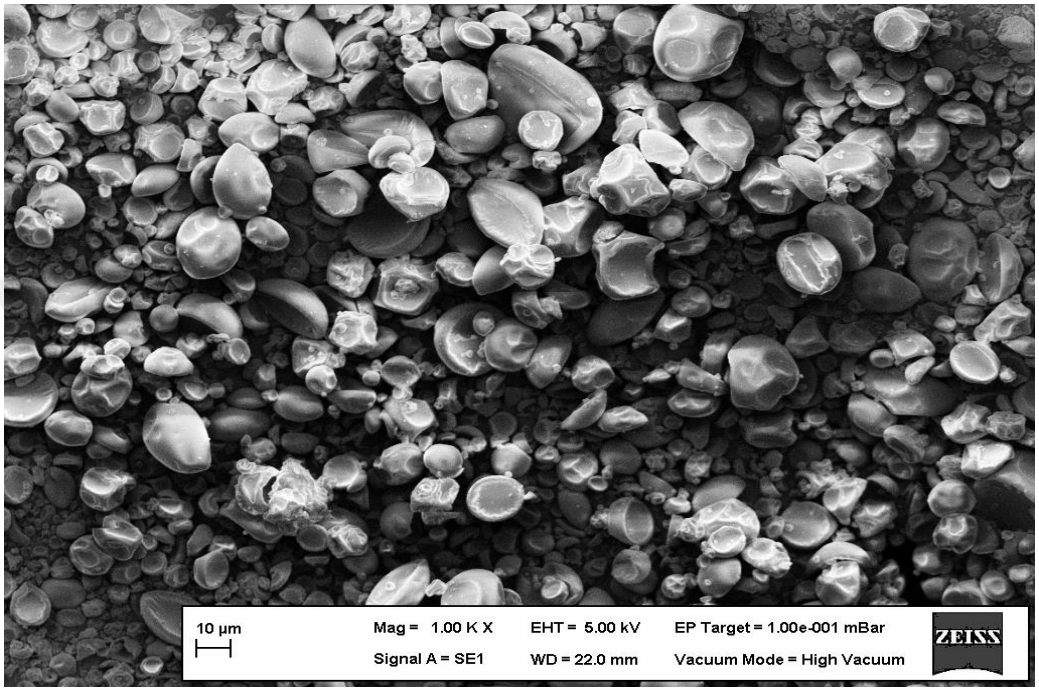
PROJELER

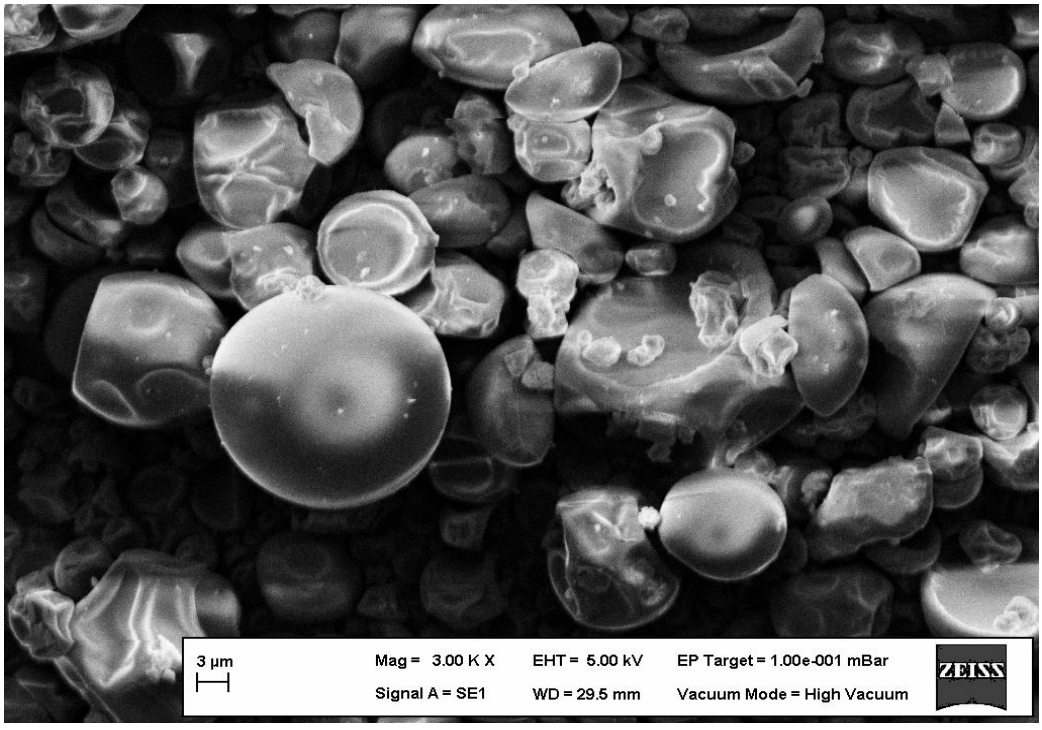
1. Kekik Ekstresinde Asetillendirilmiş Nişastanın Mikroenkapsüle Özelliğinin Araştırılması, Bilimsel Araştırma Projeleri (HÜBAK), (19174) (08-05-2019/08-11-2020). (Yardımcı araştırmacı)

2. Urfa (Antep) fıstığı yumuşak kabuğunun ekstraksiyonu ve mikroenkapsülasyonu, Harran Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (HÜBAK), 18120 Nolu Proje 06.06.2018. (Bursiyer öğrenci)

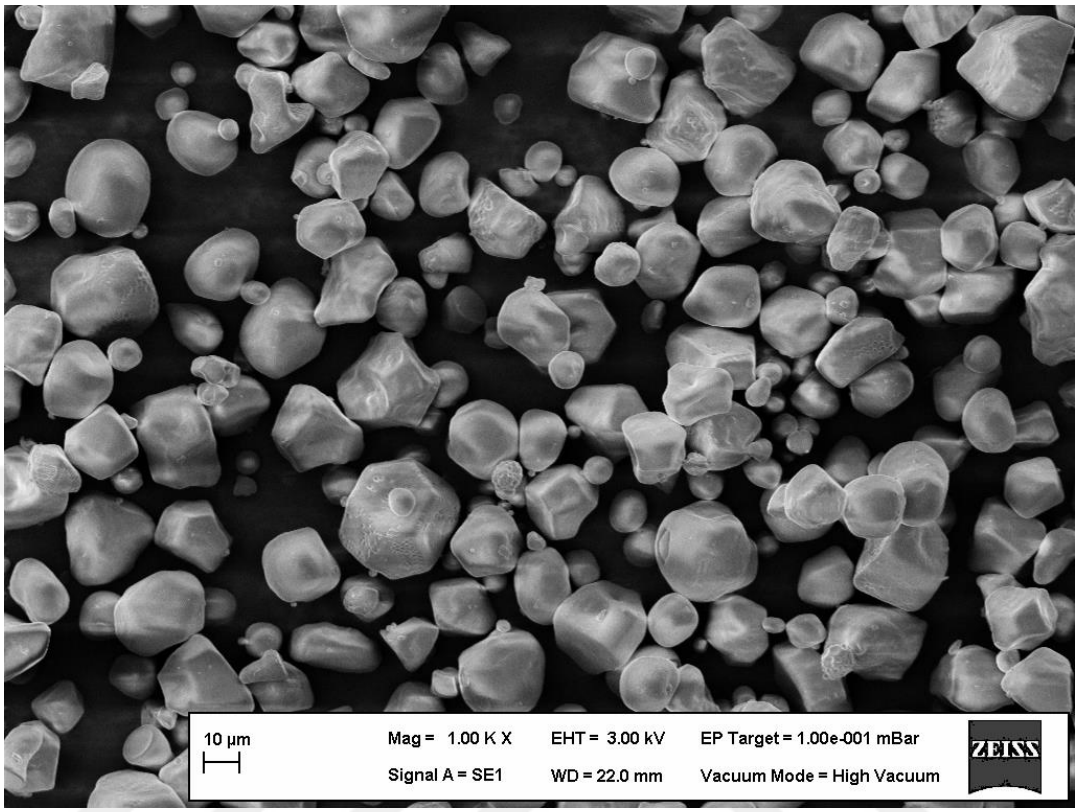
EKLER

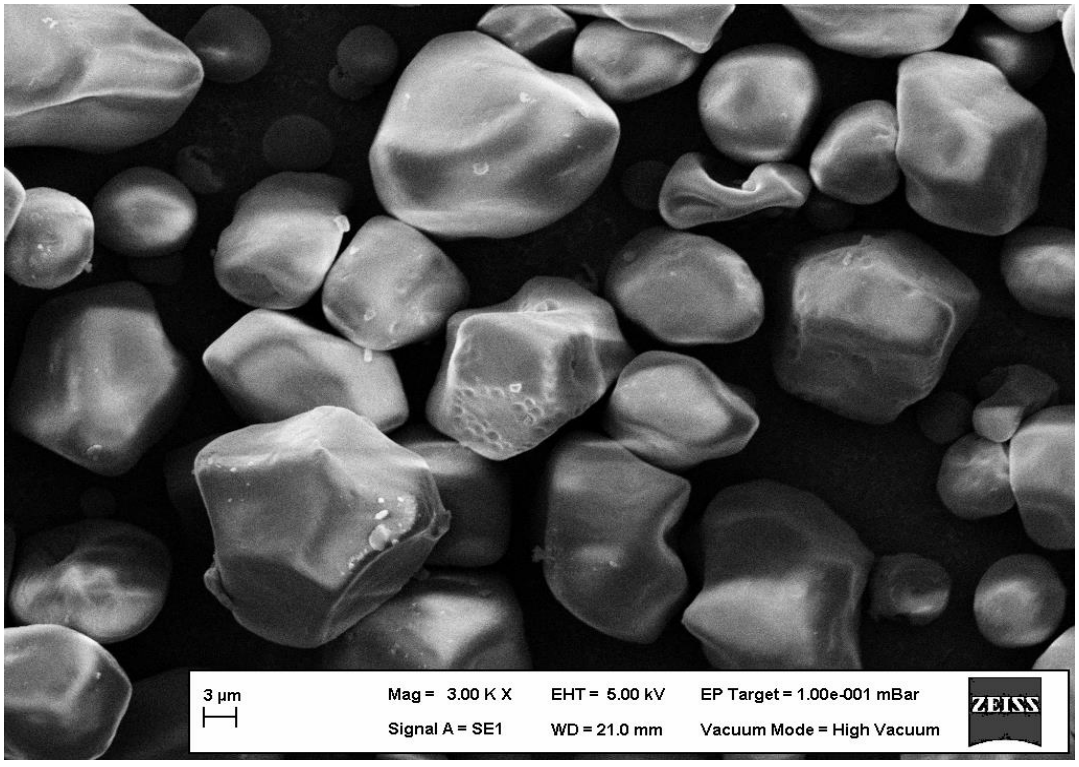
EK 1. MD/GA kaplama materyalinin kullanılmasıyla KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



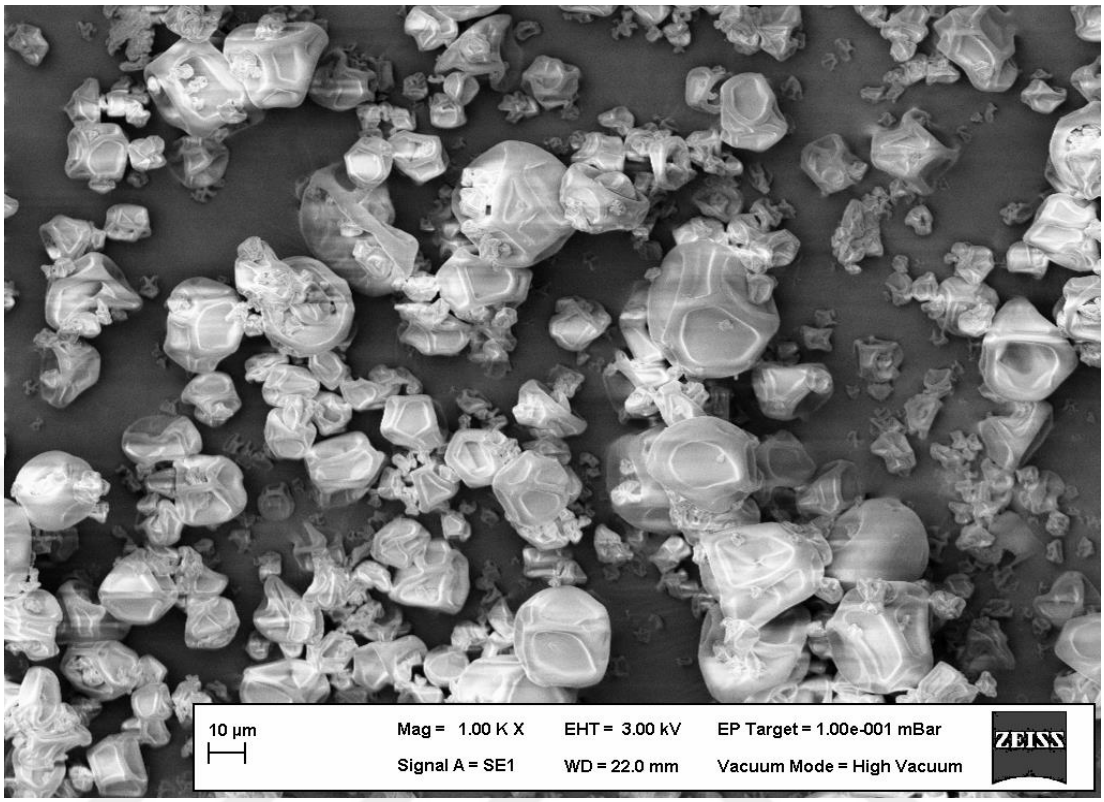


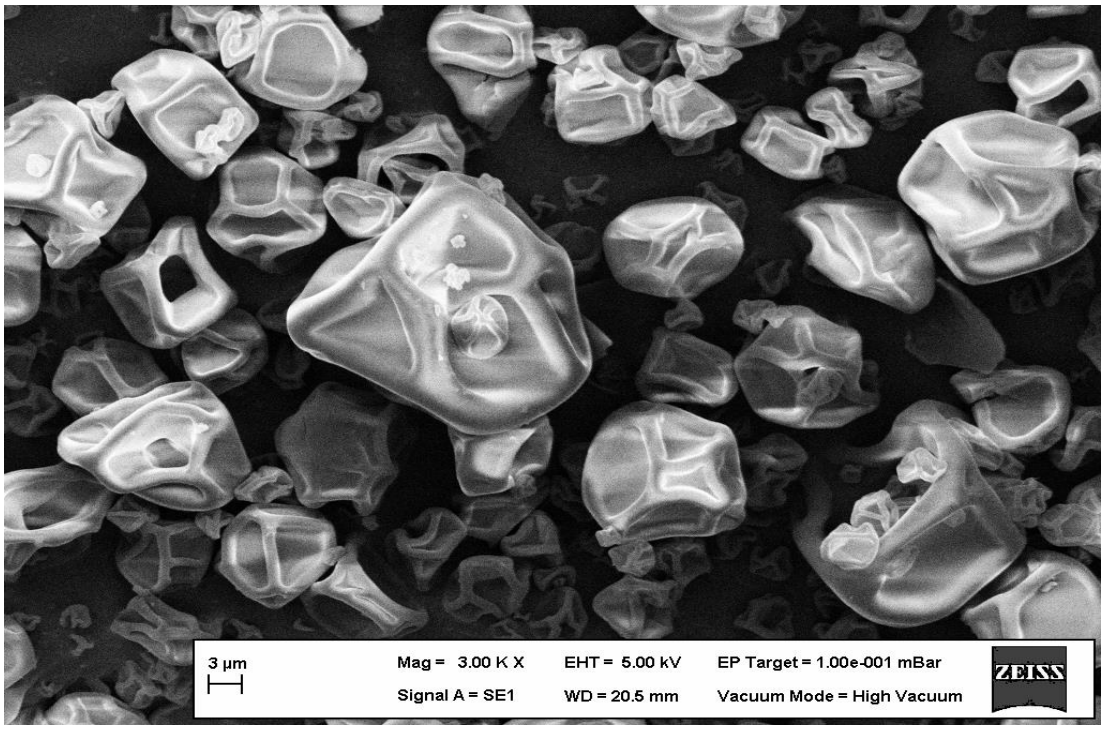
EK 2. Saf nişasta kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



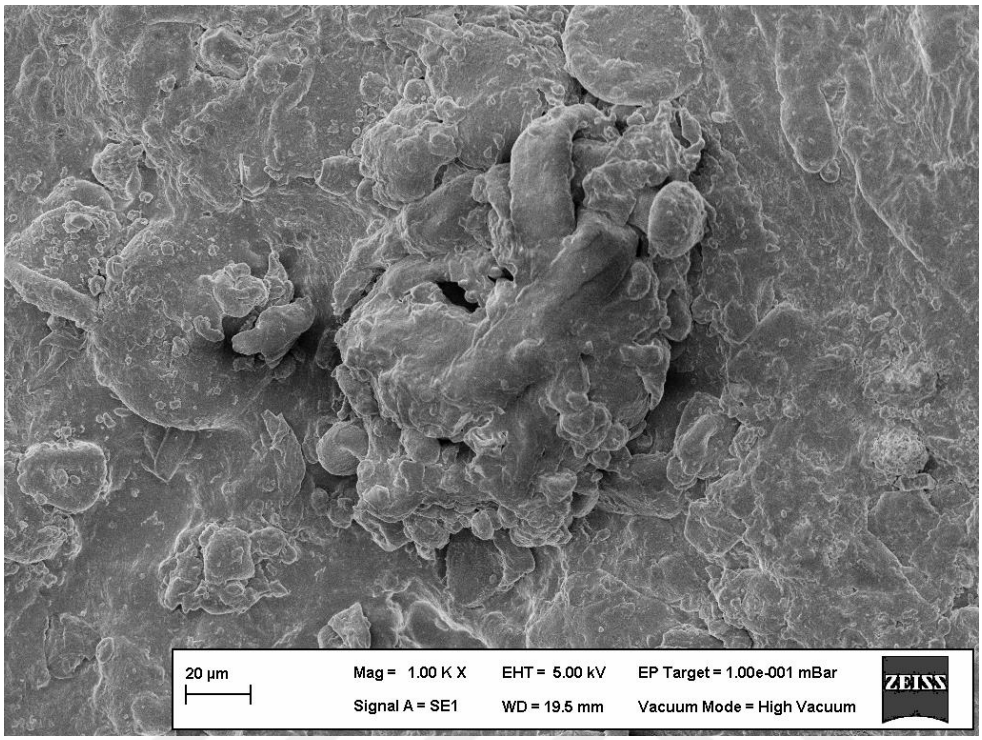


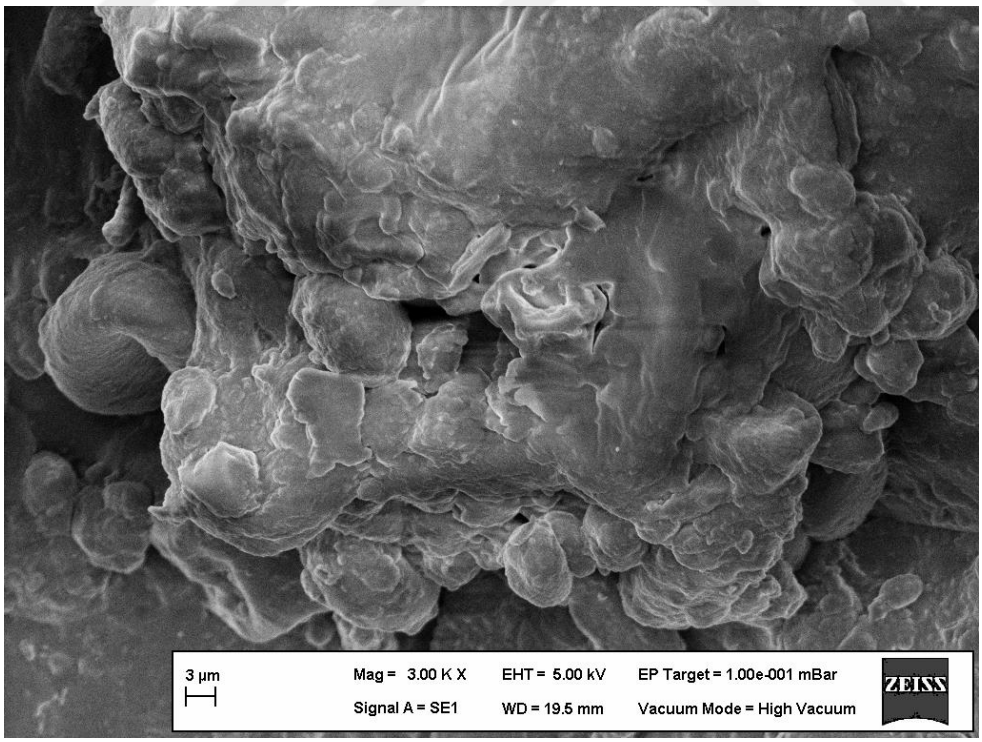
EK 3. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



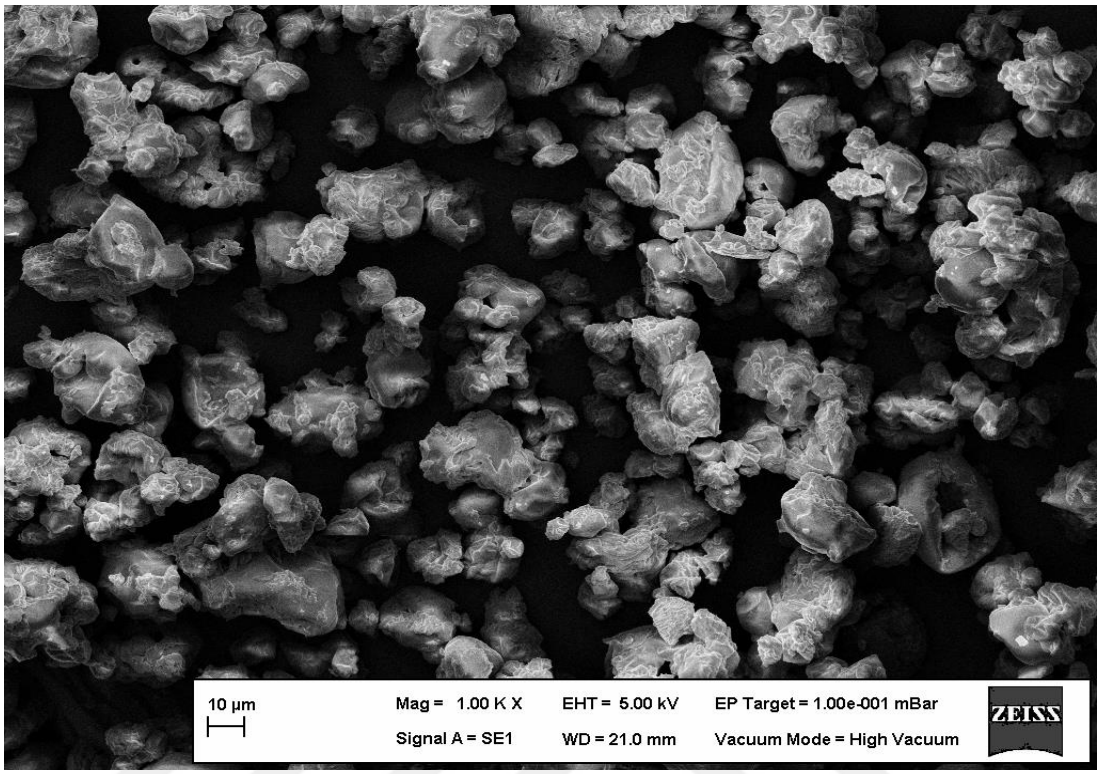


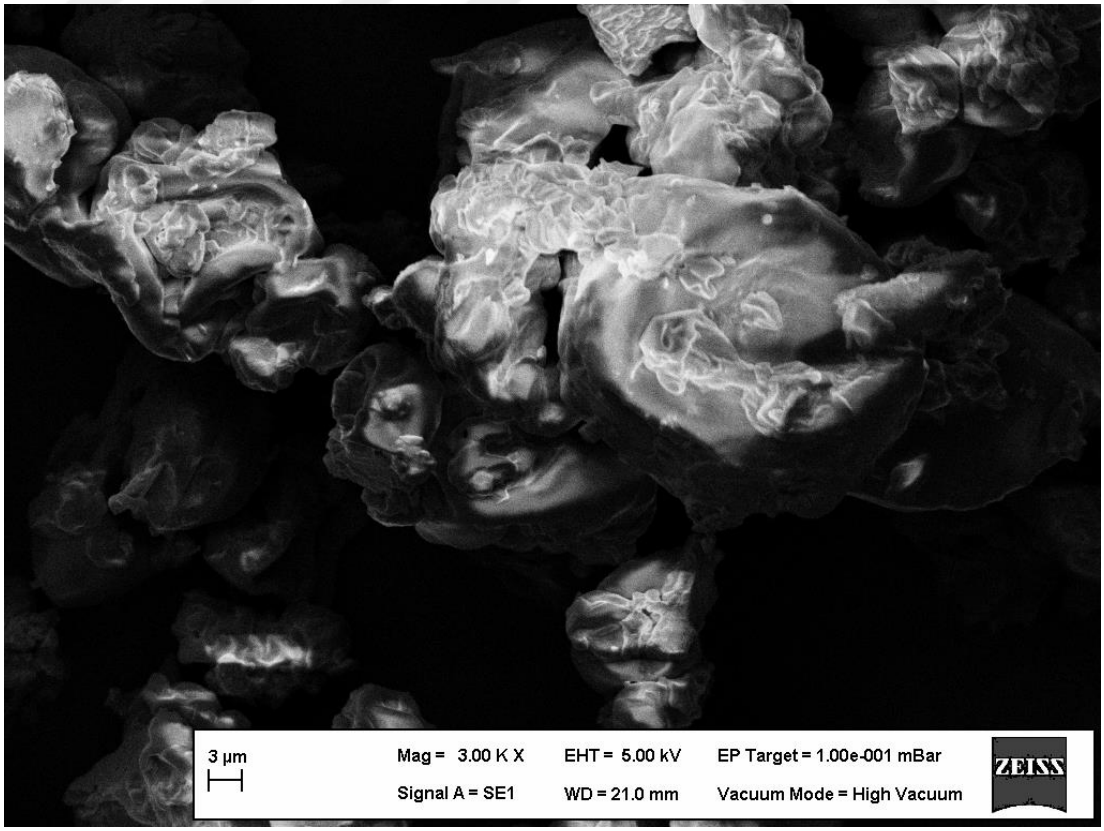
EK 4. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



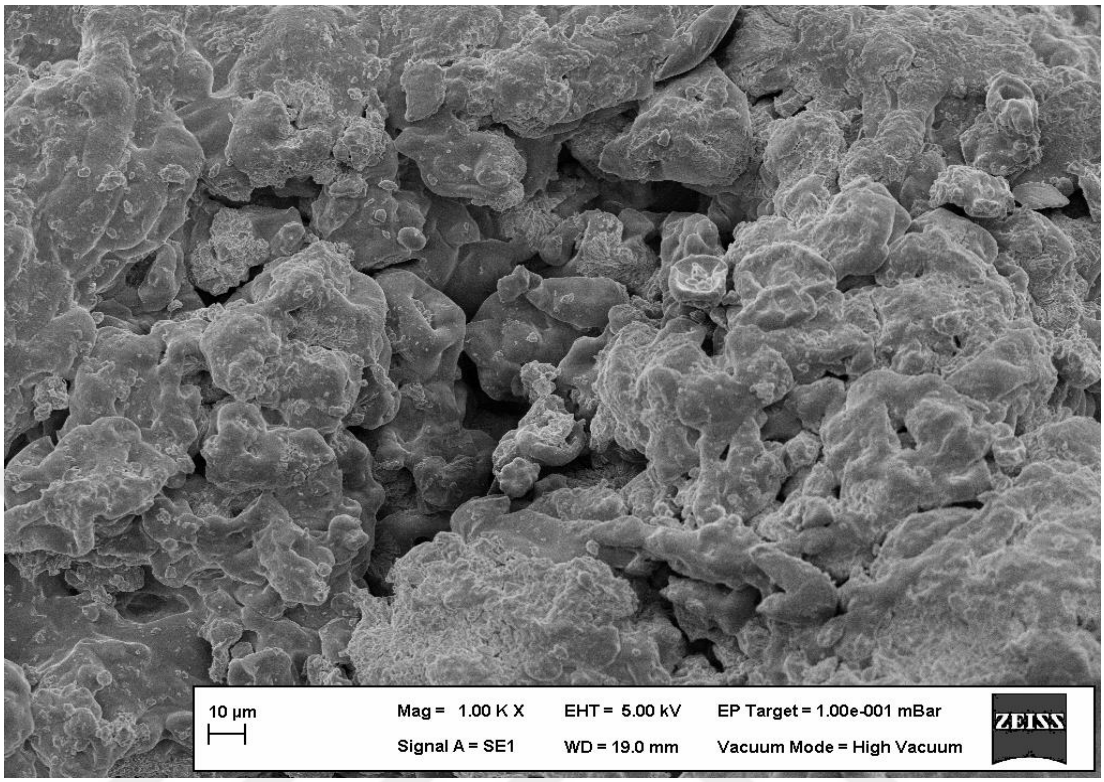


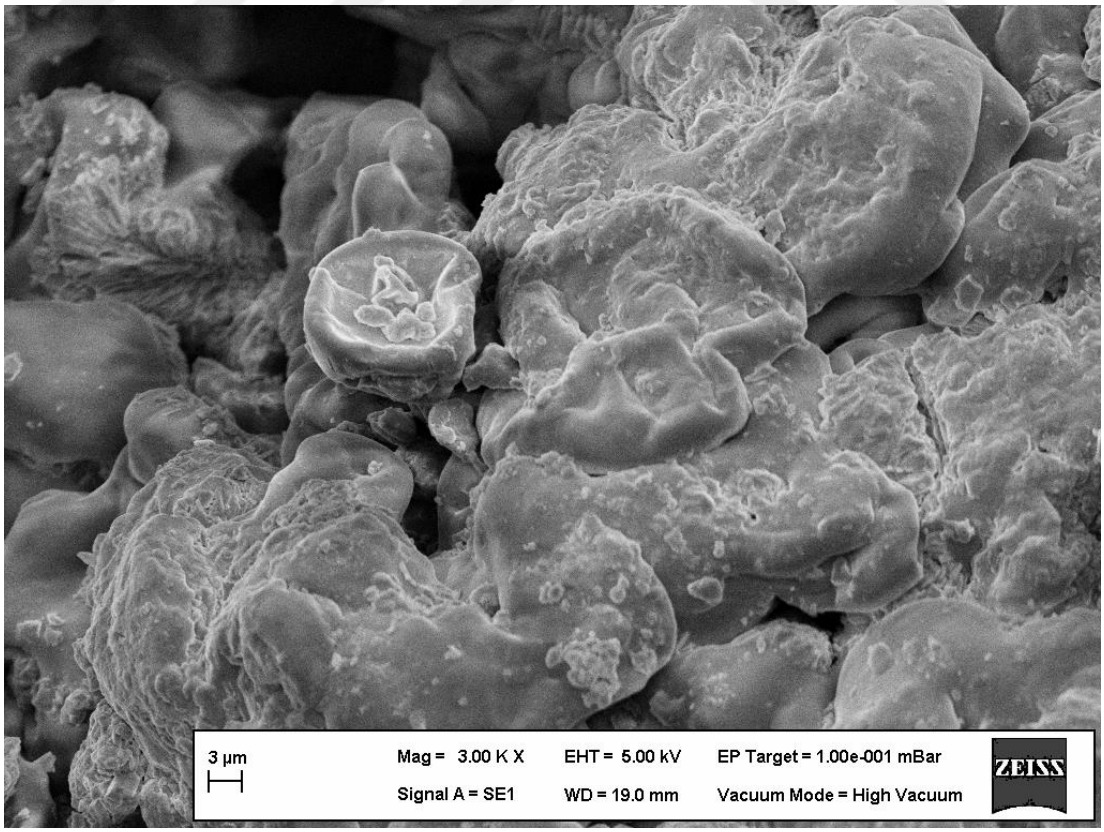
EK 5. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



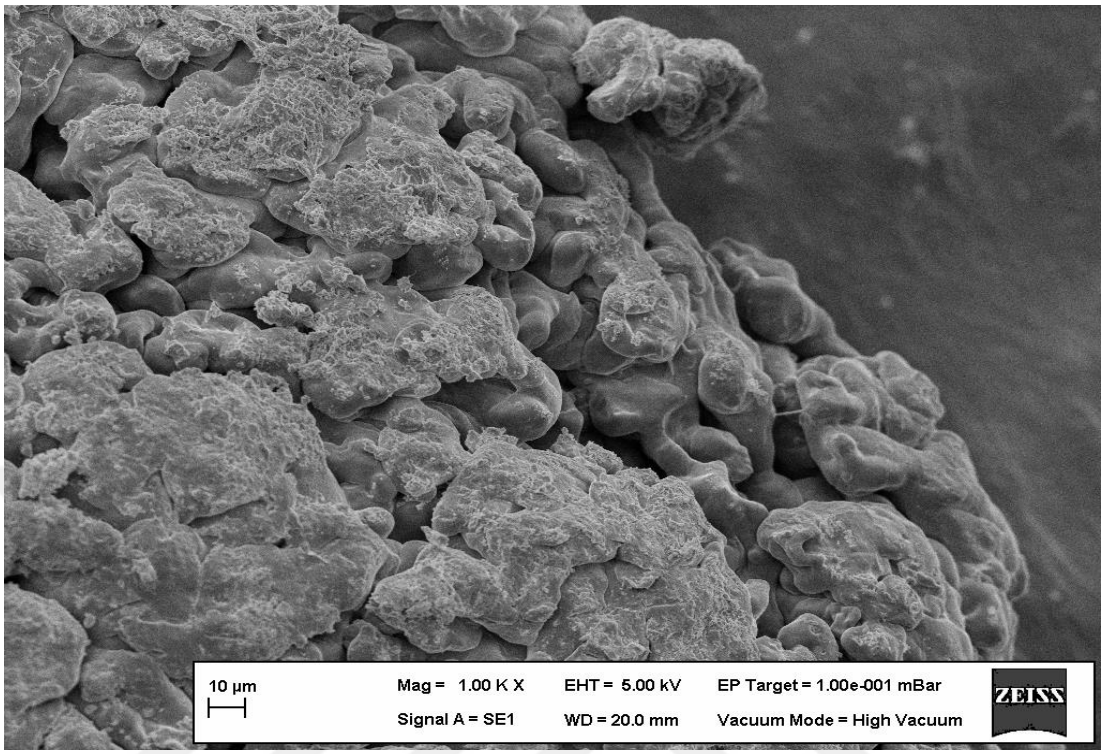


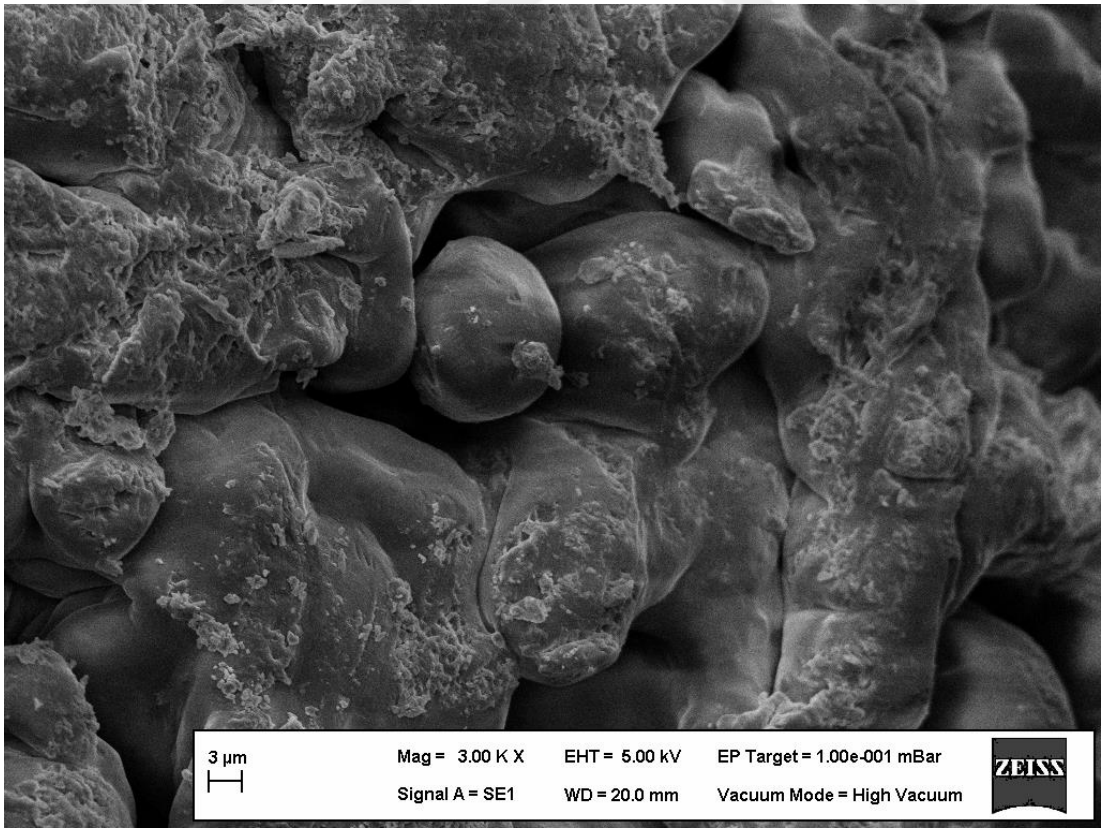
EK 6. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



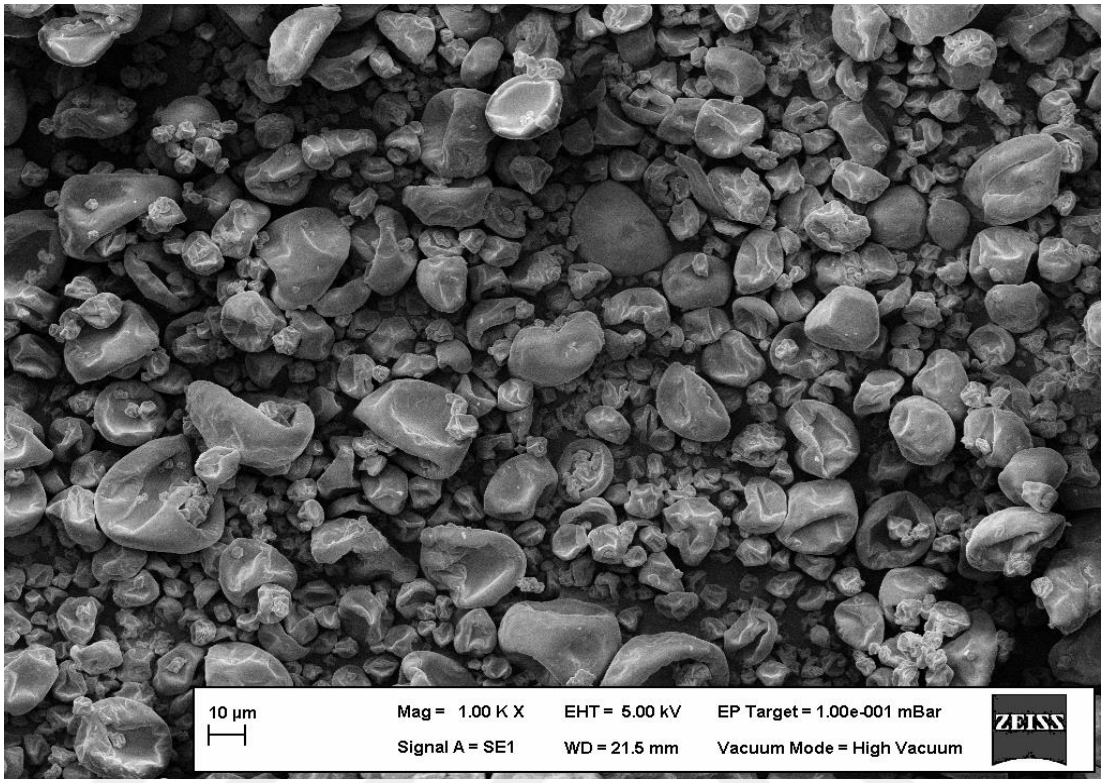


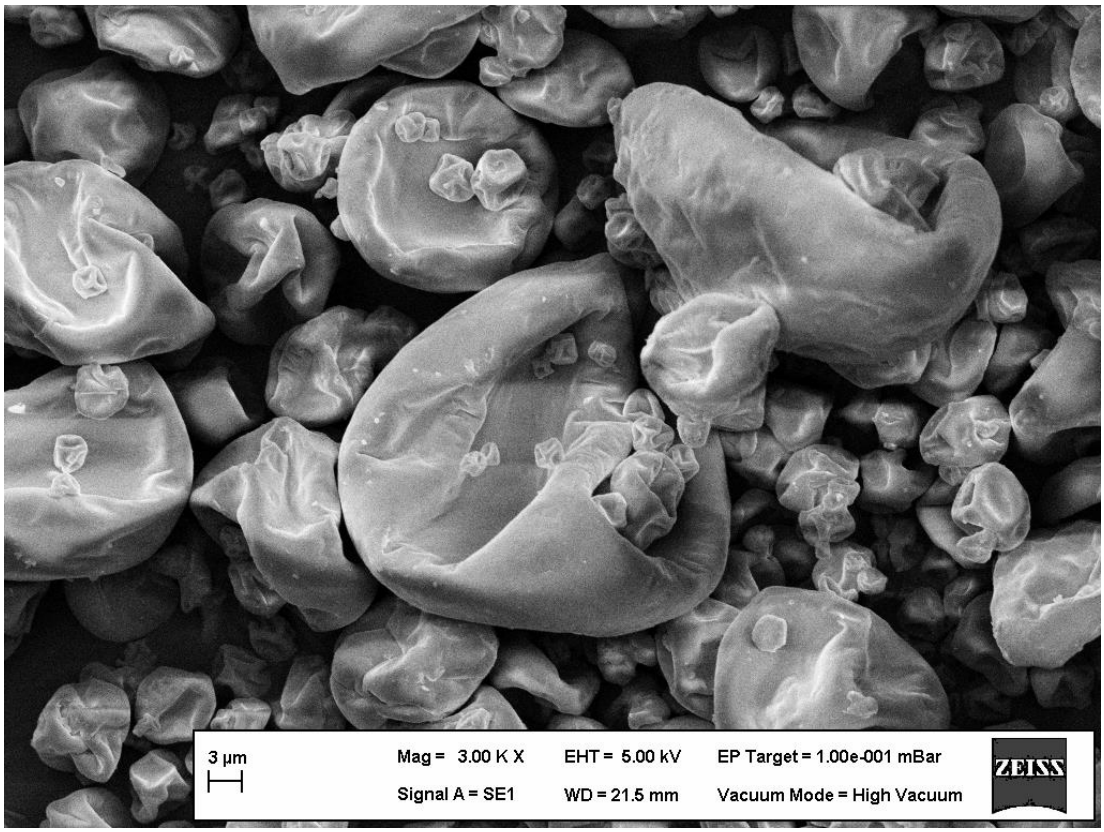
EK 7. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



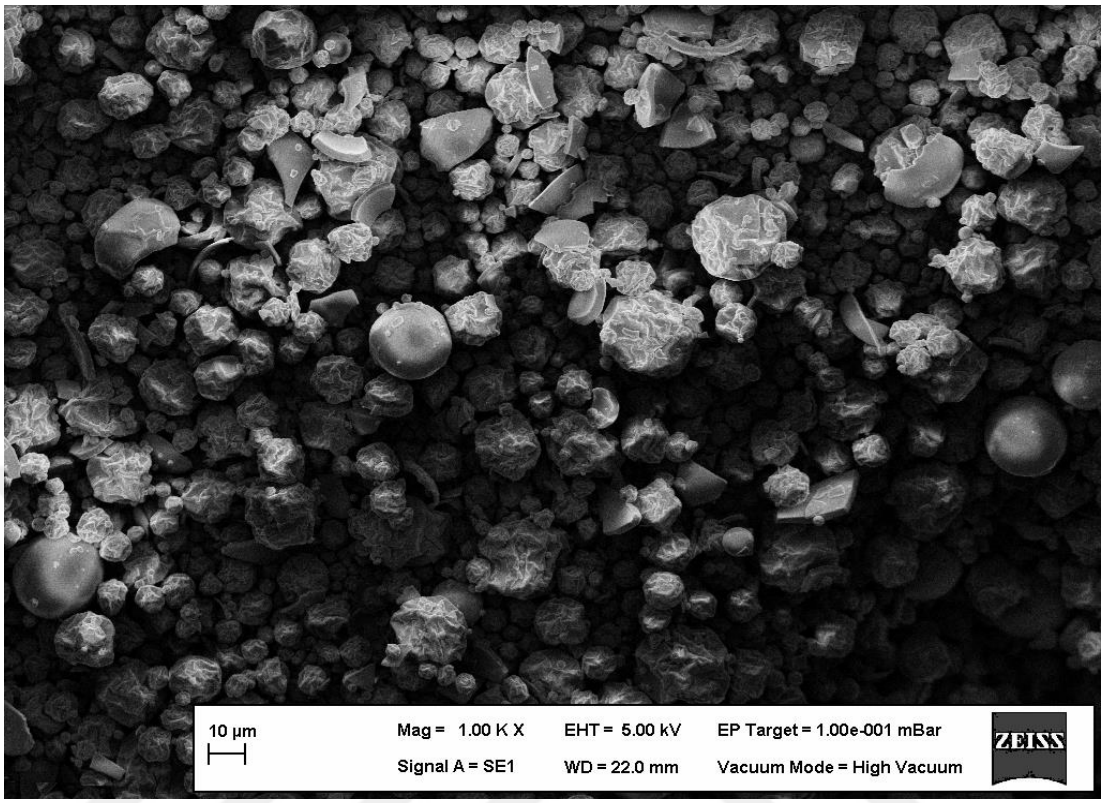


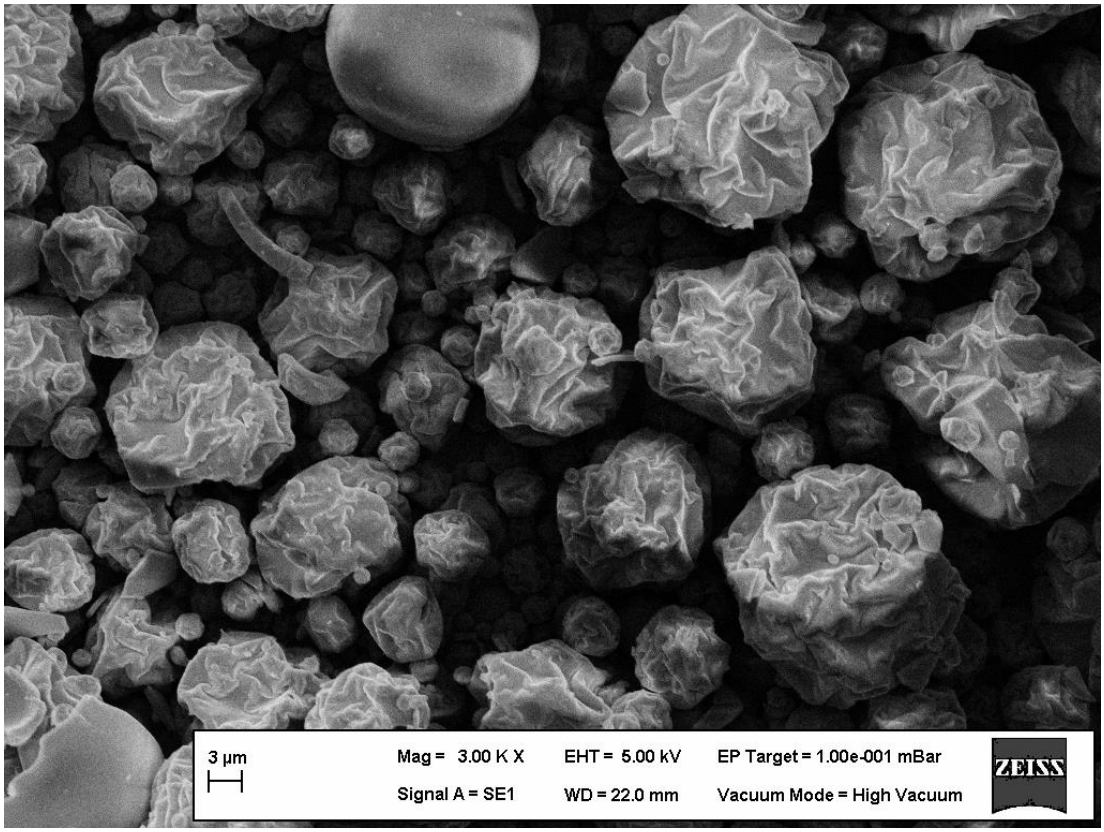
EK 8. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın kaplama materyalinin kullanılması ile KSS'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



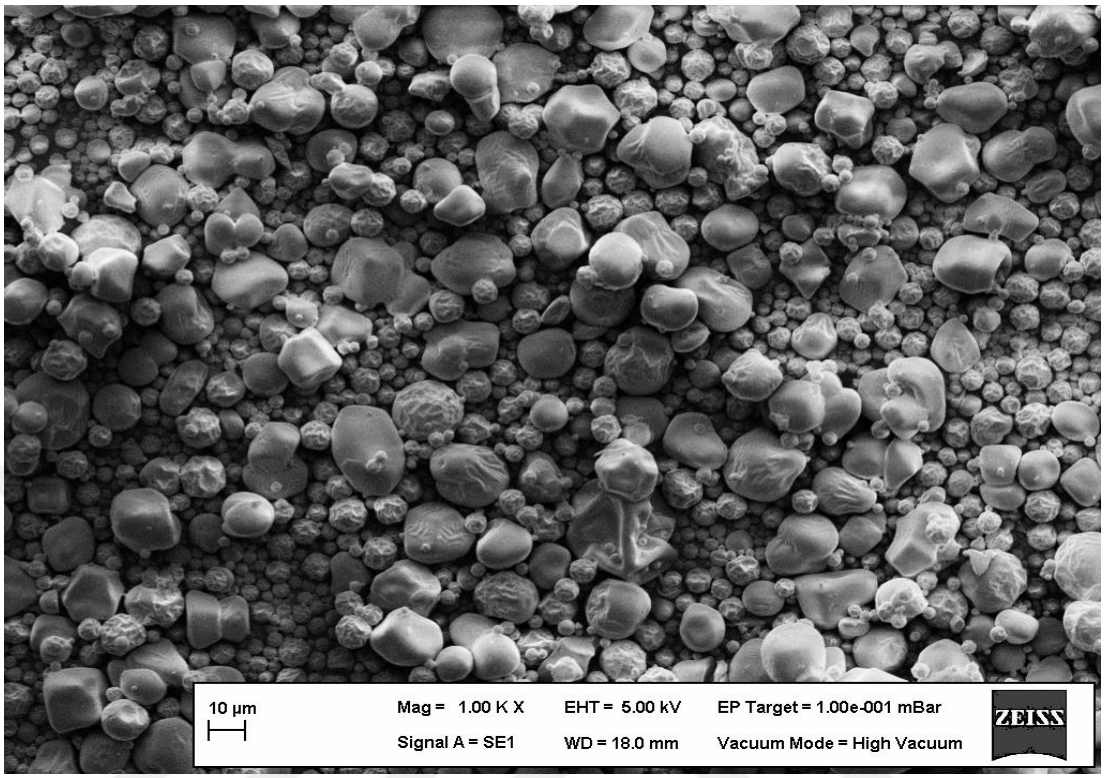


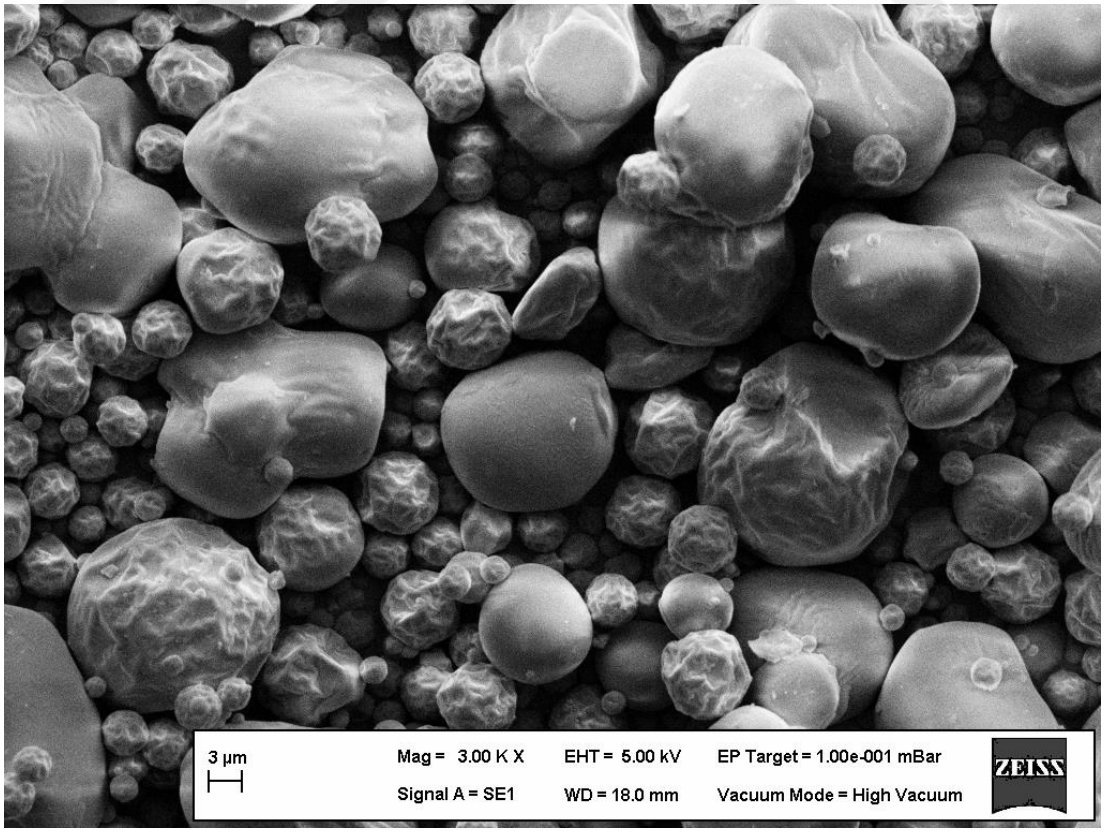
EK 9. MD/GA kaplama materyalinin kullanılmasıyla KES'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



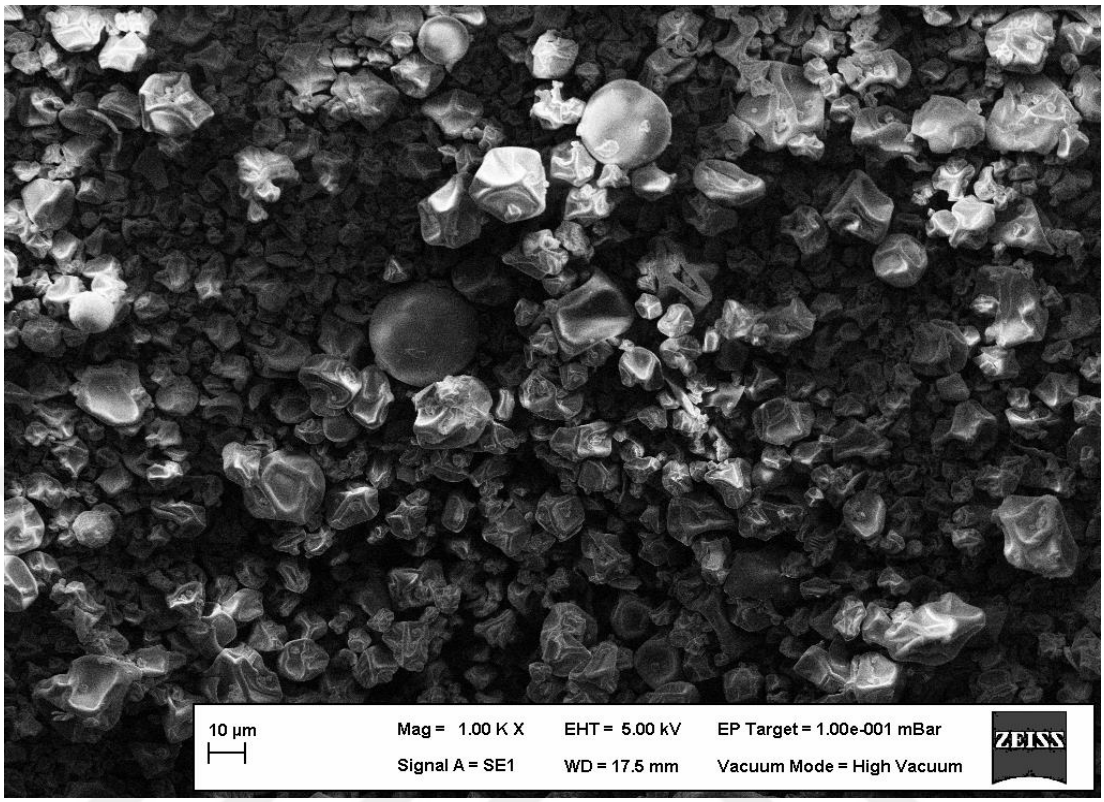


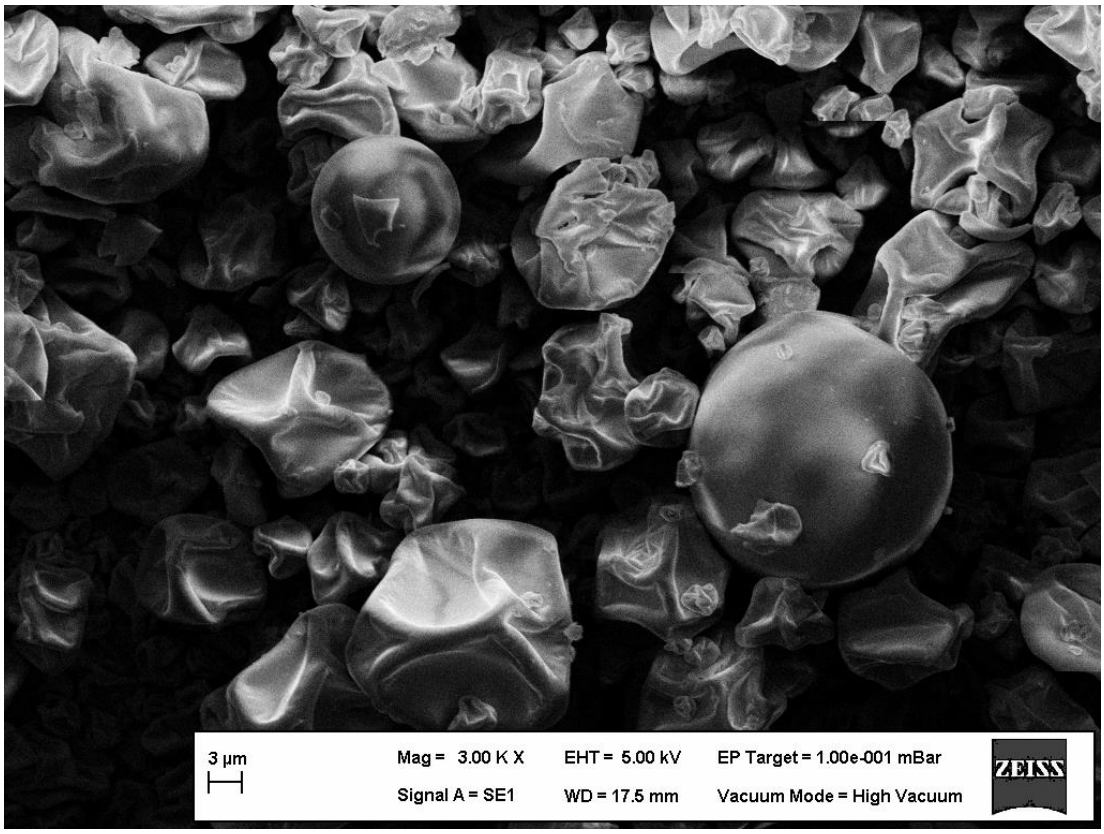
EK 10. Saf nişasta kaplama materyalinin kullanılmasıyla KES'den elde enkapsüle tozların SEM görüntüleri



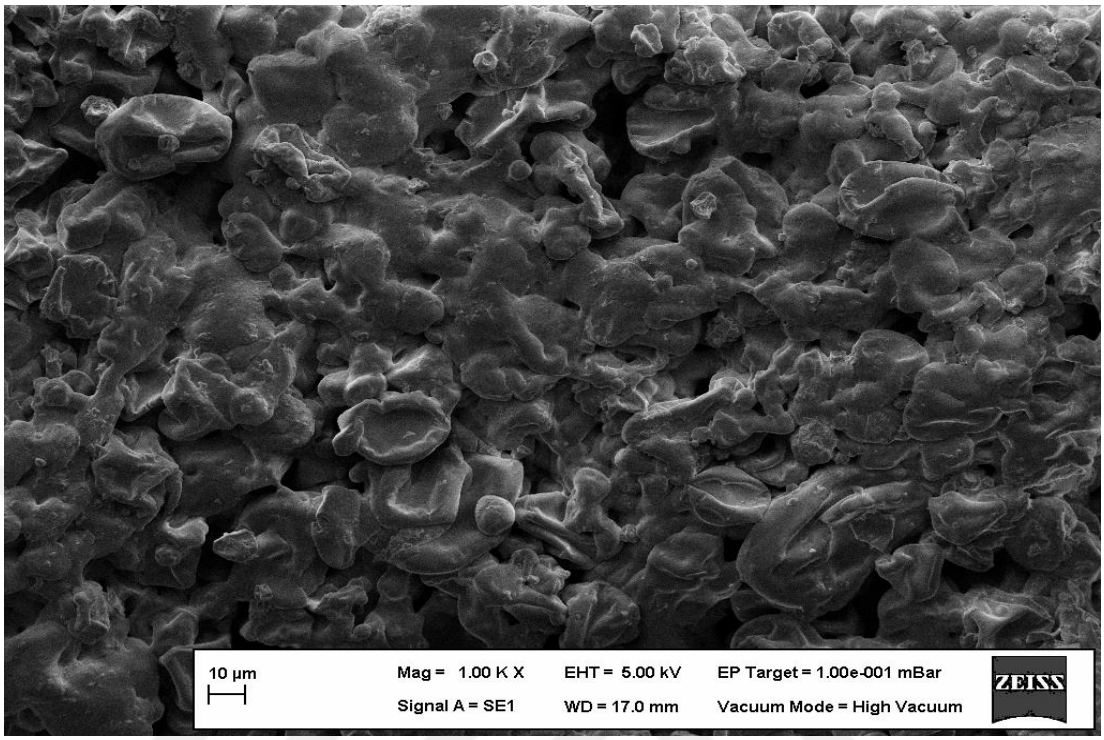


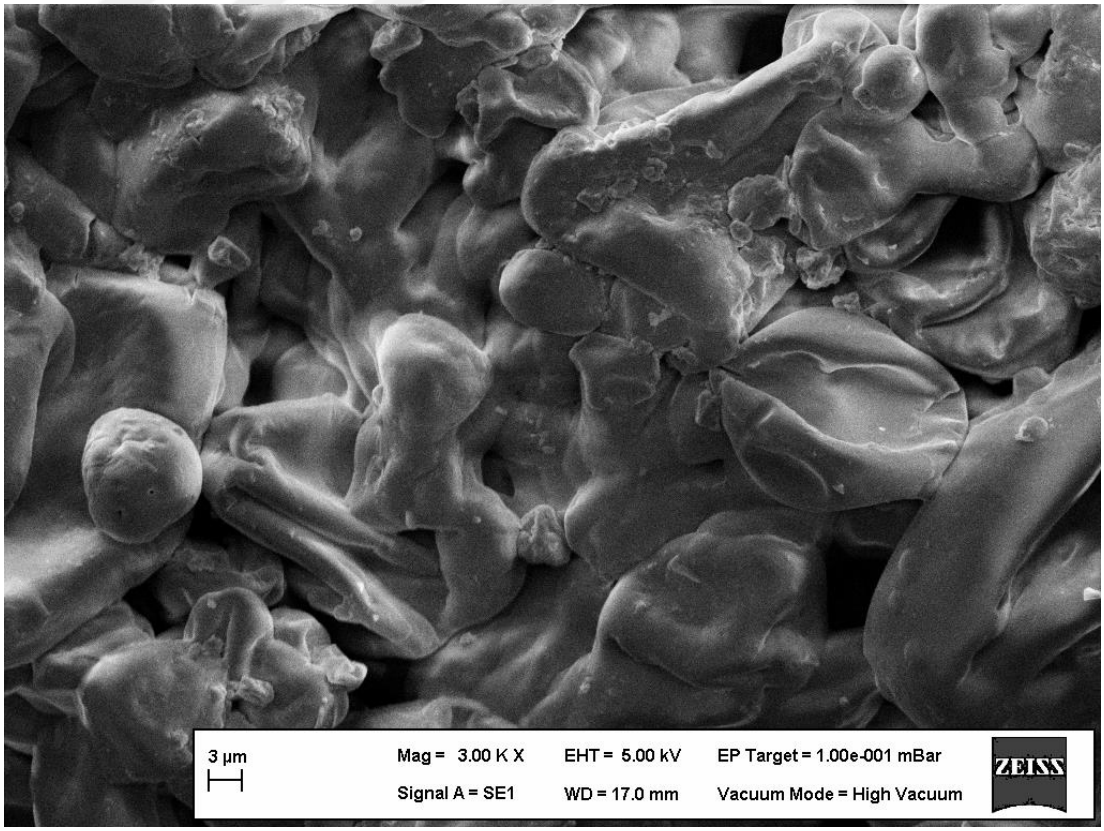
EK 11. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



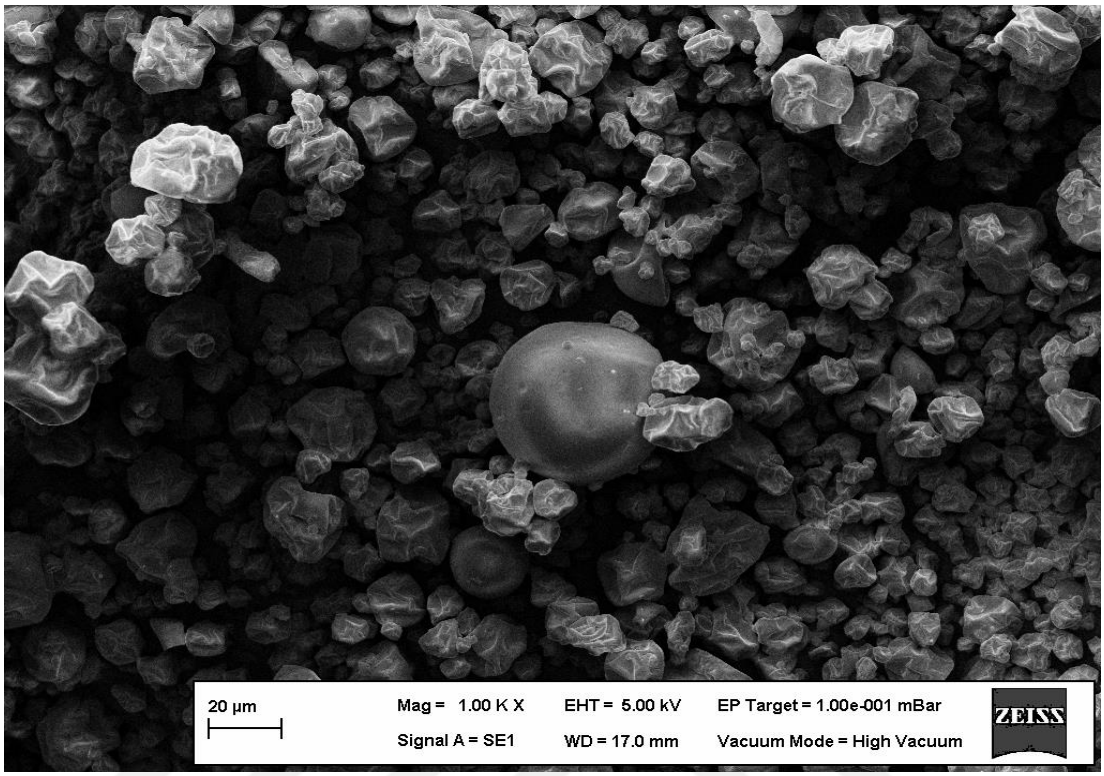


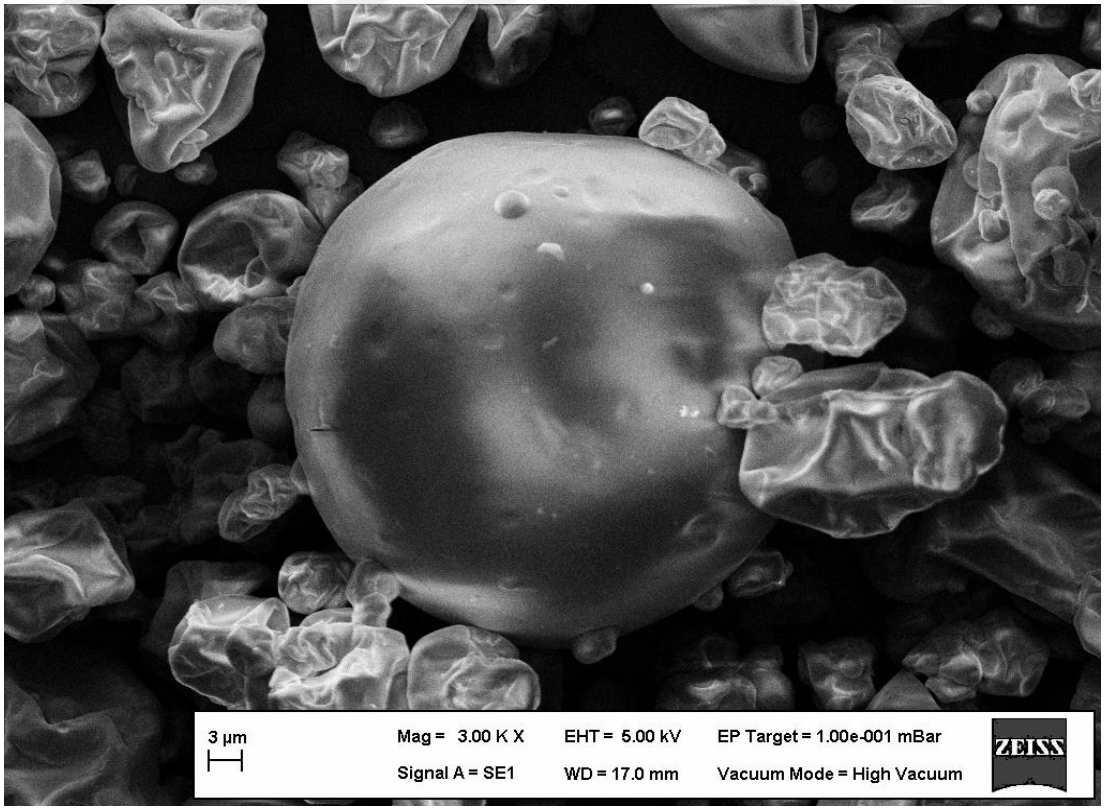
EK 12. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



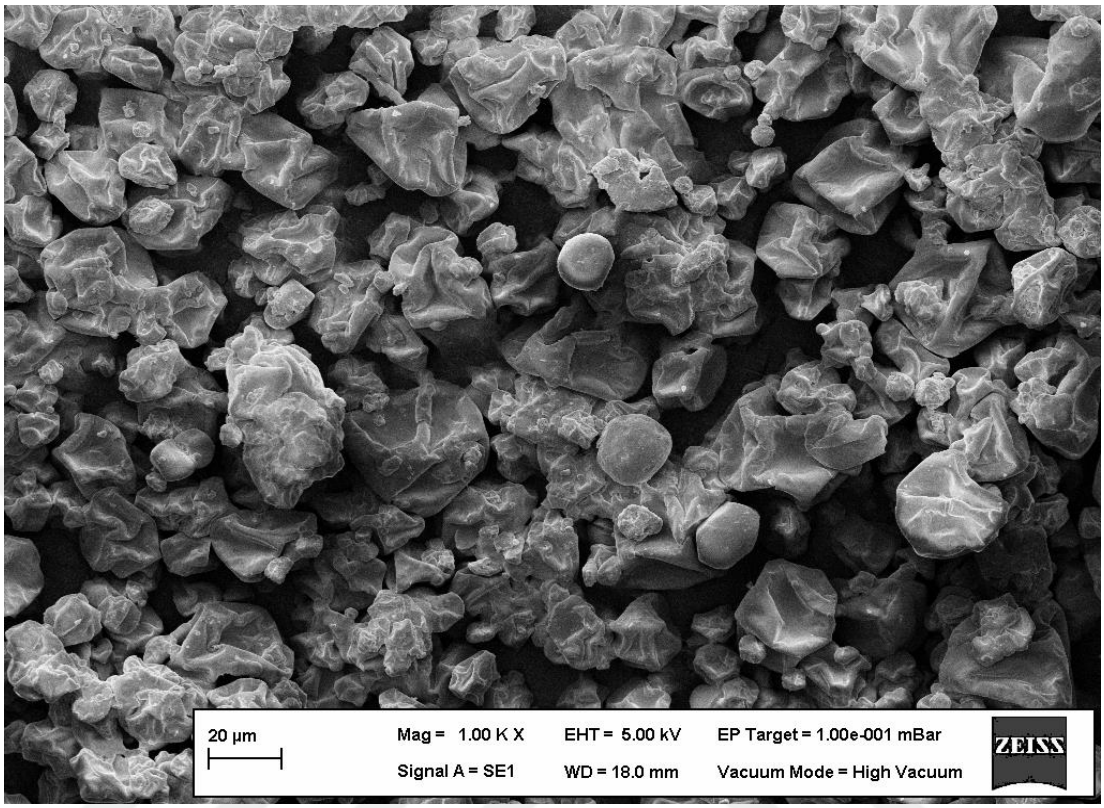


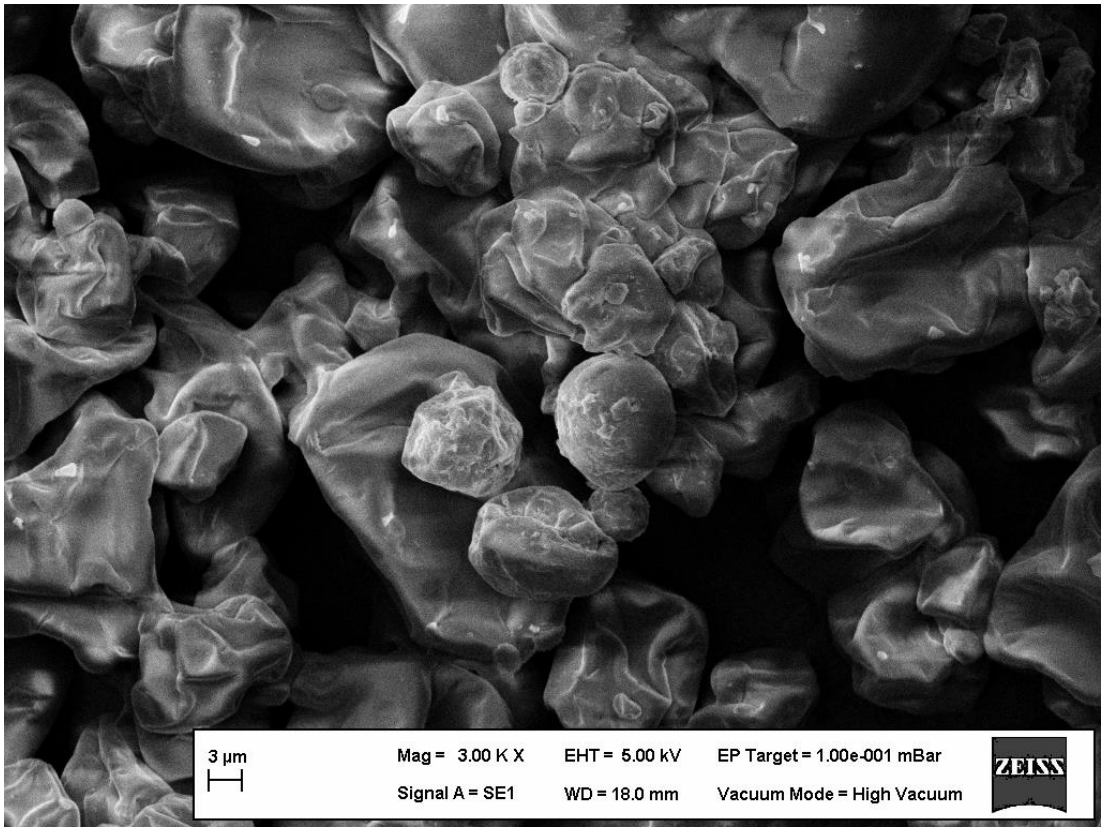
EK 13. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



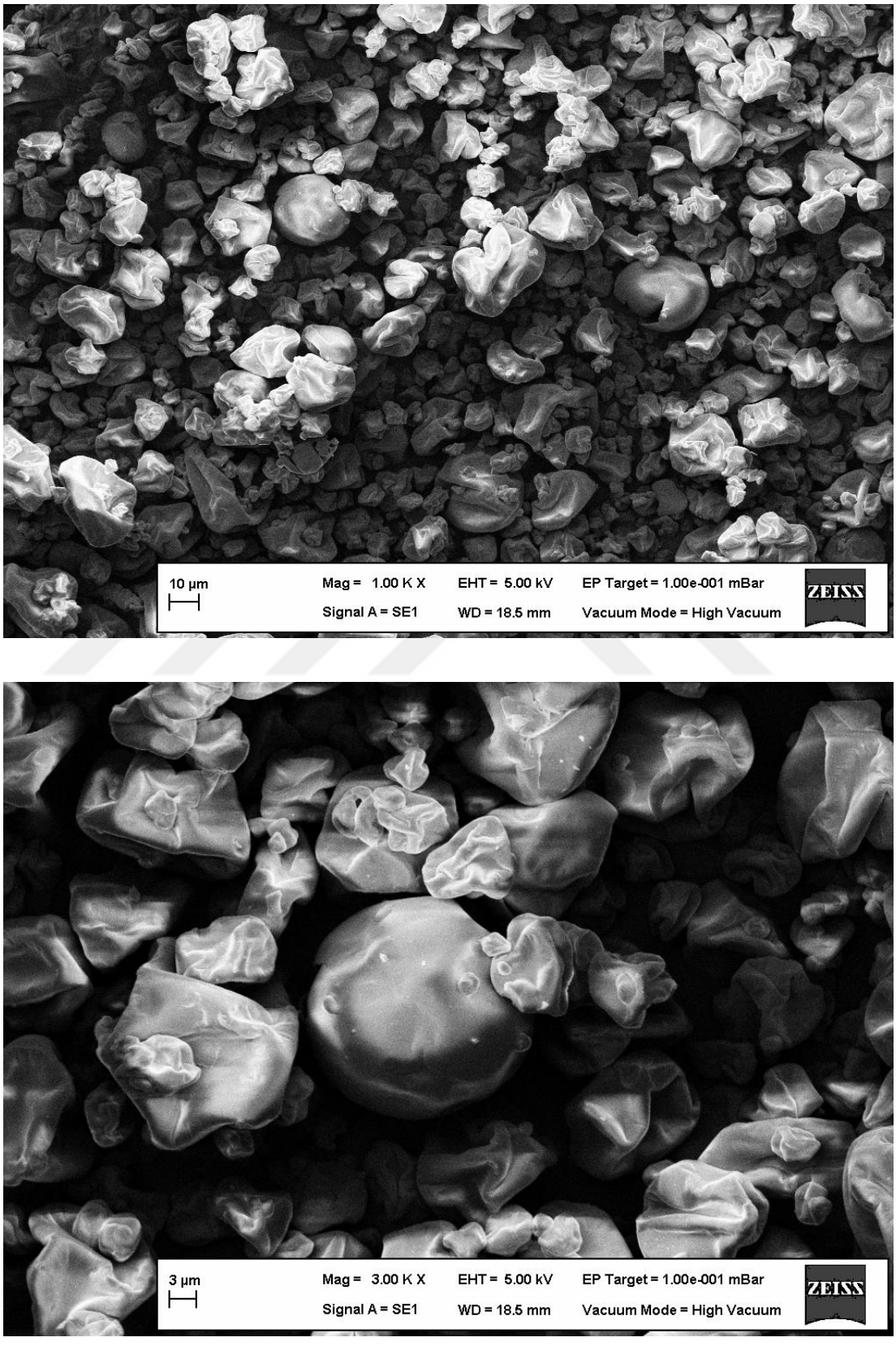


EK 14. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri

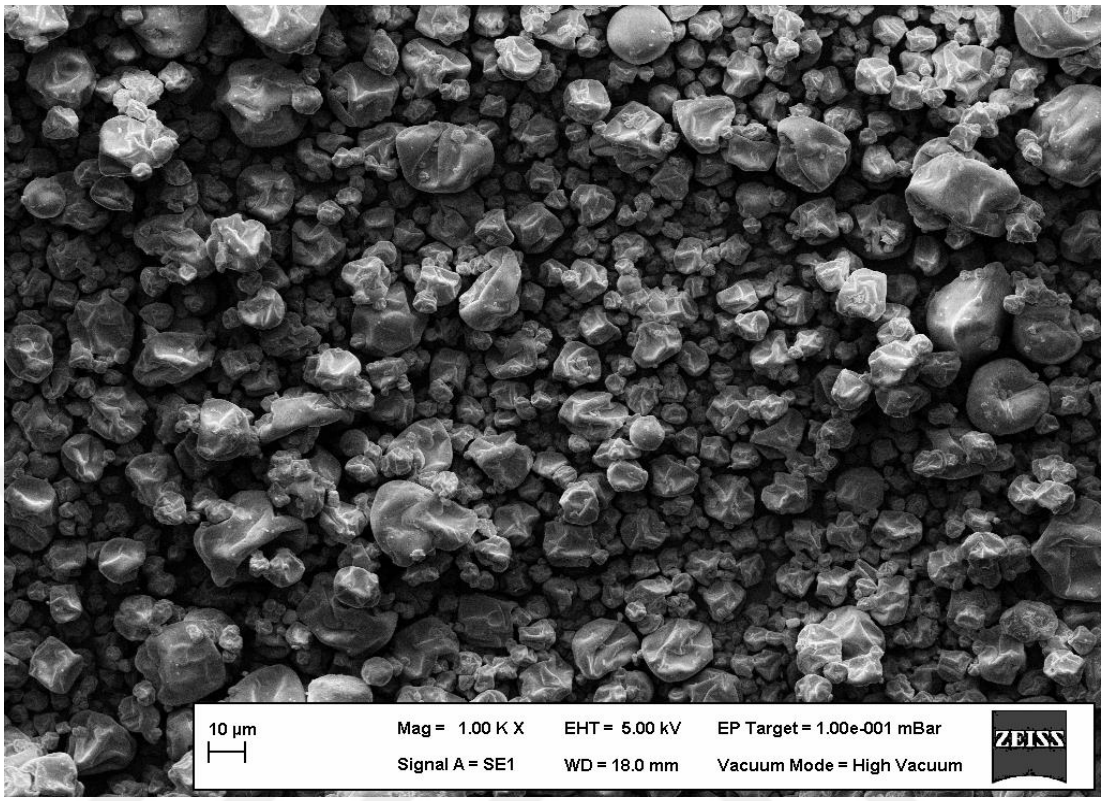


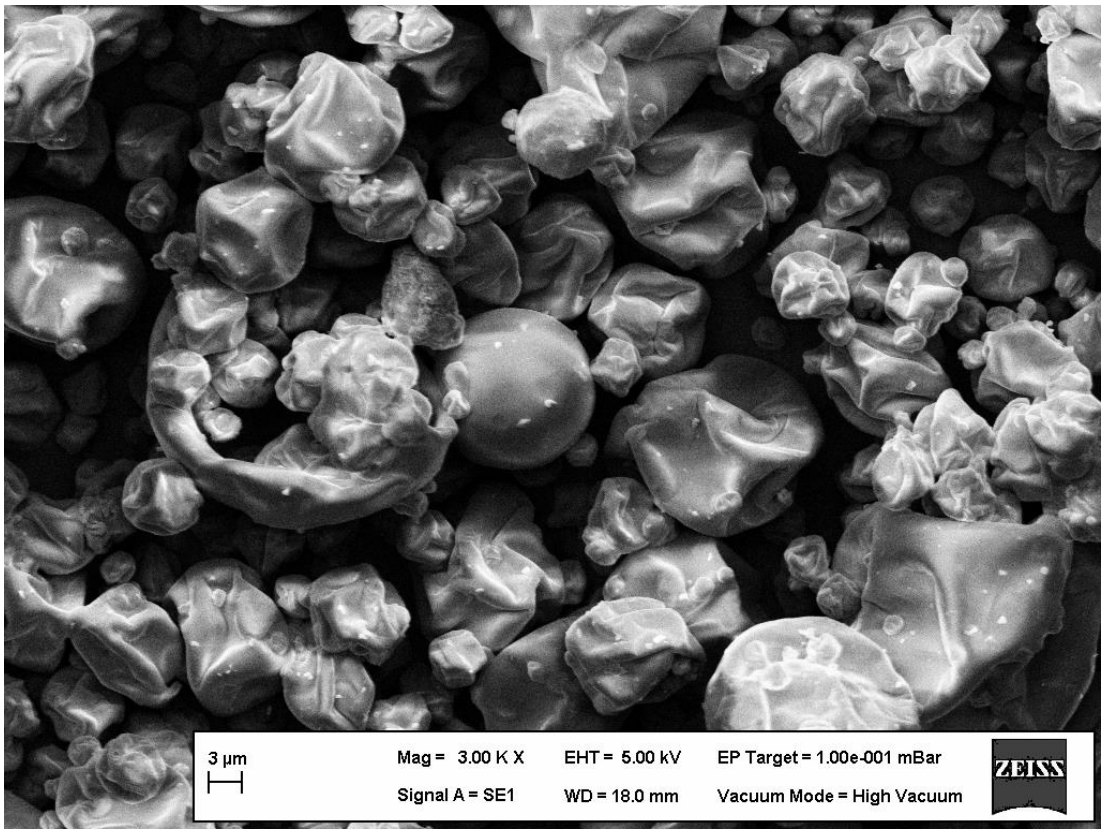


EK 15. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri

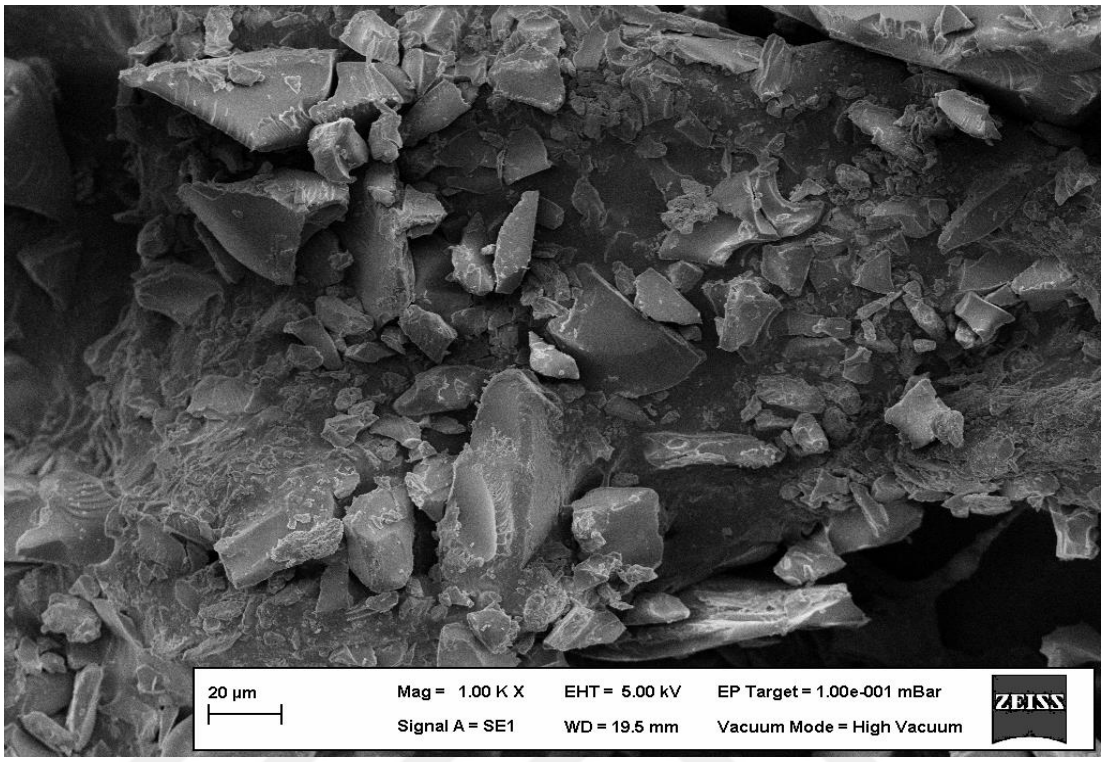


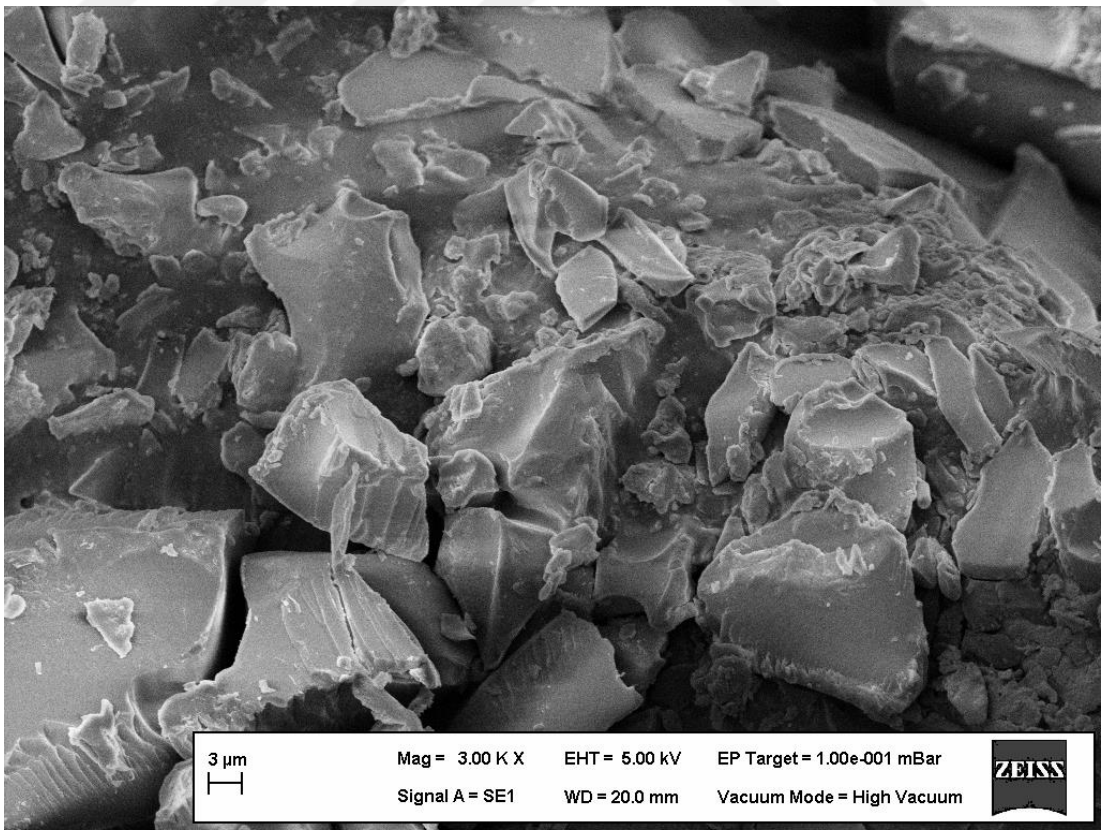
EK 16. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KES'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri



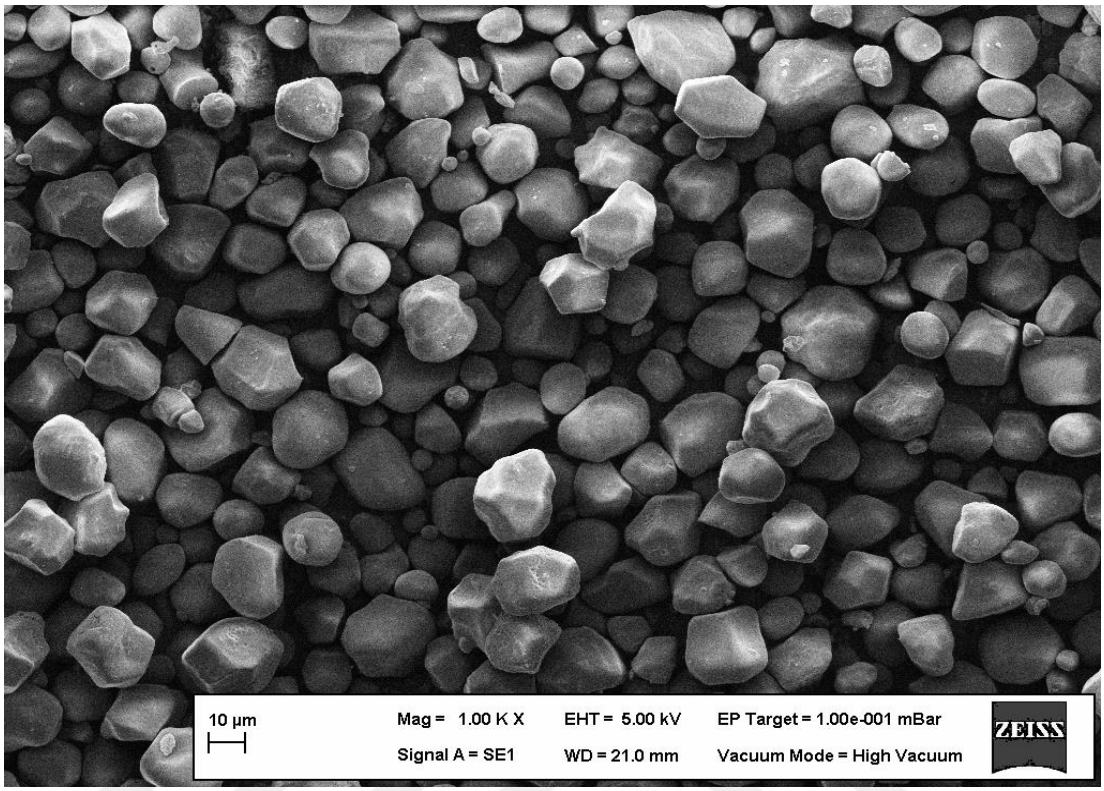


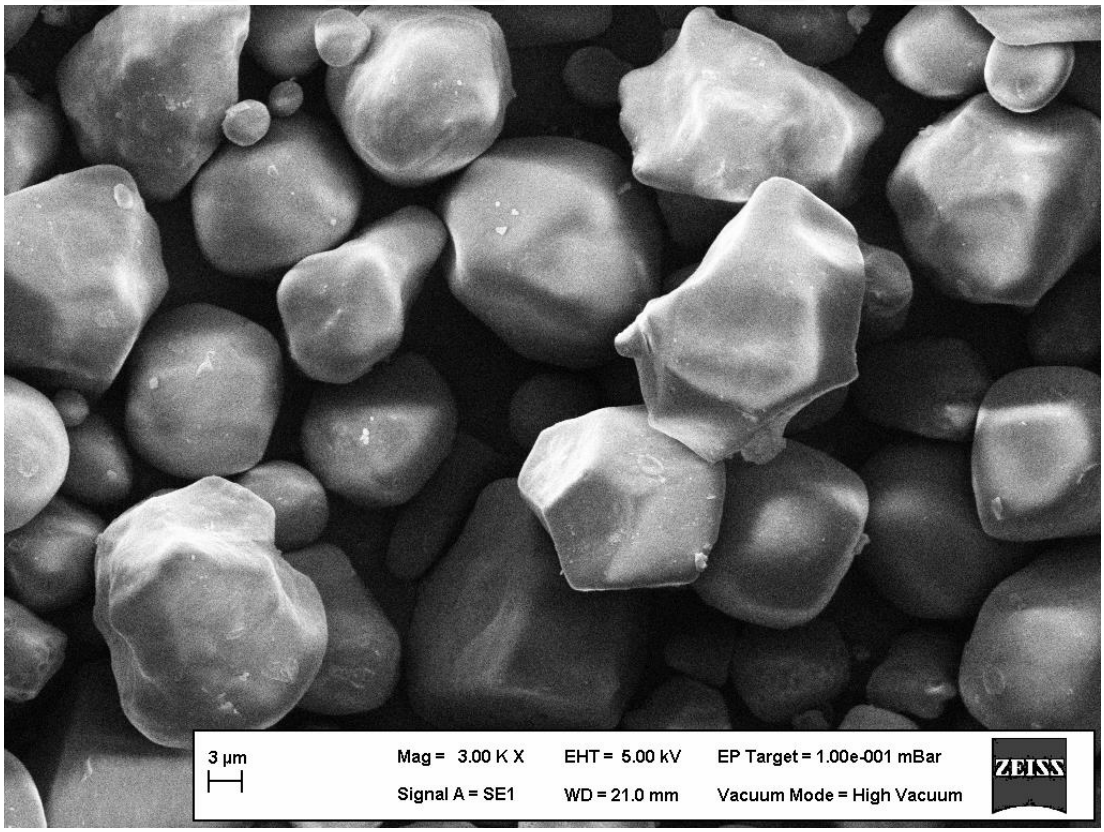
EK 17. MD/GA kaplama materyalinin KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



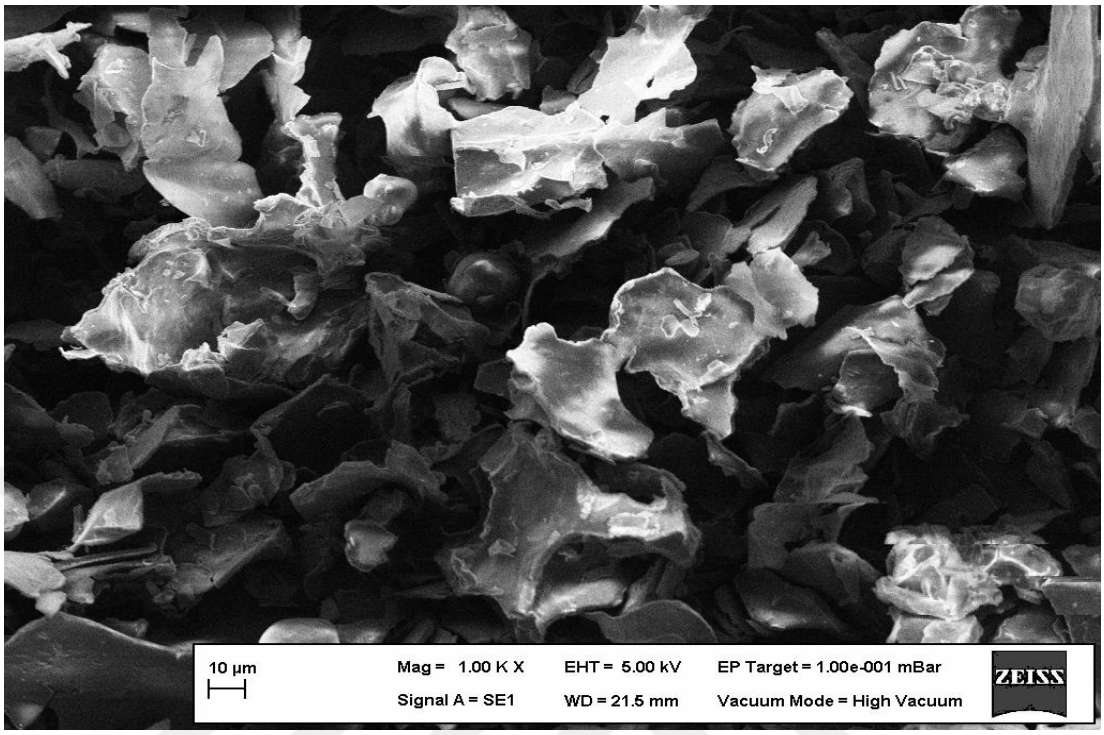


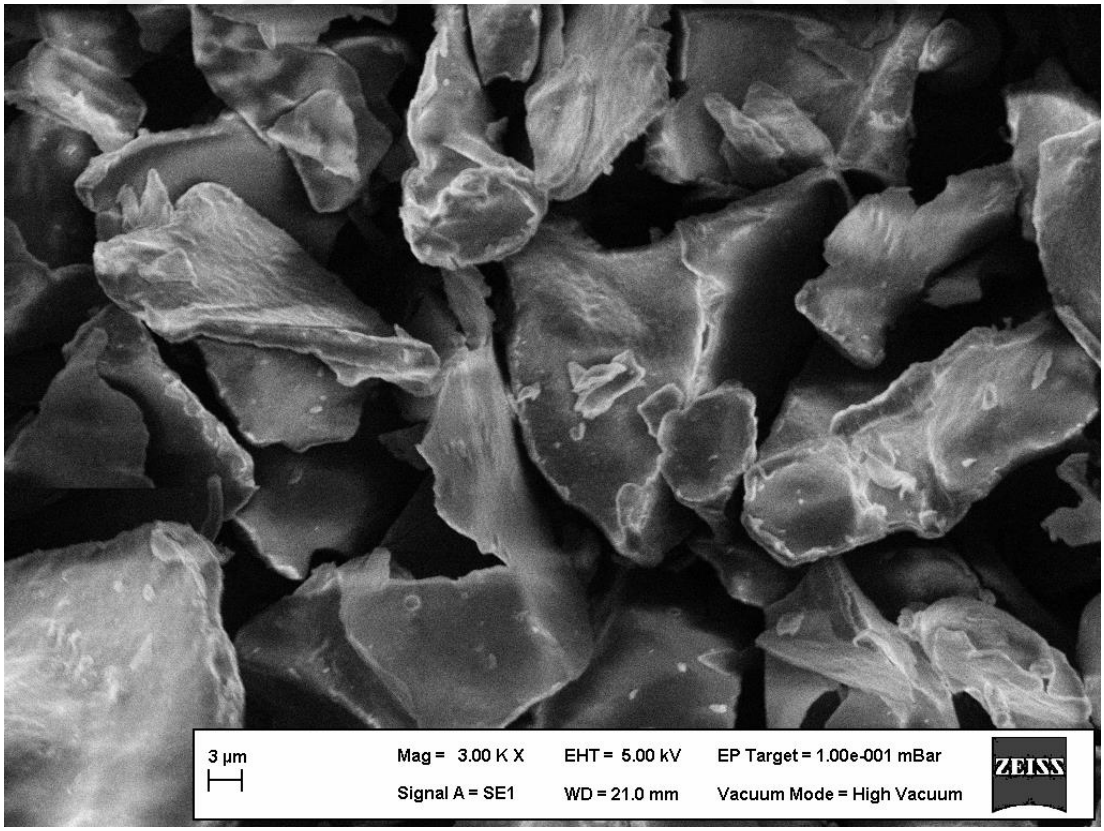
EK 18. Saf nişasta kaplama materyalinin KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



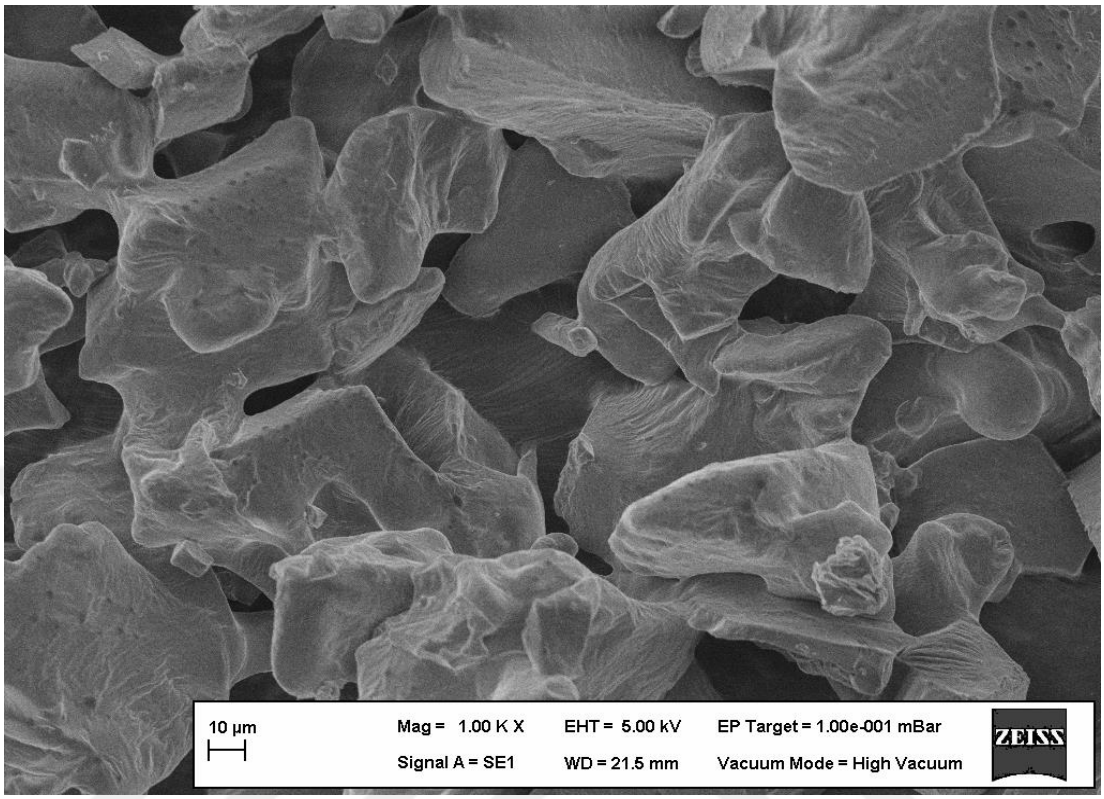


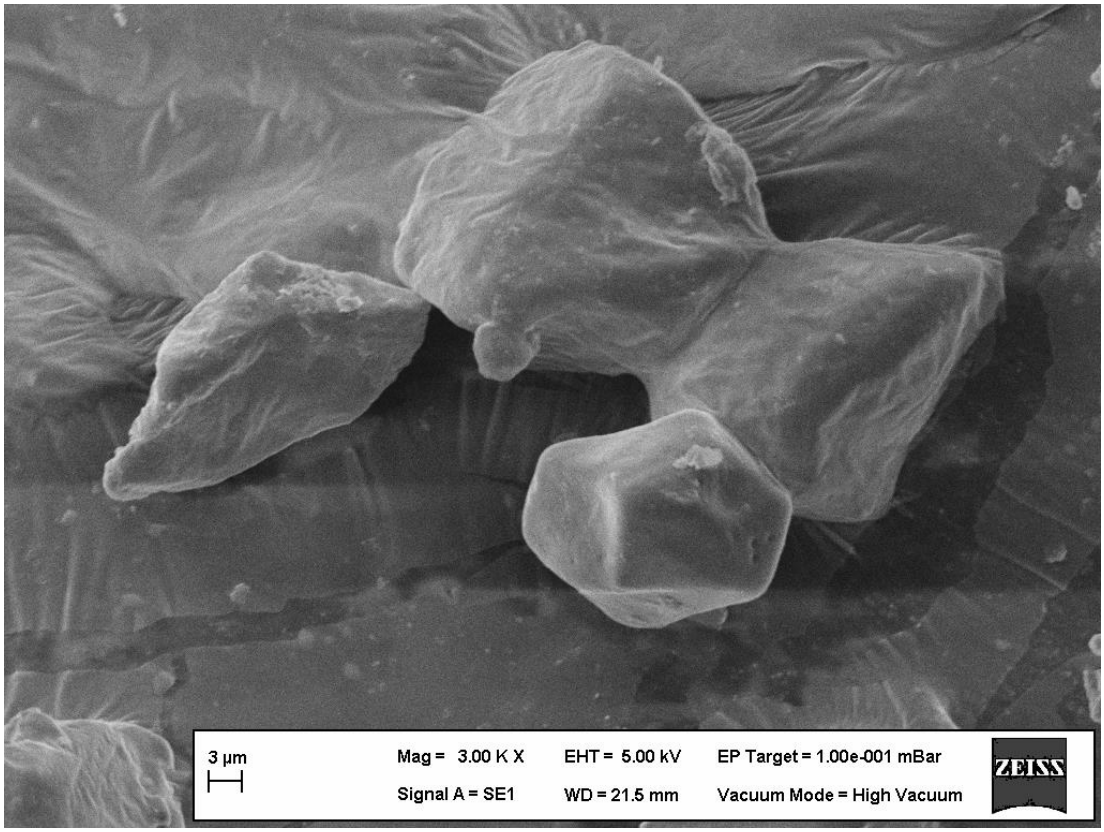
EK 19. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



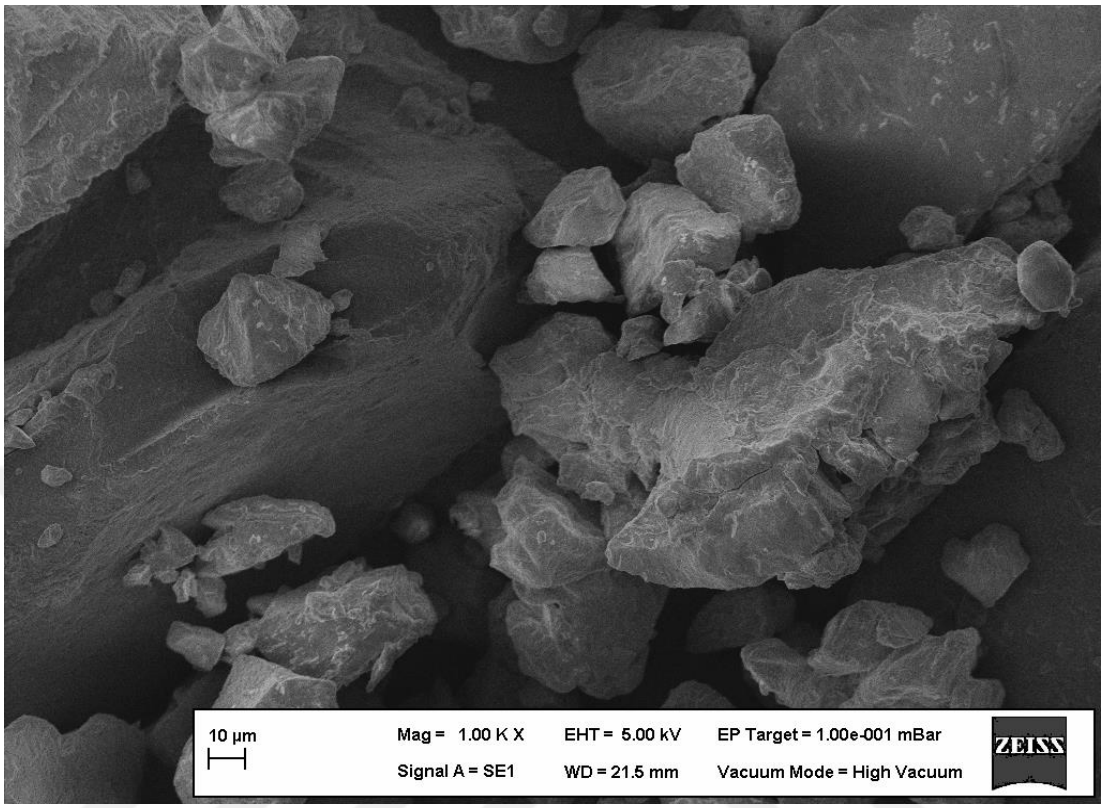


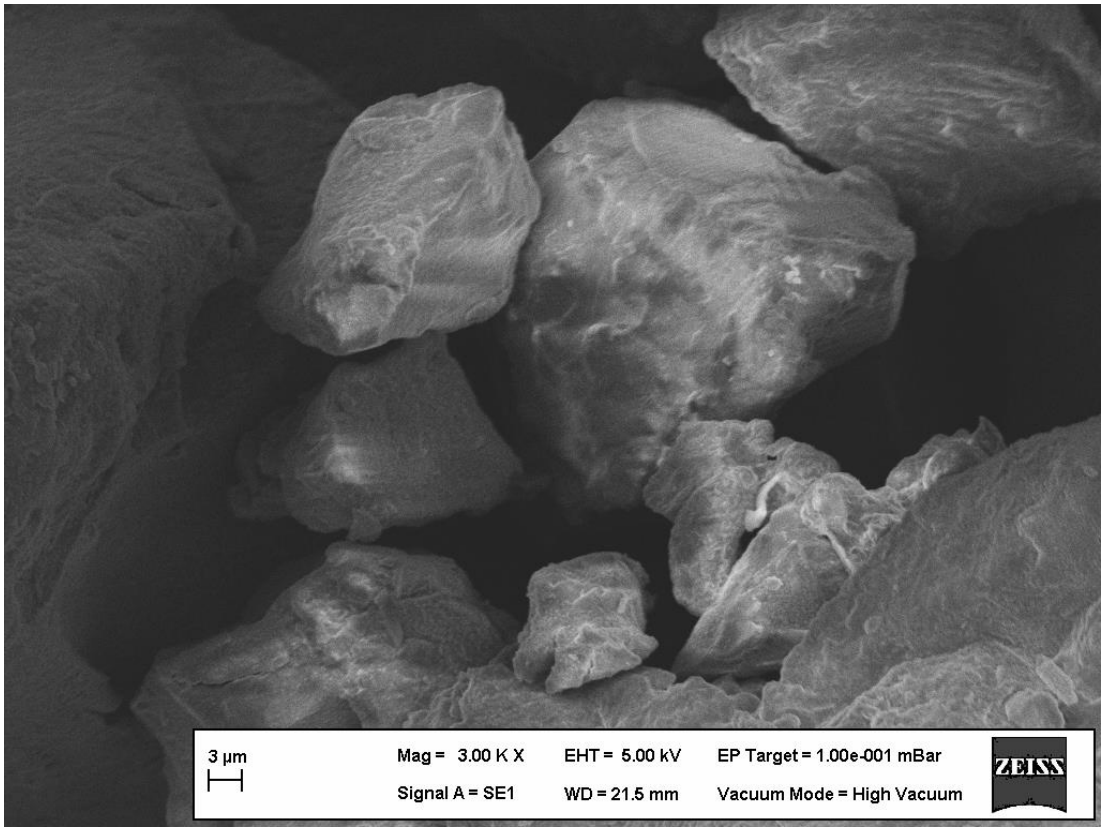
EK 20. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



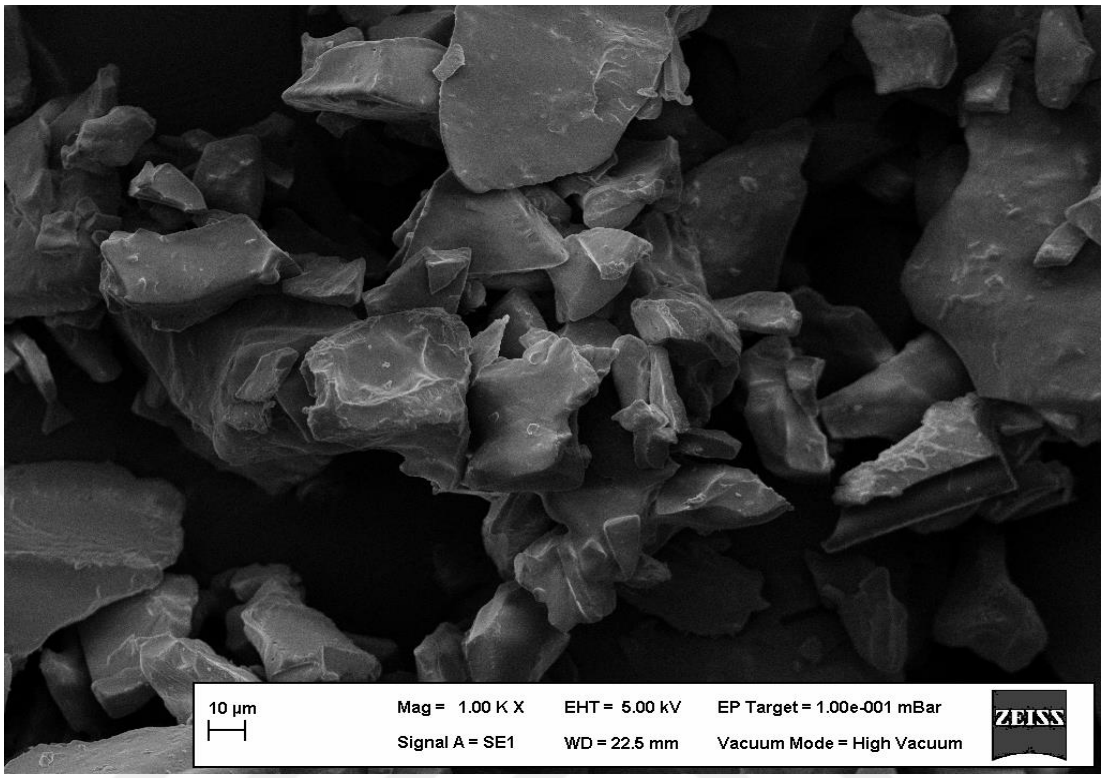


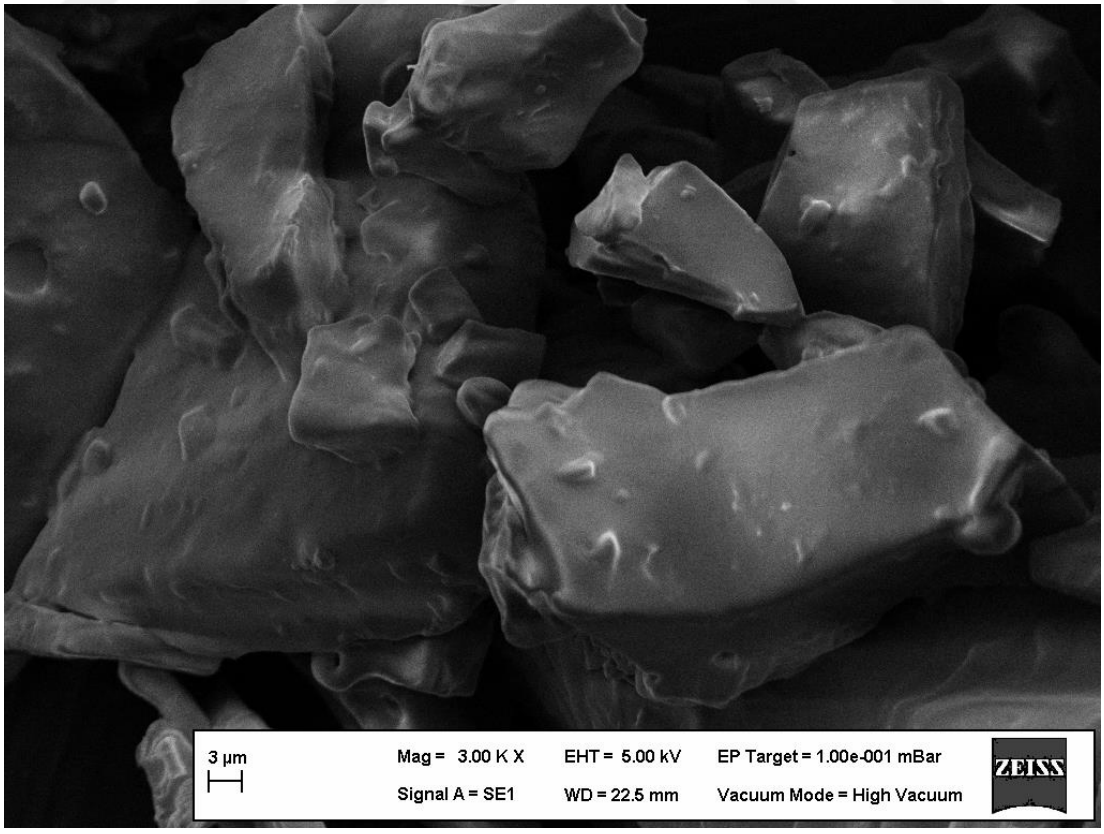
EK 21. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



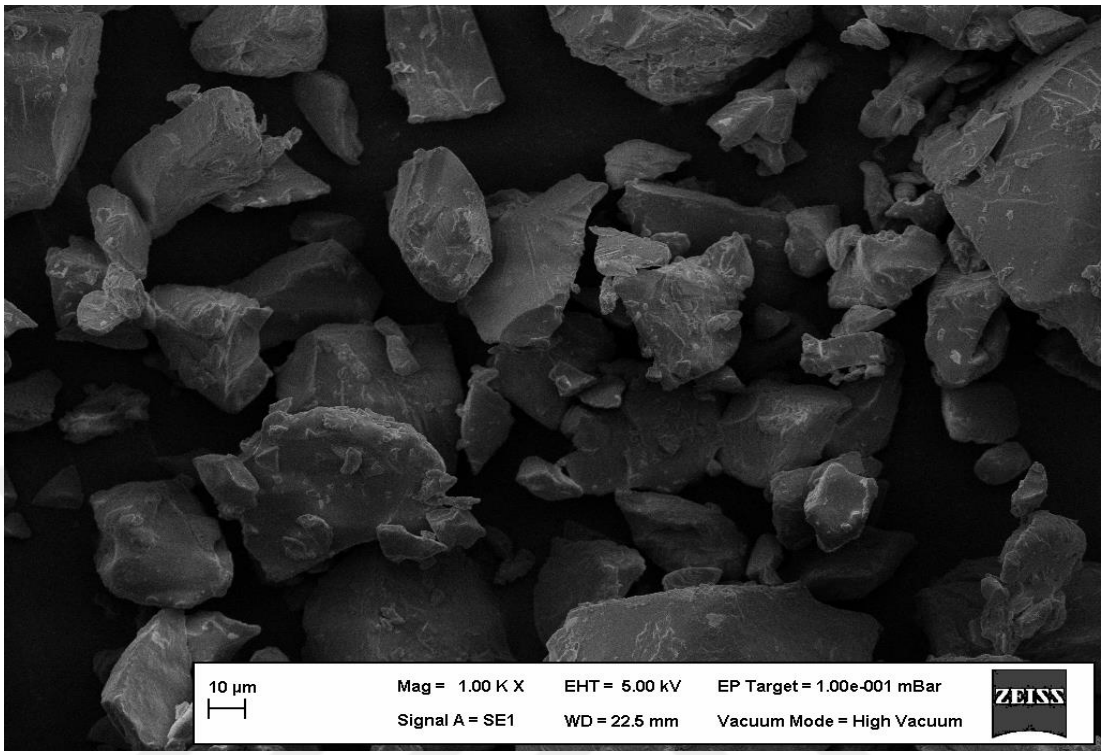


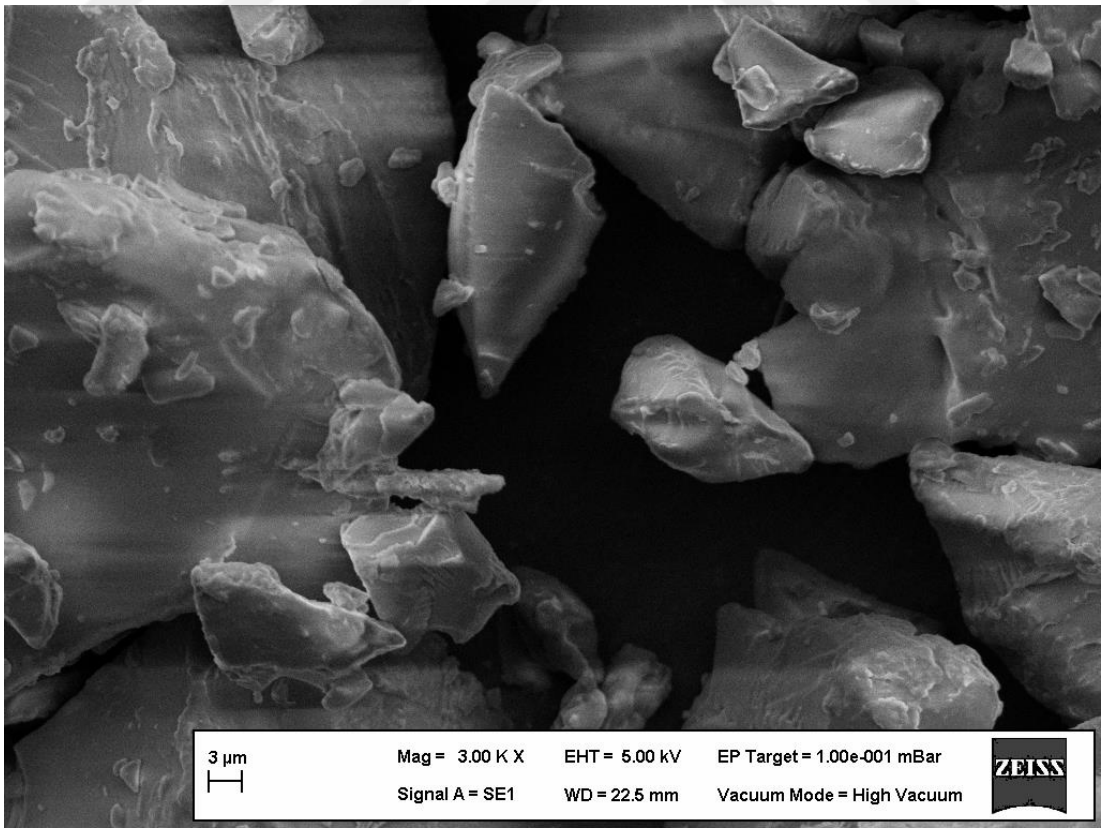
EK 22. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



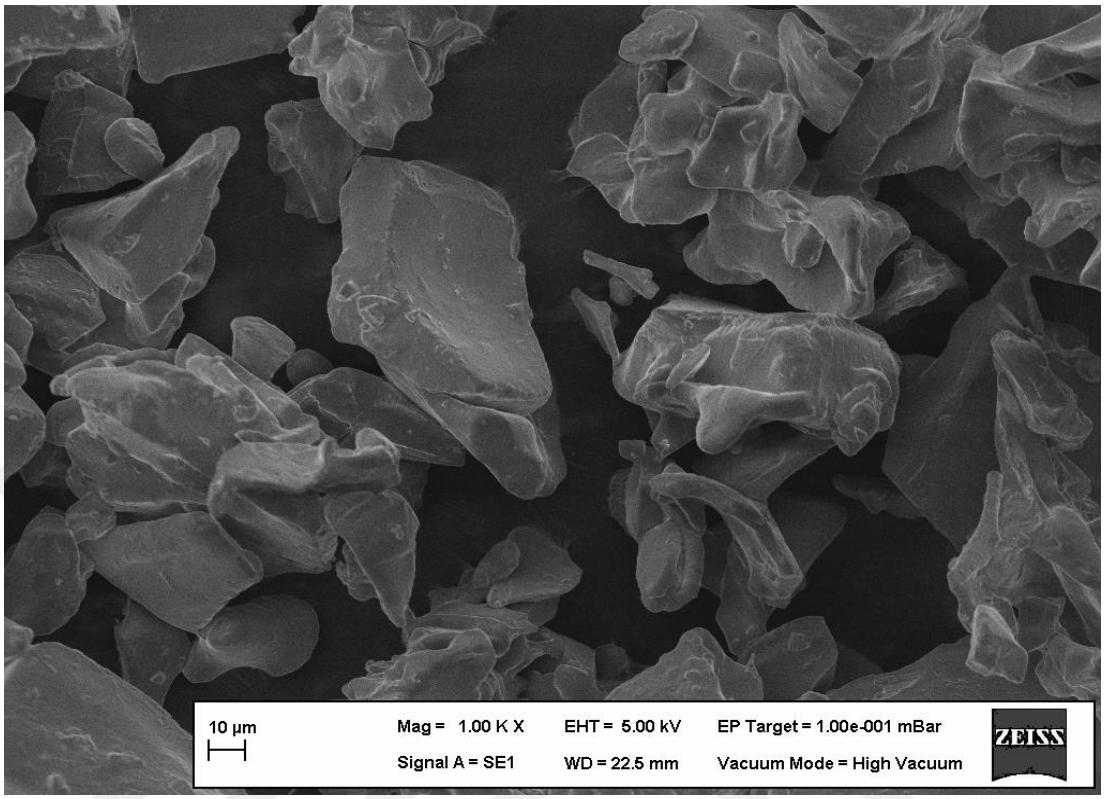


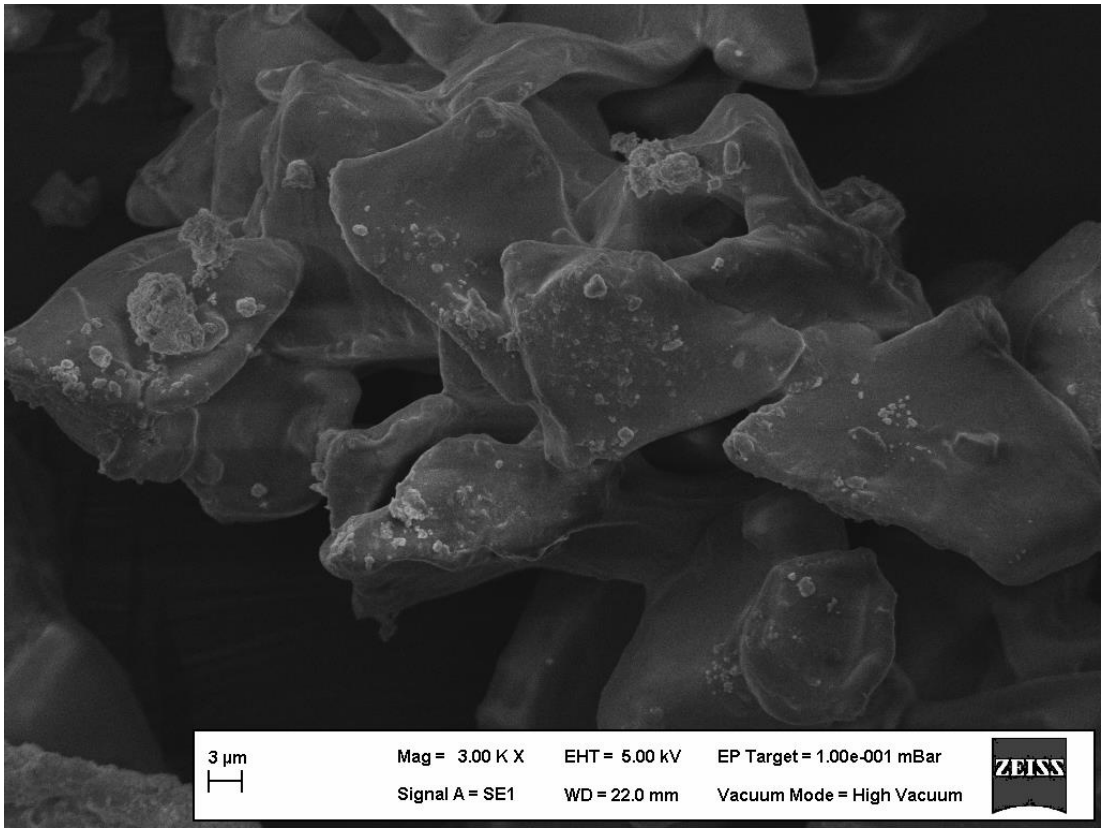
EK 23. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



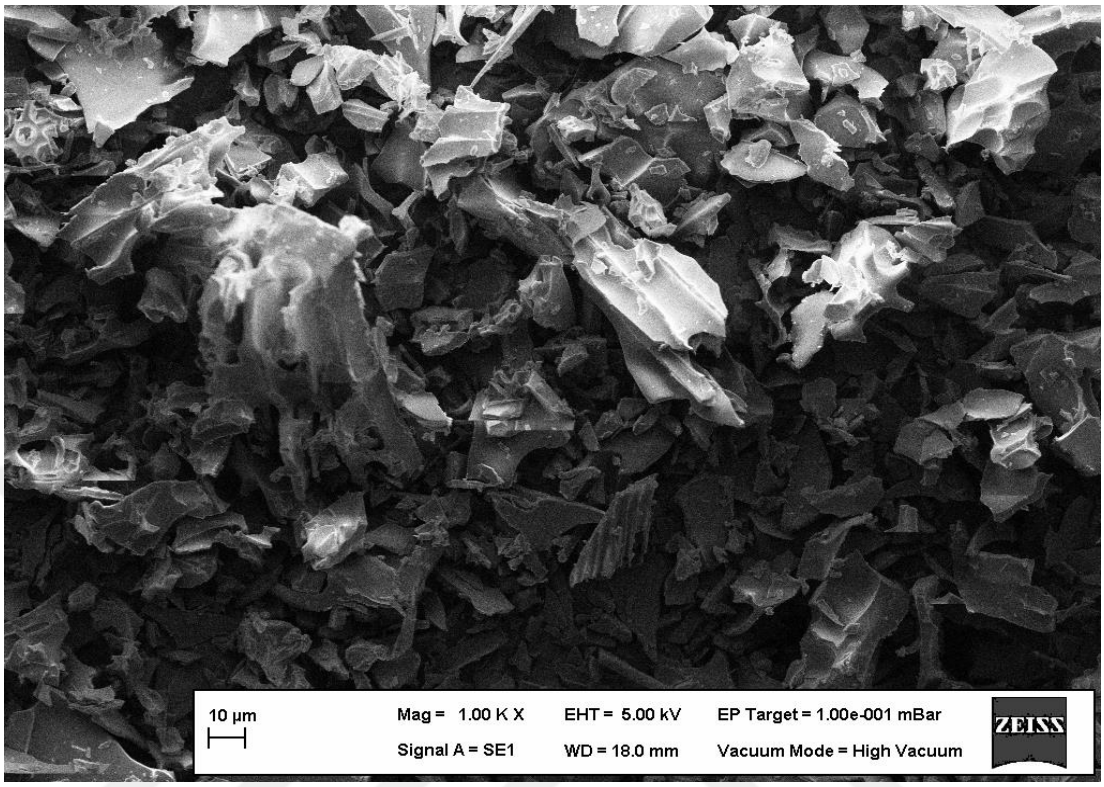


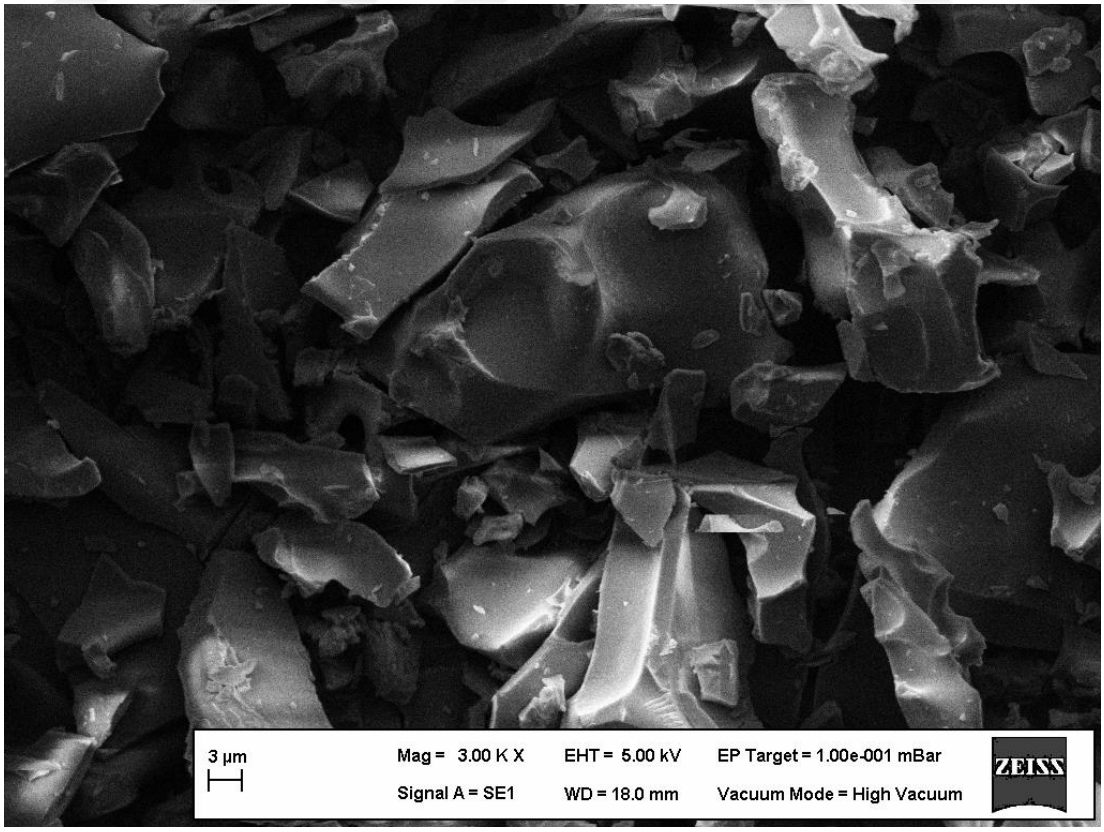
EK 24. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KSL'de kullanılması ile elde edilen tozların SEM görüntüleri



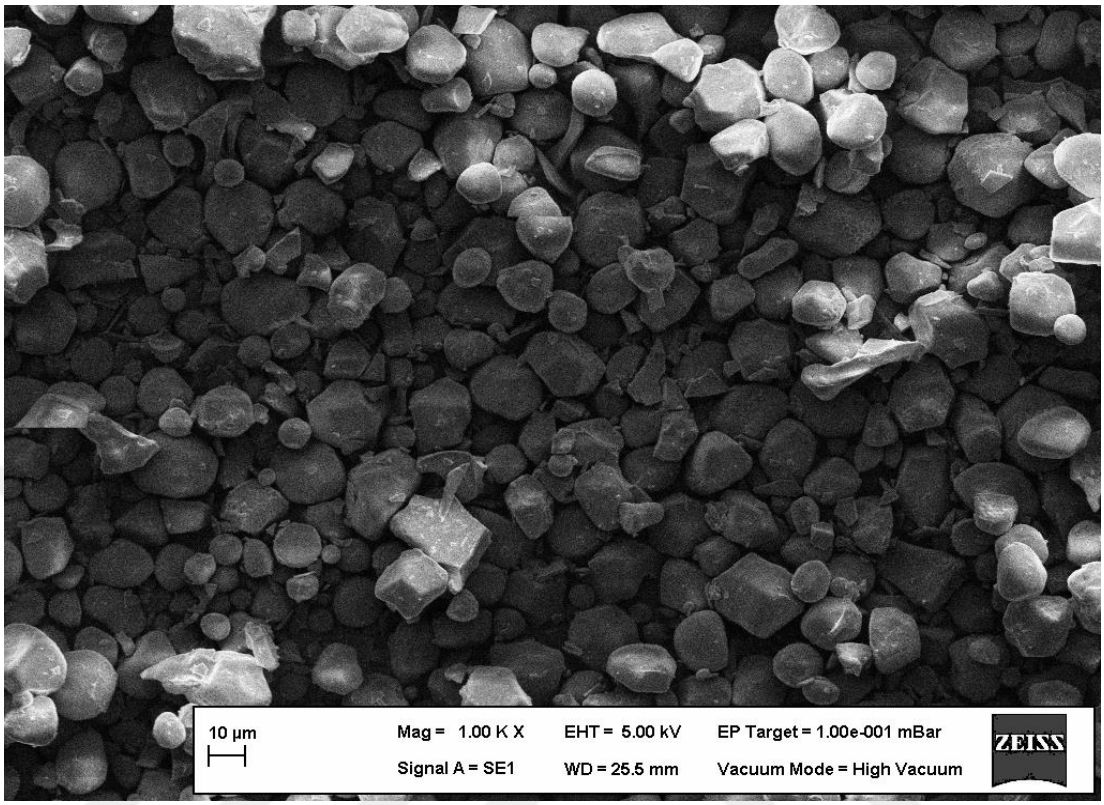


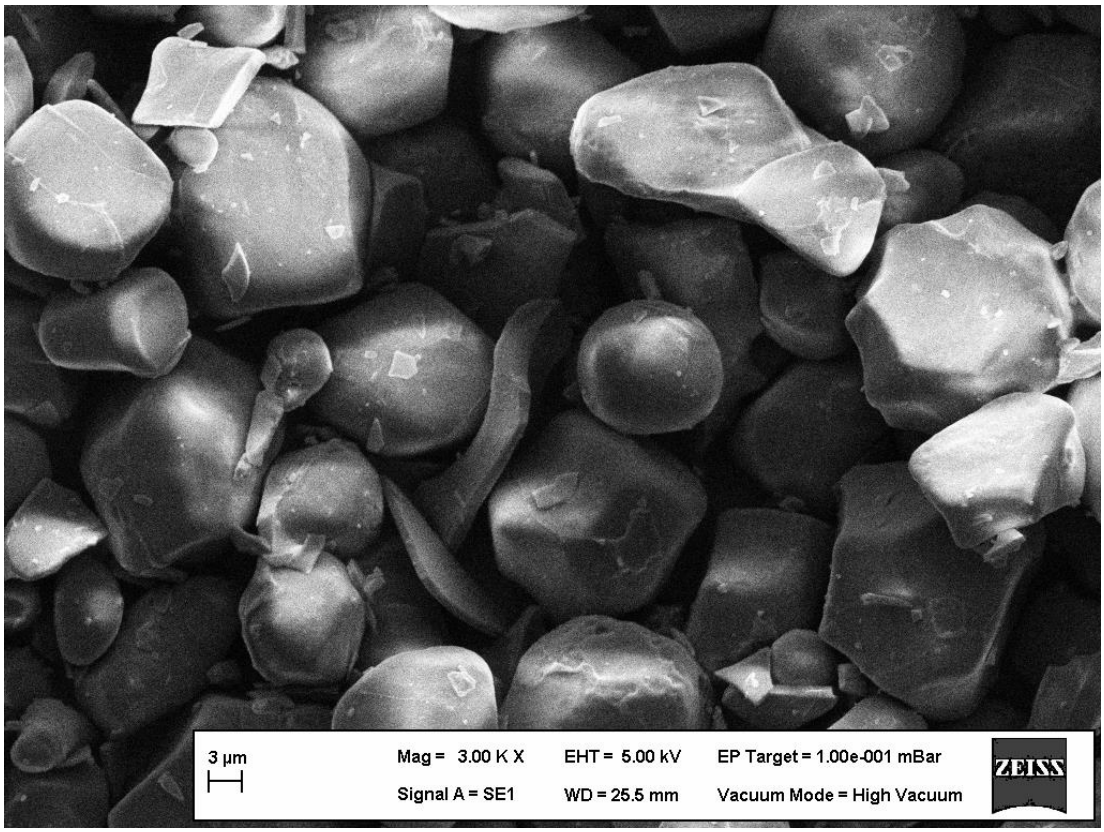
EK 25. MD/GA kaplama materyalinin KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



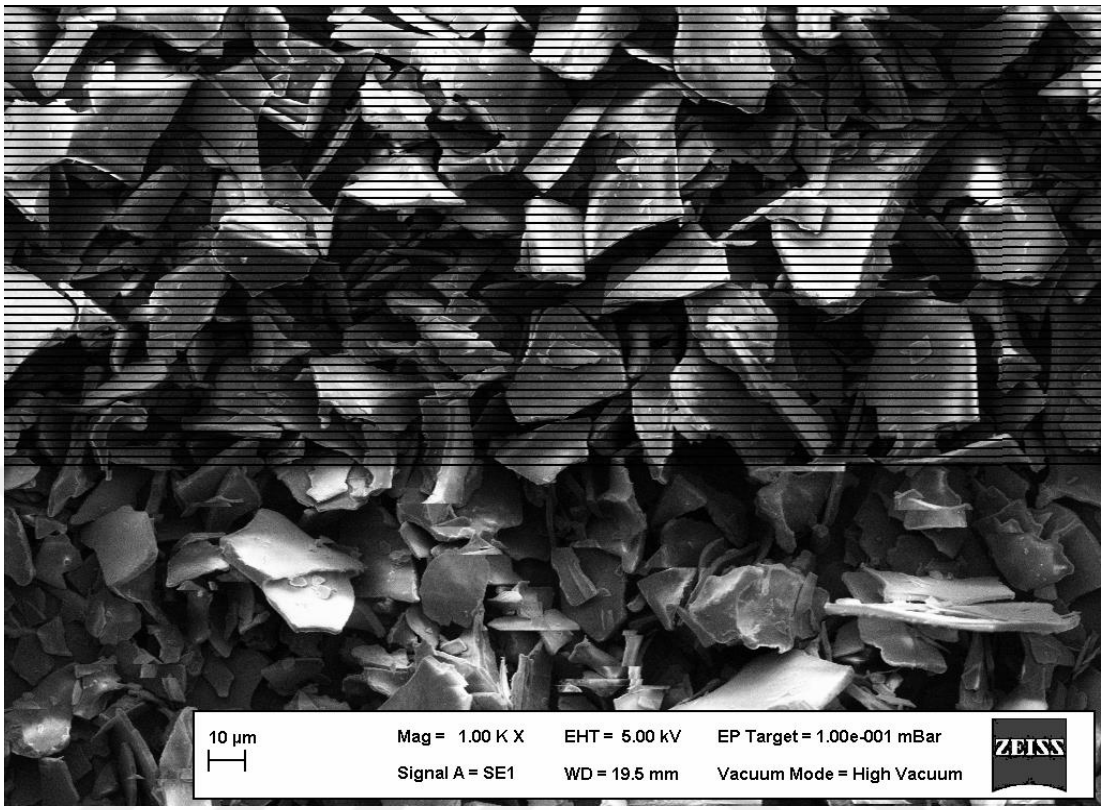


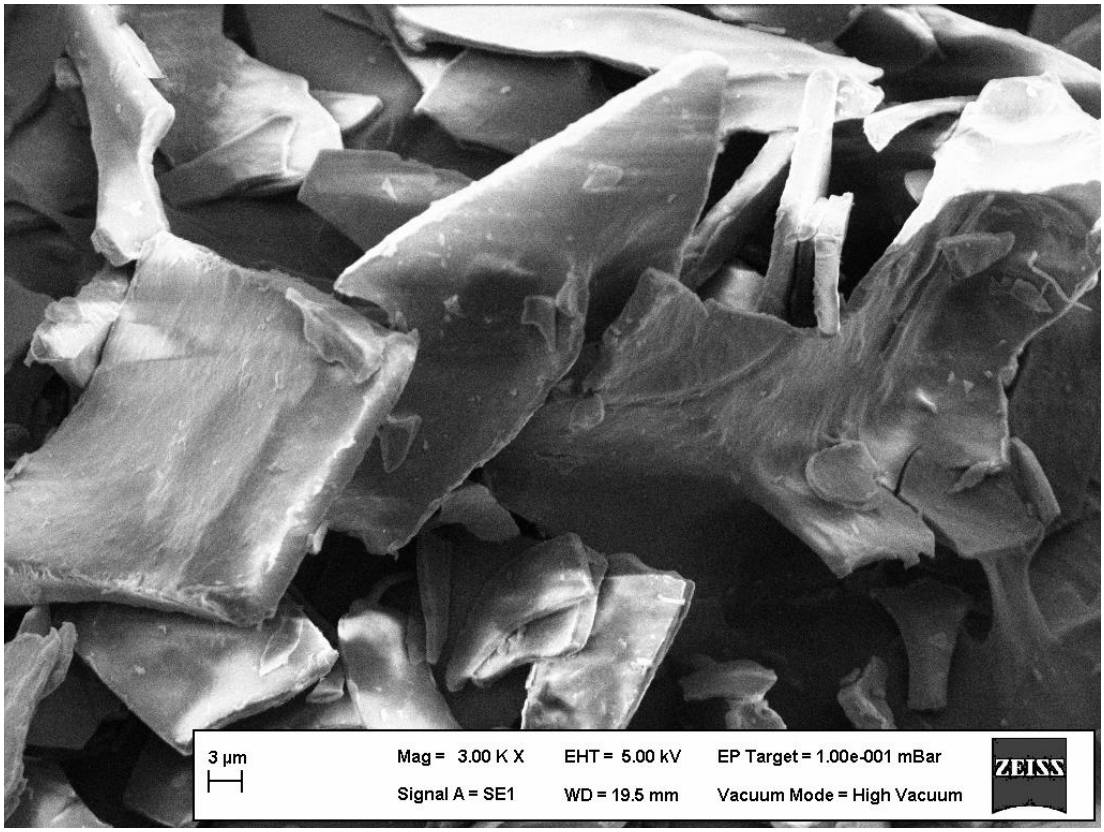
EK 26. Saf nişasta kaplama materyalinin KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



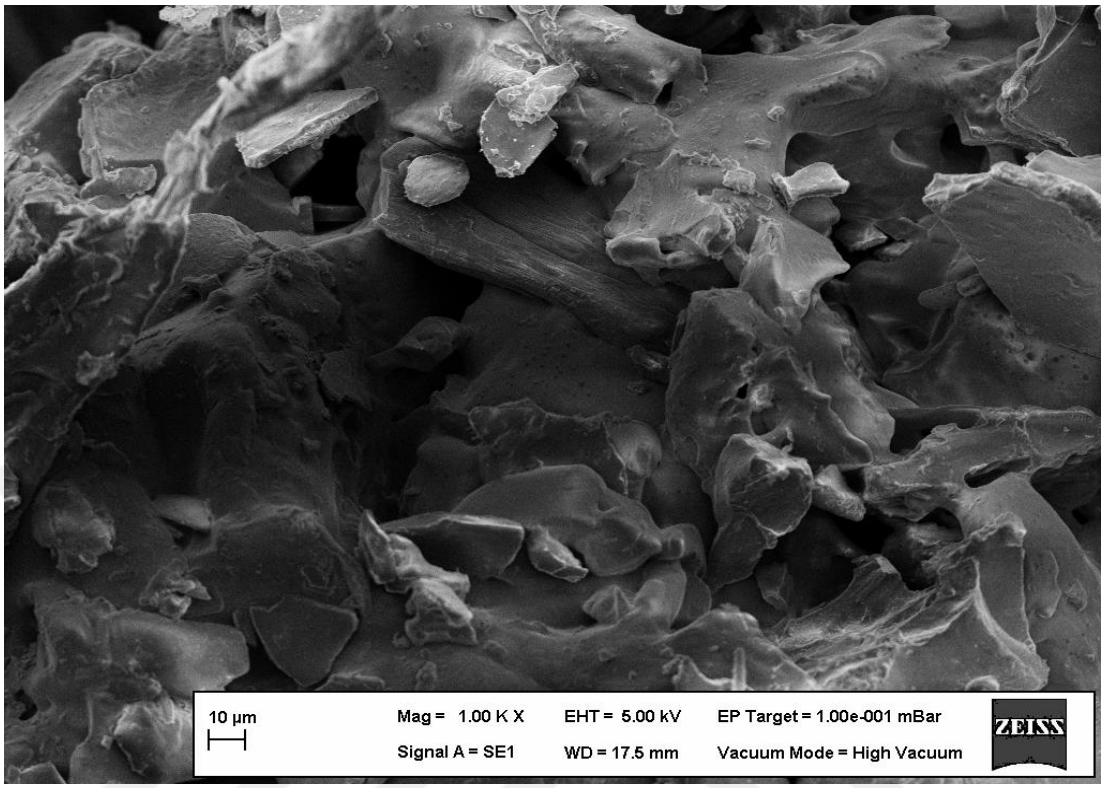


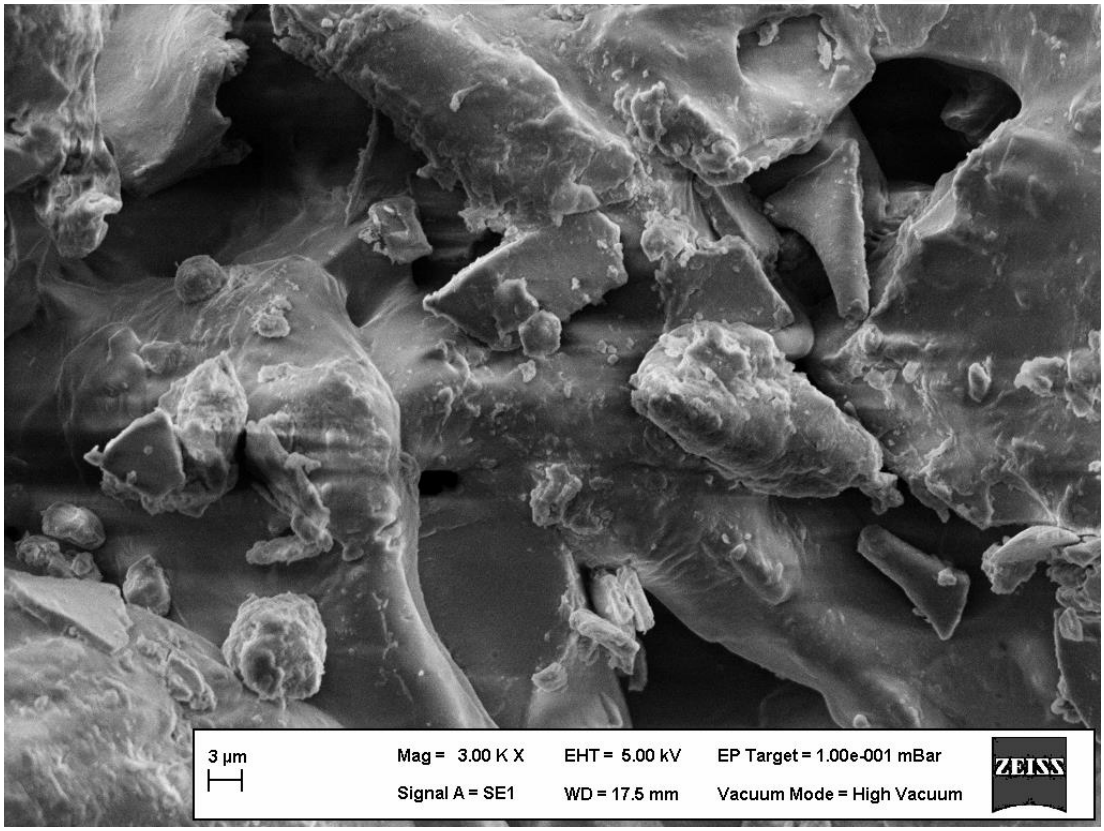
EK 27. Sirke ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



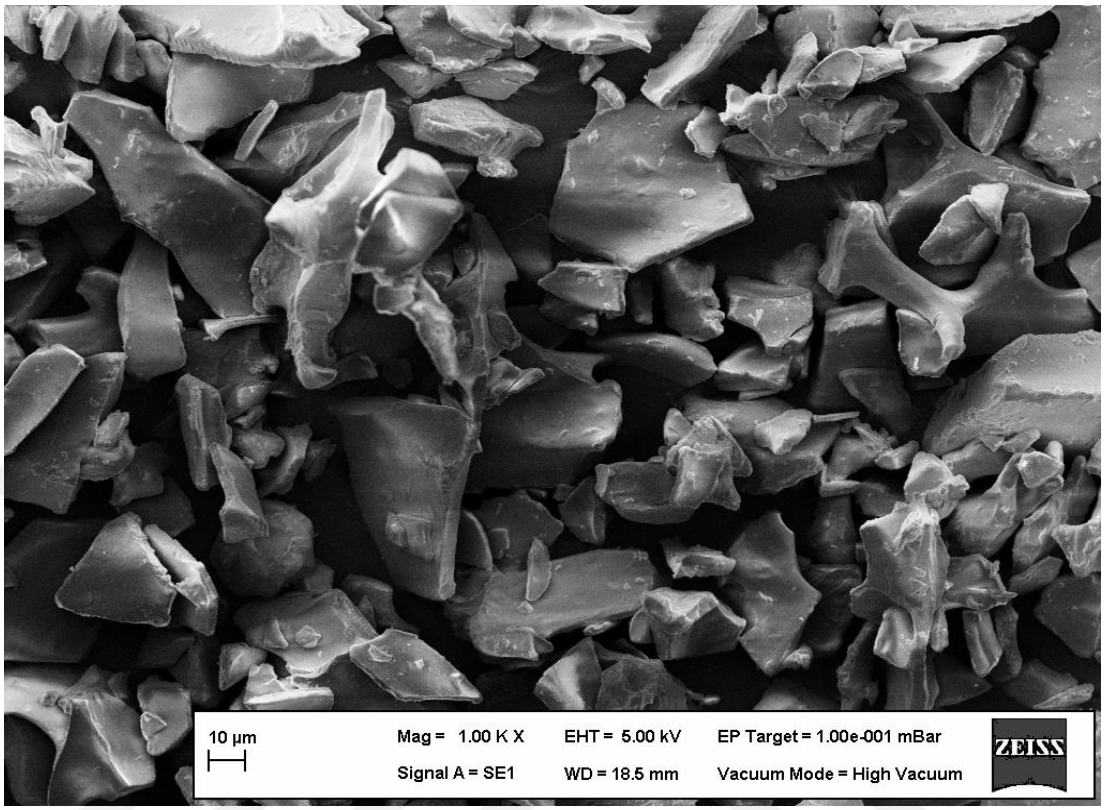


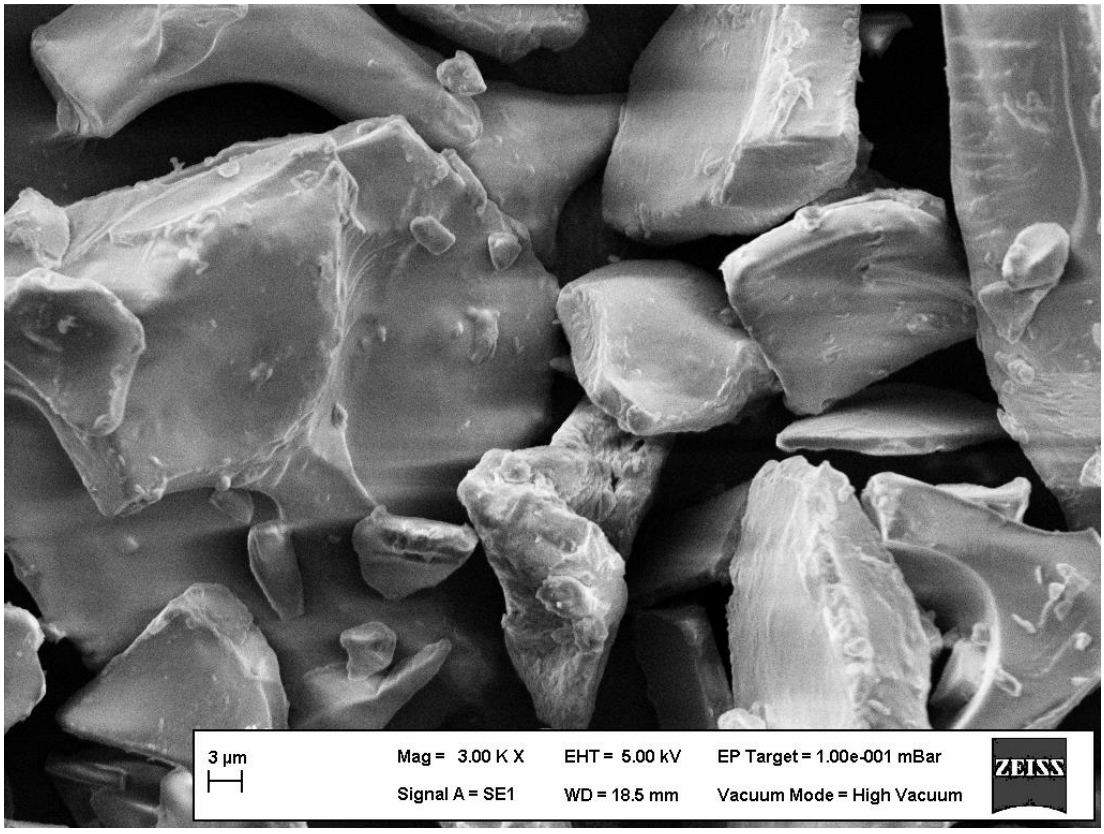
EK 28. Asetik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



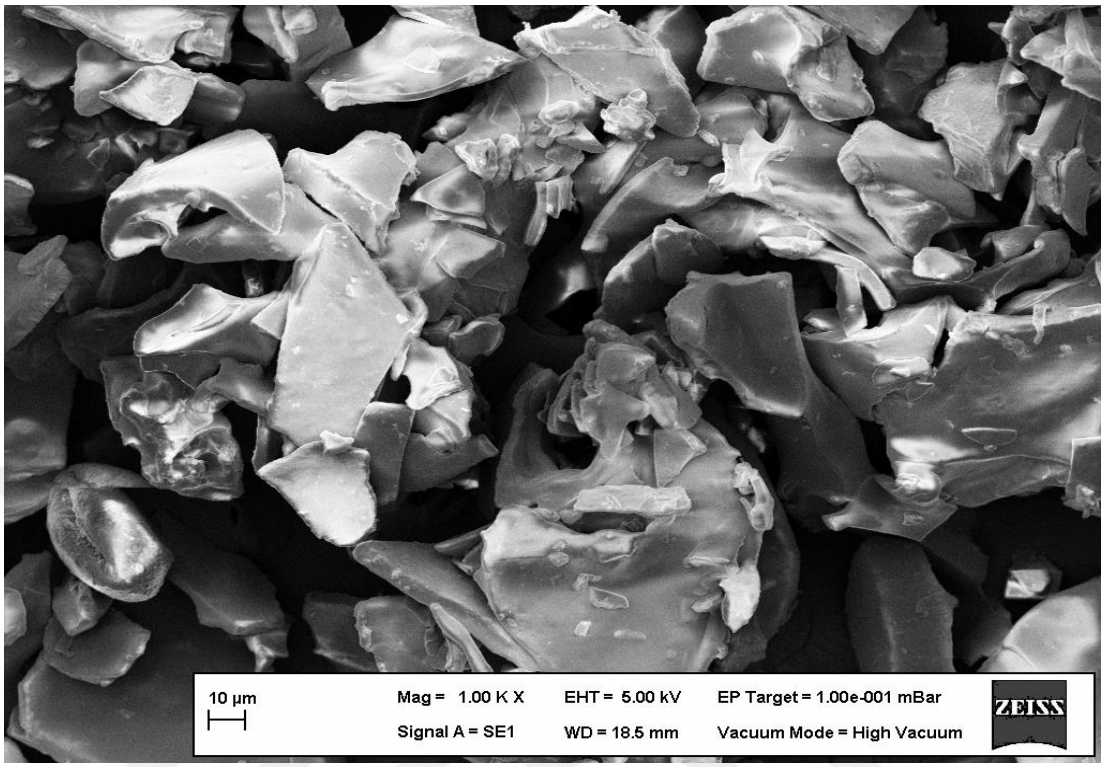


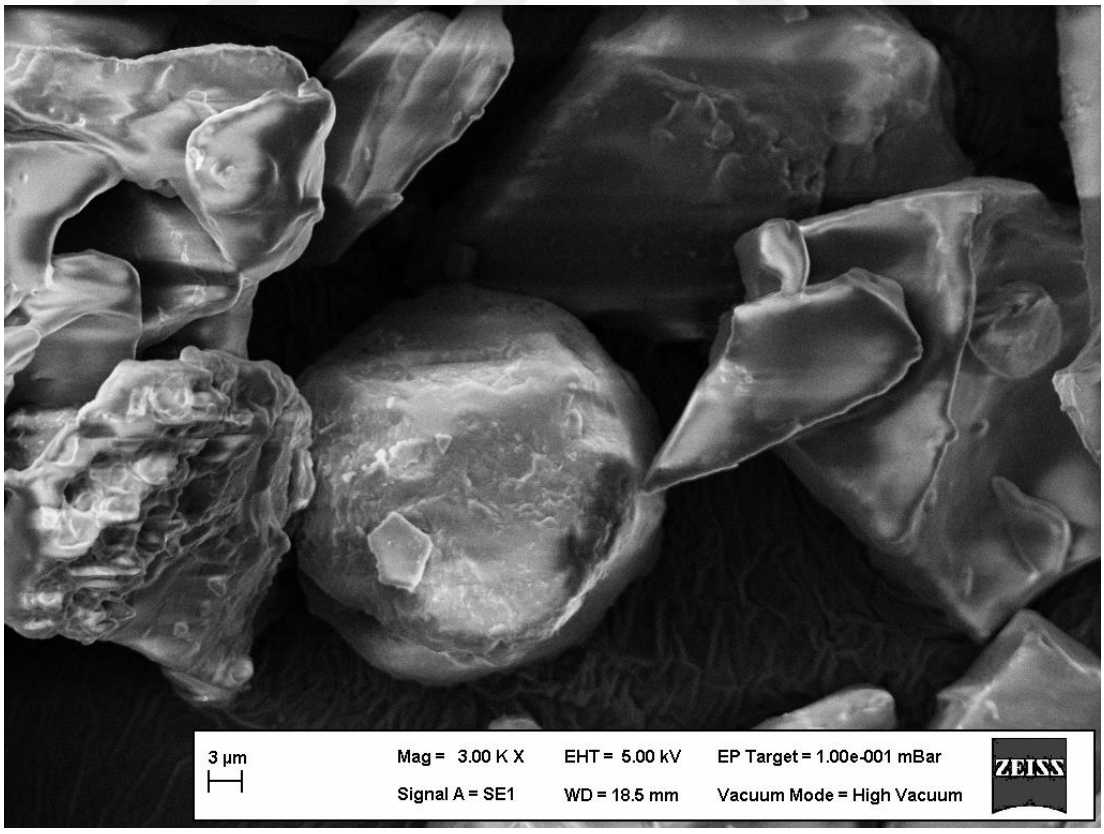
EK 29. Sitrik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri



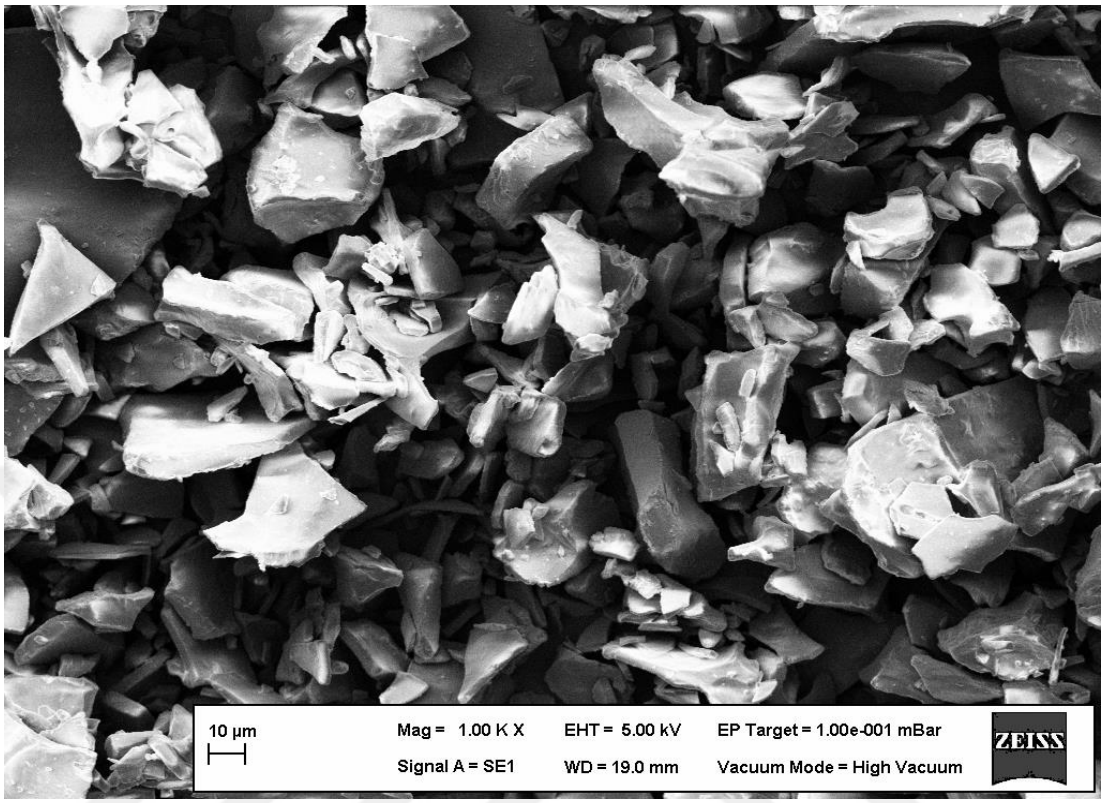


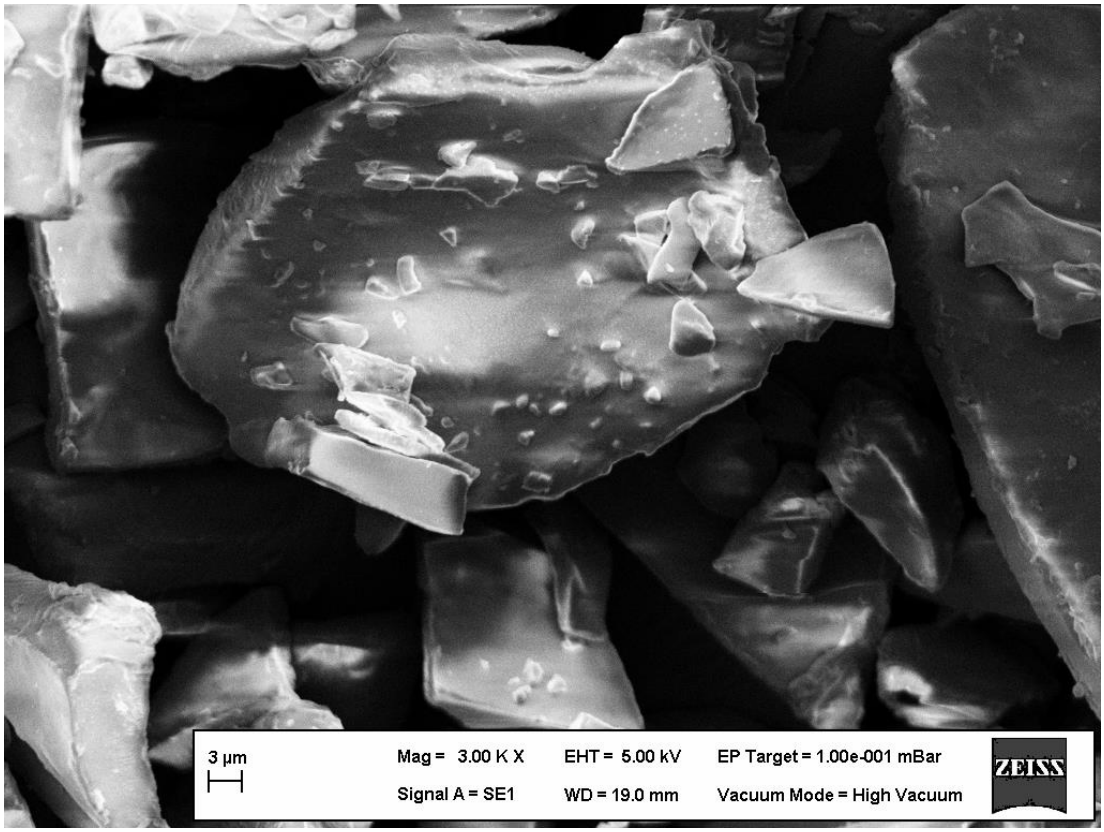
EK 30. Malik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri





EK 31. Laktik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri





EK 32. Tartarik asit ile asetillendirilmiş nişastanın KM olarak KEL'de kullanılmasıyla elde edilen tozların SEM görüntüleri

