

YÜKSEK BASINÇ HOMOJENİZASYON İŞLEMİ UYGULANMIŞ FINDIK PROTEİNLERİNDEN ÜRETİLEN YENİLEBİLİR FİLMLEİN MEKANİK VE BARIYER ÖZELLİKLERİ

Furkan Türker Sarıcaoğlu*

Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye

Geliş / Received: 03.12.2019; Kabul / Accepted: 17.01.2020; Online baskı / Published online: 29.01.2020

Sarıcaoğlu, F. T. (2020). Yüksek basınç homojenizasyon işlemi uygulanmış fındık proteinlerinden üretilen yenilebilir filmlerin mekanik ve bariyer özellikleri. *GIDA* (2020) 45 (1): 115-124 doi: 10.15237/gida.GD19156

Sarıcaoglu, F. T. (2020). The effect of high pressure homogenization on the mechanical and barrier properties of edible films produced from cold press hazelnut meal proteins. GIDA (2020) 45 (1): 115-124 doi: 10.15237/gida.GD19156

ÖZ

Bu çalışmada, yüksek basınç homojenizasyon (YBH) işlemi %4 fındık proteini içeren süspansiyonlara 0, 25, 50, 75, 100 ve 150 MPa düzeylerinde uygulanmış ve bu süspansiyonlardan üretilen yenilebilir filmlerin optik, mekanik, bariyer ve mikro-yapısal özellikleri belirlenmiştir. YBH işlemi protein süspansiyonlarının partikül boyut dağılımlarında önemli bir azalma sağlamış ve daha homojen bir protein süspansiyonu oluşturmuştur. Elde edilen filmlerin kalınlıkları artan basıncın etkisiyle kısmen artış sergilerken, L^* ve b^* renk değerlerinde azalma tespit edilmiştir. Basıncın 100 MPa düzeyine kadar çıkması filmlerin ışık geçirgenliğini arttırmış, ancak 150 MPa düzeyinde kontrole yakın bir değer belirlenmiştir. Fındık proteini süspansiyonlarına uygulanan YBH işlemi, üretilen filmlerin su buharı geçirgenliklerini azaltırken, mekanik özelliklerini iyileştirmiş ve bu durum mikro-yapı görüntüleri ile doğrulanmıştır. Protein süspansiyonlarına 75 ve 100 MPa düzeylerinde YBH işleminin uygulanması üretilecek yenilebilir filmlerin mekanik ve bariyer özelliklerini iyileştirme potansiyeline sahiptir. Böylelikle, bu filmlerin gıda ambalajı olarak kullanılabilme potansiyellerinde artış söz konusu olabilecektir.

Anahtar kelimeler: Yüksek basınç homojenizasyon, yenilebilir film, fındık, protein.

THE EFFECT OF HIGH PRESSURE HOMOGENIZATION ON THE MECHANICAL AND BARRIER PROPERTIES OF EDIBLE FILMS PRODUCED FROM COLD PRESS HAZELNUT MEAL PROTEINS

ABSTRACT

In this study, high pressure homogenization (HPH) was applied to hazelnut protein suspensions at 0, 25, 50, 75, 100 and 150 MPa and optical, mechanical, barrier and microstructural properties of edible films produced from these suspensions were determined. HPH treatment resulted in significant reduction to particle size distribution of protein suspensions. The thicknesses of films showed a partial increase due to the effect of increasing pressure, while L^* and b^* values were decreased. Increasing pressure up to 100 MPa increased the light transmittance of films, but light transmittance at 150 MPa was closed to control. HPH treatment improved the mechanical properties of films while reducing the water vapor permeability and these results were confirmed by microstructural images. HPH treatment up to 75 and 100 MPa has the potential to improve mechanical and barrier properties of films. Thus, the potential of these films for food packaging applications may be increased.

Keywords: High pressure homogenization, edible film, hazelnut, protein.

* Yazışmalardan sorumlu yazar /Corresponding author

✉ furkan.sarıcaoglu@btu.edu.tr

☎ (+90) 224 300 3667

☎ (+90) 224 300 3419

Furkan Türker Sarıcaoğlu; ORCID no: 0000-0003-1173-5793

GİRİŞ

Sentetik gıda ambalaj malzemelerinin doğada kaybolmaları yüzlerce yıl sürebilmekte ve bu nedenle biyolojik olarak bozunmayan ambalaj grubunda yer almaktadırlar. Çevresel kirliliğe yol açan sentetik ambalaj maddelerinin kullanımını azaltmak amacıyla protein, karbonhidrat, lipid veya bunların çeşitli karışımları ile yenilebilir film ve kaplama üretimi son dönemlerde oldukça yaygınlaşmıştır. Yenilebilir film ve kaplamalar, gıdalardan nem kaybını azaltmak, oksijen, karbon dioksit ve uçucu aroma bileşiklerinin gıdadan çevreye veya çevreden gıdaya geçişini önlemek, renk değişimini yavaşlatmak, fiziksel olarak gıdayı sarmak ve korumak gibi önemli fonksiyonlara sahiptir (Pavlatth ve Orts, 2009; Rocha, vd., 2014; Sarıcaoğlu, vd., 2018b). Son zamanlarda yapılan çalışmalar yenilebilir film ve kaplamaların çeşitli gıdaların raf ömrünü geliştirmede etkili olabileceğini ortaya koymaktadır (Salgado, vd., 2013; Sarıcaoğlu ve Turhan, 2019; Tural ve Turhan, 2017). Bu ambalajlar çevre dostu, doğal, dönüştürülebilir ve biyolojik olarak parçalanabilir özelliğe sahip olduklarından dolayı ilgi görmelerine rağmen, yeterli fiziksel dayanım ve gaz bariyer özelliğine sahip olmadıkları için gıda endüstrisinde yaygın kullanılmamaktadır.

Zengin protein içeriklerine rağmen gıda endüstrisi yan ürünleri günümüzde katma değeri düşük ürünler olarak değerlendirilmekte ve bu da önemli ekonomik kayıplara yol açmaktadır. Bitkisel yağlık tohumlardan soğuk pres tekniği ile yağın alınmasından sonra kalan posa, önemli miktarda protein içermekte ve genellikle hayvansal yem karışımlarında kullanılmaktadır. Ülkemizde fındık (*Corylus avellana* L.), bitkisel yağ ve fındık kreması üretimi gibi sektörlerde kullanılmasının yanı sıra, kavrulmuş veya çiğ olarak da tüketime sunulan önemli bir gıda maddesidir. Dünya geneli fındık üretiminin %75'i ülkemizde gerçekleşmekte ve üretilen fındığın %80'i ihraç edilmektedir (Turan, vd., 2015). Fındığın kimyasal bileşimi incelendiğinde %62 yağ, %16 protein ve %11 karbonhidrat içerdiği görülmekte ve bu bileşimin yetiştiricilik faktörlerine bağlı olarak değiştiği bilinmektedir (Alasalvar, vd., 2003). Yağı alındıktan sonra geriye kalan fındık küspesi %35-41 arasında değişen oranlarda protein

içermektedir. Bu küspeden proteinlerin izole edilmesi ile yenilebilir film ve kaplama üretimi gerçekleştirilebilmekte ve böylece katma değeri daha yüksek ürünler elde edilebilmektedir.

Proteinlerden üretilen yenilebilir filmlerin mekanik ve gaz (su buharı, oksijen, karbon dioksit ve uçucu bileşikler) bariyer özellikleri zayıftır (Jiang ve Tang, 2013; Sarıcaoğlu, vd., 2018b). Bu nedenle filmlerin mekanik dirençlerini ve geçirgenlik özelliklerini iyileştirmek amacıyla enzim uygulamaları, mekanik, ultrasonik veya yüksek basınç homojenizasyon (YBH) gibi tekniklerden yararlanılmaktadır (Kang, vd., 2015; Sarıcaoğlu, vd., 2018b; Yaylı, vd., 2017). Sıvı bir süspansiyona YBH işlemi uygulandığında sıvının dar bir delikten sürekli geçmesi sağlanmakta ve böylece yüksek türbülans, kayma gerilimleri ve kavtasyon kuvvetleri aracılığıyla süspansiyonun akış hızı artmaktadır. Bu kuvvetler, süspansiyonda bulunan makro boyutlardaki moleküllerin bükülmesine, deforme olmasına ve hatta bozulmasına neden olmakta ve bu sayede de makro moleküllerin yapısal ve fonksiyonel özellikleri modifiye edilebilmektedir (Floury, vd., 2004). Yapılan bir çalışmada soğuk pres fındık küspesinden izole edilen proteinlerin fonksiyonel ve reolojik özellikleri üzerine YBH işleminin etkisi incelenmiş ve partikül boyut dağılımının azalması ile proteinlerin suda çözünürlüklerinin, emülsiyon ve köpük oluşturma özelliklerinin arttığı bildirilmiştir (Sarıcaoğlu, vd., 2018a).

Aydemir, vd. (2014) fındık proteininden üretilen yenilebilir filmlerin esnek, suda eriyebilen ve aktif bileşen taşıyıcı ambalaj maddesi olarak kullanılabilmesini bildirmişlerdir. Bir başka çalışmada Gul, vd. (2018), karanfil uçucu yağı ile fındık proteini süspansiyonlarına ultrasonik homojenizasyon işlemi uygulayarak ürettikleri filmlerin özelliklerini karakterize etmişlerdir. Görüldüğü gibi, fındık proteinleri ile yenilebilir film üretimi üzerine çalışmalar bulunmasına rağmen, fındık proteini filmlerinin mekanik ve bariyer özellikleri üzerine YBH işleminin etkilerini araştıran bir çalışma bulunmamaktadır. Bu çalışma, YBH uygulanmış fındık proteini esaslı yenilebilir filmlerin fiziksel, mekanik, bariyer ve

mikro-yapısal özelliklerinin belirlenmesini amaçlamaktadır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Yenilebilir film üretiminde kullanılan fındık proteinleri Sarıcaoglu, vd. (2018a) tarafından belirtilen yöntem esas alınarak üretilmiştir. Elde edilen protein tozları %97.36 protein, %0.5 yağ, %0.8 kül ve %1.34 nem (AOAC, 1990) içerecek şekilde ağzı kapalı kavanozlarda buzdolabında muhafaza edilmiştir. Protein saflaştırma ve filmlerin üretilmesinde kullanılan kimyasallar analitik saflıkta temin edilmiştir.

YBH tekniği ile film çözeltilerinin hazırlanması

Film çözeltileri %4 fındık proteini içerecek şekilde saf su ile sulandırılmış (4.11 g protein tozu/100 mL saf su) ve süspansiyon pH'sı 5 M NaOH ile 12'ye ayarlandıktan sonra manyetik karıştırıcı üzerinde 1 saat süreyle karıştırılmıştır. Daha sonra film çözeltisi oda sıcaklığında YBH cihazına (Panda Plus 2000 model, GEA Niro Soavi, İtalya) beslenmiş ve 0 (kontrol), 25, 50, 75, 100 ve 150 MPa basınçlardan tek sefer geçirilerek homojenize edilmiştir. Homojenizatörden çıkan film çözeltilerini hızlı bir şekilde soğutmak için buzlu su banyosu içerisindeki beherde çözeltiler toplanmıştır. Film çözeltileri 90 °C'deki su banyosunda 1 saat süre ile karıştırılmış ve oda sıcaklığına soğutulduktan sonra protein miktarları üzerinden plastikleştirici olarak %40 gliserol ilave edilmiştir. Plastik petri kaplarına (9 cm çaplı) 25 mL film çözeltisi bir pipet yardımıyla aktarılmış ve fanlı etüvde (JSR Research Inc., JSOF-50 Model, Gongju, Korea) 40 °C'de 16 saat süreyle kurutulan filmler daha sonra petri kaplarından soyularak, doygun magnezyum nitrat içeren desikatörde (%54 nemli) 3 gün süreyle bekletilmiştir. YBH işlemi 2 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiş ve filmler 3 tekrarlı üretilmiştir.

Partikül boyut dağılımı

YBH işleminin film çözeltilerinin partikül boyut dağılımları üzerine etkileri lazer difraksiyon partikül boyut cihazı (Mastersizer 3000 model, Malvern Instruments Ltd., İngiltere) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla film çözeltileri

1:100 oranında ultra saf su ile seyreltilmiş ve süspansiyon dağılım ortamının ışık kırılma gücü suyun kırılma indisine (1.33) ayarlanmıştır.

Film kalınlığı

Filmlerin kalınlıkları 0.001 mm hassasiyete sahip dijital mikrometre (Insize digital outside micrometer, 3101-25A model, Çin) kullanılarak belirlenmiştir. Bu amaçla her bir filmin 15 farklı noktasından ölçüm yapılmış ve ortalaması alınmıştır.

Optik özellikler

Filmlerde optik özelliklerden renk, opaklık ve ışık geçirgenliği değerleri ölçülmüştür. Film örneklerinin renk değerleri Hunter L^* , a^* ve b^* renk sistemine göre CR 300, Minolta (Japonya) cihazı ile tespit edilmiştir. Bu amaçla her filmin 5 farklı noktasından ölçüm yapılmıştır.

Opaklık için filmlerin 600 nm dalga boyundaki absorbans değerleri spektrofotometre (Agilent Technologies, Cary 60 model, Avustralya) ile ölçülmüştür. Bu amaçla filmler dikdörtgen (2 x 1 cm) şeklinde kesilerek test hücrelerine yerleştirilmiş ve boş hücre referans olarak kullanılmıştır. Işık geçirgenliği aşağıdaki eşitliğe göre belirlenmiştir:

$$\text{Opaklık} = \frac{\text{Abs}_{600}}{x} \quad (1)$$

Bu eşitlikte Abs_{600} ; 600 nm'deki absorbansı, x ise film kalınlığını (mm) ifade etmektedir.

Su buharı geçirgenliği (SBG)

Filmlerin su buharı geçirgenliği (SBG) 25 °C'de gravimetrik olarak ASTM (2003) yönetiminde bazı değişiklikler yapılarak belirlenmiştir. Bu amaçla 10 mL'lik cam deney tüplerine (iç çap=14 mm) 1 g civarında silika jel tartılmış ve tüpler 105 °C'de %0 nispi nem düzeyine kadar kurutulmuştur. Tüplerin ağzı film örnekleri ile kapatıldıktan sonra saf su içeren desikatöre (%98±2 nispi nem) yerleştirilmiş ve tüp ağırlıkları analitik terazi yardımıyla 8 saat boyunca 1 saat aralıklarla tartılarak aşağıdaki eşitlik yardımıyla SBG değerleri hesaplanmıştır:

$$SBG = \frac{w}{t} \times \frac{x}{\Delta P \times A} \quad (2)$$

Burada; w/t : zamana bağlı ağırlık değişimini (g/saat), x : film kalınlığını (mm), A : film yüzey alanını (m^2), ΔP : basınç farkını (kPa) göstermektedir.

Mekanik özellikler

YBH uygulanmış fındık proteini filmlerinin gerilme (G) ve kopma uzaması (KU) gibi mekanik özellikleri TA-XT Plus Texture Analyser cihazı (TA-XT32, Stable Micro System, Godalming, İngiltere) kullanılarak ASTM (2001) yöntemine göre belirlenmiştir. G ve KU değerlerinin belirlenmesi amacıyla film örnekleri 20 x 40 mm olacak şekilde kesilmiş ve %53 nemli desikatörlerde 3 gün bekletilmiştir. Kesilmiş film örnekleri sabit ve hareketli problara tutturulmuş ve 2 mm/s çekme hızıyla test edilmiştir. Kopma anında filme uygulanan maksimum kuvvet ve kopma uzaması miktarı test cihazına bağlı bilgisayar programı ile kaydedilmiştir.

Mikro-yapısal özellikler

Filmlerin yüzey ve kesit yapıları JSM-7001F Jeol (Japonya) marka taramalı elektron mikroskobu cihazı ile belirlenmiştir. Ölçüm öncesi örneklerin yüzeyi palladyum-altın karışımı ile kaplanmıştır. Film yüzeylerinin ve kesitlerinin görüntülenmesinde sırasıyla x2000 ve x500 büyütme oranları kullanılmıştır.

İstatistiksel analiz

Araştırmada fındık proteini süspansiyonları 2 tekrarlı olacak şekilde YBH işlemine tabi tutulmuş, her bir basınçtan elde edilen film çözeltilerinden 3 tekrarlı olacak şekilde yenilebilir film üretimi gerçekleştirilmiştir. Mikro-yapısal özellikler için yapılan analiz hariç olmak üzere, tüm testler 3 tekrarlı olacak şekilde analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlara SPSS paket programı (SPSS 21, IBM, Chicago, IL, USA) kullanılarak tek yönlü varyans analizi uygulanmış ve ortalamalar arasındaki istatistiksel farklılık %95 güven sınırında Duncan çoklu karşılaştırma testleri ile belirlenmiştir. Sonuçlar ortalama \pm standart sapma olarak verilmiştir.

ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

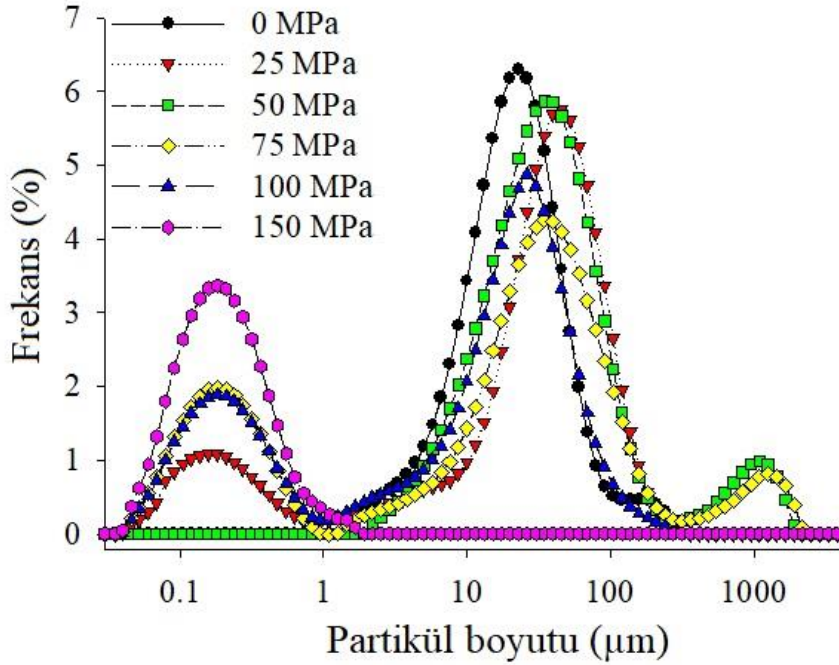
Fındık proteini süspansiyonlarının farklı basınçlarda homojenize edildikten sonra partikül boyut dağılımları ve yenilebilir film oluşturma özelliklerine ait araştırma bulguları alt başlıklar şeklinde aşağıda verilmiştir.

Protein süspansiyonların partikül boyut dağılımları

YBH işlemine tabi tutulan fındık proteini süspansiyonlarının partikül boyut dağılımları Şekil 1'de görülmektedir. Kontrol örneği (0 MPa), homojen bir partikül boyut dağılımı gösterirken, 100 MPa'a kadar basınç uygulanan örnekler homojen olmayan bir partikül boyut dağılımı sergilemiştir. Protein süspansiyonlarının basınç işlemi ile farklı boyutlara indirgenmesi, küçülen partiküllerin birleşerek aglomere olması basınç işlemi ile homojen olmayan bir partikül boyut dağılımı oluşmasına yol açmıştır. Süspansiyonlar 0 ile 1 μm arasında değişen boyutlarda partikül boyut dağılımı sergilemiş ve bu durum homojen olmayan bir süspansiyon yapısının oluşmasına yol açmıştır. Ancak, basıncın 150 MPa seviyelerine çıkarılması bu durumu önlemiş ve daha homojen ve küçük partikül boyutunda süspansiyon oluşmasına vesile olmuştur. Böylelikle 150 MPa basınç uygulama işlemi ile partikül boyut dağılımı önemli ölçüde azaltılmış ve homojen bir süspansiyon oluşması sağlanmıştır. Protein süspansiyonlarının homojenizasyon esnasında dar bir delikten geçirilmesi kavite etkisi yaratarak partiküllerin küçülmesine ve daha homojen bir süspansiyonun oluşmasına yol açmıştır (Keerati-u-rai ve Corredig, 2009; Sarıcaoğlu, vd., 2018b).

Film kalınlığı ve optik özellikler

YBH uygulanan fındık protein süspansiyonlarından elde edilen yenilebilir filmlerin kalınlık ve optik özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir. Film kalınlıkları 0.331 ile 0.447 mm arasında değişim göstermiş ve basıncın artması genelde film kalınlığını arttırmıştır. Bu durum muhtemelen artan basıncın etkisiyle proteinlerin suda daha çok çözünmesinden kaynaklanmıştır (Sarıcaoğlu, vd., 2018a). Proteinlerin basıncın etkisiyle suda daha çok çözünmesi film yapısındaki protein miktarını ve dolayısıyla kuru madde oranını arttırmış ve bu durum da kalınlığın artmasına yol açmıştır.



Şekil 1. YBH işleminin fındık proteini süspansiyonlarının partikül boyut dağılımına etkisi

Figure 1. The effect of HPH on particle size distribution of hazelnut meal protein suspensions

Çizelge 1. Filmlerin kalınlık, renk ve ışık geçirgenliği üzerine YBH işleminin etkisi

Table 1. Effect of HPH treatment on thickness, color and light transmission of films

YBH (MPa)	Kalınlık (mm)	L^*	a^*	b^*	Opaklık
HPH (MPa)	Thickness (mm)	L^*	a^*	b^*	Opacity
0	0.331±0.019 ^b	60.68±3.62 ^a	3.21±0.76	22.67±0.36 ^a	1.57±0.22 ^{ab}
25	0.348±0.021 ^b	54.42±0.50 ^b	3.91±0.34	20.53±0.27 ^c	1.75±0.14 ^a
50	0.447±0.071 ^a	55.43±2.82 ^b	4.19±0.63	21.12±0.52 ^{bc}	1.18±0.04 ^c
75	0.347±0.044 ^b	53.59±0.66 ^b	4.49±0.32	20.43±0.39 ^c	1.37±0.08 ^{bc}
100	0.390±0.024 ^{ab}	52.73±1.80 ^b	4.56±0.37	20.31±0.56 ^c	1.28±0.11 ^c
150	0.378±0.034 ^{ab}	55.04±1.64 ^b	4.35±0.30	21.52±0.49 ^b	1.52±0.12 ^{ab}

Değerler ortalama ± standart sapma olarak verilmiştir. Aynı kolonda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ($P<0.05$). YBH: Yüksek Basınç Homojenizasyon.

Values are means ± standard deviations. The difference between the means indicated by different letters in the same column is statistically significant. HPH: High pressure homogenization.

Gıda ambalaj materyallerinin optik özellikleri, içerisine yerleştirilecek ürünü olduğu gibi göstermesi açısından son derece önem arz etmektedir. Fındık proteinlerinden üretilen filmlerin L^* değerleri 52.73 ile 60.68 arasında değişim göstermiş ve YBH işleminin L^* değerlerini önemli ölçüde azalttığı belirlenmiştir ($p<0.05$). Ayrıca, HPH uygulanan protein süspansiyonlarının beyaza yakın bir renge sahip

olması bu süspansiyonlardan elde edilen filmlerin düşük a^* değerine (3.21-4.56) ve yüksek b^* değerine (20.31-22.67) sahip olmasına ve böylece filmlerin sarımsı bir renkte olmasına yol açmıştır. Uygulanan basıncın artması ile film çözümlerinin partikül boyut dağılımlarının azalması, elde edilen filmlerin daha koyu görünmesine neden olmuştur. Nagarajan, vd. (2014) nano-kompozit jelatin filmlerine ait renk değerlerinin homojenizasyon

şartlarından önemli ölçüde etkilenmediğini bildirmişlerdir. Filmlerin opaklık değerleri uygulanan basınçla birlikte önemli değişim göstermiş ($p<0.05$) ve 25 MPa basınç uygulanmış filmler en yüksek opaklık değeri sergilemiştir. Opaklık değerinin yüksek olması, filmlerin ışığı geçirmediği ve yansıttığını ifade etmektedir. Basıncın 50 MPa seviyesine çıkması, opaklık değerini 1.18 düzeyine düşürmüş ve daha yüksek basınçlarda opaklık değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Bu durum muhtemelen artan basıncın etkisiyle süspansiyon içerisinde protein çözünürlüğünün artmasından kaynaklanmıştır. Yapılan bir çalışmada YBH işlemi uygulanmış mekanik ayrılmış tavuk eti proteini filmlerine ait ışık geçirgenliği değerlerinde basınç uygulaması ile önemli bir değişiklik olmadığı bildirilmiştir (Saricaoglu, vd., 2018b).

Su buharı geçirgenliği (SBG)

Yenilebilir film ve kaplamaların su buharı geçirgenliklerinin (SBG) belirlenmesi, gıdalara uygulanabilirlikleri açısından oldukça önem arz etmektedir. YBH uygulanan fındık proteini süspansiyonlarından üretilen yenilebilir filmlerin SBG değerleri Çizelge 2'de verilmiştir. Görüldüğü

gibi, filmlerin SBG değerleri 1.30 ile 1.80 g·mm/kPa·h·m² arasında değişim göstermiş ve YBH işlemi filmlerin SBG değerini 75 MPa basınca kadar önemli ölçüde azaltmış ($p<0.05$), ancak bu değerden sonra önemli bir değişim gözlenmemiştir ($p>0.05$). Homojenizasyon basıncının artması, protein süspansiyonlarının partikül boyut dağılımlarının azalmasına ve daha stabil bir süspansiyon oluşmasına neden olmuş ve bu durum, basınç uygulanmayan kontrol grubuna kıyasla filmlerin SBG değerlerinin azalmasını sağlamıştır. Süspansiyonların homojen hale getirilmesi, elde edilen film yüzeylerinin de pürüzsüz olmasını sağlamıştır. Su buharı molekülleri pürüzsüz yüzeyden daha zor geçmekte ve bu nedenle SBG değerlerinde YBH işlemi ile azalma meydana gelmektedir. Mikroakışkanlaştırma işlemi kullanılarak homojenize edilen sodyum kazeinat-oleik asit (Fabra, vd., 2011), kitosan-oleik asit (Vargas, vd., 2011), jelatin-zeytinyağı (Ma, vd., 2012) emülsiyon esaslı filmlerin SBG değerleri homojenizasyon koşullarına bağlı olarak azalma göstermiş ve bu durum partikül boyut dağılımının azalması ile ilişkilendirilmiştir.

Çizelge 2. YBH işleminin filmlerin su buharı geçirgenliği ve mekanik özellikleri üzerine etkisi

Table 2. Effect of HPH treatment on water vapor permeability and mechanical properties of films

YBH (MPa)	SBG (g·mm/kPa·h·m ²)	G (MPa)	KU (%)
HPH (MPa)	WVP (g·mm/kPa·h·m ²)	TS (MPa)	EAB (%)
0	1.80±0.04 ^a	3.03±0.24 ^c	193.06±8.09 ^a
25	1.68±0.04 ^b	4.12±0.79 ^b	152.94±8.75 ^c
50	1.55±0.04 ^c	4.04±0.34 ^b	177.48±9.95 ^b
75	1.37±0.03 ^d	6.29±0.38 ^a	114.26±9.19 ^d
100	1.32±0.05 ^d	5.66±0.23 ^a	108.46±7.29 ^d
150	1.30±0.11 ^d	5.66±0.34 ^a	61.01±4.62 ^c

Değerler ortalama ± standart sapma olarak verilmiştir. Aynı kolonda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ($P<0.05$). YBH: Yüksek Basınç Homojenizasyon; SBG: Su buharı geçirgenliği; G: Gerilme; KU: Kopma uzaması.

Values are means ± standard deviations. The difference between the means indicated by different letters in the same column is statistically significant. HPH: High pressure homogenization; WVP: Water vapor permeability; TS: Tensile strength; EAB: Elongation at break.

Filmlerin mekanik özellikleri

Gerilme (G) ve kopma uzaması (KU) analizleri ile filmlerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi, film dayanıklılığı ve gıdaların mekanik bütünlüğünün sağlanması açısından önemlidir (Sothornvit ve Krochta, 2000). Ambalaj materyali olarak kullanılmak istenen yenilebilir filmlerin ürünleri

sarma esnasında esnek olması arzu edilirken, nakliye sırasında ürün bütünlüğünü sağlamak için gerilme değerlerinin yüksek olması istenmektedir (Nuthong, vd., 2009). YBH uygulanan fındık süspansiyonu filmlerinin G ve KU değerleri Çizelge 2'de verilmiştir. Homojenizasyon basıncının 75 MPa seviyesine kadar artması,

filmlerin G değerlerini önemli ölçüde arttırmıştır ($p < 0.05$). Basıncın 75 MPa'dan 100 MPa seviyesine çıkması G değerini azaltmış ($p > 0.05$) ve bu durum, artan basıncın etkisiyle proteinlerin aglomere olması ile ilişkilendirilmiştir (Sablani, vd., 2009). Mekanik ayrılmış tavuk eti proteinlerinden üretilen süspansiyonlara uygulanan YBH işlemi, bu süspansiyonlardan üretilen filmlerin mekanik özelliklerinden G değerlerinin 5.13 MPa'dan 13.25 MPa seviyesine çıkmasını sağlamış ve bu durum artan basıncın etkisiyle protein-protein etkileşimlerinin artması ile ilişkilendirilmiştir (Saricaoğlu, vd., 2018b). Fu, vd. (2011) nişasta esaslı film çözeltilerine YBH işlemi uygulamış ve elde edilen filmlerin G değerlerinin arttığını belirlemiştir.

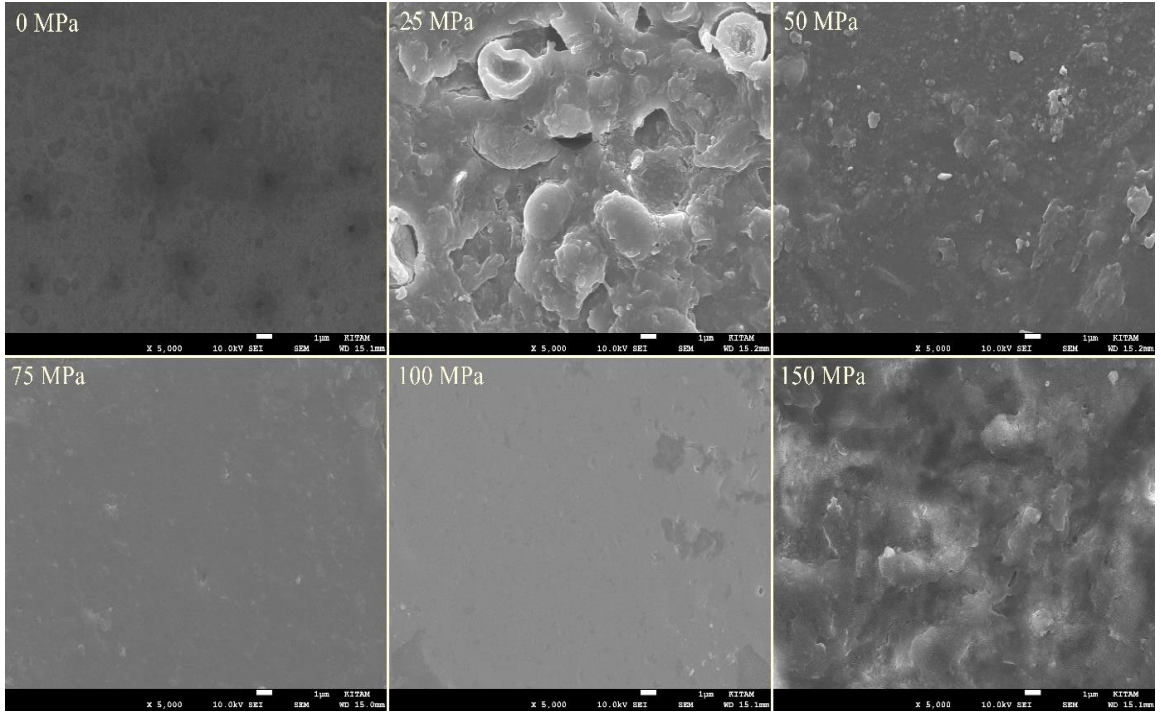
Fındık proteini süspansiyonlarına YBH işlemi uygulandıktan sonra elde edilen filmlerin KU değerleri, G değerlerinin aksine artan basıncın etkisiyle azalma göstermiştir. En yüksek KU değeri kontrol filmde belirlenirken, en düşük değer 150 MPa basınç ile muamele edilmiş fındık süspansiyonundan elde edilen filmlerde belirlenmiştir. Basıncın etkisiyle proteinlerin suda çözünürlüklerinin artması ve protein süspansiyonunun partikül boyutu yönünden daha homojen hale gelmesi, filmlerin KU değerlerinin azalmasına neden olmuştur. Ayrıca, basıncın 50 MPa'dan daha yüksek değerlere çıkarılması, proteinlerin muhtemelen aglomere olmasına neden olmuş ve bu durum daha sert ve esnek olmayan bir film yapısının oluşmasına yol açmıştır (Sablani, vd., 2009). Saricaoğlu, vd. (2018b), YBH işlemi uygulanmış mekanik ayrılmış tavuk eti protein süspansiyonlarından üretilen filmlerin KU değerlerini kontrol filmlerinde %275.60 olarak belirlemişler ve basıncın artmasıyla KU değerlerinin önemli azaldığını bildirmişlerdir.

Mikro-yapısal özellikler

Doğal biyopolimerlerden üretilen filmlerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri, filmlerin mikro yapısal görüntülerinin alınmasını sağlamakta ve bu bilgiler sayesinde filmlerin SBG değerleri, mekanik, optik ve gözenek yapıları hakkında detaylı bilgiler elde edilebilmektedir. YBH işlemi uygulanmış fındık proteini süspansiyonlarından üretilen yenilebilir filmlerin yüzey ve kesitlerine ait mikro yapısal görüntüleri

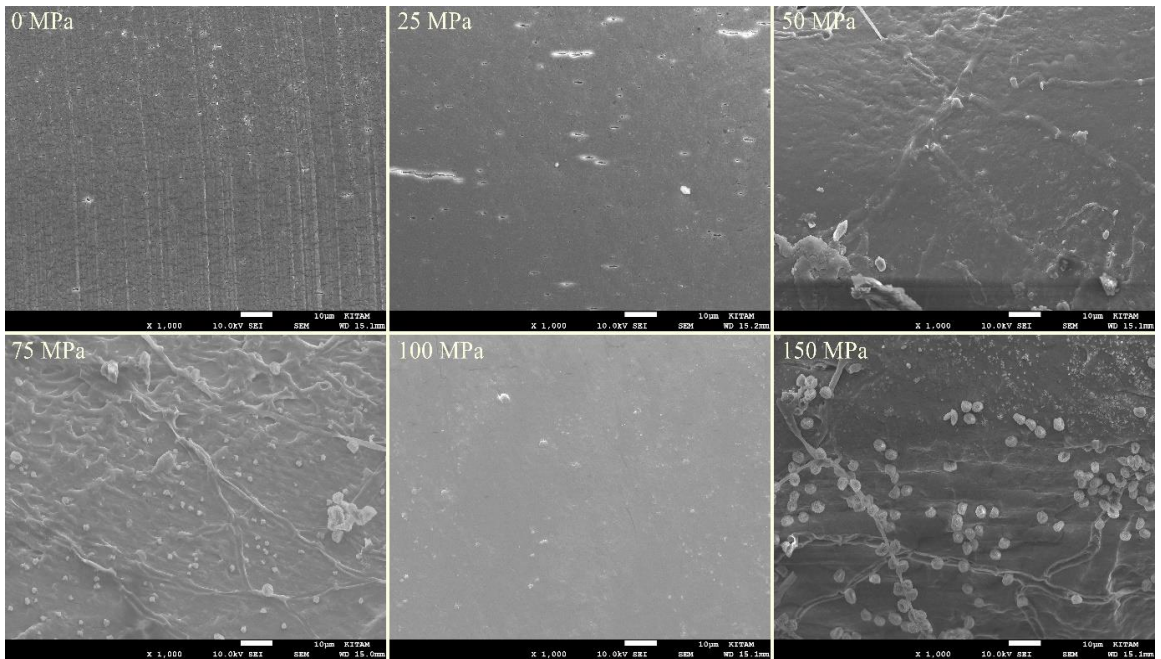
Şekil 2 ve Şekil 3'te gösterilmiştir. Filmlerin yüzey görüntüleri bazı örneklerde (kontrol, 25 ve 50 MPa) çözünmeyen protein parçacıklarının olduğunu, basınç düzeyinin 75 ve 100 MPa düzeyine çıkması ile çözünürlüğün artarak, bu çözünmeyen kısımların ortadan kaybolduğunu göstermektedir. Ancak, basıncın 150 MPa düzeyine çıkması, küçülen protein parçacıklarının basıncın etkisiyle aglomere olmasına neden olmuş ve neticesinde pürüzlü bir yüzey yapısı gözlemlenmiştir. Film yüzeyinin pürüzlü olması filmlerin daha yüksek SBG değeri sergilemesine ve mekanik özelliklerinin zayıf olmasına yol açmaktadır. Bu nedenle kontrol, 25 ve 50 MPa basınçlarla muamele edilmiş protein süspansiyonlarından elde edilen filmlerin SBG ve G değerlerinin düşük olduğu tespit edilmiştir. Aynı zamanda, yüzey pürüzlülüğünün azalması ve homojen bir yüzey görüntüsünün oluşması, filmlerin optik özelliklerini iyileştirerek şeffaf filmlerin oluşmasına vesile olmaktadır. Bu bağlamda filmlerin mikro yapısal görüntüleri optik özellikler, mekanik ve SBG değerleri ile örtüşmekte ve bulgularımızı doğrulamaktadır. Benzer sonuçlar YBH işlemi uygulanmış mekanik ayrılmış tavuk eti protein süspansiyonlarından üretilmiş filmlerde de belirlenmiştir (Saricaoğlu, vd., 2018b).

Filmlerin yan kesitlerinin görüntüsü Şekil 3'te verilmiştir. Görüldüğü gibi, kontrol ve 25 MPa basınç ile muamele edilmiş süspansiyonlardan elde edilen filmlerin kesitlerinde bazı çatlak ve delikler tespit edilmiş ve bu durum filmlerin daha yüksek SBG ve daha düşük mekanik özellik sergilemesine neden olmuştur. Homojenizasyon basıncının artması ile filmlerin kesitlerindeki çatlak ve delikler kaybolmuş, özellikle 75 ve 100 MPa basınç uygulanmış filmlerde homojen bir kesit görüntüsü elde edilmiştir. Ayrıca, basıncın 150 MPa seviyesine çıkması, protein partiküllerinin aglomere olmasına neden olmuş ve kesit yüzeyindeki parçacıklar bu durumu doğrulamıştır. YBH işlemi uygulanmış fındık proteini süspansiyonlarından üretilen yenilebilir filmlerin mikro yapısal görüntüleri, 75 ve 100 MPa düzeyindeki homojenizasyon işleminin filmlerin SBG ve mekanik özelliklerini iyileştirebileceğini ortaya koymaktadır.



Şekil 2. YBH işlemi uygulanmış protein süspansiyonlarından üretilen filmlerin yüzeylerine ait mikroyapısal görüntüler

Figure 2. Microstructural images of the surfaces of films produced from protein suspensions treated with HPH



Şekil 3. YBH işlemi uygulanmış protein süspansiyonlarından üretilen filmlerin kenar kesitlerine ait mikroyapısal görüntüler

Figure 2. Microstructural images of film edges produced from protein suspensions treated with HPH

SONUÇ

Bu çalışmada YBH işlemi uygulanmış fındık proteini süspansiyonlarından üretilen yenilebilir filmlerin optik, mekanik, bariyer ve mikro-yapısal özellikleri üzerine YBH işleminin etkisi incelenmiştir. Homejenizasyon basıncının artması, fındık proteini süspansiyonlarının partikül boyut dağılımlarını azaltmış, ve artan basınçla birlikte süspansiyonlar homojen olmayan (bi-modal) bir partikül boyut dağılımı sergilemişlerdir. YBH işlemi, filmlerin kalınlığında kısmi bir artışa neden olmuş ve bu durum muhtemelen protein çözünürlüğünün artmasından kaynaklanmıştır. Kontrol örneğine kıyasla L^* değerinde önemli bir azalma gözlemlenmiş, ancak basıncın artması L^* değerini önemli etkilememiştir. Filmlerin a^* değerleri homejenizasyon basıncından etkilenmezken, b^* değerlerinde önemli bir değişim belirlenmiş ve filmler sarımsı bir renge sahip olmuştur. Basıncın 50-100 MPa arasında değişmesi, filmlerin opaklık değerlerini önemli etkilemezken, kontrol örneklerine kıyasla filmlerin opaklığı önemli azalma sergilemiş ve filmlerin ışık geçirgenliği artmıştır. Fındık proteini süspansiyonlarına uygulanan YBH işlemi, filmlerin SBG değerlerini önemli ölçüde azaltmış ve bu durum mikro-yapı görüntüleri ile paralellik göstermiştir. YBH işlemi ile partikül boyutu azalan süspansiyonlarda protein-protein etkileşimi artmış ve bu durum filmlerin daha yüksek G değerlerine sahip olmasına yol açmıştır, ancak KU değerleri kontrol grubuna kıyasla önemli azalma sergilemiştir. Fındık proteininden üretilen yenilebilir filmler, genelde düzgün, homojen ve gözenekli yapı içermeyen bir görüntüye sahip olmuştur. Mikroyapı görüntüleri filmlerin mekanik, optik ve bariyer özelliklerine ait sonuçları doğrular niteliktedir. Mevcut araştırma bulgularına göre, fındık proteini süspansiyonlarına 75 ve 100 MPa basınçta homejenizasyon işlemi uygulaması, fındık proteinlerinden üretilen filmlerin optik, mekanik ve bariyer özelliklerini iyileştirmekte ve bu filmlerin gıda ambalajlamada kullanılabilme potansiyelini arttırmaktadır.

KAYNAKLAR

Alasalvar, C., Shahidi, F., Liyanapathirana, C. M., ve Ohshima, T. (2003). Turkish Tömbül Hazelnut

(Corylus avellana L.). 1. Compositional Characteristics. *J Agric Food Chem*, 51(13), 3790-3796.

AOAC. (1990). *Official Methods of Analysis* (15th ed. ed.). Arlington, VA: Association of Official Analytical Chemist.

ASTM. (2001). Standart test method for tensile properties of thin plastic sheeting. In (Vol. D882-12). Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials (ASTM).

ASTM. (2003). Standart test method for water vapor transmission of materials. In (Vol. E96/E96M-10). West Conshohocken, PA: American Society for Testing and Materials (ASTM).

Aydemir, L. Y., Gökbulut, A. A., Baran, Y., ve Yemencioğlu, A. (2014). Bioactive, functional and edible film-forming properties of isolated hazelnut (Corylus avellana L.) meal proteins. *Food Hydrocoll*, 36, 130-142.

Fabra, M. J., Pérez-Masiá, R., Talens, P., ve Chiralt, A. (2011). Influence of the homogenization conditions and lipid self-association on properties of sodium caseinate based films containing oleic and stearic acids. *Food Hydrocoll*, 25(5), 1112-1121.

Floury, J., Bellettre, J., Legrand, J., ve Desrumaux, A. (2004). Analysis of a new type of high pressure homogeniser. A study of the flow pattern. *Chemical Engineering Science*, 59(4), 843-853.

Fu, Z.-q., Wang, L.-j., Li, D., Wei, Q., ve Adhikari, B. (2011). Effects of high-pressure homogenization on the properties of starch-plasticizer dispersions and their films. *Carbohydr Polym*, 86(1), 202-207.

Gul, O., Saricaoglu, F. T., Besir, A., Atalar, I., ve Yazici, F. (2018). Effect of ultrasound treatment on the properties of nano-emulsion films obtained from hazelnut meal protein and clove essential oil. *Ultrasonics Sonochemistry*, 41(Supplement C), 466-474.

Jiang, Y., ve Tang, C. (2013). Effects of transglutaminase on sorption, mechanical and moisture-related properties of gelatin films. *Food Sci Technol Int*, 19(2), 99-108.

- Kang, H. J., Won, M. Y., Lee, S. J., ve Min, S. C. (2015). Plasticization and moisture sensitivity of potato peel-based biopolymer films. *Food Science and Biotechnology*, 24(5), 1703-1710.
- Keerati-u-rai, M., ve Corredig, M. (2009). Effect of Dynamic High Pressure Homogenization on the Aggregation State of Soy Protein. *J Agric Food Chem*, 57(9), 3556-3562.
- Ma, W., Tang, C.-H., Yin, S.-W., Yang, X.-Q., Wang, Q., Liu, F., ve Wei, Z.-H. (2012). Characterization of gelatin-based edible films incorporated with olive oil. *Food Res Int*, 49(1), 572-579.
- Nagarajan, M., Benjakul, S., Prodpran, T., ve Songtipya, P. (2014). Properties of Bio-nanocomposite Films from Tilapia Skin Gelatin as Affected by Different Nanoclays and Homogenising Conditions. *Food and Bioprocess Technology*, 7(11), 3269-3281.
- Nuthong, P., Benjakul, S., ve Prodpran, T. (2009). Effect of some factors and pretreatment on the properties of porcine plasma protein-based films. *LWT - Food Science and Technology*, 42(9), 1545-1552.
- Pavlath, A. E., ve Orts, W. (2009). Edible Films and Coatings: Why, What, and How? In K. C. Huber ve M. E. Embuscado (Eds.), *Edible Films and Coatings for Food Applications* (1st ed., pp. 1-23). New York, NY: Springer New York.
- Rocha, M. d., Loiko, M. R., Tondo, E. C., ve Prentice, C. (2014). Physical, mechanical and antimicrobial properties of Argentine anchovy (*Engraulis anchoita*) protein films incorporated with organic acids. *Food Hydrocoll*, 37, 213-220.
- Sablani, S. S., Dasse, F., Bastarrachea, L., Dhawan, S., Hendrix, K. M., ve Min, S. C. (2009). Apple Peel-Based Edible Film Development Using a High-Pressure Homogenization. *J Food Sci*, 74(7), E372-E381.
- Salgado, P. R., López-Caballero, M. E., Gómez-Guillén, M. C., Mauri, A. N., ve Montero, M. P. (2013). Sunflower protein films incorporated with clove essential oil have potential application for the preservation of fish patties. *Food Hydrocoll*, 33(1), 74-84.
- Sarıcaoğlu, F. T., Gul, O., Besir, A., ve Atalar, I. (2018a). Effect of high pressure homogenization (HPH) on functional and rheological properties of hazelnut meal proteins obtained from hazelnut oil industry by-products. *J Food Eng*, 233, 98-108.
- Sarıcaoğlu, F. T., Tural, S., Gul, O., ve Turhan, S. (2018b). High pressure homogenization of mechanically deboned chicken meat protein suspensions to improve mechanical and barrier properties of edible films. *Food Hydrocoll*, 84, 135-145.
- Sarıcaoğlu, F. T., ve Turhan, S. (2019). Performance of mechanically deboned chicken meat protein coatings containing thyme or clove essential oil for storage quality improvement of beef sucuks. *Meat Sci*, 158, 107912.
- Sothornvit, R., ve Krochta, J. M. (2000). Oxygen Permeability and Mechanical Properties of Films from Hydrolyzed Whey Protein. *J Agric Food Chem*, 48, 3913-3916.
- Tural, S., ve Turhan, S. (2017). Effect of anchovy by-product protein coating incorporated with thyme essential oil on the shelf life of anchovy (*Engraulis encrasicolus* L.) fillets. *Food Science and Biotechnology*, 26(5), 1291-1299.
- Turan, D., Altay, F., ve Çapanoğlu Güven, E. (2015). The influence of thermal processing on emulsion properties of defatted hazelnut flour. *Food Chem*, 167, 100-106.
- Vargas, M., Albors, A., ve Chiralt, A. (2011). Application of chitosan-sunflower oil edible films to pork meat hamburgers. *Procedia Food Science*, 1(0), 39-43.
- Yayli, D., Turhan, S., ve Sarıcaoğlu, F. T. (2017). Edible Packaging Film Derived from Mechanically Deboned Chicken Meat Proteins: Effect of Transglutaminase on Physicochemical Properties. *Korean J Food Sci Anim Resour*, 37(5), 635-645.