



## ÇÖREK OTUNDAN İZOLE EDİLEN PROTEİNLERİN MODEL GIDA EMÜLSİYONLARINDA KULLANIMI VE ORAL PROSESİNİN TRİBOLOJİK İNCELENMESİ

Hilal Yılmaz\*

Biyoteknoloji Bölümü, Bartın Üniversitesi, Kutlubey Kampüsü, Bartın, Türkiye

Geliş/ Received 20.01.2023; Kabul/ Accepted : 07.03.2023; /Online baskı: Published online 31.03.2023

Yılmaz, H. (2023). Çörek otundan izole edilen proteinlerin model gıda emülsiyonlarında kullanımı ve oral prosesinin tribolojik incelenmesi. GIDA (2023) 48 (2)435-444 doi: 10.15237/ gida.GD23016

Yılmaz, H. (2023). The use of proteins isolated from nigella sativa in model food emulsions and the tribological investigation of their oral processes. GIDA (2023) 48 (2)435-444 doi: 10.15237/ gida.GD23016

### ÖZ

Kültürümüzde önemli yeri olan çörek otu sıklıkla yağı için tercih edilmektedir ve yağı çıkarılmış küspesinde ise protein gibi değerli bileşikler atık olarak kalmaktadır. Proteinler gıda endüstrisinde yaygın kullanılan emülgatörlerdir. Gıdalarda kullanıldığında, bitkisel proteinlerin oral prosesini anlamak, tat almayı ve duyuşsal kabul edilebilirliği etkilediği için önemlidir. Fakat ağız ortamında salya/mukus ile etkileşime giren çörek otu proteinleri ve bu proteinlerle sabitli emülsiyonların tat alımını etkileyen akış, yağlama, sürtünme ve kayganlık özelliklerindeki (tribolojik özellikler) değişimler daha önce araştırılmamıştır. Bu çalışma ile yağı çıkarılmış çörek otundan elde edilen proteinlerle hazırlanmış sulu çözeltilerin ve emülsiyonların model mukus varlığında ağız ortamında oluşturdukları sürtünme davranış değişiklikleri tribolojik olarak incelenmiştir. Ağız ortamını taklit edici yüzeyler arasında, çörek otu proteiniyle hazırlanmış emülsiyon ve model mukus ayrı ayrı çok iyi kayganlaştırıcı özellik göstermiştir. Fakat emülsiyon ve mukus karıştırıldığında sürtünme katsayısı oldukça artmıştır. Bu durum çörek otu proteini ile mukus proteininin etkileşime girerek emülsiyonda topaklanmaya sebep olduğunu göstermektedir.

**Anahtar kelimeler:** Çörek otu, protein, emülsiyon, münin, oral proses, triboloji

## THE USE OF PROTEINS ISOLATED FROM NIGELLA SATIVA IN MODEL FOOD EMULSIONS AND THE TRIBOLOGICAL INVESTIGATION OF THEIR ORAL PROCESSES

### ABSTRACT

*Nigella sativa*, has an important place in our culture, is often preferred for its oil, and valuable compounds such as protein remain as waste in the oil-cake. Proteins are widely used emulsifiers in the food industry. Understanding the oral process of plant proteins is important as it affects taste and sensory acceptance of foods. However, changes in flow, friction, and lubrication properties (tribological properties) affecting the taste of *Nigella sativa* proteins and their emulsions have not been investigated. In this study, the changes in the friction behavior of the emulsion prepared with the *Nigella Sativa* protein isolates in the presence of model mucus were tribologically investigated. Between the surfaces that mimic the oral environment, the emulsion and model mucus separately showed superior lubricating properties. However, when emulsion and mucus were mixed, the friction coefficient increased considerably. This showed that *Nigella Sativa* protein and mucus protein interacted and caused emulsion flocculation.

**Keywords:** *Nigella sativa*, protein, emulsion, mucin, oral process, tribology

\* Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author

✉: hiclebioglu@bartin.edu.tr

☎: (+90) 544 849 0058

Hilal Yılmaz; ORCID no: 0000-0002-0399-355X

## GİRİŞ

Çörek otu, *Ranunculacea* (Düğünçiçeğigiller) familyasına ait *Nigella sativa* türüdür ve bitkinin kapsül içerisinde oluşan tohumu besin olarak kullanılır (Baytop, 1984). Çörek otu tohumları, uçucu yağ (% 0.38-0.49), sabit yağ (% 30-40), protein (% 20-30), saponin, melantin, nigellin ve tanen içerirler (Worthen vd., 1998). Çörek otu yağı özellikle sağlık alanında ve gıda teknolojisinde sık kullanılan maddelerden biridir (Bulca, 2014). Çörek otu bitkisinin yağı önemli ekonomik değere sahiptir (Çelik ve Gül, 2016). Günümüzde bitkisel kaynakların gıdalarda katkı maddesi olarak kullanılabilirliği, kimyasal bileşenlerinin araştırılması ve bunların insan sağlığına olan etkilerinin saptanması önem kazanmıştır. Özellikle gelişmekte olan ülkelerde farmasötik maddelerin maliyetli olmasından dolayı bazı sağlık problemlerinin çözümünde, bitkisel ürünler alternatif tedavi olarak karşımıza çıkmaktadır (Bulca 2014). Çörek otu yağının besleyici ve aroma yönünden zengin özelliği yanında antibakteriyel, antifungal koruyucu özellikleri nedeniyle gıda sanayinde kullanılabilecek çok önemli bir gıda olduğu bildirilmiştir (Kaya vd., 2003). Çörek otu tohumları bazı gıdaların üretiminde (örneğin: macun, pasta, peynir, turşu ve fırıncılık ürünleri gibi) aroma verici olarak da kullanılmaktadır (D'Antuono vd., 2002; Cheikh-Rouhou vd., 2007). Çörek otu tohumu bileşenleri fonksiyonel olup kozmetik ve diyet ek ürünlerinin hazırlanmasında da kullanılmaktadır (Bulca, 2014). Kültürümüzde önemli bir yeri olan ve çok çeşitli kullanımları ve sağlık açısından faydaları bulunan çörek otu, sıklıkla yağı için de tercih edilmektedir ve literatürdeki çoğu çalışma çörek otu yağıyla ilgilidir. Bu bitkinin yağları dışındaki bileşenleri ve bu bileşenlerin fonksiyonel özellikleri yeterince araştırılmamıştır. Yağı çıkarılmış çörek otu küspesi ise çoğunlukla atık olarak kalmaktadır, fakat bu küspe protein gibi değerli bileşikler içermektedir.

Protein kaynağı olarak bitkileri kullanmak, et, süt, yumurta gibi hayvansal protein kaynakları için hayvan sayısının artmasına bağlı sera gazı salınımındaki artışı engeller. Ayrıca, bitkisel protein üretimi için harcanan enerji ve su miktarı, hayvansal protein üretimi için harcanandan

oldukça azdır (González vd., 2011; Asgar vd., 2010). Protein kaynağı olarak bitkilerin kullanımı avantajlı olmasına rağmen, günümüzde gıda formülasyonlarında kullanımı kısıtlıdır. Bu durumun nedenleri, bitkilerden elde edilen proteinlerin yeterince araştırılıp geliştirilmemiş olmasıdır. Bitkisel proteinlerin, protein izolatu (protein içeriği %90 ve üzeri) veya konsantresi (protein içeriği %48—70) ve emülgatör olarak gıda uygulamalarında, ilaç üretimi ve diğer endüstriyel süreçlerde kullanıldığını rapor edilmektedir (Sari vd., 2015; Moure vd., 2006).

Proteinler gıda endüstrisinde polisakkaritlere ve fosfolipitlere ek olarak en yaygın kullanılan emülgatörlerdir (McClements vd.,2004). Emülsiyon birbiri içerisinde çözünmeyen (su ve yağ gibi) iki sıvının sabitleyici üçüncü bir madde (emülgatör) yardımıyla süspansiyon olarak tutulmasıdır. Süt, krema, meşrubat, bebek maması, çorba, kek hamuru, salata sosu ve mayonez emülsiyon içeren gıdalara örnektir. Ayrıca emülsiyonlar, koruyucu, renk ve aroma verici olarak vitaminler ve çeşitli fonksiyonel gıdalarda kullanılır (Velikov ve Pelan, 2008; McClements ve Li, 2010). Hem bitkisel kaynaklara yönelimin artması hem de bitkisel atıkların değerlendirilmesi adına bitkilerden ekstrakte edilen proteinlere olan ilgi son yıllarda artmıştır (Çetiner ve Bilek, 2018). Emülsiyon esaslı gıda ürünleri, oral proses sırasında bileşenlerin türüne ve maruz kaldığı işlem koşullarına göre çeşitli fizikokimyasal, duyuşsal ve biyolojik özellikler sergilemektedir. Gıda emülsiyonlarının oral prosesi sırasında salya/mukus ile karışması, vücut sıcaklığına ısınması veya soğuması, ağızdaki diş, dil ve damak gibi yüzeyler arasında sıkışması gibi çeşitli proseslere maruz kalmaktadır (Dresselhuis vd., 2007).

Ağız boşluğunun fizyolojisi daha önce çalışılmış ve açıklanmıştır, fakat gıda emülsiyonlarının oral proses sırasındaki davranışları hakkında çok az şey bilinmektedir. Gıda emülsiyonlarının oral prosesini anlamak için bazı araştırmacılar emülsiyonların yağ içeriğinden kaynaklı duyuşsal algıların kimyasal ve reolojik (akış) özelliklerini analiz etmeye çalışmışlardır (Sarkar ve Krop, 2019). Diğer yandan salya-emülsiyon

etkileşiminin, emülsiyonların tat/duyusal özellikleri üzerine etkisi olduğu tahmin edilmektedir (Çelebioğlu vd., 2020). Bunun sebebi ağıza alınan bir gıda emülsiyonunun yutuluncaya kadar salyaya maruz kalmasıdır. Salyanın ağızda oluşturduğu viskoelastik yapının en önemli kaynağı içerisindeki glikolize protein olan müsinlerdir. Yapılan çalışmalar protein ile sabitli emülsiyonlarda model salya ve müsinin network oluşumuna bağlı topaklanma oluşturduğunu göstermiştir (Çelebioğlu vd., 2020). Gıdalarda kullanıldığında, bitkisel proteinlerin oral prosesini anlamak, tat almayı ve duyusal kabul edilebilirliği etkilediği için önemlidir. Fakat ağız ortamında salya ile etkileşime giren çörek otu proteinleri ve bu proteinlerle sabitli emülsiyonların tat almasını etkileyen akış, yağlama, sürtünme ve kayganlık özelliklerindeki (reolojik ve tribolojik özellikler) değişimler daha önce çalışılmamıştır.

Reoloji, maddelerin deformasyonu ve akışı ile ilgilenen bilim dalıdır. Reolojik özellikler, gıdaların duyusal görünüş özellikleriyle ilgili olup bazı yapısal ve mekanik özellikler görünüşten anlaşılabilir. Fakat reoloji, protein sabitli emülsiyonlar gibi küçük tanecikli, sıvı/yarı-katı gıda ürünlerinin ağız ortamındaki akış özelliklerinin tat alımıyla bağlantısında yetersiz kalmaktadır. Triboloji bilimi ise iki yüzey arasında ince film halinde bulunan lubrikantın kayma, yağlama ve sürtünme özelliklerini inceleyen bir bilim dalıdır ve son yıllarda özellikle gıda emülsiyonlarının oral prosesini simüle etmek için kullanılmaktadır (Meyer vd., 2011, Vardhanabhati vd., 2011, Chen ve Stokes, 2012, van Aken 2013, Chen vd., 2014). Triboloji tekniklerinin son uygulamaları, salya/mukus ve gıda proteini içeren sıvıların lubrikasyon özelliklerinin nicel karakterizasyonuna da imkân vermektedir (Vardhanabhati vd., 2011, Çelebioğlu vd., 2016). Bu yöntem ile elde edilen veriler mukus ve emülsiyonların içerdiği proteinlerin ağızdaki etkileşimi sonucu tat, kıvam ve aroma algısında önemli etkisi olduğunu göstermiştir (van Aken vd., 2013, Çelebioğlu vd., 2016; 2020). Bu sebeple uygun şartlarda ekstrakt edilen ve fonksiyonel özellikleri anlaşılan bitkisel proteinlerin oral proses sırasında geçirdikleri değişimler yeni ürün formülasyonlarında önemlidir. Buna göre bu

çalışmada yağı çıkarılmış çörek otundan elde edilen proteinlerle hazırlanmış sulu çözeltilerin ve emülsiyonların model mukus varlığında ağız ortamında oluşturdukları sürtünme davranış değişiklikleri tribolojik olarak incelenmiştir.

## MATERYAL VE YÖNTEM

### Bitkisel materyallerin ve model mukusun hazırlanması

Bartın yerel marketlerden alınan çörek otu hammadde olarak kullanılmıştır. Analizlerden önce çörek otları öğütülerek 0.25 mm açıklığa sahip elekten geçirilerek ince toz halinde kullanıma hazır hale getirilmiştir. Protein izolasyonu ve izole edilen proteinlerin tribolojik özellikleri çalışmaları için laboratuvar ortamında yağı ayrılmış çörek otu posaları materyal olarak kullanılmıştır. Yağ ayırma işlemi için Soxhlet ekstraktörü ve çözücü olarak hekzan kullanılmıştır. Bu düzenek ile 60°C'de 4 saat boyunca yağ ayırma işlemi yapılmıştır (Hara and Radin, 1978).

Model mukus hazırlamak için kullanılacak olan ve sığır alt çene tükürük bezinden elde edilen müsin proteini (>%95) Merck Millipore'dan (Merck KGaA, Darmstadt, Almanya) satın alınmıştır ve ilave saflaştırma yapılmadan kullanılmıştır. Müsin proteininin kütlece %1'lik çözeltisi fosfat tamponu (PBS) kullanılarak (pH 7) hazırlanmış ve model mukus olarak kullanılmıştır.

### Kimyasal içerik analizleri

Kimyasal içerik analizi için aşağıdaki analitik yöntemler kullanılmıştır (AOAC, 1990):

- (i) Nem miktarı tayini için 1 gram örnek 105°C etüvde sabit ağırlığa gelene kadar kurutulmuş ve aradaki ağırlık farkından nem miktarı yüzde olarak hesaplanmıştır.
- (ii) Kül miktarı tayini için 1 gram örnek 550°C kül fırınında 24 saat yakılarak hesaplanmıştır.
- (iii) Toplam yağ miktarı Soxhlet metodu ile belirlenmiştir.
- (iv) Toplam protein miktarı Kjeldahl metoduyla belirlenmiştir.
- (v) Ham lif miktarı tayini için önce örnekler sülfirik asit çözeltisinde (0,255 N) 30 dakika hidroliz edilmiş ve yıkanmıştır. Daha sonra potasyum hidroksit çözeltisinde (0,313 N) 30

dakika kaynatılmış ve filtre edilip yıkanmıştır. Kalan kısım 105°C'de 24 saat kurutulmuş ve sonra 550°C'de sabit ağırlığa gelene kadar yakılmıştır. Bu prosedür boş kontrol için de yapılmıştır. Kuru organik/inorganik kısım ile kül kısmının arasındaki ağırlık farkı lif miktarını vermiştir (Celebioglu vd., 2012).

(vi) Toplam karbohidrat miktarı ise aşağıdaki fark formülü ile belirlenmiştir (Sahin and Sumnu, 2006):

Toplam karbohidrat miktarı (%) = kuru örnek % - yağ % - protein % - kül % - lif %

Kuru örnek, 105°C etüvde sabit ağırlığa gelene kadar kurutulmuş ve nemi uzaklaştırılmış örnek anlamına gelmektedir.

### Protein İzolasyonu

Protein izolasyonu yağı ayrılmış çörek otu posalarının alkali ekstraksiyonu ve asitle çöktürme işlemleriyle yapılmıştır. Buna göre yağı ayrılmış 10 gram çörek otu posası 300 mL %1 NaOH çözeltisi içinde oda sıcaklığında 1 saat boyunca manyetik karıştırıcıda (300 rpm) karıştırıldıktan sonra santrifüj edilmiştir (2600×g 10 dakika 4 °C). Toplanan süpernatant pH değeri 0.5 M hidroklorik asit kullanılarak pH=3.9'a (izoelektrik noktası) ayarlanarak 300 rpm'de 30 dakika manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Bu aşamanın sonunda çöken proteinler santrifüj ile ayrılarak toplanmıştır.

### Emülsiyon hazırlanması

Çörek otundan izole edilen proteinlerle hem protein çözeltileri hem de bu proteinlerle sabitli emülsiyonlar hazırlanarak triboloji ölçümlerinde kullanılmıştır. Protein çözeltisi kütlece %1 olarak ve 10 mM PBS tamponu kullanılarak pH 7'de hazırlanmıştır. Emülsiyon için ise hazırlanan kütlece %1'lik protein çözeltisine ayçiçek yağı yavaş yavaş eklenerek önce düşük hızda (6,000 rpm), tüm yağ eklendikten sonra ise 30 dk boyunca yüksek hızda (20,000 rpm) Ultra-Turrax homojenizatör (DI 25 basic; IKA-WERKE, Staufen, Germany) kullanılarak karıştırılmıştır. Karıştırma sırasında oluşabilecek sıcaklık yükselmelerini önlemek için su banyosu kullanılmıştır. Hazırlanan emülsiyon kütlece %25 ayçiçek yağı içermektedir (yağ/su oranı 1:3). Aynı

prosedürle ayçiçek yağı yerine çörek otu yağı kullanılarak da karşılaştırma yapılmıştır.

### Triboloji ölçümleri

Protein çözeltisi ve emülsiyonunun yüzeyler arası yağlama/sürtünme özellikleri ile bunların model mukusun kayganlık, sürtünme ve yağlama özelliklerine etkisini karakterize etmek için Pin-on-Disk Tribometresi (Turkyus POD&HT&WT) kullanılmıştır. Bu tribometre düzeneğinde belli bir yükte yüklenmiş küresel pin, düzlem disk üzerinde belli bir hızda git-gel olarak kayarak ilerlemektedir. Bir motor yardımıyla hareket eden disk, pin ve disk arasında sürtünme kuvveti oluşmasını sağlar. Uygulanacak kuvvet pin üzerine ağırlığı bilinen bir yük eklenmesi ile kontrol edilir ve kayan yüzeyler arasında oluşan sürtünme kuvveti gerilim ölçer ile izlenir. Sürtünme katsayısı  $\mu$  ile gösterilir ve aşağıdaki denklem ile hesaplanır:

$$\mu = F_{\text{sürtünme}}/F_{\text{yük}}$$

Sürtünme katsayısı ölçümleri için kullanılacak Polydimethylsiloxane (PDMS) yüzeyleri oluşturmak için PDMS kit (Sylgard 184, Dow Corning) kullanılmıştır. Kontaminasyonu önlemek için PDMS yüzeyler her ölçümde sadece bir kere kullanılmış ve diğer ölçüm için yeni PDMS yüzeyler takılmıştır. Daha sert bir yüzeyi taklit edebilmek için yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) pin ve PDMS yüzey çifti de kullanılmıştır. HDPE pin temizlenerek birçok kez kullanılabilir.

Emülsiyon-mukus sisteminin hıza ve yüke bağlı tribolojik davranışını izlemek için, sırasıyla 0.25 – 100 mm/s kayma hızı aralığı ve 1, 2, 5, 7 ve 10 N yükler seçilmiştir. Her örnek için sürtünme katsayıları oda sıcaklığında en az üçer tekrarlı ölçümler sonucu hesaplanmıştır.

### SONUÇ VE TARTIŞMA

#### Çörek otunun kimyasal içerik analizi

Çörek otu kimyasal içerik analizleri nem, kül, protein, yağ, ham lif ve toplam karbohidrat içerikleri ölçümleri olarak üç tekrarlı alınmıştır ve sonuçlar Çizelge 1'de verilmiştir. Çörek otunda bulunan karbohidrat miktarı %34,8 ve ham lif miktarı %10 olarak bulunmuştur. Endüstriyel olarak çoğunlukla yağ için kullanılan çörek otunda %34 gibi yüksek bir miktarda yağ oranı

bulunmuştur. Bu çalışmanın asıl ilgi ve odak noktası olan protein ise %19,5 olarak elde edilmiştir. Bulunan değerler literatür ile uyumludur.

Çizelge 1. Çörek otunun kimyasal içerik analizi  
Table 1. Chemical content analysis of *Nigella Sativa*

Çörek otu bileşenleri <i>Nigella Sativa components</i>	İçerik miktarları <i>Concentration</i>
Yağ / Fat	% 34±0.8
Protein / Protein	% 19.5±0.5
Nem / Moisture	% 1±0.1
Kül / Ash	% 0.7±0.2
Ham lif / Crude fiber	% 10±0.6
Toplam karbonhidrat / <i>Total carbohydrate</i>	% 34,8±0.5

Literatürdeki çörek otu protein miktarını içeren çalışmalar incelendiğinde (Çizelge 2), protein miktarı %19 ila %23 arasında değiştiği görülmektedir. Farklı bölgelerden alınan örneklerde kimyasal içerik miktarındaki değişimler beklenen bir durumdur fakat genel olarak bakıldığında bu çalışma ile verimli bir şekilde protein izole edilebildiği sonucuna varılabilir.

Çizelge 2. Farklı çalışmalarda çörek otundan elde edilen protein miktarlarının karşılaştırılması  
Table 2. Comparison of protein amounts obtained from *Nigella Sativa* in different studies

Çörek otu protein miktarı <i>Protein content of Nigella sativa</i>	Bulunduğu çalışma <i>Studies</i>
% 19.5±0.5	Mevcut çalışma
% 19.2±0.2	Mohammed vd., 2016
% 23.1±1.1	Solati vd., 2014
% 20.0±0.3	Khoddami vd., 2011
% 22.6±0.2	Cheikh-Rouhou vd., 2007
% 23.3±0.6	Shah ve Kasturi, 2003
% 20.8±1.1	Atta, 2003

### Uygulanan yüke bağlı lubrikasyon davranışları

Yağı çıkarılmış çörek otu posasından elde edilen proteinlerle protein çözeltisi ve emülsiyonlar hazırlanarak yüzeyler arası sürtünme ve lubrikasyon davranışlarının yağ ve su fazına göre farklılıkları ve model mukus varlığındaki değişimleri tribolojik olarak karşılaştırılmıştır.

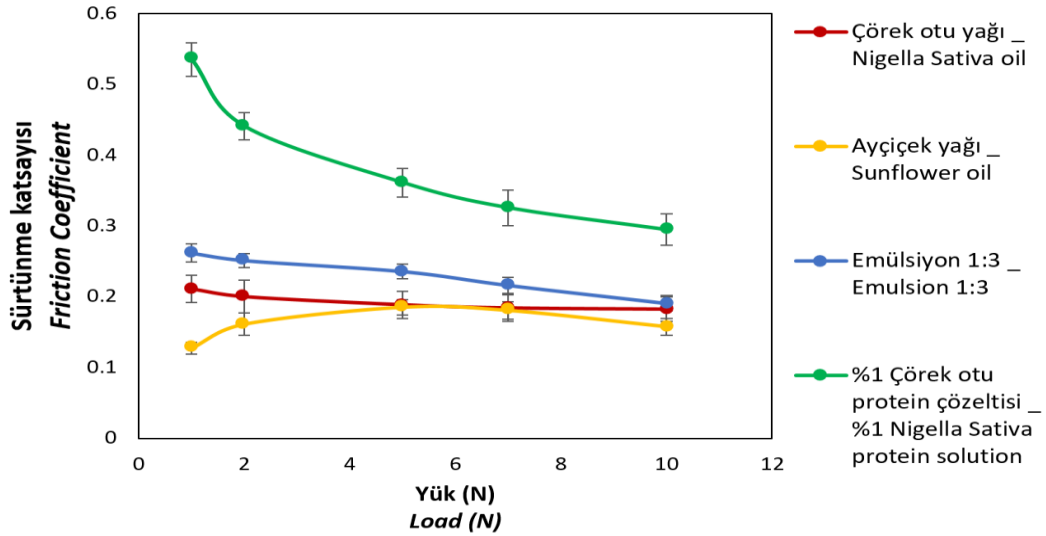
Şekil 1’de PDMS-PDMS yüzey çiftleri arasında kayan akışkan örneklerin oluşturduğu sürtünme katsayısı değerleri pin-on-disk tribometresi ile 1 mm/s hızda 1-10 N yük değişiminde incelenmiştir. Yağ örnekleri, müsin çözeltisi ve çörek otu proteini ile hazırlanmış emülsiyonun sürtünme katsayılarında genel olarak artan yük ile birlikte hafif bir azalış olsa da yüke bağlı önemli değişimler olmamıştır. Diğer yandan yük miktarını 1 N’den 10 N’a artırdığımızda, çörek otu protein çözeltisinin sürtünme katsayısı değeri 0.54’ten 0.29’a önemli bir düşüş göstermiştir. Bunun sebebi, artan yükün oluşturduğu basınç ile protein moleküllerinin PDMS yüzeyindeki boşlukları doldurarak daha pürüzsüz bir yüzey oluşturması ve böylece iki yüzey arasındaki sürtünmeyi azaltmasıdır.

Örneklerin yağlama/lubrikasyon özellikleri karşılaştırıldığında ise PDMS-PDMS yüzeylerinde en iyi lubrikantların sırasıyla müsin çözeltisi>ayçiçek yağı>çörek otu yağı>emülsiyon>çörek otu protein çözeltisi olarak gözlemlenmektedir. Tüm gastrointestinal sistemimizi sararak koruyucu bir ortam sağlayan mukus tabakasının aynı zamanda iyi bir kayganlaştırıcı/lubrikant olduğu bilinmektedir (Çelebioglu vd., 2020). Yağ örneklerine bakıldığında ise ayçiçek yağının çörek otuna göre daha yağlayıcı olduğu görülmektedir. Çörek otu yağı, ayçiçek yağına göre biraz daha fazla sürtünme katsayısı değerleri vermiştir; bu durum çörek otu yağının ( $\rho$ : 1,009.4 - 1,071.2 kg/m<sup>3</sup>) ayçiçek yağına ( $\rho$ : 918.8 kg/m<sup>3</sup>) göre daha yoğun olmasından kaynaklanıyor olabilir.

Bu çalışmada kullandığımız PDMS yüzeyler hidrofobik ve hafif pürüzlü özelliğe sahip yüzeylerdir. Bu özelliklerinden dolayı PDMS yüzeylerin ağız ortamını (dil ve damak) taklit etmede başarılı bir yüzey olduğu gösterilmiş ve bu sebeple gıda oral proses çalışmalarında sıklıkla tercih edilmiştir (Lee vd., 2005). Farklı yüzey çiftlerini karşılaştırmak için HDPE-PDMS yüzey çifti de kullanılmış ve Şekil 2’de gösterilmiştir. HDPE kullanılan ölçümlerde emülsiyon da yağlar kadar iyi lubrikant özellik göstermiştir, öte yandan çörek otu protein çözeltisi yine nispeten yüksek sürtünme katsayısı değeri verirken bu değer artan

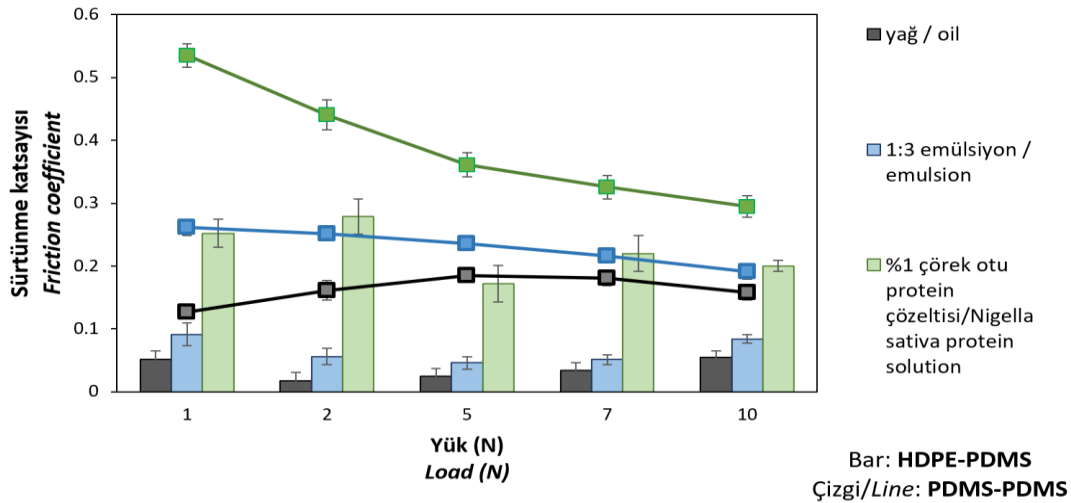
yükle birlikte düşme göstermemiştir. HDPE yüzey de PDMS gibi hidrofobik özelliğe sahip olmasına rağmen PDMS'e göre daha sert ve daha pürüzsüz bir yapıdadır böylece farklı mekanik özelliklere sahiptir. Sonuç olarak, uygulanan yük

ve hız gibi tribolojik ölçüm parametreleri değiştirilirse bile farklı yüzeyler kullanıldığında uygulanan basınç bölgeleri değişeceği için farklı tribolojik sonuçlar elde edilecektir (Çelebioğlu vd., 2016).



Şekil 1. PDMS-PDMS yüzey çifti arasında 1 mm/s hızda kayan örneklerin uygulanan yüke bağlı sürtünme katsayıları

Figure 1. Load dependent friction coefficients of the samples from the sliding contacts of PDMS-PDMS pair at 1 mm/s



Şekil 2. Yüke bağlı sürtünme katsayılarının kullanılan yüzey çiftine göre değişimi (Hız: 1 mm/s) (Bar grafik HDPE-PDMS yüzey çifti, çizgi grafik ise PDMS-PDMS yüzey çifti verilerini göstermektedir.

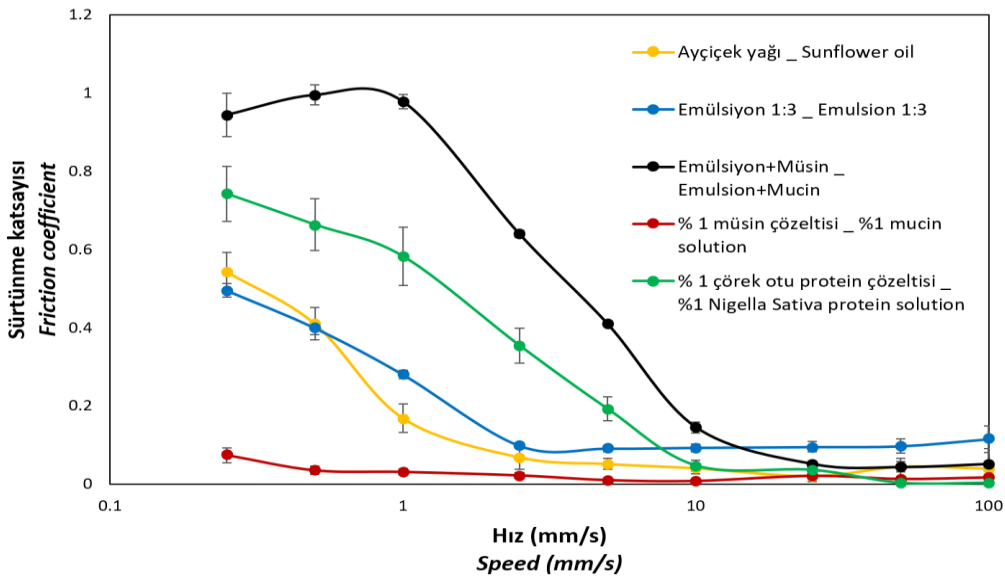
Siyah renk ayçiçek yağını, mavi renk çörek otu proteini ile hazırlanmış 1:3 yağ:su fazı oranında emülsiyonu, yeşil renk ise %1'lik çörek otu proteini çözeltisini temsil etmektedir.

Figure 2. Load dependent friction coefficients from different sliding contacts (Speed: 1 mm/s) (Bar graph represents the data from HDPE-PDMS tribopair, while the line graph fort be PDMS-PDMS. Black color: sunflower oil; Blue color: 1:3 emulsion; Green color: %1 Nigella sativa protein solution).

### Uygulanan hıza bağlı lubrikasyon davranışları

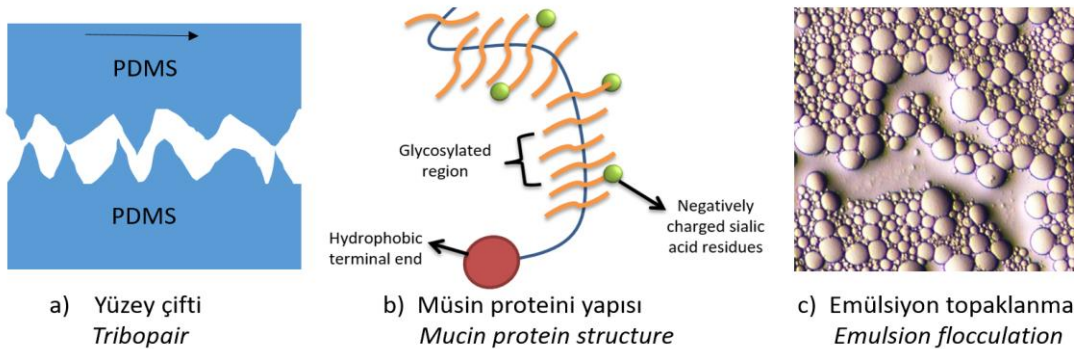
Şekil 3'de çörek otu proteini ile hazırlanan model emülsiyonun, emülsiyon-mukus karışımının ve referans olarak kullanılan yağ ve protein çözeltisi örneklerinin hıza göre değişen sürtünme katsayısı değerleri gösterilmiştir. Bu değerler 1N yük ve 0.25-100 mm/s hız aralığında PDMS-PDMS yüzey çifti kullanılarak ölçülmüştür. Sonuçlara göre tüm örnekler artan hız ile birlikte azalan sürtünme katsayısı davranışı sergilemiştir. Yüksek hız bölgesinde sürtünme katsayısının tekrar artış

göstermemesi kullanılan örneklerin triboçifti arasında elastohidrodinamik lubrikasyon yapamadığını gösterir (Nalam vd., 2010). Bunun anlamı, kullanılan örnekler birbirine temas halindeki PDMS yüzeyleri kayganlaştırabilmiştir fakat yüzeylerin birbiri ile temasını kesecek kadar arayı dolduramamıştır. Bu durum PDMS yüzeyinin pürüzlü olduğundan kaynaklanır çünkü pürüzlü yüzeylerde aralardaki boşluklara lubrikant örnek girse de yine bazı noktalardan triboçiftleri birbirine temas etmeyi sürdürür (Şekil 4a) (Lee vd., 2005).



Şekil 3. PDMS-PDMS yüzey çifti arasında 1 N yük altında kayan örneklerin uygulanan hıza bağlı sürtünme katsayıları

Figure 3. Speed dependent friction coefficients of the samples from the sliding contacts of PDMS-PDMS pair at 1 N load



Şekil 4. PDMS yüzey teması (a), glikolize müsin proteini (b) ve emülsiyon topaklanmasının (c) şematik gösterimi

Figure 4. Illustration of surface contact of PDMS (a), glycosylated mucin protein (b), and emulsion flocculation (c)

Kullanılan örneklerin sürtünme davranışları ayrı ayrı incelendiğinde model mucus olarak hazırlanan % 1'lik mürsin çözeltilisinin üstün kayganlaştırıcı etkiye sahip olduđu görölmektedir. Mürsin proteini glikolize olmuş yapısından (Şekil 4b) dolayı amfifiliktir ve hidroforbik PDMS yüzeylere rahat tutunabilir. Ayrıca izoelektrik noktası 2 civarı olan mürsin proteini bu çalışmada kullanılan pH 7 ortamında negatif yüklü olduđu için moleküler arası elektrostatik itme yardımıyla PDMS yüzeyleri daha rahat ayırabilir ve böylece daha iyi bir lubrikasyon sağlayabilir (Çelebioglu vd., 2016). Yağ örneđi ise beklenildiđi üzere üstün kayganlaştırıcı etkiye sahiptirler.

Diđer yandan %1'lik çörek otu proteini çözeltilisi zayıf kayganlaştırıcı etki göstermiştir. Bu etki çörek otundan izole edilen proteinlerin düşük amfifilik özelliđe, yani sulu çözeltilerde hidroforbik katmanlara tutunabilme özelliđinin zayıf olduđunu işaret etmektedir. Böylece mürsin proteini ile karşılaştırıldıđında çörek otu proteini PDMS yüzeylere daha az tutunabilmekte ve çörek otu protein çözeltilisinin kullanıldıđı tribolojik ölçümler sırasında PDMS yüzeyler birbiri ile halen fazlaca temas ederek daha yüksek sürtünme katsayısı vermektedir.

Çörek otundan izole edilen proteini ile hazırlanan model gıda emülsiyonunun sürtünme katsayısı grafiđi düşük hızlarda yağdan daha fazla, fakat protein çözeltilisinden oldukça az sürtünme katsayısı verirken, artan hızlarda diđer örnekler kadar düşük sürtünme katsayısına sahip olmuştur (Şekil 3). İlginç olan ise bu emülsiyona model mucus eklendiğinde sürtünme katsayısının özellikle düşük hızlarda protein çözeltilisinin sahip olduđundan bile daha fazla değere ulaşmasıdır. Mürsin proteininden çok farklı lubrikasyon özelliđe sahip proteinlerin model mucus ile karışması, mucusun lubrikasyonunda hızlı bir azalmaya sebep olduđuna dair bulgular literatürdeki benzer çalışmalarda da rapor edilmiştir (Vardhanabhuti vd., 2011; Çelebioglu vd., 2016). Bu durum yüzeylere tutunan toplam moleköl miktarındaki deđişimle açıklanmaktadır. Ortamda mürsin proteininden daha küçük boyutlu protein molekülleri olduđunda bunlar yüzeye daha çabuk ulaşım alanı işgal ederek mürsin proteininin

yüzeye tutunmasını engellemektedir. Emülsiyonlarda ise durum biraz daha farklıdır. Gıda emülsiyonları ağız ortamında salya ile etkileşime girdiğinde emülsiyondaki damlacık boyutunun arttıđı ve emülsiyon stabilitesinin bozulduđu rapor edilmiştir (Çelebioglu vd., 2020).

Çörek otu proteiniyle hazırlanan emülsiyonun model mucus ile karıştırılması sonucu sürtünme katsayısının da önemli ölçüde arttıđı görölmektedir. Bu durum şöyle özetlenebilir: çörek otu proteini ile hazırlanan emülsiyon, mürsin proteini ile hazırlanan model mucus ile karıştırıldıđında, protein molekülleri arasındaki etkileşim sonucu mürsinin PDMS yüzeylere tutunması azalmış ve böylece kayganlaştırıcı etkisi de azalmıştır. Öte yandan, yine proteinler arası etkileşim ve rekabet sonucu emülsiyondaki damlacık boyutu artarak emülsiyonda topaklanmaya sebep olmuştur (Şekil 4c). Tüm bunların sonucu olarak da sürtünme katsayısı artmıştır.

Sürtünme katsayısı deđişimi ile gıdaların oral prosesinde tat alımının etkilendiđine dair çalışmalar göz önünde bulundurulduđunda (Sarkar ve Krop, 2019), elde edilen sonuçlar mantıklıdır. Emülsiyonun ağız ortamında mucus ile karışması sonucu dil-damak gibi yüzeyler arası deđişen sürtünme, emülsiyonların kremsilik, akıcılık ve dolayısıyla aroma gibi özelliklerini algılamayı sağlamaktadır (Dresselhuis vd., 2007).

Bu çalışma kapsamında, çörek otundan elde edilen proteinlerin emülgatör olarak kullanıldıđı model emülsiyonların fizyolojik olarak aktif bölgeden geçerken uğradıđı fizikokimyasal ve yapısal deđişimleri anlamak, ağızdan sonraki sindirim basamaklarını anlamak için temel oluşturacaktır. Tribolojik yaklaşım, yeni protein kaynaklarının ve bunlarla hazırlanan emülsiyonların fizikokimyasal özelliklerini ürün dizaynı sırasında geliştirerek, gıda emülsiyonlarından yağda çözünür besinlerin artan biyoulaşılabilirliđi, azaltılmış doymuş yağ absorpsiyonu ve azaltılmış yağ kullanımı anlamında fayda sağlayabilecektir.



**ÇIKAR ÇATIŞMASI**

Yazar herhangi bir çıkar çatışması beyan etmemektedir.

**REFERANSLAR**

- Asgar, M., Fazilah, A., Huda, N., Bhat, R., Karim, A. (2010). Nonmeat protein alternatives as meat extenders and meat analogs. *Comprehensive reviews in food science and food safety*, 9 (5), 513-529.
- Atta, M. B. (2003). Some characteristics of nigella (*Nigella sativa* L.) seed cultivated in Egypt and its lipid profile. *Food chemistry*, 83 (1), 63-68.
- Baytop, T. (1999). Türkiyede bitkiler ile tedavi. *İstanbul Eczacılık Fakültesi Yayınları*, İstanbul, 444.
- Bulca, S. (2014). Çörek otunun bileşenleri ve bu yağın ve diğer bazı uçucu yağların antioksidan olarak gıda teknolojisinde kullanımı. *Adnan Menderes Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 11 (2), 29-36.
- Cheikh-Rouhou, S., Besbes, S., Hentati, B., Blecker, C., Deroanne, C., & Attia, H. (2007). *Nigella sativa* L.: Chemical composition and physicochemical characteristics of lipid fraction. *Food chemistry*, 101 (2), 673-681.
- Chen, J., Liu, Z., & Prakash, S. (2014). Lubrication studies of fluid food using a simple experimental set up. *Food Hydrocolloids*, 42, 100-105.
- Chen, J., Stokes, J. R. (2012). Rheology and tribology: Two distinctive regimes of food texture sensation. *Trends in Food Science & Technology*, 25 (1), 4-12.
- Çelebioğlu, H. Y., Gudjónsdóttir, M., Chronakis, I. S., Lee, S. (2016). Investigation of the interaction between mucins and  $\beta$ -lactoglobulin under tribological stress. *Food Hydrocolloids*, 54, 57-65.
- Çelebioğlu, H. Y., Lee, S., Chronakis, I. S. (2020). Interactions of salivary mucins and saliva with food proteins: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 60 (1), 64-83.
- Çelik, A. D., Aykut, G. (2016). Tıbbi ve aromatik bitki yetiştiriciliği ve dış ticareti: Hatay ili örneği. *Mustafa Kemal Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 21 (2).
- Çetiner, M., Bilek, S. E. (2018). Bitkisel protein kaynakları. *Çukurova Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi*, 33 (2), 111-126.
- D'Antuono, L. F., Moretti, A., Lovato, A. F. (2002). Seed yield, yield components, oil content and essential oil content and composition of *Nigella sativa* L. and *Nigella damascena* L. *Industrial crops and products*, 15 (1), 59-69.
- Dresselhuis, D. M., Klok, H. J., Stuart, M. A. C., de Vries, R. J., van Aken, G. A., de Hoog, E. H. (2007). Tribology of o/w emulsions under mouth-like conditions: determinants of friction. *Food Biophysics*, 2 (4), 158-171.
- González, A. D., Frostell, B., Carlsson-Kanyama, A. (2011). Protein efficiency per unit energy and per unit greenhouse gas emissions: potential contribution of diet choices to climate change mitigation. *Food Policy*, 36 (5), 562-570.
- Hara, A. Radin, N.S., (1978). Lipid extraction of tissues with a low toxicity solvent. *Analytical Biochemistry*, 90, 420-426.
- Helrich, K. (1990). Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists: Association of official analytical chemists, Arlington, VA, USA.
- Kaya, M. S., Kara, M., Özbek, H. (2003). Çörek otu (*Nigella sativa*) tohumunun insan hücresel bağışıklık sisteminin CD3+, CD4+, CD8+ hücreleri ve toplam lökosit sayısı üzerine etkileri. *Genel Tıp Dergisi*, 13 (3), 109-112.
- Khoddami, A., Ghazali, H. M., Yassoralipour, A., Ramakrishnan, Y., Ganjloo, A. (2011). Physicochemical characteristics of nigella seed (*Nigella sativa* L.) oil as affected by different extraction methods. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 88 (4), 533-540.
- Lee, S., Müller, M., Rezwan, K., Spencer, N. D. (2005). Porcine gastric mucin (PGM) at the water/poly (dimethylsiloxane)(PDMS) interface: influence of pH and ionic strength on its conformation, adsorption, and aqueous lubrication properties. *Langmuir*, 21 (18), 8344-8353.

- McClements, D. J. (2004). Protein-stabilized emulsions. *Current opinion in colloid & interface science*, 9 (5), 305-313.
- McClements, D. J., Li, Y. (2010). Structured emulsion-based delivery systems: Controlling the digestion and release of lipophilic food components. *Advances in Colloid and Interface Science*, 159 (2), 213-228.
- Meyer, D., Vermulst, J., Tromp, R., De Hoog, E. (2011). The effect of inulin on tribology and sensory profiles of skimmed milk. *Journal of Texture Studies*, 42 (5), 387-393.
- Mohammed, N. K., Manap, A., Yazid, M., Tan, C. P., Muhiaddin, B. J., Alhelli, A. M., Meor Hussin, A. S. (2016). The effects of different extraction methods on antioxidant properties, chemical composition, and thermal behavior of black seed (*Nigella sativa* L.) oil. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2016.
- Moure, A., Sineiro, J., Domínguez, H., Parajó, J. C. (2006). Functionality of oilseed protein products: A review. *Food Research International*, 39 (9), 945-963.
- Nalam, P. C., Clasohm, J. N., Mashaghi, A., Spencer, N. D. (2010). Macrotribological studies of poly (L-lysine)-graft-poly (ethylene glycol) in aqueous glycerol mixtures. *Tribology Letters*, 37 (3), 541-552.
- Sahin, S., Sumnu, S. (2006). Physical properties of foods: Springer Science & Business Media. In: USA.
- Sari, Y. W., Mulder, W. J., Sanders, J. P., Bruins, M. E. (2015). Towards plant protein refinery: review on protein extraction using alkali and potential enzymatic assistance. *Biotechnology Journal*, 10 (8), 1138-1157.
- Sarkar, A., Krop, E. M. (2019). Marrying oral tribology to sensory perception: A systematic review. *Current Opinion in Food Science*, 27, 64-73.
- Shah, S., Ray, K. S. (2003). Study on antioxidant and antimicrobial properties of black cumin (*Nigella sativa* Linn). *Journal of Food Science and Technology (Mysore)*, 40 (1), 70-73.
- Solati, Z., Baharin, B. S., Bagheri, H. (2014). Antioxidant property, thymoquinone content and chemical characteristics of different extracts from *Nigella sativa* L. seeds. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 91 (2), 295-300.
- van Aken, G. A. (2013). Acoustic emission measurement of rubbing and tapping contacts of skin and tongue surfaces in relation to tactile perception. *Food Hydrocolloids*, 31 (2), 325-331.
- Vardhanabhuti, B., Cox, P., Norton, I., Foegeding, E. (2011). Lubricating properties of human whole saliva as affected by  $\beta$ -lactoglobulin. *Food Hydrocolloids*, 25 (6), 1499-1506.
- Velikov, K. P., Pelan, E. (2008). Colloidal delivery systems for micronutrients and nutraceuticals. *Soft matter*, 4 (10), 1964-1980.
- Worthen, D. R., Ghosheh, O. A., Crooks, P. (1998). The in vitro anti-tumor activity of some crude and purified components of blackseed, *Nigella sativa* L. *Anticancer Research*, 18 (3A), 1527-1532.
- Yilmaz Celebioglu, H., Cekmecelioglu, D., Dervisoglu, M., Kahyaoglu, T. (2012). Effect of extraction conditions on hemicellulose yields and optimisation for industrial processes. *International Journal of Food Science & Technology*, 47 (12), 2597-2605.