

GIDA

THE JOURNAL OF FOOD



E-ISSN 1309 - 6273, ISSN 1300 - 3070

CİLT / VOLUME : 45

SAYI / NUMBER : 2

YIL / YEAR : 2020

GIDA TEKNOLOJİSİ DERNEĞİ YAYINI

*PUBLISHED BY THE ASSOCIATION OF
FOOD TECHNOLOGY IN TURKEY*

Sahibi / Owner

Gıda Teknolojisi Derneği Adına / On behalf of the Association of Food Technology; Turkey

Prof. Dr. A. Kadir HALKMAN

Yönetim Kurulu Başkanı / President of the Association

<p>Baş Editör/ Editor-in Chief ÇAKIR, İbrahim; <i>Abant İzzet Baysal University, Turkey</i></p> <p>Editörler / Editors DEMİROK SONCU, Eda; <i>Ankara University, Turkey</i> ERİNÇ, Hakan; <i>Niğde Ömer Halisdemir University, Turkey</i> KULEAŞAN, Şükran; <i>Mehmet Akif University, Turkey</i> ÖZDEN, Özkan; <i>İstanbul University, Turkey</i></p> <p>Yönetim Yeri Adres / Address Büyükelçi Sokak No: 18/1 Kavaklıdere/Ankara Turkey</p> <p>Tel: (+90) 0534 968 5994 • Faks: (+90) 312 317 8711 E-posta / E-mail: dergi@gidadernegi.org URL: http://www.gidadernegi.org</p> <p>Yayın Türü: Yaygın süreli ve hakemli</p> <p>Hazırlayan / Prepared Sim Ajans 58. Sokak No: 20/1 Bahçelievler / Ankara Tel : (+90) 312 925 25 95 e-mail: simajans@simajans.com</p> <p>Yayın Tarihi / Publication Date 15 04 2020</p>	<p>Danışma Kurulu / Advisory Board Akköse, Ahmet; <i>Atatürk University, Turkey</i> Ank, Gökşen G.; <i>Balıkesir University, Turkey</i> Atalar, İlyas; <i>Bolu Abant İzzet Baysal University, Turkey</i> Baysal, A. Handan; <i>İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Turkey</i> Bezirtzoglou, Eugenia; <i>Democritus University of Thrace, Greece</i> Bozkır, Hamza; <i>Sakarya Uygulamalı Bilimler University, Turkey</i> Çilak, Gizem Ö.; <i>Hittit University, Turkey</i> Draughon, Ann <i>Tennessee University, USA</i> El Soda, <i>Morsi University of Alexandria, Egypt</i> Erbay, Zafer; <i>Adana Bilim ve Teknik University, Turkey</i> Evren, Mustafa; <i>Ondokuz Mayıs University, Turkey</i> Fogliano, Vincenzo <i>University of Napoli Federico II, Italy</i> Gerçekaslan, K. Emre; <i>Neşehir Hacı Bektaş Veli University, Turkey</i> Ghosh, Bikash C. <i>National Dairy Research Institute, India</i> Gollop, Natan <i>The Volcani Center, ARO, Israel</i> Griffiths, Mansel <i>University of Guelph, Canada</i> Güneşer, Onur; <i>Uşak University, Turkey</i> Güven, Esra Ç.; <i>İstanbul Teknik University, Turkey</i> Ho, Chi-Tang <i>The State University of New Jersey, USA</i> Hoşoğlu, Müge I.; <i>Gebze Teknik University, Turkey</i> Hüner, İrem D.; <i>Trakya University, Turkey</i> Kahraman, Kevser; <i>Abdullah Gül University, Turkey</i> Karaca, Hakan; <i>Pamukkale University, Turkey</i> Koçan, Deniz; <i>Aksaray University, Turkey</i> Konuşkan, Dilşat B.; <i>Mustafa Kemal University, Turkey</i> Kuleaşan, Hakan; <i>Süleyman Demirel University, Turkey</i> Meral, Raciye; <i>Yüzüncü Yıl University, Turkey</i> Mete, Aylin A.; <i>Mersin University, Turkey</i> Morales, Francisco J. <i>CSIC Instituto del Fr o, Spain</i> Muhtaba, Mustafa G. <i>Florida Gulf Coast University, USA</i> Mutlu, Türkan K.; <i>Çukurova University, Turkey</i> Öztürk, Fatma; <i>Kâtip Çelebi University, Turkey</i> Paalme, Toomas <i>Tallinn University of Technology, Estonia</i> Parlar, Harun <i>Technical University of Munich, Germany</i> Raspor, Peter <i>University of Primorska, Slovenia</i> Rezessy-Szabo, Judit M. <i>Corvinus University of Budapest, Hungary</i> San, Ferda; <i>Cumburiyet University, Turkey</i> Şengün, İlkin Y.; <i>Ege University, Turkey</i> Soyer, Yeşim; <i>Orta Doğu Teknik University, Turkey</i> Toğay, Sine Ö.; <i>Bursa Uludağ University, Turkey</i> Toker, Ömer S.; <i>Yıldız Teknik University, Turkey</i> Velioglu, Murat; <i>Namık Kemal University, Turkey</i> Yemiş, Gökçe P.; <i>Sakarya University, Turkey</i> Yolaçaner, Elif; <i>Hacettepe University, Turkey</i> Yorulmaz, Aslı; <i>Adnan Menderes University, Turkey</i> Zorba, Murat; <i>Çanakkale Onsekiz Mart University, Turkey</i></p>
---	---

Bu dergi, TÜBİTAK ULAKBİM TR Dizin, CrossRef, DergiPark Akademik, EBSCO Host, DOAJ, CiteFactor, Infobase Index, SciLit, Journal Index, BASE (Bielefeld Academic Search Engine), OCLS WorldCat, FAO Agris, CAB Abstracts, DIIF, Journal Factor, COSMOS, Scholarsteer, JIFACTOR, Research Impact Factor, Index Copernicus, Scientific World Index (Sciwindex), Scientific Indexing Services (SIS), CABI (CAB Direct), Academic Resource Index, IJIF, Food Science and Technology Abstracts (FSTA) ve Google Scholar veri tabanları kapsamındadır.

This journal is covered by TÜBİTAK ULAKBİM TR Dizin, CrossRef, DergiPark Akademik, EBSCO Host, DOAJ, CiteFactor, Infobase Index, SciLit, Journal Index, BASE (Bielefeld Academic Search Engine), OCLS WorldCat, FAO Agris, CAB Abstracts, DIIF, Journal Factor, COSMOS, Scholarsteer, JIFACTOR, Research Impact Factor, Index Copernicus, Scientific World Index (Sciwindex), Scientific Indexing Services (SIS), CABI (CAB Direct), Academic Resource Index, IJIF, Food Science and Technology Abstracts (FSTA) and Google Scholar database systems.

İçindekiler / Content

Araştırmalar (İngilizce) / Researches (English)

- Arslan Burnaz, N., Hendek Ertop, M. *The effect of milk powder addition on the properties of bread quality and functionality / Süt tozu katkısının ekmeke kalite özellikleri ve işlevselliği üzerine etkisi* **193-203**
- Bay Yılmaz, B., Pekmez, H. *Quality characteristics and antioxidant properties of bread incorporated by black carrot (*Daucus carota* ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef) fiber / Siyah havuç (*Daucus carota* ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef) lifi ile zenginleştirilmiş ekmeğin kalite ve antioksidan özellikleri* **290-298**
- Ozdal, T. *Changes in physicochemical, microbiological and sensory characteristics of traditionally produced Turkish sucuk during ripening and storage: Natural or synthetic additives? / Geleneksel olarak üretilen Türk sucuğunun olgunlaşma ve depolama sırasındaki fizikokimyasal, mikrobiyolojik ve duyuşsal özelliklerindeki değişiklikler: Doğal veya sentetik katkıları?* **329-339**
- Deniz, E., Güneş Altuntaş, E., İgci, N., Ayhan, B. Özel Demiralp, D., Candoğan, K. *Detection of pork, horse or donkey meat adulteration in beef-based formulations by fourier transform infrared spectroscopy / Sığır eti karışımlarında domuz, at ve eşek eti tağışışının fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi ile belirlenmesi* **369-379**
- Gerçekaslan, K.E., Boz, H. *Effect of potato flour substitute to wheat flour on the physical quality properties of cupcake / Buğday unu yerine patates unu ikamesinin kapkeklerin fiziksel kalite özellikleri üzerine etkisi* **390-396**

Araştırmalar (Türkçe) / Researches (Turkish)

- Güzel, N., Bahçeci, K. S. Çorum yöresi ballarının bazı kimyasal kalite parametrelerinin değerlendirilmesi / *Assessment of some chemical quality parameters of honeys produced in Çorum province* **230-241**
- Oruç, Y., İzgi, B. Çeşitli maden sularında anyon ve katyon miktarlarının belirlenmesi / *Determination of anion and cation amounts in various mineral waters* **242-252**
- Arslan Tontul, S. Karabuğdayın nem adsorpsiyon özelliklerinin belirlenmesi / *Determination of moisture adsorption properties of buckwheat* **253-261**
- Aykın Dinçer, E. Soğuk kurutulmuş tavuk eti dilimlerinin bazı kalite özellikleri / *Some quality properties of cold dried chicken meat slices* **262-274**
- Keskin, Ş., Mayda, N., Keskin, M., Özkök, A. Bilecik ballarının melissopalınolojik ve kimyasal özellikleri açısından değerlendirilmesi / *Investigation of Bilecik honeys in terms of melissopalynology and chemical analyses* **275-289**
- Nalbant, D., Karagül Yüceer, Y. İnek ve keçi sütü kullanılarak üretilen probiyotik fermente süt ürünlerinin karakteristik özellikleri / *Characteristic properties of probiotic fermented dairy products made by using cow and goat milk* **315-328**
- Özyiğit, E., Eren, İ., Kumcuoğlu, S., Tavman, Ş. Diyet lifi ile zenginleştirilmiş glutensiz kek hamurlarının yüksek genlikli salınımlı kayma analizi (laos) ile reolojik karakterizasyonu / *Large amplitude oscillatory shear (laos) analysis of gluten-free cake batters: The effect of dietary fiber enrichment* **356-368**
- Levent, H., Koyuncu, M., Bilgiçli, N., Adıgüzel, E., Dedeoğlu, M. Defitimize edilmiş tahıl kepeklerinin ve enzimlerin makarnanın fiziksel ve duyuşsal kalitesi üzerine etkileri / *Effects of dephytized cereal brans and enzymes on physical and sensory quality of pasta* **397-407**

Derlemeler (Türkçe) / Reviews (Turkish)

- Kilic Buyukkurt, O., Selli, S. Aroma maddelerinin salınımlarında etkili faktörler / *Factors affecting on the release of aroma compounds* **204-216**
- Ülkeryıldız Balçık, E., Torun, M., Şahin Nadeem, H. Gıda atıklarından aktif karbon üretimi ve aktif karbonun gıda endüstrisinde uygulamaları / *Production of active carbon from food wastes and the applications of active carbon in food industry* . . **217-229**
- Gürkan, H., Hayaloğlu, A. A. Acı tat algılanma mekanizması, süt ürünlerinde peptit kaynaklı acılığın giderilmesi ve güncel yaklaşımlar / *Bitter taste perception mechanism, removal of bitterness caused by peptide in dairy products and current approaches* . . **299-314**
- Yüksel, Ç., Atalay, D., Selen Erge, H. Yenilebilir kaplamaların taze kesilmiş meyve ve sebzelerde kullanımı / *Using edible coatings on fresh-cut fruits and vegetables* **340-355**
- Akal, C. Yetişemiyen, A. Probiyotik ve prebiyotik tüketiminin laktöz intoleransı üzerine etkileri / *The effects of probiotic and prebiotic consumption on lactose intolerance* **380-389**

**THE EFFECT OF MILK POWDER ADDITION ON THE PROPERTIES
OF BREAD QUALITY AND FUNCTIONALITY***

Nesibe Arslan Burnaz1, Müge Hendek Ertop2**

¹Gümüşhane University, Faculty of Health Sciences, Department of Nutrition and Dietetics, Gümüşhane, Turkey

²Kastamonu University, Faculty of Engineering and Architecture, Department of Food Engineering, Kastamonu, Turkey

Received / Geliş: 18.07.2019; Accepted / Kabul: 13.01.2020; Published online / Online baskı: 17.02.2020

Arslan Burnaz, N., Hendek Ertop, M. (2020). The effect of milk powder addition on the properties of bread quality and functionality. *GIDA* (2020) 45 (2): 193-203 doi: 10.15237/gida.GD19106

Arslan Burnaz, N., Hendek Ertop, M. (2020). Süt tozu katkısının ekmek kalite özellikleri ve işlevselliği üzerine etkisi. *GIDA* (2020) 45 (2): 193-203 doi: 10.15237/gida.GD19106

ABSTRACT

Functional foods have a potential impact on human health beyond basic nutrition. It also helps to reduce the risk of disease. In recent years, studies to increase the nutritional value of bread are gaining importance rapidly. In this study, it was aimed to investigate the changes in quality, antioxidant, and sensory properties of bread by adding milk powder to the traditional bread at levels of 2.5, 5, and 10%. The bread samples were prepared with a bread-making machine. TPC (total phenolic contents), FRAP (ferric reducing antioxidant powers), DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), ABTS (2,2'-azino-bis-(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), and sensory analyzes were performed. As a result, a certain amount of milk powder additive had a positive effect on sensory properties. While the total phenolic content raised from 4.86 µg GAE/100g to 35.48 µg/100g; the levels of DPPH, FRAP and ABTS increased from 35.42, 39.17, 10.48 µM TEAC to 97.92, 61.11, 21.70 µM TEAC, respectively.

Keywords: Milk powder, bread, total phenolic content, antioxidant activity, sensory analysis.

**SÜT TOZU KATKISININ EKMEK KALİTE
ÖZELLİKLERİ VE İŞLEVSELLİĞİ ÜZERİNE ETKİSİ**

ÖZ

Fonksiyonel gıdalar temel beslenmenin ötesinde insan sağlığı üzerinde potansiyel bir etkiye sahiptirler. Bununla birlikte hastalık riskini de azaltmaya yardımcı olurlar. Son yıllarda ekmeğin, zenginleştirilerek besin değerinin artırılmasına yönelik çalışmalar önem kazanmıştır. Bu çalışmada, geleneksel ekmeğe, %2.5, 5, ve 10 olmak üzere farklı oranlarda süttozu eklenerek ekmekte kalite, antioksidan ve duyuşal özellikleri açısından meydana gelen değişimlerin incelenmesi amaçlanmıştır. Ekmek makinası ile üretilen ekmek numunelerinde, TPC (toplam fenolik içerik), FRAP (demir (II) indirgeyici antioksidan güç), DPPH (2,2-difenil-1-pikrilhidrazil), ABTS (2,2'-azinobis-(3-etilbenzotiyazolin-6-sülfonik asit) ve duyuşal analizler yapılmıştır. Sonuç olarak, ekmek yapımında belli oranda süttozu katkısının duyuşal özellikleri olumlu yönde etkilediği belirlenmiştir. Toplam fenolik içerik 4.86 µg GAE/100g'dan 35.48 µg/100g'a artarken; DPPH, FRAP and ABTS seviyeleri sırasıyla 35.42, 39.17, 10.48 µM TEAC'dan 97.92, 61.11, 21.70 µM TEAC düzeyine yükselmiştir.

Anahtar kelimeler: Süttozu, ekmek, toplam fenolik içerik, antioksidan aktivite, duyuşal analiz.

*A part of this study was published in the abstract book of "1st International Health Sciences and Life Congress" organized in Burdur between 02-05 May 2018. Bu çalışmanın bir bölümü 02-05 Mayıs 2018 tarihlerinde Burdur'da gerçekleştirilen "1st International Health Sciences and Life Congress" özet kitabında yayımlanmıştır.

**Corresponding author / Yazışmalardan sorumlu yazar

✉ nesibeburnaz@hotmail.com;

☎ (+90) 456 233 1000 / 3840

☎ (+90) 456 233 1179.

Nesibe Arslan Burnaz; ORCID no: 0000-0003-1163-4829

Müge Hendek Ertop; ORCID no: 0000-0003-4300-7790

INTRODUCTION

In the field of food production, the number of studies aimed at enriching food products and improving their qualifications is increasing day by day. The fact that dietary habits are directly related to health has led consumers to become aware of this and expect additional benefits from food (Siro et al., 2008; Kapsak et al., 2011). With these developments, the concept of "functional food" has emerged. This concept expresses to nutrients or nutrient components that positively affect health and reduce the risk of disease (Roberfroid, 1999; Jones, 2002). Functional foods can be obtained by fortifying, enriching or removing several nutrients/antinutrients in foods to support the diet (Biström and Nordstöm, 2002). The concepts of enrichment and fortification can often be used interchangeably, in order to increase the amount of nutrients naturally present in the food or to eliminate the deficiency of a nutrient that is not present in it (Chopra, 1974). Since the benefits are potentially great, enrichment can be a very cost-effective public health intervention (Allen et al., 2006). It has been reported that a wide variety of nutrients and nutritional elements have positive effects on our health and some contribution to the prevention and treatment of some chronic diseases. Functional foods contain natural antioxidant substances such as vitamin C and E, carotenoids to prevent and minimize the effect of oxidative stress caused by free radicals in the organism. Therefore, regular consumption of functional foods is effective in supporting the immune system, preventing and treating cancer, cardiovascular and gastrointestinal system diseases (Coşkun, 2005). Wheat, which is the raw material of bread, contains starch highly as well as dietary fiber, protein, and some vitamins and minerals (Dewettinck et al., 2008). The wheat bread is an important part of the daily diet because it is cheaper, more satisfying and easily accessible than other foods. But it does not provide enough nutritional components, minerals, protein and essential amino acids such as lysine. In recent years, especially in order to interfere with the prevention of malnutrition, efforts are made to increase the nutritional value of bread by strengthening it with various natural additives. Bread enriched with quinoa leaf powder, whole

wheat bread enriched with rosemary extracts, flaxseed flour added bread, antihyperlipidemic effective bread enriched with buckwheat, low glycemic index bread, enriched gluten-free bread etc. researches have taken place in the literature. Furthermore, the bread or bread flour mixes that enriched/fortified with micronutrients (iron, zinc, folic acid, etc.) have been presented to consumers in the supermarket nowadays.

For this aim, several studies in which used dairy products about bread enrichment/fortifying were also performed (Amina et al., 2018; Secchi et al., 2018). The skimmed milk powder and whole milk powder have traditionally been used in several bakery products. But they can be replaced by less expensive dairy ingredients such as milk proteins and whey powder with particular functional properties (Kenny et al., 2000). The studies conducted about whey usage on the bread making, the results showed that it reduces fermentation time, decreased the water content, so avoided microbial contamination, provided good organoleptic characteristics with excellent external appearance. Nevertheless, the proteins of dairy products are known to exert negative effects on bread quality, by depressing loaf volume and increasing crumb firmness (Erdogdu-Arnoczky et al., 1996). Additionally, the milk, which is an excellent source for almost all nutrients such as lactose, essential amino acids (isoleucine, leucine, lysine, methionine, threonine, tryptophan, phenylalanine, and valine) and various vitamins and minerals (Jenness, 1988), is necessary for every stage of human life. Because of it rich in several nutrients and protein, it can be used in various bakery products (Jarvis et al., 2006; Hoppe et al., 2008). The milk powder addition instead of fresh milk will contribute to the enrichment of bread in terms of protein, vitamins, and minerals as well as energy value. Moreover, the usage of skimmed milk powder will not cause any rancidity due to oxidation (Tawfik and Huyghebaert, 1999). Also, the dairy ingredients (skim milk powder, caseinate, whey, dry milk) are one of the main additives which are used in the extensive research for the development of gluten-free bread in recent years (Matos and Rosell, 2014).

The main aim of this study is to contribute to the nutritional balance of individuals by increasing the nutritional value of traditional bread by the addition of milk powder at different rates. The effect of the milk powder was evaluated in terms of antioxidant activity and total phenolic content. Because of the depressing effect on loaf volume of dairy product proteins (Erdogdu-Arnoczky et al., 1996), the volume and specific volume measurements of the bread samples were carried out. In addition, the acceptability of the bread samples by consumers was examined by the sensory analysis.

MATERIALS AND METHODS

Materials

The wheat flour (ash 0.8% max, protein 10.5% min, moisture 14.5% max) for bread making was supplied from Dervişoğlu Flour Industry and Trade Inc. (Trabzon) company. Instant active dry yeast (Dr. Oetker Food Industry Inc. / Izmir), iodized refined table salt (Billur Salt Inc./Izmir) and skimmed milk powder (Pınar Dairy Products Industry Inc./Izmir) were obtained from a supermarket. Energy and nutrient values for 100 g of skimmed milk powder used in the preparation of bread samples: 1518 kJ (363 kcal), 1.25 g fat, 52 g carbohydrate, 36 g protein and 1256 mg calcium (157% BRD).

Chemicals

The chemicals used in the analyses were of analytical or HPLC purity and were supplied from Merck (Darmstadt, Germany) and Sigma-Aldrich (St.Louis, USA).

Instruments

In the bread making, a home type bread making machine (Arçelik K-2715) with a double-compartment mold was used. For preparation and extraction of bread samples; analytical scales

(Ohaus, Pioneer™ Balances, PA214C, Parsippany, USA), homogenizer (Daihan Scientific Co. Ltd., WiseTis HG-15A), multi-heater magnetic stirrer (Wisestir, SMSH-6, Daihan), centrifuge (K2015R Centurion Scientific, UK), vortex (MS1 Mini-shaker vortex, IKA® Works, Inc., USA), spectrophotometer (Shimadzu UV-1800, Japan) were used. In addition, black band filter paper (Whatman black ribbon ashless, 589/1) was used for filtration.

Methods

Preparation of Bread Samples

Without any modification, the process steps (kneading, baking, baking steps, and durations) previously optimized by Burnaz et. al. (2018) were adapted to the special program (no.11) of the bread making machine and used. The special program steps were set as: 1) 14 min knead, 2) 32 min rise, 3) 8 min knead, 4) 31 min rise, 5) 50 min last fermentation, 6.) 62 min bake at 180°C. The amounts of water, salt, yeast and milk powder used in the production of bread dough are given in Table 1. These amounts were determined after the literature survey on bakery products and the preliminary experiments in the laboratory. At the end of the baking, the bread samples were removed from the bread machine and kept at room temperature for 24 h. Then the weights of bread samples were measured in terms of grams on the analytical scales. Bread volumes were measured in terms of cm³ based on the technique of displacement with rapeseeds (AACC, 2001). In bread samples, the “specific volume” that is used as a quality parameter was measured. The specific volume is calculated as the ratio of bread volume to bread weight and expressed as cm³/g (Koca and Anil, 1999; Doğan and Yıldız, 2009). With the help of double-compartment mold, the breads were prepared in duplicate.

Table 1. Bread formulations

Additives (g)	*Bread Formulations (Codes)			
	F-1	F-2	F-3	F-4
Wheat flour	300	300	300	300
Skimmed milk powder	-	7.5	15	30
Salt	3.87	3.87	3.87	3.87
Yeast	3	3	3	3
Water	180	180	180	180

* F-1: control, F-2: 2.5% skimmed milk powder added, F-3: 5% skimmed milk powder added, F-4: 10% skimmed milk powder added bread formulations.

Preparation of Bread Extracts

Five grams of sample were taken into a flask and mixed with 50 mL of 80% aqueous methanol. A homogenizer was used to prepare a homogeneous mixture. The mixture extracted on a multi-heater magnetic stirrer at 37°C, 750 rpm, for 2 hours. Then centrifuged at 5000 rpm for 15 min at room temperature and then the supernatant was filtered through the filter paper (Ertop and Sarikaya, 2017). The last volumes completed to 50 mL with the 80% aqueous methanol solution. The extracts were stored in a refrigerator at 4°C for use later in the analyses.

Total Phenolic Content

Total phenolic contents (TPC) were determined according to the Folin-Ciocalteu method. (Singleton and Rossi, 1965). 0.5 mL of Folin-Ciocalteu (1:10 diluted with distilled water) reagent solution was added to each 0.1 mL extract solution and kept in the dark for 5 min. Subsequently, 0.4 mL of sodium carbonate (1M) solution and 4 mL of distilled water were mixed and were kept at room temperature in the dark medium. After 1 hour, the absorbance of the samples was measured at 765 nm with the spectrophotometer. In the analyses, each sample was prepared in triplicate and the sum of the sample and reagent blank values were subtracted from the average of absorbance values and the graphics were plotted with data. The calibration curve was prepared with data obtained from the gallic acid standard (dissolved in methanol) in the range of 0 to 0.200 mg/mL. Total phenolic contents were expressed as µg gallic acid per 100 g dry sample (µg gallic acid equivalent/100 g dry sample, µgGAE/100g DW).

DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl)

DPPH• radical solution was prepared for the determination of free radical-scavenging antioxidant activity according to a previously described method (Brand-Williams, 1995). The purple DPPH radical solution is reduced to yellow color when mixed with an antioxidant which can give hydrogen atom. Firstly 100 µM DPPH• radical solution was prepared in 80% aqueous methanol. Then Trolox® standard solutions were prepared in methanol at different concentrations

from 0 to 200 µM. For analysis, a 2.9 mL stable DPPH• radical solution (100 µM) was added to each 0.1 mL of standards/extracts and then mixed with the vortex. After 1 hour at dark and room temperature, the absorbance was read at 517 nm. The sample/standards were studied in three parallel. The standard calibration curve was plotted, and the results were calculated and expressed in terms of µM TEAC (Trolox® equivalent antioxidant capacity) and inhibition % DPPH• scavenging. DPPH inhibition percentage was calculated by the following formula:

$$\text{Inhibition\%} = \frac{A_{DPPH} - A_{\text{sample}}}{A_{DPPH}} \times 100 \quad (1)$$

A_{DPPH} = absorption of blank DPPH solution (t=0 min);

A_{sample} = absorption of tested extract solution (t=60 min).

FRAP (ferric reducing antioxidant power)

FRAP method was performed to determine the antioxidant capacity developed by Benzie and Strain (1996) was used. The FRAP assay is based on Fe³⁺-TPTZ complex is reduced in the presence of antioxidants to form the blue complex Fe²⁺-TPTZ and this complex gives maximum absorbance at 595 nm. Briefly, fresh FRAP reagent solution was prepared by mixing three solutions respectively in a ratio of 10:1:1; acetate buffer (300mM) adjusted to pH 3.6 by addition of acetic acid, 10 mM 2,4,6-Tris (2-pyridyl) -s-triazine (TPTZ) dissolved in 40 mM HCl, and 20 mM ferric chloride hexahydrate (FeCl₃.6H₂O) dissolved in purified water. Then, different concentrations in the range of 0-1000µM were prepared from the standard Trolox® (in methanol). For analysis, 1950 µl FRAP solution was added to each 50 µL of standards/extracts and then vortexed. After 20 min at dark and room temperature, the absorbance was read at 595 nm. The standard calibration curve was plotted with the data of the Trolox® standard and FRAP values were calculated in terms of µM TEAC. The sample/standards were studied in three parallel. In this method, the increased absorbance value indicates the increased reducing power. FRAP value = µM Trolox® concentration corresponding to sample absorbance.

ABTS (2,29-azinobis-(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid))

The stable ABTS•+ radical solution was prepared according to a previously described method for the determination of free radical scavenging antioxidant activity (Re et al., 1999). Firstly, the ABTS•+ radical solution was prepared the day before. ABTS stock solution was obtained by mixing 7 mM ABTS•+ radical cation solution with 2.45 mM potassium persulfate solution in pure water. The prepared solution was waited in the dark at room temperature for 16 h. The day after, the solution was diluted with ethanol until the absorbance reaches 0.70 (\pm 0.02) AU at 734 nm. Then Trolox® standard solutions were prepared in ethanol at different concentrations from 0 to 500 μ M. For analysis, 1950 μ l ABTS•+ radical solution was added to each 50 μ l of standards/extracts and mixed with a vortex. After 20 min at dark and room temperature, the absorbance was read at 734 nm. The sample/standards were studied in three parallel. The net absorbance values were obtained by using the same calculation method as in DPPH. The standard calibration curve was plotted, and the results were calculated and expressed as μ M TEAC and inhibition % ABTS•+ scavenging. ABTS inhibition percentage was calculated by the following formula:

$$\text{Inhibition}\% = \frac{A_{\text{ABTS}} - A_{\text{sample}}}{A_{\text{ABTS}}} \times 100 \quad (2)$$

A_{ABTS} = absorption of blank ABTS solution (t=0 min);

A_{sample} = absorption of tested extract solution (t=20 min).

Sensory Analysis

Consumer choice is important for the bread obtained by the enrichment process to gain an industrial dimension (Mialonet al., 2002). In this context, the sensory evaluation was made in the breads obtained in order to determine the taste tendencies and tastes of the consumers and compare the products. In the sensory analysis, a form was formed in order to evaluate the preference or liking status of consumers in terms of color, appearance and sensory characteristics of bread samples (Altuğ-Onoğur and Elmacı, 2011). In this form, breads were coded with

randomly selected 3-digit numbers. Bread samples were sliced and placed on plates and presented to eighty-five panelists. Samples were evaluated by using a 9 point hedonic scale test at which 1 is dislike extremely and 9 is like extremely (gradation of liking statuses was respectively as; “1.) dislike extremely, 2.) dislike very much, 3.) dislike moderately, 4.) dislike slightly, 5.) neither like nor dislike, 6.) like slightly, 7) like moderately, 8.) like very much, 9.) like extremely”) (Lawless and Heymann 2010). The scores equal to or higher than 5, indicate the acceptability of the sample (Torbica et al., 2010). The scores given to the breads containing milk powder additive were compared to the control bread and the results were evaluated statistically.

Statistical Analysis

SPSS (Statistical Package for Social Science) 20.0 package program was used for statistical analysis. LSD and Duncan tests were used (One-Way ANOVA-Post Hoc Multiple comparisons) while comparing the phenolic content, antioxidant analysis (DPPH, FRAP, ABTS), and the sensory analysis results of the breads enriched with milk powder additive and the control breads.

RESULTS AND DISCUSSION**Determination of Bread Quality Characteristics**

Staling is a factor that limits the shelf life and thus reduces the acceptability of bread (Çolakoğlu, 2011). In addition to weight and volume measurements in determining the bread quality characteristics, specific volumes (cm^3/g) used as a quality parameter in terms of delayed staling are given in Table 2.

The specific volumes of the breads were ranged from 2.95 to 3.91 cm^3/g according to formulation type. The highest specific volume was found in control white bread (3.91 cm^3/g) and the lowest specific volume was found in bread with 10% milk powder added (2.95 cm^3/g). Therefore, it can be considered that the milk powder additive cannot contribute to the bread in terms of shelf life. When the data in the table were evaluated, there was no statistically significant difference between the weights of the 5% milk powder

supplemented bread which was closest to the control bread quality parameters, while the volume of the control bread was significantly higher than the others.

Table 2. Bread properties

Bread Codes†	Weight (g)*	Volume (cm ³)*	Specific Volume (cm ³ /g)*
F-1	400.99 ± 2.31 ^b	1568 ± 11.31 ^a	3.91 ± 0.006 ^a
F-2	386.05 ± 2.79 ^c	1206 ± 14.14 ^c	3.12 ± 0.014 ^c
F-3	395.72 ± 1.51 ^b	1359 ± 9.90 ^b	3.43 ± 0.012 ^b
F-4	413.22 ± 2.55 ^a	1218 ± 10.61 ^c	2.95 ± 0.008 ^d

† F-1: control, F-2: 2.5% skimmed milk powder added, F-3: 5% skimmed milk powder added, F-4: 10% skimmed milk powder added bread formulations.

*Values represent the means ± standard deviations, (N=2). Values followed by different superscript letters in the same column are significantly different from each other (LSD and Duncan's tests, P <0.05).

In a study conducted by Özer and Altan (1995), the ascorbic acid, sugar, amylase enzyme, lecithin, fat and milk powder were used in various bread formulations and then compare the pore structure, moisture content properties of the bread samples with control bread. They stated that 1% of milk powder contribution had no significant effect on the volume properties of bread.

Demir et al. (2009) investigated the effect of whey, churning, and strained yoghurt juices, which is one of the by-products of dairy products, on bread quality. They investigated the effect of dairy by-products on dough rheological properties and also volume, specific volume, crust color, texture and color values of breads in the production process. They found the volume and specific volume of the control bread to be higher

than those formulated breads, similarly as the present study.

Nunes et al. (2009) developed gluten-free bread formulation using different dairy powders as additives and evaluated the effect of these additives on the breads rheological and baking quality. When the breads were compared, milk powder added breads had the lowest water hydration capacity and texturally, particle size was higher than whey protein isolate, spray-dried whey protein isolate, and milk protein isolate.

Total Phenolic Contents of Breads

Total phenolic contents of bread extracts were found in terms of gallic acid equivalent (GAE) and calculated on dry matter and the results are given in Table 3.

Table 3. Comparison of total phenolic contents and antioxidant activities of the breads.

Bread code†	Total phenolic content*	DPPH*		FRAP*	ABTS*	
	µg GAE/100g DW	µM TEAC	Inhibition %	µM TEAC	µM TEAC	Inhibition %
F-1	4.86 ^c ± 1.79	35.42 ^d ± 1.91	2.63 ^d ± 0.15	39.17 ^b ± 3.33	10.48 ^d ± 0.26	13.99 ^d ± 0.34
F-2	5.44 ^c ± 1.31	72.50 ^c ± 5.00	5.45 ^c ± 0.36	41.67 ^b ± 3.01	15.41 ^c ± 0.34	20.57 ^c ± 0.45
F-3	26.90 ^b ± 1.47	87.08 ^b ± 5.63	6.55 ^b ± 0.41	43.89 ^b ± 5.09	16.78 ^b ± 0.22	22.40 ^b ± 0.29
F-4	35.48 ^a ± 2.48	97.92 ^a ± 3.15	7.37 ^a ± 0.24	61.11 ^a ± 2.93	21.70 ^a ± 0.50	28.98 ^a ± 0.67

† F-1: control, F-2: 2.5% skimmed milk powder additive, F-3: 5% skimmed milk powder additive, F-4: 10% skimmed milk powder additive bread formulations.

*Values represent the means ± standard deviations, (N=3). Values followed by different superscript letters in the same column indicate a statistically significant difference between the data (LSD and Duncan's tests, P <0.05).

GAE: Gallic acid equivalent, TEAC: Trolox® equivalent antioxidant capacity, DW: Dry weight

According to the data, it was determined that milk powder additive increases the total phenolic content of bread and thus antioxidant activity. So, there is a linear relationship between milk powder additive and total phenolic content in the bread.

Antioxidant Activities of Breads

Ferric (III) reducing antioxidant power and scavenging activities of DPPH/ABTS free radicals in bread extracts were calculated in terms of Trolox equivalent antioxidant capacity (TEAC) and calculated on dry matter and the results are given in Table 3.

According to the data, the bread samples made by adding different ratios of milk powder have higher antioxidant activity as it depends on the usage ratio compared to control bread. Compared to control bread, no significant difference was found between FRAP values when milk powder was added to the breads below 10% ($P > 0.05$).

The results of LSD and Duncan's tests indicate a statistically significant ($P < 0.05$) difference between enriched bread samples with milk powder and control bread, especially in terms of DPPH and ABTS radicals scavenging activities. As a result, it was found that there was a linear relationship between milk powder additive and antioxidant activity in the bread.

In the present study, antioxidant activities and total phenolic content of the bread samples enriched with milk powder were researched. In the breads developed with milk and dairy product additives, only rheological structure and quality parameters (Kenny et al., 2000; Demir et al., 2009; Alsuhaibani, 2018) of bread were examined. In this context, no comparable study was found in the literature. There are bioactive peptides that are separated and characterized from the milk and milk product proteins with various biological activities such as antimicrobial, immunomodulatory, antithrombotic, and antioxidative activities in the literature. The strong antioxidant activity of these peptides was attributed to their high content of some amino acids such as histidine and leucine, both known to be effective inhibitors for the oxidation of

unsaturated fatty acids (Abd El-Salam and El-Shibiny, 2013)

Sensory Analysis in Breads

In the sensory analysis, general acceptability statuses were determined by averaging the scores given by the panelists to evaluate each bread sample. When the results were taken into consideration, it was found that the bread with 10% milk powder added was the most acceptable (8.26 / 9) and the average general liking status was described as "like very much". Panelists' general liking statuses of the other breads: 5% milk powder added bread "like moderately" (7.38 / 9), 2.5% milk powder added bread "like moderately" (7.04 / 9), control bread "like slightly". Although the standard deviations (STD) in sensory analyzes ranged from 0.97 to 1.48, a statistically significant ($P < 0.05$) difference was found in general likings and the linear increase in sensorial liking scores by the milk powder supplementation compared to the control bread (Table 4).

Table 4. Overall acceptability of panelists about the breads.

Bread code [†]	Average scores*	Acceptability
F-1	6.60 ^c ± 1.48	like slightly
F-2	7.04 ^b ± 0.97	like moderately
F-3	7.38 ^b ± 1.28	like moderately
F-4	8.26 ^a ± 1.09	like very much

[†] F-1: control, F-2: 2.5% skimmed milk powder added, F-3: 5% skimmed milk powder added, F-4: 10% skimmed milk powder added bread formulations.

*Values represent the means ± standard deviations, (N=85). Values followed by different superscript letters in the same column are significantly different from each other (LSD and Duncan's tests, $P < 0.05$).

In an available study in the literature, when the turmeric powder at 2% ratio was added to the bread dough, although the sensorial properties were higher than the control bread, the general acceptability was found to be quite low at the rate of 4%, 6%, and 8% (Lim et al., 2011). In this study, the general acceptability increased with the increasing milk powder addition. Because of the excess in milk powder addition causes to reduce the bread quality characteristics, milk powder was

added between 1-10% in preliminary experiments. In similar studies, the addition of whey protein, acid casein, medicinal and aromatic spices such as flaxseed, black seed, turmeric, ginger in functional bread-making had caused changes in the rheological structure of the bread, a decrease in the specific volume and a decrease in the bread quality (Kenny et al., 2000; Lim et al., 2011; Balestra et al., 2011; Osman et al., 2014). However, the additives generally provide an increase in functional aspects and may have a positive or negative effect on sensory properties.

CONCLUSION

As a result, it has been observed that the addition of milk powder additive in over a certain ratio affects bread quality characteristics negatively; however, it was found that phenolic content, the antioxidant activity, and sensory properties positively affected. Milk is an excellent source of many nutrients. Skimmed milk powder, which is a dairy product, is an important natural additive especially in terms of protein and calcium. In our country, since individuals consume a lot of bread in their daily nutrition, it can be considered that by the milk powder addition, the nutritional value of bread will be increased and benefit to individuals. In this context, it is envisaged that bread, which is the main foodstuff, can be enriched nutritionally and can be entitled to the food sector as a functional product by adding milk powder.

ACKNOWLEDGEMENT

This research was performed as part of a Gümüşhane University Scientific Research Projects Coordination Unit (Project code: 13.A0114.02.2).

REFERENCES

AACC International. (2001), Guidelines for Measurements of Volume by Rapeseed Displacement. *Am Assoc Cereal Chem*, Method 10-05.01.

Abd El-Salam, M.H., El-Shibiny, S. (2013) Bioactive peptides of buffalo, camel, goat, sheep, mare, and yak milks and milk products, *Food Rev Int*, 29:(1)1-23, doi: 10.1080/87559129.2012.692137.

Allen, L.H., De Benoist, B., Dary, O., Hurrell, R. (2006). Guidelines on food fortification with micronutrients, *WHO Publ*, France, 341 p. ISBN: 92 4 159401 2.

Alsuhaibani, A.M.A. (2018). Rheological and nutritional properties and sensory evaluation of bread fortified with natural sources of calcium, *J Food Qual*, doi: 10.1155/2018/8308361

Altuğ-Onoğur, T., Elmacı, Y. (2011). Gıdalarda Duyusal Değerlendirme. 2.Baskı, Sidas Yayınları, İzmir, 148 s. ISBN: 978-9944-5660-8-7.

Amina, D. B., Ismail, M., & Abdelkader, D. B. (2018). Whey powder in the preparation of special bread. *Acad Perspect Procedia*, 1(1), 148-157.

Balestra, F., Cocci, E., Pinnavaia, G., Romani, S. (2011). Evaluation of antioxidant, rheological and sensorial properties of wheat flour dough and bread containing ginger powder. *LWT-Food Sci Tech*, 44(3): 700-705, doi:10.1016/j.lwt.2010.10.017.

Biström, M., Nordström, K. (2002). Identification of key success factors of functional dairy foods product development. *Trends Sci Tech*, 13(11): 372-379.

Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E., Berset, C.L.W.T. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Sci Tech*, 28(1):25-30.

Burnaz, N.A., Ertop, M.H., Karataş, Ş.M. (2018). Tıbbi ve aromatik bitkilerin kullanımı ile ekmeğin fenolik madde içeriğinin zenginleştirilmesi. *GIDA*, 43(2): 240-249, doi:10.15237/gida.GD17098.

Calvo, M.S., Whiting, S.J. (2013). Survey of current vitamin D food fortification practices in the United States and Canada. *J Steroid Biochem Mol Biol*, 136: 211-213.

Chopra, J. G. (1974). Enrichment and fortification of foods in Latin America. *Am J Public Health*, 64(1): 19-26.

Çolakoğlu, A. S. (2011). Bazı katkıların ekmeğin bayatlama mekanizmasına etkilerinin termal yöntemlerle belirlenmesi. Ankara Üniversitesi Fen

- Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Doktora Tezi, Ankara, Türkiye, 163 s.
- Cook, J. D., Reusser, M. E. (1983). Iron fortification: an update. *Am J Clin Nutr*, 38(4): 648-659, doi:10.1093/ajcn/38.4.648.
- Coşkun, T. (2005). Fonksiyonel besinlerin sağlığımız üzerine etkileri. *Çocuk Sağlığı ve Hastalıkları Dergisi*, 48(1): 61-84.
- Darnton-Hill, I., Mora, J.O., Weinstein, H., Wilbur, S., Nalubola, P.R. (1999). Iron and folate fortification in the Americas to prevent and control micronutrient malnutrition: an analysis. *Nutr Rev*, 57(1): 25-31, doi:10.1111/j.1753-4887.1999.tb01773.x.
- Dary, O., Mora, J.O. (2002). Food fortification to reduce vitamin A deficiency: International Vitamin A Consultative Group recommendations. *J Nutr*, 132(9): 2927S-2933S, doi:10.1093/jn/132.9.2927S.
- Demir, M.K., Elgün, A., Argun, M.Ş. (2009). Sütçülük yan ürünlerinden peyniraltı, yayık altı ve süzme yoğurt suları katkılarının bazı ekmek özelliklerine etkileri üzerine bir araştırma. *GIDA*, 34(2): 99-106.
- Dewettinck, K., Van Bockstaele, F., Kühne, B., Van de Walle, D., Courtens, T.M., Gellynck, X. (2008). Nutritional value of bread: Influence of processing, food interaction and consumer perception. *J Cereal Sci*, 48(2): 243-257, doi:10.1016/j.jcs.2008.01.003.
- Doğan, İ.S., Yıldız, Ö. (2009). Ekmek makinelerinde kullanılan farklı bileşen seviyelerinin ekmek kalitesi üzerine etkisi. *GIDA*, 34(5): 295-301.
- Donadio, J.V. (2000). Use of fish oil to treat patients with immunoglobulin A nephropathy. *Am J Clin Nutr*, 71(1): 373-375, doi.org/10.1093/ajcn/71.1.373s.
- Dwyer, J. (1995). Overview: dietary approaches for reducing cardiovascular disease risks. *J Nutr*, 125(3): 656-665, doi:10.1093/jn/125.3Suppl.656S.
- Erdogdu-Arnoczky, N., Czuchajowska, Z., Pomeranz, Y. (1996). Functionality of whey and casein in fermentation and in breadbaking by fixed and optimized procedures,” *Cereal Chem*, 73 (3): 309–316.
- Ertop, M.H., Sarikaya, S.B.Ö. (2017). The relations between hydroxymethylfurfural content, antioxidant activity and colorimetric properties of various bakery products. *GIDA*, 42(6), 834-843, doi: 10.15237/gida.GD17033.
- Fernandez-Garcia, E., McGregor, J.U. (1997). Fortification of sweetened plain yogurt with insoluble dietary fiber. *Z Lebensmunters-Forsch A*, 204(6): 433-437, doi:10.1007/s002170050.
- Hertrampf, E., Cortes, F. (2004). Folic acid fortification of wheat flour: Chile. *Nutr Rev*, 62(1): S44-S48, doi:10.1111/nbu.12023.
- Hoppe, C., Andersen, G.S., Jacobsen, S., Mølgaard, C., Friis, H., Sangild, P.T., Michaelsen, K. F. (2008). The use of whey or skimmed milk powder in fortified blended foods for vulnerable groups. *J Nutr*, 138(1), 145S-161S, doi:10.1093/jn/138.1.145S.
- Isolauri, E., Sutas, Y., Kankaanpää, P., Arvilommi, H., Salminen, S. (2001). Probiotics: Effects of immunity. *Am J Clin Nutr*, 73: 444-450, doi:10.1093/ajcn/73.2.444s.
- Jarvis, J.K., McBean, L.D., Miller, G.D. (2006). Handbook of dairy foods and nutrition. CRC press, 427 p. ISBN: 978-0849328282.
- Jenness, R. (1988). Composition of milk. Fundamentals of dairy chemistry (pp. 1-38). Springer, Boston, MA, USA. ISBN: 978-0-8342-1360-9.
- Jones, P.J. (2002). Clinical nutrition: 7. Functional foods-more than just nutrition. *Cmaj*, 166(12): 1555-1563.
- Kapsak, W.R., Rahavi, E.B., Childs, N.M., White, C. (2011). Functional foods: consumer attitudes, perceptions, and behaviors in a growing market. *J Am Diet Assoc*, 111(6): 804-811.
- Karaaslan, M., Ozden, M., Vardin, H., Turkoglu, H. (2011). Phenolic fortification of yogurt using grape and callus extracts. *LWT- Food Sci Tech*, 44(4): 1065-1072.

- Kenny, S., Wehrle, K., Stanton, C., Arendt, E.K. (2000). Incorporation of dairy ingredients into wheat bread: effects on dough rheology and bread quality, *Eur Food Res Technol*, 210: 391–396.
- Koca, A. F., Anil, M. (1999). The effect of ascorbic acid and sodium stearoyl-2-lactylate on frozen dough stability. *Türk J Agric For*, 23(2): 249-256.
- Kolayli, S., Can, Z., Yildiz, O., Sahin, H., Karaoglu, S.A. (2016). A comparative study of the antihyaluronidase, antiurease, antioxidant, antimicrobial and physicochemical properties of different unifloral degrees of chestnut (*Castanea sativa* Mill.) honeys. *J Enzym Inhib Med Chem*, 31(3): 96-104, doi:10.1080/14756366.2016.1209494.
- Lawless, H.T. and Heymann, H. (2010). Chapter 14, Hedonic scaling: quantification and acceptability. *Sensory Evaluation of Food: Principles and Practices*. Springer Science & Business Media. 2nd ed., New York, USA, p. 326–331, ISBN: 978-1-4615-7843-7.
- Lim, H.S., Park, S.H., Ghafoor, K., Hwang, S.Y., Park, J. (2011). Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. *Food Chem*, 124(4): 1577-1582, doi:10.1016/j.foodchem.2010.08.016.
- Matos, M.E., Rosell, C.M. (2015). Understanding gluten-free dough for reaching breads with physical quality and nutritional balance. *J Sci Food Agric*, 95: 653–661.
- Mialon, V.S., Clark, M.R., Leppard, P.I., Cox, D.N. (2002). The effect of dietary fibre information on consumer responses to breads and “English” muffins: a cross-cultural study. *Food Qual Prefer*, 13(1): 1-12, doi:10.1016/S0950-3293(01)00051-9.
- Moretti, D., Biebinger, R., Bruins, M. J., Hoefl, B., Kraemer, K. (2014). Bioavailability of iron, zinc, folic acid, and vitamin A from fortified maize. *Ann NY Acad Sci*, 1312(1): 54-65.
- Nunes, M.H.B., Ryan, L., Arendt, E.K. (2009). Effect of low lactose dairy powder addition on the properties of gluten-free batters and bread quality. *Eur Food Res Technol*, 229(1), 31-41.
- Osman, M.A., Alamri, M.S., Mohamed, A.A., Hussain, S., Gassem, M.A., Rahman, I.A. (2014). Black cumin-fortified flat bread: formulation, processing, and quality. *Qual Assur Saf Crop*, 7(2): 233-238, doi.org/10.3920/QAS2013.0335.
- Özer, M., Altan, A. (1995). Küçük ekmek yapımında bazı katkı maddelerinin kullanılmasının ekmek nitelikleri üzerindeki etkileri. *GIDA*, 20(6): 357-363.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic Biol Med*, 26(9-10), 1231-1237, doi:10.1016/S0891-5849(98)00315-3.
- Roberfroid, M.B. (1999). What is beneficial for health? The concept of functional food. *Food Chem Toxicol*, 37(9): 1039-104, doi:10.1016/S0278-6915(99)00080-0.
- Secchi, N., Fadda, C., Pinna, I., Del Caro, A., Conte, P., Piga, A., Fois, S., Catzeddu, P. (2018). Improving Baking Quality of Weak Gluten Semolina Using Ovine Whey Powder, *J Food Qual*, doi: 10.1155/2018/7901901.
- Singleton, V.L., Rossi, J.A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *Am J Enol Vitic*, 16(3): 144-158.
- Siro, I., Kápolna, E., Kápolna, B., Lugasi, A. (2008). Functional food. Product development, marketing and consumer acceptance-A review. *Appetite*, 51(3): 456-467.
- Sirtori, C.R., Lovati, M.R. (2001). Soy proteins and cardiovascular disease. *Curr Atheroscler Rep*, 3(1): 47-53.
- Tawfik, M.S., Huyghebaert, A. (1999). Interaction of packaging materials and vegetable oils: oil stability. *Food Chem*, 64(4): 451-459.
- Van Dam, R.M., Snijder, M.B., Dekker, J.M., Stehouwer, C.D., Bouter, L.M., Heine, R.J., Lips, P. (2007). Potentially modifiable determinants of vitamin D status in an older population in the Netherlands: the Hoorn Study. *Am J Clin Nutr*, 85(3): 755-761.

Vuksan, V., Sievenpiper, J.L., Owen, R., Swilley, J.A., Spadafora, P., Jenkins, D.J., Xu, Z. (2000). Beneficial effects of viscous dietary fiber from Konjac-mannan in subjects with the insulin resistance syndrome: results of a controlled metabolic trial. *Diabetes care*, 23(1): 9-14.

Wollowski, I., Rechkemmer, G., Pool-Zobel, B.L. (2001). Protective role of probiotics and prebiotics in colon cancer. *Am J Clin Nutr*, 73(2): 451-455.

Zevenbergen, H., DeBree, A., Zeelenberg, M., Laitinen, K., VanDuijn, G., Flöter, E. (2009). Foods with a high fat quality are essential for healthy diets. *Ann Nutr Metab*, 54(Suppl.1):15-24.

Zimmermann, M.B., Zeder, C., Chaouki, N., Saad, A., Torresani, T., Hurrell, R.F. (2003). Dual fortification of salt with iodine and microencapsulated iron: a randomized, double-blind, controlled trial in Moroccan schoolchildren. *Am J Clin Nutr*, 77(2): 425-43.



AROMA MADDELERİNİN SALINIMINDA ETKİLİ FAKTÖRLER

Ozlem Kilic Buyukkurt¹, Serkan Selli^{2*}

¹ Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Kadirli Uygulamalı Bilimler Yüksekokulu, Gıda Teknolojisi Bölümü, Kadirli-Osmaniye, Türkiye

² Çukurova Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Adana, Türkiye

Geliş / *Received*: 20.08.2019; Kabul / *Accepted*: 15.01.2020; Online baskı / *Published online*: 17.02.2020

Kilic Büyükkurt, O., Selli, S. (2020). Aroma maddelerinin salınımında etkili faktörler. *GIDA (2020) 45 (2): 204-216 doi: 10.15237/gida.GD19122*

Kilic Büyükkurt, O., Selli, S. (2020). Factors affecting on the release of aroma compounds. GIDA (2020) 45 (2): 204-216 doi: 10.15237/gida.GD19122

ÖZ

Aroma maddeleri, bir gıda ürününün lezzetini ve kalitesini belirleyen en önemli gıda bileşenlerinden birisidir. Aroma maddelerinin farklı termodinamik ve fizikokimyasal özelliklere sahip olmaları uçuculuklarını önemli derecede etkilemektedir. Gıdalar protein, yağ, karbonhidrat ve fenolik bileşikler gibi çok karmaşık bir matrisi içermekte ve aroma maddeleri, matrisi oluşturan bu bileşenler ile karşılıklı etkileşimlerde bulunmaktadır. Bunun sonucu olarak aroma maddelerinin bulunduğu ortamda uçuculukları da değişmektedir. Bunun yanı sıra gıdaların tekstürü, viskozitesi, yapısı, işlenmesi ve/veya depolanması sırasında meydana gelen Maillard reaksiyonu sonucu oluşan ürünler, tükürük bileşimi ve tuz gibi katkı maddeleri de aroma maddelerinin uçuculuklarına etki etmektedir. Bu derlemede; aroma maddelerinin termodinamik ve fizikokimyasal özelliklerinin, aroma maddeleri ile gıda matrisi arasında oluşan etkileşimlerin ve diğer bazı faktörlerin aroma maddelerinin uçuculuğuna nasıl etki yaptığının aydınlatılması amaçlanmıştır.

Anahtar kelimeler: Aroma, gıda, uçuculuk, salınım, partiyon katsayısı

FACTORS AFFECTING ON THE RELEASE OF AROMA COMPOUNDS

ABSTRACT

Aroma compounds are one of the most important food components which are representing the flavor and quality of a food product. The different thermodynamic and physicochemical properties of aroma compounds have a significant effect on their volatility. Food contains a very complex matrix, such as protein, lipid, carbohydrate and phenolic compounds and aroma compounds interact with these components. As a result, the volatility of the aroma compounds may change. In addition, the texture, viscosity, structure of foods, the products formed as a result of Maillard reaction during processing and/or storage of foods, composition of human saliva and additives like salt affect the volatility of the aroma compounds. In this review; it was aimed to clarify the thermodynamic and physicochemical properties of aroma compounds, the interaction between aroma compounds and food matrix and some other factors how affect the volatility of aroma compounds.

Keywords: Aroma, food, volatility, release, partition coefficient

* Yazışmalardan sorumlu yazar/ *Corresponding author*

✉: sselli@cu.edu.tr

☎: (+90) 322 338 6173;

☎: (+90) 322 338 6173

Ozlem Kilic Buyukkurt; ORCID no: 0000-0001-5786-6655

Serkan Selli; ORCID no: 0000-0003-0450-2668

GİRİŞ

Günümüzde tüketiciler tarafından gıdaların seçimi ve kabul edilebilirliğinde organoleptik özelliklerden biri olan aroma önemli bir kalite kriteri olarak dikkati çekmektedir (Kesen ve Selli, 2012; Selli ve Uçkun, 2012). Aroma, burun boşluğundaki koku alma duyusuna (olfaktör reseptörlerine) ulaşarak algılanan uçucu bileşiklerdir (Genovese vd., 2015b; Yaparel ve Elmacı, 2016). Bu bileşikler düşük moleküler ağırlığa (<300 Da) ve yüksek buhar basıncına sahiptir (Jeleń ve Gracka, 2016; Keser vd., 2020). Gıdalarda bulunan aroma maddeleri, yüzlerce bileşikten oluşmakta ve miktarları $\mu\text{g}/\text{kg}$ 'dan ng/kg seviyelerine kadar değişebilmektedir (Maarse, 1991; Güneşer ve Karagül Yüceer, 2010; Kesen vd., 2014). Bu bileşikler; terpenler, alkoller, aldehitler, ketonlar, esterler, laktonlar, azotlu ve kükürtlü bileşikler, uçucu fenoller ve uçucu asitler şeklinde gruplandırılmaktadır (Bortnowska ve Goluch, 2018; Ben Brahim vd. 2018).

Gıdalarda, kokuya potansiyel katkı sağlayan 8000'den fazla aroma maddesi tanımlanmıştır. Bu aroma maddelerin hidrofobiklik ($\log P$), çözünürlük, doymuş buhar basıncı, uçuculuk, moleküler ağırlık gibi fizikokimyasal özellikleri birbirinden oldukça farklılık göstermektedir (Jeleń ve Gracka, 2016; Bortnowska ve Goluch, 2018; Jedlińska vd., 2018). Aroma maddelerinin bu özellikleri sıcaklık, ışık, oksijen ve nemden etkilenmektedir (Bakry vd., 2016; Saifullah vd., 2019). Gıdaların aroması, farklı fizikokimyasal özelliklere sahip aroma maddeleri arasındaki dengeden kaynaklanmaktadır. Bu aroma maddelerinin uçuculuğuna, gıdadan salınmalarına, genel olarak algılanan aroma yoğunluğuna ve aroma kalitesine etki eden çeşitli faktörler bulunmaktadır. Bunlar temel olarak; aroma maddelerinin termodinamik özelliği (partisyon katsayısı), fizikokimyasal özelliği, konsantrasyonu, kimyasal yapısı; gıda matrisinin bileşimi, tekstürü, yapısı; aroma maddesi ile gıda matrisi arasındaki etkileşimler ve tükürük bileşimidir (Bezman vd., 2003; Eker ve Cabaroğlu, 2018; Ammari ve Schroen, 2018; Saifullah vd., 2019).

AROMA MADDELERİNİN TERMODİNAMİK ÖZELLİKLERİNİN ETKİSİ

Aroma maddeleri, gaz fazına geçme yeteneklerine bağlı olarak karmaşık bir sistem olan gıda matrisinden gaz fazına doğru taşınmaktadır. Bu maddelerin gaz fazına taşınması sonucu, gıdaların koklanması veya tüketimi sırasında algılanan kokular oluşmaktadır (Wang ve Arntfield, 2017). Partisyon katsayısı (K), aroma maddesinin gıdanın üzerinde bulunan tepe boşluğundaki denge konsantrasyonunun, gıda matrisi içindeki toplam konsantrasyonuna oranı olarak tanımlanmaktadır (Yılmaz ve İşleten, 2004; Rayne ve Forest, 2016; Ammari ve Schroen, 2018; Sgorbini vd., 2019). Termodinamik olarak dengede bulunan bir aroma maddesinin gaz fazı ve sıvı fazı arasındaki konsantrasyon oranı olarak da tanımlanan partisyon katsayısının belirlenmesinde aroma maddesinin buhar basıncı önemli rol oynamaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017). Aroma maddelerinin uçuculuğunun belirlenmesinde hava/su partisyon katsayısı (K_{aw}) ve aroma maddelerinin lipofilik özelliklerinin belirlenmesinde de yağ/su partisyon katsayısı (K_{ow}) kullanılmaktadır. Genellikle yağ fazı için hidrofobik aroma maddelerinin çözünmesi amacıyla n -oktanol kullanılmaktadır (Tamaru vd., 2018). Hava/su partisyon katsayısı, (1) numaralı denklem, n -oktanol/su partisyon katsayısı ise (2) numaralı denklem ile aşağıda ifade edilmektedir:

$$K_{aw} = C_G / C_L \quad (1)$$

$$K_{ow} = C_O / C_W \quad (2)$$

(1) numaralı denklemde K_{aw} , hava/su partisyon katsayısını; C_G aroma maddesinin tepe boşluğundaki (gaz faz) konsantrasyonunu ve C_L , aroma maddesinin matristeki (sıvı faz) konsantrasyonunu; (2) numaralı denklemde ise K_{ow} , n -oktanol/su partisyon katsayısını, C_O aroma maddesinin oktanol fazındaki konsantrasyonunu ve C_W aroma maddesinin su fazındaki konsantrasyonunu göstermektedir (Paravisini ve Guichard, 2016; Ammari ve Schroen, 2018; Tamaru vd., 2018). Partisyon katsayısı, hem aroma maddesinin hidrofobik yapısı, polaritesi, moleküler ağırlığı, sahip olduğu fonksiyonel gruplar gibi fizikokimyasal özelliklerine hem de

gıda matrisinin bileşimine ve yapısına bağlı olarak değişebilmektedir (Tromelin vd., 2010; Ployon vd., 2017; Tamaru vd., 2018; Guo vd., 2019). Aroma maddelerinin hidrofobik özelliği arttıkça daha yüksek partiyon katsayısına sahip olmaktadır (Xu vd., 2017). Bunların yanı sıra sıcaklık, pH gibi çevresel faktörler de partiyon katsayısını etkilemektedir (Rayne ve Forest, 2016; Piombino vd., 2019). Sıcaklık, aroma maddelerinin doğrudan veya dolaylı olarak tutulmasını ve dolayısıyla partiyon katsayısını etkilemektedir (Steen vd., 2017). Yüksek sıcaklıklarda, gıdanın tepe boşluğunda daha fazla aroma maddesinin bulunması doğrudan etki; sıcaklığın proteinlerin bağlanma bölgelerini etkileyerek üçüncül ve kuaterner yapılarıdaki meydana getirdiği değişiklikler ise dolaylı etki olarak ifade edilmektedir (Ammari ve Schroen, 2018). Kahve lezzet algısı ve aroma maddelerinin salınması üzerine sıcaklığın etkisinin değerlendirildiği bir çalışmada, artan sıcaklıkla birlikte aroma maddelerin büyük çoğunluğunun uçuculuğunun önemli ölçüde arttığı bildirilmiştir. Bunun nedenin, aroma maddelerinin kısmi basıncının sıcaklığa bağlı olduğu, artan sıcaklığın daha fazla buharlaşmaya ve dolayısıyla daha fazla aroma maddesinin salınmasına yol açtığı şeklinde değerlendirilmiştir (Steen vd., 2017).

Gıdanın pH değerinde meydana gelen değişimler gıda matrisinin fiziksel ve kimyasal yapısını etkilemektedir. Değişen matris yapısı da içerisinde bulunan aroma maddelerinin konsantrasyonunu dolayısıyla partiyon katsayısını etkilemektedir (Rayne ve Forest, 2016). Bu konu ile ilgili olarak yapılan bir çalışmada, düşük pH değerine sahip şaraplarda, hidrojen sülfid, metantiyol, dimetil sülfid ve karbon disülfid konsantrasyonlarının şarap örneklerinde azaldığı bildirilmiştir (Bekker vd., 2016). Bunun yanı sıra pH, protein denatürasyonuna neden olarak aroma maddelerinin bağlanmasını etkilemektedir (Ammari ve Schroen, 2018). Bir protein çözeltisinin pH değerinin artırılması, daha güçlü etkileşime yol açmakta ve aroma maddesinin uçuculuğunu azaltmaktadır (Viry vd., 2018).

AROMA MADDELERİNİN FİZİKOKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN ETKİSİ

Aroma maddelerinin kimyasal özelliği, bu maddelerin gıda matrisi tarafından tutulmalarını etkilemektedir. Örneğin; alkoller, polisakaritler tarafından genellikle diğer bileşiklerle kıyaslandığında daha iyi tutulmakta; ketonlar ise alkollere göre daha az tutulmaktadır. Aroma maddesinin fizikokimyasal özelliklerinden biri olan polaritesi, aroma maddelerinin matris ile etkileşime girerek salınmalarını belirlemektedir (Sánchez-López vd., 2016). Genel olarak polarite özelliği arttıkça aroma maddelerinin matris tarafından tutulması azalmakta ve uçuculukları artmaktadır (Saifullah vd., 2019). Hidrofobik özellik, bir aroma maddesinin su ve yağ fazı arasındaki partiyon katsayısının logaritmasına karşılık gelen $\log P_{ow}$ değeri ile temsil edilmektedir (Reineccius, 2005; Paravisini ve Guichard, 2016). Bu değer, aroma maddesinin her iki fazda konsantrasyonlarının gaz kromatografisi (GC) yardımıyla deneysel olarak belirlenmesiyle hesaplanabilmektedir (Seuvre ve Voilley, 2017).

Aroma maddelerinin çoğu yağ fazında suya göre daha fazla çözünmektedir. Bu aroma maddeleri hidrofobik olarak kabul edilmekte ve $\log P > 1$ ile ifade edilmektedirler. Hidrofilik aroma maddeleri ise suda daha iyi çözünmekte ve $\log P < 1$ ile gösterilmektedir (Paravisini ve Guichard, 2016; Tarrega vd., 2019). Aroma maddeleri genellikle hidrofobik yapıya sahiptir. Hava/su partiyon katsayısının logaritması ise $\log P_{aw}$ ile temsil edilmekte ve aroma maddelerinin uçuculuğunu ifade etmektedir. Ancak, $\log P_{aw}$ değerlerinin deneysel olarak belirlenmesi, birçok aroma maddesinin hidrofobik (lipofilik) olması ve suda zayıf çözünürlük sergilemesinden dolayı zor olmaktadır (Tamaru vd., 2018).

Diğer bir fizikokimyasal özellik ise, molekülün saf haldeki uçuculuğunu temsil eden doymuş buhar basıncıdır. Bir aroma maddesinin doymuş buhar basıncı ne kadar yüksek olursa, bu aroma maddesi daha kolay buharlaşmaktadır. Bu özellik, aroma maddesinin kaynama noktasına ve moleküler ağırlığına bağlı olarak değişmektedir (Seuvre ve Voilley, 2017). Aroma maddesinin yüksek

uçuculuğa sahip olması, o aroma maddesinin uçucu hale gelme ve yayılma eğiliminde olduğunu dolayısıyla daha az alıkonma gösterdiğini belirtmektedir (Saifullah vd., 2019). Apolar bir çözücüye apolar bir aroma maddesi ilave edildiğinde, moleküler ağırlık arttıkça aroma maddesinin partiyon katsayısı azalmakta ve dolayısıyla aroma maddesinin uçuculuğu azalmaktadır. Bunun nedeni, aroma maddesi ile apolar çözücü arasındaki etkileşimlerin sayısının, karbon zincir uzunluğunun artmasından kaynaklanmaktadır. Polar aroma maddeleri de polar çözücülerde apolar çözücülere göre daha az uçucudurlar. Bunun nedeni ise polar çözücü içinde oluşturulan hidrojen bağları polar olmayan bir çözücü içinde oluşturulan Van der Waals etkileşimlerinden daha güçlü olmasından kaynaklanmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017).

AROMA MADDELERİ İLE GIDA MATRİSİ ARASINDAKİ ETKİLEŞİMLER

Gıda matrisi içinde bulunan proteinler, lipitler, karbonhidratlar, polifenoller, tuzlar gibi uçucu olmayan bileşenler; moleküler ağırlıklarına, kimyasal özelliklerine bağlı olarak aroma maddeleri ile kimyasal/fiziksel etkileşimlerde bulunarak aroma maddelerinin uçuculuğunun artmasına veya azalmasına sebep olabilmekte ve dolayısıyla aroma algısı üzerine etki etmektedirler (Tromelin vd., 2010; Tamaru vd., 2018; Eker ve Cabaroğlu, 2018; Bonneau vd., 2018). Bu etkileşimler, kovalent bağlardan, çekici ve itici kuvvetlerden kaynaklanmaktadır. Çekici kuvvetler, Van der Waals, hidrojen bağları ve hidrofobik etkileşimlerden oluşmaktadır. İtici kuvvetler ise, moleküller çok kısa bir mesafeye yaklaştığında elektronların orbital örtüşmesi ve sonrasında pozitif yüklü çekirdeklerin birbirlerini itmeleri sonucu oluşmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017; Wang ve Arntfield, 2017).

Proteinler, genellikle aroma maddelerini bağlayarak ve tuzaklayarak aroma maddelerinin uçuculuklarını azaltmaktadırlar (Paravisini ve Guichard, 2016; Viry vd., 2018). Genel olarak aroma maddeleri ile proteinler arasında geri dönüşümlü hidrofobik, iyonik etkileşimler, hidrojen bağı, Van der Waals bağı gibi kovalent olmayan elektrostatik etkileşimler

oluşabilmektedir (Hofmann vd., 2001; Wang ve Arntfield, 2016; Ployon vd., 2017). Bunların yanı sıra kovalent bağı gibi geri dönüşümsüz bağlar da kurulabilmektedir. Bu etkileşim proteinlerin peptit dizilişine, karbon zincir uzunluğuna ve fizikokimyasal özelliklerine bağlı olarak değişiklik göstermektedir (Wang ve Arntfield, 2017; Ammari ve Schroen, 2018). β -laktoglobulin, kazein gibi süt proteinleri, aroma maddelerini genel olarak hidrofobik etkileşimlerle ve hidrojen bağlarıyla bağlamaktadırlar. Terpenler, uçucu asitler ve pirazinler haricinde kalan aroma maddelerinin zincir uzunluğu arttıkça da bu etkileşim artmakta ve dolayısıyla aroma maddelerinin uçuculukları azalmaktadır (Viry vd., 2018). α -Laktalbümin ise ketonları ve aldehitleri bağlayabilmesine rağmen diğer süt proteinlerine kıyasla daha düşük bir bağlanma kapasitesine sahiptir (Ammari ve Schroen, 2018). Aldehitler ve kükürt bileşikleri ile imino ($-NH$) artıkları, geri dönüşümsüz olarak kovalent bağlarla bağlanmaktadır. Lisin, sistein gibi bazı amino asitler de aroma maddeleri ile kovalent bağ yaparak Schiff bazı oluşturmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017). Genellikle artan protein konsantrasyonuna bağlı olarak, bağlı olan aroma maddelerinin konsantrasyonunu artırmakta ve dolayısıyla uçuculuklarını azaltmaktadır (Wang ve Arntfield, 2017). Bunun ile ilgili olarak yapılan bir çalışmada, toplam protein konsantrasyonu arttıkça tüm aroma maddelerinin uçuculuğunun azaldığı bildirilmiştir (Viry vd., 2018). Ancak, amino asit gibi diğer küçük çözünebilir bileşikler uçuculukta bir artış anlamına gelen "salting-out" etkisine neden olabilmektedir (Rodríguez-Bencomo vd., 2011). Proteinlerin denatürasyonu da protein ile aroma maddeleri arasındaki etkileşimi etkilemektedir (Viry vd., 2018). Proteinlerin ısıtılması, yapılarındaki katlanmaların açılmasına neden olmaktadır. Sıcaklık arttıkça protein yapısını stabilize eden hidrojen bağları daha zayıf hale gelerek polipeptit zincirinin çözülmesine neden olmakta ve böylelikle hidrofobik yan zincirler açığa çıkmaktadır. Bunun sonucu olarak da aroma maddeleri ile daha çok etkileşimlerde bulunarak aroma maddelerinin uçuculuklarını azaltmaktadırlar (Seuvre ve Voilley, 2017). Tavel vd. (2010) tarafından yapılan bir çalışmada β -iyonon ve guaiakol aroma

maddelerinin, ısı uygulamasıyla kısmen denatüre olmuş β -laktoglobüline, doğal β -laktoglobülininden daha fazla tutulma gösterdiklerini bildirmiştir. Aroma maddeleri ve β -laktoglobülin arasındaki etkileşimler, proteinin konformasyon durumuna, sıcaklığa bağlı olarak değişmektedir (Paravisini ve Guichard, 2016).

Yağ içeren gıdalarda bulunan aroma maddelerinin uçuculukları hidrofobik özelliklerine bağlı olarak değişmektedir. Aroma maddelerinin bir çoğu hidrofobik ($\log P > 1$) özelliğe sahip olduğundan, aroma maddeleri için bir çözücü olarak işlev gören lipitlerin varlığı, bu maddelerin yağ ve sulu fazlarda çözünmesine büyük ölçüde etki etmektedir (Van Ruth vd., 2002; Tromelin vd., 2010; Paravisini ve Guichard, 2016). Aroma maddelerinin çoğunlukla hidrofobik olması nedeniyle lipitler, aroma maddeleri için protein ve karbonhidratlardan daha büyük tutma kapasitesi sağlamaktadır (Ammari ve Schroen, 2018). Örneğin, esterler gibi polar olmayan hidrofobik bileşikler, yağda ve yağ/su emülsiyonlarında diasetil gibi polar bileşiklere göre daha düşük partiyon katsayısına sahiptir (Wang ve Arntfield, 2017). Genel olarak ortamdaki lipit miktarı arttıkça buhar fazındaki aroma maddelerinin konsantrasyonu azalmakta ve bu aroma maddelerinin konsantrasyonu lipit fazında genellikle daha yüksek olmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017). Buhar basınçları azaldığı için aroma maddelerinin uçuculukları da azalmaktadır (Hofmann vd., 2001; Tamaru vd., 2018). Seuvre vd. (2000) tarafından yapılan bir çalışmada, bazı aroma maddelerinin (2-nonanon, izoamil asetat, benzaldehid, d-linalol) uçuculuğu, %0.5 miglyol varlığında suya göre azalma göstermiş ve bu azalmanın, her bir bileşen için aroma bileşiminin çekim gücüne ve hidrofobik özelliğine bağlı olarak lipit tarafından tutulmalarından kaynaklandığı bildirilmiştir. Lipitlerin yapısı, özellikle karbon zincirinin uzunluğu ve lipidi oluşturan yağ asitlerinin doymuşluk derecesi aroma maddelerinin buhar-sıvı partiyon katsayısını etkilemektedir. Genel olarak karbon zincir uzunluğu arttıkça aroma maddelerinin partiyon katsayısı düşmekte ve dolayısıyla uçuculukları da azalmaktadır (Van Ruth vd., 2002). Yağ asitlerinin doymamışlık derecesi arttıkça da aroma

maddelerinin tutulması artmakta ve dolayısıyla uçuculukları azalmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017).

Karbonhidratlar birçok gıdada bulunan ve aromanın algılanmasında önemli bir rolü olan bileşenlerdir. Bu bileşenler, moleküler ağırlıklarına göre basit şekerler (mono ve disakkaritler), oligosakkaritler ve polisakkaritler olmak üzere üç gruba ayrılmaktadırlar. Sulu bir çözelti içindeki karbonhidratların varlığı, aroma maddelerinin sudakine kıyasla uçuculuklarında genel olarak bir azalmaya neden olmaktadır. Sulu bir çözeltide sakkarozun yüksek konsantrasyonda bulunması, çözeltinin viskozitesinin artışı ve çözeltideki su aktivitesinin azalması nedeniyle aroma maddelerinin uçuculuğunun azalmasına neden olmaktadır. Ancak, düşük konsantrasyonlardaki mono ve disakkaritler, sudaki uçuculuk ile karşılaştırıldığında, bu konsantrasyonlarda aroma maddelerinin daha kolay salınımına (salting-out etki) neden olmaktadır (Paravisini ve Guichard, 2016; Tsitlakidou vd., 2019). Mono ve disakkaritler su moleküllerini absorbe etmekte, bu durumda matristeki serbest su miktarını azaltmakta ve kalan serbest su içindeki aroma maddelerinin dolaylı olarak konsantrasyonu artmaktadır (Rodríguez-Bencomo vd., 2011). Yang vd. (2017) tarafından yapılan bir çalışmada, sakkaroz içermeyen kontrol çözeltisi ile karşılaştırıldığında, aroma maddeleri sakkaroz içeren çözelti içerisinde "salting-out" etkisi göstererek uçuculukları artmıştır. Bu durumun nedeninin, şekerin su ile etkileşime girerek, uçucu aroma maddelerinin salınımını desteklemesi ve dolayısıyla "salting-out" etkisi göstermesi olduğu bildirilmiştir. Yine aynı çalışmada, aynı konsantrasyondaki farklı şeker çözeltilerinden (glikoz ve sakkaroz) salınan aroma maddelerinin konsantrasyonları karşılaştırılmıştır. Buna göre glikoz çözeltisinden salınan aroma maddelerinin miktarının sakkaroz çözeltisinden salınanlara göre biraz daha yüksek olduğu bildirilmiştir. Halkalı oligosakkaritler (siklodekstrin) ve polisakkaritler (gum, nişasta, pektin) ise aroma maddeleri ile etkileşime girerek uçuculuklarında azalmaya neden olmakta ve enkapsülasyon işlemi aroma tutucu olarak ve gıdanın işlenmesi boyunca aroma kayıplarını önlemek amacıyla kullanılmaktadır. Bu

bişikler etkilerini, makrosiklik boşluklarında hidrojen bağı ile aroma maddelerini tutmalarıyla gerçekleştirmektedirler (Baránková ve Dohnal, 2016; Paravisini ve Guichard, 2016; Saifullah vd., 2019). Siklodekstrinler, hidrofilik bir dış yüzeye ve lipofilik bişikleri tutabilen hidrofobik bir iç boşluğa (kavite) sahiptir. Bu nedenle siklodekstrin gibi polisakkaritler, lipofilik aroma maddelerini tuzaklamakta ve böylelikle aroma maddelerinin uçuculuklarını azaltmaktadır (Paravisini ve Guichard, 2016). Baránková ve Dohnal (2016) tarafından yapılan bir çalışmada, aroma maddelerinin uçuculuğu üzerine sakkaritlerin (sakkaroz, glikoz) ve polisakkaritlerin (α -siklodekstrin, β -siklodekstrin) etkileri değerlendirilmiş ve sakkaritler “salting-out” etkisi gösterirken, siklodekstrinler aroma maddelerini tutarak aroma maddelerinin uçuculuklarını azalttığı ve α -siklodekstrinin, β -siklodekstrine kıyasla aroma maddelerini daha güçlü tutma etkisi gösterdiğini bildirmişlerdir. Nişasta, temel olarak amiloz ve amilopektin olmak üzere iki fraksiyondan oluşan granüller halinde bulunan bir polisakkarittir (Paravisini ve Guichard, 2016). Aroma maddeleri ve amiloz fraksiyonu arasında iki farklı etkileşim oluşmaktadır. Bunlardan birincisi, amiloz helikslerinin dışındaki hidroksil grupları ile aroma maddeleri arasındaki hidrojen bağlarını içeren polar etkileşimdir. İkincisi, aroma maddelerinin hidrofobik etkileşimler yoluyla amiloz helikslerinin içinde tutulmasıyla oluşan komplekslerdir (Bortnowska ve Goluch, 2018). Amilopektin ise hidrojen bağları ile aroma maddelerini tutmakta ve dolayısıyla uçuculuklarını azaltmaktadır (Paravisini ve Guichard, 2016; Ma vd., 2019). Maltodekstrin, glikoz şurubu gibi nişasta hidrolizatlarının dekstroz eşdeğeri (DE) de aroma maddelerinin uçuculuklarına etki etmektedir. Buna göre DE arttıkça aroma maddelerini tutma kabiliyetleri azalmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017).

Fenolik bişikler, bir gıdanın lezzet, renk ve tat gibi duyuşal özelliklerine katkıda bulunan önemli bişiklerdir (Sonmezdag vd., 2018). Bu bişikler, sayısız hidroksil fonksiyonel gruba ve aromatik halkaya sahip olması sebebiyle aroma maddeleri ile etkileşime girerek onların uçuculuğunu ve gıdadan salınımlarını değiştirmektedirler (Durán-

Lara vd., 2015). Aroma maddeleri ve fenolik bişiklerin galloil halkası arasındaki hidrojen bağları ile stabilize edilmiş π - π istifleri gibi zayıf etkileşimler ve hidrofobik kuvvetler aroma salınımına etki etmektedirler (Genovese vd., 2015a; Genovese vd., 2018; Perez-Jiménez vd., 2019). Bir aroma maddesinin moleküler ağırlığı ve hidrofobik yapısı, polifenollerle etkileşiminin gücünde etkili olmaktadır. Buna göre moleküler ağırlık ve hidrofobiklik arttıkça polifenoller tarafından yüksek alıkonma etkisi görülmektedir (Guo vd., 2019). Rodríguez-Bencomo vd. (2011) rekonstitüye edilmiş çok çeşitli şarap bişimlerini temsil eden beş tür şarap matrisinin (beyaz, genç-kırmızı, yıllanmış-kırmızı, köpüklü, tatlı şarap) tipik şarap aroma maddelerinin uçuculuğu üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Araştırmacılar, öjenol ve 4-vinilfenol bişiklerinin, bütün şaraplarda önemli bir alıkonma etkisi gösterdiğini ve özellikle kırmızı şaraptaki güçlü alıkonma etkisinin şaraptaki yüksek polifenol içeriğinden kaynaklanan önemli π - π etkileşimlere bağlı olabileceğini bildirmişlerdir. Küçük molekülü fenolik asitlerin varlığı, ortamın iyonik kuvvetini ve polaritesini artırarak linalol ve β -iyonon gibi bazı hidrofobik aroma maddelerinin çözünürlüğünü azaltmakta ve böylelikle “salting-out” etkisi göstererek bu aroma maddelerinin uçuculuğunu artırabilmektedir (Esteban-Fernández vd., 2018). Öte yandan, bu konu ile ilgili olarak yapılan diğer çalışmalarda farklı sonuçlar elde edilmiştir. Yapılan bir çalışmada zeytin yağında bulunan yüksek seviyedeki polifenol içeriğinin 1-penten-3-on, trans-2-hekzenal gibi aroma maddelerinin uçuculuklarını azalttığı, linalol ve 1-hekzanol gibi aroma maddeleri için tersinir kovalent olmayan bağlar kurması nedeniyle “salting-out” etkisi gösterdiği bildirilmiştir (Genovese vd., 2018). Yapılan bir diğer çalışmada ise üç polifenol bişigi ((-)-epikateşin, hidrokafeik asit ve florizin), esterler, uçucu fenoller gibi hidrofobik aroma maddelerinin çoğunluğu için uçuculuklarında bir azalmaya neden olduğunu, bazı hidrofilik alkollere “salting-out” etkisi göstererek uçuculuklarını arttırdığını bildirmişlerdir (Guo vd., 2019). Fenolik bişiklerin ve aroma maddelerinin fizikokimyasal yapısının yanı sıra fenolik bişiklerin artan konsantrasyonları da aroma

maddelerinin uçuculuđuna etki etmektedir. Lorrain vd. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada, kateşinin model şarap aromasının uçuculukları üzerine etkisi araştırılmıştır. Buna göre; düşük kateşin konsantrasyonlarının (0.5 ve 0.25 g/L) esterlerin uçuculuđu üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı, yüksek konsantrasyonda kateşinin ise (2 g/L) etil oktanoatın uçuculuđunda azalmaya neden olurken, diđer küçük alifatik esterlerin (etil bütanoat ve izoamil asetat gibi) uçuculuđuna etki etmediđi bildirilmiştir.

AROMA MADDELERİNİN UÇUCULUĐUNA ETKİ EDEN DİĐER FAKTÖRLER

Aroma maddelerinin termodinamik, fizikokimyasal özelliklerinin ve gıda bileşenlerinin yanı sıra gıdanın viskozitesi veya tekstürü, yapısı, gıdanın işlenmesi ve/veya depolanması sırasında gerçekleşen Maillard reaksiyonu sonucu oluşan ürünler ve tükürük bileşimi de aroma maddelerinin uçuculuđuna etki etmektedir.

Gıdanın viskozitesinde veya tekstüründe meydana gelen deđişiklikler, aroma maddelerinin uçuculuđunu deđiştirerek lezzet algısını önemli ölçüde etkilemektedir. Bigaski Ribeiro vd. (2016) tarafından yapılan bir çalışmada, iki farklı jelleştirme ajanı olan laktobiyonik asit ve glukono- δ -lakton kullanılarak hazırlanan jellerde, laktobiyonik asit ile üretilen jellerin glukono- δ -laktonla üretilen jellere göre daha gevşek bir yapıya sahip olduđu ve aroma maddelerinin uçuculuđunu azalttıđı bildirilmiştir. Gıdaların viskozitesini veya sertliđini deđiştirmek için kullanılan hidrokolloid ve jelatin gibi maddeler, aroma maddeleri ile etkileşime girerek onların miktar ve uçuculuklarında deđişikliklere neden olmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017). Ayrıca kullanılan bu maddelerin moleküler yapısı ve reolojik özellikleri de aroma maddelerinin uçuculuklarını etkilemektedir (Yang vd., 2017). Hidrokolloidlerden aroma maddelerinin salınımı iki ana faktörden etkilenebilmektedir. Bunlar; aroma maddelerinin matris içinde fiziksel olarak tutulması ve jel oluşturma işlemi sırasında oluşan kimyasal bağlanmadır. Aroma maddelerinin fiziksel olarak tutulması, küçük aroma moleküllerinin jel sistemden yüzeye taşınmasını

engelleyen karmaşık bir polimer ađının varlıđıyla ortaya çıkmaktadır. Kimyasal bağlanma ise aroma maddeleri ve jel bileşenleri arasında oluşan hidrojen bađı, hidrofobik etkileşimler ve Van der Waals kuvvetlerinden kaynaklanmaktadır (Kim vd., 2016). Tekstürün aroma maddeleri üzerine etkisinin incelendiđi bir çalışmada, taze ve kurutulmuş küp şeklindeki mango örneklerinden, parçalanmış mango örneklerine (taze püre, kurutulmuş toz) göre önemli ölçüde daha fazla aroma maddesinin salındıđını bildirmişlerdir (Bonneau vd., 2018).

Emülsiyon halinde bulunan gıdalar da aroma uçuculuđuna etki etmektedir. Emülsiyon, mikroskopik boyutta veya koloidal damlacıklar halinde dađılmış bir sıvı içeren heterojen bir sistemdir. Bu sistem, su içerisinde yağ ve yağ içerisinde su emülsiyonu olmak üzere iki farklı şekilde bulunabilmektedir (Van Ruth vd., 2002; Saifullah vd., 2019). Emülsiyonlardan aroma maddelerinin salınımı temel olarak uçucu bileşiklerin sıvı fazlar için çekim kuvvetine bađlı olarak deđişmektedir (Charles vd., 2000). Genel olarak, su içinde bir yağ emülsiyonundaki lipit içeriđi ne kadar yüksek olursa, emülsiyonda o kadar fazla hidrofobik (lipofilik) aroma maddesi kalmaktadır (Tamaru vd., 2018). Bunun yanı sıra emülgatörlerin tipi, emülsiyon sisteminin yapısal özellikleri ve matris içerisinde bulunan diđer bileşenler gibi faktörler de aroma maddelerinin uçuculuđunu etkilemektedir. Lee vd. (2017) tarafından yapılan bir çalışmada, sakkaroz monopalmitat, modifiye nişasta ve Tween 80'nin kahve aromasının uçuculukları üzerine etkileri deđerlendirilmiştir. Buna göre sakkaroz monopalmitat ve Tween 80 ile stabilize edilmiş kahve emülsiyonlarının, aroma maddelerinin uçuculuđunu kontrol örneđe kıyasla önemli ölçüde düşürdüđu; ancak modifiye nişasta ile stabilize edilmiş kahve emülsiyonunun aroma maddelerinin uçuculuđunun kontrole göre istatistiksel olarak farklı olmadığı bildirilmiştir. Seuvre vd. (2000) tarafından yapılan bir çalışmada, aynı kompozisyona sahip (%3 β -laktoglobulin ve %0.5 miglyol içeren su, pH 3) emülsiyon ve emülsiyon olmayan ortamın aroma maddelerinin uçuculuđu üzerindeki etkisi incelenmiştir. İzoamil asetat'ın uçuculuđu ortamın yapısındaki

değişiklikten etkilenmezken, 2-nonanon'un uçuculuğunun emülsiyon ortamında arttığı bildirilmiştir. Bunun nedeninin lipit damlacıklarının yüzeyindeki β -laktoglobulin adsorpsiyonunun olduğu ve protein adsorpsiyonu sırasında yüzeyde adsorbe edilen proteinin sabitleme bölgeleri için lipit ve aroma maddesi arasındaki oluşan rekabet sonucu lipit (miglyol) tarafından işgal edilmesinden kaynaklandığı düşünülmüştür. Emülsiyon içerisinde bulunan damlacıkların boyutu da aroma maddelerinin uçuculuklarına etki etmektedir (Van Ruth vd., 2002; Ayed vd., 2018; Doi vd., 2019). Bu konu ile ilgili olarak Van Ruth vd. (2002) tarafından yapılan bir çalışmada, su içerisinde yağ emülsiyonunda genel olarak damlacık boyutu arttığında buhar fazında bulunan aroma maddelerinin konsantrasyonunda artış gözlemlendiği belirtilmiştir. Yapılan başka bir çalışmada ise alkol, asit gibi hidrofilik aroma maddelerinin uçuculukları, damlacık boyutu arttıkça önemli ölçüde artarken, limonen gibi hidrofobik bileşiklerin uçuculukları önemli ölçüde azalmıştır. Hidrofilik bileşiklerin uçuculuğundaki bu artış, su fazında bulunan aroma maddelerinin konsantrasyonlarının yağ fazından daha yüksek olması şeklinde açıklanmıştır (Charles vd., 2000). Emülsiyonda kullanılan yağın tipi ve miktarı da aroma uçuculuğuna etki etmektedir (Ayed vd., 2018; Doi vd., 2019). Hyvönen vd. (2003) tarafından çilekli dondurmalar üzerine yapılan bir çalışmada, doymamış bitkisel yağ ile hazırlanan dondurmalarındaki çilek tadının, süt yağı ile hazırlananlarla karşılaştırıldığında daha hızlı ve daha yoğun algılandığı bildirilmiştir. Emülsiyon halinde bulunan gıdalarda emülsiyonun yağ içeriği arttıkça hidrofobik aroma maddelerinin uçuculuğu azalırken, hidrofilik aroma maddelerinin uçuculukları artmaktadır (Miettinen vd., 2002). Aroma maddelerinin uçuculuklarının yağ içeriğine göre incelendiği bir çalışmada, dondurmadaki yağ içeriğinin azaltılması, hidrofobik aroma maddelerinin uçuculuklarının artmasına yol açmıştır (Ayed vd., 2018). Emülsiyon halinde bulunan gıdalarda emülsiyonun viskozitesi de aroma salınımı üzerine önemli rol oynamakta ve genel olarak artan viskozite aroma maddelerinin uçuculuğunu

azaltmaktadır (Charles vd., 2000; Genovese vd., 2015b).

Gıdaların termal olarak işlenmesi ve depolanması boyunca Maillard reaksiyonu gerçekleşmektedir. Maillard reaksiyonu, genel olarak indirgen şekerlerin karbonil grubu ile amino asitlerin amino grubu arasında gerçekleşen enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonudur. Bu reaksiyonun başlıca son ürünleri melanoidinler ve diğer uçucu olmayan bileşiklerdir (Reineccius, 2005). Maillard reaksiyonu sonucu oluşan melanoidinler gibi kahverengi ürünler de bazı aroma bileşikleriyle etkileşime girmekte ve böylece algılanan aromayı değiştirmektedir (Hofmann vd., 2001; Bezman vd., 2003). Rodríguez-Bencomo vd. (2011) tarafından yapılan bir çalışmada, rekonstitüe edilmiş çeşitli şarap bileşimlerini temsil eden beş tür şarap matrisinin (beyaz, genç-kırmızı, yıllanmış-kırmızı, köpüklü, tatlı şarap) tipik şarap aroma maddelerinin uçuculuğu üzerindeki etkisi değerlendirilmiş ve furanik bir bileşik olan 5-metilfurfural'ın bütün şarap matrislerinde "salting-out" etkisi gösterdiği bildirilmiştir.

Tuzların, aroma maddelerinin uçuculuğu üzerine önemli etkisi bulunmaktadır. Aroma maddeleri, tuzların varlığında hava/su partiyon katsayısının artmasıyla "salting-out" etkisi göstermektedir (Paravisini ve Guichard, 2016). Tuzların "salting-out" etkisi, suyun yapısındaki değişikliklerle çözelti içindeki aroma maddelerinin etkin konsantrasyonunda bir artışa neden olarak uçuculuğunu arttığı şeklinde açıklanmaktadır (Seuvre ve Voilley, 2017). Baránková ve Dohnal (2016) tarafından yapılan bir çalışmada, inorganik tuzların (NaCl , NaHCO_3) aroma maddelerine "salting-out" etkisi göstererek uçuculuklarını arttırdığı ve HCO_3^- anyonunun, Cl^- anyonundan daha büyük bir "salting-out" etkisi gösterdiğini bildirmiştir. Ancak protein içeren bir ortamda bulunan tuzlar, iyonik kuvvete ve tuz tipine bağlı olarak, protein ve aroma maddeleri arasındaki etkileşimi değiştirilebilmekte ve protein konformasyonunu da etkileyebilmektedir. Bununla ilgili olarak yapılan bir çalışmada, düşük konsantrasyondaki NaCl 'ün (0.05-0.1 M), aroma maddelerinin proteinlere bağlanmasını azalttığı, daha yüksek konsantrasyonun (0.25-1 M), bağlanmayı arttırdığı bildirilmiştir. CaCl_2 tuzu için

ise düşük konsantrasyonda (0.05-0.1 M) aroma maddelerinin bağlanması artırdığı, 0.25 M'da azalttığı ve 1 M konsantrasyona doğru tekrar arttırdığını bildirmişlerdir (Wang ve Arntfield, 2015).

Aroma maddelerinin uçuculuğuna etki eden bir diğer önemli faktör de tükürük bileşimidir. Tükürük; su, elektrolitler, *a*-amilaz, lipaz, lizozim gibi enzimler ve musin, albümin, prolin, histatin gibi proteinlerden oluşan kompleks bir biyolojik sıvıdır (Ployon vd., 2017; Muñoz-González vd., 2018). Aroma maddelerinin tükürük ile etkileşime girme kapasitesi, tükürük içerisinde bulunan bileşenlere, aroma maddesinin fizikokimyasal özelliklerine ve partasyon katsayısına bağlıdır (Sánchez-López vd., 2016; Esteban-Fernández vd., 2018; Piombino vd., 2019; Tarrega vd., 2019). Muñoz-González vd. (2018) tarafından yapılan bir çalışmada, farklı insanlardan alınan tükürüklerin, karbonil bileşiklerin (aldehitler ve ketonlar) uçuculuğunu azaltırken, alkollerin uçuculuğunu etkilemediği gözlemlenmiştir. Bu etkinin aroma maddelerinin yapısına ve tükürük bileşenlerine bağlı olduğunu, yüksek protein içeriğine sahip tükürük örneklerinin, karbonil bileşiklerinin uçuculuğunun azalması ile ilişkili olduğunu bildirmişlerdir. Gıdanın ağıza alınmasından sonra tükürük salgılanmasına ek olarak sıcaklık, pH, ağız mukoza yapısı, solunum ve çiğneme-yutma refleksleri de aroma maddelerinin gıdadan salınımı üzerine etki etmektedir (Genovese vd., 2015b; Yaparel ve Elmactı, 2016; Bonneau vd., 2018). Çiğneme ile gıda parçalanmakta ve yüzey/hacim oranını artırarak aroma maddelerinin tükürüğe ve sonrasında ağız boşluğuna taşınması sağlanmaktadır (Genovese vd., 2015a; Esteban-Fernández vd., 2018). Aroma maddeleri, kovalent ve kovalent olmayan bağlarla tükürük proteinleri ile etkileşime girebilmektedirler (Muñoz-González vd., 2018). Önemli tükürük proteinlerinden olan musin ve *a*-amilaz, hidrofobik aroma maddelerini bağlayarak "salting-in" etkisi göstermelerine ve uçuculuklarının azalmasına neden olmaktadır (Genovese vd., 2015a; Genovese vd., 2018). Genovese vd. (2015b) tarafından yapılan bir çalışmada, model bir ağız sistemi kullanarak tükürük bileşenleriyle etkileşim yoluyla zeytin

yağına eklenen aroma maddelerinin salınımını incelemişler ve esterlerin salınımının önemli derecede azaldığını bildirmişlerdir. Araştırmacılar bunun nedeninin bir tükürük proteini olan musinin, aroma maddeleriyle yapmış olduğu kimyasal bağlardan kaynaklandığını belirtmişlerdir.

SONUÇ

Aroma maddeleri, gıdaların tüketiciler tarafından kabul edilebilirliğini etkileyen önemli faktörlerden birisidir. Bu maddelerin uçuculuğu yani gıda matrisinden salınımları oldukça karmaşıktır. Bu durum sadece tek bir etki mekanizmasıyla açıklanamamakta, aroma maddelerinin termodinamik, fizikokimyasal özellikleri, gıda matrisinin yapısı ve fizikokimyasal özellikleri, gıda bileşenleri ile aroma bileşiklerinin karşılıklı etkileşimleri gibi bir çok etki mekanizmasıyla birlikte açıklanabilmektedir. Bu yüzden bir aroma maddesinin gıda matrisinden salınımının belirlenmesinde yukarıda bahsedilen tüm faktörlerin dikkate alınması gerekmektedir.

KAYNAKLAR

- Ammari, A., Schroen, K. (2018). Flavor Retention and Release from Beverages: A Kinetic and Thermodynamic Perspective. *J Agric Food Chem*, 66, 9869–9881.
- Ayed, C., Martins, S.I.F.S., Williamson, A.M., Guichard, E. (2018). Understanding fat, proteins and saliva impact on aroma release from flavoured ice creams. *Food Chem*, 267, 132–139.
- Bakry, A.M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M.Y., Mousa, A., Liang, L. (2016). Microencapsulation of oils: A comprehensive review of benefits, techniques, and applications. *Compr Rev Food Sci Food Saf*, 15, 143–182.
- Baránková, E., Dohnal, V. (2016). Effect of additives on volatility of aroma compounds from dilute aqueous solutions. *Fluid Phase Equilibria*, 407: 217–223.
- Bekker, M.Z., Mierczynska-Vasilev, A., Smith, P.A., Wilkes, E.N. (2016). The effects of pH and copper on the formation of volatile sulfur compounds in Chardonnay and Shiraz wines post-bottling. *Food Chem*, 207, 148-156.

- Ben Brahim, S., Amanpour, A., Chtourou, F., Kelebek, H., Selli, S. (2018). Gas Chromatography-Mass Spectrometry-Olfactometry To Control the Aroma Fingerprint of Extra Virgin Olive Oil from Three Tunisian Cultivars at Three Harvest Times. *J Agric Food Chem*, 66(11): 2851-2861.
- Bezman, Y., Mayer, F., Takeoka, G.R., Buttery, R.G., Ben-Oliel, G., Rabinowitch, H.D., Naim, M. (2003). Differential Effects of Tomato (*Lycopersicon esculentum* Mill) Matrix on the Volatility of Important Aroma Compounds. *J Agric Food Chem*, 51, 722-726.
- Bigaski Ribeiro, J.C., Granato, D., Masson, M.L., Andriot, I., Mosca, A.C., Salles, C., Guichard, E. (2016). Effect of lactobionic acid on the acidification, rheological properties and aroma release of dairy gels. *Food Chem*, 207, 101-106.
- Bonneau, A., Boulanger, R., Lebrun, M., Maraval, I., Valette, J., Guichard, É., Gunata, Z. (2018). Impact of fruit texture on the release and perception of aroma compounds during in vivo consumption using fresh and processed mango fruits. *Food Chem*, 239, 806-815.
- Bortnowska, G., Goluch, Z. (2018). Retention and release kinetics of aroma compounds from white sauces made with native waxy maize and potato starches: Effects of storage time and composition. *Food Hydrocoll*, 85, 51-60.
- Charles, M., Rosselin, V., Beck, L., Sauvageot, F., Guichard, E. (2000). Flavor Release from Salad Dressings: Sensory and Physicochemical Approaches in Relation with the Structure. *J Agric Food Chem*, 48, 1810-1816.
- Doi, T., Wang, M., McClements, D.J. (2019). Emulsion-based control of flavor release profiles: Impact of oil droplet characteristics on garlic aroma release during simulated cooking. *Food Res Int*, 116, 1-11.
- Durán-Lara, E.F., López-Cortés, X.A., Castro, R.I., Avila-Salas, F., González-Nilo, F.D., Laurie, V.F., Santos, L.S. (2015). Experimental and theoretical binding affinity between polyvinylpyrrolidone and selected phenolic compounds from food matrices. *Food Chem*, 168, 464-470.
- Eker, T., Cabaroğlu, T. (2018). Gıdaların tüketilmesi sırasında retronazal yolla aroma salınımının belirlenmesi. *GIDA* 43 (1): 64-77, doi: 10.15237/gida.GD17066.
- Esteban-Fernández, A., Muñoz-González, C., Jiménez-Girón, A., Pérez-Jiménez, M., Pozo-Bayón, M.A. (2018). Aroma release in the oral cavity after wine intake is influenced by wine matrix composition. *Food Chem*, 243, 125-133.
- Genovese, A., Caporaso, N., Villani, V., Paduano, A., Sacchi, R. (2015a). Olive oil phenolics compounds affect the release of aroma compounds. *Food Chem*, 181, 284-294.
- Genovese, A., Caporaso, N., Luca, L., Paduano, A., Sacchi, R. (2015b). Influence of olive oil phenolic compounds on headspace aroma release by interaction with whey proteins. *J Agric Food Chem*, 63, 3838-3850.
- Genovese, A., Yang, Ni, Linforth, R., Sacchi, R., Fisk, I. (2018). The role of phenolic compounds on olive oil aroma release. *Food Res Int*, 112, 319-327.
- Guo, J., Yue, T., Yuan, Y. (2019). Impact of polyphenols on the headspace concentration of aroma compounds in apple cider. *J Sci Food Agric*, 99: 1635-1642.
- Güneşer, O., Karagül Yüceer, Y. (2010). Gıdalarda aroma maddelerinin belirlenmesinde gaz kromatografisi-olfaktometri (GCO) tekniklerinin kullanılması. *GIDA* 35 (5): 371-378.
- Hofmann, T., Czerny, M., Calligaris, S., Schieberle, P. (2001). Model Studies on the Influence of Coffee Melanoidins on Flavor Volatiles of Coffee Beverages. *J Agric Food Chem*, 49, 2382-2386.
- Hyvönen, L., Linna, M., Tuorila, H., Dijksterhuis, G. (2003). Perception of Melting and Flavor Release of Ice Cream Containing Different Types and Contents of Fat. *J Dairy Sci*, 86:1130-1138.
- Jedlińska, A., Samborska, K., Janiszewska-Turak, E., Witrowa-Rajchert, D., Seuvre, A.M., Voilley, A. (2018). Physicochemical properties of vanilla and raspberry aromas microencapsulated in the industrial conditions by spray drying. *J Food Process Eng*, 41:e12872.

- Jeleń, H., Gracka, A. (2016). Characterization of aroma compounds: structure, physico-chemical and sensory properties: *From Food to Perception*, Guichard, E., Salles, C., Morzel, M., Le Bon, A.M. (Editors), Chapter 6, John Wiley & Sons Ltd, the UK, pp. 126–153.
- Kesen, S., Selli, S. (2012). Zeytinyağı Aroma Maddeleri Ekstraksiyonunda Kullanılacak Çözgenin Temsili Testlerle Belirlenmesi. *Zeytin Bilimi*, 3 (2): 99-106.
- Kesen, S., Selli, S., Kelebek, H., Cabaroğlu, T., Şen, K., Ulaş, M. (2014). Adana İli Gemlik ve Barnea Zeytinyağlarının Aroma Maddelerinin Kıyaslanması. *GIDA* 39 (2): 103-110, doi: 10.5505/gida.30502.
- Keser, D., Guclu, G., Kelebek, H., Keskin, M., Soysal, Y., Sekerli, Y.E., Arslan, A., Selli, S. (2020). Characterization of aroma and phenolic composition of carrot (*Daucus carota* 'Nantes') powders obtained from intermittent microwave drying using GC-MS and LC-MS/MS. *Food Bioproduct Process*, 119, 350–359.
- Kim, M.J., Ju, H.K., Kim, Y., Yoo, S.H., Kim, Y.S. (2016). Effects of amidation and/or methylesterification of pectin on aroma release at different calcium concentration. *Food Hydrocoll*, 52, 343-349.
- Lee, L.W., Liu, X., Elsa Wong, W.S., Liu, S.Q. (2017). Effects of sucrose monopalmitate (P90), Tween 80 and modified starch on coffee aroma retention and release in coffee oil-based emulsions. *Food Hydrocoll*, 66, 128-135.
- Lorrain, B., Tempere, S., Iturmendi, N., Moine, V., Revel, G., Teissedre, P.L. (2013). Influence of phenolic compounds on the sensorial perception and volatility of red wine esters in model solution: An insight at the molecular level. *Food Chem*, 140, 76–82.
- Ma, R., Tian, Y., Zhang, H. Cai, C., Chen, L., Jin, Z. (2019). Interactions between rice amylose and aroma compounds and their effect on rice fragrance release. *Food Chem*, 289, 603–608.
- Maarse, H.(ed.) (1991). *Volatile Compounds in Foods and Beverages*. Marcel Dekker, Inc., the USA, 737 p.
- Miettinen, S.M., Tuorila, H., Piironen, V., Vehkalahti, K., Hyvönen, L. (2002). Effect of Emulsion Characteristics on the Release of Aroma As Detected by Sensory Evaluation, Static Headspace Gas Chromatography, and Electronic Nose. *J Agric Food Chem*, 50, 4232-4239.
- Muñoz-González, C., Feron, G., Brulé, M., Canon, F. (2018). Understanding the release and metabolism of aroma compounds using micro-volume saliva samples by ex vivo approaches. *Food Chem*, 240, 275–285.
- Paravisini, L., Guichard, E. (2016). Interactions between aroma compounds and food matrix: *Flavour: From Food to Perception*, Guichard, E., Salles, C., Morzel, M., Le Bon, A.M. (editors), Chapter 9, John Wiley & Sons Ltd, the UK, pp. 208–234.
- Perez-Jiménez, M., Chaya, C., Pozo-Bayón, M.A. (2019). Individual differences and effect of phenolic compounds in the immediate and prolonged in-mouth aroma release and retronasal aroma intensity during wine tasting. *Food Chem*, 285, 147–155.
- Piombino, P., Moio, L., Genovese, A. (2019). Orthonasal vs. retronasal: Studying how volatiles' hydrophobicity and matrix composition modulate the release of wine odorants in simulated conditions. *Food Res Int*, 116, 548–558.
- Ployon, S., Morzel, M., Canon, F. (2017). The role of saliva in aroma release and perception. *Food Chem*, 226, 212–220.
- Rayne, S., Forest, K. (2016). pH dependent partitioning behaviour of food and beverage aroma compounds between air-aqueous and organic-aqueous matrices. *Flavour Fragr J*, 31, 228–234.
- Reineccius, G. (2005). *Flavor Chemistry and Technology*. 2nd Edition, CRC Press, Boca Raton, the USA, 250 p.
- Rodríguez-Bencomo, J.J., Muñoz-González, C., Andújar-Ortiz, I., Martín-Álvarez, P.J., Moreno-Arribas, M.V., Pozo-Bayón, M.A. (2011). Assessment of the effect of the non-volatile wine matrix on the volatility of typical wine aroma compounds by headspace solid phase

- microextraction/gas chromatography analysis. *J Sci Food Agric*, 91: 2484–2494.
- Saifullah, M., Shishir, M.R.I., Ferdowsi, R., Rahman, M.R.T., Vuong, Q.V. (2019). Micro and nano encapsulation, retention and controlled release of flavor and aroma compounds: A critical review. *Trends Food Sci Technol*, 86, 230–251.
- Sánchez-López, J.A., Ziere, A., Martins, S.I.F.S., Zimmermann, R., Yeretzyan, C. (2016). Persistence of aroma volatiles in the oral and nasal cavities: real-time monitoring of decay rate in air exhaled through the nose and mouth. *J Breath Res*, 10 036005.
- Selli, S., Uçkun, O. (2012). Kayseri İli Çiçek Balının Aroma Maddeleri Bileşimi. *GIDA* 37 (3): 157-164.
- Seuvre, A.M., Espinosa Díaz, M. A., Voilley, A. (2000). Influence of the food matrix structure on the retention of aroma compounds. *J Agric Food Chem*, 48, 4296-4300.
- Seuvre, A.M., Voilley, A. (2017). Physico-Chemical Interactions in the Flavor-Release Process. In: *Springer Handbook of Odor*, Buettner, A. (Ed.), Springer International Publishing, Switzerland, pp. 273-295.
- Sgorbini, B., Cagliero, C., Liberto, E., Rubiolo, P., Bicchi, C., Cordero, C. (2019). Strategies for Accurate Quantitation of Volatiles from Foods and Plant-Origin Materials: A Challenging Task. *J Agric Food Chem*, 67, 1619–1630.
- Sonmezdag, A.S., Kelebek, H., Selli, S. (2018). Characterization of bioactive and volatile profiles of thyme (*Thymus vulgaris* L.) teas as affected by infusion times. *J Food Meas Charact*, 12, 2570–2580.
- Steen, I., Waehrens, S.S., Petersen, M.A., Münchow, M., Bredie, W.L.P. (2017). Influence of serving temperature on flavour perception and release of Bourbon Caturra coffee. *Food Chem*, 219, 61–68.
- Tamaru, S., Igura, N., Shimoda, M. (2018). Effectiveness of water-air and octanol-air partition coefficients to predict lipophilic flavor release behavior from O/W emulsions. *Food Chem*, 239, 712–717.
- Tarrega, A., Yven, C., Semon, E., Mielle, P., Salles, C. (2019). Effect of Oral Physiology Parameters on In-Mouth Aroma Compound Release Using Lipoprotein Matrices: An In Vitro Approach. *Foods*, 8, 106.
- Tavel, L., Moreau, C., Bouhallab, S., Li-Chan, E.C.Y., Guichard, E. (2010). Interactions between aroma compounds and beta-lactoglobulin in the heat-induced molten globule state. *Food Chem*, 119(4): 1550–1556.
- Tromelin, A., Merabtine, Y., Andriot, I., Lubbers, S., Guichard, E. (2010). Retention–release equilibrium of aroma compounds in polysaccharide gels: study by quantitative structure–activity/property relationships approach. *Flavour Fragr J*, 25, 431–442.
- Tsitlakidou, P., Loey, A.V., Methven, L., Elmore, J.S. (2019). Effect of sugar reduction on flavour release and sensory perception in an orange juice soft drink model. *Food Chem*, 284, 125–132.
- Wang, K., Arntfield, S.D. (2015). Effect of salts and pH on selected ketone flavours binding to salt-extracted pea proteins: The role of non-covalent forces. *Food Res Int*, 77, 1–9.
- Wang, K., Arntfield, S.D. (2016). Probing the molecular forces involved in binding of selected volatile flavour compounds to salt-extracted pea proteins. *Food Chem*, 211, 235-242.
- Wang, K., Arntfield, S.D. (2017). Effect of protein-flavour binding on flavour delivery and protein functional properties: A special emphasis on plant-based proteins. *Flavour Fragr J*, 32, 92–101.
- Van Ruth, S., King, C., Giannouli C. (2002). Influence of lipid fraction, emulsifier fraction, and mean particle diameter of oil-in-water emulsions on the release of 20 aroma compounds, *J Agric Food Chem*, 50, 2365–2371.
- Viry, O., Boom, R., Avison, S., Pascu, M., Bodnár, I. (2018). A predictive model for flavor partitioning and protein-flavor interactions in fat-free dairy protein solutions. *Food Res Int*, 109, 52–58.
- Xu, J., He, Z., Zeng, M., Li, B., Qin, F., Wang, L., Wua, S., Chen, J. (2017). Effect of xanthan gum

on the release of strawberry flavor in formulated soy beverage. *Food Chem*, 228, 595–601.

Yang, Z.Y., Fan, Y.G. Xu, M., Ren, J.N., Liu, Y.L., Zhang, L.L., Li, J.J., Zhang, Y., Dong, M., Fan, G. (2017). Effects of xanthan and sugar on the release of aroma compounds in model solution. *Flavour Fragr J*, 32, 112–118.

Yaparel, C., Elmacı, Y. (2016). Tat-koku interaksyonları. *Akademik Gıda*, 14(2) : 218-224.

Yılmaz, E., İşleten, M. (2004). Gıda matrislerinden aroma maddeleri salınımının fiziksel esasları. *Gıda Mühendisliği Dergisi*, 18: 25-29.



GIDA ATIKLARINDAN AKTİF KARBON ÜRETİMİ VE AKTİF KARBONUN GIDA ENDÜSTRİSİNDE UYGULAMALARI

Eda Ülkeryıldız Balçık¹, Mehmet Torun², Hilal Şahin Nadeem^{1*}

¹Adnan Menderes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Aydın, Türkiye

²Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya, Türkiye

Geliş / Received: 10.08.2019; Kabul / Accepted: 09.12.2019; Online baskı / Published online: 17.02.2020

Ülkeryıldız Balçık, E., Torun, M., Şahin Nadeem, H. (2020). Gıda atıklarından aktif karbon üretimi ve aktif karbonun gıda endüstrisinde uygulamaları. *GIDA* (2020) 45 (2): 217-229 doi: 10.15237/gida.GD19127

Ülkeryıldız Balçık, E., Torun, M., Şahin Nadeem, H. (2020). Production of active carbon from food wastes and the applications of active carbon in food industry. *GIDA* (2020) 45 (2): 217-229 doi: 10.15237/gida.GD19127

ÖZ

Aktif karbonlar, yüksek gözenek hacimleri (0,5-1,5 cm³/g) ve geniş yüzey alanları (500-2000 m²/g) ile hem fiziksel hem de kimyasal olarak mükemmel adsorban malzemeler olarak tanımlanmaktadır. Aktif karbonlar ayırma, saflaştırma, uzaklaştırma ve geri kazanım süreçlerinde, tıp, çevre, kimya, enerji, metalurji, tekstil ve gıda gibi alanlarda kullanılmaktadır. Aktif karbonların, karbon içeriği yüksek, inorganik madde içeriği düşük çeşitli biyokütle atıklarından üretilebilmesi ve rejenerasyonla tekrar kullanılabilmesi avantaj sağlamaktadır. Gıda endüstrisinde aktif karbon; içecek endüstrisinde renk, koku ve tat düzenleyici, şeker-şurup endüstrisinde renk ağartıcı, klimakterik meyve ve sebzelerde raf ömrü kontrolü, organik madde adsorplama veya besinsel olmayan toksik madde uzaklaştırma, kızartma yağı ve içme suyu arıtımı gibi uygulamalarda kullanılmaktadır. Aktif karbonların gıda endüstrisindeki güncel uygulamaları ise; aerobik sindirim prosesleri, modifiye atmosfer uygulamaları, saflaştırma, yeni nesil antimikrobiyal ajan üretimi, uçucu organik bileşen uzaklaştırma ve aroma geri kazanımı çalışmalarıdır. Ayrıca, yüksek verimli ayırma ve saflaştırma için elektrokimyasal gıda sensörleri ve elektromanyetik aktif karbonlar üretilmektedir.

Anahtar Kelimeler: aktif karbon, gıda atıkları, gıda endüstrisi, ayırma, saflaştırma

PRODUCTION OF ACTIVE CARBON FROM FOOD WASTES AND THE APPLICATIONS OF ACTIVE CARBON IN FOOD INDUSTRY

ABSTRACT

Activated carbon is an excellent physicochemical adsorbent with high porous volumes (0.5-1.5 cm³/g) and large surface areas (500-2000 m²/g). It has been used in medicine, environment, chemistry, energy, metallurgy, textile and food in separation, purification, removal and recovery processes. It can be produced from various biomass wastes with high carbon and low inorganic material content that is recyclable. In the food industry, it is used as color, odor and taste regulator in beverages, color bleaching in sugar-syrup, shelf-life control in climacteric fruits and vegetables, adsorption of organics or removal of non-nutrient toxic substances, treatments of frying oil and drinking water. Their novel applications in food industry include the aerobic digestion, modified atmospheres, purification, novel antimicrobial agent production, volatile organic component removal, aroma recovery studies, electrochemical food sensors and electromagnetic materials for the efficient separation and purification.

Key words: activated carbon, food waste, food industry, separation, purification

* Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author;

✉ hilal.nadeem@adu.edu.tr,

☎ (+90) 256 213 7503,

☎ (+90) 256 213 6686

Eda Ülkeryıldız Balçık; ORCID no: 0000-0003-1424-1043

Mehmet Torun; ORCID no: 0000-0002-6287-2993

Hilal Şahin Nadeem; ORCID no: 0000-0003-2516-7846

GİRİŞ

Aktif karbon, karbon atomlarının hibritleşme ve bağ yapısı ile oluşturduğu, allotrop yapısına göre grafitik olmayan formda olup, yüksek karbon içeriğine sahip maddelerden aktivasyon prosesi ile elde edilen, gelişmiş gözenek yapısı ve geniş yüzey alanı ile adsorpsiyon uygulamalarında iyi bir adsorban malzeme olarak kullanılan amorf yapılı bir maddedir (Akyıldız, 2007; Dermanlı, 2006; Menderez-Diaz vd., 2006). Aktif karbonların yüzeyi altıgen olarak bağlanmış karbon atomları içeren mikrokristalinlerin oluşturduğu düzlemlerden oluşmaktadır. Kristalinlerin düzenli karbon bağları aktivasyon işlemi sırasında bozulmakta ve bazı mikrokristalin yapılar uzaklaşmaktadır. Karbon mikrokristalitleri arasındaki boşluklar, grafitik düzlemlerin içine ve paraleline olan çatlaklar ile gözenekli yapı oluşturmaktadır. Gözenek çapı IUPAC (Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği) tarafından 2 nm'den küçük mikrogözenek, 2-50 nm arasında mezogözenek ve 50 nm'den büyük makro gözenek olmak üzere üç gruba ayrılmaktadır (Menderez-Diaz vd., 2006). Uygulamada, yüksek oranda gaz ve buhar adsorpsiyonu için mikro gözenekler tercih edilirken, çözelti ve sıvı adsorpsiyonu için mezo ve makro gözenekler tercih edilmektedir. Yapısındaki gözeneklerle adsorplanacak molekül büyüklüğünün elverişine göre düşük sıcaklıklarda ve hızlı bir difüzyon ile fiziksel adsorpsiyon gerçekleşirken, yüksek yüzey reaktivitesi sayesinde moleküllerin kendi iç kısımlarına çekilmesi ve bağlanması kimyasal adsorpsiyon ile gerçekleşmektedir. Fiziksel adsorpsiyonda gözenekli yapı içindeki karbona güçlü fiziksel bağlar (Van der Waals ve London kuvvetleri) etkinken, kimyasal adsorpsiyonda yüzey fonksiyonel gruplarına göre daha güçlü kimyasal bağlar etkindir (Türkmen, 2015). Aktif karbonların yüzey kimyası, oksijen fonksiyonelliğini oluşturmak için farklı maddelerle oksidasyon yoluyla ısı ile aktive edilmektedir. Karbon yüzeyinde bulunabilecek oksijen içeren önemli yüzey grupları; karboksilik gruplar, fenolik hidroksil gruplar, quinon tipi karbonil gruplar, normal laktonlar, floressenitip laktonlar, karboksilik asit anhidritler, siklik peroksitlerdir (Menderez-Diaz vd., 2006; Akyıldız, 2007).

İşlevsel grupların aktif karbonların adsorpsiyon kapasitesinde etkili olan parametreleri; yüzey yükünü değiştirmeleri, hidrofilik-hidrofobik yapıları ve asidik-bazik karakterlerini etkilemesidir (Menderez-Diaz vd., 2006). Aktif karbonların kalitesini belirleyen en belirgin özellikleri adsorpsiyon kapasitesidir. Adsorpsiyon kapasitesi parametreleri; adsorban hammaddesinin kimyasal ve fiziksel özellikleri, adsorbanın çözünürlüğü, sıcaklık ve pH'dır (Anonymous, 2002; Türkmen, 2015). Adsorpsiyon testlerinde yüzey alanı, adsorban olarak Azot (N₂) veya karbondioksit (CO₂) gazı kullanılarak BET (Brunauer–Emet–Teller) yöntemi ile m²/g cinsinden belirlenirken, adsorpsiyon kapasitesi iyot adsorpsiyonu, metilen mavisi adsorpsiyonu veya fenol adsorpsiyonu testleri ile belirlenmektedir (Dermanlı, 2006; Akyıldız, 2007).

Aktif karbonların kalitesi ve özellikleri belirlenirken sadece yüzey karakteristiklerine bakarak sınıflandırma yapmak yeterli değildir. Kullanım alanına göre adsorplanan molekülün büyüklüğü değiştiğinde yüzey alanı da değişmektedir. Ayrıca karbonizasyon ve aktivasyon şartlarına göre aktif karbonun gözenek boyut dağılımı, şekli ve hacmi değişim göstermektedir (Türkmen, 2015). Fiziksel olarak aktif karbonlar: toz aktif karbon (0,15- 0,25 mm'den daha küçük partiküllü), granüler aktif karbon (1-5 mm arasında partiküllü), pellet aktif karbon (basınçla sıkıştırılmış silindirik 0,8–5 mm partiküllü), küresel aktif karbon (petrol kaynaklı 0,35–0,80 mm küresel partiküllü) ve aktif karbon fiberleri (sentetik liflerden ısı ile karbonize olmuş ve termal aktivasyon ile üretilmiş) şeklinde beş grupta sınıflandırılmaktadır (Menderez-Diaz vd., 2006; Akyıldız, 2007; Türkmen, 2015)

Aktif Karbon Üretimi

Aktif karbon üretiminde yüksek karbon (% 40-80) ve düşük inorganik madde içeriğine sahip hammaddeler yıkama, arıtma ve öğütme gibi çeşitli ön işlemlerden geçirilmektedir (Ozmaç, 2010). Ön işlem sonrası oksijensiz ortamda 500-950 °C'de termal karbonizasyon (piroliz) uygulanmaktadır (Menderez-Diaz vd., 2006). Bu aşamada, organik maddeden nem ve uçucu maddeler uzaklaşarak yapının karbon oranı

artmakta, yüksek ısı ile çapraz bağlar bağlanarak, gözenekli sert doku oluşmaktadır (Akyıldız, 2007). Karbonizasyon sonrasında yine yüksek ısı altında aktivasyon işlemi uygulanmaktadır. Uygulanan aktivasyon işlemi üretilecek aktif karbonun uygulama alanına göre kimyasal özelliklerini değiştireceğinden, fiziksel aktivasyon ve kimyasal aktivasyon olarak iki farklı yöntem uygulanabilmektedir (Ozmaç, 2010). Fiziksel aktivasyonda genellikle su buharı veya CO₂ gibi oksitleyici ajanla aktivasyon gerçekleştirilirken, kimyasal aktivasyonda; ZnCl₂, H₃PO₄, AlCl₃, MgCl₂, KOH, NaOH gibi kimyasal aktifleştirici ajanlar kullanılarak, hammaddenin belirli sıcaklıklarda bozundurulması sağlanmaktadır (Menderez-Diaz vd., 2006; Akyıldız, 2007; Ozmaç, 2010; Türkmen, 2015). Aktivasyon aşamasında karbonun yanma reaksiyonu sonucu ortaya çıkan uçucu maddeler oksijenle birleşerek ortamdaki uzaklaşmakta, böylece gözenek hacmi ve yüzey alanı artmaktadır (Dermanlı, 2006). Aktivasyon sonrası kimyasal madde kullanımına bağlı safsızlıkların giderimi için genellikle deiyonize su ile yıkama ve ardından kurutma işlemi uygulanmaktadır. Üretilen aktif karbonlar uygulama alanına göre öğütülüp basınç altında şekil verilmektedir (Menderez-Diaz vd., 2006).

Aktif Karbonların Rejenerasyonu

Çeşitli uygulamalarla organik ve inorganik bileşikler, toksik metal iyonları, ağır metaller, boya, pestisit ve ilaç gibi kontaminantlarla doygunluğa erişen aktif karbonların tekrar kullanılabilmesi ve adsorplanan maddenin konsantrasyonunu düşürmek için rejenerasyon yöntemleri uygulanmaktadır. Bu yöntemlerin en yaygın olanları: buhar rejenerasyon, termal rejenerasyon, kimyasal rejenerasyon, sulu oksidasyon rejenerasyon, biyo-rejenerasyon, elektrokimyasal rejenerasyon, hidrotermal uygulama ve mikrodalga ile rejenerasyondur (Gamal vd., 2018). Buhar rejenerasyonunda, buhar sayesinde kontaminantların hızlı desorpsiyonu ve adsorbat uzaklaştırılması sağlanmaktadır (Gamal vd., 2018). Termal rejenerasyon tambur fırınlar, akışkan yataklı veya sabit fırınlar sayesinde 105 °C'de kurutulan yoğun reaktif kontaminantların, inert atmosfer altında oksitleyici bir gaz (su buharı veya CO₂) ile pirolizini ve organik kirleticilerin

gazlaştırılmasını içermektedir. Termal oksidasyon aktif karbonun adsorpsiyon kapasitesini ve mekanik gücünü de yıpratmaktadır. Kimyasal rejenerasyonda belirli asidik ve alkali kimyasal reaktifler adsorbanları reaktifliklerine göre çözmek veya ayrıştırmak için kullanılmaktadır. Kimyasal rejenerasyon tipik olarak sıfır karbon yıpranmasına yol açmakta ve adsorpsiyon kapasitesinin geri kazanımını sağlamaktadır. Sulu oksidasyon rejenerasyonda toksik kirleticiler daha az toksik türler oluşturmak için sulu ortamlarda ayrıştırılmaktadır (Gamal vd., 2018). Elektrokimyasal rejenerasyonda yüksek sıcaklıklara çıkılmadan ve herhangi bir kimyasal ilavesi olmadan adsorbe edilen organik kirletici maddeler yerinde kırılırken, karbonun yapısal bütünlüğü ve özellikleri etkilenmemektedir. İşlemden önce uygulanan elektrik alanı, daha sonra elektrotların yüzeyine adsorbe olan kutuplu iyonları ve molekülleri elektrolitten uzaklaştırmaktadır. Anottaki elektrokimyasal oksidasyon kirleticileri karbondioksit ve suya dönüştürmektedir. Elektrolitik rejenerasyon organik maddelerin, boyaların ve çözünmüş ilaçların aktif karbondan desorpsiyonu için uygulanan yöntemdir (Alvarez-Pugliese vd., 2019). Biyo-rejenerasyonda karbonun kapasitesini ve yüzeyini yenilemek için mikroorganizmalar kullanılmakta olup, fenolik organikler ve organik maddelerin desorpsiyonu için yaygın olarak uygulanmaktadır. Biyo-rejenerasyon kirletici biyo-bozunurluğu, kirletici-karbon etkileşiminin gücü ve aktif karbon proses konfigürasyonunun fiziko-kimyasal özellikleri gibi faktörlere bağlıdır. Aktif karbonun biyo-rejenerasyon ile desorpsiyon mekanizmaları konsantrasyon gradyanı, ekzoenzim reaksiyonları, çözünmüş oksijen konsantrasyonu, mikroorganizma tipi, substrat-karbon temas süresi gibi parametrelere bağlıdır (Gamal vd., 2018). Hidrotermal uygulama ise ilaç ve pestisit gibi organik kirleticilerin uzaklaştırılması ve ekstraksiyonları için uygun olan bir yöntemdir (Sühnholz vd., 2018). Mikrodalga rejenerasyonunda kullanılmış aktif karbonların mikrodalgalara (MW) maruz kalması ile termal olarak aktifleşen reaksiyon mekanizmaları desorpsiyon sağlamaktadır. Özellikle fenolik bileşiklerin desorpsiyonunda uygulanan mikrodalga rejenerasyonu geleneksel rejenerasyon

işlemlerine göre daha az enerji gerektirmekte ve harcanan karbonun adsorpsiyon kapasitesi açısından daha güvenli ve hızlı kazanım sağlanmaktadır (Yağmur, 2017).

Gıda Atıklarından Aktif Karbon Üretimi

Karbon içeriği yüksek, inorganik madde içeriği düşük, yüksek yoğunluklu, mekanik direnci yüksek, yeterli uçucu madde içeren maddelerden aktif karbon üretmek mümkündür (Ozmaç, 2010). Tipik bir aktif karbon %80-95 C, %0.5 H, %0.5 N, %1 S, %6-7 O ve uçucu kül içermektedir

(Türkmen, 2015). Ancak kullanım alanına göre aktif karbonun istenen özellikleri değişeceğinden, elde edilecek olan son ürün özellikleri seçilecek olan hammaddeye bağlıdır. Yaygın olarak kullanılan hammaddeler gıda atık kökenli olup, odun, biyokütle atıkları, zirai atıklar, gıda sert çekirdekleri ve kabukları, gıda endüstrisi atıkları, kömür, linyit, turba gibi kolay bulunabilen ve düşük maliyetli atıklardır (Ozmaç, 2010). Gıda kökenli üretilen aktif karbonlar ve kullanım alanları Çizelge 1’de görülmektedir.

Çizelge 1. Gıda atıklarından üretilen aktif karbonların endüstriyel uygulama alanları

Köken	Aktivasyon Ajanı	Karbonizasyon sıcaklığı (°C)	Fiziksel Form	Yüzey Alanı (BET) m ² /g	Adsorpsiyon Kapasitesi mg/g	Uygulama alanları	Kaynak
Zeytin çekirdeği	H ₃ PO ₄ (fosforik asit)	200-700	Toz	1133	-	-Çözücü geri kazanımı -Endüstriyel koku giderme	Akyıldız (2007).
Muz gövdesi atıkları	H ₃ PO ₄ (fosforik asit)	845	Toz	1173,16	166,51 -199,87	Sentetik boyadan metilen mavisi giderimi	Danish vd., (2018).
Nişasta	Na ₂ CO ₃	300-400	Toz	161	66,2- 36,65	Hızlı pestisit adsorpsiyonu	Suo vd., (2019).
Meyve atıkları	ZnCl ₂ ve H ₂ SO ₄	450	Toz	600	194,7	Zn adsorpsiyonu	Türkmen (2015).
Kestane kabuğu	İnert N ₂	900	Lif	280,42	333,3	Metilen mavisi giderimi	İzkeçeli (2010).
Kiraz çekirdeği	K ₂ CO ₃ (Potasyum Karbonat)	850	Granül	-	87,72	- Sulu çözümlerden boyar madde (metilen mavisi) giderimi - Atık su arıtımı	Gerçel (2015).
Çay atıkları	H ₃ PO ₄ (fosforik asit) K ₂ CO ₃ (Potasyum Karbonat)	450	Toz	558-701	270-84	Metilen mavisi ve fenol adsorpsiyonu	Ozmaç (2010).
Balık atıkları	İnert N ₂	350-800	Toz	125-401	112- 421	İyot adsorpsiyonu atık geri dönüşümü	Fadhil (2017).
Mısır koçanı	H ₂ O ₂ (Hidrojen Peroksit)	450	Toz	500-1500	60	Endüstriyel atıklardan Ağır metal adsorpsiyonu	Christica,v d., (2018).

Aktif Karbonun Gıda Endüstrisinde Kullanım Alanları

Gıda endüstrisinde uygulama alanı olarak iki tür aktif karbon mevcuttur: 1-Gıda katkı maddesi/ilaç olarak kullanılan ve oral olarak tüketilebilen medikal aktif karbon, 2-Saflaştırma ajanı olarak istenmeyen bileşikleri adsorblandıktan sonra ortamdaki uzaklaştırılan aktif karbon.

Oral olarak tüketilebilen aktif karbonların, gıdalara renk verme ve vücuttaki toksin maddeleri adsorplama amaçlı E153 kodlu gıda katkı maddesi olarak (CAS no: 7440-44-0), toz veya granül şeklinde ticari satışı mevcuttur. Gıda endüstrisinde direkt insan tüketimine izin verilen aktif karbonlar, doğal hammaddelerden ve üretim aşamalarında güçlü olarak saflaştırma uygulamalarından geçirilerek, steril olarak üretilmektedir. Üretilen aktif karbonun bazı saflık kriterlerini ve adsorpsiyon gücünü karşılaması gerekmektedir. Bu kriterler Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü (FAO) tarafından yayınlanan “Aktif Karbon Monografi”nda ve Avrupa Farmakopisindeki (European Pharmacopeia) medikal aktif karbon bildirisinde (FAO-JECFA) yayınlanmıştır (Anonymous, 2010).

Gıda endüstrisinde aktif karbon kullanımı 1794’de İngiltere’de şeker ağartma işlemi ile başlamıştır. Aktif karbonun türü, uygulama alanına göre değişmektedir. Şeker, şurup ve pekmez üretiminde istenmeyen, enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonu ürünleri olan melanin, melanoid, karamel ve heksoz alkali bozunma ürünlerinin neden olduğu koyu renklerinin uzaklaştırılması (ağartma işlemi) için aktif karbonun yüksek renk adsorplama özelliğinden yararlanılmaktadır (Ozsoy, 2010). Hurma şurubundan koyu renk uzaklaştırmak için kullanılan ağaç bazlı toz ticari aktif karbon ile 60 °C’de %95 renk adsorpsiyonu başarılmıştır (Nasehi vd., 2012). Pancar kökü pekmezinden istenmeyen renk uzaklaştırması çalışmasında TiO₂ tübüler seramik membran üzerine emdirilmiş yüksek saflıkta toz ticari aktif karbon üzerinden çapraz akışlı ultrafiltrasyon uygulaması ile 25 °C’de % 98 renk adsorpsiyonu sağlanmıştır (Bernal vd., 2016). Şeker pancarı küspesi bazlı

üretilen farklı özelliklerde (yüzey alanları, gözenek hacimleri, kütle yoğunlukları ve kül içeriği) aktif karbon kullanılarak şeker şurubu, melas ve iyot renk giderimi performansları incelenmiş, renk giderimi kapasitesinin fiziksel ve kimyasal özellikler ile yakından ilişkili olduğu görülmüştür (Mudoga vd., 2008).

İçme suyu arıtımında aktif karbon kullanımının, koku ve tat kontrolünde ekonomik ve verimli bir uygulama olarak kullanılabileceği bildirilmektedir. İçme suyunda bulunan siyanobakterilerin (örneğin, *Anabaena aphanizomenon*, *Lynghya microcystis*, *Oscillatoria*, *Phormidium*) ve aktinomisetlerin (örneğin, *Nocardia*, *Streptomyces*, *Actinomadura*, *Micromonospora*) ötrofik koşullar altındaki içme suyuna istenmeyen koku ve tat veren metabolitleri geosmin (toprak kokusu) ve 2-Metilizoborneol (küflü koku)’ün aktif karbon ile uzaklaştırılma çalışmaları mevcuttur (Srinivasan, 2011). Ticari granül aktif karbon başlıklı filtreler kullanılarak, 2-12 aylık içme suyu filtreleme işleminden sonra 2-MIB’nin ortalama %60’ının ve geosminin %80’inin sudan arıtılması başarılmıştır (Ridal vd., 2001). Kimyasal ve buhar aktivasyonları ile kömür ve ağaç bazlı granül aktif karbonların geosmin ve 2-MIB uzaklaştırma performanslarının karşılaştırıldığı bir diğer çalışmada kimyasal aktivasyonlu kömür bazlı, düşük kül içerikli aktif karbonun 5,5 mg/L miktarının 15 dk süresince % 85 geosmin, % 68 2-MIB adsorplama kapasitesinin olduğu görülmüştür (Cullum, 2007). Aktif karbon kullanılarak içme suyundan çeşitli mikroorganizmalar, klor ve yan ürünleri, organik kimyasallar (fenol, metilen klorür, trikloretilen, benzen, klorobenzenler, karbon tetraklorür, pikrik asit ve salisilik asit gibi) petrol ve yan ürünleri gibi uçucu organik kimyasalların uzaklaştırılması mümkündür (Lemley vd., 1995; Qadeer, 2002).

Şarap, sirke ve alkollü içecek endüstrisinde, fazla tanenin, istenmeyen renk, koku unsurlarının, tortu, bulanıklık oluşturan maddelerin uzaklaştırılması ve aroma izolasyonu amaçlı aktif karbonun kullanıldığı bazı çalışmalar mevcuttur (Lisanti vd., 2017). Şarapta bulunan mikrobiyal kökenli geosmin (toprak kokusu) ve 1-octen-3-

one (güçlü metalik mantar benzeri koku) gibi istenmeyen kokuların giderimi için aktif karbonlar ile çalışılmış, geosmin konsantrasyonu (40 g/hl aktif karbon) %92 oranında ve 1-okten-3-on konsantrasyonunu (40 g/hl aktif karbon) %73 oranında azaltılmıştır (Behr vd., 2013). *Aspergillus carbonarius* mantar türlerinin ürettiği mikotoksin olan okratoksin, farklı aktifleştirme ajanları ile aktive edilmiş aktif karbonlar sayesinde şaraptan %98'e kadar uzaklaştırılmıştır (Quintela vd., 2013). Alkollü içecek endüstrisinde özellikle bira ve şarap ürünlerinin fermantasyonu tamamlandıktan sonra, bekleme fiçilerinin mikro gözeneklerinde *Brettanomyces* gibi bozulmaya neden olan mayaların gelişimini inhibe etme, etilfenol oluşumunu destekleyen koşulları önleme ve *Brettanomyces* metabolitleri ile kontamine olmuş içeceklerden 4-etilfenol ve 4-ethylguaicol lezzetini azaltma amaçlı aktif karbonlar gıda katkı maddesi olarak kullanılmaktadır (Tubia vd., 2018). Beyaz ve pembe şarap sirkelerinde toz aktif karbon ile renk giderimi çalışmasında iyon değiştirici reçine ve aktif karbon karşılaştırılmıştır. Bu çalışmada iyon değiştirici reçine %69-72 renk adsorplama performansı gösterirken aktif karbon % 94-98 adsorplama performansı göstermiştir (Achaerandio vd., 2002).

Klimakterik meyve ve sebzelerde (muz, avokado, domates vb) olgunlaşma sürecini başlatan ve doğal olarak salgılanan etilen gazı, raf ömrünü uzatmak için aktif karbonlar ile kontrol edilebilmektedir. Pd destekli aktif karbon veya bromlaştırılmış kömür, etilen gazı süpürücü etkisi yönünden 0-1000 mg dozlarda avakadoya uygulanarak çalışılmış, aktif karbon eklenen ürünlerin renginde 12 °C'de 3 gün süresince önemli bir değişiklik olmadığı saptanmıştır (Smith vd., 2009; Dhall, 2013).

Gıdalardan besinsel olmayan maddelerin uzaklaştırılması, farmasötik ajanlar, bakteri ve toksin uzaklaştırılması gibi detoksifikasyon uygulamaları için de aktif karbonlar kullanılmaktadır. Ksilozun *Candida guilliermondii* mayası indirgenmesiyle gıda endüstrisinde tatlandırıcı olarak kullanılan ksilitol'e (5 karbonlu şeker alkolü) biyolojik dönüşümü için kullanılan konsantre pirinç samanı hemiselülozik

hidrolizatının detoksifikasyonunda aktif karbon kullanılmış olup, 40 g/g dozda hidrolizat/kömür oranı, asetik asit, terpen ve tanin gibi fenolik bileşiklerin %27'sinin inhibisyonu sağlamıştır (Mussatto, 2001). Gıdalarda yaygın olarak bulunabilen, diyare, hemorajik kolit, akut immün trombositopenik veba gibi hastalıklara yol açan *Escherichia coli* O157:H7 suşlarının ve toksin maddesi olan verotoksin 2'nin 5 mg ticari yenebilir aktif karbon yüzeyine bağlanma kapasitesi araştırılmıştır. Besiyeri ortamında 37°C'de 30 dk aktif karbonla yavaş karıştırma ile inkübasyonu sonucu bakteri sayısının $7,72 \pm 0,25 \times 10^6$ 'dan $3,63 \pm 0,36 \times 10^3$ 'a azaldığı ve verotoksin uzaklaştırılmasında aktif karbonun başarılı adsorbant özelliği gösterdiği görülmüştür (Naka vd., 2000).

Gıda endüstrisinde aktif karbonların bir diğer kullanım alanı ise saflaştırma ve geri kazanım prosesleridir. Fonksiyonel gıda maddesi olarak çeşitli içecekler, kurabiye ve yoğurt gibi gıdalarda yaygın bir şekilde kullanılan fruktooligosakkaritlerin (FOS) saflaştırılması, glukoz, fruktoz, sakkaroz ve fruktooligosakkarit içeren bir şeker karışımı içinden sabit yataklı kolonda aktif karbon kullanılarak %80 saflıkta %97,8 geri kazanımı başarılmıştır. Ticari aktif karbonlar ile 5 mg aktif karbon/100 ml şeker karışımı saflaştırılmasında, 120 dk sonra dengeye gelen çözeltide adsorbe edilen maksimum FOS miktarı 0,92 g FOS/g aktif karbon olarak belirlenmiştir (Nobre vd., 2012; Kuhn vd., 2010). Bitki hücre duvarlarında bol miktarda bulunan fenolik bir fitokimyasal olan ferulik asitin yüksek saflıkta elde edilmesi, şeker kamışı küspesinden ticari granül ve toz aktif karbon kullanılarak araştırılmış, adsorpsiyon kapasiteleri toz ve granül aktif karbon için sırasıyla 280 ve 210.5 mg/g olarak bulunmuştur (Ou vd., 2007). Turunçgil meyve atıklarından elde edilen pektin tozu ve *Aspergillus ibericus* mantarı kullanılarak elde edilen saf pektinaz enzimi nano gözenekli aktif karbon yüzeyine kaplanarak fonksiyonel hale getirilmiş ve dolgulu yatak reaktör içine doldurularak atık sudan %94 oranında pektin saflaştırılması işlemi başarılmıştır (Mahesh vd., 2016). Enzim saflaştırması gibi uygulamalarda da alternatif bir yol olarak aktif karbon kullanılmaktadır.

Thermomyces lanuginosus lipaz model enziminin yüksek gözenekli aktif karbon-silika kompozit malzemesi hazırlanarak hidrofobik aktif karbon yüzeyine güçlü bir şekilde arayüzey aktivasyonlu kovalent bağlanması incelenmiş, adsorpsiyon aktivitesi 8,6 U/g kuru malzeme ve kalan kovalent immobilizasyon 31 U/g kuru malzeme olarak bulunmuştur. Kovalent tutunma aktivitesi p-nitrofenil palmitat substratları kullanılarak 45 mg/g karbon materyali başına en yüksek lipaz aktivitesi 10 U/g kuru malzeme şeklinde bulunmuştur (Reichardt, vd. 2018). Aktif karbon kullanılarak, kızartma yağında benzo(a)piren gibi kanserojen polisiklik hidrokarbonları ve poliklorin bifenil gibi dioksin uzaklaştırma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla, aktif karbon yoğunluklu bentonit ve selit karışımı adsorbanlar kullanılarak, 36 saat kullanılmış kızartma yağı vakum altında filtrelenmiş ve aktif karbon sayesinde yağ rengi daha açık hale getirilmiştir. Serbest yağ asidi %44,3 ve peroksit değeri %50,2 oranında azalmıştır (Udomkun vd., 2018). Poliklorlu dibenzo-p-dioksinler, dibenzofuranlar (PCDD / F) ve dioksin benzeri poliklorin bifenil (PCB) kirleticileri ile kontamine olan morina balığı karaciğer yağında %0,5 aktif karbon kullanılarak %80 oranında PCB kirleticilerinin uzaklaştırılması başarılmıştır (Maes vd., 2005). Polisiklik hidrokarbonların (fenantren, antrasen, fluoren, piren, benzo(a)piren, krisen, benzo(b)fluoranten, benzo(k)fluornten, benzo(a)antrasen uzaklaştırılmasında %2 aktif karbon ilavesi sonucu topraktan %99, sulu ortamdan %95,6-100 uzaklaştırma verimi ile aktif karbon, kitosan, leonardit, silika gibi endüstriyel adsorbanlara kıyasla daha etkin bulunmuştur (Lamichhane vd., 2016).

Tarımsal ürünlerden ve içme suyundan pestisitlerin hızlı bir şekilde uzaklaştırılması için mezo-gözenekli veya granül aktif karbonlar kullanılmaktadır. Pestisitlerin aktif karbona adsorpsiyon afiniteleri; adsorbat hidrofobikliği, fonksiyonel grubun karakteri (polarite, iyonik yapı, fonksiyonel gruplar ve çözünürlük) ve moleküler yapıya bağlıdır. Elektrostatik ve Van der Waals kuvvetleri, H-bağlayıcı, dipol-dipol etkileşimleri, iyon değişimi, kovalent bağ aktif karbondaki organik bileşiklerin adsorpsiyonundan

sorumludur (Derylo-Marczewska vd., 2019). İçme suyundan her biri 0,5 mg/ml oranında bulunan Atrazine, Pymetrozine, Acetamidrid, Diuron, Thiacloprid, Imizalil, Pyraclostrobin, Difenconazole, Trifloxystrobin, Chlorantraniliprole gibi 11 farklı pestisit 10 ml'lik çözeltilerden 50 mg ticari aktif karbon kullanılarak %85-% 98 adsorplama kapasiteleri ile uzaklaştırılmıştır (Suo vd., 2019). Diazinon pestisitinin sudan uzaklaştırılmasında ceviz kabuğu bazlı aktif karbon kullanılarak, kesikli ve sabit yataklı adsorpsiyon sistemde çalışılmış ve 1-40 mg/L pestisit içeren çözeltilerden en yüksek seviyede uzaklaştırma için yatak kapasitesi 34,98 mg/g doz aktif karbon olarak belirlenmiştir (Bayat vd., 2018). Organofosfat insektisit olan Malathion'un içme suyundan granüler aktif karbon ile uzaklaştırılması çalışılmış ve pestisin konsantrasyon seviyesinin 1,75-1,80 µg/L'ye kadar düşürülmesi 909,1 mg/g dozda başarılmıştır (Jusoh vd., 2011).

Güncel Uygulamalar

Aktif karbonların gıda endüstrisi alanında yeni uygulama alanları; anaerobik sindirim proseslerinde uçucu yağ asitlerini tutma, amonyak azotu oranı kontrolü ile metan gazı üretim performansını artırma, gıda katkı maddelerini saflaştırma, modifiye atmosfer uygulamalarında CO₂ gazı kontrolü, yeni nesil antimikrobiyal ajan, uçucu organik bileşiklerin uzaklaştırılması, aroma bileşenleri geri kazanımı, aktif karbon elektrokimyasal sensörler (EDCL elektrot) ve elektromanyetik aktif karbonlarla verimli ayırma prosesleri şeklinde sıralanmaktadır.

Gıda atıklarından yenilenebilir enerji (biyoyakıt) üretiminde, anaerobik sindirim proseslerinde reaktörün uçucu yağ asitleri aşırı yüklenmesi ve yüksek protein içeriği ile mikroorganizmalar için toksik olan artan amonyak azotu proses verimini düşürmektedir, dolayısıyla bu bileşenlerin reaktör ortamından uzaklaştırılması için aktif karbon uygulamalarından yararlanılmaktadır (Capson-Tojo vd., 2018). Konuyla ilgili olarak ayrıca, anaerobik sindirim ürünü sıvı fazının renk giderimi, mikroorganizma etkinliği ve metan gazı üretim verimi aktif karbonlar ile arttırılmıştır (Farooq vd., 2017). Ardışık seri reaktörlerin

anaerobik sindirim performansına (uçucu yağ asidi tüketimine) yardımcı olarak granül aktif karbon ile Co, Mo, Ni ve Fe gibi iz elementlerin birlikte kullanımı, biyokütle uyumunu, asetik asit tüketimini ve metan üretimini arttırmıştır (Capson-Tojo vd., 2018).

Gıda endüstrisinde monosodyum glutamat (MSG), glutamik asit ve hidrolize edilmiş bitkisel proteinler (HVP'ler) gibi yaygın şekilde kullanılan katkı maddelerinin saflaştırma çalışmalarında da aktif karbon kullanılmaktadır (Kobayashi vd., 2018; Wang vd., 2017). Yüksek mikro gözeneklere sahip toz aktif karbon gıda muhafazasında modifiye atmosfer uygulamalarında kullanılmaktadır. Yerel bir hurmanın (*Phoenix dactylifera*) tohumlarından elde edilen aktif karbon ile en yüksek CO₂ adsorplama kapasitesi 20 °C'de 141,14 mg CO₂ /g aktif karbon olarak bulunmuştur (Ogungbenro vd.,2018).

Biyolojik atıktan aktif karbon nanopartikülleri ile herhangi bir yan etkisi olmadan patojen kaynaklı hastalıkları etkin bir şekilde yok edebilen yeni nesil antimikrobiyal ajanlar üretilmektedir. Aktif karbon nanopartikülü, gram negatif mikroorganizmalar ve karbon yüzeyi arasında elektrostatik itme kurarak mikroorganizmayı uzaklaştırabilme oranını arttırmaktadır. Mikroorganizma, güçlü Vander Waals kuvvetleri vasıtasıyla karbon partiküllerine yapışır, mikroorganizma gram pozitif ise, o zaman karbon yüzeyindeki pozitif yükün modifikasyonu yapılabilir. Hindistan cevizi kabuğu (876,2 m²/g yüzey alanı) ve şeker kamışı küspesi aktif karbon nanopartiküllerinin *Escherichia coli* 'ye (107 CFU/mL) karşı 1-6 saat temas süresi ile tam hücre ölümü, pirinç kabuğu küspesi aktif karbon nanopartiküllerinin (pH:7 ve oda sıcaklığında) *Bacillus species*'e (3,2x10⁷ CFU/mL) karşı, hurma tohumlarından elde edilen aktif karbon nanopartiküllerin *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis* ve *Candida albicans* mikroorganizmalarına karşı yüksek antimikrobiyal etkinlik gösterdiği bildirilmektedir (Lakshmi vd., 2018).

Gıda proseslerinde atık maddelerle birlikte kaybedilen bazı bileşiklerin ve minerallerin (Pb, Cu gibi) geri kazanımı da aktif karbon kullanılarak gerçekleştirilebilmektedir. Süt proteinleri ile kaplanmış aktif karbon (10-70 g/L dozda 20-40 °C) ile zeytin karasuyundan polifenollerin (gallik asit, hidroksitirosol, 3,4 dihidroksibenzoik asit, tirosol, kafeik asit, kumarik asit) hızlı geri kazanımının, geleneksel ekstraksiyon yöntemine göre %80 daha verimli olduğu bildirilmektedir (Yangui, 2018).

Gıda üretim aşamalarında, fermentasyon, pişirme, buharlaştırıcı yoğuşma, ısıtma, kurutma işlemlerinde salınan hidrokarbonlar, halkalı yapılar, aromatikler, genellikle gıdalarda kötü koku-tat oluşturan, toksik, mutajenik ve karsinojenik etki gösteren uçucu organik bileşiklerdir. Ayrıca temizlik, dezenfeksiyon adımlarında da klorlu bileşikler ve diğer H₂S, NO_x gibi kirlilik yaratan gazların ortamdaki uzaklaştırılmaları gerekmektedir. Uçucu organik bileşiklerin ortamdaki uzaklaştırılması için aktif karbonlar daha ekonomik ve tekrar kullanılabilir adsorbanlardır (Olgun vd., 2017). Gaz kromatografisi cihazlarının uçucu bileşikleri ayırmadaki temel çalışma prensipleri de aktif karbonlar yardımıyla gerçekleşmektedir (Diaz vd., 2005). Gıda üretim sektörlerinde; fırınlama, bitkisel yağ çıkarma, katı yağ işleme, kahve üretimi, şeker pancarı işleme, bira, şarap ve alkol üretimi gibi proseslerde oluşan, metil etil keton, etanol, amonyak, H₂S ve dimetil sülfid gibi uçucu organik bileşiklerin ortamdaki uzaklaştırılmasında 10-10000 ppm aralığında aktif karbon kullanılmaktadır (Preis vd., 2013).

Gıdalarda antioksidan etki, renk ve tat gibi özelliklerden sorumlu olan doğal polifenolik bileşiklerin saflaştırılması ve geri kazanımında, yüksek seçicilik, yenilenebilirlik ve uygun maliyeti ile aktif karbon adsorpsiyonu uygulanmaktadır. Yapılan bir çalışmada, kafeik asit, kateşol, gallik asit, p-hidroksibenzoik asit, lignin, limonin, melanoidin, tannik asit, tannin, tirosol, vanilik asit, vanilin gibi bazı saf fenolik bileşikler 0,39-1971 mg/g adsorpsiyon kapasitede geri kazanılabilmektedir (Soto vd., 2011). Diğer bir çalışmada ise hindistan cevizi kabuğu hammaddeli

aktif karbon kullanılarak kahve aroma bileşiği olan benzaldehitin yüksek oranda geri kazanımı başarılmıştır (Saffarionpour, 2017).

Gıda içinde herhangi bir maddenin konsantrasyonunun belirlenmesinde, numune ön ekstraksiyonu, pahalı kimyasal kullanımı ve zaman alması gibi kısıtlamalar, aktif karbonla elektrokimyasal sensörlerin (EDCL elektrot) geliştirilmesini tetiklemiştir. Bu amaçla yürütülen bir çalışmada, şeftali çekirdeği bazlı aktif karbon ile basit, ekonomik ve hassas olarak kafein (1, 3, 7-trimethylpurine-2,6-dione) tespiti yapılmış ve elektrokimyasal sensör olarak kafeinli içeceklerde (kolalı içecekler gibi) uygulanabilirliği incelenmiştir. Tespit limitleri $2,85 \times 10^{-5}$ - $1,60 \times 10^{-5}$ M olarak hesaplanmış ve gerçek elektrotların test değerlerine yakın kafein konsantrasyonları elde edilmiştir (Arroyo-Gómez, vd. 2018). Bir diğer çalışmada, atık polietilen fitalat (PET) şişelerinden üretilen KOH aktivasyonlu camısı aktif karbon elektrotların, mükemmel elektrokatalitik aktiviteleriyle, karbofuran (2,2-dimethyl-2,3-dihydro-7-benzofuranyl N-methylcarbamate) pestisitini tespit performansı çalışılmıştır. Karbofuran-fenolü (karbofuran hidrolizi ile oluşur) $0,03 \mu\text{M}$ konsantrasyonundaki gibi düşük limitlerde bile %3,51'lik standart sapma ile tespit eden ve $0,11 \mu\text{A}/\text{Mcm}^2$ duyarlılıkta ölçüm yapan elektrotun ölçüm tekrarlanabilirliği kanıtlanmıştır (Ayyalusamy vd., 2018).

Manyetik nano ve mikro partiküller dış manyetik alana verdiği farklı yanıtlarla, maddelerin seçici ayrılması, hedeflenmesi ve lokalizasyonunu sağlamaktadır. Aktif karbon parçacıklarının, demir oksitler manyetit, maghemit veya farklı ferrit türleri ile hidrotermal reaksiyonlu yüzey modifikasyonu, aktif karbona yeni bir manyetik özellik kazandırmaktadır. Manyetik aktif karbonlar kimyasal çöktürme, ısı işlem ve enkapsülasyon işlemlerinde alternatif uygulama imkanı sunmaktadır (Safarik vd., 2012). Yapılan bir çalışmada, son kullanma tarihi geçmiş içeceklerin karbonhidratlarının (fruktoz, glukoz, sükröz) karbon kaynağı olarak kullanıldığı, FeCl_3 , FeCl_2 , ve üre katalizörlü hidrotermal reaksiyon ile üretilen manyetik karbonlar KOH ile aktifleştirilmiş ve ardından suda çözünür metilen

mavisi boyasının $404,73 \text{ mg/g}$ adsorpsiyon kapasitesi ile giderimi başarılmıştır (Liu, vd. 2019). Bir diğer çalışmada da triazin herbisitlerin süt ve pirinç gibi model gıda örneklerinden adsorpsiyonunu arttırmak için iyonik olmayan bir silikon yüzey üzerine manyetik modifiye aktif karbon kaplanmış, triazin herbisitler ve adsorban arasındaki hidrofobik etkileşime bağlı olarak triazin herbisitlerin ayrılması gıda numunelerinde %81 oranında başarılmıştır (Mohd vd., 2019).

SONUÇ

Yüksek gözenekli yapıları ve geniş yüzey alanları ile mükemmel adsorban malzemeler olarak bilinen aktif karbonlar ayırma, saflaştırma, uzaklaştırma ve geri kazanım süreçleri için çok çeşitli alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Gıda endüstrisinde aktif karbon kullanımı, düşük maliyetli gıda atıklarının aktif karbona dönüştürülmesi ile çevre dostu atık yönetimi politikası sağlaması, gıdalardan istenmeyen kirliliklerin giderimi, saf gıda katkı maddeleri üretimi, yeni nesil antimikrobiyal ajanlar ve elektrokimyasal sensörler ile gıda analizi masraflarını azaltma, kolaylaştırma ve verimliliği artırma açısından avantajlar sunmaktadır. Elektromanyetik aktif karbonlar, ayırma ve saflaştırma verimleri oldukça başarılı olduğundan, gıda endüstrisinde gelecekte kullanım potansiyeli yüksek adsorbanlardır. Aktif karbonun yenilenebilirlik özelliği ile tekrar kullanılabilmesi uzun süreli kullanımı da mümkün kılmakta, bu durum uygulamalarda ekonomi sağlamaktadır.

KAYNAKLAR

Smith, A.W. J., Poulston, S., Rowsell, L., Terry, L. A., Anderson, J. A. (2009). A New Palladium-Based Ethylene Scavenger to Control Ethylene-Induced Ripening of Climacteric Fruit. *Platinum Met Rev.*, 53(3), 112-122. doi:10.1595/147106709x462742.

Anonymous (2002). Activated Carbon Processing, National Organic Standards Board Technical Advisory Panel Review Compiled by OMRI for the USDA National Organic Program, 1-23.

Akyıldız, H. (2007). H_3PO_4 Aktivasyonu ile zeytin çekirdeğinden aktif karbon üretimi, Yıldız Teknik

Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, Türkiye, 115 s.

Ali, B. H., Alza'abi, M., Ramkumar, A., Al-Lawati, I., Waly, M. I., Beegam, S. (2014). The effect of activated charcoal on adenine-induced chronic renal failure in rats. *Food Chem Toxicol*, 65, 321-328. doi:10.1016/j.fct.2013.12.038.

Alvarez-Pugliese, C.E., Acuña-Bedoya, J., Vivas-Galarza, S., Prado-Arce, A., Marriaga-abrales, N. (2019). Electrolytic regeneration of granular activated carbon saturated with diclofenac using BDD anodes. *Diamond & Relat Mater*, 93, 193-199. doi:10.1016.

Ayyalusamy, S., Mishra, S., Suryanarayanan, V. (2018). Promising post-consumer PET-derived activated carbon electrode material for non-enzymatic electrochemical determination of carbofuran hydrolysate. *Sci Rep*, 8(13151), 1-9. doi:10.1038/s41598-018-31627-8.

Bayat, M., Alighardashi, A., Sadeghasadi, A. (2018). Fixed-bed column and batch reactors performance in removal of diazinon pesticide from aqueous solutions by using walnut shell-modified activated carbon. *Environ Technol & Innov*, 12, 148-159. doi:10.1016/j.eti.2018.08.008.

Behr, M., Cocco, E., Lenouvel, A., Guignard, C., Evers, D. (2013). Technical Brief Earthy and Fresh Mushroom Off-Flavors in Wine: Optimized Remedial Treatments. *Am J Enol Vitic*, 64(4), 545-549. doi:10.5344/ajev.2013.13061.

Bernal, M., Ruiz M.O., Geanta, R.M., Benito, J.M., Escudero, I. (2016). Colour removal from beet molasses by ultrafiltration with activated charcoal. *Chem Eng J*, 283, 313-332. doi:10.1016/j.ccej.2015.07.047.

Nobre, C., Teixeira, J.A., Rodriguez, L.R. (2012). Fructo-oligosaccharides purification from a fermentative broth using an activated charcoal column. *New Biotechnol*, 29(3), 395-401. doi:10.1016/j.nbt.2011.11.006.

Capson-Tojo, G., Moscoviz, R., Ruiz, D., Santa-Catalina, G., Trably, E., Rouez, M., Crest, M., Steyer, J., Bernet, N. (2018). Addition of granular

activated carbon and trace elements to favor volatile fatty acid consumption during anaerobic digestion of food waste, *Bioresour Technol*, 260, 157-168. doi:10.1016/j.biortech.2018.03.097.

Cullum, P. (2007). Evaluating the performance of different powdered activated carbons for taste and odour reduction. 32nd Annual Qld Water Industry Operations Workshop Walter Pierce Pavilion, Showgrounds Complex, Rockhampton, 38-44.

Christica, I.S., Muchlisya, M., Julia, R. (2018). Activated carbon utilization from corn cob (*Zea mays*) as a heavy metal adsorbent in industrial waste, *Asian J Pharm Res and Dev*, 6(5), 01-04.

Danish, M., Ahmad, T., Majeed, S., Ahmad, M., Ziyang, L., Pin, Z., Iqbal, S.M.S. (2018). Use of banana trunk waste as activated carbon in scavenging methylene blue dye: Kinetic, thermodynamic, and isotherm studies, *Bioresour Technol Rep*, 3, 127-137.

Dermanlı, Y. (2006). Gıda fabrikasyon atıklarından aktif karbon üretimi ve soya yağını ağartma performansının incelenmesi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, Türkiye, 52 s.

Derylo-Marczewska, A., Blachnio, M., Marczewski, A.W., Seczkowska, M., Tarasiuk, B. (2019). Phenoxyacid pesticide adsorption on activated carbon e Equilibrium and kinetics. *Chemosphere*, 214, 349-360. doi:10.1016/j.chemosphere.2018.09.088.

Dhall, R. K. (2013). Ethylene in Post-harvest Quality Management of Horticultural Crops: A Review. *Res & Rev: A Journal of Crop Sci Technol*, 2(2), 9-24, ISSN: 2319-3395.

Diaz, E., Ordonez, S., Vega, A., Coca, J. (2005). Comparison of adsorption properties of a chemically activated and a steam-activated carbon, using inverse gas chromatography. *Microporous and Mesoporous Mater*, 82, 173-181. doi:10.1016/j.micromeso.2005.03.010.

Farooq, M., Bell, A., Almustapha, M.N., Andresen, J.M. (2017). Bio-methane from anaerobic digestion using activated carbon

- adsorption. *Anaerobe*, 46, 33-40. doi:10.1016/j.anaerobe.2017.05.003.
- Anonymous (2010). World Health Organization,(WHO) Expert Committee on Food Additives, Compendium of food additive specifications: seventy-third [73rd] report, *WHO Tech Rep Ser*, Rome, ISBN 978-92-5-106662-1, ISSN 1817-7077.
- Fadhil, A.B., Ahmed,A.I., Salih, H.A. (2017). Production of liquid fuels and activated carbons from fish waste. *Fuel*, 187, 435-445.
- Gamal, M. E., Mousa H.A., Naas, M.H., Zachharia, R., Judd,S. (2018). Bio-regeneration of activated carbon: A comprehensive review. *Sep and Purif Technol*, 197, 345–359. doi:10.1016/j.seppur.2018.01.015.
- Gerçel, Ö., Seydioğlu, G. (2015). Kiraz çekirdeğinden granül aktif karbon üretimi. *Anadolu Üniversitesi Bil ve Teknoloji Dergisi A-Uygulamalı Bilimler ve Mühendislik*, 16(2), 189-193, DOI: 10.18038/btd-a.93727.
- Güneysu, S. (2003). Prina'nın aktif karbon olarak değerlendirilmesi. İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Çevre Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Türkiye, 69s.
- Mudoga, H.L., Yücel, H., Kincal, N.S. (2008). Decolorization of sugar syrups using commercial and sugar beet pulp based activated carbons. *Bioresour Technol*, 99, 3528-3533. doi:10.1016/j.biortech.2007.07.058.
- Achaerandio, I., Lopez, C.G.F., Ozmak, M. (2002). Continuous vinegar decolorization with exchange resins. *J Food Eng*, 51, 311-317.
- İzkeçeli, M. (2010). Kestane kabuklarından sentetik aktif karbon hazırlanması ve metilen mavisi gideriminde kullanılması. Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, Türkiye, 73 s.
- Arroyo-Gómez, J.J., Villarroel-Rocha, D., de Freitas-Araújo, K.C., Martínez-Huitle, C.A., Sapag, K. (2018). Applicability of activated carbon obtained from peach stone as an electrochemical sensor for detecting caffeine. *J Electroanalytical Chem*, 822, 171-176. doi:10.1016/j.jelechem.2018.05.028.
- Jusoh, A., Hartini,W.J.H., Ali,N., Endut,A. (2011). Study on the removal of pesticide in agricultural run off by granular activated carbon. *Bioresour Technol*, 102, 5312-5318. doi:10.1016/j.biortech.2010.12.074.
- Kobayashi, K., Tanaka, M., Tanabe, S., Yatsukawa,Y.,Tanaka,M. (2018). Distinguishing glutamic acid in foodstuffs and monosodium glutamate used as seasoning by stable carbon and nitrogen isotope ratios. *Heliyon*, 4, 1-17. doi:10.1016/j.heliyon.2018.e00800.
- Kuhn, R. C., Filho, F.M. (2010). Purification of fructooligosaccharides in an activated charcoal fixed bed column. *New Biotechnol*, 27(6), 863-869. doi:10.1016/j.nbt.2010.05.008.
- Lamichhane, S., Krishna, K.C. B., Sarukkalige, R. (2016). Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) removal by sorption: A review. *Chemosphere*, 148, 336-353. doi:10.1016/j.chemosphere.2016.01.036.
- Lemley, A., Wagenet, L, Kneen, B. (1995). Activated Carbon Treatment of Drinking Water. *Water Treat Notes*, 1-6.
- Lisanti, M. T., Gambuti, A., Genovese, A., Piombino, P.,Moio, L. (2017). Treatment by fining agents of red wine affected by phenolic off-odour. *Eur Food Res and Technol*, 243(3), 501-510. doi:10.1007/s00217-016-2763-4.
- Liu, Y., Huo,Z.,Song,Z.,Zhang,C., Ren,D.,Zhong, H,Jin,F. (2019). Preparing a magnetic activated carbon with expired beverage as carbon source and KOH as activator. *J Taiwan Inst Chem Eng*, 96, 575-587. doi:10.1016/j.jtice.2018.11.017.
- Mahesh, M., Arivizhivendhan, K. V., Maharaja, P., Boopathy, R., Hamsavathani, V., Sekaran, G. (2016). Production, purification and immobilization of pectinase from *Aspergillus ibericus* onto functionalized nanoporous activated carbon (FNAC) and its application on treatment of pectin containing wastewater. *J Mol Catal B: Enzym*, 133, 43-54. doi:10.1016/j.molcatb.2016.07.012.

- Maes, J., Meulenaer, B., Heerwynghe, P., Greyt, W., Epe, G., Pauw, E., Huyghebaert, A. (2005). Removal of Dioxins and PCB from Fish Oil by Activated Carbon and Its Influence on the Nutritional Quality of the Oil. *J Am Oil Chem Soc*, 82(8), 593-597.
- Mendez-Diaz, J. A., Gullon, M. (2006). Types of carbon adsorbents and their production. *Interface Sci and technol*, 7, 1-48.
- Mussatto, S. I., Roberto, I.C. (2001). Hydrolysate detoxification with activated charcoal for xylitol production by *Candida guilliermondii*. *Biotech Lett*, 23, 1681-1684. doi:10.1023/A:1012492028646.
- Mohd, N.I., Gopal, K., Rao, M., Mohamad, S., Yahaya, N., Lim, V., Zain, N.N.M. (2019). Evaluation of a magnetic activated charcoal modified with non-ionic silicone surfactant as a new magnetic solid phase extraction sorbent with triazine herbicides as model compounds in selected milk and rice samples. *Talanta*, 196, 217-225. doi:10.1016/j.talanta.2018.12.043.
- Naka, K., Watarai, S., Inoue, T.K., Kodama, Y., Oguma, K., Yasuda, T., Kodama, H. (2000). Adsorption Effect of Activated Charcoal on *Enterobacteriaceae* *Escherichia coli*. *Public Health*, 281-285.
- Nasehi S.M., A. S., Sarshar M. (2012). Removal of dark colored compounds from date syrup using activated carbon: A kinetic study. *J Food Eng*, 111, 490-495. doi:10.1016/j.jfoodeng.2012.02.037.
- Ogungbenro, A. E., Quang, D.V., Ali, K., Mohammad, R.M., Zahra, A. (2018). Physical synthesis and characterization of activated carbon from date seeds for CO₂ capture. *J Environ Chem Eng*, 6, 4245-4252. doi:10.1016/j.jece.2018.06.030.
- Olgun, B., Erdem, A., Asiltürk, M., Doğan, G. (2017). Nanopartikül Tutturulmuş Aktif Karbon ile Ortam Havasında Uçucu Organik Bileşik Gideriminin Değerlendirilmesi. VII. Ulusal Hava Kirliliği ve Kontrolü Sempozyumu, 1-3 Kasım 2017, Antalya, Türkiye, 830-841.
- Ou, S., Luo, Y., Xue, F., Huang, C., Zhang, N., Liu, Z. (2007). Separation and purification of ferulic acid in alkaline-hydrolysate from sugarcane bagasse by activated charcoal adsorption/anion macroporous resin exchange chromatography. *J Food Eng*, 78, 1298-1304. doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.12.037
- Ozmaç, M. (2010). *Biyokütle Atıklarından Aktif Karbon Üretimi*. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Doktora Tezi, Ankara, Türkiye, 185s.
- Ozsoy, H. D., Leeuwen, J.H. (2010). Removal of color from fruit candy waste by activated carbon adsorption. *J Food Eng*, 101, 106-112. doi:10.1016/j.jfoodeng.2010.06.018.
- Qadeer, R., Rehan, A.H. (2002). A Study of the Adsorption of Phenol by Activated Carbon from Aqueous Solutions. *Turk J Chem*, 26, 357-361.
- Quintela, S., Villaran, M. C., Armentia, I.L., Elejalde, E. (2013). Ochratoxin A removal in wine: A review. *Food Control*, 30, 439-445. doi:10.1016/j.foodcont.2012.08.014.
- Reichardt, C., Utgenannt, S., Stahmann, K., Klepel, O. (2018). Highly stable adsorptive and covalent immobilization of *Thermomyces lanuginosus* lipase on tailor-made porous carbon material. *Biochem Eng J*, 138, 63-73. doi:10.1016/j.bej.2018.07.003.
- Ridal, J., Brownlee, B., McKenna, G., Levac, N. (2001). Removal of Taste and Odour Compounds by Conventional Granular Activated Carbon Filtration. *Water Qual Res J*, 36(1). doi:10.2166/wqrj.2001.003.
- Preis, S., Klauson, D., Gregor, A. (2013). Potential of electric discharge plasma methods in abatement of volatile organic compounds originating from the food industry. *J Environ Manag*, 114, 125-138. doi:10.1016/j.jenvman.2012.10.042.
- Lakshmi, S.D., Avti, P. K., Hegde, G. (2018). Activated carbon nanoparticles from biowaste as new generation antimicrobial agents: A review. *Nano-Struct & Nano-Objects*, 16, 306-321. doi:10.1016/j.nanoso.2018.08.001.
- Safarik, I., Horska, K., Pospiskova, K., Safarikova, M. (2012). Magnetically Responsive Activated Carbons for Bio- and Environmental

- Applications. *Int Rev of Chem Eng (I.RE.CHE.)*, 4(3), 346-352.
- Saffarionpour, S., Ottens, M. (2017). Recent Advances in Techniques for Flavor Recovery in Liquid Food Processing. *Food Eng Rev.* doi:10.1007/s12393-017-9172-8.
- Soto, M. L., Moure, A., Dominguez, H., Parajo, J. C. (2011). Recovery, concentration and purification of phenolic compounds by adsorption: A review. *J Food Eng*, 105, 1-27. doi:10.1016/j.jfoodeng.2011.02.010.
- Srinivasan, R., Sorial, G. A. (2011). Treatment of taste and odor causing compounds 2-methyl isoborneol and geosmin in drinking water: A critical review. *J Environ Sci*, 23(1). doi:10.1016/S1001-0742(10)60367-1.
- Suo, F., Liu, X., Li, C., Yuan, M., Zhang, B., Wang, J., Ma, Y., Lai, Z., Ji, M. (2019). Mesoporous activated carbon from starch for superior rapid pesticides removal. *Int J Biol Macromol*, 121, 806-813. doi:10.1016/j.ijbiomac.2018.10.132.
- Sühnholz, S., Kopinke, F., Weiner, B. (2018). Hydrothermal treatment for regeneration of activated carbon loaded with organic micropollutants. *Sci Total Environ*, 644, 854-861. doi:10.1016/j.scitotenv.2018.06.395.
- Tubia, I., Prasad, K., Perez-Lorenzo, E., Abadin, C., Zumarraga, M., Oyanguren, I., Barbero, F., Paredes, J., Arana, S. (2018). Beverage spoilage yeast detection methods and control technologies: A review of *Brettanomyces*. *Int J Food Microbiol*, 283, 65-76. doi:10.1016/j.ijfoodmicro.2018.06.020.
- Türkmen, Ş. N. (2015). Çeşitli meyve kabuklarından biochar üretim yöntemlerinin geliştirilmesi. Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, Türkiye, 81 s.
- Udomkun, P., Innawong, B., Siasakul, C., Okafor, C. (2018). Utilization of mixed adsorbents to extend frying oil life cycle in poultry processing. *Food Chem*, 284, 225-229. doi:10.1016/j.foodchem.2017.12.070.
- Wang, F., Liang, J., Wang, W., Fu, D., Xiao, W. (2017). A new and efficient method for purification of poly- γ - glutamic acid from high-viscosity fermentation broth. *Trop J Pharm Res*, 16(6), 1267-1275. doi:10.4314/tjpr.v16i6.9.
- Yağmur, E., Turkoğlu, S., Banford, A., Aktaş, Z. (2017). The relative performance of microwave regenerated activated carbons on the removal of phenolic pollutants. *J Cleaner Prod*, 149, 1109-1117. doi:10.1016/j.jclepro.2017.02.188.
- Yangui, A., Abderrabba, M. (2018). Towards a high yield recovery of polyphenols from olive mill wastewater on activated carbon coated with milk proteins: Experimental design and antioxidant activity. *Food Chem*, 262, 102-109. doi:10.1016/j.foodchem.2018.04.091.

ÇORUM YÖRESİ BALLARININ BAZI KİMYASAL KALİTE PARAMETRELERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Nihal Güzel, K. Savaş Bahçeci*

Hitit Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, Çorum, Türkiye

Geliş / Received: 30.09.2019; Kabul / Accepted: 13.01.2020; Online baskı / Published online: 17.02.2020

Güzel, N., Bahçeci, K.S. (2020). Çorum yöresi ballarının bazı kimyasal kalite parametrelerinin değerlendirilmesi. *GIDA* (2020) 45 (2): 230-241 doi: 10.15237/gida.GD19129

Güzel, N., Bahçeci, K.S. (2020). Assessment of some chemical quality parameters of honeys produced in Çorum province. GIDA (2020) 45 (2): 230-241 doi: 10.15237/gida.GD19129

ÖZ

Bu araştırma, Çorum yöresi ballarının bazı kalite parametrelerinin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilmiş olup temin edilen 47 bal örneğinde pH, çözünür kuru madde, nem, serbest asitlik, HMF, kül, elektriksel iletkenlik, diastaz sayısı, şeker oranı gibi pek çok kalite parametresi değerlendirilmiştir. Ortalama değerler göz önüne alındığında pH 3.83 (3.55-4.20), çözünür kuru madde 81.5°Bx (76.8-83.8), nem %16.9 (14.5-21.7), serbest asitlik 32.2 meq/kg (21.1-47.8), HMF 3.5 mg/kg (0.3-36.5), kül %0.18 (0.02-1.58), elektriksel iletkenlik 350 µS/cm (205-674), diastaz sayısı 16.4 (0.1-32.2), glukoz %30.4 (26.0-34.3), fruktoz %35.3 (31.5-39.1), sukroz %0.34 (<0.05-4.64), glukoz ve fruktoz toplamı %65.8 (57.5-73.4) ve fruktozun glukozu oranı ise 1.16 (1.03-1.24) şeklinde sonuçlar elde edilmiştir. Bu veriler, genel olarak bal örneklerinin Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'nde belirtilen yasal limitlere uygunluğunu ortaya koymaktadır. Bununla birlikte bir örnek nem ile glukoz ve fruktoz toplamı, üç örnek ise diastaz sayısı bakımından söz konusu mevzuata uymamaktadır.

Anahtar kelimeler: Bal, Çorum, HMF, şeker, diastaz

ASSESSMENT OF SOME CHEMICAL QUALITY PARAMETERS OF HONEYS PRODUCED IN ÇORUM PROVINCE

ABSTRACT

This study was aimed to determine some quality parameters of honeys produced in Çorum province. Quality parameters such as pH, soluble solid, HMF, moisture content, electrical conductivity, ash, free acidity, diastase and sugar were evaluated for 47 honey samples. The mean values were determined as pH 3.83 (3.55-4.20), soluble solid 81.5°Bx (76.8-83.8), moisture 16.9% (14.5-21.7), free acidity 32.2 meq/kg (21.1-47.8), HMF 3.5 mg/kg (0.3-36.5), ash 0.18% (0.02-1.58), electrical conductivity 350 µS/cm (205-674), diastase activity 16.4 (0.1-32.2), glucose 30.4% (26.0-34.3), fructose 35.3% (31.5-39.1), sucrose 0.34% (<0.05-4.64), sum of glucose and fructose 65.8% (57.5-73.4) and the ratio of fructose to glucose 1.16 (1.03-1.24). The results generally show that honey samples were acceptable for legal limits according to Turkish Food Codex. However, one sample was not comply with the legislation in terms of moisture content and sum of glucose and fructose, and also three samples were not comply in terms of diastase number.

Keywords: Honey, Çorum, HMF, sugar, diastase

*Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author

✉ ksavasbahceci@hitit.edu.tr,

☎ (+90) 364 227 4537

☎ (+90) 364 227 4535

Nihal Güzel; ORCID no: 0000-0002-2387-9009

K. Savaş Bahçeci; ORCID no: 0000-0001-8259-4786

GİRİŞ

Bal, esas olarak içerdiği fruktoz ve glukoz gibi karbonhidratların yanı sıra enzimler, mineraller, aminoasitler, vitaminler, organik asitler, flavonoidler, fenolik asitler gibi küçük miktarlarda ancak çok sayıda biyoaktif bileşeni de içeren doğal bir gıdadır (Bertoncelj vd., 2007; Sağdıç vd., 2013). Balın bileşimi botanik orijini ile yakından ilişkili olup, toprak ve iklim karakteristikleri gibi çevresel faktörler yanında işleme ve depolama koşullarından da etkilenir (Baroni vd., 2009; Yücel ve Sultanoğlu, 2013). Balın kimyasal bileşimine büyük oranda katkı sağlayan karbonhidratlar günlük enerji ihtiyacını karşılamanın yanı sıra balın viskozite, higroskopiklik ve granülasyon gibi özelliklerine de etki ederler (Alvares-Suarez vd., 2010; Kamal ve Klein, 2011). Balda en fazla bulunan şekerler olan fruktoz ve glukozun konsantrasyonları ile bunların oranı, monofloral balların sınıflandırılmasında indikatör olarak kullanılabilir. Ayrıca glukozun sudaki çözünürlüğünün fruktozun sudaki çözünürlüğüne kıyasla daha düşük olması sebebiyle fruktoz:glukoz oranı balın kristalize olmasında da değerlendirilmeye alınmaktadır. Bu oran ortalama 1.2:1 seviyesinde olmakla birlikte pek çok faktöre bağlı olarak değişiklik de gösterebilir (da Silva vd., 2016). Gerek Kodeks Alimentarius standardında (Anonymous, 2016) ve gerekse Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'nde (Anonymous, 2012) çiçek ballarındaki glukoz ve fruktoz toplamının en az 60g/100g olması gerektiği ifade edilmektedir. Bu indirgen şekerler yanında sukroz miktarı da balın olgunluğunun belirlenmesinde önemli bir parametre olarak değerlendirilir. Baldaki sukroz analizi, uygun olmayan bir manipülasyon olup olmadığının belirlenmesi amacıyla da gerçekleştirilir. Bu anlamda yüksek düzey, şeker ilavesinin bir göstergesi olabileceği gibi, erken hasat dolayısıyla, sukrozun, glukoz ve fruktoza tam olarak dönüştürülemediğinden kaynaklanabilir. Yine bal arılarının uzun süre şeker şurubu ile beslenmesi de benzer bir sonuç doğurabilir. Bu anlamda yasal olarak 100 g çiçek balında (spesifik bazı bal türleri hariç) maksimum 5 g sukrozun varlığına izin verilmektedir. Balın doğal ve gerçekliğinin belirlenmesi amacıyla çok değişkenli veri analizi ile dünyanın farklı coğrafyalarında

gerçekleştirilen çalışmalar, glukoz ve fruktoz toplamı ya da glukoz:su oranının, değerlendirilen diğer pek çok parametreye göre balın kalitesinin belirlenmesinde daha iyi sonuç verdiğini belirtmektedir (Kukurova vd., 2008). Diğer yandan hidroksimetilfurfural (HMF) düzeyi ve diastaz aktivitesi balın kalitesini belirlenmesinde uzun zamandır kullanılan önemli parametrelerdir (Fallico vd., 2004). Endüstriyel uygulamalarda kristalizasyonun geciktirilmesi ya da önlenmesi, mikrobiyel gelişimin durdurulması ve dolmuş sırasında yeterli akışkanlık sağlanması amacıyla bala ısı işlem uygulanabilmektedir (Escriche vd., 2014). Bununla birlikte uygulanan ısı işleme bağlı olarak uçucu bileşenlerin degradasyonu, şekerlerin karamelizasyonu ve melanoidinlerin oluşumu gibi kalite üzerine negatif etkili reaksiyonlar gerçekleşmektedir. Şekerlerin özellikle de fruktozun degradasyonu ve uçucu bileşen kayıpları tat ve aroma değişimlerine neden olurken bir yandan da balda bulunan bazı amino asitlerin varlığında HMF oluşumuyla sonuçlanmaktadır (Sant'Ana vd., 2011). Isıl işlem yanında uzun depolama süresi de HMF konsantrasyonunda önemli düzeyde artışa yol açmaktadır. Bu nedenle HMF miktarı balda aşırı ısıtma veya uygun olmayan depolamayı göstermesi bakımından indikatör olarak kullanılmaktadır (da Silva vd., 2016). Balda bulunan ve ısıya karşı duyarlı bir enzim olan diastaz da HMF gibi aşırı ısı işlem belirteci olarak kullanılır (Ahmed vd., 2013). Ayrıca depolama sırasında azalması, diastaz değerinin bu anlamda da indikatör olarak kullanılabileceğini ortaya koyar (da Silva vd., 2016). Yine balın nem içeriği, asitlik değeri, kül miktarı ve elektriksel iletkenliği gibi parametreler de balda kalite kriteri olarak değerlendirilen kimyasal özelliklerdendir.

Türkiye, sahip olduğu zengin bitki örtüsü yanında coğrafi ve iklim şartları nedeniyle de bal üretimi açısından son derece uygun bir konumdadır (Kahraman vd., 2010). Ülkemizin farklı bölgelerinde üretilmiş nektar ya da salgıdan elde edilen gerek monofloral (Akbulut vd., 2009; Özcan vd., 2014) gerekse de multifloral balların (Küçük vd., 2007; Can vd., 2015) bileşimleri ile ilgili çeşitli çalışmalar mevcut iken, Çorum iline ait söz konusu alanda bilimsel bir veri bulunmamaktadır. Gerçekleştirilen bu çalışmada

Çorum ilinde üretilen çiçek ballarının çeşitli kalite parametrelerinin değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Böylece bir yandan Çorum ilinde üretilen balların standartlara uygunluk düzeyi belirlenirken bir yandan da elde edilen bilgilerle üreticiye fayda sağlanması umulmaktadır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Çalışma kapsamında, Çorum İli Arı Yetiştiricileri Birliği aracılığı ile Çorum'un farklı yörelerinden temin edilen 47 bal örneği kullanılmıştır. 2015 yılı üretimi olan numuneler, analiz edilinceye kadar ağzı kapalı cam şişelerde, oda sıcaklığında ve karanlık bir ortamda muhafaza edilmişlerdir. Kullanılan tüm kimyasallar analitik saflıkta olup Merck (Darmstadt, Germany) ve Sigma (St. Louis, MO, USA) firmalarından sağlanmıştır.

Yöntem

Kimyasal Analizler

Ballarda gerçekleştirilen kimyasal analizler Harmonised Methods of the International Honey Commission (Anonymous, 2009) tarafından belirtilen yöntemlere göre yapılmıştır. Nem düzeyi, kırılma indisi değerlerinin 20°C'de Abbe refraktometresi ile okunmasıyla belirlenmiştir. Okunan kırılma indislerinden %nem düzeyinin hesaplanması için standart çizelge kullanılmıştır. Suda çözünür kuru madde içerikleri de Abbe refraktometresi ile belirlenmiştir. Kristalize olan bal örneklerinin 45°C'lik su banyosunda bekletilmesi ile kristallerin çözündürülmesi sağlanmış ve sonrasında ölçümler gerçekleştirilmiştir. Elektriksel iletkenlik değeri %20 kuru madde içerecek şekilde hazırlanan bal çözeltisi kullanılarak iletkenlik ölçer yardımıyla ölçülmüştür. Serbest asitlik ve pH değerleri pH metre yardımıyla belirlenmiştir. Kül miktarı 2 g bal örneğinin 550°C sıcaklıktaki kül fırınında yakılmasıyla elde edilen tartım miktarından % olarak hesaplanmıştır.

Diastaz sayısı tayini

Diastaz aktivitesinin belirlenmesinde iki farklı yöntem kullanılmış olup sonuçlar bu iki yöntem ile belirlenen değerlerin ortalaması şeklinde verilmiştir. Birinci yöntemde enzimatik-spektrofotometrik metot kullanılmış ve bu amaçla Phadebase Bal Diastaz Test tabletlerinden

(Pharmacia Diagnostics, AB) yararlanılmıştır. Diastaz sayısının belirlenmesi için 1 g bal örneği 100 mL'lik bir balon joje içerisine alındıktan sonra 0.1 M sodyum asetat tamponu (pH 5.2) ile çözündürülüp hacmine tamamlanmıştır. Bu çözeltiden bir deney tüpüne 5 mL alınarak 40°C'ye ayarlanmış su banyosunda 10 dak bekletilmiştir. Aynı işlem kör deneme amacıyla bal örneği kullanılmadan 5 mL'lik sodyum asetat tamponu için de gerçekleştirilmiştir. Bir pens yardımıyla her iki çözeltiye Phadebas tabletten konulmuş ve kronometre ile süre tutulmaya başlanmıştır. Tabletlerin çözündürülmesi için hızlı bir şekilde (yaklaşık 10 s) karıştırılan tüpler tekrar su banyosu içerisine alınmıştır. Tam olarak 30 dak sonunda 1 mL 0.5 M sodyum hidroksit ilave edilerek reaksiyon sonlandırılmıştır. Santrifüjleme (4500 g'de 10 dak) işleminin ardından spektrofotometrede (Shimadzu UV-1800, Japan) 620 nm dalga boyunda saf suya karşı absorbans değerleri ölçülmüştür. Kör denemede elde edilen absorbans değerinden örneğin absorbansı çıkarılarak ΔA_{620} değeri belirlenmiş ve aşağıdaki eşitlik yardımı ile diastaz sayısı hesaplanmıştır.

$$\text{Diastaz sayısı} = 28.2 \times \Delta A_{620} + 2.64$$

$$\text{Diastaz sayısı} = 35.2 \times \Delta A_{620} - 0.46 \text{ (Diastaz sayısının 8'den küçük olması durumunda)}$$

Diğer yöntemde ise International Honey Commission tarafından belirtilen şekilde hazırlanan seyreltilmiş iyot çözeltisinin indikatör olarak kullanıldığı spektrofotometrik yöntemden yararlanılmıştır. Örnek hazırlanması amacıyla 2 g bal örneği 5 mL su içerisinde çözündürülmüş, üzerine 1 mL 0.1 M sodyum asetat (pH 5.3) ve 0.6 mL 0.5 M sodyum klorür ilave edilerek hacmi 10 mL'ye tamamlanmıştır. Hazırlanan örnekler 40°C'deki su banyosunda 15 dakika bekletilmiştir. Bu süre sonunda 5 mL %2'lik nişasta çözeltisi bal örneklerinin üzerine eklenmiştir. Belli aralıklarla bu karışımdan 0.5 mL alınmış, 5 mL seyreltilmiş iyot çözeltisi ile karıştırılmış ve 660 nm'de absorbans değerleri 0.235 değerinin altına düşene kadar ölçülmüştür. Ölçüm alınan süreye karşılık okunan absorbans değerleri grafiğe aktararak 0.235 absorbans değerine karşılık gelen süre (dak) belirlenmiştir. Hesaplanan süreden aşağıda verilen eşitlik yardımıyla diastaz sayısı bulunmuştur.

Diastaz sayısı= $300 / t_x$ ($t_x = 0.235$ absorbands değerine karşılık gelen süre, dak)

HMF analizi

HMF analizi amacıyla örnekler Carrez I ve Carrez II kullanılarak durultulduktan ve toplamda 1:20 oranında seyreltikten sonra 0.45 µm filtreden geçirilmiş ve 10 µL örnek yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) sistemine enjekte edilmiştir. Bu amaçla kuaterner pompa, otomatik örnek enjeksiyon sistemi, diode array dedektör (DAD) ve sıcaklık kontrollü kolon fırını içeren bir HPLC sisteminden (Shimadzu, Japan) yararlanılmıştır. Mobil faz olarak 1.0 mL/dak akış hızında, 10 mM formik asit ve asetonitril karışımı (90:10, v/v) kullanılmıştır (Onsekizoğlu vd., 2010). Kromatografik seperasyon Inertsil C₁₈ kolonda (5 µm, 4.6 mm, 250 mm) ve 25°C'de gerçekleştirilmiş olup, kromatogramlar ise 284 nm dalga boyunda kaydedilmiştir. Örneklerin HMF içerikleri farklı konsantrasyonlarda hazırlanan HMF standart kurvesinden hesaplanmıştır. HMF için tespit limiti (LOD) 0.02 mg/kg, tayin limiti (LOQ) ise 0.06 mg/kg olarak saptanmıştır.

Şeker analizi

Bal örneklerinin fruktoz, glukoz ve sukroz içerikleri HPLC yöntemi ile belirlenmiştir. Bu amaçla kuaterner pompa, otomatik örnek enjeksiyon sistemi, refraktif indeks dedektör ve sıcaklık kontrollü kolon fırını içeren bir HPLC sisteminden (Shimadzu, Japan) yararlanılmış olup mobil faz olarak 1.0 mL/dak akış hızında asetonitril-su karışımı (75:25, v/v) kullanılmıştır. İşlem sıcaklığı 40°C'dir. Örnekler Carrez I ve Carrez II kullanılarak durultulduktan ve toplamda 1:20 oranında seyreltikten sonra 0.45 µm filtreden geçirilmiş ve 20 µL örnek HPLC sistemine enjekte edilmiştir. Kromatografik seperasyon Inertsil NH₂ kolonda gerçekleştirilmiştir. Örneklerdeki glukoz, fruktoz ve sukroz varlığı ile konsantrasyonları, alikonma sürelerinin standartlarla karşılaştırılması ve pik alanlarına bağlı olarak bu standartlarla hazırlanan kalibrasyon kurveleri üzerinden belirlenmiştir. LOD değerleri glukoz ve fruktoz için %0.01, sukroz için %0.02, LOQ değerleri ise fruktoz için %0.04, glukoz ve sukroz için %0.05 olarak saptanmıştır.

İstatistiksel analiz

Bal örneklerine uygulanan tüm analizler 2 tekerrürlü ve 2 paralel olarak gerçekleştirilmiştir. Verilerin istatistiksel olarak değerlendirilmelerinde SPSS 16.0 paket programından yararlanılmıştır. Bal örneklerinin çeşitli fizikokimyasal özellikleri arasındaki ilişkiler ise Pearson korelasyon katsayıları ile belirlenmiştir.

SONUÇ VE TARTIŞMA

Çorum'un farklı bölgelerinden elde edilen balların suda çözünür kuru madde, nem, pH, serbest asitlik, HMF, kül, elektriksel iletkenlik ve diastaz sayısı içeriklerine ait elde edilen sonuçlar Çizelge 1'de verilmektedir. Örneklerdeki suda çözünür kuru madde içerikleri 76.8-83.8°Bx aralığında değişmekte olup, ortalama 81.5°Bx olarak tespit edilmiştir. Literatürde gerçekleştirilen çeşitli araştırmalarda da benzer değerlerin (76.2-84.1°Bx) rapor edildiği görülmektedir (Conti, 2000; Saxena vd., 2010; Habib vd., 2014). Bal açısından suda çözünür kuru madde içeriğinin tamamına yakınının şekerler kaynaklı olduğu söylenebilir. Yine, suda çözünür kuru madde içeriği ile nem değerleri arasında da doğal olarak güçlü bir ilişki olup, Briks değeri düşük olan örneklerin nem içeriklerinin daha yüksek olacağı açıktır. Örneklerdeki nem değerleri de %14.5-21.7 aralığında dağılım göstermiştir. Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği (Anonymous, 2012), püren balları dışındaki çiçek ballarının nem içeriğinin en fazla %20 olabileceğini rapor etmektedir. Bu anlamda araştırma kapsamında analize alınan 47 örnekten sadece 1 tanesinde yasal limitin üzerinde nem değeri tespit edilmiştir. Bilindiği üzere balın nem düzeyi üzerine nektar kaynaklarının farklılığının yanı sıra hasat zamanı, balın olgunluk düzeyi ve iklim koşulları gibi faktörler de etkili olmaktadır (Singh ve Bath, 1997; Finola vd., 2007). Söz konusu faktörlere bağlı olarak, örneğin erken hasat ile ballarda nem içeriğinin yüksek kalması, aynı zamanda fermantasyon riskini de beraberinde getirmektedir. Nem içerikleri noktasında, ülkemizin değişik yörelerine ait ballarda gerçekleştirilen analizlerde de benzer veriler elde edilmiştir. Özcan ve Ölmez (2014) tarafından yapılan çalışmada farklı monofloral balların nem düzeylerinin %16.2 ile %20.0 arasında olduğu belirlenirken, çam ballarının en

düşük nem düzeyine, pamuk ve üçgül ballarının ise en yüksek nem düzeyine sahip oldukları belirlenmiştir. Benzer şekilde, Can vd. (2015) tarafından gerçekleştirilen araştırmada da ülkemizin çeşitli illerinde üretilmiş multifloral ve monofloral balların nem düzeyleri %16-20 aralığında tespit edilmiş olup, en düşük nem düzeyinin salgı balları ve multifloral ballarda, en yüksek nem düzeyinin ise akasya ve süpürge otu ballarında olduğu rapor edilmiştir.

Analizi gerçekleştirilen bal örneklerinin pH değerlerinin 3.55-4.20 (ortalama 3.83) aralığında, toplam asitlik değerlerinin ise 21.1-47.8 meq/kg (ortalama 32.2 meq/kg) aralığında değiştiği görülmektedir. Yasal mevzuatta pH değeri ile ilgili bir yargı bulunmazken, toplam asitlik miktarının en fazla 50 meq/kg olabileceği ifade edilmektedir. Bu anlamda incelenen örneklerin tamamının serbest asitlik açısından limit değerler içerisinde olduğu görülmektedir. Bilindiği üzere pH değeri balın stabilitesi ve raf ömrü üzerine etkili olup, asidik karakter kazandırması dolayısıyla baldaki mikrobiyel gelişimi engelleme noktasında da öneme sahiptir. Serbest asitlik değeri de baldaki bozulmanın değerlendirilmesi açısından anlamlı veriler ortaya koymaktadır. Her ne kadar farklı organik asitlerin varlığı, coğrafi faktörler ve hasat zamanına bağlı olarak asitlik değerleri değişebilse de, yasal limit olarak belirlenen 50 meq/kg üzerinde belirlenen değerler, potansiyel olarak fermantasyona bağlı şekerlerin organik asitlere dönüşmüş olabileceğinin bir göstergesidir. Yapılan çeşitli araştırmalarda da gerek pH ve gerekse serbest asitlik açısından çalışmamızda elde edilen değerlere yakın sonuçların alındığı görülmektedir (Singh ve Bath, 1997; Küçük vd., 2007; Alvarez-Suarez vd., 2010).

Baldaki en önemli kalite kriterlerinden biri olan HMF açısından sonuçlar değerlendirildiğinde, tüm örneklerin Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'nde (Anonymous, 2012) limit değer olarak belirtilen 40 mg/kg'ın altında HMF içerdiği görülmektedir. Sadece bir bal örneğinde 36.5 mg/kg HMF saptanmış olup, bu örnekteki yüksek standart sapma da dikkate alındığında HMF açısından riskli olarak değerlendirilmiştir. Bunun dışındaki örneklerin tamamında HMF değeri 10.8 mg/kg'ın altında olup ballardaki ortalama HMF

konsantrasyonunu 3.5 mg/kg olarak belirlenmiştir. Söz konusu ortalama değer, literatürde belirtilen çeşitli çalışmalarda ortaya konan verilerin genel olarak altındadır. Nitekim, Kahraman vd. (2010), Karadeniz ve Doğu Anadolu bölgelerinde üretilen ballarda ortalama 31.2 mg/kg (7.68-52.60 mg/kg) HMF tespit etmişlerdir. Yine çam balında 7.88 ± 5.58 mg/kg (Akbulut vd., 2009), kestane balında 9.28 ± 7.13 mg/kg (Can vd., 2015) düzeyinde HMF tespit edilmiştir. Yurt dışında gerçekleştirilen bazı çalışmalarda da Arjantin balları için 14.8 mg/kg (Finola vd., 2007), İtalya balları için 7.80 mg/kg (Esti vd., 1997) ve İspanya balları için ise 6.10 mg/kg (Escriche vd., 2014) düzeyinde HMF konsantrasyonları rapor edilmektedir. Bunun yanı sıra çalışmamızda elde edilen değerlere benzer ortalamalarda mevcuttur. Bu anlamda Yılmaz ve Küfrelioğlu (1999) çiçek ballarındaki HMF konsantrasyonunu 3.3 mg/kg olarak rapor etmiş iken, ormangülü ve akasya ballarında sırasıyla 3.20 ve 3.57 mg/kg (Can vd., 2015), Fransa ballarında da 3.28 mg/kg gibi veriler de mevcuttur. Bilindiği üzere HMF, aşırı ısı işlem veya uygun olmayan depolama koşullarının göstergesi olarak değerlendirilmektedir. Nitekim ballar, ticari olarak işlenmeleri sırasında viskozitenin azaltılması, kristalizasyonun veya fermantasyonun önlenmesi amaçlarıyla çoğu kez ısıya maruz kalabilmektedir. Uygulanan ısı işlem şiddetine bağlı olarak ve ayrıca depolama süresinin uzaması ile birlikte HMF konsantrasyonlarında önemli artışlar meydana gelebilmektedir.

Araştırma kapsamında analize alınan bal örneklerinin kül içerikleri %0.02-1.58 aralığında (ortalama %0.18) tespit edilmiştir. Kül içeriği baldaki mineral madde miktarının bir göstergesi olup coğrafi orijine bağlı olarak farklılık göstermektedir. Genel olarak kestane ve salgı ballarındaki kül miktarı, çiçek ballarına göre daha yüksek düzeydedir. Yine kül miktarı ile elektriksel iletkenlik arasında da güçlü bir pozitif korelasyon mevcuttur. Araştırma kapsamında sadece bir örnekte oldukça yüksek düzeyde (%1.58) kül tespit edilmesine karşın, bu örnekteki elektriksel iletkenlik değerinin bu veriye paralel bir yükseklikte olmayışı, örnek açısından farklı bir kontaminasyonun olabileceği şeklinde

değerlendirilmiştir. Küçük vd. (2007), multifloral çiçek ballarındaki kül miktarını 0.20 ± 0.04 olarak rapor etmiş iken, Chakır vd. (2011) de çalışma sonuçlarımıza benzer şekilde kül miktarının $0.02-1.03$ aralığında ve ortalama 0.17 seviyesinde olduğunu belirtmişlerdir.

Elektriksel iletkenlik değeri, organik asitler, mineral tuzlar, proteinler, bazı kompleks şekerler ve poliollerin konsantrasyonları ile ilişkili olup, çiçek ve salgı ballarının ayırımı yapmada sıklıkla kullanılmaktadır. Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'nde (Anonymous, 2012) bu değer çiçek ballarında en fazla 0.8 mS/cm ($800 \mu\text{S.cm}^{-1}$) olarak belirlenirken, kestane ve salgı ballarında ise en az 0.8 mS/cm ($\mu\text{S.cm}^{-1}$) olmalıdır şeklinde ifade edilmiştir. Araştırma kapsamında elde edilen veriler söz konusu limit değerlerin içerisinde olup, $205-674 \mu\text{S.cm}^{-1}$ aralığında ve ortalama $350 \mu\text{S.cm}^{-1}$ olarak tespit edilmiştir. Elektriksel iletkenlik ve renk arasında da ilişki mevcut olup, akasya, lavanta, üçgül ve geven balı gibi daha açık renkli balların düşük ($0.30 \pm 0.25-0.48 \pm 0.59 \text{ mS/cm}$) elektriksel iletkenlik değerlerine sahip olduğu, buna karşılık kestane balı gibi koyu renkli balların ise çok daha yüksek ($1.50 \pm 0.31 \text{ mS/cm}$) elektriksel iletkenlik değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir. Yine salgı balları da koyu renk ve yüksek elektriksel iletkenlik değerlerine ($0.99 \pm 0.32-1.09 \pm 0.16 \text{ mS/cm}$) sahiptir (Can vd., 2015).

Balda bulunan en önemli enzimlerden biri olan diastaz aktivitesi açısından $0.1-32.2$ (ortalama 16.4) aralığında sonuç alınmıştır. Diastaz aktivitesi orijine bağlı olarak farklı ballarda farklı oranlarda bulunabileceği gibi yasal mevzuatta sınır değer olarak belirlenen 8'in altında çıkması arzu edilmemektedir (Anonymous, 2012; Juan-Borras vd., 2014). Diastaz aktivitesinin belirlenen bu değerden düşük çıkması balın yüksek sıcaklıklara maruz kaldığının veya uzun süre depolandığının bir göstergesidir (Özcan ve Ölmez, 2014). Bu nedenle diastaz aktivitesi, HMF değerinde olduğu gibi balın tazeliğinin ve depolama koşullarının belirteci olarak kabul edilmektedir (Küçük vd., 2007; Juan-Borras vd., 2014). Analizi gerçekleştirilen 47 örnekten 3 tanesinde diastaz aktivitesinin 8'in altında kaldığı ve bu anlamda

yasal mevzuata uymadığı tespit edilmiştir. Bununla birlikte sonuçlar, ortalama değer baz alındığında, Çorum yöresi ballarının diastaz aktivitesinin, Marmara ve Doğu Anadolu bölgelerinden elde edilen ballara kıyasla (sırasıyla 9.89 ± 0.47 ve 9.70 ± 0.55) daha yüksek olduğunu ortaya koymaktadır (Kahraman vd., 2010). Karadeniz Bölgesi'nde üretilen kestane ve komar ballarının diastaz aktiviteleri ise, çalışmamızda elde edilen sonuçlara daha yakın değerlerle sırasıyla 17.7 ± 1.4 ve 23.0 ± 2.1 olarak saptanmıştır (Küçük vd., 2007).

Çizelge 2'de Çorum yöresinden elde edilen balların glukoz, fruktoz ve sukroz içerikleri ile fruktoz/glukoz (F/G) oranı ve glukoz+fruktoz (G+F) toplamı verilmektedir. Örneklerdeki glukoz miktarı $26.0-34.3$ (ort. 30.4) arasında, fruktoz miktarı ise $31.5-39.1$ (ort. 35.3) arasında değişim göstermektedir. Yasal mevzuatta bu şekerlerin bireysel değerlendirmeleri yerine toplam ve oransal değerlendirmelerin yapılması gerektiği öngörülmüştür. Bu anlamda Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'nde (Anonymous, 2012) glukoz ve fruktoz içeriklerinin toplamı çiçek balları için en az 60 ve F/G oranının ise kekik ve akasya gibi bazı ballar hariç $0.9-1.4$ arasında olması gerektiği ifade edilmiştir. Toplam glukoz ve fruktoz değerleri göz önüne alındığında, incelenen örneklerden sadece 1 tanesinde belirlenen minimum limit değerinin altında sonuç elde edilmiş, F/G oranı noktasında ise tüm örnekler, belirlenen sınırlar içerisinde değer almıştır. Gerek Kodeks Alimentarius (Anonymous, 2016) ve gerekse Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'nde (Anonymous, 2012) maksimum 5 olarak limit değeri belirlenen sukroz açısından değerlendirme yapıldığında, tüm örneklerin bu değerinin altında sonuç verdiği tespit edilmiştir. Nitekim bazı örneklerde sukroz tespit edilememiş, sadece 4 örnekte ise 1 'in üzerinde (maksimum değer 4.64) sonuç elde edilmiştir. Literatürde balların şeker içeriği ile ilgili olarak çok sayıda çalışma mevcut olup şeker kompozisyonları, üretildiği bölge ve nektar kaynaklarına göre geniş ölçüde değişebilmektedir (Juan-Borras vd., 2014). Bal çeşitlerine göre şeker miktarlarında farklılıklar olsa da genel olarak fruktozun diğer şekerlere kıyasla daha fazla

olduğu görülmektedir (Tezcan vd., 2011; Juan-Borras vd., 2014; Can vd., 2015).

Çizelge 1. Bal örneklerinin suda çözünür kuru madde, nem, pH, serbest asitlik, HMF, kül, elektriksel iletkenlik ve diastaz sayısı değerleri

Table 1. Soluble solid, moisture, pH, free acidity, HMF, ash, electrical conductivity and diastase numbers of honey samples

Örnek kodu Sample code	Çözünür kuru madde Soluble solid (°Bx)	Nem Moisture (%)	pH	Serbest asitlik Free acidity (meq/kg)	HMF (mg/kg)	Kül Ash (%)	Elektriksel iletkenlik Electrical conductivity ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	Diastaz sayısı Diastase number
1	82.4±0.1	15.9±0.1	3.89±0.01	34.1±3.5	3.5±0.7	0.23±0.02	412±9	21.7±0.0
2	80.0±0.3	18.3±0.3	3.81±0.09	34.9±2.3	2.3±0.1	0.33±0.07	444±11	16.0±0.1
3	79.4±0.1	19.0±0.2	3.75±0.00	35.2±2.3	7.7±0.9	0.13±0.00	396±4	17.4±0.2
4	80.5±0.0	17.8±0.0	3.76±0.00	35.2±2.3	3.7±0.2	0.12±0.02	397±19	21.3±0.2
5	81.3±0.3	17.1±0.3	3.60±0.14	35.1±0.6	1.0±0.0	0.14±0.02	333±13	20.6±1.6
6	81.3±0.0	16.8±0.0	3.69±0.00	40.4±4.6	1.1±0.0	0.19±0.02	452±4	27.3±0.5
7	82.5±0.3	15.8±0.3	3.80±0.10	35.0±3.9	1.2±0.0	0.19±0.04	420±0	17.0±0.7
8	80.9±0.1	17.5±0.2	3.67±0.04	37.6±1.4	3.0±0.2	0.02±0.00	285±13	32.2±0.4
9	82.4±0.1	15.9±0.1	3.76±0.01	35.1±0.6	4.2±0.0	0.12±0.01	299±11	20.7±1.8
10	82.8±0.3	15.6±0.3	3.77±0.06	37.3±2.9	4.2±0.5	0.15±0.04	302±7	18.0±0.7
11	82.0±0.3	16.3±0.3	3.80±0.04	33.1±1.6	2.7±0.1	0.05±0.01	259±10	20.0±1.1
12	82.0±0.3	16.3±0.3	3.73±0.02	32.0±0.9	2.9±0.1	0.07±0.01	298±18	16.0±1.8
13	83.5±0.3	14.8±0.3	3.55±0.14	29.6±0.8	7.0±1.0	0.06±0.02	205±2	8.7±0.2
14	82.1±0.1	16.1±0.1	3.71±0.08	31.1±0.1	4.1±2.7	0.10±0.02	294±6	11.6±2.0
15	82.5±0.3	15.8±0.3	3.90±0.05	47.8±1.8	0.5±0.1	0.26±0.06	480±3	23.1±2.0
16	80.8±0.3	17.6±0.3	3.93±0.02	33.7±0.2	10.8±0.7	0.22±0.04	435±19	3.5±1.1
17	81.1±0.1	17.1±0.3	3.90±0.09	21.1±1.1	6.3±0.3	0.02±0.00	242±15	0.1±0.1
18	81.4±0.1	16.8±0.0	3.88±0.04	25.9±1.9	36.5±7.6	0.08±0.02	214±7	4.0±0.0
19	80.4±0.1	17.9±0.1	3.63±0.07	33.3±2.4	1.7±0.9	0.08±0.03	310±5	24.4±2.1
20	81.4±0.1	16.9±0.1	3.99±0.05	38.3±0.5	4.2±0.7	0.28±0.03	561±5	19.2±1.5
21	81.5±0.0	16.8±0.0	3.96±0.03	33.5±0.8	1.6±0.3	0.21±0.02	416±3	18.1±2.1
22	81.3±0.0	17.0±0.0	3.88±0.07	40.0±0.7	0.6±0.1	0.15±0.02	431±5	23.3±3.6
23	76.8±0.0	21.7±0.0	3.77±0.06	36.1±0.4	0.5±0.1	0.12±0.03	334±27	19.7±2.8
24	82.3±0.3	16.0±0.2	3.90±0.06	26.5±0.8	1.9±0.0	0.17±0.02	298±0	11.1±2.2
25	80.6±0.1	17.7±0.1	3.60±0.09	31.8±1.0	8.7±0.1	0.10±0.01	264±14	15.4±1.5
26	82.0±0.0	16.2±0.0	3.74±0.04	46.3±3.3	1.0±0.3	0.15±0.00	400±0	17.2±3.5
27	82.6±0.1	15.7±0.2	3.85±0.01	32.3±2.5	1.7±0.0	0.11±0.08	294±12	23.2±3.0
28	81.6±0.4	16.5±0.3	3.92±0.02	28.6±2.9	0.3±0.0	0.20±0.02	271±7	14.4±0.4
29	81.5±0.0	16.8±0.0	3.93±0.00	27.9±0.00	0.9±0.1	0.17±0.03	523±23	19.8±0.9
30	81.3±0.5	17.1±0.5	3.73±0.00	28.7±0.00	4.6±0.7	0.13±0.01	281±0	14.6±0.9
31	82.5±0.0	15.8±0.0	4.20±0.00	29.2±0.00	0.4±0.1	1.58±0.11	367±4	14.4±0.6
32	81.6±0.4	16.6±0.4	3.93±0.01	25.3±0.5	0.3±0.0	0.13±0.03	302±0	18.7±2.8
33	81.0±1.0	17.3±1.1	3.86±0.04	35.0±1.8	0.3±0.1	0.12±0.03	337±7	11.0±1.3
34	82.8±0.3	15.6±0.3	3.92±0.00	30.8±0.00	4.2±1.3	0.16±0.01	361±0	14.5±1.1
35	82.5±0.5	15.8±0.4	3.94±0.01	24.9±0.2	3.4±1.2	0.04±0.02	265±6	9.5±0.7
36	80.4±0.1	17.9±0.1	3.85±0.03	32.0±1.7	0.4±0.2	0.10±0.01	288±5	21.2±0.9
37	81.3±0.3	17.1±0.3	3.80±0.04	27.5±1.7	1.5±0.0	0.02±0.01	271±5	14.0±0.5
38	81.6±0.6	16.7±0.7	3.83±0.05	47.3±0.7	2.9±0.5	0.23±0.02	411±11	19.0±1.8
39	81.9±0.1	16.4±0.2	3.79±0.03	37.0±3.0	5.0±3.8	0.09±0.00	364±10	20.3±1.0
40	82.1±0.1	16.1±0.1	4.13±0.03	21.5±0.4	1.5±0.5	0.57±0.16	674±0	16.3±1.4
41	80.8±0.0	17.6±0.0	3.87±0.05	25.2±1.6	0.5±0.0	0.13±0.02	327±0	9.1±0.8
42	81.0±0.8	17.3±0.7	3.93±0.03	25.3±1.0	1.1±0.9	0.18±0.04	313±2	9.6±1.4
43	82.1±0.1	16.1±0.1	3.91±0.09	26.1±0.4	1.7±0.1	0.18±0.01	307±5	15.8±1.4
44	80.6±0.1	17.7±0.1	3.74±0.22	32.4±1.6	2.3±0.2	0.22±0.01	415±13	17.4±1.9
45	81.1±0.1	17.1±0.3	3.91±0.05	21.4±1.3	1.6±0.5	0.23±0.10	355±0	9.5±0.7
46	80.3±0.0	18.0±0.0	3.78±0.12	29.7±1.5	0.8±0.1	0.05±0.01	285±1	12.7±1.4
47	83.8±0.3	14.5±0.3	3.90±0.07	25.0±0.2	4.6±1.8	0.11±0.03	261±5	18.0±1.7
Endüşük Min.	76.8	14.5	3.55	21.1	0.3	0.02	205	0.1
Enyüksek Max.	83.8	21.7	4.20	47.8	36.5	1.58	674	32.2
Ortalama Mean	81.5	16.9	3.83	32.2	3.5	0.18	350	16.4

Çorum yöresi ballarının bazı kimyasal kalite parametreleri

Çizelge 2. Bal örneklerinin şeker içerikleri
Table 2. Sugar contents of honey samples

Örnek kodu Sample code	Glukoz, G Glucose (%)	Fruktoz, F Fructose (%)	Sukroz Sucrose (%)	G+F (%)	F/G
1	29.4±0.5	35.7±0.7	0.11±0.00	65.1±1.1	1.22±0.00
2	29.4±0.8	34.5±0.7	t.e.*	64.0±1.5	1.17±0.01
3	29.9±0.4	34.4±0.5	t.e.	64.4±0.9	1.15±0.00
4	30.2±0.9	36.2±1.2	t.e.	66.4±2.1	1.20±0.00
5	31.2±1.0	35.8±1.1	t.e.	67.0±2.1	1.14±0.00
6	30.5±0.1	36.4±0.0	t.e.	66.9±0.1	1.20±0.00
7	33.7±1.0	34.9±1.4	0.15±0.00	68.6±2.4	1.03±0.01
8	28.8±0.3	34.7±0.3	0.16±0.01	63.6±0.6	1.20±0.00
9	28.1±1.5	34.0±1.6	0.42±0.02	62.1±3.0	1.21±0.01
10	30.1±2.4	34.9±2.7	1.07±0.06	65.0±5.1	1.16±0.00
11	31.0±1.2	36.3±1.5	0.14±0.03	67.3±2.7	1.17±0.00
12	28.2±1.3	34.0±1.5	0.21±0.02	62.2±2.8	1.21±0.00
13	28.7±0.3	32.1±0.4	4.64±0.02	60.9±0.6	1.12±0.00
14	28.9±0.6	34.6±0.7	0.06±0.01	63.5±1.2	1.20±0.00
15	28.9±1.0	35.9±1.4	0.06±0.02	64.8±2.4	1.24±0.00
16	29.6±0.4	34.3±0.5	t.e.	63.9±0.8	1.16±0.00
17	32.2±0.3	35.7±0.4	0.10±0.01	67.9±0.8	1.11±0.00
18	29.0±1.1	33.3±1.2	2.30±0.03	62.2±2.2	1.15±0.00
19	29.7±1.4	36.7±2.3	t.e.	66.4±3.7	1.23±0.02
20	30.4±1.7	36.2±2.0	t.e.	66.6±3.7	1.19±0.00
21	30.4±0.1	36.4±0.2	t.e.	66.8±0.3	1.19±0.01
22	32.0±0.6	38.6±0.7	0.30±0.01	70.6±1.2	1.21±0.00
23	26.0±1.9	31.5±2.4	0.05±0.02	57.5±4.4	1.21±0.00
24	30.8±0.6	36.5±0.4	0.76±0.01	67.3±1.0	1.19±0.01
25	31.2±0.3	34.4±0.5	0.22±0.04	65.6±0.8	1.10±0.01
26	31.0±1.1	34.5±2.5	0.15±0.10	65.5±3.7	1.11±0.04
27	29.2±0.2	34.2±0.4	0.30±0.17	63.5±0.6	1.17±0.00
28	32.8±0.4	36.8±0.6	t.e.	69.6±1.0	1.12±0.00
29	29.8±0.6	32.7±0.9	t.e.	62.5±1.6	1.09±0.01
30	30.4±0.2	36.1±0.4	2.74±0.42	66.5±0.6	1.19±0.00
31	30.3±2.1	34.7±2.7	t.e.	65.0±4.8	1.15±0.01
32	30.5±2.1	35.3±2.6	t.e.	65.8±4.8	1.16±0.01
33	30.6±0.2	34.0±0.1	t.e.	64.6±0.3	1.11±0.00
34	28.9±0.7	35.3±0.8	0.17±0.02	64.2±1.5	1.22±0.00
35	30.6±0.3	35.9±0.6	0.23±0.02	66.5±0.9	1.17±0.01
36	30.6±2.0	36.5±1.9	t.e.	67.1±3.8	1.19±0.02
37	29.1±1.2	35.9±1.6	0.13±0.01	65.0±2.8	1.24±0.01
38	31.6±0.1	36.9±0.3	t.e.	68.6±0.4	1.17±0.00
39	30.3±1.4	36.5±1.5	0.24±0.00	66.7±2.9	1.20±0.00
40	29.4±0.5	34.8±0.4	0.41±0.00	64.2±0.9	1.18±0.00
41	34.2±0.1	35.7±0.2	t.e.	69.9±0.4	1.05±0.00
42	31.6±0.9	35.4±1.1	t.e.	67.0±1.9	1.12±0.00
43	32.9±0.9	35.5±0.9	t.e.	68.4±1.8	1.08±0.00
44	30.3±0.6	36.1±0.6	t.e.	66.4±1.2	1.19±0.01
45	30.3±0.1	35.3±0.1	0.26±0.04	65.6±0.0	1.16±0.01
46	31.9±0.4	36.0±0.3	t.e.	67.9±0.8	1.13±0.01
47	34.3±0.7	39.1±0.6	0.40±0.00	73.4±1.2	1.10±0.90
En düşük Min.	26.0	31.5	t.e.	57.5	1.03
En yüksek Max.	34.3	39.1	4.64	73.4	1.24
Ortalama Mean	30.4	35.3	0.34	65.8	1.16

*t.e.: tespit edilememiştir (not detected)

Bal örneklerinde incelenen tüm parametreler arasındaki ilişkileri içeren korelasyon matrisi Pearson korelasyon katsayıları bazında Çizelge 3'te verilmektedir. Korelasyon matrisi içerisinde göze çarpan önemli ilişkilerden biri HMF ve diastaz sayıları arasında olup her iki parametre arasında yüksek düzeyde negatif bir ilişki mevcuttur. Yani diastaz sayısı düşük olan örneklerin HMF içerikleri yüksektir. Diastazın depolama süresi içerisinde azaldığı ve ısıtma işlemi gibi proses koşullarından da olumsuz etkilendiği, buna karşılık uygun olmayan ısıtma işlemi ve uzun depolama süresince HMF oluşumunun arttığı göz

önüne alındığında, elde edilen korelasyon verilerinin bu değerlendirmeyi doğruladığı görülmektedir. HMF ve sukroz arasında ilginç bir korelasyon tespit edilmiş olup sukroz içeriği yüksek olan balların HMF içerikleri de yüksektir. Buna karşılık balların fruktoz ve glukoz içerikleri ile HMF konsantrasyonları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir ilişki belirlenmemiştir. HMF oluşumunda monosakkaritlerin öncül bileşenler olarak etkili oldukları bilinmektedir. İnversiyon yoluyla sukrozun glukoz ve fruktoza dönüştüğü düşünülürse, sukroz da HMF oluşumunda etkili bileşenlerden biri olarak değerlendirilebilir.

Çizelge 3. Bal örneklerinin çeşitli kalite parametreleri açısından korelasyon matrisi

Table 3. Correlation matrix between some quality parameters of honey samples

	Çözünür kuru madde <i>Soluble solid</i>	Nem <i>Moisture</i>	pH	Serbest asitlik <i>Free acidity</i>	HMF	Kül <i>Ash</i>	Elektriksel iletkenlik <i>Electrical conductivity</i>
Çözünür kuru madde <i>Soluble solid</i>	1	-0.998**	0.199	-0.092	0.022	0.137	-0.076
Nem <i>Moisture</i>	-0.998**	1	-0.208	0.101	-0.026	-0.140	0.069
pH	0.199	-0.208	1	-0.336*	-0.062	0.590**	0.399**
Serbest asitlik <i>Free acidity</i>	-0.092	0.101	-0.336*	1	-0.146	-0.039	0.314*
HMF	0.022	-0.026	-0.062	0.146	1	-0.146	-0.258
Kül <i>Ash</i>	0.137	-0.140	0.590**	-0.039	-0.146	1	0.361*
Elektriksel iletkenlik <i>Electrical conductivity</i>	-0.076	0.069	0.399**	0.314*	-0.258	0.361*	1
Diastaz sayısı <i>Diastase number</i>	-0.048	0.054	-0.252	0.578**	-0.407**	-0.015	0.290*
Glukoz (G) <i>Glucose</i>	0.238	-0.251	0.169	-0.199	-0.172	-0.012	-0.082
Fruktoz (F) <i>Fructose</i>	0.231	-0.239	0.158	0.054	-0.257	-0.045	0.039
Sukroz <i>Sucrose</i>	0.295*	-0.285	-0.292*	0.164	0.447**	-0.117	-0.349*
G+F	0.261	-0.273	0.180	-0.086	-0.241	-0.031	-0.027
F/G	-0.110	0.119	-0.064	0.307*	-0.038	-0.018	0.136

** korelasyon 0.01 düzeyinde anlamlıdır (*correlation is significant at the 0.01 level*)

* korelasyon 0.05 düzeyinde anlamlıdır (*correlation is significant at the 0.05 level*)

Çizelge 3. (Devam) Bal örneklerinin çeşitli kalite parametreleri açısından korelasyon matrisi
Table 3. (Cont.) Correlation matrix between some quality parameters of honey samples

	Diastaz sayısı Diastase number	Glukoz (G) Glucose	Fruktoz (F) Fructose	Sukroz Sucrose	G+F	F/G
Çözünür kuru madde Soluble solid	-0.048	0.238	0.231	0.295*	0.261	-0.110
Nem Moisture	0.054	-0.251	-0.239	-0.285	-0.273	0.119
pH	-0.252	0.169	0.158	-0.292*	0.180	-0.064
Serbest asitlik Free acidity	0.578*	-0.199	0.054	0.164	-0.086	0.307*
HMF	-0.407*	-0.172	-0.257	0.447*	-0.241	-0.038
Kül Ash	-0.015	-0.012	-0.045	-0.117	-0.031	-0.018
Elektriksel iletkenlik Electrical conductivity	0.290*	-0.082	0.039	-0.349*	-0.027	0.136
Diastaz sayısı Diastase number	1	-0.175	0.221	-0.283	0.016	0.404**
Glukoz (G) Glucose	-0.175	1	0.611**	-0.188	0.910**	-0.684**
Fruktoz (F) Fructose	0.221	0.611**	1	-0.301*	0.884**	0.147
Sukroz Sucrose	-0.283	-0.188	0.910**	1	-0.268	-0.058
G+F	0.016	-0.301*	0.884**	-0.268	1	-0.328*
F/G	0.404**	-0.684**	0.147	-0.058	-0.328*	1

** korelasyon 0.01 düzeyinde anlamlıdır (correlation is significant at the 0.01 level)

* korelasyon 0.05 düzeyinde anlamlıdır (correlation is significant at the 0.05 level)

Elde edilen veriler Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'nde (Anonymous, 2012) belirtilen kriterler çerçevesinde değerlendirildiğinde, Çorum yöresi ballarının genel olarak yasal mevzuatın öngördüğü kriterleri taşıdığı, ancak 1 örneğin nem ile glukoz ve fruktoz (G+F) toplamı açısından, 3 örneğin ise diastaz sayısı açısından mevzuata uymadığı görülmektedir. Nitekim nem miktarı mevzutta %20 ile sınırlandırılırken bu örnekte %21.7 olarak belirlenmiş, aynı örnekte en az %60 olması gereken fruktoz ve glukoz toplamı ise %57.5 olarak tespit edilmiştir. Söz konusu bal örneğinde muhtemelen erken hasat nedeniyle kuru madde içeriğinin yeterince artmadığı, yüksek su içeren ortamda daha kolay gerçekleşebilecek fermantasyonda mikroorganizmaların

karbonhidratları kullanmalarına bağlı olarak da şeker içeriğinde azalma meydana geldiği düşünülmektedir. Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği (Anonymous, 2012) diastaz sayısının, yapısında doğal olarak az enzim bulunan narenciye balları gibi bazı ballar dışında en az 8 olması gerektiğini ifade etmektedir. Diastaz sayısı tayini gerçekleştirilen örneklerin 3'ünde belirlenen değerlerin bu sınırın altında kaldığı görülmüştür. Bilindiği üzere diastaz sayısı depolama süresinin uzamasına bağlı olarak azalabildiği gibi, ısıya duyarlı bir enzim olması dolayısıyla uygun olmayan ısı işleminin belirteci olarak da kullanılabilir. Bu noktadan bakıldığında diastaz sayısını azaltan etmenlerin aynı zamanda HMF içeriğini de arttırıcı yönde etki ettiği ortadadır.

Bizim çalışmamız sonucunda da bu 3 örnekteki HMF konsantrasyonlarının (6.3, 10.8, 36.5 mg/kg), HMF için saptanan ve 3.5 mg/kg olan ortalama değerden fazla olduğu görülmektedir. Hatta 36.5 mg/kg olarak saptanan en yüksek konsantrasyona sahip örnek, standart sapma ile birlikte değerlendirildiğinde yasal mevzuatta HMF için belirlenmiş üst limit olan 40 mg/kg noktasında riskli olarak da değerlendirilebilir. Dolayısıyla diastaz sayısı 8'in altında olan 3 örneğin, HMF içerikleri de dikkate alınarak uygun olmayan depolama koşullarında muhafaza edildiği ya da uygun olmayan şiddette bir ısı işleme maruz kalmış olabileceği söylenebilir. İklim ve çevresel faktörlerin balların bileşimi üzerine etkili olduğu bilinmektedir. Bu anlamda gerçekleştirilen araştırma, Çorum yöresinde üretilen balların kalite parametrelerinin ortaya konması noktasında belirleyebildiğimiz ilk akademik çalışma olma özelliği taşımakta olup, bu anlamda bundan sonra gerçekleştirilecek çalışmalara da alt yapı oluşturabileceği düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR

19004.15.004 numaralı proje kapsamında vermiş oldukları maddi destekten dolayı Hitit Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine ve bal örneklerinin temin edilmesini sağlayan Çorum İli Arı Yetiştiricileri Birliği yönetimi ve üyelerine teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

Ahmed, M., Djebli, N., Aissat, S., Khiati, B., Meslem, A., Bacha, S. (2013). Invitro activity of natural honey alone and in combination with curcuma starch against *Rhodotorula mucilaginosa* in correlation with bioactive compounds and diastase activity. *Asian Pac J Trop Biomed*, 3(10): 816-821.

Akbulut, M., Ozcan, M.M., Coklar, H. (2009). Evaluation of antioxidant activity, phenolic, mineral contents and some physicochemical properties of several pine honeys collected from Western Anatolia. *Int J Food Sci Nutr*, 60(7): 577-589.

Alvarez-Suarez, J.M., Tulipani, S., Diaz, D., Estevez, Y., Romandini, S., Giampieri, F., Damiani, E., Astolfi, P., Bompadre, S., Battino,

M. (2010). Antioxidant and antimicrobial capacity of several monofloral Cuban honeys and their correlation with color, polyphenol content and other chemical compounds. *Food Chem Toxicol*, 48(8-9): 2490-2499.

Anonymous (2009). Harmonised Methods of the International Honey Commission. <http://www.ihc-platform.net/ihcmethods2009.pdf>.

Anonymous (2012). Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği. Tebliğ No: 2012/58.

Anonymous (2016). Codex Standard for Honey. <http://www.ihc-platform.net>.

Baroni, M.V., Arrua, C., Nores, M.L., Faye, P., Diaz, M.D.P., Chiabrando, G.A., Wunderlin, D.A. (2009). Composition of honey from Cordoba (Argentina): Assessment of North/South provenance by chemometrics. *Food Chem*, 114(2): 727-733.

Bertoncelj, J., Dobersek, U., Jamnik, M., Golob, T. (2007). Evaluation of the phenolic content, antioxidant activity and colour of Slovenian honey. *Food Chem*, 105(2): 822-828.

Can, Z., Yildiz, O., Sahin, H., Akyuz-Turumtay, E., Silici, S., Kolayli, S. (2015). An investigation of Turkish honeys: Their physic-chemical properties, antioxidant capacities and phenolic profiles. *Food Chem*, 180: 133-141.

Chakir, A., Romane, A., Barbagianni, N., Bartoli, D., Ferrazzi, P. (2011). Major and trace elements in different types of Moroccan honeys. *Aust J Basic Appl Sci*, 5(4): 223-231.

Conti, M.E. (2000). Lazio region (central Italy) honeys: a survey of mineral content and typical quality parameters. *Food Control*, 11(6): 459-463.

da Silva, P.M., Gauche, C., Gonzaga, L.V., Costa, A.C.O., Fett, R. (2016). Honey: Chemical composition, stability and authenticity. *Food Chem*, 196: 309-323.

Escriche, I., Kadar, M., Juan-Borras, M., Domenech, E. (2014). Suitability of antioxidant capacity, flavonoids and phenolic acids for floral authentication of honey. Impact of industrial thermal treatment. *Food Chem*, 142: 135-143.

- Esti, M., Panfili, G., Marconi, E., Trivisonno, M.C. (1997). Valorization of the honeys from the Molise region through physic-chemical, organoleptic and nutritional assessment. *Food Chem*, 58(1-2): 125-128.
- Fallico, B., Zappala, M., Arena, E., Verzera, A. (2004). Effects of conditioning on HMF content in unifloral honeys. *Food Chem*, 85(2): 305-313.
- Finola, M.S., Lasagno, M.C., Marioli, J.M. (2007). Microbiological and chemical characterization of honeys from central Argentina. *Food Chem*, 100(4): 1649-1653.
- Habib, H.M., Al Meqbali, F.T., Kamal, H., Souka, U.D., İbrahim, W.D. (2014). Physicochemical and biochemical properties of honeys from arid regions. *Food Chem*, 153: 35-43.
- Juan-Borras, M., Domenech, E., Hellebrandova, M., Escriche, I. (2014). Effect of country origin on physicochemical, sugar and volatile composition of acacia, sunflower and tilia honeys. *Food Res Int*, 60: 86-94.
- Kahraman, T., Buyukunal, S.K., Vural, A., Sandıkcı-Altunatmaz, S. (2010). Physico-chemical properties in honey from different regions of Turkey. *Food Chem*, 123(1): 41-44.
- Kamal, M.A., Klein, P. (2011). Determination of sugars in honey by liquid chromatography. *Saudi J Biol Sci*, 18(1): 17-21.
- Kukurova, K., Karovicova, J., Kohajdova, Z., Bilikova, K. (2008). Authentication of honey by multivariate analysis of its physico-chemical parameters. *J Food Nutr Res*, 47(4): 170-180.
- Küçük, M., Kolayh, S., Karaoğlu, S., Ulusoy, E., Baltacı, C., Candan, F. (2007). Biological activities and chemical composition of three honeys of different types from Anatolia. *Food Chem*, 100(2): 526-534.
- Onsekizoglu, P., Bahçeci, K.S., Acar, J. (2010). Clarification and the concentration of apple juice using membrane processes: a comparative quality assessment. *J Memb Sci*, 352(1-2): 160-165.
- Özcan M.M., Ömez, C. (2014). Some qualitative properties of different monofloral honeys. *Food Chem*, 163: 212-218.
- Sağdıç, O., Silici, S., Ekici, L. (2013). Evaluation of the phenolic content, antiradical, antioxidant, and antimicrobial activity of different floral sources of honey. *Int J Food Prop*, 16(3): 658-666.
- Sant'Ana, L.D., Ferreira, A.B.B., Lorenzon, M.C.A., Berbara, R.L.L., Castro, R.N. (2014). Correlation of total phenolic and flavonoid contents of Brazilian honeys with colour and antioxidant capacity. *Int J Food Prop*, 17(1): 65-76.
- Saxena, S., Gautam, S., Sharma, A. (2010). Physical, biochemical and antioxidant properties of some Indian honeys. *Food Chem*, 118(2): 391-397.
- Singh, N., Bath, P.K. (1997). Quality evaluation of different types of Indian honey. *Food Chem*, 58(1-2): 129-133.
- Tezcan, F., Kolayli, S., Sahin, H., Ulusoy, E., Erım, F.B. (2011). Evaluation of organic acid, saccharide composition and antioxidant properties of some authentic Turkish honeys. *J Food Nutr Res*, 50(1): 33-40.
- Yılmaz, H., Küfrevioğlu, I. (1999). Composition of honeys collected from eastern and south-eastern Anatolia and effect of storage on hydroxymethylfurfural content and diastase activity. *Turk J Agric For*, 25: 347-349.
- Yücel, Y., Sultanoğlu, P. (2013). Characterization of honeys from Hatay region by their physicochemical properties combined with chemometrics. *Food Biosci*, 1: 16-25.

ÇEŞİTLİ MADEN SULARINDA ANYON VE KATYON MİKTARLARININ BELİRLENMESİ

Yağmur Oruç^{1*}, Belgin İzgi²

¹Uludağ İçecek Türk A.Ş., Ar&Ge Merkezi, Yeniceköy mah, İnegöl, Bursa, Türkiye

²Bursa Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Nilüfer, Bursa, Türkiye

Geliş / Received: 29.05.2019; Kabul / Accepted: 08.11.2019; Online baskı / Published online: 24.02.2020

Oruç, Y., İzgi, B. (2019). Çeşitli maden sularında anyon ve katyon miktarlarının belirlenmesi. *GIDA* (2020) 45(2) 242-252 doi: 10.15237/gida.GD19092.

Oruç, Y., İzgi, B. (2019). Determination of anion and cation amounts in various mineral waters. *GIDA* (2010) 45(2) 242-252 doi: 10.15237/gida.GD19092.

ÖZ

Maden suyu insan sağlığı açısından yararlı mineralleri yüksek oranda bünyesinde bulunduran doğal bir gıda ürünüdür. Bu mineraller insan vücudunda sentezlenemez ve dışarıdan alınmalıdır. Çalışmanın amacı, maden sularının mevcut mineral içeriği üzerine katkı maddelerinden gelebilecek olumlu/olumsuz etkilerinin olup olmadığı yanı sıra bu sınıftaki içeceklerin gerçekten zengin minerali su ile hazırlanıp/hazırlanmadığının belirlenmesidir. Çalışma kapsamında; ticari olarak piyasada bulunan 4 farklı kategoride; sade, aroma, meyve konsantresi ve vitamin katkılı maden suyu çeşitlerinde iletkenlik detektörlü iyon kromatografisi (IC-CD) kullanılarak, anyon (Cl⁻, F⁻, NO₂⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻) ve katyon (Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺) içerikleri kıyaslanmıştır. SO₄ için; katkısız maden suyunda, aroma, vitamin ve meyve katkılı maden suyunda konsantrasyonları sırası ile 24.55 mg/L, 21.52 mg/L, 21.20 mg/L ve 55.08 mg/L olarak tespit edildi. K için ise; katkısız maden suyunda, aroma, vitamin ve meyve katkılı maden suyunda konsantrasyonları sırası ile 27.97 mg/L, 22.51 mg/L, 26.10 mg/L ve 185.60 mg/L olarak tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: Anyon, doğal maden suyu (maden minerali sular), iyon kromatografisi, Katyon

DETERMINATION OF ANION AND CATION AMOUNTS IN VARIOUS MINERAL WATERS

ABSTRACT

Spring mineral water contains minerals in itself that is beneficial for human health. These minerals are not synthesized in the human body, and they should be taken from outside. The aim of the study is to determine whether the mineral waters have positive/negative effects on the mineral content of the additives and the determination of using / disuse mineral water when preparing products. In this study, four different categories were compared in the local market: standard mineral water, flavored mineral water, fruity mineral water, and mineral water with vitamin. Anion (Cl⁻, F⁻, NO₂⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻) and cation (Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺) compounds were determined by ion chromatography with conductivity detector (IC-CD). Result of SO₄ 24.55 mgL⁻¹, 21.52 mg L⁻¹, 21.20 mg L⁻¹, and 55.08 mg L⁻¹ for standard, flavored, fruity mineral water, and mineral water with vitamin.

Keywords Anion, cation, ion chromatography, natural mineral water

* Yazışmalardan sorumlu yazar/Corresponding author:

✉ yoruc@uludagicecek.com.tr,

☎ (+90) 224 777 0100-3368

☎ (+90) 224 777 0116

Yağmur Oruç; ORCID no: 0000-0001-9043-4264

Belgin İzgi; ORCID no: 0000-0002-1074-3612

GİRİŞ

Mineralli su; çözülmüş mineral tuzları, elementler ve gaz içermektedir. Genel olarak, jeolojik ve fiziksel olarak koruma altında tutulan yeraltı sularından kuyu açılarak veya kaynaktan doldurularak elde edilmektedir (T.C. Sağlık Bakanlığı Doğal Mineralli Sular Rehber Kitabı, 2008). Kar ve yağmur gibi yüzey suları çeşitli yollar ile zamanla yer altına sızmaktadır. 10-100 yıl arası depolanan bu sular buldukları ortamdaki kayaların özelliklerine göre çeşitli mineralleri bünyesine alırlar. Bünyelerine aldıkları mineraller 1000mg/L'ye ulaştığında sular geleneksel adı olan maden suyu özelliği kazanmış olur (Gezer, 2016; Gültekin ve Dilek, 2005). Maden suyu içerisinde bulundurduğu zengin mineraller sebebi ile içme sularına oranla sertliği daha yüksek olduğu için halk arasında 'acı su' diye de tabir edilir (Kopar, 2002). Bu özelliğinin yanında gıda endüstrisi alanında maden suyunun içimini kolaylaştırmak ve mikrobiyolojik oluşumları engellemek açısından karbondioksit ilavesi yapılmaktadır.

01.12.2004 tarihli ve 25657 sayılı resmi gazetede yayınlanan, Doğal mineralli sular hakkındaki yönetmelikte; mineralli suların tanımı; *'Yerkabuğunun çeşitli derinliklerinde uygun jeolojik şartlarda doğal olarak oluşan, bir veya daha fazla kaynaktan yeryüzüne kendiliğinden çıkan veya teknik usullerle çıkartılan, mineral içeriği, kalıntı elementleri ve diğer bileşenleri ile tanımlanan, her türlü kirlenme riskine karşı korunmuş, mikrobiyolojik yönden uygun yönetmelikte belirtilen kimyasal parametrelere uygun su'* olarak tanımlanmaktadır (Anonymous, 2013).

Bu bilgilerin yanında doğal mineralli sularla ilgili olarak aynı yönetmelikte, Madde 25 içinde yer verilen ve *"Piyasada veya tanıtımlarda doğal mineralli suyun ihtiva ettiği maddelerin veya doğal mineralli suyun önemli bir niteliğinin vurgulanması açısından aşağıda belirtilen hususlara uyulur"* ifadesine göre de doğal mineralli suların farklı şekillerde sınıflandırılması da yapılmaktadır. Aşağıda kısaca bu sınıflandırılma özetlenmiştir.

Katı tortu olarak hesaplanan mineral miktarına göre;
1500 mg/L'nin üzerinde ise "zengin mineralli"
500 mg/L'nin üzerinde ise "düşük mineralli",

50 mg/L'nin altında ise "çok düşük mineralli" adını alır.

Ayrıca isimlendirme için bileşen içeriğine göre de aşağıdaki şekilde;
bikarbonat değeri 600 mg/L'nin üzerinde ise "Bikarbonatlı",
sülfat değeri 200 mg/L'nin üzerinde ise "Sülfatlı",
klorür değeri 200 mg/L'nin Klorürlü,
kalsiyum değeri 150 mg/L'nin üzerinde ise "Kalsiyumlu",
magnezyum değeri 50 mg/L'nin üzerinde ise "Magnezyumlu",
çift değerli Demir değeri 1mg/L'nin üzerinde ise "Demirli",
florür değeri 1 mg/L'nin üzerinde ise "Florürlü",
sodyum değeri 200 mg/L'nin "Sodyumlu",
ibarelerini alır. (Anonymous, 2013)

Sıcak ve soğuk mineralli su kaynakları açısından Türkiye, dünyada ilk 7 ülke arasında yer almaktadır. Bunun en önemli sebebi, coğrafi konumunda volkanik ve tektonik arazilerin oldukça fazla olmasıdır. Ülkemizde toplam 1300 adet farklı debilerde mineralli su kaynağı bulunmaktadır. Bu kaynaklara kaplıca, ılıca gibi termal su kaynakları da dâhildir (Toroglu ve Ceylan, 2013; Korkmaz, Karataş; 2011).

Vücudun dengeli bir şekilde büyüyüp gelişmesi için makro minerallere ve eser elementlere ihtiyacı vardır. Bu mineraller de maden suyu içerisinde bolca bulunmaktadır. Vücudun günlük gereksinimi 250 mg'ın üzerinde olan minerallere makro mineraller, günlük gereksinimi 20 mg'ın altında olan minerallere ise eser element denir. Makro minerallere sodyum, potasyum, kalsiyum gibi mineraller örnek verilirken, eser elementlere ise demir, çinko, selenyum örnek verilebilir.

Minerallerin yetersiz alınımı ya da hiç alınmaması insan sağlığında olumsuz etkilere sebep olabilir. Bu olumsuz etkilere, öğrenme yeteneğinde azalma, zihinsel problemler, enfeksiyon riskinde artış, düşük çalışma kapasitesi, görme bozukluğu ve prematüre ölümler örnek verilebilir. Bu tür rahatsızlıklar büyüme, gelişme ve yaşam kalitesi açısından yarattığı olumsuz etkiler sebebi ile ulusların, sosyal ve ekonomik potansiyelinde

önemli kayıplar yaratmaktadır (Mete ve Altuner, 2017; Samur, 2008). Magnezyum alınıcı kroner arter hastalıklara, havaleye ve insülin direncine karşı koruyucu bir etkiye sahiptir. Yaklaşık 350 enzimde kofaktör olarak, protein ve nükleik asitlerin sentezinde görev alır. Ayrıca ATP sentezine yardımcı olarak enerji üretimini sağlar. Çinko, selenyum, magnezyum ise metabolik yollarda kataliz olarak görev alarak hormonal fonksiyonlarda etkin rol oynar. Sodyum, klor, potasyum gibi iyonlar ise vücuttaki su-elektrolit dengesini sağlar. Yine Kalsiyum, fosfor, magnezyum, flor gibi mineraller kemik ve zar yapılarında bulunur. Ayrıca vücuda alınan kalsiyumun menopoz sonrası osteoporoz göstergelerinde azaltıcı etkiye sahip olduğu ve kardiyovasküler hastalık potansiyelini azaltmaya yardımcı olduğu yapılan çalışmalar ile kanıtlanmıştır (Gatarska vd., 2016; Balcıoğlu, 2013; Manaver vd., 2017; Danone Nutritopics Magazine, 2007). Futbolcular ile yapılan bir çalışmada ise, maden suyunun vücuttaki elektrolit dengesini iyi düzenlediği ortaya çıkmıştır (Kara vd., 2012).

Ülkemizde bu kadar fazla mineralli su kaynağı bulunmasına ve maden suyunun içerisinde bulunan zengin mineral düzeyinin sağlığa olumlu etkisine rağmen, maden suyu tüketimi oldukça azdır. Ülkemizde kişi başına düşen maden suyu tüketim değeri 2002'de 2.5 L iken 2010 yılında 6.5 L'ye ulaşmıştır. Ancak Avrupa'daki tüketimin yıllık 120 L olduğu düşünülürse ülkemizdeki tüketim miktarı Avrupa ülkelerine göre oldukça azdır (Kızıloğlu, 2013; TURKSTAT, 2011; FAO, 2011). Günümüzde üreten ve geliştiren toplumlarda sanayinin payı oldukça büyüktür. Ülkemizde sanayide gıda endüstrisi, önemli bir yerdedir. Gıda endüstrisinde inovasyon yapılırken toplum sağlığı doğrudan düşünülme zorundadır. Mineralli maden sularının tüketiminin artırılması adına yapılan en önemli inovasyonlardan biri, aromalı ve meyveli maden sularının piyasaya sürülmesidir. Maden suyuna getirilen bu iki yeni çeşit ile maden suyu tüketiminin artırılmasına katkı sağlanmıştır. Bu tür ürünler, toplumun her yaşta ve cinsiyetten kesimine yönelik olması ve özellikle aromalı maden sularının diğer içeceklerle göre pazar fiyatının düşük olması gibi

etmenlerden dolayı çok fazla ilgi görmesine neden olmuştur.

Maden sularının gerçekte bulundurması gereken mineral miktarının tespit edilmesinde çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemler başlıca spektrofotometrik, kromatografik ve titrimetrik yöntemlerdir. Titrimetrik yöntemde, çeşitli dönüm noktalarına göre (renk değiştirme, çökelti oluşturma gibi) analiz yapılırken, spektrofotometrik ve kromatografik yöntemlerde ise ileri teknikteki cihazlar ile kalitatif ve kantitatif ölçümler yapılabilmektedir. Maden sularının analizlerinde spektrofotometrik olarak en çok indüktif eşleşmiş plazma- optik emisyon spektrometresi (ICP-OES), indüktif eşleşmiş plazma-kütle spektrometresi (ICP-MS), alevli atomik absorpsiyon spektrometresi (Alevli-AAS), elektro termal atomik absorpsiyon spektrometresi (ET-AAS) gibi yöntemler kullanılırken, kromatografik olarak İyon Değişim Kromatografisi yöntemi (IC) sıklıkla kullanılmaktadır.

IC'nin çalışma prensibine kısaca bakıldığında, iyon değiştirici kolonda ayrımı sağlanan anyonlar ya da katyonlar suppressor adı verilen baskılama aracına gönderilirler. Burada hareketli fazdan gelen iyonlar baskılanırken, analitlerin iletkenliği artırılır. İletkenliği artırılmış analitlerin çeşitli dedektörler sayesinde analizi yapılır. Dedektöre ulaşan derişimi bilinen standart içerisindeki analit miktarının alanına ya da yüksekliğine göre çizilen kalibrasyon eğrisi yardımı ile, bilinmeyen örnekteki analit miktarının dedektörde verdiği alanı ya da yüksekliği kullanılarak derişimi tespit edilir (Cataldi, vd. 2002; Ramzan vd. 2012).

Bu çalışmada Türkiye piyasasında bulunan zengin mineralli içeceklerde anyon katyon analizleri yapılmıştır. Sade, aroma katkılı, meyve (konsantre) katkılı ve vitamin katkılı olmak üzere 4 farklı kategoride yer alan maden sularının, birbirleriyle ve kendi içlerinde kıyaslaması yapılmıştır. Örnekler ultra saf su ile seyreltilerek analize hazır hale getirilmiştir. Tüm analizler IC-CD ile gerçekleştirilmiştir.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Deneysel çalışmada kullanılan tüm kimyasallar kromatografik saflıktadır. Hareketli faz olarak oksalik asit, sodyum karbonat ve sodyum bikarbonat kullanılmıştır (Merk, Darmstadt, Germany). Standartlar tekli halde alınmış olup, analiz sırasında standart karışımı haline getirilmiştir. Kullanılan standartlar; klorür, florür, nitrit, nitrat, fosfat, sülfat, sodyum, amonyum, potasyum, kalsiyum, magnezyumdur (AccuStandard, New haven, ABD). Ultra saf su Millipore Direct-Q UV deiyonizasyon su sistemi kullanılarak hazırlanmıştır (Burlington, ABD).

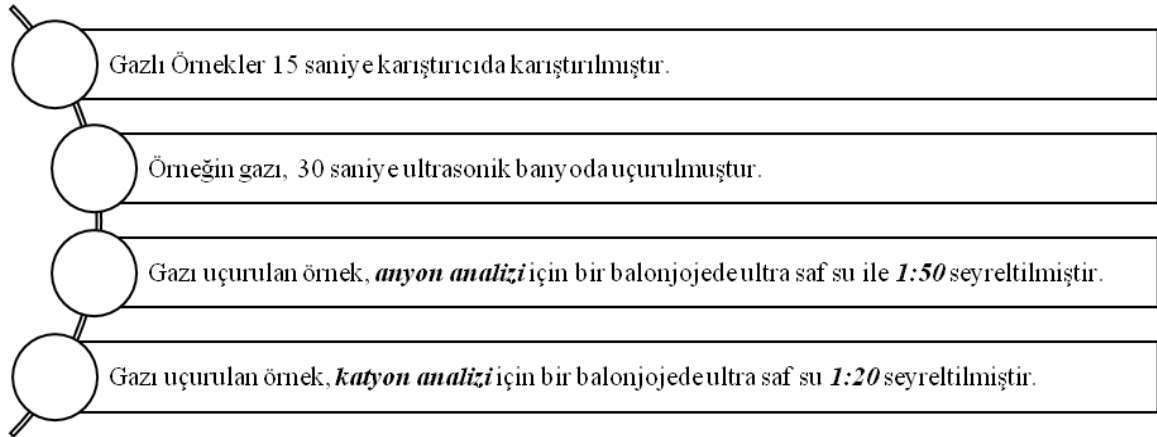
Standart Hazırlama

Anyon standart çözeltileri (Cl^- , F^- , NO_2^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-}), ultra saf su ile 3 noktalı olacak şekilde uygun derişimlere seyreltilerek hazırlanmıştır. Katyon standart çözeltileri (Na^+ ,

NH_4^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}), de aynı uygulama ile hazırlanmıştır.

Örnek Hazırlama

Bu çalışmada, toplamda 17 çeşit mineralli su ile hazırlanmış içeceğin analizi gerçekleştirilmiştir. Standart maden suyu sınıfında 2 çeşit farklı CO_2 oranına sahip numuneler kullanılmıştır. Aromalı maden suları sınıfında elma, limon, şeftali, çilek, karpuz & çilek olmak üzere 5 çeşit farklı aromaya sahip numune kullanılmıştır. Meyve katkılı maden sularında narlı, mandalinalı, kavunlu, yeşil limonlu, çarkıfelek meyveli, armutlu ve karışık orman meyveli olmak üzere 7 farklı çeşit numune kullanılmıştır. Vitamin katkılı tüm maden sularında vitamin B3, B5, B6, B9 ve B12 ve C vitamini katkılı ancak limon, portakal ve kivi olmak üzere farklı aroma tipinde 3 numune tercih edilmiştir. Örnek hazırlama basamağı Şekil 1'de özetlenmiştir.



Şekil 1 Örnek hazırlama basamağı
Fig 1 Step of sample preparation

Örnekler 3 tekrarlı olacak şekilde hazırlanarak analiz edilmiştir. Analiz sonuçlarında numune isimleri firmaların gizliliğinin korunması için kodlama yapılarak verilmiştir.

Cihaz şartları

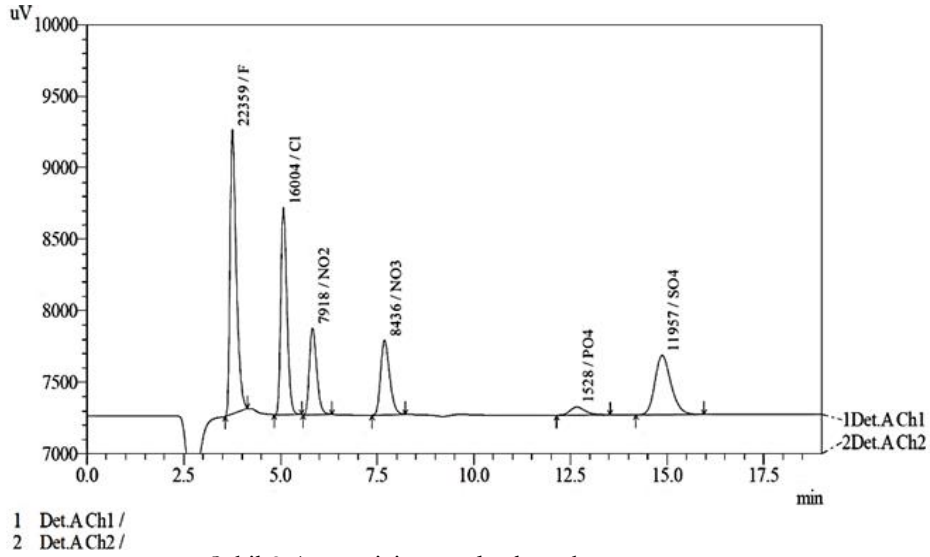
Analizler IC-CD ile gerçekleştirilmiştir (CBM-20A Veri modülü, 2 adet LC-20AD sp pompa ünitesi, CTO-20AC sp kolon fırını, CDD-10A sp iletkenlik detektörü). Katyon ayırımında Shim-pack IC-C4 kuaterner amonyum gruplu katyon değiştirici kolon (150 × 4.6 mm) ve Shim-pack IC

GC4 katyon değiştirici kolon için koruyucu kolon kullanılmıştır. Anyon analizinde ise Shim-pack IC-SA2 karboksil gruplu anyon değiştirici kolon (150 × 4.0 mm) ve Shim-pack IC-SA2(G) anyon değiştirici kolon için koruyucu kolon kullanılmıştır. Yine anyon analizi için Shimadzu P/N 228-40612-91 anyon suppressörü ve kartuşu kullanılmıştır (Shimadzu, Kyoto, Japonya).

Anyon analizi olarak, EPA 300.0 metodu üzerinde bazı değişiklikler yapılarak oluşturulan in-house bir metod kullanılmıştır. Analizler, suppressor

sistemi açık olarak yapılmıştır. Mobil faz olarak, 1.8 mM Sodyum karbonat (Na_2CO_3), 1.7 mM Sodyum bikarbonat (NaHCO_3) olacak şekilde ultra saf su ile hazırlanarak kullanılmıştır. Kolon olarak kuaterner amonyum grubu bağlı kolon ve buna uygun ayırıcı kolon kullanılmıştır. Mobil faz Şekil-2

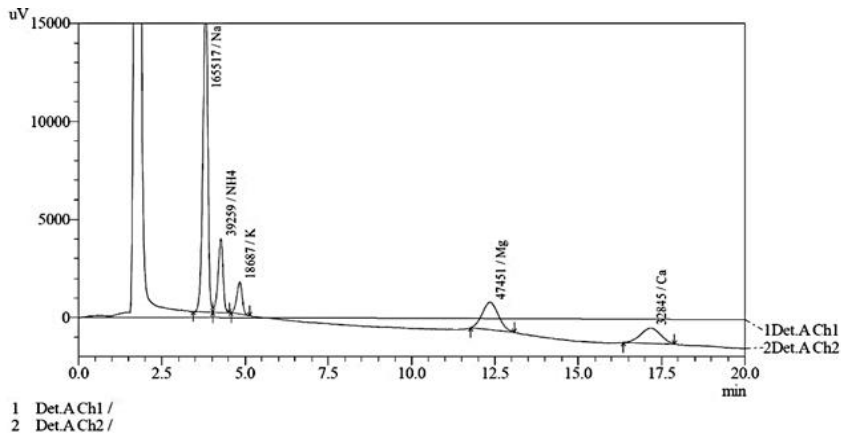
izobarik akışta, akış hızı 1 mL/dk olacak şekilde ayarlanmıştır. Kolon sıcaklığı 30 °C, enjeksiyon hacmi 20 μL , analiz süresi 19 dakikadır. (Michalski, 2006; EPA, 1993) Anyon analizi için laboratuvarında uygulanan standartların kromatogramı Şekil 2'deki gibidir.



Şekil 2 Anyon için standartların kromatogramı
Fig 2 Chromatogram of anion standards

Katyon analizi olarak, ASTM D6919-03 metodu üzerinde bazı değişiklikler yapılarak oluşturulan in-house bir metot kullanılmıştır. Analizler, suppressor sistemi kapalı olarak yapılmıştır. Mobil faz için 2.5mM oksalik asit ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) ultra saf su ile hazırlanmıştır. Kolon olarak karboksil grubu bağlı kolon ve buna uygun koruyucu kolon

kullanılmıştır. Akış hızı izobarik şekilde 1 mL/dk olacak şekilde ayarlanmıştır. Kolon sıcaklığı 40 °C, enjeksiyon hacmi 20 μL , analiz süresi 20 dakikadır. (Michalski, 2006; ASTM, 2017) Anyon analizi için laboratuvarında uygulanan standartların kromatogramı Şekil 3'teki gibidir.



Şekil 3 Katyon için standartların kromatogramı
Fig 3 Chromatogram of cation standards

SONUÇ VE TARTIŞMA

Anyon analizi için lineer çalışma aralığı, regresyon katsayısı ve geri kazanım çalışması sonucu Çizelge 1'deki gibidir.

Çizelge 1. Anyon analizi için Lineer aralık, regresyon katsayısı, eklenen miktar, elde edilen miktar ve yüzde geri kazanım değerleri/

Table 1 Linear range, correlation coefficients, Recovery (%) of anions.

Anyonlar	Lineer Aralık (mg/L)	Regresyon Katsayısı	Eklenen Miktar (mg/L)	Elde Edilen Miktar	%Geri Kazanım
F^-	0.25-0.5-1	0.9996	1.00	1.03	103
Cl^-	0.25-0.5-1	0.9996	1.00	1.09	109
NO_2^-	0.25-0.5-1	0.9987	1.00	0.98	98
NO_3^-	0.25-0.5-1	0.9978	1.00	1.01	101
PO_4^-	0.25-0.5-1	0.9999	1.00	0.96	96
SO_4^{2-}	0.25-0.5-1	0.9966	1.00	1.01	101

Anyon analizi için kalibrasyon eğrisi için lineer çalışma aralığı, regresyon katsayısı ve geri kazanım çalışması sonucu Çizelge 2'deki gibidir.

Çizelge 2. Katyon analizi için Lineer aralık, regresyon katsayısı, eklenen miktar, elde edilen miktar ve yüzde geri kazanım değerleri

Table 2 Linear range, correlation coefficients, Recovery (%) of cations

Katyonlar	Lineer Aralık (mg/L)	Regresyon Katsayısı	Eklenen Miktar (mg/L)	Elde Edilen Miktar	%Geri Kazanım
Na^+	1.25-2.5-5	0.9980	5.00	4.68	94
NH_4^+	0.25-0.5-1	0.9975	1.00	1.04	104
K^+	0.25-0.5-1	0.9974	1.00	1.00	100
Mg^{2+}	0.25-0.5-1	0.9996	1.00	0.99	99
Ca^{2+}	0.25-0.5-1	0.9999	1.00	1.05	105

Her iki grup için regresyon değerleri 0.99 ve üzerinde saptanmıştır. Yüzde geri kazanım çalışması için sodyum (sodyum için 5 mg/L) hariç tüm analizler 1 mg/L olacak şekilde maden suyu matrisine ilave (spike) edilerek yapılmıştır. Çalışma sonunda yüzde geri kazanımların %93-108 arasında olduğu görülmüştür. Standart maden suyu çeşitleri için analiz sonuçları Çizelge 3'teki gibidir.

Üretim tarihleri farklı iki katkısız maden sularının analiz sonuçları değerlendirildiğinde, her iki örnek

için, nitrit ve fosfat tespit edilmezken nitrat ve florürün Sağlık Bakanlığı tarafından belirlenen limitlerin altında olduğu tespit edilmiştir. Her iki örnekte de amonyum değerinin 0.5 mg/L, magnezyum miktarının 77 mg/L civarında, klorür miktarının ise 50 mg/L civarında olduğu görülmüştür. İki örneğin kalsiyum miktarı yukarıda da bahsedilen kalsiyumlu ibaresinin yazılabilmesi için uygun olduğu tespit edilmiştir. İki örneğin sodyum miktarlarının birbirinden farklı olduğu görülmüştür. Bunun sebebi olarak, sodyum değeri maden sularında mevsime göre,

yağış durumuna göre, ya da kaynakların bulunduğu yüzeyin jeolojik durumuna göre değişkenlik gösterdiği söylenilebilir. Aroma katkılı maden suyu çeşitlerinin analiz sonucu Çizelge 4'teki gibidir.

Çizelge 3. Sade maden suyu analiz sonuçları
Table 3 Anions and cations concentration in mineral water

ANALİT (mg/L)	75-A	%RSD	C-89	%RSD	
ANYON	F ⁻	0.96	4.11	1.03	2.24
	Cl ⁻	57.23	1.97	51.90	0.44
	NO ₂ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	NO ₃ ⁻	0.55	12.74	0.44	1.61
	PO ₄ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	SO ₄ ²⁻	35.09	1.33	24.55	0.83
KATYON	Na ⁺	189.52	0.92	165.06	1.42
	NH ₄ ⁺	0.56	21.03	0.57	0.55
	K ⁺	32.02	1.37	27.97	1.78
	Mg ²⁺	77.62	1.61	78.76	0.92
	Ca ²⁺	152.78	0.96	153.20	1.13

T.E. Tespit Edilemedi / Undetected

Aromalı maden sularında ise, nitrit, fosfat ve amonyum tespit edilmezken nitrat ve florürün Sağlık Bakanlığı tarafından belirlenen limitlerin altın olduğu gözlenmiştir. Magnezyum miktarının 60 mg/L civarında tespit edilirken. Yine tüm örneklerde sodyum miktarı değişkenlik göstermiştir. Genel sonuçlara bakıldığında anyon ve katyon değerlerinin yaklaşık %5-10 arasında düşüş gösterdiği görülmüştür. Bu değişimin sebebi olarak, üretim prosesinde bu tür ürünlerin hazırlanmasında şeker, asitlik düzenleyiciler gibi katkı maddelerinin kullanılmasının etkisi gösterilebilir. Bu katkı maddeleri toplam hacme etki ettiğinden dolayı böyle bir azalmaya sebep olmaktadır. Meyve katkılı maden suyu çeşitlerinin analiz sonucu Çizelge 5'teki gibidir.

Meyve katkılı ürünlerin hiçbirinde, nitrit ve fosfat tespit edilmemiştir. Diğer anyon ve katyon parametrelerinin analiz sonuçlarında, meyvenin türüne göre farklılıklar tespit edilmiştir. Bilindiği gibi meyvelerin de anyon ve katyon içerikleri bulunmaktadır. Bu içerikler meyveden meyveye değişkenlik göstermektedir. Bu sebepten dolayı, ürünlerin her çeşidinde anyon ve katyon miktarlarında değişkenlikler tespit edilmiştir. Vitamin katkılı maden suyu çeşitlerinin analiz sonuçları Çizelge 6'daki gibidir.

Çizelge 4. Aroma katkılı maden suyu analiz sonuçları
Table 4 Anions and cations concentration in flavored mineral water

ANALİT (mg/L)	S5	%RSD	K7	%RSD	T12	%RSD	P1	%RSD	Y9	%RSD	
ANYON	F ⁻	1.06	8.87	1.44	14.72	1.54	6.31	2.69	11.22	1.99	8.85
	Cl ⁻	44.76	2.72	40.29	1.95	43.78	7.63	42.84	2.61	39.67	3.94
	NO ₂ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	NO ₃ ⁻	1.93	7.06	0.43	11.32	1.26	22.68	1.05	3.15	0.69	6.98
	PO ₄ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	SO ₄ ²⁻	21.52	4.92	18.29	2.59	21.66	13.32	26.32	7.53	18.65	0.26
KATYON	Na ⁺	162.00	8.26	172.50	8.02	139.10	1.18	152.80	0.71	156.70	2.68
	NH ₄ ⁺	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	K ⁺	22.51	4.01	21.79	3.70	21.81	2.68	24.00	0.64	22.35	9.16
	Mg ²⁺	61.56	1.12	65.50	1.22	66.23	1.90	65.17	1.15	67.74	1.16
	Ca ²⁺	126.80	1.65	129.10	0.80	124.00	2.52	129.10	3.36	134.00	1.77

T.E. Tespit Edilemedi / Undetected

Çizelge 5. Meyve Konsantresi katkılı maden suyu analiz sonuçları
 Table 5 Anions and cations concentration in fruity mineral water.

ANALİT (mg/L)	5H	%RSD	8R	%RSD	2K	%RSD	9T	%RSD	4B	%RSD	3D	%RSD	Z3	%RSD	
ANYON	F ⁻	T.E.	T.E.	2.19	8.06	1.51	12.19	1.48	9.65	1.50	16.76	T.E.	T.E.	3.01	2.49
	Cl ⁻	38.55	2.83	48.01	2.05	42.89	6.23	51.67	9.52	47.19	13.77	49.24	0.80	58.82	4.29
	NO ₂ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	NO ₃ ⁻	T.E.	T.E.	1.02	39.10	0.34	7.84	3.41	8.13	T.E.	T.E.	0.71	7.19	1.19	7.05
	PO ₄ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	SO ₄ ²⁻	72.11	5.28	41.81	1.67	77.95	5.76	55.08	13.91	77.43	9.80	62.30	4.51	34.43	5.75
KATYON	Na ⁺	167.80	1.53	157.90	5.87	147.40	3.03	157.60	3.51	166.10	0.12	151.60	1.10	155.30	8.24
	NH ₄ ⁺	2.72	2.78	6.01	1.06	2.69	2.07	1.92	1.02	T.E.	T.E.	6.38	1.24	T.E.	T.E.
	K ⁺	69.36	4.77	156.80	1.47	158.50	1.92	185.60	1.44	125.30	0.60	132.30	1.51	118.80	2.33
	Mg ²⁺	64.16	1.60	63.48	2.25	63.31	2.00	65.88	1.79	65.74	1.90	49.19	1.50	61.85	5.68
	Ca ²⁺	125.40	1.38	131.90	2.53	124.40	0.48	128.80	1.20	133.80	1.10	129.30	1.14	124.70	5.18

T.E. Tespit Edilemedi / *Undetected*

Çizelge 6. Vitamin katkılı maden suyu analiz sonuçları
 Table 6 Anions and cations concentration in mineral water with vitamin

ANALİT (mg/L)	PT8	%RSD	YD4	%RSD	KL5	%RSD	
ANYON	F ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	
	Cl ⁻	41.10	22.04	37.10	2.94	35.20	8.69
	NO ₂ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	NO ₃ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	PO ₄ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	SO ₄ ²⁻	21.20	15.07	25.10	11.38	20.90	7.32
KATYON	Na ⁺	155.00	2,77	161,00	3,43	159,00	0,91
	NH ₄ ⁺	T.E.	T.E.	1,7	1,29	T.E.	T.E.
	K ⁺	26.10	1,54	39,20	3,91	25,90	0,36
	Mg ²⁺	60.80	0,40	61,00	1,78	56,80	1,00
	Ca ²⁺	126.00	1,26	126,00	2,22	120,00	0,32

T.E. Tespit Edilemedi / *Undetected*

Vitamin katkılı ürünlerde ise genel olarak, florür, klorür, nitrit, nitrat, fosfat ve bir ürün hariç amonyum tespit edilememiştir. Yine yukarıda bahsedildiği gibi kullanılan hammaddelerden dolayı %5-10 arasında anyon ve katyon değerlerinde düşüş görülmüştür.

Çizelge 7'de tüm gruplardan birer örneğin analiz sonuçları verilmiştir. Genel bir değerlendirme yapıldığında meyve katkılı maden suyunun bazı parametreleri hariç diğer ürünlerde %5-10 arasında azalma söz konusudur. Meyve katkılı maden sularında kesin bir sonuç söylenmesi

zordur. Çünkü her meyvenin içeriği kendine özgüdür. Hatta bu içeriklere göre meyvelerde orijin çalışmaları yapılmaktadır. Bu yüzden her bir

meyve konsantresinin son ürüne yaptığı katkı farklıdır.

Çizelge 7. Her ürün grubu için karşılaştırılması sonuç çizelgesi
Table 7 Comparison of anion cation results in all groups of mineral water samples

ANALİT (mg/L)		C-89	%RSD	S5	%RSD	PT8	%RSD	9T	%RSD
ANYON	F ⁻	1.03	2.24	1.06	8.87	T.E.	T.E.	1.48	9.65
	Cl ⁻	51.90	0.44	44.76	2.72	41.10	22.04	51.67	9.52
	NO ₂ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	NO ₃ ⁻	0.44	1.61	1.93	7.06	T.E.	T.E.	3.41	8.13
	PO ₄ ⁻	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.
	SO ₄ ²⁻	24.55	0.83	21.52	4.92	21.20	15.07	55.08	13.91
KATYON	Na ⁺	165.10	1.42	162.00	8.26	155.00	2.77	157.60	3.51
	NH ₄ ⁺	0.57	0.55	T.E.	T.E.	T.E.	T.E.	1.92	1.02
	K ⁺	27.97	1.78	22.51	4.01	26.10	1.54	185.60	1.44
	Mg ²⁺	78.76	0.92	61.56	1.12	60.80	0.40	65.88	1.79
	Ca ²⁺	153.20	1.13	126.80	1.65	126.00	1.26	128.80	1.20

T.E. Tespit Edilemedi / *Undetected*

Günümüzde teknolojinin gelişmesi ile gıda sektöründe de çeşitlilik artmıştır. Tüketicilere gıda güvenliğine uygun ve tercih edilir ürünler sunmak gıda sektöründeki firmaların en önemli görevlerinden biridir. Tüketiciler herhangi bir gıdayı alırken, fonksiyonel olup olmadığına da dikkat etmektedir. Günümüzün getirdiği trendler ile ürün içerisindeki mineral, vitamin gibi yararlı bileşenlerin miktarının fazla olması ürünü pazarda tercih edilir kılmaktadır. Sonuçlardan yola çıkılarak, 'doğal mineralli su' ibaresi taşıyan bu ürünlerin gerçekten mineralli su ile hazırlandığı görülmektedir. Şöyle ki; aroma katkılı maden suyunda klor konsantrasyonu 44.76 mg/L, sodyum konsantrasyonu 162.00 mg/L, kalsiyum miktarı ise 126.80 mg/L tespit edilmiştir. Yine aynı şekilde vitamin katkılı maden suyunda klor konsantrasyonu 37.10 mg/L, sodyum konsantrasyonu 161.00 mg/L, kalsiyum miktarı 126.00 mg/L tespit edilmiştir. Son olarak meyve katkılı maden suyunda klor konsantrasyonu 48.01 mg/L, sodyum konsantrasyonu 157.90 mg/L,

kalsiyum miktarı 131.20 mg/L tespit edilmiştir. Öte yandan, katkılı maden sularının anyon katyon değerlerinde standart maden sularına göre hammadde ilavesinden kaynaklanan %5-10 arasında daha az minerale sahip olduğu görülmektedir. Bu azalmada bile ürün içerisindeki mineral miktarı diğer sınıftaki gazlı ve gazsız içecek ürünlerine kıyasla yüksektir. Bunun dışında meyve katkılı maden sularında meyveden gelen minerallerin son ürüne etki ettiği de açıkça görülmektedir. Meyve katkılı maden sularında her bir mineral için ortalama değer söylemek mümkün değildir. Çünkü her meyvenin vitamin ve mineral içeriği o meyveye has olduğu için son üründe de farklı mineral içeriğine sebep olmuştur. Biyoyararlılık açısından suyun vücutta emiliminin yüksek olduğu düşünülürse, maden suyu mineral bakımından epey zengin bir gıda ürünüdür. Maden suyu bulunduğu coğrafi şartlara göre mineral değeri değişen bir gıda ürünüdür. Maden suyu kaynağının kendine has mineral özellikleri ve meyvelerden gelecek olan mineraller ile zengin

içeriğe sahip, porsiyon kontrolü yapılabilen ürünler tüketiciye sunulabilir. Bu tür geliştirilen fonksiyonel ürünler ile ülkemizdeki maden suyu tüketimi daha da üst seviyelere çıkarılabilir. Birçok hastalığa sebep olan makro minerallerin alınımı, yine geliştirilen fonksiyonel ürünler ile arttırılabilir.

Ayrıca benzer ürün grubundakiler için çalışmanın sonuçlarının kalite kontrol performansları açısından verimli değerlendirme yapılmasına katkı sağlayacaktır. Özellikle ürünlerin son kullanma sürelerine göre içeriklerindeki değişimler incelenerek raf ömrü uzatılması ile alakalı yeni proje çalışmalarına da yol göstermesi mümkündür.

TEŞEKKÜR

Çalışma boyunca laboratuvarındaki tüm imkânların kullanılmasında ayrıca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen Ar&Ge Müdürü Tuğba ŞİMŞEK ve Ar&Ge Yöneticisi Mustafa Çağlar ERCAN başta olmak üzere ULUDAĞ İÇECEK AR&GE MERKEZİ ailesine sonsuz teşekkürlerimi iletirim.

KAYNAKLAR

Anonymous (2013). Doğal Mineralli Sular Hakkında Yönetmelik. T.C. Sağlık Bakanlığı 07 Mart 2013 tarihli ve 25657 sayılı Resmî Gazete, Ankara.

Anonymous (2007). Su, Mineral ve Esas Elementlerin Vektörü. *Danone Nutritopics Magazine*, <https://dergipark.org.tr/download/article-file/78395> (Accessed: 23.05.2019).

ASTM D6919-03 (2017). <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/D6919-03.htm> (Accessed: 23.05.2019)

Balcıoğulları A. (2014). Evliya Çelebi'nin Seyahatnamasei'nde Anadolu şifalı suları ve günümüzün termal turizmi. *Türkiye Sosyal Araştırmalar Dergisi*, 173(173), 287-306.

Cataldi T. R. I., Angelotti M., D'Erchia L., Altieri G., Di Renzo G. C. (2002). Ion-exchange chromatographic analysis of soluble cations, anions and sugar in milk whey. *Eur Food Res*

Technol, 216, 75-82, DOI: 10.1007/s00217-002-0598-7.

EPA 300.0 (1993). https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-08/documents/method_300-0_rev_2-1_1993.pdf (Accessed: 23.05.2019).

FAO Water Statistical Databases (2011). <http://www.fao.org>. (Accessed: 24.05.2019).

Gatarska A., Tonska E., Ciborska J. (2016). Natural mineral bottled waters available on the polish market as a source of minerals for the consumers. Part 1. Calcium and magnesium, *National Institute of Public Health*. 67(1), 1-8.

Gezer N. N. (2016). Sade ve aroma içeren doğal mineralli maden sularındaki ağır metal düzeylerinin toksikolojik açıdan değerlendirilmesi, Ankara Üniversitesi Disiplinlerarası Adli Bilimler Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Ankara, Türkiye, 119 s.

Gültekin F., Dilek R. (2005). Gümüşhane yöresi mineralli su kaynaklarının iz element ve radyoaktivite içerikleri. *Jeoloji Mühendisliği Dergisi*, 29(1), 36-43, DOI: 10.17714/gufbed.2016.06.002.

Kara E., Akıl M., Andsoy I. I., Acat M., Güngör T. (2012). Müsabaka arası içilen maden suyu serum elektrolit düzeylerine etkisi. *Selçuk Üniversitesi Beden Eğitimi ve Spor Bilimleri Dergisi*, 14(1), 18-21.

Kızıloğlu R., Kızılaslan H., (2013). Maden suyu talebini etkileyen faktörlerin tobit modeli ile analizi: Beypazarı ilçesi örneği. *Gaziösmenpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 30(2), 80-85, DOI: 10.13002/jafag303.

Kopar İ., (2002). Erdemli (Kayseri) maden suyu kaynağının rekreasyon alanı olarak planlanması. *Doğu Coğrafya Dergisi*, 7(7), 89-107.

Korkmaz H., Karataş A. (2011). Hatay ili mineralli su kaynakları. *Fiziki Coğrafya Araştırmaları; Sistematik ve Bölgesel, Türk Coğrafya Kurumu Yayınları*, 5, 393-340.

Maraver F., Vitoria I., Ferrira-Pego C., Armijo F., Salas-Salvad J. (2015). Magnesium in tap and bottled mineral water in Spain and its contribution to nutritional recommendations.

Nutricion Hospitalaria, 31(5), 2297-2312, DOI: 10.3305/nh.2015.31.5.8589.

Mete M., Altın D. D. (2017) Erişenin farklı un katkıları ile zenginleştirilmesi. *Akademik Gıda*, 16(2), 252-256, DOI: 10.24323/akademik-gida.449870.

Michalski R. (2006). Ion chromatography as a reference method for determination of inorganic ions in water and wastewater. *Crit. Rev. Anal. Chem.*, 36, 107-127, DOI:10.1080/10408340600713678.

Ramza N., Feroze N., Kazmi M., Ashraf M. A., Hasan S. (2012). Performance analysis of cation and anion exchangers in water treatment plant: an industrial case study. *Pol J Chem Technol*, 14(2), 35-41, DOI: 10.2478v/10026-012-0068-3.

Samur G. (2008). Vitaminler, Mineraller ve Sağlığımız. <https://sbu.saglik.gov.tr/Ekutuphane/kitaplar/B%202.pdf> (Accessed: 23.05.2019)

T.C. Sağlık Bakanlığı Doğal Mineralli Sular Rehber Kitabı (2008). https://hsgm.saglik.gov.tr/depo/birimler/cevre-sagligi/1-su-guvenligi/Kitaplar/Dogal_Mineralli_Sular_Rehber_Kitabi.pdf (Accessed: 23.05.2019)

Toroğlu E., Ceylan S. (2013). Niğde yöresi kaplıca, içmece ve doğal mineralli suları, sorunlar ve öneriler. *Doğu Coğrafya Dergisi*, 18(30), 47-69.

TURKSTAT (2011). Survey results for household consumption expenses. <http://www.turkstat.gov.tr> (Accessed: 24.05.2019).



KARABUĞDAYIN NEM ADSORPSİYON ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Sultan Arslan Tontul*

Selçuk Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye

Geliş / *Received*: 26.07.2019; Kabul / *Accepted*: 07.01.2020; Online baskı / *Published online*: 24.02.2020

Arslan Tontul, S. (2020). Karabuğdayın nem adsorpsiyon özelliklerinin belirlenmesi. *GIDA* (2020) 45(2) 253-261 doi: 10.15237/gida.GD19110

Arslan Tontul, S. (2020). Determination of moisture adsorption properties of buckwheat. GIDA (2020) 45(2) 253-261 doi: 10.15237/gida.GD19110

ÖZ

Karabuğdayın denge nem içerikleri (DNİ), farklı doygun tuz çözeltileri kullanılarak 0.22-0.94 su aktivitesi (a_w) aralığında ve 15°C sıcaklıkta belirlenmiştir. Elde edilen DNİ, 10 farklı sorpsiyon eşitliği (BET, GAB, Halsey, Henderson, Caurie, Iglesias-Chirife, Oswin, Smith, White-Eiring ve Peleg) kullanılarak çözümlenmiş ve karabuğdayın sorpsiyon eğrilerinin belirlenmesinde kullanılabilecek en uygun model belirlenmiştir. Karabuğday örneklerinin sorpsiyon eğrilerinin belirlenmesinde en uygun modelin yüksek R^2 (0.998-0.999) ve düşük %P (0.542-0.733) ve %RMSE (0.001-0.104) değerleri ile BET ve Peleg eşitlikleri olduğu tespit edilmiştir. Karabuğday örneklerinin DNİ'nin artan su aktivitesi ile birlikte arttığı ve izotermin Tip II'ye uygun olduğu görülmüştür. BET ve GAB eşitlikleri kullanılarak hesaplanan tek tabaka su içeriğinin ise sırasıyla %3.68 ve % 4.86 olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Denge nem içeriği, sorpsiyon, izoterm, tek tabaka su içeriği, pseudo-tahlıl

DETERMINATION OF MOISTURE ADSORPTION PROPERTIES OF BUCKWHEAT

ABSTRACT

The equilibrium moisture contents (EMC) of buckwheat were determined by different saturated salt solutions in the water activity (a_w) range of 0.22-0.94 at 15°C. EMCs were calculated by 10 different sorption equations (BET, GAB, Halsey, Henderson, Caurie, Iglesias-Chirife, Oswin, Smith, White-Eiring and Peleg) and best model for curves of buckwheat was determined. The fittest models were BET and Peleg with the regard of the highest R^2 (0.998-0.999) and the lowest P% (0.542-0.733) and RMSE% (0.001-0.104). The EMC of buckwheat increased with increasing rate of a_w and isotherm was found as Type II. The monolayer water content calculated with BET and GAB were determined to be 3.68% and 4.86%, respectively.

Keywords: Equilibrium moisture contents, sorption, isotherm, monolayer water content, pseudo-cereal

*Yazışmalardan sorumlu yazar/ *Corresponding author*

✉ sultan.arslan@selcuk.edu.tr,

☎ (+90) 332 223 2937

☎ (+90) 332 241 0108

Sultan Arslan Tontul; ORCID no: 0000-0003-1557-7948

GİRİŞ

Karabuğday (*Fagopyrum esculentum*); tek yıllık, 60-70 cm boya sahip, fizyolojik olgunluğa serin ve nemli iklim şartlarında ulaşan bir bitkidir. Bitkinin soğuğa karşı oldukça dirençli olması karabuğdayı, soğuk iklimin hâkim olduğu ve uzun süre kar yağışı alan bölgeler için temel bir tarım ürünü haline getirmektedir. FAO verilerine göre karabuğdayın 2018 yılındaki toplam üretim miktarı 2.9 milyon tondur. Dünya'daki toplam karabuğday üretiminin yaklaşık %55'i Çin ve %20'si ise Rusya tarafından yapılmakta olup en önemli ithalatçıları ise Amerika Birleşik Devletleri, Kanada ve Brezilya oluşturmaktadır (Haros ve Schoenlechner, 2017).

Karabuğday tanesi; %58-67 nişasta, %12-13 protein, %1.3-3.4 yağ, 2% çözünebilir karbonhidrat, 7% toplam diyet lif ve %1.4-3.9 % kül içermektedir. Karabuğday yüksek nişasta içeriği sayesinde tahıl benzeri (pseudocereal) olarak anılmaktadır. Karabuğdayın yüksek ve dengeli besinsel bileşimi onu fonksiyonel bir gıda katkısı haline getirmektedir. Son yıllarda karabuğday içeren gıda formülasyonlarının geliştirilmesi ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır. Hussain ve Kaul (2018), karabuğday ve arpa unu kullanılarak bisküvi üretimi gerçekleştirmiş ve formülasyonda karabuğday unundaki artışın örneklerin antioksidan aktivitesini arttırdığını ancak duyuusal beğeni oranını azalttığını belirlemiştir. Bilgiçli ve İbanoglu (2015) ve Yıldız ve Bilgiçli (2012), artan oranlarda karabuğday unu kullanarak farklı çeşitlerde ekmek üretimi gerçekleştirmiş ve karabuğday unu ilavesi ile ekmeklerin besinsel olarak zenginleştiğini ancak fitik asit seviyesinin de önemli oranda arttığını not etmişlerdir. Karabuğdayın embriyo ve aleron tabakasının, yüksek oranda fitik asit içerdiği bildirilmektedir (Haros ve Schoenlechner, 2017). Jan vd. (2015), bisküvi formülasyonuna %40 oranına kadar karabuğday unu ilavesinin duyuusal olarak tolere edilebildiğini belirtmiştir. Tanelerinin gluten proteini içermemesi de karabuğdayı, çölyak hastaları için geliştirilen ürünlerin temel hammaddesi haline getirmektedir. Bu konuda son yıllarda çok fazla yayın yapılmaktadır (Bender vd, 2018; Stantial ve Serventi, 2018; Yıldız vd., 2018; Alifaki vd., 2019; Brites vd., 2019).

Gıda bilimi ve teknolojisi alanında karabuğdaya artan ilgi, tanelerin depolanmasını, işlenmesini ve taşınmasını da önemli hale getirmektedir. Bir gıdanın hidroskopisite kapasitesi, onun kaliteli bir raf ömrüne sahip olmasını doğrudan etkilemektedir. Nem sorpsiyon izotermi herhangi bir sabit basınç ve sıcaklıkta materyalin su aktivitesi (a_w) ve denge nem içeriği (DNİ) arasındaki ilişkinin matematiksel olarak ortaya konulmasını sağlayan bir bağıntı olarak tanımlanmaktadır (Kaymak-Ertekin ve Gedik, 2004; Vega vd., 2007; Koua vd., 2014; Shanker vd., 2019). Kurutma, paketlenme, depolama ve taşıma sırasında gıdaların nem içeriğinin kontrolü, suyun birçok gıda reaksiyonunda ve kalitesindeki önemli rolü nedeniyle son derece faydalı bilgiler sağlamaktadır (Fıratlıgil-Durmuş, 2008; Menkov vd., 2009; Gamlı, 2011; Koua vd., 2014; Shanker vd., 2019).

Gıdaların sorpsiyonel özellikleri üzerine, su içeriği ve a_w etkili olmaktadır. Gıdadaki suyun buhar basıncının aynı sıcaklıktaki saf suyun buhar basıncına oranı olarak tanımlanan a_w ($a_w = P/P_0$) aynı zamanda denge nem içeriğinin 100'e oranlanması ($a_w = ERH/100$) ile de hesap edilebilmektedir (Erbaş vd., 2016). a_w , suyun fizikokimyasal ve termodinamik özelliklerini de içeren bir parametre olduğundan su içeriğine kıyasla gıdanın stabilitesi hakkında daha belirleyici bilgiler vermektedir (Aykın vd., 2015). Gıdalarda bulunan su temelde; bağlı su ve serbest su olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Su aktivitesinin de temel nedeni olan serbest su; tek tabaka, çoklu tabaka ve kapiler sudan oluşmakta olup gıdalarda meydana gelen bozucu reaksiyonlar serbest su içeriğinde meydana gelmektedir. Bağlı su ise hidrojen bağı yapma kapasitesinin tamamını makromoleküllerin iç yüzeylerindeki hidrofilik gruplarla yaparak kapanlanmış su olarak tanımlanmakta olup a_w üzerine herhangi bir etkiye bulunmamaktadır (Aykın vd., 2015). Aynı nem içeriğinde, yüksek sıcaklıklar yüksek su aktivitesi değerlerine neden olmakta ve sonuç olarak gıdanın raf ömrü kısalmaktadır (Fıratlıgil-Durmuş, 2008; Gamlı, 2011). Su içeriği düşük gıdaların, bağıl nemi yüksek ortamlarda nem kazanarak dengeye ulaşması ile elde edilen eğrilere adsorpsiyon

izotermi; su içeriği yüksek gıdaların bağıl nemi düşük ortamlarda nem kaybederek dengelenmesi ile oluşturulan eğrilere ise desorpsiyon izotermi adı verilmektedir. Sorpsiyon izotermi ise bu her iki durumu da aynı anda kapsamaktadır.

Gıdaların sorpsiyon izotermilerinin temsil edilmesi amacıyla çok sayıda sorpsiyon eşitliği (GAB, BET, Simit, Halsey, Henderson, Iglesias-Chirife (I & C), Oswin, Caurie, Peleg, White-Eiring (W & E), Smith vd.) geliştirilmiştir (Gamlı, 2011; Erbaş vd., 2016). Gıdalar çok farklı bileşenlerden oluştuğundan, bir gıdanın sorpsiyonel özelliklerinin tek bir bağıntı ile ortaya konulması genellikle yanlış sonuçlar verebilmektedir (Kaymak-Ertekin ve Gedik, 2004; Erbaş vd., 2016). Seçilecek uygun sorpsiyon modeli, deneysel verilere en uygun ve sade olanıdır (Koua vd., 2014). Gıdaların sorpsiyonel özellikleri, gıdanın kapiler kuvvetleri ve bileşiminde bulunan girişkenlerin koligatif özellikleri tarafından şekillendirildiğinden her gıdanın kendisine özgüdür. Bu nedenle herhangi bir eşitlik kullanılarak belirlenen sorpsiyonel özellikler ile ilgili bir genelleme yapılması mümkün bulunmamaktadır.

MATERYAL ve YÖNTEM

Materyal

Çalışmada kullanılan karabuğday (*Fagopyrum esculentum*), Rusya menşeli olarak Duru Bakliyat (Karaman, Türkiye) firmasından temin edilmiştir. Karabuğday örneklerinin standart prosedürlere (AACC, 1999) göre belirlenen besinsel kompozisyonu; %10.97 nem, %1.5 yağ, %12.2 protein, %2.75 kül ve %4.56 ham lif olacak şekildedir. Sorpsiyon izotermilerinin belirlenmesi öncesinde örnekler, 50°C'de 5 gün bekletilmiştir. Kurutma sonrasında karabuğday örneklerinin nem ve su aktivitesi değerleri sırasıyla %1.39 ve 0.19 olarak belirlenmiştir. Kurutulan örnekler cam

kavanozlara alınarak ağızları hava almayacak şekilde sıkıca kapatılmış ve sorpsiyon çalışmaları için bekletilmiştir.

Denge nem içeriğinin (DNİ) belirlenmesi

Karabuğday örneklerinin denge nem içeriğinin belirlenmesi amacıyla farklı a_w içeriğine sahip 8 doygun tuz çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltiler desikatörlere konularak 1 hafta süresince 15°C'de bekletilerek dengelenmesi sağlanmış ve su aktivitesi ölçümleri yapılmıştır. Tahıl ürünlerinin düşük sıcaklıkta depolanması önerildiğinden sorpsiyon çalışmaları 15°C'de yürütülmüştür (Elgün ve Ertugay, 2000). Süre sonunda tuz çözeltilerinin a_w değerleri; $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{K}$ - 0.2191, MgCl_2 - 0.3434, K_2CO_3 - 0.4448, NaBr - 0.6050, KI - 0.7010, NaCl - 0.7580, BaCl_2 - 0.8887 ve K_2SO_4 - 0.9364 olarak tespit edilmiştir. Yaklaşık olarak 0.5 g nem içeriği düşürülmüş karabuğday örneği bir beher içerisine tartılmış ve desikatöre yerleştirilmiştir. Örnekler doygun tuz çözeltisi içeren desikatörlerde DNİ'ne ulaşana kadar 15°C sıcaklıkta bekletilmiş ve günlük yapılan ağırlık tartımlarından sonra ağırlık farklı 0.0001'den az olunca bekletme işlemine son verilmiştir. Su aktivitesi değeri 0.60'nın üzerindeki doygun tuz çözeltilerinde küf gelişimini engellemek amacıyla ayrı bir behere yaklaşık 2 mL toluen ilave edilerek desikatör içerisine yerleştirilmiştir. Denemeler 2 tekerrürlü ve 3 paralelli olarak gerçekleştirilmiş olup denge nem içerikleri bu değerlerin ortalamaları alınarak hesaplanmıştır.

Sorpsiyon izoterm eşitlikleri

Karabuğday tanelerinin adsorpsiyon eğrilerine uygunluklarının belirlenmesinde BET, GAB, Halsey, Henderson, Caurie, Iglesias-Chirife, Oswin, Peleg, Smith ve White-Eiring matematiksel eşitlikleri kullanılmıştır.

$$\text{BET}; \quad X = \frac{X_m \times C \times a_w}{[(1 - a_w) + (C - 1)((1 - a_w) \times a_w)]} \quad (\text{Aguerre vd., 1989}) \quad \text{Eşitlik (1)}$$

$$\text{GAB}; \quad X = \frac{X_m \times C \times k \times a_w}{[(1 - k \times a_w)(1 - k \times a_w + C \times k \times a_w)]} \quad (\text{Iglesias ve Chirife, 1982}) \quad \text{Eşitlik (2)}$$

$$\text{Halsey}; \quad X = \left(-\frac{A}{\ln a_w}\right)^{\frac{1}{B}} \quad (\text{Halsey, 1948}) \quad \text{Eşitlik (3)}$$

Henderson;	$a_w = 1 - \exp(-(B \times X^A))$	(Iglesias ve Chirife, 1982)	Eşitlik (4)
Caurie;	$X = \exp(A + B \times a_w)$	(Sormoli ve Langrish, 2015)	Eşitlik (5)
Iglesias-Chirife;	$X = A + B \times \frac{a_w}{1 - a_w}$	(Sormoli ve Langrish, 2015)	Eşitlik (6)
Oswin;	$X = A \times \frac{a_w}{1 - a_w}$	(Oswin, 1946)	Eşitlik (7)
Peleg;	$X = A \times a_w^B + C \times a_w^D$	(Peleg, 1993)	Eşitlik (8)
Smith;	$X = A - B \times (\ln(1 - a_w))$	(Smith ve Smith, 1947)	Eşitlik (9)
White-Eiring;	$X = \frac{1}{A + B \times a_w}$	(Sormoli ve Langrish, 2015)	Eşitlik (10)

$X = Denge\ nem\ içeriği$

$a_w = Su\ aktivitesi$

$A, B, C, D, k = Model\ sabitleri$

$X_m = Tek\ tabaka\ su\ içeriği$

Model Uygunluk Verileri

Karabuğday örneklerinin DNİ ve doymun tuz çözeltilerinin a_w içerikleri kullanılarak yukarıdaki denklemler lineer ve non-lineer olarak çözümlenmiştir. Kullanılan eşitliklerin sorpsiyon eğrilerine uygunluğu regresyon sabiti R^2 , hatanın ortalama karekökü % RMSE (root of mean square error) ve ortalama bağıl hata % P değerleri hesaplanarak belirlenmiştir (Sormoli ve Langrish, 2015).

$$P = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{y_e - y_p}{y_e} \right| \quad \text{Eşitlik (11)}$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (y_e - y_p)^2}{N}} \quad \text{Eşitlik (12)}$$

N: Örnek sayısı

y_e : Deneysel DNİ

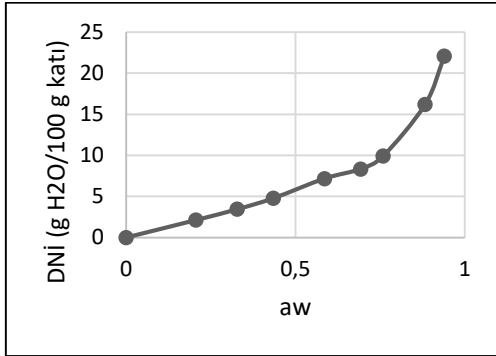
y_p : Tahminlenen DNİ

BULGULAR VE TARTIŞMA

Gıdaların sorpsiyon izotermi, BET'e göre Tip I, Tip II, Tip III, Tip IV ve Tip V olmak üzere beş gruba ayrılmaktadır. Bunlardan ilki, Langmuir izotermi olarak da bilinen Tip I izotermi olup genellikle kekleşme önleyici ajanların gösterdiği izoterm şeklidir. Tip II izotermi ise grafikte iki adet bükülme bölgesine sahip sigmoidal bir şekil meydana getirmesi ile karakterize olmuştur. Bu S şeklinin görülmesindeki en büyük etkenin ise

gıdaların sahip olduğu koligatif özellikler, kapiller etkiler ve yüzey-su etkileşimleri olduğu bildirilmekte olup bu etkileşimlerin kuvvetlerinin artması ile birlikte bükülme oranı da artmaktadır. İzoterm grafiğinde J şeklinde karakterize olan Tip III izotermi ise genellikle şeker veya tuzlar gibi saf kristal katıların yapısında görülmektedir (Aykın vd., 2015; Erbaş vd., 2016).

Şekil 1'de karabuğday örneklerinin sorpsiyon izotermi 0.5-0.6 ve 0.7-0.8 a_w bölgesinde iki farklı kırılma noktası içermektedir. Sigmoidal bir görünüme sahip olan karabuğday izotermi Tip II olarak sınıflandırılabilir. Gıdaların çoğunluğunun, Tip II ve III izotermi olduğu bilinmektedir. Menkov vd. (2009), karabuğdayın nem sorpsiyon izotermi, Tip II izotermi içerisinde sınıflandırmıştır. Chen ve Jayas (1998) bu izoterm tipinin yüksek protein ve nişastayı birlikte kompozisyonunda bulunduran gıdalar için yaygın olarak rapor etmiştir. Tip II izotermi daha önce kasava (Koua vd., 2014), patates (McMinn ve Magee, 2003), mısır (Samapundo vd., 2007), pirinç (Brett vd., 2009; Bingol vd., 2012), çay (Chen ve Weng, 2010; Gamli, 2011), kestane (Chenlo vd., 2011) ve tef unu (Abebe ve Ronda, 2015) gibi birçok farklı türde gıda için rapor edilmiştir.



Şekil 1. Karabuğday tanelerinin nem sorpsiyon izotermi

Figure 1. Moisture sorption isotherm of buckwheat

Şekil 1’de görüldüğü üzere su aktivitesindeki artış, DNI’ de bir artışa neden olmuştur. Bu durum, ortamda çözünen madde miktarının artması ile birlikte adsorbsiyon yüzey sayısının ve gıdanın su tutma kapasitesinin artmasından kaynaklanmaktadır (Fıratlıgil-Durmuş, 2008). Ancak bu artış oranı a_w değeri 0.6’nın altında olduğu bölgelerde daha yavaş gerçekleşirken üstünde olduğu bölgelerde ise daha hızlı gerçekleşmiştir. Bu sınır değeri gıdaya özgü olarak gıdanın kapiler özellikleri nedeniyle farklılık göstermektedir. Su aktivitesi artışı ile birlikte gıdanın adsorbladığı nem miktarında artışın

olduğunu gösteren literatürde çalışmalar bulunmaktadır (Koua vd., 2014; Khawas ve Deka, 2017).

Karabuğday örneklerinin DNI, en yüksek a_w ortamı olan 0.94 değerinde yaklaşık %22 olarak kaydedilmiştir. Benzer sonuçlar farklı sıcaklıklarda karabuğday örneklerinin sorpsiyon izotermini konu alan bir çalışmada da tespit edilmiştir. Menkov vd. (2009) karabuğdayların DNI’ni %20-22 olarak rapor etmiş ve bu durumu karabuğdayın yüksek nem adsorpsiyon kapasitesine sahip olmasına bağlamıştır.

Karabuğday örneklerinin sorpsiyon özellikleri; BET, GAB, Halsey, Henderson, Caurie, Iglesias-Chirife, Oswin, Smith, White-Eiring ve Peleg olmak üzere 10 farklı eşitlik kullanılarak belirlenmiş olup model uygunluk parametreleri ve katsayıları Çizelge 1’de sunulmuştur. R^2 değeri kullanılan modelin uygunluğunu gösteren en önemli parametrelerden birisi olup bu değer in olabildiğince 1’e yakın olması istenmektedir. Karabuğday için kullanılan eşitliklerin regresyon katsayıları incelendiğinde GAB, Halsey, Iglesias & Chirife dışındaki diğer eşitliklerin yüksek uygunluk (>0.98) sağladığı görülmektedir.

Çizelge 1. Farklı sorpsiyon eşitlikleri ile belirlenen model ve uyum parametreleri
Table 1. Model and fitness parameters determined by different sorption equations

Model	Uygunluk parametreleri			Katsayılar			
	R_{Adj}^2	% P	RMSE	A	B	C	D
BET	0.998	0.542	0.001	5.420 ; C	3.680 ; X_m	-	-
GAB	0.965	12.232	0.002	1.760 ; C	4.86 ; X_m	0.830 ; k	-
Halsey	0.978	4.448	0.100	11.342 ; C	1.581 ; n	-	-
Henderson	0.990	2.439	0.106	0.167	2.440	-	-
Caurie	0.981	11.067	0.953	-0.483	3.733	-	-
I & C	0.946	22.205	1.670	4.793	1.355	-	-
Oswin	0.993	8.764	0.360	4.654	0.561	-	-
Smith	0.991	8.845	0.650	-0.688	7.747	-	-
W & E	0.992	8.655	0.650	0.319	-0.296	-	-
Peleg	0.999	0.733	0.104	22.317	12.026	12.450	1.344

Sorpsiyon eşitliklerinin uyumu konusunda tek bir istatistik parametrenin kullanılması genellikle uygun görülmemektedir. Bu amaçla kullanılan bir başka gösterge ise ortalama bağıl hata değeri (% P)'dir. En uygun model için % P değeri Lomauro vd. (1985a)'ya göre %5'in altında olmalıdır. BET, Halsey, Henderson ve Peleg eşitliklerinin % P değeri %5'in altında olduğundan karabuğdayın sorpsiyon eğrilerinin temsil edilmesinde yüksek model uygunluğu göstermektedir. BET ve GAB eşitlikleri gıdaların sorpsiyon özelliklerinin ifade edilmesinde en fazla kullanılan eşitliklerdendir. GAB eşitliğinin birçok tahıl çeşidinin sorpsiyon özelliklerinin belirlenmesinde yüksek uygunluk sağladığını rapor eden çalışmalar bulunmaktadır (Iguaz ve Virseda, 2007; Samapundo vd., 2007; Menkov vd., 2009). Ancak bu çalışmada GAB eşitliği, düşük R^2 (0.965) ve yüksek % P (12.23) değerleri nedeniyle uyumsuz modeller arasında tespit edilmiştir.

Sorpsiyon eşitliklerinin uyumu konusunda yaygın olarak kullanılan bir diğer parametre ise hatanın ortalama kareköküdür. % RMSE için belirli bir limit değer olmamakla birlikte mümkün olduğunca 0'a yakın olması istenmektedir. En düşük % RMSE değerleri GAB (0.002) ve BET (0.001) eşitliklerinde sağlanmış olmakla birlikte GAB eşitliğinin verdiği R^2 ve % P değerinin uygun olmaması, bu çalışmada karabuğday izotermelerinin ifade edilmesinde GAB eşitliğini kullanılamaz hale getirmektedir. En yüksek % RMSE değeri ise Iglesias-Chirife eşitliğinde tespit edilmiş olup bu eşitliğin R^2 ve % P değerleri de istenilen sınırların dışındadır. Bu nedenle karabuğday örneklerinin sorpsiyon özelliklerini ifade edilmesinde en uygunsuz model Iglesias-Chirife olarak belirlenmiştir.

Tüm model uygunluk parametreleri göz önüne alındığında BET eşitliğinin karabuğdayın sorpsiyon izotermine ifade edilmesinde en uygun eşitlik olduğu tespit edilmiştir. Ancak BET eşitliğinin kısıtlı su aktivitesi değerlerinde kullanılabilmesi ($0.05 < a_w < 0.5$) (Chirife ve Iglesias, 1978) bu modelin uygunluğunu sınırlandırmaktadır. Bu nedenle en uygun eşitliğin 0.999 R^2 , 0.733 %P ve 0.104 RMSE değerleri ile Peleg modeli olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca

Peleg modeli, BET modelinin aksine daha geniş su aktivitesi (0.1-0.9) çalışma ortamı sağlayabilmektedir. Peleg modeli gıdaların sorpsiyonel özelliklerini başarılı bir şekilde temsil etmektedir (Shanker vd., 2019). Bingol vd. (2012) farklı pirinç varyetelerinin sorpsiyon izotermelerinin ifade edilmesinde Peleg modelinin BET, GAB, Caurie, Halsey ve Oswin'e göre daha iyi olduğunu bildirmiştir. Daha önce yapılan çalışmalarda olgunlaşmamış muz unu (Khawas ve Deka, 2017), bisküvi (Panjagari vd., 2015; Shanker vd., 2019), patates (Montes vd., 2009) ve antep fıstığı (Hayoglu ve Gamli, 2007) örneklerinin sorpsiyon izotermelerinin belirlenmesinde Peleg modelinin en uygun model olduğu tespit edilmiştir.

Tip II sorpsiyon izotermelerinde ilk bükülmenin gerçekleştiği bölüm genellikle tek tabaka su içeriğini oluşturmaktadır. Tek tabaka su içeriği gıdaların stabilitesi hakkında önemli detaylar vermektedir. Tek tabaka su içeriğinin hesaplanması, dehidrate formdaki gıdanın spesifik polar gruplarına bağlı olan suyun tahmin edilmesinde önemli bir metottur (Chirife ve Iglesias, 1978). Tek tabaka su içeriğinin altındaki nem içeriklerinde su, gıdaya kuvvetli bir şekilde bağlı olduğundan herhangi bir bozulma reaksiyonunda aktif rol oynayamamaktadır. Bu değerlerde gıdaların lipid oksidasyonu ve enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonlarının hızının yavaşladığı bildirilmektedir (Fıratlıgil-Durmuş, 2008). Bu nedenle tek tabaka su içeriğine yakın nem ortamında depolanan gıdaların daha uzun bir raf ömrüne sahip olduğu bilinmektedir (Gamli, 2011). Tek tabaka su içeriği BET ve GAB eşitlikleri ile hesaplanabilen bir eşitlik sabitidir. Bu çalışmada BET ve GAB eşitlikleri ile hesaplanan karabuğday örneklerinin tek tabaka su içeriği (X_m) sırasıyla % 3.68 ve % 4.86'dir. Bu değerler daha önce literatürde tespit edilen değerler ile uyum göstermektedir. Lomauro vd. (1985b) arpa, buğday, pirinç, keten tohumu ve mısır unu için tek tabaka su içeriğinin %3.2-7.0 arasında değiştiğini rapor etmiştir. Kasavanın sorpsiyon izotermine araştırıldığı bir çalışmada tek tabaka su içeriği GAB eşitliğine göre %3.66-6.16 ve BET eşitliğine göre ise %2.64-5.55 olarak tespit edilmiştir (Koua vd., 2014). Karabuğday örneklerinin uzun süreli

depolanmasında mikrobiyolojik ve kimyasal bozulmaların önlenmesi amacıyla tek tabaka su içeriğini sağlayan 0.5 a_w veya %50 bağıl nemin altındaki depolama şartları tavsiye edilmektedir. Mazza (1993), karabuğdayların a_w değeri 0.45'in altındaki ortamlarda depolanması gerektiğini bildirmiştir.

SONUÇ

Bu çalışma ile BET, GAB, Halsey, Henderson, Caurie, Iglesias-Chirife, Oswin, Smith, White-Eiring ve Peleg olmak üzere 10 farklı eşitlik kullanılarak karabuğdayın sorpsiyonel özellikleri belirlenmiştir. Karabuğday örneklerinin sorpsiyon izoterminin iki farklı kırılma bölgesi içerdiğinden sigmoidal bir görünüme sahip olduğu ve bu nedenle izoterminin Tip II içerisinde sınıflandırılacağı tespit edilmiştir. Kullanılan eşitlikler arasında en yüksek R^2 (0.998-0.999) ve en düşük %P (0.542-0.733) ve %RMSE (0.001-0.104) değerleri BET ve Peleg modellerinde hesaplanmıştır. Ancak BET modelinin sınırlı su aktivitelerinde doğru sonuçlar verdiği göz önünde bulundurulacak olursa, karabuğdayların sorpsiyon eğrilerine uygunluklarının belirlenmesinde en uygun modelin Peleg olduğu sonucuna varılmıştır. Karabuğday örneklerinin tek tabaka su içeriği, BET ve GAB eşitliklerine göre sırasıyla %3.68 ve % 4.86 olarak tespit edilmiştir. Sonuç olarak karabuğday tanelerinin uzun süreli depolanmasında mikrobiyolojik ve kimyasal bozulmaların önlenmesi amacıyla bu tek tabaka su içeriğini sağlayan 0.5 a_w veya %50 bağıl nemin altındaki depolama şartları tavsiye edilmektedir.

KAYNAKLAR

AACC, 1999. Official Methods of Analysis of AOAC International. American Association of Cereal Chemists, Inc, St., Minnesota, USA.

Abebe, W., Ronda, F. (2015). Flowability, moisture sorption and thermal properties of tef *Eragrostis tef* (Zucc.) trotter grain flours. *J Cereal Sci*, 63: 14-20.

Aguerre, R.J., Suarez, C., Viollaz, P.E. (1989). New BET type multilayer sorption isotherms. Part II: Modelling water sorption in foods. *LWT - Food Sci Technol*, 22: 192-195.

Alifaki, Y.O., Sakiyan, O., Isci, A. (2019). Investigation of dielectric properties, total phenolic content and optimum formulation of microwave baked gluten-free cakes. *J Food Sci Technol*, 56: 1530-1540.

Aykın, E., Arslan, S., Durak, A.N., Erbaş, M. (2015). Gıdalarda bulunan suyun fizikokimyasal durumu ve sorpsiyon izotermi. *GIDA*, 40: 109-116.

Bender, D., Fraberger, V., Szepasvari, P., D'Amico, S., Tomoskozi, S., Cavazzi, G., Jager, H., Domig, K.J., Schoenlechner, R. (2018). Effects of selected lactobacilli on the functional properties and stability of gluten-free sourdough bread. *Europ Food Res Technol*, 244: 1037-1046.

Bilgili, N., Ibanoglu, S. (2015). Effect of pseudo cereal flours on some physical, chemical and sensory properties of bread. *J Food Sci Technol*, 52: 7525-7529.

Bingol, G., Prakash, B., Pan, Z. (2012). Dynamic vapor sorption isotherms of medium grain rice varieties. *LWT-Food Sci Technol*, 48: 156-163.

Brett, B., Figueroa, M., Sandoval, A.J., Barreiro, J.A., Muller, A.J. (2009). Moisture sorption characteristics of starchy products: oat flour and rice flour. *Food Biophys*, 4: 151-157.

Brites, L., Ortolan, F., da Silva, D.W., Bueno, F.R., Rocha, T.D., Chang, Y.K., Steel, C.J., 2019. Gluten-free cookies elaborated with buckwheat flour, millet flour and chia seeds. *Food Sci Technol*, 39: 458-466.

Chen, C., Jayas, D.S. (1998). Evaluation of the GAB equation for the isotherms of agricultural products. *Trans Asae*, 41: 1755-1760.

Chen, C., Weng, Y.K. (2010). Moisture sorption isotherms of oolong tea. *Food Bioprocess Tech*, 3: 226-233.

Chenlo, F., Moreira, R., Prieto, D.M., Torres, M.D. (2011). Desorption isotherms and net isosteric heat of chestnut flour and starch. *Food Bioprocess Tech*, 4: 1497-1504.

Chirife, J., Iglesias, H.A. (1978). Equations for fitting water sorption isotherms of foods: Part 1 — a review. *Int J Food Sci Tech* 13, 159-174.

- Elgün, A., Ertugay, Z., 2000. *Tabul İşleme Teknolojisi*. Atatürk Üniversitesi Yayınları, Erzurum.
- Erbaş, M., Candal, C., Kılıç, Ö., Mutlu, C. (2016). Gıdaların nem sorpsiyon izotermelerinin belirlenmesi ve eşitliklerinin çözümü. *GIDA*, 41: 171-178.
- Fıratlıgil-Durmuş, F.E. (2008). Kırmızı biber tohumunun endüstriyel olarak değerlendirilmesi: protein ekstraksiyonu, fonksiyonel özellikleri ve mayonez üretiminde kullanımı. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Doktora tezi, İstanbul.
- Gamlı, Ö.F. (2011). Siyah ve yeşil çayın nem adsorpsiyon özellikleri ve sorpsiyon ısısı. *GIDA*, 36: 89-96.
- Halsey, G. (1948). Physical adsorption on non-uniform surfaces. *J Chem Physics*, 16: 931-937.
- Haros, C.M., Schoenlechner, R. (2017). *Pseudocereals: Chemistry and Technology*. 1st edition. John Wiley & Sons, Ltd, West Sussex, UK
- Hayoglu, I., Gamlı, O.F. (2007). Water sorption isotherms of pistachio nut paste. *Int J Food Sci Tech*, 42: 224-227.
- Hussain, A., Kaul, R. (2018). Formulation and characterization of buckwheat-barley supplemented multigrain biscuits. *Res Nutr Food Sci*, 6: 873-881.
- Iglesias, H., Chirife, J. (1982). *Handbook of food Isotherms: Water sorption parameters for food and food components*. Academic Press Inc., New York, USA.
- Iguaz, A., Virseda, P. (2007). Moisture desorption isotherms of rough rice at high temperatures. *J Food Eng*, 79: 794-802.
- Jan, U., Gani, A., Ahmad, M., Shah, U., Baba, W.N., Masoodi, F.A., Maqsood, S., Gani, A., Wani, I.A., Wani, S.M. (2015). Characterization of cookies made from wheat flour blended with buckwheat flour and effect on antioxidant properties. *J Food Sci Tech*, 52: 6334-6344.
- Kaymak-Ertekin, F., Gedik, A. (2004). Sorption isotherms and isosteric heat of sorption for grapes, apricots, apples and potatoes. *LWT-Food Sci Technol*, 37: 429-438.
- Khawas, P., Deka, S.C. (2017). Moisture sorption isotherm of underutilized culinary banana flour and its antioxidant stability during storage. *J Food Process Preserv*, 41:1-10
- Koua, B.K., Koffi, P.M.E., Gbaha, P., Toure, S. (2014). Thermodynamic analysis of sorption isotherms of cassava (*Manihot esculenta*). *J Food Sci Tech*, 51: 1711-1723.
- Lomauro, C.J., Bakshi, A.S., Labuza, T.P. 1985a. Evaluation of food moisture sorption isotherm equations .1. Fruit, vegetable and meat-products. *LWT-Food Sci Technol*, 18: 111-117.
- Lomauro, C.J., Bakshi, A.S., Labuza, T.P. (1985b). Evaluation of food moisture sorption isotherm equations .2. Milk, coffee, tea, nuts, oilseeds, spices and starchy foods. *LWT-Food Sci Technol*, 18: 118-124.
- Mazza, G. (1993). *Storage, processing, and quality aspects of buckwheat seed.*, Janick, J., Simon, J.E. (Eds.), New Crops. Wiley, New York, pp. 251-254.
- McMinn, W.A.M., Magee, T.R.A. (2003). Thermodynamic properties of moisture sorption of potato. *J Food Eng*, 60: 157-165.
- Menkov, N.D., Dinkov, K., Durakova, A., Toshkov, N. (2009). Sorption characteristics of buckwheat grain. *Bulgarian J Agric Sci*, 15: 281-286.
- Montes, E., Torres, R., Andrade, R., Perez, O., Marimon, J., Meza, I. (2009). Models of desorption isotherms of yam (*Dioscorea rotundata*). *Dyna-Colombia* 76, 145-152.
- Oswin, C.R., 1946. The kinetics of package life III. The isotherm. *J Che Ind*, 65: 419-421.
- Panjabari, N.R., Singh, A.K., Ganguly, S., Indumati, K.P. (2015). Beta-glucan rich composite flour biscuits: modelling of moisture sorption isotherms and determination of sorption heat. *J Food Sci Tech*, 52: 5497-5509.
- Peleg, M. (1993). Assessment of a semi-empirical four parameter general model for sigmoid moisture sorption isotherms. *J Food Process Eng*, 16: 21-37.

- Samapundo, S., Devlieghere, F., De Meulenaer, B., Atukwase, A., Lamboni, Y., Debevere, J.M. (2007). Sorption isotherms and isosteric heats of sorption of whole yellow dent corn. *J Food Eng*, 79: 168-175.
- Shanker, N., Kumar, M.M., Juvvi, P., Debnath, S. (2019). Moisture sorption characteristics of ready-to-eat snack food enriched with purslane leaves. *J Food Sci Tech*, 56: 1918-1926.
- Smith, S.E., Smith, S.E. (1947). The sorption of water vapor by high polymers. *J Am Chem Soc*, 69: 646-651.
- Sormoli, M.E., Langrish, T.A.G. (2015). Moisture sorption isotherms and net isosteric heat of sorption for spray-dried pure orange juice powder. *LWT-Food Sci Technol*, 62: 875-882.
- Stantiall, S.E., Serventi, L. (2018). Nutritional and sensory challenges of gluten-free bakery products: a review. *Int J Food Sci Nutr*, 69: 427-436.
- Vega, A., Uribe, E., Lemus, R., Miranda, M. (2007). Hot-air drying characteristics of Aloe vera (*Aloe barbadensis* Miller) and influence of temperature on kinetic parameters. *LWT - Food Sci Technol*, 40: 1698-1707.
- Yıldız, E., Sumnu, S.G., Sahin, S. (2018). Effects of buckwheat flour, gums and proteins on rheological properties of gluten-free batters and structure of cakes. *Quality Assurance and Safety of Crops Foods*, 10: 245-254.
- Yıldız, G., Bilgicli, N., 2012. Effects of whole buckwheat flour on physical, chemical, and sensory properties of flat bread, lavas. *Czech J Food Sci*, 30: 534-540.

SOĞUK KURUTULMUŞ TAVUK ETİ DİLİMLERİNİN BAZI KALİTE ÖZELLİKLERİ

Elif Aykın Dinçer*

Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya, Türkiye

Geliş / *Received*: 16.10.2019; Kabul / *Accepted*: 07.02.2020; Online baskı / *Published online*: 27.02.2020

Aykın Dinçer, E. (2020). Soğuk kurutulmuş tavuk eti dilimlerinin bazı kalite özellikleri. *GIDA* (2020) 45(2) 262-274 doi: 10.15237/gida.GD19135

Aykın Dinçer, E. (2020). Some quality properties of cold dried chicken meat slices. GIDA (2020) 45(2) 262-274 doi: 10.15237/gida.GD19135

ÖZ

Bu çalışmada; soğuk kurutma sistemi kullanılarak elde edilen kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin bazı kalite özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaca yönelik olarak; tavuk göğüs eti dilimleri (85 mm x 34 mm x 2 mm), kızgın buharla pastörize edildikten sonra farklı düşük sıcaklık (10, 15 ve 20°C) ve hava akış hızlarında (3, 4 ve 5 m/s) kurutulmuştur. Soğuk kurutulmuş et dilimlerinin ortalama nem içeriğinin %37, su aktivitesi (a_w) değerinin 0.89, pH değerinin 6.15 ve tiyobarbitürik asit reaktif maddeleri (TBARS) değerinin ise 23.66 $\mu\text{mol MDA/kg}$ olduğu tespit edilmiştir. Düşük sıcaklık ve yüksek hava akış hızında örneklerin daha açık renkli (daha yüksek L^* ve düşük a^* değeri) olduğu belirlenmiştir. Düşük hava akış hızında kurutulmuş dilimlerinin mikrobiyolojik kalitelerinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Duyusal değerlendirmede ise en yüksek genel beğeni puanına 10°C ve 5 m/s'de kurutulan örneklerin sahip olduğu belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Hava akış hızı, kalite, kurutulmuş tavuk eti, soğuk kurutma

SOME QUALITY PROPERTIES OF COLD DRIED CHICKEN MEAT SLICES

ABSTRACT

In this study, it was aimed to determine some quality characteristics of dried chicken breast meat slices obtained from using cold drying system. On this purpose, chicken breast meat slices (85 mm x 34 mm x 2 mm) were pasteurized with hot steam and then dried at different low temperatures (10, 15 and 20°C) and air flow velocities (3, 4 and 5 m/s). It was determined that the average moisture content of cold-dried meat slices was 37%, water activity (a_w) value was 0.89, pH value was 6.15 and thiobarbituric acid reactive substances (TBARS) value was 23.66 $\mu\text{mol MDA/kg}$. At low temperature and high air flow velocity, the samples were found to be lighter (higher L^* and lower a^* value). Microbiological quality of slices dried at low air flow velocity was higher. In sensory evaluation, the samples dried at 10°C and 5 m/s had the highest score of overall acceptability.

Keywords: Air flow velocity, quality, dried chicken meat, cold drying

*Yazışmalardan sorumlu yazar/ *Corresponding author*

✉ elifaykin@akdeniz.edu.tr

☎ (+90) 242 2274400-4345

☎ (+90) 242 227 4564

Elif Aykın Dinçer; ORCID no: 0000-0003-4427-9819

GİRİŞ

Geçmişten günümüze kadar insanlar, gıdaların uzun süre bozulmadan saklanmasını sağlayacak muhafaza yöntemlerini araştırmış ve yeni muhafaza yöntemleri geliştirmeye çalışmıştır. Hayvansal gıdalar arasında önemli bir yere sahip olan et için de çeşitli muhafaza teknikleri kullanılmış ve geliştirilmiştir. Etlerin tuzlandıktan sonra güneşte kurutulması bilinen en eski muhafaza yöntemlerinden biridir. Geleneksel olarak üretilen kurutulmuş et ürünlerine Orta Asya ve Türkiye’de *pastırma*, Kuzey Amerika’da *jerky* ve *pemmican*, Brezilya’da *carne-de-sol*, İspanya ve Meksika’da *cecina*, Küba’da *tasajo*, Güney Afrika’da *biltong*, Kuzey Afrika’da *kaddid* ve Çin’de *rougan* ve *roupu* örnek verilebilir (Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2019a; b; c; Aykın-Dinçer vd., 2019).

Tuzlama işlemi, genellikle etin raf ömrünü uzatma ve tat, aroma ve tekstürel özelliklerini geliştirme amacıyla uygulanmaktadır. Özellikle kurutulmuş et ürünlerinin üretiminde su aktivitesi (a_w) değerini düşürerek kurumayı hızlandırdığı için, ön işlem basamağı olarak yer almaktadır. Tuzlama işlemi kuru ve yaş (salamura) tuzlama olmak üzere farklı şekilde yapılabilmektedir. Kuru tuzlama en eski yöntemlerden biri olup, genellikle “*pastırma*”, “*bacon*” ve “*ham*” gibi kür edilmiş, pişirilmiş veya kurutulmuş et üretiminde uygulanmaktadır. Bu yöntemde et parçasının yüzeyine homojen dağılacak şekilde uygulanan kuru tuz, kasın yapısında bulunan suda çözünmektedir. Et yüzeyinde tuzun çözünmesi ve bu çözeltinin konsantrasyonu, tuzun et parçasının merkezine doğru nüfuz etmesini ve etin merkezindeki suyun da yüzeye doğru hareket etmesini düzenleyen ana faktörlerden biridir (Aykın Dinçer ve Erbaş, 2018).

Genel olarak kurutma, herhangi bir üründeki; mikrobiyolojik, biyokimyasal ve kimyasal faaliyetleri kontrol altına almak için hijyenik şartlar altında ürünün bünyesinde bulunan suyun uygun sıcaklık ve/veya nispi nem farklılığı prensibi ile üründen uzaklaştırılması ve ürünün a_w değerinin düşürülmesi olarak tanımlanmaktadır (Anonim, 2019; Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2019c). Yaygın olarak kullanılan kurutma yöntemleri güneşte kurutma, sıcak hava ile kurutma, dondurarak

kurutma, vakumla kurutma, ozmatik dehidrasyon, mikrodalga, sprey kurutma ve kimyasal maddelerin yardımı ile kurutmadır (Doğan, 2001; Vega, 2007). Bu yöntemlerle, mikrobiyel ve kimyasal bozulmalar önlenerek gıdaların uzun süre korunması ve paketleme, depolama ve ulaşım masraflarının da azalması sağlanmaktadır (Traffano-Schiffo vd., 2014). Soğuk kurutma işlemi, soğuk havanın kurutma ünitesi girişinde daha soğuk bir yüzeye çarpıtılarak nemini bırakması sağlandıktan sonra elde edilen soğuk ve su buharı içeriği azaltılmış havanın kurutma işleminde kullanılması prensibine dayanmaktadır (Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2019b). Sıcaklığa hassas gıdalar için, düşük sıcaklıkta kurutma işlemi raf ömrünü uzatan ve bozulmayı önleyen gıda koruma tekniklerinden biridir (Kilic, 2009). Bu kurutma tekniği uzun işlem süresine rağmen, ürünün kimyasal, mikrobiyolojik ve duyu kalitesinde olumsuz değişimlere yol açmamaktadır (Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2019a). Düşük sıcaklıkta (<20°C) kurutma yapılmasına bağlı olarak, lipid oksidasyonu ve antioksidan kapasite kayıpları gibi kimyasal bozulma reaksiyonları en düşük düzeyde gerçekleşmektedir (Rao vd., 2014).

Kurutma işlemi gıdalarda patojen ve bozulmaya neden olan mikroorganizmaların faaliyetlerini durdurmakla ve sayılarını azaltmakla birlikte, tek başına gıda güvenliğini sağlayamamakta ve geriye kalan mikroorganizmalar tüketicide sağlık sorunlarına ve üründe bozulmalara neden olabilmektedir (Heldman ve Lund, 2006). Patojenlerin canlı kalma riskini ortadan kaldırmak amacıyla, etlerin kurutulmadan önce merkez sıcaklığının 71.1°C olmasını sağlayan ısıl işleme yani pastörizasyon işlemine tabi tutulması önerilmektedir (Calicioglu vd., 2002; 2003). Sıcak su, buhar, buhar-vakum ve yüksek basınç uygulaması et ve et ürünlerinde yaygın olarak kullanılan pastörizasyon yöntemleridir (Andrés vd., 2006; Trivedi vd., 2007).

Literatürde tavuk göğüs etinin kurutulmasında farklı yöntemlerin uygulandığı birçok çalışma mevcuttur. Kumar vd. (2019) tepsili kurutucuda farklı sıcaklıklarda kuruttıkları tavuk göğüs eti dilimleri için, optimum sıcaklık-zaman kombinasyonunu 70°C ve 5 saat olarak

belirlemişlerdir. Optimum sıcaklıkta kurutulan örneklerde daha düşük nem içeriği (%7.13), a_w değeri (0.45) ve daha iyi rehidrasyon yeteneği gözlenmiştir. Teng vd. (2019), yaptıkları çalışmada tavuk göğüs etini sprey kurutma, vakum kurutma, mikrodalga-vakum kurutma ve kızılötesi-vakum kurutma yöntemleri ile kurutmuşlar ve elde ettikleri toz ürünün higroskopik ve fizikokimyasal özelliklerini araştırmışlardır. Bu çalışmada nem absorpsiyonunu azaltmada ve tavuk tozlarının duyu kalitesinin korunmasında mikrodalga-vakum kurutma yönteminin olumlu bir etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. Başka bir çalışmada, tavuk göğüs eti vakum kurutma ve mikrodalga vakum kurutma yöntemlerine kıyasla vakum-radyo frekanslı kurutma ile daha hızlı kurutulmuş (100 dk) ve bu yeni yöntemle elde edilen toz ürünlerde daha düşük higroskopiklik, daha yüksek su tutma kapasitesi ve daha iyi renk ve tat özellikleri tespit edilmiştir (Ran vd., 2019). Yeni bir kurutma yöntemi olarak süperkritik karbondioksitin ultrasonla birlikte uygulandığı çalışmada ise, tavuk göğüs etinin besinsel kalitesi korunmuş ve ürünün mikrobiyel güvenliği sağlanmıştır (Morbiato vd., 2019). Yüksek kalitede minimal işlem görmüş kuru et ürünlerinin elde edilmesine yönelik alternatif bir diğer yöntem soğuk kurutma olup, tavuk etinin bu yöntemle kurutulduğu bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışmada; soğuk kurutma sistemine asılan tavuk göğüs eti dilimleri kızgın buharla merkez sıcaklıkları 72°C olacak şekilde pastörize edildikten sonra farklı düşük sıcaklık (10, 15 ve 20°C) ve hava akış hızlarında (3, 4 ve 5 m/s) kurutulmuştur. Daha sonra elde edilen ürünün bazı fiziksel, kimyasal, mikrobiyolojik ve duyu özellikleri araştırılmıştır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Çalışma materyali olarak kullanılan tavuk göğüs etleri, Veli Cengiz Et Ürünleri Ltd. şirketinden (Antalya, Türkiye) temin edilmiştir. Göğüs etleri lif uzanışı yönünde yaklaşık 85 x 34 x 2 mm boyutlarında pastırma dilimleme makinasıyla dilimlenmiştir. Kuru tuzlama işlemi (%1, w/w) uygulanan et dilimleri, tuz difüzyonunun gerçekleşmesi için + 4°C'de her 15 dakikada bir çevrilerek 1 saat bekletilmiştir. Tuzlanmış taze

örneklerde tanımlayıcı analizler olarak; nem, ham protein, ham yağ, kül, tuz, pH ve a_w değeri analizleri yapılmıştır. Farklı sıcaklık (10, 15 ve 20°C) ve hava akış hızında (3, 4 ve 5 m/s) kurutma uygulamaları (3x3) için, her grupta 25 et dilimi olmak üzere bir tekrürde toplam 225 et dilimi kurutulmuştur.

Tavuk göğüs eti dilimlerinin kurutulması

Bu çalışmada minimal işlem görmüş ve gıda güvenliği açısından risk oluşturmayan kurutulmuş bir et ürünü üretmek için, soğuk kurutma sistemi (Patent No: TR 2015/10273) kullanılmıştır (Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2018b). Soğuk kurutucuya asılmış olan et dilimlerine sırasıyla pastörizasyon ve kurutma işlemleri uygulanmıştır. Pastörizasyon işleminde, dilimlerin merkez sıcaklığının 72°C olmasını sağlayacak düzeyde kızgın buhar kullanılmıştır. Ön denemeler ile buhar uygulama sayısı 5 ve her bir buhar uygulama süresi 40 s olarak belirlenmiştir. Pastörizasyondan sonra et dilimlerinin yüzeyinde ve kurutma ünitesi içerisinde biriken su, vakum uygulanarak atık toplama kabına alınmış ve sistemden uzaklaştırılmıştır.

Pastörize edilmiş tavuk göğüs eti dilimleri, aynı ünite içerisinde üç farklı düşük sıcaklık (10, 15 ve 20°C) ve hava akış hızında (3, 4 ve 5 m/s) kurutulmuştur. Kurutma işlemine örneklerin mikrobiyel gıda güvenliğinin sağlandığı ve duyu olarak beğenildiği nem (\approx %40) ve a_w (\approx 0.90) değerlerine ulaşıncaya kadar devam edilmiştir. Kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimleri, bazı kalite özellikleri araştırılincaya kadar polietilen ambalajlarda aerobik koşullarda +4°C'de muhafaza edilmiştir.

Kimyasal ve fiziksel analizler

Örneklerin % nem içeriği, etüvde (Mettler UNB 500, Schwabach, Almanya) 105°C'de sabit tartıma gelinceye kadar kurutulması sonucunda gravimetrik olarak belirlenmiştir. Kül miktarı, örneklerin kül fırınında (Elektro-magM 1813, İstanbul, Türkiye) 550°C'de gri-beyaz bir kül rengi elde edilinceye kadar yakılması sonucunda gravimetrik olarak belirlenmiştir. Örneklerin pH değerleri, pH-metre cihazı (Hanna HI 2210, Woonsocket, RI, USA) kullanılarak ölçülmüştür.

Örneklerdeki ham protein miktarı, Kjeldahl yöntemi ile tespit edilen azot miktarının, protein çevirme faktörü olan 6.25 ile çarpılması ile tespit edilmiştir. Örneklerin ham yağ miktarı Soxhelet ekstraksiyon yöntemi ve tuz miktarı ise titrimetrik Mohr yöntemi ile belirlenmiştir (AOAC, 2000). Örneklerde lipit oksidasyonu sonucu meydana gelen tiyobarbitürik asit reaktif maddeleri (TBARS) değeri ise, spektrofotometrik olarak belirlenmiş ve sonuçlar μmol malondialdehit (MDA)/kg örnek cinsinden ifade edilmiştir (Lemon, 1975).

Kurutulmuş örneklerin fiziksel özellikleri; a_w , renk, ağırlık kaybı, boyut değişimi ve kesilme kuvveti analizleri yapılarak belirlenmiştir. Örneklerin a_w değeri, Decagon su aktivitesi ölçüm cihazı (Decagon Devices Inc., USA) kullanılarak 25°C'de belirlenmiştir. Renk değerleri (L^* , a^* , b^*), CR-400 Chromameter (Konica Minolta, Japonya) cihazı kullanılarak CIE (Commission Internationale de l'Éclairage) renk sistemine göre, örnek yüzeyindeki 5 farklı noktadan ölçülmüştür (Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2019a).

Ağırlık kaybı; et dilimlerinin kurutulmadan önceki ve kurutulduktan sonraki ağırlıkları arasındaki farkın, et dilimlerinin kurutulmadan önceki ağırlığına oranı (%) olarak hesaplanmıştır. Boyut değişimi ise; ağırlık kaybı hesabına benzer şekilde, çığ ve kurutulmuş et dilimlerinin kumpas ile ölçülen uzunluk, en ve kalınlık değerleri kullanılarak değerlendirilmiştir. Örneklerin kesilme kuvveti, tekstür analiz cihazında (TA.XT Plus, Stable Microsystems, UK) Warner Bratzler (HDP/BS) bıçak seti kullanılarak tespit edilmiştir. Prob hızı, tetik kuvveti ve yük hücresi parametreleri sırasıyla 2 mm/s, 10 g ve 50 kg olarak belirlenmiş ve analiz sonucunda elde edilen pikin maksimum değeri kesilme kuvveti (N) olarak ifade edilmiştir (Aykın ve Erbaş, 2016).

Mikrobiyolojik analizler

Örneklerin mikrobiyel içeriklerini belirlemek amacıyla aseptik koşullarda 10 g örnek, 90 mL alkali peptonlu su ile homojenize edilmiş ve hedef alınan sayıya göre uygun dilüsyonlardan dökme yöntemi ile ekim yapılmıştır. Örneklerin toplam aerobik mezofilik bakteri (TAMB) ve toplam

psikrofilik bakteri (TPB) sayımları için, Plate Count Agar besiyeri kullanılmış ve ekimi yapılan petripler sırasıyla 30°C'de 48 saat ve 7°C'de 10 gün inkübe edilmiştir. Maya-küf sayımı, Potato Dextrose Agar (PDA) içeren petriplerde 25°C'de 5 gün inkübasyondan sonra yapılmıştır. *Micrococcus*/*Staphylococcus* sayımı için, Mannitol Salt Phenol-Red Agar (MSA) içeren petripler 30°C'de 48 saat inkübe edilmiştir. Laktik asit bakterileri (LAB) için, de Man Rogosa Sharpe Agar (MRS) ve *Enterobacteriaceae* için, Violet Red Bile Dextrose (VRBD) agar kullanılmış ve ekimi yapılan petripler 30°C'de anaerobik (Anaerocult A) olarak 48 saat inkübe edilmiştir. İnkübasyon sonunda 30-300 arasında koloni içeren paralel petri kutularında sayım yapılmıştır (Maqsood vd., 2016).

Duyusal değerlendirme

Duyusal analiz, 8 kişilik bir panelist grubu tarafından beyaz floresan ile ışıklandırılmış ve havalandırılmış bir odada yapılmıştır. Panelistler, Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda yüksek lisans öğrenimine devam eden ve duysal değerlendirme konusunda eğitimli kişiler arasından seçilmiştir. Örnekler panelistlere rastgele sıralama yapılarak sunulmuş, değerlendirme esnasında bir önceki örnekten ağızda kalan tadı gidermek amacıyla panelistlere su ve ekmek verilmiştir. Duyusal analizde panelistler 9'lu hedonik skala (1: çok kötü, 9: çok iyi) kullanarak örneklerin görünüş, renk, koku, lezzet, yapı (tekstür) ve genel beğeni özelliklerini değerlendirmiştir (Koniczny vd., 2007).

İstatistiksel analiz

Denemede kurutma sıcaklığı (10, 15 ve 20°C) ve hava akış hızı (3, 4 ve 5 m/s) faktör olarak alınmış ve araştırma şansa bağlı tam bloklar deneme planına göre 3x3 faktöriyel düzende 2 tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Elde edilen verilere SAS (V7, SAS Institute Inc., Cary, NC, USA) bilgisayar programı yardımıyla varyans analizi uygulanmış ve önemli bulunan faktörlere ait ortalamalar Duncan çoklu karşılaştırma testi ile karşılaştırılmıştır. Sonuçlar ortalama \pm standart hata şeklinde verilmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Tuzlanmış taze et dilimlerinin fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik analiz bulguları

Tuzlanmış taze tavuk göğüs eti diliminin bileşimi %75.37±0.17 nem, %19.07±0.05 ham protein, %3.70±0.14 ham yağ, %1.85±0.03 kül ve %1.00±0.005 tuz olarak belirlenmiştir. Tuzlanmış et dilimlerinin pH ve a_w değeri ise sırasıyla, ortalama 6.11±0.007 ve 0.92±0.001 olarak belirlenmiştir. Bu çalışmada tavuk göğüs etinden hazırlanan et dilimlerinin bileşimi, literatür bulgularıyla benzer sonuçlar göstermiştir (Bianchi vd., 2007; Cömert vd., 2016; Trembecká vd., 2017).

Tuzlanmış çiğ et diliminin mikrobiyel yükü; 5.81 log kob/g TAMB, 5.56 log kob/g TPB, 2.97 log kob/g *Micrococcus/Staphylococcus*, 2.08 log kob/g LAB ve 4.70 log kob/g maya-küf olarak tespit edilmiştir. Et dilimlerinin *Enterobacteriaceae* sayısı saptanabilir sınırın altında tespit edilmiştir. Çiğ örnekte sayımı yapılan mikroorganizma grupları bozulmayla ilgili olsa da, genel olarak bozulma, mikrobiyel yük 7-8 log kob/g düzeyine ulaştığında meydana gelmektedir (Vieira vd., 2009; Petit vd., 2014). Dolayısıyla tuzlanmış çiğ et dilimlerinin mikrobiyel yükü, bozulma için kabul edilen minimum değer altındadır.

Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin nem, a_w , pH ve TBARS değerleri

Farklı sıcaklık ve hava akış hızlarında soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin nem, a_w , pH ve TBARS değerlerine ait bulgular Çizelge 1'de verilmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre; kurutulmuş et dilimlerinin a_w ve pH değeri üzerine sıcaklık, hava akış hızı ve sıcaklık x hava akış hızı interaksiyonunun önemli ($P >0.05$) bir etkisinin olmadığı belirlenirken; nem içeriği üzerine hava akış hızı ($P <0.05$) ve TBARS değeri üzerine ise, sıcaklık ($P <0.05$) ve hava akış hızı ($P <0.01$) faktörlerinin önemli bir etkisinin olduğu tespit edilmiştir.

Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin nem içeriğinde, hava akış hızı artışına bağlı olarak bir artış tespit edilmiştir (Çizelge 1). Yüksek hava akış hızında (5 m/s) kurutma sırasında etin yüzeyinin daha çabuk kurduğu ve buna bağlı

olarak oluşan kabuğun, nemin dilim yüzeyinden uzaklaşmasını sınırladığı değerlendirilmiştir. Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin ortalama nem içeriği %37.38, a_w değeri 0.886 ve pH değeri 6.15 olarak tespit edilmiştir. Dolayısıyla soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin, nem içerikleri %20-50 ve a_w değerleri 0.70-0.90 aralığında olan orta nemli gıdalar (Huang ve Nip, 2001) sınıfında yer aldığı belirlenmiştir. Benzer bir çalışmada, farklı sıcaklık (10, 15 ve 20°C) ve hava akış hızlarında (1, 2, 3 ve 4 m/s) kurutulmuş kırmızı et dilimlerinin nem, a_w ve pH değerleri sırasıyla %39.85, 0.89 ve 5.74 olarak tespit edilmiştir (Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2019a). Tavuk etinin kurutulması üzerine yapılan bir çalışmada da, nem ve a_w değerlerinin sıcaklık artışından etkilenmediği, ortalama nem ve a_w değerlerinin sırasıyla %60.23 ve 0.90 olduğu tespit edilmiştir (Jiang vd., 2016).

Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin TBARS değerinin, sıcaklık artışına bağlı olarak 22.34 µmol MDA/kg değerinden 25.80 µmol MDA/kg değerine ve hava akış hızı artışına bağlı olarak 13.21 µmol MDA/kg değerinden 32.92 µmol MDA/kg değerine yükseldiği tespit edilmiştir (Çizelge 1). Sıcaklığın yükselmesi ve hava akış hızı artışına bağlı olarak örneklerin daha yoğun bir şekilde oksijene maruz kalması gibi durumlar, örnekte bulunan yağ asitlerinin oksidasyonunu hızlandırmaktadır. Kurutulmuş et üzerine yapılan birçok çalışmada da TBARS değerinin sıcaklık ve hava akış hızı artışına bağlı olarak arttığı bildirilmiştir (Kilic, 2009; Gao vd., 2016; Jiang vd., 2016; Aykın-Dinçer vd., 2019).

Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin renk değerleri

Farklı sıcaklık ve hava akış hızlarında soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin L^* , a^* ve b^* renk değerlerine ait bulgular Çizelge 2'de verilmiştir. Kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin L^* değeri üzerine kurutma sırasında uygulanan hava akış hızı $P <0.05$ düzeyinde etkili bulunurken, sıcaklık ve sıcaklık x hava akış hızı interaksiyonunun önemli ($P >0.05$) bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Kurutulmuş et dilimlerinin a^* değeri üzerine sıcaklık $P <0.05$ düzeyinde etkili bulunurken, hava akış hızı ve

sıcaklık x hava akış hızı interaksyonunun önemli (P >0.05) bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir. *b** değeri üzerine ise, kurutma sırasında uygulanan bu

faktörlerin ve interaksyonunun önemli (P >0.05) bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir.

Çizelge 1. Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin nem, a_w , pH ve TBARS değerleri
Table 1. Moisture, a_w , pH and TBARS values of cold dried chicken breast meat slices

	Nem (%) Moisture (%)	a_w a_w	pH pH	TBARS ($\mu\text{mol MDA/kg}$) TBARS ($\mu\text{mol MDA/kg}$)
10°C, 3 m/s	35.45 ± 3.02	0.894 ± 0.004	6.138 ± 0.002	12.24 ± 0.74
10°C, 4 m/s	36.73 ± 2.13	0.883 ± 0.003	6.123 ± 0.063	22.91 ± 1.74
10°C, 5 m/s	40.22 ± 0.82	0.883 ± 0.010	6.168 ± 0.017	31.87 ± 4.01
15°C, 3 m/s	34.92 ± 0.50	0.882 ± 0.008	6.120 ± 0.050	13.63 ± 0.07
15°C, 4 m/s	35.44 ± 0.84	0.885 ± 0.013	6.148 ± 0.003	24.13 ± 0.57
15°C, 5 m/s	39.65 ± 1.22	0.891 ± 0.002	6.148 ± 0.003	30.76 ± 0.00
20°C, 3 m/s	36.54 ± 0.25	0.880 ± 0.006	6.163 ± 0.208	13.77 ± 0.67
20°C, 4 m/s	39.10 ± 0.52	0.884 ± 0.013	6.110 ± 0.005	27.50 ± 0.52
20°C, 5 m/s	38.37 ± 1.25	0.890 ± 0.003	6.190 ± 0.005	36.12 ± 0.11
T × A	NS	NS	NS	NS
Sıcaklık (T, °C, n=6) Temperature (T, °C, n=6)				
10	37.47 ± 1.33	0.886 ± 0.004	6.143 ± 0.019	22.34 ^b ± 3.77
15	36.67 ± 1.03	0.886 ± 0.004	6.138 ± 0.014	22.84 ^b ± 3.16
20	38.00 ± 0.60	0.885 ± 0.004	6.154 ± 0.056	25.80 ^a ± 4.12
Önem seviyesi Significance	NS	NS	NS	*
Hava akış hızı (A, m/s, n=6) Air flow rate (A, m/s, n=6)				
3	35.64 ^b ± 0.85	0.885 ± 0.004	6.140 ± 0.056	13.21 ^c ± 0.40
4	37.09 ^{ab} ± 0.91	0.884 ± 0.005	6.127 ± 0.018	24.84 ^b ± 1.00
5	39.41 ^a ± 0.61	0.888 ± 0.003	6.168 ± 0.009	32.92 ^a ± 1.46
Önem seviyesi Significance	*	NS	NS	**

^{a,b,c} Sütun içindeki farklı harflerle gösterilen ortalama değerler, farklılıkları göstermektedir.

^{a,b,c} Means with different letters within the column indicate differences.

NS Önemli bir farklılık bulunmamaktadır (P >0.05); * P <0.05; ** P <0.01

NS Not Significant (P >0.05); * P <0.05; ** P <0.01

Çizelge 2. Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin renk değerleri
Table 2. Color values of cold dried chicken breast meat slices

	L^*	a^*	b^*
10°C, 3 m/s	67.00 ± 0.41	6.12 ± 0.25	22.29 ± 3.12
10°C, 4 m/s	67.04 ± 0.22	5.73 ± 0.05	23.42 ± 1.81
10°C, 5 m/s	69.25 ± 0.26	5.32 ± 0.23	22.98 ± 0.72
15°C, 3 m/s	66.13 ± 1.89	6.52 ± 0.28	22.20 ± 1.82
15°C, 4 m/s	66.90 ± 0.05	6.32 ± 1.12	23.72 ± 0.27
15°C, 5 m/s	68.17 ± 0.08	6.17 ± 0.00	22.96 ± 0.21
20°C, 3 m/s	66.61 ± 0.94	7.08 ± 0.25	23.18 ± 0.51
20°C, 4 m/s	66.92 ± 0.72	6.98 ± 0.32	23.58 ± 0.04
20°C, 5 m/s	68.09 ± 0.87	6.35 ± 0.22	23.33 ± 0.61
T × A	NS	NS	NS
Sıcaklık (T, °C, n=6) Temperature (T, °C, n=6)			
10	67.76 ± 0.49	5.72 ^b ± 0.17	22.89 ± 0.97
15	67.06 ± 0.62	6.34 ^{ab} ± 0.30	22.96 ± 0.55
20	67.21 ± 0.48	6.80 ^a ± 0.19	23.36 ± 0.22
Önem seviyesi Significance	NS	*	NS
Hava akış hızı (A, m/s, n=6) Air flow rate (A, m/s, n=6)			
3	66.58 ^b ± 0.58	6.57 ± 0.21	22.55 ± 0.96
4	66.95 ^b ± 0.20	6.34 ± 0.38	23.57 ± 0.47
5	68.50 ^a ± 0.33	5.94 ± 0.22	23.09 ± 0.26
Önem seviyesi Significance	*	NS	NS

^{a,b} Sütun içindeki farklı harflerle gösterilen ortalama değerler, farklılıkları göstermektedir.

^{a,b} Means with different letters within the column indicate differences.

NS Önemli bir farklılık bulunmamaktadır (P >0.05); * P <0.05

NS Not Significant (P >0.05); * P <0.05

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre; sıcaklık artışına bağlı olarak kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin a^* değerinde önemli bir artış tespit edilmiştir. Etin kurutulması sırasında kas proteinlerinin amin grupları ile bağ dokuda bulunan indirgen şekerler arasında meydana gelen esmerleşme reaksiyonu sonucunda oluşan koyu renkli pigmentlerin, bu artışın nedeni olabileceği değerlendirilmiştir. Nathakaranakule vd. (2007) tarafından yapılan bir çalışmada da kurutma sıcaklığı arttıkça, tavuk göğüs eti dilimlerinin a^* değerinin arttığı bildirilmiştir. Hava akış hızındaki artışa bağlı olarak, soğuk kurutulmuş et dilimlerinin L^* değerinde önemli bir artış belirlenmiştir. Bu artışın, yüksek hava akış hızında kurutma sırasında koyu renkli pigmentlerin daha çok oksijene maruz kalmasından ve bunun

sonucunda renklerinin açılmasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin ağırlık kaybı, boyut değişimi ve kesilme kuvveti

Kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin ağırlık kaybı ve en azalışı üzerine kurutma sırasında uygulanan sıcaklık, hava akış hızı ve sıcaklık x hava akış hızı interaksiyonunun önemli (P >0.05) bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Uzunluk ve kalınlık azalışı üzerine kurutma sırasında uygulanan sıcaklık ve hava akış hızı önemli (P <0.05, P <0.01) düzeyde etkili bulunurken, sıcaklık x hava akış hızı interaksiyonunun önemli (P >0.05) bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir (Çizelge 3).

Çizelge 3. Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin fiziksel özellikleri
 Table 3. Physical properties of cold dried chicken breast meat slices

	Ağırlık kaybı (%) <i>Weight loss</i> (%)	Uzunluk azalışı (%) <i>Decrease in length</i> (%)	En azalışı (%) <i>Decrease in width</i> (%)	Kalınlık azalışı (%) <i>Decrease in thickness</i> (%)	Kesilme kuvveti (N) <i>Cutting force</i> (N)
10°C, 3 m/s	55.68 ± 1.16	14.45 ± 0.63	31.86 ± 0.25	22.09 ± 0.20	16.96 ± 0.70
10°C, 4 m/s	56.59 ± 1.72	17.06 ± 0.75	30.87 ± 0.86	18.24 ± 3.88	20.58 ± 0.92
10°C, 5 m/s	55.86 ± 0.95	20.43 ± 0.01	31.36 ± 0.06	15.30 ± 0.93	21.79 ± 0.24
15°C, 3 m/s	54.92 ± 0.51	13.19 ± 1.40	30.36 ± 3.98	24.34 ± 1.52	15.76 ± 0.86
15°C, 4 m/s	54.16 ± 1.86	16.54 ± 1.10	30.53 ± 3.11	21.74 ± 6.36	18.08 ± 1.64
15°C, 5 m/s	55.55 ± 1.85	18.37 ± 0.00	31.60 ± 0.57	18.13 ± 0.06	21.13 ± 0.64
20°C, 3 m/s	55.76 ± 0.25	12.29 ± 0.42	32.04 ± 0.90	27.76 ± 0.75	8.84 ± 0.99
20°C, 4 m/s	55.55 ± 2.23	14.55 ± 0.29	29.66 ± 3.25	25.80 ± 1.80	13.57 ± 0.60
20°C, 5 m/s	54.65 ± 1.97	15.39 ± 0.02	30.39 ± 3.53	20.92 ± 0.11	19.16 ± 0.29
T × A	NS	NS	NS	NS	NS
Sıcaklık (T, °C, n=6) <i>Temperature (T, °C, n=6)</i>					
10	56.04 ± 0.61	17.31 ^a ± 1.12	31.36 ± 0.29	18.54 ^b ± 1.62	19.77 ^a ± 0.97
15	54.88 ± 0.74	16.03 ^a ± 1.06	30.83 ± 1.33	21.40 ^{ab} ± 2.04	18.32 ^a ± 1.11
20	55.32 ± 0.80	14.08 ^b ± 0.60	30.70 ± 1.34	24.82 ^a ± 1.38	13.85 ^b ± 1.91
Önem seviyesi <i>Significance</i>	NS	**	NS	*	**
Hava akış hızı (A, m/s, n=6) <i>Air flow rate (A, m/s, n=6)</i>					
3	55.45 ± 0.37	13.31 ^c ± 0.57	31.42 ± 1.11	24.73 ^a ± 1.13	13.85 ^c ± 1.65
4	55.43 ± 0.98	16.05 ^b ± 0.60	30.35 ± 1.20	21.93 ^{ab} ± 2.41	17.41 ^b ± 1.39
5	55.35 ± 0.77	18.06 ^a ± 0.92	31.11 ± 0.95	18.11 ^b ± 1.05	20.69 ^a ± 0.54
Önem seviyesi <i>Significance</i>	NS	**	NS	*	**

^{a,b,c} Sütun içindeki farklı harflerle gösterilen ortalama değerler, farklılıkları göstermektedir.

^{a,b,c} Means with different letters within the column indicate differences.

NS Önemli bir farklılık bulunmamaktadır (P >0.05); * P <0.05; ** P <0.01

NS Not Significant (P >0.05); * P <0.05; ** P <0.01

Soğuk kurutma sisteminde tavuk göğüs eti dilimleri aynı nem içeriğine ulaşmaya kadar kurutulduğu için, ağırlık kaybı üzerine faktörlerin önemli bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir. Ancak, hızlı kuruyan örneklerde suyun hızlı bir şekilde uzaklaşmasına bağlı olarak protein yapısında daha fazla bir büzülme gerçekleşmiştir. Bu sonuçlara göre hızlı (10°C ve 5 m/s'de) kuruyan dilimlerin daha kısa ve daha kalın olduğu tespit edilmiştir. Yapılan bir çalışmada, aynı kurutma süresinde doğal yöntemle (12-19°C ve

%55-85 nispi nem) kurutulmuş örneklerle kıyasla, soğuk hava (15°C, 1.5 m/s ve %50-76 nispi nem) ile kurutulmuş et örneklerinin hacminin, daha hızlı su buharlaşması nedeniyle, daha fazla azaldığı bildirilmiştir (Zhang vd., 2017).

Farklı sıcaklık ve hava akış hızlarında soğuk kurutulmuş et dilimlerinin kesilme kuvveti değerine ait bulgular Çizelge 3'de verilmiştir. Kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin kesilme kuvveti üzerine kurutma sırasında uygulanan

sıcaklık ve hava akış hızı $P < 0.01$ düzeyinde etkili bulunurken, sıcaklık x hava akış hızı interaksyonunun önemli ($P > 0.05$) bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Düşük sıcaklık ve yüksek hava akış hızında hızlı bir şekilde kuruyan örneklerin kesilme kuvvetinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Çalışma sonuçlarına benzer şekilde, düşük sıcaklık (10°C) ve yüksek hava akış hızında (4 m/s) kurutulmuş kırmızı et dilimlerinin kesilme kuvveti değeri daha yüksek ($P < 0.05$) tespit edilmiştir (Aykın-Dinçer ve Erbaş, 2019a). Başka bir çalışmada da, 50°C 'de kurutulan et örneklerine göre 15°C 'de kurutulan örneklerin kesilme kuvveti değeri daha yüksek ($P < 0.05$) belirlenmiş olup, bu duruma yüksek sıcaklıkta kollajen ve bağ dokunun çözünmesinin neden olabileceği bildirilmiştir (Jiang vd.,2016).

Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin mikrobiyel yükleri

Farklı sıcaklık ve hava akış hızlarında soğuk kurutulmuş et dilimlerinin mikrobiyel yüklerine ait bulgular Çizelge 4'de verilmiştir. Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin TAMB ve TPB içerikleri üzerine kurutma sırasında uygulanan hava akış hızı faktörü $P < 0.01$ düzeyinde etkili bulunurken, sıcaklık ve sıcaklık x hava akış hızı interaksyonunun önemli ($P > 0.05$) bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Kurutulmuş et dilimlerinin *Micrococcus/Staphylococcus*, LAB ve maya-küf içerikleri üzerine ise; faktörlerin ve interaksyonunun ($P > 0.05$) önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir.

Sıcaklık artışına bağlı olarak kurutulmuş et dilimlerinin mikrobiyel yüklerinde önemli bir değişim belirlenmezken; hava akış hızı artışına bağlı olarak TAMB ve TPB sayılarında önemli bir artış tespit edilmiştir. Hava akış hızı arttıkça artan oksijen miktarı, mikroorganizmaların gelişmesini desteklemiştir. Kurutma sıcaklığının etkisinin araştırıldığı diğer çalışmalarda, sıcaklık artışına bağlı olarak mikrobiyolojik kalitenin düştüğü

tespit edilmiştir (Mukherjee vd., 2006; Kilic, 2009). *Enterobacteriaceae* sayısı ise, soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinde saptanabilir sınırın ($< 1 \text{ log kob/g}$) altında tespit edilmiştir. Kurutma sırasında düşen a_w değerine bağlı olarak, bu mikroorganizma grubunun canlılıklarını kaybetmiş olabileceği değerlendirilmiştir.

Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin duyuusal özellikleri

Farklı sıcaklık ve hava akış hızlarında soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin duyuusal özelliklerine ait bulgular Çizelge 5'de verilmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre; kurutma sıcaklığının örneklerin koku hariç tüm duyuusal özelliklerini, hava akış hızının ise yalnızca görünüş ve renk özelliklerini etkilediği ($P < 0.05$, $P < 0.01$) tespit edilmiştir.

Görünüş, renk, lezzet, yapı ve genel beğeni değerlerinin 10°C 'de kurutulmuş et dilimlerinde önemli düzeyde daha yüksek olduğu ve sıcaklık arttıkça bu değerlerin azalma eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Bunun sebebi, sıcaklık artışına bağlı olarak ette bulunan birtakım enzimlerin aktivitesinin artması ve buna bağlı olarak et renginin kahverengileşmesi, arzu edilmeyen bazı tat ve aroma bileşiklerinin oluşması ve 20°C 'de yavaş kurumadan dolayı yapının yumuşak kalması olarak düşünülmüştür. Mukherjee vd. (2006) tarafından yapılan bir çalışmada da kurutma sıcaklığındaki artış, et ürününün duyuusal olarak daha az beğenilmesine neden olmuştur. Ayrıca, hava akış hızı arttıkça kurutulmuş et dilimlerinin görünüş ve renk değerlerinde önemli ($P < 0.01$) bir artış tespit edilmiştir. Bu durumun, yüksek hava akış hızında (5 m/s) kurutma sırasında örneklerin renginin daha fazla açılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Duyusal değerlendirme sonucunda, düşük sıcaklık (10°C) ve yüksek hava akış hızında (5 m/s) kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin duyuusal kalitelerinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4. Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin mikrobiyolojik kalitesi
 Table 4. Microbiological quality of cold dried chicken breast meat slices

	TAMB (log kob/g) TAMB (log cfu/g)	TPB (log kob/g) TPB (log cfu/g)	Micrococcus/ Staphylococcus (log kob/g) Micrococcus/ Staphylococcus (log cfu/g)	LAB (log kob/g) LAB (log cfu/g)	Maya-küf (log kob/g) Yeast-molds (log cfu/g)
10°C, 3 m/s	3.12 ± 0.34	1.62 ± 0.62	2.00 ± 1.00	1.00 ± 0.00	1.94 ± 0.22
10°C, 4 m/s	2.83 ± 0.16	1.49 ± 0.10	2.91 ± 0.04	1.15 ± 0.00	1.88 ± 0.29
10°C, 5 m/s	3.34 ± 0.83	1.91 ± 0.11	3.21 ± 1.20	1.39 ± 0.09	2.01 ± 0.77
15°C, 3 m/s	2.66 ± 0.26	1.79 ± 0.25	1.89 ± 0.50	1.08 ± 0.08	1.59 ± 0.00
15°C, 4 m/s	2.91 ± 0.27	2.12 ± 0.18	2.63 ± 0.39	1.54 ± 0.39	1.47 ± 0.02
15°C, 5 m/s	4.41 ± 0.40	3.19 ± 0.71	2.82 ± 1.67	0.65 ± 0.65	1.79 ± 0.07
20°C, 3 m/s	1.65 ± 0.00	1.27 ± 0.27	1.37 ± 0.13	1.00 ± 0.00	1.24 ± 0.24
20°C, 4 m/s	1.60 ± 0.21	1.27 ± 0.03	1.30 ± 0.30	1.00 ± 0.00	1.08 ± 0.08
20°C, 5 m/s	4.32 ± 1.16	2.86 ± 0.38	3.94 ± 1.55	1.84 ± 0.06	2.59 ± 0.16
T × A	NS	NS	NS	NS	NS
Sıcaklık (T, °C, n=6) Temperature (T, °C, n=6)					
10	3.09 ± 0.25	1.67 ± 0.18	2.71 ± 0.46	1.18 ± 0.08	1.94 ± 0.22
15	3.32 ± 0.37	2.36 ± 0.33	2.45 ± 0.50	1.09 ± 0.26	1.61 ± 0.06
20	2.52 ± 0.65	1.80 ± 0.36	2.20 ± 0.68	1.28 ± 0.18	1.63 ± 0.31
Önem seviyesi Significance	NS	NS	NS	NS	NS
Hava akış hızı (A, m/s, n=6) Air flow rate (A, m/s, n=6)					
3	2.47 ^b ± 0.29	1.56 ^b ± 0.21	1.75 ± 0.32	1.03 ± 0.03	1.59 ± 0.15
4	2.44 ^b ± 0.29	1.63 ^b ± 0.17	2.28 ± 0.34	1.23 ± 0.14	1.47 ± 0.17
5	4.02 ^a ± 0.44	2.65 ^a ± 0.32	3.32 ± 0.70	1.29 ± 0.28	2.13 ± 0.25
Önem seviyesi Significance	**	**	NS	NS	NS

TAMB: Toplam aerobik mezofilik bakteri; TPB: Toplam psikrofilik bakteri; LAB: Laktik asit bakterileri

TAMB: Total aerobic mesophilic bacteria; TPB: Total psychrophilic bacteria; LAB: Lactic acid bacteria

^{a,b} Sütun içindeki farklı harflerle gösterilen ortalama değerler, farklılıkları göstermektedir.

^{a,b} Means with different letters within the column indicate differences.

NS Önemli bir farklılık bulunmamaktadır (P >0.05); ** P <0.01

NS Not Significant (P >0.05); ** P <0.01

Çizelge 5. Soğuk kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin duyu puanları
 Table 5. Sensorial scores of cold dried chicken breast meat slices

	Görünüş <i>Appearance</i>	Renk <i>Color</i>	Koku <i>Odor</i>	Lezzet <i>Flavor</i>	Tekstür/Yapı <i>Structure</i>	Genel beğeni <i>Overall acceptability</i>
10°C, 3 m/s	7.17 ± 0.00	6.75 ± 0.08	6.83 ± 0.00	7.09 ± 0.09	7.25 ± 0.08	7.09 ± 0.09
10°C, 4 m/s	7.42 ± 0.09	6.67 ± 0.17	6.92 ± 0.09	7.25 ± 0.08	7.33 ± 0.00	7.17 ± 0.00
10°C, 5 m/s	7.42 ± 0.09	7.67 ± 0.00	7.50 ± 0.17	7.25 ± 0.08	7.42 ± 0.09	7.42 ± 0.09
15°C, 3 m/s	6.33 ± 0.00	6.00 ± 0.00	6.25 ± 0.42	6.59 ± 0.42	6.33 ± 0.00	7.00 ± 0.00
15°C, 4 m/s	6.59 ± 0.09	6.42 ± 0.09	7.08 ± 0.75	6.59 ± 0.09	6.59 ± 0.09	6.67 ± 0.34
15°C, 5 m/s	7.00 ± 0.00	6.67 ± 0.17	6.58 ± 0.25	6.58 ± 0.25	6.67 ± 0.17	5.92 ± 0.75
20°C, 3 m/s	6.00 ± 0.33	5.67 ± 0.50	6.67 ± 0.67	6.50 ± 0.17	6.17 ± 0.50	6.50 ± 0.17
20°C, 4 m/s	6.17 ± 0.00	5.67 ± 0.17	6.50 ± 0.67	6.84 ± 0.34	6.84 ± 0.34	6.58 ± 0.25
20°C, 5 m/s	6.50 ± 0.17	6.50 ± 0.00	6.59 ± 0.92	6.17 ± 0.17	6.42 ± 0.25	6.67 ± 0.34
T × A	NS	NS	NS	NS	NS	NS
Sıcaklık (T, °C, n=6) <i>Temperature (T, °C, n=6)</i>						
10	7.33 ^a ± 0.06	7.03 ^a ± 0.21	7.08 ± 0.14	7.20 ^a ± 0.05	7.33 ^a ± 0.04	7.22 ^a ± 0.07
15	6.64 ^b ± 0.13	6.36 ^b ± 0.13	6.64 ± 0.28	6.58 ^b ± 0.13	6.53 ^b ± 0.08	6.53 ^b ± 0.29
20	6.22 ^c ± 0.13	5.95 ^c ± 0.22	6.58 ± 0.34	6.50 ^b ± 0.16	6.48 ^b ± 0.21	6.58 ^b ± 0.12
Önem seviyesi <i>Significance</i>	**	**	NS	**	**	*
Hava akış hızı (A, m/s, n=6) <i>Air flow rate (A, m/s, n=6)</i>						
3	6.50 ^b ± 0.24	6.14 ^b ± 0.24	6.58 ± 0.23	6.72 ± 0.17	6.58 ± 0.25	6.86 ± 0.13
4	6.72 ^b ± 0.23	6.25 ^b ± 0.20	6.83 ± 0.28	6.89 ± 0.15	6.92 ± 0.17	6.81 ± 0.16
5	6.97 ^a ± 0.17	6.95 ^a ± 0.24	6.89 ± 0.32	6.67 ± 0.22	6.83 ± 0.21	6.67 ± 0.35
Önem seviyesi <i>Significance</i>	**	**	NS	NS	NS	NS

^{a,b,c} Sütun içindeki farklı harflerle gösterilen ortalama değerler, farklılıkları göstermektedir.

^{a,b,c} Means with different letters within the column indicate differences.

NS Önemli bir farklılık bulunmamaktadır (P >0.05); * P <0.05; ** P <0.01

NS Not Significant (P >0.05); * P <0.05; ** P <0.01

SONUÇ

Bu çalışmada, farklı düşük sıcaklık (10, 15 ve 20°C) ve hava akış hızlarında (3, 4 ve 5 m/s) kurutulmuş tavuk göğüs eti dilimlerinin ortalama nem içeriğinin %37, a_w değerinin 0.89 ve pH değerinin 6.15 olduğu tespit edilmiştir. Dilimlerin TBARS değeri, sıcaklık ve hava akış hızı artışına bağlı olarak artmıştır. Hızlı (10°C ve 5 m/s'de) kuruyan dilimlerin daha kısa, kalın ve sert bir yapıya sahip olduğu tespit edilmiştir. Düşük hava akış hızında (3 m/s) kurutulmuş örneklerde mikrobiyel kalitenin daha iyi olduğu belirlenirken; duyu kalitenin 10°C ve 5 m/s hava akış hızında

kurutulmuş örneklerden yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Bu sonuçlar, hem bilim insanlarını gıda üretiminde kullanılacak yeni teknolojilerin geliştirilmesi alanında çalışmaya teşvik etmekte hem de tüketicileri gıda güvenliği sağlanmış ve minimal işlem görmüş et ürünlerini tercih etmeleri konusunda bilinçlendirmektedir.

KAYNAKLAR

Andrés, A.I., Adamsen, C.E., Möller, J.K.S., Ruiz, J., Skibsted, L.H. (2006). High-pressure treatment of dry-cured Iberian ham. Effect on colour and

- oxidative stability during chill storage packed in modified atmosphere. *Eur Food Res Technol*, 222: 486-491, doi: 10.1007/s00217-005-0176-x.
- Anonim. (2019). Türk Gıda Kodeksi Et, Hazırlanmış Et Karışımları ve Et Ürünleri Tebliği (2018/52). Tarım ve Orman Bakanlığı, 29 Ocak 2019 tarih ve 30670 sayılı Resmi Gazete, Ankara.
- AOAC. (2000). Association of Official Analytical Chemists, Official Methods of Analysis, 17th edition. AOAC, Washington DC.
- Aykin Dinçer, E., Erbaş, M. (2018). Etin tuzlanması işleminde vakumlu emdirim tekniğinin kullanılması. *Gıda*, 43(1): 139-150, doi: 10.15237/gıda.GD17086.
- Aykin-Dinçer, E., Erbaş, M. (2019a). Quality characteristics of cold-dried beef slices. *Meat Sci*, 155: 36-42, doi: 10.1016/j.meatsci.2019.05.001.
- Aykin-Dinçer, E., Erbaş, M. (2019b). Cold dryer as novel process for producing a minimally processed and dried meat. *Innov Food Sci Emerg*, In Press, doi: 10.1016/j.ifset.2019.01.006.
- Aykin Dinçer, E., Erbaş, M. (2019c). Kurutulmuş et ürünlerinin kalite özellikleri. *Gıda*, 44(3): 472-482, doi: 10.15237/gıda.GD18124.
- Aykin-Dinçer, E., Kılıç-Büyükkurt, Ö., Erbaş, M. (2019). Influence of drying techniques and temperatures on drying kinetics and quality characteristics of beef slices. *Heat Mass Transfer*, In Press, doi: 10.1007/s00231-019-02712-z.
- Aykin, E., Erbaş, M. (2016). Quality properties and adsorption behavior of freeze-dried beef meat from the *Biceps femoris* and *Semimembranosus* muscles. *Meat Sci*, 121: 272-277, doi: 10.1016/j.meatsci.2016.06.030.
- Bianchi, M., Petracci, M., Sirri, F., Folegatti, E., Franchini, A., Meluzzi, A. (2007). The influence of the season and market class of broiler chickens on breast meat quality traits. *Poultry Sci*, 86(5): 959-963, doi: 10.1093/ps/86.5.959.
- Calicioglu, M., Sofos, J.N., Samelis, J., Kendall, P.A., Smith, G.C. (2002). Destruction of acid- and non-adapted *Listeria monocytogenes* during drying and storage of beef jerky. *Food Microbiol*, 19: 545-559, doi: 10.1006/fmic.2002.0510.
- Calicioglu, M., Sofos, J.N., Samelis, J., Kendall, P.A., Smith, G.C. (2003). Effect of acid adaptation on inactivation of Salmonella during drying and storage of beef jerky treated with marinades. *Int J Food Microbiol*, 89: 51-65, doi: 10.1016/S0168-1605(03)00107-7.
- Cömert, M., Şayan, Y., Kırkpınar, F., Bayraktar, Ö. H., Mert, S. (2016). Comparison of carcass characteristics, meat quality, and blood parameters of slow and fast grown female broiler chickens raised in organic or conventional production system. *Asian-Australas J Anim Sci*, 29(7): 987-997, doi: 10.5713/ajas.15.0812.
- Doğan, H. (2001). Düşük Nem Oranlı Hava ile Kurutma, *Teknoloji*, 3-4: 23-29.
- Gao, R., Yuan, L., Yu, M., Liu, W. (2016). Effects of heat pump drying parameters on the volatile flavor compounds in silver carp. *J Aquat Food Prod T*, 25(5): 735-744, doi: 10.1080/10498850.2014.923082.
- Heldman, D.R., Lund, D.B. (2006). Food Dehydration. In: *Handbook of Food Engineering*, Okos, M.R. (chief ed.), CRC press, New York, the USA, pp. 601-744.
- Huang, T.C., Nip, W.K. (2001). Intermediate-moisture meat and dehydrated meat. In: *Meat Science and Applications*, Hui, Y.H. (chief ed.), Marcel Dekker Inc., New York, the USA, pp. 403-442.
- Jiang, N., Xu, B., Zhao, L., Huang, M., Zhou, G. (2016). Effects of high-temperature-short time (HTST) drying process on proteolysis, lipid oxidation and sensory attributes of Chinese dry-cured chicken. *CyTA-J Food*, 14(3): 440-448, doi: 10.1080/19476337.2015.1124291.
- Kilic, A. (2009). Low temperature and high velocity (LTHV) application in drying: Characteristics and effects on the fish quality. *J Food Eng*, 91: 173-182, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2008.08.023.
- Konieczny, P., Stangierski, J., Kijowski, J. (2007). Physical and chemical characteristics and acceptability of home style beef jerky. *Meat Sci*, 76: 253-257, doi: 10.1016/j.meatsci.2006.11.006.
- Kumar, D., Tarafdar, A., Kumar, Y., Badgujar, P.C. (2019). Intelligent modeling and detailed

- analysis of drying, hydration, thermal, and spectral characteristics for convective drying of chicken breast slices. *J Food Process Eng*, e13087, doi: 10.1111/jfpe.13087.
- Lemon, D.W. (1975). An Improved TBA Test for Rancidity New Series Circular. No:51. Halifax Laboratory, Halifax, Nova Scotia.
- Maqsood, S., Al Haddad, N. A., Mudgil, P. (2016). Vacuum packaging as an effective strategy to retard off-odour development, microbial spoilage, protein degradation and retain sensory quality of camel meat. *LWT - Food Sci Technol*, 72: 55-62, doi: 10.1016/j.lwt.2016.04.022.
- Morbiato, G., Zambon, A., Toffoletto, M., Poloniato, G., Dall'Acqua, S., de Bernard, M., Spilimbergo, S. (2019). Supercritical carbon dioxide combined with high power ultrasound as innovate drying process for chicken breast. *J Supercrit Fluid*, 147: 24-32, doi: 10.1016/j.supflu.2019.02.004.
- Mukherjee, R.S., Chowdhury, B.R., Chakraborty, R., Chaudhuri, U.R. (2006). Effect of fermentation and drying temperature on the characteristics of goat meat (Black Bengal variety) dry sausage. *Afr J Biotechnol*, 5(16): 1499-1504.
- Nathakaranakule, A., Kraiwanchkul, W., Soponronnarit, S. (2007). Comparative study of different combined superheated-steam drying techniques for chicken meat. *J Food Eng*, 80(4): 1023-1030, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2006.04.067.
- Petit, T., Caro, Y., Petit, A. S., Santchurn, S. J., Collignan, A. (2014). Physicochemical and microbiological characteristics of biltong, a traditional salted dried meat of South Africa. *Meat Sci*, 96(3): 1313-1317, doi: 10.1016/j.meatsci.2013.11.003.
- Ran, X. L., Zhang, M., Wang, Y., Liu, Y. (2019). Vacuum radio frequency drying: a novel method to improve the main qualities of chicken powders. *J Food Sci Technol*, 56(10): 4482-4491, doi: 10.1007/s13197-019-03933-0.
- Rao, M.A., Rizvi, S.S., Datta, A.K. (2014). Kinetic data for biochemical and microbiological processes during thermal processing. In: *Engineering Properties of Foods*, CRC Taylor & Francis, London, the UK, pp. 633-666.
- Teng, X., Zhang, M., Bhandari, B., Xu, J., Liu, Y. (2019). A comparative study on hygroscopic and physicochemical properties of chicken powders obtained by different drying methods. *Dry Technol*, 1-14, doi: 10.1080/07373937.2019.1679831.
- Traffano-Schiffo, M.V., Castro-Giraldez, M., Fito, P.J., Balaguer, N. (2014). Thermodynamic model of meat drying by infrared thermography. *J Food Eng*, 128: 103-110, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2013.12.024.
- Trembecká, L., Haščík, P., Čuboň, J., Bobko, M., Cviková, P., Hleba, L. (2017). Chemical and sensory characteristics of chicken breast meat after dietary supplementation with probiotic given in combination with bee pollen and propolis. *J Microbiol Biotechnol Food Sci*, 7(3): 275-280, doi: 10.15414/jmbfs.2017/18.7.3.275-280.
- Trivedi, S., Reynolds, A.E., Chen, J. (2007). Use of a commercial household steam cleaning system to decontaminate beef and hog carcasses processed by four small or very small meat processing plants in Georgia. *J Food Prot*, 70 (3): 635-640, doi: 10.4315/0362-028X-70.3.635.
- Vega, A., Fito, P., Andrés, A., Lemus, R. (2007). Mathematical modeling of hot-air drying kinetics of red bell pepper (var. Lamuyo). *J Food Eng*, 79: 1460-1466, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2006.04.028.
- Vieira, C., Diaz, M.T., Martinez, B., Garcia-Cachan, M.D. (2009). Effect of frozen storage conditions (temperature and length of storage) on microbiological and sensory quality of rustic crossbred beef at different states of ageing. *Meat Sci*, 83: 398-404, doi: 10.1016/j.meatsci.2009.06.013.
- Zhang, Z., Liu, Q., Wang, P., Liu, F., Gao, X. (2017). The rheological properties and structural changes of abalone meat with different drying methods. *J Aquat Food Prod T*, 26(2): 205-214, doi: 10.1080/10498850.2014.979383.

BİLECİK BALLARININ MELİSSOPALİNOLOJİK VE KİMYASAL ÖZELLİKLERİ AÇISINDAN DEĞERLENDİRİLMESİ

Şaban Keskin*¹, Nazlı Mayda², Merve Keskin¹, Aslı Özkök³

¹Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksek Okulu, Gülümbe, Bilecik, Türkiye

²Hacettepe Üniversitesi, Biyoloji Bölümü, Uygulamalı Biyoloji Anabilim Dalı, Beytepe, Ankara, Türkiye

³Hacettepe Üniversitesi Arı ve Arı ürünleri Uygulama ve Araştırma Merkezi, Beytepe, Ankara, Türkiye

Geliş / *Received*: 19.07.2019; Kabul / *Accepted*: 13.01.2020; Online baskı / *Published online*: 29.02.2020

Keskin, Ş., Mayda, N., Keskin, M., Özkök, A. (2020). Bilecik ballarının melissopalınolojik ve kimyasal özellikleri açısından değerlendirilmesi. *GIDA* (2020) 45(2) 275-289 doi: 10.15237/gida.GD19107

Keskin, Ş., Mayda, N., Keskin, M., Özkök, A. (2020). Investigation of Bilecik honeys in terms of melissopalynology and chemical analyses. GIDA (2020) 45(2) 275-289 doi: 10.15237/gida.GD19107

ÖZ

Balın içeriği toplandığı bölgenin florası, iklimsel özellikleri, toplanma zamanı ve şekli gibi birçok etkene göre farklılık gösterebilmektedir. Balın kalitesinin belirlenmesinde başta bitkisel orijini olmak üzere kimyasal ve antioksidan özelliklerinin de ortaya konulması gerekmektedir. Yapılan bu çalışmada Bilecik ilinden toplanan 16 adet bal örneği melissopalınolojik açıdan incelenmiş, balların nem, toplam fenolik madde miktarı, glukoz, fruktoz oranları ve aroma bileşenleri belirlenmiştir. Elde edilen bulgular sonucu ballarda 20 familyaya ait 35 farklı bitki taksonuna rastlanmıştır. Toplam polen sayıları açısından değerlendirildiğinde 6 adet balın normal, 10 adet balın ise düşük kalitede oldukları görülmüştür. Balların nem içerikleri %15.8 ile %19.5 arasında değişmektedir. Balların fruktoz/glikoz (F/G) oranlarının ise 0.96 ile 1.19 aralığında olduğu belirlenmiştir. Ballarda toplam fenolik madde miktarı en düşük 33 mg GAE/ 100 g iken en yüksek 81 mg GAE/ 100 g olarak ölçülmüştür. GC-MS analizleri sonucu balların aldehitler, alifatik asit ve esterleri, alkoller, ketonlar, terpenler ve yağ asitleri gibi bileşik gruplarını içerdikleri gözlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Bal, melissopalınolojik analiz, toplam fenolik madde, GC-MS, HPLC

INVESTIGATION OF BİLECİK HONEYS IN TERMS OF MELİSSOPALYNOLOGY AND CHEMICAL ANALYSES

ABSTRACT

The composition of honey varies depending on many factors such as flora, climatic characteristics, collection time and stile. In determining the quality of honey, its chemical origin and antioxidant properties should be investigated. In this study, melissopalynological, moisture, total phenolic content, glucose and fructose ratio were measured in 16 honey samples collected from Bilecik province. Accordingly, 35 different plant taxa belonging to 20 families were found. When total pollen counts were evaluated, six honeys were found to be normal quality whereas ten honeys were considered to be low quality. The moisture content of honeys varied between 15.8% and 19.5%. Fructose/glycose ratio of honeys was found to be between 0.96 and 1.19. Total phenolic content of honey sample was determined as the lowest value of 33 mg GAE/ 100 g and the highest value of 81 mg GAE/ 100 g. GC-MS analysis showed that honey samples were rich in volatile components.

Keywords: Honey, melissopalynological analysis, total phenolic content, GC-MS, HPLC

*Yazışmalardan sorumlu yazar/ *Corresponding author*

✉ sabankeskin61@hotmail.com,

☎ (+90) 228 214 1641

☎ (+90) 228 214 1379

Şaban Keskin; ORCID no: 0000-0002-0287-4268

Nazlı Mayda; ORCID no: 0000-0002-7289-5830

Merve Keskin; ORCID no: 0000-0001-9365-334X

Aslı Özkök; ORCID no: 0000-0002-7336-2892

GİRİŞ

Bal, bal arıları tarafından toplanan balözünün değişime uğratılarak petek gözlerinde depolandığı, tatlı ve insanlar tarafından doğal olarak tüketilen bir gıdadır (Mutlu vd., 2017). Bal arıları balözü olarak bitki çiçeklerinin salgıladığı nektarı toplayabildiği gibi, bazı bitkilerin üzerinde yaşayan böceklerin çıkardığı (salgı) ya da bazı özel hava koşullarında terleme yoluyla (basra) oluşan tatlı salgıları da toplayabilirler (Tutkun, 2006; Kolaylı vd., 2018). Dolayısıyla, ballar balözü kaynağına göre çiçek veya salgı balı olarak sınıflandırılır. Türkiye zengin bitki örtüsü nedeni ile bol miktarda çiçek balı üretme potansiyeline sahiptir. Karışık çiçek ballarının yanı sıra ülkemizde iki tür salgı balı üretilmektedir. Bunlar çam ağaçlarında beslenen bitki emici böceklerin (*Marchalina hellenica*) salgılarından üretilen çam balı ve meşe ağaçlarının terleme yoluyla yapraklarının salgıladığı tatlı salgılardan üretilen meşe balıdır (Kolaylı vd., 2018).

Balın bileşimi öncelikle balözünün toplandığı bitkisel kaynağa bağlı olarak farklılık gösterir. Bununla birlikte mevsimsel şartlarda balın bileşimi üzerinde önemli etkiye sahiptir (Hasan, 2013). Temelde bal, glikoz ve fruktozun yoğunlaştırılmış bir karışımıdır. Bu iki monosakkaritin yanında balın bileşiminde disakkaritler ve oligosakkaritlerden oluşan birçok karbonhidrat türü de bulunur. Bu ana bileşenlere ek olarak balın yapısında çok farklı bileşenler de eser düzeyde bulunmaktadır. Bunlar çeşitli mineraller, organik asitler, fenolik asitler, flavonoidler, vitaminler, enzimler ve diğer proteinler olarak sıralanabilir (Bertoncelj vd., 2007; Karadal ve Yıldırım, 2012).

Balın antioksidan özelliği içeriğindeki bu eser bileşenlerin türü ve miktarı ile orantılıdır. Bu bileşenlerin çeşidi ve miktarı balözünün kaynağına (flora) ve balın coğrafi orijinine bağlı olarak değişmektedir. Yapılan çalışmalar ile koyu renkli balların daha zengin polifenolik içeriğe ve dolayısı ile daha yüksek antioksidan kapasiteye sahip oldukları ortaya koyulmuştur (Tutkun, 2006; Bertoncelj vd., 2007, Kolaylı vd., 2018). Balın beslenme ve sağlık üzerine olan yeri insanlık tarihi boyunca bilinmekle birlikte son yıllarda balın

antioksidan özelliği ile sağlık üzerine olan etkileri arasında bir ilişki olduğu ifade edilmektedir. Antioksidan aktivitesi yüksek balların yaşlanmayı önleme, dejeneratif kalp ve sinir sistemi hastalıkları ve bazı yaraların iyileştirilmesinde etkili olabildiği ortaya koyulmuştur (Tutkun, 2006).

Melissopalinojik analiz ise bal örneklerinin floral kaynaklarını belirlemede kullanılan önemli bir yöntemdir. Bu yöntemde bal örneklerinde bulunan polenler ışık mikroskobu altında incelenerek balın içerdiği polen türleri ve miktarları ortaya koyulmaktadır (Çelemlı vd., 2018).

Bilecik ili, Marmara Bölgesi'nin güneydoğusunda Marmara, Karadeniz, İç Anadolu ve Ege bölgelerinin kesişim noktaları arasında bulunmaktadır. Değişen yükselti farklılıkları ve bunların yarattığı ekosistemler ile üç bitki coğrafyasının kesişim noktasında bulunma durumu Bilecik coğrafyasını çekici hale getirmektedir. İl topraklarının %32'sini dağlar oluşturmaktadır. Dağlarında kızılçam, köknar, karaçam, sarıçam, kayın, ceviz, fındık, meşe, ladin, titrek kavak, funda, ıhlamur, defne, böğürtlen, incir, dişbudak ve alıç ile kaplı ormanlık alanlar bulunur. Bununla birlikte, üçgüller, kekikler, yoncağiller gibi farklı familyalardan geniş bir çiçekli bitki örtüsüne de sahiptir (BEBKA, 2018).

Bu çalışmanın amacı Bilecik ilinde üretilen balların melissopalinojik açıdan incelenmesi, nem, toplam fenolik madde, fruktoz, glukoz içerikleri ile uçucu bileşenlerin ve yağ asitlerinin belirlenmesidir. Böylece bölgede üretilen balların floral zenginlik ve içerik yönünden kaliteleri aydınlatılmış olacaktır.

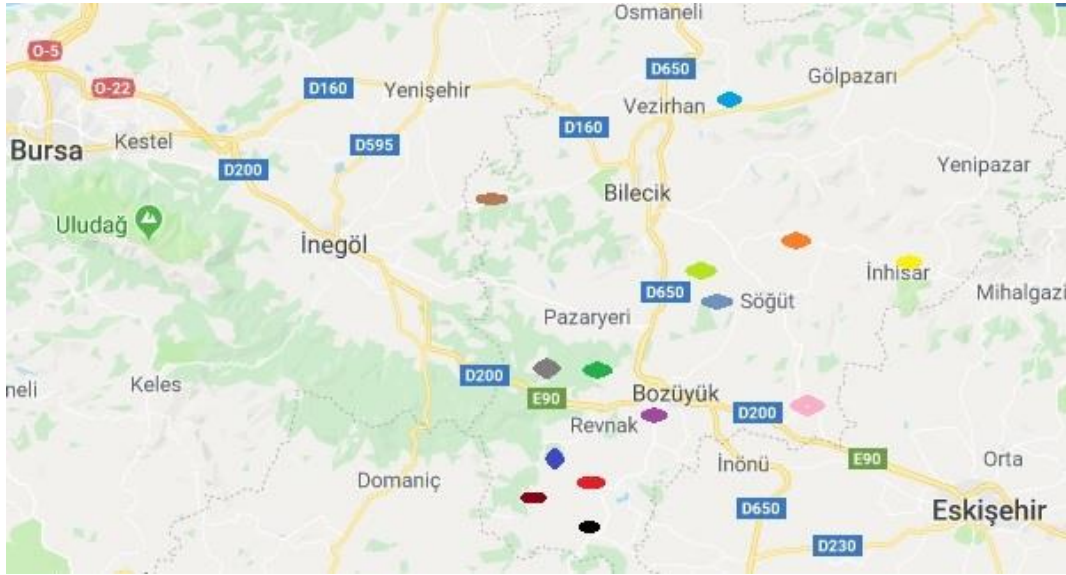
MATERYAL VE YÖNTEM

Çalışmada kullanılan Fuksin, gliserol, metanol, asetonitril, folin reaktifi, sodyum karbonat, gallik asit, glikoz ve fruktoz Sigma Aldrich Chemie GmbH (Munich, Germany) firmasından temin edilmiştir. Bütün çözeltiler saf su ile hazırlanmıştır.

Bal örneklerinin toplanması

16 adet bal örneği 2018 yılı bal hasadından sonra Bilecik ilinde 14 farklı lokasyonda (Camiliyayla, Cihangazi, Deli Elmacık, Dodurga, Erikli, Söğüt/Hamitabat, İnhisar, Kurtköy, Koyunköy, Poyra, Saraycık, Vezirhan) faaliyet gösteren

arıcılardan doğrudan temin edilmiştir. Bal örneklerinin toplandığı bölgeleri gösteren bir harita da Şekil 1’de verilmiştir. Laboratuvara ulaştırılan ballar analiz edilinceye kadar ısı, ışık ve nem açısından uygun koşullarda depolanmıştır.



Şekil 1. Bal örneklerinin toplandığı bölgeleri gösterir harita

Figure 1. Map of the region where honey samples are collected

- (● Camiliyayla ● Dodurga ● Cihangazi ● Hamitabat ● İnhisar ● Karasu ● Deli Elmacık
● Vezirhan ● Poyra ● Kurtköy ● Erikli ● Saraycık ● Koyunköy)

Melissopalinojik analizler***Balların bitkisel kökenlerinin belirlenmesi***

Bal örneklerinin bitkisel kökenlerinin belirlenmesi için Moar (1985), Wodehouse (1935) ve Sorkun (2008) yöntemleri ile polen preparatları hazırlanmıştır. Bunun için bal örneği cam baget yardımıyla karıştırılmış, 10 gr alınarak deney tüpüne aktarılmıştır. Üzerine 20 ml distile su eklendikten sonra 45°C’lik su banyosunda, yaklaşık 10-15 dakika bekletilerek balın su içerisinde çözünmesi sağlanmıştır. Çözelti 3500 rpm’de 45 dakika santrifüj edilmiş, süpernatant kısmı döküldükten sonra bir kurutma kağıdı üzerine ters olarak kapatılan tüplerin kuruması sağlanmıştır. Daha sonra bir diseksiyon iğnesi yardımıyla alınmış (yaklaşık 1-2 mm³) bazık fuksinli gliserol jelatin ile tüplerin dibindeki pelet bir lam üzerine aktarılmış ve ısıtma tablasında 30-40°C’de eridikten sonra 18x18 mm’lik lamel ile preparat haline getirilmiştir. Hazırlanan

preparatlar yaklaşık 12 saat boyunca ters olarak kurutulmaya bırakılmıştır. Hazırlanan polen preparatları Nikon Eclipse E 400 marka ışık mikroskobu ile incelenmiştir. Alanda minimum 200 polen sayılmış, botanik orijinlerin belirlenmesi için referans preparatlar ve literatürdeki kataloglardan yararlanılmıştır (Sorkun, 2008; Özkök vd., 2018; D’albore, 1997). Tanımlanan polenlerin yüzdeleri alınarak dominant ($\geq\%45$), sekonder ($\%16-44$), minör ($\%3-15$) ve eser ($<\%3$) olarak sınıflandırılmıştır (Sorkun, 2008).

Toplam polen sayısının (TPS-10) belirlenmesi

Toplanan bal örneklerinde toplam polen sayısı (TPS-10), Moar (1985) ve Sorkun (2008)’a göre hazırlanmıştır. Bunun için bal örnekleri cam baget yardımıyla karıştırıldıktan sonra 10 g alınarak bir deney tüpüne aktarılmış, 20 ml distile su ve şahit

olarak da içerisinde 9666 tane *Lycopodium* sp. sporu olan tablet eklenmiş ve 45°C'lik su banyosunda yaklaşık 10-15 dakika bekletilerek tablet ve balın su içerisinde çözünmesi sağlanmıştır. Tablet eriyip homojen bir çözelti elde edildikten sonra içerisine 10 damla bazik fuksin ilave edilmiş ve 3500 rpm'de 45 dakika santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrasında süpernatant kısmı dökülen tüpler bir kurutma kağıdı üzerine ters olarak kapatılmıştır. Dip kısmında kalan peletin üzerine 0.1 ml %50'lik gliserol/su (v/v) ilave edilerek homojen bir şekilde karışması sağlanmıştır. Bu karışımdan 0.01 ml alınarak, 0.09 ml %50'lik gliserol/su (v/v) bulunan başka bir tüpe aktarılmış ve iyice karışması sağlanmıştır. Bu karışımdan da 0.01 ml alınarak lam üzerine konulmuş, üzerine 18x18 mm'lik lamel kapatılmıştır. Hazırlanan preparatlar sol üst köşeden incelenmeye başlanıp tüm preparat taranarak içerisindeki polenler ve *Lycopodium* sp. sporları sayılmıştır. Elde edilen değerler hesaplanarak toplam polen sayısı aşağıda verilen formül kullanılarak hesaplanmıştır.

TPS-10 = (Sayılan polen/sayılan *Lycopodium* sp. sporları)×9666*

*Kullanılan *Lycopodium* sp. tabletinde bulunan spor sayısı

Kimyasal analizler

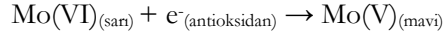
Nem analizi

Balların nem miktarı, Bogdanov (1997) ve Devillers vd. (2004)'ne göre refraktometre cihazı ile belirlenmiştir. Buna göre cam bağıet yardımıyla alınan 1 g bal örneği refraktometrenin cam bölmesine aktarılmış ve mercekli kısımdan bakılarak % nem miktarı belirlenmiştir.

Toplam fenolik madde miktarı

Folin metodu fenolik maddelerin Folin Ciocalteu reaktifi ile renkli kompleks oluşturması esasına dayanır ve doğal ürünlerde toplam fenolik madde ölçümü için en çok kullanılan yöntemdir (Singleton ve Rossi, 1965; Singleton vd., 1999). Folin-Ciocalteu reaktifi molibdofosfotungstik heteropoliasiti (3H₂O.P₂O₅.13WO₃.5MoO₃.10 H₂O) olup bileşiğin aktif merkezinde Mo(VI) bulunur. Fenolik maddelerin folin reaktifi ile oluşturduğu mavi renkli kompleks 765 nm'de maksimum absorbansa sahiptir. Bu rengin

spektrofotometrik ölçümü ile toplam fenolik madde miktarı tespit edilir.



Toplam fenolik madde analizinde her bir bal örneğinden 5 g tartılarak 25 mL metanol ile 24 saat ekstraksiyonu takiben Whatman No:1 filtre kağıdından süzülen ekstraktlar kullanılmıştır. Analiz için 20 µL numune (standart veya bal örneği) 680 µL saf su içeren deney tüpüne ilave edilmiştir. Daha sonra bu karışıma 400 µL 0.5 N folin reaktifi eklenmiş ve vorteks ile karıştırılmıştır. Ardından karışımın üzerine 400 µL %10'luk sodyum karbonat çözeltisi ilave edilerek vorteks ile karıştırılmıştır. 30 dk karanlıkta bekletilen örneklerin absorbanları 765 nm'de okunmuştur. Standart fenolik bileşik olarak gallik asit (GA) kullanılarak kalibrasyon grafiği hazırlanmıştır (Slinkard vd., 1977; Singleton ve Rossi, 1965). Gallik asitin farklı konsantrasyonlarda (1.0; 0.5; 0.25; 0.125; 0.0625 ve 0.03125 mg mL⁻¹) metanol çözeltilerine karşılık ölçülen absorban değerleri ile gallik asit standart grafiği çizilmiştir. Çizilen grafiğe göre ekstraktların toplam fenolik madde miktarı hesaplanmış ve sonuçlar mg GAE mL⁻¹ cinsinden ifade edilmiştir

Yüksek performanslı sıvı kromatografi (HPLC) ile şeker analizi

Yüksek oranlardaki şeker içeriğinden dolayı balın şeker profili, farklı türlerdeki balların ayırımında uygun kalite kriterlerinden biridir. Buna bağlı olarak, bu çalışmada baldaki şeker içeriğinin (fruktoz ve glukoz) ve oranlarının tespiti Uluslararası Bal Komisyonu'nun (Bogdanov, 2002) belirlediği yöntem dahilinde Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC, Agilent Technologies 1200 Series, Germany) ve karbonhidrat kolonu (Agilent Technologies, Carbonhydrate (5 µm, 4.6 x 250 mm), USA) kullanılarak yapılmıştır. Buna göre; 5 gram bal örneğinin cam bir beher içerisinde tartılarak 40 ml distile suda çözünmesi sağlanmıştır. Çözelti içerisine 25 ml metanol eklenmiş, iyice karıştırıldıktan sonra distile su ile 100 ml'ye tamamlanmıştır. Tüm örnekler 0.45 µm'lik filtrelerden geçirilerek akış hızı 1.3 ml/dak, kolon sıcaklığı 30 °C, enjeksiyon hacmi 50 µL ve asetronitril/su oranı 80ml:20ml olan hareketli

fazdaki HPLC cihazına enjekte edilmiştir. Standart olarak fruktoz ve glikoz kullanılmıştır. Şekerlerin nicel tayini için standart çözeltilerden elde edilen kromatogramdaki ilgili şeker türüne karşılık gelen piklerin alanları standart konsantrasyonuna göre ayrı ayrı grafiğe geçirilmiştir. Numune kromatogramlarındaki pik alanları ilgili şekerler için ayrı ayrı hesaplanmıştır. Elde edilen değerler standart grafikleri ile karşılaştırılarak örneklerin şeker içerikleri hesaplanmıştır.

Gaz kromatografi-kütle spektrometresi (GC-MS) ile uçucu bileşen ve yağ asitlerinin belirlenmesi

GC-MS ile uçucu bileşen ve yağ asidi analizi, Barcarolo vd., (1998); Radovic vd., (2001); Soria vd., (2003); Cuevas-Glory vd., (2007) metodlarında değişiklikler yapılarak uyarlanmıştır. Buna göre; cam bir tüpe alınan 5 gr bal örneği üzerine 25 ml metanol ilave edilmiş, vorteks yardımıyla homojen olana kadar karıştırılmıştır. Bu karışım 3500 rpm'de 45 dakika santrifüj edildikten sonra süpernatant kısmı 45 µm'lik por çapına sahip filtreden geçirilerek 1µl'lik miktar GC-MS cihazına enjekte edilmiştir. Agilent marka 5973N Seçimli Kütle Dedektörlü, 6890N Network GC Sistemi (GC-MS) kullanılarak analiz yapılmıştır. DB 5MS kolon (30 m × 25 mm ve 0.25 µm film kalınlığı) kullanılmıştır. Gaz kromatografisi kısmında sıcaklık, 1 dakika 50 °C'de tutulduktan sonra 10 °C/dak artış hızı ile 150 °C'ye yükseltilmiş ve bu periyottan sonra bu sıcaklıkta 2 dakika tutulmuştur. Son olarak sıcaklık dakikada 20 °C/dak artış hızı ile 280 °C'ye yükseltilmiş, enjeksiyon sıcaklığı 280 °C ve analiz süresi 49.5 dakika olarak belirlenmiştir. Sonuçlar standart Wiley ve Nist Kütüphaneleri ile belirlenerek % olarak değerlendirilmiştir (Mayda vd., 2018).

SONUÇ VE TARTIŞMA

Melissopalinojistik analiz sonuçları

Melissopalinojistik analiz sonuçları Çizelge 1 ve Şekil 2'de belirtilmiştir. Bal içerisinde bulunan toplam polen sayısı balın kalitesini belirlemek açısından önem taşımaktadır. Ballar Feller-Demalsy vd. (1989) tarafından toplam polen sayılarına göre sınıflandırılmıştır. Buna göre toplam polen sayısı 20.000'den az olan ballar

düşük kaliteli; 20.000 ile 100.000 arası normal kalitede; 100.000 ile 500.000 arası çeşitlilik açısından zengin ballar; 500.000 ile 1.000.000 arası çok zengin ballar; 1.000.000'dan fazla olanlar ise katkılı ballar olarak sınıflandırılmıştır. Yapılan melissopalinojistik analizler sonucunda Bilecik ilinden elde edilen ballarda 20 familyaya ait 35 farklı bitki taksonu tespit edilmiştir. Genellikle karışık çiçek balı özelliğine sahip olan ballardan B2, B6, B15, B16 numaralı örnekler dominant olarak Fabaceae (Baklagiller) familyasına ait bitki polenlerini içermektedir. B9, B11 ve B13 numaralı ballarda ise çam ballarında yoğun olarak bulunan balçığı elementlerine az miktarlarda rastlanmıştır. Bu durum kovanların gezgin arıcılıkla çam balı üretimi yapılan bir bölgeye taşınmış olabileceğini düşündürmüş olup gezginci arıcılığın bölge ballarında coğrafi işareti ne kadar etkilediğini göstermektedir. Bu nedenle sabit arıcılık bölge ballarının coğrafi işaret değerlerinin korunması açısından oldukça önemlidir. Bilecik ilinden elde edilen balların botanik orijinleri genel olarak değerlendirildiğinde sekonder olarak Fabaceae (%40.80), minör olarak Asteraceae, Boraginaceae, Brassicaceae, Cistaceae, Liliaceae, Poaceae, Rosaceae, Salicaceae familyalarına ait polenleri içerdiği, geri kalan familyaların ise eser miktarlarda bulunduğu görülmüştür. Bilecik florası Asteraceae, Brassicaceae, Fabaceae, Lamiaceae, Caryophyllaceae ve Poaceae familyaları açısından zengin olmakla birlikte (Ocak vd., 2017) bal örneklerinde Fabaceae familyasına ait polenlerin baskın olarak bulunması bu familyaya ait türlerin çiçeklenme dönemleri ile ilişkili olabileceğini düşündürmüştür. Bilecik ili genelinde ana nektar akımı dönemi Mayıs-Temmuz ayları arasındadır ve koloniler bu aylarda topladığı nektarı bala dönüştürmektedir. Bilecik ilinde bulunan Fabaceae familyasına ait türlerin çoğunun Mayıs-Temmuz aralığında çiçeklendiği bildirilmektedir (Ocak vd., 2017). Toplam polen sayısı açısından değerlendirildiğinde ise ballardan 6 tanesi (B4, B5, B6, B10, B13, B14) normal kalitede, diğerleri ise düşük kalitededir.

Çizelge 1. Bilecik ilinden toplanan balların melissopalınolojik analiz sonuçları
Table 1. *Melissopalynologic analyses* Results of honey samples collected from Bilecik city

Bal Örneği Honey samples	Toplam Polen Sayısı (TPS-10) Total pollen number	Dominant Polenler (≥%45) Dominant Pollens	Sekonder Polenler (%16-%45) Seconder Pollens	Eser Polenler (%3-%15) Minor Pollens	Balın özelliği Properties of Honey
B1	3295	-	Fabaceae (%21.43) Rosaceae (%21.43)	<i>Onobrychis</i> sp. (Fabaceae) (%14.29) Asteraceae (%7.14) Boraginaceae (%7.14) <i>Hedysarum</i> sp. (Fabaceae) (%7.14) Papaveraceae (%7.14) Poaceae (%7.14) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%7.14)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B2	5790	<i>Coronilla</i> sp. (Fabaceae) (%63.34)	<i>Hypericum</i> sp. (Hypericaceae) (%27.27)	Rosaceae (%9.09)	Dominant olarak Fabaceae Familyasına ait <i>Coronilla</i> sp. polenlerini içeriyor / contains dominantly <i>Coronilla</i> sp. pollens belonging to Fabaceae family
B3	2416	-	<i>Coronilla</i> sp. (Fabaceae) (%33.3)	Brassicaceae (%16.67) <i>Trifolium</i> sp. (Fabaceae) (%16.67) Liliaceae (%16.67) Rosaceae (%16.67)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B4	20891	-	Fabaceae (%23.08) <i>Echium</i> sp. (Boraginaceae) (%19.23)	Cistaceae (%13.46) Liliaceae (%9.62) <i>Hypericum</i> sp. (Hypericaceae) (5.77) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%5.77)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B5	20137	-	Fabaceae (%37.04) Cistaceae (%18.52)	Brassicaceae (%14.81) <i>Hypericum</i> sp. (Hypericaceae) (%14.81) <i>Echium</i> sp. (Boraginaceae) (%3.70) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%3.70) <i>Thymus</i> sp. (Lamiaceae) (%7.14)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B6	28736	Fabaceae (%62.86)	-	Lamiaceae (%10) <i>Echium</i> sp. (Boraginaceae) (%8.57) <i>Centaurea</i> sp. (Asteraceae) (%5.71)	Dominant olarak Fabaceae Familyasına ait bitki polenlerini içeriyor/ contains dominantly pollens of Fabaceae family
B7	3493	-	Fabaceae (%38.46) <i>Coronilla</i> sp. (Fabaceae) (%23.08)	<i>Echium</i> sp. (Boraginaceae) (%7.69) Cistaceae (%7.69) <i>Onobrychis</i> sp. (Fabaceae) (%7.69) Liliaceae (%7.69) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%7.69)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B8	18411	-	Brassicaceae (%26.32) Fabaceae (%26.32)	Asteraceae (%10.53) <i>Centaurea</i> sp. (Asteraceae) (%7.89) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%7.89) Cistaceae (%5.26) Papaveraceae (%5.26) Poaceae (%5.26)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B9	19332	-	Brassicaceae (%15.22)	Fabaceae (%14.49) Poaceae (%13.77) <i>Centaurea aggregata</i> (Asteraceae) (%11.59) Cistaceae (%10.14) Asteraceae (%8.70) <i>Echium</i> sp. (Boraginaceae) (%5.07) Liliaceae (%5.07) <i>Coronilla</i> sp. (Fabaceae) (%5.80)	Karışık çiçek balı, Balçığı Elementleri (BÇE) içeriyor/ Mix blossom honey, contains trace amount of pine honey mark

Çizelge 1. devam
Table 1. continuation

Bal Örneği Honey samples	Toplam Polen Sayısı (TPS-10) Total pollen number	Dominant Polenler (≥%45) Dominant Pollens	Sekonder Polenler (%16-%45) Seconder Pollens	Eser Polenler (%3-%15) Minor Pollens	Balın özelliği Properties of Honey
B10	92632	-	Fabaceae (%32.37) Cistaceae (%30.22)	<i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%12.23) <i>Onobrychis</i> sp. (Fabaceae) (%7.19) Brassicaceae (%5.04) <i>Centaurea triumfetti</i> (Asteraceae) (%4.32)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B11	8882	-	Fabaceae (%23.81) Rosaceae (%23.81)	Brassicaceae (%14.29) <i>Trifolium pratense</i> (Fabaceae) (%14.29) Ranunculaceae (%14.29) Apiaceae (%4.76) Asteraceae (%4.76)	Karışık çiçek balı, Balçığı Elementleri (BÇE) içeriyor/ Mix blossom honey, contains trace amount of pine honey mark
B12	3717	-	<i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%42.86) Fabaceae (%35.71)	<i>Trifolium pratense</i> (Fabaceae) (%10.71) Asteraceae (%3.57) Berberidaceae (%3.57) Papaveraceae (%3.57)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B13	20688	-	Rosaceae (%34.92) <i>Onobrychis</i> sp. (Fabaceae) (%17.46)	Cistaceae (%14.29) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%6.35) Liliaceae (%4.76)	Karışık çiçek balı, Balçığı Elementleri (BÇE) içeriyor/ Mix blossom honey, contains trace amount of pine honey mark
B14	24098	-	Fabaceae (%20.37)	<i>Onobrychis</i> sp. (Fabaceae) (%13.89) Liliaceae (%12.96) <i>Coronilla</i> sp. (Fabaceae) (%9.26) <i>Centaurea aggregata</i> (Asteraceae) (%8.33) Rosaceae (%7.41) <i>Anthemis</i> sp. (Asteraceae) (%6.48) Asteraceae (%5.56) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%3.70)	Karışık çiçek balı/ Mix blossom honey
B15	11316	Fabaceae (%47.37)	Cisteceae (%21.05) Geraniaceae (%15.79)	<i>Echium</i> sp. (Boraginaceae) (%5.26) Rosaceae (%5.26) <i>Salix</i> sp. (Salicaceae) (%5.26)	Dominant olarak Fabaceae Familyasına ait bitki polenlerini içeriyor
B16	3866	<i>Coronilla</i> sp. (Fabaceae) (%55.17)	<i>Trifolium pratense</i> (Fabaceae) (%20.69)	<i>Centaurea aggregata</i> (Asteraceae) (%10.34) Asteraceae (%6.90) Apiaceae (%3.45) Brassicaceae (%3.45)	Dominant olarak Fabaceae Familyasına ait <i>Coronilla</i> sp. polenlerini içeriyor/ contains dominantly <i>Coronilla</i> sp. pollens belonging to Fabaceae family

Kimyasal analiz sonuçları**Nem analizi sonuçları**

Uluslararası Bal Kodeksi (Anonymous, 2001) ve Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği (2012)'ne göre ballardaki nem oranı en fazla %20 olmalıdır. Ballardaki nem oranı bu değer üzerine çıktığında patojen mikroorganizmalar üreyecek ve sağlık açısından olumsuz sonuçlara sebep olabilecektir (Singh and Singh, 2018). Yapılan çalışmada balların nem içerikleri %15.8 (B1) ile %19.5 (B15) arasında değişmekle birlikte ortalama %17.38±0.85 olarak belirlenmiştir (Çizelge 2).

Elde edilen değerler kodeks ve tebliğ limitleri ile uyumludur.

Toplam fenolik madde miktarı

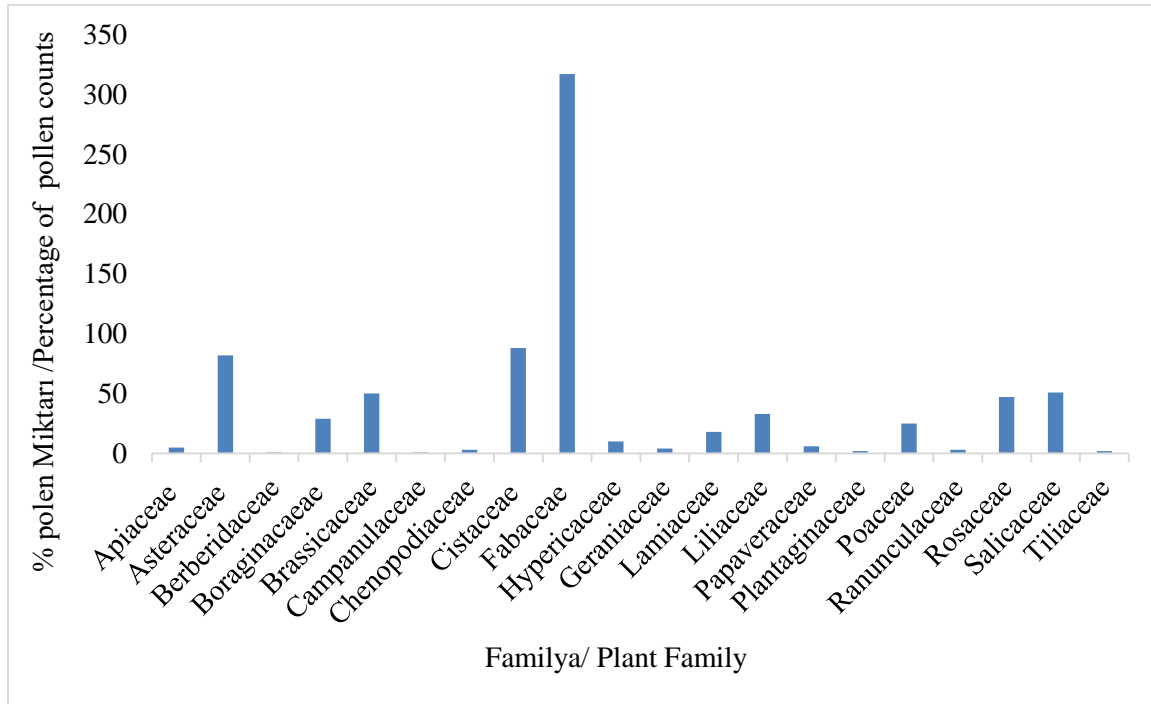
Örneklerin toplam fenolik madde miktarları gallik ait eşdeğeri (GAE) olarak hesaplanmıştır ve Şekil 3'te verilmiştir. Bal örneklerinin fenolik içerikleri en düşük Erikli bal örneğinde 33 mg GAE/100 g ve en yüksek Koyunköy bal örneğinde 81 mg GAE/100 g olarak belirlenmiştir. Toplam fenolik içeriği balın floral zenginliği ile doğrudan ilişkili olup balın antioksidan kapasitesinden de

sorumludur. Gül ve Pehlivan (2018) tarafından yapılan bir çalışmada Türkiye'nin farklı bölgelerinden toplanan bal örneklerinin toplam fenolik madde miktarlarının 34.37-470.70 mg/100 g GAE aralığında olduğu belirlenmiştir. Kolaylı vd. (2008) tarafından yapılan bir çalışmada ise üç farklı bal türü (Kestane, Anzer ve karışık çiçek) antioksidan kapasiteleri açısından karşılaştırılmıştır. Üç bal türünün toplam fenolik madde miktarlarının sırasıyla 430.68, 240.52 ve 170.35 mg GAE/100 g olarak belirlendiği bildirilmiştir. Sagdic vd. (2013) tarafından farklı sayıda kestane, çam, karışık çiçek, kekik ve keven balları ile yapılan bir çalışmada da karışık çiçek ballarının fenolik madde miktarlarının 5.09 ile 32.76 mg GAE/100 g aralığında değiştiği belirlenmiştir. Güzel ve Bahçeci (2019) Çorum yöresinden topladıkları bal örneklerinin toplam fenolik madde miktarlarının 24.3-54.6 mg GAE/100 g aralığında değiştiğini ifade etmişlerdir.

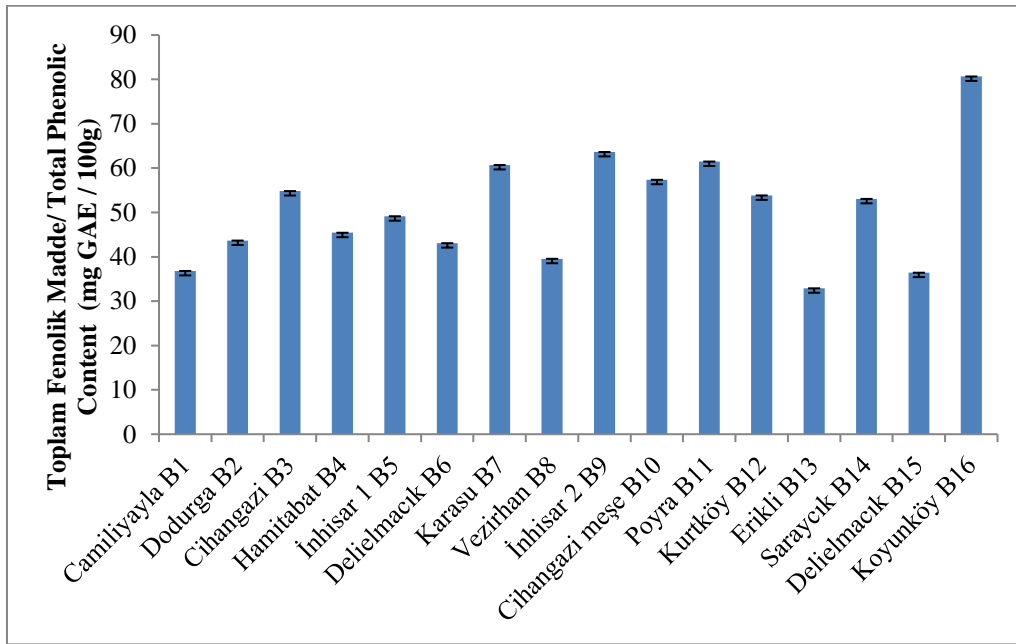
Çalışmamızda analiz edilen Bilecik iline ait ballarının toplam fenolik madde miktarlarının literatür verileri ile uyumlu olduğu görülmektedir. Balların toplam fenolik madde içerikleri ile antioksidan kapasiteleri arasında doğrusal bir ilişki olduğu da yapılan çalışmalarda vurgulanmıştır (Gül ve Pehlivan, 2018).

HPLC ile şeker analizi

Ballara ait şeker analizi sonuçları Çizelge 2'de verilmiştir. Uluslararası Bal Kodeksi (Anonymous, 2001) ve Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'ne (Anonymous, 2012) göre çiçek ballarında fruktoz/glukoz (F/G) oranı 0.9 ile 1.4 arasında olmalıdır. Çalışma sonuçlarına göre Bilecik ilinden toplanmış bal örneklerinin F/G oranları 0.96 ile 1.22 aralığında ortalama 1.08 ± 0.07 olarak belirlenmiş olup, tüm ballar tebliğe uygunluk göstermektedir.



Şekil 2. Bilecik ili ballarında saptanan familyaların yoğunluğu
Figure 2. Density of families detected in Honey samples of Bilecik province



Şekil 3. Bal örneklerinin toplam fenolik madde miktarı

Figure 3. Total phenolic contents of honey samples

Çizelge 2. Bilecik ilinden toplanan balların %nem ve HPLC ile şeker analizi sonuçları

Table 2. Moisture and sugar content of honey samples collected from Bilecik province

Bal Örneği Honey sample	% Nem Moisture (%)	Fruktoz (F) (g) Fructose (F) (g)	Glukoz (G) (g) Glucose (G) (g)	F/G F/G
B1	15.8 ± 0.95	26.59 ± 2.24	24.93 ± 2.34	1.06
B2	17.7 ± 0.84	29.33 ± 1.98	26.97 ± 1.23	1.08
B3	17.2 ± 0.99	30.68 ± 2.68	26.66 ± 1.67	1.15
B4	17.4 ± 1.12	32.47 ± 2.96	31.17 ± 2.48	1.04
B5	17.5 ± 1.18	29.8 ± 1.64	27.36 ± 1.25	1.08
B6	16.5 ± 0.83	38.03 ± 3.24	35.4 ± 2.74	1.07
B7	17.2 ± 1.32	32.4 ± 2.74	26.49 ± 1.76	1.22
B8	17 ± 1.05	27.61 ± 2.58	27.35 ± 2.34	1.01
B9	17.8 ± 1.86	29.94 ± 2.25	26.21 ± 1.88	1.14
B10	18.3 ± 2.15	30.32 ± 2.94	28.65 ± 2.04	1.05
B11	17.3 ± 1.87	29.64 ± 1.91	28.86 ± 1.28	1.02
B12	17.5 ± 0.67	27.2 ± 1.34	22.78 ± 0.93	1.19
B13	16.3 ± 1.38	23.38 ± 1.16	20.57 ± 0.89	1.13
B14	17.8 ± 1.75	27.49 ± 1.87	24.86 ± 1.12	1.10
B15	19.5 ± 2.28	28.04 ± 0.99	29.17 ± 1.14	0.96
B16	17.3 ± 1.26	29.08 ± 1.83	27.12 ± 1.46	1.07
Ortalama ± standart sapma / Mean value with standard deviations	17.39 ± 1.24	29.5 ± 2.26	27.15 ± 2.75	1.08

Çizelge 3. Bilecik ilinden toplanan balların GC-MS ile uçucu bileşen ve yağ asidi analiz sonuçları
 Table 3. Results for volatile compound and fatty acid analyses of honey samples by GC-MS

BİLEŞİK GRUPLARI Compound classes	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10	B11	B12	B13	B14	B15	B16
<i>Aldehitler/ Aldehydes</i>																
2-Methylbutyraldehyde	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.23	-	-	0.30	0.48	0.32
Butyraldehyde; butanal	-	2.24	-	-	-	-	0.12	-	1.45	-	-	-	-	-	-	-
cis-4-Heptenal	-	-	-	-	-	-	-	-	0.33	0.28	-	-	-	-	0.12	0.18
cis-6-Nonenal	-	-	0.24	-	0.26	0.44	0.33	0.58	0.46	0.40	0.35	-	0.04	0.37	0.51	0.32
Octanal	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.97	-	-	0.64	-	-
Nonanal	-	-	-	-	-	0.33	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Citral	-	0.55	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Isobutyraldehyde	-	4.35	3.29	3.17	2.04	3.12	2.99	-	1.38	3.30	6.13	5.32	-	1.02	2.80	2.41
n-decanal	-	-	-	-	-	-	0.59	-	0.87	-	-	0.96	0.76	-	-	-
n-Valeraldehyde	-	-	-	-	-	0.25	-	0.67	-	-	-	-	0.76	-	-	-
trans.trans-2,4-Hexadienal	-	-	0.23	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-Methyl-2-pentenal	-	1.19	-	-	-	-	-	1.72	-	-	-	-	-	-	-	-
Toplam/Total	-	8.33	3.76	3.17	2.30	4.14	4.03	2.79	4.49	3.98	8.68	6.28	1.56	2.33	3.91	3.23
<i>Alifatik Asitler ve Esterleri/ Aliphatic acids and their esters</i>																
2-Methyl-2-pentanoic acid	-	-	0.95	3.25	0.17	-	0.55	-	-	-	0.15	-	1.31	0.64	0.25	-
4-Methyloctanoic acid	-	-	-	-	-	-	0.18	-	-	-	-	-	-	-	-	0.66
Heptanoic acid	-	1.16	1.62	5.03	0.43	5.12	2.44	-	7.75	2.02	-	2.04	2.29	1.55	3.31	-
Hexanoic acid	14.31	4.36	-	2.20	0.55	1.45	6.42	4.14	1.53	3.78	3.50	0.12	1.40	3.27	4.19	0.73
trans-2-Hexenoic acid	-	-	-	0.78	-	1.98	-	-	-	0.81	-	-	-	-	-	-
3-Hexenoic acid	-	0.02	-	-	0.07	0.72	0.69	0.13	-	-	0.23	0.34	-	-	-	0.18
Decanoic acid	0.72	-	-	-	-	0.52	-	0.31	-	4.23	-	-	-	-	-	2.07
Citronellic acid	-	-	-	-	0.11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.32
4-Methylpentanoic acid	4.12	3.15	5.57	-	3.74	0.09	1.68	1.80	-	-	1.47	-	-	-	-	1.55
Benzoic acid	-	-	0.22	0.29	2.21	2.32	0.50	0.19	3.12	0.93	0.23	0.90	0.11	2.41	1.50	1.89
Diethyl succinate	1.80	0.72	0.43	0.63	-	-	1.37	-	1.26	-	-	-	-	-	-	2.02
Propionic acid	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4.48
Pyruvic acid	7.13	16.53	22.79	26.71	28.65	30.86	3.66	47.03	24.29	9.34	14.22	35.56	7.73	42.68	22.70	8.77
Valeric acid	-	1.40	1.64	-	6.97	0.11	0.36	1.69	-	0.90	-	-	-	1.39	-	-
2-Ethylbutyl acetate	-	-	-	-	0.27	-	0.26	0.40	1.35	0.71	-	0.44	0.45	-	-	-
Ethylacetate	-	-	-	-	-	-	-	-	0.88	-	-	-	-	-	-	2.65
Heptyl butyrate	-	0.01	0.02	-	0.02	-	0.03	0.05	-	-	-	-	-	-	0.01	-
Hexyl acetate	2.24	1.22	1.22	-	1.03	-	0.08	1.31	0.84	0.07	0.77	0.19	0.83	0.19	0.12	1.62
Isoamyl propionate	-	-	-	-	-	0.06	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Isopropyl acetate	1.85	1.50	-	-	0.18	-	-	0.39	0.82	-	-	-	0.47	-	-	-
Lauryl acetate	6.43	0.49	0.54	0.53	2.45	2.26	0.90	1.01	-	0.05	-	-	0.29	0.14	0.25	0.48
n-Butyl acetate	-	0.53	-	0.19	-	0.02	-	-	0.07	-	-	0.36	-	-	-	1.67
n-Propyl acetate	1.37	2.55	3.08	1.94	1.41	2.61	1.59	1.86	1.39	1.92	1.49	2.85	1.70	2.76	1.81	9.33
2-Methylbutylacetate	3.47	-	4.88	-	-	-	-	-	-	-	0.42	-	-	-	-	-
Isobutyl butyrate	-	2.54	0.59	-	-	-	0.54	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ethyl acetate	-	-	0.04	-	-	-	-	0.80	-	-	-	-	-	-	-	-
Ethyl-3-hexenoate	-	-	1.32	-	0.43	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Methyl-2-furoate	-	-	-	1.87	-	-	1.46	2.59	-	-	-	-	1.43	-	-	-
Nonyl acetate	-	-	-	0.12	-	-	0.55	-	0.39	5.56	0.57	2.11	-	-	-	-
Methyl caproate	-	-	-	-	-	-	-	0.26	-	-	-	-	-	-	-	-
Ethyl-2methylbutyrate	-	-	-	-	-	-	-	0.30	-	-	-	-	-	-	-	-

Çizelge 3. devam
Table 3. continuation

BİLEŞİK GRUPLARI <i>Compound classes</i>	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10	B11	B12	B13	B14	B15	B16
Anisyl butyrate	-	-	-	-	-	-	-	0.05	-	-	-	-	-	-	-	-
Isobutyl propionate	-	-	-	-	-	-	-	-	0.18	-	-	-	-	-	-	-
Isoamyl isovalerate	-	-	-	-	-	-	-	-	0.13	-	-	-	-	-	-	-
Propyl propionate	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.10	-	-	-	-	-	-
Heptyl acetate	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.04	-	-	-	-	-	-
Methyl isobutyrate	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.88	1.17	-	-	-	3.54	-
Butyl propionate	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.15	-	-	-	-	-
Menthyl acetate	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.33	-	-
Decyl acetate	-	-	-	-	-	1.14	-	0.97	-	0.55	1.08	0.89	0.07	0.57	0.76	2.40
<i>Toplam/Total</i>	43.44	36.18	44.91	43.54	48.69	49.26	23.26	65.28	44.00	32.89	25.45	45.80	18.08	53.93	38.76	40.50
<i>Alkoller/Alcohols</i>																
1-Decanol	-	-	-	-	-	-	0.18	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1-octen-3-ol	-	-	-	0.47	-	0.18	-	0.31	-	-	0.34	-	-	-	-	-
1-Penten-3-ol	-	0.49	-	-	0.85	0.25	-	-	0.86	0.87	-	-	-	-	-	2.34
2-Heptanol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.01	0.12
2-Octanol	-	-	-	-	-	-	22.87	-	13.68	-	-	-	-	-	-	-
3-Octanol	-	-	0.67	0.10	1.50	-	-	-	0.11	0.02	0.55	0.13	-	-	-	-
2-Pentanol	0.06	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Geraniol	-	-	-	-	-	-	0.51	-	-	-	-	-	-	-	-	0.36
alpha.alpha-Dimethylphenethyl alcohol	-	-	0.43	-	0.34	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Isopropyl alcohol	0.41	-	-	-	-	-	-	-	-	0.08	-	-	-	-	-	-
isobutyl alcohol	-	-	-	-	-	-	-	-	0.02	0.03	-	-	-	-	-	-
Amyl alcohol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.50
Furfuryl alcohol	0.68	1.05	2.54	1.20	2.06	2.25	1.72	1.61	2.17	1.73	2.27	2.02	1.96	2.15	0.71	2.49
Isoamyl alcohol	-	-	-	-	-	-	0.38	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3.7-Dimethyl-1-octanol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.33
<i>Toplam/Total</i>	1.15	1.54	3.64	1.77	4.75	2.68	25.28	1.92	16.84	2.7	3.16	2.15	1.96	2.15	0.72	6.14
<i>Hidrokarbonlar/Hydrocarbons</i>																
n-Tetradecane	-	-	-	-	-	-	1.40	-	-	-	-	-	-	-	-	-
n-Undecane	-	-	-	-	-	1.60	-	-	-	-	0.33	-	-	-	-	-
n-Nonane	-	-	-	-	3.02	-	-	0.59	-	-	-	-	-	-	-	-
Pentadecane	-	-	-	-	3.25	-	1.43	-	-	-	0.81	-	-	-	-	-
n-Eicosane	-	-	-	-	0.58	-	0.34	-	-	0.30	-	-	-	1.55	-	-
Styrene	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.11
n-Tetracosane	-	3.70	0.59	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.39
n-Decane	-	-	-	-	0.09	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>Toplam/Total</i>	-	3.70	0.59	-	6.94	1.60	3.17	0.59	-	-	1.14	-	-	1.55	-	0.50
<i>Ketonlar/Ketones</i>																
2-Furyl-methylketone	-	-	-	0.27	-	-	-	0.24	0.28	-	0.09	0.15	-	0.30	0.10	-
2-Octanone	-	0.82	-	0.35	-	0.93	0.39	0.66	-	-	-	-	-	0.20	0.50	0.38
2-Nonanone	-	-	0.27	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-Pentanone	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3.4-Hexanedione	-	0.28	-	-	-	-	-	-	0.72	-	0.87	-	-	-	-	-
3.5-Dimethyl-1.2-cyclopentadione	-	-	0.48	0.50	-	1.03	1.15	0.65	0.47	1.44	0.39	-	0.63	-	-	0.10

Çizelge 3. devam
Table 3. continuation

BİLEŞİK GRUPLARI Compound classes	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10	B11	B12	B13	B14	B15	B16
5-Methyl-2,3-hexanedione	-	0.60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.38	-	0.07	-	-
6-Methyl-3,5-heptadien-2-one	-	-	-	-	0.32	-	-	-	-	0.50	-	-	0.80	0.53	-	-
Diacyetyl	-	-	0.38	0.34	-	-	-	-	-	-	0.61	-	-	0.20	0.41	-
Homofuronol	4.08	3.40	3.07	4.02	2.22	6.19	14.03	1.14	7.92	32.64	4.40	5.75	36.03	5.74	1.28	5.56
Methyl ethyl ketone	1.79	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2.19	-	-	-
Toplam/Total	5.87	5.1	4.2	5.48	2.54	8.15	15.57	2.69	9.39	34.58	6.36	6.28	36.65	7.04	2.29	6.04
Terpenler/Terpenes																
Isoborneol (isomer 1)	2.52	3.78	3.72	3.03	3.69	3.12	4.19	7.43	3.96	3.69	2.30	2.56	3.47	3.33	4.01	-
Limonene	-	-	-	-	0.15	-	-	-	-	-	-	0.77	0.35	-	0.26	-
Neroloxide	-	0.49	-	0.87	-	-	0.13	-	-	0.27	-	-	-	-	-	0.44
Menthone	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.10	-	-	-	-	-
Linaloxide (trans. isomer A)	-	-	-	-	-	-	-	1.31	-	0.57	-	-	-	-	-	-
Farnesol	-	-	-	-	-	0.11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Toplam/Total	2.52	4.27	3.72	3.9	3.84	3.23	4.32	8.74	3.96	4.53	2.40	3.33	3.82	3.33	4.27	0.44
Yağ asitleri/Fatty Acids																
Isovaleric acid	-	-	-	0.09	-	-	-	-	1.13	1.06	1.40	-	0.19	-	-	-
Lauric acid	-	1.50	-	0.03	1.03	-	-	-	-	-	3.96	-	-	0.03	0.02	2.71
Myristic acid	0.27	-	-	0.68	1.97	0.61	-	0.36	-	-	2.54	3.25	7.87	0.87	1.49	4.76
Butyric acid	-	0.17	-	-	1.62	-	-	-	-	0.16	-	-	-	0.09	0.54	-
Nonanoic acid	0.80	1.02	2.23	-	0.92	-	1.26	0.05	-	-	1.30	0.94	-	-	4.77	0.54
Octanoic acid	0.94	-	-	-	-	0.46	0.66	-	0.21	-	0.05	0.26	-	0.12	0.19	-
Stearic acid	21.30	21.52	20.61	19.37	14.43	16.35	13.98	4.71	10.97	9.65	12.68	19.06	14.63	19.21	11.13	1.90
Palmitic acid	4.11	5.81	-	5.81	-	4.47	-	-	-	-	-	-	-	1.43	-	-
Toplam/Total	27.42	30.02	22.49	25.98	19.97	21.89	15.9	5.12	12.31	10.71	21.93	23.51	22.69	21.75	18.14	9.91
Diğerleri/Others																
Quinoline	0.49	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-Methoxy-3-methylpyrazine	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2.16	-
Amberoxid	-	-	-	-	-	-	-	0.05	-	0.01	0.01	-	-	-	-	-
5-Methylquinoxaline	-	1.96	-	-	-	-	-	-	-	1.32	-	-	-	-	-	0.66
Phenethylamine	-	-	0.37	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Methyl octine carbonate	-	-	-	-	-	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.21
gamma-Butyrolactone	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.21
4'-Methylacetophenone	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.29
Phenylacetaldehyde dimethyl acetal	-	-	-	0.49	-	-	-	-	-	-	-	0.21	-	0.31	-	-
Toplam/Total	0.49	1.96	0.37	0.49	-	0.01	-	0.05	-	1.33	0.01	0.21	-	0.31	2.16	2.37

Gaz kromatografi-kütle spektrometresi (GC-MS) ile uçucu bileşen ve yağ asitleri tayini
GC-MS ile yapılan aroma bileşenleri analizi sonucunda bal örneklerinin alkoller, aldehitler, ketonlar, alifatik asit ve esterler, hidrokarbonlar, terpenler ve yağ asitleri gibi farklı bileşik gruplarını içerdikleri görülmüştür (Çizelge 3) Balın kuru

ağırlığının yaklaşık %95'lik kısmı karbonhidrat sınıfı bileşiklerden oluşmaktadır. Balın bu ana bileşenlerinin yanında proteinler (genellikle glikoz oksidaz, invertaz, diastaz vb. gibi farklı enzimler olarak), fenolik bileşikler (fenolik asitler ve flavonoidler), aroma bileşenleri ve suda çözünür vitaminler gibi bileşenler de eser miktarda

bulunmaktadır. Balın içeriğindeki eser bileşenler, özellikle fenolik bileşenler ve aroma bileşenleri bal özünün toplandığı flora ile doğrudan ilişkilidir (Cianciosi vd., 2018). Bu eser bileşenler aynı zamanda balın tat ve aromasından da sorumludur. B1, B3, B4, B5, B6, B8, B9, B12 ve B14 numaralı bal örneklerinin aroma bileşenlerinin bağlı olarak %40'tan fazlasının alifatik asitler ve esterlerinden oluştuğu görülmüştür. Bu bileşen sınıfının, diğer bal örneklerinde de aroma bileşenleri içerisinde en yüksek bağlı bulunma oranına sahip olduğu tespit edilmiştir. B7 ve B9 örnekleri diğer ballardan farklı olarak alkol sınıfı bileşenleri daha yüksek bağlı bulunma oranında (%25 ve % 16) içermektedir. Balın aroması içeriğindeki uçucu bileşenlere bağlıdır. Yağ asitleri bu uçucu bileşenlerin oldukça az bir kısmını oluşturur (da Silva vd., 2016). Bu çalışmada analiz edilen bal örneklerinin uçucu bileşenlerinin önemli oranda yağ asidi içerdiği görülmüştür. Tornuk vd. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada, 20 farklı karışık çiçek balı örneğinin GC-MS tekniği ile aroma bileşenleri açısından incelendiği ve tespit edilen 88 farklı uçucu bileşiğin ballarda farklı oranlarda bulunduğu ve yine balların alifatik asitlerce zengin olduğu ortaya konulmuştur. Yapılan bir çalışmada Türkiye'de üretilen farklı bal tiplerinin aroma bileşenleri açısından incelendiği ve balların alkoller, aldehytler, alifatik/aromatik asitler ve esterleri, hidrokarbonlar, ketonlar ve terpenlerce zengin olduğu bildirilmiştir. Aynı çalışmada elde edilen sonuçların multifloral balların kimyasal içerik bazında standardize olmasının imkansız olduğunu gösterdiği de ifade edilmiştir (Çelemlı, 2014). Balların aroma bileşenlerinin balın nektar kaynağının tespitinde bir parametre olabileceği ifade edilse de bu ancak tek nektar kaynaklı ballar için mümkündür. Çalışmamızda elde ettiğimiz sonuçlar da bu durumu desteklemektedir.

SONUÇ

Bu çalışma ile Bilecik ili ballarının bitkisel orijinleri ve bazı kimyasal özellikleri aydınlatılmak istenmiştir. Buna göre balların karışık çiçek balı niteliğinde, toplam fenolik madde miktarlarının Türkiye ballarının ortalaması içerisinde, şeker içeriklerinin ise Uluslararası Bal Kodeksi ve Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği'ne uygun olduğu gözlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Bal örneklerinin toplanmasında desteklerini esirgemeyen Bilecik ili arıcılarına teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

Anonymous (2001). Codex Alimentarius standard for honey 12-1981. <http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/codex-texts/list-standards/en>

Anonymous (2012). Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği (2012). Teblig no: 2012/58. Resmi Gazete, 28366.

Barcarolo, R., Centeleghe, M., Zanatta, P., Conte, L. S. (1998). GC-MS coupled with head space sampling with reverse carrier flow in sampling step applied to honey characterization. In: 5th international symposium of hyphenated technique in chromatography, Bruges, Belgium (pp. 11-21).

BEBKA (2018). Bilecik. T.C. Bursa Eskişehir Bilecik Kalkınma Ajansı, Bursa, Türkiye. https://www.bebka.org.tr/admin/datas/yayins/197/2018-12-doga-bilecik_1_1545052305.pdf

Bertoncelj, J., Doberšek, U., Jamnik, M., Golob, T. (2007). Evaluation of the phenolic content, antioxidant activity and colour of Slovenian honey. *Food Chem*, 105: 822-828.

Bogdanov, S. (1997). Charakterisierung von Schweizer Sortenhonigen. *Agrarforschung*, 4: 427-430.

Bogdanov, S., Martin, P., Lullmann, C. (2002). Harmonised methods of the international honey commission. *Swiss Bee Research Centre, FAM, Liebefeld*.

Cianciosi D., Forbes-Hernández T.Y., Afrin, S., Gasparri M., Reboredo-Rodriguez P., Manna, P.P., Zhang, J., Lamas, L.B., Martínez Flórez, S., Toyos, P.A., Quiles, J.L., Giampieri, F., Maurizio Battino, M. (2018). Phenolic compounds in honey and their associated health benefits: A review. *Molecules*, 23: 2322.

Cuevas-Glory, L.F., Pino, J.A., Santiago, L.S., Sauri-Duch, E. (2007). A review of volatile analytical methods for determining the botanical origin of honey. *Food Chem*, 103(3): 1032-1043.

- Çelemlı, Ö.G. (2014). Comparing botanical origin and volatile compounds of some Turkish honey samples. *Hacettepe J. Biol. & Chem*, 42(4): 459–468.
- Çelemlı, Ö.G., Özenirler, Ç., Ecem Bayram, N., Zare, G., Sorkun, K. (2018). Melissopalynological analysis for geographical marking of Kars honey. *Kafkas Univ Vet Fak Derg*, 24(1): 53-59.
- da Silva, P.M., Gauche, C., Gonzaga, L.V., Costa, A.C.O., Fett, R. (2016). Honey: Chemical composition, stability and authenticity. *Food Chem*, 196: 309-323.
- Devillers, J., Morlot, M., Pham-Delegue, M.H., Dore, J.C. (2004). Classification of monofloral honeys based on their quality control data. *Food Chem*, 86(2): 305-312.
- Feller-Demalsy, M.J., Parent, J., Strachan, A.A. (1989). Microscopic analysis of honeys from Manitoba Canada. *J Apic. Res*. 28(1): 41-49.
- Gül A., Pehlivan, T. (2018). Antioxidant activities of some monofloral honey types produced across Turkey. *Saudi J Biol. Sci.*, 25: 1056–1065.
- Güzel, N., Bahçeci, K.S. (2019). Çorum yöresi ballarının fenolik madde içerikleri ile renk ve antioksidan kapasiteleri arasındaki ilişki. *Gıda*, 44(6): 1148-1160.
- Hasan, S.H. (2013). Effect of storage and processing temperatures on honey quality. *JUBPAS*, 6(21): 2244-2253.
- Karadal, F., Yıldırım, Y. (2012). Balın kalite nitelikleri, beslenme ve sağlık açısından önemi. *Erişyes Üniv. Vet. Fak. Derg.*, 9(3): 197-209.
- Kolaylı, S., Aliyazıcıoğlu, R., Ulusoy, E., Karaoğlu, Ş. (2008). Antioxidant and antimicrobial activities of selected turkish honeys. *Hacettepe J. Biol. & Chem*, 36 (2): 163-172.
- Kolaylı, S., Can, Z., Çakır, H. E., Okan, O. T., Yıldız, O. (2018). An investigation on Trakya region Oak (*Quercus* spp.) honeys of Turkey: their physico-chemical, antioxidant and phenolic compounds properties. *Turk J Biochem*, 43: 362-374.
- Mayda, N., Özkök, A., Sorkun, K. (2018). Some characteristic properties of chestnut and rhododendron honeys in Turkey. *Hacettepe J. Biol. & Chem*, 46 (1): 135–145.
- Moar, N.T. (1985). Pollen analysis of New Zealand honey. *New Zeal. J Agr. Res.*, 28(1): 39-70.
- Mutlu, C., Erbaş, M., Tontul, S.A. (2017). Bal ve diğer arı ürünlerinin bazı özellikleri ve insan sağlığı üzerine etkileri. *Akademik Gıda*, 15(1): 75-83.
- Ocak, A., Öztürk, D., Kara, İ. (2017). *Bilecik Florası*. Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Yayınları, 1. Baskı, ISBN: 978-605-65470-8-9.
- Radovic, B.S., Careri, M., Mangia, A., Musci, M., Gerboles, M., Anklam, E. (2001). Contribution of dynamic headspace GC–MS analysis of aroma compounds to authenticity testing of honey. *Food Chem*, 72(4): 511-520.
- Sagdic, O., Silici, S., Ekici, L. (2013). Evaluation of the phenolic content, antiradical, antioxidant, and antimicrobial activity of different floral sources of honey. *Int. J. Food Prop*, 16(3): 658-666.
- Singh, I and Singh, S. (2018). Honey moisture reduction and its quality. *J Food Sci Technol*, 55(10): 3861–3871.
- Singleton, V.L., Rossi, J.A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic–phosphotungstic acid reagents. *Am. J. Enol. Vitic*, 16: 144-158.
- Singleton, V.L., Orthofer, R., Lamuela-Raventós, R.M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods Enzymol*, 299: 152-178.
- Slinkard, K. Singleton, V.L. (1977). Total phenol analysis: automation and comparison with manual methods. *Am. J. Enol. Vitic*, 28: 49-55.
- Soria, A.C., Martínez-Castro, I., Sanz, J. (2003). Analysis of volatile composition of honey by solid phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry. *J Sep Sci*, 26(9-10): 793-801.
- Sorkun, K. (2008). *Türkiye'nin nektarlı bitkileri, polenleri ve balları*. Palme Yayıncılık.
- Tornuk, F., Karaman, S., Ozturk, I., Toker, O. S., Tastemur, B., Sagdic, O., Dogan, M. and Kayacier, A. (2013). Quality characterization of

artisanal and retail Turkish blossom honeys: Determination of physicochemical, microbiological, bioactive properties and aroma profile. *Ind. Crop. Prod.*, 46: 124-131.

Tutkun, E., 2006. Arıcılık Tekniđi. Önder Matbaacılık, Ankara, Türkiye.

Wodehouse, R.P. (1935). Pollen grains. McGraw-Hill Book Company, Inc; New York.

QUALITY CHARACTERISTICS AND ANTIOXIDANT PROPERTIES OF BREAD INCORPORATED BY BLACK CARROT (*DAUCUS CAROTA* SSP. *SATIVUS* VAR. *ATORRUBENS* ALEF) FIBER

Betül Bay Yılmaz, Hatice Pekmez*

University of Gaziantep, Naci Topçuoğlu Vocational School, Food Processing Department, Gaziantep, Turkey

Received / Geliş: 11.10.2019; Accepted / Kabul: 19.02.2020; Published online / Online baskı: 10.03.2020

Bay Yılmaz, B., Pekmez, H. (2020). Quality characteristics and antioxidant properties of bread incorporated by black carrot (*Daucus carota* ssp. *Sativus* var. *Atrorubens* alef) fiber. *GIDA* (2020) 45 (2) 290-298 doi: 10.15237/gida.GD19134

Bay Yılmaz, B., Pekmez, H. (2020). Quality characteristics and antioxidant properties of bread incorporated by black carrot (*Daucus carota* ssp. *Sativus* var. *Atrorubens* alef) fiber. *GIDA* (2020) 45 (2) 290-298 doi: 10.15237/gida.GD19134

ABSTRACT

The objectives of this study were to determine the quality and antioxidant properties of bread fortified with black carrot fiber (BCF) at five levels (0, 1.0, 2.5, 5.0 and 7.5% (w/w)). In order to determine the effects of BCF fortification on the properties of bread, the total phenolic content (TPC), antioxidant activity (AA), color, physical and sensorial characteristics were examined. TPC and AA of the bread incorporated by BCF increased regularly with increasing percentages of BCF. The physical properties, diameter, thickness and spread ratio of bread samples supplemented with 1.0 to 7.5% BCF were not significantly different from the control sample ($P>0.05$). According to the sensory evaluation, the bread containing 1.0 and 2.5% BCF were found to be the most acceptable. The results showed that the BCF fortification of bread is an alternative way to provide more attractive appearance and increase the phenolic content for a healthy diet.

Keywords: Bread, phenolic content, antioxidant activity, quality characteristics

SIYAH HAVUÇ (*DAUCUS CAROTA* SSP. *SATIVUS* VAR. *ATORRUBENS* ALEF) LİFİ İLE ZENGİNLEŞTİRİLMİŞ EKMEĞİN KALİTE VE ANTIOKSİDAN ÖZELLİKLERİ

ÖZ

Bu çalışmanın amacı, beş farklı oranda siyah havuç lifi (BCF) (% 0.0, 1.0, 2.5, 5.0 ve 7.5 (m/m)) ile takviye edilmiş ekmeğin kalite ve antioksidan özelliklerini belirlemektir. BCF ilavesinin, ekmeğin özellikleri üzerine etkilerini belirlemek için toplam fenolik içerik (TPC), antioksidan aktivite (AA), renk, fiziksel ve duyuşal özellikler incelenmiştir. BCF'nin dâhil olduğu ekmeğin TPC'si ve AA'sı, artan BCF oranı ile paralel olarak artmıştır. %1'den %7.5'a BCF eklenmiş ekmeğin fiziksel özellikleri, çapları, kalınlıkları ve yayılma oranları, kontrol örneklerinden önemli ölçüde farklı değildir ($P>0.05$). Duyuşal değerlendirmeye göre, %1 ve 2.5 BCF içeren ekmeğin, en kabul edilebilir bulunmuştur. Sonuçlar, BCF ile zenginleştirilmiş ekmeğin görsel olarak daha cazip ve sağlıklı beslenmek için fenolik içeriğini arttırmada alternatif bir yol olduğunu göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Ekmek, fenolik içerik, antioksidan aktivite, kalite özellikleri

* Corresponding author / Yazışmalardan sorumlu yazar

✉ pekmez@gantep.edu.tr

☎ (+90) 342 337 1137

☎ (+90) 342 337 1138

Betül Bay Yılmaz; ORCID no: 0000-0002-3817-7886

Hatice Pekmez; ORCID no: 0000-0003-3903-469X

INTRODUCTION

Phenolic compounds are secondary metabolites and present in plant derived foods and beverages. They have a large variety of structures, either simple molecules (e.g. vanillin, gallic acid, caffeic acid, ferulic acid), and polyphenols such as stilbenes, flavonoids, and polymers derived from these various groups. Some phenolic compounds are extremely widespread while the others are specific of certain plants. For example, anthocyanins, water-soluble coloring pigments, are the most abundant pigment in nature and impart a characteristic color ranging from blue to red (Cheynier, 2012). Nowadays, there has been a great interest in anthocyanins not only their colorant abilities and aesthetic value but also their rich bioactive compounds, and their potential role in reducing the risk of coronary heart disease, cancer and stroke (Bay Yilmaz *et al.*, 2018). Due to strong legal restrictions on synthetic coloring agents and together with the consumer demand for natural food, coloring agents which originating from plants has become popular in recent years (Giusti and Wrolstad, 2003). There are many foods which are rich sources of anthocyanins include fruits, grains and vegetables such as berries, grapes, plums, cherries, black rice, black carrots, purple sweet potatoes, and red cabbages (Fernandes *et al.*, 2013; Wiczkowski *et al.*, 2014). Black carrots (*Daucus carota* ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef), which are originated in Turkey, Afghanistan, Egypt, Pakistan, India, and the Far East (Kammerer *et al.*, 2003), have increasing popularity as a source of natural food colorants (Kammerer *et al.*, 2004). They also have a strong antioxidant activity because of high concentration of anthocyanin, i.e., 1750 mg/kg (fresh weight) especially acylated anthocyanins (Kirca and Özkan, 2006). According to the study of Zadernowski *et al.* (2010), 100 g fresh black carrot (11.35 g dry matter) has approximately 4.89 g reducing sugar, 7.95 g total sugar, 1.68 mg vitamin C, 0.19 g total acidity, 1.93 mg total carotenoids, 248.07 mg total phenolic compounds, and 44.25 mg anthocyanins, while 100 g dry black carrot has approximately 43.08 g reducing sugar, 70.04 g total sugar, 14.80 mg vitamin C, 1.67 g total acidity, 17.00 mg total

carotenoids, 2185.72 mg total phenolic compounds, and 389.91 mg anthocyanins.

Nowadays, the food producers have focused on increasing the nutritional value, providing dietary fiber and other healthy compounds in food products. Cereal based food products such as bread, biscuit, cake and cookie are consumed daily by the majority of the population (Ktenioudaki and Gallagher, 2012), and there are numerous study on these products' formulations to enhance the nutritional value by combining the cereal-fruit and/or cereal-vegetable food system due to high antioxidant status of cereal based products. Cereal products are high in protein content with respect to fruits and vegetables, whereas fruits and vegetables are high in bioactive compounds such as carotenoids, ascorbic acid and phenolic acids (anthocyanins, tannins). Therefore, the finished product of combined food system can be used in daily life as a healthy diet rich in proteins as well as phytochemicals (Francis and Phelps, 2003).

Bread which is the symbol of labor and abundance in all cuisines, is the most commonly consumed bakery product as the basic food stuff. It is cheap, filling, it is a source of energy and it meets a part of protein need (Pekmez and Bay Yilmaz, 2018). The nutritional quality of bread would be improved by adding additional components such as, mango, green tea, grape seed, turmeric powder etc. (Hayta *et al.*, 2014; Lim *et al.*, 2011; Lu *et al.*, 2010; Meral and Doğan 2013; Vergara-Valencia *et al.*, 2007). Moreover, in recent years, people show great interest into colored food products because of their having high charm. In this regard, there is a considerable interest to incorporate anthocyanin in food products such as jam, jellies, and dairy products like ice-cream and yoghurt. However, there are few investigations of bakery products fortified with anthocyanins (Bartl *et al.*, 2015; Sui *et al.*, 2015; Sui *et al.*, 2016; Song *et al.*, 2016; Turksoy *et al.*, 2011).

The aim of the present study is to evaluate the quality characteristics and antioxidant properties of bread fortified with BCF. In order to determine to what extent BCF fortification meets the

properties of the bread, the changes of total phenolics content, antioxidant activity, color, physical and sensorial characteristics of bread were examined in terms of the effect of BCF addition from 0 to 7.5% (w/w).

MATERIALS and METHODS

Materials

The commercial wheat flour, salt, yeast and black carrots (*Daucus carota* L. ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef.) were obtained from the local market. After the black carrot samples were washed in cold tap water, they were blended with 0.1 M citric acid (Merck) in a glass blender (8011ES MODEL HGB2WTS3, USA). The black carrot pomace which remains after the extraction of carrot was dried at 35°C in a forced-air oven for 24 h until 12% moisture content. Then, the dried sample was powdered using a laboratory mill (JXFM110 Lab Mill) to produce particles with a size 425 µm and they were stored in polyethylene bags and kept in fridge (+4°C) for further analysis. Blends of 0.0, 1.0, 2.5, 5.0 and 7.5% were prepared by

addition of the black carrot fiber (BCF) into bread dough.

Preparation of bread

The bread making formula consisted of different percentages of wheat flour/BCF blends 100/0, 99/1, 97.5/2.5, 95/5 and 92.5/7.5 (w/w) were designated as the control, 1.0%, 2.5%, 5.0% and 7.5% respectively. Instant dry yeast (4.0%), salt (1.5%), and water (the amount of water required to reach 500 Brabender Unit (BU) of consistency) were added to the formulations. All ingredients were mixed by using a professional mixer at speed 2 for 3 min. After mixing, the dough was rested for 10 min and divided into 150 g loaves. The dough was kneaded and molded by hand to obtain a desirable shape as the loaf of bread. The dough was put on the tray in a fermentation unit at 35°C and 85% relative humidity for 30 min. Fermented dough was baked at 220°C for 20 min according to the modified method (Gómez *et al.*, 2008). The picture of control and BCF fortified bread samples were presented in Figure 1.

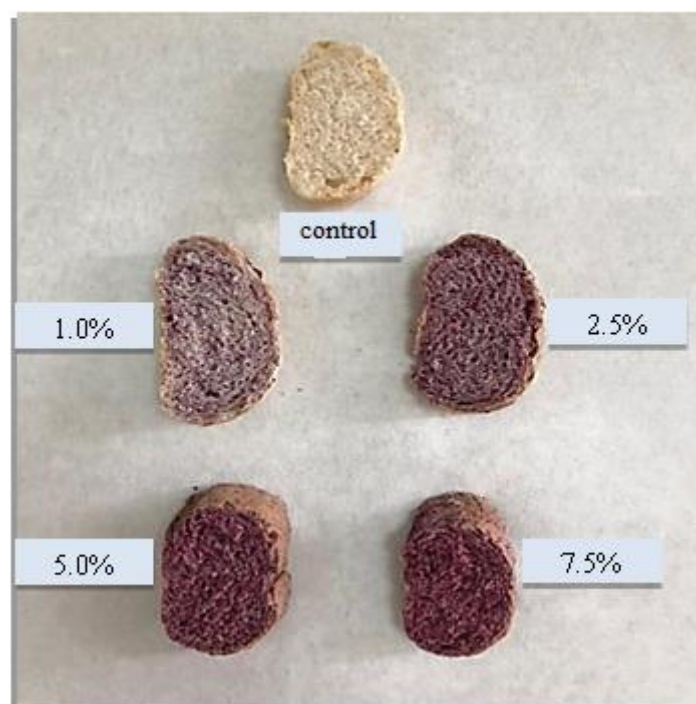


Fig. 1. Picture of control and different amounts of BCF fortified bread samples

Chemical analysis

The bread samples were extracted with acidified methanol (80%) solvent. 2 g of sample was mixed with 100 ml acidified methanol for 2 h at room temperature and then centrifuged. Supernatant was taken and used for the total phenolic content and antioxidant activity analysis.

Determination of total phenolic content

The TPC of control and different percentages of BCF added to bread samples were estimated by the Folin-Ciocalteu method by using gallic acid as standard according to the method of Al-Farsi and Lee, (2008). Briefly, 1 ml of extract was mixed with 1 ml of Folin-Ciocalteu's phenol reagent and allowed to react for 5 min. Then, 10 ml of 7% sodium carbonate solution (w/v) were added, and the final volume was made up to 25 ml with deionised water. After 1 h of reaction at room temperature, the absorbance at 750 nm was read using spectrophotometer. Measurements were calibrated to a standard curve of prepared gallic acid solution, and the TPC results were expressed as gallic acid equivalent (mg GAE/100 g).

Determination of antioxidant activity

The antioxidant activities were conducted according to the ferric reducing antioxidant power (FRAP) (Thaipong *et al.*, 2006) and 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) (Brand-Williams *et al.*, 1995) methods. The FRAP reagent was prepared by mixing of acetate buffer (0.3 M, pH 3.6), TPTZ (2,4,6-tripyridyl-s-triazine) solution and ferric (FeCl₃) solution at a ratio of 10:1:1 (v:v:v). 200 µl of the extracted sample was added to 1.8 ml of the freshly prepared FRAP solution and mixed before incubation at 37°C water bath for 10 min. At the end of incubation the absorbance of the mixture was measured at 593 nm.

The DPPH stock solution was prepared by dissolving 25 mg DPPH with 100 ml of methanol. 150 µl bread extracts were added to 2850 µl of the DPPH solution and the mixture was waited for 3 h in a dark cabinet. Then the absorbance of the mixture was measured at 517 nm. The results were expressed as AA (%) which is the percentage

inhibition of the DPPH radical and was determined by the following equation:

$$AA(\%) = \left[1 - \frac{Abs_{sample}}{Abs_{control}} \right] * 100 \quad (1)$$

Quality characteristics

Determination of physical properties

Diameter (W) and thickness (T) of control and BCF added whole bread samples were measured. The spread ratio (W/T) was calculated as physical property.

Measurement of color characteristics

L (brightness), a (redness) and b (yellowness) values of control and BCF added bread samples were measured using a HunterLab Colorflex, A60-1010-615 model colorimeter (Hunterlab, Reston, VA). The color at each point of samples was measured three times and the average of these measurement were calculated with standart deviations.

Evaluation of sensory properties

A 1-9 hedonic scale was used to evaluate the samples and panelists rated each sensory attribute between 1 point (dislike extremely), 5 point (neither like nor dislike) and 9 point (like extremely) (Lim *et al.*, 2011). After cooling of control and BCF added bread samples in room temperature, bread slices of 1.25 cm were prepared on white plates and defined with random three-digit number. The samples were evaluated in terms of crust color, crumb color, taste-flavor, odor, texture, appearance and overall acceptability.

Statistical analysis

Results were statistically analyzed with analyses of variance (One-Way ANOVA), followed by Duncan's test using SPSS, Version 16 (SPSS Inc., Chicago, IL). Statistical significance was indicated at a confidence level of 95%. The experiments were triplicated.

RESULTS AND DISCUSSION

Total phenolic content

Bread is one of the most popular food products all over the world. Food technologists and

scientists do numerous studies in order to improve the functional properties of cereal-fruit and/or cereal-vegetable combining system. The effect of enrichment of the cereal-based food products by natural antioxidant sources have been investigated in the previous studies (Hayta et al., 2014; Lim et al., 2011; Lu et al., 2010; Meral and Doğan 2013; Vergara-Valencia et al., 2007). Total phenolic contents of bread samples are given in Table 1. The total phenolic content which was 55.78 mg GAE/100 g for crust and 54.25 mg GAE/100 for crumb in the control sample

($P \leq 0.05$) increased significantly depending on the BCF addition, and these values, respectively, increased to 446.76 mg GAE/100 g and 493.29 mg GAE/100 g in the sample with the 7.5% substitution with BCF. The total phenolic content for both crust and crumb was not affected significantly by the addition of the BCF of 1.0% ($P > 0.05$). These results were in agreement with previous studies who found TPC of “black carrot range” between 350.5 mg GAE/100 g (Kaur and Kapoor, 2002) and 2536.25 mg FAE/100 g (Turksoy *et al.*, 2011).

Table 1. The total phenolic contents and antioxidant activity of bread samples fortified with different amounts of BCF

BC Fiber Level (%)	Bread portion	Total phenolics (mg GAE/100 g)	Ferric reducing/antioxidant power (FRAP) ($\mu\text{mol TE}/100\text{ g}$)	Antioxidant activity (% Inhibition)
0 (control)		55.78 \pm 6.50 ^d	23.26 \pm 3.95 ^d	46.08 \pm 0.21 ^c
1.0		152.62 \pm 7.09 ^d	39.12 \pm 16.25 ^c	54.50 \pm 0.23 ^b
2.5	crust	250.44 \pm 11.68 ^c	45.99 \pm 8.03 ^c	56.03 \pm 0.56 ^b
5.0		313.32 \pm 10.98 ^b	86.09 \pm 2.70 ^b	61.67 \pm 0.32 ^a
7.5		446.76 \pm 26.82 ^a	136.16 \pm 24.42 ^a	68.96 \pm 0.76 ^a
0 (control)		54.25 \pm 3.12 ^d	24.57 \pm 7.9 ^d	44.03 \pm 0.15 ^d
1.0		184.44 \pm 8.92 ^d	34.95 \pm 8.3 ^d	57.09 \pm 0.65 ^c
2.5	crumb	289.24 \pm 10.29 ^c	53.81 \pm 10.6 ^c	62.06 \pm 0.13 ^b
5.0		319.48 \pm 13.19 ^b	105.51 \pm 6.03 ^b	68.92 \pm 0.01 ^a
7.5		493.29 \pm 42.78 ^a	183.02 \pm 12.92 ^d	72.48 \pm 0.26 ^a

All data are the mean \pm SD of three replicates.

Mean in the same column with different letter differs significantly ($P \leq 0.05$)

In the literature there is no agreement on the effect of thermal processing conditions, baking, on phenolic contents and antioxidant activity of breads (Gelinas and McKinnon 2006; Kim *et al.*, 2006; Leenhardt *et al.*, 2006; Menga *et al.*, 2010). Gelinas and McKinnon (2006) reported that baking increased the phenolic compounds in bread samples. Alternatively, Kim *et al.* (2006) demonstrated that thermal processing might cause phenolic compound to degrade, and thus may lead to reduced antioxidant activity. It seems this variation was related to different extraction system, variety of the raw material used and geographic origin. There are also some investigations on a possible reduction in the phenolic content due to applied heat during

baking (Ajila *et al.*, 2008; Meral and Doğan, 2013; Turkmen *et al.*, 2005). On the other hand, in some studies on fruits and vegetables, it was reported that the TPC of processed fruit was slightly lower than the fresh fruit (Turksoy *et al.*, 2011), but in some studies it was noted that a considerable decrease occurred in the phenolic content during cooking (Ajila *et al.*, 2008; Sui *et al.*; 2015, Turkmen *et al.*; 2005, Turksoy *et al.*; 2011). However, despite the loss of phenolic compounds after baking, the total phenolic contents of the bread portions incorporated by BCF were observed approximately 8 times for crust and 9 times for crumb, compared to the control samples.

Antioxidant activity

The antioxidant activities of bread samples prepared with different substitution levels of BCF were analyzed using the FRAP and DPPH radical scavenging activity assays, and the results are given in Table 1. The antioxidant activities of bread increased significantly with increased BCF level. Control bread had the lowest antioxidant activity for both crust and crumb portions. As the proportion of black carrot addition increased, the antioxidant activity toward the DPPH radical also increased significantly for both bread portions ($P \leq 0.05$). Estimation of antioxidant activity revealed that 7.5% BCF supplemented crust sample had highest antioxidant activity (68.96%) followed by 5.0, 2.5, 1.0% BCF added and control samples. Similarly, 7.5% BCF supplemented crumb portion of bread had highest antioxidant activity (72.48%) followed by decreasing BCF supplementation and control. Similar results were obtained by other studies for rocket used in bread (Jdir *et al.*, 2017), black carrot flour added sponge cake (Song *et al.*, 2016), jamun enriched flat bread (Kapoor *et al.*, 2015) and black carrot fiber

incorporated cookies (Turksoy *et al.*, 2011). In the present study, the bread supplemented with BCF increased the antioxidant potential due to incorporation of phenolic compounds. The best antioxidant activity was observed when 7.5% BCF was added with radical inhibition up to 68.96% for crust and 72.48% for crumb.

Physical properties

The effect of the BCF addition at different ratios on the physical properties; diameter, thickness and spread ratio of bread are given in Table 2. The diameter (W), thickness (T) and spread ratio (W/T) values of the bread samples supplemented with 1 to 7.5% BCF were not significantly different from the control sample ($P > 0.05$). Although the high water absorption capacity of the BCF may have decreased the diameter and spread ratio of the bakery products due to increase the dough viscosity and limit the spread in other studies (Arshad *et al.*, 2007; Mc Watters *et al.*, 2003; Turksoy *et al.*, 2011), any significant change on the physical characteristics of bread was not observed in the present study.

Table 2. Effect of different amounts of BCF addition on the physical characteristics of bread samples

BC Fiber Level (%)	Diameter (W , mm)	Thickness (T , mm)	Spread ratio (W/T)
0 (control)	138.7±0.44 ^a	37.4±0.14 ^a	3.7±0.12 ^a
1.0	135.8±0.54 ^a	36.1±0.22 ^a	3.8±0.16 ^a
2.5	126.4±0.53 ^a	35.8±0.83 ^a	3.5±0.14 ^a
5.0	115.3±0.48 ^a	34.7±0.34 ^a	3.3±0.12 ^a
7.5	115.4±0.58 ^a	35.3±0.11 ^a	3.3±0.17 ^a

All data are the mean ± SD of three replicates.

Mean in the same column with different letter differs significantly ($P \leq 0.05$)

Color characteristics

The effect of the BCF on the color characteristics (L^* , a^* and b^*) of bread portions were analyzed and the results are shown in Table 3. The color of the bread changed from pale to dark brown-purple by addition of BCF due to the high anthocyanin content of the BCF both for the crust and the crumb depending on the BCF level addition (Turksoy *et al.*, 2011). The BCF addition into dough considerably decreased the “L” values of both the crust and the crumb of bread samples ($P \leq 0.05$). This means that the bread containing high levels of BCF has a darker color compared

to the control bread. The BCF addition decreased significantly the color parameter “b” for both bread portions. However, there is not a regular decrease when compared to the control samples ($P \leq 0.05$). Although the “a” values of the crust and crumb samples containing 1.0, 2.5, 5.0 and 7.5% of BCF are significantly high compared to the control sample. This phenomenon was attributable to the increasing of red color with increasing the percentage of BCF, leading to darker color. However, there is not a regular increase depending on the amount of the BCF. The most total color difference (ΔE) of crust was

observed for 7.5% BCF level, while the most total color difference of crumb was observed for 2.5% BCF fortification. Although the crust color is associated with Maillard and caramelization reactions, there is a regular significant increase for

total color difference of crust due to BCF level used ($P \leq 0.05$). However, irregular total color difference was observed for crumb portion of bread.

Table 3. Effect of different amounts of BCF addition on the color characteristics of bread samples

BC Fiber Level (%)	Bread portion	L value	a value	b value	ΔE
0 (control)		69.52±0.95 ^a	1.97±0.12 ^c	17.86±0.13 ^a	12.93±0.74 ^d
1.0	crust	50.58±0.15 ^b	7.19±0.41 ^d	10.29±0.59 ^b	21.74±0.13 ^b
2.5		44.56±0.13 ^c	9.47±0.03 ^b	8.04±0.49 ^c	13.98±0.30 ^d
5.0		42.17±0.34 ^d	8.92±0.13 ^c	9.06±0.015 ^c	18.88±0.07 ^c
7.5		40.58±0.36 ^e	10.36±0.06 ^a	11.27±0.29 ^b	27.84±0.54 ^a
0 (control)			70.96±0.39 ^a	0.21±0.07 ^e	13.42±0.36 ^a
1.0	crumb	56.39±0.62 ^b	7.26±0.13 ^d	3.85±0.26 ^b	23.40±0.27 ^b
2.5		49.16±0.87 ^c	11.78±0.45 ^c	1.34±0.08 ^d	49.47±0.68 ^e
5.0		44.13±0.12 ^d	17.18±0.04 ^b	1.42±0.06 ^d	42.62±0.78 ^d
7.5		38.55±0.31 ^e	18.86±0.10 ^a	1.90±0.03 ^c	34.31±0.29 ^c

All data are the mean ± SD of three replicates.

Mean in the same column with different letter differs significantly ($P \leq 0.05$)

Sensory properties

Data from the sensory evaluation of breads containing BCF are presented in Table 4. Sensory properties i.e. crust and crumb color, taste, odor, appearance and overall acceptability were affected positively by the fortification of BCF. Although the high-rate anthocyanins of BCF darkened the bread, crust color, crumb color, odor, texture and appearance are not significantly different from each other ($P > 0.05$). Similarly, the results for overall acceptability of bread samples containing 1.0% to 7.5% BCF levels are not different from control sample statistically ($P > 0.05$), for bread containing 7.5% the overall acceptability score was 6.4, on the other hand the score for bread

containing 1.0% and 2.5% were considerably greater (7.5 and 7.4 respectively). However, taste-flavor characteristic of bread had significant low scores for 5.0% and 7.5% BCF levels ($P \leq 0.05$). The bread containing 7.5% BCF had the lowest firmness likability score (6.4), which could be due to high dietary fiber content of black carrot negatively affecting the firmness of bread. According to the sensory evaluation the bread containing 1.0% and 2.5% BCF was found the most acceptable by the panelists. Consequently, bread fortification with BCF could provide an important balance between nutritional value and sensory quality for consumer preferences towards cereal products.

Table 4. Effect of different amounts of BCF addition on the sensory characteristics of bread samples

BC Fiber Level (%)	Crust color	Crumb color	Taste-flavor	Odor	Firmness	Appearance	Overall acceptability
0(control)	7.3±0.41 ^a	7.4±0.30 ^a	7.3±0.40 ^a	7.6±0.40 ^a	7.00±0.30 ^a	7.9±0.99 ^a	7.0±0.97 ^a
1.0	7.4±0.57 ^a	7.5±0.62 ^a	7.2±0.42 ^a	7.1±0.18 ^a	7.20±1.04 ^a	7.5±1.18 ^a	7.5±1.14 ^a
2.5	7.6±0.81 ^a	7.4±0.65 ^a	7.4±0.67 ^{ab}	6.7±0.50 ^a	6.8±0.60 ^a	7.6±0.58 ^a	7.4±0.58 ^a
5.0	7.5±0.71 ^a	7.3±0.76 ^a	6.4±0.75 ^b	6.7±0.40 ^a	6.6±1.30 ^a	7.40±0.65 ^a	6.9±0.66 ^a
7.5	6.9±0.27 ^a	6.5±0.27 ^a	5.9±0.67 ^b	6.4±0.43 ^a	6.4±1.11 ^a	7.10±0.72 ^a	6.4±0.48 ^a

All data are the mean ± SD of ten panelists.

Mean in the same column with different letter differs significantly ($P \leq 0.05$)

CONCLUSION

The present study showed that the BCF fortification of bread is a simple method to increase antioxidant and polyphenolic contents. It can be concluded that acceptable products can be prepared by incorporation of BCF at 1.0, 2.5, 5.0, 7.5% levels for bread production without affecting their physical properties. BCF also provides more attractive appearance for bread especially for children due to its brown-purple color. Sensory analysis showed that bread containing 1.0% had the greatest overall acceptability score. Therefore, BCF fortification could be an alternative way to produce functional bread for healthy diet. However, further analyses such as textural, rheological, dietary fiber content analyses and also flavor improvement studies are required for more acceptable bread samples.

REFERENCES

- Ajila, C.M., Leelavathi, K., Prasada Rao, U.J.S. (2008). Improvement of dietary fiber content and antioxidant properties in soft dough biscuits with the incorporation of mango peel powder. *J Cereal Sci*, 48, 319-326.
- Al-Farsi, M.A., Lee, C.Y. (2008). Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds. *Food Chem*, 108, 977-985.
- Arshad, M.U., Anjum, F.M., Zahoor, T. (2007). Nutritional assessment of cookies supplemented with defatted wheat germ. *Food Chem*, 102, 123-128.
- Bartl, P., Albrecht, A., Skrt, M., Tremlová, B., Ošťádalová, M., Šmejkal, K., Vovk, I., Ulrih, N.P. (2015). Anthocyanins in purple and blue wheat grains and in resulting bread: quantity, composition, and thermal stability. *Int J Food Sci Nutr*, 66, 514-519.
- Bay Yılmaz, B., Pekmez, H., Türker, N. (2018). Anthocyanin Enigma. International Conference on Raw Materials to Processed Foods, 11-13 April, Antalya, Turkey, 169 p.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E., Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Sci Technol*, 28, 25-30.
- Cheyrier, V. (2012). Phenolic compounds: from plants to foods. *Phytochem Rev*, 11, 153-177.
- Fernandes, I., Marques, F., de Freitas, V., Mateus, N. (2013). Antioxidant and antiproliferative properties of methylated metabolites of anthocyanins. *Food Chem*, 141, 2923-2933.
- Francis, D., Phelps, S.K. (2003). Fruit and vegetable juice powders add value to cereal products. *Cereal Food World*, 48, 244-246.
- Gelinas, P., McKinnon, C. (2006). Effect of wheat variety, farming site, and bread-baking on total phenolics. *Int J Food Sci Technol*, 41, 329-332.
- Giusti, M.M., Wrolstad, R.E. (2003). Cylated anthocyanins from edible sources and their applications in food systems. *Biochem. Eng J*, 14, 217-25.
- Gómez, M., Oliete, B., Caballero, P.A., Ronda, F., Blanco, C.A. (2008). Effect of nut paste enrichment on wheat dough rheology and bread volume. *Food Sci Technol Int*, 14, 57-65.
- Hayta, M., Özüğür, G., Etgü, H., Şeker, İ.T. (2014). Effect of grape (*Vitis Vinifera* L.) pomace on the quality, total phenolic content and anti-radical activity of bread. *J Food Process Pres*, 38, 980-986.
- Jdir, H., Jridi, M., Mabrouk, M., Ayadi, M.A., Nasri, M., Zouari, N., Fakhfakh, N. (2017). The Rocket, *Diplotaxis simplex*, as a Functional Ingredient: LC-ESI-MS Analysis and Its Effect on Antioxidant and Physical Properties of Bread. *J Food Nutr Res*, 5, 197-204.
- Kammerer, D., Carle, R., Schieber, A. (2003). Detection of peonidin and pelargonidin glycosides in black carrots (*Daucus carota* ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef.) by high-performance liquid chromatography/electrospray ionization mass spectrometry. *Rapid Commun Mass Spectrom*, 17, 2407-12.
- Kammerer, D., Carle, R., Schieber, A. (2004). Quantification of anthocyanins in black carrot extracts (*Daucus carota* ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef.) and evaluation of their color properties. *Eur Food Res Technol*, 219, 479-86.
- Kapoor, S., Ranote, P.S., Sharma, S. (2015). Antioxidant potentials and quality aspects of Jamun (*Syzygium cumini* L.) supplemented

- unleavened flat bread (*Indian chapatti*). *J Appl Nat Sci*, 7, 309-315.
- Kaur, C., Kapoor, H.C. (2002). Anti-oxidant activity and total phenolic content of some Asian vegetables. *Int J Food Sci Technol*, 37, 153-161.
- Kırca, A., Özkan, M., Cemeroglu, B. (2006). Stability of black carrot anthocyanins in various fruit juices and nectars. *Food Chem*, 97, 598-605.
- Kim, S.Y., Jeong, S.M., Park, W.P., Nam, K.C., Ahna, D.U., Lee, S.C. (2006). Effect of heating conditions of grape seeds on the antioxidant activity of grape seed extract. *Food Chem*, 97, 472-479.
- Ktenioudaki, A., Gallagher, E.. (2012). Recent advances in the development of high-fibre baked products. *Trends Food Sci Technol*, 28, 4-14.
- Leenhardt, F., Lyan, B., Rock, E., Boussard, A., Potus, J., Chanliaud, E., Remesy, C. (2006). Wheat lipoxygenase activity induces greater loss of carotenoids than vitamin E during breadmaking. *J Agric Food Chem*, 54, 1710-1715.
- Lim, H.S., Park, S.H., Ghafoor, K., Hwang, S.Y., Park, J. (2011). Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. *Food Chem*, 124, 1577-1582.
- Lu, T.M., Li, C.C., Mau, J.L., Lin, S.D. (2010). Quality and antioxidant property of green tea sponge cake. *Food Chem*, 119, 1090-1095.
- Menga, V., Fares, C., Troccoli, A., Cattivelli, L., Baiano, A. (2010). Effects of genotype, location and baking on the phenolic content and some antioxidant properties of cereal species. *Int J Food Sci Technol*, 45, 7-16.
- Meral, R., Doğan, İ.S. (2013). Grape seed as a functional food ingredient in bread-making. *Int J Food Sci Nutr*, 64, 372-379.
- McWatters, K.H., Ouedraogo, J.B., Resurrection, A.V.A., Hung, Y.C., Philips, R.D. (2003). Physical and sensory characteristics of sugar cookies containing mixtures of wheat, fonio (*Digitaria exilis*) and cowpea (*Vigna unguiculata*) flours. *Int J Food Sci Technol*, 38, 403-410.
- Pekmez, H., Bay Yilmaz, B. Properties of Gaziantep Pita. (2018). International Conference on Raw Materials to Processed Foods, 11-13 April, Antalya, Turkey, 161 p.
- Song, K.Y., Hyeonbin, O., Zhang, Y., Kim, Y.S. (2016). Quality characteristics and antioxidant properties of sponge cakes containing black carrot (*Daucus carota* ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef) flour. *Prog Nutr*, 18, 176-183.
- Sui, X., Yap, P.Y., Zhou, W. (2015). Anthocyanins during baking: their degradation kinetics and impacts on color and antioxidant capacity of bread. *Food Bioprocess Technol*, 8, 983-994.
- Sui, X., Zhang, Y., Zhou, W. (2016). Bread fortified with anthocyanin-rich extract from black rice as nutraceutical sources: Its quality attributes and in vitro digestibility. *Food Chem*, 196, 910-916.
- Thaipong, K., Boonprakob, U., Crosby, K., Cisneros-Zevallos, L., Byrne, D.H. (2006). Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. *J Food Compos Anal*, 19, 669-675.
- Turkmen, N., Sari, F., Velioglu, Y.S. (2005). The effect of cooking methods on total phenolics and antioxidant activity of selected green vegetables. *Food Chem*, 93, 713-718.
- Turksoy, S., Keskin, S., Ozkaya, B., Ozkaya, H. (2011). Effect of black carrot (*Daucus carota* L. ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef) fiber addition on the composition and quality characteristics of cookies. *J Food Agric Environ*, 9, 57-60.
- Vergara-Valencia, N., Granados-Perez, E., Agama-Acevedo, E., Tovar, J., Ruales, J., Bello-Perez, L.A. (2007). Fibre concentrate from mango fruit: Characterization, associated antioxidant capacity and application as a bakery product ingredient. *LWT-Food Science and Technol*, 40, 722-729.
- Wiczowski, W., Topolska, J., Honke, J. (2014). Anthocyanins profile and antioxidant capacity of red cabbages are influenced by genotype and vegetation period. *J Funct Foods*, 7, 201-211.
- Zadernowski, R., Pilat, B., Czaplicki, S., Ogrodowska, D. (2010). Characteristics of the black carrot (*Daucus carota* ssp. *sativus* var. *Atrorubens* Alef). *Pol J Natur Sci*, 25, 438-443.

ACI TAT ALGILANMA MEKANİZMASI, SÜT ÜRÜNLERİNDE PEPTİT KAYNAKLI ACILIĞIN GİDERİLMESİ VE GÜNCEL YAKLAŞIMLAR

Hacer Gürkan*, Ali Adnan Hayaloğlu

İnönü Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Malatya, Türkiye

Geliş / Received: 19.11.2019; Kabul / Accepted: 22.02.2020; Online baskı / Published online: 13.03.2020

Gürkan, H., Hayaloğlu, A.A. (2020). Acı tat algılanma mekanizması, süt ürünlerinde peptit kaynaklı acılığın giderilmesi ve güncel yaklaşımlar. *GIDA* (2020) 45(2) 299-314 doi: 10.15237/gida.GD19151

Gürkan, H., Hayaloğlu, A.A. (2020). Bitter taste perception mechanism, removal of bitterness caused by peptide in dairy products and current approaches. GIDA (2020) 45(2) 299-314 doi: 10.15237/gida.GD19151

ÖZ

Protein bakımından zengin gıdaların hidrolizasyona uğraması sonucu acı tattan sorumlu peptitler oluşabilmektedir. Acılık algısı, acı tat reseptörlerinin uyarılması ve sinir sistemi ile beyne gönderilen sinyalin yorumlanması ile oluşmaktadır. Süt ürünleri çoğu zaman acı peptitlerle karakterize edilmektedir. Yapılan çalışmalarda peynirde tanımlanan acı peptitlerin genellikle α_{s1} - ve β -kazein kaynaklı olduğu belirtilmiştir. Protein hidrolizatlarının acı tat yoğunluğu peptitin hidrofobisitesine, hidrofobik amino asit sayısına ve zincir uzunluğuna bağlı olarak değişmektedir. Peynirlerde olgunlaşmayı hızlandırırken, acı tat kusurlarının oluşumunu engellemek için son zamanlarda aminopeptidaz, karboksipeptidaz ve starter kültürle birlikte yardımcı kültürlerin yer aldığı metotlar kullanılmaktadır. Bu derlemede; acı peptitlerin oluşumu ve algılanma mekanizması açıklanmış ve acılık giderme yöntemleri ile ilgili güncel çalışmalar sunulmuştur.

Anahtar kelimeler: Acı peptit, kazein, starter kültür, proteoliz, kimozin.

BITTER TASTE PERCEPTION MECHANISM, REMOVAL OF BITTERNESS CAUSED BY PEPTIDE IN DAIRY PRODUCTS AND CURRENT APPROACHES

ABSTRACT

Peptides responsible for bitter taste may form, as a result of the hydrolysis of protein-rich foods. The perception of bitterness is formed by the stimulation of bitter taste receptors and the interpretation of the signal sent to the brain through the nervous system. Dairy products are often characterized by bitter peptides. In studies conducted, it has been stated that the bitter peptides identified in cheese are generally originated from α_{s1} - and β -casein. The bitter taste intensity of protein hydrolysates varies depending on the hydrophobicity of the peptide, the number of hydrophobic amino acids and its the chain length. While accelerating ripening in cheeses, methods including aminopeptidase, carboxypeptidase and adjunct cultures with starter culture have been used recently to prevent the formation of bitter taste defects. In this review; the formation and perception mechanism of bitter peptides has been explained and current studies on bitter removal methods have been presented.

Keywords: Bitter peptide, casein, starter culture, proteolysis, chymosin.

* Yazışmalardan sorumlu yazar/Corresponding author:

✉ hcgur@hotmail.com

☎ (+90) 422 377 4802

☎ (+90) 422 341 0046

Hacer Gürkan; ORCID no: 0000-0003-3529-5710

Ali Adnan Hayaloğlu; ORCID no: 0000-0002-4274-2729

GİRİŞ

Protein; karbon, hidrojen, oksijen, azot ve genellikle sülfür içeren peptit bağlantılarındaki amino asit kombinasyonlarından oluşan karmaşık bir organik yapı olarak tanımlanmaktadır (Dorian, 1978). Gıdalardaki proteinlerin en önemli fonksiyonu, gıda maddelerinin kendine özgü karakteristik yapısını sağlamak ve/veya stabilize etmektir (Foegeding ve Davis, 2011). Ayrıca gıda proteinleri, daha fonksiyonel veya besleyici ürünlere enzimatik dönüşüm için iyi bir substrat kaynağıdır (Aluko, 2017). Son zamanlarda tüketilen gıdaların sağlıklı yaşam sürdürmede etkili olduğu belirtilmiştir. Bu nedenle tüketicilerin besleyici gıda kaynaklarına taleplerini artırması, gıda bileşiminde bulunan proteinlerin türevi olan biyoaktif peptitlerin önemini artırmıştır (Mohan vd., 2015).

Biyoaktif peptitler, proteinlerin enzimatik proteolizi (gastrointestinal sindirim, proteolitik enzimler kullanılarak *in vitro* hidroliz) sırasında ve ayrıca gıda işleme (pişirme, fermentasyon, olgunlaşma) sırasında açığa çıkabilmektedir (Bhopale, 2016; Daliri vd., 2017). Biyoaktif peptitler hipertansiyon, diyabet, obezite ve hatta kanser gibi metabolik bozuklukların etkin bir şekilde yönetimi için ilaçlara karşı doğal terapötik alternatif olarak önerilmiştir. Protein hidrolizi, istenen fonksiyonel veya biyoaktif özelliklere sahip peptitler açığa çıkaracak şekilde düzenlenebilmekte, ancak aşırı ve kontrolsüz hidroliz sonucu arzu edilmeyen lezzette, acı tada sahip peptitler oluşabilmektedir (Aluko, 2017; Aryee vd., 2018; Meng vd., 2018). Normalde, proteinlerin tatsız olduğu kabul edilmekte (Solms, 1969) ancak, bazı enzimlerle proteolize uğraması sonucu açığa çıkan hidrolizatların acı tat verdiği belirtilmiştir (Aluko, 2017). Acı peptit oluşumunda kazein birincil derecede öneme sahiptir (Guigoz ve Solms, 1976). Bu nedenle acı peptitlerin, çoğunlukla süt ürünlerinden izole edildiği belirtilmektedir (Aluko, 2017).

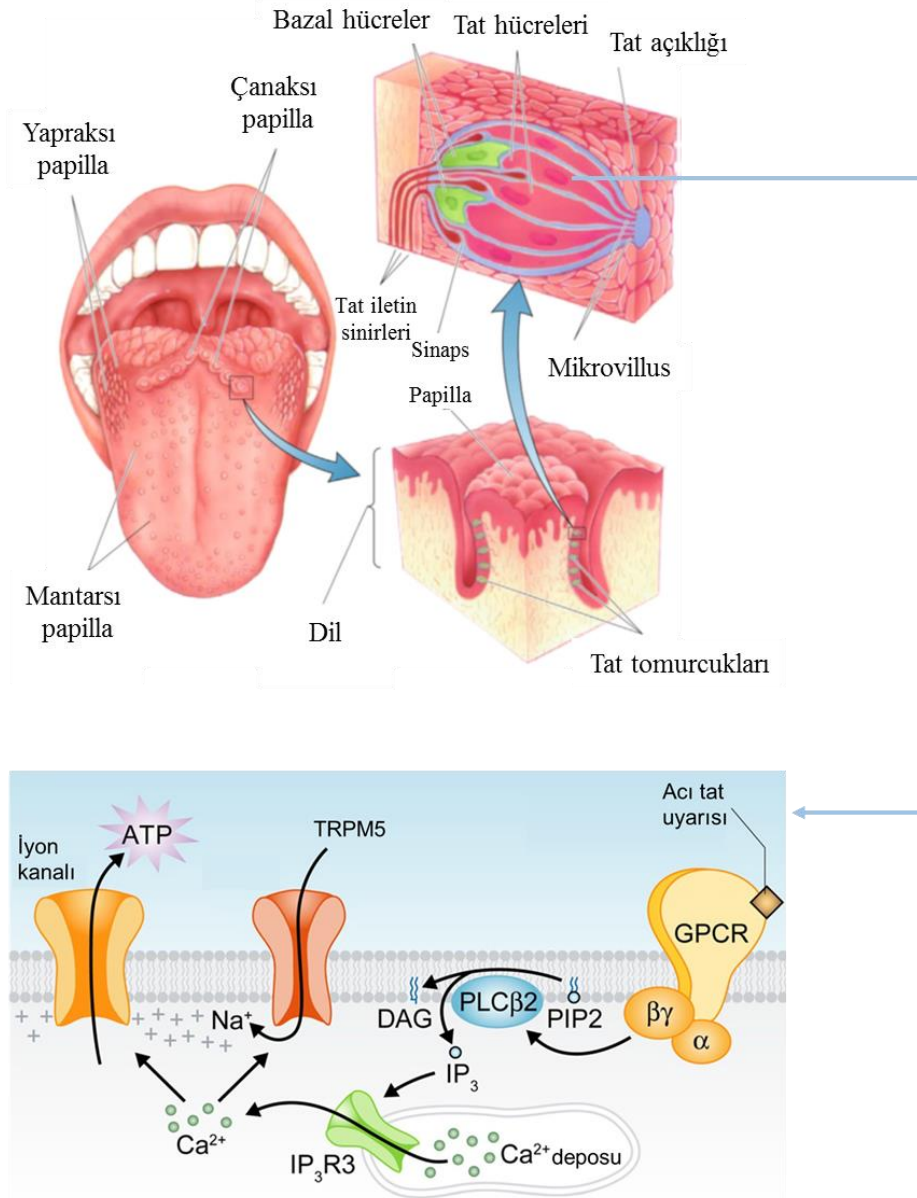
Bu derlemede; acı peptitlerin oluşumu ve algılanma mekanizması, acılık giderme yöntemleri ile süt ürünlerinde yapılan güncel acı peptitler ile ilgili çalışmalar sunulmuştur.

ACI TADIN ALGILANMA MEKANİZMASI

Gıda seçimini ve dolayısıyla beslenme durumunu ve sağlığı önemli derecede etkileyen tat algısı, bireyler arasında büyük ölçüde farklılık göstermektedir (Melis ve Barbarossa, 2017). Tat, dilin yüzeyinde ve ağız ile boğazın dile yakın bölgelerinde bulunan tat tomurcukları ile tat veren bileşiğin sudaki çözeltisinin teması geçmesi ile algılanmaktadır (Karadeniz, 2000). Dil yüzeyine dizilmiş durumda bulunan tat tomurcukları sayısı itibari ile yaş ilerlemesine bağlı olarak azalış göstermekte ve bu sayı bir insanda 4000 ile 9000 arasında değişebilmektedir (Batu, 2017). Tat tomurcukları, tat duyusuna aracılık eden reseptörler içeren dil yüzeyinde bulunan yapılardır (Vummaneni ve Nagpal, 2012). Her bir tat tomurcuğu 50-100 adet tat hücresi içermekte ve her bir hücrenin tepe noktasında tat reseptörleri yer almaktadır (Kazaz vd., 2019). Ancak insanlarda, tat tomurcuklarındaki TAS2R gen ailesinin 25 üyesi acı tat reseptörleri olarak işlev görebilmektedir. Tat algılama yapısı ve tat reseptörlerindeki acı tadın algılanma mekanizması Şekil 1'de gösterilmiştir. Acı tat veren bileşikler, dilin yan ve arka yüzeylerinde foliat ve sirkumvallat papilla içindeki reseptörlerle etkileşime girdiğinde algılanmaktadır (Kim vd., 2014; Fábrián vd., 2015). Acı tadın algılanması, acıyı ortaya çıkaran bileşiklerin tat reseptör hücrelerinin apikal yüzeyindeki tat gözeneginden çıkıntı yapan reseptörlere bağlandıklarında, G proteinine bağlı bir reseptör sınıfı olan GPCR'lerin aktivasyonuna ve ardından $G_{\beta\gamma}$ -alt ünitesinin $G_{\alpha\beta\gamma}$ -hetetrimetik reseptöründen serbest bırakılmasına yol açan kademeli bir sinyal iletimi oluşturduğunda meydana gelmektedir. $G_{\beta\gamma}$ -alt ünitesinin serbest bırakılması ile hücre içi inositol trifosfat (IP_3) ve diaçilgliserol (DAG) üreten fosfolipitler, fosfotidil inositol 4,5-bisfosfat (PIP_2)'ın parçalanmasına yol açan fosfolipaz C ($PLC-\beta_2$)'ı aktive etmektedir. Artan inositol-1,4,5- trifosfat (IP_3) seviyeleri, IP_3 reseptörlerini uyarır ve hücre içi Ca^{+2} depolarının salınımını tetiklemektedir. Buradan, geçici reseptör potansiyel katyon kanalının (TRPM5) aktivasyonu meydana gelmekte, bu da Na^+ akışına ve ardından reseptör hücre depolarizasyonuna neden olmaktadır. Elde edilen bu bilgi daha sonra

nörotransmitterlerin salgılandığı çıktı hücrelerine, yani adenosin trifosfat (ATP)'a iletilmektedir. Nörotransmitterlerin sinir liflerine salınması ile kimyasal sinyali beyindeki bilgi işlem merkezlerine taşıyan bir aksiyon potansiyeli oluşmaktadır. Buradan, beynin limbik sistemi sinyali yorumlamakta ve acı lezzetin kalitesi ve yoğunluğu bilişsel olarak algılanmaktadır (Gaudette ve Pickering, 2013). Sonuç olarak, tat reseptör

hücreleri, dilin yüzeyinde herhangi bir tat maddesi tarafından uyarıldığında tat hücresinin içi ve dışı arasındaki mevcut elektrik yükü değişmektedir. Bu değişim ise bir elektriksel sinir impulsu olarak sinirlere iletilerek beyne ulaştırılmakta ve beyinde tat duygusu oluşmaktadır (Müşoğlu ve Hayoğlu, 2005).



Şekil 1. Tat algılama yapısı ve mekanizması (Chaudhari ve Roper, 2010; Wu vd., 2014)

PEPTİT KAYNAKLI ACILIĞIN GİDERİLMESİ VE KONTROL YÖNTEMLERİ

Genellikle acılık giderme işlemine acılık veren peptitlerin seviyesini azaltıcı yöntemler ile yaklaşmıştır. Herhangi bir peptitin acılığını azaltmak için uygulanan yöntemlerden biri, enzimatik hidroliz ile üretilen protein hidrolizatının enzimler ile daha ileri derecede hidrolizidir. Bu işlem, oldukça etkili bir yöntem olmasına rağmen, ilave enzimlerin gerekliliği nedeniyle maliyetlidir. Ayrıca, ileri derece hidrolizasyona bağlı olarak ilk etapta oluşabilecek aktif peptitlerin özelliklerinin yanlışlıkla kaybolması riskini de taşımaktadır (Chakrabarti vd., 2018). Başka bir yöntem ise, acı peptitleri jel ayırma, alkol ekstraksiyonu, silika jel üzerinde kromatografi ve izoelektrik çökeltme gibi bir veya daha fazla teknik içeren kompleks bir karışımdan "elemek" olmuştur. Ancak bu yöntemlerin her birinin yararları olsa da, zaman ve masraf açısından ticari bir üretim programında yer bulamamıştır. Alternatif bir başka yaklaşım ise, çeşitli şekerler, tuzlar ve nükleotitler gibi tat değiştirici ajanların ilavesi yapılarak elemeyi denemek yerine, rahatsız edici tadı değiştirmek, modüle etmek veya maskeleyen olmuştur (Stepaniak, 2004; Chakrabarti vd., 2018). Acı tadın maskelenmesine katkıda bulunan yöntemlerden biri deaminasyon işlemidir. Bu işlem ile spesifik enzimler tarafından amino grupları uzaklaştırılmakta ve umami tat veren peptitlerin artışı söz konusu olmaktadır (Chakrabarti vd., 2018). Biyo-bazlı yöntemler arasında ise, özellikle aminopeptidazlar ve karboksipeptidazları kapsayan proteolitik enzimler ve acı peptitlerin hidrolizini gerçekleştirerek acı peptitlerin kısaltılmasını sağlayan proteinazlar içermektedir (Saha ve Hayashi, 2001). Peynirin olgunlaşma süresini kısaltmak ve acılık ile doku kusurlarını önlemek için, kademeli bir enzim salınımı gereklidir. Peynir matrisinde lipozom içeriğinin kademeli olarak serbest bırakılması, serbest enzimlerin neden olduğu acılığın önüne geçebilmektedir (Mohammadi vd., 2015).

Süt ürünlerindeki acılık, starter veya yardımcı mikrofloranın seçilmesiyle giderilebilmekte veya kontrol edilebilmektedir (Stepaniak, 2004). Laktik

asit bakterilerinin çoğunda ekzo-peptidaz aktivitenin tespit edilmiş ve bu mikroorganizmalar acı tadın giderilmesiyle ilişkilendirilmiştir (Widyastuti vd., 2014). *Lactobacillus bulgaricus* peynirde dipeptidaz aktivitesinin artışı sağlamakta ve bu aktiviteye bağlı olarak acı peptitlerin parçalanması sağlanmaktadır. Bu nedenle Cheddar peyniri ve diğer peynirlerde acı tadı azaltmak için mezofilik starterler ile *Lactobacillus bulgaricus* yardımcı kültür olarak eklenebilmektedir (Teixeria, 2014). Bazı *Lactobacillus* spp. türleri, özellikle *Lb. casei*, güçlü bir acılık giderme aktivitesindeki enzim sistemine sahip olan starter olmayan mikroorganizmalardır. Ayrıca *Pseudomonas fluorescens*'ten gelen proteinaz ve aminopeptidaz da acılık giderme aktivitesi gösterdiği belirtilmektedir (Stepaniak, 2004). Camembert tipi küflü peynirlerin olgunlaşması sırasında *Penicillium camemberti* ve *Geotrichum candidum* sinerjistik bir proteolitik aktivite göstermektedir. *P. camemberti*, acı tat veren hidrofobik peptitler üretme eğilimindedir, ancak *G. candidum*'un aminopeptidazları ile bu peptitler hidrolize uğramakta ve acı tat azalabilmektedir (Desmaures, 2014; Grygier vd., 2017; Krisch vd., 2015). Proline özü endo ve ekzo-peptidazlar, peynirin olgunlaştırılmasında ya da acılığın giderilmesinde ya prolin içeren genellikle acı olan peptitlerin parçalanması ya da prolin çıkarılarak peptitlerin diğer peptidazların etkisine erişilebilir olmasını sağlaması ile önemli rol oynamaktadır. Prolin içeren dipeptitler acı tat vermektedir. PepN, PepP ve PepX tipleri olan aminopeptidazlar ve karboksipeptidazlar süt proteini hidrolizatları, peynirler ve enzimle modifiye edilmiş peynirler için etkili bir acılık giderme maddesi olarak kabul edilmektedir (Stepaniak, 2004). Üretim aşamasında uygulanan işlemler de ürünün acı tadı üzerinde etki göstermektedir. Isıtma ve dondurma/çözündürme işlemleri *Lactobacillus helveticus* CNRZ 32'un hücre içi peptidazlarının hızlı bir şekilde salınımına yol açar ve böylece peynir ortamına geçen bu enzimler acı peptitlerin giderilmesinde katkıda bulunabilmektedir (Yarlagadda, 2014).

Hücre dışı proteinaz acı tattaki α_1 -kazein f1-9 ve β -kazein f193–209'i, hücre içi aminopeptidaz ise

sentetik acı peptitleri degradasyona uğratabilmektedir (Stepaniak, 2004; Yarlagadda, 2014; Widyastuti vd., 2014). Peynir olgunlaşması sırasında, peptidazlar sekonder proteolizden, yani plazmin veya kimoziin tarafından açığa çıkan peptitlerin parçalanmasından, acılık gidermeden ve serbest amino asitlerin üretilmesinden sorumlu tutulmaktadır (Stepaniak, 2004). Sığır pankreasından elde edilen bir ekzopeptidaz olan karboksipeptidaz A, peptit zincirinin C-terminal uçlarındaki hidrofobik amino asitleri uzaklaştırarak acılığı gidermektedir. Bu enzim, protein bileşenleri hidrofobik amino asitler bakımından zengin olan süt endüstrisinde, acılığın giderilmesinde önem arz etmektedir (Cacicedo vd., 2019). Peynir üretiminde kullanılan deve kimoziininin α - ve β -kazeinleri hidrolize edebilmesi ve α_{s1} -kazeindeki Leu₁₉₂-Tyr₁₉₃ bağıını parçalaması ve β -kazein kaynaklı f193-209 fragmanını açığa çıkarması sonucu peynirde acı tat oluşumu söz konusu olabilmektedir. Ancak süt pıhtılaşma aktivitesinin genel proteolitik aktiviteye oranı bakımından deve kimoziininin sığır kimoziinine göre daha yüksek olduğu belirtilmiştir. Böylece peynir üretiminde daha düşük dozda deve kimoziini kullanımı mümkün olabilmektedir. Deve kimoziininin kullanımıyla daha sert yapıda ve daha az acılıkta peynirlerin üretildiği saptanmıştır. Bu nedenle acı tat kusuru meydana gelmeden peynir üretimi için sığır kimoziini yerine deve kimoziininin kullanımı önerilmiştir (Ghnimi ve Kamal-Eldin, 2015; Børsting vd., 2014). Ayrıca sprey kurutma yoluyla peynir altı suyu protein hidrolizatının sodyum aljinat karışımıyla mikrokapsüllemesi ile acılığın giderilmesi mümkün olabilmektedir (Ma vd., 2014). Favaro-Trindade vd. (2010), püskürtmeli kurutma işleminin peptitlerin sudaki çözünürlüklerini düşürücü etkide bulunduğunu ve bu durumun da acı tadın maskelenmesine neden olduğunu belirtmiştir. Son zamanlarda yapılan bir araştırma, sığır proteini hidrolizatlarından spesifik peptitlerin acı tat reseptörü T2R4'ü bloke edebileceğini ve sadece acıyı maskeleyen yerine acı tat algısını doğrudan engelleyebildiğini göstermiştir (Chakrabarti vd., 2018).

SÜT ÜRÜNLERİNDE YAPILAN GÜNCEL ACI PEPTİT ÇALIŞMALARI

Acılık, dilin arkasına doğru algılanan bir tat hissidir ve peynir, fermente sütler ve kazein hidrolizatları dahil süt ürünleri ile ilişkili bir tat kusurudur. Peynirdeki birçok bileşik, acı bir tada sahip olmasına rağmen peynirdeki acı tat kusurunun, aşırı hidrofobik peptitlerin birikmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Süt ürünlerinde tanımlanan peptitler ve bu peptitlere ilişkin bazı özellikler Çizelge 1'de verilmiştir. Bir peptitin acılığı, ortalama hidrofobisiteye bağlı olduğu gibi hidrofobik amino asit kalıntılarının peptit zinciri boyunca dağılımına da bağlıdır. Kazeinlerin, nispeten hidrofobik proteinler oldukları göz önüne alındığında bu durum peynir için önem arz etmektedir. Acılık, genellikle kısa zincirli hidrofobik peptitler ile ilişkilendirilmektedir. Nispeten hidrofobik olsalar bile, daha büyük peptitler aynı hidrofobisite değerindeki kısa bir peptitten daha az acı olarak algılanmaktadır. Ayrıca ekzopeptidazların etkisiyle kısa zincirli peptitin amino asitlerine parçalanması acı şiddetini azaltmaktadır (McSweeney, 2007; Briand ve Salles; 2016). Peynirdeki acı tat kusuru, hidrofobik kısa peptitlerin ya aşırı üretimi ya da peptidaz aktivitesinin yetersizliğinden dolayı yeterli degradasyon olmaması sonucu yüksek konsantrasyonda birikmesi nedeniyle ortaya çıkmaktadır (McSweeney, 2007). Starter kültürlerin süt üretimindeki önemli rollerinden biri, pıhtılaştırıcı tarafından üretilen peptitleri, küçük peptitlere ve amino asitlere parçalamasıdır. Bununla birlikte, proteolitik enzimlerin birçoğu hücre içi pozisyonda olduğundan, starter kültürlerin hücrelerinin lize uğraması ile peynir matrisine özellikle peptidazların ve amino asit parçalayan enzimlerden oluşan hücre içi enzimlerin salınımı söz konusu olmakta ve bu durum hem protein degradasyonu hem de acılığın kontrolü için önem arz etmektedir (Thierry vd., 2015; Altieri vd., 2017).

Çizelge 1. Süt ürünlerinde belirlenen acı peptitler

İzole edildiği kaynak	Acı peptit kaynağı	Pozisyonu	Dizilimi	Hidrofobisite (cal/res)	Referans
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f1-7	Arg-Pro-Lys-His-Pro-Ile-Lys	1771.0	Lee vd., 1996
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f1-9	Arg-Pro-Lys-His-Pro-Ile-Lys-His-Gln		Broadbent vd., 2002
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f1-13	Arg-Pro-Lys-His-Pro-Ile-Lys-His-Gln-Gly-Leu-Pro-Gln	1363.0	Lee vd., 1996
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f11-14	Leu-Pro-Gln-Glu	1367.0	Lee vd., 1996
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f14-17	Glu-Val-Leu-Asn	1162.5	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f17-21	Asn-Glu-Asn-Leu-Leu	1074.0	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f26-32	Ala-Pro-Phe-Pro-Glu-Val-Phe	1930.0	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f26-33	Ala-Pro-Phe-Pro-Glu-Val-Phe-Gly	1688.75	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	α_{s1} -kazein	f94-100	Tyr-Leu-Glu-Gln-Leu-Leu-Arg	1615.7	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	α_{s2} -kazein	f191-197	Lys-Pro-Trp-Ile-Gln-Pro-Lys	2010.0	Lee vd., 1996
Cheddar peyniri	β -casein	f8-16	Val-Pro-Gly-Glu-Ile-Val-Glu-Ser-Leu	1390.0	Lee vd., 1996
Cheddar peyniri	β -casein	f46-65	Gln-Asp-Lys-Ile-His-Pro-Phe-Ala-Gln-Thr-Gln-Ser-Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Gln-Asp-Lys-Ile-His-Pro-Phe-Ala-Gln-Thr-Gln-Ser-Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro	1459.0	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	β -casein	f46-67	Gln-Asp-Lys-Ile-His-Pro-Phe-Ala-Gln-Thr-Gln-Ser-Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro	1580.45	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	β -casein	f46-84	Gln-Asp-Lys-Ile-His-Pro-Phe-Ala-Gln-Thr-Gln-Ser-Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro-Asn-Ser-Leu-Pro-Gln-Asn-Ile-Pro-Pro-Leu-Thr-Gln-Thr-Pro-Val-Val-Val-Met-Ala-Pro-Lys-His-Lys-Glu-Met-Pro-Phe-Pro-Lys-Tyr-Pro-Val-Glu-Pro-Phe	1508.5	Lemieux ve Simard, 1992
Cheddar peyniri	β -casein	f102-119	Ala-Pro-His-Gly-Lys-Glu-Met-Pro-Phe-Pro-Lys-Tyr-Pro-Val-Glu-Pro-Phe		Karametsi vd., 2014
Cheddar peyniri	β -casein	f103-119	Ala-Pro-His-Gly-Lys-Glu-Met-Pro-Phe-Pro-Lys-Tyr-Pro-Val-Glu-Pro-Phe		Karametsi vd., 2014
Cheddar peyniri	β -casein	f109-119	Met-Pro-Phe-Pro-Lys-Tyr-Pro-Val-Glu-Pro-Phe		Karametsi vd., 2014
Cheddar peyniri	β -casein	f193-207	Tyr-Gln-Glu-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile		Karametsi vd., 2014
Cheddar peyniri	β -casein	f193-209	Tyr-Gln-Gln-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile-Val		Broadbent vd., 2002
Cheddar peyniri	β -casein	f199-209	Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile-Val		Karametsi vd., 2014

Acı peptit oluşumunu azaltma yöntemleri

Çizelge 1. devam

İzole edildiği kaynak	Acı peptit kaynağı	Pozisyonu	Dizilimi	Hidrofobisite (cal/res)	Referans
Gouda	β -casein	f58-68	Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-His-Asn	1905.0	Toelstede ve Hofmann, 2008
Gouda	β -casein	f60-69	Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-His-Asn-Ser	1688.0	Toelstede ve Hofmann, 2008
Gouda	β -casein	f60-68	Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-His-Asn	1871.0	Toelstede ve Hofmann, 2008
Gouda	β -casein	f84-89	Val-Pro-Pro-Phe-Leu-Gln	1983.3	Lemieux ve Simard, 1992
Gouda	β -casein	f193-207	Tyr-Gln-Gln-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile	1686.7	Lemieux ve Simard, 1992
Gouda	β -casein	f193-208	Tyr-Gln-Gln-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile	1766.9	Lemieux ve Simard, 1992
Gouda	β -casein	f193-209	Tyr-Gln-Gln-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile-Val	1762.4	Lemieux ve Simard, 1992
Gouda	β -casein	f193-209	Tyr-Gln-Gln-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile-Val	1762.0	Toelstede ve Hofmann, 2008
Gouda			Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro-Asn-Ser	1900.0	Toelstede ve Hofmann, 2008
Alpkäse (İsviçre dağ peyniri)	α_{s1} -kazein	f198-199	Leu-Trp	2710.0	Lemieux ve Simard, 1992
Butterkäse	β -casein	f61-69	Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro-Asn-Ser	1792.2	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	α_{s1} -kazein	f19-32	Pro-Gln-Val-Phe	1715.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	α_{s1} -kazein	f21-23	Leu-Arg-Phe	1933.3	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	α_{s1} -kazein	f92-99	Leu-Gly-Tyr-Leu-Glu-Gln-Leu-Leu	1625.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	α_{s1} -kazein	f99-101	Leu-Arg-Leu	1856.7	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	α_{s1} -kazein	f143-149	Ala-Tyr-Phe-Tyr-Pro-Glu-Leu	2101.4	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	α_{s1} -kazein	f167-179	Val-Pro-Leu-Gly-Thr-Gln-Tyr-Thr-Asp-Ala-Pro-Ser-Phe	1304.6	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	β -casein	f103-105	Ala-Pro-Lys	1616.7	Lemieux ve Simard, 1992

Çizelge 1. devam

İzole edildiği kaynak	Acı peptit kaynağı	Pozisyonu	Dizilimi	Hidrofobisite (cal/res)	Referans
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	β -casein	f128-139	Thr-Asp-Val-Glu-Asn-Leu-His-Leu-Pro-Pro-Leu-Leu	1552.5	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	β -casein	f190-192	Phe-Leu-Leu	2496.7	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası	β -casein	f203-208	Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile	2305.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Peynir mayası-Tripsin	β -casein	f203-209	Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile-Val	2217.1	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Tripsin	α_{s1} -kazein	f23-34	Phe-Phe-Val-Ala-Pro-Phe-Pro-Glu-Val-Phe-Gly-Lys	1833.3	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Tripsin	α_{s1} -kazein	f91-100	Tyr-Leu-Gly-Tyr-Leu-Glu-Gln-Leu-Leu-Arg	1660.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Tripsin	α_{s1} -kazein	f95-99	Leu-Glu-Gln-Leu-Leu	1542.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Tripsin	α_{s1} -kazein	f145-151	Phe-Tyr-Pro-Glu-Leu-Phe-Arg	2070.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Tripsin	α_{s2} -kazein	f174-181	Phe-Ala-Leu-Pro-Gln-Tyr-Leu-Lys	1888.75	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Tripsin	β -casein	f49-68	Ile-His-Pro-Phe-Ala-Gln-Thr-Gln-Ser-Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro-Asn	1.61-1.53*	Bumberger ve Belitz, 1993
Kazein hidrolizatı/Tripsin	β -casein	f49-97	Ile-His-Pro-Phe-Ala-Gln-Thr-Gln-Ser-Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro-Asn-Ser-Leu-Pro-Gln-Asn-Ile-Pro-Pro-Leu-Thr-Gln-Thr-Pro-Val-Val-Val-Pro-Pro-Phe-Leu-Gln-Pro-Glu-Val-Met-Gly-Val-Ser-Lys	1.57-1.43*	Bumberger ve Belitz, 1993
Kazein hidrolizatı/Tripsin	β -casein	f191-202	Leu-Leu-Tyr-Gln-Gln-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg	1.60-1.40*	Bumberger ve Belitz, 1993
Kazein hidrolizatı/Tripsin	β -casein	f203-209	Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile-Val	2.15-2.21*	Bumberger ve Belitz, 1993
Kazein hidrolizatı/Kimotripsin	α_{s1} -kazein	f145-148	Phe-Tyr-Pro-Glu	2172.5	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Kimotripsin	α_{s1} -kazein	f145-150	Phe-Tyr-Pro-Glu-Leu-Phe	2293.3	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Kimotripsin	α_{s1} -kazein	f149-150	Leu-Phe	2535.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Kimotripsin	α_{s2} -kazein		Val-Glu-Val-Phe-Ala-Pro-Pro-Phe	1900.0	Lemieux ve Simard, 1992

Çizelge 1. devam

İzole edildiği kaynak	Acı peptit kaynağı	Pozisyonu	Dizilimi	Hidrofobisite (cal/res)	Referans
Kazein hidrolizatı/Mikrobiyal proteinaz	α_2 -kazein		Leu-Val-Pro-Arg-Tyr-Phe-Gly---		Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Mikrobiyal proteinaz	α_2 -kazein		Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Pro-Gly-Ile-Asn-His	1853.0	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Mikrobiyal proteinaz	β -casein	f167-175	Gln-Ser-Lys-Val-Leu-Pro-Val-Pro-Gln	1375.6	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Mikrobiyal proteinaz	β -casein	f176-182	Lys-Ala-Val-Pro-Tyr-Pro-Gln	1704.3	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Mikrobiyal proteinaz	β -casein	f183-193	Arg-Asp-Met-Pro-Ile-Gln-Ala-Phe-Leu-Leu-Tyr	1740.9	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Mikrobiyal proteinaz	β -casein	f194-207	Gln-Gln-Pro-Val-Leu-Gly-Pro-Val-Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile	1602.1	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Mikrobiyal proteinaz	β -casein	f202-209	Arg-Gly-Pro-Phe-Pro-Ile-Ile-Val	2031.25	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Papain	β -casein	f53-79	Ala-Gln-Thr-Gm-Ser-Leu-Val-Tyr-Pro-Phe-Pro-Gly-Pro-Ile-Pro-Asn-Ser-Leu-Pro-Gln-Asn-Ile-Pro-Pro-Leu-Thr-Gln		Clegg vd., 1974
Kazein hidrolizatı/Pronaz	α_2 -kazein		Glu ₂ , Pro ₃ , Val ₁ , Leu ₁ , Tyr ₄ , Phe ₁	2266.7	Lemieux ve Simard, 1992
Kazein hidrolizatı/Pronaz	α_2 -kazein		Glu ₄ , Pro ₂ , Tyr ₂ , Phe ₂	1848.0	Lemieux ve Simard, 1992
Peynir altı suyu proteini hidrolizat	β -lactoglobulin		Tyr-Gly-Leu-Phe		Liu vd., 2014
Peynir altı suyu proteini hidrolizat	Serum albumin		Ile-Pro-Ala-Val-Phe		Liu vd., 2014
Peynir altı suyu proteini hidrolizat	β -casein		Leu-Leu-Phe		Liu vd., 2014

*Peptit diziliminin hidrofobisite birimi kcal/mol cinsinden belirtilmiştir.

Peptitlerin tadı yapılarına ve fizikokimyasal özelliklerine bağlıdır. Acı tattaki peptitler, çok sayıda acı tatta amino asit içermektedir. Peynirde acı peptitler kazein parçalanmasından meydana gelmekte ve disiklo piperazinleri olarak isimlendirilen siklik dipeptitler, lineer homologlarından daha acı algılanmaktadır (Guichard ve Salles, 2016). Acı bileşiklerin proteoliz yoluyla oluşumu dinamik bir işlemdir ve tek bir parametreye yorumlanması doğru bir yaklaşım değildir. Acı bileşikler genellikle β -kazeinin hidrolize uğraması ile açığa çıkan 3-15 amino asit içeren hidrofobik peptitler olup süt

ürünlerindeki acılık, trikloroasetik asitte çözünür azot miktarındaki artışla ilişkilendirilebilir. Acı peptitler genellikle izolösin, lösin, tirozin, valin, triptofan ve fenilalanin ve özellikle prolin varlığı ile karakterize edilmiştir. Ayrıca, bu hidrofobik peptitlerin daha küçük peptitlere ve serbest amino asitlere esas olarak ekzopeptidaz etkisiyle hidrolize edilmesiyle fosfotungustik asitte çözünür azot miktarında artış olduğu ve acılığın azaldığı belirtilmiştir (Bas vd., 2019).

Sütte bulunan plazmin, yoğurttaki kazeinleri hidrolize ederek acı peptitlerin oluşumuna neden

olmaktadır. Süt proteini konsantresi ile takviye edilen yoğurdun acılığı, laktozsuz yoğurt starter bakterilerinin proteolitik aktivitesi ile bağlantılı olabilir (Jørgensen vd., 2019). Orta Doğu beslenmesine özgü süt ürünü olan Kishk yardımıyla üretilen yarı sert peynirde kullanılan rennetin, starter proteinazlar tarafından küçük acı peptitlere indirgenecek olan uzun peptitlerin üretiminden sorumlu olduğu ifade edilmiştir. Ayrıca bu peynirde acılık kaynağının hidrofobik peptitler ve acı tattan (metiyonin, fenilalanin ve lösin) sorumlu serbest amino asitleri içeren proteoliz türevli ürünler olduğu belirtilmiştir (Hajj vd, 2019).

Peynir üretiminde kullanılan tuzun işlevlerinden biri, proteinlerin acı peptitlere doğru parçalanma aktivitesini inhibe etmesidir. İsrail'de yaygın olarak üretilen taze ve yarı sert Tzfat peyniri ile ilgili yapılan bir çalışmada sodyum içeriğini azaltmak için tuz ikame edici karışımlar kullanılmıştır. Çalışma sonunda tuz içeriği azaltılmamış ile sodyum ve potasyum karışımlarının kullanımıyla toplam sodyum içeriğinin %50'sinin azaltılması ile elde edilen peynirlerin acılıkları aynı seviyede bulunmuştur (Carmi ve Benjamin, 2017). Ancak başka bir çalışmada enzimatik pıhtılaşma ile elde edilen Brezilya'ya özgü ticari Prato peynirlerinde yüksek tuz konsantrasyonu ile acı tattaki peptit (m/z 1536, a_{s1} -kazein f1-13) miktarı arasında bir ilişki bulunmuştur. Çalışmada yüksek tuz içeriğinin *Lactococcus lactis* subsp. *lactis* ve *Lactococcus lactis* subsp. *cremoris*'in gelişimini inhibe ettiğini ve düşük hidrolizasyona bağlı olarak bu acı peptitin biriktiği kanısına varılmıştır (Baptista vd., 2017). Nuñez vd. (2020), tuz konsantrasyonunun azalmasının β -kazein (f1-189 / 192) hidrofobik acı peptit oluşumunun artmasına neden olduğunu belirtmiştir.

Gouda peynirindeki acı peptitler olarak tanımlanan birçok peptit, genellikle β -kazeinden (193-209) ve özellikle N-terminal β -kazein (57-69) fragmanından kaynaklanabilmektedir. Gouda peynirindeki peptitler peynirin acılık algısında önemli bir rol oynamaktadır. Peynir lezzetinin gelişiminde yardımcı kültürlerin etkinliği suşa özgüdür ve starter kültüre ait hücre içi enzimlerin peynir ortamına salınımında yardımcı kültür

seçiminin önemli bir etkisi bulunmaktadır (Yarlagadda vd., 2014). Peynirdeki kalıntı kimozinin etkisiyle β -kazeinin Leu₁₉₂-Tyr₁₉₃ bağının parçalanmasıyla β -kazein (f193-209) peptiti oluşmaktadır. Toplam 17 amino asidin 13'ünün hidrofobik amino asitten oluştuğu bu peptitin birikmesi olgunlaşmış peynirlerdeki acı tat ile ilişkilendirilmiştir. Bu peptitin [β -kazein (f193-209); m/z 1881] 60 günlük olgunlaşma sırasında hem kontrol peynirinde hem de yardımcı kültür olarak *Lactobacillus helveticus* LH-B02'nin kullanıldığı peynirde yüksek konsantrasyonda bulunması *L. helveticus*'un proteolitik sisteminin bu peptitin yoğunluğunu azaltmadığı sonucuna varılmıştır (Baptista, 2018). Yardımcı kültür olarak *Lactobacillus paracasei* subsp. *paracasei*'nin de olduğu starter kültür içeren Manchego peynirinin ticari starter kültür ile üretilen peynire göre proteoliz seviyesi daha yüksek bulunmuştur. Ancak ticari kültür kullanılmadan üretilen çiğ süt peyniri olgunlaşma sırasında daha yüksek bir proteolitik faaliyet göstermekte ve bunun bir sonucu olarak acı peptitler meydana gelmektedir. Bu nedenle çiğ süt peynirinin daha yüksek bir acı tat değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Acı tat kusuru meydana gelmeden endüstriyel Manchego peyniri üretiminde *Lactobacillus paracasei* subsp. *paracasei*'nin yardımcı kültür olarak kullanımı mümkündür (Poveda ve Cabezas, 2015).

UHT sütte (<0.2 sn için >150 °C) 20 °C'de 14 haftalık depolama süresince acı peptit oluşumunun gözlemlendiği bir çalışmada plazmin aktivitesine bağlı olarak a_{s1} - ve β -kazein kaynaklı 23'ü potansiyel acı tatta olmak üzere toplam 66 peptit tanımlanmıştır. UHT sütte acılığın büyük olasılıkla a_{s1} - ile a_{s2} -kazeinden meydana gelen peptitlerden kaynaklanabileceği belirtilmiştir (Rauh vd., 2014). Depolama koşullarının hidrolize-laktoz UHT sütünün raf ömrü üzerindeki etkisinin incelendiği bir çalışmada oda sıcaklığında yedi aylık bir depolama süresi boyunca sütte peptit ve amino asit seviyelerinin arttığı tespit edilmiştir. Enzimatik (laktoz hidrolizinde kullanılan enzimin proteolitik yan aktivitesi) veya enzimatik olmayan yollarla (ısı ve depolama indüksiyonu) açığa çıkan peptitlerin miktarının artmasına bağlı olarak UHT sütte zaman içinde önemli ölçüde acılık yoğunluğu

artmıştır. Hidrofobisite değeri 1400 kal/mol'den yüksek olan peptitler potansiyel olarak acı peptitlerdir ve bu peptitlerin miktarları 86 ile 116 depolama günlerinde artmıştır. Sütteki acı tadın β -kazein ve a_{s1} -kazein hidrofobik bölgelerinden türetilmiş potansiyel acı peptitlerden kaynaklanabileceği ve süt proteinlerinin proteolizinin, esas olarak, kullanılan laktaz preparasyonundaki kalıntı proteolitik aktiviteden kaynaklandığı ileri sürülmektedir (Nielsen vd., 2017).

Peynirdeki enzimatik veya mikrobiyal kaynaklı kusurlar yüksek basınç uygulamaları ile kontrol edilebilmektedir (Nuñez vd., 2020). Yüksek basınç işleminin (200 MPa, 20 °C ve 20 dakika) doğrudan salamura Beyaz peynir ya da üretimde kullanılan starter kültürü (*Streptococcus thermophilus*: *Lactococcus lactis*: *Lactobacillus bulgaricus* 2:1:1) üzerindeki etkisi incelendiğinde yüksek basınç uygulanmış starterlerle yapılan peynirlerde sekonder proteolizinin arttığı tespit edilmiştir. Yüksek basınç uygulaması, acı tattan sorumlu bazı peptitlerin daha fazla parçalanmasına katkıda bulunan starterlerin proteolitik enzimlerini aktive edebilmekte ve bu peynirlerin aminopeptidaz aktivitelerinde artış görülmektedir. Peynir üretiminde kullanılan starter kültürlerin yüksek basınç ile muamele edilmesi, peynirin duyuşal özelliklerinin gelişimine katkıda bulunan hücre içi peptidazların aktivitesini artırarak olgunlaşmayı hızlandırabilmektedir (Giannoglou vd., 2016). Buzdolabı koşullarında depolanan ve aşırı olgunlaşmayı önlemek için 600 MPa yüksek basınç uygulaması ile muamele edilen Brie peynirinde önemli düzeyde kalıntı kazein konsantrasyonu tespit edilmiştir. Ayrıca kontrol peynirinde 21. günden 60. güne hidrofobik peptitlerde 7.6 kat artış ve yüksek basınç ile muamele edilmiş peynirlerde 0.8-1.6 kat artış belirlenmiştir (Calzada vd., 2014). Çiğ koyun sütünden üretilen İspanyol peyniri olan Torta del Casar peynirine 5 ve 20 dakikalık 200 MPa ile 600 MPa büyüklüğünde basınç uygulaması sonucunda peynirlerin acılık özelliği değerlendirilmiştir. Yüksek basınç uygulanmayan kontrol peynirinin 6°C'de olgunlaşmanın 180. gününe kıyasla 20 dakika 600 MPa basınç uygulanan peynirlerde olgunlaşmanın 120 ve 240. günlerinde acılık

puanlarının daha düşük olduğu saptanmıştır (Delgado-Martínez vd., 2019).

Cheddar peynirinin acı tadından sorumlu olan peptitlerin β -kazein kaynaklı olduğu belirtilen bir çalışmada beş adet GPVRGPFPIIV, YQEPVLGPVRGPFPI, MPFPKYPVEP, MAPKHKEMPFPKYPVEPF ve APHGKEMPFPKYPVEPF dizilimine sahip peptitler saptanmıştır. Tanımlanan peptitlerden ilk üçünün konsantrasyonunun olgunlaşma sırasında sırasıyla 28.7, 3.1 ve 1.8 kat arttığı belirtilmiştir. Cheddar peynirinin acı tat algısına önemli ölçüde katkıda bulunan GPVRGPFPIIV dizilimine sahip peptit olduğu bildirilmiştir (Karametsi vd., 2014). Peynir altı suyu proteini hidrolizatında acı peptitlerin tanımlandığı bir çalışmada α -laktalbumin, β -lactoglobulin, serum albumin ve β -kazein kaynaklı acı peptitler belirlenmiştir. Bu acı peptitlerin dizilimleri sırasıyla YGLF (0.66 g/kg toz), IPAVF (0.58 g/kg toz), LLF (1.33 g/kg toz) ve YFPFGPIPN (2.64 g/kg toz) olduğu saptanmıştır (Liu vd., 2014). Çiğ süttten üretilen Meksika peynirleri doğal mikroflorasının proteolize etkileri incelendiğinde hafif acı tat özelliğinde IPPL fragmanları içeren peptitler tespit edilmiştir (Paul vd., 2014).

Acı peptitler genellikle a_{s1} - ve β -kazeinin hidrolize uğraması ile meydana gelse de κ -kazein kaynaklı da oluşabilmektedir. Peynir örneklerinin peptit profilinin incelendiği bir çalışmada β -kazeinden f102-119, f169-182, f170-175, f78-91, f133-138, f133-140 ve f134-141 olmak üzere yedi adet, κ -kazeinden öncü olarak f17-24, f43-50, f96-106, f107-131 ve f122-131 olmak üzere beş adet, a_{s1} -kazein kaynaklı f25-35, f31-40, f56-60, f70-78 ve f81-88 olmak üzere beş adet acı peptit belirlenmiş olsa da a_{s2} -kazein kaynaklı acı peptitin saptanamadığı belirtilmiştir. Çalışmada ayrıca a_{s1} -kazein f25-35 peptit oluşumunun kimozen ya da katepsin D faaliyeti, a_{s1} -kazein f31-40, f70-78 ve f81-88 peptitlerinin oluşumunun ise sırasıyla kimozen, plazmin ve daha sonra laktokokal proteinazın faaliyeti ile meydana geldiği ifade edilmiştir. Laktokokal proteinazın faaliyeti ile κ -kazein kaynaklı f96-106 ve f107-131 ile β -kazein f102-119, f133-138, f133-140 ve f169-182 peptitleri de açığa çıkmıştır (Sebald vd., 2018).

SONUÇ

Tat algısı, tat tomurcuklarının işlevini yerine getirmesine bağlı olarak oluşmaktadır. Acı tat duyusu ise tat tomurcuklarının içindeki ilgili tat reseptörlerinin uyarılması ve oluşan elektriksel sinir impulsunun sinirlerle beyne iletilmesi ile oluşmaktadır. Fonksiyonel gıdalardaki son gelişmeler, protein hidrolizatlarının üretiminin artmasına neden olmuştur. Ancak yapılan çalışmalarda pıhtılaştırıcı enzimler, starter ve starter olmayan kültürler ya da süt kaynaklı enzimler tarafından kazeinin hidrolize olması sonucu açığa çıkan hidrolizatlarda acı tat oluşabileceği ifade edilmiştir. Oluşan bu tat kusurunun ise nispeten kontrolsüz koşullarda üretim yapılmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Son yapılan çalışmalarda, biyoaktif özellik gösteren peptitlerde tüketici tercihini olumsuz etkileyen acılığın giderilmesi söz konusudur. Bunun için peptit acılığını azaltma ya da gidermede aktif karbon uygulama, alkol ekstraksiyonu, çökeltme ve kromatografi yöntemlerinden ziyade endo ve ekzopeptidazların kullanımını içeren biyoteknolojik yöntemler tercih edilmektedir.

Süt ürünlerinde, özellikle peynir üretimi ve olgunlaşması esnasında oluşan acılığın kontrolü kültür seçimi, yardımcı kültür kullanımı, üretim koşullarının iyileştirilmesi, farklı pıhtılaştırıcı ajanların kullanımı, enzimatik faaliyetlerin kontrolü ile mümkün olabilmektedir. Günümüzde, peynirde hızlı olgunlaştırma tekniklerinin uygulanmasına bağlı olarak oluşan acı tat kusurunun giderilmesine yönelik çalışmalar mevcuttur. Bu alanda araştırma faaliyetlerine devam edilmesiyle acı peptit üretmeyen kültür ve/veya kültür karışımının belirlenmesi ve protein hidrolizatlarının acılığını giderme potansiyeli olabilecek proteaz kaynaklı plastesin gibi yeni maddelerin tespiti ve bu maddelerin kullanım olanaklarının belirlenmesi mümkün olabilir. Ayrıca acı peptit oluşumunun engellenemediği durumlarda acı tadın algılanma mekanizmasını bloke eden metabolitlerin üzerine detaylı çalışmalar da yapılabilir.

KAYNAKLAR

- Altieri, C., Ciuffreda, E., Di Maggio, B., Sinigaglia, M. (2017). Lactic acid bacteria as starter cultures. In: *Starter Cultures in Food Production*, Speranza, B., Bevilacqua, A., Corbo, M.R., Sinigaglia, M. (eds.), 1st Edition, John Wiley & Sons, the UK, pp. 1-15, doi: 10.1002/9781118933794.
- Aluko, R.E. (2017). Structural characteristics of food protein-derived bitter peptides. In: *Bitterness: Perception, Chemistry and Food Processing*, Aliani, A., Eskin, M.N.A. (eds.), 1st Edition, The Institute of Food Technologists Press, the UK, pp. 105-129.
- Aryee, A.N.A., Agyei, D., Udenigwe, C.C. (2018). Impact of processing on the chemistry and functionality of food proteins. In: *Proteins in Food Processing*, Yada, R.Y. (ed.), 2nd Edition, Woodhead Publishing, the UK, pp. 60-89.
- Baptista, D.P., Araújo, F.D.S., Eberlin, M.N., Gigante, M.L. (2017). A survey of the peptide profile in Prato cheese as measured by MALDI-MS and capillary electrophoresis. *J Food Sci*, 82(2): 386-393, doi: 10.1111/1750-3841.13618.
- Baptista, D.P., Galli, B.D., Cavaleiro, F.G., Negrãoi, F., Eberlin, M.N., Gigante, M.L. (2018). *Lactobacillus helveticus* LH-B02 favours the release of bioactive peptide during Prato cheese ripening. *Int Dairy J*, 87: 75-83, doi: 10.1016/j.idairyj.2018.08.001.
- Bas, D., Kendirci, P., Salum, P., Govce, G., Erbay, Z. (2019). Production of enzyme-modified cheese (EMC) with ripened white cheese flavour: I-effects of proteolytic enzymes and determination of their appropriate combination. *Food Bioprod Process*, 117: 287-301, doi: 10.1016/j.fbp.2019.07.016.
- Batu, A. (2017). Moleküler gastronomi bakış açısıyla gıdaların tat ve aroma algıları. *Aydın Gastron*, 1(1): 25-36.
- Bhopale, G.M. (2016). Bovine milk derived peptides: A comprehensive review. *Eur J Pharm Med Res*, 3(3): 167-170, ISSN: 3294-3211.
- Børsting, M.W., Qvist, K.B., Ardö, Y. (2014). Influence of pH on retention of camel chymosin in curd. *Int Dairy J*, 38(2): 133-135, doi: 10.1016/j.idairyj.2014.01.001.

- Briand, L., Salles, C. (2016). Taste perception and integration. In: *Flavor From Food to Behaviors, Wellbeing and Health*, Etiévant, P., Guichard, E., Salles, C., Voilley, A. (eds.), 1st Edition, Woodhead Publishing, the UK, pp. 101-119, ISBN-10: 0081002955.
- Broadbent, J.R., Barnes, M., Brennand, C., Strickland, M., Houck, K., Johnson, M.E., Steele, J.L. (2002). Contribution of *Lactococcus lactis* cell envelope proteinase specificity to peptide accumulation and bitterness in reduced-fat Cheddar cheese. *Appl Environ Microbiol*, 68(4): 1778-1785, doi: 10.1128/AEM.68.4.1778-1785.2002.
- Bumberger, E., Belitz, H.D. (1993). Bitter taste of enzymic hydrolysates of casein. I. Isolation, structural and sensorial analysis of peptides from tryptic hydrolysates of β -casein. *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und Forschung*, 197(1): 14-19, doi: 10.1007/BF01202693.
- Cacicedo, M.L., Manzo, R.M., Municoy, S., Bonazza, H.L., Islan, G.A., Desimone, M., Bellino, M., Mammarella, E.J., Castro, G.R. (2019). Immobilized enzymes and their applications. In: *Advances In Enzyme Technology Series: Biomass, Biofuels, Biochemicals*, Pandey, A. (Chief ed.), 1st Edition, Elsevier, the UK, pp. 169-200, ISBN: 978-0-444-64114-4.
- Calzada, J., del Olmo, A., Picon, A., Gaya, P., Nuñez, M. (2014). Effect of high-pressure-processing on the microbiology, proteolysis, texture and flavour of Brie cheese during ripening and refrigerated storage. *Int Dairy J*, 32(2): 64-73, doi: 10.1016/j.idairyj.2014.03.002.
- Carmi, I.K., Benjamin, O. (2017). Reduction in sodium content of fresh, semihard Tzfat cheese using salt replacer mixtures: taste, texture and shelf life evaluation. *Int J Dairy Technol*, 70(3): 354-364, doi: 10.1111/1471-0307.12369.
- Chakrabarti, S., Guha, S., Majumder, K. (2018). Food-derived bioactive peptides in human health: Challenges and opportunities. *Nutrients*, 10(11): 1738; doi: 10.3390/nu10111738.
- Chaudhari, N., Roper, S.D. (2010). The cell biology of taste. *J Cell Biol*, 190(3): 285-296, doi: 10.1083/jcb.201003144.
- Clegg, K.M., Lim, C.L., Manson, W. (1974). The structure of a bitter peptide derived from casein by digestion with papain. *J Dairy Res*, 41(2): 283-287, doi: 10.1017/S0022029900019695.
- Daliri, E.B-M., Oh, D.H., Lee, B.H. (2017). Bioactive peptides. *Foods*, 6(5): 32, doi: 10.3390/foods6050032.
- Delgado-Martínez, F.J., Carrapiso, A.I., Contador, R., Ramírez, M.R. (2019). Volatile compounds and sensory changes after high pressure processing of mature “Torta del Casar” (raw ewe's milk cheese) during refrigerated storage. *Innov Food Sci Emerg*, 52: 34-41, doi: 10.1016/j.ifset.2018.11.004.
- Desmaures, N. (2014). Mold-Ripened Varieties. In: *Encyclopedia of Food Microbiology*, Batt, C.A. (Chief ed.), 2nd Edition, Volume 1, the UK, pp. 409-415, doi: 10.1016/B978-0-12-384730-0.00060-4.
- Dorian, A.F. (ed.), (1978). *Dictionary of science and technology*. 1st Edition, Elsevier Science Publishing, New York, the USA, 1411 p.
- Fábián, T.K., Beck, A., Fejérdy, P., Hermann, P., Fábián, G. (2015). Molecular mechanisms of taste recognition: considerations about the role of saliva. *Int J Mol Sci*, 16(3): 5945-5974, doi: 10.3390/ijms16035945.
- Favaro-Trindade, C.S., Santana, A.S., Monterrey-Quintero, E.S., Trindade, M.A., Netto, F.M. (2010). The use of spray drying technology to reduce bitter taste of casein hydrolysate. *Food Hydrocoll*, 24(4): 336-340, doi: 10.1016/j.foodhyd.2009.10.012.
- Foegeding, E.A., Davis, J.P. (2011). Food protein functionality: A comprehensive approach. *Food Hydrocoll*, 25: 1853-1864, doi: 10.1016/j.foodhyd.2011.05.008.
- Gaudette, N.J., Pickering, G.J. (2013). Modifying bitterness in functional food systems. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 53(5): 464-481, doi: 10.1080/10408398.2010.542511.
- Ghnimi, S., Kamal-Eldin, A. (2015). Casein variants and challenges in the valorization of camel milk as a healthy alternative to cow milk. *J*

- Bioequiv Availab*, 7(4): 10000e67, doi: 10.4172/jbb.10000e67.
- Giannoglou, M., Karra, Z., Platakou, E., Katsaros, G., Moatsou, G., Taoukis, P. (2016). Effect of high pressure treatment applied on starter culture or on semi-ripened cheese in the quality and ripening of cheese in brine. *Innov Food Sci Emerg*, 38: 312-320, doi: 10.1016/j.ifset.2016.07.024.
- Grygier, A., Myszka, K., Rudzińska, M. (2017). *Galactomyces geotrichum* – moulds from dairy products with high biotechnological potential. *Acta Sci Pol Technol Aliment*, 16(1): 5-16, doi: 10.17306/J.AFS.2017.2017.0445.
- Guichard, Salles, C. (2016). Retention and release of taste and aroma compounds from the food matrix during mastication and ingestion. In: *Flavor From Food to Behaviors, Wellbeing and Health*, Etiévant, P., Guichard, E., Salles, C., Voilley, A. (eds.), 1st Edition, Woodhead Publishing, the UK, pp. 3-22, ISBN-10: 0081002955.
- Guigoz, Y., Solms, J. (1976). Bitter peptides, occurrence and structure. *Chem senses flavor*, 2(1): 71-84, doi: 10.1093/chemse/2.1.71.
- Hajj, E., Yaacoub, R., Al-Arja, N., Scandar, S., Dib, H. (2019). Development of a culture-ripened semi-hard Kishk-cheese containing *Bourghol* or Semolina. *J Food Res*, 8(1): 21-31, doi: 10.5539/jfr.v8n1p21.
- Jørgensen, C.E., Abrahamsen, R.K., Rukke, E.-O., Hoffmann, T.K., Johansen, A.-G., Skeie, S.B. (2019). Processing of high-protein yoghurt – a review. *Int Dairy J*, 88: 42-59, doi: 10.1016/j.idairyj.2018.08.002.
- Karadeniz, F. (2000). Lezzet algılama mekanizması. *Gıda*, 25(5): 317-324, ISSN: 1300-3070.
- Karametsi, K., Kokkinidou, S., Ronningen, I., Peterson, D.G. (2014). Identification of bitter peptides in aged Cheddar cheese. *J Agric Food Chem*, 62(32): 8034-8041, doi: 10.1021/jf5020654.
- Kazaz, Ç., Ocağ, M., Mesut, B., Özsoy, Y. (2019). Ağzda dağılan tabletlerde formülasyon tasarımı ve tat değerlendirilmesi. *FABAD J Pharm Sci*, 44(2): 169-178.
- Kim, K.-S., Egan, J.M., Jang, H.-J. (2014). Denatonium induces secretion of glucagon-like peptide-1 through activation of bitter taste receptor pathways. *Diabetol*, 57: 2117–2125, doi: 10.1007/s00125-014-3326-5.
- Krisch, J., Csanádi, J., Vágvölgyi, C. (2015). Fungi in and on dairy products. In: *Fungi from Different Substrates*, Misra, J.K., Tewari, J.P., Deshmukh, S.K., Vágvölgyi, C. (eds.), 1st Edition, CRC Press, Boca Raton, pp. 159-169, doi: 10.1201/b17646.
- Lee, K.D., Lo, C.G., Warthesen, J.J. (1996). Removal of bitterness from the bitter peptides extracted from Cheddar cheese with peptidases from *Lactococcus lactis* ssp. *cremoris* SK11. *J Dairy Sci*, 79(9): 1521-1528, doi: 10.3168/jds.S0022-0302(96)76512-8.
- Lemieux, L. Simard, R.E. (1992). Bitter flavour in dairy products. II. A review of bitter peptides from caseins: their formation, isolation and identification, structure masking and inhibition. *Lait*, 72(4): 335-382, doi: 10.1051/lait:1992426.
- Liu, X., Jiang, D., Peterson, D.G. (2014). Identification of bitter peptides in whey protein hydrolysate. *J Agric Food Chem*, 62(25): 5719-5725, doi: 10.1021/jf4019728.
- Ma, J.-J., Mao, X.-Y., Wang, Q., Yang, S., Zhang, D., Chen, S.-W., Li, Y.-H. (2014). Effect of spray drying and freeze drying on the immunomodulatory activity, bitter taste and hygroscopicity of hydrolysate derived from whey protein concentrate. *LWT - Food Sci Technol*, 56(2): 296-302, doi: 10.1016/j.lwt.2013.12.019.
- McSweeney, P.L.H. (2007). Cheese manufacture and ripening and their influence on cheese flavour. In: *Improving the flavour of cheese*, Weimer, B.C. (ed.), 1st Edition, Woodhead Publishing, England, pp. 1-25.
- Melis, M., Barbarossa, I.T. (2017). Taste perception of sweet, sour, salty, bitter, and umami and changes due to l-arginine supplementation, as a function of genetic ability to taste 6-n-propylthiouracil. *Nutrients*, 9(6):E541, doi: 10.3390/nu9060541.
- Meng, F., Chen, R., Zhu, X., Lu, Y., Nie, T., Lu, F., Lu, Z. (2018). Newly effective milk-clotting

- enzyme from *Bacillus subtilis* and its application in cheese making. *J Agric Food Chem*, 66: 6162-6169, doi: 10.1021/acs.jafc.8b01697.
- Müışođlu, D., Hayođlu, İ. (2005). Tat eřik deđerlerinin alđılanması, tanınması ve derecelendirilmesi. *J Agric Fac HR U*, 9(2): 29-35.
- Mohammadi, R., Mahmoudzadeh, M., Atefi, M., Khosravi-Darani K., Mozafari, M.R. (2015). Applications of nanoliposomes in cheese technology. *Int J Dairy Technol*, 68(1): 11-23, doi: 10.1111/1471-0307.12174.
- Mohan, A., Udechukwu, M.C., Rajendran, S.R.C.K., Udenigwe, C.C. (2015). Modification of peptide functionality during enzymatic hydrolysis of whey proteins. *RSC Adv*, 5: 97400-97407, doi: 10.1039/C5RA15140F.
- Nielsen, S.D., Jansson, T., Le, T.T., Jensen, S., Eggers, N., Rauh, V., Sundekilde, U.K., Sørensen, J., Andersen, H.J., Bertram, H.C., Larsen, L.B. (2017). Correlation between sensory properties and peptides derived from hydrolysed-lactose UHT milk during storage. *Int Dairy J*, 68: 23-31, doi: 10.1016/j.idairyj.2016.12.013.
- Nuñez, M., Calzada, J., del Olmo, A. (2020). High pressure processing of cheese: Lights, shadows and prospects. *Int Dairy J*, 100: 104558, doi: 10.1016/j.idairyj.2019.104558.
- Paul, M., Nuñez, A., Van Hekken, D.L., Renye, J.A.Jr. (2014). Sensory and protein profiles of Mexican Chihuahua cheese. *J Food Sci Technol*, 51(11): 3432-3438, doi: 10.1007/s13197-012-0868-8.
- Poveda, J.M., Cabezas, R.C.L. (2015). Biogenic amine content and proteolysis in Manchego cheese manufactured with *Lactobacillus paracasei* subsp. *paracasei* as adjunct and other autochthonous strains as starters. *Int Dairy J*, 47: 94-101, doi: 10.1016/j.idairyj.2015.03.004
- Rauh, V.M., Johansen, L.B., Ipsen, R., Paulsson, R., Larsen, L.B., Hammershøj, M. (2014). Plasmin Activity in UHT milk: Relationship between proteolysis, age gelation, and bitterness. *J Agric Food Chem*, 62(28): 6852-6860, doi: 10.1021/jf502088u.
- Saha, B.C., Hayashi, K. (2001). Debittering of protein hydrolyzates. *Biotechnol Adv*, 19(5): 355-370, doi: 0.1016/s0734-9750(01)00070-2.
- Sebald, K., Dunkel, A., Schäfer, J., Hinrichs, J., Hofmann, T. (2018). Sensoproteomics: A new approach for the identification of taste-active peptides in fermented foods. *J Agric Food Chem*, 66(42): 11092-11104, doi: 10.1021/acs.jafc.8b04479.
- Solms, J. (1969). The taste of amino acids, peptides, and proteins. *J Agric Food Chem*, 17(4): 686-688, doi: 10.1021/jf60164a016.
- Stepaniak, L. (2004). Dairy enzymology. *Int J Dairy Technol*, 57(2/3): 153-171, doi: 10.1111/j.1471-0307.2004.00144.x.
- Teixeira, P. (2014). *Lactobacillus delbrueckii* ssp. *bulgaricus*. In: *Encyclopedia of Food Microbiology*, Batt, C.A. (Chief ed.), 2nd Edition, Volume 2, the UK, pp. 425-431, doi: 10.1016/B978-0-12-384730-0.00060-4.
- Thierry, A., Valence, F., Deutsch, S.-M., Even, S., Falentin, H., Loir, Y.L., Jan, G., Gagnaire, V. (2015). *Strain-to-strain differences within lactic and propionic acid bacteria species strongly impact the properties of cheese—A review*. *Dairy Sci Technol*, 95(6): 895-918, doi: 10.1007/s13594-015-0267-9.
- Toelstede, S., Hofmann, T. (2008). Sensomics mapping and identification of the key bitter metabolites in Gouda cheese. *J Agric Food Chem*, 56(8): 2795-2804, doi: 10.1021/jf7036533.
- Vummaneni, V., Nagpal, D. (2012). Taste masking technologies: An overview and recent updates. *Int J Res Pharm Biomed Sci*, 3(2): 510-524, ISSN: 2229-3701.
- Widyastuti, Y., Lisdiyanti, P., Tisnadajaja, D. (2014). Role of *Lactobacillus helveticus* on flavor formation in cheese: Amino acid metabolism. *Ann Bogor*, 18(1): 1-11, doi: 10.14203/ann.bogor.2014.v18.n1.1-11.
- Wu, C., Du, L., Zou, L., Zhao, L., Huang, L., Wang, P. (2014). Recent advances in taste cell- and receptor-based biosensors. *Sensor Actuat B-Chem*, 201: 75-85, doi: 10.1016/j.snb.2014.04.021.

Yarlagadda, A.B. (2014). Assessment of different novel approaches to accelerate cheese ripening for a range of applications. Ph.D. Dissertation, University of Limerick, Limerick, Ireland, 350 p.

Yarlagadda, A.B., Wilkinson, M.G., O'Sullivan, M.G., Kilcawley, K.N. (2014). Utilisation of

microfluidisation to enhance enzymatic and metabolic potential of lactococcal strains as adjuncts in Gouda type cheese. *Int Dairy J*, 38(2): 124-132, doi: 10.1016/j.idairyj.2014.01.007.

İNEK VE KEÇİ SÜTÜ KULLANILARAK ÜRETİLEN PROBİYOTİK FERMENTE SÜT ÜRÜNLERİNİN KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ

Duygu Nalbant, Yonca Karagül Yüceer*

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Çanakkale, Türkiye

Geliş / Received: 04.09.2019; Kabul / Accepted: 27.01.2020; Online baskı / Published online: 16.03.2020

Nalbant, D., Karagül Yüceer Y. (2020). İnek ve keçi sütü kullanılarak üretilen probiyotik fermente süt ürünlerinin karakteristik özellikleri. *GIDA* (2020) 45 (2): 315-328 doi: 10.15237/gida.GD19126

Nalbant, D., Karagül Yüceer Y. (2020). Characteristic properties of probiotic fermented dairy products made by using cow and goat milk. GIDA (2020) 45 (2): 315-328 doi: 10.15237/gida.GD19126

ÖZ

Çalışmada, inek ve keçi sütünün *L. acidophilus*, *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* ve *S.thermophilus* karışık kültürü (ABT), *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* (BB) ve *L.acidophilus* (LA) kültürleriyle fermente edilmesiyle elde edilen probiyotik süt ürünlerinin 4°C'de 30 gün depolanması süresince fizikokimyasal ve duyuşal özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Laktoferrin değerinin süt örneklerinde probiyotik fermente ürünlere göre daha yüksek olduğu görülmüştür. ACE inhibitör aktivitesi ölçümü sonuçlarının, keçi sütü ile üretilen probiyotik fermente ürünlerde inek sütü ile üretilenlere göre daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Pişmiş, kremamsı, fermente, sütümsü, yavan, ekşi, tatlı, tuzlu ve buruk tüm ürünlerde tespit edilen duyuşal tanımlayıcılarıdır. Ancak hayvansı koku yalnızca keçi sütü ile üretilen ürünlerde tespit edilmiştir. Tüm probiyotik fermente ürünlerde bütirik asit, asetik asit, asetoin, diasetil, d-limonen, hekzanoik asit ve 2-nonanon uçucu bileşenleri tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Probiyotik, laktoferrin, angiotensin I-dönüştürücü enzim, uçucu bileşen, duyuşal.

CHARACTERISTIC PROPERTIES OF PROBIOTIC FERMENTED DAIRY PRODUCTS MADE BY USING COW AND GOAT MILK

ABSTRACT

In this study, determination of physicochemical and sensory properties of fermentation of cow and goat milk by using *L.acidophilus*, *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* and *S.thermophilus* mixed culture (ABT), *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* (BB) and *L.acidophilus* (LA) cultures during 30 day storage at 4°C was aimed. Lactoferrin levels were higher in milk samples than probiotic fermented products. The results of ACE inhibitory activity measurement were found to be lower in probiotic fermented products produced with goat milk than those produced with cow's milk. Cooked, creamy, fermented, milky, bland, sour, sweet, salty and astringent were the sensory descriptors detected in all products. However, animal-like odor was found only in the products produced with goat milk. Volatile components of butyric acid, acetic acid, acetoin, diacetyl, d-limonene, hexanoic acid and 2-nonanone were determined in all probiotic fermented products.

Keywords: Probiotic, lactoferrin, angiotensin I-converting enzyme, volatile compound, sensory.

* Yazışmalardan sorumlu yazar /Corresponding author

✉ yoncajuceer@comu.edu.tr

☎ (+90) 286 218 0018

☎ (+90) 286 218 0541

Duygu Nalbant; ORCID no: 0000-0003-4054-2624

Yonca Karagül Yüceer; ORCID no: 0000-0002-9028-2923

GİRİŞ

Fermente süt ürünleri, lezzetleri ve olumlu fizyolojik özellikleri sebebiyle son zamanlarda oldukça sevilen ürünlerdir. Doğal besleyiciler ve probiyotik ürünler için artan taleple birlikte fermente süt ürünlerinin üretimi ve pazarlaması da yıllar içerisinde artmıştır (Yerlikaya, 2014a).

Probiyotik ürünler; insan sağlığı üzerine olumlu etkileri olan, bağırsak mikroflorasının dengesini sağlayan, immün sistemin düzenlenmesine yardımcı olan, alerjen etkiye sahip maddelerin dolaşım sistemine geçişinin engellenmesini sağlayan, *Helicobacter pylori* enfeksiyonunu engelleyen, safra tuzlarının atılımını arttıran, bağırsakta patojen bakterilerin gelişiminin engellenmesine ve gıda bileşenlerinin emiliminin kolaylaştırılmasına yardımcı olan probiyotik mikroorganizmaları içerirler (Holzapfel ve ark., 2001; Tok ve Aşım, 2007; Yerlikaya, 2014a).

Günlük beslenme ile gıda formunda alınan, yapay bileşen bulundurmayan, besleyici etkisiyle beraber, hastalık oluşma riskini azaltıcı ve sağlığı geliştirici özelliklere sahip gıdalar, fonksiyonel gıdalar olarak tanımlanmaktadır. Probiyotik mikroorganizmalara sahip gıdalar fonksiyonel gıdalar sınıfında yer almaktadır.

Keçi sütü ve ürünlerinin düzenli bir şekilde tüketimiyle bazı alerjik durumların tedavisi, sindirim ile ilgili hastalıklar, egzama ve varisle ilgili rahatsızlıkların ve astım hastalığının tedavisinde olumlu sonuçlar elde edildiği belirtilmiştir. Ayrıca mide ülserine de olumlu etkilerinin olduğu ifade edilmiştir (Kezer, 2013).

Yıldırım ve ark. (2011) tarafından laktoferrinin; demir bağlama kapasitesine sahip olması ve geniş bir pH aralığında bu özelliği korumaya devam etmesi, immün sistem üzerinde pozitif etkilerinin bulunması, antibakteriyel, antifungal, antiviral, antikanserijen etkilerinin olması, kemik sağlığını iyileştirici özelliklerinin bulunması ve hücre gelişimini kontrol edici özellikleri de bulundurması nedeniyle önemli bir protein olduğu belirtilmiştir. Sanchez ve ark. (1992) tarafından süt endüstrisinde kullanılan pastörizasyon uygulamalarının laktoferrin

üzerinde etkisi olmadığı ifade edilmiştir (Avcı, 2005).

Tsuda ve ark. (2000) tarafından fareler üzerinde yapılan çalışmada laktoferrinin kolon kanseri üzerine etkisi incelenmiş ve laktoferrinin tümörü durdurucu etkisi olduğu aynı zamanda toksik bir etkisinin de bulunmadığı belirtilmiştir. Wakabayashi ve ark. (1996) tarafından yapılan çalışmada laktoferrinin *Candida albicans* üzerindeki etkisi araştırılmış ve laktoferrinin hücre duvarına zarar vererek mantarı yok ettiği saptanmıştır. Laktoferrinin, HIV (Harmsen ve ark., 1995), hepatit-B (Hara ve ark., 2002), hepatitC (Ikeda ve ark., 2000), hantavirüs (Murphy ve ark., 2000), adenovirüs (Arnold ve ark., 2002), rotavirüs (Superti ve ark., 1997) ve poliovirüse (Marchetti ve ark., 1999) karşı antiviral etkisinin olduğu yapılan çalışmalarda ifade edilmektedir.

Farelerle yapılan bir çalışmada, biyoaktif peptitleri içeren fermente süt ürünü farelere oral yolla verilmiştir. Daha sonra yapılan araştırmalarla bu biyoaktif peptitler farelerin mide ve bağırsak ana atardamarlarında tespit edilmiş böylece ACE inhibitör aktivitesinin mide ve bağırsak sindiriminden de etkilenmediği belirtilmiştir (Masuda ve ark., 1996). Yapılan bir başka çalışmada fermente süt ve peynir örneklerinde ACE inhibitör peptitleri tespit edilmiş ve bu peptitlerin sindirimden sonra aktivitesinin sabit kaldığı veya artmış olduğu ifade edilmiştir (Hernandez-Ledesma ve ark., 2004).

Yerlikaya (2014b) tarafından gerçekleştirilen çalışmada *L. acidophilus*, *B. animalis* subsp. *lactis* ve *S. thermophilus* karışık kültürleri ile üretilen probiyotik fermente ürünün viskozitesinin depolama boyunca ortalama 23 cP olduğu ve viskozite değerlerindeki değişimin istatistiksel olarak önemli bulunmadığı ifade edilmiştir. Sezgin ve ark. (1996) tarafından *L. acidophilus* ve *B. bifidum* (AB) içeren ve *L. acidophilus*, *B. bifidum* ve *S. thermophilus* (ABT) içeren iki ayrı probiyotik fermente içecek üretilmiş ve bu ürünlerin 21 günlük depolama süresinde 1., 7. ve 21. günlerinde serum ayrılması değerleri ölçülmüştür. AB örneğinin serum ayrılması değerinin depolama boyunca 8.5-7.5 mL arasında, ABT örneğinin

serum ayrılması değerinin 8.38-7.48 mL arasında değiştiği belirtilmiştir.

Chen ve Mao (2004) tarafından yapılan çalışmada inek sütünün laktoferrin düzeyinin ortalama 176.8 µg/mL olduğu, keçi sütünün ise laktoferrin düzeyinin ortalama 166.4 µg/mL olduğu belirtilmiştir. Bir başka çalışmada çiğ ve pastörize sütlerden üretilen 12 çeşit peynir ve peyniraltı sularında ve çiğ süt ile pastörize sütlerde laktoferrin düzeylerini belirlemişlerdir. Çiğ sütlerin laktoferrin düzeyleri 165 µg/mL ile 150 µg/mL ve pastörize sütlerin laktoferrin düzeyleri 196 µg/mL ile 157 µg/mL arasında değişmektedir. Çiğ süttten üretilen peynirlerin laktoferrin düzeyleri 1187 µg/g ile 667 µg/g ve pastörize sütlerle üretilen peynirlerin laktoferrin düzeyleri 1250 µg/g ile 675 µg/g arasında değişmektedir. Çiğ süttten üretilen peynirlerin peyniraltı sularının laktoferrin düzeyleri 79 µg/mL ile 26 µg/mL ve pastörize süttten üretilen peynirlerin peyniraltı sularının laktoferrin düzeyleri 76 µg/mL ile 28 µg/mL arasında değişmektedir (Dupont ve ark., 2006).

Anjiyotensin dönüştürücü enzim kan basıncının düzenlenmesinde etkili bir biyoaktif peptittir. Bu enzimin inhibisyonu antihipertansif etkiye neden olmaktadır. Bu nedenle ACE inhibitörleri hipertansiyonlu kişilerin tedavisinde sıklıkla kullanılmaktadır. Anjiyotensin dönüştürücü enzim peynir, balık, tavuk yumurtası, buğday, mısır, barbunya, yeşil mercimek gibi gıdalarda bulunan proteinlerin enzimatik hidrolizi ile elde edilmektedir. Ayrıca süttün fermentasyonu da bu biyoaktif peptitlerin oluşmasına neden olmaktadır (Erdmann ve ark., 2008; Miguel ve ark., 2009).

Son yıllarda hem probiyotik ürünlere hem de fonksiyonel gıdalara olan talep artış göstermektedir. Bu çalışmanın amacı, inek ve keçi sütü kullanılarak üretilen probiyotik fermente süt içeceklerinin fiziksel, kimyasal ve duyuşsal özelliklerini karşılaştırarak süt ve kültür çeşidinin ürünlerin depolama boyunca özellikleri üzerine etkisini ortaya koymaktır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada *L. acidophilus*, *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* ile *S. thermophilus* karışık kültür (ABT-

2), *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* (Lafti-B94) ve *L. acidophilus* (Lafti-L10) kültürleri (Chr Hansen, İstanbul) ve UHT inek ve keçi sütleri kullanılmıştır.

Probiyotik Fermente Süt Üretimi

Üretimde kullanılacak üç kültür, inek ve keçi sütü fermente edilerek 6 farklı probiyotik ürün elde edilmiştir. Bunlar: ABT_i (*L. acidophilus* + *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* + *S. thermophilus* karışık kültürü ve inek sütü kullanılarak üretilen örnek), ABT_k (*L. acidophilus* + *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* + *S. thermophilus* karışık kültürü ve keçi sütü kullanılarak üretilen örnek), BB_i (*Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* kültürü ve inek sütü kullanılarak üretilen örnek), BB_k (*Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* kültürü ve keçi sütü kullanılarak üretilen örnek), LA_i (*L. acidophilus* kültürü ve inek sütü kullanılarak üretilen örnek), LA_k (*L. acidophilus* kültürü ve keçi sütü kullanılarak üretilen örnek)'tir. Ürünlerin üretilmesi için kullanılacak süt su banyosunda 37°C'ye getirilmiş ve kültürler inoküle edilerek inkübasyona bırakılmış ve kontrolü şekilde fermentasyon yapılarak pH 4.8'e ulaştığında inkübasyona son verilmiştir. İnkübatörden çıkarılan örnekler +4°C'de bir gün dinlenmeye bırakılmıştır. Bir gün sonunda örnekler karıştırıcı yardımıyla homojen hale getirilmiş ve 200 mL'lik cam kavanozlara aktarılmıştır. Örnekler +4°C'de 30 gün boyunca depolanmıştır. Depolamanın 1., 15. ve 30. günlerinde aşağıda belirtilen analizler gerçekleştirilmiştir: pH ölçümü, titrasyon asitliği, serum ayrılması, viskozite ölçümü ve tanımlayıcı duyuşsal analizler gerçekleştirilmiştir.

Süt Örneklerine ve Probiyotik Fermente Süt Ürünlerine Uygulanan Analizler

Sartorius Basic Meter PB-11 (Göttingen, Almanya) pH metre kullanılarak pH ölçümleri (Bradley ve ark., 1992), % laktik asit cinsinden titre edilebilir asitlik (Bradley ve ark., 1992), % kül ve kurumadde (Bradley ve ark., 1992), Gerber van Gulik metoduyla % yağ (NEN, 1969) ve Kjeldahl yöntemiyle % protein (Bradley ve ark., 1992) analizleri gerçekleştirilmiştir.

Probiyotik Fermente Süt Ürünlerine Uygulanan Analizler

Serum ayrılması analizi Atamer ve Sezgin (1986) tarafından belirtilen yöntemle göre, viskozite tayini Brookfield viskozimetresi (Model DV II+Pro and Rheocalc software; Brookfield Engineering Laboratories, Inc., MA, ABD) kullanılarak İşleten ve Karagül-Yüceer (2006) tarafından belirtildiği şekilde gerçekleştirilmiştir. Viskozite tayininde LV-SC4-18 başlığı kullanılmıştır. Ölçümler 4 °C'de 50 rpm hızında gerçekleştirilmiştir.

Laktoferrin miktarının belirlenmesinde ELISA Kitleri (SunRed Bio, Şanghay-Çin) kullanılmıştır. Analiz metodu olarak Danowski ve ark. (2012)'nin belirttiği yöntem uygulanmıştır. Angiotensin I-Dönüştürücü Enzim (ACE) inhibitör aktivitesi ölçümü için Şanlı ve ark. (2016)'nın yöntemi kullanılarak spektrofotometrik analiz gerçekleştirilmiştir. Uçucu bileşen analizi Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi (GC-MS) yardımıyla ve Wiley Registry of Mass Spectral Data (Wiley, 2005) ve National Institute of Standards and Technology (NIST, 2008) kütüphaneleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Uçucu bileşen miktarları Avşar ve ark. (2004) tarafından önerilen yöntemle belirlenmiştir.

Tanımlayıcı duyu analizi, eğitimli 2'si erkek 5'i kadın 7 panelistle Spectrum™ metodu kullanılarak (Meilgaard ve ark., 1999) gerçekleştirilmiştir. Ürünlerin tüketici beğenisini ortaya koymak amacıyla da 65 kişilik panelist grubuna 9 puanlı hedonik skala kullanılarak (Meilgaard ve ark., 1999) tüketici testi uygulanmıştır.

Probiyotik örneklerin tüm analizleri iki tekerrür ve iki paralel olmak üzere dört örnekle gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçların değerlendirilmesi için Minitab (17) ve SPSS istatistik paket programları kullanılmıştır. Tek yönlü varyans analizi depolamanın sadece 1. gününde yapılan analizler için, çift yönlü varyans analizi ise depolamanın 1., 15. ve 30. günlerinde yapılan analizler için kullanılmıştır (Başpınar ve ark., 2000). Kruskal-Wallis testi ise tüketici testi sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılmıştır (Kruskal, 1964).

SONUÇ VE TARTIŞMA

Analiz için kullanılan süt örneklerinin pH, titrasyon asitliği (%), kurumadde (%), kül (%), yağ (%), protein (%) değerleri incelendiğinde kurumadde, kül ve protein değerleri arasında önemli bir fark bulunmazken ($P>0.05$); pH, titrasyon asitliği, yağ değerleri arasında farklılık olduğu ($P\leq 0.05$) ve bu farklılığın da tür farklılığından kaynaklandığı düşünülmektedir (Çizelge 1).

Probiyotik süt içeceklerine uygulanan temel bileşen analizlerinden; kurumadde (%), kül (%), protein (%) ve yağ (%) değerleri incelendiğinde aynı süt örneklerinde olduğu gibi kurumadde, kül ve protein değerleri arasında önemli bir farklılık bulunmamıştır ($P>0.05$). Ancak yağ değerlerine bakıldığında keçi sütleriyle üretilenlerde inek sütleriyle üretilenlere göre yağ miktarı daha fazla bulunmuştur ($P\leq 0.05$) (Çizelge 2). Bu fark fermente ürünlerin üretiminde kullanılan sütlerin bileşim farkından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 1. Süt örneklerinin genel bileşimi (ortalama±standart hata)

Table 1. General composition of milk samples (Mean±S.E)

Analizler/Analysis	İnek Sütü/Cow Milk	Keçi Sütü/Goat Milk
pH	6.63±0.01 ^a	6.50±0.01 ^b
Titrasyon Asitliği (%) / Titratable Acidity	0.23±0.02 ^b	0.39±0.02 ^a
Kurumadde (%) / Dry Matter	11.7±0.28 ^a	10.77±0.18 ^a
Kül/Ash (%)	0.45±0.02 ^a	0.40±0.01 ^a
Yağ/Fat (%)	3.05±0.07 ^b	3.55±0.07 ^a
Protein (%)	3.11±0.03 ^a	3.21±0.05 ^a

^{a-b} Aynı satırda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir ($P\leq 0.05$). S.H.: Standart Hata.

^{a-b} Differences between the averages expressed in different lower case letters in the same row are significant ($P\leq 0.05$). S.H.: Standard Error.

Çizelge 2. Probiyotik içeceklerin genel bileşimi (ortalama±standart hata)
Table 2. General composition of probiotic drinks (Mean±S.E)

Örnekler/ <i>Samples</i>	Kurumadde (%) <i>Dry Matter</i>	Kül/ (%) <i>Ash</i>	Protein (%) <i>Protein</i>	Yağ (%) <i>Fat</i>
ABT _i	10.88±0.21 ^a	0.40±0.07 ^a	3.01±0.03 ^a	3.15±0.07 ^b
ABT _K	10.54±0.13 ^a	0.43±0.02 ^a	3.14±0.07 ^a	3.45±0.07 ^a
LA _i	11.05±0.15 ^a	0.38±0.04 ^a	3.06±0.03 ^a	3.05±0.07 ^b
LA _K	10.69±0.07 ^a	0.41±0.01 ^a	3.19±0.05 ^a	3.45±0.07 ^a
BB _i	11.19±0.21 ^a	0.42±0.01 ^a	3.01±0.01 ^a	2.95±0.05 ^b
BB _K	10.66±0.08 ^a	0.39±0.01 ^a	3.15±0.01 ^a	3.50±0.00 ^a

^{a-b}Aynı sütunda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamaların arasındaki farklar önemlidir (P≤0.05).

S.H.: Standart Hata. İ:inek/*cow*, K:Keçi/*goat*

^{a-b} Differences between the means expressed in different lower case letters in the same column are significant (P≤0.05).

S.H.: Standard Error.

Depolama süresi (30 günlük) boyunca incelenen pH ve titrasyon asitliği değerlerine bakıldığında depolama süresi ve ürün çeşidinin ayrı ayrı pH ve titrasyon asitliği üzerinde etkili olduğu görülmektedir (P≤0.05). Örnekler pH 4.8'e geldiğinde inkübatörden çıkarılmıştır, ancak bir günlük buzdolabında dinlendirme süresi içerisinde asitliğin bir miktar daha ilerlediği tespit edilmiştir. ABT_i, ABT_K, LA_i, LA_K, BB_i ve BB_K örneklerinin pH değerleri sırasıyla 4.60, 4.63, 4.56, 4.54, 4.58, 4.52 bulunmuştur. ABT karışık kültür ile üretilenlerin pH değerlerinin LA ve BB kültürle üretilenlerden daha yüksek olduğu, titrasyon asitliği değerlerinin ise LA ve BB kültürle üretilenlerden daha düşük olduğu görülmektedir (Çizelge 3). Örnekler arasındaki pH ve titrasyon asitliği farklılığının sebebinin kültür farklılığından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Yerlikaya ve ark. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada *L. acidophilus*, *B. animalis* subsp. *lactis* ve *L. casei* karışık kültürleri ile probiyotik fermente içecek üretilmiş ve 30 günlük depolama boyunca 1. 10. 20. ve 30. günlerde analizleri yapılmıştır. pH'nın depolama süresinin 1. günü 4.27 ve 30. gününde 3.98 olduğu belirtilmiştir ve titrasyon asitliği değerlerinin 1. gün %0.75 ve 30. gün %0.83 olduğu ifade edilmiştir. Depolama süresi boyunca pH'nın düştüğü ve titrasyon asitliği değerlerinde de artış olduğu belirtilmiştir. Sezgin ve ark. (1996) tarafından yapılan çalışmada *L. acidophilus*+ *B. bifidum* (AB) ve *Acidophilus* + *Bifidobacterium* + *S. thermophilus* (ABT) içeren iki ayrı probiyotik

fermente içecek üretilmiş ve bu ürünlerin 21 günlük depolama süresinin 1., 7. ve 21. günlerinde titrasyon asitliği ve pH ölçümleri yapılarak depolama boyunca pH'ların düştüğü ifade edilmiştir. AB sütün pH'sı 1. gün 4.24 iken 21. günde 4.09'a düştüğü ve ABT sütün pH'sı 1. gün 4.33 iken 21. günde 4.25'e düştüğü belirtilmiştir. Analiz sonuçlarına göre titrasyon asitliğinin depolama boyunca arttığı ancak istatistiksel olarak önemli olmadığı ve örnekler arasında da farklılıkların olmadığı ifade edilmiştir.

Viskozite değerleri incelendiğinde tek başına ürün çeşitlerinin ve depolama süresinin istatistiksel olarak önemli bir etkisinin bulunmadığı (P>0.05), ancak ürün çeşidi ve depolama süresinin ortak etkisinin önemli olduğu (P≤0.05) belirlenmiştir (Çizelge 4). Depolamanın 1. gün sonuçlarına bakıldığında LA_i (21.30 cP) örneğinin viskozitesinin diğerlerinden yüksek ve farklı olduğu (P≤0.05) belirlenmiştir. Depolamanın 15. gününde de ürünler arasında önemli farklılık olduğu (P≤0.05), fakat 30. günde ürünler arasında bir farklılık olmadığı tespit edilmiştir (P>0.05). Ayrıca keçi sütü ile üretilen probiyotik içeceklerin viskozite değerlerinin inek sütü ile üretilenlere göre az da olsa düşük olduğu belirlenmiştir. Bunun sebebi keçi sütü ile üretilenlerin kurumadde miktarının inek sütü ile üretilenlerin kurumadde miktarına göre daha düşük bulunmasından kaynaklanmış olabilir. Benzer sonuçlar Yerlikaya (2014b) tarafından gerçekleştirilen çalışmada da belirlenmiştir.

Çizelge 3. Probiyotik içeceklerin titrasyon asitliği (%) (ortalama±standart hata)
Table 3. Titratable acidity (%) of probiotic drinks (Mean±S.E)

Örnekler/Samples	Depolama Süresi/ Storage Time (Gün/Days)			Ortalama/Mean
	1. Gün/Day	15. Gün/Day	30. Gün/Day	
ABT _i	0.69±0.02	0.74±0.02	0.73±0.06	0.72±0.04 ^{ab}
ABT _K	0.71±0.03	0.71±0.05	0.68±0.08	0.70±0.05 ^b
LA _i	0.72±0.03	0.78±0.02	0.76±0.005	0.75±0.03 ^a
LA _K	0.74±0.05	0.77±0.04	0.76±0.07	0.76±0.05 ^a
BB _i	0.75±0.03	0.8±0.04	0.74±0.08	0.76±0.05 ^a
BB _K	0.75±0.06	0.81±0.05	0.74±0.10	0.77±0.07 ^a
Ortalama / Mean	0.73±0.04 ^B	0.77±0.04 ^A	0.74±0.07 ^{AB}	

^{a-b}Aynı sütunda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir (P≤0.05). İnek/cow, K:Keçi/goat

^{A-B}Aynı satırda farklı büyük harfle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir. (P≤0.05). S.H.: Standart Hata.

^{a-b} Differences between the means expressed in different lower case letters in the same column are significant (P≤0.05).

^{A-B} Differences between the means expressed in different capital letters on the same row are significant. (P≤0.05).S.H.: Standard Error.

Çizelge 4. Probiyotik içeceklerin viskozite (cP) değerleri (ortalama±standart hata)
Table 4. Viscosity (cP) values of probiotic drinks (Mean±S.E)

Örnekler/Samples	Depolama Süresi/ Storage Time (Gün/Days)			Ortalama/Mean
	1. Gün/Day	15. Gün/Day	30. Gün/Day	
ABT _i	14.02±1.33 ^{Aa}	16.17±3.88 ^{Abc}	15.17±1.72 ^{Aa}	15.12±2.50
ABT _K	12.1±1.02 ^{Aa}	12.40±1.65 ^{Ac}	12.11±2.79 ^{Aa}	12.20±1.78
LA _i	21.30±1.35 ^{Ab}	19.62±1.07 ^{ABab}	14.77±2.75 ^{Ba}	18.56±3.35
LA _K	12.35±1.53 ^{Aa}	10.97±0.55 ^{Ac}	14.52±0.83 ^{Aa}	12.60±1.80
BB _i	11.12±1.88 ^{Ba}	22.50±9.59 ^{Aa}	15.92±2.53 ^{Ba}	16.51±7.17
BB _K	14.97±1.73 ^{Aa}	12.55±0.28 ^{Ac}	12.77±0.59 ^{Aa}	13.43±1.49
Ortalama / Mean	14.30±3.69	15.70±5.72	14.21±2.28	

^{A-B}Aynı satırda (depolama süresince) farklı büyük harfle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir (P≤0.05).

^{a-c}Aynı sütunda (örnekler arası) farklı küçük harfle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir. (P≤0.05). S.H.: Standart Hata İnek/cow, K:Keçi/goat

^{A-B} Differences between means expressed in different capital letters on the same row (during storage) are significant (P≤0.05).

^{a-c} Differences between means expressed in different lower case letters in the same column (between samples) are significant. (P≤0.05). S.H.: Standard Error

Serum ayrılması sonuçları incelendiğinde, örnekler üzerinde depolama süresinin değil örnek çeşitliliğinin farklılık yarattığı (P≤0.05) tespit edilmiştir (Çizelge 5). En yüksek serum ayrılması değerine sahip örnek 13.25 mL ile LA_K örneği ve en düşük serum ayrılması değerine sahip örnek 11.54 mL ile ABT_K örneğidir. Sezgin ve ark. (1996) tarafından yapılan çalışmada AB ve ABT ürünlerinin 21 günlük depolama süresinde 1., 7. ve 21. günlerinde serum ayrılması değerleri ölçülmüştür. AB ürününün serum ayrılması değerinin depolama boyunca 8.5-7.5 mL arasında, ABT ürününün serum ayrılması değerinin ise 8.38-7.48 mL arasında değiştiği saptanmıştır.

Laktoferrin sütte bulunan bir protein fraksiyonu olup antioksidan ve antikanserojen özellik gösterebilmektedir. Aynı zamanda patojen mikroorganizmalar üzerinde antimikrobiyal özellik göstererek patojenlerin yok edilmesini sağlayabilmektedir (Avcı ve Sel, 2004; Alkan, 2008; Tomita ve ark., 2009; Yılmaz ve Tosun, 2012). Sütlerde ve probiyotik fermente içeceklerde laktoferrin analizleri depolamanın ilk gününde gerçekleştirilmiştir. Analizler sonucunda sütlerin laktoferrin düzeylerinin probiyotik içeceklerde daha yüksek olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 6). İnek sütü (133.81 µg/mL) ve keçi sütü (129.92 µg/mL) laktoferrin düzeyleri arasında bir

fark olmadığı ($P>0.05$) belirlenmiştir. Ürünler arasında laktoferrin miktarları bakımından farklılık bulunmaktadır ($P\leq 0.05$) ve en yüksek laktoferrin miktarına sahip örnek ABT_I ($101.96 \mu\text{g/mL}$) iken en düşük laktoferrin miktarına sahip

örneğin ABT_K ($25.04 \mu\text{g/mL}$) olduğu belirlenmiştir. Genel olarak değerlendirildiğinde inek sütü ile üretilen ürünlerin laktoferrin düzeylerinin keçi sütü ile üretilenlere göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 5. Probiyotik içeceklerin serum ayrılması (mL) değerleri (ortalama±standart hata)

Table 5. Serum separation (mL) values of probiotic drinks (Mean±S.E)

Örnekler/Samples	Depolama Süresi/ Storage Time (Gün/Days)			Ortalama/Mean
	1. Gün/Day	15. Gün/Day	30. Gün/Day	
ABT_I	12.37 ± 0.25	12.62 ± 0.25	12.50 ± 0.40	12.50 ± 0.30^b
ABT_K	11.50 ± 0.40	11.50 ± 0.40	11.62 ± 0.47	11.54 ± 0.39^c
LA_I	13.12 ± 0.25	13.12 ± 0.25	13.12 ± 0.25	13.08 ± 0.19^a
LA_K	13.25 ± 0.28	13.25 ± 0.28	13.25 ± 0.28	13.25 ± 0.26^a
BB_I	13.12 ± 0.25	13.12 ± 0.25	13.25 ± 0.28	13.16 ± 0.24^a
BB_K	12.12 ± 0.75	11.87 ± 0.25	12.50 ± 0.40	12.16 ± 0.53^b
Ortalama/Mean	12.58 ± 0.74	12.58 ± 0.73	12.70 ± 0.67	

^{a-b}Aynı sütunda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir ($P\leq 0.05$). S.H.: Standart Hata. İ:inek/cow, K:Keçi/goat

^{a-b} Differences between the means expressed in different lower case letters in the same column are significant ($P\leq 0.05$). S.H.: Standard Error.

ACE inhibitör aktivitesi ölçümü ürünlerde depolamanın ilk gününde gerçekleştirilmiştir. Sonuçlara bakıldığında ACE inhibitör aktivitesinin inek sütü ile üretilenlerde keçi sütü ile üretilenlere göre daha yüksek olduğu görülmektedir (Çizelge 6). Kültür çeşitleri arasında farklılık olmadığı ($P>0.05$), süt türlerinden kaynaklı farklılık olduğu ($P\leq 0.05$) ifade edilebilir.

ACE inhibitor aktivitesi ile ilgili inek sütünden üretilen ürünlerde yapılan çalışmalarda *S. thermophilus*, *L. acidophilus* ve *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis*'le üretilen örneğin % 92.23 aktiviteye sahip olduğu (Şanlı ve ark., 2016), *B. bifidum* ile üretilen örneğin %94, *L. helveticus* ile üretilen örneğin %33.27 inhibitör aktivitesine sahip olduğu (Gonzalez-Gonzalez ve ark., 2013) belirtilmiştir. Minervini ve ark. (2009) tarafından yapılan çalışmada keçi sütünden *S. thermophilus* + *L. casei* + *L. helveticus* karışık kültürle üretilen örneğin %82 inhibitör aktivitesine sahip olduğu belirtilmiştir.

Probiyotik fermente ürünlere ilişkin uçucu bileşen analizleri depolamanın ilk günü gerçekleştirilmiştir. Yapılan analizler sonucunda

12 adet uçucu bileşen tespit edilmiş ve bu uçucu bileşenlerden 9 tanesi tüm probiyotik fermente içecek örneklerinde belirlenmiştir. Bu bileşenlerin 2,3-butandion (diasetil), asetik asit, 2,3-pentanedion (asetil propiyonil), 2-bütandiole 3-hidroksi (asetoin), bütirik asit, 2-heptanon, hekzanoik asit, d-limonen ve nonanal olduğu saptanmıştır (Çizelge 7). Diğer uçucu bileşenlerden 3-metil bütirik asit LA_I , LA_K , BB_I ve BB_K örneklerinde, 2-nonanon ABT_K , LA_K ve BB_K örneklerinde ve oktanoik asit ise ABT_K ve LA_K örneklerinde tespit edilmiştir. Diasetilin en yüksek ABT_I ($15.21 \mu\text{g}/100 \text{g}$) örneğinde, asetik asitin en yüksek BB_K ($127.61 \mu\text{g}/100 \text{g}$) ve aynı zamanda asetik asitin probiyotik fermente içeceklerde en fazla bulunan uçucu bileşen olduğu tespit edilmiştir.

Uçucu bileşen olarak 2,3-pentandion bakımından örnekler arasında fark bulunmamakla beraber en fazla LA_I ($3.82 \mu\text{g}/100 \text{g}$) örneğinde bulunduğu görülmüştür. Bütirik asitin en yüksek BB_I ($24.14 \mu\text{g}/100 \text{g}$)'da olduğu ve 3-metil bütirik asitin ise ABT örneklerinde belirlenmediği görülmektedir. LA_I , LA_K , BB_I ve BB_K örneklerinden en fazla 3-metil bütirik asit tespit edilenler ise keçi sütü ile üretilenlerdir.

Çizelge 6. Probiyotik içeceklerin laktoferrin ($\mu\text{g}/\text{mL}$) ve Anjiyotensin Dönüştürücü Enzim (ACE) inhibitör aktivitesi (%) değerleri (ortalama \pm standart hata)Table 6. Lactoferrin ($\mu\text{g}/\text{mL}$) and angiotensin converting enzyme (ACE) inhibitory activity (%) values of Probiotic drinks (Mean \pm S.E)

Örnekler/Samples	Laktoferrin/Lactoferrin	ACE İnhibitör Aktivitesi ACE Inhibitory Activity
ABT _İ	101.96 \pm 6.98 ^{ab}	91.14 \pm 3.11 ^a
ABT _K	25.04 \pm 2.65 ^c	63.70 \pm 6.29 ^b
LA _İ	72.88 \pm 5.46 ^{bc}	92.16 \pm 3.46 ^a
LA _K	38.27 \pm 9.57 ^c	68.50 \pm 2.30 ^b
BB _İ	71.16 \pm 9.70 ^{bc}	90.90 \pm 4.48 ^a
BB _K	69.68 \pm 17.26 ^{bc}	70.42 \pm 2.92 ^b
İnek Sütü / Cow Milk	133.81 \pm 2.51 ^a	
Keçi Sütü / Goat Milk	129.92 \pm 22.47 ^a	

^{a-c}Aynı sütunda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir (P \leq 0.05).

S.H.: Standart Hata. İ:inek/cow, K:Keçi/goat

^{a-c} Differences between the means expressed in different lower case letters in the same column are significant (P \leq 0.05).

S.H.: Standard Error.

Çizelge 7. Probiyotik içeceklerde bulunan bazı uçucu bileşenler ($\mu\text{g}/100$ g) (ortalama \pm standart hata)Table 7. Some volatile components found in probiotic drinks ($\mu\text{g}/100$ g) (Mean \pm Standard error)

Bileşenler /Components	Probiyotik İçecek/ Probiotic Drinks					
	ABT _İ	ABT _K	LA _İ	LA _K	BB _İ	BB _K
2,3-Butandion (Diasetil)	15.21 \pm 1.61 ^a	8.58 \pm 2.96 ^{ab}	8.35 \pm 0.36 ^{ab}	5.28 \pm 1.82 ^b	7.22 \pm 1.40 ^{ab}	12.03 \pm 2.83 ^{ab}
Asetik asit	111.49 \pm 18.36 ^{ab}	66.43 \pm 16.07 ^{ab}	69.29 \pm 8.26 ^{ab}	61.15 \pm 6.92 ^b	79.84 \pm 18.22 ^{ab}	127.61 \pm 12.78 ^a
2,3-Pentandion	1.78 \pm 0.05 ^a	3.56 \pm 0.79 ^a	3.82 \pm 0.38 ^a	3.47 \pm 1.19 ^a	3.27 \pm 0.66 ^a	2.55 \pm 0.68 ^a
2-bütanon, 3-hidroksi (Asetoin)	9.06 \pm 1.72 ^{ab}	8.97 \pm 0.68 ^{ab}	4.66 \pm 0.63 ^b	8.61 \pm 1.52 ^{ab}	11.6 \pm 1.78 ^a	11.82 \pm 1.28 ^a
Bütirik asit	14.11 \pm 0.66 ^a	10.71 \pm 3.45 ^a	20.22 \pm 4.64 ^a	11.18 \pm 7.13 ^a	24.14 \pm 3.83 ^a	16.53 \pm 2.95 ^a
3-metil bütirik asit	-	-	3.55 \pm 0.87 ^c	27.93 \pm 5.08 ^{ab}	12.01 \pm 2.67 ^{bc}	51.93 \pm 8.39 ^a
2-Heptanon	0.43 \pm 0.16 ^{ab}	1.05 \pm 0.27 ^a	0.45 \pm 0.04 ^{ab}	0.97 \pm 0.17 ^a	0.22 \pm 0.13 ^b	0.98 \pm 0.07 ^a
Hekzanoik asit	19.57 \pm 8.08 ^b	38.70 \pm 8.55 ^{ab}	52.32 \pm 23.98 ^{ab}	56.72 \pm 14.00 ^{ab}	42.51 \pm 9.94 ^{ab}	101.98 \pm 22.65 ^a
D-Limonen	0.49 \pm 0.17 ^a	0.68 \pm 0.13 ^a	0.51 \pm 0.13 ^a	1.09 \pm 0.30 ^a	0.62 \pm 0.02 ^a	0.41 \pm 0.14 ^a
2-Nonanon	-	0.27 \pm 0.22 ^a	-	0.31 \pm 0.23 ^a	-	0.21 \pm 0.05 ^a
Nonanal	0.10 \pm 0.04 ^a	0.25 \pm 0.09 ^a	0.16 \pm 0.06 ^a	0.31 \pm 0.14 ^a	0.24 \pm 0.11 ^a	0.15 \pm 0.05 ^a
Oktanoik asit	-	2.72 \pm 2.72 ^a	-	1.56 \pm 1.56 ^a	-	-

^{a-c}Aynı satırda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir (P \leq 0.05). S.H.: Standart Hata. İ:inek/cow, K:Keçi/goat

^{a-c} Differences between the means expressed in different lower case letters in the same row are significant (P \leq 0.05).

S.H.: Standard Error.

Örneklerde saptanan 2-heptanonun en fazla ABT_K (1.05 $\mu\text{g}/100$ g) örneğinde bulunduğu ve keçi sütü ile üretilen örneklerde inek sütü ile üretilenlere göre daha fazla olduğu belirlenmiştir.

Asetik asitten sonra örneklerde en fazla bulunan bileşen hekzanoik asittir. En fazla hekzanoik asit bulunan örnek BB_K (101.98 $\mu\text{g}/100$ g) ve en fazla D-limonen bulunan örnek LA_K (1.09 $\mu\text{g}/100$ g) örneğidir.

Uçucu bileşenlerden 2-nonanon sadece keçi sütü ile üretilen probiyotik fermente içeceklerde tespit edilmiş olup oktanoik asitin ABT_K ve LA_K örneklerinde daha yüksek oranda bulunduğu görülmüştür. Oktanoik asit özellikle keçi sütleri için karakterisitik bir bileşendir.

Zareba ve ark., (2012) tarafından *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* ile üretilen probiyotik fermente içeceğin uçucu bileşen analizi gerçekleştirilmiş olup tespit edilen uçucu bileşenler asetik asit, 2-bütanon, 2-pentanon, bütirik asit, asetoin, 2-heptanon ve 2-nonanon olarak belirlenmiştir. Bu bileşiklerden en fazla bulunan ise asetik asittir.

Tanımlayıcı duyu analizi için; pişmiş, kremamsı, fermente, hayvansı koku, sütümsü, yavan ve temel tatlardan ekşi, tatlı, tuzlu, buruk terimleri belirlenmiştir. Her bir özellik için depolamanın 1., 15. ve 30. günlerinde örneklerin duyu analizi yapılmıştır (Çizelge 8). Depolama süresi boyunca algılanan pişmiş aromanın arttığı, kremamsı ve fermente aroma değerlerinde artış ve azalışlar olduğu gözlenmiştir. Hayvansı kokunun inek sütü ile üretilenlerde algılanmadığı, ancak keçi sütü ile üretilenlerin tümünde depolama boyunca belirlendiği tespit edilmiştir.

Çizelge 8. Probiyotik içeceklerin tanımlayıcı lezzet özellikleri (ortalama±standart hata)
Table 8. Descriptive flavor properties of probiotic drinks (Mean±S.E)

Örnekler/Samples	Depolama Süresi/ Storage Time (Gün/ Days)			Ortalama/Mean
	1. Gün/Day	15. Gün/Day	30. Gün/Day	
Pişmiş/Cooked				
ABT _I	3.14±0.53	3.28±0.82	3.28±0.46	3.23±0.61
ABT _K	3.28±0.61	3.14±0.53	3.42±0.51	3.28±0.55
LA _I	2.92±0.99	3.17±0.31	3.64±0.63	3.25±0.75
LA _K	2.57±0.64	2.92±0.26	3.42±0.64	2.97±0.64
BB _I	2.50±0.51	3.14±0.36	3.35±0.63	3.00±0.62
BB _K	2.64±0.63	3.00±0.93	3.21±0.69	2.95±0.62
Ortalama/Mean	2.84±0.71 ^C	3.11±0.48 ^B	3.39±0.60 ^A	
Kremamsı/Creamy				
Örnekler/Samples	1. Gün/Day	15. Gün/Day	30. Gün/Day	Ortalama/Mean
ABT _I	3.60±1.00 ^{Aab}	4.17±1.03 ^{Aa}	3.71±1.06 ^{Aab}	3.83±1.03
ABT _K	3.57±0.99 ^{Aab}	3.78±0.57 ^{Aab}	4.25±0.93 ^{Aa}	3.86±0.88
LA _I	3.03±0.79 ^{Bb}	3.78±0.80 ^{Aab}	3.39±0.56 ^{ABab}	3.40±0.77
LA _K	3.21±0.57 ^{Aab}	3.35±0.63 ^{Aab}	3.14±0.94 ^{Ab}	3.23±0.72
BB _I	3.96±0.41 ^{Aa}	3.28±0.61 ^{ABb}	3.03±0.74 ^{Bb}	3.42±0.71
BB _K	3.60±0.62 ^{Aab}	3.07±0.47 ^{Ab}	3.28±0.72 ^{Ab}	3.32±0.64
Ortalama/Mean	3.50±0.80	3.57±0.78	3.47±0.91	
Fermente/Fermented				
Örnekler/Samples	1. Gün/Day	15. Gün/Day	30. Gün/Day	Ortalama/Mean
ABT _I	5.10±0.92 ^{Aa}	5.75±0.64 ^{Aa}	5.21±1.76 ^{Ab}	5.35±1.21
ABT _K	4.50±0.75 ^{Ba}	5.21±0.97 ^{ABab}	5.64±1.19 ^{Aab}	5.11±1.08
LA _I	5.00±1.17 ^{Ba}	4.32±1.26 ^{Bb}	6.53±1.21 ^{Aa}	5.28±1.51
LA _K	4.89±1.21 ^{ABa}	4.35±1.27 ^{Bb}	5.50±0.85 ^{Aab}	4.91±1.19
BB _I	5.64±0.63 ^{Aa}	4.35±0.92 ^{Bb}	6.00±1.56 ^{Aab}	5.33±1.30
BB _K	5.57±0.85 ^{ABa}	4.78±1.42 ^{Bab}	6.25±1.42 ^{Aab}	5.53±1.37
Ortalama/Mean	5.11±1.00	4.79±1.20	5.85±1.40	

Çizelge 8. devam
Table 8. continuation

Örnekler/ <i>Samples</i>	Depolama Süresi/ <i>Storage Time</i> (Gün/ <i>Days</i>)			Ortalama/ <i>Mean</i>
	1. Gün/ <i>Day</i>	15. Gün/ <i>Day</i>	30. Gün/ <i>Day</i>	
<i>Hayvansı/ Animal Like</i>				
ABT _İ	-	-	-	-
ABT _K	4.71±1.78 ^{Aa}	3.71±0.99 ^{Ba}	3.53±0.94 ^{Ba}	3.98±1.37
LA _İ	-	-	-	-
LA _K	2.14±1.02 ^{Ab}	2.67±0.95 ^{Aa}	2.42±1.43 ^{Ab}	2.41±1.15
BB _İ	-	-	-	-
BB _K	2.28±0.67 ^{Ab}	3.10±1.93 ^{Aa}	2.39±1.79 ^{Ab}	2.59±1.57
Ortalama/ <i>Mean</i>	1.52±1.94	1.58±1.87	1.39±1.75	
<i>Sütümsü/ Milky</i>				
Örnekler/ <i>Samples</i>	1. Gün/ <i>Day</i>	15. Gün/ <i>Day</i>	30. Gün/ <i>Day</i>	Ortalama/ <i>Mean</i>
ABT _İ	3.03±0.77	3.25±1.39	2.67±0.77	2.98±1.02 ^{ab}
ABT _K	2.78±0.77	3.28±0.91	3.00±0.65	3.02±0.79 ^{ab}
LA _İ	2.78±1.20	3.64±0.92	3.14±1.00	3.19±1.08 ^a
LA _K	2.32±0.91	2.21±0.69	2.53±1.11	2.35±0.91 ^c
BB _İ	2.53±0.97	3.14±1.08	2.78±0.89	2.82±0.99 ^{abc}
BB _K	2.50±0.65	2.64±0.63	2.50±0.94	2.54±0.73 ^{bc}
Ortalama/ <i>Mean</i>	2.66±0.90 ^B	3.02±1.05 ^A	2.77±0.91 ^{AB}	
<i>Yavan/ Bland</i>				
Örnekler/ <i>Samples</i>	1. Gün/ <i>Day</i>	15. Gün/ <i>Day</i>	30. Gün/ <i>Day</i>	Ortalama/ <i>Mean</i>
ABT _İ	0.57±0.78 ^{Aab}	0.53±0.63 ^{ABa}	0.07±0.26 ^{Ba}	0.39±0.62
ABT _K	0.85±1.09 ^{Aa}	0.50±0.51 ^{ABa}	0.03±0.13 ^{Bb}	0.46±0.76
LA _İ	-	0.64±0.53 ^{Aa}	0.25±0.42 ^{ABa}	0.29±0.46
LA _K	-	0.67±0.42 ^{Aa}	1.14±0.69 ^{Ab}	0.60±0.65
BB _İ	-	0.21±0.42 ^{ABa}	0.67±0.79 ^{Ab}	0.29±0.58
BB _K	-	0.21±0.42 ^{Aa}	1.14±0.53 ^{Aa}	0.45±0.63
Ortalama/ <i>Mean</i>	0.23±0.63	0.46±0.51	0.55±0.69	

^{a-c} Aynı sütunda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir ($P \leq 0.05$).

^{A-B} Aynı satırda farklı büyük harfle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir. ($P \leq 0.05$). S.H.: Standart Hata. İ:inek/*cow*, K:Keçi/*goat*, - : belirlenmedi

^{a-c} Differences between the means expressed in different lower case letters in the same column are significant ($P \leq 0.05$).

^{A-B} Differences between the means expressed in different capital letters in the same line are significant. ($P \leq 0.05$). S.H.: Standard Error. - : not determined

Temel tatlardan ekşi tat özelliği bakımından keçi sütü ile üretilen probiyotik fermente içeceklerin inek sütü ile üretilenlere göre daha ekşi algılandığı belirlenmiştir. Genel olarak tatlı tat algısının inek sütü ile üretilen probiyotik fermente içeceklerde keçi sütü ile üretilenlere göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. En düşük tuzluluğa sahip probiyotik fermente içecekler inek sütü ile

üretilenler olmakla beraber aralarında istatistiksel olarak fark bulunmadığı ($P > 0.05$) tespit edilmiştir. Tuzluluğun depolama boyunca arttığı görülmektedir. Buruk tadı en yüksek olan örneklerin keçi sütü kullanılarak üretilenler olduğu ve depolama boyunca buruk tadın azaldığı tespit edilmiştir (Çizelge 9).

Çizelge 9. Probiyotik içeceklerin tanımlayıcı tat özellikleri (ortalama±standart hata)
Table 9. Descriptive taste properties of probiotic drinks (Mean±S.E)

Örnekler/Samples	Depolama Süresi/Storage time (Gün/Day)			Ortalama/Mean
	1. Gün/Day	15. Gün/Day	30. Gün/Day	
Ekşi/Sour				
ABT _i	1.14±0.53 ^{Ab}	1.07±0.61 ^{Ab}	1.25±0.64 ^{Ab}	1.15±0.58
ABT _K	1.28±0.82 ^{Ab}	1.78±0.77 ^{Aab}	1.39±0.40 ^{Ab}	1.48±0.71
LA _i	1.71±0.46 ^{Bab}	1.17±0.50 ^{Bb}	2.42±0.58 ^{Aa}	1.77±0.72
LA _K	2.21±0.77 ^{Aa}	2.00±0.51 ^{Aa}	2.50±0.75 ^{Aa}	2.23±0.70
BB _i	1.28±0.42 ^{Bb}	1.57±0.64 ^{Bab}	2.28±0.75 ^{Aa}	1.71±0.74
BB _K	2.46±0.63 ^{Aa}	2.25±0.61 ^{Aa}	2.53±1.44 ^{Aa}	2.41±0.96
Ortalama / Mean	1.68±0.79	1.64±0.73	2.06±0.96	
Tatlı/Sweet				
ABT _i	1.50±0.43 ^{Aa}	1.96±0.60 ^{Aa}	1.89±0.76 ^{Aa}	1.78±0.63
ABT _K	0.96±0.36 ^{Aa}	1.03±0.41 ^{Ab}	0.82±0.54 ^{Ac}	0.94±0.44
LA _i	1.42±0.38 ^{Aab}	1.25±0.47 ^{Ab}	1.35±0.60 ^{Aabc}	1.34±0.48
LA _K	0.89±0.28 ^{Bb}	0.78±0.25 ^{Bb}	1.64±0.49 ^{Aa}	1.10±0.52
BB _i	1.75±0.72 ^{Aa}	0.95±0.50 ^{Bb}	1.50±0.70 ^{Aab}	1.40±0.72
BB _K	0.85±0.23 ^{Ab}	0.75±0.42 ^{Ab}	0.96±0.90 ^{Ac}	0.85±0.58
Ortalama / Mean	1.23±0.54	1.12±0.60	1.36±0.76	
Tuzlu/Salty				
ABT _i	0.60±0.48	0.75±0.47	0.46±0.36	0.60±0.44 ^c
ABT _K	1.78±0.42	1.82±0.74	2.10±0.28	1.90±0.53 ^a
LA _i	0.73±0.54	0.77±0.37	0.92±0.54	0.81±0.49 ^c
LA _K	1.00±0.50	1.67±0.57	1.64±0.92	1.44±0.74 ^b
BB _i	0.67±0.42	0.78±0.32	1.00±0.75	0.82±0.53 ^c
BB _K	1.21±0.67	1.60±0.40	1.50±0.58	1.44±0.57 ^b
Ortalama / Mean	1.00±0.64 ^B	1.23±0.67 ^A	1.27±0.80 ^A	
Buruk/Astringent				
ABT _i	0.57±0.43	0.28±0.25	0.03±0.13	0.29±0.36 ^c
ABT _K	0.75±0.47	1.03±0.60	0.64±0.23	0.80±0.48 ^b
LA _i	0.57±0.54	0.62±0.48	0.41±0.41	0.53±0.48 ^{cb}
LA _K	1.60±0.62	1.14±0.49	1.10±0.52	1.28±0.58 ^a
BB _i	0.67±0.50	0.67±0.46	0.30±0.39	0.55±0.48 ^{cb}
BB _K	1.28±0.57	1.03±0.53	1.17±0.31	1.16±0.48 ^a
Ortalama / Mean	0.91±0.65 ^A	0.80±0.55 ^A	0.61±0.54 ^B	

^{a-c} Aynı sütunda farklı küçük harflerle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir (P≤0.05).

^{A-B} Aynı satırda farklı büyük harfle ifade edilen ortalamalar arasındaki farklar önemlidir. (P≤0.05). S.H.: Standart Hata. İ:inek/cow, K:Keçi/goat

^{a-c} Differences between the means expressed in different lower case letters in the same column are significant (P≤0.05).

^{A-B} Differences between the means expressed in different capital letters in the same row are significant (P≤0.05). S.H.: Standard Error.

Görünüş, kıvam ve tat-koku özellikleri bakımından tüketiciler tarafından yapılan duyuşal değerlendirmeler sonucunda örneklerin görünüş puanları arasında önemli fark olmadığı ve değerlerin 6.21-7.01 arasında değiştiği saptanmıştır. Tat-koku açısından ise ABT_i (6.26) ve LA_i (5.90) örneklerinin diğerlerinden daha yüksek puan aldığı görülmüştür. Diğer bir ifadeyle

keçi sütü kullanılan ürünlerin beğenisinin inek sütü ile üretilenlere göre düşük olduğu belirlenmiş olup bunun nedenin tanımlayıcı duyuşal analiz sonuçlarında da görüldüğü gibi keçi sütünün kendine özgü hayvansı kokusundan kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Sonuç olarak, yapılan çalışmada hammadde olarak inek ve keçi sütünde fermantasyon amacıyla seçilmiş olan probiyotik kültürlerin kullanımı son ürünün fizikokimyasal ve duyuşsal özelliklerinde farklılıklara neden olmuştur. Üretilen probiyotik ürünlerin fonksiyonel gıda niteliği taşıması ve ürün çeşitliliği konusunda sektöre alternatif yeni ürün olarak kazandırılması açısından önemli katkılar sağlayacağı düşünülmektedir. Bu çalışmadan elde edilen bulgular sonucunda bazı önerilerde bulunmak gerekirse: Keçi sütü tüketiciler tarafından inek sütüne göre daha az beğenildiğinden, keçi ve inek sütünden belirli oranlarda karışım hazırlanarak alternatif ürünler oluşturulabilir, farklı kültürler veya karışım kültürler birlikte kullanılabilir, meyve veya çeşitli aroma maddeleri kullanılarak da ürün çeşitliliği artırılabilir.

TEŞEKKÜR

Bu makale Duygu Nalbant'ın Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi BAP-FYL-2016-980 nolu proje kapsamında desteklenen "İnek ve Keçi Sütü Kullanılarak Üretilen Bazı Probiyotik Ürünlerin Karakteristik Özelliklerinin Karşılaştırılması" başlıklı yüksek lisans tezinden (Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, YÖK Tez No: 480522) üretilmiştir.

KAYNAKLAR

Alkan E., 2008. Laktoferrin ve Gıdalarda Kullanımı. *Gıda ve Yem Bilimi Teknolojisi*, 10 (5): 31-38.

Arnold D., Di Biase A. M., Marchetti M., Pietrantoni A., Valenti P., Seganti L., 2002. Antiadenovirus Activity of Milk Proteins: Lactoferrin Prevents Viral Infection. *Antivir Res*, 53: 153-158.

Atamer M., Sezgin E., 1986. Yoğurtlarda Kurumadde Artırımının Pıhtının Fiziksel Özelliklerine Etkisi, *Gıda Dergisi*, 11: 327-331.

Avcı G., Sel T., 2004. Laktasyon Periyodundaki Ankara Keçilerinde Süt ve Serum. *Ankara Üniversitesi Veterinerlik Fakültesi Dergisi*, 51: 181-187.

Avcı G., 2005. Biyoaktif Bir Glikoprotein Olan Laktoferrinin Biyokimyasal Özellikleri. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, (1-2): 61-70.

Avşar Y.K., Karagül Yüceer Y., Drake M.A., Singh T.K., Yoon Y., Cadwallader K.R., 2004. Characterization of Nutty Flavor in Cheddar Cheese. *J Dairy Sci*, 87: 1999-2010.

Başpınar E., Mendeş M., Çamdeviren H., 2000. Multidimensional Scaling Analysis and Its Usage. *Biyoteknoloji (KUKEM)*, 24: 89-98.

Bradley Jr.R.L., Arnold Jr.E., Barbano D.M., Semerad R.G., Smith D.E., Vines B.K., 1992. Chemical and Physical Methods. In Standard Methods for the Examination of Dairy Products, Ed: Marshall, R.T., *American Public Health Association*, Washington D.C., 433-531.

Chen P.W., Mao F.C., 2004. Detection of Lactoferrin in Bovine and Goat Milk by Enzyme Linked Immunosorbent Assay. *J Food Drug Anal*, 12 (2): 133-139.

Danowski K., Gross J. J., Meyer H. H. and Kliem H., 2012. Effects of Induced Energy Deficiency on Lactoferrin Concentration in Milk and the Lactoferrin Reaction of Primary Bovine Mammary Epithelial Cells in Vitro. *J Anim Physiol Anim Nutr*, 97: 647-655.

Dupont D., Arnould C., Rolet-Repecaud O., Duboz G., Faurie F., Martin B., Beuvier E., 2006. Determination of Bovine Lactoferrin Concentrations in Cheese with Specific Monoclonal Antibodies. *Int Dairy J*, 16: 1081-1087.

Erdmann K., Cheung B.W.Y., Schröder H., 2008. The Possible Roles of Food-Derived Bioactive Peptides in Reducing the Risk of Cardiovascular Disease. *J Nutr Biochem*, 19: 643-654.

Gonzalez-Gonzalez C., Gibson T., Jauregi P., 2013. Novel Probiotic-Fermented Milk with Angiotensin I-Converting Enzyme Inhibitory Peptides Produced by *Bifidobacterium Bifidum* MF 20/5. *Int J Food Microbiol*, 167: 131-137.

Hara K., Ikeda M., Saito S., Matsumoto S., Numata K., Kato N., Tanaka K., Sekihara H., 2002. Lactoferrin Inhibits Hepatitis B Virus

- Infection in Cultured Human Hepatocytes. *Hepatol Res*, 24: 228-235.
- Harmsen M.C., Swart P.J., de Bethune M.P., Pauwels R., de Clercq E., The T.H., Meijer D.K., 1995. Antiviral Effects of Plasma and Milk Proteins: Lactoferrin Shows Potent Activity Against Both Human Immunodeficiency Virus and Human Cytomegalovirus Replication in Vitro. *The J Infec Dis*, 172: 380- 388.
- Hernandez-Ledesma B., Amigo L., Ramos M., Recio I., 2004. Angiotensin Converting Enzyme Inhibitory Activity in Commercial Fermented Products. Formation of Peptides under Simulated Gastrointestinal Digestion. *J Agric Food Chem*, 52 (6): 1504-1510.
- Ikeda M., Nozakia A., Sugiyama K., Tanaka, T., Naganuma A., Tanaka K., Sekihara H., Shimotohno K., Saito M., Kato N., 2000. Characterization of antiviral activity of lactoferrin against hepatitis C virus infection in human cultured cells. *Virus Research*, 66 (1): 51-63.
- İşleten M., Karagül-Yüceer Y., 2006. Effects of Dried Dairy Ingredients on Physical and Sensory Properties of Nonfat Yogurt. *J Dairy Sci*, 89: 2865-2872.
- Kezer G., 2013. İnek ve Keçi Sütü Karışımından Yapılan Kefirlerin Fizikokimyasal, Mikrobiyal ve Duyusal Özellikleri Üzerine Yağ İkame Maddelerinin Etkisi.Yüksek Lisans Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Samsun.
- Kruskal J.B., 1964. Multidimensional Scaling by Optimizing Goodness of Fit to a Nonmetric Hypothesis. *Psychometrika*, 29: 1-27.
- Marchetti M., Superti F., Ammendolia M.G., Rossi P., Valenti P., Seganti L., 1999. Inhibition of Poliovirus Type 1 Infection by Iron-, Manganese-, and Zinc-Saturated Lactoferrin. *Med Microbiol Immunol*, 187: 199-204.
- Masuda O., Nakamura Y., Takano T., 1996. Antihypertensive Peptides Are Present In 62 Aorta After Oral Administration of Sour Milk Containing These Peptides to Spontaneously Hypertensive Rats. *J Nutr*, 126 (12): 3063-3068.
- Meilgaard M., Civille G.V., Carr B.T., 1999. *Descriptive Analysis Techniques, Sensory Evaluation Techniques*, 3. Edition CRC Press, Inc. Boca Raton, FL., p. 387.
- Miguel M., Contreras M.M., Recio I., Aleixandre A., 2009. ACE-inhibitory and Antihypertensive Properties of a Bovine Casein Hydrolysate. *Food Chem*, 112: 211-214.
- Minervini F., Bilancia M.T., Siragusa S., Gobbetti M., Caponio F., 2009. Fermented Goats' Milk Produced with Selected Multiple Starters as a Potentially Functional Food. *Food Microbiol (Lond)*, 26: 559-564.
- Murphy M. E., Kariwa H., Mizutani T., Yoshimatsu K., Arikawa J., Takashima I., 2000. In Vitro Antiviral Activity of Lactoferrin and Ribavirin Upon Hantavirus. *Arch Virol*, 145: 1571-1582.
- NEN, 1969. Netherlands Standard. Butyrometric Determination of the Fat Content of Cheese (Gerber van Gulik Method), *Neth Milk Dairy J*, 23: 214-220.
- Sanchez L., Peiro J.M., Castillo H., Perez M.D., Ena J.M., Calvo M., 1992. Kinetic Parameters for Denaturation of Bovine Milk Lactoferrin. *J Food Sci*, 57 (4): 873-879.
- Sezgin, E., Yıldırım, Z., Karagül, Y. 1996. *Lactobacillus acidophilus* ve *Bifidobacterium bifidum* Kullanılarak Hazırlanan Fermente Süt Ürünlerinin İncelenmesi. *Turk J Biol*, 20: 281-291.
- Superti F., Ammendolia M.G., Valenti P., Seganti L., 1997. Antirotaviral Activity of Milk Proteins: Lactoferrin Prevents Rotavirus Infection in The Enterocyte-Like Cell Line HT 29. *Medicine Microbiology and Immunology*, 186: 83-91.
- Şanlı T., Akal H.C., Yetişemiyen A., Hayaloğlu A.A., 2016. Influence of Adjunct Cultures on Angiotensin-Converting Enzyme (ACE)-Inhibitory Activity, Organic Acid Content and Peptide Profile of Kefir. *Int J Dairy Technol*, 69:65 1-9.
- Tok E., Aslım B., 2007. Probiyotik Olarak Kullanılan Bazı Laktik Asit Bakterilerinin Kolesterol Asimilasyonu ve Safra Tuzları

- Dekonjugasyonundaki Roller. *Türk Mikrobiyoloji Cemiyeti Dergisi*, 37 (1): 62-68.
- Tomita, M., Wakabayashi, H., Shin, K., Yamauchi, K., Yaeshima, T., Iwatsuki, K., 2009. Review: Twenty-Five Years of Research on Bovine Lactoferrin Applications. *Biochimie*, 91 (1): 52-57.
- Tsuda H., Sekine K., Ushida Y., Kuhara T., Takasuka N., Igo M., Han B.S., Moore M.A., 2000. Milk and Dairy Products in Cancer Prevention: Focus on Bovine Lactoferrin. *Mutat Res*, 462: 227-233.
- Wakabayashi H., Abe S., Okutomi T., Tansho S., Kawase K., Yamaguchi H., 1996. Cooperative Anti-Candida Effects of Lactoferrin or Its Peptides in Combination with Azole Antifungal Agents. *Microbiol Immunol*, 40 (11): 821-825.
- Yerlikaya O., Ender G., Torunoglu F.A., Akbulut N., 2013. Production of Probiotic Milk Drink Containing *Lactobacillus acidophilus*, *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* and *Lactobacillus casei*. *Agro Food Industry Hi Tech*, 24 (2): 49-52.
- Yerlikaya O., 2014a. Starter Cultures Used in Probiotic Dairy Product Preparation and Popular Probiotic Dairy Drinks. *Food Sci Technol*, 34 (2): 221-229.
- Yerlikaya O., 2014b. Effect of Bee Pollen Supplement on Antimicrobial, Chemical, Rheological, Sensorial Properties and Probiotic Viability of Fermented Milk Beverages. *Mljekarstvo*, 64 (4): 268-279.
- Yıldırım Z., Tokatlı M., Öncül N., Yıldırım M., 2011. Laktoferrinin Biyolojik Aktivitesi. *Akademik Gıda Dergisi*, 9 (6): 52-63.
- Yılmaz B., Tosun H., 2012. Sütte Bulunan Doğal Antimikrobiyal Sistemler ve Bunların Gıda Sanayinde Kullanımı. *C.B.Ü. Fen Bilimleri Dergisi*, 8 (1): 11-20.
- Zareba D., Ziarno M., Obiedzinski M., 2012. Volatile Profile of Non-Fermented Milk and Milk Fermented by *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis*. *Int J Food Prop*, 15 (5): 1010-1012.



CHANGES IN PHYSICOCHEMICAL, MICROBIOLOGICAL AND SENSORY CHARACTERISTICS OF TRADITIONALLY PRODUCED TURKISH SUCUK DURING RIPENING AND STORAGE: NATURAL OR SYNTHETIC ADDITIVES?

Tugba Ozdal*

Department of Food Engineering, Faculty of Engineering, Istanbul Okan University, Istanbul, Turkey

Received / Geliş: 12.12.2019; Accepted / Kabul: 09.03.2020 Published online / Online baskı: 27.03.2020

Ozdal, T. (2020). *Changes in physicochemical, microbiological and sensory characteristics of traditionally produced Turkish sucuk during ripening and storage: natural or synthetic additives? GIDA (2020) 45(2) 329-339 doi: 10.15237/gida.GD20013*

Ozdal, T. (2020). Geleneksel olarak üretilen Türk sucuğunun olgunlaşma ve depolama sırasındaki fizikokimyasal, mikrobiyolojik ve duyuşsal özelliklerindeki değışiklikler: doğal veya sentetik katkıları? GIDA (2020) 45(2) 329-339 doi: 10.15237/gida.GD20013

ABSTRACT

The effects of addition of nitrite, lactic acid bacteria and propolis on the physicochemical, microbiological and sensory characteristics of traditional Turkish sucuk were studied during the sun-drying and storage stages. Microbiological and physicochemical analysis were performed at the beginning of sun drying period (3rd day), at the end of the sun-drying period (14th day) and in the storage period (28th day). According to the microbiological evaluation of the samples, analyses show that total bacteria, total yeast and mould and lactic acid bacteria counts varied significantly ($P < 0.05$) with nitrite, lactic acid bacteria and propolis addition and time. Propolis decreased the total bacteria, mould and yeast counts compared to the control sample at the end of the 28th day with acceptable sensory properties. Therefore, it can be concluded that as a natural strong antimicrobial, propolis can be added to traditional sucuk formulations to substitute nitrite to avoid negative health effects.

Keywords: Traditional sucuk, synthetic additives, natural additives, lactic acid bacteria, propolis

GELENEKSEL OLARAK ÜRETİLEN TÜRK SUCUĞUNUN OLGUNLAŞMA VE DEPOLAMA SIRASINDAKİ FİZİKOKİMYASAL, MİKROBİYOLOJİK VE DUYUSAL ÖZELLİKLERİNDEKİ DEĞİŞİKLİKLER: DOĞAL VEYA SENTETİK KATKILAR?

ÖZ

Nitrit, laktik asit bakterisi ve propolis ilavesinin, geleneksel Türk sucuklarının fizikokimyasal, mikrobiyolojik ve duyuşsal özelliklerine etkileri güneşte kurutma ve depolama aşamalarında incelenmiştir. Mikrobiyolojik ve fizikokimyasal analizler güneşte kurutma periyodunun başında (3. gün), güneşte kurutma periyodunun sonunda (14. gün) ve depolama sürecinde (28. gün) yapılmıştır. Örneklerin mikrobiyolojik analiz sonuçlarına göre, toplam bakteri, toplam maya, küf ve laktik asit bakterisi sayıları nitrit, laktik asit bakterisi ve propolis ilavesiyle ve bunun yanında zaman ile istatistiksel olarak anlamlı bir değışiklik ($p < 0.05$) göstermektedir. Propolisin, toplam bakteri, küf ve maya sayılarını kontrol numunesine kıyasla, 28. günün sonunda, kabul edilebilir duyuşsal özelliklere sahip olarak azalttığı sonucuna varılmıştır. Bu nedenle, doğal ve güçlü bir antimikrobiyal olarak, olumsuz sağlık etkilerinden kaçınmak amacıyla nitrit yerine geleneksel Türk sucuğu formülasyonlarına propolis ilave edilebileceği sonucuna varılmıştır.

Anahtar kelimeler: Geleneksel sucuk, sentetik katkıları, doğal katkıları, laktik asit bakterisi, propolis

* Corresponding author /Yazışmalardan sorumlu yazar;

✉ tugba.ozdal@okan.edu.tr

☎ (+90) 216 677 1630

☎ (+90) 216 677 1647

Tugba Ozdal; ORCID no: 0000-0001-8344-5336

INTRODUCTION

Sucuk, a traditional dry-fermented sausage in Turkey, has a widespread distribution in local markets and great acceptance by local consumers. Industrial and traditional methods are used in sucuk production. Traditionally produced sucuk formulation varies regionally. Sucuk generally consists of a mixture of beef, beef fat, salt, various spices (red pepper, black pepper, cumin etc.) and nitrite can be used as a preservative. The sucuk dough undergoes a bacterial fermentation followed by a ripening period (Kilic, 2009). Sucuk fermentation is carried out by native microbiota or addition of starter cultures into sucuk dough (Erkmen and Bozkurt, 2004). Then, sucuk dough is stuffed into natural bowel and air-dried in traditional method (Gokalp, Kaya and Zorba, 1999). There exists no standardized method in traditional production of sucuk (Bozkurt and Erkmen, 2002).

Lactic-acid bacteria (LAB) play an important role in meat preservation. They decrease the pH by lactic-acid production; produce bacteriocins, which prevent growth of some pathogenic and spoilage organisms; provide diversity of sensory properties by modification of raw material; and contribute to the development of flavor, color and texture, thereby improving the overall quality and shelf life of meat products (Holko, Hrabě, Šalaková, and Rada, 2013; Leroy and De Vuyst, 2004). However, LAB may have also negative effects. They have been noticed as main spoilage microorganisms in meat products and may be the reason of slime and sour flavor in sucuk (Wang, 2000).

On the other hand, several additives have been applied in sucuk production, which have high antioxidant and antimicrobial activity. Nitrite, nitrate and some organic acids such as benzoic acid, sorbic acid, citric acid and their salts have been used in sucuk production as commercial additives. Moreover, ascorbic acid and α -tocopherols are used as antioxidant additives. Several additives have been used in order to decrease the pH, improve the flavor and aroma and to reach desired color (Bozkurt, 2002).

Nitrate and nitrite are used widely to establish color stability in meat products, to control microbial growth by inhibition of pathogenic bacteria such as *Clostridium botulinum*, to improve characteristic aroma, color and taste of cured meat products. However, nitrate and nitrite have negative effects on health and they are not acceptable above certain doses. They are toxic as they cause anemia and form nitrosamines that are carcinogens by reacting with secondary amines existing in human body. Nitrate ions don't have toxic effects directly. Nitrates turn into nitrite ions by bacterial nitrate reductase activity (Bories ve Bories, 1995). Nitrites react with hemoglobin and form methemoglobin. Fe^{+2} in hemoglobin is oxidized and turns into Fe^{+3} and it avoids or reduces O_2 transport function of blood. This is called methaemoglobinaemia and causes 'blue baby syndrome' dangerous for children (Cemek ve diğ., 2007). Another negative effect of nitrite on human health is that it forms nitrosamines as a result of the reaction with secondary amines. These compounds are potentially carcinogenic, mutagenic and/or teratogenic (Connolly ve Paul, 2001). Increase of nitrate and nitrite levels cause serious health problems on human health. Their concentration should be monitored carefully. Due to the negative health effects of nitrate and nitrite addition to meat products such as Turkish dry-fermented sausage (sucuk), natural food preservative alternatives are needed to substitute these additives.

Propolis has strong antioxidant and antimicrobial activities and it is also Generally Recognised as Safe (GRAS) (Burdock, 1998). This fact makes propolis an attractive substance as natural preservative in novel food applications. This meets the demand for natural antioxidants and antimicrobials, as a result of the increasing consumer awareness for natural, minimally processed foods with natural preservatives (Tosi et al., 2007).

In view of these considerations, it is aimed in this study to compare the chemical properties such as pH, moisture content, free fatty acids and microbiological properties such as total aerobic bacteria, total yeast and mould, total coliform bacteria, total lactic acid bacteria in four different

formulations of sucuk to determine the effects of nitrite, lactic acid bacteria and propolis. Besides, these quality characteristics are monitored throughout the drying period of traditionally produced sucuk samples to evaluate the quality characteristics changing throughout this period.

MATERIALS AND METHODS

Chemicals

Violet red bile (VRB) agar, dichloran rose bengal chloramphenicol (DRBC) agar, plate count agar (PCA) and de Man, Rogosa and Sharpe (MRS) agar were obtained from Merck (Darmstadt, Germany); Brilliant green bile broth was obtained from Hach (USA); peptone was purchased from Biomatik (USA). Sodium chloride, sodium hydroxide and phenolphthalein were obtained from Sigma-Aldrich (St. Louis, MO).

Starter culture for cured meat products containing *Pediococcus acidilactici* was obtained from Simbiyotek (Istanbul, Turkey).

Propolis was obtained from SBS Scientific Bio Solutions A.Ş. from Kocaeli region of year 2017.

Sucuk preparation

Four different formulations of sucuk dough was prepared as shown in Table 1. All types of sucuk contains meat, salt, sugar, garlic and spices including red pepper, black pepper, chili pepper, cumin and sumac. All formulations contain 1000 g calf meat (including about 20% fat), 6 g cumin, 6 g red pepper, 6 g black pepper, 8,8 g garlic, 8 g salt, 16 g chili pepper, 3 g sumac in their recipe.

Table 1. Concentration of nitrite/lactic acid bacteria/propolis used for production of sucuk formulations

Additives	Turkish sucuk types			
	S1	S2	S3	S4
Nitrite	0	150 ppm/ kg	0	0
Lactic acid bacteria (<i>Pediococcus acidilactici</i> KUEN 1584)	0	0	1 ml / kg	0
Propolis	0	0	0	10 g/ kg

S1: control ; S2:sample including 150 ppm/kg nitrite; S3: sample including 1 ml / kg lactic acid bacteria; S4: sample including 10 g / kg propolis

The meat was minced to about 1.5 - 2.0 cm using meat mincer (Tefal PrepLine 1600, France). Then, spices and 150 ppm of nitrite into S2, 1 ml of starter culture *Pediococcus acidilactici* KUEN 1584 into S3 and 10 g of finely grounded propolis into S4 were added and mixed with 1000 g of minced meat. Sucuk dough was rested for 3 days at 4°C. Dry clean natural bowel was softened using perchloric acid and the dough was filled into this using sucuk dough filling machine (Kenwood mg420, USA). At the end of filling into natural bowel cases, 250 g of 4 sucuks were prepared for all formulations to produce duplicate batches. Sucuks were fermented and air-dried for 12 days: 8th April to 19th April by relative humidity of 45% to 80% as outlined in Fig.1. After sun-drying period, sucuk samples were placed into an

incubator at 30°C until 28th day by a high relative humidity of above 80%.

Sampling

Sucuks were sampled on 3rd, 14th, 28th days and total bacteria, total mould and yeast, lactic acid bacteria, total coliform bacteria counts, pH, moisture and free fatty acid contents were determined. The samples were taken at:

-3rd day: the beginning of fermentation and sun-drying period

-14th day: end of fermentation/ sun-drying period

-28th day: end of storage period

All microbiological and physicochemical analyses were performed in triplicate.

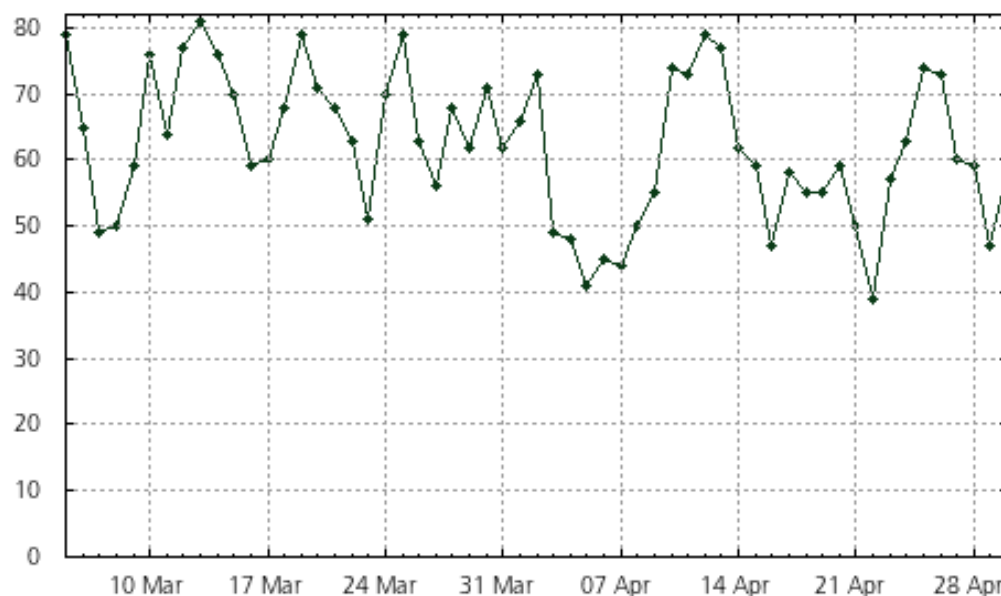


Figure 1. Relative Humidity % at Sun-Drying Period of Sucuk Samples (April 8th to April 19th, 2018)

Sample preparation and microbiological analysis

25 g of sample was collected from each sucuk types (S1, S2, S3 and S4). They are homogenized using Waring blender (Torrington, CT). Sterile peptone water (0.1%, 225 ml) was poured on the sample and serial dilutions were prepared using 0.1% peptone water for microbiological analysis (Erkmen, 2000).

Total bacteria were measured using the spread plate method on aerobic plate count agar (Merck, Darmstadt, Germany). The Petri dishes were incubated at 30 °C up to 72 h (Ertas, 2010). Bacterial counts were expressed as colony-forming units per gram of sample (cfu/g) and were transformed into logarithms (TS ISO 4832, 2010).

Total mould and yeast values were counted using the spread plate method on Violet Red Bile Agar (Merck, Darmstadt, Germany) and incubated at 25 °C for 2–5 days (Erkmen, 2000). Bacterial counts were expressed as colony-forming units per gram of sample (cfu/g) and were transformed into logarithms (TS 6580, 1989).

Total lactic acid bacteria values were observed using the spread plate method on de Man, Rogosa

and Sharpe (MRS) Agar (Merck, Darmstadt, Germany). Petri dishes were incubated at 30 °C for 48–72 h (Erkmen, 2000). Bacterial counts were expressed as colony-forming units per gram of sample (cfu/g) and were transformed into logarithms.

Coliform bacteria count were carried out using the pour plate method using violet red bile agar (VRBA) (Merck, Darmstadt, Germany) and incubated at 30 °C for 24 h. The purple-red colonies that are 0.5 mm or larger in diameter and surrounded by zone of precipitated bile acids are counted. To confirm that the colonies are coliforms, representative colonies were transferred to tubes containing 10 ml of Brilliant Green Bile Broth with Durham tubes. The tubes were examined at 24 to 48 hours for gas production (TS ISO 4832, 2010).

Sample preparation and chemical analysis

Sucuk samples that were prepared for microbiological assays were also used for physicochemical analysis. Samples were divided into around 5 x 5 x 5 mm pieces and 100 g of each sample was homogenized by Waring blender. 5 g of sucuks were used for moisture content and 10 g of samples for pH and free fatty acids determinations. All analysis of pH, moisture

content and free fatty acids were carried out in triplicate.

Moisture content of traditional sucuk types were analyzed according to the methods described by AOAC (1990). 5 g of sucuk sample was placed into hot air oven at $125 \pm 2^\circ \text{C}$ for 3 hours. Sucuk samples of 10 g were homogenized in Waring blender in 100 ml distilled water for determination of pH using a pH meter (Ohaus, ST3100).

Lipid fraction for free fatty acids (FFA) analyses was extracted from the samples according to the method of Bligh and Dyer (1959). FFA analysis was performed according to the alkaline titration method and calculated as mg KOH/g fat.

Sensory analysis

Sensory analysis of the sucuk samples was carried out in a room with 25°C . Sensory evaluation panels were composed of 8 trained panelists from Department of Food Engineering, Istanbul Okan University. The age interval of panelists were between 20 to 30 and equal members of genders. They were selected on the basis of their sensory performances and interest and trained for 2 hours to perform sensory analysis. All of the traditionally produced sucuk samples were divided to about 20 mm diameter and 20 ± 0.5 mm thickness pieces and grilled with a grill (Tefal Family Flavour Grill Black Edition TG8000, France) for about 1 min on each sides of sucuk pieces.

Four different types of traditionally produced sucuk samples were immediately served to panelists on a plastic white color plate and the panelists tasted the samples starting from left to right. Samples were labeled with three-digit random numbers. Assessors scored each attribute on a 0-9 category scale. Category scales were described by using the terms like 'dislike extremely' for '0' and 'like very much' for '9'. The sensory characteristics analyzed were color, flavor and aroma, texture and overall acceptability. During each session four different formulations of sucuk samples were evaluated for all the attributes and two replicates were obtained for all the assessors for every sample (4 variants x 2

replicates x 8 assessors). For panel performance, traditionally produced sucuk samples were evaluated in 2 different sessions of sensory panels.

Statistical analysis

The data of all the analysis gathered were given as means and standard deviations of triplicate analysis. Data analysis was performed by one-way ANOVA statistical tests on physicochemical and microbial changes of time and sucuk type to determine significant changes ($P < 0.05$). Duncan's Multiple Range Test was also performed to evaluate significant differences between means at the $P < 0.05$ significance level by IBM SPSS Statistics 25.0 statistical software.

RESULTS AND DISCUSSION

Microbiological evaluations

Result of total bacteria counts at 3rd, 14th and 28th days are given in Table 2. Multiple range tests point out that total bacteria count increased significantly ($P < 0.05$) over the first 14 days and after that decreased significantly until the end of 28th day.

Similar results were obtained by the studies of Bozkurt and Erkmen (2007), Samelis et al. (1998) and Bozkurt and Erkmen (2004). They have observed that aerobic plate count raised during the ripening stage and reduced during the storage period.

Multiple range tests figured out that additives changed total bacteria count. The highest ($P < 0.05$) total bacteria count was determined at day 28 in S3, and the lowest ($P < 0.05$) in S4 and S2 samples. Propolis significantly decrease the total bacteria count as it is a very strong antimicrobial agent. This means that propolis can be used as a natural antimicrobial in traditional sucuk production as a substitute of nitrite according to the results of total bacteria count analysis.

Total mould and yeast analysis results at 3rd, 14th and 28th days are given in Table 2. It was observed that there are statistically significant differences between traditional sucuk samples according to their additives and also according to time from 3rd to 28th days. Total mould and yeast

count decrease from 3rd to 28th days in all samples. It was observed that in S2 type sucuk containing nitrite as additive total mould and yeast count is increased from the 3rd day (4.29 log CFU/g) to 14th day (4.73 log CFU/g) and then decreased at the end of the 28th day (4.08 log CFU/g). Bruna, Ordonez, Fernandez, Herranz, and De La Hoz (2001) and Bozkurt and Erkmen (2007) also reported that during fermentation mould and yeast count of fermented sausage raised and then reduced. It was found that propolis decreased the

total yeast and mould count from 3rd (5.35 log CFU/g) to 28th day (4.17 log CFU/g) significantly. Addition of starter culture also decreased total yeast and mould count from 3rd (5.24 log CFU/g) to 28th day (4.57 log CFU/g) significantly. The highest decrease was observed in S4 sucuk type containing propolis as an antimicrobial agent from the 3rd day to 28th day of analysis, but the lowest value was observed in sample S2 (4.08 log CFU/g) containing nitrite at the end of the 28th day.

Table 2. Changes in total bacteria, mould and yeast, lactic acid bacteria and total coliform bacteria counts in traditionally produced sucuk samples

Analysis	Sucuk Type	Days		
		3 rd Day	14 th Day	28 th Day
Total bacteria analysis*	S1	8.47±0.55 ^{B.a}	10.43±0.51 ^{A.a}	8.27±0.18 ^{B.ab}
	S2	7.28±0.18 ^{B.c}	8.77±0.21 ^{A.b}	7.76±0.63 ^{B.b}
	S3	7.66±0.46 ^{B.b}	8.75±0.21 ^{A.b}	8.81±0.07 ^{A.a}
	S4	7.47±0.21 ^{B.bc}	8.65±0.29 ^{A.b}	7.77±0.09 ^{B.b}
Total mould and yeast*	S1	5.05±0.03 ^{A.a}	4.96±0.04 ^{AB.a}	4.38±0.07 ^{B.b}
	S2	4.29±0.22 ^{AB.b}	4.73±0.14 ^{A.b}	4.08±0.07 ^{B.b}
	S3	5.24±0.17 ^{A.a}	4.76±0.04 ^{B.b}	4.57±0.07 ^{BC.a}
	S4	5.35±0.06 ^{A.a}	4.59±0.06 ^{B.bc}	4.17±0.13 ^{BC.b}
Total lactic acid bacteria*	S1	6.28±0.22 ^{B.b}	7.37±0.26 ^{A.a}	6.51±0.09 ^{B.a}
	S2	6.26±0.13 ^{AB.b}	6.36±0.06 ^{A.c}	5.38±0.07 ^{C.c}
	S3	6.30±0.23 ^{A.b}	6.33±0.19 ^{A.bc}	5.58±0.17 ^{B.bc}
	S4	6.90±0.05 ^{A.a}	6.90±0.05 ^{A.b}	5.90±0.12 ^{B.b}
Total coliform bacteria*	S1	nd	nd	nd
	S2	nd	nd	nd
	S3	nd	nd	nd
	S4	nd	nd	nd

*log cfu/g; nd: not determined.

S1: control ; S2:sample including 150 ppm/kg nitrite; S3: sample including 1 ml / kg lactic acid bacteria; S4: sample including 10 g / kg propolis

Values in columns represents the mean of 3 replications and standard deviation.

Values followed by the same small letters in columns are not significantly different ($P < 0.05$).

Values followed by the same capital letters in rows are not significantly different ($P < 0.05$).

Total lactic acid bacteria analysis results at 3rd, 14th and 28th days are given in Table 2. According to the statistical analysis performed, it was observed that the time and addition of nitrite, lactic acid bacteria and propolis changed ($P < 0.05$) the lactic acid bacteria count in traditionally produced sucuk samples.

LAB increased in S1 type sucuk ($P < 0.05$) from 6.28 to 7.37 log CFU/g during 12 days of the sun-

drying stage and reduced to 6.51 log CFU/g in storage stage. The results of this study are in agreement with previous studies that reported LAB raised while ripening stage and reduced during the storage stage (Bozkurt and Erkmen (2007); Samelis et al. (1998); Mora-Ventura (1999); Roig-Sagues, Hernandez-Herrero, Lopez-Sabater, Rodriguez, and, Bruna et al. (2001); Gonzalez and Diez (2002).

Changes in characteristics of traditional Turkish sucuk during ripening and storage

Addition of nitrite, lactic acid bacteria and propolis influenced ($P < 0.05$) the LAB in traditionally produced sucuk types. The lactic acid bacteria counts for all samples were decreased from 14th to 28th day. This finding is also agreed with Bozkurt and Erkmen (2007) as they have observed that adding nitrite/nitrate to sucuk formulations reduce ($P < 0.05$) the lactic acid bacteria.

Coliform bacteria in particular, *Staphylococcus aureus*, *Clostridium perfringens*, *Campylobacter jejuni*, *Escherichia coli* and *Salmonella*, in meat products, are considered as potential sources of risk (Balpetek and Gürbüz, 2010). Coliform bacteria are not found in our analysis as it is indicated in Table 2.

Physicochemical changes

pH values of sucuks decreased from 14th to 28th days significantly ($P < 0.05$). The decrease of pH can be explained by the production of lactic acid and other organic acids by lactic acid bacteria and other acid-producing bacteria (Gökalp, 1986; Gökalp and Ockerman, 1985; Lücke, 1994). According to the Turkish Food Codex (Anon.,

2012) fermented sucuks should have pH values of maximum 5.4 for high quality characteristics and only the S4 sample is accepted for this value.

It was found that addition of nitrite, lactic acid bacteria and propolis changed ($P < 0.05$) pH values significantly. According to the results all sucuk types have statistically different pH values. At the end of the 28th day, the pH values were ordered as S2>S3>S1>S4. As a result it can be concluded that addition of nitrite increase the pH value of sucuk at the 3rd and 14th days. This could be explained by the phosphate buffering activity (Bozkurt and Erkmen, 2002).

Table 3 shows moisture content of sucuk types prepared with no additive, nitrite, lactic acid bacteria and propolis during sun-drying and storage. Moisture contents of sucuk samples were in average 37-43% at the end of storage and there were significant difference in the moisture contents of the samples ($p < 0.05$) at 14th and 28th day of analysis.

Table 3. Changes in physicochemical properties of traditionally produced sucuk samples

Analysis	Sucuk Type	Days		
		3 rd Day	14 th Day	28 th Day
pH	S1	5.54±0.04 ^{AB,b}	5.66±0.12 ^{A,a}	5.46±0.02 ^{B,a}
	S2	5.72±0.01 ^{A,a}	5.76±0.02 ^{A,ab}	5.48±0.02 ^{B,a}
	S3	5.65±0.02 ^{A,ab}	5.65±0.03 ^{A,a}	5.47±0.01 ^{B,a}
	S4	5.47±0.02 ^{A,ab}	5.45±0.03 ^{A,b}	5.36±0.02 ^{B,b}
Moisture (g/100 g)	S1	31.0±0.005 ^{C,ab}	35.0±0.02 ^{B,c}	37.0±0.02 ^{A,c}
	S2	32.0±0 ^{B,a}	37.0±0.06 ^{A,a}	43.0±0.07 ^{C,a}
	S3	27.0±0.03 ^{C,bc}	34.0±0.01 ^{B,b}	38.0±0.02 ^{A,bc}
	S4	22.0±0.01 ^{C,c}	34.0±0.01 ^{B,b}	41.0±0.01 ^{A,b}
Free fatty acid (mg KOH/g)	S1	0.33±0.03 ^{C,a}	0.59±0.01 ^{B,bc}	0.94±0.04 ^{A,c}
	S2	0.29±0.01 ^{C,a}	0.77±0.04 ^{B,b}	1.04±0.01 ^{A,b}
	S3	0.36±0.03 ^{C,a}	0.89±0.08 ^{B,a}	2.18±0.08 ^{A,a}
	S4	0.34±0.04 ^{C,a}	0.55±0.01 ^{B,c}	1.16±0.05 ^{A,b}

*log cfu/g;

S1: control ; S2:sample including 150 ppm/kg nitrite; S3: sample including 1 ml / kg lactic acid bacteria; S4: sample including 10 g / kg propolis.

Values in columns represents the mean of 3 replications and standard deviation.

Values followed by the same small letters in columns are not significantly different ($P < 0.05$).

Values followed by the same capital letters in rows are not significantly different ($P < 0.05$).

Fermentation and drying periods are two main procedures applied in sucuk production. Weight loss during the drying stage results in the reduction of moisture content (Bozkurt and Bayram, 2006). Water content of sucuk samples also significantly change in the ripening stage. Soyer, Ertaş and Üzümcüoğlu (2005) applied two different ripening stages and temperature intervals as 20-22 °C and 24-26 °C. They have observed that the moisture content of sucuk ripened at 22-24 °C and 24-26 °C as 40.28 and 38.25 g/100 g, respectively. In another study, Saricoban, Karakaya, and Caner (2006) observed after 5 days fermentation period of sucuk that moisture content of sucuk ripened at 24-26 °C in 85-95% RH as 38.15 g/100 g. As a result of the high ripening temperature, they have observed that after 5 days, moisture content was reduced from 57.36 g/100 g to 38.15 g/100 g. In comparison, the results of this study is similar to previously mentioned studies.

Kayaardi and Gök (2004) have fermented sucuk under ambient conditions around 15-20 °C and 70-85% RH for 21 days with a longer ripening stage and lower temperature and RH. They have reported that the moisture content of sucuk after 21 days fermentation period was 35.17 g/100 g which is quite lower compared to values in the this study according to long fermentation time of sucuk. Yıldız-Turp and Serdaroğlu (2008) also observed that the moisture content of the sucuk was 34.5 g/100 g at the end of 12 days fermentation of sucuk. In this study, it is assumed that moisture content at the end of 28th day is increased compared to 14th day because of the high relative humidity and temperature values.

Table 3 shows free fatty acid content of sucuk types prepared with no additive, nitrite, lactic acid bacteria and propolis during sun-drying and storage. Table 3 gives free fatty acid contents of traditionally produced sucuk samples in mg KOH/g fat.

According to the one way ANOVA test results, there are no statistical differences between sucuk types at the 3rd day ($P > 0.05$), but there are statistically significant differences between

samples ($P < 0.05$) at the 14th and 28th days. Free fatty acid content increase up to 2.18 mg KOH / g fat in S3 sample at the end of 28th day. During maturation of sausage, endogenous enzymes (lipase and phospholipase) and exogenous enzyme activity result in lipolysis cause a rapid increase in the amount of free fatty acids (Ensoy et al., 2010). As a result of addition of lactic acid bacteria to sample S3, it has reached the highest value compared to other samples. Besides, propolis added sample has a higher value compared to the nitrite added sample. Free fatty acid content of sucuk samples increased about 3 fold at the end of the 28th day. Coşkuner (2002) and Ersoy (2004) in their study also observed that free fatty acid content of sucuk samples constantly increase during the ripening of sucuk samples. In the study of Ercişkun (2006) he has also observed free fatty acid value of 3.44 mg KOH / g fat, 6.74 mg KOH / g fat. Zanardi et al. (2004) fermented sausages, free fatty acidity values, have increased 2-3 fold during ripening which is similar to our results. However Salgado et al. (1999) have observed higher increase in the free fatty acid content which is about 9-10 fold of the initial value of the ripening process.

Sensory evaluation

Table 4 shows results of the sensory analysis of traditionally produced sucuk types. The overall acceptability of traditional sucuk samples were higher than 7.0 which means all of the samples have a good overall acceptability. Addition of propolis, nitrite and lactic acid bacteria significantly resulted in changes ($P < 0.05$) of sensorial properties. As a result, all the sucuk samples have overall acceptability, but there is a slight decrease in the sensory properties of propolis added sucuk samples. In order to evaluate overall acceptability, the sample S2 has the maximum score as nitrite establish color stability in sucuk, and improve characteristic flavor and aroma resulting in the overall acceptability of sucuk. Bozkurt and Erkmén (2007) also performed sensory analysis to sucuk samples added with several commercial additives. Their results also confirm that nitrate/nitrite addition to sucuk production differentiate the overall sensory quality of the sucuk samples.

Changes in characteristics of traditional Turkish sucuk during ripening and storage

Table 4. Evaluation of sensory analysis results of traditionally produced sucuk samples (1=dislike extremely, 9= like very much)

Samples	Color	Flavor and aroma	Texture	Overall acceptability
S1	7.33±0.78 ^a	7.08±0.90 ^a	7.33±1.30 ^a	6.92±1.24 ^a
S2	7.58±0.90 ^a	7.25±1.06 ^a	7.33±1.30 ^a	7.08±1.24 ^a
S3	7.17±1.03 ^a	7.17±0.83 ^a	7.17±0.83 ^a	6.92±1.24 ^a
S4	5.92±0.90 ^b	6.00±0.85 ^b	6.58±0.90 ^b	6.25±0.97 ^b

*log cfu/g; nd: not determined

S1: control ; S2:sample including 150 ppm/kg nitrite; S3: sample including 1 ml / kg lactic acid bacteria; S4: sample including 10 g / kg propolis

Values in columns represents the mean of 3 replications and standard deviation.

Values followed by the same small letters in columns are not significantly different ($P < 0.05$).

CONCLUSION

The results of this study showed that the addition of nitrite, lactic acid bacteria and propolis into traditional sucuk samples have provided significant changes ($P < 0.05$) in the microbiological and physical properties. Propolis decreased the total bacteria count and mould and yeast count compared to the control sample at the end of the 28th day with acceptable sensory properties. Besides, propolis added sucuk sample has reached the most acceptable pH value at the end of the 28th day compared to other samples. According to free fatty acid results, lactic acid bacteria added sucuk sample has reached the maximum value at the 28th day, but propolis added sample's value is higher than the control and nitrite added samples. Therefore, it can be concluded that as a natural strong antimicrobial, propolis can be added to traditional sucuk formulations to substitute nitrite in order to avoid the negative health effects of nitrite. Further studies should be performed in the future about propolis addition to cured meat products instead of nitrite/nitrate to improve quality characteristics of sucuk and to avoid harmful effects of nitrite without causing any sensorial defect. Effects on physicochemical, microbiological and sensory characteristics of traditional sucuk by addition of different propolis concentrations together with starter cultures (lactic acid bacteria) should be examined in further studies.

REFERENCES

- Anonymous. (2000). Turkish food codex, Türk gıda kodeksi, Et ürünleri tebliği, Tebliğ No: 2012/74. Ankara: Agriculture and Rural Affairs Minister.
- AOAC (1990). Official methods for the analysis (15th ed.). Washington, DC: Association of Official Analytical Chemists.
- Bligh, E. G., Dyer, W. J. (1959). A rapid method of total lipid extraction and purification. *Can J Biochem.*, 37: 911–917.
- Bories, P. Ni Bories, C. (1995). Nitrate determination in biological fluids by an enzymatic one-step assay with nitrate reductase. *Clin Chem*, 41: 904-907.
- Bozkurt, H., Bayram, M. (2006). Colour and textural attributes of sucuk during ripening. *Meat Sci*, 73(2): 344-350.
- Bozkurt, H., Erkmen, O. (2004). Effect of nitrate/nitrite on quality of sausage (sucuk) during ripening and storage. *J Sci Food and Agric*, 84: 279–286.
- Bozkurt, H., Erkmen, O. (2002). Effect of starter cultures and additives on the quality of Turkish style sausage (sucuk). *Meat Sci*, 61: 149–156.
- Bozkurt, H., O. Erkmen. (2007) Effects of some commercial additives on the quality of sucuk (Turkish dry-fermented sausage). *Food Chem*, 101: 1465–1473.
- Bruna, J. M., Ordonez, J. A., Fernandez, M., Herranz, B., De La Hoz, L. (2001). Microbial and

- physico-chemical changes during the ripening of dry fermented sausages superficially inoculated with or having added an intracellular cell-free extract of *Penicillium aurantiogriseum*. *Meat Sci*, 59: 87–96.
- Burdock, G. A. (1998). Review of the biological properties and toxicity of bee propolis (propolis). *Food Chem Toxicol*, 36: 347–363.
- Cemek, M., Akkaya, L., Birdane, Y. O., Seyrek, K., Bulut, S., Konuk, M. (2007). Nitrate and nitrite levels in fruity and natural mineral waters marketed in western Turkey. *J Food Compos Anal*, 20: 236–240.
- Connolly, D., Paul, B. (2001). Rapid determination of nitrate and nitrite in drinking water samples using ion-interaction liquid chromatography. *Anal Chim Acta*, 441: 53–62.
- Çoşkun, Ö. 2002. Türk sucuğunda lipid oksidasyonuna ve serbest yağ asitleri oluşumuna ısı işlemin etkisi. MSc Thesis, Ankara University, Institute of Natural Sciences, Ankara, Turkey.
- Ensoy, Ü., Kolsarıcı, N., Candoğan, K. ve Karşlıoğlu, B., 2010. Changes in biochemical and microbiological characteristics of Turkey sucuks as affected by processing and starter culture utilization. *J Muscle Foods*, 21(1): 142–165.
- Ensoy, Ü., 2004. Hindi Sucuğu Üretiminde Starter Kültür Kullanımı ve Isıl İşlem Uygulamasının Ürün Karakteristikleri Üzerine Etkisi. (PhD Thesis), Ankara University, Institute of Natural Sciences Department of Food Engineering, Ankara, Turkey.
- Erçoşkun, H. 2006. Isıl işlem uygulanarak üretilen sucukların bazı kalite özelliklerine fermantasyon süresinin etkisi. PhD Thesis. Ankara University, Institute of Natural Sciences, Ankara, Turkey.
- Erkmen, O. (2000). Basic Methods for the Microbiological Analysis of Foods. Gaziantep, Turkey: University of Gaziantep Press.
- Erkmen, O., Bozkurt, H. (2004). Quality characteristics of retailed sucuk (Turkish dry-fermented sausage). *Food Tech Biotech*, 42: 63–69.
- Ertas, A.H. (2010). The effect of different fermentation intervals on the quality characteristics of heat-treated and traditional sucuks, *Meat Sci*, 85: 174–181.
- Gokalp, H. Y., Kaya, M., Zorba, O. (1999). Et ürünleri İşleme Mühendisliği (3rd ed.), Erzurum Atatürk University, Faculty of Agriculture, Food Engineering Department.
- Gökalp, H. Y. (1986). Turkish style fermented sausage (soudjuck) manufactured by adding different starter cultures and using different ripening temperatures. II. Ripening period, some chemical analysis, pH values, weight loss, color values and organoleptic evaluations. *Fleischwirtschaft*, 66: 573–575.
- Gökalp, H. Y., Ockerman, H. W. (1985). Turkish-type fermented sausage (soudjouk) manufactured by adding different starter culture and using different ripening temperatures. *Fleischwirtschaft*, 65: 1235–1240.
- Gonzalez, B., Diez, V. (2002). The effect of nitrite and starter culture on microbiological quality of "chorizo - a Spanish dry cured sausage. *Meat Sci*, 60: 295–298.
- Holko, I., Hrabě, J., Šalaková, A., Rada, V. (2013). The substitution of a traditional starter culture in muton fermented sausages by *Lactobacillus acidophilus* and *Bifidobacterium animalis*. *Meat Sci*, 94(3): 275–279.
- Kayaardi, S., Gök, V. (2004). Effect of replacing beef fat with olive oil on quality characteristics of Turkish soudjouk (sucuk). *Meat Sci*, 66(1): 249–257.
- Kilic, B. (2009). Current trends in traditional Turkish meat products and cuisine. *LWT— Food Sci Tech*, 42(10): 1581–1589.
- Leroy, F., De Vuyst, L. (2004). Lactic acid bacteria as functional starter cultures for the food fermentation industry. *Trends Food Sci & Tech*, 15(2): 67–78.
- Lücke, F. K. (1994). Fermented meat products. *Food Res Int*, 27: 299–307.
- Roig-Sagues, A., Eerola, S. (1997). Biogenic amines in meat inoculated with *Lactobacillus sake* starter strains and an amine-positive lactic acid bacterium. *Z Lebensm Unters For. A*, 205: 227–231.

- Salgado, A., Fontan, M. C. G., Franco, I., Lopez, M., Carballo, J. (2005). Biochemical changes during the ripening of Chorizo de cebolla, a Spanish traditional sausage. Effect of the system of manufacture (homemade or industrial). *Food Chem.*, 92: 413-424.
- Samelis, J., Metaxopoulos, J., Vlassi, M., Pappa, A. (1998). Stability and safety of traditional Greek salami – a microbiological ecology study. *Int J Food Microbiol.*, 44: 69–82.
- Saricoban, C., Karakaya, M., Caner, C. (2006). Properties of Turkish-style sucuk made with different combinations of beef and hen meat. *J Muscle Foods*, 17(1): 1-8.
- Soyer, A., Ertaş, A. H., Üzümcüoğlu, Ü. (2005). Effect of processing conditions on the quality of naturally fermented Turkish sausages (sucuks). *Meat Sci.*, 69: 135-141.
- Tosi, E. A., Ré, E., Ortega, M. E., Cazzoli, A. F. (2007). Food preservative based on propolis: Bacteriostatic activity of propolis polyphenols and flavonoids upon *Escherichia coli*. *Food Chem*, 104(3): 1025-1029.
- TS 6580. (1989). Mikrobiyoloji-Maya ve küf sayımında genel kurallar - 25°C'da koloni sayım tekniği, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara, 8s.
- TS ISO 4832. (2010). Gıda ve hayvan yemleri mikrobiyolojisi - Koliformların sayımı için yatay yöntem - Koloni sayım tekniği. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara, 14 s.
- Wang, F. S. (2000). Effect of three preservative agents on the shelf life of vacuum packaged Chinese-style sausage stored at 20 °C. *Meat Sci.*, 56: 67–71.
- Yıldız-Turp, G., Serdaroğlu, M. (2008). Effect of replacing beef fat with hazelnut oil on quality characteristics of sucuk a Turkish fermented sausage. *Meat Sci.*, 78(4): 447-454.
- Zanardi, E., S. Ghidini, A. Battaglia and R. Chizzolini. 2004. Lipolysis and lipid oxidation in fermented sausages depending on different processing conditions and different antioxidants. *Meat Sci.*, 66: 415-423.



YENİLEBİLİR KAPLAMALARIN TAZE KESİLMİŞ MEYVE VE SEBZELERDE KULLANIMI

Çiğdem Yüksel, Derya Atalay*, Hande Selen Erge

Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Bolu, Türkiye

Geliş / Received: 30.10.2019; Kabul / Accepted: 01.03.2020; Online baskı / Published online: 27.03.2020

Yüksel, Ç., Atalay, D., Erge, H.S. (2020). Yenilebilir kaplamaların taze kesilmiş meyve ve sebzelerde kullanımı. *GIDA*(2020) 45(2) 340-355 doi: 10.15237/gida.GD19144

Yüksel, C., Atalay, D., Erge, H.S. (2020). Using edible coatings on fresh-cut fruits and vegetables. *GIDA*(2020) 45(2) 340-355 doi: 10.15237/gida.GD19144

ÖZ

Taze kesilmiş ürünler, hücrelerin ve dokuların zarar görmesinden dolayı hasat ve tüketim süreci arasında birçok faktöre karşı duyarlıdır. Bu ürünlerde renk değişimi, tekstür bozulması, vitamin kaybı ve mikrobiyal gelişim gibi sorunlar ortaya çıkabilir. Bu problemler nedeniyle, son yıllarda yenilebilir kaplamalar taze kesilmiş ürünlerin raf ömrünün artırılmasında potansiyel yöntemlerden biri olarak kabul edilmiştir. Yenilebilir kaplamalar; nem ve çözünmüş maddelerin geçişini, gaz alış-verişini, solunum ve oksidatif reaksiyon hızını azaltarak taze kesilmiş meyve ve sebzelerin raf ömrünün ve kalitesinin iyileştirilmesine katkıda bulunabilir. Bu makalenin amacı, taze kesilmiş ürünlerde yenilebilir kaplamaların kullanımını araştırmak ve derlemektir. Bu kapsamda; taze kesilmiş meyve ve sebzelerin önemi, üretimi, yenilebilir kaplamaların bileşimleri, uygulama yöntemleri ve avantaj/dezavantajları değerlendirilmiştir.

Anahtar kelimeler: Taze kesilmiş meyve ve sebze, yenilebilir kaplama, raf ömrü

USING EDIBLE COATINGS ON FRESH-CUT FRUITS AND VEGETABLES

ABSTRACT

Fresh-cut products are susceptible to several factors between harvest and consumption period due to damaged cells and tissues. Problems such as color changing, texture loss, shrinkage, vitamin loss and microbial growth etc. may occur in these products. Because of these problems, in recent years use of edible coatings have been considered as one of the potential methods for extending shelf life of these products. Edible coatings may contribute to extend the shelf life and improve quality of fresh-cut fruits and vegetables by decreasing moisture and solute migration, gas exchange, respiration and oxidative reactions rate. The aim of this article is to research and review the using edible coatings on fresh-cut products. In this sense, importance and production of fresh-cut fruits and vegetables, compounds, application methods and advantages/disadvantages of edible coatings were evaluated.

Keywords: Fresh-cut fruit and vegetable, edible coating, shelf life

* Yazışmalardan sorumlu yazar/Corresponding author:

✉ deryaatalay@ibu.edu.tr

☎ (+90) 374 254 10 00

☎ (+90) 374 253 45 58

Çiğdem Yüksel; ORCID no: 0000-0001-8506-9899

Derya Atalay; ORCID no: 0000-0003-4536-7239

Hande Selen Erge; ORCID no: 0000-0002-4313-1014

GİRİŞ

“Taze” ve “minimum işlenmiş” ürünler Amerika Birleşik Devletleri Tarım Bakanlığı (USDA) ve Amerikan İlaç ve Gıda Dairesi (FDA) tarafından; meyve ve sebzelerin taze bir şekilde kesilmesinden sonra yıkama, paketlenme ve buzdolabı sıcaklığında muhafaza edilmesi şeklinde tanımlanmaktadır (Beaulieu ve Gorny, 2016; Bhattacharjee vd., 2014). Taze kesilmiş ürünler işlenmiş (yapıda fiziksel değişim) olmasına rağmen çiğ halde; yeme ve pişirme için hazır, dondurulmamış, ısıl işlem uygulanmamış, katkıları ya da koruyucular ile muamele edilmiş ürünlerdir (Beaulieu ve Gorny, 2016; Bhattacharjee vd., 2014). Taze kesilmiş meyve ve sebzelerin; kabuğu soyulmuş ve/veya kesilmiş, tamamıyla kullanılabilir halde olan, tazeliğini sürdürürken besin öğelerini ve lezzeti koruyarak tüketiciye sunabilen paketlenmiş ya da ön paketlenmiş ürünler olarak tanımlandığı aktarılmaktadır (Beaulieu ve Gorny, 2016; James ve Ngarmasak, 2010). Ayrıca taze kesilmiş ya da minimum işlenmiş meyve ve sebzelerin, “hafifçe işlenmiş”, “kısmen işlenmiş”, “önceden hazırlanmış” ve “tüketime hazır” gibi kavramlar ile de belirtildiği bildirilmektedir (Temiz ve Ayhan, 2017; Ochoa-Reyes vd., 2019).

Son yıllarda, tüketicilerin taze, pratik ve sağlıklı gıdalara olan ilgisinden dolayı taze kesilmiş meyve ve sebze endüstrisi hızla artmaktadır. Özellikle taze-kesilmiş elmaların bazı kurumlar, okullar ve kafeteryalarda ve ayrıca evlerde popüler atıştırılabilir ürün olarak tüketildiği bildirilmektedir (Galindo-Perez vd., 2015; Liu vd., 2016). Ahvenainen (1996) tarafından Avrupa’da özellikle Fransa ve İngiltere’de minimum işlenmiş meyve ve sebzelerin 1900’lü yıllarda ortaya çıktığı; Amerika’da 2000 yılında tüm üretimin %25’inin taze kesilmiş meyve ve sebzelerle ait olduğu aktarılmaktadır.

Minimum işlenmiş meyve ve sebze üretiminde besin kalitesinin kaybedilmeden işlenmesi ve tüketici için yeterli bir raf ömrünün sağlanabilmesi en önemli amaçlardır (Ahvenainen, 1996; James ve Ngarmasak, 2010). Meyve ve sebzelerin renk, görünüş, lezzet (tat ve aroma), tekstür ve besin değeri tüketiciler açısından önemli karakteristik özelliklerdir. İlk olarak görünüş, tazelik ve renk;

daha sonra tat, aroma ve tekstür önem arz etmektedir (Barrett vd., 2010). Taze kesilmiş ürünlerde, fiziksel işlemler sonucunda enzimatik esmerleşmenin artması, tekstürün bozulması, su kaybı, mikrobiyal bozulmaların hızlanması, istenmeyen tat ve aromaların oluşması raf ömrünü ve kaliteyi etkilemektedir. Bu nedenle, taze kesilmiş ürünlerde minimal işlemlerin uygulanması gerekmektedir (Ahvenainen, 1996; Temiz ve Ayhan, 2017).

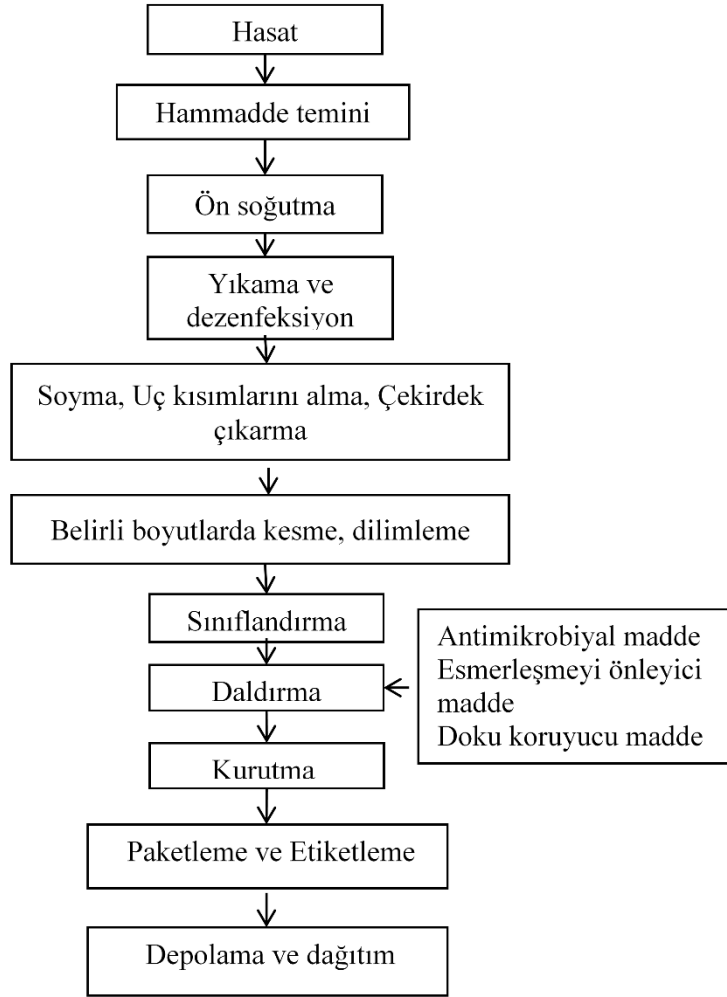
Taze kesilmiş meyve ve sebzelerin üretimine bakıldığında; genellikle hasat, hammadde alımı, ön soğutma, yıkama ve dezenfeksiyon, soyma ve çekirdek çıkarma, kesme, dilimleme, daldırma çözeltileri ile muamele etme, yıkama, soğutma, paketlenme ve depolama gibi basamakların yer aldığı görülmektedir (Şekil 1) (James ve Ngarmasak, 2010; Bhattacharjee vd., 2014; Temiz ve Ayhan, 2017). Taze kesilmiş meyve ve sebzeye işlenecek olan hammaddenin soğuk ortamda depolanması, son ürün kalitesi ve raf ömrü açısından önemlidir. Yıkama işlemi, kesme ve doğrama işlemlerinden önce tank ve kanallarda içilebilir özellikteki su ile yıkanarak gerçekleştirilmektedir. Klorlanmış su, genellikle son yıkamada kullanılmaktadır (James ve Ngarmasak, 2010).

Kabuk soyma işleminde yüksek basınçlı hava, buhar, alkali çözeltiler ve kabuk soyma makinalarından yararlanılmaktadır. Dilimleme, doğrama, parçalama, bölme gibi işlemlerde meyve ve sebzelerin düzgün kesilmiş ve eşit büyüklüklerde olması tüketici açısından önemli sayılmaktadır (Barrett vd., 2010; James ve Ngarmasak, 2010). Kesilmiş meyve ve sebzeler, daha sonra asit, antioksidan, doku yumuşamasını önleyici maddeler ve antimikrobiyal ajanlar içeren daldırma çözeltileri ile işleme tabi tutulmaktadır. Taze kesilmiş meyve ve sebzelerin paketlenmeden önce fazla su ve çözeltilerden uzaklaştırılması gerekmektedir. Son üründe kalan su mikroorganizmaların gelişmesine ve tekstürün bozulmasına sebep olabilmektedir (James ve Ngarmasak, 2010).

Taze kesilmiş meyve ve sebzelerin raf ömürleri çok uzun olmadığı için paketlenmeye dikkat

edilmesi gerekmektedir. Paketlemede genellikle sıcaklık ile şekillendirilmiş ve sert plastikler kullanılmaktadır. Taze kesilmiş meyve ve sebzelerde solunum, paketlemede ve ürün kalitesinde problem oluşturduğu için dikkat edilmelidir. Etilen üreten ürünler ile etilene hassas

ürünler aynı ambalajda paketlenmemelidir. Modifiye atmosferde paketleme (MAP), solunum oranını azaltıp bozulmayı yavaşlattığından ve ürün kalitesini geliştirdiğinden dolayı önerilen yöntemlerden biridir (Barrett vd., 2010; James ve Ngarmasak, 2010; Bhattacharjee vd., 2014).



Şekil 1. Taze kesilmiş meyve ve sebzelerin üretim basamakları

TAZE KESİLMİŞ MEYVE VE SEBZELERDE KULLANILAN YENİLEBİLİR KAPLAMALAR

Meyve ve sebzelerin hasat edilmesinin ardından tüketime kadar geçen sürede fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik bozulmalar ile kayıplar meydana gelmektedir. Bu durumları engellemek için son

dönemlerde araştırmacıların doğal uygulamalara eğilimi olduğu görülmektedir.

Meyve ve sebzelerin, hasattan sonra solunum yapmaya devam ettiği bilinmektedir. Yenilebilir kaplamalar kullanıldığında; dışarıdan oksijen alış-verişi sağlanamadığından üründe oksijen tükenmekte ve karbondioksit birikmektedir

(Guilbert vd., 1996; McHugh ve Senesi, 2000). Daha az oksijenle, etilen üretimi yavaşlar ve suyun fizyolojik kaybı en aza indirilir. Böylece, meyve ve sebzeler uzun süre sağlam, taze ve besleyici kalır ve raf ömürleri neredeyse iki katına çıkar. Meyve ve sebze üzerindeki doğal bariyer ve kaplamanın türü ve miktarı, iç ortamın (oksijen ve karbondioksit) modifiye edilme derecesini ve ağırlık kaybındaki azalma düzeyini etkilemektedir (Arvanitoyannis ve Gorris, 1999).

Doğal kaynaklardan elde edilen yenilebilir kaplamalar; meyve ve sebzelerin yüzeyine uygulanan ince bir tabaka olup meyve ve sebzeyle beraber tüketilebilen malzemelerdir. Bu kaplamalar, meyve ve sebze için duyuşal özellikleri korumakta, ilave edilen aktif bileşiklerle gıdanın besin değerini artırmakta ve kalitesini iyileştirmektedir (Serrano vd., 2015; Ochoa-Reyes vd., 2019).

Yenilebilir Kaplamaların Tanımı ve Tarihi

Yenilebilir kaplamalar; nem ve oksijene karşı bir bariyer sağlayan, ürün yüzeyine uygulanan ince tabaka yenilebilir özellikte malzemelerdir (Ncama vd., 2018). Yenilebilir filmlerin ve kaplamaların hazırlanmasında kullanılan malzemelerin; Amerikan Gıda ve İlaç Kurumu (U.S. Food and Drug Administration, FDA) tarafından onaylanmış genellikle güvenilir (GRAS; Generally Recognized as Safe) ve ilgili yönetmeliklere uygun olması gerekmektedir (Raghav vd., 2016; Kurek vd., 2017).

Meyvelerin balmumu ile kaplanması, 12. yüzyılın başlarında popüler olan eski yöntemlerden biridir. Bu yöntemin; Çin'de, limon ve portakallarda su kaybını geciktirmek için uygulandığı bilinmektedir (Raghav vd., 2016; Hassan vd., 2018). Ayrıca, mumla kaplanmış meyvelerin mumla kaplanmayan meyvelere kıyasla daha uzun süre depolanabileceği bildirilmiştir. 1930 yılında sıcak eriyik parafin mumları, elma ve armut gibi taze meyvelerde yenilebilir kaplama olarak kullanılmaya başlanmıştır. Daha sonra "laring" olarak adlandırılan yağ kaplaması İngiltere'de popüler hale gelmiştir. 15. yy başlarından bu yana bazı gıdalarda görünüm ve kaliteyi muhafaza etmek için soya sütünden kaynatılarak elde edilen

Yuba isimli film, Asya'da halen kullanılmaktadır. 16. yy'dan bu yana etlerde görünümü iyileştirmek ve büzülmeyi engellemek için yağ ile kaplama uygulanmaktadır. 19. yy'da ceviz, badem ve fındık gibi yemişlerin oksidasyonunu ve bozulmasını önlemek için sükrözden elde edilen yenilebilir kaplamanın kullanıldığı bilinmektedir (Dursun ve Erkan, 2009).

Yenilebilir Kaplamaların Özellikleri

Yenilebilir kaplamanın özellikleri, molekül büyüklüğüne ve kimyasal yapısına bağlıdır (Arvanitoyannis ve Gorris, 1999; Dhall, 2013; Raghav vd., 2016; Ncama vd., 2018).

Kaplama materyalinin; suya dayanıklı olması, yeterli düzeyde ürünü kaplayabilmesi, gaz geçirgenliğini optimumda tutması gerekmektedir. Ayrıca, kaplama materyali; su buharı geçirgenliğini azaltmalı, görünümü iyileştirmeli, yapısal bütünlüğü korumalı, mekanik kullanım özelliklerini iyileştirmeli, aktif maddeleri (antioksidanlar, vitaminler, vb.) taşımaya ve uçucu lezzet bileşiklerini muhafaza etmelidir (Raghav vd., 2016; Ncama vd., 2018). Belirtilen bu özelliklerin dışında kaplama materyali; dekompozisyon olmadan 40°C'nin üzerinde eriyebilmeli, kolay emülsifiye olmalı, yapışkan olmamalı, kurutmaya karşı dirençli olmalı, taze meyve veya sebzelerin kalitesini olumsuz etkilememeli, düşük viskoziteye sahip, ekonomik, saydam olmalı ve hafif bir basınca dayanabilmelidir (Arvanitoyannis ve Gorris, 1999; Dhall, 2013).

Yenilebilir Kaplamaların Avantajları ve Dezavantajları

Yenilebilir kaplamaların, meyve yüzeyine parlaklık kazandırarak dış görünümü iyileştirme, ağırlık kaybını azaltma, meyve sertliğini koruma ve taze görünümü koruma, solunum ve etilen üretim oranını azaltarak olgunlaşmayı geciktirme gibi avantajları vardır. Meyve ve sebzeleri depolama bozukluklarına karşı korumaktadır. Ayrıca, hasat sonrası kimyasal işlemler için dayanıklılık sağlamakta; aroma bileşiklerini, antioksidanları, pigmentleri, esmerleşme reaksiyonlarını engelleyen iyonları ve vitaminleri içermekte, sentetik ambalaj malzemelerinin kullanımını

azaltmakta ve bazı ülkelerde, ambalaj malzemelerinin sevkiyatına harcanan maliyeti azaltma gibi avantajları bildirilmektedir (Dhall, 2013).

Meyve ve sebze yüzeyine uygulanan kalın kaplama, dış ve iç atmosfer arasında arzu edilmeyen bir bariyer haline gelebilmekte ve solunum gazlarının (CO₂ ve O₂) değişimini kısıtlayabilmektedir (Hassan vd., 2018). Bu durum da daha fazla karbondioksit, asetaldehit ve etanol üreten anaerobik solunum ile sonuçlanabilir. Yenilebilir kaplamalar genellikle kaplanmış ürün ile tüketildiğinden; antimikrobiyeller, antioksidanlar ve nutrasötikler gibi bileşiklerin dahil edilmesi, tüketici kabulünü etkilememelidir. Bazen bazı esmerleşme önleyici maddelerin yenilebilir kaplamalara dahil edilmesi durumunda, özellikle de N-asetilsistein ve glutasyon gibi yüksek konsantrasyonlarda sülfür içeren bileşiklerin daldırma maddesi olarak kullanımının hoş olmayan bir koku verdiği belirtilmiştir (İyidoğan ve Bayındırlı, 2004). Yenilebilir kaplamalara nutrasötik bileşiklerin (acı tat, büzücü veya tatlandırıcı) eklenmesi tüketicilerin ürünü beğenmemesine neden olabilmektedir (Drewnowski ve Gomez-Carneros, 2000).

Gıda güvenliği açısından, Avrupa Direktifi ve ABD yönetmeliklerine göre yenilebilir kaplamaların; gıda ürünleri, gıda bileşenleri, gıda katkı maddeleri, gıda temas maddeleri veya gıda ambalaj malzemeleri olarak sınıflandırılabilirdiği aktarılmaktadır (Dhall, 2013). Filmi oluşturan tüm bileşenlerin ya da film malzemelerindeki bir fonksiyonel katkı maddesinin gıda sınıfında yer alması, toksik olmaması ve tüm işlem basamaklarının hijyen standartlarını karşılaması gerekmektedir (Guilbert vd., 1996).

Birçok esansiyel yağ; gıda, sağlık ve kişisel bakım endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır ve aynı zamanda GRAS olarak sınıflandırılmaktadır veya gıda katkı maddeleri olarak izin verilmektedir. Bununla birlikte, bazı tüketicilerin koruyucu kaplama kullanımları hakkında endişeleri bulunmaktadır. Birçok yenilebilir kaplama, alerjik reaksiyonlara neden olabilecek maddelerden üretilmektedir. Bu alerjenler arasında; süt, soya fasulyesi, balık, yer fıstığı, fındık

ve buğday yer almaktadır. Bu nedenle, bir gıda üzerinde alerjen içeren bir kaplamanın varlığı da açıkça belirtilmelidir (Dhall, 2013).

Yenilebilir Kaplamaların Bileşimi

Meyve ve sebzelerin çoğu, yüzeylerinde kütikül adı verilen doğal bir balmumu tabakasına sahiptir. Gıda üzerine ek olarak bir kaplama uygulanması, bu doğal bariyerin işlevini artırabilmekte veya hasat sonrası işleme sırasında bu katmanın yerini alabilmektedir. Kaplamalar; nem ve gaz alışverişi için kısmi bir bariyer sağlamakta, yapısal bütünlüğü ve uçucu aroma bileşiklerini korumakta ve diğer fonksiyonel gıda bileşenlerini taşıyarak mekanik işleme özelliğini iyileştirmektedir. Proteinler, polisakkaritler, lipitler ve reçineler gibi biyopolimerler, tek başlarına veya kombinasyon halinde kullanılabilen yaygın kaplama malzemelerdir. Biyopolimerlerin fiziksel ve kimyasal özellikleri, ortaya çıkan kaplamaların işlevselliğini büyük ölçüde etkilemektedir (Galus ve Kadzinska, 2015).

Kaplama malzemeleri; genellikle kaplanabilme özelliğine, suda çözünürlüklerine, hidrofilik-hidrofobik ve duyuşsal özelliklerine göre seçilmektedir. Yenilebilir kaplamalar, film oluşturma kabiliyetine sahip malzemelerden üretilmelidir. Film materyalleri, üretim sırasında su, alkol, su-alkol karışımı gibi bir çözücü içinde dağıtılmalı ve çözülmalıdır. Bu işlemde plastikleştiriciler, antimikrobiyal maddeler, mineraller, vitaminler, renk maddeleri veya aromalar eklenebilmektedir. Seçilen polimerin dispersiyonu için pH değerinin ayarlanması ve/veya çözeltilerin ısıtılması gibi işlemler uygulanabilmektedir. Daha sonra film çözeltisi istenen sıcaklıkta ve bağıl nemde dökülmekte ve kurutulmaktadır. Film çözeltileri; gıdalara daldırma, püskürtme, dökme, köpüklenme, damlatma ve ardından kurutma gibi çeşitli yöntemlerle uygulanabilmektedir (Arvanitoyannis ve Gorris, 1999; Raghav vd., 2016).

Son yıllarda çeşitli meyve/sebzelerde kullanılan kaplama materyalleri ve etkileri Çizelge 1'de verilmiştir. Ayrıca, gıdalara uygulanan kaplamalarda kullanılan maddeler detaylı bir şekilde aşağıda açıklanmaktadır.

Çizelge 1. Çeşitli meyve/sebzelerde kullanılan kaplama materyalleri ve özellikleri

Kaplama Materyali	Kaplanan Meyve/Sebze	Sonuçlar	Kaynakça
Kitosan	Taze kesilmiş balkabağı	Kontrolle kıyasla raf ömrü artırılmıştır. pH ve renk değerleri korunmuştur.	Soares vd., 2018
Kitosan+Klorofilin	Çilek	Antimikrobiyal özellik göstererek yüzeydeki maya ve küf yükü azaltılmıştır.	Luksiene ve Buchovec, 2019
Selüloz ve Türevleri	Domates	Solunum hızını yavaşlatmıştır.	Tosati vd., 2015
Nişasta	Domates	Ağırlık kaybı azaltılmış ve film konsantrasyonunun artması ile raf ömrü uzatılmıştır.	Begum vd., 2017
	Mung fasulyesi	Oksijen bariyeri özelliği sebebiyle paketlenme yöntemi olarak önerilmiştir.	Rompothi vd., 2017
Aljinat+ Öjenol	Çilek	Besin değerleri korunmuş ve mikrobiyolojik bozulma geciktirilmiştir.	Guerreiro vd., 2015
Karragenan	Taze kesilmiş balkabağı	Kontrolle kıyasla duyuşal, dokusal ve mikrobiyolojik özellikleri korunmuştur.	Cho vd., 2016
	Yaban mersini ve ahududu	Depolama süresince fizikokimyasal özellikler korunmuştur.	Falcó vd., 2019
Pektin+Sitrik asit+CaCl ₂	Taze kesilmiş elma	Enzimatik esmerleşme geciktirilmiş ve patojenler üzerine antimikrobiyal özellik göstermiştir.	Sanchís vd., 2016
Pektin	Limon	Solunum hızı kontrol altında tutulmuş ve tekstür korunmuştur.	Maftoonazad ve Ramaswamy, 2019
Aloe Vera	Taze kesilmiş şeftali	Duyuşal özellikler korunmuş ve ağırlık kaybı azaltılmıştır.	Hazrati vd., 2017
Jelatin+ Nişasta	Üzüm	Su buharı geçirgenliği azaltılmış ve tekstür korunmuştur.	Fakhouri vd., 2015
Zein+ Tannik Asit	Guava	Solunum hızı yavaşlatılmış ve gaz geçirgenliği önlenmiştir.	Santos vd., 2018
Soya protein+ Ferulik Asit	Taze kesilmiş elma	Enzimatik esmerleşme geciktirilmiş ve meyvenin sıklığı artırılmıştır.	Alves vd., 2017
Peynir altı suyu	Çilek	Ağırlık kaybı azaltılmış ancak renk kaybı yaşanmıştır.	Soazo vd., 2015
Soya Proteini+Kitosan	Kayısı	Kontrol örneğine kıyasla kaplanmış örneklerde tekstür korunmuştur.	Zhang vd., 2018
Ksantan	Taze kesilmiş armut	Enzimatik esmerleşme geciktirilmiş ve raf ömrü uzatılmıştır.	Sharma ve Rao, 2015
Zamkı+Sinamik Asit		Kalite, kontrol örneğine kıyasla kaplanmış örneklerde korunmuştur.	Huang vd., 2019
Kitosan+Guar Zamkı	Mantar		
Karnauba Mumu	Taze kesilmiş patlıcan	Kaplanmış örneklerde tekstür korunmuştur.	Singh vd., 2016
Aljinat+Asetillenmiş Monogliserit	Taze kesilmiş elma	Sıklığı korunmuş ve enzimatik esmerleşme geciktirilmiştir.	Espino-Díaz vd., 2016
Aljinat+öjenol	Taze kesilmiş kivi	Kontrolle kıyasla film, meyvenin sıklığını korumuş ancak mikrobiyal çoğalma önlenememiştir.	Gago vd., 2018
Kitosan+Transsinamald ehit	Taze kesilmiş kavun	Solunum hızı yavaşlatılmış ve nem bariyer özelliği göstermiştir.	Lopes vd., 2016
Pektin+esansiyel yağ	Çilek	Antimikrobiyal özellik ile bakteri çoğalması önlenmiştir.	Abdi vd., 2017
Kitosan+Kinoa Proteini+Ayçiçek yağı	Yaban mersini	Maya ve küf gelişimi kısıtlanmıştır.	Abugoch vd., 2015
Nişasta	Taze kesilmiş muz	Solunum hızı yavaşlatılmış ve meyve tekstürü korunmuştur.	Thakur vd., 2019
Kiraz ve Kayısı Ağacı Zamkı	Çilek ve yenidoğya	Meyvelerin duyuşal özellikleri ve mikrobiyolojik kalitesi korunmuştur.	Ergin vd., 2018
Soya Proteini+Bal	Ananas	Mikrobiyal çoğalma geciktirilmiş ve fenolik bileşikler korunmuştur.	Yousuf ve Srivastava, 2019

Polisakkaritler

Selüloz ve türevleri

Bitki hücre duvarlarının yapısal malzemesi olan selüloz, film üretimi için öncelikle sodyum hidroksit ve karbon disülfür karışımı içinde çözülmekte ve daha sonra selofan üretmek için sülfürik aside dönüştürülmektedir (Kurek vd., 2017). Genel olarak, selüloz türevlerinin film oluşturma özelliği yüksektir, ancak büyük ölçekli ticari kullanım için çok pahalıdır. Anhidroglikozun polimer zincirlerinin sıkı bir şekilde bir araya gelmesi, sulu ortama dirençli olan kristalli bir yapı oluşmasını sağlamaktadır. Selülozun suda çözünürlüğü, alkali ile artırılabilir, ardından karboksimetil selüloz (CMC), metil selüloz (MC), hidrokispropil metil selüloz (HPMC) elde etmek için kloroasetik asit, metil klorür, propilen oksit veya hidrokisilpropil selüloz (HPC) ile muamele edilmektedir. MC, HPMC, HPC ve CMC filmlerinin film oluşturma özelliğinin iyi, genellikle kokusuz, tatsız, esnek ve orta mukavemetli, şeffaf, sıvı ve katı yağlara karşı dirençli, suda çözünür ve orta derecede nem ve oksijen geçirgenliğine sahip olduğu aktarılmaktadır (Cazon vd., 2017; Hassan vd., 2018). Arnon vd. (2015) mandalinalarda; MC, CMC, HPMC ve kitosan kaplama yaparak depolama ve aroma gelişimini incelemişlerdir. İncelenen materyaller arasında, CMC ve kitosan kombinasyonundan oluşan kaplamaların en iyi performans gösterdiği belirlenmiştir.

Nişasta ve türevleri

Nişasta; geniş aralıktaki işlevselliği ve düşük maliyeti nedeniyle gıda hidrokolloidi olarak kullanılan doğal polisakkaritlerden biridir (Serrano vd., 2015). Nişasta, hem termal hem de mekanik enerjinin uygulanmasıyla bir ekstrüderde işlendiğinde, termoplastik bir malzemeye dönüştürülmektedir. Termoplastik nişastaların üretiminde, plastikleştiricilerin moleküller arası hidrojen bağlarını etkili bir şekilde azaltmaları ve ürün özelliklerine stabilite sağlamaları beklenmektedir. Nişastanın hidrofilik özelliğinden dolayı, su içeriği değiştikçe işleme sırasında ve işlemden sonra nişasta ile ekstrüde edilen malzemelerin performansı değişmektedir (Kurek vd., 2017).

Begum vd. (2017) domateslerin raf ömrünü uzatmak için nişasta bazlı yenilebilir kaplamalar kullanmıştır. Plastikleştirici olarak gliserol eklenmiş farklı konsantrasyonlardaki nişasta çözeltileri uygulamasında, %1.5'lik nişasta çözeltisinin domates kaplamada en uygun oran olduğu belirtilmektedir. Ayrıca Hint fesleğeni ekstraktının nişasta bazlı yenilebilir kaplamalara eklenmesi ile depolama kalitesinin artırılacağı da aktarılmaktadır. Thakur vd. (2019) tarafından yapılan bir çalışmada, muzda hasat sonrası fizyolojik aktivitenin kontrol edilebilmesi amacıyla pirinç nişastasının yenilebilir kaplama olarak kullanılmasının; ağırlık kaybı, titrasyon asitliği, toplam çözünebilir kuru madde içeriği, renk değişimi, solunum ve etilen üretimi gibi parametrelerin incelenmesiyle araştırıldığı belirtilmektedir. Kontrol örneğine kıyasla nişasta kaplanmış muz örneklerinde raf ömrünün 12 gün daha uzatılabildiği bildirilmektedir.

Kitin ve kitosan

Kitosan, 2-amino-2-deoksi-β-D-glukanın doğrusal bir polimeridir. Selülozdan sonra doğal olarak bulunan ve en büyük biyopolimer olan kitinin deasetilasyonu ile elde edilmektedir. Kabukluların (yengeç ve karides) kabuk bileşeni, omurgasız hayvanların iskelet maddesi, mantar ve böceklerin hücre duvarı bileşeni olarak ortaya çıkmaktadır (Kurt ve Zorba, 2005; Dursun ve Erkan, 2009; Kerch, 2015). Kitosanın; floküle edici madde, koyulaştırıcı, gaz seçici zar, kaplama malzemesi, bitkiyi hastalıktan koruyan destekleyici, doku iyileştirici ve antimikrobiyal madde olarak rol oynadığı bildirilmektedir (Dhall, 2013). Kitosan; film oluşturuca özelliği, vitaminler, mineraller gibi diğer maddelerle uyumluluğu nedeniyle taze ürünler için umut verici kaplama malzemelerinden biri olarak düşünülmektedir (Park ve Zhao, 2004; Kerch, 2015; Cazon vd., 2017). Liu vd. (2016) taze kesilmiş elma dilimlerine kitosan, askorbik asit ve kalsiyum klorürden oluşan kaplama materyali uygulamış ve 10 saat boyunca oda sıcaklığında gözlemişlerdir. Sonuç olarak, kitosan ile birlikte antioksidan ve mineral madde kullanımının meyvenin esmerleşmesini geciktirdiğini belirtmişlerdir.

Kitosan içeren kaplamaların; olgunlaşmayı geciktirdiği, meyve ve sebzelerin solunum oranlarını azalttığı, biber, salatalık ve domateslerde ağırlık kaybını, renk solmasını ve maya gelişimini önlediği gösterilmiştir (Serrano vd., 2015)

Kitosan iç atmosferi modifiye edebilen yarı geçirgen kaplamalar oluşturabilmekte, böylece meyve ve sebzelerde olgunlaşmayı ve solunumu azaltabilmektedir. Kitosan ve kitinin gıda ambalajıyla ilgili diğer bir özelliği de, ağır metal iyonlarını absorbe etme yeteneğinin bulunmasıdır. Kitosan kaplama; çilek, salatalık, biber gibi meyve ve sebze ürünlerinde, antimikrobiyal; elma, armut, şeftali ve erik gibi meyve ve sebze ürünlerinde ise genellikle gaz bariyeri olarak kullanılmaktadır (Ferreira vd., 2016). Kitosan esaslı kompozit kaplama formülasyonlarının muz, mango ve kırmızı biber gibi meyve ve sebzelerde raf ömrünü uzattığı saptanmıştır (Hassan vd., 2018).

Aljinat ve karragenan

Aljinatlar; düzgün, saydam ve suda çözünebilen film oluşumunu sağlayan polisakaritlerdir. Aljinat esaslı filmler sıvı ve katı yağlara karşı dayanıklıdır. Ayrıca, diğer hidrofilik polisakaritler gibi yüksek su buharı geçirgenliğine sahiptirler. Aljinat kaplamalar, lipit oksidasyonlarını geciktirebilen oksijen bariyerleridir (Lin ve Zhao, 2007). Minimum işlenmiş havuçlarda ağırlık kaybını ve mikrobiyolojik yükü azalttığı belirtilmiştir. Karragenan içeren kaplamalar; nem kaybını, oksidasyonu veya parçalanmayı azaltmak için taze meyve ve sebzelere uygulanmaktadır (Ferreira vd., 2016). Azaraksh vd. (2014) taze kesilmiş ananası, limon otu esansiyel yağı ilave edilmiş aljinat ile kaplamış, taze meyvenin solunum hızının, ağırlık kaybının, toplam bakteri sayısının ve maya-küf sayısının azaldığını aktarmışlardır.

Pektin

Pektin; β -1,4 bağlı D-galakturonik asit ünitelerinden oluşan kompleks bir anyonik polisakarittir. Üronik asit karboksiller tamamen (yüksek metoksi pektin) veya kısmen (düşük metoksi pektin) metil ile esterleşmektedir. Yüksek metoksi pektininin film özelliğinin yüksek kalitede

olduğu bilinmektedir (Cazon vd., 2017). Narenciye pektini ve amilaz nişastasının plastikleştirilmiş karışımlarının, 180 °C'ye kadar dayanıklı olan esnek filmler sağladığı bildirilmektedir. Nişastanın, polilaktik asitle karıştırılmasıyla oluşturulan nişasta esaslı plastik köpükler, taşıma sırasında şok ve titreşime karşı koruma sağlamak için yağsız dolgu malzemesi olarak kullanılmaktadır (Hassan ve ark., 2018). Rossi Marquez vd. (2017); taze kesilmiş elma, patates ve havuç dilimlerini peynir altı suyu proteini ve pektin ile kaplamış ve transglutaminaz eklemiştir. Kaplanmış ve kaplanmamış meyve ve sebze örneklerinin çeşitli özelliklerini, depolama süresince (10 gün) analiz etmişlerdir. Protein ve polisakarit kaplamaların, protein esaslı kaplamalara kıyasla daha iyi performans gösterdiğini belirtmişlerdir.

Aloe Vera

Aloe vera jelinin, antifungal aktivitesi ve fonksiyonel bir bileşen olması nedeniyle içecek ve dondurmalarda kullanılması, meyve ve sebzeler için yenilebilir bir kaplama malzemesi olarak dikkat çekmiştir. Aloe vera jel esaslı yenilebilir kaplamalar; nem ve sertlik kaybını azaltması, solunum hızını ve olgunlaşma gelişimini kontrol etmesi, oksidatif esmerleşmeyi geciktirmesi ve mikroorganizma çoğalmasını azaltması özelliğiyle tatlı kirazlar ve sofralık üzümde kullanılmıştır (Chrysargyris vd., 2016) Chrysargyris vd. (2016) domateslerde farklı konsantrasyonlarda aloe vera jeli uygulayarak domateslerin hasat sonrası depolanmasında olumlu sonuçlar elde etmişlerdir. Bu çalışmada, domateste aloe vera jeli uygulamasının etilen üretimini azalttığı, askorbik asit ve toplam fenolik içeriği ile antioksidan aktiviteyi artırdığı, solunum oranı ve ağırlık kaybı ölçümlerinde değişimlerin olmadığı aktarılmaktadır.

Proteinler

Jelatin

Jelatinin geniş uygulama alanlarına sahip olması, emülsifiye ve stabilize etme yeteneği, reolojik özellikleri modifiye etme özelliği, su bağlayıcı ve film oluşturucu özellikleri nedeniyledir (Erge ve Zorba, 2018). Genellikle jelatin filmler; %20-30 jelatin, %10-30 plastikleştirici (gliserin veya

sorbitol) ve %40-70 sudan oluşmaktadır ve ardından kurutulmuş olarak uygulanmaktadır (Dhall, 2013).

Portakalın raf ömrünü uzatmak amacıyla jelatin (%5-7), şellak (%9-11) ve bir çeşit gam maddesinin (%3.5-4.5) kullanıldığı bir çalışmada, kaplanmış tüm portakal örneklerinde parlaklığın arttığı ve şellak ile kaplanan örneklerde ağırlık ve sıklık kaybının daha az olduğu belirtilmiştir (Khorram vd., 2017). Ayrıca, depolama süresi arttıkça jelatin ve gam ile kaplanan örneklerde çatlamaların olduğu da bildirilmiştir.

Zein

Mısır zeini, mısırdaki suda çözünmeyen proteinin en önemlisidir. Zeinin film oluşturma özelliği yüksektir ve biyo-bozunabilir filmlerin üretimi için kullanılabilir. Zein kaplamanın, taze domateslerde nem ve sertlik kaybını azalttığı ve renk değişimini geciktirdiği (oksijen ve karbondioksit iletimini azaltma) belirtilmektedir (Dhall, 2013; Raghav vd., 2016). Elde edilen filmlerin kırılma olduğu ve bu nedenle esnekliği artırmak için plastikleştirici ilave edilmesi gerektiği bildirilmektedir. Plastikleştiriciler; hidrojen bağlarıyla protein polimer zincirleri arasındaki mesafeyi artırarak kaplamalara esneklik sağlamaktadırlar. Gliserol, sorbitol, polietilen glikol, mono-, di- veya oligosakkaritler, yağ asitleri, lipidler ve türevleri gibi plastikleştirici maddeler kaplamanın kırılma özelliğini azaltarak, esnekliğini ve uzayabilirliğini artırmaktadırlar (Arham vd., 2018; Yerlikaya vd., 2019). Guava meyvesinin zein ile kaplandığı bir çalışmada kaplama ile birlikte olgunlaşmanın yavaşlatıldığı ve ayrıca kaplamada zein ile birlikte tannik asit uygulamasının ağırlık azalışı, yumuşama, renk değişimi, etilen üretimi ve oksidatif stres gibi koşulları azaltmada daha etkili olduğu aktarılmaktadır (Santos vd., 2018).

Glüten

Glütenin yapışkanlığı ve elastikiyeti, buğday hamuruna bütünlük kazandırır ve film oluşumunu kolaylaştırır. Yenilebilir filmler, buğday glüteninin sulu etanol çözeltisinin kurutulmasıyla oluşturulmaktadır. Kurutma sırasında oluşan yeni disülfür bağlarının, hidrojen ve hidrofobik

bağlarla birlikte buğday glüten film yapısında önemli olduğu düşünülmektedir (Hassan vd., 2018). Glüten filmlerde gliserol gibi plastikleştiricilerin eklenmesi, film esnekliğini artırmak için gereklidir (Arham vd., 2018). Bununla birlikte, sorbitol içeriğinin film mukavemetini, elastikiyeti ve su buharı bariyer özelliklerini azalttığı belirtilmektedir (Dhall, 2013; Yerlikaya vd., 2019).

Soya proteini

Soya protein konsantratu veya soya protein izolatu, yağı alınmış proteinli gıdalardan ekstrakte edilmektedir (Lin ve Zhao, 2007). Soya proteini (SP) kaplamaları, esnekliği geliştiren bir plastikleştirici olan ve yaygın olarak kullanılan gliserol ve sorbitol eklenerek soya proteini izolatından hazırlanmaktadır (Dhall, 2013; Kurek vd., 2017). SP kaplamalarının, genellikle proteinin doğal hidrofilik yapısına ve hidrofilik plastikleştiricilerin eklenmesine bağlı olarak zayıf nem direncinin olduğu ve su buharına karşı bariyer özelliğinin de düşük olduğu bildirilmektedir (Sharma vd., 2019).

Kazein ve peynir altı suyu

Peynir altı suyu proteini ve kazein gibi süt proteinleri, sayısız fonksiyonel özelliği nedeniyle yenilebilir filmler ve kaplamalar için önemli malzemelerdir (Lin ve Zhao, 2007). Kazeinler, toplam süt proteinlerinin yaklaşık %80'ini karşılamakta ve yoğun intermoleküler hidrojen, elektrostatik ve hidrofobik bağlar oluşturarak sulu çözeltileri yenilebilir film olarak kullanılabilir (Shendurse vd., 2018). Peynir altı suyu proteinleri, uygun şekilde işlendiğinde, saydam özellikte ve esnek yapıda filmler oluşturmaktadır. Peynir altı suyu proteinleri hidrofilik olduğundan, iyi bir nem bariyeri değildir. Denatüre edilmiş film çözeltisine plastikleştirici ilavesi, film esnekliğini geliştirmekte, ancak filmlerin su buharı geçirgenliğini artırmaktadır (Yerlikaya vd., 2019). Kazeinat ve peynir altı suyu protein içerikli kaplamaların, kolay uygulanabilir olması ve homojen kaplanabilirliğinden dolayı kuru üzüm, dondurulmuş bezelye ve yer fıstığı gibi küçük yapıdaki gıdalara uygulandığı aktarılmaktadır (Lin ve Zhao, 2007).

Lipitler***Balmumu ve yağ içerikli kaplamalar***

Balmumları (karnauba mumu, balmumu, parafin mumu ve diğerleri), 1930'lardan beri taze meyve ve sebzeler için koruyucu kaplama olarak uygulanmaktadır. Balmumu kaplamaların; turunçgil, elma, yeşil domates, salatalık ve kuşkonmaz, fasulye, pancar, havuç, kereviz, patlıcan, alabaş, bamya, biber, patates, turp gibi meyve ve sebzelerde yaygın kullanıldığı bildirilmektedir. Trigliseritler veya nötr lipitler, balmumlarına kıyasla yüksek polariteleri nedeniyle gıda yüzeyinde sürekli bir stabil tabaka oluşturabilir. Bitkisel yağlardan elde edilen çoğu yağ asidi; GRAS olarak kabul edilir ve yenilebilir kaplamaların hazırlanmasında kullanılan lipit içerikli mineral yağların yerine önerilmektedir (Lin ve Zhao, 2007; Dehghani vd., 2018).

Mum ve yağ esaslı kaplamalar arasında parafin mumu, kandelilla mumu, balmumu, karnauba mumu, polietilen mumu ve mineral yağ bulunmaktadır (Galus ve Kadzinska, 2015). Mumlar, gaz ve neme karşı bariyer filmler olarak kullanılmakta (Ochoa-Reyes vd., 2019) ve çeşitli meyve sebzelerin yüzey görünümünü iyileştirmektedir. Kalın bir tabaka halinde uygulanırsa, tüketilmeden önce çıkarılmalıdır. Mumlar (özellikle parafin, karnauba, kandelilla ve arı balmumu) nem bariyeri için kullanılan en yaygın yenilebilir bileşiklerdir (Serrano vd., 2015).

Karnauba mumu-nanokil emülsiyon kaplamasının portakal üzerinde uygulandığı bir çalışmada, karnauba mumu içerisine eklenen nanokilin duyusal özellikleri ve besin kalitesini olumlu etkilediği; depolama boyunca ağırlık kaybını azalttığı bildirilmektedir (Motamedi vd., 2018).

Yağ asitleri ve monogliseritler

Yağ asitleri ve monogliseritler, kaplamalarda emülsifiye edici olarak kullanılmaktadır. Katı haldeki çoğu lipit, kırılmadan önce gerçek uzunluğunun sadece %102'sine kadar uzayabilirken, asetillenmiş gliserol monostearat, gerçek uzunluğunun %800'üne kadar uzatılabilmektedir (Dhall, 2013). Bitkisel yağlar (mısır yağı, zeytinyağı, kolza yağı, ayçiçeği yağı) kolayca temin edilebilen, düşük maliyetli, toksik

olmayan ve uçucu olmayan ürünlerdir. Ayrıca tekli doymamış yağ asidi kaynağıdır ve gıda ürünlerinde yenilebilir kaplama olarak kullanımı sağlık açısından faydalıdır (Galus ve Kadzinska, 2015; Perricone vd., 2015).

Emülsiyonlar

Balmumu esaslı emülsiyon kaplamaların kullanımı, nem bariyer özelliklerinin yüksek olması nedeniyle dikkat çekmektedir. Ancak, ürüne parlaklık kazandırmazlar. Bu tür mum emülsiyonlarında kullanılan emülsiyonlaştırıcıların çoğu gliserol ve yağ asitlerinin türevleri olarak bilinmektedir. Ticari olarak temin edilebilen bu tür emülsiyonlaştırıcıların örnekleri arasında poligliserol-polistearatlar yer almaktadır (Galus ve Kadzinska, 2015).

Kompozit ve İki Katmanlı Kaplayıcılar

Bu tip kaplamalar, üstün nitelikli bir film oluşturmak ve kaplama bileşenlerinin yararlı özelliklerini birleştirmek için yapılmaktadır. Bu kaplamalar; polisakkaritler, protein ve/veya lipitlerin karışımından oluşabilmekte (Günaydın vd., 2017), doğada heterojen olarak bulunabilmektedir. Bu yaklaşım, kullanılan her film sınıfının farklı işlevsel özelliklerini kullanabilmeyi sağlamaktadır. Kompozit filmlerin üretilmesindeki başlıca amaç, özel uygulama ihtiyacına göre geçirgenliği veya mekanik özellikleri iyileştirmektir. Bu heterojen filmler; emülsiyon, süspansiyon, ardışık katmanlar halinde (çok tabakalı kaplama ya da filmler) (Dhall, 2013), ya da ortak bir çözücü içinde bir çözelti formunda uygulanmaktadır. Uygulama yöntemi, elde edilen filmlerin bariyer özelliklerini etkilemektedir. Sınırlı ölçüde kullanılmakta olan çift katmanlı kaplamalar; lipit kaplamaların su bariyeri özellikleri, polisakkarit kaplamaların gaz geçirgenlik özellikleri ile birleştirilmektedir (Hassan vd., 2018).

Kaplamaların işlevselliğinin geliştirilmesi için proteinlerin, polisakkaritlerin ve/veya lipitlerin bir araya getirilmesi gibi kompozit veya iki tabakalı kaplamalara olan ilgi giderek artmıştır. Bu durum, her bir kaplama malzemesinin kendine özgü fakat sınırlı işlevlerin birlikte kullanılmalarıyla geliştirilebileceği gerçeğine dayanmaktadır.

Polisakkaritler ve proteinler doğada polimerik yapıdadır ve hidrofiliktir. Dolayısıyla düşük bağıl nemde oksijen, aroma ve lipit bariyeri olarak iyi kalitede film oluşturmaktadırlar. Bununla birlikte, sentetik nemlendiricilere kıyasla zayıf nem bariyer özelliği gösterirler. Kompozit filmler ve kaplamalarda; polisakkarit veya protein, film bütünlüğünü sağlamakta ve lipit bileşenini tutarak filmin, nem-bariyer özelliğini sağlamaktadır (Dhall, 2013; Yousuf vd., 2018).

Armutta yenilebilir kompozit kaplamalar üzerine yapılan bir çalışmada; hidroksipropil metilselüloz ve zeytinyağı içeren soya protein izolatu kullanıldığı ve kaplanmamış armutlara kıyasla raf ömrünün 2 kat arttığı bildirilmektedir (Dave vd., 2017). Sucheta vd. (2019) tarafından yapılan başka bir çalışmada kompozit yenilebilir kaplama olarak farklı oranlarda pektin, mısır unu ve kırmızı pancar tozu karışımının domateslerde kullanımı araştırılmıştır. Kontrol örneğine göre yenilebilir kaplama uygulanmış domateslerde raf ömrünün uzatıldığı ve pektin: mısır unu (%50:50) karışımı ile sadece pektin uygulanan domateslerde en yüksek parlaklığın ve en düşük büzülmenin gözlemlendiği aktarılmaktadır.

Yenilebilir Kaplamalarda Kullanılan Aktif Maddeler

Antimikrobiyel Ajanlar

Antimikrobiyel bileşiklerin yenilebilir kaplamalarda kullanımı, ürünün güvenliğini artırmak için diğer bir alternatif olarak görülmektedir (Dhall, 2013). Meyve ve sebzelerin antimikrobiyelleri içeren sulu çözeltilere daldırılması, mikrobiyel stabiliteyi artırmanın en pratik yolu olarak bilinmektedir. Bununla birlikte, antimikrobiyel maddelerin gıda yüzeyine uygulanmasında bazı dezavantajların olduğu bilinmektedir. Aktif maddelerin hızla nötralize edilebildiği veya yüzeyden gıda ürününe dağılabildiği ve böylece antimikrobiyel bileşiğin etkisinin sınırlanabildiği ileri sürülmektedir (Hassan vd., 2018).

Doku Geliştiriciler

Pektik enzimler; depolanma sırasında, meyve dokularında sertlik kaybına neden olmaktadır (Temiz ve Ayhan, 2017). Taze meyvelerde

yumuşamayı kontrol etmenin en yaygın yolu, kalsiyum tuzlarının kullanılmasıdır. Kalsiyum iyonları pektik polimerlerle reaksiyona girerek mekanik direnci artıran, böylece olgunlaşmayı geciktiren ve meyve sebzelerde fizyolojik bozuklukları kontrol eden çapraz bağlantılı bir ağ oluşturmaktadır. Ürünün yumuşamasını en aza indirmek için, yenilebilir kaplamaların formülasyonuna doku artırıcılar dahil edilebilir (Dhall, 2013).

Nütrositler

Bazı araştırmacılar; bazı meyve ve sebzelerin mikro besin elementlerini artırmak için yenilebilir kaplama formülasyonlarına mineraller, vitaminler ve yağ asitlerini dahil etmişlerdir (Salgado vd., 2015). Park ve Zhao (2004) kitosan içeren filmlerin su bariyeri özelliklerinin, film matrisindeki mineral ve E vitamini konsantrasyonunu artırarak iyileştirdiğini bildirmişlerdir. Bu çalışma, kitosan içerikli film matrisinin yüksek miktarda mineral veya E vitamini taşıyabilme kapasitesini göstermiştir. Bu filmlerin, gıdaların besin değerini artırmak için ambalajlama veya kaplama materyali olarak kullanılabilirliğini aktarmışlardır.

SONUÇ

Günümüzde birçok yenilebilir kaplama bileşiklerinin taze kesilmiş meyve ve sebzelerde kullanıldığı bilinmektedir. Ancak; yenilebilir kaplama uygulanmış taze kesilmiş meyve ve sebzeleri ticarileştirmek, yenilebilir kaplamaların tüketime uygunluğunu geliştirmek, ucuz ve kolay ulaşılabilir kaynaklardan elde etmek için daha fazla araştırmaya ihtiyaç duyulmaktadır. İşlevselliğin ve duyuusal performansın geliştirilmesi amacıyla yeni kaplama bileşiklerinin ve uygulamalarının önem kazanacağı düşünülmektedir.

KAYNAKÇA

Abdi, S., Roein, Z., Erfanimoghadam, J., Aziznia, S. (2017). Application of pectin coating containing essential oil for increasing quality of strawberry fruit. *J Postharvest Technol*, 05(4): 83–94.

Abugoch, L., Tapia, C., Plasencia, D., Castro-Mandujano, O., Lopez, L., Pastor, A., Escalona, V.H. (2015). Shelf-life of fresh blueberries coated with quinoa protein/chitosan/sunflower oil

- edible film. *J Sci Food Agric*, 96: 619-626, doi:10.1002/jsfa.7132.
- Ahvenainen, R. (1996). New approaches in improving the shelf life of minimally processed fruit and vegetables. *Trends Food Sci Technol*, 7: 179-187.
- Alves, M.M., Gonçalves, M.P., Rocha, C.M.R. (2017). Effect of ferulic acid on the performance of soy protein isolate-based edible coatings applied to fresh-cut apples. *LWT - Food Sci Technol*, 80: 409-415, doi:10.1016/j.lwt.2017.03.013.
- Arham, R., Salengke, S., Metusalach, M., Mulyati, M.T. (2018). Optimization of agar and glycerol concentration in the manufacture of edible film. *Int Food Res J*, 25(5): 1845-1851.
- Arnon, H., Granit, R., Porat R, Poverenov E. (2015). Development of polysaccharides-based edible coatings for citrus fruits: A layer-by-layer approach. *Food Chem*, 166: 465-472, doi:10.1016/j.foodchem.2014.06.061.
- Arvanitoyannis, I., Gorris, L.G.M. (1999). Edible and biodegradable polymeric materials for food packaging or coating assessment. In: *Processing foods: quality optimization and process assessment*, Oliveira, F.A.R., Oliveira, J.C., Hendrickx, M.E., Knorr, D., Gorris L.G.M., Amerika Birleşik Devletleri: CRC Press LLC, pp. 357-371. ISBN: 0-8493-7905-9.
- Azarakhsh, N., Osman, A., Ghazali, H.M., Tan, C.P., Mohd Adzahan, N. (2014). Lemongrass essential oil incorporated into alginate-based edible coating for shelf-life extension and quality retention of fresh-cut pineapple. *Postharvest Biol Technol*, 88: 1-7, doi:10.1016/j.postharvbio.2013.09.004.
- Barrett, D.M., Beaulieu, J.C., Shewfelt, R. (2010). Color, flavor, texture, and nutritional quality of fresh-cut fruits and vegetables: Desirable levels, instrumental and sensory measurement, and the effects of processing. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 50(5): 369-389, doi: 10.1080/10408391003626322.
- Beaulieu, J.C. Gorny, J.R. (2016). The Commercial Storage of Fruits, Vegetables, and Florist and Nursery Stocks. In: *Fresh-Cut Fruits*, Gross, K.C., Wang, C.Y., Saltveit, M., Agriculture Handbook Number 66. United States Department of Agriculture, Amerika Birleşik Devletleri, pp. 604-623.
- Begum, N., Paul, S.K., Kumar, P., Sahu, J.K., Husain, S.A. (2017). Development of tulsi impregnated starch-based edible coating to extend the shelf-life of tomatoes. *The Pharm Innov*, 6(9): 249-255.
- Bhattacharjee, D., Das, A., Dhua, R.S. (2014). Fresh-cut vegetables: A consumer friendly approach. *Int J Sci Res*, 3(9): 47-50.
- Cazon, P., Velazquez, G., Ramírez, J.A., Vazquez, M. (2017). Polysaccharide-based films and coatings for food packaging: A review. *Food Hydrocoll*, 68: 136-148, doi: 10.1016/j.foodhyd.2016.09.009.
- Cho, J. L.Y., Latifah, M.N., Syed Abas, S.A.R., Siti Aisyah, A., Zaulia, O., Azlin, R.N., Pauziah, M., Nur Syafini, G., Hairiyah, M., Habsah, M., Zaipun, M.Z., Nurul Adibah, M. (2016). Extending shelf-life of minimally processed pumpkin with a carrageenan-based coating. III Int. Conf. on Fresh-Cut Produce: Maintaining Quality and Safety: III Int. Conf. on Fresh-Cut Produce: Maintaining Quality and Safety, 175-180 s.
- Chrysargyris, A., Nikou A., Tzortzakis, N. (2016). Effectiveness of Aloe vera gel coating for maintaining tomato fruit quality. *N Z J Crop Horticult Sci*, 44(3): 203-217, doi:10.1080/01140671.2016.1181661.
- Dave, R.K., Ramana Rao, T.V., Nandane, A. S. (2017). Improvement of post-harvest quality of pear fruit with optimized composite edible coating formulations. *J Food Sci Technol*, 54(12): 3917-3927, doi:10.1007/s13197-017-2850-y.
- Dehghani, S., Hosseini S.V., Regenstein, J.M. (2018). Edible films and coatings in seafood preservation: A review. *Food Chem*, 240: 505-513, doi:10.1016/j.foodchem.2017.07.034.
- Dhall, R.K. (2013). Advances in edible coatings for fresh fruits and vegetables: A review. *Crit Rev Food Sci*, 53: 435-450, doi: 10.1080/10408398.2010.541568.

- Drewnowski, A., Gomez-Carneros, C. (2000). Bitter taste, phytonutrients and the consumer: A review. *Am J Clin Nutr*, 72:1424–1435, doi:10.1093/ajcn/72.6.1424.
- Dursun, S., Erkan, N. (2009). Yenilebilir protein filmler ve su ürünlerinde kullanımı. *J Fish Sci*, 3(4): 352-373, doi: 10.3153/jfscm.2009040.
- Erge, A., Zorba, Ö. (2018). Jelatinin fonksiyonel özellikleri ve gıda sanayinde kullanımı. *Türk J Agric- Food Sci Technol*, 6(7): 840–849, doi:10.24925/turjaf.v6i7.840-849.1779.
- Ergin, S. Ö., Yaman, H., Dilek, M. (2018). The usage of edible films extracted from cherry and apricot tree gums for coating of strawberry (*Fragaria ananassa*) and Loquat (*Eriobotrya japonica*) Fruits. *Türk J Agric- Food Sci Technol*, 6(5): 561–569, doi:10.24925/turjaf.v6i5.561-569.1768.
- Espino-Diaz, M., Molina-Corral, F., Sepulveda, D., Gonzalez-Aguilar, G., Olivas, G. (2016). Alginate coatings containing high levels of isoleucine improve aromatic and standard quality in fresh-cut apple. *Eur J Horticult Sci*, 81(3): 175-184, doi:10.17660/eJHS.2016/81.3.6.
- Fakhouri, F. M., Maria, S., Caon, T., Ignacio, J., Helena, L., Mei, I. (2015). Edible films and coatings based on starch / gelatin: Film properties and effect of coatings on quality of refrigerated Red Crimson grapes. *Postharvest Biol Technol*, 109: 57–64, doi:10.1016/j.postharvbio.2015.05.015.
- Falcó, I., Randazzo, W., Sánchez, G., López-rubio, A., José, M. (2019). On the use of carrageenan matrices for the development of antiviral edible coatings of interest in berries. *Food Hydrocoll*, 92: 74–85, doi:10.1016/j.foodhyd.2019.01.039.
- Ferreira, A.R.V., Alves, V.D., Coelho, I.M. (2016). Polysaccharide-based membranes in food packaging applications. *Membranes*, 6(22): 1–17, doi:10.3390/membranes6020022.
- Gago, C., Vieira, A., Guerreiro, A.C., Miguel, M.G.C., Antunes, M.D.C. (2018). Edible coatings enriched with essential oils for extending the shelf-life of 'Hayward' fresh-cut kiwifruit. Proc. IX International Symposium on Kiwifruit, 533-540 s.
- Galindo-Perez, M.J., Quintanar-Guerrero, D., Mercado-Silva, E., Real-Sandoval, S.A., Zambrano-Zaragoza, M.L. (2015). The effects of tocopherol nanocapsules/xanthan gum coatings on the preservation of fresh-cut apples: Evaluation of phenol metabolism. *Food Bioprocess Technol*, 8: 1791-1799, doi:10.1007/s11947-015-1523-y.
- Galus, S., Kadzinska, J. (2015). Food applications of emulsion-based edible films and coatings. *Trends Food Sci Technol*, 45, 273–283, doi:10.1016/j.tifs.2015.07.011.
- Guerreiro, A.C., Gago, C.M.L., Faleiro, M.L., Miguel, M.G.C., Antunes, M.D.C. (2015). The effect of alginate-based edible coatings enriched with essential oils constituents on *Arbutus unedo* L. fresh fruit storage. *Postharvest Biol Technol*, 100: 226-233, doi:10.1016/j.postharvbio.2014.09.002.
- Guilbert, S., Gontard, N., Gorris, L.G.M. (1996). Prolongation of the shelf life of perishable food products using biodegradable films and coatings. *Lebensm Wiss Technol*, 29:10–17.
- Günaydın, Ş., Karaca, H., Palou, L., Fuente, B., Pérez-Gago, M.B. (2017). Effect of hydroxypropyl methylcellulose-beeswax composite edible coatings formulated with or without antifungal agents on physicochemical properties of plums during cold storage. *J Food Qual*, 1–9, doi:10.1155/2017/8573549.
- Hassan, B., Chatha, S.A.S., Hussain, A.I., Zia, K.M. (2018). Recent advances on polysaccharides, lipids and protein based edible films and coatings: A review. *Int Biol Macromol*, 109: 1095-1107, doi:10.1016/j.ijbiomac.2017.11.097.
- Hazrati, S., Beyraghdar, A., Farhad, K., Zeinolabedin, H., Sadeghi, A.R. (2017). Evaluation of Aloe vera gel as an alternative edible coating for peach fruits during cold storage period. *Gesunde Pflanze*, 131-137, doi:10.1007/s10343-017-0397-5.
- Huang, Q., Qian, X., Jiang, T., Zheng, X. (2019). Effect of chitosan and guar gum based composite edible coating on quality of mushroom (*Lentinus edodes*) during postharvest storage. *Sci Horticult*, 253: 382–389, doi:10.1016/j.scienta.2019.04.062.

- İyidoğan, N.F., Bayındırlı, A. (2004). Effect of L-cysteine, kojic acid and 4-hexylresorcinol combination on inhibition of enzymatic browning in Amasya apple juice. *J Food Eng*, 62: 299-304, doi:10.1016/s0260-8774(03)00243-7.
- James, J.B, Ngarmasak, T. (2010). *Processing of fresh-cut tropical fruits and vegetables: A technical guide*, Bangkok: RAP Publication. Food and Agriculture Organization of the United Nations Regional Office for Asia and the Pacific. ISBN 978-92-5-106712-3.
- Kerch, G. (2015). Chitosan films and coatings prevent losses of fresh fruit nutritional quality : A review. *Trend Food Sci Technol*, 46(2): 159–166, doi: 10.1016/j.tifs.2015.10.010.
- Khorrām, F., Ramezaniān, A., Hosseini, S.M.H. (2017). Shellac, gelatin and Persian gum as alternative coating for orange fruit. *Sci Horti*, 225: 22-28, doi: 10.1016/j.scienta.2017.06.045.
- Kurek, M., Scetar, M., Galic., K. (2017). Edible coatings minimize fat uptake in deep fat fried products: A review. *Food Hydrocoll*, 71: 225–235, doi: 10.1016/j.foodhyd.2017.05.006.
- Kurt, Ş., Zorba, Ö. (2005). Kitin (chitin), kitosan (chitosan) ve türevlerinin gıdalarda kullanım olanakları. *Gıda*, 30(6): 371-378.
- Lin, D., Zhao, Y. (2007). Innovations in the development and application of edible coatings for fresh and minimally processed fruits and vegetables. *Compr Rev Food Sci F*, 6(3): 60-75, doi: 10.1111/j.1541-4337.2007.00018.x.
- Liu, X., Ren, J., Zhu, Y., Han, W., Xuan, H., Ge, L., (2016). The preservation effect of ascorbic acid and calcium chloride modified chitosan coating on fresh-cut apples at room temperature. *Colloid Surface A*, 502: 102–106, doi:10.1016/j.colsurfa.2016.05.018.
- Lopes, R., Freitas, M., Andrade, T., Moita, W., Carvalho, D., Montenegro, I., Miranda, A.D. (2016). Chitosan coating with trans-cinnamaldehyde improves structural integrity and antioxidant metabolism of fresh-cut melon. *Postharvest Biol Technol*, 113: 29–39, doi:10.1016/j.postharvbio.2015.11.004.
- Luksiene, Z., Buchovec, I. (2019). Impact of chlorophyllin-chitosan coating and visible light on the microbial contamination, shelf life, nutritional and visual quality of strawberries. *Innov Food Sci Emerg*, 52: 463–472, doi:10.1016/j.ifset.2019.02.003
- Maftoonazad, N., Ramaswamy, H. (2019). Application and evaluation of a pectin-based edible coating process for quality change kinetics and shelf-life extension of lime fruit (*Citrus aurantifolium*). *Coatings*, 9: 285–299, doi:10.3390/coatings9050285.
- McHugh, T.H., Senesi, E. (2000). Apple wraps: A novel method to improve the quality and extend the shelf life of fresh-cut apples. *J Food Sci*, 65: 480-485, doi:10.1111/j.1365-2621.2000.tb16032.x.
- Motamedi, E., Nasiri, J., Malidarreh, T.R., Kalantari, S., Naghavi, M.R., Safari, M. (2018). Performance of carnauba wax-nanoclay emulsion coatings on postharvest quality of ‘Valencia’ orange fruit. *Sci Horti*, 240: 170-178, doi: 10.1016/j.scienta.2018.06.002.
- Ncama, K., Magwaza, L.S., Mditshwa, A. (2018). Plant-based edible coatings for managing postharvest quality of fresh horticultural produce: A review. *Food Pack Shelf*, 16: 157–167, doi: 10.1016/j.fpsl.2018.03.011.
- Ochoa-Reyes, E., Tirado-Gallegos, J.M., Tafolla-Arellano, J.C., Buenrostro-Figueroa, J.J., Rojas, R., Ochoa-Chantaca, A. (2019). Edible Active Coatings for Foods as a Key Factor for Shelf-Life Prolongation. *Handbook of Research on Food Science And Technology*, Chavez-Gonzalez, M. L., Buenrostro-Figueroa, J. J., Aguilar, C. (ed.), Apple Academic Press, Oakville, Canada, s. 1-42.
- Park, S.I., Zhao, Y. (2004). Incorporation of a high concentration of mineral or vitamin into chitosan-based films. *J Agric Food Chem*, 52: 1933-1939, doi:10.1021/jf034612p.
- Perricone, M., Arace, E., Corbo, M.R., Sinigaglia, M., Bevilacqua, A. (2015). Bioactivity of essential oils: A review on their interaction with food components. *Front Microbiol*, 6: 1-7, doi: 10.3389/fmicb.2015.00076.

- Raghav, P.K., Agarwal, N., Saini, M. (2016). Edible coating of fruits and vegetables: A Review. *Int J Sci Res Modern Educ*, 1; 188-204.
- Rompothi, O., Pradipasena, P., Tananuwong, K. (2017). Development of non-water soluble, ductile mung bean starch based edible film with oxygen barrier and heat sealability. *Carbohydr Polym*, 157: 748-756, doi:10.1016/j.carbpol.2016.09.007.
- Rossi Marquez, G., Di Pierro, P., Mariniello, L., Esposito, M., Giosafatto, C.V.L., Porta, R. (2017). Fresh-cut fruit and vegetable coatings by transglutaminase-crosslinked whey protein/pectin edible films. *LWT-Food Sci Technol*, 75: 124-130, doi:10.1016/j.lwt.2016.08.017.
- Salgado, P.R., Ortiz, C.M., Musso, Y.S., Giorgio, L., Mauri, A. (2015). Edible films and coatings containing bioactives. *Curr Opin Food Sci*, 5: 86–92, doi:10.1016/j.cofs.2015.09.004.
- Sanchís, E., González, S., Ghidelli, C., Sheth, C.C., Mateos, M., Palou, L., Pérez-gago, M.B. (2016). Browning inhibition and microbial control in fresh-cut persimmon (*Diospyros kaki* Thunb. cv. Rojo Brillante) by apple pectin-based edible coatings. *Postharvest Biol Technol*, 112: 186-193, doi:10.1016/j.postharvbio.2015.09.024.
- Santos, T.M., Filho, M.S.M.S., Silva, E.O., Silveira, M.R.S., Miranda, M.R.A., Lopes, M.M.A., Azeredo, H.M.C. (2018). Enhancing storage stability of guava with tannic acid-crosslinked zein coatings. *Food Chem*, 257: 252-258, doi:10.1016/j.foodchem.2018.03.021.
- Serrano, M., Martínez- Romero, D., Zapata, P.J., Guillén, F., Valverde, J.M., Díaz-Mula, H.M., Castillo, S., Valero, D. (2015). *Advances in Edible Coatings. Advances in Postharvest Fruit and Vegetable Technology*. Advances in Postharvest Fruit and Vegetable Technology, Wills, B., Golding, J., (Ed.), CRC Press, Dublin, Irlanda, s. 147-166.
- Sharma, P., Shenin, V.P., Kaur, N., Vyas, P. (2019). Application of edible coatings on fresh and minimally processed vegetables : A review. *Int J Vegetable Sci*, 25(3): 295–314, doi:10.1080/19315260.2018.1510863.
- Sharma, S., Rao, T.V.R. (2015). Xanthan gum based edible coating enriched with cinnamic acid prevents browning and extends the shelf-life of fresh-cut pears. *LWT - Food Sci Technol*, 62(1), 791-800, doi:10.1016/j.lwt.2014.11.050.
- Shendurse, A., Gopikrishna, G., Patel, A.C., Pandya, A.J. (2018). Milk protein based edible films and coatings—preparation, properties and food applications. *J Nutr Health Food Eng*, 8(2): 219-226, doi:10.15406/jnhfe.2018.08.00273.
- Singh, S., Khemariya, P., Rai, A., Chandra, A., Koley, T.K., Singh, B. (2016). Carnauba wax-based edible coating enhances shelf-life and retain quality of eggplant (*Solanum melongena*) fruits. *LWT- Food Sci Tech*, 74, 420–426, doi:10.1016/j.lwt.2016.08.004.
- Soares, A.S., Ramos, A.M., Vieira, É.N.R., Vanzela, E.S.L., de Oliveira, P.M., Paula, D.A. (2018). Vacuum impregnation of chitosan-based edible coating in minimally processed pumpkin. *Int J Food Sci Technol*, 53(9): 2229-2238, doi:10.1111/ijfs.13811.
- Soazo, M., Perez, L., Rubiolo, A. (2015). Prefreezing application of whey protein-based edible coating to maintain quality attributes of strawberries. *Food Sci Technol*, 50:605-611, doi:10.1111/ijfs.12667.
- Sucheta, K., Chaturvedi, K., Sharma, N., Yadav, S.K. (2019). Composite edible coatings from commercial pectin, corn flour and beetroot powder minimize post-harvest decay, reduces ripening and improves sensory liking of tomatoes. *Int Biol Macromol*, 133: 284-293, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.04.132.
- Temiz, A., Ayhan, D.K. (2017). Enzymes in minimally processed fruits and vegetables. In: *Minimally Processed Refrigerated Fruits and Vegetables*, Yıldız, F., Wiley, R.C. (ed.), Second Edition, Amerika Birleşik Devletleri: Springer. pp: 93-151. ISBN: 978-1-4939-7018-6.
- Thakur, R., Pristijono, P., Bowyer, M., Singh, S.P., Scarlett, C.J., Stathopoulos, C.E., Vuong, Q. V. (2019). A starch edible surface coating delays banana fruit ripening. *LWT - Food Sci Technol*, 100: 341–347, doi:10.1016/j.lwt.2018.10.055.

Tosati, J.V., Oliveira, D. De, Lerin, L.A., Sarantópoulos, C.I.G.L., Monteiro, A.R. (2015). Respiration rate of cherry tomatoes and gas permeability of hydroxypropylmethyl cellulose-based coating. *Int J Emerg Technol Adv Eng*, 5(3): 281-287.

Yerlikaya, P, Yatmaz, H.A, Topuz, O.K. (2019). Applications of Edible Films and Coatings in Aquatic Foods, *Innovative Technologies in Seafood Processing*. Özoğul, Y. (baş ed.), CRC Press, pp.71-86

Yousuf, B., Srivastava, A.K. (2019). Impact of honey treatments and soy protein isolate-based coating on fresh- cut pineapple during storage at 4°C. *Food Pack Shelf*, 21:1-9, doi:10.1016/j.fpsl.2019.100361.

Yousuf B., Qadri, O.S., Srivastava, A.K. (2018). Recent developments in shelf-life extension of fresh-cut fruits and vegetables by application of different edible coatings: A review. *LWT - Food Sci Technol*, 89: 198-209, doi: 10.1016/j.lwt.2017.10.051.

Zhang, L., Chen, F., Lai, S., Wang, H., Yang, H. (2018). Impact of soybean protein isolate-chitosan edible coating on the softening of apricot fruit during storage. *LWT - Food Sci Technol*, 96: 604–611, doi:10.1016/j.lwt.2018.06.011.



DIYET LİFİ İLE ZENGİNLEŞTİRİLMİŞ GLUTENSİZ KEK HAMURLARININ YÜKSEK GENLİKLİ SALINIMLI KAYMA ANALİZİ (LAOS) İLE REOLOJİK KARAKTERİZASYONU

Esra Özyiğit¹, İsmail Eren², Seher Kumcuoğlu^{1*}, Şebnem Tavman¹

¹ Ege Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, İzmir, Türkiye

² Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Manisa, Türkiye

Geliş / Received: 07.10.2019; Kabul / Accepted: 07.02.2020; Online baskı / Published online: 29.03.2020

Özyiğit, E., Eren, İ., Kumcuoğlu, S., Tavman, Ş. (2020). Diyet lifi ile zenginleştirilmiş glutensiz kek hamurlarının yüksek genlikli salınımlı kayma analizi (LAOS) ile reolojik karakterizasyonu. *GIDA* (2020) 45(2) 356-368 doi: 10.15237/gida.GD19131

Özyiğit, E., Eren, İ., Kumcuoğlu, S., Tavman, Ş. (2020). Large amplitude oscillatory shear (LAOS) analysis of gluten-free cake batters: The effect of dietary fiber enrichment. *GIDA* (2020) 45(2) 356-368 doi: 10.15237/gida.GD19131

ÖZ

Bu çalışmada, pirinç unu ve karabuğday unu ile hazırlanan glutensiz kek hamurlarına diyet lifi kaynağı olarak portakal lifi (PI) ilavesinin hamurun reolojik özellikleri üzerine olan etkileri Yüksek Genlikli Salınımlı Kayma (LAOS) yöntemi kullanılarak incelenmiştir. Çalışma kapsamında glutensiz kek örneklerinin bazı kalite özellikleri de (dokusal özellikleri, özgül hacim) belirlenmiştir. Glutensiz kek formülasyonuna diyet lifi kaynağı olarak portakal lifi farklı oranlarda (%0, %4, %8, %12, %16) karabuğday unu yerine ilave edilmiştir. Sonuçlar, glutensiz hamurlara diyet lifi ilave edilmesiyle örneklerin elastik (G') ve viskoz (G'') modülüs değerlerinde artış olduğunu göstermiştir. Düşük gerinim değerlerinde örneklerin doğrusal viskoelastik özellik gösterdiği; ancak, uygulanan gerinim genliğinin artmasıyla birlikte reolojik özelliklerin doğrusal olmayan bölgeye giriş yaptığı belirlenmiştir. Glutensiz kek hamurlarının içerdiği diyet lifi oranının artmasıyla keklerin özgül hacim değerleri artmış ($P < 0.05$), sertlik değerleri azalmıştır ($P < 0.05$).

Anahtar kelimeler: Yüksek genlikli salınımlı kayma (LAOS), glutensiz kek hamuru, diyet lifi, portakal lifi

LARGE AMPLITUDE OSCILLATORY SHEAR (LAOS) ANALYSIS OF GLUTEN-FREE CAKE BATTERS: THE EFFECT OF DIETARY FIBER ENRICHMENT

ABSTRACT

In this study, the effect of orange fiber (dietary fiber source) addition on gluten free batters from rice flour and buckwheat flour rheological properties was investigated by using LAOS method. The effect of different amount dietary fiber on some quality parameters (textural properties, specific volume) of gluten free cakes were also investigated. Gluten-free cake batters were formulated by replacing buckwheat flour with orange fiber at different levels (0%, 4%, 8%, 12% and 16%). Results showed an increase in storage (G') and loss (G'') moduli values with the addition of dietary fiber in the gluten free batter. All gluten-free cake batter samples showed linear viscoelastic properties at small strain amplitudes but rheological properties enters the non-linear region by increasing strain amplitude. Increasing the dietary fiber amount caused to increase in specific volume ($P < 0.05$) of gluten free cakes and decrease in hardness value ($P < 0.05$) of cakes.

Keywords: Large Amplitude Oscillatory Shear (LAOS), gluten-free batter, dietary fiber, orange fiber

*Yazışmalardan sorumlu yazar/ Corresponding author

✉ seher.kumcuoglu@ege.edu.tr,

☎ (+90) 232 311 3023

☎ (+90) 232 311 4831

Esra Özyiğit; ORCID no: 0000-0003-2579-2828

İsmail Eren; ORCID no: 0000-0001-9724-2580

Seher Kumcuoğlu; ORCID no: 0000-0002-3663-2881

Şebnem Tavman; ORCID no: 0000-0002-6042-7482

GİRİŞ

Son yıllarda çölyak hastalığında ve gluten bazlı rahatsızlıkların gözlemlenmesindeki artış glutensiz fırın ürünlerine olan ilginin artmasına neden olmaktadır (Matos ve Rosell, 2011). Çölyak hastalığının tek tedavi yöntemi ise bireyin ömür boyu glutensiz bir diyet uygulamasıdır. Ancak glutensiz beslenmenin aşırı kalori, protein ve yağ alımı ile karakterize edilmesi ve kompleks karbonhidrat ve diyet lifi alımını azaltması glutensiz diyet ile ilgili endişelerin devam etmesine neden olmaktadır (Fasano vd., 2003; Thompson vd., 2005).

Glutensiz fırın ürünlerinin üretilmesinde glutenin uzaklaştırılması, glutenin yapısal protein olmasından dolayı teknolojik bir zorluk olarak karşımıza çıkmakta; ufalanmış doku yapısı, düşük ağız hissi gibi kalite kusurlarına neden olmaktadır (Arendt vd., 2002; Bagley vd., 1998; Sicherer ve Sampson, 2014). Bu nedenle, glutensiz fırın ürünlerinin, gluten içeren fırın ürünlerine eşdeğer besin içeriğine ve kalite karakteristiklerine sahip özellikte üretilmesi için tekrar formüle edilmesi gerekmektedir (Gularte vd., 2012).

Diyet lifi, bireylerin ince bağırsağında emilime ve sindirime direnç gösteren; kalın bağırsağında kısmen veya tamamen fermente olabilen bitkilerin yenilebilir kısımlarıdır (Gelroth ve Ranhotra, 2001; Sabanis vd., 2009). Sağlık açısından destekleyici birçok özelliğinin belgelendirilmiş olmasının yanı sıra (Bazzano vd., 2003; Faivre ve Bonithon-Kopp, 1999; Roehrig, 1988), diyet lifi ilavesi glutensiz fırın ürünlerinin dokusal ve duyuşsal özelliklerinin geliştirilmesini sağlamaktadır. Diyet liflerinin su tuma kapasiteleri, jel oluşturma yetenekleri, dokulaştırma ve kalınlaştırma etkileri glutensiz hamurların reolojik özelliklerinde ve son ürünün kalitesinde önemli rol oynamaktadır (Gelroth ve Ranhotra, 2001; Thebaudin vd., 1997).

Glutensiz hamurların reolojik karakterizasyonun belirlenmesi için glutensiz pirinç keki (Turabi vd., 2008; Tsatsaragkou vd., 2015), glutensiz ekmek (Demirkesen vd., 2010; Torbica vd., 2012), glutensiz muffinler (Matos vd., 2014) ve kekler (Lebesi ve Tzia, 2011) üzerine çeşitli çalışmalar bulunmaktadır. Gerçekleştirilen bu çalışmalar

düşük genlikli salınımda kayma (SAOS) analizleri üzerine yoğunlaşmakta ve örneklerin doğrusal bölgedeki başlangıç gerilim ve gerinim tepkilerini tanımlamaktadır (Joyner ve Meldrum, 2016). Ancak, gıdalarda gerçekleştirilen birçok proses ise doğrusal olmayan özellik göstermektedir (Ptaszek, 2015).

Viskoelastik özelliklerin karakterize edilmesinde elastik modül ve viskoz modül dikkate alınmaktadır. Doğrusal bölgede uygulanan gerinim genliği yeterince küçük olduğu için viskoelastik modüller uygulanan gerinim genliğinden bağımsız ve buna bağlı olarak elde edilen salınımla stres tepkileri ise sinüsoidal formdadır. Gerinim genliğinin artması sonucunda SAOS'un ötesinde doğrusal olmayan bölge oluşmaktadır. Doğrusal olmayan bölgede elastik ve viskoz modüller, gerinim genliğinin bir fonksiyonu olmakta ve elde edilen stres dalgaları bozularak sinüsoidal formdan sapmaktadır (Hyun vd., 2011). Bu yüzden gıdaların temel reolojik özelliklerinin tanımlanmasında Yüksek Genlikli Salınımda Kayma (LAOS) analizlerine olan ilgi artmaktadır.

LAOS analizi ile gıda köpüklerinin (Ptaszek, 2015), sert buğday unlu hamurun (Yazar vd., 2017), süspansiyonların, emülsiyonların ve elastik ağların (Ducarci vd., 2017) reolojik karakterizasyonu üzerine gerçekleştirilen başarılı çalışmalar bulunmaktadır. Ancak, diyet lifi ile zenginleştirilmiş glutensiz fırın ürünleri daha az dikkat çekmiştir. Çalışma kapsamında diyet lifi ile zenginleştirilmiş glutensiz kek formülasyonları geliştirilerek, elde edilen ürünlerin reolojik özelliklerinin LAOS tekniği kullanılarak belirlenmesi amaçlanmıştır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Glutensiz keklerin üretiminde pirinç unu (Kenton, Ankara), karabuğday unu (Değirmen, İzmir), portakal lifi (Herba Food, Almanya), süt (Pınar Süt Mamülleri Sanayi A.Ş., İzmir) pastörize tüm yumurta (İpay A.Ş., Türkiye), şeker, pastacılık yağı (Felda Iffco Gıda San. ve Tic. A.Ş., İzmir), vanilya, kabartma tozu (Dr-Oetker Gıda San. ve Tic. A.Ş., İzmir) ve ksantan gam (Sigma-Aldrich, St. Louis, USA) kullanılmıştır.

Karabuğday tohumları çekiçli değirmen (Armfield, UK) ile öğütülerek karabuğday unu (250 µm) elde edilmiştir.

Glutensiz Kek Örneklerinin Üretimi

Diyet lifi olarak portakal lifi farklı oranlarda (%4, 8, 12, 16) karabuğday unu ile yer değiştirecek

şekilde formülasyona ilave edilmiştir. Diyet lifi ilave edilmeden üretilen glutensiz kek örneği "kontrol" olarak adlandırılmıştır. Çizelge 1'de glutensiz kek üretiminde kullanılan formülasyon 100 g un karışımı için verilmiştir.

Çizelge 1. Farklı oranlarda diyet lifi içeren glutensiz kek formülasyonları (g)

Table 1. Gluten-free cake formulation (g)

Bileşen (g) Ingredients (g)	Portakal lifi (%) (Orange fiber %)				
	Kontrol (Control)	% 4	% 8	% 12	% 16
Pirinç unu (Rice flour)	80	80	80	80	80
Karabuğday (Buckwheat)	20	16	12	8	4
Lif kaynağı (Dietary fiber)	0	4	8	12	16
Yumurta (Egg)	80	80	80	80	80
Şeker (Sugar)	80	80	80	80	80
Pastacılık yağı (Shortening)	25	25	25	25	25
Süt (Milk)	120	120	120	120	120
Kabartma tozu (Baking powder)	6	6	6	6	6
Vanilya (Vanillin)	1	1	1	1	1
Gam (Gum)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

Glutensiz kek hamurları Kitchen Aid Mikser (St. Joseph, Mich., USA) kullanılarak elde edilmiştir. Glutensiz kek üretimi amacıyla yumurta mikser yardımıyla yüksek devirde 4 dakika boyunca karıştırılmış ve şeker ilave edilerek 3 dakika daha yüksek devirde karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra, pastacılık yağı ve süt ilave edilerek orta hızda 2 dakika daha karıştırılmıştır. Diğer tüm kuru bileşenlerin ilave edilip, 1 dakika daha düşük hızda karıştırma işlemi gerçekleştirilmesiyle glutensiz kek hamuru elde edilmiştir. 80 g'lık kek hamurları silikon kek kalıplarında konvansiyonel fırında (Vestel, Türkiye), 180°C'de alt ve üst ısıtma modülünde 35 dakika boyunca pişirilmiştir. Pişirilen kekler analizlerde kullanılmak üzere 1 saat oda sıcaklığında bekletilerek, soğuması sağlanmıştır.

Toz Ürünlerde Gerçekleştirilen Analizler

Çözünür ve çözünmez diyet lifi analizi

Portakal lifi, karabuğday unu ve pirinç ununa ait çözünür ve çözünmez diyet lifi içeriği AOAC (1998) Metot: 991.43'e göre belirlenmiştir.

Su tutma özelliklerinin belirlenmesi

Glutensiz kek üretiminde kullanılan toz ürünlerin ve un karışımlarının su absorplama indeksi (WAI) ve suda çözünürlük indeksi (WSI) değerleri, Choi vd. (2012)'de verilen yöntem modifiye edilerek belirlenmiştir. Yapılan modifikasyon ile analiz sonucunda elde edilen üst faz 105°C'deki etüvde 1 gece yerine 6 saat bekletilmiştir.

Glutensiz Kek Hamurlarında Gerçekleştirilen Analizler

Reolojik özellikler

Kek hamurlarında reolojik özelliklerin belirlenmesi amacıyla TA DHR3 (TA Instruments Inc., New Castle, DE, USA) reometre kullanılmıştır. Hazırlanan hamur örnekleri bekletilmeden analiz edilmişlerdir. Analizler 25±0.1°C'de, plakalar arası boşluk 1 mm olacak şekilde 40 mm çaplı paralel plaka kullanılarak gerçekleştirilmiştir. LAOS testi 10 rad/s sabit frekansında, %0.01- 300 gerinim aralığında ve 40 farklı döngü elde edilecek şekilde gerçekleştirilmiştir. Test sonucunda elde edilen

Lissajous eğrileri ve Chebysev katsayıları değerlendirilerek örnek davranışı hakkında bilgi sahibi olunmuştur. Ölçümler 2 paralel olacak şekilde gerçekleştirilmiştir.

Yoğunluk

Kek hamurlarında yoğunluk ölçümü Elcometer (Elcometer, Manchester, UK) piknometre kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Glutensiz Kek Örneklerinde Gerçekleştirilen Analizler

Özgül hacim

AACC (2000) Metot 72-10'da belirtilen kolza tohumu ile yer değiştirme prensibine göre kek örneklerinin özgül hacim değerleri belirlenmiştir.

Doku Profil Analizi

Doku profili analizi, TA.XT Express doku analiz cihazı (Stable Microsystems, Surrey, UK) ile Gómez vd. (2007)'de belirtilen yöntemin modifiye edilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Pişirilen kek örnekleri analiz öncesinde yirmi dört saat dinlendirilmiş ve sonrasında kesme cihazı yardımıyla 40x40x15 mm boyutlarında dilimlenmiştir. Doku profili analizi 25 mm çaplı alüminyum silindirik prob ve 10 N'luk yük hücresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Test sırasında kek örneği orjinal kalınlığının %50'sine sıkıştırılmış ve 2 mm/s test hızında ölçümler arası 30 saniye bekletilerek analiz yapılmıştır. Ölçümler 10 paralel olacak şekilde gerçekleştirilmiştir (Gomez vd., 2007).

İstatistiksel Analiz

Elde edilen deneysel veriler arasında önemli fark ($P < 0.05$) olup olmadığını belirlemek amacıyla IBM SPSS 20 programı kullanılarak tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ile istatistiksel analiz gerçekleştirilmiştir. Önemli düzeyde fark olması durumunda ise karşılaştırma için Duncan çoklu karşılaştırma testi kullanılmıştır.

SONUÇ VE TARTIŞMA

Toz Ürünlerin Özellikleri

Çözünür ve çözünmez diyet lifi

Glutensiz kek üretiminde diyet lifi kaynağı olarak kullanılan hazır portakal lifi, karabuğday unu ve pirinç ununa ait çözünür ve çözünmez diyet lifi

içeriği belirlenmiş olup, portakal lifinin %21.58 çözünür ve %43.34 çözünmez diyet lifi içeriğiyle %64.93 toplam diyet lifi içerdiği saptanmıştır. Toplam diyet lifi içeriği %50'nin üzerinde olan diyet lifi kaynakları, zengin diyet lifi içeriğine sahip ürünler olarak kabul edilmektedir (Larrauri, 1999). de Moraes Crizel vd. (2013) çalışmalarında üretilen portakal liflerine ait toplam diyet lifi içeriklerini %63.6 ve %63.7 olarak belirtmekte ve sonuçlar çalışmamız ile paralellik göstermektedir. Karabuğday ununda %2.25 çözünür ve %14.02 çözünmez olmak üzere toplam diyet lifi miktarı %16.27 olarak belirlenmiştir. Geleneksel ve tatar karabuğday unlarının kompozisyonlarının belirlendiği bir çalışmada toplam diyet lifi içerikleri %6.77 ve %6.29 olarak belirtilmektedir (Bonafaccia vd., 2003). Steadman vd. (2001) rengi koyu karabuğday ununa ait toplam diyet lifi içeriğini %8.5 olarak belirtmiştir. Bu durum karabuğday tohumlarının yetiştirme koşullarında ve öğütme yöntemlerindeki farklılıklardan dolayı diyet lifi içeriği değişkenlik göstermektedir (Bonafaccia vd., 2003). Pirinç ununun içerdiği diyet lifi miktarı ise %2.43'ü çözünür ve %5.52'si çözünmez olmak üzere toplam diyet lifi içeriği %7.91 olarak belirlenmiştir.

Su tutma özellikleri

Gıda sistemlerinde su absorplama indeksi (WAI) unların suyu absorblama ve şişme özelliklerini ifade etmektedir. Bu sayede ürünün kıvam ve yapısı hakkında bilgi sahibi olunmakta ve arzu edilen yapıda ürün elde edilmesine katkı sağlanmaktadır. Suda çözünürlük indeksi (WSI) ise nişasta degradasyonunu belirtmek için kullanılır. Böylece ürüne aşırı miktarda su eklenmesi durumunda serbest polisakkaritlerin ve polisakkaritlerden salınan serbest granüllerin miktarı belirlenmektedir (Osundahunsi vd., 2003; Choi vd., 2012).

Yapılan analiz sonucunda WAI değerleri, pirinç unu için 2.99 ± 0.06 g/g, karabuğday unu için 2.22 ± 0.02 g/g ve portakal lifi için 7.28 ± 0.46 g/g olarak bulunmuştur. WSI değerleri ise pirinç unu için 2.19 ± 0.14 , karabuğday unu için 6.83 ± 0.08 ve portakal lifi için 7.71 ± 0.06 olarak hesaplanmıştır (Çizelge 2). Portakal lifi su absorplama indeksinin yüksek olmasından dolayı

kaloriyi azaltıcı etki gösteren ve gıdanın viskozitesi ile yapısını değiştirebilen fonksiyonel bir bileşendir. Yapılan bir çalışmada Valencia Late türüne ait portakal liflerinin WAI değeri 7.30 olarak bulunmuştur (Grigelmo-Miguel ve Belloso, 1999). de Moraes Crizel vd. (2013) çalışmalarında iki farklı portakal türüne ait su tutma kapasitelerini 8.71 ve 9.63 olarak bulmuştur. Lario vd. (2004) lifin partikül büyüklüğünün artmasıyla su tutma kapasitelerinin de arttığını belirtmiştir.

Toz karışımların su absorplama indeks değerlerinin 3.53 ile 5.04 değerleri arasında değişiklik gösterdiği ve diyet lifi içeriğinin artmasıyla su absorplama indeksinde artış olduğu saptanmıştır. Aynı şekilde, un karışımlarında portakal lifi içeriğinin artması ve karabuğday unu miktarının azalmasıyla suda çözünürlük indekslerinin 3.54 ile 5.07 arasında artış gösterdiği görülmektedir (Çizelge 2). Bu durum portakal lifinin karabuğday ununa oranla suda çözünürlüğünün ve su absorplama değerinin daha fazla olmasından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 2. Farklı oranlarda diyet lifi içeren un karışımlarının su tutma özellikleri
Table 2. Water retention properties of flour blends for different dietary fiber amounts

Örnek (Sample)	WAI (g/g)	WSI (%)
Kontrol (Control)	2.68±0.009 ^a	3.54±0.005 ^a
% 4 DL (4% DF)	2.98±0.01 ^{ab}	3.89±0.26 ^a
% 8 DL (8% DF)	3.08±0.09 ^b	4.69±0.07 ^b
%12 DL (12% DF)	3.54±0.004 ^c	4.76±0.22 ^b
% 16 DL (16% DF)	3.69±0.26 ^c	5.07±0.04 ^b

Aynı sütundaki ortalamalar arasında farklı harfli değerler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmaktadır ($P < 0.05$).

Different letters in the same column (a, b, c, d) indicate significant differences between means ($P < 0.05$).

Glutensiz Kek Hamurlarının Özellikleri

Reolojik özellikler

Doğrusal ve doğrusal olmayan bölgelerin belirlenmesi

Örneklerin doğrusal bölgede stres dalgaları sinüsoidal formdayken, doğrusal olmayan bölgede sinüsoidal dalgalarda sapmalar meydana gelmektedir. Salınım genliği (oscillation amplitude) analizi sonucunda elde edilen, örneklere ait elastik ve viskoz modül değerleri Şekil 1'de gösterilmektedir.

Glutensiz hamur örneklerinin davranışı belli bir gerinim değerinden sonra değişiklik göstermektedir. Genel olarak %1 gerinim değerinden sonra tüm örneklerde elastik (G') ve viskoz (G'') modül davranışı değişmekte ve doğrusal olmayan rejime geçiş yapılmaktadır.

Tüm glutensiz hamur örneklerinin elastik modül (G') değerleri viskoz modül (G'') değerlerinden daha yüksektir ve hamurun yapısında elastik karakter baskın olmaktadır. Glutensiz kek formülasyonundaki diyet lifi oranı arttıkça elde

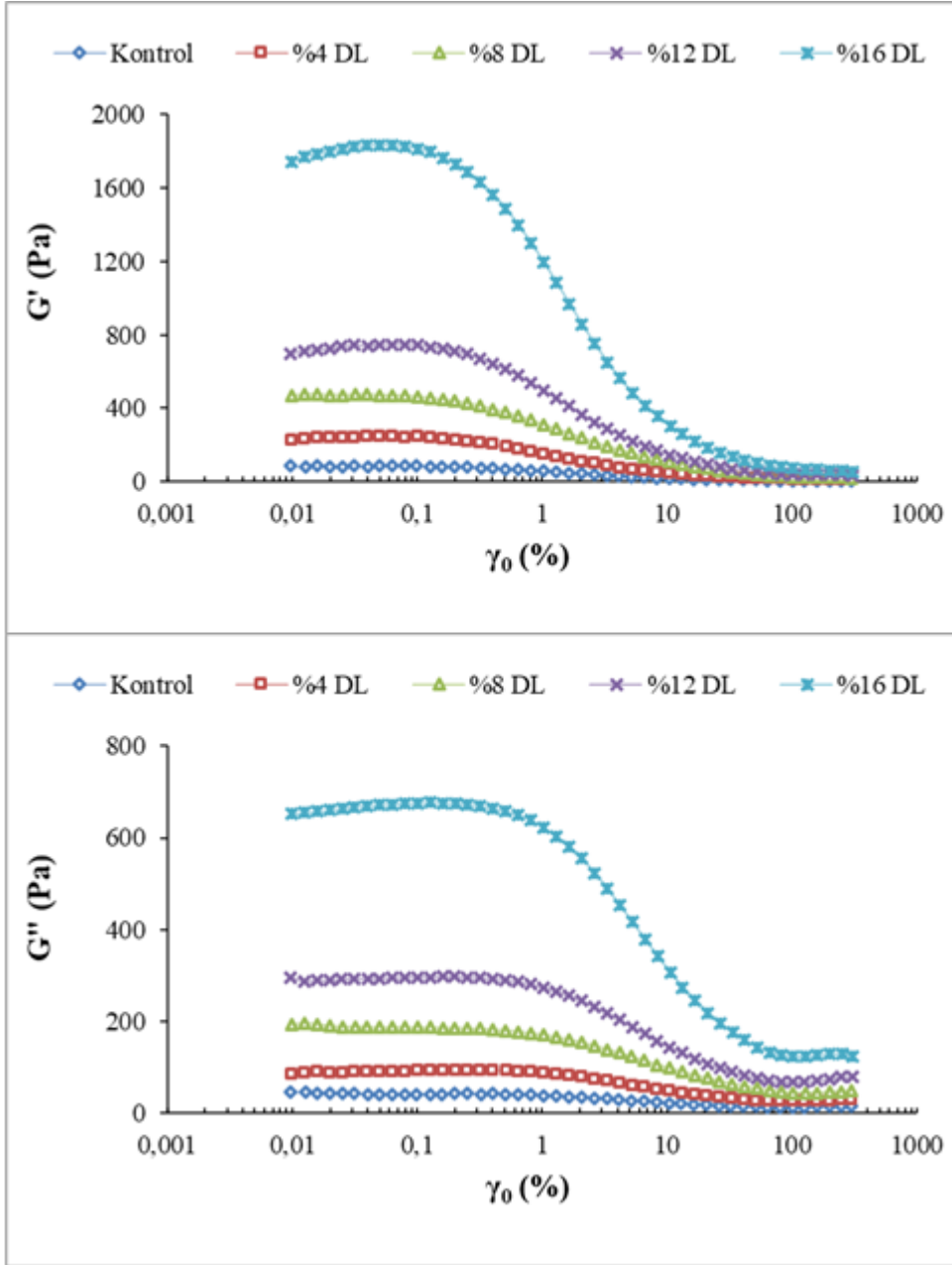
edilen elastik ve viskoz modül değerleri de artış göstermektedir. Diyet lifi ile zenginleştirilmiş hamurların G' değerleri 0-2000 Pa aralığında, G'' değerleri ise 0-800 Pa aralığında değişiklik göstermekte, diyet lifi ilavesi kontrol grubu ile kıyaslandığında G' ve G'' değerleri üzerinde oldukça etkili olmuştur. Matos vd. (2014) yaptıkları çalışmada glutensiz muffin hamur formülasyonunda kullanılan protein oranının artmasıyla elastik ve viskoz modül değerlerinin arttığını belirtmişlerdir. Shevkani vd. (2015) ise protein izolatu içeren ve içermeyen pirinç keki hamurlarında elastik modül değerlerinin, viskoz modül değerlerinden daha yüksek olduğu sonucuna varmışlardır.

Genel Lissajous Eğrilerinin Karşılaştırılması

Doğrusal olmayan bölgede glutensiz kek hamurlarının reolojik özellikleri gerinim genliğinin bir fonksiyonu olarak ifade edilmektedir. LAOS analizi sonucunda farklı gerinim genliklerinde (0.01-300%), 10 rad/s açılma hızı ile elde edilen 23 döngünün değerlendirilmesiyle Şekil 2'deki Lissajous eğrileri elde edilmiştir. Bu şekilde elastik

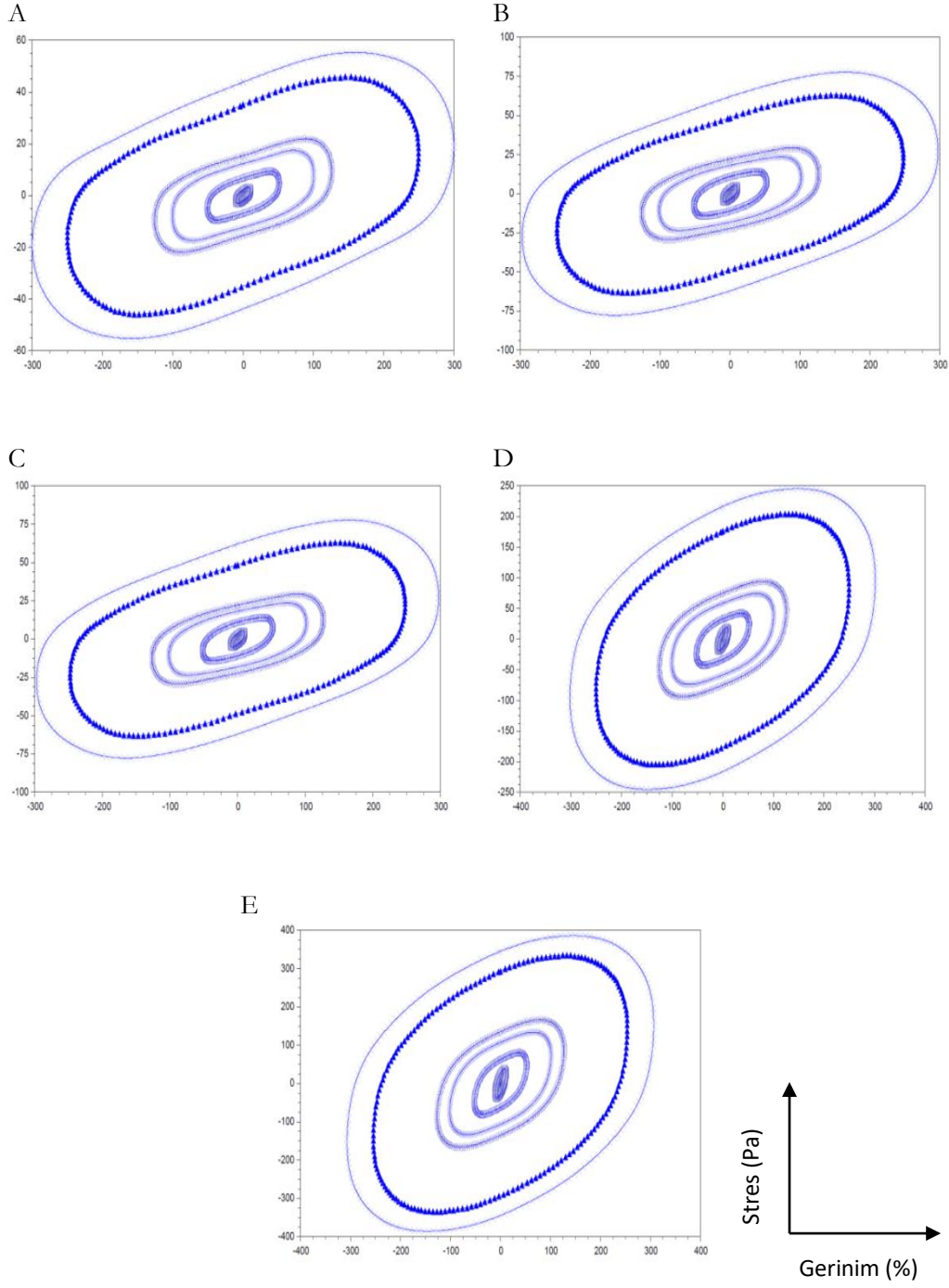
ve viskoz modüllerin stres fonksiyonlarının analitik olarak değerlendirilmesinden önce doğrusal olmayan özelliklerindeki farklılıklar görsel olarak incelenebilmektedir. Aynı zamanda

gerinim ile sertleşen/yumuşayan ve kayma ile incelen/kalınlaşan davranışlarının doğrusal olmayan bölgede daha iyi anlaşılmasını sağlamaktadır.



Şekil 1. Farklı oranlarda diyet lifi içeren örnekler için salınımların genliği analizi sonucunda elde edilen grafikler (10 rad/s)

Fig. 1. Oscillation amplitude analysis results of gluten-free cake batters for different dietary fiber concentrations at 10 rad/s.



Şekil 2. Glutensiz kek hamurlarına ait %0.01-300 gerinim aralığındaki Lissajous eğrileri (kontrol:A, %4 DL:B, %8 DL:C, %12 DL:D, %16 DL:E).

Fig. 2. The Lissajous curves for gluten-free cake batters at different strains between 0.01-300% (Control: A, %4 DF:B, %8 DF:C, %12 DF:D, %16 DF:E)

Elde edilen Lissajous eğrilerindeki farklılıklar örneklerin viskoelastik davranışlarındaki değişimleri ifade etmektedir. Glutensiz kek örneklerinin içerdiği diyet lifi miktarı arttıkça daha yüksek stres değerleri elde edilmekte ve en yüksek stres değerine sahip örnek %16 diyet lifi içeren kek örneği olmaktadır. Lissajous eğrilerinin ortasındaki küçük döngüler doğrusal viskoelastik bölgeyi ifade etmektedir. Kek hamurlarının diyet lifi ile artan oranlarda zenginleştirilmesi döngüleri ve saat yönüne doğru olan dönüşü etkilemektedir (Ng vd., 2011; Duvarci vd., 2017).

Chebyshev Harmoniklerinin Değerlendirilmesi

Geometrik olarak bozulmayı ifade eden Lissajous eğrileri örneklerin reolojik özelliklerinin analizinin temelini oluşturmaktadır; Chebyshev katsayılarının incelenmesi ile örnek davranışı hakkında daha kapsamlı bilgi elde edilmektedir. Analiz sonucunda elde edilen Chebyshev katsayılarının değerleri harmoniğin artmasıyla birlikte hızlı bir şekilde düşmekte ve ortadan kaybolmaktadır. Bu yüzden Chebyshev katsayılarının birinci Chebyshev katsayısı ile normalleştirilerek kullanılması daha uygundur (Şekil 3).

Farklı oranlarda diyet lifi içeren örnekler için normalleştirilmiş 3.Chebyshev harmonikleri incelendiğinde; tüm örneklerin %0-0.01-0 gerinim

değerleri arasında doğrusal elastik ve viskoz davranış gösterdiği görülmektedir. Diyet lifi içermeyen ve %4 oranında diyet lifi içeren örneklerin yaklaşık %60 gerinim (γ_0) değerine kadar pozitif değerde olduğu ve gerinim ile sertleşen özellik gösterdiği görülmektedir. Bu değerden sonra elde edilen değerler sıfırdan küçük olmakta ve gerinim ile yumuşayan özellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Diyet lifi miktarı arttıkça örnekler için e_3/e_1 değerlerinin pozitif olduğu gerinim aralığı genişlemektedir. Böylece diyet lifi miktarının artmasıyla birlikte örneklerin gerinim ile sertleşen özellik gösterdiği aralık artmakta; gerinim ile yumuşama özelliği görülen aralık ise azalmaktadır. Genel davranış olarak örneklerin v_3/v_1 değerleri %0 gerinim değerinden sonra sıfırdan küçük olmaktadır. Her bir örnek için farklı olmak üzere belli bir gerinim değerine ulaştıktan sonra ise artış görülmektedir. Glutensiz keklerin v_3/v_1 değerleri %0-300 gerinim değerleri arasında sıfırdan küçük olduğu için kayma ile incelenen özellik göstermektedir.

Yoğunluk

Farklı oranlarda diyet lifi kullanılmasıyla elde edilen hamurların yoğunluk değerleri 1.1-1.05 arasında değişiklik göstermekte olup, en yüksek yoğunluk değeri diyet lifi içermeyen örneğe aittir (Çizelge 3).

Çizelge 3. Farklı oranlarda diyet lifi içeren örnekler için yoğunluk değerleri

Table 3. Density of gluten-free cake batters

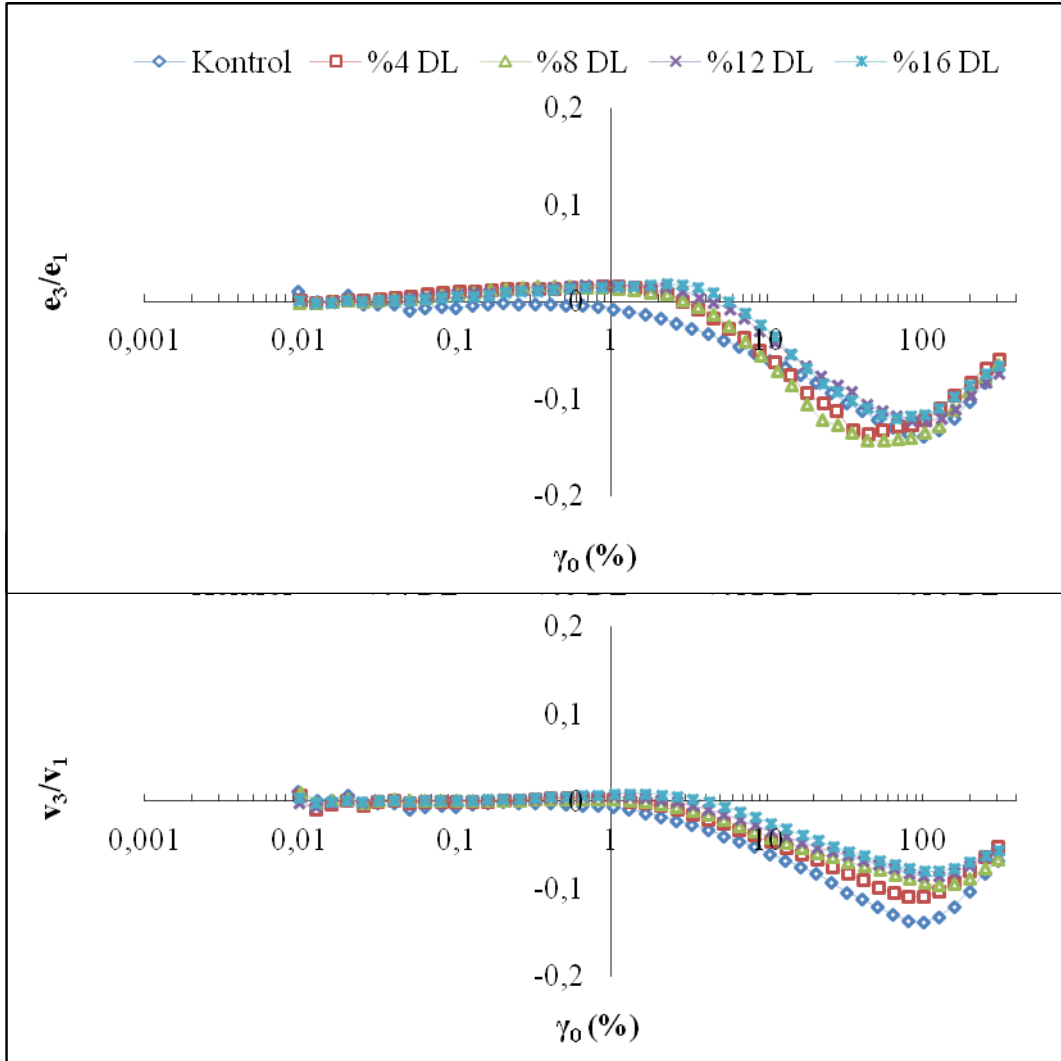
Örnek (Sample)	Yoğunluk (g/ml) (Density g/ml)
Kontrol (Control)	1.103±0.42 ^b
% 4 DL (4% DF)	1.052±0.001 ^a
% 8 DL (8% DF)	1.055±0.004 ^a
%12 DL (12% DF)	1.052±0.000 ^a
% 16 DL (16% DF)	1.058±0.001 ^a

Aynı sütunda bulunan değerler arasında farklı harf içeren örnekler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmaktadır ($P < 0.05$).

Different letters in the same column (a, b, c, d) indicate significant differences between means ($P < 0.05$).

Hamurların yoğunluk değerleri son ürünün özgül hacmiyle doğrudan ilişkili olmakta; hamur içerisinde tutulan hava miktarı arttıkça yoğunluk değeri düşerek hacmi yüksek ürün elde edilmektedir. Çalışmada kullanılan portakal lifi, karıştırma sırasında tutulan hava miktarının

artmasını sağlayarak hamur yoğunluğunun azalmasını sağlamaktadır. Diyet lifi içeren örnekler için yoğunluk değerlerinin kontrol grubundan düşük olmasından dolayı kek örneklerinin hacimlerinde artış beklenmektedir.



Şekil 3. Glutensiz kek örneklerine ait gerinim genliğine karşılık ($\gamma_0=50\%$) normalize edilmiş Chebyshev değerleri (e_3/e_1 ve v_3/v_1)

Fig. 3. Normalized Chebyshev coefficients (e_3/e_1 and v_3/v_1) of gluten free cake batters in function of strain amplitude at $\gamma_0=50\%$.

Glutensiz Kek Örneklerinin Özellikleri Özgül hacim

Glutensiz kek örneklerine değişen miktarlarda portakal lifi ilave edilmesi sonucunda özgül hacim değerleri $1.58 \text{ cm}^3/\text{g}$ ile $1.79 \text{ cm}^3/\text{g}$ arasında değişiklik göstermekte olup; elde edilen sonuçlar Çizelge 4'te verilmektedir. Genel davranış olarak glutensiz kek örneklerine diyet lifi ilavesinin özgül hacim değerlerini arttırdığı gözlemlenmiştir. Ancak %12 diyet lifi içeren kek örneklerinin özgül hacminde bir düşüş olmuştur. % 12 diyet lifi içeren kek örneklerinin özgül hacimindeki

düşüşün, su tutma kapasitesi gibi farklı karakteristik özelliklere sahip olan portakal lifi ile karabuğday ununun konsantrasyonlarından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Yapılan bir çalışmada kek örneklerine diyet lifi kaynağı olarak karpuz ve kavun kabukları eklendiğinde, özgül hacim değerlerinin 1.84 ile 2.56 arasında değiştiği ve diyet lifi miktarının artmasıyla özgül hacim değerinin arttığı belirtilmiştir (Al-Sayed ve Ahmed, 2013). Lebesi ve Tzia (2011) buğday, mısır, arpa ve yulaftan elde

Diyet lifi ilavesinin glutensiz kek hamurlarının LAOS davranışı üzerine etkileri

edilen diyet liflerinin ve tahıl kepeğinin kek özellikleri üzerindeki etkilerini inceledikleri

çalışmalarında kek örneklerine diyet lifi ilavesinin özgül hacim değerlerini arttırdığını belirtmişlerdir.

Çizelge 4. Farklı oranlarda diyet lifi içeren örneklerin özgül hacim değerleri

Table 4. Specific volume of gluten-free cakes

Örnek (Sample)	Özgül hacim (cm ³ /g) (Specific volume (cm ³ /g))
Kontrol (Control)	1.58±0.04 ^a
% 4 DL (4% DF)	1.65±0.1 ^{ab}
% 8 DL (8% DF)	1.79±0.05 ^c
%12 DL (12% DF)	1.73±0.06 ^{bc}
% 16 DL (16% DF)	1.78±0.034 ^c

Aynı sütunda bulunan değerler arasında farklı harf içeren örnekler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmaktadır ($P < 0.05$).

Different letters in the same column (a, b, c, d) indicate significant differences between means ($P < 0.05$).

Piştirilen kek örneklerinin son hacmi ve dokusal özellikleri hamur içerisinde tutulan hava miktarı ile doğrudan ilişkilidir. Karıştırma sırasında hamur içerisinde tutulan hava miktarının yeterli olabilmesi için hamurun uygun yoğunlukta ve viskozite değerinde olması gerekmektedir. Düşük kıvama sahip hamurlarda karıştırma ve pişirme sırasında hava kabarcıkları korunamamakta ve düşük hacimli kek elde edilmektedir. Aynı zamanda, hamurun kıvamının artmasıyla da hamurdaki genleşme miktarı kısıtlanmaktadır

(Gomez vd., 2007). Singh vd. (1995)'a göre kek hacminin ve özgül hacim değerlerinin diyet lifi konsantrasyonunun artmasıyla artış göstermektedir.

Dokusal Özellikler

Glutensiz kek örneklerine diyet lifi ilavesinin dokusal özellikleri üzerine etkisi ve elde edilen sertlik (hardness), esneklik (springiness), yapışkanlık (cohesiveness) ve elastikiyet (resilience) değerleri Çizelge 5'te verilmiştir.

Çizelge 5. Glutensiz kek örneklerine ait doku profili analizi değerleri

Table 5. Texture profile analysis results of gluten-free cakes

Örnek (Sample)	Sertlik (Hardness, N)	Esneklik (Springiness)	Yapışkanlık (Cohesiveness)	Elastikiyet (Resilience)
Kontrol (Control)	13.2±1.60 ^a	0.95±0.02 ^a	0.70±0.27 ^a	0.33±0.01 ^{ab}
% 4 DL (4% DF)	11.85±1.43 ^b	0.96±0.01 ^a	0.70±0.02 ^a	0.32±0.09 ^b
% 8 DL (8% DF)	10.12±0.86 ^c	0.99±0.14 ^a	0.73±0.02 ^b	0.34±0.01 ^a
%12 DL (12% DF)	9.43±1.22 ^c	0.97±0.08 ^a	0.71±0.03 ^a	0.32±0.01 ^b
% 16 DL (16% DF)	9.39±0.69 ^c	0.93±0.021 ^a	0.69±0.01 ^a	0.31±0.01 ^c

Aynı sütunda bulunan değerler arasında farklı harf içeren örnekler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmaktadır ($P < 0.05$).

Different letters in the same column (a, b, c, d) indicate significant differences between means ($P < 0.05$).

Karabuğday unu miktarı azaltılarak ilave edilen diyet lifi oranının keklerin dokusal özelliklerini etkilediği görülmektedir ($P < 0.05$). Glutensiz kek örneklerinin sertlik değerleri 13.2–9.39 N arasında değişim göstermekte ve diyet lifi miktarının artmasıyla azalmaktadır. Lebesi ve Tzia (2011), buğday unu miktarından azaltılarak ilave edilen diyet lifi (buğday, yulaf, arpa, mısır) miktarının kek

özellikleri üzerine olan etkisini incelemişlerdir. Keklere diyet lifi ilavesi ile örneklerin sertlik değerinde azalma olduğu ve diyet lifi içeren keklerin daha yumuşak olduğu belirtilmiştir. Ayrıca diyet lifi ilavesi kek örneklerinin hacmi ile sertlik değerlerini ters orantılı olarak etkilemiştir. Örneklerin içerdği diyet lifi miktarının artmasıyla hacim değerlerinin arttığı ancak daha yumuşak

yapıda kek elde edildiği görülmüştür. Gerçekleştirilen çalışmada da diyet lifi ilavesi ile glutensiz keklerin hacim değerleri artmakla birlikte daha yumuşak yapıda kek elde edilmektedir.

Örneklere ait esneklik değerleri 0.93-0.99 arasında değişim göstermekte olup, diyet lifi ile zenginleştirmenin örneklerin esneklik değerleri üzerine anlamlı bir etkisi olmadığı saptanmıştır ($P > 0.05$). Örneklerin yapışkanlık değerleri 0.69-0.73 arasında, elastikiyet değerleri ise 0.31-0.34 arasında değişim göstermekte olup istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmuştur ($P < 0.05$). Gómez vd. (2011) farklı diyet lifi kullanımı ile üretilen kek örneklerinin yapışkanlık ve elastikiyet değerlerinde diyet lifi miktarının artmasıyla azalma olduğunu belirtmişlerdir.

TARTIŞMA

Farklı oranlarda diyet lifi ile zenginleştirilmiş glutensiz kek formülasyonları geliştirilerek, elde edilen hamurların doğrusal olmayan reolojik özellikleri LAOS yöntemi kullanılarak araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre diyet lifi ilavesi hamurların viskoelastik özelliklerini etkilemekte ve glutensiz kek örneklerinin kalitesini geliştirmektedir. Gerininin bir fonksiyonu olarak elde edilen stres tepkileri öncelikle Lissajous eğrileri ile görsel olarak değerlendirilmiştir. Örneklerin doğrusal olmayan elastik ve viskoz davranışları farklı gerinim değerlerinde elde edilen stres tepkileri ile belirlenmiş ve Lissajous eğrilerinde meydana gelen sapmalardan hamurların doğrusal olmayan özellikleri gözlemlenmiştir.

Örneklerin doğrusal olmayan davranışının kantitatif olarak incelenmesi için örneklere ait Chebysev katsayıları ($e_3/e_1 - v_3/v_1$) değerlendirilmiştir. Diyet lifi miktarının artmasıyla Chebysev katsayılarının da artış gösterdiği görülmüştür. Örneklerin düşük gerinim değerlerinde doğrusal elastik ve viskoz özellik gösterdiği belirlenmiştir. Diyet lifi miktarının artması ile birlikte örneklere ait e_3/e_1 değerlerinin pozitif olduğu gerinim aralığı genişlemekte ve gerinim ile sertleşen özellik gösterdiği aralık artarken; gerinim ile yumuşama görülen aralıkta

azalma olduğu saptanmıştır. Gerilim ile sertleşen davranışın örneğin kompleks yapısından ve proteinler ile nişasta moleküllerinin diyet lifi ile olan etkileşiminden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Tüm örneklerin v_3/v_1 değerleri, %0-300 gerinim değerleri arasında sıfırdan küçük olduğu için kayma ile incelen özellik göstermiştir. Sonuç olarak, glutensiz kek hamurlarının diyet lifi ile zenginleştirilmesi doğrusal olmayan viskoelastik özellikleri büyük ölçüde etkilemektedir. LAOS analizi ile örneklerin yapısal farklılıkları derinlemesine incelenebilmekte ve ürün kalitesinin geliştirilebilmesinde kullanılabilmektedir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) [Proje No: 215O227] ve Ege Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü [Proje No: 15 MÜH 062] tarafından desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

AACC. (2000). Approved methods of the AACC, 10th ed., St. Paul, MN: *AACC (Am Assoc Cereal Chem) Monogr*, (Method 72-10).

Al-Sayed, H.M., Ahmed, A.R. (2013). Utilization of watermelon rinds and sharlyn melon peels as a natural source of dietary fiber and antioxidants in cake. *Ann Agr Sci*, 58(1), 83–95. <https://doi.org/10.1016/j.aos.2013.01.012>.

AOAC Official Methods of Analysis. (1998). Method 991.43, total, soluble, and insoluble dietary fiber in foods. *AOAC (Assoc Off Anal Chem Intern)*, Gaithersburg.

Arendt, E. K., O'Brien, C.M., Schober, T., Gormley, T.R., Gallagher E. (2002). Development of gluten-free cereal products. *Farm Food*, 12, 21–27. <http://hdl.handle.net/10197/6892>.

Bagley, E.B., Dintzis, F.R., Chakrabarti, S. (1998). Experimental and conceptual problems in the rheological characterization of wheat flour doughs. *Rheol. Acta*, 37, 556-565. <https://doi.org/10.1007/s003970050142>.

Bazzano, L. A., He, J., Ogden, L. G., Loria, C. M., Whelton, P. K. (2003). Dietary fibre intake and

- reduced risk of coronary heart disease in US men and women: the National Health and Nutrition Examination Survey I epidemiologic follow-up study. *Arch Intern Med*, 163, 1897–1904. <https://doi.org/10.1001/archinte.163.16.1897>.
- Bonafaccia, G., Marocchini, M., Kreft, I. (2003). Composition and technological properties of the flour and bran from common and tartary buckwheat, *Food Chem*, 80: 9-15, [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00228-5](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00228-5).
- Choi I., Han O. K., Chun J., Kang C. S., Kim K. H., Kim Y. K., Kim K. J. (2012). Hydration and Pasting Properties of Oat (*Avena sativa*) Flour. *Prev Nutr Food Sci*, 17(1), 87. doi: 10.3746/pnf.2012.17.1.087.
- de Moraes Crizel T, Jablonski A, de Oliveira Rios A, Rech R, Flôres SH. (2013). Dietary fiber from orange byproducts as a potential fat replacer. *LWT-Food Sci Technol*, 53(1):9–14, <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2013.02.002>.
- Demirkesen, I., Mert, B., Sumnu, G., Sahin S. (2010). Rheological properties of gluten-free bread formulations, *J Food Eng*, 96: 295-303, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.08.004>.
- Duvarci O.C., Yazar G., Kokini J.L. (2017). The comparison of LAOS behavior of structured food materials (suspensions, emulsions and elastic networks). *Trends Food Sci Tech*, 60, 2–11. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2016.08.014>.
- Faivre J., Bonithon-Kopp C. (1999). Diets, fibres and colon cancer. *Adv Exp Med Biol*, 472, 199–206. https://doi.org/10.1007/978-1-4757-3230-6_17.
- Fasano, A., Berti, I., Gerarduzzi, T., Not, T., Colletti, R. B., Drago, S., Pietzak, M. (2003). Prevalence of celiac disease in at-risk and not-at-risk groups in the United States: a large multicenter study. *Arch Intern Med*, 163(3), 286-292, doi:10.1001/archinte.163.3.286.
- Gelroth J., Ranhotra G. R. (2001). In S. S. Cho, M. L. Dreher (Eds.), *Handbook of dietary fibre*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Gómez M., Ronda F., Cabañero P.A., Blanco C.A., Rosell C.M. (2007). Functionality of different hydrocolloids on the quality and shelf-life of yellow layer cakes, *Food Hydrocoll*, 21, 167-173. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.03.012>.
- Gómez M., Ruiz E., Oliete B. (2011). Effect of batter freezing conditions and resting time on cake quality, *LWT-Food Sci Technol*, 44, 911-916. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.11.037>.
- Grigelmo-Miguel N., Carreras-Boladeras E., Martín-Belloso O. (1999). Development of high fruit-dietary fiber muffins. *Eur Food Res Technol*, 210(2):123–128. <https://doi.org/10.1007/s002170050547>.
- Gularte M. A., de la Hera E., Gómez M., Rosell C. M. (2012). Effect of different fibers on batter and gluten-free layer cake properties. , *LWT-Food Sci Technol*, 48, 209-214. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.03.015>.
- Hyun K., Wilhelm M., Kleinb C.O., Choc K.S., Namd J.G., Ahnd K.H., Leed S.J., Ewoldt R.H., McKinley G.H. (2011). A review of nonlinear oscillatory shear tests: Analysis and application of large amplitude oscillatory shear (LAOS). *Prog Polym Sci*, 36, 1697–1753. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2011.02.002>.
- Joyner H.S., Meldrum A. (2016). Rheological study of different mashed potato preparations using large amplitude oscillatory shear and confocal microscopy. *J Food Eng*, 169, 326-337. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.08.032>.
- Lario Y., Sendra E., Garc J., Fuentes C., Sayas-Barber E., Fernndez-Lpez J., Perez-Alvarez J.A. (2004). Preparation of high dietary fiber powder from lemon juice by-products. *Innov Food Sci Emerg Technol*, 5(1), 113-117. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2003.08.001>.
- Larrauri JA. (1999). New approaches in the preparation of high dietary fibre powders from fruits by-products. *Trends Food Sci Technol*, 10(1):3–8. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(99\)00016-3](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(99)00016-3).
- Lebesi D.M., Tzia C. (2011). Effect of the addition of different dietary fiber and edible cereal bran sources on the baking and sensory characteristics of cupcakes. *Food Bioprocess Technol*,

- 4(5) 710-722. <https://doi.org/10.1007/s11947-009-0181-3>.
- Matos M. E., Sanz T., Rosell C.M. (2014). Establishing the function of proteins on rheological and quality properties of rice based gluten free muffins. *Food Hydrocoll*, 35, 150-158. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.05.007>.
- Ng S.K., McKinley G.H., Ewoldt R.H. (2011). Large oscillatory shear flow of gluten dough: A model power-law gel. *J of Rheol*, 55, 627-654. <https://doi.org/10.1122/1.3570340>.
- Osundahunsi O.F., Fagbemi T.N., Kesselman E., Shimoni E. (2003). Comparison of the physicochemical properties and pasting characteristics of flour and starch from red and white sweet potato cultivars. *J Agr Food Chem*, 51, 2232-2236. <https://doi.org/10.1021/jf0260139>.
- Ptaszek P. (2015). A geometrical interpretation of large amplitude oscillatory shear (LAOS) in application to fresh food foams. *J Food Eng*, 146, 53-61. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.08.022>.
- K.L. (1988). The physiological effects of dietary fiber-a review. *Top Catal*, 2(1), 1-18. [https://doi.org/10.1016/S0268-005X\(88\)80033-X](https://doi.org/10.1016/S0268-005X(88)80033-X).
- Sabanis D., Lebesi D., Tzia C. (2009). Effect of dietary fibre enrichment on selected properties of gluten-free bread. *LWT - Food Sci Technol*, 42, 1380-1389. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.03.010>.
- Shevkani K., Kaur A., Kumar S., Singh N. (2015). Cowpea protein isolates: Functional properties and application in gluten-free rice muffins. *LWT - Food Sci Technol*, 63(2), 927-933. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.04.058>.
- Sicherer S. H., Sampson H. A. (2014). Food allergy: epidemiology, pathogenesis, diagnosis, and treatment. *J Allergy Clin Immunol*, 133(2), 291-307. <https://doi.org/10.1016/j.jaci.2013.11.020>.
- Singh B., Sekhon K. S., Singh N. (1995). Suitability of full fat and defatted rice bran obtained from Indian rice for use in food products. *Plant Foods Hum Nutr*, 47(3), 191-200. <https://doi.org/10.1007/BF01088327>.
- Steadman KJ, Burgoon MS, Lewis BA, Edwardson SE, Obendorf RL. (2001). Minerals, phytic acid, tannin and rutin in buckwheat seed milling fractions. *J Sci Food Agric*, 81:1094-1100. <https://doi.org/10.1002/jsfa.914>
- Thebaudin J. Y., Lefebvre A. C., Harrington M., Bourgeois, C. M. (1997). Dietary fibres: nutritional and technological interest. *Trends Food Sci Technol*, 8, 41-49. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(97\)01007-8](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(97)01007-8).
- Thompson T., Dennis M., Higgins L. A., Lee A. R., Sharrett M. K. (2005). Gluten-free diet survey: are Americans with celiac disease consuming recommended amounts of fibre, iron, calcium and grain foods. *J Hum Nutr and Diet*, 18, 163-169. <https://doi.org/10.1111/j.1365-277X.2005.00607.x>.
- Torbica, A., Hadnadev, M. and Hadnadev, T. D. (2012). Rice and buckwheat flour characterisation and its relation to cookie quality, *Food Res Int*, 48(1): 277-283, <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.05.001>.
- Tsatsaragkou K., Papantoniou M., Mandala I. (2015). Rheological, Physical, and Sensory Attributes of Gluten-Free Rice Cakes Containing Resistant Starch, *J Food Sci*, 80(2), /doi.org/10.1111/1750-3841.12766.
- Turabi, E., Sumnu, G., Sahin, S. (2008). Rheological properties and quality of rice cakes formulated with different gums and an emulsifier blend, *Food Hydrocoll*, 22, <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.11.016>.
- Yazar G., Duvarci O., Tavman S., Kokini, J. L. (2017). Non-linear rheological behavior of gluten-free flour doughs and correlations of LAOS parameters with gluten-free bread properties. *J Cereal Sci*, 74, 28-36. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2017.01.008>



DETECTION OF PORK, HORSE OR DONKEY MEAT ADULTERATION IN BEEF-BASED FORMULATIONS BY FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY

Ebru Deniz¹, Evrim Güneş Altuntaş², Naşit İğci³, Beycan Ayhan²,
Duygu Özel Demiralp⁴, Kezban Candoğan^{5*}

¹Istanbul Aydın University, Faculty of Fine Arts, Department of Gastronomy and Fine Arts, Istanbul, Turkey

²Ankara University, Biotechnology Institute, Central Laboratory, Ankara, Turkey

³Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Molecular Biology and Genetics, Nevşehir, Turkey

⁴Ankara University, Faculty of Engineering, Department of Biomedical Engineering, Ankara, Turkey

⁵Ankara University, Faculty of Engineering, Department of Food Engineering, Ankara, Turkey

Received / Geliş: 08.11.2019; Accepted / Kabul: 22.02.2020 Published online / Online baskı: 29.03.2020

Deniz, E., Güneş Altuntaş, E., İğci, N., Ayhan, B., Özel Demiralp, D., Candoğan, K. (2020). Detection of pork, horse or donkey meat adulteration in beef-based formulations by fourier transform infrared spectroscopy. GIDA (2020) 45(2) 369-379 doi: 10.15237/gida.GD19146

Deniz, E., Güneş Altuntaş, E., İğci, N., Ayhan, B., Özel Demiralp, D., Candoğan, K. (2020). Sığır eti karışımlarında domuz, at ve eşek eti taşımasının fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi ile belirlenmesi. GIDA (2020) 45(2) 369-379 doi: 10.15237/gida.GD19146

ABSTRACT

Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy with chemometrics was employed to discriminate pork, horse or donkey meat substitution in beef. Wavenumber range of 1480-1360 cm⁻¹ (94.97% of variance is explained by the first two principal components) and fingerprint region (FR) (90.08%) clearly differentiated beef, pork and beef-pork mixtures in principal component analysis (PCA). For beef-donkey mixtures, 1760-1710 cm⁻¹ (99.31%) and FR (96.03%) provided discrimination. For beef-horse meat mixtures; a grouping was obtained for 1290-1210 cm⁻¹ (90.41%), FR (84.83%) and whole spectrum (88.61%). In hierarchical cluster analysis (HCA), the region between 1480-1425 cm⁻¹ was able to separate all donkey adulterated mixtures, 100% beef and 100% donkey meat from each other with 100% sensitivity and specificity while 2980-2880 cm⁻¹, whole spectrum and FR provided differentiation for beef-horse mixtures. 1760-1710 and 1210-1190 cm⁻¹ regions provided classification between 100% beef, 100% pork and pork-beef mixtures (except for 5% of substituted) with 100% sensitivity and specificity.

Keywords: Beef, donkey meat, horse meat, pork, adulteration, FTIR spectroscopy

* Corresponding author /Yazışmalardan sorumlu yazar;

✉ candoğan@eng.ankara.edu.tr

☎(+90) 312 203 3300 / 3647

☎(+90) 312 317 8711

Ebru Deniz; ORCID no: 0000-0002-5161-1456;

Evrım Güneş Altuntaş; ORCID no: 0000-0003-4897-9388

Naşit İğci; ORCID no: 0000-0001-6151-808X

Beycan Ayhan; ORCID no: 0000-0003-2537-5864

Duygu Özel Demiralp; ORCID no: 0000-0002-1798-7951

Kezban Candoğan; ORCID no: 0000-0002-6721-8835

SIĞIR ETİ KARIŞIMLARINDA DOMUZ, AT VE EŞEK ETİ TAĞŞIŞININ FOURIER DÖNÜŞÜMLÜ KIZILÖTESİ SPEKTROSKOPİSİ İLE BELİRLENMESİ

ÖZ

Sığır eti karışımlarında domuz, at ve eşek etleri tağşışinin belirlenmesinde Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) spektroskopisi, kemometri ile birlikte kullanılmıştır. Temel bileşenler analizinde (PCA) sığır, domuz ve sığır-domuz eti karışımları 1480-1360 cm^{-1} (varyansın %94.97'si ilk iki temel bileşen tarafından açıklanmıştır) dalga sayısı aralığında ve parmak izi bölgesinde (PB) (%90.80) ayırt edilmiştir. Sığır-eşek eti karışımlarının ayırımında, 1760-1710 cm^{-1} dalga sayısı aralığı (%99.31) ve PB (%96.03) başarılı olurken; sığır-at eti karışımlarında 1290-1210 cm^{-1} (%90.41) aralığı, PB (%84.83) ve tüm spektrumda (%88.61) gruplama sağlanmıştır. Hiyerarşik kümeleme analizinde (HCA), 1480-1425 cm^{-1} dalga sayısı aralığı tüm eşek eti karışımlarının, %100 eşek eti ve %100 sığır etinin; 2980-2880 cm^{-1} dalga sayısı aralığı, tüm spektrum ve PB ise sığır-at karışımlarının, %100 at ve %100 sığır örneklerinin ayırımında %100 duyarlılık ve özgülükte kullanılabilir bölgeler olarak belirlenmiştir. 1760-1710 ve 1210-1190 cm^{-1} arasındaki bölgeler %100 sığır, %100 domuz ve domuz-sığır karışımlarının (%5'lik karışım hariç) %100 duyarlılık ve özgülük ile kümelendiğini sağlamıştır.

Anahtar kelimeler: Sığır eti, domuz eti, at eti, eşek eti, tağşış, FTIR spektroskopisi

INTRODUCTION

Food quality and safety have been of significant public concern all over the world for a significant number of years. One of the most important food quality and safety issues worldwide is food fraud or economically motivated adulteration which was defined by United States Food and Drug Administration as “the fraudulent, intentional substitution or addition of a substance in a product for the purpose of increasing the apparent value of the product or reducing the cost of its production for economic gain” (Federal Register, 2009). These fraudulent practices negatively affect the reputation and fair trade of food businesses and consumer rights, being a significant problem for people with ethical or religious concerns (Nunes et al., 2016; Spink, 2016).

Notwithstanding the fact that adulteration of food products has been of concern all over the world since ancient times, it surfaced again and became a significant threat along the supply chain after the latest cases where beef burgers were found to contain horse meat in Europe (BBC, 2013a), donkey meat was detected in beef products in South Africa (BBC, 2013b), and donkey meat was adulterated with fox meat in China (Reuters, 2014).

Consumption of foods containing pork is forbidden in Judaism and Islam, and horse and donkey meats are not conventional sources of meats in most countries of the world because eating these meats is taboo or prohibited due to religious beliefs (Farouk, 2013; Regenstein et al., 2003). On the other hand, donkey meat is particularly preferred by consumers as a highly expensive meat type like in some regions of China (Blakeway, 2014). There have been many reported incidences of undeclared utilization of these meats in food product formulations. This is not necessarily a food safety issue; however, it is considered an important challenge for traceability in the food supply chain.

In order to develop control mechanisms, authentication to identify animal species in meat products has become a crucial concern for food authorities and consumer's groups. A variety of standard analytical methods, i.e., histological tests, electrophoretic separation of proteins, immunological procedures, DNA based techniques, chromatography, and spectroscopy available for the identification and authentication of raw meat mixtures (Cuadros-Rodríguez et al., 2016; Safdar et al., 2014; Sentandreu and Sentandreu, 2014). However, most of them are characterized by being time consuming, invasive and expensive, and also require sophisticated

laboratory procedures with tedious sample preparation steps.

Among the techniques used for authentication, DNA based methods are of interest and reliable for meat species identification. However, the integrity of DNA could be affected by factors such as storage conditions and cooking. It was reported that meat cooked at high temperatures resulted in an overall low DNA yield, which would cause unsuccessful results in an amplification assay (Vlachos et al. 2016). Thus, due to the drawbacks of the well-known DNA-based methods and other elaborated techniques, the research on the spectroscopic methods is now gaining acceptance due to rapidness and minimum preprocessing requirements. Among the spectroscopic methods, Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy in meat authentication has drawn considerable attention due to its properties as a fingerprint technique which can be used for qualitative and quantitative analyses. FTIR provides a fast look to the structure of a sample, and at the same time, consolidates simultaneously a number of sample structures. FTIR spectroscopy has been applied quite recently in a few studies on meat species identification such as pork in meatball by Rohman et al. (2011), pork in ham sausage by Xu et al. (2012), turkey meat in minced beef by Alamprese et al. (2013), beef offal in beef burger by Zhao et al. (2014), and rat meat in meatball by Rahmania et al. (2015). In some of these studies, pre-sample preparation steps were used which caused extended experimental time. In others, spectral data were differentiated based on only whole spectrum and fingerprint regions without conducting a detailed spectral analysis. In our laboratory, FTIR spectroscopy was used as a tool to identify adulterated beef in raw meat mixtures incorporated with chicken or turkey meat (Deniz et al., 2018). The results showed that this technique is a reliable one to detect adulteration of beef mixtures by chicken or turkey meat. Therefore, the current study was designed to identify intentional substitution of pork, horse or donkey meat at different concentrations in beef mixtures using FTIR spectroscopy and as well as chemometrics by focusing on obtaining data from

detailed spectral analyses of different characteristic regions in addition to the whole spectrum and the fingerprint regions in the FTIR spectra.

MATERIALS AND METHODS

In the present study, the methods used by Deniz et al. (2018) were followed for sample preparation, FTIR Spectroscopy measurements and chemometric analyses

Preparation of Meat Mixtures

Beef and pork were purchased from local butchers in Ankara and in İstanbul, respectively. Horse and donkey meats were kindly supplied by Darica Zoo and Konya Zoo, respectively. *Longissimus dorsi* muscles from beef, pork, horse, or donkey obtained in different months for the three replications were individually ground and used as materials in this study. The meats from four different species were individually ground before preparing the adulterated mixes. In the current study, beef was the main meat type and it was separately substituted with horse, pork or donkey meat at 0, 5, 10, 20, 40 and 100% (wt/wt) ratios. Eighteen mixtures for each type of substituted meat (6 different ratios x 3 replications), in total 36 different meat mixtures (18x3 adulterant meat types) were prepared in 200 g portions based on the ratios given above. Since small amounts of samples were used in FTIR measurement, in order to ensure thoroughly mixed samples, BKK 1160 model chopper (Beko, Turkey) was utilized for homogenization of raw meat mixtures. These 36 formulations were then, lyophilized in a Millrock Freeze Drier (Ultra Tainer, Kingston, USA). Each lyophilized mixture was shredded by an Aromatic Model Blender (Fakir™, Germany) and used for FTIR spectroscopic measurements.

Spectral Measurements

FTIR spectra in the mid-infrared region between 4000-850 cm^{-1} wavenumbers were obtained on a Bruker Tensor 27 FTIR spectrometer (Bruker Optics GmbH, Ettlingen, Germany) equipped with an attenuated total reflectance (ATR) ZnSe crystal (Pike Miracle ATR Cell). Interferograms were accumulated for 16 scans at 4 cm^{-1} resolution at a controlled ambient temperature of

22°C (Ayhan, 2013). Before each measurement, a new reference air background subtraction was performed. Three replications for each meat type were used for each mixture with six technical replicates for scanning (n=18).

Data Analysis and Chemometrics

Recorded spectra were base-lined and averaged by a "spectrum calculator" tool, and then normalized by vector normalization for further data analysis. Data obtained from intensity values of characteristic bands of different meat mixtures were subjected to analysis of variance, and means were separated with Duncan's Multiple Comparison Test at 5% level of probability using SPSS software (Version 17.0 for Windows, SPSS Inc., USA).

For the classification of meat mixtures, whole spectrum (4000-850 cm^{-1}), fingerprint region (1500-900 cm^{-1}), six characteristic regions (region 1 at 2980-2800 cm^{-1} , region 2 at 1760-1710 cm^{-1} ; region 3 at 1480-1360 cm^{-1} , region 4 at 1290-1210 cm^{-1} , region 5 at 1210-1140 cm^{-1} , and region 6 at 1140-1020 cm^{-1}), and specific peaks were used in hierarchical cluster analysis (HCA) with OPUS software, and principal component analysis (PCA) using a Chemostat Standalone Package (Helfer et al., 2015). For PCA, baselined spectra were used and each region was evaluated after using various preprocessing methods in combination. Normalization by max and by range, multiplicative standard correction (MSC) and standard normal variate (SNV) transformations, and first and second derivatizations were used as spectral preprocessing methods in PCA. The best results obtained from the different preprocessing methods were discussed in this study. HCA dendrograms were generated by using Euclidean distance and Ward's algorithm with five different preprocessing types as follows: second derivatization, second derivatization+vector normalization, first derivatization, first derivatization+vector normalization, and vector normalization in addition to no-preprocessing.

RESULTS AND DISCUSSION

In the FTIR spectra of the mixtures, there were no visually noticeable differences between the different meat species used in the study. For this reason, the spectral view was zoomed to better differentiate the peaks or shoulders corresponding to the stretching and bending vibrations of structural or functional groups present in the evaluated meat mixtures. The zoomed views of absorption spectra obtained from mixtures of beef and pork, horse or donkey meat are given in Figure 1 for characteristic regions 1 and 2, and Figure 2 for characteristic regions 3, 4, 5 and 6. In total, 12 peaks were detected in the spectra of mixed samples whereas 5 shoulders were observed in the mixtures containing only beef.

In region 1, at wavenumbers between 2980 and 2800 cm^{-1} , four peaks were detected (Figure 1). Similar peaks were also reported at these wavenumbers in extracted fat samples from beef meatball, pork and/or beef fat by Rahmania and Rohman (2015), Rohman et al., (2011) and Kurniawati et al., (2014), respectively. It was shown that CH, CH₂ and CH₃ bonds of phospholipids, cholesterol and creatine exhibit characteristic signals at 2916-2919 cm^{-1} wavenumber, and this region was defined in the literature as characteristic for lipids (Stuart, 2004). Asymmetric stretching vibration of CH₂ of alkyl chains (lipids) was reported to be responsible for the signals around 2922 cm^{-1} while C-H stretching vibrations of CH₂, lipids and fatty acids are related to the signals around 2850 cm^{-1} (Movasaghi et al., 2008; Shetty et al., 2006). In region 2, one peak was observed at about 1740 cm^{-1} wavenumber which could be originated from lipids (Figure 1). This peak was also detected by Rahmania and Rohman (2015) in beef meatball, by Rohman et al. (2011) and Kurniawati et al. (2014) in beef and pork fat, and most recently by Deniz et al (2018) in beef, chicken and turkey meat mixtures.

Regarding signals of the peaks in these two regions, the intensities of the peaks 2, 4 and 5 decreased significantly ($p < 0.05$) with the increasing ratios of pork, horse or donkey meat. These peaks could be very decisive in order to

detect distinctions between the different meat species. Adding even a small amount of pork, horse or donkey to the beef-based mixtures they could be detected using peaks 2, 4 and 5. Similar to the alterations in peak 5 in the current study, Zhao et al. (2014) indicated that perceptible changes in authentic and offal adulterated beef burger samples depending on formulation were observed at around 1744 cm^{-1} wavenumber. In another study, Meza-Márquez et al. (2010) determined a slight shoulder at 1740 cm^{-1} in lean beef while this shoulder was not noticeable for horse meat. In the current study, however, a peak at this wavenumber (peak 5) was detected in the

zoomed view for beef as well as horse meat with lower intensity values ($p < 0.05$) for horse meat. This is a clear indication that the present study with zoomed view provided considerable distinction of the specific peaks from beef as well as from other mixtures in terms of intensity values. One shoulder peak at 1728 cm^{-1} (S1) in region 2 was observed only for the mixtures containing beef (Figure 1) where intensities were greater with increasing content of beef in the mixtures, indicating that this shoulder is characteristic for beef samples (Deniz et al. 2018).

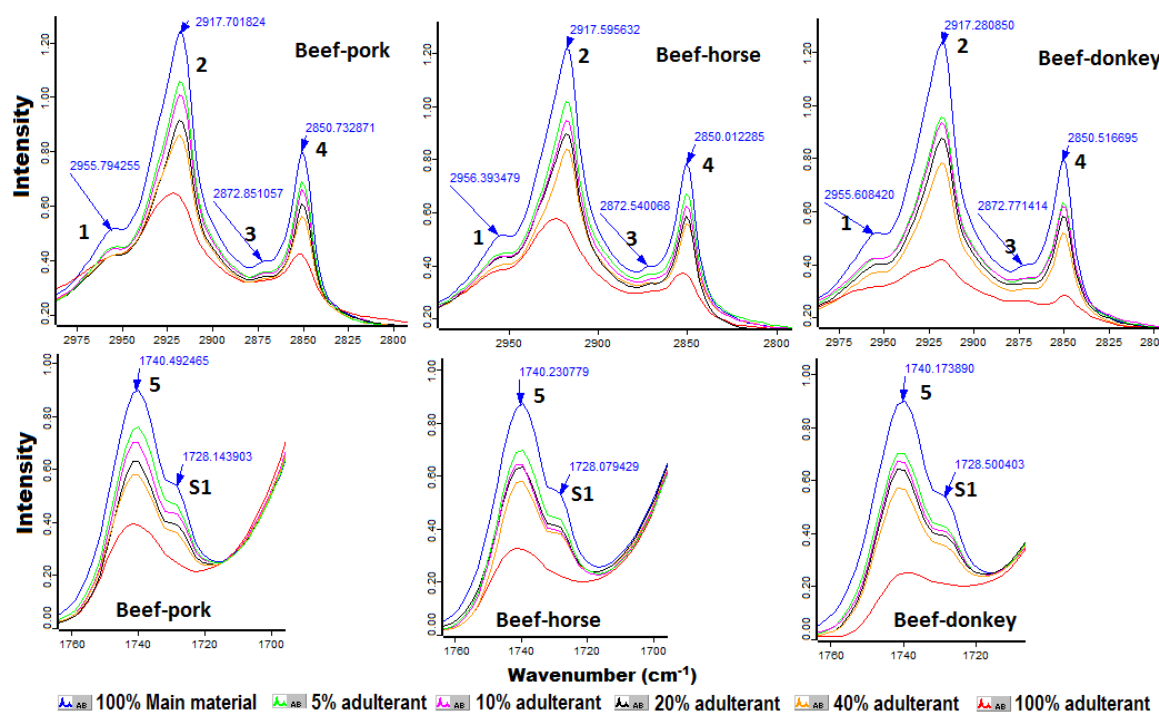


Figure 1. Zoomed view of normalized IR spectrum for characteristic region 1 (above) and 2 (below) (S1: Shoulder peak 1)

In this study, the spectra from the other four characteristic regions “3, 4, 5 and 6” which in the literature are generally examined within the “fingerprint region” are displayed in Figure 2. Beef samples exhibited four shoulder peaks (S2, S3, S4 and S5) which are distinctive only for beef except for S3 which was also detected in pork mixtures. This shoulder was also observed for both pork and beef fats in the studies by Kurniawati et al. (2014) and Rohman et al. (2011).

In the fingerprint region, the most noticeable peaks that could be used for classification were peak 6 in region 3 (at 1366 cm^{-1} wavenumber), peak 8 in region 4 (at 1240 cm^{-1} wavenumber), and peaks 9 and 10 in region 5 (at 1195 and 1176 cm^{-1} wavenumbers, respectively). The absolute intensity values for these peaks showed a decrease ($p < 0.05$) with higher ratios of adulterant meats (pork, horse and donkey). It is noteworthy to mention that peak 9 was only detected in the

spectra of beef samples, which was also previously reported by Deniz et al. 2018, but not observed in the spectra of 100% meat from pork, donkey or horse. Two peaks at 1115 and 1096 cm^{-1} wavenumbers were detected in beef samples in region 6 which were attributed to different nature and composition of lipids which might result from stretching vibrations of C=O in triacylglycerols (Kurniawati et al., 2014), C–H bending vibration and C–H deformation vibrations of fatty acids, respectively (Rohman et al., 2011).

Classification of Mixtures by Chemometric Methods

After identification and comparison of the specific peaks and shoulders detected in different characteristic regions of the FTIR spectra, the

various meat mixtures were classified using chemometric methods such as PCA and HCA. PCA is a widely-used data reduction method in spectral analyses while HCA is commonly used classification method in FTIR spectroscopy. The whole spectrum (4000-850 cm^{-1}) and the fingerprint region (1500-900 cm^{-1}) which are commonly mentioned in the literature (Kurniawati et al., 2014; McElhinney et al., 1999; Rahmania and Rohman, 2015; Rohman et al., 2011) were analyzed. In addition, a classification based on individual characteristic regions with different preprocessing methods was conducted. By using multivariate unsupervised analyses, meats of different species and adulterated samples (considering all percentages as a one group) were discriminated from each other.

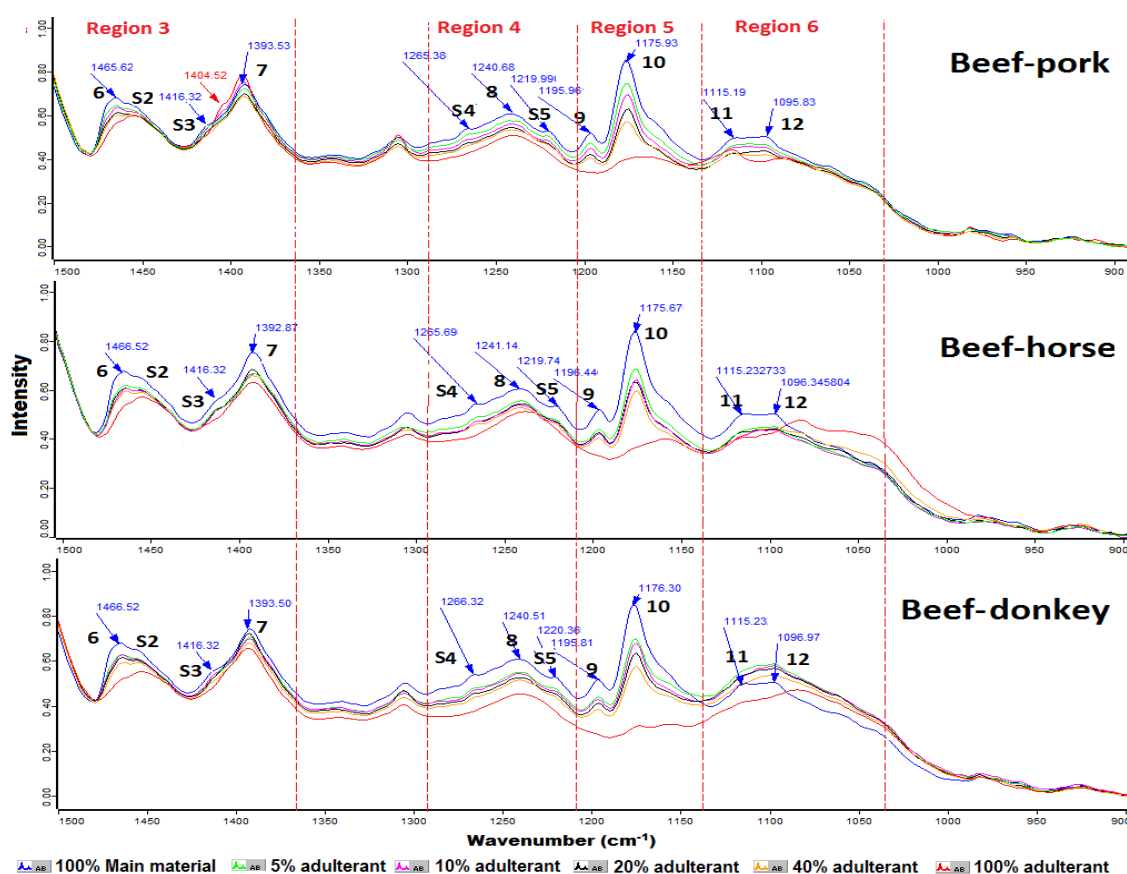


Figure 2. Zoomed view of normalized IR spectrum for fingerprint region (1500-900 cm^{-1}) and for the characteristic regions 3, 4, 5 and 6 (S2: Shoulder peak 2; S3: Shoulder peak 3; S4: Shoulder peak 4; S5: Shoulder peak 5)

The regions which provided grouping of samples in PCA are as follows and their percentages of data variances explained by the first and second principal components are written in parentheses. In PCA, beef, pork and beef-pork mixtures were grouped separately by using region 3 (1480-1360 cm^{-1}) (94.97%) and fingerprint region (90.08%) while region 2 (1760-1710 cm^{-1}) (99.31%) and fingerprint region (96.03%) enabled to differentiate 100% beef and donkey and beef-donkey mixtures. For horse meat adulteration, region 4 (1290-1210 cm^{-1}) (90.41%), whole

spectrum (88.16%) and fingerprint region (84.83%) provided differentiation of 100% horse, beef and their mixtures (Figure 3). PCA and its combination with various discrimination methods which was applied for classification of different meat types in previous studies based on MIR spectroscopy is very useful for analyzing of spectral data sets (Deniz et al. 2018, Rahmania and Rohman 2015, Kurniawati et al., 2014, Rohman et al., 2011, Meza-Márquez et al. 2010, Al-Jowder et al., 2002).

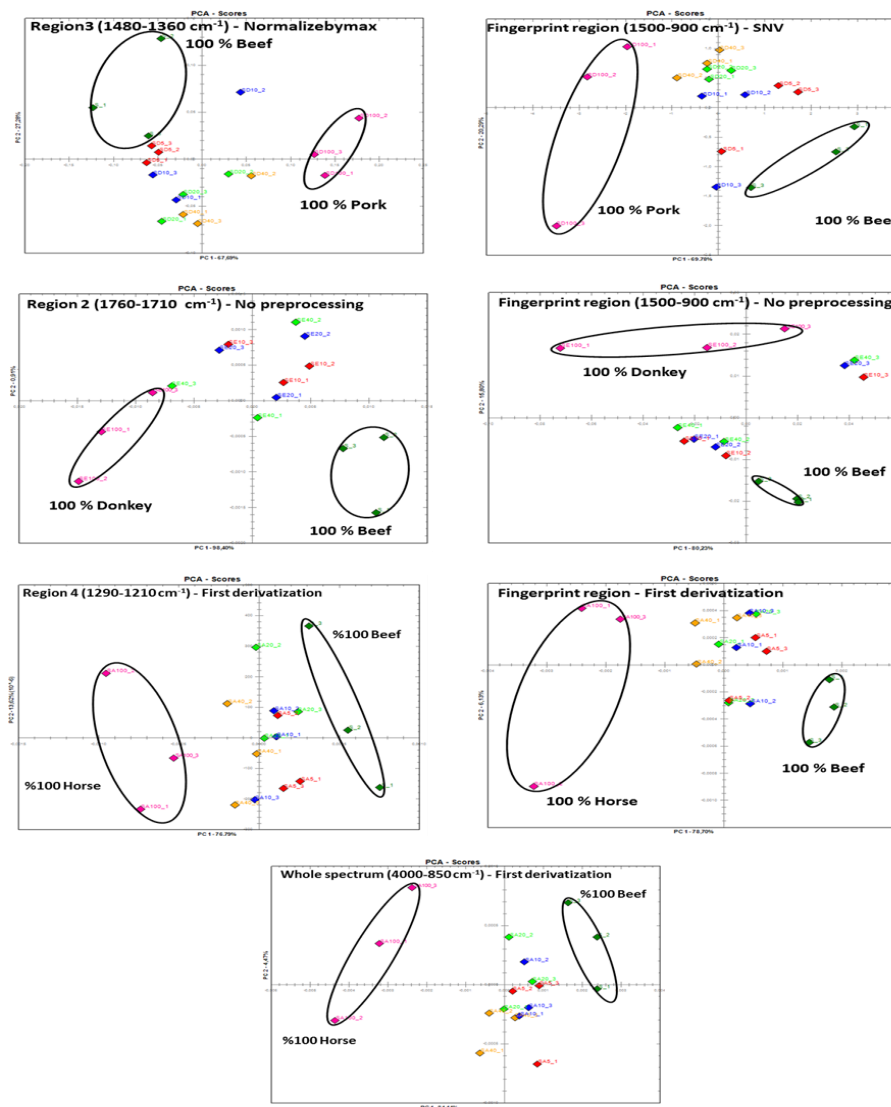
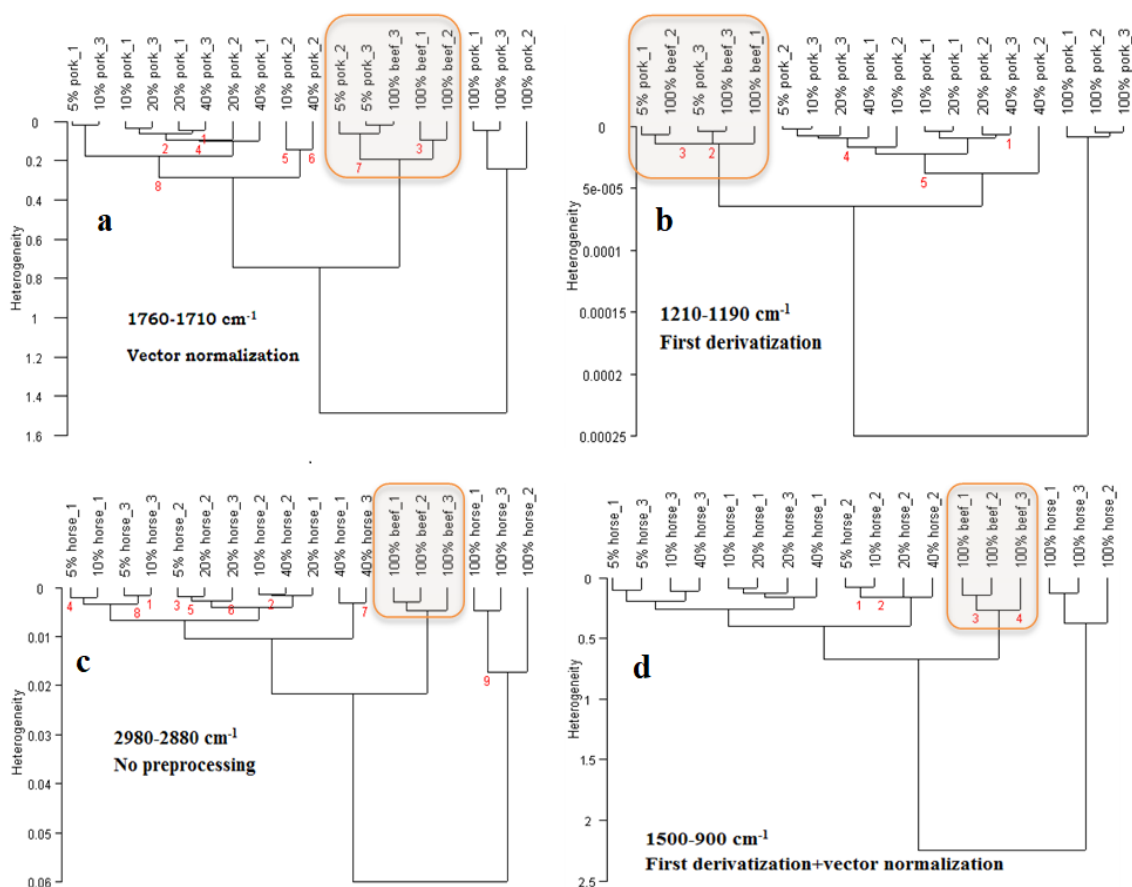


Figure 3. PCA-scores of spectra obtained from beef-pork, beef-horse and beef-donkey mixtures for various wavenumber ranges

Similar to PCA, HCA was also performed using the wavenumbers of each characteristic spectral region and peak, as well as whole spectrum and the fingerprint region with different preprocessing types as mentioned before. In order to avoid confusions, only the sample clusters that provided the best classifications are discussed and given in Figure 4. In beef-pork mixtures, region 2 (1760-1710 cm^{-1}) and peak-9 (1210-1190 cm^{-1}) could be used for differentiation of pork meat adulteration level above 5% with 100% sensitivity and specificity because two samples of 5% pork meat were located in the same cluster branch as 100% pure beef resulting in low sensitivity of 33% (Figure 4, a and b). In these dendrograms, 100% pure pork samples, 100% pure beef and adulterated mixtures were grouped in three separate clusters. To distinguish horse meat from beef, 2980-2880 cm^{-1} (peak 1 and

peak 2, non-preprocessing), whole spectrum and fingerprint region were identified as giving the best results which were able to discriminate all the adulterated mixtures from 100% beef with 100% sensitivity and specificity, as shown in the representative dendrograms in Figure 4 (a-g). HCA was successfully used for differentiation with three different preprocessing methods (first derivatization, first derivatization+vector normalization and vector normalization) based on the whole spectrum and the fingerprint region. In donkey-beef mixtures, peak 6 (1480-1425 cm^{-1}) with vector normalization provided the best differentiation in HCA by classifying 100% beef, 100% donkey meat and their mixtures in separate groups with 100% sensitivity and specificity (Figure 4, h).



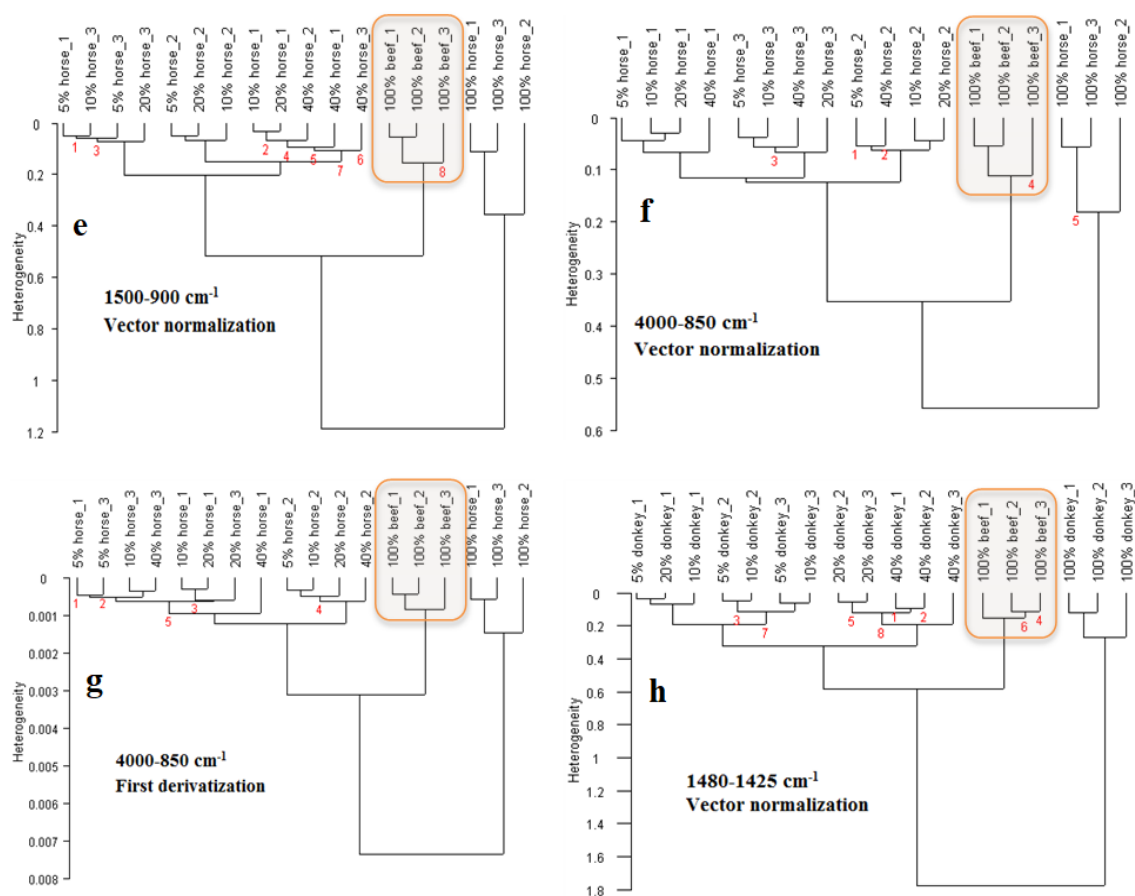


Figure 4. Dendrograms of the mean spectra of beef-pork (a, b), beef-horse (c, d, e, f, g) and beef-donkey (h) mixtures with different preprocessing for various wavenumber ranges

CONCLUSIONS

In the FTIR spectra of the meat mixtures prepared with beef and pork, donkey or horse meat, 12 peaks and 5 shoulders were detected. Alterations in the intensities of the peaks were observed depending on the percentage of adulterant meat used. Zoomed view of the FTIR spectra provided significant distinction of the specific peaks from beef as well as from other mixtures in terms of intensity. Differentiation of all adulterated mixtures from pure samples was accomplished by PCA based on fingerprint region. Moreover, 1480-1360 cm^{-1} ; 1760-1710 cm^{-1} ; 1290-1210 cm^{-1} and whole spectrum also provided better discrimination for beef-pork, beef-donkey and beef-horse mixtures, respectively, using PCA. While HCA with different preprocessing types could be as effective

as PCA in distinguishing beef-donkey or beef-horse meat mixtures, it could be used for differentiation of pork meat adulteration only above 5% level based on our results. Although we did not observe significant discrimination between adulteration levels (5-10-20-40% groups), our results are still promising since the presence of the adulteration can be detected considering all mixture percentages as one group in PCA and HCA. The results obtained from this study demonstrated that FTIR spectroscopy is a promising technique for the detection of beef mixtures adulterated with pork, horse or donkey meat and deserves further study. The distinctive signals detected in the present study from FTIR spectral data could be successfully used to establish biomarkers for identification of fraudulent meat mixtures.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by TÜBİTAK (Scientific and Technological Research Council of Turkey) with Project # 214O182, and Ankara University Scientific Research Projects Office with Project # 17L0443007. The authors would like to thank Mr. Fatih Mehmet Altay from Konya Zoo (Konya, Turkey) for supplying donkey meat, and Mr. Cenk Korugan from Darica Zoo (Kocaeli, Turkey) for supplying horse meat. A part of this study was from the first author's (Ebru Deniz) Ph.D. thesis.

REFERENCES

- Al-Jowder, O., Kemsley, E., Wilson, R.H. (2002). Detection of adulteration in cooked meat products by mid-infrared spectroscopy. *J Agric Food Chem*, 50(6): 1325-1329.
- Alamprese, C., Casale, M., Sinelli, N., Lanteri, S., Casiraghi, E. (2013). Detection of minced beef adulteration with turkey meat by UV-vis, NIR and MIR spectroscopy. *LWT-Food Sci Technol*, 53(1): 225-232.
- Ayhan, B. (2013). *Multiple Myeloma (Plazma Hücre Kanseri)'nin Spektrometrik ve Spektroskopik Yöntemler ile Araştırılması*. Ph.D. Dissertation, Ankara University Biotechnology Institute, Ankara, 146p.
- BBC (2013a). Q&A: Horsemeat scandal. Retrieved from <http://www.bbc.com/news/uk-21335872> (Accessed: 17 November 2018).
- BBC (2013b). South Africa study finds donkey meat sold as beef. Retrieved from <http://www.bbc.com/news/world-africa-2158857> (Accessed: 17 November 2018).
- Blakeway, S. (2014). The multi-dimensional donkey in landscapes of donkey human interaction. In *Relations: Beyond Anthropocentrism, 'Minding Animals: Part 1'*, 2 (1). Bennison, R., Massaro, A., Ulrich, J. (Eds). pp: 59-78.
- Cuadros-Rodríguez, L., Ruiz-Samblás, C., Valverde-Som, L., Pérez-Castaño, E., González-Casado, A. (2016). Chromatographic fingerprinting: An innovative approach for food 'identification' and food authentication—A tutorial. *Anal Chim Acta*, 909: 9-23.
- Deniz, E., Güneş Altuntaş, E., Ayhan, B., İğci, N., Özel Demiralp, D., Candoğan, K. (2018). Differentiation of beef mixtures adulterated with chicken or turkey meat using FTIR spectroscopy. *J Food Process Preserv*, 42:e13767.
- Farouk, M.M. (2013). Advances in the industrial production of halal and kosher red meat. *Meat Sci*, 95(4): 805-820.
- Federal Register. (2009). Economically Motivated Adulteration 74(64): 15497-15499.
- Helfer, G.A., Bock, F., Marder, L., Furtado, J.C., Costa, A.B.D., Ferrão, M.F. (2015). Chemostat: Exploratory Multivariate Data Analysis Software. *Química Nova* 38(4): 575-579.
- Kurniawati, E., Rohman, A., Triyana, K. (2014). Analysis of lard in meatball broth using Fourier transform infrared spectroscopy and chemometrics. *Meat Sci*, 96(1): 94-98.
- McElhinney, J., Downey, G., O'Donnell, C. (1999). Quantitation of Lamb Content in Mixtures with Raw Minced Beef Using Visible, Near and Mid-Infrared Spectroscopy. *J Food Sci*, 64(4): 587-591.
- Meza-Márquez, O.G., Gallardo-Velázquez, T., Osorio-Revilla, G. (2010). Application of mid-infrared spectroscopy with multivariate analysis and soft independent modeling of class analogies (SIMCA) for the detection of adulterants in minced beef. *Meat Sci*, 86(2): 511-519.
- Movasaghi, Z., Rehman, S., ur Rehman, D.I. (2008). Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy of biological tissues. *Appl Spectrosc Rev*, 43(2): 134-179.
- Nunes, K.M., Andrade, M.V.O., Santos Filho, A.M., Lasmar, M.C., Sena, M. (2016). Detection and characterisation of frauds in bovine meat in natura by non-meat ingredient additions using data fusion of chemical parameters and ATR-FTIR spectroscopy. *Food Chem*, 205, 14-22.
- Rahmania, H., Rohman, A. (2015). The employment of FTIR spectroscopy in combination with chemometrics for analysis of rat meat in meatball formulation. *Meat Sci*, 100: 301-305.

- Regenstein, J., Chaudry, M., Regenstein, C. (2003). The kosher and halal food laws. *Compr Rev Food Sci F*, 2(3): 111-127.
- Reuters. (2014). Wal-Mart recalls donkey product in China after fox meat scandal. <https://www.reuters.com/article/us-walmart-china/wal-mart-recalls-donkey-product-in-china-after-fox-meat-scandal-idUSBREA0103O20140102> (Accessed: 26 December 2018).
- Rohman, A., Erwanto, Y., Che Man, Y.B. (2011). Analysis of pork adulteration in beef meatball using Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. *Meat Sci*, 88(1): 91-95.
- Safdar, M., Junejo, Y., Arman, K., Abasiyanik, M. (2014). A highly sensitive and specific tetraplex PCR assay for soybean, poultry, horse and pork species identification in sausages: Development and validation. *Meat Sci*, 98(2): 296-300.
- Sentandreu, M.A., Sentandreu, E. (2014). Authenticity of meat products: Tools against fraud. *Food Res Int*, 60: 19-29.
- Shetty, G., Kendall, C., Shepherd, N., Stone, N., Barr, H. (2006). Raman spectroscopy: elucidation of biochemical changes in carcinogenesis of oesophagus. *Br J Cancer*, 94(10): 1460-1464.
- Spink, J. (2016). Food Fraud Prevention. *The International Union of Food Science and Technology (IUFoST) Scientific Information Bulletin (SIB)*. 12p.
- Stuart, B. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamental and Applications*. John Wiley and Sons, Ltd. 224p.
- Xu, L., Cai, C.B., Cui, H.F., Ye, Z.H., Yu, X.P. (2012). Rapid discrimination of pork in Halal and non-Halal Chinese ham sausages by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy and chemometrics. *Meat Sci*, 92(4): 506-510.
- Zhao, M., Downey, G., O'Donnell, C.P. (2014). Detection of adulteration in fresh and frozen beefburger products by beef offal using mid-infrared ATR spectroscopy and multivariate data analysis. *Meat Sci*, 96(2): 1003-1011



PROBİYOTİK VE PREBİYOTİK TÜKETİMİNİN LAKTOZ İNTOLERANSI ÜZERİNE ETKİLERİ

Ceren Akal*, Atila Yetişemiyen

Ankara Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Süt Teknolojisi Bölümü, Ankara, Türkiye

Geliş / *Received*: 11.12.2019; Kabul / *Accepted*: 19.03.2020; Online baskı / *Published online*: 01.04.2020

Akal, C., Yetişemiyen, A. (2020). Probiyotik ve prebiyotik tüketiminin laktoz intoleransı üzerine etkileri. *GIDA* (2020) 45(2) 380-389 doi: 10.15237/gida.GD20016

Akal, C., Yetişemiyen, A. (2020). The effects of probiotic and prebiotic consumption on lactose intolerance. GIDA (2020) 45(2) 380-389 doi: 10.15237/gida.GD20016

ÖZ

Dünya genelinde yüksek oranda görülen laktaz yetersizliğinin tedavi edilmesi veya sebep olduğu olumsuz etkilerin azaltılması üzerine uzun yıllardır çok sayıda çalışma yapılmıştır. Süt tüketiminin mecburen azaltılmasına neden olan laktaz yetersizliğinin temelde genetik faktörlere dayanması, bu rahatsızlığın önlenmesine engel olmaktadır. Ancak önlenemese de süt tüketimine imkan tanıyacak kadar ortaya çıkan rahatsızlıkların kontrol altına alınması mümkündür. Bu nedenle daha çok bu etkileri azaltmaya yönelik alternatif çözümler aranmaktadır. Son yıllarda yapılan araştırmalar, bu amaçla probiyotik ve prebiyotik tüketiminin laktoz intoleransına sahip kişilerde laktaz yetersizliğine bağlı olarak görülen etkileri azalttığını göstermiştir. Bu çalışma kapsamında laktoz intoleransı üzerine probiyotik ve prebiyotik kullanımının etkileri üzerine yapılan araştırmalar incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: Laktoz intoleransı, laktoz malabsorpsiyonu, probiyotik, prebiyotik

THE EFFECTS OF PROBIOTIC AND PREBIOTIC CONSUMPTION ON LACTOSE INTOLERANCE

ABSTRACT

For many years, different studies have been conducted on the treatment or reducing the harmful effects of lactase deficiency, which is prevailing all around the world. Lactase deficiency, which causes to reduce milk consumption, is mainly based on genetic factors, and they inhibit the prevention of this disease. However, even if it cannot be prevented, it is possible to control the disorders that occur to allow milk consumption. Therefore, alternative methods are being sought to reduce these effects. Recent studies have shown that probiotics and prebiotic consumption reduces the impacts of lactase deficiency in people with lactose intolerance. This paper reviews the studies on the effects of probiotic and prebiotic use on lactose intolerance.

Keywords: Lactose intolerance, lactose malabsorption, probiotic, prebiotic.

* Yazışmalardan sorumlu yazar / *Corresponding author*

✉: akal@ankara.edu.tr

☎: (+90) 312 596 1350

☎: (+90) 0312 318 2219

Ceren Akal; ORCID no: 0000-0002-0441-541X

Atila Yetişemiyen; ORCID no: 0000-0001-9985-6850

GİRİŞ

Laktaz yetersizliğinden kaynaklanan laktoz intoleransı (vücutun laktoza karşı dayanıksızlığı) ve laktoz malabsorpsiyonu (emilim bozukluğu) süt tüketimini sınırlandırması nedeniyle oldukça önemlidir. Genellikle etnik köken ve coğrafyanın etkisiyle genetik olarak ortaya çıkan laktoz intoleransı, daha çok beslenme yetersizliği olan bölgelerde görülmekte ve bu durum beslenme yetersizliği sorununu çözmede büyük bir engel teşkil etmektedir. Beslenme yetersizliklerinin yanı sıra laktoz intoleransına sahip kişilerin süt tüketiminin sınırlandırılması ile sütün birçok olumlu etkisinden yararlanamaması da bu rahatsızlığın önemini göstermektedir. Sütün insan sağlığı üzerine birçok yararlı etkisi olduğu bilinmektedir. Özellikle son yıllarda laktoz intoleransı ve kanser ilişkisi üzerine yapılmış olan bazı araştırmalarda pozitif ilişki olduğu bazı araştırmalarda ise herhangi bir ilişki bulunmadığı belirtilmiştir (Amiri vd., 2015; Kim, 2017). Ancak sütün kolon kanseri riskini azalttığı farklı araştırmalarla kanıtlanmış (Ma vd., 2001; Bakken vd., 2018; Barrubés vd., 2018) ve Dünya Kanser Araştırma Fonu (World Cancer Research Fund) ile Amerika Enstitüsü Kanser Araştırmaları (American Institute for Cancer Research)'nın ortak raporunda da belirtilmiştir (WCRFI/AICR, 2017). Bu nedenle süt tüketimini engelleyen laktoz intoleransı hastalığının ortadan kalkması veya etkilerinin azaltılması insan sağlığı açısından oldukça önemlidir. Bu nedenle laktoz intoleransı semptomlarının azaltılması amacıyla alternatif yöntemler aranmaktadır. Son yıllarda yapılan araştırmalar laktoz intoleransı üzerine probiyotik ve prebiyotik tüketiminin etkisi üzerine yoğunlaşmıştır. Bu çalışma kapsamında da laktoz intoleransı üzerine farklı probiyotik özellikteki bakterilerin ve prebiyotiklerin etkisi ve mekanizması üzerine yapılan araştırmalar incelenmiştir.

LAKTOZUN KİMYASAL YAPISI VE SİNDİRİMİ

Laktoz, D-glukoz ve D-galaktoz olmak üzere iki monosakkaritten oluşan bir disakkarittir ve doğada yüksek oranda sadece sütte bulunmaktadır. Farklı tür sütlerde laktoz oranı değişiklik göstermektedir (Metin, 2005). Laktoz

moleküllerin çapı 0.00067-0.001µm kadardır ve yoğunluğu 20°C sıcaklıkta 1.54-1.59 g/mL arasındadır.

Laktozun sindirimi, ince barsakta bulunan epitelyum hücreler tarafından salgılanan laktaz (β -galaktosidaz, laktaz-phlorozin-hidrolaz (LPH), laktoz-galaktozhidrolaz, E.C. 3.2.1.108) enzimi tarafından laktozun kendini oluşturan monosakkaritlere hidrolize olmasıyla gerçekleşmektedir. Daha sonra glukoz ve galaktoz sodyum glukoz taşıyıcıları vasıtasıyla ince barsağın çeperine taşınmaktadır. Glukoz daha çok enerji kaynağı olarak, galaktoz ise özellikle bebeklerde birçok farklı amaçla (hücreler arası iletişim, bağışıklık sisteminde, epitelyum stabilizasyonu, nörolojik gelişim vb.) kullanılabilir (Sziilagyi ve Ishayek, 2018). Laktaz aktivitesi, birçok memelide doğumdan sonra yüksekten süttten kesilmeyle birlikte giderek azalmaktadır. Ancak bazı insanlarda laktaz aktivitesi ileri yaşlarda da devam etmektedir (Forsgård, 2019). Yapılan çalışmalarda laktaz enziminin yaşın ilerlemesiyle aynı seviyede kalma veya azalma durumunun genetik bir özellik olduğu ve laktaz seviyesinin aynı kalmasının dominant olduğu ortaya konmuştur (Swallow, 2003). Etnik kökene bağlı olarak değişimle birlikte dünya popülasyonunun yaklaşık %30'unda laktaz seviyesi ileri yaşlarda azalma göstermemekte ve aynı seviyede kalmaktadır (Bayless vd., 2017).

LAKTOZ İNTOLERANSININ SEBEPLERİ VE GÖRÜLME SIKLIĞI

Organizmada yeterli miktarda laktaz enzimi sentezlenmediği zaman, laktoz barsakta parçalanamaz ve emilemez. Laktoz sindirilemediğinde, emilmeyen laktozun barsak bakterileri tarafından fermente edilmesi sonucunda sindirim bozuklukları, hidrojen, karbondioksit ve metan gibi gazların ve kısa zincirli yağ asitlerinin oluşumu ve diyare gibi bulgular ortaya çıkmaktadır. Bu durum genellikle "Laktoz İntoleransı", "Laktoz Malabsorpsiyonu" veya "Laktaz Eksikliği" olarak tanımlanmaktadır. Ancak bunlar birbirinden farklı kavramlardır (Fassio vd., 2018; Santos vd., 2019). Laktoz intoleransında klinik semptomlar görülürken, laktoz malabsorpsiyonunda, laktoz yeterli

miktarda emilememektedir. Laktozun yeteri kadar emilememesi her zaman intolerans semptomları geliştirmez ve laktoz malabsorpsiyonu olanların yaklaşık yarısı veya üçte biri kadarı intoleransa sahiptir (Usai-Satta, 2012). Bu kavram karışıklığı dışında yaygın görülen bir hata da bağışıklık sistemine bağlı bir hastalık olan süt alerjisinin, laktoz intoleransı ile karıştırılmasıdır (Costanzo ve Canani, 2018). Bu karışıklığın önüne geçilmesi için laktoz intoleransının klinik olarak ortaya konması gerekmektedir. Laktoz intoleransı farklı yöntemler kullanılarak saptanabilmektedir. Bunlar arasında intestinal biyopsi, absorpsiyon testleri (laktoz yüklemesi), hidrojen solunum testi ve fekal pH kontrolü (Domínguez-Jiménez ve Fernández-Suárez, 2017), kan şekeri ölçümü (Demirgöl ve Demirgöl, 2019) sayılabilir.

Laktoz yetersizliği primer ve sekonder olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Primer laktoz yetersizliğini genetik özellikler veya yaşın ilerlemesi oluştururken, sekonder laktoz yetersizliği yaralanma veya hastalık (enfektif diyare, çölyak vb.) kaynaklı olarak görülmektedir (Pawlowska vd., 2015; Corgneau vd., 2017).

Bilindiği üzere laktoz yetersizliğinin temel sebebi genetik yatkınlıktır. Genetik olarak çocuklarda laktoz üretimi doğuştan düşük olabilmekte veya daha sıklıkla laktoz eksikliği doğal olarak zamanla oluşabilmektedir. Laktoz intoleransının bir diğer sebebi de beslenme şeklidir. Sütten kesildikten sonra, süt içme alışkanlığının olmaması veya süt yerine, düşük laktoz içerikli yoğurt ve peynir tüketilmesi laktoz intoleransına sebep olabilmektedir.

Dünyada laktoz intoleransı olan kişi sayısının, yeterli laktoz enzimine sahip olanlardan daha fazla olduğu düşünülmekte (Bayhan ve Yentür, 1993) ve hatta dünya yetişkin nüfusunun %70'inin laktoz sindirme sorunu yaşadığı belirtilmektedir (Fox vd., 2015). Dünya geneline bakıldığında, Avrupa ve Kuzey Amerika ülkelerinde laktoz intoleransı görülme sıklığı %5-15 civarındayken, Afrika, Asya ve Güney Amerika ülkelerinde bu oran %50-90 arasındadır (Oak ve Jha, 2019). Laktoz malabsorpsiyonu ve laktoz intoleransının görülme sıklığı üzerine yapılan bazı güncel çalışmalar Çizelge 1'de özetlenmiştir.

Çizelge 1. Laktoz malabsorpsiyonu ve intoleransının görülme sıklığı üzerine yapılan bazı çalışmalar

Rahatsızlık Tipi	Görülme sıklığı (%)	Ülke	Kişi sayısı	Kaynak
Laktoz Malabsorpsiyonu	87.00	Şili	121	Latorre vd., 2014
Laktoz İntoleransı	56.00 ¹			
Laktoz Malabsorpsiyonu	37.08	Polonya	232 ²	Pawlowska vd., 2015
Laktoz İntoleransı	27.16 ¹			
Laktoz Malabsorpsiyonu	76.00	Çin	492	Zheng vd., 2015
Laktoz İntoleransı	58.00			
Laktoz İntoleransı	19.00	Almanya	23	Däbritz vd., 2014
Laktoz İntoleransı	25.80	İran	887	Sharifi-Zahabi vd., 2018

¹:Laktoz malabsorpsiyonu tespit edilen kişilerin laktoz intoleransına sahip olma oranıdır.

²:Araştırma gastrointestinal rahatsızlığı olan çocuklar (yaş ortalaması 11.08) ile yürütülmüştür.

Harvey vd. (2018) tarafından yürütülen ve 1995-2015 tarihleri arasındaki 1-5 yaş aralığındaki çocuklarda görülen laktoz intoleransı ile ilgili çalışmaların sistematik derlemesine göre; yaşın ilerlemesine veya primer laktoz intoleransının %0-17.9; sekonder laktoz intoleransının ise %0-19

oranlarında olduğu ortaya konmuştur. Primer ve sekonder laktoz intoleransı görülme sıklığı arasında önemli bir fark bulunmamıştır.

Hegar ve Widodo (2015) tarafından Endonezya'daki çocuklarda görülen laktoz

malabsorpsiyonu üzerine yapılan derlemede çocuklarda yaşın ilerlemesine bağlı olarak laktoz malabsorpsiyonu görülme sıklığının arttığı tespit edilmiştir. Çalışmada 3-5 yaş aralığındaki çocuklarda laktoz malabsorpsiyonu görülme sıklığı % 21.3; 6-11 yaş aralığındaki çocuklarda % 57.8; 12-14 yaş aralığındaki çocuklarda ise % 73 olduğu belirtilmiştir.

LAKTOZ İNTOLERANSININ TEDAVİSİNDE PROBİYOTİK VE PREBİYOTİKLERDEN YARARLANMA

Laktoz intoleransının tedavisinde laktozsuz veya laktozu azaltılmış süt ürünü tüketiminde, oral yolla dış kaynaklı enzim alımı (Szilagy ve Ishayek, 2018) gibi yöntemler uygulanabilmektedir. Ancak son yıllarda probiyotik ve prebiyotik tüketiminin laktoz intoleransı üzerine etkisi üzerine yoğunlaşmıştır.

Probiyotiklerin Laktoz İntoleransını İyileştirme Mekanizması

Laktozun metabolize edilmesi ve kolon mikrobiyotasının desteklenmesi: Laktoz intoleransa sahip kişilerde probiyotikler, hem laktozun hidrolizasyonuna hem de kolon fermantasyonuna destek olması ile hastalık etkilerini azaltmaktadır (Dhama vd., 2016). Laktoz hidrolizasyonu hem insan sindirim sisteminde hem de ürün henüz tüketilmeden fermantasyon ile ürün içinde olabilmektedir. Laktoz intoleransı olan bireylerde yoğurt başta olmak üzere fermente süt ürünleri tüketimi sırasında hastalık belirtilerinin görülmemesi sebebi fermantasyon sırasında ürün içindeki laktozun miktarının azalmasıdır (Melini vd., 2019). Sindirim sisteminde ise bakteriyel laktaz üreten probiyotik bakteriler, canlı olarak ince barsağa ulaştığında veya ince barsakta safra asitlerinin etkisiyle lize olduğunda bakteriyel laktaz serbest hale geçmekte (Uymaz, 2010) ve barsak içinde laktozun sindirimi desteklenmektedir. Böylece laktoz intoleransı olan bireylerde sindirim yetersizliğine bağlı olarak görülen rahatsızlıklar azalmaktadır. Bu etkinin laktozun mu yoksa laktozun metabolitlerinin fermente edilmesiyle mi olduğu kesin değildir. Çünkü ince barsakta hem daha önce de belirtildiği gibi bakteriyel laktaz enzimi vasıtasıyla laktoz, glikoz ve galaktoza hidrolize edilmektedir, hem de

her iki monosakkarit de birçok bakteri için tercih edilen ve kolaylıkla tüketilebilen substratlar olduğu için hemen tüketilmektedir. Laktozun sindirilmesi sırasında glikoz ve galaktoz birikmesi görülmemektedir (He vd., 2006).

İkinci olarak probiyotik tüketimi, kolondaki yararlı mikrobiyotayı desteklemekte ve böylece ince barsağın pH değerini ayarlayarak veya iç organların aşırı duyarlılığını kontrol altına alarak barsak fonksiyonu gelişmektedir. Bunun sonucu olarak da laktoz intoleransına sahip hastalarda semptomlar daha az görülmektedir (Staudacher, 2015).

Kısa zincirli yağ asidi/amino asitlerin ekstraksiyonu: Kısa zincirli yağ asitleri, ya hücre içi sıvısıyla birlikte epitelyum hücrelere geçmekte ya da bakteriler tarafından metabolize edilmektedir. Bakteriler, kısa zincirli yağ asitlerini karbon ve enerji kaynağı olarak kullandığından, bu metabolitlerin ortamdan uzaklaşmasında önemli bir etkidir (Vonk vd., 2012). Ayrıca, laktat ve asetatin birlikte olduğu durumlarda, bakteriler bu iki metaboliti, kolon sağlığı için yararlı olduğu bilinen bütirata dönüştürebilmektedir (Muñoz-Tamayo vd., 2011).

Laktoz İntoleransı Tedavisinde Probiyotik Bakterilerden Yararlanma

Lactobacillus ve *Bifidobacterium* laktozu fermente ettikleri için, laktoz intoleransı üzerine etkili olan bakteriler genellikle bu cinslere ait türlerdir. Ancak daha çok en yüksek laktaz aktivitesine sahip olan *Lactobacillus* türü üzerine yoğunlaşmıştır. *Lactobacillus* ilave edilerek elde edilen gıda maddeleri; fekal bakteri türlerine ait enzimlerin (β -glukoronidaz, azonitroredüktaz gibi) aktivitesini azaltarak etki göstermektedir (Noble vd., 2002).

Lactobacillus türleri içinde en yüksek laktaz aktivitesine sahip tür *Lb. acidophilus*'tur. Nitekim Mustapha vd. (1997) tarafından yürütülen bir çalışmada dört farklı *Lb. acidophilus* suşu ile elde edilen asidofiluslu süt, laktoz sindirim sorunu olan 11 hastaya verildikten sonra hidrojen solunum testi (sindirilemeyen laktozun kolonda absorpsiyonunu takiben ortaya çıkan hidrojenin kan yoluyla akciğerlere ulaşması sonucu nefeste

saptanması esasına dayanarak nefeste hidrojen ölçümü) uygulanmış ve *Lb. acidophilus*'un laktoz sindirememeye bağlı olarak görülen rahatsızlıkları azalttığı görülmüştür.

Lb. plantarum CECT7484, *Lb. plantarum* CECT7485, *Pediococcus acidilactici* CECT7483 verilen, laktoz intoleransı olan 25 hastanın hidrojen solunum testi ile laktozu sindirmeleri tespit edildiğinde probiyotik bakterilerin belirtileri önemli düzeyde azalttığı görülmüştür (Cano-Contreras vd., 2019). Çalışmada işlem öncesi ortalama semptom şiddeti 10.38 olarak bulunmuşken işlem sonrası bu değer 4.94 olmuştur. Plasebo grubunda (farmasötik biçimlere sokulan fakat gerçekte ilaç olmayan etkisiz madde verilen araştırma grubu) elde edilen değerler sırasıyla 10.5 ve 8.5 olmuş ve gruplar arasında da önemli bir farklılık bulunmuştur. Benzer şekilde *L. acidophilus* ve plasebo verilen laktoz intoleransına sahip 22 kişide diyare, kramp, kusma ve gaz oluşumu açısından farklılık üzerine çalışılmıştır. Bu çalışmada da yine plasebo grubu ile *L. acidophilus* verilen grubun hastalık semptomları arasında önemli bir farklılık olduğu ortaya konmuştur (Pakdaman vd., 2016).

Farklı olarak eşek sütünden *L. acidophilus* ve *L. casei* ilave edilerek elde edilen probiyotik yoğurdun 30 günlük depolama sonunda laktoz içeriğinin değişimi incelenmiştir. Araştırma verilerine göre depolama sonunda probiyotik eşek sütü yoğurdunun laktoz içeriğinin klasik yoğurt örneğinden daha düşük olduğu tespit edilmiştir (Perna vd., 2015).

Hindistan'da laktoz intoleransı olan ve beslenme yetersizliği görülen 10 yaş altı çocuklarda *Lb. acidophilus* LBKV-3 türünün fekal inceleme sonucundaki etkisi incelendiğinde de yine probiyotik *Lb. acidophilus* tüketiminin fekal laktaz aktivitesini ve dolayısıyla söz konusu çocuklarda laktaz enzim seviyesini arttırdığı ortaya konmuştur (Hajare vd., 2017).

Konu ile ilgili araştırmalar incelendiğinde, birden fazla farklı türde bakteri eklenmesiyle laktoz intoleransı üzerine etkisinin incelendiği de görülmüştür. Örneğin Vitellio vd., (2019)

Bifidobacterium longum BB536 ve *Lb. rhamnosus* HN001 bakterilerinin birlikte laktoz intoleransı üzerine etkisini incelemiştir. 23 hasta ile yapılan araştırmada semptom takibi yapılarak plasebo grubu ile örnek grubu karşılaştırılmıştır. Elde ettikleri verilere göre probiyotik bakteri kullanımının şişkinlik hissini azalttığı ortaya konmuştur. He vd., (2008) ise yoğurt üretiminde yoğurt bakterilerine (*Str. thermophilus* ve *Lb. bulgaricus*) ilaveten *Bifidobacterium animalis* tüketimi ile *B. longum* kapsülü tüketiminin laktoz intoleransına sahip 11 hastadaki etkisini incelemiştir. Her iki deney grubunda da fekal laktaz aktivitesi artmış ve laktoz sindirimi teşvik edilmiştir.

Almeida vd., (2012) yakult ismi verilen probiyotik içecekten izole edilen probiyotik suşlar olan *Lb. casei* Shirota ve *Bifidobacterium breve* Yakult türlerinin uzun süreli tüketimlerinin laktoz intoleransına sahip kişilerdeki yararlı etkileri üzerine çalışmıştır. Çalışma kapsamında 27 hastanın 4 haftalık probiyotik tüketiminin hidrojen solunum testi sonuçlarına göre; laktoz intoleransını azaltmıştır. Ayrıca düzenli probiyotik kullanımına üç ay devam eden hastalarda laktoz intoleransına bağlı görülen semptomlar tamamen ortadan kalkmıştır.

Laktoz intoleransı üzerine en etkili türlerden olan *B. animalis* subsp. *animalis* IM386 ve *Lb. plantarum* MP2026 içeren probiyotik ürünün 44 hasta üzerindeki etkisinin incelendiği farklı bir çalışmada da başlangıçta plasebo grubuyla deneme grubu arasında farklılık görülmezken; 2 hafta sonunda diyare ve gaz sancısının deneme grubunda önemli derecede azalma gösterdiği bildirilmiştir (Roškar vd., 2017).

Gingold-Belfer vd., (2019) laktaz üretme potansiyeli olan 11 farklı türden (*Lb. acidophilus*, *Lb. rhamnosus*, *Lb. casei*, *B. breve*, *Str. thermophilus*, *B. longum*, ve *B. infantis* gibi) oluşan karışık probiyotik kültür kullanımının laktoz intoleransı olan 8 hasta üzerindeki etkisini incelemiştir. Hastalar 6 ay boyunca kapsül şeklindeki probiyotik bakteri karışımını 1 adet/gün olarak tüketmiş ve hem semptom takibi yapılmış hem de hidrojen solunum testi sonuçları incelenmiştir. Şişkinlik,

diyare, gaz oluşumu gibi semptomların hepsi uygulama sonunda önemli derecede azalma göstermiştir. Hidrojen solunum testinde ise 2 hasta laktoz intoleransı sınırının altına düşerken (180 dakikada $H_2 < 20$ ppm), diğer 6 hastada hidrojen ölçüm miktarı azalmasına karşın laktoz intoleransı pozitif sonucu vermiştir.

Laktoz İntoleransı Tedavisinde Sinbiyotik Etki Uygulaması

Galaktooligosakarit (GOS); *Bifidobacterium* (Liu vd., 2017; Thongaram, 2017; Ganesan vd., 2018), *Lactobacillus* (Arnold vd., 2018), *Faecalibacterium* ve *Roseburia* (Azcarate-Peril vd., 2017) gibi barsakta bulunan ve laktozu fermente eden bakterilerin gelişimini teşvik eden bir prebiyotiktir. Bu nedenle laktoz intoleransı etkilerini de azaltmaktadır. Azcarate-Peril vd. (2017) tarafından yürütülen bir çalışmada GOS verilen laktoz intoleransına sahip hastalarda fekal mikrobiyota analiz edilmiş ve kontrol grubunda düşük olan laktozu fermente eden bakteri sayısının GOS verilen hastalarda daha fazla olduğu ortaya konmuştur. Benzer şekilde Ritter vd. (2018) ve Savaiano vd. (2013) tarafından yürütülen çalışmalarda da sırasıyla 377 ve 85 laktoz intoleransına sahip hasta üzerinde GOS RP-G28 kullanımının etkileri incelenmiş ve bahsedilen prebiyotüğün laktoz intoleransı etkilerini azalttığını bildirmişlerdir.

Probiyotik bakterilerin aktivitesini teşvik eden diğer bir prebiyotik de inülinidir. Yapılan araştırmalar inülinin de GOS gibi *Lactobacillus*, *Bifidobacterium* ve *Faecalibacterium* bakterilerinin gelişimini teşvik ettiğini göstermektedir (Mahboubi vd., 2016, Moens vd., 2016; Kleniewska vd., 2016; Ozturkoglu-Budak vd., 2019). İnülin ve *B. lactis* W51, *Lb. acidophilus* W22, *Lb. plantarum* W21, *Lactococcus lactis* W19 türlerinin birlikte laktoz intoleransı olan 38 yetişkin kişi üzerindeki etkilerinin incelendiği bir çalışmada; sinbiyotik ürün tüketiminin laktoz intoleransı semptomlarını azalttığı görülmüştür (Minale vd., 2019).

SONUÇ

Beslenme açısından oldukça önemli olan ve günlük diyetle mutlaka bulunması gereken süt ve ürünlerinin tüketimini engelleyen ve sütün birçok

faidasından mahrum kalınmasına neden olan laktoz intoleransının etkilerinin ortadan kaldırılması önemli ve gereklidir. Özellikle beslenme yetersizliği görülen bölgelerde daha yoğun olarak karşılaşılan laktaz eksikliğine bağlı görülen rahatsızlıkları gidermek için temel olarak dört farklı yol izlenmektedir. Bunlar; (i) laktoz tüketimini azaltma veya kaldırma, (ii) laktoz yerine alternatif bir besin maddesi tüketimi, (iii) ikame enzim uygulamaları ve (iv) ilave laktaz alımıdır (Ugidos-Rodriguez vd., 2018). Probiyotik ürünler tüketerek, ilave laktaz almak yerine doğal yolla barsaklarda görülen laktaz yetersizliği giderilebilmektedir.

Laktoz intoleransı üzerine probiyotik ve prebiyotik tüketiminin etkisi üzerine yapılan araştırmalar incelendiğinde; genel olarak probiyotik ve prebiyotik tüketiminin laktoz intoleransı semptomlarını azalttığı ve hatta tamamen ortadan kaldırdığı sonucuna ulaşılmıştır.

Probiyotik bakterilerden özellikle laktozu fermente eden *Lactobacillus* ve *Bifidobacterium* türleri bu amaçla birçok araştırmada denenmiş ve tamamında laktoz intoleransı semptomlarını önemli ölçüde azalttığı görülmüştür (Mustapha vd., 1997; He vd., 2008; Almeida vd., 2012; Pakdaman vd., 2016; Cano-Contreras vd., 2019; Gingold-Belfer vd., 2019; Vitellio vd., 2019). Benzer şekilde probiyotik bakteri gelişimini teşvik eden ve dolayısıyla laktoz intoleransına bağlı olarak görülen rahatsızlıkların azalmasında prebiyotik kullanımı üzerine de çalışılmış ve sinbiyotik ürün tüketiminin de yine laktoz intoleransı üzerine etkisi olduğu kanıtlanmıştır (Azcarate-Peril vd., 2017; Minale vd., 2019).

Yapılan bu çalışma sonucunda; laktoz intoleransı üzerine probiyotik ve prebiyotik kullanımının olumlu etkisi olduğu kanısına varılmıştır. Ancak henüz laktoz intoleransı üzerine etkisi araştırılmamış birçok probiyotik bakteri ve prebiyotik madde mevcuttur. Bu nedenle tüm probiyotik özellik gösteren bakterilerin veya prebiyotiklerin laktoz intoleransı etkisini azalttığı söylenemez.

KAYNAKLAR

- Almeida, C.C., Lorena, S.L.S., Pavan, C.R., Akasaka, H.M.I., Mesquita, M.A. (2012). Beneficial effects of long-term consumption of a probiotic combination of *Lactobacillus casei* shirota and *Bifidobacterium breve* yakult may persist after suspension of therapy in lactose-intolerant patients. *Nutr Clin Pract*, 27: 247–251.
- Amiri, M., Diekmann, L., von Köckritz-Blickwede, M., Naim, H.Y. (2015). The Diverse Forms of Lactose Intolerance and the Putative Linkage to Several Cancers. *Nutrients*, 7: 7209–7230, doi:10.3390/nu7095332.
- Arnold, J.W., Simpson, J.B., Roach, J., Bruno-Barcena, J.M., Azacarate-Peril, M.A. (2018). Prebiotics for Lactose Intolerance: Variability in Galacto-Oligosaccharide Utilization by Intestinal *Lactobacillus rhamnosus*. *Nutrients*, 10: 1517. doi:10.3390/nu10101517.
- Azacarate-Peril, M.A., Ritter, A.J., Savaiano, D., Montegudo-Mera, A., Anderson, C., Magness, S.T., Klaenhammer, T.R. (2017). Impact of short-chain galactooligosaccharides on the gut microbiome of lactose-intolerant individuals. *Proc Natl Acad Sci*, 114, E367–E375.
- Bakken, T., Braaten, T., Olsen, A., Hjartaker, A., Lund, E., Skeie, G. (2018). Milk and risk of colorectal, colon and rectal cancer in the Norwegian Women and Cancer (NOWAC) Cohort Study. *Br J Nutr*, 119: 1274–1285.
- Barrubés, L., Babio N., Mena-Sánchez G., Toledo E., Ramirez-Sabio J.B., Estruch, R., Ros, E., Fito, M., Aros, F., Fiol, M., Santos-Lozana, J., Serra-Majem, L., Pinto, X., Martínez-González, M. A., Sorli, J. V., Basora, J., Salas-Salvado, J. (2018). Dairy product consumption and risk of colorectal cancer in an older Mediterranean population at high cardiovascular risk. *Int J Cancer*, 143: 1356–1366.
- Bayhan, A. ve Yentür G. (1993). Laktoz İntoleransı. *Gıda*, 18(6): 385–388.
- Bayless, T. M., Brown, E., Paige, D. M. (2017). Lactase Non-persistence and Lactose Intolerance. *Curr Gastroenterol Rep*, 19:23. DOI:10.1007/s11894-017-0558-9.
- Cano-Contreras, A.D., Pérez y López, N.J., Minero-Alfaro I., Medina-López; V.M., Reyes-Huerta. J. U. (2019). Efficacy of probiotic I3.1 symptomatic improvement in patients with lactose intolerance. Abstracts of the 18th American Neurogastroenterology and Motility Society Annual Scientific Meeting, 16-18 August, Chicago, Illinois, USA.
- Corgneau, M.M., Scher, J., Ritie-Pertusa, L., Le D.T.L., Petit, J., Nikolova, Y., Banon, S., Gaiani, C. (2017). Recent advances on lactose intolerance: Tolerance thresholds and currently available answers, *Crit Rev Food Sci Nutr*, 57:15, 3344–3356, DOI:10.1080/10408398.2015.1123671.
- Costanzo, D. M., Canani, R. B. (2018). Lactose intolerance: Common misunderstandings. *Ann Nutr Metab*, 73 (suppl 4):30–37.
- Däbritz, J., Mühlbauer, M., Domagk, D., Voos, N., Henneböhl, G., Siemer, M.L., Foell, D. (2014). Significance of hydrogen breath tests in children with suspected carbohydrate malabsorption. *BMC Pediatr*, 14. doi: 10.1186/1471-2431-14-59.
- Demirgöl, F. ve Demirgöl R. (2019). Laktoz intoleransın prevalansı, teşhisi ve laktozsuz beslenme tavsiyeleri. *Food and Health*, 5(4), 281–290. <https://doi.org/10.3153/FH19028>.
- Dhama, K., Latheef, S. K. and Munjal A. K. (2016). Probiotics in curing allergic and inflammatory conditions – Research progress and futuristic vision. *Recent Pat Inflamm Allergy Drug Discov*, 10 (1):21–33.
- Domínguez-Jiménez, J.L., Fernández-Suárez, A. (2017). Diagnosis of lactose intolerance. *Med Clin*, 148(6):262–264.
- Fassio, F., Facioni, M. S., Guagnini, F. (2018). Lactose Maldigestion, Malabsorption, and Intolerance: A Comprehensive Review with a Focus on Current Management and Future Perspectives. *Nutrients*, 10: 1599; doi:10.3390/nu10111599.
- Forsgård, R. A. (2019). Lactose digestion in humans: intestinal lactase appears to be constitutive whereas the colonic microbiome is adaptable. *Am J Clin Nutr*, 110:273–279.

- Fox, P.F., Uniacke-Lowe, T., McSweeney, P.L.H. and O'Mahony, J.A.M. (2015). Lactose. In: Dairy Chemistry and Biochemistry, 21–68. Springer International Publishing, Cham.
- Ganesan, K., Chung, S. K., Vanamala, J., Xu, B. (2018). Causal Relationship between Diet-Induced Gut Microbiota Changes and Diabetes: A Novel Strategy to Transplant *Faecalibacterium prausnitzii* in Preventing Diabetes. *Int J Mol Sci*, 19: 3720. doi:10.3390/ijms19123720
- Gingold-Belfer, R., Levy, S., Layfer, O., Pakanaev, L., Niv, Y., Dickman, R., Parets, T. T. (2019). Use of a Novel Probiotic Formulation to Alleviate Lactose Intolerance Symptoms—a Pilot Study. *Probiotics Antimicrob Proteins*, Jan 7. <https://doi.org/10.1007/s12602-018-9507-7>.
- Hajare, S.T., Bekele, G. (2017). Effect of probiotic strain *Lactobacillus acidophilus* (LBKV-3) on fecal residual lactase activity in undernourished children below 10 years. *J Immunoass Immunochem*, 38(6): 620-628.
- Harvey, L., Ludwig, T., Hou, A. Q., Hock, Q. S., Tan, M. L. N., Osatakul, S., Bindels, J., Muhardi, L. (2018). Prevalence, cause and diagnosis of lactose intolerance in children aged 1–5 years: a systematic review of 1995–2015 literature. *Asia Pac J Clin Nutr*, 27(1):29-46.
- He, T., Priebe, M.G., Harmsen, H.J.M., Stellaard, F., Sun, X., Welling, G.W., Vonk, R.J. (2006). Colonic fermentation may play a role in lactose intolerance in humans. *J Nutr*, 136(1): 58-63.
- He, T., Priebe, M. G., Zhong, Y., Huang, C., Harmsen, H. J. M., Raangs, G. C., Antoine, J. M., Welling, G. W., Vonk, R. J. (2008). Effects of yogurt and bifidobacteria supplementation on the colonic microbiota in lactose-intolerant subjects. *J Appl Microbiol*, 104: 595–604. doi:10.1111/j.1365-2672.2007.03579.x
- Hegar, B., Widodo A. (2015). Lactose intolerance in Indonesian children. *Asia Pac J Clin Nutr*, 24(Suppl 1):S31-40. doi: 10.6133/apjcn.2015.24.s1.06.
- Kim, J.W. (2017). Lactose intolerance and colorectal cancer. *Ann Coloproctol*, 33(5):157-158.
- Kleniewska, P., Hoffmann, A., Pniewska, E., Pawliczak, R. (2016). The Influence of Probiotic *Lactobacillus casei* in combination with prebiotic inulin on the antioxidant capacity of human plasma. *Oxid Med Cell Longev*, 2016:1340903.
- Latorre, G., Besa, P., Parodi, C.G., Ferrer, V., Azocar, L., Quirola, M. and Chianale, J. (2014). Prevalence of lactose intolerance in Chile: a double-blind placebo study. *Digestion*, 90(1): 18-26.
- Liu, F., Li, P., Chen, M., Luo, Y., Prabhakar, M., Zheng, H., He, Y., Qi, Q., Long, H., Zhang, Y., Sheng, H., Zhou, H. (2017). Fructooligosaccharide (FOS) and galactooligosaccharide (GOS) increase *Bifidobacterium* but reduce butyrate producing bacteria with adverse glycemic metabolism in healthy young population. *Sci Rep*, 7: 11789.
- Ma, J., Giovannucci, E., Pollak, M., Chan, J. M., Gaziano, J. M., Willett, W., Stampfer, M. J. (2001). Milk intake, circulating levels of insulin-like growth factor-1, and risk of colorectal cancer in men. *J Natl Cancer Inst*, 93: 1330-1336.
- Mahboubi, M., Kazempour, N. (2016). The effects of inulin on characteristics of *Lactobacillus paracasei* TD3 (IBRC-M 10784) as probiotic bacteria in vitro. *Arch Iran Med*, 19(2): 92-95.
- Melini, F., Melini, V., Luziatelli, F., Ficca, A. G., Ruzzi, M. (2019). Health-promoting components in fermented foods: An up-to-date systematic review. *Nutrients*, 11: 1189.
- Metin, M. (2005). *Süt Teknolojisi Sütüün bileşimi ve işlenmesi*. Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, 802 s.
- Moens, F., Weckx, S., Vuyst, L. D. (2016). Bifidobacterial inulin-type fructan degradation capacity determines cross-feeding interactions between bifidobacteria and *Faecalibacterium prausnitzii*. *Int J Food Microbiol*, 231: 76-85.
- Minale, P., Hiller, J., Kramer, M. F., Heath, M., Justicia, J. L. (2019). Symbiotics as a new perspective in the treatment of lactose intolerance. *Ann Nutr Metab*, 74(suppl 1):1-31.
- Muñoz-Tamayo, R., Laroche, B., Walter, E., Doré, J., Duncan, S.H., Flint, H.J., Leclerc, M. (2011). Kinetic Modelling of lactate utilization

- and butyrate production by key human colonic bacterial species. *FEMS Microbiol Ecol*, 76(3):615-624.
- Mustapha, A., Jiang, T., Savaiano, D.A. (1997). Improvement of lactose digestion by humans following ingestion of unfermented acidophilus milk: influence of bile sensitivity, lactose transport, and acid tolerance of *Lactobacillus acidophilus*. *J Dairy Sci*, 80:1537-1545.
- Noble, S., Rawlinson, F. and Byrne, A. (2002). Acquired lactose intolerance: A seldom considered cause of diarrhea in the palliative care setting. *J Pain Symptom Manag*, 23: 449-508.
- Oak, S. J. ve Jha, R. (2019) The effects of probiotics in lactose intolerance: A systematic review. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 59 (11): 1675-1683.
- Ozturkoglu-Budak, S., Akal, H.C., Buran, İ., Yetişemiyen, A. (2019). Effect of inulin polymerization degree on various properties of synbiotic fermented milk including *Lactobacillus acidophilus* La-5 and *Bifidobacterium animalis* Bb-12. *J Dairy Sci*, 102(8): 6901-6913
- Pakdaman, M.N., Udani, J.K., Molina, J.P., Shahani, M. (2016). The effects of the DDS-1 strain of lactobacillus on symptomatic relief for lactose intolerance: a randomized, double-blind, placebo-controlled, crossover clinical trial. *Nutr J*, 15 (1):56.
- Pawłowska, K., Umlawska, W. and Iwanczak, B. (2015). Prevalence of lactose malabsorption and lactose intolerance in pediatric patients with selected gastrointestinal diseases. *Adv Clin Exp Med*, 24 (5): 863-871.
- Perna, A., Intaglietta, I., Simonetti, A., Gambacorta, E. (2015). Donkey milk for manufacture of novel functional fermented beverages. *J Food Sci*, 80: 1352-1359.
- Ritter, A.J., Chey, W.D., Foyt, H.L., Sandborn, W.J., Savaiano, D.A. (2018). Improvement of clinical symptoms of lactose intolerance with a novel prebiotic galacto-oligosaccharide, RP-G28. *AGA Abstracts*, 154(6-1):1047.
- Roškar, I., Švigelj, K., Štampelj, M., Volfand, J., Štabuc, B., Malovrh, Š., Rogelj, I. (2017). Effects of a probiotic product containing *Bifidobacterium animalis* subsp. *animalis* IM386 and *Lactobacillus plantarum* MP2026 in lactose intolerant individuals: Randomized, placebo-controlled clinical trial. *J Funct Foods*, 35: 1-8.
- Santos, G. J., Rocha, R., Santana, G. O. (2019). Lactose intolerance: what is a correct management? *Rev Assoc Med Bras*, 65(2):270-275.
- Savaiano, D.A., Ritter, A.J., Klaenhammer, T.R., James, G.M., Longcore, A.T., Chandler, J.R., Walker, W.A., Foyt, H.L. (2013). Improving lactose digestion and symptoms of lactose intolerance with a novel galacto-oligosaccharide (RP-G28): A randomized, double-blind clinical trial. *Nutr J*, 12:160.
- Sharifi-Zahabi, E., Abdollahzad, H., Nachvak, S.M., Pasdar, Y., Bagheri, A., Sahargahi, B., Mahaki, B. (2018). Prevalence of lactose intolerance and its association with breakfast consumption in Iranian adolescents. *Nutr Food Sci*, 49(1): 170-178.
- Staudacher, H. (2015). Probiotics for lactose intolerance and irritable bowel syndrome. *Br J Community Nurs*, June/July: 12-14.
- Swallow, D.M. (2003). Genetics of lactase persistence and lactose intolerance. *Annu Rev Genet*, 37:197-219.
- Szilagyi, A., Ishayek, N. (2018). Lactose Intolerance, Dairy Avoidance, and Treatment Options. *Nutrients*, 10: 1-30. doi:10.3390/nu10121994
- Thongaram, T., Hoeflinger, J.L., Chow, J., Miller, M.J. (2017). Prebiotic galactooligosaccharide metabolism by probiotic lactobacilli and bifidobacteria. *J Agric Food Chem*, 65: 4184-4192.
- Usai-Satta, P., Scarpa, M., Oppia, F., Cabras, F. (2012). Lactose malabsorption and intolerance: What should be the best clinical management? *World J Gastrointest Pharmacol Ther*, 3(3): 29-33.
- Ugidos-Rodríguez, S., Matallana-González, M.C., Sánchez-Mata, M.C. (2018). Lactose malabsorption and intolerance: a review. *Food Funct*, 9: 4056- 4068.

Uymaz, B. (2010). Probiyotikler ve Kullanım alanları. *Pamukkale Univ Müh Bilim Derg*, 16 (1): 95-104.

Vitellio, P., Celano, G., Bonfrate, L., Gobetti, M., Portincasa, P., Angelis, M.D. (2019). Effects of *Bifidobacterium longum* and *Lactobacillus rhamnosus* on gut microbiota in patients with lactose intolerance and persisting functional gastrointestinal symptoms: A randomised, double-blind, cross-over study. *Nutrients*, 11: 886. doi:10.3390/nu11040886.

Vonk, R.J., Reckman, G.A.R., Harmsen, H.J.M., Priebe, M.G. (2012). Probiotics and Lactose Intolerance. In: *Probiotics*, IntechOpen, doi: 10.5772/51424.

WCRFI/AICR (World Cancer Research Fund International/American Institute for Cancer Research). (2017). Continuous Update Project Report. Diet, Nutrition, Physical Activity and Colorectal Cancer. WCRF Network. London/Washington, DC.

Zheng, X., Chu, H., Cong, Y., Deng, Y., Long, Y., Zhu, Y. and Fox, M. (2015). Self-reported lactose intolerance in clinic patients with functional gastrointestinal symptoms: prevalence, risk factors, and impact on food choices. *J Neurogastroenterol Motil*, 27(8): 1138-1146.



EFFECT OF POTATO FLOUR SUBSTITUTE TO WHEAT FLOUR ON THE PHYSICAL QUALITY PROPERTIES OF CUPCAKE

Kamil Emre Gerçekaslan^{1*}, Hüseyin Boz²

¹Food Engineering Department, Engineering and Architecture Faculty, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey

²Department of Gastronomy and Culinary Arts, Tourism Faculty, Atatürk University, Erzurum, Turkey

Received / Geliş: 16.01.2020; Accepted / Kabul: 20.03.2020 Published online / Online baskı: 02.04.2020

Gerçekaslan, K.E., Boz, H. (2020). Effect of potato flour substitute to wheat flour on the physical quality properties of cupcake. GIDA (2020) 45(2) 390-396 doi: 10.15237/gida.GD20018

Gerçekaslan, K.E., Boz, H. (2020). Buğday unu yerine patates unu ikamesinin kapkeklerin fiziksel kalite özellikleri üzerine etkisi. GIDA (2020) 45(2) 390-396 doi: 10.15237/gida.GD20018

ABSTRACT

In this study, it was investigated that the effect of the replacing of wheat flour with potato flour at various proportions (0, 2.5, 5, 10, 20%) on the quality properties of the cupcake samples. The volume, specific volume, baking loss and volume index values of the cupcake samples decreased significantly ($p<0.01$) with the increased potato flour level, while the weight, symmetry index, moisture, and ash content values increased. The replacement of wheat flour with the potato flour had a significant ($p<0.05$) effect on the textural properties of cupcakes. In general, it was observed that potato flour usage had a positive effect on cohesiveness value while it had a negative effect on the springiness value of cupcakes. It was detected that the increase in the potato flour level caused an increase in hardness value especially on the last day of storage. As a result of this study, it was concluded that potato flour may replace with wheat flour up to %5 without any adverse effects on the physical quality properties of the cupcakes.

Keyword: Cupcake, potato flour, quality parameters, textural properties

BUĞDAY UNU YERİNE PATATES UNU İKAMESİNİN KAPKEKLERİN FİZİKSEL KALİTE ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

ÖZ

Bu çalışmada, buğday ununa farklı oranlarda (%0, 2.5, 5, 10, 20) patates unu ikamesinin kapkeklerin kalite özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Patates unu seviyesindeki artışla birlikte kapkeklerin ağırlık, simetri indeksi, nem ve kül içeriği değerleri artarken; hacim, spesifik hacim, pişme kaybı ve hacim indeksi değerleri önemli seviyede ($p<0.01$) düşmüştür. Buğday ununun patates unu ile ikamesi, keklerin dokusal özellikleri üzerinde önemli ($p<0.05$) bir etkiye sahip olmuştur. Genel olarak, patates unu kullanımının keklerin kohesivlik değeri üzerinde olumlu bir etkisi var iken, elastikiyet değeri üzerinde olumsuz bir etkisi olduğu gözlenmiştir. Patates unu seviyesindeki artışın, özellikle depolamanın son gününde sertlik değerinde bir artışa neden olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmanın sonucunda, patates ununun, keklerin fiziksel kalite özellikleri üzerinde herhangi bir olumsuz etkisi olmadan %5'e kadar buğday ununa ikame edilebileceği sonucuna varılmıştır.

Anahtar kelimeler: Kapkek, patates unu, kalite parametreleri, tekstürel özellikler

* Corresponding author / Yazışmalardan sorumlu yazar;

✉: emre@nevsehir.edu.tr

☎: (+90) 384 228 1000 /15032

☎: (+90) 384 228 1123

Kamil Emre Gerçekaslan; ORCID no: 0000-0002-9804-9982

Hüseyin Boz; ORCID no: 0000-0003-1846-5589

INTRODUCTION

Potato (*Solanum tuberosum*) is among the most produced products in the world and it is rich in protein, dietary fibre, many minerals, trace elements, bioactive compounds and vitamins (Krinsky and Johnson, 2005, Sandoval et al., 2012). Potato flour has been used as a supplement for different products in the food industry such as noodles, bread, steamed bread, cakes, muffins, biscuits, extruded snacks, and soups (Zhu and He, 2020).

Nowadays, many researchers have focused on the development of new products using potato flour. Addition of potato flour to wheat flour can increase nutritive value in terms of fibre and bioactive compounds of bakery products (Misra and Kulshrestha, 2003). It is stated that the use of potato flour in bakery products is important in terms of improving the development and functional properties of these products (Matter, 2015). However, it has a negative effect on usage at the higher level (Yamul and Navarro, 2020).

The potato flour producing plant in Turkey is only located in Nevşehir. In this plant, potatoes which have low edible and seed value are processed into potato flour and thereby contributing Turkey's economy. The aim of this study was to investigate the effect of adding potato flour to wheat flour on the physical and textural quality properties of cupcake and to determine the optimum addition level which could be used without lowering cupcake's physical and textural quality.

MATERIAL AND METHODS

Materials

Wheat and potato flour, sugar, sunflower oil, egg, milk and baking powder were purchased from a local market in Nevşehir/Turkey. The wheat flour used in the production cupcake contains 12.80% of moisture, 0.50% of ash, 11.49% of protein and 29.00% of wet gluten. Potato flour contains 6.26% of moisture and 3.20% of ash.

Cupcake preparation

The cupcakes were produced according to the procedure described by Karaoğlu et al. (2008).

The cake batter recipe containing 100% wheat flour, 90% sugar, 60% milk, 40% egg white, 40% sunflower oil, 8% egg yolk 1.7% baking powder and 0.5% salt (all percentages are given on flour weight basis). In this study, wheat flour was replaced with 0%, 2.5%, 5%, 10% and 20% of potato flour. The cake batter was prepared at following steps using a mixer (Kenwood KM-242 Prospero): (i) the egg white and salt were mixed for 3 min at 5 speed, (ii) milk and sugar were added and mixed for 3 min at 5 speed, (iii) egg yolk and sunflower oil were added and mixed for 2 min at 5 speed, (iv) flour and baking powder were added and mixed for 4 min at 4 speed. Cupcake papers were fitted into each of 12 wells cupcake pan (Kaiser Gourmet Muffin Pan-Germany). Cupcake papers were filled with 60 g batter and then baked for 35 minutes at 175°C in an electric oven (Arçelik MF44, Turkey).

Methods

Quality measurements

Moisture and ash contents of the materials and the cupcake samples were determined according to AACC methods 44-15.02 and 08-01.01, respectively (AACC, 2003). Cupcake samples were weighed after cooling for one hour at room temperature and volumes of cupcake samples were measured using colza grains. And finally, specific volumes were calculated. Symmetry and volume indexes were measured following the AACC method 10-91.01 (AACC, 2010) with some modifications for cupcakes. Konica Minolta colorimeter (CR-400, Minolta Camera Co., Osaka, Japan) was used to measure the crust and crumb colour of the cupcake samples. Results were expressed in the CIE $L^* a^* b^*$ colour space (Elgün et al., 2002).

Texture analysis

For texture profile analysis, firstly the crust was removed, and a cylindrical sample (30 mm diameter, 30 mm highness) was taken from each cupcake crumb to be measured. Textural parameters were measured using a texture analyser (TA-Xtplus, Stable Micro Systems, Godalming, Surrey, UK) equipped with a 100 mm diameter compression plate (P/100) according to the method described by Karaoğlu et al. (2008).

The application conditions of the TPA method were as follows: pre-test speed 1 mm/s, test speed 2 mm/s, post-test speed 1 mm/s, trigger force 20 g, time 5 s and compression ratio 40%.

Statistical analysis

The obtained data were evaluated using the analysis of variance method to determine the difference among the cupcake samples. Significant differences among individual means were compared by Duncan's multiple range test using SPSS 22.0 for Windows (IBM Corp., Armonk, New York, USA). The standard error of the data from the mean was added and the mean recorded.

RESULTS AND DISCUSSION

Physical properties of cupcakes

The results related to the effect of potato flour on weight, volume, specific volume and baking loss of the cupcake samples are shown in Table 1. The weight, volume, specific volume and baking loss of all baked cupcakes did differ significantly ($p < 0.01$) with increased potato flour level.

Cupcake weight increased with the increase in the addition level of potato flour in wheat flour. Weight of control cupcake was 49.79 g and it did not change significantly up to 5% level of substitution of wheat flour with potato flours. Whereas supplementation of wheat flour with potato flour at 20% level, a significant increase in cupcake weight was observed. The specific volume and baking loss of the cupcake samples significantly decreased with increased potato flour level. The specific volume of the cupcake made from control (100% wheat flour) was 2.48 mL/g. However, a significant reduction in specific volume was observed as the level of supplementation with potato flour was increased. Maximum reduction in specific volume (2.06 mL/g) of the cupcake was observed in case of potato flour at 20% supplementation level. This reduction in volume and specific volume of the cupcake might be due to the dilution effect of potato flour on gluten content of wheat flour (Dhingra and Jood, 2001).

Table 1. Effect of potato flour on weight, volume, specific volume and baking loss values of the cupcakes (Mean \pm SE)^a

Potato flour (%)	Weight (g)	Volume (mL)	Specific volume (mL/g)	Baking loss (%)
0	49.79 \pm 0.16 ^b	123.33 \pm 0.58 ^a	2.48 \pm 0.01 ^a	17.00 \pm 0.26 ^b
2.5	49.96 \pm 0.19 ^b	118.00 \pm 2.00 ^b	2.36 \pm 0.03 ^b	16.79 \pm 0.13 ^b
5	49.52 \pm 0.13 ^c	119.00 \pm 1.00 ^b	2.40 \pm 0.02 ^b	17.52 \pm 0.09 ^a
10	50.79 \pm 0.06 ^a	113.67 \pm 1.15 ^c	2.23 \pm 0.02 ^c	15.20 \pm 0.18 ^d
20	50.58 \pm 0.10 ^a	104.00 \pm 2.00 ^d	2.06 \pm 0.04 ^d	15.81 \pm 0.27 ^c
<i>p</i>	**	**	**	**

^a Means with different letters in the same column are statistically significant, ** $p < 0.01$

Moisture and ash content of the cupcake samples increased as the level of incorporation of potato flour was increased from 0 to 20% (Table 2). There was a significant difference between the volume-symmetry index values of the control and 20% potato flour cupcakes. Cupcake volume index decreased with increasing potato flour levels. Also, the volume index of control cupcake was significantly higher than composite cupcakes.

The symmetry index for the cupcake samples is a measure of cake height, i.e., the relative height between the middle and side portions of a cake. Therefore, a cake having a peak would have a high symmetry index value, whereas flat cakes have a low value (Lee, 2015). The symmetry index of the cupcake samples ranged from 16.33 to 24.00 and significantly increased upon addition of potato flour, with an exception of 2.5% potato flour level.

Quality properties of cupcakes with potato flour

Table 2. Effect of potato flour on volume index, symmetry index, moisture and ash values of the cupcakes (Mean \pm SE)^a

Potato flour (%)	Volume index	Symmetry index	Moisture (%)	Ash (%DM)
0	130.00 \pm 1.00 ^a	17.33 \pm 0.58 ^c	27.32 \pm 0.14 ^c	0.99 \pm 0.02 ^c
2.5	124.67 \pm 0.58 ^c	16.33 \pm 0.58 ^d	27.60 \pm 0.14 ^b	1.01 \pm 0.02 ^{bc}
5	126.67 \pm 0.58 ^b	22.67 \pm 0.58 ^b	27.90 \pm 0.07 ^a	1.02 \pm 0.01 ^{bc}
10	121.67 \pm 0.58 ^d	24.00 \pm 0.00 ^a	27.65 \pm 0.05 ^b	1.06 \pm 0.01 ^b
20	118.67 \pm 1.15 ^e	23.00 \pm 0.00 ^b	27.69 \pm 0.08 ^b	1.18 \pm 0.00 ^a
<i>p</i>	**	**	**	**

^a Means with different letters in the same column are statistically significant, ***p* < 0.01

The Hunter colour *L**, *a** and *b** values correspond to lightness, redness and yellowness, respectively. The crust colour values of baked the cupcake samples were affected by the replacement of potato flour with wheat flour (Table 3). In general, with the addition of potato flour, the crust colour of the cupcake samples became lighter, less red and less yellow. The crumb of the control was darker, less red and less yellow than any other baked cupcake samples. For crumb colour, as the level of potato increased, the

*L**, *a** and *b** values increased but a value decreased with the addition of 5% of potato flour. The results indicated that a lighter, redder, and more yellow crumb was obtained as a result of potato flour replacement. The yellow colour of cupcake crumb can be caused by carotenoid pigments found in potato flour. Similar colour properties have also been detected in other studies in which potato flour was incorporated into bakery products (Van Hal, 2000).

Table 3. Effect of potato flour on colour properties of the cupcakes (Mean \pm SE)^a

Potato Flour (%)	Crust colour			Crumb colour		
	<i>L</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>L</i>	<i>a</i>	<i>b</i>
0	44.61 \pm 0.28 ^b	15.34 \pm 0.16 ^a	22.18 \pm 0.12 ^a	69.22 \pm 0.16 ^b	2.25 \pm 0.00 ^b	16.01 \pm 0.29 ^d
2.5	44.46 \pm 0.15 ^b	15.26 \pm 0.07 ^a	21.54 \pm 0.12 ^b	70.77 \pm 1.03 ^a	2.30 \pm 0.05 ^{ab}	17.23 \pm 0.36 ^b
5	46.71 \pm 0.37 ^a	14.59 \pm 0.01 ^b	22.65 \pm 0.13 ^a	71.52 \pm 0.62 ^a	2.13 \pm 0.07 ^c	16.62 \pm 0.29 ^c
10	45.55 \pm 1.31 ^b	15.32 \pm 0.17 ^a	22.47 \pm 0.71 ^a	71.28 \pm 0.03 ^a	2.32 \pm 0.10 ^{ab}	16.67 \pm 0.11 ^c
20	45.11 \pm 0.15 ^b	15.32 \pm 0.08 ^a	22.57 \pm 0.04 ^a	69.60 \pm 0.07 ^{ab}	2.37 \pm 0.02 ^a	18.04 \pm 0.16 ^a
<i>p</i>	**	**	*	**	*	**

^a Means with different letters in the same column are statistically significant, **p* < 0.05, ***p* < 0.01

Textural properties of cupcakes

The textural characteristics of the cupcake samples produced by using potato flour at different levels are presented in Figure 1. The hardness is the maximum force applied to the food in the first compression of the TPA curve (Anonymous, 2020). The highest hardness values during storage were determined in the cupcake samples containing 20% of potato flour (Fig 1A). In formulations, containing potato flour (2.5% and 5%) at low levels, hardness values were obtained closer to the control cupcake. Similar

results were found by Xing-Li et al. (2016). Researchers found that potato flour improves the hardness of the bread. Also, the hardness values of the cupcake samples increased with storage time. In the present study, it was determined that the addition of potato flour increased the moisture content in the cupcakes. Despite the increase in the cupcake moisture content, the increase in hardness values may be due to the effect of potato flour on reducing the cupcake volume and tightening the cupcake structure.

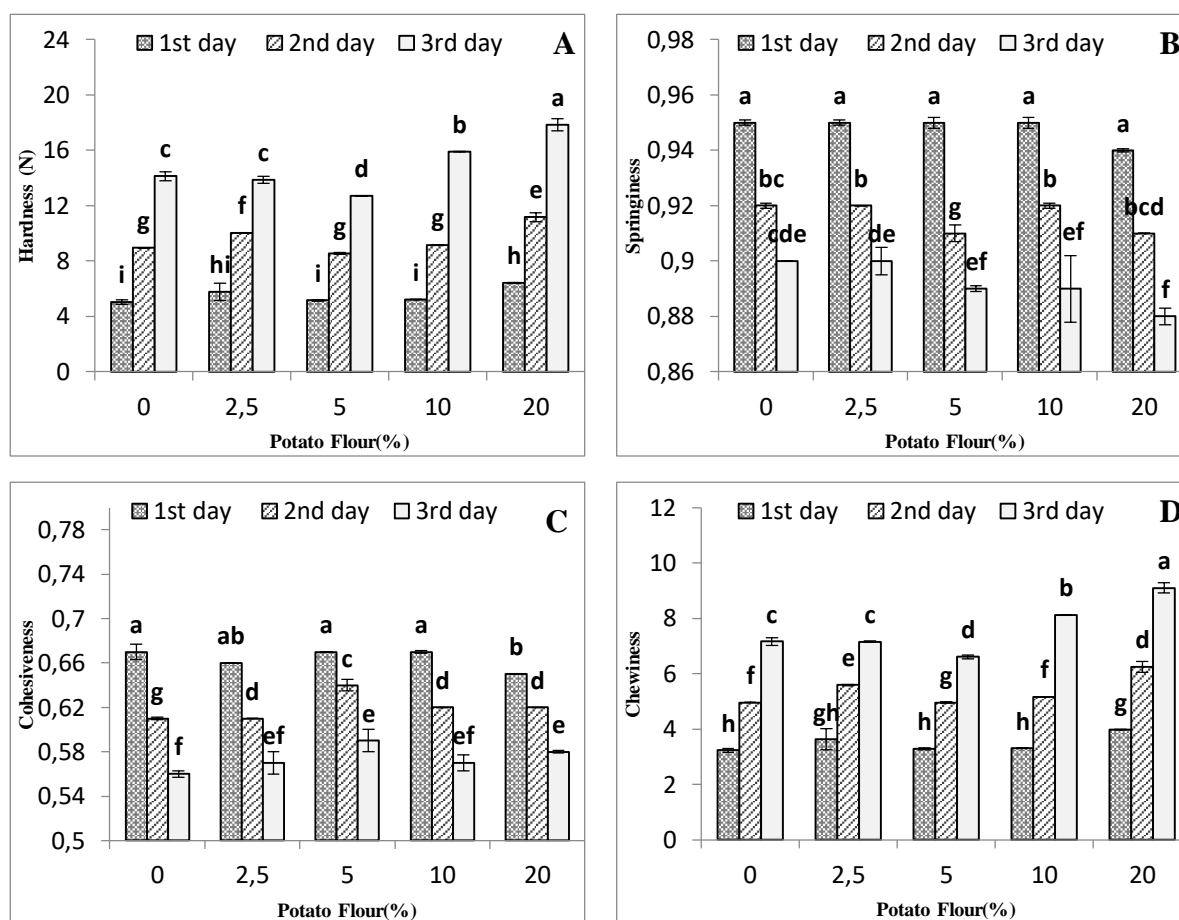


Figure 1. Effect of potato flour on hardness (A), springiness (B), cohesiveness (C) and chewiness (D) of the cupcake.

Springiness is expressed as the rate of returning to the original state before deformation by recovering itself after the deforming force on a product is removed (Anonymous, 2020). Springiness values of cake samples on the first day were not statistically different from each other (Fig 1B). It was observed that there was a significant decrease in springiness values with the increase in storage time and especially the increase in the amount of potato flour on the last day of storage caused a significant decrease in springiness value. It is thought that the use of potato flour decreases the springiness value due to its hardness increasing effect.

Cohesiveness is a parameter that is regarded as an indication of structural integrity. It has been reported that the cohesiveness value is closely

related to the moisture level of the product and decreases due to moisture loss during storage (Yalçın and Şeker, 2016). It was observed that the increase in storage time caused a decrease in the cohesiveness values of the cupcake samples (Fig 1C). The highest and lowest cohesiveness values were determined in control cupcake sample on the first and fifth day of storage. The maximum decrease in cohesiveness values depending on storage was determined in control cupcake sample. For this reason, it is possible to conclude that the addition of potato flour helps to preserve the structural integrity of the cakes.

Chewiness is a parameter that correlates to how easily the food breaks down in the mouth and it is calculated from the product of hardness, springiness and cohesiveness (Ben et al., 2017,

Pongjaruvat et al., 2014). Since the values of chewiness were related to hardness, the results obtained were similar to those of hardness. The increase in storage time has led to an increase in the chewiness values of cupcake samples. The highest increase in the chewiness values of the cake samples occurred in the formulation containing 20% of potato flour (Fig 1D). A similar effect for chewiness has been detected in a study in which potato flour was incorporated into bread formulation (Xing-Li et al., 2016).

CONCLUSION

This work revealed the utilization of potato flour in cupcake production. It was determined that the substitution of wheat flour with potato flour up to 5% (flour basis) did not adversely affect the quality properties such as physical and textural properties of the cupcake. Currently, most of the potato flour used in our country is imported from China. With this study, it is also aimed to emphasize the existence of this factory which is not well known in our country.

ACKNOWLEDGMENT

This study was supported by the Scientific Research Projects Coordination Unit of Nevşehir Hacı Bektaş Veli University with a project number of NEÜBAP16F23.

REFERENCES

AACC. (2003). Approved methods of the American Association of Cereal Chemists (10th ed.). St. Paul, MN: The Association.

AACC. (2010). Approved methods of the American Association of Cereal Chemists. 11th ed. American Association of Cereal Chemists, St. Paul, MN, USA: 2010. Method 10-91.

Anonymous (2020). Overview of Texture Profile Analysis (TPA). <https://texturetechnologies.com/resources/texture-profile-analysis> (Accessed: 18 March 2020).

Ben, J.K., Bouaziz, F., Zouari-Ellouzi, S., Chaari, F., Ellouz-Chaabouni, S., Ellouz-Ghorbel, R., Nouri-Ellouz O. (2017). Improvement of texture and sensory properties of cakes by addition of potato peel powder with high level of dietary fiber and protein. *Food Chem*, 217: 668-677.

Dhingra, S., Jood, S. (2001). Organoleptic and nutritional evaluation of wheat breads supplemented with soybean and barley flour. *Food Chem*, 77(4): 479-88.

Elgün, A., Ertugay, Z., Certel, M., Kotancilar, H.G. (2002). Guide book for analytical quality control and laboratory for cereal and cereal products. Publication No. 335. Atatürk University, Erzurum. pp.245.

Karaoğlu, M.M., Kotancilar, H.G., Gerçekaslan, K.E. (2008). The effect of par-baking and frozen storage time on the quality of cupcake. *Int J Food Sci Technol*, 43(10): 1778-1785.

Krinsky, N.I., Johnson, E.J. (2005). Carotenoid actions and their relation to health and disease. *Mol Asp Med*, 26(6): 459-516.

Lee, J.H. (2015). Physicochemical and sensory characteristics of sponge cakes with *Rubus coreanus* powder. *Prev Nutr Food Sci*, 20(3): 204-209.

Matter, A.A. (2015). Quality evaluation of wheat-sweet potato composite flours and their utilization in bread making. *Int J Adv Res Biol Sci*, 2(11): 294-303.

Misra, A., Kulshrestha, K. (2003). Potato flour incorporation in biscuit manufacture. *Plant Food Hum Nutr*, 58(3): 1-9.

Pongjaruvat, W., Methacanon, P., Seetapan, N., Fuongfuchat, A., Gamonpilas, C. (2014). Influence of pregelatinised tapioca starch and transglutaminase on dough rheology and quality of gluten-free jasmine rice breads. *Food Hydrocoll*, 36: 143-150.

Sandoval, E.R., Sandoval, G., Rodrigez, M.C. (2012). Effect of quinoa and potato flours on the thermomechanical and bread making properties of wheat flour. *Braz J Chem Eng*, 29(3): 503-510.

Van Hal, M. (2000). Quality of sweet potato flour during processing and storage. *Food Rev Int*, 16(1): 1-37.

Xing-Li, L., Tai-Hua, M., Hong-Nan, S., Miao, Z., Jing-Wang, C. (2016). Influence of potato flour on dough rheological properties and quality of steamed bread. *J Integr Agric*, 15(11): 2666-2676.

Yalçın, M.Y., Şeker, M. (2016). Effect of salt and moisture content reduction on physical and microbiological properties of salted, pressed and freeze dried turkey meat. *LWT-Food Sci Technol*, 68: 153-159.

Yamul, D.K., Navarro, A.S. (2020). Effect of hydrocolloids on structural and functional

properties of wheat/potato (50/50) flour dough. *Food Struct*, (in press) Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foostr.2020.100138>

Zhu, F., He, J. (2020). Physicochemical and functional properties of Maori potato flour. *Food Biosci*, 33: 100488.



DEFİTİNİZE EDİLMİŞ TAHİL KEPEKLERİNİN VE ENZİMLERİN MAKARNANIN FİZİKSEL VE DUYUSAL KALİTESİ ÜZERİNE ETKİLERİ

Hacer Levent^{*1}, Mehmet Koyuncu², Nermin Bilgiçli³,
Emre Adıgüzel¹, Mustafa Dedeoğlu²

¹ Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Fakültesi, Beslenme ve Diyetetik Bölümü, Karaman, Türkiye

²Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Karaman, Türkiye

³Necmettin Erbakan Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye

Geliş / Received: 04.11.2019; Kabul / Accepted: 09.03.2020; Online baskı / Published online: 06.04.2020

Levent, H., Koyuncu, M., Bilgiçli, N., Adıgüzel, E., Dedeoğlu, M. (2020). Defitinize edilmiş tahıl kepeklerinin ve enzimlerin makarnanın fiziksel ve duyuşsal kalitesi üzerine etkileri. *GIDA* (2020) 45(2) 397-407 doi: 10.15237/gida.GD19140.

Levent, H., Koyuncu, M., Bilgiçli, N., Adıgüzel, E., Dedeoğlu, M. (2020). *Effects of dephytinized cereal brans and enzymes on physical and sensory quality of pasta*. *GIDA* (2020) 45(2) 397-407 doi: 10.15237/gida.GD19140.

ÖZ

Bu araştırmada, tahıl kepekleri (pirinç, çavdar, buğday ve yulaf) iki farklı yöntemle (fitaz enzimi ve malt unu) defitinize edilmiş ve farklı enzim uygulamaları (ksilanaz ve transglutaminaz) ile makarna formülasyonunda (% 20 oranında) kullanılmıştır. Tahıl kepekleri makarnanın parlaklık değerlerini kontrol örneklerine kıyasla düşürmüştür ($P<0.05$). Makarna örneklerinde transglutaminaz + ksilanaz enzimi uygulanarak en yüksek ağırlık, hacim artışı ve en düşük pişirme kaybı değerleri elde edilmiştir. Tahıl kepeği kullanımı, makarna örneklerinde sıklık değerini azaltmıştır. Duyusal analiz sonuçlarına göre, pirinç kepeği içeren makarna numuneleri diğer çeşitlere göre daha düşük görünüş ve tat puanlarını almıştır. Panelistler tarafından yulaf ve buğday kepekli makarna örnekleri daha fazla beğenilmiştir.

Anahtar kelimeler: Makarna, defitinizasyon, kepek, tahıl, enzim

EFFECTS OF DEPHYTINIZED CEREAL BRANS AND ENZYMES ON PHYSICAL AND SENSORY QUALITY OF PASTA

ABSTRACT

In this research, cereal brans (rice, rye, wheat and oat) were dephytinized by two different methods (phytase enzyme and malt flour) and used in pasta formulation (at 20% level) with different enzyme applications (xylanase and transglutaminase). Cereal brans decreased the brightness value of pasta compared to the control samples ($P<0.05$). The highest weight, volume increase and the lowest cooking loss values were obtained by the application of transglutaminase+xylanase enzyme in pasta samples. The use of cereal bran decreased firmness value of pasta samples. According to the sensory analysis results, pasta samples containing rice bran had lower appearance and taste scores than other varieties. Oat and wheat bran pasta samples were more appreciated by the panelists.

Keywords: Pasta, dephytinization, bran, cereal, enzyme

*Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author

✉: hacerlevent@hotmail.com,

☎: (+90) 338 226 2131

☎: (+90) 338 226 2134

Hacer Levent; ORCID no: 0000-0002-7321-5577

Mehmet Koyuncu; ORCID no: 0000-0002-7704-9529

Nermin Bilgiçli; ORCID no: 0000-0001-5490-9824

Emre Adıgüzel; ORCID no: 0000-0002-9041-8990

Mustafa Dedeoğlu; ORCID no: 0000-0001-7866-5350

GİRİŞ

Makarna, tahıl ürünleri içerisinde çok eskiden beri bilinen ve dünyada en yaygın olarak tüketilen gıdalardan birisidir (Elgün vd. 2007). Uzun süre muhafaza edilebilirliği, çeşitliliği, doyuruculuğu, kolay pişirilebiliyor olması, besinsel kalitesi ve diğer pek çok gıda maddesinden ucuz olması tahıl ürünleri içerisinde makarnayı öne çıkarmaktadır (Yeyinli, 2006). Ülkemizde, kısa kesme makarnalar, spagetti, tel şehriye, arpa şehriye ve kuskus en çok üretimi yapılan makarna çeşitlerinden olup, bunlar çeşitli katkıları kullanılarak zenginleştirilebilmektedir (Elgün ve Ertugay, 1995).

Kepek tanenin aleron ve perikarptan oluşan dış tabakası olup tanenin öğütülmesi ve rafine edilmesi sırasında taneden uzaklaştırılır (Elgün ve Ertugay, 1995; Patel, 2015). Buğday, pirinç, yulaf, çavdar, arpa ve mısırdan elde edilen ve genellikle hayvan yemi olarak değerlendirilen tahıl kepekleri, nişasta olmayan karbonhidratlar (arabinoksilan, β -glucan), fenolik asitler (ferulik asit), flavonoidler (antosiyenin), yağ (γ -orizanol), vitaminler (karotenoidler, tokoller), oligosakkaritler, folatlar ve steroller için depo olarak kabul edilir. Tahıl kepekleri özellikle içerdiği zengin besinsel lif ve fenolik fitokimyasallar ile birçok sağlık avantajlarına sahip olup fonksiyonel olarak önemli bir katkı maddesidir (Patel, 2015).

Yapılan bir çalışmada, infrared yöntemi ile stabilize edilmiş pirinç kepeği erişte formülasyonunda %10-30 oranında kullanılmış ve eriştenin tekstürel, duyu ve besinsel özellikleri incelenmiştir (Yılmaz Tuncel vd., 2017). Erişte örneklerinde artan pirinç kepeği oranlarında ham yağ, protein, besinsel lif, B vitaminleri ve mineral madde içeriğinde de artış olduğu, ortalama pişme süresinin uzadığı bildirilmiştir. Aynı çalışmada, pirinç kepeği ilavesinin eriştenin sertlik değeri üzerine istatistikî olarak önemli bir etkisinin olmadığı ve %10 ilave oranından sonra duyu özelliklerinin olumsuz etkilendiği belirlenmiştir.

Ertaş (2014), pirinç kepeğini %25 oranına kadar erişte formülasyonunda kullanmış ve pirinç kepeği kullanımı ile erişte örneklerinin ağırlık ve hacim artışı değerlerinin yükseldiğini ve duyu analizlerde %10 oranında pirinç kepeği içeren

örneklerin kontrolden sonra en çok beğenilen örnekler olduğunu bildirmiştir.

Kaur vd. (2012) ise çeşitli tahıl kepekleri (buğday, pirinç, arpa ve yulaf kepeği) ile zenginleştirilmiş makarnaların fonksiyonel özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, kepek ilavesi ile makarna örneklerinin su absorpsiyonu ve pişme kayıplarında artış olduğunu belirlemiştir. Ayrıca çeşide bağlı olarak tahıl kepeklerinin %10-15 oranına kadar kullanılabileceğini bildirmişlerdir.

Tahıl kepekleri, fonksiyonel ve birçok sağlık avantajlarına sahip olmasına rağmen önemli miktarda fitik asit içermektedir. Bu özelliği tahıl kepeklerinin gıda formülasyonunda kullanımını sınırlandırmaktadır. Fitik asit myo-inositol 1,2,3,4,5,6-hexakis (dihidrojen fosfat) hububat, baklagil ve yağlı tohumlarda doğal bir bileşen olarak bulunmaktadır. Fitik asit insan beslenmesinde gerekli olan minerallerle kompleks oluşturarak bunların emilimini engellemektedir. Bunun yanı sıra, fitik asitin minerallerle birleşmesiyle oluşan fitatlar, protein emilimini de olumsuz yönde etkilemektedir (Bilgiçli, 2002). Fitik asit antıbesinsel bir bileşik olduğu düşünülmekte ve gıdalardaki fitat miktarını farklı yöntemlerle azaltmak için büyük çaba gösterilmektedir (Bilgiçli vd., 2006; Kumar vd., 2010).

Gıdalarda fitik asit miktarının azaltılmasında, öğütme, fermantasyon, basınç altında pişirme, çimlendirme, suda bekletme ve fitaz enzimi kullanımı gibi fiziksel, kimyasal ve biyokimyasal metotlar uygulanabilmektedir. Ürünlerin özelliklerine ve üretim sürecine bağlı olarak, birkaç farklı yöntem bir arada da kullanılabilmektedir (Egounlety ve Aworh, 2003; Özkaya vd. 2017; Ertaş, 2018).

Transglutaminaz enzimi, proteinler arasında disülfid olmayan kovalent çapraz bağlar oluşturur ve böylece gluten proteinleri yapısını güçlendirir (Basman vd., 2002; Bellido ve Hatcher, 2010). Wang vd. (2011), transglutaminaz enzimini vital gluten veya yumurta albumini içeren yulaf unundan hazırlanan makarnada kullanmış ve transglutaminaz enziminin makarnada elastikiyeti

artırdığını, pişirme kaybını ise azalttığını rapor etmiştir. Bellido ve Hatcher (2011) yaptıkları çalışmada, erişteelerde transglutaminaz uygulamasının protein ağını polimerize ettiğini, sertliği ve elastikiyeti artırdığını bildirmişlerdir.

Ksılanaz, yaygın olarak hemiselülaz olarak adlandırılır, hamur işlenebilirliğini ve stabilitesini arttıran ve son ürün kalite özelliklerini geliştiren bir enzimdir (Si ve Drost-Lustenberger, 2002). Jyotsna vd. (2004) tel şehriye üretiminde ksılanaz, gluten, askorbik asit, gliserol monostearat, SSL (Sodium stearoyl-2-lactylate) ve glukoz oksidaz kullanmışlar ve ürün kalitesine etkilerini incelemişlerdir. Ksılanazın (%0.012) pişmiş ürünlerdeki ağırlık artışı, hacim artışı özelliklerini geliştirdiğini, üründe yapışkanlığı önlediğini, sert dokulu olmasını sağladığını bildirmişlerdir. Susanna ve Prabhasankar (2015) yaptıkları çalışmada, glutensiz makarna üretiminde ksılanaz enziminin pişme kaybı değerinde azalmaya neden olduğunu rapor etmişlerdir.

Bu çalışmada farklı yöntemlerle defitinize edilmiş tahıl kepekleri (pirinç, çavdar, buğday ve yulaf), farklı enzimler (ksılanaz, transglutaminaz, ksılanaz+transglutaminaz) kullanılarak besinsel ve fonksiyonel özellikleri artırılmış ve teknolojik olarak üstün makarna örnekleri hazırlanmıştır. Elde edilmiş makarna örneklerinin fiziksel, tekstürel, pişme ve duyu özellikleri incelenmiştir.

MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada kullanılan buğday unu ve buğday irmiği Karaman ilinde faaliyet gösteren Golda Gıda San. A.Ş.'den temin edilmiştir. Malt unu İreks Gıda A.Ş.'den, pirinç kepeği Başhan Tarımsal Ürünler A.Ş.'den (Balıkesir), çavdar, buğday ve yulaf kepeği ise Sağlık Tarım Ürünleri'nden (Konya) temin edilmiştir. Vital gluten, Sinerji Gıda Kimya Tekstil San. ve Tic. A.Ş., ksılanaz ve fitaz enzimleri Orba Biokimya San. ve Tic. A.Ş., transglutaminaz enzimi ise FMI Gıda ve Kimya'dan sağlanmıştır.

Tahıl kepeklerinin defitinizasyon işlemi

Makarna üretiminde kullanılan tahıl kepekleri (pirinç, çavdar, buğday ve yulaf) partikül iriliği 0.5

mm'nin altında olacak şekilde öğütülmüştür. Daha sonra 2:16 (w/v) oranında saf su ile karıştırılıp 2 gruba ayrılmış, birinci gruba %0.5 (w/w) fitaz enzimi, ikinci gruba ise %5 oranında (w/w) malt unu ilave edilerek pH, asetik asit ile 5.0'a ayarlanmış ve 55 °C'de 6 saat bekletilmiştir. Bekletme süresi sonunda 250 µ elek üzerinde karışım süzülüş, 500 ml su ile 1 kez durulanmış ve 60 °C'de max %10 su içeriğine kadar kurutulmuştur (Pandey vd. 2001; Servi vd. 2008).

Makarna örneklerinin hazırlanması

Makarna örnekleri Ajila vd. (2010) tarafından belirtilen metot modifiye edilerek, yaklaşık 100:30 buğday irmiği/su oranı kullanılarak hazırlanmıştır. Makarna formülasyonlarında tahıl kepekleri buğday irmiği ile yer değiştirme esasına göre %20, ksılanaz ve transglutaminaz enzimleri ise Çizelge 1'de verilen oranlarda makarna üretiminde kullanılmıştır. Şahit makarna, %100 buğday irmiği ile üretilmiştir. Tahıl kepekli makarna örneklerinde kullanılan su miktarı ön denemeler ile belirlenmiştir. Makarna üretimi için pilot makarna üretim makinesi kullanılmış (La Monferrina, Dolly, İtalya) ve kısa kesme makarna şekli (penne) tercih edilmiştir. Makarna bileşenleri (1500 g buğday irmiği + ~ 500 ml su), irmiğin su hidrasyonu sağlanana kadar pilot makarna ünitesinin yoğurucu kısmında karıştırılmış ve hamur 15 dk oda sıcaklığında, 30 dk ise 30 °C'de bekletilip daha sonra ekstrüde edilmiş ve penne kalıbı kullanılarak kesilmiştir. Kurutulan makarna örnekleri polietilen ambalajlar içinde oda koşullarında muhafaza edilmiştir.

Renk ölçümleri

Hammaddeler ve üretilen bütün makarna örneklerinde renk değerleri Minolta CR-400 (Konica Minolta, Inc., Osaka, Japonya) cihazı kullanılarak belirlenmiştir. L* (parlaklık), a* (kırmızı, yeşil) ve b* (sarı, mavi) değerleri saptanmıştır. C* (doyunluk indeksi) değeri ise $(a^{*2}+b^{*2})^{1/2}$, Hue (renk özü) değeri $\arctan(b^*/a^*)$ formülü ile hesaplanmıştır (Francis, 1998).

Makarnada ağırlık, hacim artışı ve pişme kaybının belirlenmesi

Ağırlık artışının belirlenmesi için 20 gr makarna, 250 ml kaynayan saf su içerisinde optimum pişme

süresince pişirilmiş, çiğ ve pişmiş örneklerdeki ağırlık farkı % olarak belirlenmiştir. Hacim artışının belirlenmesi için örnekler aynı ağırlık artışı testinde olduğu gibi pişirilip süzölmüş ve 2 dk. bekletildikten sonra içerisinde saf su bulunan ölçü silindirine koyulup taşırdıkları suyun hacmi

belirlenmiştir. Bu değerlerden hacim artışı değerleri hesaplanmıştır (Oh vd., 1985; Özkaya ve Kahveci, 1990). Pişme kaybı için, makarnaların pişme suyu kurutma dolabında 135 °C’de kurutularak, pişme kaybı miktarı (%) hesaplanmıştır (Özkaya ve Kahveci, 1990).

Çizelge 1. Makarna üretiminde kullanılan deneme deseni

Table 1. The trial pattern used in pasta production

Kepek çeşidi/ Bran type	Defitizasyon metodu / Dephytinization method	Enzim uygulaması/ Enzyme application
Pirinç kepeği/ Rice bran Çavdar kepeği/ Rye bran Buğday kepeği/ Wheat bran Yulaf kepeği/ Oat bran	Fitaz enzimi/ Phytase enzyme	Enzim uygulamasız / without enzyme
		Ksilanaz / Xylanase(%0.01)
		Transglutaminaz/ Transglutaminase (%0.5)
		Ksilanaz/ Xylanase (%0.01)+Transglutaminaz/ Transglutaminase (%0.5)
	Malt unu/ Malt flour	Enzim uygulamasız / without enzyme
		Ksilanaz / Xylanase(%0.01)
		Transglutaminaz/ Transglutaminase (%0.5)
		Ksilanaz/ Xylanase (%0.01)+Transglutaminaz/ Transglutaminase (%0.5)

Deneme, 4 (kepek çeşidi), 2 (defitinizasyon metodu), 4 (enzim uygulaması) ile (4x2x4)x2 faktöriyel deneme desenine uygun olarak 2 tekrürlü olarak yürütölmüştür.

The experiment was carried out in duplicate in accordance with the 4 (bran type), 2 (dephytinization method), 4 (enzyme application) and (4x2x4) x2 factorial trial pattern.

Makarnada sıklık değeri belirlenmesi

Defitimize edilen tahıl kepekleri ile üretilen makarna örneklerinde, renk, pişme analizi ve fitik asit sonuçlarına göre, besinsel (fitik asit miktarı en az, sonuçlar gösterilmemiştir) ve teknolojik olarak üstün (pişme testleri) makarna örnekleri belirlenmiştir. Fitaz enzimi ile defitimize edilmiş tahıl kepekleri içeren, ksilanaz+transglutaminaz ile muamele edilen makarna örnekleri sıklık ölçümlerinde kullanılmıştır. Sıklık değeri, TAXT Plus Texture Analyzer (Stable Microsystems, Surrey, UK) kullanılarak pişirilmiş makarna örneklerinde ölçölmüştür. Analiz için A/LKB-F bıçak donanımı kullanılmıştır.

Duyusal analizler

Besinsel ve teknolojik olarak üstün makarna örneklerinde duysal analiz yapılmıştır. Makarna örneklerinin duysal özellikleri, 22 panelist (25-55

yaş) tarafından belirlenmiştir. Panelistlerden, makarna örneklerini renk, görünüş, sertlik, yapışkanlık, tat, koku ve genel beğeni açısından değeriendirmeleri istenmiştir. Duysal özelliklerin değeriendirilmesinde 1-7 arasındaki skala (1:aşırı kötü, 2:çok kötü, 3:kötü, 4:orta, 5:iyi, 6:çok iyi ve 7:mükemmel) kullanılmıştır (Epler vd., 1998).

İstatistiksel analizler

İstatistik analizlerde JMP istatistik programı, 10.0 versiyonu (SAS Institute Inc., Cary, NC, ABD) kullanılmıştır. Elde edilen veriler varyans analizine tabi tutulmuş, ana varyasyon kaynaklarının ortalamaları karşılaştırılmıştır (P<0.05).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Makarna üretiminde kullanılan bazı hammaddelerin ve makarna örneklerinin renk ölçümü sonuçları Çizelge 2 ve Çizelge 3’de

verilmiştir. Kepek faktörü açısından değerlendirildiğinde, makarna örneklerinde L* değeri 73.44 ile 81.76 arasında değişmiştir. Buğday irmiği ile hazırlanan kontrol erişte örneğinde L* değeri 87.97 olarak ölçülmüş, tahıl kepekleri kullanımı makarna örneklerinde L* değerinde bir düşüşe neden olmuştur. Kullanılan hammaddelerden tahıl kepeklerinin buğday irmiğinden daha düşük L* değerine sahip olması son ürünün rengi üzerinde etkili olmuş olabilir

(Çizelge 2). Makarna örneklerinde çavdar kepeği en yüksek, yulaf ve pirinç kepekleri ise en düşük kırmızılık değerlerinin elde edilmesini sağlamıştır. Pirinç kepeği makarna örneklerinde en düşük sarılık ve chroma değerinin elde edilmesini sağlamıştır. Yulaf kepekli makarnada ise en yüksek hue değeri elde edilmiştir. Defitinizasyon yöntemi ve enzim uygulaması açısından örneklerin renk değerleri istatistiki olarak birbirinden farklı bulunmamıştır (Çizelge 3).

Çizelge 2. Makarna üretiminde kullanılan bazı hammaddelerin renk analizi sonuçları

Table 2. The color analysis results of some raw materials used in pasta production

Hammadde/Raw materials	L*	a*	b*	C*	Hue
Buğday unu/Wheat flour	93.52±0.40a	-0.60±0.11d	10.01±0.13e	10.03±0.15e	93.43±0.35a
Buğday irmiği/Wheat semolina	89.09±0.25b	-1.76±0.13e	21.81±0.17b	21.88±0.19b	94.61±0.42a
Pirinç kepeği/Rice bran	70.28±0.24e	2.23±0.07c	21.13±0.13b	21.25±0.12b	83.98±0.59b
Çavdar kepeği/Rye bran	70.31±0.30e	3.95±0.11b	16.93±0.25d	17.38±0.26d	76.87±0.35d
Buğday kepeği/Wheat bran	72.42±0.45d	4.46±0.14a	23.46±0.31a	23.88±0.33a	79.24±0.31c
Yulaf kepeği/Oat bran	78.45±0.34c	2.22±0.17c	19.20±0.23c	19.33±0.21c	83.40±0.66b

Farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır ($P<0.05$).

Values marked with different letters are statistically different ($P<0.05$).

Çizelge 3. Makarna örneklerinin renk ölçüm sonuçlarına ait ortalamaların karşılaştırılması

Table 3. Comparison of the averages of color measurement results of pasta samples

	n	L*	a*	b*	C*	Hue
<i>Kepek çeşidi/Bran type</i>						
Pirinç/Rice	16	81.76a	1.46c	14.17c	14.25c	84.13b
Çavdar/Rye	16	73.44d	2.94a	17.30b	17.55b	79.93d
Buğday/Wheat	16	76.34c	2.50b	18.80a	18.98a	82.52c
Yulaf/Oat	16	79.23b	1.49c	17.91ab	17.97ab	85.26a
<i>Defitinizasyon yöntemi</i>						
<i>Dephytinization method</i>						
Fitaz enzimi/Phytase enzyme	32	77.13a	2.14a	17.29a	17.43a	83.08a
Malt unu/Malt flour	32	78.25a	2.05a	16.81a	16.95a	82.83a
<i>Enzim uygulaması/Enzyme application</i>						
EU	16	77.59a	2.05a	17.12a	17.26a	83.19a
K	16	76.92a	2.29a	17.76a	17.93a	82.68a
T	16	78.55a	1.95a	16.55a	16.68a	83.19a
K+ T	16	77.72a	2.09a	16.76a	16.90a	82.76a

Farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır ($P<0.05$). (4x2x4)x2 faktöriyel dizayn, EU:Enzim uygulanmamış; K:Ksilanaz; T:Transglutaminaz

Values marked with different letters are statistically different ($P<0.05$). (4x2x4) x2 factorial design, EU: Enzyme not applied; K: Xylanase; T: Transglutaminase

Makarna örneklerinin pişirme testi sonuçları Çizelge 4'de verilmiştir. Makarna örneklerinde ağırlık ve hacim artışı değerleri kepek çeşidine bağlı olarak sırasıyla %171.78 ile %179.01 ve %252.23 ile %270.14 arasında değişmiştir. Kontrol makarna örneğinde ise ağırlık ve hacim artışı değerleri sırasıyla %160.85 ve %236.40 olarak bulunmuştur. Tahıl kepekleri içeren makarna örneklerinin ağırlık ve hacim artışı değerleri kontrol örneğinden yüksek bulunmuştur. Makarna çeşitleri içinde en yüksek ağırlık ve hacim artışı buğday kepekli makarnada belirlenmiştir. Buğday kepekli makarna haricindeki diğer çeşitlerin ağırlık artışı değerleri birbirinden istatistiki olarak farklı bulunmamıştır. Makarna çeşitleri arasında en düşük hacim artışı değeri, çavdar kepekli makarnada bulunmuştur. Makarna örneklerinde ağırlık ve hacim artışı değerleri üzerinde defitinizasyon yöntemlerinden

fitaz enzimi ve malt unu uygulamasının etkili olmadığı belirlenmiştir. Sonuçlar enzim uygulaması faktörü açısından değerlendirildiğinde ağırlık ve hacim artışı değerlerinin sırasıyla %167.52 ile %181.14 ve %250.84 ile %272.14 arasında değiştiği görülmüştür. En yüksek ağırlık (%181.14) ve hacim artışı değerleri (%272.14) ise ksilanaz+transglutaminaz katkılı örneklerde bulunmuştur. Takács vd. (2007) yaptıkları çalışmada bezelye unu içeren glutensiz eriştelere transglutaminaz enziminin su absorpsiyonunu arttırdığını bildirmişlerdir. Jyotsna vd. (2004), tel şehriye üretiminde farklı katkıların (ksilanaz, gluten, askorbik asit, gliserol monostearat, SSL (Sodium stearoyl-2-lactylate) ve glukoz oksidaz) ürün kalitesi üzerine etkilerini incelemişler ve ksilanazın (%0.012 oranında) üründe pişmiş ağırlığı arttırdığı ve hacim artışı sağladığını belirlemişlerdir.

Çizelge 4. Makarna örneklerinin pişirme testi sonuçlarına ait ortalamaların karşılaştırılması

Table 4. Comparison of the averages of cooking test results of pasta samples

	n	Ağırlık artışı <i>Weight increase</i> (%)	Hacim artışı <i>Volume increase</i> (%)	Pişme kaybı <i>Cooking loss</i> (%)
<i>Kepek çeşidi/ Bran type</i>				
Pirinç/ <i>Rice</i>	16	171.78b	259.92b	7.78a
Çavdar/ <i>Rye</i>	16	172.19b	252.23c	7.83a
Buğday/ <i>Wheat</i>	16	179.01a	270.14a	6.95b
Yulaf/ <i>Oat</i>	16	174.04b	262.60b	6.54c
<i>Defitinizasyon yöntemi</i>				
<i>Dephytinization method</i>				
Fitaz enzimi/ <i>Phytase enzyme</i>	32	175.18a	261.65a	7.31a
Malt unu/ <i>Malt flour</i>	32	173.33a	260.80a	7.25a
<i>Enzim uygulaması/ Enzyme application</i>				
EU	16	167.52b	250.84d	8.01a
K	16	170.08b	257.27c	7.20b
T	16	178.28b	264.64b	7.08b
K+ T	16	181.14a	272.14a	6.80c

Farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır ($P<0.05$). (4x2x4)x2 faktöriyel dizayn, EU:Enzim uygulanmamış; K:Ksilanaz; T:Transglutaminaz

Values marked with different letters are statistically different ($P<0.05$). (4x2x4) x2 factorial design, EU: Enzyme not applied; K: Xylanase; T: Transglutaminase

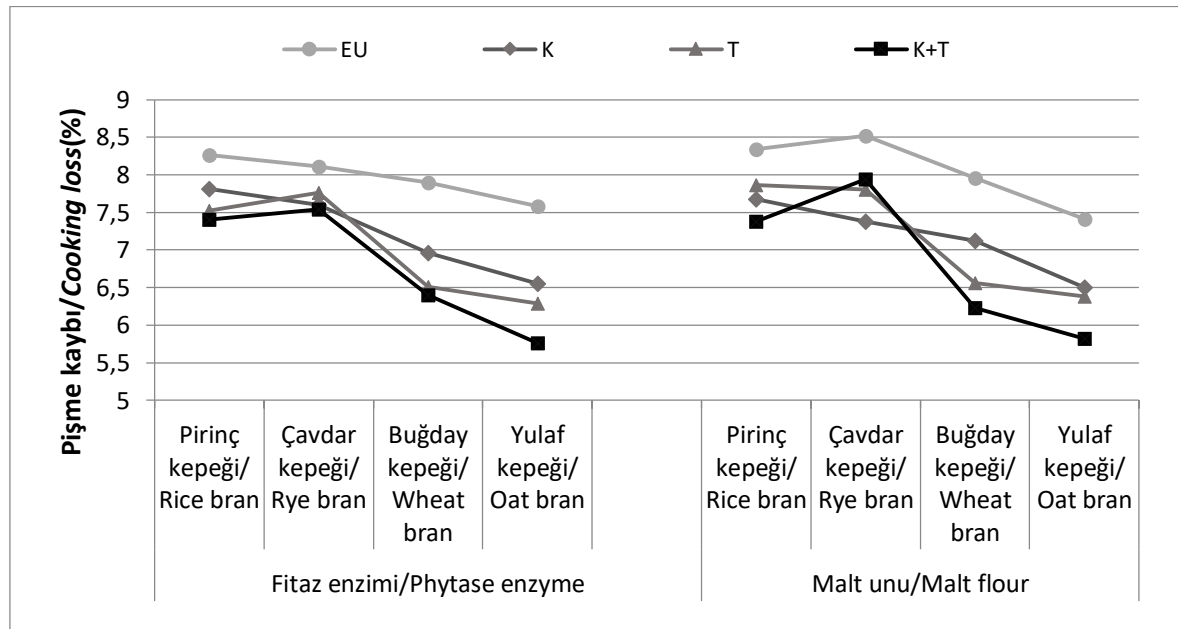
Kepek çeşidi faktörüne göre, makarna örneklerinde pişme kaybı miktarı %6.54 ile %7.83 arasında değişmiştir. Kontrol makarna örneğinde pişme kaybı miktarı %4.63 bulunmuş, makarna üretiminde tahıl kepekleri kullanımı pişme kaybı miktarının yükselmesine neden olmuştur. Tahıl

çeşitleri arasında pirinç kepeği ve çavdar kepeği pişme kaybı değerlerini diğer kepek çeşitlerine göre daha çok arttırarak makarna pişme özellikleri üzerinde olumsuz etkiye sahip olmuşlardır. Makarna örnekleri içinde en düşük pişme kaybı değeri ise yulaf kepekli makarna örneğinde

belirlenmiştir (%6.54). Sudha vd. (2011) farklı sıcaklık uygulamaları ile stabilize ettikleri buğday kepeklerini ilave ettikleri makarna örneklerinin tümünde pişme kaybının kontrole kıyasla daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Pişme kaybı değerleri defitinizasyon yöntemlerine göre birbirinden istatistik olarak farklı bulunmamıştır.

Enzim uygulanmamış makarna örneklerinde en yüksek pişme kaybı değeri belirlenirken, en düşük pişme kaybı değeri ise genel olarak ksilanaz+transglutaminaz enzimi uygulamasında elde edilmiştir (Şekil 1). Transglutaminaz enzimi, deskriptif olarak ksilanaz enziminden daha az pişme kaybına neden olmuş ancak bu fark istatistik olarak farksız bulunmuştur (Çizelge 4 ve Şekil 1). Yapılan bir çalışmada bezelye unu ve transglutaminaz enziminin glutensiz erişte üretiminde, ürün kalitesi üzerine etkileri değerlendirilmiş ve transglutaminaz enziminin

pişme kaybını azalttığı bildirilmiştir (Takács vd. 2007). Yapılan bir başka çalışmada transglutaminaz enziminin buğday esaslı makarna kalitesi üzerine etkileri incelenmiş ve enzim uygulamasının pişme kaybı değerini azalttığı bildirilmiştir (Takács ve ark, 2008). Rosa-Sibakov vd. (2016), bakla ununu glutensiz makarnada kullanmışlar ve transglutaminaz enzimi ilavesinin, transglutaminaz ilave edilmemiş kombinasyonları ile karşılaştırıldığında bakla unu-transglutaminaz veya nişasta-bakla unu-transglutaminaz makarnalarında pişme kaybı üzerine etkisinin olmadığı rapor edilmiştir. Susanna ve Prabhasankar (2015), glutensiz makarna üretiminde, farklı enzimler (proteaz, transglutaminaz, ksilanaz ve aktinaz) kullanmışlar ve ksilanaz enziminin makarna örneklerinde pişme kaybı değerlerini azalttığını belirlemişlerdir.



Şekil 1. Makarna örneklerinde pişme kaybı değerleri üzerine etkili “Kepek çeşidi × defitinizasyon yöntemi × enzim uygulaması” interaksyonu (EU: Enzim uygulanmamış; K:Ksilanaz; T:Transglutaminaz)

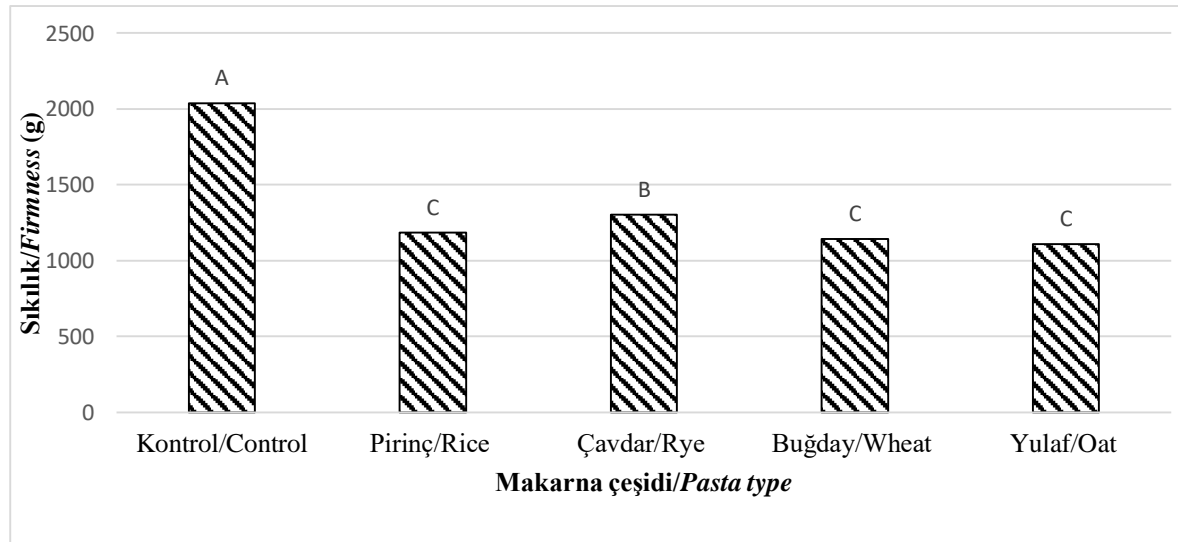
Figure 1. “Bran type × dephytinization method × enzyme application” interaction effective on cooking loss values of pasta samples (EU: Enzyme not applied; K: Xylanase; T: Transglutaminase)

Teknolojik olarak üstün fitaz enzimi ile muamele edilmiş ve ksilanaz+transglutaminaz katkılı makarna örneklerinin sıklık analiz sonuçları Şekil 2’de verilmiştir. Makarna örneklerinde sıklık

değerleri 1109.60-2039.00 g aralığında değişim göstermiştir. Makarna örneklerinde tahıl kepekleri kullanımı kontrole kıyasla sıklık değerlerinin azalmasına neden olmuştur. Susanna ve

Prabhasankar (2015) glutensiz makarna üretiminde farklı enzimlerin (proteaz, transglutaminaz, ksilanaz ve aktinaz) etkisini incelemişler ve enzim katkılı örneklerin tekstür analizinde, tüm makarna çeşitlerinin kontrol makarna örneğine göre biraz daha düşük sıklığa sahip olduğunu rapor etmişlerdir. Makarna örneklerinde kontrolden sonra en yüksek sıklık değeri çavdar kepekli makarna örneğinde belirlenmiştir. Sudha vd. (2011), farklı sıcaklık uygulamaları ile elde ettikleri buğday kepeği örneklerini makarna üretiminde kullanmışlar, işlem uygulanmış buğday kepeği içeren makarna örneklerinde sıklık değerinin 156'dan 113g'a azaldığını, sıklık değerindeki bu azalmanın buharlı sıcak hava uygulaması ile elde edilen kepekleri içeren makarna örneklerinde daha az olduğunu bildirmişlerdir. Yapılan bir çalışmada makarna formülasyonuna farklı besinsel lif (buğday, arpa ve yulaf lifleri) ve antioksidan kaynakları (keten tohumu, çörek otu ve nar çekirdeği) eklenmiş ve besinsel lif kaynaklarının yüksek oranda kullanılıyor olmasının gluteni oransal olarak daha

fazla seyreltici etkiye sahip olduğu, suya geçen kuru madde ve sıklık değerlerini olumsuz yönde etkilediği rapor edilmiştir (Madenci, 2017). Rakhesh vd. (2015), spagettide yaptıkları çalışmada, aynı ikame oranlarında farklı liflerin makarnanın sıklık, yapışkanlık, pişme kaybı ve duyuşal özellikler üzerine etkilerinin farklı olduğunu, bir lif için elde edilen sonuçların diğer lifler için genellenemeyeceğini bildirmişlerdir. Liflerin genel olarak makarnanın sıklık değerini düşürdüğünü (kepek) ve bu durumun liflerin irmik ile yer değiştirmesi sonucu gluten içeriğinin azalması, nişasta-protein matriksinin zarar görmesi ve daha çok nişastanın şişmesine izin vermesine ve makarnanın yumuşamasına bağlanabildiği rapor edilmiştir. Bununla birlikte aynı çalışmada makarna üretiminde β -glukanca zengin un ve polard kullanımının makarna sertliğini arttırdığı bildirilmiştir. Foschia vd. (2015) ise, tel şehriye üretiminde yulaf kepeği ilavesinin makarnanın sıklık değerini arttırdığını, yulaf kepeği-inulin karışımının ise düşürdüğünü belirtmişlerdir.



Şekil 2. Teknolojik olarak üstün makarna örneklerinin sıklık analiz sonuçları

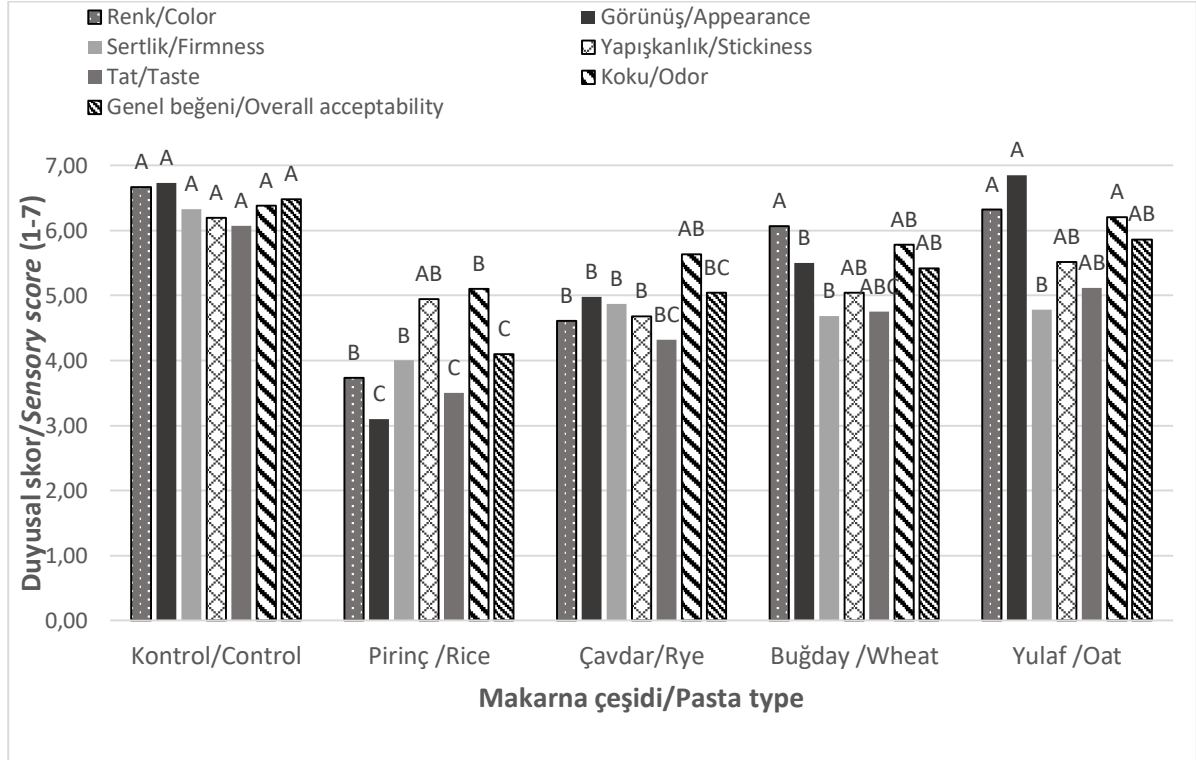
Figure 2. Firmness analysis results of technologically superior pasta samples

Teknolojik açıdan üstün bulunan makarna örneklerinin duyuşal analiz sonuçları Şekil 3'de verilmiştir. Makarna örneklerinde pirinç kepeği kullanımı görünüş, tat, koku ve genel beğeni puanlarında daha çok azalmaya neden olmuştur. Duyusal analiz sonuçlarına göre makarna

üretiminde yulaf kepeği ve buğday kepeğinin kullanımı genel beğeni açısından daha yüksek sonuçlar vermiştir. Bütün tahıl kepekleri makarna üretiminde pişme kaybını kontrol örneğine kıyasla arttırmıştır. Buna rağmen tahıl kepekli makarna örnekleri (çavdar kepekli makarna hariç)

yapışkanlık açısından kontrolle eşdeğer puan almışlardır. Benzer şekilde Jyotsna vd. (2004), tel şehriye üretiminde farklı katkıların ürün kalitesine

olan etkilerini inceledikleri çalışmalarında ksilanaz enziminin (%0.012) üründe yapışkanlık olmadan kaliteyi geliştirdiğini rapor etmişlerdir.



Şekil 3. Makarna örneklerine ait duyu analiz sonuçları

Figure 3. The sensory analysis results of pasta samples

SONUÇ

Makarna üretiminde tahıl kepekleri kullanımı kontrol örneğine kıyasla L* değerinde azalmaya ve a* değerinde ise artışa neden olmuştur. Tahıl kepekleri kullanımı makarna örneklerinde ağırlık ve hacim artışı değerlerini yükseltmiş, sıklık değerinde ise azalmaya neden olmuştur. Ksilanaz+transglutaminaz uygulaması daha yüksek ağırlık ve hacim artışı ve daha düşük pişme kayıplarının elde edilmesini sağlamıştır. Genel olarak pirinç kepeği, diğer tahıl kepeklerine kıyasla makarna örneklerinde duyu analiz puanlarında daha çok azalmaya neden olmuştur. Pirinç kepeği ve çavdar kepeğinin makarna üretiminde %20'den daha düşük oranda kullanılması önerilebilir. Yulaf kepekli ve buğday kepekli makarna, diğer tahıl kepekli makarna çeşitlerine göre daha çok beğenilmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından 118O385 No'lu proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

Ajila, C.M., Aalami, M., Leelavathi, K., Rao, U.P. (2010.) Mango peel powder: A potential source of antioxidant and dietary fiber in macaroni preparations. *Innovative Food Sci Emerg Technol*, 11(1): 219-224, doi: 10.1016/j.ifset.2009.10.004

Başman, A., Köksel, H., Ng, P.K.W. (2002). Effects of transglutaminase on SDS-PAGE patterns of wheat, soy, and barley proteins and their blends. *J Food Sci*, 67(7): 2654-2658, doi: 10.1111/j.1365-2621.2002.tb08794.x

- Bellido, G.G., Hatcher, D.W. (2010). Ultrasonic characterization of fresh yellow alkaline noodles. *Food Res Int*, 43(3): 701-708, doi: 10.1016/j.foodres.2009.11.010
- Bellido, G.G., Hatcher, D.W. (2011). Effects of a cross-linking enzyme on the protein composition, mechanical properties, and microstructure of Chinese-style noodles. *Food Chem*, 125(3): 813-822, doi: 10.1016/j.foodchem.2010.08.008
- Bilgiçli, N. (2002). Fitik asitin beslenme açısından önemi ve fitik asit miktarı düşürülmüş gıda üretim metodları. *Selçuk Tar Bil Derg*, 16(30): 79-83.
- Bilgiçli, N., Elgün, A., Türker, S. (2006). Effects of various phytase sources on phytic acid content, mineral extractability and protein digestibility of tarhana. *Food Chem*, 98(2): 329-337, doi: 10.1016/j.foodchem.2005.05.078
- Egounlety, M., Aworh, O.C. (2003). Effect of soaking, dehulling, cooking and fermentation with *Rhizopus oligosporus* on the oligosaccharides, trypsin inhibitor, phytic acid and tannins of soybean (*Glycine max* Merr.), cowpea (*Vigna unguiculata* L. Walp) and groundbean (*Macrotyloma geocarpa* Harms). *J Food Eng*, 56(2-3): 249-254, doi: 10.1016/S0260-8774(02)00262-5
- Elgün, A., Ertugay, Z. (1995). *Tabul İşleme Teknolojisi*, Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları No:718, Erzurum, Türkiye, 198 s.
- Elgün, A., Türker, S., Bilgiçli, N. (2007). *Tabul Ürünleri Teknolojisi*, Selçuk Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye.
- Epler, S., Chambers, E., Kemp, K.E., (1998). Hedonic scales are a better predictor than just-about-right scales of optimal sweetness in lemonade. *J Sens Stud*, 13(2): 191-197, doi: 10.1111/j.1745-459X.1998.tb00082.x
- Ertaş, N. (2014). Reutilisation of rice by product: study on the effect of rice bran addition on physical, chemical and sensory properties of erişte. *Quality Assurance and Safety of Crops & Foods*, 6(2): 249-255, doi: 10.3920/QAS2013.0252
- Ertaş, N. (2018). Effects of baker's yeast addition on some properties and phytic acid content of tarhana prepared with different cereal and legume products. *Food and Health*, 4(1): 9-18, doi: 10.3153/JFHS18002
- Foschia, M., Peressini, D., Sensidoni, A., Brennan, M.A., Brennan, C.S. (2015). How combination of dietary fibers can affect physicochemical characteristics of pasta. *LWT-Food Science and Technology*, 61:41-46, doi: 10.1016/j.lwt.2014.11.010
- Francis, F.J. (1998). Colour analysis. In: *Food Analysis*, Nielsen, S.S. (Ed.). An Aspen Publishers, Maryland, Gaithersburg, USA, pp. 599-612.
- Jyotsna, R., Prabhasankar, P., Indrani, D., Rao, G.V. (2004). Effect of additives on the quality and microstructure of vermicelli made from *Triticum aestivum*. *Eur Food Res Technol*, 218(6): 557-562, doi: 10.1007/s00217-004-0887-4
- Kaur, G., Sharma, S., Nagi, H.P.S., Dar, B.N., (2012). Functional properties of pasta enriched with variable cereal brans. *J Food Technol*, 49(4): 467-474, doi: 10.1007/s13197-011-0294-3
- Kumar, V., Sinha, A.K., Makkar, H.P., Becker, K. (2010). Dietary roles of phytate and phytase in human nutrition: A review. *Food Chem*, 120(4): 945-959, doi: 10.1016/j.foodchem.2009.11.052
- Madenci, A.B. (2017). Besinsel lif ve antioksidan maddece zengin bileşenlerin yaş makarnanın bazı kalite özellikleri ve raf ömrü üzerine etkisi. Doktora Tezi, Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Doktora Tezi, Konya, Türkiye, 212 s.
- Oh, N.H., Seib, P.A., Chung, D.S., Deyoe, C.W. (1985). Noodle III. Effects of processing variables on the quality characteristics of dry noodle. *Cereal Chem*, 62(6): 437-440.
- Özkaya, B., Baumgartner, B., Özkaya, H. (2017). Effects of concentrated and dephytinized wheat bran and rice bran addition on bread properties. *J Texture Stud*, 49(1): 84-93, doi: 10.1111/jtxs.12286
- Özkaya, H., Kahveci, B., (1990). *Tabul ve Ürünleri Analiz Yöntemleri*, Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları, No:14, Ankara.
- Pandey, A., Szakacs, G., Soccol, C.R., Rodriguez-Leon, J.A., Soccol, V.T. (2001). Production,

- purification and properties of microbial phytases. *Bioresour Technol*, 77(3): 203-214, doi: 10.1016/S0960-8524(00)00139-5
- Patel, S. (2015). Cereal bran fortified-functional foods for obesity and diabetes management: Triumphs, hurdles and possibilities. *J Funct Foods*, 14: 255-269, doi: 10.1016/j.jff.2015.02.010
- Rakhesh, N., Fellows, C.M., Sissons, M. (2015). Evaluation of the technological and sensory properties of durum wheat spaghetti enriched with different dietary fibers. *J Sci Food Agric*, 95: 2-11, doi: 10.1002/jsfa.6723
- Rosa-Sibakov, N., Heiniö, R.L., Cassan, D., Holopainen-Mantila, U., Micard, V., Lantto, R., Sozer, N. (2016). Effect of bioprocessing and fractionation on the structural, textural and sensory properties of gluten-free faba bean pasta. *LWT-Food Science and Technology*, 67: 27-36, doi: 10.1016/j.lwt.2015.11.032
- Servi, S., Özkaya, H., Colakoglu, A.S. (2008). Dephytinization of wheat bran by fermentation with bakers' yeast, incubation with barley malt flour and autoclaving at different pH levels. *J Cereal Sci*, 48(2): 471-476, doi: 10.1016/j.jcs.2007.10.011
- Si, J.Q., Drost-Lustenberger, C. (2002). Enzymes for bread, pasta and noodle products. In: *Enzymes in Food Technology*, Whitehurst R.J., Law, B.A., 19-54 (eds.), Sheffield Academic Press-CRC Press, USA, pp. 19-54.
- Sudha, M.L., Ramasarma, P.R., Rao, G.V. (2011). Wheat bran stabilization and its use in the preparation of high-fiber pasta. *Food Sci Technol Int*, 17:47-53, doi: 10.1177/1082013210368463
- Susanna, S., Prabhasankar, P. (2015). Effect of different enzymes on immunogenicity of pasta. *Food Agric Immunol*, 26(2): 231-247, doi: 10.1080/09540105.2014.893999
- Takács, K., Nemedi, E., Marta, D., Gelencsér, É., Kovács, E. (2007). Use of the enzyme transglutaminase for developing gluten-free noodle products from pea flour. *Acta Aliment*, 36(2): 195-205, doi: 10.1556/AAlim.2007.0008
- Takács, K., Gelencsér, É., Kovács, E.T. (2008). Effect of transglutaminase on the quality of wheat-based pasta products. *Eur Food Res and Technol*, 226(3): 603, doi: 10.1007/s00217-007-0604-1
- Wang, F., Huang, W., Kim, Y., Liu, R., Tilley, M. (2011). Effects of transglutaminase on the rheological and noodle-making characteristics of oat dough containing vital wheat gluten or egg albumin. *J Cereal Sci*, 54(1): 53-59, doi: 10.1016/j.jcs.2011.02.010
- Yeyinli, N. (2006). Makarna kalitesinin belirlenmesinde tekstürel yöntemlerin kullanılabilirliği. Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Manisa, Türkiye, 71 s.
- Yılmaz-Tuncel, N., Kaya, E., Karaman, M. (2017). Rice bran substituted Turkish noodles (erişte): Textural, sensorial, and nutritional properties. *Cereal Chem*, 94(5): 903-908, doi: 10.1094/CCHEM-12-16-0289-R

İçindekiler / Content

Araştırmalar (İngilizce) / Researches (English)

- Arslan Burnaz, N., Hendek Ertop, M. *The effect of milk powder addition on the properties of bread quality and functionality / Süt tozu katkısının ekmek kalite özellikleri ve işlevselliği üzerine etkisi* 193-203
- Bay Yılmaz, B., Pekmez, H. *Quality characteristics and antioxidant properties of bread incorporated by black carrot (Daucus carota ssp. sativus var. atrorubens Alef) fiber / Siyah havuç (Daucus carota ssp. sativus var. atrorubens Alef) lifi ile zenginleştirilmiş ekmeğin kalite ve antioksidan özellikleri*.....290-298
- Ozdam, T. *Changes in physicochemical, microbiological and sensory characteristics of traditionally produced Turkish sucuk during ripening and storage: Natural or synthetic additives? / Geleneksel olarak üretilen Türk sucuğunun olgunlaşma ve depolama sırasındaki fizikokimyasal, mikrobiyolojik ve duyu özelliklerindeki değişiklikler: Doğal veya sentetik katkıları*329-339
- Deniz, E., Güneş Altuntaş, E., İğci, N., Ayhan, B. Özel Demiralp, D., Candoğan, K. *Detection of pork, horse or donkey meat adulteration in beef-based formulations by fourier transform infrared spectroscopy / Sığır eti karışımlarında domuz, at ve eşek eti tağışının fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi ile belirlenmesi*369-379
- Gerçekaslan, K.E., Boz, H. *Effect of potato flour substitute to wheat flour on the physical quality properties of cupcake / Buğday unu yerine patates unu ikamesinin kapkeklerin fiziksel kalite özellikleri üzerine etkisi*.....390-396

Araştırmalar (Türkçe) / Researches (Turkish)

- Güzel, N., Bahçeci, K. S. Çorum yöresi ballarının bazı kimyasal kalite parametrelerinin değerlendirilmesi / *Assessment of some chemical quality parameters of honeys produced in Çorum province*230-241
- Oruç, Y., İzgi, B. Çeşitli maden sularında anyon ve katyon miktarlarının belirlenmesi / *Determination of anion and cation amounts in various mineral waters*242-252
- Arslan Tontul, S. Karabuğdayın nem adsorpsiyon özelliklerinin belirlenmesi / *Determination of moisture adsorption properties of buckwheat*253-261
- Aykın Dinçer, E. Soğuk kurutulmuş tavuk eti dilimlerinin bazı kalite özellikleri / *Some quality properties of cold dried chicken meat slices*262-274
- Keskin, Ş., Mayda, N., Keskin, M., Özkök, A. Bilecik ballarının melissopalinojik ve kimyasal özellikleri açısından değerlendirilmesi / *Investigation of Bilecik honeys in terms of melissopalynology and chemical analyses*.....275-289
- Nalbant, D., Karagül Yüceer, Y. İnek ve keçi sütü kullanılarak üretilen probiyotik fermente süt ürünlerinin karakteristik özellikleri / *Characteristic properties of probiotic fermented dairy products made by using cow and goat milk*315-328
- Özyiğit, E., Eren, İ., Kumcuoğlu, S., Tavman, Ş. Diyet lifi ile zenginleştirilmiş glutensiz kek hamurlarının yüksek genlikli salınımlı kayma analizi (laos) ile reolojik karakterizasyonu / *Large amplitude oscillatory shear (laos) analysis of gluten-free cake batters: The effect of dietary fiber enrichment* .356-368
- Levent, H., Koyuncu, M., Bilgiçli, N., Adıgüzel, E., Dedeoğlu, M. Defitinize edilmiş tahıl kepeklerinin ve enzimlerin makarnanın fiziksel ve duyu kalitesi üzerine etkileri / *Effects of dephytinized cereal brans and enzymes on physical and sensory quality of pasta*397-407

Derlemeler (Türkçe) / Reviews (Turkish)

- Kilic Buyukkurt, O., Selli, S. Aroma maddelerinin salınımlarında etkili faktörler / *Factors affecting on the release of aroma compounds*204-216
- Ülkeryıldız Balçık, E., Torun, M., Şahin Nadeem, H. Gıda atıklarından aktif karbon üretimi ve aktif karbonun gıda endüstrisinde uygulamaları / *Production of active carbon from food wastes and the applications of active carbon in food industry*217-229
- Gürkan, H., Hayaloğlu, A. A. Acı tat algılanma mekanizması, süt ürünlerinde peptid kaynaklı acılığın giderilmesi ve güncel yaklaşımlar / *Bitter taste perception mechanism, removal of bitterness caused by peptide in dairy products and current approaches*299-314
- Yüksel, Ç., Atalay, D., Selen Erge, H. Yenilebilir kaplamaların taze kesilmiş meyve ve sebzelerde kullanımı / *Using edible coatings on fresh-cut fruits and vegetables*340-355
- Akal, C. Yetişemiyen, A. Probiyotik ve prebiyotik tüketiminin laktöz intoleransı üzerine etkileri / *The effects of probiotic and prebiotic consumption on lactose intolerance*380-389