T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN GLUKOMANNAN YAPILI BİYOPOLİMERLERİN KOMPOZİSYONEL, MOLEKÜLER, TERMAL VE ARAYÜZEY (HAVA/SU) ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

CEYDA VATANSEVER

YÜKSEK LİSANS TEZİ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
GIDA MÜHENDİSLİĞİ PROGRAMI

DANIŞMAN
DOÇ. DR. MUSTAFA TAHSİN YILMAZ

İSTANBUL, 2016

T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN GLUKOMANNAN YAPILI BİYOPOLİMERLERİN KOMPOZİSYONEL, MOLEKÜLER, TERMAL VE ARAYÜZEY (HAVA/SU) ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Ceyda Vatansever tarafından hazırlanan tez çalışması 11.05.2016 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Doç. Dr. Mustafa Tahsin YILMAZ

Yıldız Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri

Doç. Dr. Mustafa Tahsin YILMAZ

Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Doç. Dr. Mehmet BAŞLAR

Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Yrd. Doç. Dr. Safa KARAMAN

Erciyes Üniversitesi _____

Bu çalışma, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü' nün 2015-07-05-YL01 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

ÖNSÖZ

Öncelikle yüksek lisans eğitimimde bana her türlü desteği sağlayan ve beni yönlendiren tez danışmanım Sayın Doç. Dr. Mustafa Tahsin YILMAZ'a teşekkürlerimi sunarım.

Tezimin gerçekleşmesinde 2015-07-05-YL01 numaralı proje ile maddi destek sağlayan BAP birimine teşekkür ederim.

Tez çalışmamın tamamlanabilmesi adına bana tüm imkânları sağlayan Fen Bilimleri Enstitüsüne, Kimya-Metalürji Fakültesi Dekanlığına, Gıda Mühendisliği bölümüne ve bölümümüzün değerli öğretim üyeleri ile araştırma görevlilerine ve öğrencilerine teşekkürü bir borç bilirim.

Tez çalışmam sırasında çözüm odaklı yardımlarıyla sonuca ulaşmamda büyük katkısı olan Anton Paar çalışanı değerli Yüksek Kimyager Gizem AKAY'a şükranlarımı sunarım.

Son olarak eğitim hayatım boyunca desteğini hiç esirgemeyen Annem, ablam ve kız kardeşime, bu yolda her daim yanımda olan, beni cesaretlendiren ve tüm başarılarımla gururlanan sevgili Babam'a, yüksek lisansa başlamam konusunda beni destekleyen ve attığım her adımda yanımda olan maddi, manevi destekçim sevgili Eşim'e teşekkür ederim.

Mayıs, 2016

Ceyda VATANSEVER

İÇİNDEKİLER

Sayfa

SİMGE LİSTESİ viii

KISALTMA LİSTESİ ix

ŞEKİL LİSTESİ x

ÇİZELGE LİSTESİ xii

ÖZET xiii

ABSTRACT xv

BÖLÜM 1

GİRİŞ 1

1.1 Literatür Özeti 1
1.2 Tezin Amacı 2
1.3 Hipotez 2

BÖLÜM 2

LİTERATÜR ARAŞTIRMASI 4
2.1 Salep 4
2.2 Salebin Fizikokimyasal Özellikleri 5
2.3 Gamlar 5
2.3.1 Konjak Gam 6
2.4 Reoloji Kavramı 7
2.4.1 Salebin Reolojik Özellikleri 7
2.4.2 Gamların Reolojik Özellikleri 7
2.5 Arayüzey Reolojisi Kavramı 8
2.5.1 Arayüzey Reolojisi Parametreleri ve Film Oluşumu 9
2.5.2 Arayüzeyde Oluşan Filmin Belirlenmesi 11
2.5.3 Gamların Arayüzey Reolojik Özellikleri ile İlgili Yapılan Çalışmalar ... 11

BÖLÜM 3

MATERYAL METOT 14
3.1 Kompozisyonel Özelliklerin Belirlenmesi 14
3.1.1 Şeker İçeriklerinin Belirlenmesi 14
3.1.2 Nem, Protein ve Kül İçeriklerinin Belirlenmesi 15
3.1.3 Glukomannan ve Nişasta İçeriklerinin Belirlenmesi 15
3.2 Moleküler Özelliklerin Belirlenmesi 16
3.2.1 FT-IR Analizi 16
3.3 Termal Özelliklerin Belirlenmesi 16
3.3.1 DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizi 16
3.3.2 TGA (Termogravimetrik Analiz) 16
3.4 Salep ve Konjak Gam Çözeltilerinin Hazırlanması 16
3.5 Reolojik Özelliklerin Belirlenmesi 17
3.5.1 Arayüzey Reoloji Analizleri 17
3.5.2 Sabit Kayma (Steady Shear) Akış Davranış Özelliklerinin Belirlenmesi 18
3.5.3 Dinamik Kayma (Dynamic Shear) Akış Davranış Özelliklerinin Belirlenmesi 19
3.5.3.1 Deformasyon (Amplitude Sweep) Testi 19
3.5.3.2 Frekans Kayma (Frequency Sweep) Testi 20
3.5.3.3 3 Zamanlı Tiksotropik Test (3ITT) 20
3.6 İstatistiksel Analizler 21

BÖLÜM 4

BULGULAR VE TARTIŞMA 22
4.1 Kompoziyonel Özellikler 22
4.1.1 Şeker, Nem, Protein, Kül, Glukomannan ve Nişasta İçerikleri 22
4.2 Moleküler Özellikler 23
4.2.1 FTIR Sonuçları 23
4.3 Termal Özellikler 24
4.3.1 DSC ve TGA Analizleri 24
4.4 Reolojik Özellikler 28
4.4.1 Arayüzey Film Oluşum Grafikleri – Zaman Testi 28
4.4.2 Film Üzerinde yapılan Dinamik Reolojik Testler 29
4.4.2.1 Deformasyon Testi 29
4.4.2.2 Frekans Kayma Testi 30
4.4.2.3 3 Zamanlı Tiksotropik Test 32
3 Zamanlı Tiksotropik Testin Yorumlanması 35
4.4.3 Çözelti Üzerinde Dinamik Kayma Testleri 37
4.4.3.1 Deformasyon Testi 37
4.4.3.2 Frekans Kayma Testi 38
4.4.3.3 3 Zamanlı Tiksotropik Test 40
4.4.4 Çözelti Üzerinde Sabit Kayma Testi 43

BÖLÜM 5

SONUÇ VE ÖNERİLER 46

KAYNAKLAR 48

ÖZGEÇMİŞ 54

SİMGE LİSTESİ

%Dr	Deformasyon yüzdesi
A	Yüzey alanı
C	Yığın(bulk) konsantrasyonu
G_0	Viskoz modüllerin başlangıç değeri
$G^{'}$	Elastik modül
$G^{''}$	Viskoz Modul
Gi	Ürünün başlangıçtaki durumu
$Gi^{'}$	Arayüzey Elastik Modül
$Gi^{''}$	Arayüzey Viskoz Modül
K	Kıvam katsayısı
K	Boltzman sabiti
n	Akış davranış indeksi
R^2	Determinasyon katsayısı
T	Mutlak sıcaklık
γ	Kayma hızı
η	Görünür viskozite
τ	Kayma gerilimi
τo	Akma gerilimi (Yield stress)
ω	Açısal Hız
Γ	Yüzey konsantrasyonu
Π	Yüzey basıncı
γ	Arayüzeyin gerilimi
γ-w	Saf suyun yüzey gerilimi

KISALTMA LİSTESİ

3ITT	3 Zamanlı Tiksotropik Test
DSC	Differential Scanning Colorymetry(Diferansiyel Tarama Kalorimetresi)
FT-IR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (Infrared) Spektroskopisi
G	Gram
GK	Geri Kazanım
GK Süresi	Geri Kazanım Süresi
GM	Glukomannan
H2SO4	Sülfirik Asit
HPLC	Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
LVB	Lineer Viskoelastik Bölge
M	Molarite
N	Normalite
NaOH	Sodyum Hidroksit
NR	Geri Kazanımsız (No Recovery)
Pa	Paskal
TGA	Thermogravimetric Analysis (Termogravimetrik Analiz)

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2. 1 Rotasyonel bikonik disk reometresi [10] 9
Şekil 2. 2 Film oluşum grafiği [30]. 11
Şekil 4. 1 Salep ve konjak gam için FTIR sonuçları..... 23
Şekil 4. 2 Salebin termal ayrışmasının ve türevinin TGA termogramı..... 25
Şekil 4. 3 Konjak gamın termal ayrışmasının ve türevinin TGA termogramı..... 25
Şekil 4. 4 Salep için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi)..... 26
Şekil 4. 5 Konjak gam için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi) 27
Şekil 4. 6 Salep için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi üzerinde camsı geçiş sıcaklığının (Tg) belirlenmesi..... 27
Şekil 4. 7 Konjak gam için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi üzerinde camsı geçiş sıcaklığının (Tg) belirlenmesi 27
Şekil 4. 8 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltilerinin zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu..... 29
Şekil 4. 9 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltilerinin zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu 29
Şekil 4. 10 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltisi filminde deformasyona bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu 30
Şekil 4. 11 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltisi filminde deformasyona bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu..... 30
Şekil 4. 12 Farklı konsantrasyonlardaki salep filmlerinin açısal frekansa bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu..... 31
Şekil 4. 13 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam filmlerinin açısal frekansa bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu 31
Şekil 4. 14 % 2 konsantrasyondaki salep çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu..... 33
Şekil 4. 15 % 2,5 konsantrasyondaki salep çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu 33
Şekil 4. 16 % 3 konsantrasyondaki salep çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu..... 34
Şekil 4. 17 % 0,4 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu 34
Şekil 4. 18 % 0,5 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu 34

Şekil 4. 19 % 0,6 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu 35
Şekil 4. 20 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltisinde deformasyona bağlı elastiklik ve viskozluk 37
Şekil 4. 21 Farklı konsantrasyonlarınlardaki konjak gam çözeltisinde deformasyona bağlı elastiklik ve viskozluk 38
Şekil 4. 22 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltilerinin açısal frekansa bağlı elastiklik ve viskozluk 38
Şekil 4. 23 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltilerinin açısal frekansa bağlı elastiklik ve viskozluk 39
Şekil 4. 24 % 2 konsantrasyondaki salep çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk 40
Şekil 4. 25 % 2,5 konsantrasyondaki salep çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk 40
Şekil 4. 26 % 3 konsantrasyondaki salep çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk 41
Şekil 4. 27 % 0,4 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk 41
Şekil 4. 28 % 0,5 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk 41
Şekil 4. 29 % 0,6 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk 42
Şekil 4. 30 Farklı konsantrasyonlarınlardaki salep çözeltilerinin kayma hızına bağlı kayma basıncı 43
Şekil 4. 31 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltilerinin kayma hızına bağlı kayma basıncı 44

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2. 1 Suda çözünebilir gam çeşitleri ve kaynakları [19] 6
Çizelge 4. 1 Salep ve konjak gamın kimyasal ve şeker kompozisyonları 23
Çizelge 4. 2 Power Law modele göre belirlenen determinasyon katsayısı (R^2), elastik ve viskoz modülü kıvam katsayısı ve akış davranış indeksi değerleri 32
Çizelge 4. 3 Salep filminin konsantrasyona bağlı deformasyon ve geri dönüşümünün 2. dereceden elastik modül parametreleri 36
Çizelge 4. 4 Salep filminin konsantrasyona bağlı 2. dereceden deformasyon ve geri dönüşümünün viskoz modül parametreleri 36
Çizelge 4. 5 Konjak filminin konsantrasyona bağlı 2. dereceden deformasyon ve geri dönüşümünün elastik modül parametreleri 36
Çizelge 4. 6 Konjak filminin konsantrasyona bağlı 2. dereceden deformasyon ve geri dönüşümünün viskoz modül parametreleri 37
Çizelge 4. 7 Power Law modele göre belirlenen determinasyon katsayısı (R^2), elastik ve viskoz modülü kıvam katsayısı ve akış davranış indeksi değerleri 39
Çizelge 4. 8 Salep ve konjak gam çözeltilerinin konsantrasyona bağlı deformasyon ve geri kazanımının 2. dereceden elastik ve viskoz modül oranları 43
Çizelge 4. 9 Power Law modele göre belirlenen determinasyon katsayısı (R^2), kıvam katsayısı ve akış davranış indeksi değerleri 45

ÖZET

GIDA ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN GLUKOMANNAN YAPILI BİYOPOLİMERLERİN KOMPOZİSYONEL, MOLEKÜLER, TERMAL VE ARAYÜZEY (HAVA/SU) ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Ceyda VATANSEVER

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mustafa Tahsin YILMAZ

Bu çalışmada, doğal arayüzey ajanı olarak kullanılan salep ve konjak gamın reolojik, arayüzey reolojik, moleküler, termal ve kompozisyonel özellikleri belirlenmiştir. Salep ve konjak gamın ortak özelliği glukomannan içermeleri ve bu sayede arayüzeyde kuvvetli bir adsorpsiyon filmi oluşturabilmesidir.

Salep ve konjak gamın sırasıyla % 2-3 ve % 0,4-0,6 konsantrasyonlarda saf suyla çözeltileri hazırlanmış ve ardından reolojik ve arayüzey reolojik özellikleri bikonik disk reometresi kullanılarak incelenmiştir. Film oluşumu sırasında tüm veriler kaydedilmiş ve tüm deneyler su/hava arayüzeyinde gerçekleştirilmiştir. Viskoelastik parametreler (G^{I}, G^{II}) reometre ile ölçülmüştür. Viskoelastik parametreler, zamana ve konsantrasyon artışına paralel olarak artış göstermiş böylece her iki örneğin de konsantrasyon arttıkça daha kuvvetli film oluşturabildiği görülmüştür. Film dayanıklılığı, frekans kayma ve 3 zamanlı tiksotropik test ile karakterize edilmiştir. Kompozisyonel analizler sonucunda konjak gamın salebe göre daha yüksek oranda glukomannan içerdiği tespit edilmiştir. 3ITT analizlerinin sonucunda da konjak gamın daha düşük konsantrasyonlarda hazırlanmasına rağmen yüksek oranda glukomannan içermesinden dolayı salebe göre daha dirençli film olduğu gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Arayüzey reolojisi, konjak gam, salep, 3ITT, adsorbsiyon filmi

ABSTRACT

DETERMINATION OF COMPOSITIONAL, MOLECULAR, THERMAL AND INTERFACIAL (AIR/WATER) PROPERTIES OF GLUCOMANNAN BASED BIOPOLYMERS USED IN FOOD INDUSTRY

Ceyda VATANSEVER

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Adviser: Assoc. Prof. Mustafa Tahsin YILMAZ

In this study, salep and konjac gum were used as natural interfacial agents. Rheological, interfacial rheological, molecular, thermal and compositional analysis were examined for all samples. Both salep and konjak gum contain glucomannan, according to compositional analysis which makes them form strong adsorption films on interfaces. In order to compare the interfacial performance of these two agents, first of all solutions were prepared by mixing water with the agents. Salep and konjak gum solutions were prepared at varying concentrations, respectively 2-3 % and 0,4-0,6 %. Afterwards, interfacial and rheological properties were investigated by the biconic disc rheometer. During film formation, all data were saved and whole the experiments were studied on water / air interface. Viscoelastic parameters ($G^{'}$, $G^{''}$) were measured via rheometer. According to the viscoelastic parameters, both gums had film forming capabilities which increased as a function of time and concentration. Finally, film endurance was observed with 3ITT and frequency sweep tests. As a result of 3ITT, it can be concluded that konjak gum, although having lower concentration than salep, ensured stronger films compared to salep due to its higher glucomannan content.

Key Words: Interfacial rheology, konjac gum, salep, 3ITT, adsorption film

BÖLÜM 1

GİRİŞ

1.1 Literatür Özeti

Besleyici ve güvenli olmasının yanında gıdalarda tüketici isteklerini karşılayabilecek pek çok kalite özelliği aranmaktadır. Özellikle gıdaların fiziksel özellikleri, tüketimi sırasında ağızda bıraktığı his, görünüş, stabil bir yapıya sahip olması vb. tüketici kabulü üzerinde oldukça etkilidir. Emülsiyon ve köpük gibi homojen görünümlü heterojen yapılı gıdaların stabilitesini sağlamak için emülgatör ve stabilizatör gibi katkılara ihtiyaç duyulmaktadır. Stabilizatör ve emülgatörler, gıdalarda yüzey gerilimini düşürerek ince ve homojen bir yapının oluşmasını sağlar. Stabilizatörler, gıdaların raf ömrünü uzatarak, oluşabilecek fiziksel kusurları önleme, viskozite, doku ve duyusal kaliteyi olumlu yönde etkileme gibi özellikleri ile yaygın olarak tercih edilen maddelerdir. İki faz arasında oluşan arayüzeydeki serbest enerjiyi düşürerek ve süreksiz fazı meydana getiren damlacıkların etrafında bir adsorbans filmi oluşturarak stabiliteyi sağlarlar [1], [2].

Bu çalışmada gıdalarda fiziksel özellikleri geliştirmek ve özellikle köpük oluşumunda fiziksel stabiliteyi sağlamak için, salep ve konjak gam örnekleri üzerinde analiz yapılmıştır. Stabilizatör olarak kullanılan salep ve gamların arayüzeyde adsorbans filmi oluşturabilme özellikleri ve filmlerin arayüzey dinamik reolojik özellikleri çalışılmıştır.

Salep orkide bitkisinin yumrularından elde edilmektedir. Orkide ülkemizin birçok bölgesinde doğal olarak yetişmekte gıda ve ilaç hammaddesi olarak kullanılan salep elde edilmektedir. Salep yurdumuzda özellikle Kahramanmaraş dondurmasında stabilizatör olarak kullanılmaktadır. Dondurmada erimeyi geciktirme ve lezzeti

geliştirme özellikleriyle kullanımı oldukça geçerli bir hammadde olarak kabul edilmektedir. Salep ekstraktının en önemli karakteristik özelliği viskoz özellikteki reolojisidir, bu da geleneksel içecek ve dondurmalarda kullanılmasının temelini oluşturur [3], [4], [5], [6], [7]. Salebin arayüzeyde oluşturduğu filmin incelendiği bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır.

Gamlar, genel ağız hissi özelliklerini ve gıdalarda fiziksel stabiliteyi artırarak gıda ürünlerinin genel kabul edilebilirliği üzerinde önemli bir rol oynar. Gamlar gıda sanayiinde jelleştirici, süspanse edici, emülsiyon oluşturucu (emülgatör), stabilize edici, koyulaştırıcı (kıvam artırıcı), bağlayıcı, berraklaştırıcı, kapsülleyici, kaplayıcı ve köpük tutucu özellikleri sebebiyle yaygın olarak kullanılmaktadır [8], [9]. Gamların stabilizasyon özelliklerini inceleyen birçok çalışma bulunmaktadır. Gamlar arayüzeylerde adsorbsiyon tabakası oluşturarak yapının stabilitesini sağlamaktadırlar [10], [11], [12], [13], [14].

Sonuç olarak, doğal polimerler olan salep ve konjak gam maddelerinin arayüzey özelliklerin belirlenmesi, araştırılmamış kaynakların literatüre kazandırılması açısından önem arz etmektedir.

1.2 Tezin Amacı

Bu çalışmayla doğal polimer olan salep ve konjak gam örneklerinin gıdaları stabilize etmek amacıyla kullanılabilirliği, arayüzey reolojisi aracılığıyla araştırılmıştır. Bu amaçla;

- Hammaddelerin temini piyasadan hazır olarak sağlanmıştır.
- Uygun konsantrasyondaki çözeltiler ön deneme yapılarak hazırlanmıştır.
- Arayüzeyde film oluşturma özelliği bikonik disk reometresi ile incelenmiştir.
- Film oluşturabilen örnekler üzerinde dinamik reolojik testler uygulanmış ve sonuçlar yorumlanmıştır.

1.3 Hipotez

Reolojik çalışmalar, gıdaların fiziksel özelliklerini araştırma konusunda oldukça önem arz etmektedir. Reoloji biliminin bir parçası olan arayüzey reolojisi ise oldukça güncel

olan, hassas ve dikkatli çalışmayı gerektiren bir konudur. Bu sebeple özellikle üzerinde daha önce çalışılmamış örnekler olan salep ve konjak gam örneklerinin arayüzey film oluşturma özellikleri literatüre yeni bilgilerin kazandırılması yönüyle önemsenmektedir. Bu çalışma, literatürde salep numunesinin film oluşturabilme özelliklerinin arayüzey reolojisiyle incelendiği ilk çalışma olma özelliği taşımaktadır.

BÖLÜM 2

LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1 Salep

Salep orkide bitkisinin yumrularından elde edilmektedir. Orkide ülkemizin birçok bölgesinde doğal olarak yetişmekte gıda ve ilaç hammaddesi olarak kullanılan salep elde edilmektedir. Salep orkidelerinin en yaygın bulunduğu bölgeler Kuzey Anadolu (Kastamonu), Güney Anadolu (Muğla, Antalya, Silifke), Güneydoğu Anadolu (Kahramanmaraş, Adıyaman Malatya) ve Doğu Anadolu (Van, Muş, Bitlis)'dur [3].

Yüzyıllardan beri Anadolu'da elde edilen bitkisel kaynaklardan biri de saleptir. Dondurma yapımında kullanılmakta ve özellikle kış aylarında sıcak içecek olarak tüketilmektedir. Salep bitkilerinin dahil olduğu Ochidacea familyasına ait 24 cins ve 90 civarı tür saptanmıştır. Doğu Akdeniz Bölgesi bu cins ve türlerin büyük bir miktarının yaygınlık gösterdiği bölgelerden biridir. Salep, yumrulu orkidelerden elde edilmesine rağmen tüm yumrulu cinsler bu amaç için uygun değildir. Daha çok Orchis, Anacamptis, Ophyrs, Serapias, Himantoglossum, Barlia gibi ovoid yumrulu olanlarla Dactylorhiza gibi parçalı yumruya sahip orkidelerin farklı türleri salep elde edilmesinde kullanılmaktadır [15].

Salep bitkisinin yumruları her yıl tek bir yavru yumru meydana getirmekte ve yeni yumru geliştikçe eski yumru kendi kendine bozulup ortadan kalkmaktadır. Türkiye'de yetişen orkidelerin yumrularından asırlarca salep elde edilmiş, hem yurt içinde kullanılmış hem de ihracatı gerçekleştirilmiştir [16].

2.2 Salebin Fizikokimyasal Özellikleri

Salep yurdumuzda özellikle Kahramanmaraş dondurmasında stabilizatör olarak kullanılmaktadır. Dondurmada erimeyi geciktirme ve lezzeti geliştirme özellikleriyle kullanımı oldukça geçerli bir hammadde olarak kabul edilmektedir. Salebin kimyasal içeriği elde edildiği orkide türüne göre değişmekte olup bu kompozisyona bağlı olarak hammadde şeklinde gıdalarda kullanımı doğrultusunda kaliteye olan etkisi de değişmektedir. Buna göre salep türlerinin glukomannan içeriği % 7-61, nişasta % 1-36, azotlu maddeler % 0,5-1, kuru madde kül miktarı % 0,2-6 arasında değişebilmektedir [4].

2.3 Gamlar

Gam terimi ilk defa zamk, yapışkan, bitkilerden sızan doğal maddeleri ifade etmek için kullanılmıştır. Zamk, hidrokolloid, sakız gibi isimlerle de bilinen gamlar, gıdalarda fazlaca işlevi olan maddelerdir. Bunlar, gıda maddelerinin üretiminde istenilen yapıyı meydana getirmek, belli bir yapıyı korumak veya iyi hale getirmek doğrultusunda kullanılan katkı maddeleridir. Stabilizatörler bu fonksiyonlarını, gıdanın farklı fazları arasına homojen olarak girerek ve ortama stabil bir yapı kazandırarak gerçekleştirirler [17].

Hidrokoloidler, genel ağız hissi özelliklerini ve gıdalarda fiziksel stabiliteyi arttırarak gıda ürünlerinin genel kabul edilebilirliği üzerinde önemli bir rol oynar. Örneğin, jelatin 'ağızda erime' ve tipik bir doku oluşturma özelliklerinin önemini benzersiz reolojik özelliğine borçludur. Gamlar ve stabilizatörler, bir dizi gıda formülasyonuna dahil edilmiştir. Özellikle, dağıtım ve depolama sırasında meydana gelebilecek, kristalizasyon, yer çekiminden kaynaklı çökelme ve mekanik ayrışma gibi istenmeyen fiziksel süreçleri engellemek için kullanılmaktadır. Gıda ürününe gam eklenmesi azımsanmayacak derecede gıdanın karakterini değiştirir. Bu değişiklikler, tüketici kabulüne ulaşmada yüksek önem arz etmektedir [9].

Gamlar gıda sanayiinde jelleştirici, süspanse edici, emülsiyon oluşturucu (emülgatör), stabilize edici, koyulaştırıcı (kıvam arttırıcı), bağlayıcı, berraklaştırıcı, kapsülleyici, kaplayıcı ve köpük tutucu özellikleri sebebiyle yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [8].

Genellikle suda çözünebilir gamlar olarak bilinen hidrokolloidler çeşitli biyolojik kaynaklardan elde edilen ve değişik arıtma işlemlerine tabi tutulan ve esas olarak çözünebilir liflerden oluşan polimerik karbonhidratlardır. Hidrokolloidlerin birçoğu molekül içinde birleşmiş olarak kalsiyum, potasyum, magnezyum ve bazen de diğer metalik katyonları bulunduran anyonik veya nötral kompleks ve dallanmış heteropolisakkaritlerin bir grubunu oluşturmaktadırlar. Düzgün, tek düze bir yapıyı oluşturmak, stabilize ve emülsifiye etmek, kıvam artırmak ve daha birçok amaç için kullanılır [17], [18], [19]. Çizelge 2.1'de suda çözünebilir gam çeşitleri yer almaktadır.

Çizelge 2. 1 Suda çözünebilir gam çeşitleri ve kaynakları [19]

Tip	**Kaynak**	**Tip**	**Kaynak**
Reçine Gamları		**Deniz Yosunu**	
Gam arabik	*Acacia*	Karagenan	*Chondrus, Eucheuma*
Karaya	*Sterculia*	Agar	*Gracilaria, Gelidium*
Tragakant	*Astarcalus*	Aljinat	*Larrinaria, Macrocystis*
Tohum		**Mikrobiyel**	
Guar	*Cyamopsis*	Ksantan Gam	*Xanthamonas compestris*
Keçi Boynuzu	*Ceratonia Siliqua*	Gellan Gam	*Pseudomonas clodea*
Bitki Ekstraktları		**Modifiye Gamlar**	
Pektinler	Elma, turunçgil	Selüloz	Sodyum karboksi metil
Konjak unu	*Amorphophallus*	Selüloz Jel	Mikrokristalin selüloz
		Metil Selüloz	Metil selüloz
		HPMC	Hidroksipropilmetil selüloz

2.3.1 Konjak Gam

Konjak gam *Araceae* familyasına ait bitkiden elde edilmiş yumruların toz haline getirilmesiyle elde edilmektedir. %70-90 aralığında glukomannan içermektedir ve diğer adları da glukomannan ve konjak mannandır. Birçok gıda maddesinde jelleştirme ajanı olarak kullanılmaktadır [20].

Konjak gam kalsiyum hidroksit veya sodyum/potasyum karbonat gibi alkali koagülantlar içerisinde çözündüğünde, asetilasyon meydana gelir ve termal olarak stabil jel formu oluşturur. Jel formunun oluşma hızı ortamın pH ve sıcaklığına bağlıdır. Jel oluşumu genelde pH 9-10 aralığında iken görülür, sıcaklık 200 °C'lerin üzerine çıksa

bile jel, termal olarak stabilitesini korur. Konjak gam kalınlaştırıcı ve jelleştirici ajan olarak geleneksel Asya yemeklerinde kullanılır [21].

2.4 Reoloji Kavramı

Reoloji kavramı ilk kez 1928'de C.Bingham tarafından kullanılmıştır. Akışkanların uygulanan basınca karşı gösterdiği direnç ölçülerek akış davranışları hakkında yorum yapılmaktadır [22]. Reolojik özellikler, akışkanların hem son üründe hem de işleme sırasındaki spesifikasyonlarının belirlenmesi açısından önemlidir. Emülsiyonların reolojik özelliklerinin bilinmesi fiziksel stabiliteleri açısından önemlidir [23]. Emülgatör olarak kullanılan maddeler arayüzey gerilimini düşürürler. Emülsiyonlarda ara yüzey oluşturan emülgatör görevindeki gamların reolojik özellikleri ise, bu gamların emülsiyon stabilitesine katkısı hakkında bilgi sahibi olmak için ölçülmektedir [10].

2.4.1 Salebin Reolojik Özellikleri

Salep ekstraktının en önemli karakteristik özelliği karakteristik viskoz reolojisidir, bu da geleneksel içecek ve dondurmalarda kullanılmasının temelini oluşturur. Su ve şeker karışımları üzerinde yapılan çalışmalarda, eklenen salebin Newton tipi akış davranışından Newton tipi olmayan akışa geçişi sağladığı görülmüş böylece iyi bir su – polisakkarit karışımına örnek olmuş ve görünür viskozitenin sıcaklıkla olan güçlü ilişkisi de gösterilmiştir [5], [6], [7].

Bir çalışmada salep sıvı çözeltilerinde viskozite ölçümleri 20 – 50°C sıcaklık ve 0,13 - 300 saniye kesme hızı aralığında kayma kontrollü reometre ve Z20 içe içe silindirik sensörü kullanılarak sabit kayma analizleri yapılmış. Salep çözeltisinin kayma hızıyla viskozitesi azalan psödoplastik davranış gösterdiği saptanmıştır. Tek bir model geliştirilerek Arrhenius eşitliği kullanılarak kıvam indeksi katsayısı belirlenmiştir [24].

2.4.2 Gamların Reolojik Özellikleri

Gam çözeltileri genelde Newton tipi olmayan psödoplastik ve kaymayla incelen davranış gösterir, böylece kayma hızı artarken görünür viskozitede azalma meydana gelir. Gam çözeltilerinin akış davranışlarını inceleyen birçok model bulunmakla birlikte Üslü Yasa (Power Law) modeli en yaygın olanıdır [7].

Bir çalışmada, konjak gamın değişen konsantrasyonlarda hazırlanmış çözeltilerinde, farklı kayma hızlarına göre değişen görünür viskozite 70°C'de kapiler reometre kullanılarak kaydedilmiştir. Konjak gam solüsyonlarının viskozitesi artan kayma hızına rağmen düşmüş ve termoplastik polimerler için genelde olan şekliyle kaymayla incelen akış davranışı göstermiştir. Sıcaklık artışı oldukça akış davranışı farklılık göstermiş ve sıcaklık artışının bir fonksiyonu olarak paralel bir akış davranışı ortaya konulamamıştır [25].

Sanchez vd. tarafından yapılan bir çalışmada, pH'sı 4,2 olan gam arabik dispersiyonlarının akış davranışları ve viskoelastik özellikleri kayma kontrollü ve eş eksenli silindir reometresiyle ölçülmüştür. %3 – 32 konsantrasyon aralığındaki gam arabik dispersiyonları 10 s^{-1} kayma hızı altında kaymayla incelen davranış göstermiştir. %3 konsantrasyonda ki örnekler 1 s^{-1} kayma hızı altında zamana bağlı kalınlaşan akış davranışı göstermiştir [26].

Bir diğer çalışmada ise hazırlanan gam arabik ve peynir altı suyu tozu emülsiyonları üzerinde sabit kayma reolojik analizleri yapılmış ve tüm örnekler psödoplastik davranış göstermiştir. Görünür viskozite değerleri deneysel olarak Power Law eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır [27].

2.5 Arayüzey Reolojisi Kavramı

Arayüzey kavramı, iki fazlı sistemler için kullanılır. Bu fazlar sıvı/sıvı veya sıvı/hava şeklinde olabilir. Arayüzey emülsiyon ve köpük kavramı içerisinde açıklığa kavuşturulabilir. Emülsiyon ve köpük birbiri içinde karışmayan iki maddenin (yağ, su, hava) karışımından oluşturulmuş, aslında heterojen olan fakat homojen hale getirilmiş sistemlerdir. Arayüzey alanı, emülsiyon ve köpüğü oluşturan iki fazın etkileşime geçerek stabilizasyonun sağlandığı alandır. Bu yüzden emülsiyon ve köpük oluşturmak için geniş bir arayüzey oluşturmalı, bu alanda iç yüzey enerjisi sağlanmalı ve ara yüzeyde ki gerilim düşürülmelidir [23].

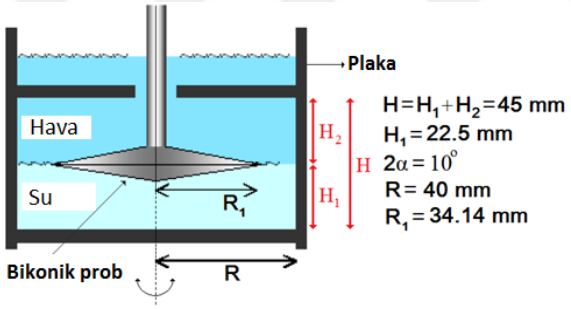
Arayüzey reolojisinde yağ/su veya hava/su arayüzeylerindeki adsorbsiyon tabakalarının deformasyonu ve akışı incelenmektedir. Reometre cihazı kullanılarak arayüzey kayma modelleri ölçülmekte, sabit ve dinamik özellikler belirlenmektedir [10].

Arayüzey reolojisi, arayüzeyde oluşan deformasyon ve arayüzeye uygulanan stres arasındaki ilişkiyi ve stres sonucu akışkan fazlarının akış davranış özelliklerini incelemektedir. Literatürde bu konuyla ilgili pek çok ölçüm yöntemi bulunmaktadır. Ölçüm yöntemleri doğrudan veya dolaylı olmak üzere ikiye ayrılır:

- Dolaylı yöntem görüntü analizleridir, iz bırakan parçacıkların ara yüzeydeki hareketleri incelenir.
- Doğrudan yöntem ise arayüzeyde probun dönmesiyle oluşan deformasyonu inceler [10].

Yüzey kayma ve basınç parametrelerinin ölçümü için birçok deneysel ölçüm sistemi bulunmaktadır. Genelde çözünmeyen tabakalar için kanal viskozimetresi ve çözünen tabakalar için osilasyon diski kullanılmaktadır [28].

Arayüzey tabakaları oldukça hassas olduğu için ölçüm yöntemlerinin doğru seçilmesi ölçüm doğruluğu açısından önemlidir. Arayüzey reolojik test ekipmanı olarak son zamanlarda rotasyonel bikonik disk reometresi (Şekil 2.1) kullanılmaktadır [10].



Şekil 2. 1 Rotasyonel bikonik disk reometresi [10]

2.5.1 Arayüzey Reolojisi Parametreleri ve Film Oluşumu

Arayüzeyde film oluşumu iki şekilde gerçekleşir;

- Arayüzeye yüzey aktif madde eklenmesi ile kendiliğinde ani bir yayılma (spread) filmi oluşumu,
- Makro moleküllerin zamanla yüzeye emilimi (adsorbsiyon) sonucu arayüzeyde tek katman (monolayer) oluşması [29], [38].

Bu çalışmada, film oluşumu makro moleküllerin adsorbsiyonu ile gerçekleştirilmiştir. Monolayer oluşumu, yüzey moleküllerinin polar kısımlarının su ile bağlanması ve

hidrofobik kısımların da hava ile bağlantı kurması şeklinde gerçekleşir. Yüzey gerilimi 'yüzey basıncı' kavramı 'Π' ile açıklanabilir:

$$\gamma = \gamma_w - c \tag{2.1}$$

γw; saf suyun yüzey gerilimini ifade ederken, γ;arayüzeyin gerilimini ifade eder. Çözünebilir yüzey aktif maddeler için adsorbe olan miktarı bulmak oldukça zordur çünkü moleküllerin birçoğu yığın(bulk) fazın içinde çözünmüştür. (2.1) eşitliğinde yer alan termodinamik teoriye göre yüzey konsantrasyonu 'Γ', bulk konsantrasyonu 'C' ile bağlantılıdır:

$$\Gamma = -1 / kT * (\partial\gamma / \partial \ln C) \tag{2.2}$$

k; Boltzman sabiti, T; mutlak sıcaklıktır. (2.2) eşitliği 'Gibbs Eşitliği' olarak adlandırılır. Yüzey elastisitesi (storage modulus) ve yüzey viskozisitesi (loss modulus) ilave özellikler eklenerek ortaya konulabilir.

Bulk sistemiyle analoji kurularak elastik modül tanımlanabilir:

$$\varepsilon = -A * (\partial\Pi / \partial A) \tag{2.3}$$

A; yüzey alanı. Çözünmeyen moleküller; $\Gamma \sim 1 / A$:

$$\varepsilon = \Gamma * \partial\Pi / \partial\Gamma \tag{2.4}$$

Frekans 'ω' ın sinüsoidal deformasyonunun doğrusal karşılığı, kompresyon viskozitesi olan k kompleks modülü (storage modül ve loss modül) ile tanımlanabilir.

$$\varepsilon = \varepsilon + i\omega\kappa \tag{2.5}$$

Bu parametreler aynı zamanda dilatasyonel parametreler olarak da adlandırılır.

Yüzey aktif maddeler ile monolayer oluşturarak stabilize edilen sırasıyla hava/su ve yağ/su; köpük ve emülsiyon arayüzeyleri (2.3), (2.4), (2.5) eşitlikleri ile ifade edilmiştir. Monolayer adsorpsiyonunun bir sonucu olarak arayüzeyler viskoelastik hale gelmiştir.

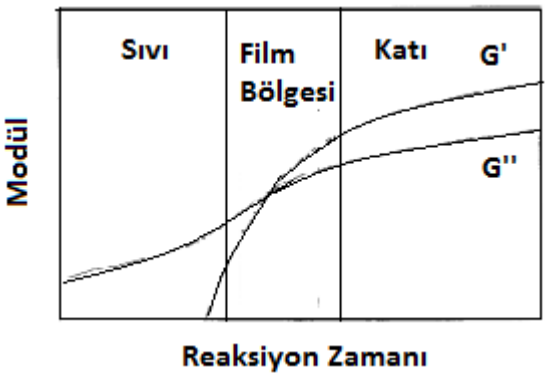
Köpükleşme, emülsifikasyon, köpük ve emülsiyon stabilitesi yüksek oranda arayüzeyde oluşan filmin elastisisite ve viskositesine bağlıdır. Arayüzeydeki ince filmin (thin film)

viskoelastisitesi ölçülerek model eşitlikleri sayesinde, stabilite hakkında yorum yapılabilmektedir [28].

2.5.2 Arayüzeyde Oluşan Filmin Belirlenmesi

Arayüzeyde oluşturulan filmin determinasyonu için jelleşme noktasının belirlenmesi gerekir ve bunun için de farklı yöntemler kullanılmaktadır. Jelleşme noktasının belirlenmesi, sabit yatışkan (steady state) viskozitenin sonsuz (infinite) viskoziteye olan ekstrapolasyonu ile mümkün olabilmekte ve bu en kolay yöntem olarak gösterilmektedir. Buna rağmen bazen viskozitenin artışı jelleşme sanılırken aslında örneğin deforme olduğu anlamına gelebilir.

Jelleşme noktasının belirlenmesi için kullanılan bir diğer yöntem ise zamana bağlı osilasyon testinde depo ($G^{'}$) ve kayıp ($G^{''}$) modüllerinin çapraz yer değiştirmesi (crossover)'dir. Sıvı kısımda (liquid state) viskoz özellikler baskındır, $G^{''} > G^{'}$, depolanan enerjiden daha fazlası harcanmıştır. Katı kısımda (solid state) elastik özellikler baskındır, $G^{'} > G^{''}$, harcanan enerjiden daha fazlası depolanmıştır. Sonuç olarak Şekil 2.2'de $G^{'}$ ve $G^{''}$ arasındaki yer değiştirme (crossover) noktası jelleşme noktası kabul edilmektedir [30].



Şekil 2. 2 Film oluşum grafiği [30].

2.5.3 Gamların Arayüzey Reolojik Özellikleri ile İlgili Yapılan Çalışmalar

Gamların stabilizasyon özelliklerini inceleyen birçok çalışma bulunmaktadır. Gamlar arayüzeylerde adsorbsiyon tabakası oluşturarak yapının stabilitesini sağlamaktadır [10]. Ayrıca arayüzey geriliminin düşmesiyle dispersiyon ara yüzeydeki serbest yüzey enerjisi de düşer [23].

Munoz vd. [11] farklı sıcaklıklarda *Acacia tortuosa* gamın sulu dispersiyonlarının reolojik özelliklerini incelemişlerdir. Sabit reolojik testler sonucu 20° C'de %15-40 yoğunluk aralığındaki tüm gam solüsyonlarının kaymayla incelen Newton tipi olmadığı gözlemlenmiştir. Yüzey gerilim testleri uygulanmış ve arayüzey gerilimi düşürücü etki gösterdiği saptanmıştır. Sonuç olarak *Acacia tortuosa* gamın gıda emülsiyonlarında emülgatör ve stabilizatör olarak kullanılabileceği sonucu çıkarılmıştır.

Bir çalışmada *Cedrela odorata* gamın sulu dispersiyonları üzerine reolojik testler uygulanmıştır. Ağaç reçinesinden elde edilen bu gam çeşidinin, dinamik reoloji özellikleri incelendiğinde viskoelastik özelliklerinin oldukça yüksek olduğu görülmüştür. Böylece emülgatör ve stabilizatör olarak kullanılabileceği saptanmıştır. Sabit reolojik özelliklerine bakıldığında ise Newton tipi olmayan akış davranışı sergilediği Cox-Merz kuralına uymadığı saptanmıştır [12].

Farzi vd. [14], farklı bitki türlerinden (*Astragalus compactus*, *A. Gossypinus, A. Rahensis)* elde ettikleri gam taragakant numunelerinin emülsiyon stabilitesine olan etkilerini karşılaştırmak amacıyla bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Emülsiyon stabilite indeksi, partikül boyut dağılımı, sabit ve dinamik reolojik özellikler ve yüzey gerilim özellikleri testleri yapılarak yorumlanmıştır. Reolojik araştırmaların sonucunda tüm türlerde konsantrasyon artışı sonucunda kıvam indeksinin, görünen vizkositenin ve dinamik modül olarak viskoelastik özelliklerin arttığı gözlemlenmiştir.

Erni vd. [10], gam arabik ile hidrofobik modifiye nişastanın yağ/su arayüzey reolojik özelliklerini karşılaştırmak amacıyla rotasyonel bikonik disk reometresinde ölçüm yapmışlardır. Dinamik ölçümler sonucunda arabik gamın oldukça güçlü ve viskoelastik arayüzey filmleri oluşturduğu gözlenmiştir.

Bir çalışmada *Acacia senegal* ve *Acacia seyal*'den elde edilen gam arabik numunelerinin sıvı çözeltilerinin sıvı/hava ve sıvı/sıvı arayüzeylerine; konsantrasyonun, olgunlaştırmanın ve enzim degradasyonunun etkisi araştırılmıştır. Her iki gamın da artan zaman ve konsantrasyonun bir fonksiyonu olarak arayüzey filmi oluşturabildiği görülmüştür. Arabinogalaktan protein konsantrasyonunun yüksekliğine bağlı olarak *A.senegal* gam örneklerinin *A.seyal* örneklerine göre daha yüksek arayüzey elastisitesine sahip olduğu saptanmıştır. Bu iki gamın yağ/su arayüzeylerinde farklı

elastisite ve viskozite değerlerine bakılarak da emülsiyonlarda uzun süre stabilizasyon sağlayabilecekleri sonucuna varılmıştır [13].

Salep ve konjak gam çözeltilerinin reolojik özellikleriyle ilgili pek çok çalışma bulunmasına rağmen arayüzey özelliklerini konu alan çalışmalara literatürde rastlanmamıştır. Buna rağmen farklı gam çözeltilerinde bu konuda yapılmış çalışmalar bulunmaktadır.

BÖLÜM 3

MATERYAL METOT

Bu çalışmada kullanılan konjak gam numunesi TIC GUMS (Maryland, ABD) firmasından, saf salep örneği ise İstanbul piyasasından temin edilmiştir.

3.1 Kompozisyonel Özelliklerin Belirlenmesi

3.1.1 Şeker İçeriklerinin Belirlenmesi

Salep ve konjak gam örneklerinin monosakkarit (mannoz, glukoz) içerikleri Sciarini vd. [45] tarafından belirlenen metotta küçük bazı modifikasyonlar yapılarak belirlenmiştir.

Ağzı kapaklı tüplere yaklaşık 2 g hidrokolloit örneği tartılmış ve örnekler 0,5 M 25 ml sülfürik asit ilavesiyle 95°C sıcaklıkta tam 12 saat süreyle hidrolize uğratılmıştır. İşlem sonunda örnekler oda sıcaklığında soğumaya bırakılmış ve daha sonra 4 M NaOH ile nötralize edilerek hacimleri 30 ml'ye tamamlanmıştır. Bu işlem sonunda tüpler 1600 g hızında 10 dakika süre ile santrifüj edilmiş ve süpernatantlar 0,45 µm şırınga filtrelerden geçirilerek safsızlıklardan arındırılmıştır. Bu şekilde hazırlanan örnekler refraktif indeks detektörüne sahip yüksek basınçlı sıvı kromatografi (HPLC-RID, Agilent, 1100 ABD) sistemine enjekte edilmiştir. Enjeksiyon hacmi 20 µL olarak belirlenmiş ve kolon olarak Zorbax Carbohydrate (4,6x150 mm, 5 mikron) kolon kullanılmıştır. Kolon sıcaklığı 25°C de sabit tutulmuş ve hareketli faz olarak asetonitril: su (80: 20) kullanılmıştır. Örneklerin mannoz ve glukoz içerikleri, aynı sistem ve çözücü kullanılarak her bir şeker için daha önceden oluşturulmuş kalibrasyon eğrileri aracılığıyla hesaplanmıştır. Bu kapsamda mannoz ve glukoz için farklı konsantrasyonlar hazırlanmış

ve her bir konsantrasyona karşılık HPLC kromatogramından elde edilen alan belirlenmiştir.

3.1.2 Nem, Protein ve Kül İçeriklerinin Belirlenmesi

Nem (105 °C) ve kül içeriklerini (500 °C) belirlemek amacıyla gravimetrik analiz metodu kullanılmıştır. Protein içeriği ise Kjeldahl metodu ile belirlenmiş ve nitrojen faktörü 5.7 olarak alınmıştır [60].

3.1.3 Glukomannan ve Nişasta İçeriklerinin Belirlenmesi

Konjak ve salep örnekleri, glukomannan (K-GLUM 03/14) ve nişasta (K-TSTA 09/14, AOAC Method 996. 11) içerikleri analizi için salep glukomannan (katalog no: K-GLUM) ve toplam nişasta (katalog no: K-TSTA) kitleriyle gerçekleştirilmiştir [61].

Hazırlanan örnek ve kör (blank) çözeltilerinin glukomannan ve nişasta içerikleri sırasıyla 340 nm ve 510 nm'de UV-Vis Spektrofotometre kullanılarak ölçülmüştür. (3.1), (3.2), (3.3), (3.4) eşitlikleri kullanılarak hesaplama yapılmıştır [62].

$$\Delta A_{\text{D-glukoz}} = (A_2\text{-}A_1)_{\text{örnek}} - (A_2\text{-}A_1)_{\text{blank}} \quad (3.1)$$

$$\Delta A_{\text{D-mannoz}} = (A_3\text{-}A_2)_{\text{örnek}} - (A_3\text{-}A_2)_{\text{blank}} \quad (3.2)$$

$$\Delta A_{\text{glukomannan}} = (A_3\text{-}A_1)_{\text{örnek}} - (A_3\text{-}A_1)_{\text{blank}} \times 36.8\ [\text{g}/100\ \text{g}] \quad (3.3)$$

A_1, A_2 ve A_3: hazırlanan blank ve örnek çözeltilerinde glukomannan analizi için reaksiyon bittikten sonra sırasıyla yaklaşık 3, 5 ve 20. dakikada ölçülen absorbans değerleri.

$$\text{Nişasta} = \Delta A \times \frac{F}{W} \times 90\ [\text{g}/100\ \text{g}] \quad (3.4)$$

ΔA= Blank'e karşı örnek çözeltinin absorbans değeri

$$F = 100 \times (\text{Glukoz kontrol } \mu\text{g}) / (\text{Glukoz kontrol absorbans değeri}) \quad (3.5)$$

W= Örneğin ağırlığı (100 mg).

3.2 Moleküler Özelliklerin Belirlenmesi

3.2.1 FT-IR Analizi

FT-IR (Fourier transform infrared spectroscopy) analizleri, FT-IR Spektroskopisi (Bruker, Almanya) ATR (Attenuated Total Reflectance) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Analizlerde KBr beamsplitter ve DCaTGS detektörü kullanılmıştır. ATR kısmında ise elmas kristal ekipmanı kullanılmıştır. Analizler 4 cm^{-1} çözünürlükte gerçekleştirilmiş ve havaya göre background alınmıştır. Her bir spektrum için 16 tarama gerçekleştirilmiş ve 600 ile 4000 cm^{-1} dalga sayısı aralığı incelenmiştir [44].

3.3 Termal Özelliklerin Belirlenmesi

3.3.1 DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizi

Salebin ve konjak gamın termal davranışı, diferansiyel bir tarama kalorimetresi kullanılarak karakterize edilmiştir, DSC (Q100, TA Instruments Inc. , New Castle, DE, ABD). 5 mg örnek hermetik alüminyum kaba kapatılmış ve dakikada 10° C artış hızıyla -55°C'den 300°C'ye kadar ısıtılmıştır. Transfer gazı olarak 20 ml/dk akış hızında nitrojen kullanılmıştır. Boş bir alüminyum pan referans olarak kabul edilmiştir. Camsı geçiş sıcaklığı (Tg) termogramın ilk türevi alınarak belirlenmiştir.

3.3.2 TGA (Termogravimetrik Analiz)

Salebin ve konjak gamın termal stabilitesi termogravimetrik analizle belirlenmiştir, TGA (SDT Q600, TA Instruments, New Castle, ABD). Analiz, 20 ml/dk'lık akış hızında sürekli azot akışı ile dakikada 10°C'lik bir artışla 25°C ila 800°C arasında bir sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir. Ağırlık kaybı, ayrışma tarafından temin edilen ısıtma değerleri aralığında tespit edilmiştir. Kayıp oranları, kütle kaybı verileri ile ilk ağırlıkları karşılaştırılarak belirlenmiştir.

3.4 Salep ve Konjak Gam Çözeltilerinin Hazırlanması

- Salep örneğinin saf suda %4, %5 ve %6'lık çözeltileri hazırlanarak 100 rpm'de 50

dk ardından 60 rpm'de 30 dk çalkalamalı karıştırıcıda ağzı kapalı cam bir şişede kademeli olarak karıştırılmıştır.

- Konjak gam örneğinin saf suda %0,4, %0,5 ve %0,6'lık çözeltileri hazırlanarak 100 rpm'de 110 dk ardından 60 rpm'de 30 dk çalkalamalı karıştırıcıda ağzı kapalı cam bir şişede kademeli olarak karıştırılmıştır.

- Tüm çözeltiler 2500 rpm'de 15 dk santrifüj edilmiştir.

Santrifüjden sonra dekantasyon işlemi gerçekleştirilmiş, konjak gamda dipte çöken kısım bulunmamasına rağmen salepte çöküntü görülmüştür. Bu yüzden salebin çözünmeyen kısmı kurutma işlemi ile hesaplanmıştır.

Bunun için; önce kullanılan tüpün darası alınmış ve ardından içerisine 50 mL su konularak darası sıfırlanmış ve yaklaşık 1 g salep örneği ilave edilmiştir. Ağzı kapalı tüpte, 100 rpm'de 50 dk ardından 60 rpm'de 30 dk çalkalayıcıda karıştırılmıştır. 2500 rpm de 15 dk santrifüj edilmiş ve üst kısım dekante edilerek çöken kısım 24 saat etüvde 60°C'de kurutulmuştur. Kurutulan örnek tartılmıştır.

Tüpün darası ve tartılan örnek miktarı hesaba katılarak salebin % 50'lik kısmının çöktüğü görülmüştür. Bu durum, hazırlanan çözeltilerdeki salep oranının gerçekte %6, 5 ve 4 yerine sırasıyla %3, % 2,5, %2 olduğunu göstermektedir.

3.5 Reolojik Özelliklerin Belirlenmesi

3.5.1 Arayüzey Reoloji Analizleri

Gam çözeltilerinin arayüzey reolojik özellikleri kayma kontrollü ve peltier sistemli reometre (Anton Paar, MCR 302, Avusturya) ve Arayüzey Reolojisi Sistemi (IRS) bikonik probu kullanılarak belirlenmiştir.

Film oluşumu ölçümleri için, prob normal bir kuvvete ayarlanmıştır. Ardından disk detektör yardımıyla, hazneye aktarılan gam ve salep çözeltilerinin hava/su arayüzeyinde konumlandırılması sağlanmıştır.

Oluşan film üzerinde gerçekleştirilen dinamik kayma testleri sonuçlarından, çözelti üzerinde arayüzey probu ve haznesiyle film üzerinde yapılan ile aynı parametrelerle gerçekleştirilen analiz sonuçları matematiksel olarak çıkarılmıştır. Bunun için alt ve üst

fazların viskoziteleri reometrenin arayüzey analiziyle hesaplanmıştır. Örneklerin Newton tipi olma ve Newton tipi olmamasına göre alt ve üst faz viskozite ölçüm değerleri değişmektedir. Newton tipi olmayan akışkanlar için:

- Çözelti üzerinde yapılan Amplitude Sweep testi ile Lineer Viskoelastik Bölge (LVB) belirlenir,
- LVB üzerindeki ortalama değer analiz ile hesaplatılır,
- Reel ve İmejiner viskozite değerleri kaydedilir.
- Kaydedilen değerler film üzerinde gerçekleştirilmiş olan zaman testi, deformasyon testi ve 3ITT ile arayüzey analizi parametreler kısmına yazılır ve analizleri gerçekleştirilir. Böylece, arayüzey verilerinden bulk fazı verileri çıkarılarak arayüzey esas değerleri hesaplanmış olur.
- Hesaplanan değerlerle arayüzeye ait zaman testi, deformasyon testi ve 3ITT grafikleri çizdirilir.

Frekans testinde ise diğerlerinden farklı olarak hesaplanan reel ve imejiner viskozite değerleri analizde kullanılmaz:

- Aynı çalışma sayfasında çözelti ve filmin frekans test sonuçları toplanır,
- Analiz parametreleri, çözeltiye ait test sonuçlarının filme ait test sonuçlarından çıkarılması şeklinde gerçekleştirilir,
- Hesaplanan değerlerle arayüzeye ait frekans testi grafikleri çizdirilir [40], [41], [42], [43].

3.5.2 Sabit Kayma (Steady Shear) Akış Davranış Özelliklerinin Belirlenmesi

Gam ve salep çözeltilerinin sabit kayma reolojik özellikleri kayma kontrollü ve peltier sistemli bir reometre (Anton Paar, MCR 302, Austria) kullanılarak belirlenmiştir. Bu kapsamda çözeltisi hazırlanan gamlar 25°C'de 0,1-100 s^{-1} kayma aralığında analize tabi tutulmuştur. Prob olarak paralel-plaka konfigürasyonu kullanılmış ve ölçüm aralığı 0,75 mm olarak belirlenmiştir. Kayma aralığında 4 sn aralıklarla toplam 25 veri alınmıştır.

Analiz sonucu alınan verilerin determinasyon katsayısı (R^2), kıvam katsayısı (K) ve akış davranış indeksi (n) değerlerini belirlemek amacıyla Power Law modeli (3.6) kullanılmıştır.

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad (3.6)$$

Burada τ kayma gerilimi (Pa), K kıvam katsayısı (Pa. s), $\dot{\gamma}$ kayma hızı (s^{-1}) ve n akış davranış indeksidir [31].

3.5.3 Dinamik Kayma (Dynamic Shear) Akış Davranış Özelliklerinin Belirlenmesi

Hazırlanan gam ve salep çözeltilerinin ve filmlerinin viskoelastik özelliklerini belirlemek amacıyla ayrı ayrı stres kayma, lineer bölgeden seçilen basınç (% strain) değeriyle frekans kayma ve 3ITT ile gerçekleştirilmiştir.

3.5.3.1 Deformasyon (Amplitude Sweep) Testi

Amplitude Sweep testi, sabit frekansta deformasyon değerinin değiştirilerek lineer bölgenin tarandığı bir testtir. Örnek yapısı belirli bir deformasyona kadar muhafaza edilirken (dinamik modül değerleri sabit izlenirken), uygulanan stres çok yüksek olduğunda bozulma meydana gelir ve modül değerleri düşer. Modül değerlerinin sabit kaldığı bölgeye lineer viskoelastik bölge (LVB) denir. LVB içinde bulunan strain değeri seçilerek frekans kayma testinde kullanılır [33], [34]. Amplitude sweep testi ile:

- Kolloidin stabilitesi hakkında yorum yapılabilir,
- Örneğin yapısını bozmak için ne kadar enerji gerektiği hesaplanabilir,
- $G^{'}$ ve $G^{''}$ değerlerinin yüksek olması yüksek moleküler ağırlığının veya kuvvetli yapının olduğu anlamına gelmektedir [35], [36], [37].

Gam ve salep solüsyonlarının Anton Paar MCR 302 reometresi bikonik geometreli probuyla (BiC68-5), deformasyon (%0,01-100) ve frekans 1 Hz ayarlanarak, 25°C sıcaklıkta ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

3.5.3.2 Frekans Kayma (Frequency Sweep) Testi

Amplitude Sweep testiyle tespit edilen LVB'den belirlenen strain değeri kullanılarak frekans kayma testi uygulanmıştır. Frekans testi salep ve konjak gam örnekleri için Anton Paar MCR 302 reometresi bikonik geometreli probuyla (BiC68-5) gerçekleştirilmiştir. Frekans değişken (10 - 0,1 Hz) deformasyon ise sırasıyla salep ve konjak için % 0,7 ve 1 olarak ayarlanmıştır.

Elde edilen sonuçlar kullanılarak örneklerin elastik modülü (G'), viskoz modülü (G'') belirlenmiştir [55]. (3.7) ve (3.8) eşitlikleri ile kıvam katsayısı (*K*) ve akış davranış indeksi (n) Statistica programı kullanılarak hesaplanmıştır.

$$G' = K'(\omega)n' \quad (3.7)$$

$$G'' = K''(\omega)n'' \quad (3.8)$$

3.5.3.3 3 Zamanlı Tiksotropik Test (3ITT)

Proses ve ambalajlama süresince örnekler hızlı deformasyona maruz kalmaktadırlar. Örneklerin deformasyona maruz kaldıktan sonra iyileşme miktarlarını tespit etmek amacıyla 3ITT uygulanmaktadır. 3ITT, üç zamanlı tiksotropik test anlamına gelmektedir. Bu test deformasyon uygulandıktan sonra örneğin kendini toparlama derecesi hakkında bilgi edinmemizi sağlamaktadır. 3ITT aşağıda verildiği gibi üç bölümden oluşmaktadır. 3ITT, salep ve konjak gam örnekleri için Anton Paar MCR 302 reometresi bikonik geometreli probuyla (BiC68-5) gerçekleştirilmiştir.

Birinci Aralık (First Interval)

Birinci aralık 3ITT için ilk aşamayı oluşturmaktadır. Bu aşamada ölçümler sürekli frekansta düşük basınç ya da kayma hızında gerçekleştirilmiştir (γ = 0,01 %, ω = 10 rad/s, t = 100 s). Böylelikle düşük basınç ya da kayma hızında örneğin zamana bağlı olarak elastik ve viskoz modül değerleri elde edilmiştir.

İkinci Aralık (Second Interval)

Bu kısımda örneği yapısal deformasyona uğratmak için ölçümler lineer olmayan bölgede yüksek kayma hızında gerçekleştirilmiştir (γ = 10 1/s, t = 0,1 s).

Üçüncü Aralık (Third Interval)

Birinci aralıkta uygulanan ölçüm şartlarıyla aynı şartlar uygulanmıştır. Diğer bir ifadeyle, örneklere birinci aralıkta olduğu gibi düşük basınçta gerçekleştirilmiş ve örneklerin iyileşme derecesi ve süresi bu yolla belirlenmiştir (γ = 0,01 %, ω = 10 rad/s, t = 1000s)

Deformasyon ve toparlanma yüzdelerini belirlemek için (3.9) ve (3.10) eşitlikleri kullanılmıştır. Eşitliklerde verilen deformasyon yüzdesi (%Dr), deformasyon uygulandıktan sonra G' değeri (G_0) ve ürünün başlangıçtaki durumu (G_i), iyileşme yüzdesi (% Rec) ve örneğin toparlanmasından sonra G' değerini (G_∞) ifade etmektedir.

% Deformasyon (%Dr) = (G_0/G_i) x 100 (3.9)

% Geri Kazanım (%GK) = (G_∞/G_i) x 100 (3.10)

Ayrıca 3ITT uygulamasının üçüncü bölümünde elde edilen verilere İkinci Dereceden Yapısal Model uygulanmıştır. Ve elde edilen verilerle bu modelin oldukça uyumlu olduğu tespit edilmiştir. (3.11) eşitliğine göre elastik ve viskoz modüllerin başlangıç değeri (G_0), *t=0* iyileşme fazı olarak ifade edilmiştir. Ve denklemde n değeri 2 olarak kabul edilmiştir.

$$\left(\frac{G'-Ge}{G0-Ge}\right)^{1-n} = (n-1)kt + 1 \quad (3.11)$$

Salep ve gam örneklerinde 3ITT uygulamaları gerçekleştirilerek örneklerin deformasyonu ve toparlanması sağlanmış, toparlanma ve deformasyon yüzdeleri hesaplanarak yorum yapılabilmiştir [31], [39].

3.6 İstatistiksel Analizler

Tüm ölçümler üç tekerrür ve iki paralelle gerçekleştirilmiştir. Deneyler sonucunda toplanan veriler, SPSS istatistik programı (SPSS Statistics 17.0, Armonk, NY, ABD) kullanılarak analiz edilmiş, gruplar arasında fark olup olmadığı ANOVA Duncan yöntemi ile test edilmiştir. $p < 0,05$ anlamlılık düzeyi dikkate alınmıştır.

BÖLÜM 4

BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Kompoziyonel Özellikler

4.1.1 Şeker, Nem, Protein, Kül, Glukomannan ve Nişasta İçerikleri

Salep, konjak gamın kimyasal ve şeker kompozisyonu Çizelge 4.1'de yer almaktadır. Salep için verilen protein, nem, kül, nişasta ve glukomannan içerikleri (Çizelge 4.1), Tekinşen ve Gülşen [4] çalışmasında *Orchis palustris* ve *Ophrys mammosa* salep türlerinin protein, nem, kül, nişasta ve glukomannan içerikleri ile benzerlik göstermektedir. Salep örneği için glukomannan yapıları glukoz ve mannoz sırasıyla 10,48 ve 8,44 g/100 g bulunmuştur. HPLC analizi sonucunda salepte, glukoz (44,80 g/100), ksiloz (0,80 g/100), mannoz (8,80 g/100) ve toplam şeker içeriği 54,50g/100g bulunmuştur (Çizelge 4.1).

Konjak gam örneği (Çizelge 4.1) için glukomannan yapıları glukoz ve mannoz sırasıyla 17,09 ve 28,18 g/100 g bulunmuştur. HPLC analizi sonucunda konjac gamda, glukoz (22,38g/100), ksiloz (1,1 g/100), mannoz (36,79 g/100) ve toplam şeker içeriği 60,25 g/100g bulunmuştur (Çizelge 4.1). Konjak için verilen protein, nem ve kül içerikleri Tatirat [66] tarafından bildirilen sonuçlar ile benzerlik göstermektedir.

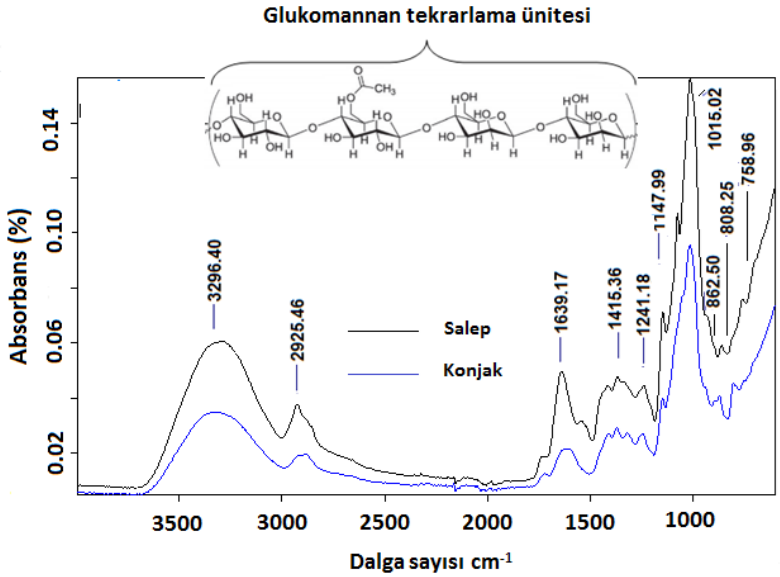
HPLC analizi sonucuna göre glukoz/mannoz oranı salep de 6,8:1, konjak gamda ise 1:1,6 şeklindedir. Zh vd. [59] yaptıkları çalışmada konjak gam için glukoz/mannoz oranı 1:1,5 olarak bildirilmiştir.

Çizelge 4. 1 Salep ve konjak gamın kimyasal ve şeker kompozisyonları

Parametre	Salep Tozu	Konjak Gam Tozu
Kjeldahl Metodu		
Protein [g/100 g]	3,51	0,55
Gravimetrik Analiz		
Nem [g/100 g]	12,23	11,15
Kül [g/100 g]	0,95	1,945
UV Spektrofotometre		
Nişasta [g/100 g]	34,85	12,3
Glukomannan (GM) [g/100 g]	18,92	45,28
GM Glukoz İçeriği [g/100 g]	10,48	17,09
GM Mannoz İçeriği [g/100 g]	8,44	28,18
GM/Nişasta (w/w)	0,54	3,6
HPLC		
Toplam Şeker İçeriği [g/100 g]	54,4	60,25
Glukoz [g/100 g]	44,8	22,38
Ksiloz [g/100 g]	0,8	1,1
Mannoz [g/100 g]	8,8	36,79

4.2 Moleküler Özellikler

4.2.1 FTIR Sonuçları



Şekil 4. 1 Salep ve konjak gam için FTIR sonuçları

Salep ve konjak gam için FTIR sonuçları Şekil 4.1'de verilmiştir. FTIR analizi, polisakkarit yapılı konjak gam ve salebin yapısını karakterize etmek için gerçekleştirilmiştir. FTIR analizi 4000 ile 650 cm^{-1} dalga sayısı aralığında gerçekleştirilmiştir. Yaklaşık 3296 cm^{-1} dalga sayısında görülen pik, hidrojen bağlarının moleküller arası ve molekül içinde

titreşimi nedeniyle O – H bağlarının gerilmesiyle ortaya çıkmıştır. Bu titreşimden etkilenen C - H bağları arasında gerçekleşen gerilme de yaklaşık 2925 cm^{-1} dalga sayısında pik yapmaktadır. Konjak ve salep örneklerinde 1639 cm^{-1} dalga sayısında görülen pik C – O bağlarının gerilmesinden, 1650 cm^{-1} dalga sayısında görülen pik glukomannanın doğasından kaynaklanmaktadır. 1000 civarı görülen pikler ise C – O – C simetrik ve asimetrik bağlarından ileri gelmektedir. Kurt ve Kahyaoğlu [48] çalışmasında salep, guar ve keçiboynuzu filmleri üzerinde ve Chen vd. [49] konjak gam üzerinde yaptıkları FTIR analizi ile benzer sonuçlar göstermektedir. Böylece salebin konformasyonel olarak gamlara benzer yapıda olduğu söylenebilmektedir.

4.3 Termal Özellikler

4.3.1 DSC ve TGA Analizleri

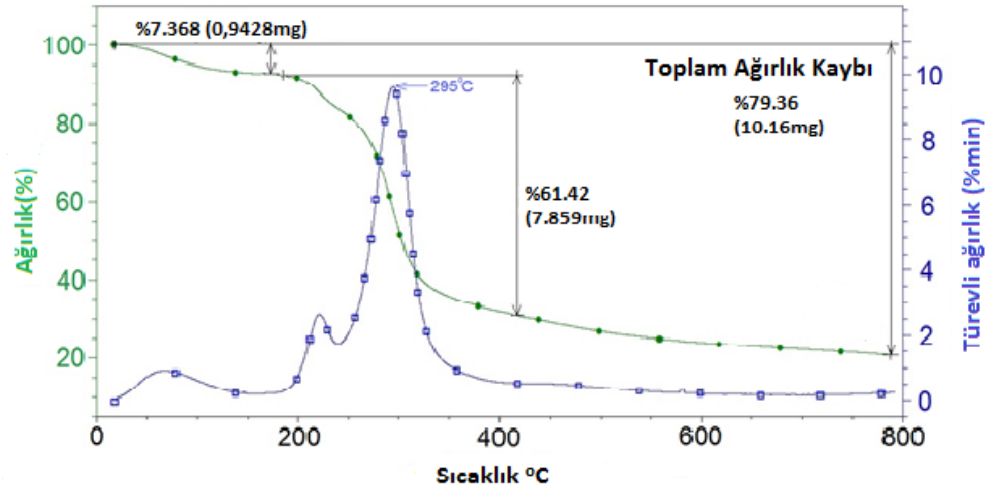
Salep ve konjak gamın termal davranışı TGA ile belirlenmiştir. Salep ve konjak gam örnekleri için sırasıyla Şekil 4.2 ve 4.3'te termogam (TG) ve türevi (DTG), sıcaklığın bir fonksiyonu olarak yer almaktadır. Salep ve konjak örnekleri için, prosesin dekompoziyonu 3 aşamada gerçekleşmiştir. İlk aşamada, salep ve konjak gam örneklerinde 180 ^{o}C'nin altındaki sıcaklıklarda kütlede sırasıyla %7,4 ve %11 oranında azalma görülmektedir. Bu da örneklerin su kaybından kaynaklanmaktadır. Salep örneği (Şekil 4.2) için ikinci aşamada 180 ve 420 ^{o}C aralığında yüksek oranda kütle kaybı (%61,42) olmakta ve bu kütle kaybı glukomannan makromoleküllerinin dekompozisyonundan kaynaklanmaktadır. Üçüncü aşama (T > 420 ^{o}C) ise etkisiz karbonlu kanlıntıların sabit bir kütle kaybına (%20,69) neden olmasından dolayıdır[63].

Konjak gam için ikinci aşama (180 ve 420 ^{o}C aralığında) salep örneğinin ikinci aşamada gösterdiği kütle kaybına yakın olan %59,21 kütle kaybı görülmekte ve bu kayıp moleküller içi zincirlerin içiçe girmesinden kaynaklanmaktadır. Üçüncü aşamada ki (T > 420 ^{o}C) kütle kaybı (%15) ise temel zincirlerin kopması ve yeniden birleşmesi sonucu oluşan kimyasal reaksiyonun göstergesidir[64].

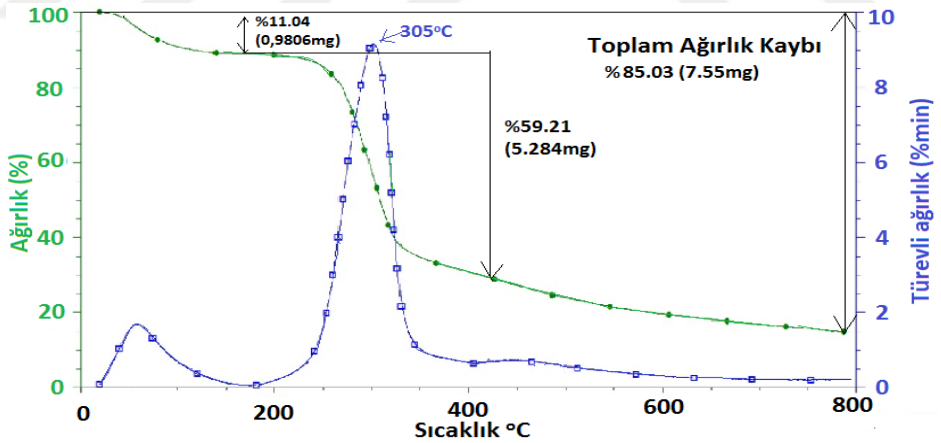
Salep ve konjak gamın temel degradasyonunun tespiti için, DTG eğrisinin birinci türevi Şekil 4.2 ve 4.3'te yer almaktadır. DTG eğrilerinde iyi tanımlanmış pikler sayesinde başlangıç ve son dereceli termal aşamalar belirlenebilmektedir. Bu aşamalar, C-C-H, C-

O ve C-C bağlarının hızlı bir dehidrasyon ve glukoz halkalarındaki hidroksi gruplarının suya dönüşmek için kırılması ile başlar [63], [65].

Salep ve konjak için DTG eğrilerinde (Şekil 4.2), (Şekil 4.3), sırasıyla 295 ^{o}C ve 305 ^{o}C'de büyük pikler görülmektedir. Bu piklerin salep ve konjak gamda bulunan gukomannan polimerinin (glukoz ve mannoz) degradasyonundan kaynaklandığı ileri sürülmektedir [63].



Şekil 4. 2 Salebin termal ayrışmasının ve türevinin TGA termogramı



Şekil 4. 3 Konjak gamın termal ayrışmasının ve türevinin TGA termogramı

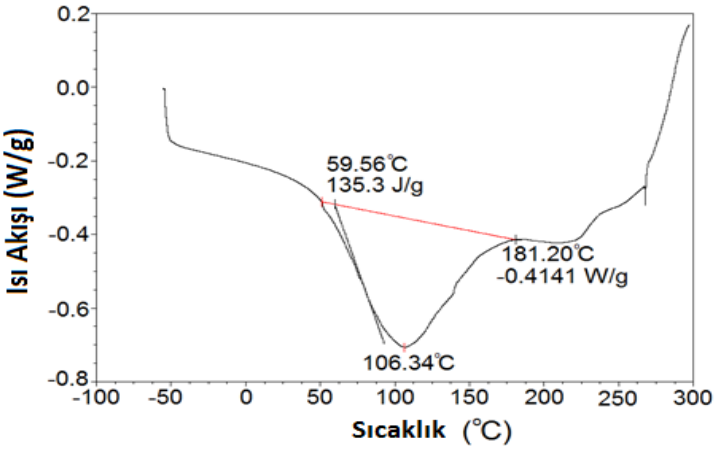
Salep ve konjak gam örneklerinin termal davranışını belirlemek DSC analizi yapılmıştır. DSC analizi ile, hareketsiz bir atmosfer altında ısıtmayla meydana gelen termal geçişler incelenmektedir. Şekil 4.4 ve 4.5'de verilen DSC termogramı grafiklerinde doğal polisakkaritlerin ortaya çıktığı görülmektedir [67], [68], [69].

Salep örneği için (Şekil 4.4) DSC termogramında, ilk ve son piklerin sıcaklıkları sırasıyla 59.56^{o}C ve 181.20^{o}C 'dir. 50°C ve 190°C arasındaki DSC izleri endotermik

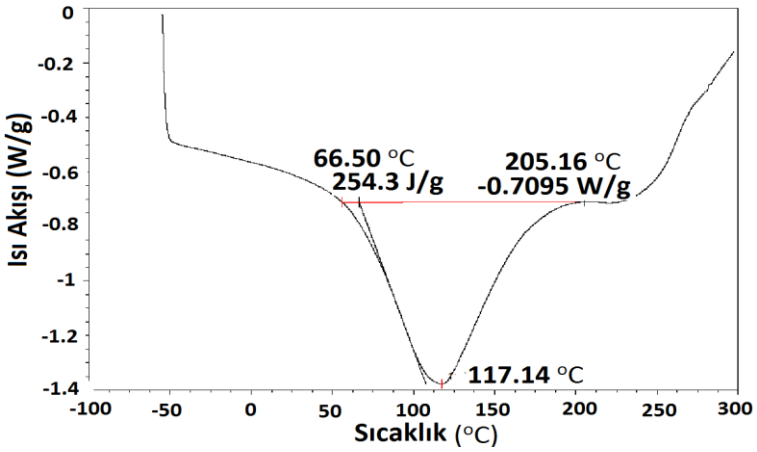
reaksiyonların oluşmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca suyun buharlaşması da DSC izlerinin sebeplerinden biridir. Konjak gam örneği için (Şekil 4.5) ilk ve son piklerin sıcaklıkları sırasıyla 66.50°C ve 205.16 °C 'dir.

Salep örneği için (Şekil 4.4) DSC termogramında 106.34 °C'de ve konjak örneği için (Şekil 4.5) 117.14 °C'de görülen pik, erime geçişinin bu sıcaklık değerinde oluştuğunun ve polimer bileşenlerinin termal karakterizasyonlarının meydana çıktığının göstergesidir [70]. Benzer çalışmalarda Vendruscolo vd. [68], galaktomannanın DSC termogramında endotermik tepkimenin 100 °C'de olduğunu, Martinez vd. [67] ise 117.64 ve 119.71 °C arasında olduğunu belirtmiştir.

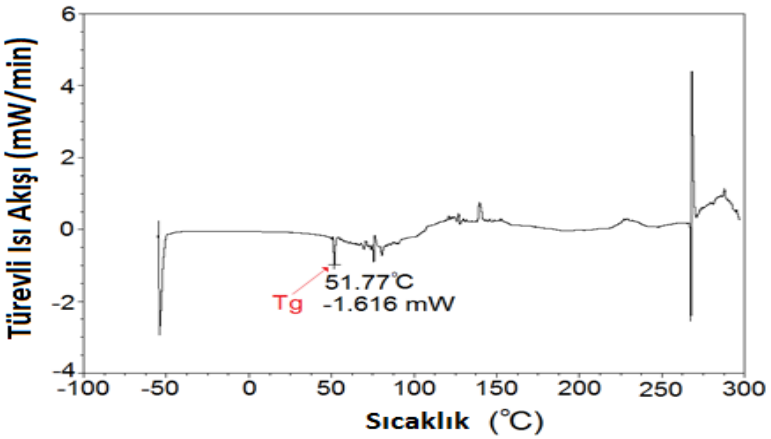
Camsı geçiş sıcaklığı (T_g), sistemin hareketliliğini tanımlayan, camsı formdan (glassy state) kauçuğumsu forma (rubbery state) geçiş sıcaklığıdır [71]. T_g değerinin belirlenmesi sonucu, malzemenin molekül ağırlığı, kristalleşmesi ve molekül içi bağları hakkında bilgi sahibi olunur [72]. Salep örneği için ısı akış eğrisinin birinci türevi (Şekil 4.6) camsı geçiş sıcaklığını göstermektedir [73]. T_g değeri salep için 51.77°C'dir, bu değer bileşenlerin homojen olarak karıştığını ve glukomannanın kauçuğumsu formda (rubbery state) olduğunu göstermektedir. Benzer T_g değerleri galaktomannan kaynaklarında görülmüştür [67], [74], [75]. Konjak örneği için (Şekil 4.7) T_g değeri 72.61°C'dir ve Yoshimura vd. [76] çalışmasıyla uyum göstermektedir.



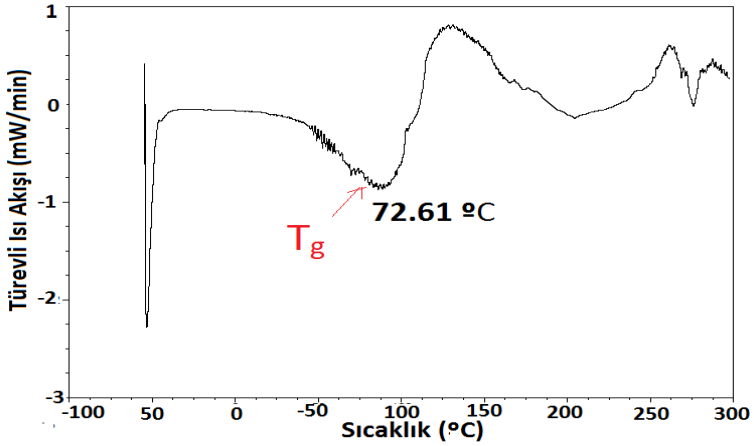
Şekil 4. 4 Salep için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi)



Şekil 4. 5 Konjak gam için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi)



Şekil 4. 6 Salep için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi üzerinde camsı geçiş sıcaklığının (Tg) belirlenmesi

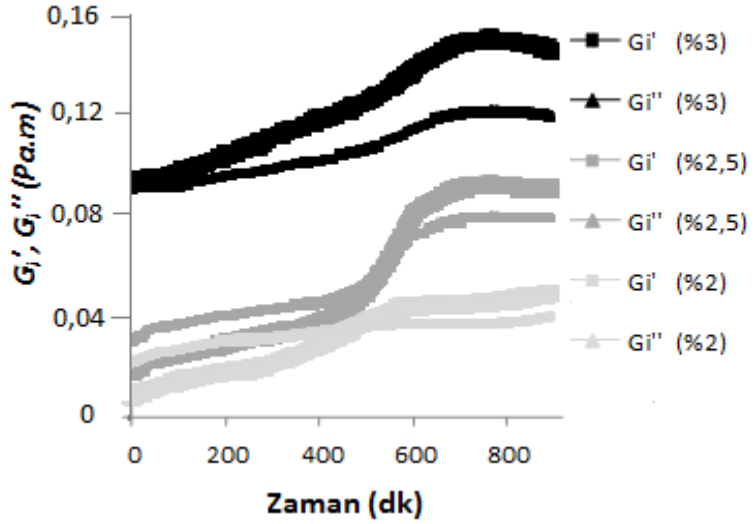


Şekil 4. 7 Konjak gam için DSC termogramı (Isı Akışı Eğrisinin birincil türevi üzerinde camsı geçiş sıcaklığının (Tg) belirlenmesi

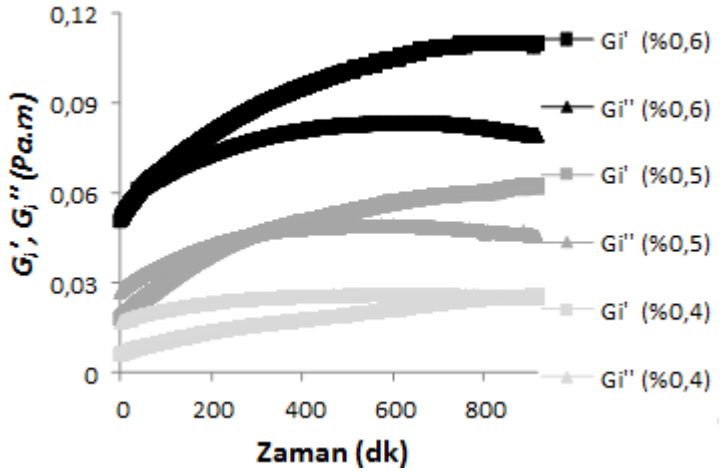
4.4 Reolojik Özellikler

4.4.1 Arayüzey Film Oluşum Grafikleri – Zaman Testi

Salep çözeltisine ait film oluşum ve olgunlaşma grafiği Şekil 4.8'de, konjak gam çözeltisine ait film oluşum ve olgunlaşma grafiği Şekil 4.2'de verilmiştir. Şekil 4.8, salep çözeltisinin %2, %2,5 ve %3 konsantrasyonlarında film oluşumunda kaydedilen arayüzey elastikliği ve viskozluğunun (G_i' ve G_i'') zamana bağlı değişimini gösteren grafiktir. Benzer şekilde konjak gam için Şekil 4.9'da %0,4, %0,5, %0,6 konsantrasyonları gösterilmektedir. Vliet vd. [47], makro moleküllerin yüzeye adsorpsiyonunun sağlanması için uzun bir süre geçmesi gerektiğini ve geçen bu süreye de olgunlaşma zamanı (ageing time) denildiğini bildirmiştir. Mortimer vd. [30], film oluşumunun saptanmasının, G_i' ve G_i'' değerlerinin çapraz yer değiştirmesinin (crossover) görülmesi ile sağlanabileceğini ifade etmiştir. Crossover noktasının görülmesi ve olgunlaşma süresi (ageing) toplamda salep ve konjak için sırasıyla 14 ve 17 saattir. Bu çalışmada konjak ve salep örneklerinin her ikisinde, başlangıçta viskozluk baskın iken zamanla elastik modülü yükselerek jelleşme noktasında iki modül değeri birleşmiş, bu noktadan sonra elastik modül değerleri viskoz modüle göre yüksek seyretmiş belirli bir olgunlaşma için beklenmiştir. Bunun sonucunda film oluşumunun gerçekleştiği görülmüştür. Ayrıca konsantrasyon değişimine ve zamana bağlı olarak G_i' ve G_i'' değerlerindeki değişimler doğru orantılı olarak gerçekleşmiştir. Tüm örneklerde en düşük konsantrasyondan en yükseğe doğru gidildikçe viskoelastik parametrelerde artış gözlemlenmiştir. Film oluşumu ise, salep ve konjak gam için sırasıyla en hızlı %3'lük ve %0,6'lık konsantrasyonlarda en yavaş %2'lük ve %0,4'lük konsantrasyonlarda meydana gelmiştir. Elmanan vd. [13]'ne göre gam çözeltilerinde konsantrasyon arttıkça film oluşum hızı artmakta ve daha yüksek viskoelastik özelliklere sahip film oluşmaktadır. Salep çözeltisinin özellikleri de gamların bu özelliklerine benzemektedir. Literatürde diğer gamlarla film oluşumu sağlanmış ve film üzerinde zaman, deformasyon, frekans ve sürünme toparlanması (creep recovery) testleri gerçekleştirilmiştir [10],[13].



Şekil 4. 8 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltilerinin zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu



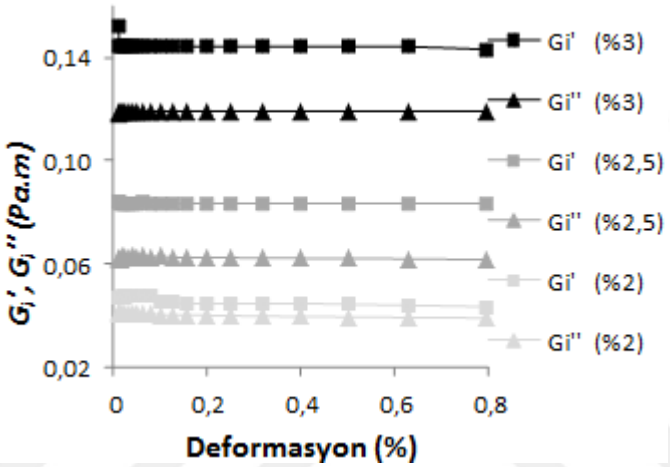
Şekil 4. 9 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltilerinin zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu

4.4.2 Film Üzerinde yapılan Dinamik Reolojik Testler

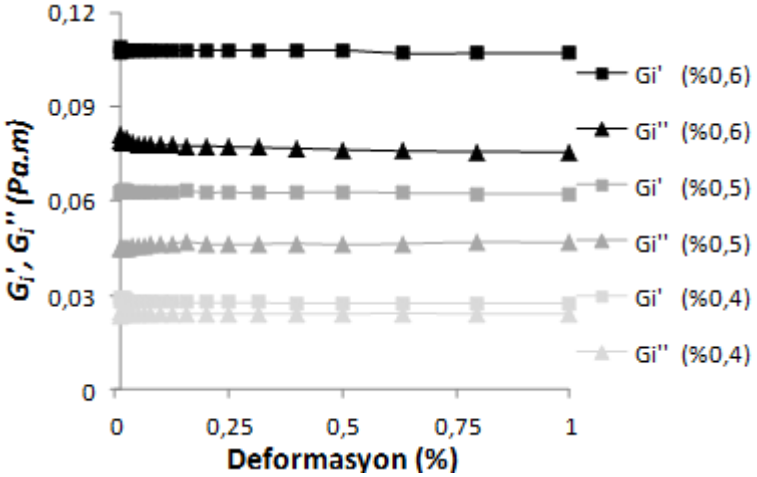
4.4.2.1 Deformasyon Testi

Şekil 4.10 ve 4.11'de görülen deformasyon testlerinde, salep ve konjak filminin frekansı 1 Hz'de sabit tutularak artan deformasyon oranında, filmin bozulmadan kalabildiği lineer viskoelastik bölge tayin edilerek ardından yapılacak frekans testleri için sabit tutulacak olan deformasyon değeri belirlenmiştir. Salep ve konjak örnekleri için sırasıyla %3 ve %0,6 konsantrasyonun en yüksek modül değerlerini gösterdiği görülmektedir. Bu sonuçlar da Şekil 4.8 ve 4.9 ile paralellik göstermekte ve en dirençli

film konsantrasyonu en yüksek olan çözeltide olduğu gözlenmiştir. Erni vd. [10] tarafından yapılan çalışmada gam arabik ve modifiye nişastanın yağ/su arayüzey filmi üzerinde deformasyon testi gerçekleştirilmiş, her iki örneğin de %100 deforme edilmesi sağlanarak, lineer viskoelastik bölge belirlenmiştir. Bu çalışmada, oluşan filmin bozulmaması adına test deformasyon değeri % 100'e ulaşmadan durdurulmuştur. Böylece lineer viskoelastik bölgede tutulan filmin bozulmaması sağlanmış olup prob kaldırılmadan frekans testi ve 3ITT aynı örnek üzerinde gerçekleştirilmiştir. Bunun sebebi film oluşumunun uzun sürede gerçekleşmesidir.



Şekil 4. 10 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltisi filminde deformasyona bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu

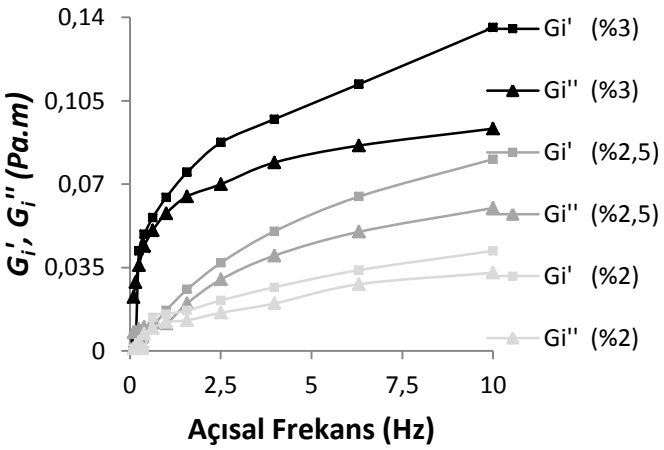


Şekil 4. 11 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltisi filminde deformasyona bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu

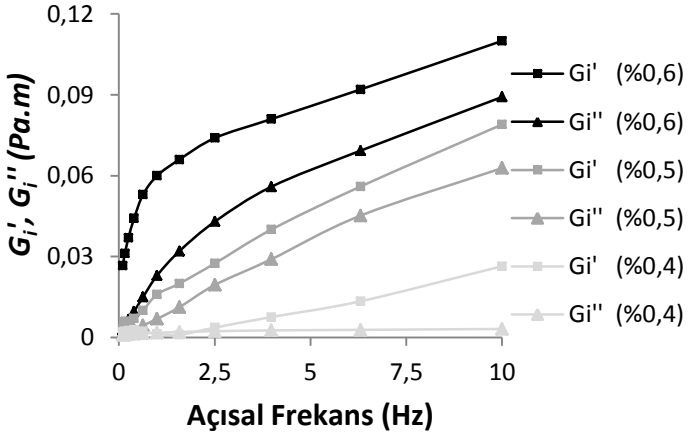
4.4.2.2 Frekans Kayma Testi

Amplitude sweep testlerinde lineer viskoelastik bölgeden seçilen deformasyon, frekans kayma testinde sabitlenerek frekans değişimine bağlı elastiklik ve viskozluk tayin

edilmiştir. Salep ve konjak filmlerinde sırasıyla çalışılan frekans değerleri %0,7 ve %1'dir. Frekans kayma testleri salep ve konjak gam filmi için sırasıyla Şekil 4.12 ve Şekil 4.13'te sergilenmektedir, her iki örnek için de zaman ve deformasyon testlerine benzer şekilde konsantrasyon artışına bağlı olarak elastiklik ve viskozluğun arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4. 12 Farklı konsantrasyonlardaki salep filmlerinin açısal frekansa bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu



Şekil 4. 13 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam filmlerinin açısal frekansa bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu

Çizelge 4.2'de tüm örnekler için R^2 (determinasyon katsayısı), K^{I}, K^{II} (kıvam katsayısı),n^{I}, n^{II} (akış davranış indeksi) değerleri Power Law model uygulanarak Statistica programı ile hesaplanmıştır. Çizelge 4.2'de bulunan değerlere göre, tüm örneklerde K^{I} değerleri K^{II} değerlerinden yüksektir, böylece elastik özelliklerin viskoz özelliklere göre baskın olduğu görülmektedir. Tabloda verilen değerler grafikteki sonuçları desteklemektedir. Örneklerin K^{I} değerleri 0,001 ile 0,06 Pa.s^n ve K^{II} değerleri 0,001 ile 0,057 Pa.s^n arasında

değişmekte, n^{I} değerleri 0,0001 ile 1,36 ve n^{II} değerleri 0,0003 ile 0,89 arasında yer almaktadır.

Çizelge 4. 2 Power Law modele göre belirlenen determinasyon katsayısı (R^2), elastik ve viskoz modülü kıvam katsayısı ve akış davranış indeksi değerleri

Örnek	R^2	n^{I}	K^{I}	R^2	n^{I}	K^{II}
Salep %2	0,94	0,57	$0,012^{a}$	0,98	0,51	$0,010^{a}$
Salep %2,5	0,96	0,68	$0,018^{b}$	0,98	0,56	$0,017^{b}$
Salep %3	0,96	$0,39^{c}$	$0,057^{c}$	0,91	0,26	$0,057^{c}$
Konjak %0,4	0,96	1,36	$0,001^{a}$	0,99	0,27	$0,002^{a}$
Konjak %0,5	0,99	0,73	$0,015^{b}$	0,99	0,89	$0,008^{b}$
Konjak %0,6	0,99	0,28	$0,06^{c}$	0,99	0,61	$0,02^{c}$

a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir ($p < 0.05$).

Erni vd. [10] çalışmasında, gam arabik ve modifiye nişasta kullanılarak yağ/su arayüzey filmi oluşturulmuş film üzerinde frekans kayma testi uygulanmıştır. Gam arabikin %20 ve %10'luk konsantrasyonlarında gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda, %20'lik konsantrasyonda daha yüksek elastik özellikler elde edilmiş, %10'luk örnekte ise viskoz özelliklerin baskın olduğu görülmüştür. Böylece konsantrasyon arttıkça özellikle elastik modül özelliklerinin arttığı yorumu yapılmıştır.

4.4.2.3 3 Zamanlı Tiksotropik Test

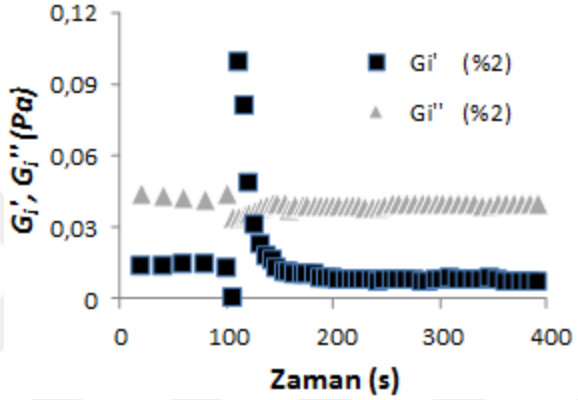
Ardından film üzerinde salep için; Şekil 4.14, 4.15 ve 4.16 ve konjak için Şekil 4.17, 4.18 ve 4.19'da görülen 3ITT uygulanmıştır.

Salep filminde, %2'lik konsantrasyonda film viskoz özelliği baskın gözükürken, %2,5'luk konsantrasyonda elastik özellik baskınlık göstermiş fakat deformasyon sonrası film kendini toparlamıştır. %3'lük konsantrasyonda ise film test boyunca elastikliğini korumuştur.

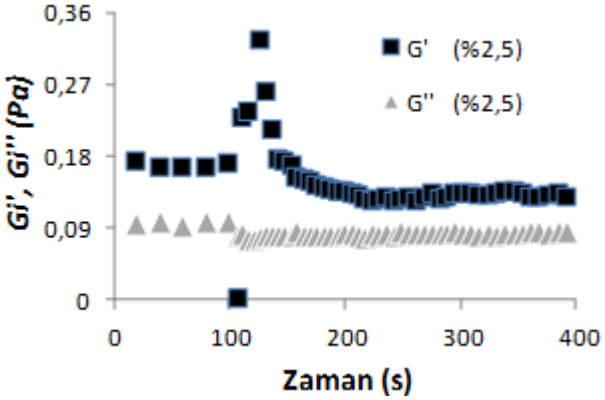
%0,4'lük konsantrasyona sahip konjak filminde, salep de olduğu gibi test boyunca viskoz özellik baskınlık gösterirken, % 0,5'lik konsantrasyonda deformasyon sonrası elastik modül baskın hale gelmiştir. Konsantrasyon %0,6 olduğunda ise test boyunca elastiklik baskındır. Elmanan vd. [13] değinildiği gibi film makro moleküllerin yüzeye göçü sayesinde oluştuğundan dolayı 3ITT uygulamasında salep ve konjak gam

numuneleri için en yüksek konsantrasyona sahip filmler elastik olarak daha baskındır, diğer bir deyişle daha kuvvetli viskoelastik özellikler göstermiştir.

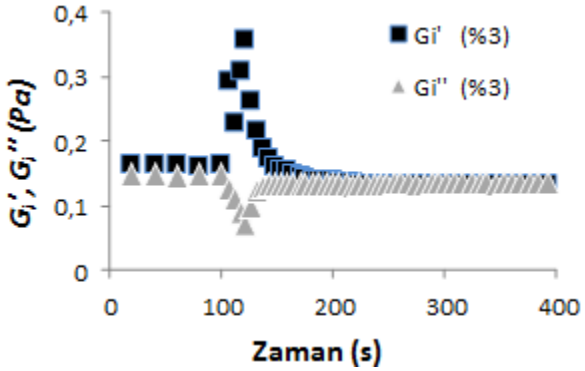
Salep ve konjak gam filmlerinde deformasyondan sonra modül değerleri hızlıca yükselmiş veya alçalmış olarak görülmektedir. Bu durumun sebebi malzemenin deformasyona karşı gösterdiği ani tepkiden kaynaklanmakta ve hareketsizlik fenomeni (inertia phenomena) etkisi görülmektedir. Lauger ve Heyer [56] tarafından yapılan çalışmada, kahve örnekleri ile oluşturulmuş film üzerinde yapılan 3ITT analizinde inertia etkisi gözlenmiştir.



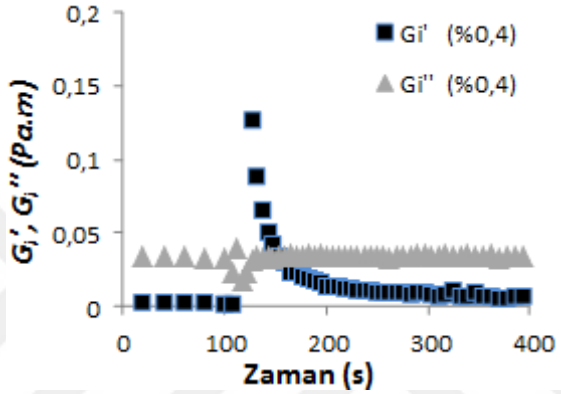
Şekil 4. 14 % 2 konsantrasyondaki salep çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu



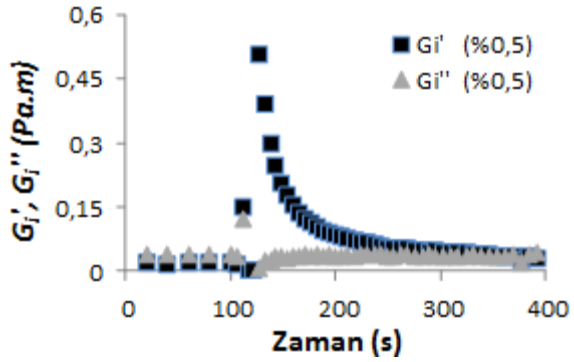
Şekil 4. 15 % 2,5 konsantrasyondaki salep çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu



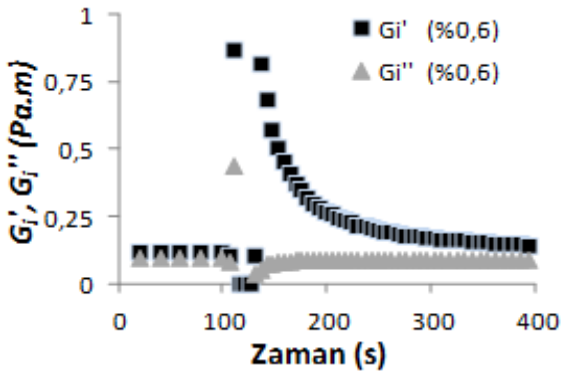
Şekil 4. 16 % 3 konsantrasyondaki salep çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu



Şekil 4. 17 % 0,4 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu



Şekil 4. 18 % 0,5 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu



Şekil 4. 19 % 0,6 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisi filminde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı arayüzey elastikliği ve viskozluğu

3 Zamanlı Tiksotropik Testin Yorumlanması

Şekil 4.14 – 4.19'da görülen 3ITT ölçümlerinin amacı, oluşmuş ve olgunlaşmış filmin önce osilasyon sonra 0,1 saniyelik deformasyon ve ardından tekrar osilasyona tabi tutulmasıyla, uygulanan deformasyon sonrası filmin kendini toparlayabilme oranı ve süresinin ölçülmesidir. Filmin deformasyon oranı (% Dr) ve geri kazanım oranı (% GK) (3.4) ve (3.5) eşitlikleri ile hesaplanabilmektedir [31], [39]. Çizelge 4.3 - 4.6'da salep ve konjak filmlerinin hesaplanan 3ITT değerleri gösterilmiştir. Salep filminin %2, %2,5 ve %3'lük konsantrasyonları için deformasyon ve geri dönüşümünün 2. dereceden elastik ve viskoz modül parametreleri Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'de yer almaktadır. Elastik modül ve viskoz modülün her ikisinde de konsantrasyon arttıkça % geri kazanım, G_0, Gi ve Ge ve k değerleri artmakta, deformasyon oranı ve geri kazanım süresi azalmaktadır.

Konjak filminin %0,4, %0,5 ve %0,6'lık konsantrasyonları için deformasyon ve geri dönüşümünün 2. dereceden elastik ve viskoz modül parametreleri Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6'da yer almaktadır. Elastik modülde, konsantrasyon arttıkça G_0, Gi, Ge, geri kazanım ve k değerleri artmakta, geri kazanım süresi azalmakta, geri kazanım oranı artmaktadır. Viskoz modülde, konsantrasyon arttıkça G_0, Gi, Ge, geri kazanım ve k değerleri artmakta, geri kazanım süresi ve geri kazanım oranları ise değişkenlik göstermektedir.

Tüm bu parametreler sonucunda beklenen, konsantrasyon artışıyla beraber % geri kazanım, G_0, Gi ve Ge ve k değerlerinin artması, deformasyon oranı ve geri kazanım sürelerinin azalmasıdır. Salep filmi tüm özellikleriyle bu beklentiyi karşılamaktadır, konjak filmi ise viskoz ve elastik modüller için farklı sonuçlar vermekte, beklentinin

büyük kısmını karşılamaktadır. Ayrıca hesaplanan bu değerler ile grafikler uyum göstermektedir.

Çizelge 4. 3 Salep filminin konsantrasyona bağlı deformasyon ve geri dönüşümünün 2. dereceden elastik modül parametreleri

ELASTİK MODÜL								
Kons(%)	**Dr(%)**	**G0**	**Gi(Pa)**	**Ge (Pa)**	**K**	**% GK**	**GK süresi**	**Ge/G_0**
2	100[a]	0[a]	0,013[a]	0,008[a]	0,046[a]	85[a]	450[a]	-
2,5	100[a]	0[a]	0,169[b]	0,146[b]	0,043[a]	90[b]	148[b]	-
3	78[b]	0,3[b]	0,164[b]	0,135[c]	0,059[b]	94[c]	143[b]	0,46

a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir (p <0.05).

Çizelge 4. 4 Salep filminin konsantrasyona bağlı 2. dereceden deformasyon ve geri dönüşümünün viskoz modül parametreleri

VİSKOZ MODÜL								
Kons(%)	**Dr(%)**	**G0 (Pa)**	**Gi (Pa)**	**Ge (Pa)**	**K**	**% GK**	**GK süresi**	**Ge/G_0**
2	22[a]	0,034[a]	0,044[a]	0,04[a]	0,07[a]	86[a]	881	1,17
2,5	17[b]	0,081[b]	0,098[b]	0,08[b]	0,18[b]	68[b]	N.R.	1,07
3	14[c]	0,126[c]	0,147[c]	0,14[c]	0,29	90[c]	N.R.	1,08

a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir (p <0.05). N.R: Geri kazanımsız.

Çizelge 4. 5 Konjak filminin konsantrasyona bağlı 2. dereceden deformasyon ve geri dönüşümünün elastik modül parametreleri

ELASTİK MODÜL								
Kons(%)	**Dr(%)**	**G0 (Pa)**	**Gi (Pa)**	**Ge (Pa)**	**k**	**%GK**	**GK Süresi**	**Ge/G_0**
0,4	45[a]	0,001[a]	0,002[a]	0,006[a]	0,04[a]	100[a]	154[a]	5,67
0,5	24[b]	0,016[b]	0,021[b]	0,023[b]	0,26[b]	100[a]	148[b]	1,44
0,6	12[c]	0,104[c]	0,119[c]	0,104[c]	0,35[c]	100[a]	628[c]	1

a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir (p <0.05).

Çizelge 4. 6 Konjak filminin konsantrasyona bağlı 2. dereceden deformasyon ve geri dönüşümünün viskoz modül parametreleri

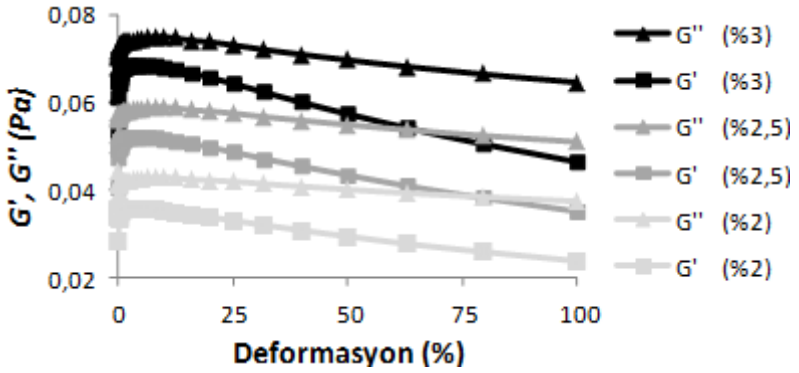
VİSKOZ MODÜL								
Kons(%)	**Dr (%)**	**G0 (Pa)**	**Gi (Pa)**	**Ge (Pa)**	**k**	**%GK**	**GK Süresi**	**Ge/G_0**
0,4	28,79[a]	0,023[a]	0,032[a]	0,034[a]	0,04[a]	100[a]	154	1,49
0,5	18,53[b]	0,032[b]	0,039[b]	0,037[b]	0,11[b]	92[b]	N.R.	1,15
0,6	17,51[c]	0,076[c]	0,093[c]	0,083[c]	0,25[c]	100[a]	N.R.	1,08

a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir ($p < 0.05$). N.R: Geri kazanımsız.

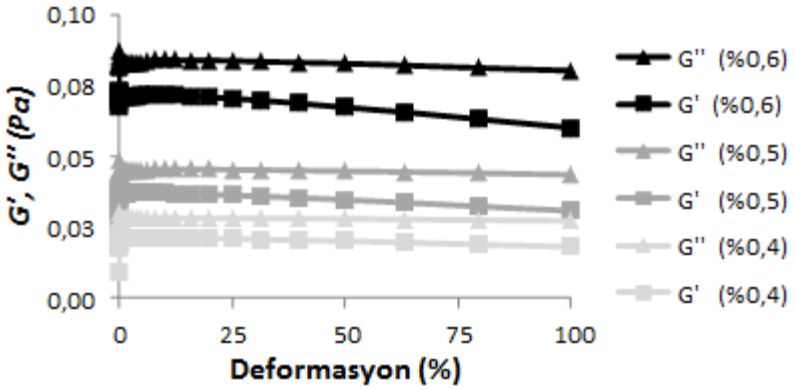
4.4.3 Çözelti Üzerinde Dinamik Kayma Testleri

4.4.3.1 Deformasyon Testi

Krstonosic vd. [46]'ne göre gam çözeltilerinin üzerinde yapılan deformasyon testinde konsantrasyon artışına bağlı olarak modül değerleri de yükselmektedir. Ayrıca salep ve konjak filmleri üzerinde yapılan deformasyon testleri, Şekil 4.10 ve 4.11 ile Şekil 4.20 ve 4.21 karşılaştırıldığında, çözelti halinde viskoz modülün baskın olduğu, film çözeltilerinde ise elastik modülün baskın olduğu görülmektedir.



Şekil 4. 20 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltisinde deformasyona bağlı elastiklik ve viskozluk

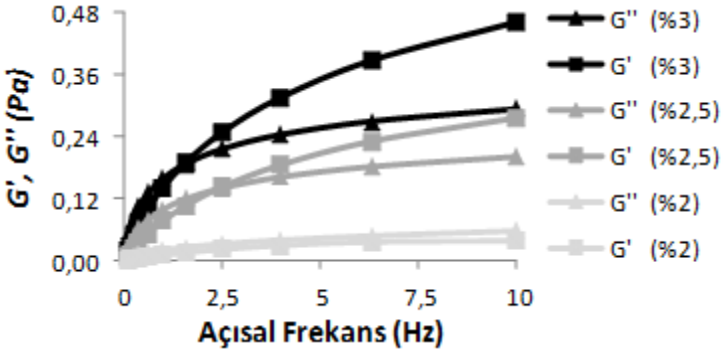


Şekil 4. 21 Farklı konsantrasyonlarınlardaki konjak gam çözeltisinde deformasyona bağlı elastiklik ve viskozluk

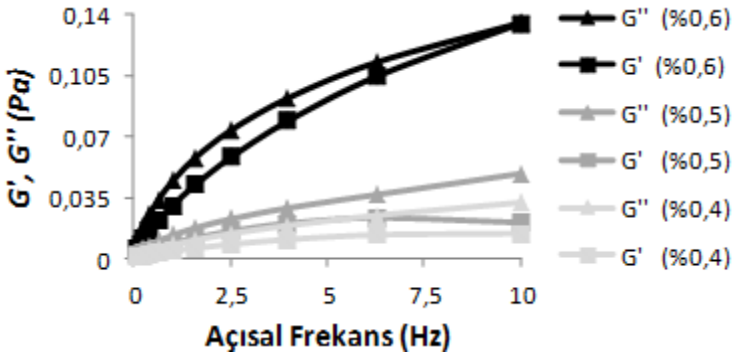
4.4.3.2 Frekans Kayma Testi

Amplitude sweep testlerinde lineer viskoelastik bölgeden seçilen deformasyon değeri, frekans kayma testinde sabitlenerek frekans değişimine bağlı elastiklik ve viskozluk tayin edilmiştir. Salep ve konjak gam numunelerinde aynı film üzerinde olduğu gibi çözelti üzerinde de sırasıyla çalışılan deformasyon değerleri %0,7 ve %1'dir. Frekans taramasının sonuçları da salep için Şekil 4.22'de, konjak için Şekil 4.23'te gösterilmektedir.

Bu grafiklerde konsantrasyonun elastiklik ve viskozluğa olan etkisi gözlenmiş ve yorum yapabilmek için K' ve K'' (kıvam katsayıları) ve n', n'' (akış davranış indeksleri) değerleri Power Law modeli kullanılarak, Statistica programı aracılığıyla hesaplanmış ve Çizelge 4.7 hazırlanmıştır.



Şekil 4. 22 Farklı konsantrasyonlardaki salep çözeltilerinin açısal frekansa bağlı elastiklik ve viskozluk



Şekil 4. 23 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltilerinin açısal frekansa bağlı elastiklik ve viskozluk

Çizelge 4.7'de hesaplanmış değerlere göre, tüm örneklerde K'' değerleri K' değerlerinden yüksektir. Bu durum, viskoz özelliklerin elastik özelliklere göre baskın olduğunu göstermektedir. Çizelgede verilen değerler grafikteki sonuçları desteklemektedir. Örneklerin K' değerleri 0,005 ile 0,13 Pa.s^n ve K'' değerleri 0,008 ile 0,14 Pa.s^n arasında değişmekte, n' değerleri 0,44 ile 0,59 ve n'' değerleri 0,33 ile 0,61 arasında yer almaktadır.

Çizelge 4.2 'de verilen analiz sonuçları ile Çizelge 4.7'de verilen analiz sonuçları karşılaştırıldığında, çözeltilerin K'' viskoz özellikleri baskın iken filmlerin K' elastik özellikleri baskındır. Böylece film oluşumu ile modül değişimi olduğu kanıtlanmaktadır [30].

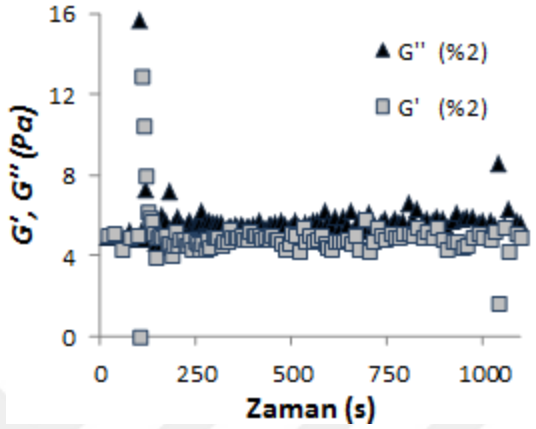
Çizelge 4. 7 Power Law modele göre belirlenen determinasyon katsayısı (R^2), elastik ve viskoz modülü kıvam katsayısı ve akış davranış indeksi değerleri

Örnek	R^2	n'	K'	R^2	n''	K''
Salep %2	0,96	0,59	0,01^a	0,99	0,51	0,02^a
Salep %2,5	0,98	0,58	0,07^b	0,97	0,37	0,09^b
Salep %3	0,99	0,55	0,13^c	0,97	0,33	0,14^c
Konjak%0,4	0,97	0,527	0,005^a	0,99	0,611	0,008^a
Konjak%0,5	0,9	0,439	0,009^b	0,99	0,568	0,013^b
Konjak%0,6	0,99	0,642	0,031^c	0,99	0,502	0,044^c

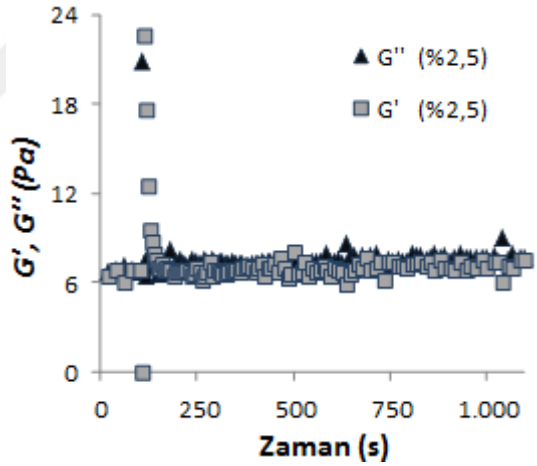
a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir ($p < 0.05$).

4.4.3.3 3 Zamanlı Tiksotropik Test

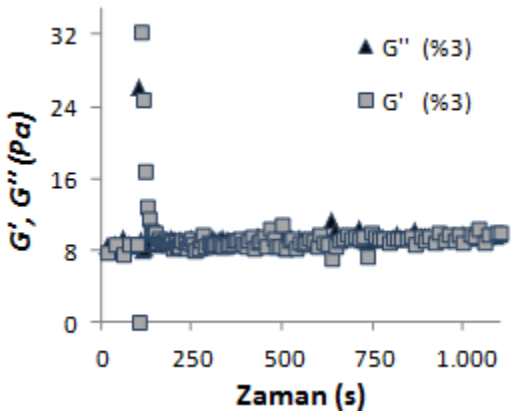
Şekil 4.24-4.29'da salep ve konjak çözeltilerinin 3ITT analiz sonuçları verilmektedir. Paszkowski ve Janus [57] gres yağı üzerinde yaptıkları reolojik analizler de inertia etkisini gözlemlemişlerdir. Şekil 4.24-4.29'da verilen grafiklerde de deformasyon sonrası salep ve konjak gam için inertia etkisi görülmektedir.



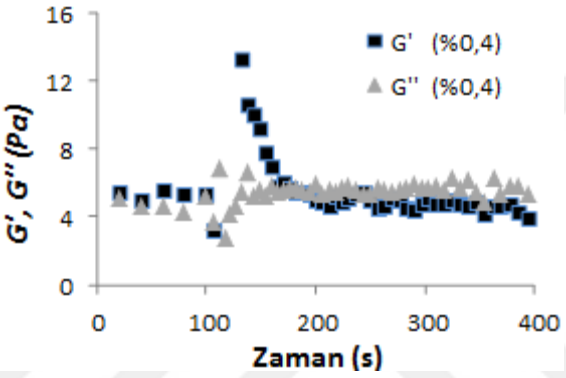
Şekil 4. 24 % 2 konsantrasyondaki salep çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk



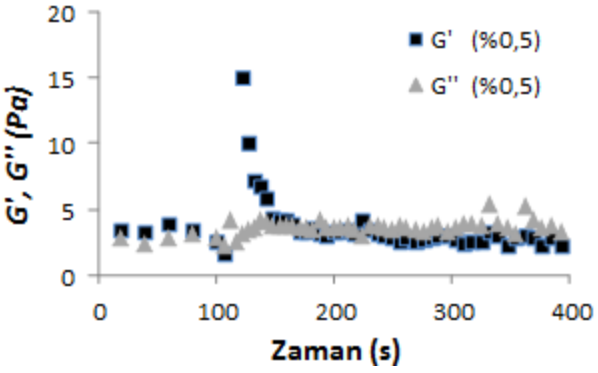
Şekil 4. 25 % 2,5 konsantrasyondaki salep çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk



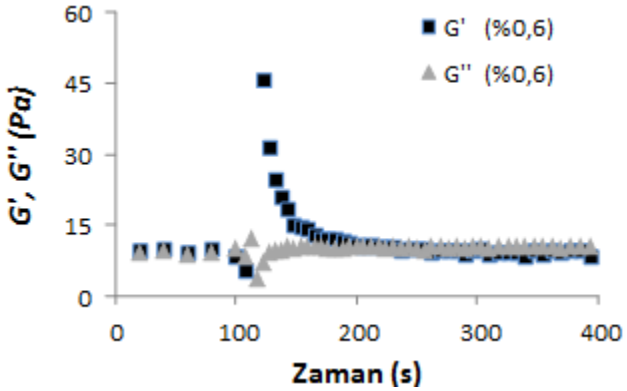
Şekil 4. 26 % 3 konsantrasyondaki salep çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk



Şekil 4. 27 % 0,4 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk



Şekil 4. 28 % 0,5 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk



Şekil 4. 29 % 0,6 konsantrasyondaki konjak gam çözeltisinde 3ITT tekniğiyle zamana bağlı elastiklik ve viskozluk

Çizelge 4.8'de, Şekil 4.24 – 4.29 grafiklerinde verilen salep ve konjak çözeltilerinin 3ITT ölçümlerinin, 2. dereceden model kullanılarak hesaplanmış deformasyon ve geri kazanım oranları gösterilmektedir.

Salep çözeltisi (Çizelge 4.8) ile filminin (Çizelge 4.3 – 4.4) deformasyonu ve geri kazanımına bakıldığında, deformasyonun her iki örnekte de %100 olduğu görülmektedir. Geri kazanım ise çözeltide %100 iken filmde %85-94 aralığındadır. Burada salep çözeltisinin, filmine göre geri kazanımının daha yüksek olması, filmin kırılgan ve hassas denebilecek incelikte bir monolayer tabakasından oluşmasından kaynaklanabilir [29], [38].

Konjak çözeltisi (Çizelge 4.8) ile filminin (Çizelge 4.5 – 4.6) deformasyonu ve geri kazanımına bakıldığında, deformasyonun toplamda %12-45 aralığında olduğu görülmektedir. Geri kazanım ise film ve çözelti için toplamda 6 örneğin 5'inde %100 olarak hesaplanmıştır. Konjak filminin ve çözeltisinin benzer oranlarda deformasyonu ve yine benzer oranlarda geri kazanımı görülmüştür.

Konjak filminin geri kazanımının salep filminden fazla olmasının muhtemel sebebi, konjak içeriğindeki makro molekül glukomannanın salebe göre daha yüksek olması (Çizelge 4.1) ve bu sayede konjak gamın daha kuvvetli film oluşturmasıdır.

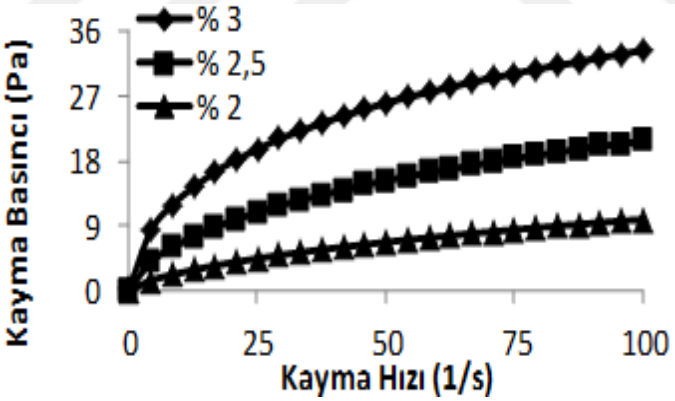
Çizelge 4. 8 Salep ve konjak gam çözeltilerinin konsantrasyona bağlı deformasyon ve geri kazanımının 2. dereceden elastik ve viskoz modül oranları

Örnek	Deformasyon (%) (Elastik – Viskoz)	Geri kazanım (%) (Elastik – Viskoz)
Salep %2	$100 – 100^{a}$	$100 – 100^{a}$
Salep %2,5	$100 – 100^{a}$	$100 – 100^{a}$
Salep %3	$100 – 100^{a}$	$100 – 100^{a}$
Konjak %0,4	$38^{a} – 29^{a}$	$100 – 100^{a}$
Konjak %0,5	$35^{b} – 21^{b}$	$100 – 100^{a}$
Konjak %0,6	$33^{c} – 14^{c}$	$100 – 100^{a}$

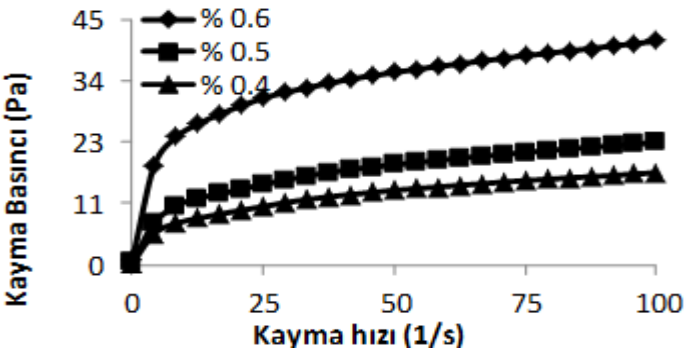
a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir (p <0.05).

4.4.4 Çözelti Üzerinde Sabit Kayma Testi

Bu testin amacı salep ve konjak gam çözeltilerinin sabit kayma özelliklerinden yararlanarak farklı konsantrasyonlardaki viskoziteleri hakkında yorum yapmaktır. Şekil 4.30 ve 4.31'de görüldüğü gibi konsantrasyon arttıkça modül değerleri de artmakta böylece en yüksek konsantrasyona sahip %3'lük salep ve % 0,6'lık konjak gam çözeltilerinin en yüksek viskoziteye sahip olduğu söylenebilmektedir. 3 farklı konsantrasyonda örnekler Newton tipi olmayan akış davranışı sergilemektedir.



Şekil 4. 30 Farklı konsantrasyonlarınlardaki salep çözeltilerinin kayma hızına bağlı kayma basıncı



Şekil 4. 31 Farklı konsantrasyonlardaki konjak gam çözeltilerinin kayma hızına bağlı kayma basıncı

Şekil 4.30 ve 4.31'in verilerine Power Law model (3.6) uygulanmış ve salep ve konjak gamda Statistica programı kullanılarak hesaplanan, R^2 (determinasyon katsayısı) 0.99 olduğundan dolayı bu modelle elde edilen verilerin uyumlu olduğu belirlenmiştir. Çizelge 4.9'da Power Law modelden elde edilen R^2, K *ve* n değerleri yer almaktadır.

Elde edilen K değerleri 0,68 – 13,06 arasında iken n (akış davranış indeksi) değerleri 0,25 ile 0,58 arasında değişkenlik göstermektedir, n değerlerinin 1'den küçük olmasından dolayı örneklerin kayma incelmesi (shear thinning) özelliği sergiledikleri belirlenmiştir. K değerleri konsantrasyon artışına bağlı olarak artmaktadır, Farhoosh ve Riazi [58] salep çözeltisi çeşitleri ile gerçekleştirdikleri reolojik analizler sonucu konsantrasyon artışıyla K değerlerinin arttığını saptamışlardır.

Salep örneğinin sabit kayma analizi sonuçları, literatürde salep üzerinde yapılan sabit kayma analizi çalışmalarıyla benzer sonuçlar göstermiştir. Konjak gam da literatürde ki keçiboynuzu gamı, guar gam ve ksantan gam gibi kayma incelmesi özelliği sergilemiş olup bu özeliğin, kayma sonucunda meydana gelen zayıf bağlardan dolayı meydana geldiği belirtilmektedir [5], [7], [50], [51], [52], [53], [54].

Çizelge 4. 9 Power Law modele göre belirlenen determinasyon katsayısı (R^2), kıvam katsayısı ve akış davranış indeksi değerleri

Örnekler	R^2	K	n
Salep %2	0,99	0,68[a]	0,40[a]
Salep %2,5	0,99	2,25[b]	0,48[b]
Salep %3	0,99	5,24[c]	0,58[c]
Konjak %0,4	0,99	3,56[a]	0,34[a]
Konjak %0,5	0,99	5,22[b]	0,31[b]
Konjak %0,6	0,98	13,06[c]	0,25[c]

a-c: Üst simgeler her bir örnek için konsantrasyonlar arasındaki farklılığı göstermektedir (p <0.05).

BÖLÜM 5

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada hazır olarak temin edilen salep ve konjak gam örneklerinin kompozisyonel, moleküler, termal, arayüzey (hava/su) ve reolojik özellikleri incelenmiştir.

HPLC ve Spektrofotometrik analizden elde edilen sonuçlara göre salep ve konjak gam içerisinde bulunan başlıca iki şekerin glukoz ve mannoz olduğu ve az miktarda ksiloz içerdiği, konjak gamın salebe göre daha yüksek oranda glukomannan içerdiği tespit edilmiştir.

Arayüzey reolojisi analizlerinde öncelikle örneklerin bir arayüzey filmi oluşturması sağlanmıştır. Arayüzey filmi oluşumu sırasında tüm veriler kaydedilmiş ve tüm deneyler su/hava arayüzeyinde gerçekleştirilmiştir. Konsantrasyon artışına bağlı olarak salep çözeltisi (% 2-3) ve konjak gam çözeltisi (% 0,4-0,6) zamana göre daha kuvvetli viskoelastik özelliklere sahip film oluşturmuştur. Oluşan filmler üzerinde gerçekleştirilen frekans kayma ve 3ITT ile konsantrasyonun filmin dayanıklılığına olan etkisi gözlemlenmiştir.

Film üzerinde gerçekleştirilen viskoelastik analizlere göre örneklerin K' değerlerinin K'' değerlerinden daha büyük olduğu ve filmlerin elastik özellik gösterdiği, aynı örneklerin çözeltileri üzerinde gerçekleştirilen viskoelastik analizlere göre K'' değerlerinin K' değerlerine göre daha büyük olduğu ve çözeltilerin viskoz özellikler gösterdiği görülmüştür.

3 Zamanlı Tiksotropik Test (3ITT), filmlerin dayanıklılığı hakkında bilgi vermektedir. Üçüncü aralık için yapılan İkinci Derece Yapısal Model analizi sonucunda salep filminde ve çözeltisinde deformasyon % 100'dür. Geri kazanım, salep filminde %85-94 iken salep çözeltisinde %100'dür. Konjak film ve çözeltisinde deformasyon %12-45'tir yani salep filmi ve çözeltisinin deformasyonuna göre daha düşüktür. Konjak film ve çözeltisinde geri kazanım ise %100'dür ve salep film ve çözeltisinin geri kazanımına göre daha yüksektir. Konjak gam salebe göre daha düşük konsantrasyonlarda hazırlanmış olmasına rağmen içeriğindeki yüksek glukomannandan dolayı daha dirençli film oluşturabilmiş ve böylece konjak gamın deformasyonu salebe göre daha düşük olurken, geri kazanımı daha yüksek olmuştur.

Çözelti üzerinde yapılan sabit kayma analizi sonucunda tüm örnekler için elde edilen K değerleri 0,68 – 13,06 Pa. s^n arasında iken bu değerler konsantrasyon artışına bağlı olarak yükselmiştir, n (akış davranış indeksi) değerleri ise 0,25 ile 0,58 arasında değişkenlik göstermiştir. n değerleri 1'den küçük olduğundan dolayı örnekler kayma incelmesi (shear thinning) özelliği göstermiştir.

Gıda emülsiyonlarının ve köpük formlarının stabilitesi açısından stabilizatör seçimi oldukça önemlidir. Salebin ve bitkisel kaynaklı gamların stabilizatör olarak kullanılması hem doğal olması hem de alternatif oluşturması açısından incelenmiştir. Stabilizatörün temel olarak emülsiyonun viskozitesini arttırması gerektiğinden, fiziksel özellikler arayüzey reoloji analizleriyle belirlenmiştir. Birçok kaynaktan elde edilen gamların ve salebin bu şekilde incelenebilmesi arayüzey reolojisi alanının gelişimi açısından umut vadetmektedir. Gamların arayüzey reolojik özelliklerine dair birçok çalışma bulunmaktadır. Literatürde salep filmleri incelenmiş fakat salep filminin arayüzey reolojisine ilk kez bu çalışmada yer verilmiştir. Bu çalışma, son yıllarda güncel olarak birçok bilim insanı tarafından araştırılan arayüzey reolojisi ile ilgili olup elde edilen sonuçların gıda bilimine önemli bir katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Ayrıca bu çalışmanın kapsamı farklı bitkisel veya yapay kaynaklarla genişletildiği takdirde literatüre önemli bir katkı sağlayacağı öngörülmektedir.

KAYNAKLAR

[1] Güven, M., Karaca, O. ve Yaşar K., (2010). ‘’Düşük Yağ Oranlı Kahramanmaraş Tipi Dondurma Üretiminde Farklı Emülgatörlerin Kullanımının Dondurmaların Özellikleri Üzerine Etkileri’’, Gıda, 35 (2): 97-104.

[2] Martirosyan, D. M., (2009), Functional Foods for Chronic Diseases, https://books.google.com.tr, 10 Mart 2015.

[3] Sezik, E., (1984). Orkidelerimiz Türkiye’nin Orkideleri, 6, Sandoz Kültür Yayınları, İstanbul.

[4] Tekinşen, K. ve Güner, A., (2009). ‘’Chemical Composition And Physicochemical Properties Of Tubera Salep From Some Orchidaceae Species’’, Food Chemistry, 121: 468–471.

[5] Kaya, S. ve Tekin, A., (2001). ‘’The effect of *salep* content on the rheological characteristics of a typical ice-cream mix’’, Journal of Food Engineering, 47(1): 59–62.

[6] Georgiadis, N., Ritzoulis, C., Charchari, E., Koukiotis, C., Tsioptsias, C., Vasiliadou ve C., (2012). ‘’ Isolation, characterization and emulsion stabilizing properties of polysaccharide form orchid roots (salep)’’, Food Hydrocolloids 28: 68-74.

[7] Kayacier, A. ve Doğan, M., (2006). ‘’ Rheological properties of some gums-salep mixed solutions’’, Journal of Food Engineering, 72: 261–265.

[8] Demirci, A.Ş. ve Arıcı, M., (2008). ‘’ Mikrobiyal Yolla Üretilen Gamlar ve Gıda Sanayinde Kullanımı’’, Türkiye 10. Gıda Kongresi, 21-23 Mayıs 2008, Erzurum.

[9] Marcotte, M., Hoshahili, A.R.T. ve Ramaswamy, H.S., (2001), ‘’ Rheological properties of selected hydrocolloids as a function of concentration and temperature’’, Food Research International, 34: 695–703.

[10] Erni, P., Windhab, E.J., Gunde, R. Graber,M. ve Pfister, B., (2007), ‘’Interfacial rheology of surface-active biopolymers: *Acacia senegal* gum versus hydrophobically modifed starch’’, Biomacromolecules, 8: 3458-3466.

[11] Munoz, J. ve Rinco, F., (2007), ‘’Rheological properties and surface tension of *Acacia tortuosa* gum exudate aqueous dispersions’’, Carbohydrate Polymers, 70: 198–205.

[12] Rinco, F., Munoz, J., Pinto, G., Alfaro, M.C. ve Calero, N., (2009), ‘‘Rheological properties of *Cedrela odorata* gum exudate aqueous dispersions’’, Food Hydrocolloids, 23 (3): 1031–1037.

[13] Elmanan, M., Al-Assaf, S., Phillips, G. ve Williams, P., (2008). ‘‘Studies on Acacia exudate gums: Part VI. Interfacial rheology of *Acacia senegal* and *Acacia seyal*’’, Food Hydrocolloids, 22: 682–689.

[14] Farzi, M., Djomeha, Z.E. ve Mohammadifar, M.A., (2009), ‘‘A comparative study on the emulsifying properties of various species of gum tragacanth’’, International Journal of Biological Macromolecules, 57: 76 – 82.

[15] Kasparek, M. ve, Grimm, U., (1999), ‘‘European Trade in Turkish Salep with Special Reference to Germany’’, Economic Botany, 53(4): 396-406.

[16] Çağlayan, K., Özavcı, A. ve Eskalen, A., (1998), ‘’ Dogu Akdeniz Bölgesinde Yaygın Olarak Yetisen Bazı Salep Orkidelerinin Embriyo Kültürü Kullanılarak In Vitro Kosullarda Çogaltılmaları’’, Journal of Agriculture and Forestry, 22: 187-191.

[17] Sungur, B. ve Ercan, R., Suda çözünebilir gamların gıda endüstrisinde kullanım olanakları, http://www.gidamo.org.tr/resimler/ekler/2e7aaa88b48137a_ek.pdf?dergi=17 , 12 Ocak 2016.

[18] Glicksman, M. 1980. Food Hydrocolloids Vol.1-3, CRC. Press, Boca Raton.F.L.

[19] Ward, F.M., Andon, S.A. ve Ranhotra, G., (1993). ‘‘The use of gums in bakery foods’’, AIB Tech. Bull., 15:4.

[20] Akesowan, A., (2009), ‘‘Viscosity and Gel Formation of a Konjak Flour from Amorphophallus oncophyllus’’, Faculty of Science, University of the Thai Chamber of Commerce, Bangkok, Thailand.

[21] Lin, K.W. ve, Huang, H.Y. (2003), ‘’ Konjak/gellan gum mixed gels improve the quality of reduced-fat frankfurters’’, Meat Science, 65: 749–755.

[22] Steffe, J. M., (2007), Rheological Methods In Food Process Engineering, 2. Baskı, Freeman Press, ABD.

[23] Çelebi, N., (2009), Modern Farmasötik Teknoloji, Editör: Füsun Acartürk, 2.Baskı, Ankara.

[24] Arduzlar, D., (2003). Salep İçeceğinin Reolojik Özelliklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[25] Dave, V., Sheth, M., McCarthy, S.P., Ratto, J.A. ve Kaplan, D.L., (1998). ‘‘Liquid Crystalline, Rheological and Thermal Properties of Konjak Glucomannan, Polymer, 39(5): 1139.

[26] Sanchez, C., Renard, D., Robert, P., Schmitt, C. ve Lefebvre, J., (2002). ‘’ Structure and rheological properties of Acacia gum dispersions’’, Food Hydrocolloids, 16: 257-267.

[27] İbanoğlu, E., (2002). ‘’Rheological behaviour of whey protein stabilized emulsions in the presence of gum arabic’’, Journal of Food Engineering, 52: 273–277.

[28] Langevin, D., (2000). ‘’ Influence of interfacial rheology on foam and emulsion properties’’, Advances in Colloid and Interface Science, 88: 209-222.

[29] Kragel, J. ve Derkatch, S.R., (2010). ‘’Interfacial shear rheology’’, Current Opinion in Colloid & Interface Science, 15 (4): 246 - 255.

[30] Mortimer, S., Ryan, A.J. ve Stanford, J.L., (2001). ‘’ Rheological Behavior and Gel-Point Determination for a Model Lewis Acid-Initiated Chain Growth Epoxy Resin’’, Macromolecules, 34:2973-2980.

[31] Kutlu, G. (2015). Misk Adaçayı (*Salvia Sclarea*) Tohumlarından Optimum Koşullarda Üretilen Gamın Fizikokimyasal, Kompozisyonel, Konformasyonel Ve Reolojik Özelliklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[32] Razavi, S. M. A., Taheri, H. ve Quinchia, L. A., (2011). ‘’Steady shear flow properties of wild sage (*Salvia macrosiphon*) seed gum as a function of concentration and temperature’’, Food Hydrocolloids, 25: 451- 458.

[33] Goodyer, S., Measuring Polymers using a Rotational Rheometer in Oscillatory Mode, http://www.tpa.org/archive/papers/15052013/MeasuringPolymersusingaRotationalRheometerinOscillatoryMode.pdf, 20 Şubat 2016.

[34] Escubed Limited, Rheology, http://www.escubed.co.uk/sites/default/files/rheology_(an009)_oscillation_and_thixotropy.pdf, 20 Şubat 2016.

[35] Hill, A. (2013). Rheology Basics: Introducing the Malvern Kinexus A Practical Measurement Perspective, Malvern Instruments Limited.

[36] Thermo Fisher Scientific, Seminar on Rheology, http://thermofisher.cn/Resources/200802/productPDF_2936.pdf, 25 Şubat 2016.

[37] Meyer, F., (2014). ‘’Performing Rheological Tests in Oscillation with the HAAKE Viscotester iQ Rheometer’’, Thermo Fisher Scientific, Material Characterization, Karlsruhe, Germany.

[38] Anton Paar, Interfacial Rheology System (IRS), http://www.anton-paar.com/?eID=documentsDownload&document=18378&L=6, 10 Şubat 2016.

[39] Toker, O. S., Karasu, S., Yılmaz, M. T. ve Karaman, S., (2015). Three interval thixotropy test (3ITT) in food applications: A novel technique to determine structural regeneration of mayonnaise under different shear conditions, Food Research International, 70: 125-133.

[40] Oh, S.G. ve Slattery, J.C., (1978). ‘’Disk and Biconical Interface Science’’, Journal of Colloid and Interface Science, 67: 516-525.

[41] Ray, Y.C., Lee, H.O., Jiang, T.L. ve Jiang, T.S., (1987). ‘’Oscillatory Torsional Interfacial Viscometer’’, J. Colloid Interface Sci, 119: 81-99.

[42] Lee, H.O., Jiang, T.L., Jiang, T.S. ve Avramdis, K.S., (1991). ''Measurements of Interfacial Shear Viscoelasticity with an Oscillatory Torsional Viscometer'', J. Colloid Interface Sci, 146: 90-122.

[43] Nagarajan, R., Chung, S.I. ve Wasan, D.T., (1998). ''Biconical Bob Oscillatory Interfacial Rheometer'', J. Colloid Interface, 204: 53-60.

[44] Razavi, S.M.A., Cui, S.W., Guo, Q. ve Ding, H., (2014). ''Some physicochemical properties of sage (*Salvia macrosiphon*) seed gum'', Food Hydrocolloids, 35: 453-462.

[45] Sciarini, L.S., Maldonado, F., Ribotta, P.D., Perez, G.T. ve Leo, A.E., (2008). ''Chemical composition and functional properties of *Gleditsia triacanthos* gum'', Food Hydrocolloids, 23: 306-313.

[46] Krstonosic, V., Dokic, L., Dokic, P. ve Dapc, T., (2009). '' Effects of xanthan gum on physicochemical properties and stability of corn oilin-water emulsions stabilized by polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate'', Food Hydrocolloids, 23: 2212-2218.

[47] Vliet, T., Martin, A.H. ve Bos, M.A., (2002). '' Gelation and interfacial behaviour of vegetable proteins'', Current Opinion in Colloid & Interface Science, 7: 462-468.

[48] Kurt, A. ve Kahyaoğlu, T., (2014). ''Characterization of a new biodegradable edible film made from salep glucomannan'', Carbohydrate Polymers, 104: 50-58.

[49] Chen, Z.G., Zong, M.H. ve Li, G.J., (2006). '' Lipase-catalyzed acylation of konjac glucomannan in ionic liquids'', Journal of Chemical Technology and Biotechnology, 81: 1225-1231.

[50] Yaşar, K. ve Kahyaoğlu, T., (2009). '' Dynamic rheological characterization of salep glucomannan/galactomannan-based milk beverages'', Food Hydrocolloids, 23: 1305-1311.

[51] Dakia, P. A., Blecker, Ch., Robert, Ch., Wathelet, B. ve Paquot, M., (2008). ''Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid or water dehulling pre-treatment'', Food Hydrocol. ,22: 807-818.

[52] Torres MD, Hallmark B. ve Wilson DI., (2014). ''Effect of concentration on rheology of guar gum solutions'', Food Hydrocolloids,40: 85–95.

[53] Zhong, L., Oostrom, M., Truex, M.J., Vermeul, V.R. ve Szecsody, J.E. , (2013). ''Rheological behavior of xanthan gum solution related to shear thinning fluid delivery for subsurface remediation'', J. Hazard. Mater., 244-245:160-170.

[54] Wu, Y., Ding, W., Jia,L., Wu,Q. H. Y., Ding,W., Jia,L. ve He Q. (2015). ''The rheological properties of tara gum (*Caesalpinia spinosa*)'', Food Chemistry, 168: 366–371.

[55] Razavi, S. M. A., Taheri, H. ve Quinchia, L. A., (2011). ''Steady shear flow properties of wild sage (*Salvia macrosiphon*) seed gum as a function of concentration and temperature'', Food Hydrocolloids, 25: 451- 458.

[56] Lauger, J. ve Patrick, H., (2009). ''Interfacial Shear Rheology of Coffee'', 5th International Symposium on Food Rheology and Structure, 15-18 Haziran 2009, Zürih.

[57] Paszkowski, M. ve Janus, S.O., (2013). '' Research on the kinetics of the lithium grease thixotropic microstructure reconstruction'', 8-13 Eylül 2013, Torino.

[58] Farhoosh, R. ve Riazi, A., (2007), '' A compositional study on two current types of salep in Iran and their rheological properties as a function of concentration and Temperature'', Food Hydrocolloids, 21:660–666.

[59] Yuan, Z.H., Wu, D.C., Zhao, Y., Wu, H. ve Li, X.Y., (2003). ''The determination of konjak glucomannan in konjak refined powder and monosaccharide compositions by HPLC'', China Journal of Chinese Materia Medica, 28: 621-624.

[60] AOAC. (2000). Official Methods of Analysis of the Association of Official Analysis Chemists. Gaithersburg, MD: AOAC International.

[61] Megazyme International Ireland Limited (2014b). Total Starch Assay Procedure (amyloglucosidase/a-Amylase Method), K-TSTA 09/14, AOAC Method 996.11. Ireland.

[62] Megazyme International Ireland Limited (2014). Glucomannan Assay Procedure, K-GLUM 03/14. Ireland.

[63] Liu, X., Yu, L., Xie, F., Li, M., Chen, L. ve Li, X. (2010). ''Kinetics and mechanism of thermal decomposition of corn starches with different amylose/amylopectin ratios''. Starch/Stärke, 62: 139-146.

[64] Xiao, C., Lu, Y., Liu, H. ve Zhang, L., (2001). '' Preparation and characterization of konjac glucomannan and sodium carboxymethylcellulose blend films'', Applied Polymer Science, 80: 26-31.

[65] Moo-Huchin, V.M., Cabrera-Sierra, M.J., Estrada-León, R.J., Ríos-Soberanis, C.R., Betancur-Ancona, D. ve Chel-Guerrero, L. (2015). ''Determination of some physicochemical and rheological characteristics of starch obtained from Brosimum alicastrum swartz seeds'', Food Hydrocolloids, 45: 48-54.

[66] Tatirat, O. ve Charoenrein, S., (2011). '' Physicochemical properties of konjac glucomannan extracted from konjac flour by a simple centrifugation process'', LWT - Food Science and Technology, 44: 2059-2063.

[67] Chaires-Martínez, L., Salazar-Montoya, J.A. ve Ramos-Ramírez, E.G. (2008). ''Physicochemical and functional characterization of the galactomannan obtained from mesquite seeds (*Prosopis pallida*)'', European Food Research and Technology, 227: 1669–1676.

[68] Vendruscolo, C. W., Ferrero, C., Pineda, E. A. G., Silveira, J. L. M., Freitas, R. A., Jiménez-Castellanos, M. R. ve Bresolin, T. M. B. (2009). ''Physicochemical and

mechanical characterization of galactomannan from *Mimosa scabrella*: Effect of drying method'', Carbohydrate Polymers, 76: 86–93.

[69] Zohuriaan, M. J. ve Shokrolahi, F. (2004). ''Thermal studies on natural and modified gums'', Polymer Testing, 23: 575–579.

[70] Razavi, S.M.A. ve Karazhiyan, H. (2009). ''Flow properties and thixotropy ofselected hydrocolloids: Experimental and modeling studies'', Food Hydrocolloids, 23: 908–912.

[71] Roos, Y. ve Karel, M. (1991). ''Plasticizing effect of water of thermal the behaviour and crystallization of amorphous food models'', Journal of Food Science, 56: 38–43.

[72] Sperling, L. H. (2006). In L. H. Sperling (Ed.), Introduction to physical polymer science. NJ: John Wiley & Sons, Inc.

[73] Kibar, E. A. A. ve Us, F. (2013). ''Thermal mechanical and water adsorption properties ofcorn starch-carboxymethylcelluso/methylcelluso biodegradable films'', Journal of Food Engineering, 114: 123–131.

[74] Cerqueiraa, M.A., Souza, B.W.S., Simões, J., Teixeira, J.A., Domingues, M.R.M., Coimbra, M.A. ve Vicente, A.A. (2011). ''Structural and thermal characterization of galactomannans from non-conventional sources'', Carbohydrate Polymers, 83: 179–185.

[75] Yi, J.-Z. ve Zhang, L.M. (2007). ''Biodegradable blend films based on two polysaccharide derivates and their use as Ibuprofen-releasing matrices'', Journal of Applied Polymer Science, 103: 3553–3559.

[76] Miki Yoshimura, M., Takaya, T. ve Nishinari, K. (1996). ''Effects of Konjac-Glucomannan on the Gelatinization and Retrogradation of Corn Starch As Determined by Rheology and Differential Scanning Calorimetry'', J. Agric. Food Chem., 44: 2970-2976.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Ceyda VATANSEVER

Doğum Tarihi ve Yeri : 22.01.1991 - Marmaris

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : ceydavatansever@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

Derece	**Alan**	**Okul/Üniversite**	**Mezuniyet Yılı**
Yüksek Lisans	Gıda Mühendisliği	Yıldız Teknik Üniversitesi	2016
Lisans	Gıda Mühendisliği	İstanbul Teknik Üniversitesi	2013
Lise	Sayısal	Üsküdar Çağrıbey Anadolu Lisesi	2009

YAYINLARI

Proje

1. Bu çalışma, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'nün 2015-07-05-YL01 numaralı projesi ile desteklenmiştir.