

T.C.
AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

**PÜSKÜRTMELİ KURUTMA VE DONDURARAK
KURUTMA YÖNTEMLERİ KULLANILARAK SUSAM
İŞLEME ATIĞINDAN BİTKİSEL PROTEİN TOZU ÜRETİMİ
VE TOZ ÜRÜN KARAKTERİZASYONU**

Elif Ezgi ÖZDEMİR
YÜKSEK LİSANS TEZİ

DANIŞMAN
Doç. Dr. Fatih Mehmet YILMAZ

Bu tez Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından
217O066 proje numarası ile desteklenmiştir.

AYDIN-2021

KABUL VE ONAY

T.C. Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Programı öğrencisi Elif Ezgi ÖZDEMİR tarafından hazırlanan ‘‘PÜSKÜRTMELİ KURUTMA VE DONDURARAK KURUTMA YÖNTEMLERİ KULLANILARAK SUSAM İŞLEME ATIĞINDAN BİTKİSEL PROTEİN TOZU ÜRETİMİ VE TOZ ÜRÜN KARAKTERİZASYONU’’ başlıklı tez, aşağıdaki jüri tarafından Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi: 09/08/2021

Üye (T.D.) : Doç. Dr. Fatih Mehmet YILMAZ - ADÜ

Üye : Doç. Dr. Mehmet KOÇ - ADÜ

Üye : Doç. Dr. Mehmet KARAASLAN - HRÜ

ONAY:

Bu tez Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca yukarıdaki jüri tarafından uygun görülmüş ve Fen Bilimleri Enstitüsünün tarih ve sayılı oturumunda alınan numaralı Yönetim Kurulu kararıyla kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Gönül AYDIN

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim süresince ve çalışmamın her aşamasında bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, ilgi ve desteğini gördüğüm tez danışmanım Sayın Hocam Doç. Dr. Fatih Mehmet YILMAZ'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Değerli zamanlarını ayırıp tezimi değerlendiren, tez savunma jüri üyesi Sayın Hocalarım Doç. Dr. Mehmet KOÇ ve Doç. Dr. Mehmet KARAASLAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalar esnasında yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Ahmet GÖRGÜÇ ve Esra GENÇDAĞ'a teşekkür ederim.

Tez çalışmamda püskürtmeli kurutma işlemi konusunda bilgi ve deneyimlerini paylaşan Doç. Dr. Mehmet KOÇ, Arş. Gör. Dr. Aslı ZUNGUR BASTIOĞLU, Ulaş BAYSAN ve Bengisu DUMANOĞLU'na teşekkür ederim.

Mineral madde ve amino asit kompozisyonu analizlerinin gerçekleşmesini sağlayan TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM) Gıda Enstitüsü'ne ve protein tozlarına ait taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri konusunda değerli vakitlerini ayıran, Harran Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü'nden Doç. Dr. Mehmet KARAASLAN ve Arş. Gör. Bülent BAŞYİĞİT'e teşekkür ederim.

Tez çalışmasında kullanılan enzimi temin eden Novozymes Enzim Dış. Tic. Ltd. Şti.'ye teşekkür ederim.

Tez çalışması için maddi destek sağlayan TÜBİTAK Araştırma Destek Programları Başkanlığı (Proje No: 217O066) ve çalışmalarda kullanılan hammadde teminini sağlayan Çelikler & Tunas Gıda San. ve Tic. Ltd. Şti. (Gaziantep, Türkiye) üretim müdürü Sn. Mehmet Ali ÇELİK'e teşekkür ederim.

Bugünlere gelmemde en büyük paya sahip, desteklerini ve sevgilerini hiçbir zaman esirgemeyen canım annem Hürriyet ÖZDEMİR, canım babam Tahir ÖZDEMİR ve canım abim Yunus Emre ÖZDEMİR'e teşekkür ederim.

Elif Ezgi ÖZDEMİR

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY	i
TEŞEKKÜR	ii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
RESİMLER DİZİNİ.....	x
ÖZET	xiii
ABSTRACT	xv
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	4
2.1. Gıda Atıkları ve Atıklarda Bulunan Biyoaktif Maddeler	4
2.1.1. Bitkisel Proteinler.....	7
2.1.1.1. Potansiyel Bitkisel Protein Kaynağı Olarak Susam Bitkisi ve Yan Ürünleri / Atıkları.....	11
2.2. Gıda Kaynaklarından Proteinlerin Geri Kazanımı (Özütlenmesi ve Çöktürülmesi) 15	
2.2.1. Bitki Kaynaklarından Enzimatik ve Alkali Protein Özütlenmesi	17
2.3. Biyoaktif Bileşiklerin Kurutulması ve Toz Ürün Üretim Avantajları	19
2.3.1. Püskürtmeli Kurutma	22
2.3.1.1. Atomizasyon	24
2.3.1.2. Damlacık-Sıcak Hava Teması.....	25
2.3.1.3. Atomize Damlacıkların Kurutulması/Buharlaştırılması.....	25
2.3.1.4. Püskürtmeli Kurutma Parametrelerinin Toz Ürün Özelliklerine Etkisi	26
2.3.1.4.1. Hava Giriş/Kurutma Sıcaklığı.....	27
2.3.1.4.2. Hava Çıkış Sıcaklığı.....	28
2.3.1.4.3. Besleme Akış Hızı.....	28
2.3.1.4.4. Hava Akış Hızı.....	29
2.3.1.5. Toz Ürün Verimi	30
2.3.1.6. Püskürtmeli Kurutma İşleminde Dikkat Edilmesi Gereken Noktalar	30
2.3.2. Dondurarak Kurutma (Liyofilizasyon).....	31
2.3.2.1. Dondurma (Katılaştırma) Adımı	32

2.3.2.2. Birincil Kurutma (Buz Süblimasyonu) ve İkincil Kurutma	34
2.3.2.3. Dondurarak Kurutma İşleminin Avantajları, Dezavantajları ve Diğer Kurutma Yöntemleriyle Karşılaştırılması	34
2.3.3. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleri ile Gıda Atıklarından Özütlenen Biyoaktif Maddelerin Toz Formda Üretilmesi.....	36
Üzüm kabuğu.....	42
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	49
3.1. Hammadde ve Kimyasallar	49
3.2. Yöntem	49
3.2.1. Susam Kepeğine Uygulanan Ön İşlemler.....	49
3.2.2. Susam Kepeğinden Bitkisel Protein Özütleme ve Saflaştırma	50
3.2.3. Susam Kepeği Özütlerinin Püskürtmeli Kurutma Yöntemi ile Kurutulması	51
3.2.4. Susam Kepeği Özütlerinin Dondurarak Kurutma Yöntemi ile Kurutulması	53
3.2.5. Bitkisel Protein Tozlarına Uygulanan Analizler	54
3.2.5.1. Toz Ürün Verimi	54
3.2.5.2. Toplam Kuru Madde Miktarı.....	54
3.2.5.3. Toplam Mineral Madde Miktarı.....	54
3.2.5.4. Toplam Protein Miktarı	55
3.2.5.5. Su Aktivitesi.....	56
3.2.5.6. Renk Analizleri	56
3.2.5.7. Protein Çözünürlüğü.....	56
3.2.5.8. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk Analizleri.....	57
3.2.5.9. Akabilirlik Analizi.....	57
3.2.5.10. Islanabilirlik Analizi.....	57
3.2.5.11. Dağılıbilirlik Analizi.....	58
3.2.5.12. Partikül Yoğunluğunun Belirlenmesi	59
3.2.5.13. Su Tutma Kapasitesi Analizi	59
3.2.5.14. Yağ Bağlama Kapasitesi Analizi.....	59
3.2.5.15. Köpük Özelliklerinin Belirlenmesi	60
3.2.5.16. Emülsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi	60
3.2.5.17. Mineral madde kompozisyonunun belirlenmesi	61
3.2.5.18. Amino asit kompozisyonunun belirlenmesi.....	61

3.2.5.19. Lignan kompozisyonunun belirlenmesi.....	61
3.2.5.20. Proteinin Termal Denatürasyon Özelliklerinin Belirlenmesi	62
3.2.5.21. Mikroyapının belirlenmesi.....	62
3.2.6.22. İstatistiki Değerlendirme	62
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	64
4. 1. Susam Kepeği Özütlerinin Saflaştırılması.....	64
4.2. Püskürtmeli Kurutma İşleminin Optimizasyonu	66
4.2.1. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının Protein Verimine Etkisi	69
4.2.2. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının Toz Ürün Verimine Etkisi	70
4.2.3. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının Su Aktivitesine Etkisi	72
4.2.4. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının İşlem Süresine Etkisi	73
4.3. Susam Kepeği ve Susam Kepeğinden Elde Edilen Protein Tozlarının Temel Bileşen Karakterizasyonu	74
4.3.1. Toplam Kuru Madde Miktarı.....	75
4.3.2. Su Aktivitesi	75
4.3.3. Toplam Mineral Madde	76
4.3.4. Toplam Protein.....	77
4.4. Susam Kepeği ile Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Toz Örneklerin Mineral Madde ve Amino Asit Kompozisyonu	78
4.4.1. Mineral Madde Kompozisyonu	78
4.4.2. Amino Asit Kompozisyonu	80
4.5. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Toz Örneklerin Renk Özellikleri	83
4.6. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Örneklerin Toz Ürün Özellikleri.....	85
4.6.1. Yığın Yoğunluğu (ρ_b) ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu (ρ_t)	86
4.6.2. Akabilirlik.....	88
4.6.3. Islanabilirlik ve Dağılabilirlik.....	89
4.6.4. Partikül Yoğunluğu	91
4.7. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Toz Örneklerin Bazı Kimyasal Özellikleri.....	91
4.7.1. Protein Çözünürlüğü	92

4.7.2. Su Tutma Kapasitesi.....	94
4.7.3. Yağ Bağlama Kapasitesi.....	95
4.7.4. Emülsiyon Aktivitesi ve Stabilitesi.....	95
4.7.5. Köpük Kapasitesi ve Stabilitesi	97
4.8. Lignan Kompozisyonu	98
4.9. Susam Kepeği Protein Tozlarının Moleküler Termal ve Mikroyapısal Özellikleri	100
4.9.1 Protein Tozlarının Termal Özellikleri.....	100
4.9.2 SEM ile Hücresel Yapının Görüntülenmesi	102
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	104
KAYNAKÇA	106
BİLİMSEL ETİK BEYANI	138
ÖZGEÇMİŞ.....	139

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

ALPE : Aliminyum Tabakalı Polietilen

ANOVA : Varyans Analizi

a_w : Su Aktivitesi

C : Chroma

CCRD: Merkezi Tümlleşik Tasarım

CI : Carr İndeks

dk. : Dakika

DSC : Diferansiyel Taramalı Kalorimetre

g : Gram

ha : Hektar

HPLC: Yüksek Basınçlı Sıvı Kromatografisi

K : Kelvin

M.Ö. : Milattan Önce

mg : Miligram

mL : Mililitre

N : Normal

PVDF : Poliviniliden Florür Membran

R² : Uyum Katsayısı

rpm : Dakikadaki Tur Sayısı

s : Saniye

SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu

T_g : Camsı Geçiş Sıcaklığı

TGK : Türk Gıda Kodeksi

v : Hacim

- w : Ağırlık
- X_i : Bağımsız Değişken (i 'ye bağlı)
- X_j : Bağımsız Değişken (j 'ye bağlı)
- Y : Bağımlı Değişken
- β : Regresyon Katsayısı
- μL : Mikrolitre

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Peptit bağının genel oluşum şekli	8
Şekil 2. Püskürtmeli kurutma sisteminin şematik gösterimi.....	24
Şekil 3. Saf suyun faz diyagramı.....	33
Şekil 4. Gıda atıklarından biyoaktif maddelerin ekstrakte edilmesi ve toz ürün üretimi.	38
Şekil 5. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının protein verimi (%) üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği.....	70
Şekil 6. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının toz ürün verimi (%) üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği.....	71
Şekil 7. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının su aktivitesi üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği	73
Şekil 8. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının kurutma süresi üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği.....	74
Şekil 9. (a) Püskürtmeli kurutma işlemi ile üretilen protein tozunun lignan kompozisyonuna ait kromatogram, (b) Dondurarak kurutma işlemi ile üretilen protein tozunun lignan kompozisyonuna ait kromatogram.....	99

RESİMLER DİZİNİ

Resim 1. Susam bitkisinin genel görünümü, tohum yapısı ve yan ürünleri (susam kabuğu ve susam kepeği) (Anonim, 2020)	12
Resim 2. Çalışmada kullanılan kurutulmuş ve öğütülmüş susam kepeği.....	50
Resim 3. Çalışmada kullanılan püskürtmeli kurutucu ve tozların genel görünümü	53
Resim 4. Çalışmada kullanılan liyofilizatör ve kurutulan örneklerin genel görünümü	53
Resim 5 . Islanabilirlik analizi öncesi ve sonrası görünüm	58
Resim 6. Püskürterek (a) ve dondurarak (b) kurutulmuş toz örneklerin genel görünümü	83
Resim 7. Protein tozlarına ait taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri: (a) Püskürtmeli kurutma yöntemi ile üretilen protein tozu, (b) Dondurarak kurutma yöntemi ile üretilen protein tozu	102

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1. Bitkisel atık veya yan ürünlerden protein elde edilmesine yönelik yapılmış bazı çalışmalar	7
Çizelge 2. Çeşitli gıdaların toplam protein içeriği (Türkomp, 2020)	11
Çizelge 3. Susam tohumunun besin bileşimi (100 g'da) (Türkomp, 2020).....	14
Çizelge 4. Susamın amino asit kompozisyonu (100 g'da) (Türkomp, 2020)	14
Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar	39
Çizelge 6. Kurutma işlemi aşamasına ait yanıt yüzey yöntemi için kodlanmış seviyeler	52
Çizelge 7. Püskürtmeli kurutucu deneme planı.....	52
Çizelge 8. Toz ürünlerin akabilirlik (Carr index) sınıflandırılması.....	57
Çizelge 9. Farklı özütleme yöntemleri ile elde edilmiş özütlerin ve ultrafiltrasyon yöntemiyle saflaştırılması işlemi sonucunda alt ve üst fazlarda biriken özütlere ait % protein miktarı.....	65
Çizelge 10. Püskürtmeli kurutma işleminin etkisini belirlemede kullanılan merkezi tümleşik tasarım ve analizler sonucu elde edilen bağımlı ve bağımsız değişkenlere ait değerler	67
Çizelge 11. Püskürtmeli kurutma işleminin yanıt yüzey yöntemine ait istatistiksel analiz sonuçları ve model katsayıları	68
Çizelge 12. Uygulamada kullanılan susam kepeği ile püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozlarına ait bazı kimyasal ve fizikokimyasal özellikler	74
Çizelge 13. Farklı kurutma yöntemleriyle elde edilmiş bitki kaynaklı protein tozlarının protein içerikleri	78

Çizelge 14. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarına ait mineral madde kompozisyonu	80
Çizelge 15. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarına ait amino asit kompozisyonu	82
Çizelge 16. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen toz örneklerin renk özelliklerine ilişkin veriler	84
Çizelge 17. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen toz örneklerin bazı toz özelliklerine ilişkin veriler	86
Çizelge 18. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozlarına uygulanan kimyasal ve fizikokimyasal analiz sonuçları.....	92
Çizelge 19. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarının lignan kompozisyonlarına ilişkin veriler	98
Çizelge 20. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş protein tozlarına ait termal denatürasyon (DSC) verileri	101

ÖZET

PÜSKÜRTMELİ KURUTMA VE DONDURARAK KURUTMA YÖNTEMLERİ KULLANILARAK SUSAM İŞLEME ATIĞINDAN BİTKİSEL PROTEİN TOZU ÜRETİMİ VE TOZ ÜRÜN KARAKTERİZASYONU

Özdemir E. E. Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Programı, Yüksek Lisans Tezi, Aydın, 2021.

Amacı: Bu tez çalışması, endüstriyel gıda işleme atığı olan susam kepeğinden püskürtmeli ve dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemleriyle bitkisel protein tozu üretilmesi ve ardından, ayrıntılı fizikokimyasal ve toz ürün özelliklerinin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir.

Materyal ve Yöntem: Püskürtmeli kurutma işlem parametlerinin etkileri yanıt yüzey yöntemi ile merkezi tümleşik tasarım (CCRD) kullanılarak incelenmiştir. En uygun püskürtmeli kurutma işlem koşullarının belirlenmesinde bağımlı değişkenlerin (toz ürün verimi, protein verimi, su aktivitesi, işlem süresi) etkileri, bağımsız değişkenler (hava giriş sıcaklığı ve hava çıkış sıcaklığı) ele alınarak tespit edilmiştir. Optimum koşullarda püskürtmeli ve dondurarak kurutma işlemleri ile üretilen bitkisel protein tozlarının fizikokimyasal analizleri yapılmış ve toz ürün özellikleri belirlenmiştir.

Bulgular: Püskürtmeli kurutma işlemi için optimum işlem koşulları 165 °C hava giriş sıcaklığı ve 74 °C hava çıkış sıcaklığı olarak tespit edilmiştir. Bu koşullarda toz üründe %69,0 toz ürün verimi, %68,2 protein verimi, 70 dk. işlem süresi ve 0,215 su aktivitesi değeri elde edilmiştir. Dondurarak kurutma işlemi susam kepeği protein tozlarında daha yüksek köpürme kapasitesi (%35) ile önemli ölçüde geliştirilmiş ıslanabilirlik (2,3 s) ve dağılıbilirlik (%98,6) değerleri sağlamıştır. Liyofilize protein tozları, işleme ve nakliye için önemli parametreler kabul edilen, önemli ölçüde daha düşük yığın ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu göstermiştir. Diğer yandan, püskürtmeli kurutma ile üretilmiş örnekler daha yüksek su tutma kapasitesi (0,94 g su/g protein) ve daha gelişmiş renk özellikleri (L*: 71,4) sağlamıştır.

Sonuç: Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleri kullanılarak susam kepeğinden bitki bazlı protein tozu üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Kurutma yöntemleri protein tozlarının protein miktarı, mineral madde ve lignan içerikleri, amino asit bileşimi, yığın özellikleri, köpürme kapasitesi, renk ve yüzey morfolojisi gibi fizikokimyasal özellikleri

üzerinde farklı etkiler göstermiştir. Susam kepeğinden elde edilen protein tozları kükürt içeren esansiyel bir amino asit olan metiyonin bakımından zengin içeriğe sahiptir. Fonksiyonel bir bileşen olarak yeni geliştirilen protein tozunun, gıda endüstrisine sürdürülebilir seçenekler sunacağı ve çeşitli formülasyonlarda kullanılmak üzere yeni fırsatlar açabileceği düşünülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Alternatif Protein Kaynağı, Esansiyet Amino Asitler, Gıda Yan Ürünü, Protein Geri Kazanımı, Yanıt Yüzey Yöntemi.

ABSTRACT

PLANT BASED PROTEIN POWDER PRODUCTION FROM SESAME PROCESSING WASTE USING SPRAY DRYING AND FREEZE DRYING TECHNIQUES AND CHARACTERIZATION OF POWDERS

Özdemir E. E., Aydın Adnan Menderes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Food Engineering Department, Master of Science Thesis, Aydın, 2021.

Objective: The purpose of this thesis was to produce plant based protein powder from an agro-industrial waste source (sesame bran) using spray and freeze drying methods, to perform detailed physicochemical analyses, and to determine powder product properties.

Material and Methods: The effect of spray drying process parameters was investigated using response surface methodology by central composite rotatable design (CCRD). For the optimum spray drying process conditions, the effects of dependent variables (powder product yield, protein yield, water activity, process time) were determined by considering independent variables (inlet air temperature and outlet air temperature). Physicochemical analyses and powder product characterization of plant based protein powders produced using spray and freeze drying at optimum conditions were carried out.

Results: The optimum process conditions were determined as 165 °C inlet air temperature and 74 °C outlet air temperature. Under this condition, 69.0% powder product yield, 68.2% protein yield, 70 min. process time and 0.215 water activity values were obtained in the powder product. Freeze dried protein powders revealed significantly improved wettability (2.3 s) and dispersibility (98.6%) values with higher foaming capacity (35%). Protein powders produced by freeze drying had considerably lower bulk and tapped densities which are important parameters for processing and transportation. On the other hand, spray drying provided higher water holding capacity (0.94 g water/g protein) and better color properties (L^* : 71.4).

Conclusion: The production of plant based protein powder from sesame bran has been successfully carried out using spray drying and freeze drying methods. Drying methods showed different effects on the physicochemical properties of protein powders such as the protein content, mineral and amino acid composition, bulk properties, foaming capacity, color

and surface morphology. Protein powders derived from sesame bran were found to be high in methionine, which is a sulfur containing essential amino acid. The newly developed protein powder as a functional ingredient could offer sustainable options to food industry and could open up new opportunities to be used in various formulations.

Keywords: Alternative Protein Source, Essential Amino Acids, Food By-product, Protein Recovery, Response Surface Methodology.

1. GİRİŞ

Dünya nüfusunun artışıyla gıda ve gıda hammaddelerine olan talep de her geçen gün artmaktadır. Dünya genelinde 500 milyondan fazla insanın proteince eksik beslendiği bildirilmektedir (Dando, 2012). Bitkisel proteinler çoğu durumda lizin ve metiyonin içeriği bakımından fakirdir; ancak hayvan kaynaklı protein kaynaklarına göre esansiyel olmayan amino asitleri daha fazla miktarda içermektedir (Krajcovicova-Kudlackova vd., 2005). Hayvan kaynaklı proteinlerin besin değeri esas olarak protein, vitamin ve minerallerin yüksek biyoyararlanımından kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte, et ürünlerinin kolesterol ve yüksek oranda doymuş yağ asitleri içerdiği de bilinmektedir (Muguerza vd., 2004). Bu gıdalar yüksek ve kaliteli protein içermelerine rağmen çok sık tüketilmeleri durumunda kalp ve damar rahatsızlıkları ile kanser gibi hastalıkların oluşmasına sebep olabilmektedir. Ayrıca, hayvan kaynaklı gıdalardan deli dana hastalığı gibi hastalıkların bulaşma risklerinin olması, küresel hayvan kaynaklı protein kıtlığı, sağlıklı (kolesterol içermeyen, düşük doymuş yağ oranı, trans yağsız, vb.) ve inanç doğrultusunda tercih edilen (helal, kosher, vb.) gıdalara olan yüksek talepler, ekonomik nedenler, vejetaryenlik gibi beslenme trendlerinin yaygınlaşması ve hayvan hakları hareketlerinin etkisiyle hayvan kaynaklı gıdaların tüketim oranı hızlı bir şekilde azalmaktadır. Tüm bu sebeplere ek olarak günümüzde sağlıklı ve dengeli beslenme bilincinin yaygınlaşması, alternatif protein kaynaklarına yönelimin artmasına neden olmaktadır.

Susam tohumları %44 – 58 yağ, %18 – 25 protein, ~%13,5 karbonhidrat ve ~%5 oranında kül içeriğine sahiptir (Poveda vd., 2016). Susam aynı zamanda önemli miktarda metiyonin, triptofan, tokoferol, fitosterol ve lignanlar (sesamin, sesamolin ve sesaminol) gibi mikro besin bileşenlerini de içermektedir (Elleuch vd., 2007). Dünya çapında 117 milyon hektarlık alanda 6 milyon ton susam tohumu yetiştirildiği bildirilmektedir. Sudan, Myanmar, Hindistan, Nijerya ve Tanzanya, susam üreticisi ülkeler arasında ilk beşte yer almaktadırlar. Türkiye ise susamı en çok ithal eden ülkeler arasında 145 bin ton ile Çin (711 bin ton) ve Japonya'dan (148 bin ton) sonra üçüncü sırada yer almaktadır (FAOSTAT, 2018).

Gıda endüstrisinin her yıl sadece Avrupa Birliği'nde 100 milyon ton civarında gıda atığı ve yan ürünü ürettiği bilinmektedir. Bu durum, toplam hasadın üçte birinden fazlasının hasat ve gıda işleme sırasında kaybolduğu veya atıldığı anlamına gelmektedir (Parfitt vd., 2010). Gıda atıkları genel olarak karbonhidratlar (nişasta, selüloz, hemiselüloz veya lignin),

proteinler, lipitler, organik asitler ve daha küçük inorganik kısımlardan oluşan heterojen bir yapıya sahiptirler ve bu değerli biyoaktif bileşenler çoğunlukla değerlendirilmeden atılmaktadır. Aynı zamanda, bu atıkların bertarafı ciddi çevresel sorunlar da yaratabilmektedir (Makris, 2007). Gıda tedarik zinciri esnasında en fazla gıda atığının olduğu sektörler incelendiğinde içecek/meşrubat endüstrisinin %26'lık kayıp ile ilk sırada olduğu, bunu %21,3 ile süt ve dondurma endüstrisinin, %14,8 ile ise meyve ve sebze endüstrisinin takip ettiği bildirilmiştir (Baiano 2014; Arshadi vd., 2016).

Susam kepeği, endüstride tahin üretim aşamasında susam tohumlarından ayrıştırılarak atılan ve genellikle hayvan yemi olarak kullanılan bir yan üründür . Susam kepeğinin kabızlık, diyabet ve obezite gibi hastalıkların önlenmesinde olumlu sağlık etkileri olan besinsel lifleri yüksek miktarlarda içeren önemli bir besin olduğu ifade edilmektedir (Elleuch vd., 2007). Susam kepeği aynı zamanda antioksidan ve antimikrobiyal aktivitelere sahip fenolik bileşikler (Ortega-Hernández vd., 2018), potasyum, fosfor, magnezyum ve kalsiyum gibi çeşitli mineralleri (Zouari vd., 2016) ve kükürt içeren amino asitleri (metiyonin ve sistein) yüksek oranda içermektedir. Dolayısıyla, zengin besin bileşimine sahip olan susam kepeğinin sahip olduğu bu değerli bileşiklerin gezi kazanımı önem arz etmektedir.

Gıda atıklarının sahip olduğu biyoaktif bileşiklerin geri kazanımı için günümüzde birçok özütleme teknolojisi kullanılmaktadır. Bitki kaynaklardan protein özütlemek için yaygın olarak kullanılan yöntemler alkali özütleme/izoelektrik çöktürme, asit özütleme/izoelektrik çöktürme, suyla özütleme/izoelektrik çöktürme, tuzla özütleme/misel çöktürme ve ultrafiltrasyondur (Boye vd., 2010; Poveda vd., 2016; Sharma vd., 2016). Protein özütleme çalışmalarında enzim, ultrases, ohmik ısıtma, vurgulu elektrik alan, mikrodalga, süperkritik akışkan özütleme gibi verimi artırmaya yönelik yenilikçi özütleme yöntemleri de kullanılmaktadır (Azmir vd., 2013). Bu yöntemler standart alkali özütlemeye kıyasla protein özütleme veriminde artış sağlamaktadır (Sharma vd., 2016).

Protein özütleri, kimyasal ve mikrobiyal stabilite sağlanmasının yanında düşük taşıma maliyetleri gibi avantajlar sağlaması nedeniyle protein özütleme işlemlerinden sonra genellikle kurutulmaktadır (Berghout vd., 2015). Günümüzde kurutma teknolojisinde püskürtmeli kurutma, mikrodalga kurutma, dondurarak kurutma (liyofilizasyon) ve kızılötesi kurutmanın yanı sıra tepsili kurutucu ve tünel kurutucu gibi teknolojilerden faydalanılmaktadır (Ratti, 2013). Kurutma yönteminin protein işlevselliği üzerindeki etkisi

kurutucu tipi ve proteinin yapısına baęlı olarak deęişebilmektedir. Dolayısıyla, kurutma yöntemi ve koşullarının ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerine uygun şekilde seçimi büyük önem arz etmektedir (Liao vd., 2013). Püskürtmeli ve dondurarak kurutma işlemleri, dięer kurutma yöntemlerine göre son üründe çözünabilirlik, ıslanabilirlik, higroskopite gibi fiziksel özellikler bakımından daha üstün özellikler sağlaması nedeniyle sıklıkla tercih edilmektedir (Devahastin vd., 2004).

Bu tez çalışmasının amacı, ülkemizde kavrulmuş susam ve tahin üretim aşamalarında atık olarak açığa çıkan ve değerlendirilmeyen susam kepeęinden bitki kaynaklı protein tozu üretimi gerçekleştirmektir. Susam kepeęinden kurutulması sırasında işlem etkilerinin incelenmesi amaçlanmıştır; işlem parametreleri dikkate alınarak optimum işlem koşulları belirlenmiştir. Püskürtmeli kurutma işlemlerine etki eden faktörlerin etkileri ve optimum işlem koşulları CCRD kullanılarak yanıt yüzey yöntemi ile belirlenmiştir. Bu kapsamda, daha önceki çalışmalarda (Görgüç vd., 2019) en uygun enzimatik özütleme teknięi olarak belirlenen ve alkalaz kullanılarak üretilen özütlerden püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleriyle protein tozu üretimi gerçekleştirilmiştir. Optimum işlem koşullarında elde edilen susam kepeęi protein tozlarına ait toz ürün karakterizasyonu (toplam kuru madde, kül ve protein miktarı, su aktivitesi, renk özellikleri, yağ yoğunluğu ve sıkıştırılmış yağ yoğunluğu, akabilirlik, partikül yoğunluğu, ıslanabilirlik, dağılılırlik, protein çözünürlüğü, emülsiyon aktivitesi ve stabilitesi, köpük kapasitesi ve stabilitesi, su tutma ve yağ bağlama kapasitesi, mineral madde kompozisyonu, amino asit dağılımı ve lignan kompozisyonu, termal denatürasyon özellikleri ve mikroyapı özellikleri) da gerçekleştirilmiştir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Gıda Atıkları ve Atıklarda Bulunan Biyoaktif Maddeler

Gıda atıkları, gıda yaşam döngüsünün tüm aşamalarında, yani tarımsal üretim, endüstriyel üretim, işleme ve dağıtım sırasında açığa çıkan, sıvı veya katı formdaki organik kalıntılardır (Mirabella vd., 2014). Bu maddeler üretim sürecinden istenmeyen materyaller olarak uzaklaştırılmaktadırlar (Commission Regulation, 1975). Gıda ve Tarım Örgütü'ne göre, dünya genelinde insan tüketimi için üretilen gıdaların yenilebilir parçalarının yaklaşık üçte biri değerlendirilmeden atılmakta ve dolayısıyla israf edilmektedir (Parfitt vd., 2010). Gıda işleme endüstrisinin her yıl sadece Avrupa Birliği'nde 100 milyon ton civarında gıda atığı ve yan ürünü ürettiği bilinmektedir. Bu durum, toplam hasadın üçte birinden fazlasının hasat ve gıda işleme sırasında kaybolduğu veya atıldığı anlamına gelmektedir. Gıda üretim, işleme, dağıtım ve tüketim, depolama gibi gıda tedarik zincirinin farklı aşamaları sırasında en çok gıda atığının oluştuğu gıda prosesleri incelendiğinde içecek endüstrisinin %26'lık kayıp ile ilk sırada olduğu, bunu %21,3 ile süt ve dondurma endüstrisinin, %14,8'lik kayıpla ise meyve ve sebze endüstrisinin takip ettiği araştırmacılar tarafından bildirilmiştir (Baiano, 2014; Arshadi vd., 2016). Bununla birlikte, birçok gıda atığının insan sağlığı üzerinde önemli faydaları olduğu bilinen önemli biyoaktif bileşiklerin kaynağı olduğu iyi bilinen bir gerçektir (Bataglioni vd., 2015).

Genel olarak gıda atıkları karbonhidratlar (nişasta, selüloz, hemiselüloz veya lignin), proteinler, lipitler, organik asitler ve daha küçük inorganik kısımlardan oluşan heterojen bir yapıya sahiptirler. Bu atıklar günümüzde çoğunlukla hayvan yemi ve kompost olarak geri dönüştürülmekte, kalan atıklar ise yakılarak imha edilmektedir. Bu durum da sera gazı olarak karbondioksitten 23 kat daha fazla oranda ve iklim değişikliğine önemli ölçüde etkisi bulunan metan gazı emisyonuna neden olmaktadır (Lin vd., 2013). Sanayileşme ve küresel nüfus artışı ile birlikte gıda endüstrisi tarafından üretilen atık maddelerin bertarafı ciddi çevresel sorunlar yaratmaktadır. İşleme tesislerindeki çevresel atıklar yenilikçi işleme yöntemleri kullanılarak yeniden kullanım yoluyla önemli ölçüde azaltılabilir potansiyeline sahiptir. Günümüzde atık maddeleri biyoyakıtlara, gıda bileşenlerine ve diğer katma değerli biyoürünlere dönüştürmeyi amaçlayan, atıkların ve yan ürünlerin bir kaynak haline geldiği çeşitli süreçler geliştirilmektedir (Makris, 2007).

Gıdaların işlenmesi sonucu oluşan yan ürünler ve/veya gıda atıkları aynı zamanda polisakkaritler, lezzet bileşikleri, enzimler, polifenoller, uçucu yağlar, pigmentler, diyet lifleri, proteinler (Zhu vd., 2016), antioksidanlar ve renklendiriciler (Luque ve Clark, 2013) gibi değerli işlevsel bileşiklerin eldesinde kullanılabilirlerdir. Bu gıda kaynakları bol ve ucuz, uygun teknolojik ve/veya beslenme özelliklerine sahip bileşikler için önemli kaynaklar olmaları sebebiyle ticari açıdan değerli ürünlerin üretiminde kullanılabilirler (Luque ve Clark, 2013). Özellikle bitki bazlı gıdalar lif, antioksidanlar ve diğer fitokimyasal maddeler (fenolik asitler, flavonoidler vb.) açısından zengin ürünler olarak ilgi çekmektedir (Neacsua vd., 2015). Bitki kaynaklı yan ürünlerden/atıklardan ekstrakte edilen steroller, tokoferoller, karotenler, terpenler ve polifenoller gibi biyoaktif fitokimyasallar, önemli miktarda antioksidan kapasiteye sahiptirler. Bu nedenle, bu tür atıklardan izole edilen bu bileşenler, fonksiyonel gıdaların formülasyonunda doğal antioksidanlar olarak kullanılabilirler veya raf ömürlerini uzatmak için gıda ürünlerinde katkı maddesi olarak birçok alanda değerlendirilmektedir (Kalogeropoulos vd., 2012). Bu bağlamda bu bileşiklerin geri dönüştürülmesi önem kazanmaktadır.

Son yıllarda polifenoller, karotenoidler, peptitler, steroller veya çoklu doymamış yağ asitleri gibi doğal biyoaktiviteye sahip bileşikleri içeren fonksiyonel gıdalara olan talep gün geçtikçe artmakta, bu bağlamda fonksiyonel ürünlerin geliştirilmesi için gıda endüstrisi tarafından sürdürülebilir ve yeni biyoaktif bileşenler talep edilmektedir (Herrero vd., 2015). Bu sebeple gıda sanayinde birçok gıdanın işlenmesinde ve üretiminde oluşan birçok bitki ve hayvan kaynaklı yan ürün ve/veya atığın bu amaçla kullanımı gün geçtikçe artmaktadır. Özellikle bitki kaynaklı gıdalar, işleme sonucunda çok miktarda yan ürün üretmesi nedeniyle ilgi odağı haline gelmiştir. Örneğin buğdayın öğütülmesi, pirinç kabuklarının ayrıştırılması veya yulafın öğütülmesi sonucu protein ve diyet lifleri açısından zengin olan kepek veya saman gibi yan ürünler üretildiği ve bu atıklardan glukuronoarabinoksilan (Zaky vd., 2020), protein (Chen vd., 2021) ve çözünebilir diyet lifi (Yan vd., 2019) gibi biyoaktif bileşiklerin elde edildiği bildirilmiştir. Bununla birlikte, bitki kaynaklı yan ürünlerden ve/veya atıklardan elde edilen fenoller ve karotenoidler, gıda endüstrisinde doğal gıda veya içecekler için fonksiyonel bileşenler olarak kullanılabilirler (Oreopoulou ve Tzia, 2007). Örnek olarak, palm yağı üretimi sonucu açığa çıkan küspeden (Tsouko vd., 2019), kestane yapraklarından (Munekata vd., 2016) ve zeytinyağı üretimi sırasında oluşan pirina, zeytin yaprağı ve

karasudan fenolik bileşiklerin (Venturi vd., 2017) veya karasudan zeytin sirkesi (De Leonardis vd., 2018) eldesine yönelik çalışmalar mevcuttur. Şekerleme ürünlerinde jelleştirici olarak veya et ürünlerinde yağ yerine kullanılabilen pektinin (Galanakis vd., 2010) ticari olarak üretimi için ana kaynak narenciye kabuklarıdır (Putnik vd., 2017). Kakao kabuğu (Chan ve Choo, 2013), nar kabuğu (Pereira vd., 2016) ve muz kabuğu (Oliveira vd., 2016) da değerlendirilen diğer bitki kaynaklı gıda atıklarındandır. Suda çözünmeyen lifler de bağırsak fonksiyonlarının düzenlenmesini sağlayan, fonksiyonel gıda üretiminde kullanılan biyoaktif bileşiklerdir (Rodríguez vd., 2006). Ginseng bitkisinin atıklarından çözünmeyen lif (Hua vd., 2019), domates kabuklarından çözünür lif (Gu vd., 2020); portakal kabuğundan ise flavonoidler (Pereira vd., 2017), uçucu yağlar (Hashtjin ve Abbasi, 2015) ve karotenoidlerin (Chedea vd., 2010) geri kazanımını ele alan literatür bulguları mevcuttur.

Bitkisel proteinler, bitki kaynaklı atıklar ve/veya yan ürünlerden elde edilen en önemli biyoaktif bileşikler arasında yer almaktadır. Proteince yetersiz beslenme özellikle gelişmekte olan ülkelerde sağlıkla ilgili ciddi bir sorun olarak kabul edilmektedir. Bununla birlikte, modern beslenme alışkanlıkları ve diyet yapan bireylerde eksik protein alımı nedeniyle gelişmiş ülkelerde dengesiz beslenme sık rastlanan bir durumdur. Günümüzde artan nüfus yoğunluğu, hayvan kaynaklı protein üretiminin olumsuz çevresel etkileri, artan vejetaryenlik ve veganlık eğilimleri nedeniyle yenilenebilir ve sürdürülebilir protein kaynaklarına duyulan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır (Pojić vd., 2018). Bitki kaynaklı proteinlerin fonksiyonel özellikleri sayesinde gıda ürünlerindeki kullanımı artmaktadır. Proteinlerin gıda endüstrisindeki fonksiyonel özellikleri arasında lezzet verici, doku geliştirici, jelleşme, çözünürlük, viskozite, kohezyon, köpüklenme, su tutma veya yağ bağlama ve emülsifikasyonu saymak mümkündür (Pour-El, 1981). Bununla birlikte, bitki kaynaklı gıda yan ürünlerinden ve/veya atıklarından geri kazanılan proteinler gıda ve diyet takviyeleri için besin bileşeni olarak; emülsifiye, jelleşme, köpüklenme ve su bağlama özellikleri nedeniyle teknolojik fonksiyonel gıda bileşenleri olarak, çeşitli gıda, gıda dışı ve sağlık ürünleri için biyopolimer geliştirme malzemesi ve biyorafineri amaçlı (Gupta ve Nayak, 2015) yeniden kullanılabilirlerdir.

Ticari olarak pazarda en fazla üretim ve tüketime sahip olan bitki kaynaklı protein grubu soya proteinleridir. Soya fasulyesinin kimi bireyler için alerjen bileşenlere sahip olması nedeniyle son yıllarda soyaya alternatif bezelye, acı bakla, fasulye, patates, mısır, pirinç ve

ayçiçeği proteinleri üzerine çalışmalar da yapılmaktadır. Bu çalışmaların bazıları Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. Bitkisel atık veya yan ürünlerden protein elde edilmesine yönelik yapılmış bazı çalışmalar

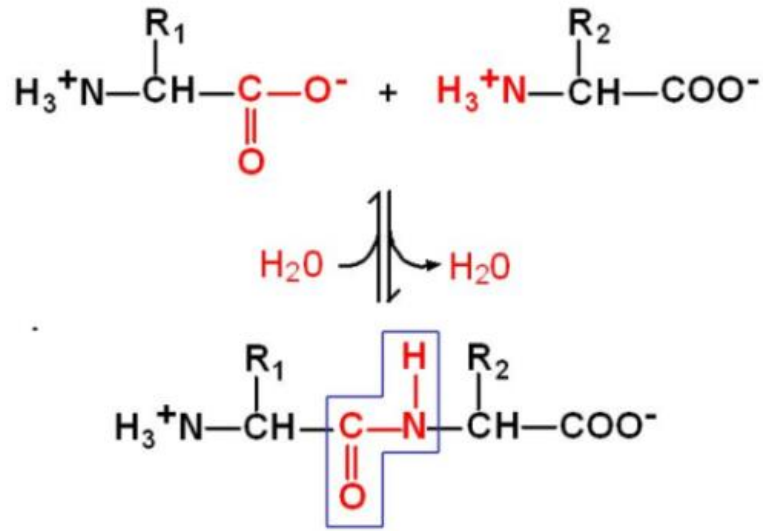
Bitkisel gıda ürün grubu	Hedef kaynak	Referans
Tahıllar	Pirinç kepeği	Phongthai vd. (2016)
	Mısır yaprağı	Wikberg vd. (2017)
	Yulaf kepeği	Prosekov vd. (2018)
Meyve ve sebze	Kayısı çekirdeği	Sharma vd. (2010)
	Domates atığı ve tohumu	Meshkani vd. (2016)
	Nar çekirdeği	Talekar vd. (2018)
Yağlı tohumlar	Yer fıstığı küspesi (yağsız)	Batal vd. (2005)
	Susam küspesi (yağsız)	Achouri vd. (2012)
	Keten tohumu küspesi (yağsız)	Tirgar vd. (2017)
	Susam kepeği	Görgüç vd. (2019)
Yeşil yapraklı bitkiler	Çay yaprağı atığı	Qiaoyun vd. (2017)

Protein elde etme yöntemleri, protein verimi ve farklı hammaddeler açısından değişikliklere sebep olmaktadır. Protein konsantrlerinin veya izolatlarının farklı fonksiyonel özelliklere sahip olabilmeleri nedeniyle farklı hammaddeler için en uygun özütleme/çöktürme yönteminin bulunması önem arz etmektedir. Bu sebeple uygulanacak yöntemlerin hangisinin hammaddeye uygun olduğunun bulunması konusunda yapılan çalışmaların önemi de artmaktadır (Karaca vd., 2011).

2.1.1. Bitkisel Proteinler

Francois Magendie adındaki Fransız fizyolog, 1816'da insanların yaşamlarını sürdürebilmeleri için beslenmelerinde azotlu gıdalara duyulan ihtiyacı işaret ettikten bir süre sonra 1838'de Yunancada “proteios” yani birincil anlamına gelen “protein” kavramı Gerard J. Mulder tarafından literatüre kazandırılmıştır. İnsan vücudu tarafından sindirilebilen ve beslenme özelliği sağlayan, toksik olmayan, gıda uygulamalarında kullanılabilir işlevlere sahip, doğada bol miktarda bulunan ve sürdürülebilir bir şekilde üretilen proteinler gıda proteinleri olarak kabul edilmektedir (Nadathur vd., 2017). Proteinler yapılarında karbon,

hidrojen, oksijen, azot ve kükürt atomlarını bulunduran amino asitlerin, birbirlerine çeşitli sayı ve dizilişlerde peptit bağları ile bağlanması sonucu meydana gelen büyük organik bileşiklerdir. Peptit bağları, bir amino asidin karboksil grubu ile diğer amino asidin amino grubu arasında kurulan kovalent bağlardır (Şekil 1). Proteinlerin oluşumunda yalnızca peptit bağları etkili değildir. Proteinlerin şeklinin oluşumunda disülfid adı verilen ve polipeptit zincirlerini birbirine bağlayan kovalent bağların yanı sıra hidrojen bağı, van der Waals bağları ve hidrofobik etkileşimler gibi zayıf bağlar da etkilidir (Han vd., 2018).



Şekil 1. Peptit bağının genel oluşum şekli

Protein molekülleri, karmaşık kimyasal yapısının sağladığı işlevsellikler sayesinde hem gıda hem de ilaç endüstrisinde emülsiyonlaştırma, köpürme, kapsülleme, viskozite geliştirme ve jelasyon gibi çok çeşitli amaçlarla kullanılmaktadırlar (Hansen vd., 2010). Hayati beslenme kaynağı ve gıda ürünlerinin değerli fonksiyonel bileşenleri olan proteinler, gıdalardan elde etmemiz gereken karbonhidratlar ve lipitler ile birlikte diyetdeki makro besin maddelerindedir. Proteinlerin sindirimi sonucunda 4 kcal/g enerji elde edilmektedir (Nadathur vd., 2017). Proteinler hem hayvan kökenli yan ürünler (et, balık, yumurta, süt ürünleri) hem de bitkisel gıdalar (tahıllar, baklagiller, vb.) tarafından sağlanmaktadır. Ayrıca bu besin maddeleri, birçok canlı grubu için hayati öneme sahip bileşiklerdir ve neredeyse sonsuz çeşitlilikte biyolojik işleve sahiptirler. En önemli fonksiyonlarının başında biyokimyasal reaksiyonların katalizlenmesinde enzim, metabolizma olaylarının

düzenlenmesinde hormon, toksik maddelere karşı önleyici etki sağlamaları gelmektedir. Bununla birlikte proteinlerin yapı taşı olan amino asitlerin bir kısmı insan vücudu tarafından sentezlenebilirken esansiyel amino asitlerin dışarıdan besin yoluyla vücuda alınması gerekmektedir (Damodaran, 2017).

Hayvan kaynaklı protein kaynaklarının besin değeri, esas olarak protein, vitamin ve minerallerin yüksek biyoyararlanımından kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte et ürünlerinin kolesterol ve yüksek oranda doymuş yağ asitleri içerdiği de bilinmektedir (Muguerza vd., 2004). Bu gıdalar yüksek ve kaliteli protein içermelerine rağmen çok sık tüketilmeleri durumunda kalp ve damar rahatsızlıkları ile kanser gibi hastalıkların oluşmasına sebep olmaktadır. Ayrıca, hayvan kaynaklı gıdalardan deli dana hastalığı gibi hastalıkların bulaşma risklerinin olması, küresel hayvan kaynaklı protein kıtlığı, sağlıklı (kolesterol içermeyen, düşük doymuş yağ oranı, trans yağsız, vb.) ve dini (helal, kosher, vb.) gıdalar için yüksek talepler, ekonomik nedenler, vejetaryenlik gibi beslenme trendlerinin yaygınlaşması ve hayvan hakları hareketlerinin etkisiyle hayvan kaynaklı gıdaların tüketim oranı hızlı bir şekilde azalmaktadır (Muguerza vd., 2004). Tüm bu sebeplere ek olarak günümüzde sağlıklı ve dengeli beslenme bilincinin yaygınlaşması, alternatif protein kaynaklarına yönelimin artmasına neden olmaktadır.

Bilimsel veriler meyve ve sebzelerin, su ürünlerinin, tahılların ve çoklu doymamış yağların yeterince dengeli bir kombinasyonu ve et ve süt ürünleri tüketiminin azalması ile karakterize edilen, Akdeniz diyeti gibi beslenme şekillerinin benimsenmesinin çeşitli kanser türleri, kardiyovasküler hastalık, yaşlanma ve obezite gibi çeşitli kronik hastalıklara karşı koruyucu bir faktör olduğunu göstermiştir (Di Daniele vd., 2017). Günümüzde de artan bu çağ hastalıkları nedeniyle dünya genelinde bu durumu önlemek amacıyla özellikle bitki temelli çok çeşitli beslenme programları geliştirilmektedir. Ayrıca, gıda endüstrisi uygulamalarında da bu eğilimleri destekleyecek üretim anlayışı benimsenerek besinsel açıdan zengin olduğu belirtilen bitki proteini tozları, tam tahıllar, filizlenmiş tahıllar ve tohumlar, kabuklu yemişler, yer fıstığı gibi ürünlerle zenginleştirilmiş gıdaların üretimine ağırlık verilmektedir.

Bitkisel gıdalar, fonksiyonel veya sağlığı teşvik edici gıdalar olarak kabul edilmelerini sağlayan biyolojik özelliklere sahiptir. Bu özelliklerin bazıları biyolojik olarak aktif peptitlere ve proteinlere atfedilmektedir. Bir protein veya peptit, vücudun bir veya daha fazla

fonksiyonu üzerindeki yararlı etkilerini beslenme etkilerinin ötesinde başarılı bir şekilde gösterdiyse fonksiyonel bir bileşendir, böylece etkileri genel olarak sağlık için önemlidir. Bitki bazlı gıdalar vücut için gerekli olan vitaminleri, mineralleri ve lifi sağlamanın yanında tüm bu bitkisel ürünler aynı zamanda önemli birer azot kaynağıdır. Bazı hayvanlar ise et ve süt üretimi için bu azota ihtiyaç duymakta ve bitki kaynaklı protein kaynaklarını tüketmektedirler (Aiking, 2011).

Günümüzde artan insan nüfusu ve ihtiyaçlar ile sanayileşmenin ortaya çıkışı, dünyanın son zamanlarda gözlemlediği önemli iklim değişikliklerine ve doğal kaynakların azalmasına neden olmuştur. Sıcaklık artışları dünya çapında enerji üretimi, nakliye ve tarım gibi çeşitli insan faaliyetleri nedeniyle meydana gelmektedir (Nadathur vd., 2017). Bu durum sadece sıcaklık ve karbondioksit (CO₂) artışına değil, aynı zamanda metan ve azot oksit gibi diğer önemli sera gazlarının da yüksek konsantrasyonlara ulaşmasına neden olmaktadır. Metan seviyeleri, sanayi öncesi devir miktarının neredeyse üç katıdır ve o zamandan beri küresel ısınmanın %17'sini oluşturabilecek bir artışa neden olmuştur. Ayrıca metan atmosferde çok daha kısa bir ömre sahip olsa da, ısı yakalama potansiyeli 100 yıl boyunca eşdeğer CO₂'den 28 kat daha fazladır (Climate Central, 2020). Dolayısıyla artık dünya kaynaklarının kontrollü ve sürdürülebilir şekilde tüketilmesi üzerine gerçekleştirilen çalışmalar büyük önem arz etmektedir.

Hayvan kaynaklı proteinlerin üretimi, eşit miktarda bitki proteini üretiminden yaklaşık 100 kat daha fazla su gerektirmektedir. Buna karşın, bitki proteinleri daha verimli bir şekilde üretilirler ve hayvan kaynaklı proteine göre belirli bir miktarda protein üretmek için daha az su, toprak, azot ve fosil enerjisi ihtiyaçları vardır. Bu nedenle doğrudan insan tüketimine yönelik gıda üretmek için daha az doğal kaynak tüketilmesi nedeniyle sürdürülebilir gıda kaynakları olarak oldukça önemli hale gelmişlerdir. Son yıllarda, düşük maliyetli olmaları ve çevre üzerindeki etkileri azaltmaları nedeniyle gıda endüstrisinde bitkisel proteinlerin uygulanmasında gözle görülür bir artış olmuştur (Barac vd., 2010). Buna ek olarak vegan ve vejetaryen gibi özel tüketici gruplarının tercih ettiği bitkisel proteinlerin daha ucuz olması, hayvan bazlı proteinlere kıyasla daha az alerjen özellik göstermeleri ve hammadde açısından geniş kaynak çeşitliliğine sahip olmaları, bitkisel proteinlerin gıda uygulamalarında kullanılabilmesi için alternatif bir protein kaynağı olmasını sağlamıştır (Asgar vd., 2010). Baklagiller, yağlı tohumlar, tahıllar ve mantarlar gibi bitki kökenli proteinler yaygın kaynak

çeşitliliği nedeniyle gıda uygulamaları için hayvan kaynaklı proteine iyi birer alternatiftir. Farklı bitki ve hayvan kaynaklı gıda ürünlerine ait protein içerikleri Çizelge 2’de sunulmuştur.

Çizelge 2. Çeşitli gıdaların toplam protein içeriği (Türkomp, 2020)

Bitkisel Gıda Ürünü	Protein (g/100g)	Hayvan kaynaklı ve Muhtelif Gıda Ürünü	Protein (g/100g)
Buğday rüseymi	29,64	Soya kıyma	45,28
Kabak çekirdeği (kuru)	28,89	Maya (kuru)	39,05
Kırmızı mercimek (kuru)	25,81	Süt tozu (max 1,5 gr süt yağı)	34,83
Ay çiçeği tohumu	24,75	Kavurma et (Konya)	31,71
Kayısı çekirdeği	24,13	Pastırma (Afyon)	30,63
Çay (siyah, kuru)	21,56	Eski kaşar (Kars)	27,56
Tahin	20,03	Piliç eti (but)	24,04
Susam tohumu (kuru)	16,81	Ton balığı (konserve)	21,81
Tahin helvası	11,55	Sığır eti (kol)	21,25

Daha sürdürülebilir bir diyeteye doğru yönelim, hayvan kökenli gıdaları daha az tüketmeyi gerektirirken tarımsal gıda endüstrisinin yeni protein alternatif kaynaklarını keşfetmesi için büyük bir potansiyel sunmaktadır (Aiking, 2011). Bitkisel protein bazlı et ve süt ikameleri, dünyanın sera gazı emisyonlarını azaltma ve orman arazilerinin tahribatını sınırlama önceliğini yerine getirirken daha düşük maliyetlerle eşdeğer kalite sağlayabilecek potansiyele sahiptir (Linnemann ve Dijkstra, 2002).

2.1.1.1. Potansiyel Bitkisel Protein Kaynağı Olarak Susam Bitkisi ve Yan Ürünleri / Atıkları

Susam, günümüzde farklı kültürlerde till, gingelly, benniseed, simsim gibi birçok yöresel isimle de bilinen ancak bilimsel olarak *Pedaliaceae* ailesi ve *Sesamum* cinsine ait insanoğlunun bildiği en eski yağlı tohum mahsulü olarak kabul edilmektedir (Karande vd., 2018). *Sesamum orientale* veya *Sesamum indicum* ise susam türüne ait bilimsel isimler olmasına karşın Nicolson ve Wieserma’nın (2004) önerisiyle 2005’ten itibaren bilimsel kaynaklarda *Sesamum indicum* ismi yaygın olarak kullanılmaktadır. Susamın günümüzde sadece *Sesamum indicum* türü yetiştirilmektedir; ancak diğer türler (*S. angustifolium*, *S. calycinum* ssp. *Baumii*, *S. malabaricum* ve *S. radiatum*) özellikle kıtlık veya yiyecek sıkıntısı

çekildiği durumlarda toplanıp yenilebilmektedir (Ashri, 2007). Türk Gıda Kodeksi (TGK)'nin yayınladığı tebliğde ise susam; *Sesamum indicum* L. (*Pedaliaceae*) türüne giren bitki tohumlarının tekniğine uygun olarak kurutulmuş hali şeklinde tanımlanmaktadır (TGK, 2013).

Susam (*Sesamum indicum* L.) diploid kromozom sayılı ($2n=26$), çift çenekli, tropik/subtropik ve güney ılıman bölgelerde uygun sıcaklık ve yağış koşullarında yetiştirme imkanı bulabilen geniş yapraklı yağlı tohum bitkilerindendir ve çoğunlukla belirsiz çiçeklenme göstermektedir. Susam bitkisinin çiçek rengi beyaz, pembe ve mor arasında değişirken tohum renkleri krem rengi, beyaz, sarı, kahverengi ve siyah olmak üzere oldukça geniş renk çeşitliliğine sahiptir. Türkiye'de yetişen türleri ise genellikle beyaz ve pembe renkte çiçeklere sahipken tohum renkleri genellikle sarı ve kahverengi olmaktadır (Şahin, 2014). Resim 1'de tarlada yetiştirilen susam bitkisi, bitkinin genel görünümü, tohum yapısı ve yan ürünleri gösterilmektedir.



Resim 1. Susam bitkisinin genel görünümü, tohum yapısı ve yan ürünleri (susam kabuğu ve susam kepeği) (Anonim, 2020)

Susam dünya çapında yaklaşık 70 ülkede yetiştirilirken bu ülkelerin 26'sı Afrika'da, 24'ü ise Asya'da bulunmaktadır. Dünya çapında 2018 yılında 117 milyon hektarlık alanda 6.000.000 ton susam tohumu yetiştirildiği bildirilmektedir. Susam üretiminde Sudan 980 bin ton, Myanmar 768 bin ton, Hindistan 746 bin ton, Nijerya 572 bin ton, Tanzanya ise 561 bin ton ile dünyanın önde gelen susam üreticisi ülkeleri arasında ilk beşte yer almaktadırlar.

Türkiye ise dünya susam ekim alanlarının sadece %0,2'sine sahiptir. Dünyada susam ihracatı yapan ülkelerden Etiyopya (333 bin ton), Hindistan (331 bin ton), Sudan (331 bin ton), Nijerya (153 bin ton) ve Burkina Faso (110 bin ton) ilk sıralarda yer almaktadırlar. Susam tohumunu en çok ithal eden ülkeler arasında ise Çin 711 bin tonla ilk sırada yer alırken Japonya 148 bin tonla ikinci sırada, Türkiye ise 145 bin ton ile üçüncü sırada yer almaktadır (FAOSTAT, 2018).

Susam, yemeklik yağ kaynağı ve aynı zamanda baharat olarak çok çeşitli şekilde kullanım alanına sahip, yüksek değerli bir gıda ürünüdür. Yağlı tohum bitkileri iyi birer yağ, protein, mineral ve vitamin kaynaklarıdır; bu nedenle doğrudan veya diğer gıda formülasyonları içinde kullanılmaktadır. Susam tohumları yüksek enerji değerine sahip, yağ ve protein, kükürtlü amino asit ve fitostoreller bakımından zengindir (Pathak, 2014). Doymamış yağ asitlerinden oleik asit ve linoleik asidi, doymuş yağ asitlerinden ise miristik asit, palmitik asit, stearik asit ve araşidik asidi yüksek oranda içermektedirler (Bedigian, 2010). Tohumlar ayrıca fosfor, demir, magnezyum, bakır, kalsiyum gibi mineraller, B₃ (niasin), B₁ (tiamin) ve E (tokoferol) vitaminleri ve diğer eser elementler bakımından oldukça zengindirler. Antioksidan ve antikanserojen özelliklere sahip bir fitoöstrojen olan sesaminin yanında sesamol ve sesamolin gibi çok sayıda karakteristik lignan içermektedir. Susam tohumları ayrıca düşük kan kolesterol seviyeleri ile ilişkili fitosterollere de sahiptir (Bedigian, 2004). Bu fonksiyonel bileşenler susam tohumu ve susam yağına oksidatif bozulmaya karşı direnç kazandırarak ürüne nutrasötik (faydalı besin desteği) değer sağlamaktadır. Bu nedenle zengin besin içeriğine sahip susam tohumları antihipertansif, antikarsinogenik, antiinflamatuvar ve antioksidan aktivite gösteren sağlıklı bir gıda olarak tercih edilmektedir (Anilakumar vd., 2010).

Susamdaki toplam proteinin ana fraksiyonunu globülinler oluşturmaktadır. Susam globülinleri basit yapıda, tuzlu suda çözünebilir, ısı denatürasyonuna karşı hassas ve soya fasulyesi globülinine benzer yüksek hidrofobik özelliklere sahiptir. Bu hidrofobik yapı, susam proteinlerinin belirli gıda formülasyonunda, özellikle de sıvılarda ve içeceklerde kullanımını sınırlamaktadır. Susam, kükürt içeren amino asitler (metiyonin ve sistein) bakımından zengin olmakla birlikte lizin bakımından sınırlıdır. Ayrıca, kalsiyum ile şelatlama sonucu acı bir tat yaratan fitik ve oksalik asitler bakımından zengindir (Kapadia vd., 2002). Yüksek fitik asit ve oksalik asit içeriği susam proteininin gıda olarak kullanımını sınırlamaktadır (Johnson vd.,

1979). Oksalik asit yoğun olarak kabukta mevcut olduğundan kabuk ayırma işlemiyle bu bileşenin büyük kısmı uzaklaştırılabilmektedir (Kapadia vd., 2002; Begidian, 2010). Çizelge 3'te susam tohumunun besin bileşimi ve Çizelge 4'te susamın amino asit kompozisyonu ile ilgili değerler verilmiştir.

Çizelge 3. Susam tohumunun besin bileşimi (100 g'da) (Türkomp, 2020)

Besin bileşimi	Birim	En az	En çok
Enerji	kcal	568	587
Su	g	4,28	4,58
Kül	g	5,62	5,77
Protein	g	13,94	17,60
Yağ, toplam	g	50,32	53,27
Karbonhidrat	g	1,75	4,83
Lif, toplam diyet	g	16,92	23,22
Lif, suda çözünür	g	0,96	4,91
Lif, suda çözünmeyen	g	15,96	18,31
Nişasta	g	0,00	5,16
Tuz	mg	10	507

Çizelge 4. Susamın amino asit kompozisyonu (100 g'da) (Türkomp, 2020)

Amino asit (mg)	En az	En çok	Amino asit (mg)	En az	En çok
Triptofan	302	443	Valin	557	1.009
Treonin	303	548	Arjinin	603	1.049
Izolosin	476	771	Histidin	274	511
Lösin	843	1.447	Alanin	569	877
Lisin	405	1.229	Aspartik asit	570	1.206
Metiyonin	249	424	Glutamik asit	2561	3.987
Sistin	103	184	Glisin	653	955
Fenilalanin	563	1.096	Prolin	500	1.192
Tirozin	425	735	Serin	412	817

Dünyanın en önemli yağlı tohumlarından biri olan ve günümüzde hala geniş kullanım alanı bulan susamın birincil ürünleri susam tohumu, susam yağı ve küspedir. Susam tohumu küspe ve yağ, çiğ veya kavrulmuş şekilde çok geniş bir ürün yelpazesinde değerlendirilmektedir. Tohumlar ekmeklerde, hamur işlerinde, krakerlerde ve birçok unlu mamulde kullanılmaktadır. Aynı zamanda, özellikle Asya ve Orta Doğu ülkelerinin geleneksel mutfaklarında ve vejetaryen yemeklerde, tahin ve tahin helvası gibi ürünlerde de yaygın olarak kullanılmaktadır (Bedigian, 2004; Kollia vd., 2016). Tahin ve tahin helvası üretiminde ayrıştırılarak atılan veya hayvan yemi olarak kullanılan tohum kabuğu ve kepeğinin fonksiyonel etkilere sahip bileşenlerce zengin olması nedeniyle bu atıklardan elde edilen özütler bazı ilaç formülasyonlarının içinde yer almaktadır (Grougnet vd., 2010). Susam kepeği kabızlık, diyabet ve obezite gibi hastalıkların önlenmesinde olumlu sağlık etkileri olan diyet liflerini yüksek miktarlarda içeren önemli bir besindir (Elleuch vd., 2007). Ek olarak, antioksidan ve antimikrobiyal aktivitelere sahip fenolik bileşikleri de içermektedir (Ortega-Hernández vd., 2018). Susam kepeğinde bulunan diğer bileşikler ise lignanlar ve potasyum, fosfor, magnezyum ve kalsiyum gibi çeşitli minerallerdir (Zouari vd., 2016). Yüksek oranda yağ içeren susam tohumlarının yağı da gıda olarak tüketiminin yanında endüstriyel alanda yüzyıllardır sabun, gaz yağı, boya, parfüm, merhem yapımı ve kozmetikte bir bileşen olarak kullanılmaktadır. Susam yağı aynı zamanda iyi bir çözücü olması nedeniyle ilaç sanayisinde ve sinerjetik etkisi nedeniyle bazı böcek öldürücülerin içinde kullanılmaktadır (Baker ve Grant, 2018). Yüzyıllar boyunca Çinliler ince mürekkep blokları yapmak için susam yağını yakarak Hindistan mürekkebi olarak kullanmışlardır (Bedigian, 2010). Yağ ekstraksiyonu sonrası elde edilen küspe ise proteince zengin bir ürün olması nedeniyle özellikle kümes hayvanları için yem olarak değerlendirilmektedir (Hatam ve Abbasi, 1994).

2.2. Gıda Kaynaklarından Proteinlerin Geri Kazanımı (Özütlenmesi ve Çöktürülmesi)

Proteinler, esansiyel amino asitleri içerdikleri için gıda bileşenleri olarak gıda endüstrisinde, fonksiyonel özelliklerinden dolayı ise gıda işleme ve gıda ürünü formülasyonlarında yüksek oranda kullanılmaktadır (Joshi vd., 2011; Lawal, 2005). Bu özellikler pH, sıcaklık, protein ayırma yöntemi ve gıda sistemindeki diğer bileşenlerin varlığı gibi birçok faktörden etkilenmektedir. Bu nedenle, proteinin özütlenmesi için uygun yöntemlerin veya teknolojilerin kullanılması, özütleme veriminin yanında tekno-fonksiyonel ve beslenme özelliklerini geliştirebilmektedir.

Proteinin özütlenmesi için yöntem seçimi temel olarak elde edilen ürünün amaçlanan özelliklerine ve hammaddenin türüne bağlıdır. Örneğin, alkali ve enzimatik özütleme ile elde edilen proteinler emülsiyon esaslı gıda maddelerinin formülasyonu için uygulanabilmektedir (Tirgar vd., 2017). Bulunduğu kaynağa bağlı olarak proteinlerin doku veya hücre içinden çözeltilmeye geçmesi sağlanmalı, bir diğer ifadeyle özütlenmelidir. Proteinin katı numunelerden özütlenmesi için öncelikle numunenin parçalanması gerekmektedir. Doku ve hücreler söz konusu olduğunda her yöntem; numunenin parçalanması, proteinin özütlenmesi ve çöktürme olmak üzere temelde üç aşamadan oluşmaktadır (Novák ve Havlíček, 2016). Katma değeri olan bileşiklere sahip gıda atıklarından protein özütlenmesi, fraksiyonlanması ve izolasyonu genellikle analitik kimya prensiplerine göre yapılmaktadır. Daha sonra, hedeflenen özellikler için gerekli modifikasyonlar uygulanan metodolojiye dâhil edilmektedir. Uygulanan tüm bu işlemlerin temel amaçları ise hedef bileşiklerin özütleme verimini maksimuma çıkarmak, endüstriyel talepleri karşılamak, katma değeri yüksek bileşenleri saflaştırmak, işleme sırasında bozulma ve işlevsellik kaybından kaçınmak ve gıda sınıfı niteliğinde ürün elde etmek şeklinde özetlemek mümkündür (Galanakis, 2012).

Solvent özütleme tekniği, etkinliği ve kullanım kolaylığı nedeniyle protein özütlemeye uzun yıllardan beri yaygın olarak uygulanan yöntemlerin başında gelmektedir (Jayasena vd., 2011). Etanol, Amerikan Gıda ve İlaç İdaresi'ne (FDA) göre genel olarak güvenli olduğu kabul edilen (GRAS) statüsüne sahip ve oldukça ucuz olması nedeniyle en çok tercih edilen solventler arasındadır. Özütleme işlemlerinde etanol dışında aseton veya etil asetat gibi polar olmayan çözücüler de tercih edilebilmektedir (Strati ve Oreopoulou, 2011). Alkali özütleme ve izoelektrik noktada asidik çöktürme, yaygın olarak uygulanan özütleme yöntemlerindedir. Protein özütleme genellikle protein bakımından zengin kaynağın izoelektrik noktadan uzak bir ortamda çözündürülmesi ve ardından çözündürülmüş proteinlerin izoelektrik noktasına yakın bir ortamda çöktürülmesini içermektedir. Bir diğer yaklaşım ise tuzlu su çözeltileri kullanarak proteinin çözündürülmesi, ardından ultrafiltrasyon ve diafiltrasyon gibi saflaştırma yöntemleri kullanılarak tuzun uzaklaştırılması ve proteinin çöktürülmesidir (Pojić vd., 2018).

Ultrafiltrasyon, afinite kromatografisi ve/veya çöktürme gibi çeşitli teknikler çoğu durumda özütlenen proteinlerin konsantrasyonu için de kullanılabilir. Proteinler, ultrafiltrasyonda kullanılan membranlara ve afinite kromatografisi için kullanılan sabit fazlara yapışabilmesi nedeniyle kayba uğrayabilmektedir (Novák ve Havlíček, 2016). Tüm protein

özütleme teknikleri, bitki hücreleri içinden protein salınımı sağlamak için başlangıç aşaması olarak hücre bozulmasını sağlar. Temel olarak hücre bozulması, öğütme gibi mekanik yöntemler veya termal ve kimyasal işlemlerle gerçekleştirilebilmektedir. Bununla birlikte, proteinlerin ısıya veya çözücü kullanımına karşı yüksek hassasiyeti nedeniyle daha yüksek verim, daha kısa özütleme süresi, düşük maliyet ve en az çevresel etki gösteren yöntemler üzerinde yoğunlaşmaktadır. Bu teknikler arasında ise mikrodalga destekli özütleme, ultrases destekli özütleme, süperkritik sıvı ekstraksiyonu, basınçlı sıvı ekstraksiyonu, vurgulu elektrik alan gibi yenilikçi işleme teknolojileri bulunmaktadır (Pojić vd., 2018). Bu yeni teknolojilerin sahip oldukları çeşitli avantajlara rağmen yüksek kurulum maliyeti gibi nedenlerden dolayı endüstriyel düzeydeki uygulamaları hala sınırlı düzeydedir (Liu vd., 2016; Vásquez vd., 2019).

2.2.1. Bitki Kaynaklarından Enzimatik ve Alkali Protein Özütlenmesi

Protein eldesinde bitki kaynağının türüne bağlı olarak çeşitli türde asit ve alkali protein özütleme yöntemleri uygulanmaktadır. Buna karşın asit destekli özütleme, asitin hücre ortamına difüzyonunu önleyen yetersiz hücre duvarı bozulması sağlaması nedeniyle daha az tercih edilmektedir. Ek olarak, uygulanan asit pH'sı, proteinin izoelektrik noktasına alkali özütleme ortamından daha yakındır. Dolayısıyla proteinler daha düşük çözünürlükte daha az net yüke sahiptir (Sari vd., 2013). Buna karşın alkali özütleme genellikle daha iyi sonuçlar vermektedir. Guan ve Yao (2008) yulaf kepeğindeki protein içeriğinin yulaf unundan daha yüksek olmasına rağmen yüksek lif içeriği nedeniyle yulaf kepeğinden protein özütlemenin yulaf unundan daha zor olduğu, buna karşın iyi bir protein veriminin sadece daha alkali koşullar altında elde edilebileceğini ifade etmiştir. Wang vd. (1999) ise yüksek alkali koşulların proteinin besin değerini azaltabileceğini bildirmişlerdir. Alkali özütlemenin gıdalarda en yaygın kullanıldığı protein izolat türü soya proteindir. Soya protein izolatı üretimi alkali koşullarda protein çözünürlüğünün artırılması ve proteinlerin yağı alınmış soya küspesinden izoelektrik noktada çöktürme ile ayrılmasına dayanmaktadır Böyle bir yöntemin temeli, proteinlerin farklı çözünürlük ve çökelme profillerine sahip olmasıdır. Alkali özütleme ve proteinin asidik çökeltmesi işlemi sırasında, hammadde genellikle proteinin en yüksek oranda çözünürlük gösterdiği pH 8-12 arasında tutulmaktadır. Daha sonra ortam pH'sı bitkisel proteinlerin izoelektrik noktaları olan pH 4-5 aralığına ayarlanır. Tüm bunların yanında

günümüzde alkali özütleme, verim gibi konularda tek başına yeterli görülmemekte ve güncel özütleme teknikleri geliştirilmeye devam edilmektedir (Deak vd., 2008).

İnsan beslenmesinde hayvan kaynaklı proteinlerin bitkisel proteinler ile kısmen yer değiştirmesi, çevre üzerindeki olumsuz etkiyi azaltmak için umut verici bir yaklaşım olarak görülebilmektedir (Westhoek vd., 2014). Proteinler genellikle hücrelerin içindeki protein gövdelerinde (aleuroin taneleri olarak da bilinir) bulunur. Bu nedenle, proteinlerin özütlenmesi hücre bozulmasına bağlıdır (Marathe vd., 2017). Bitkilerdeki sıkı hücre duvarının varlığı, hücresel proteinlerin salınmasında bir bariyer görevi görmektedir (Nadar vd., 2018). Hücre bozulması, proteinlerin özütlenme etkinliğini artırmak için önemli adımlardan biridir (Prabakaran ve Ravindran, 2011) ve uygulanan işlemlerin proteinleri denatüre etmemesine dikkat edilerek çeşitli kimyasal yöntemlerle veya sonikasyon gibi fiziksel yöntemlerle gerçekleştirilebilmektedir (Nadar vd., 2018). Deterjanlar, yüksek sıcaklık (>50 °C), organik çözücüler veya kuvvetli asit veya bazik çözeltilerin kullanımı protein çözünürlüğünü azaltarak özütleme verimini düşürebilmektedir (Wilken ve Nikolov, 2016). Öte yandan enzimatik özütleme yöntemleri, çevre dostu özütleme teknolojilerine duyulan ihtiyaç nedeniyle bitki dokularından protein eldesinde umut vadetmektedir (Puri vd., 2012). Bu özütleme sisteminin etki mekanizması, hücre içi bileşenlerin serbest bırakılması için bitki hücre duvarının bir katalizör (enzim) yardımıyla hidroliz edilerek bozulmasına dayanmaktadır. İşlem sırasında bitki hücre duvarı enzimin aktif bölgesine bağlanarak enzimin şekil değiştirmesine ve substrat-enzim arasında maksimum etkileşim sağlanmasına neden olur. Bu değişiklikler, substrat üzerinde hidrolitik reaksiyonlara neden olarak hücre duvarının bağlarının kırılmasına yol açmakta ve aktif bileşenlerin dışarı salınmasını kolaylaştırmaktadır (Sheldon ve van Pelt, 2013). Bunlara ek olarak bitkilerden enzim destekli biyomoleküllerin özütlenmesi, geleneksel solvent özütleme yöntemlerine potansiyel bir alternatiftir. Enzimatik özütleme teknolojisi; hammaddenin sıkı ve kompleks yapısını parçalayabilmesi, istenmeyen bileşenleri seçici olarak uzaklaştırabilmesi, özütleme süresini kısaltması ve yüksek katalitik verimlilik göstermesinin yanında (Marathe vd., 2017), sürdürülebilir bir sistemdir ve kullanılan solvent hacmini azaltmaktadır (Puri vd., 2012). Ek olarak, elde edilen ürünlerin kalite özellikleri korunmuş durumda ve insan tüketimi için daha uygundur (Ochoa-Rivas vd., 2017). Ayrıca enzimatik özütleme sistemleri yüksek özgülüğe sahip, kolay ölçeklenebilir ve çevre dostu yöntemlerdir (Wijesinghe ve Jeon, 2012).

Biyoaktif maddelerin özütlenmesi için en yaygın kullanılan enzimler karbohidrazlar (selülazlar, hemiselülazlar ve pektinazlar) ve proteazlardır. Özütleme işlemlerinde kullanılan enzimlerin başlıca kaynakları ise bakteri ve mantarlardır. Mikrobiyal kaynaklar dışında hayvan kaynaklı doku/organlar ile sebze/meyve özlerinden de enzim elde edilebilmektedir (Marathe vd., 2017). Son yıllarda, esas olarak bakteri ve mantarlardan izole edilmiş endüstriyel proteazların mevcudiyeti, protein hidrolizatlarının büyük ölçekli üretimine olanak tanımıştır (Vioque vd., 2001). Ticari olarak temin edilebilen ham proteaz preparatları, gıda endüstrisinde protein hidrolizatlarının hazırlanması için yaygın olarak kullanılmaktadır.

2.3. Biyoaktif Bileşiklerin Kurutulması ve Toz Ürün Üretim Avantajları

Dünya nüfusunun hızla artması küresel gıda güvenliği ve sürdürülebilirlik sorununu da beraberinde getirmektedir (Dev ve Raghavan, 2012). Meyveler, sebzeler, et ve su ürünleri gibi taze gıdalar, insan beslenmesinde önemli besin kaynaklarını oluşturmaktadır. Buna karşın taze gıdaların çoğu, yüksek nem içeriği (serbest su, bağlı su) nedeniyle kolaylıkla bozulabilmektedir. Serbest su, kimyasal/biyokimyasal reaksiyonlar ve mikrobiyal büyüme için iyi bir çözücü görevi görürken, bağlı su, hammaddelerin hücrelerinin ve organizmalarının yapısını oluşturmaktadır (Dagnas vd., 2017). Mikrobiyal gelişme ve endojen enzim katalizi gibi durumlar ise serbest su mevcudiyetinde meydana gelen, gıda maddelerinin bozulmasına ve besin kayıplarının meydana gelmesine neden olmaktadır (Maneffa vd., 2017). Taze gıdaların yüksek su içeriği, soğuk depolama tesislerinin yetersiz olması, yılın farklı zamanlarında çeşitli yiyeceklerin kıtlığı gibi nedenler bu gıdaların yıl boyunca tüketimini ve uzun süreli depolanmasını da kısıtlamaktadır (Bhatta vd., 2020). Tüm bu nedenlerden ötürü gıdaların muhafazası büyük önem kazanmaktadır. Günümüzde muhafaza teknikleri daha çok gıdalardan en üst seviyede fayda elde etmek için yiyecekleri belirli istenen özelliklerde veya kalitede tutmakta kullanılan disiplinler arası bir bilim olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu sebeple gıdalarda kaliteyi korumak, raf ömrünü uzatmak, oluşabilecek riskleri en aza indirmek, gıdaların fonksiyonel, duyuşsal ve besleyici özelliklerini iyileştirmek için birçok koruma tekniği geliştirilmiştir (Mukhopadhyay vd., 2017). Gıda muhafazası için çok sayıda yöntem arasında en eski yöntemlerden biri olmasına karşın kurutma, tartışmasız en yaygın kullanılan teknolojilerdendir. Kurutma işleminde gıda içerisinde bulunan serbest su buharlaştırma veya süblimasyon yoluyla uzaklaştırılmakta ve böylece kimyasal, enzimatik veya mikrobiyal bozulma reaksiyonları için gerekli ortamın oluşmasının önüne geçilmektedir

(Guiné, 2018). Tüm bunlara ek olarak taze gıda ürünlerinin ömrü ve dayanımı oldukça az olmaktadır. Bu durum bu gıdaların işlenmesi, paketlenmesi, depolanması, nakliyesi gibi aşamalarda büyük kayıpların ve sorunların yaşanmasına neden olmaktadır. Oluşabilecek bu olumsuzlukların önüne geçebilmek için birçok gıda ürünü kurutulmaktadır (Gaiani vd., 2013). Bu süreç kısaca gıdanın içerisinde bulunan serbest suyun (nem içeriği) kabul edilebilir bir düzeye indirilmesi için suyun gıda maddelerinden uzaklaştırılması olarak da ifade edilebilmektedir. Bu sayede gıdanın su aktivitesi düşürülerek mikrobiyal gelişimin ve diğer bozulmaların önüne geçilebilmektedir (Haque vd., 2015). Örnek olarak, olgunlaşmadan önce çiğ olarak tüketilebilen mısır tanesinin özü dondurma, tatlılar ve unlu mamuller dahil olmak üzere çeşitli gıda formülasyonlarında kullanılabilir. Buna karşın bu gıda ürünü çabuk bozulmakta ve depolamaya bağlı olarak da besin değerlerinde kayıplar meydana gelmektedir. Dolayısıyla artan nüfusun taleplerine karşılık verebilmek, mısırın kullanımını kolaylaştırmak ve dayanımını artırmak için kurutma işlemi uygulanmaktadır (Marques vd., 2014). Kurutma işleminin sağladığı faydaya bir diğer örnek olarak meyve ve meyve sularının endüstriyel olarak işlenmesinin ardından kabuk, çekirdek ve posa şeklinde büyük hacimlerde katı atık meydana gelmektedir. Bu atıkların açık alanlara veya çöplüklere atılması çevre kirliliği sorunlarını da beraberinde getirmektedir. Bu sebeple gıda atıklarının yönetimi için en etkili seçeneklerden biri, gıda, kozmetik ve ilaç endüstrilerinde kullanılabilen fitokimyasalların/biyoaktif bileşiklerin geri kazanılmasıdır (Babbar vd., 2015). Bu bileşiklerin geri kazanılmasında da kurutma teknolojilerinden önemli oranda faydalanılmaktadır. Kurutma işlemi enzimatik ve enzimatik olmayan esmerleşme gibi kimyasal değişiklikleri en aza indirmesi, makro besinler (proteinler, şekerler, lifler vb.), mikro besinler (vitaminler, mineraller vb.) ve biyoaktif bileşikler (fenolik bileşikler, karotenoidler, izoflavonlar vb.) gibi besin gruplarının gıdanın içerisine büyük oranda tutunmasını desteklemesi sebebiyle gıda endüstrisinde tercih edilmektedir (Guiné, 2018).

Tüketim davranışlarındaki son gelişmeler, özellikle gıda ve tüketim alanlarının çeşitlenmesi gıda şirketlerinin formülasyon programlarını geliştirmeye itmektedir. Yeni bir ürünün geliştirilmesi sürecinde gıdanın korunması, taşınması, depolanması, tartılması ve işlenmesi kolay işlevsel bileşenler kullanmayı da beraberinde getirmektedir (Cuq vd., 2011). Gıdaların toz forma dönüştürülmesi de bu noktada önem kazanmaktadır. Toz gıda; küçük, gevşek parçacıklar şeklindeki kuru bir katı gıda ürünü olarak ifade edilebilir. Bu ürünler

sağlık için temel besinleri sağlamasının ötesinde spesifik ve faydalı bir fizyolojik etki sağlamak üzere tasarlanmışsa o zaman fonksiyonel toz ürün olarak adlandırılmaktadır. Taze veya sulu/yaş bir katıdan toz gıda üretimiyle ilgili ana işlemler, kurutma ve/veya boyut küçültme şeklinde özetlenebilmektedir (Chronakis vd., 2004). Gıda işleme sırasındaki uygulamalarda ve ürün formülasyonlarında kolaylık sağlamak, duyuşal çekicilięi artırmak, ürünün besin içerięinin iyileştirilmesi gibi sebeplerden ötürü birçok gıdanın toz formda kullanımı tercih edilmektedir (Dhanalakshmi vd., 2011). Bu bağlamda tüm gıda ürünlerinin yaklaşık %80'inin kuru (toz, susuz parçacıklar vb.) forma dönüştürülebileceęi ifade edilmektedir (Burgain vd., 2017). Bu ürünlere yumurta tozları, süt tozları, jelatin tozları, gıda katkı maddeleri, vitaminler, meyve ve sebze tozları, baharatlar, renklendirici maddeler örnek olarak verilebilir. Gıda ürünlerinden veya atıklarından elde edilen bu tozlar kullanım ve saklama kolaylığı sağlaması açısından gıda endüstrisinde geniş kullanım alanı bulmaktadır (Cuq vd., 2011).

Tozların, bileşimini ve işlevsellięini daha karmaşık hale getiren bileşenlerin bir kompleks karışımı olduğunu belirtmek gerekmektedir. Gıdalardaki makro bileşenlerin fiziksel durumundaki herhangi bir deęişiklik gıda tozunun küçük bileşenlerinin kimyasal özelliklerini de etkilemektedir. Örneęin, gıdanın su içerięinin yüksek olması toz üründe yapışkanlık ve katılaşma gibi kötü fiziksel deęişikliklere yol açarak ürünün depolama stabilitesinin azalmasına neden olabilmektedir. Benzer şekilde lipid ve protein oksidasyonu, enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonları, karakteristik istenmeyen tatların oluşumuna, renk bozulmasına ve besin deęeri kaybına yol açmaktadır (Burgain vd., 2017). Dolısıyla, kurutma yönteminin gıdanın özelliklerine uygun şekilde seçilmesi önem arz etmektedir. Uygun kurutma işleminin seçiminin önemi kurutma işleminin sonrasında elde edilen ürün kalitesinin en üst düzeyde tutulması, üretilen toz ürünün rehidrasyon özelliklerinin iyileştirmesi ve işlem parametrelerinin optimize edilmesi gibi konularda ortaya çıkmaktadır (Morgan vd., 2006). Böylece depolama, karıştırma ve rehidrasyon gibi işlemlerin etkinliğini artırmak, toz ürünlerin davranışını belirlemek ve kontrol altına almak da kolaylaşmaktadır (Ermiş ve Karasu, 2020).

Protein izolatları da kimyasal ve mikrobiyal stabilite sağlamasının yanında düşük taşıma maliyetleri gibi avantajlar sağlaması nedeniyle protein izolasyonundan sonra genellikle kurutulmaktadır (Berghout vd., 2015). Proteinler de birçok biyoaktif bileşen gibi ısıya

oldukça duyarlı moleküllerdir ve hammaddenin yapısına bağlı olarak belirli bir sıcaklık değerinde denatürasyona uğramaktadırlar. Bununla birlikte bazı proteinler kurutma işlemi sırasında mekanik stres, yüzey gerilimi veya hücre duvarının parçalanması gibi etkilerle inaktive olabilmektedirler (Adamiec vd., 2006). Kurutma yönteminin protein işlevselliği üzerindeki etkisi kurutma yöntemine ve proteinin yapısına bağlı olarak değişmektedir. Dolayısıyla kurutma yöntemi ve koşullarının ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerine uygun şekilde seçimi oldukça önem arz etmektedir (Liao vd., 2013). Uygun kurutma işlemi seçiminin önemi kurutma işlemi sonrasında elde edilen ürün kalitesinin en üst düzeyde tutulması, üretilen toz ürünün rehidrasyon özelliklerinin iyileştirmesi ve işlem parametrelerinin optimize edilmesi gibi konularda ortaya çıkmaktadır (Morgan vd., 2006). Böylece depolama, doldurma, karıştırma ve rehidrasyon gibi işlemlerin etkinliğini artırmak, toz ürünlerin davranışını belirlemek ve kontrol altına almak da kolaylaşmaktadır (Ermiş ve Karasu, 2020).

Günümüzde kurutma teknolojisinde püskürtmeli kurutma, mikrodalga kurutma, dondurarak kurutma (liyofilizasyon) ve kızılötesi kurutmanın yanı sıra tepsili kurutucular ve tünel kurutucular gibi teknolojilerden faydalanılmaktadır (Ratti, 2001). Uygulanan tüm bu yöntemlerin temel amacı daha hızlı kuruma değil, daha kaliteli, özellikleri korunmuş bir ürün elde etmektir. Su bazlı bitkisel protein dispersiyonları gibi biyoteknolojik materyallerin kurutulmasında püskürtmeli kurutma veya vakum altında kurutma kullanılmaktadır (Liao vd., 2013). Püskürtmeli ve dondurarak kurutma işlemleri özellikle elde edilen son ürünün çözünübilirlik, ıslanabilirlik, higroskopik gibi fiziksel özellikleri bakımından diğer kurutma yöntemlerine göre daha üstün özellikler sağlaması nedeniyle daha çok tercih edilmektedir (Devahastin vd., 2004).

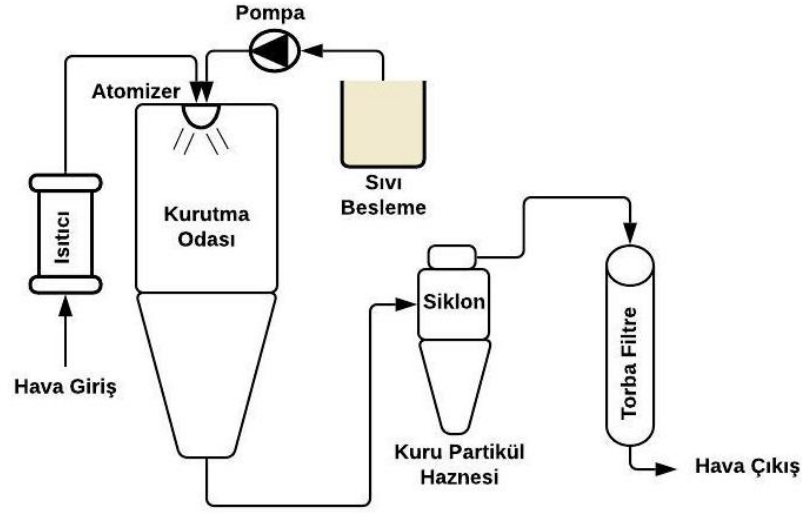
2.3.1. Püskürtmeli Kurutma

Püskürtmeli kurutma, yüksek su içeriğine sahip pompalanabilir sıvıların kurutulmasında (Yerlikaya ve Şen Arslan, 2019) ölçeklenebilirliği, sürekli çalışmaya imkan vermesi ve standart kalite özellikleri nedeniyle yaygın olarak kullanılan yöntemlerin başında gelmektedir (Georgetti vd., 2008). Ayrıca bu kurutma yöntemi kısa uygulama süresi ve kolay kontrol edilebilir çalışma koşullarına sahiptir. Püskürtmeli kurutma işlemi çeşitli ürün gruplarını işleme potansiyelinin yanında renk, lezzet ve besin değeri gibi özellikleri yüksek ölçüde korunan ürünler için ideal bir kurutma sistemi olarak öne çıkmaktadır (Haque vd., 2015; Daza

vd., 2016). Proteinler de genellikle besin değeri, organoleptik ve fizikokimyasal özelliklerini korumak için endüstriyel ölçekte toz halinde üretilmektedir. Püskürtmeli kurutma işlemi de bu özellikleri iyi derecede koruyabilmesi sebebiyle protein tozlarının üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır (Khanji vd., 2018). Tüm bunlara ek olarak ekonomik olması, toz ürünlerin partikül yoğunluğu, yığın yoğunluğu, kristallenme derecesi üzerinde kontrol kolaylığı sağlaması bu kurutma sisteminin avantajlarını artırmaktadır (Chavez ve Ledebøer, 2007).

Püskürtmeli kurutma işlemi, sıcak hava veya inert gaz gibi bir akışkan yardımıyla sulu veya organik çözeltilerin atomizasyonu ve ardından kurutulmasını içermektedir (Haque vd., 2015). Sistemdeki akışkan, kurutma ortamına küçük damlacıklar halinde püskürtülmekte ve bu damlacıklar sıcak gaz/hava ortamına doğru hareket ederek küçük parçacıklar şeklinde kurumaktadır (Filkova vd., 2006). Besleme bileşimine ve işlem koşullarına bağlı olarak elde edilen nihai parçacıklar çok ince nano boyutlu tozlar (210-280 nm), mikron boyutunda (10-50 µm) ince tozlar veya aglomeratlar (3 mm'ye kadar) olabilmektedir (Gharsallaoui vd., 2007).

Püskürtmeli kurutma ile üretilen tozların kalitesi, sisteme beslenen çözeltinin özelliklerine (viskozite, akış hızı, v.b.), kurutma havasına (basınç/sıcaklık, akış hızı), sıcak hava ile kurutma odasındaki damlacıkların arasındaki temas, kullanılan atomizer türüne (eşzamanlı veya ters akım) ve hızına bağlı olarak değişmektedir (Masters, 1991). Buna ek olarak, kurutulmuş ürünün özellikleri ise beslenen ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerinin yanında kurutucu tasarımına ve işleme bağlı olarak belirlenmektedir (Keshani vd., 2015). Dolayısıyla püskürtülerek kurutulmuş tozların görünümü akış özelliği, sıkıştırılabilirlik, kütle yoğunluğu, dağılılabilirlik, çözünürlük, kompozisyon ile depolama stabilitesi ve malzeme yapısı püskürtmeli kurutma işlem parametrelerine bağlı olarak değişmektedir (Haque vd., 2015). Tipik bir püskürtmeli kurutucu sisteminin şematik gösterimi Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 2. Püskürtmeli kurutma sisteminin şematik gösterimi

Püskürtmeli kurutma işlemi temel olarak (I) sisteme beslenecek sıvının ince damlacıklar halinde atomize edilmesi, (II) damlacıkların sıcak hava ile teması, (III) atomize edilen damlacıkların kurutulması ve (IV) kurutulmuş damlacıkların nemli havadan ayrılması olmak üzere dört adımdan oluşmaktadır (Filkova vd., 2006; Verma ve Singh, 2015).

2.3.1.1. Atomizasyon

Atomizasyonun temel amacı daha geniş yüzey alanı ve daha verimli bir ısı ve kütle aktarımı sağlayarak beslenen sıvı ürünün kurutma yüzey alanını artırmaktır. Atomizasyon işlemi için döner atomizörler, hidrolik nozullar, pnömatik nozullar ve ultrasonik nozullar gibi sistemler kullanılmaktadır (Cal ve Sollohub, 2010). Püskürtmeli kurutma işleminde atomizer tasarımı, atomizasyon basıncı ve atomizasyon hızı gibi parametreler toz ürünün fiziksel (boyut, şekil vb.) özelliklerini önemli derecede etkilemektedir (Shishir ve Chen, 2017). Kurutma sırasında atomize edilmiş damlacıklar ve sıcak hava bir kurutma bölgesinde etkileşime girerek damlacık sıcaklığını artırmaktadır. Bu durum ise küçük su damlacıklarının buharlaşma hızının artmasını sağlamaktadır. Bu süreçte damlacık yüzeyinde kuru bir tabaka oluşurken, damlacıktaki nem içeriği de kritik noktaya ulaşmaktadır. Sonuçta elde edilen toz parçacıklar hammaddenin yapısına ve kurutma koşullarına bağlı olarak pürüzsüz veya pürüzlü; küresel veya oval şekilli olabilmektedir (Caparino vd., 2012). Örneğin, atomizasyonu sağlamak için uygulanan enerji ne kadar yüksek olursa damlacıklar/parçacıklar o kadar küçük boyutta olacaktır (Gharsallaoui vd., 2007). Chegini ve Ghobadian (2005) yaptıkları çalışmada daha yüksek atomizer hızında daha küçük damlacıkların oluştuğunu ve

bununla birlikte temas yüzeyinin artmasıyla daha fazla nemin buharlaştırılabildiğini göstermişlerdir. Bu sayede de küçük parçacık boyutu ve hızlı kuruma sağlandığını, sonuç olarak damlacıkların üzerinde kabuk oluşumunun önlendiği bildirilmiştir. Yüksek atomizer basınçlarında toz ürünün parçacık boyutu ve nem içeriği azalırken katı yüzdesi ve yığın yoğunluğunun arttığı yapılan çalışmalarda rapor edilmiştir (Tee vd., 2012).

2.3.1.2. Damlacık-Sıcak Hava Teması

Damlacık-hava teması beslenen ürünün atomizasyonundan hemen sonra kurutma odasında gerçekleşmektedir. Bu aşamada, havanın termal enerjisi buharlaşma için kullanılmakta ve soğumuş hava kurumuş partikülleri kurutma sistemi boyunca pnömatik olarak taşımaktadır (Phisut, 2012). Bu süreç atomize edilmiş damlacıkların suyun buharlaşmasını kolaylaştıran ısıtılmış hava ile karşılaşması şeklinde özetlenebilir. Püskürtmeli kurutma işleminde sıcak hava geniş bir hacimde kurutma odasında dolaşmaktadır. Dolayısıyla bu kurutma sisteminin termal etkinliği oldukça düşüktür. Ayrıca damlacık boyutunun kontrolünün de sınırlı olması geniş boyutlu parçacık dağılımına ve bazen de düzensiz mikro yapıya neden olabilmektedir (Dalmoro vd., 2012). Bu sebeple son ürünün yüksek verimle toplanabilmesi için tozun kurutma odası duvarlarına temas etmeden önce yeterince kurumuş olması gerekmektedir (Haque vd., 2015). Duvara parçacık yapışma durumu ise esas olarak püskürtülerek kurutulmuş malzemenin doğasından ve püskürtmeyle kurutma koşullarından etkilenmekte ve meyve suları ve domates ürünleri gibi şeker ve organik asitler içeren püskürtmeyle kurutulan çözeltilerde yaygın olarak bilinen bir etkidir. Bununla birlikte yapışma sorunu, esas olarak bu tür ürünlerde bulunan düşük molekül ağırlıklı şekerlerin ve asitlerin, esasen sükroz, glikoz, fruktoz ve organik asitlerin düşük cam geçiş sıcaklığından (T_g) kaynaklanmaktadır (Goula, 2017). Yüzey toz birikmesi veya yapışması aynı zamanda kurumuş parçacıklar ve kurutma odası iç yüzeyi arasındaki kaçınılmaz temastan kaynaklanmaktadır. Birçok üründe, tortular belirli bir kalınlığa kadar biriktikten sonra düşmektedir (Goula ve Adamopoulos, 2010). Bu sebeple eğer materyal kuruyana kadar ekipman duvarlarına temas etmezse püskürtmeli kurutma işlemi süresince daha az yapışma ve korozyon gerçekleşeceği belirtilmektedir (Gupta, 1978).

2.3.1.3. Atomize Damlacıkların Kurutulması/Buharlaştırılması

Kurutma işleminde sisteme beslenen damlacıklar, sıcak hava ile temas ettiği anda suyun buharlaşması ile kurumakta ve bu sırada kuru toz parçaları oluşmaktadır. Daha genel bir

ifadeyle, kurutma işlemi ilk olarak kurutma odasında damlacıkların hava ile temasıyla başlamaktadır. Isı transferi ise suyun damlacıklardan buharlaştığı ıslak termometre sıcaklığına ulaşana kadar artmaya devam etmektedir. Kurutma işleminde suyun buharlaşması sabit sıcaklıkta ve su buharı kısmi basıncında gerçekleşmektedir. Son olarak damlacık yüzeyinde kuru bir kabuk oluştuktan sonra kurutma oranı azalmakta ve difüzyon hızına bağımlı hale gelmektedir. Kurutma havası sıcaklığı ile partikül sıcaklığı eşitlendiğinde ise kurutma tamamlanmaktadır (Gharsallaoui vd., 2007). Kurutulmuş parçacıklar, kurutma odasından çıktıkları anda kurutucu çıkış sıcaklığına yakın durumdadırlar. Kurutma işlemi süresince her damlacığın yüzeyinden hızlı buharlaşma meydana gelmektedir. Sıcak hava, kurutucuya beslenen ürünün damlacıklarına temas ettiği anda büyük çoğunlukla kuruma işlemi de gerçekleşmiş olacaktır. Bu hızlı buharlaşma aynı zamanda beslenen ürün tamamen kuruyana kadar damlacıkların yüksek sıcaklığa maruz kalmasını önlemektedir (Corrigan, 1995).

Püskürtmeli kurutma işlemindeki son adım ise kurutulmuş parçacıkların nemli havadan ayrılarak bir haznede toplanmasıdır. Bu esnada üründen uzaklaştırılan nem ise genellikle siklon ve kurutma odasının dışına yerleştirilen bir torba filtre ile kurutma ortamından uzaklaştırılmaktadır. Taneciklerin kurutma ortamından ayrılmasının etkinliği taneciklerin yoğunluğuna, boyutuna ve bunların siklon içindeki çökme hızına bağlı olarak değişmektedir (Haque vd., 2015). Ürün geri kazanımı esas olarak toz ürün toplama verimliliği ile belirlenmektedir. Bir püskürtmeli kurutma sistemindeki ürün kaybı çoğunlukla püskürtülmüş damlacıkların ve kuru tozun aparatın duvarına tutunmasından ve siklonun ince parçacıklar toplamadaki etkinliğinin yetersiz olmasından kaynaklanmaktadır (Goula ve Adamopoulos, 2003).

2.3.1.4. Püskürtmeli Kurutma Parametrelerinin Toz Ürün Özelliklerine Etkisi

Toz ürünlerin fiziksel özellikleri arasında parçacık şekli, yoğunluk, gözeneklilik, yüzey özellikleri, parçacık çapı ve boyutunu saymak mümkündür. Kurutulmuş toz ürünlerin fizikokimyasal özellikleri, kurutma işlemi süreçlerini ve işlevselliği optimize etmek ve maliyetleri azaltmak açısından önem arz etmektedir (Barbosa-Cánovas ve Juliano, 2005). Örneğin, partikül boyutunun azalması veya partikül yüzey alanındaki artış, neme karşı daha yüksek bir afiniteye ya da kurutma işlemi sırasında aglomerasyona neden olabilmektedir (Tóth ve Pallai-Varsányi, 2006). Toz ürünün yoğunluk bilgisi ise işleme, paketleme depolama ve dağıtım koşullarının ayarlanmasında malzeme çalışmaları ve endüstriyel süreçler için

önemli avantajlar sağlamaktadır. Buna ek olarak yığın yoğunluğu öğütme veya kurutma ile elde edilen nihai ürünü karakterize etmek için kullanılmaktadır (Barbosa-Cánovas ve Juliano, 2005). Ayadi vd. (2008), püskürtmeli kurutma işlem koşullarının kurutulmuş yumurta akı ve bütün yumurta tozlarının özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Yazarlar, kurutma esnasındaki sıvı akış hızına ve giriş havası sıcaklığına bağlı olarak spesifik köpüklenme, jelleşme ve emülsifiye edici özelliklere sahip toz ürün elde edildiğini bildirmişlerdir. Dolayısıyla son üründe istenen özellikleri elde etmek için püskürtmeli kurutma işlemi sırasında farklı parametreler kontrol edilerek yüksek kalitede tozlar elde edilebilmektedir. Bu sayede yapışkanlık, higroskopik özellikleri ve düşük çözünürlük gibi bazı yapısal dezavantajların da önüne geçilebilmektedir (Vidović vd., 2014).

2.3.1.4.1. Hava Giriş/Kurutma Sıcaklığı

Kurutma sıcaklığı, püskürtülerek kurutulmuş tozun fiziko-kimyasal özelliklerini etkileyen önemli faktörlerden birisidir (Shishir ve Chen, 2017). Daha yüksek hava giriş/kurutma sıcaklığının kurutma hızını artırarak toz ürün veriminde artış sağladığı, bunun yanında artan kurutma hızı ile birlikte toz ürünün nihai nem içeriği ile kütle yoğunluğunun da önemli ölçüde etkilendiğini gösteren çalışmalar mevcuttur (Jafari vd., 2017). Diğer yandan yüksek kurutma sıcaklıklarının kullanılması, toz üründe yer alan ısıya hassas değerli bileşenleri yok etme ve camsı geçiş sıcaklığının aşılması suretiyle yapışkanlığı artırma riski de taşımaktadır (Looi vd., 2019). Muzaffer ve Kumar (2015), demirhindi özünden püskürtmeli kurutma sistemi ile toz elde ettikleri çalışmalarında hava giriş sıcaklığındaki artışla birlikte meydana gelen ısı ve kütle aktarımındaki artışın, verimliliği artırdığını tespit etmişlerdir. Yüksek kurutma sıcaklığı, kurutma odasına daha fazla ısı transferi sağlaması nedeniyle kurutma hızını arttırarak kurutulmuş ürünün nem içeriğini azaltmaktadır. Ayrıca toz ürünün kalıntı nem içeriğinin azalması sebebiyle ortalama ıslanabilirlik süresinde bir artışa, yani ıslanabilirlik özelliklerinde azalmaya neden olmaktadır (Chegini ve Ghobadian, 2005). Benzer şekilde, Sun vd. (2020) püskürtmeli kurutma sıcaklığının mikroenkapsüle karvakrol tozlarının fiziksel özellikleri üzerindeki etkilerini incelemiş ve nem içeriği ile yığın yoğunluğunun kurutma sıcaklığındaki artışla azaldığı sonucuna varmışlardır. Jafari vd. (2017) ise giriş hava sıcaklığının nar suyu tozunun fonksiyonel özellikleri üzerindeki etkisini incelemiş ve giriş hava sıcaklığının artmasıyla birlikte protein çözünürlüğünün azaldığını tespit etmişlerdir. Püskürtmeli kurutulan ürünün parçacık boyutu, kurutma giriş sıcaklığına

bağlı olarak değişebilmektedir. Kurutma sıcaklığındaki bir artış kürelerin düzgün şekilde büzülmesine izin vermeden mikromolekülleri geliştirerek daha büyük partiküllere neden olan daha hızlı su buharlaşmasına izin vermektedir. Büyük partiküller genellikle daha gözenekli bir yapıya sahip olmaları sebebiyle partikül yoğunlukları azalma eğilimi göstermektedir (Fazaeli vd., 2012).

2.3.1.4.2. Hava Çıkış Sıcaklığı

Toz parçacıklarının nemli havadan ayrılıp siklonun dibine bırakıldığı siklon sıcaklığı hava çıkış sıcaklığı olarak kabul edilmektedir. Hava çıkış sıcaklığı, toz halindeki ürünlerin kurutma sürecini ve fizikokimyasal özelliklerini kontrol etmede kullanılan önemli bir parametredir (Shishir ve Chen, 2017). Püskürtmeli kurutma işleminde kurutma çıkış sıcaklığının daima düşük tutulması ve ayrıca kurutmanın mümkün olduğunca hızlı gerçekleştirilmesi (Masters, 1997), sıcaklığa duyarlı proteinler ve peptitler açısından ürünün bozulmasını/denatürasyonunu önlemek için önem arz etmektedir (Prinn vd., 2002). Daha yüksek çıkış sıcaklığının nem içeriği ve proses verimini arttırdığı bazı çalışmalarda rapor edilmiştir (Maury vd., 2005). Hava çıkış sıcaklığının toz özellikleri üzerinde önemli etkileri vardır. Maa vd. (1997), düşük hava çıkış sıcaklığının toz partiküllerinin küreselliğini arttırdığı belirtilmiştir. Yazarlar ayrıca hava çıkış sıcaklığının besleme akış hızı ve atomize hava akış hızının artışına bağlı olarak azaldığını tespit etmişlerdir. Bu durum hava çıkış sıcaklığının diğer kurutma parametrelerinden etkilendiği gerçeğini desteklemektedir. Hava giriş ve çıkış sıcaklığı arasındaki fark ise ne kadar büyükse, sıcaklık ve buhar basıncı gradyanları da o kadar yüksek olacak ve bu da daha hızlı buharlaşma ve parçacık oluşumunu sağlayacaktır (Haque vd., 2015).

2.3.1.4.3. Besleme Akış Hızı

Besleme akış hızı, püskürtmeli kurutma düzeneğinin kapasitesi de dikkate alınarak bir sıvı materyalin toz ürün kalitesi ve verim ele alınarak kurutulmasında önemli parametrelerden birisi olarak kabul edilmektedir (Miller ve Gil, 2012). Muzaffer ve Kumar (2015), püskürtmeli kurutma işleminin yüksek besleme hızında gerçekleştirildiğinde meydana gelen yavaş ısı ve kütle aktarımının işlem verimi üzerinde olumsuz bir etki gösterdiğini belirtmişlerdir. Aynı çalışmada, besleme akış hızındaki artış ve giriş havası sıcaklığındaki azalmanın, toz örneklerinin nem içeriğini ters yönde etkileyen bir değişken olan higroskopiteyi azalttığı tespit edilmiştir.

Besleme akış hızı temel olarak atomizer hızı ile doğru orantılı olarak değişmektedir. Yüksek akış hızına sahip besleme, aynı miktarda nemi damlacıklardan buharlaştırmak için daha fazla enerjiye ihtiyaç duymakta, dolayısıyla daha yavaş ısı ve kütle transferine neden olarak damlacıkların kurummasını zorlaştırmaktadır (Shishir ve Chen, 2017). Benzer şekilde Kurozawa vd. (2009), yaptıkları çalışmada tavuk eti tozlarındaki nem içeriğinin, daha yüksek besleme hızının damlacıklar ile kurutma havası arasındaki temas süresini azaltması nedeniyle düşük verimli bir ısı transferine ve daha düşük oranda su buharlaşmasına neden olduğunu belirtmişlerdir. Başka bir çalışmada ise yüksek hava giriş sıcaklığı, düşük besleme akış hızı, yüksek atomizasyon basıncı ve yüksek hava akış hızında toz ürün nem içeriğinin daha düşük olduğu tespit edilmiştir (Telang ve Thorat, 2010). Bununla birlikte, yüksek hava akış hızında ve düşük besleme akış hızında daha yüksek ürün verimine sahip olduğu belirlenmiştir. Diğer yandan Souza vd. (2009), yoğunluğun besleme akış hızı ve atomizasyon hızı ile ters orantılı olduğunu, atomizer hızı ile besleme akış hızının ise domates tozunun parçacık boyutu üzerinde önemli bir etki gösterdiğini belirtmişlerdir.

2.3.1.4.4. Hava Akış Hızı

Kurutma havası akış hızı, buharlaşma için gereken enerjiyi etkilemesi sebebiyle püskürtmeli kurutma işleminde önemli bir faktördür. Ayrıca, kurutma havası akış hızı suyun buharlaşma hızını da etkilemektedir. Düşük hava akış hızı damlacıkların kuruma süresini artırırken yüksek kuruma süresi daha fazla miktarda suyun buharlaşmasına neden olmaktadır (Goula vd., 2004). Yüksek hava akış hızı daha kısa kurutma süresi sağlamasına karşın yetersiz oranda bir kurutma sağlaması nedeniyle nihai üründe yüksek nem içeriğine neden olabilmektedir (Shishir ve Chen, 2017).

Püskürtmeli kurutma esnasında iç duvarlarda biriken ürünler iki kategoriye ayrılmaktadır: Duvara çarpmadan önce yeterince kuru olmayan damlacıkların neden olduğu yarı ıslak tortular ve kurutma sıcaklığında ürünün doğasından kaynaklanan yapışkan tortular (Masters, 1997). İlk kategorideki tortu oluşumu aynı zamanda işlem veriminin azalmasına da neden olan hava akış hızının azaltılması ile gerçekleşmektedir. Benzer şekilde, yüksek hava akış hızı damlacık çaplarında azalmaya neden olmakta ve küçük parçacık boyutlu damlacıklar kurutma odasında nem içeriğinin çok daha düşük olduğu kısımlarda duvara çarpma eğilimi göstermektedirler (Fazaeli vd., 2012).

2.3.1.5. Toz Ürün Verimi

Püskürtmeli kurutma işleminin verimliliği, buharlaştırmada kullanılan ısıнын toplam ısı girdisine oranı olarak tanımlanmaktadır (Goula ve Adamopoulos, 2003). Fazaeli vd. (2012)'nin çalışma verilerine göre yüksek hava giriş sıcaklığı proses veriminde ve çözünürlükte artış sağlarken yağın yoğunluğu, nem içeriği ve su aktivitesinde de azalma meydana getirmektedir. Buna karşın basınçlı hava akış hızı artışının kurutma verimi ve kütle yoğunluğu üzerinde pozitif; çözünürlük, nem içeriği ve su aktivitesi üzerinde ise olumsuz bir etkiye sahip olduğu belirtilmiştir.

Toz ürün verimliliği ise kurutma işlemi sonrası toplanan kuru toz madde kütlesinin beslenen üründeki toplam katı madde ağırlığına oranı olarak tanımlanmaktadır ve kurutma işleminin etkinliğini gösteren önemli bir göstergedir. Nihai toz ürünün verimi ve fiziksel özellikleri, besleme konsantrasyonu, besleme akış hızı, atomizasyon hızı/basıncı ve kurutma sıcaklığı gibi çeşitli faktörlerden etkilenmektedir (Tontul ve Topuz, 2017). Düşük ürün verimi ise temel olarak gıda bileşenlerinin yapışkanlık özelliklerinden ileri gelmektedir (Can Karaca vd., 2016). Örnek olarak León-Martínez vd. (2010), en düşük toz ürün veriminin yüksek toz nem içeriği ve düşük hava çıkış sıcaklığına neden olan yüksek besleme akış hızı ve düşük giriş sıcaklığı koşullarında elde edildiğini bildirmişlerdir. Bu kurutma koşulları altında, kurutma odasının duvarında yapışmaların görüldüğü de ayrıca vurgulanmıştır. Aynı çalışma sonuçlarına göre verim üzerinde besleme akış hızının atomizer hızından daha büyük bir etkiye sahip olduğu, bununla birlikte sabit besleme akış hızı ve artan atomizasyon hızı ile birlikte verimin de arttığı tespit edilmiştir. Başarılı bir püskürtmeli kurutma işleminde ürün veriminin %50'den yüksek olması gerektiğini bildirilmektedir (Bhandari vd., 1997).

2.3.1.6. Püskürtmeli Kurutma İşleminde Dikkat Edilmesi Gereken Noktalar

Püskürtmeli kurutma işleminde dikkat edilmesi gereken noktaların başında ürün camsı geçiş sıcaklığı (T_g) gelmektedir. Camsı geçiş sıcaklığı sert, katı ve amorf bir maddenin yumuşak, kauçuksu ve sıvı bir faza dönüştüğü sıcaklıktır. T_g 'nin saptanması için kullanılan ölçüm yöntemi ise camsı geçiş sıcaklığı aralığında meydana gelen camsı ve kauçuksu durumlar arasındaki şekilsiz bileşenin ısı akışındaki değişikliği tespit eden diferansiyel tarama kalorimetre (DSC) cihazıdır (Fazaeli vd., 2012).

Püskürtülerek kurutulmuş gıdalar yapışkan ve yapışkan olmayan olmak üzere iki gruba ayrılabilir. Yağsız süt, maltodekstrin, zamsı maddeler ve proteinlere ait çözeltilerden yapışkan olmayan; meyve-sebze suları ve bal gibi şeker ve asit açısından zengin gıdalardan ise yapışkan karakterde toz ürünler elde edilmektedir. Şeker ve asitçe zengin malzemelerin yapışkan toz davranışı genel olarak früktoz (-5 °C), glikoz (32 °C), sükröz (62 °C) gibi şekerlerin düşük camsı geçiş sıcaklığından ve sitrik, malik ve tartarik asit gibi organik asitlerin varlığından kaynaklanmaktadır (Adhikari vd., 2003). Bu bileşenler püskürtmeli kurutma işlemi esnasında kurutucu duvarlarına yapışma ve toz yerine macun benzeri bir yapı oluşturma eğilimi göstermektedirler (Masters, 1997). Bir ürünün cam geçiş sıcaklığını ise sıcaklık, nem ve ürün bileşimi olmak üzere üç temel faktör etkilemektedir (Intipunya ve Bhandari, 2010). Düşük camsı geçiş sıcaklığı püskürtmeli kurutma işlemi sırasında istenmeyen fiziksel değişikliklere (yapışma, kabuk bağlama, topaklanma vb.) neden olabilmektedir. Aynı zamanda, üründe renk ve aroma değişikliklerinin yanında bazı kimyasal değişiklikler de meydana gelebilmektedir. Bu sebeple, bu tarz istenmeyen durumların önüne geçmek için parçacıkların yüzey sıcaklığının kurutulacak ürün camsı geçiş sıcaklığının en az 20 °C altında olması önerilmektedir (Fazaeli vd., 2012). Ürün nem içeriği de camsı geçiş sıcaklığının düşürülmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Toz ürünlerin birçoğu %5'ten düşük nem içeriğine sahip olmasına rağmen nem içeriğindeki %1 gibi küçük bir artışın camsı geçiş sıcaklığını önemli ölçüde azaltabildiği vurgulanmaktadır (Intipunya ve Bhandari, 2010). Bu sebeple beslenen ürünlerin camsı geçiş sıcaklığını yükseltmek için farklı teknolojilerin kullanımı tavsiye edilmektedir. Bu yöntemler kurutulacak ürünün yüksek nişasta, şeker veya yağ içeriğine sahip olduğu durumlarda ürünün verimi ve kalitesini düşüren yapışkanlık ve çökme gibi durumları önlemek amacıyla da kullanılmaktadır.

2.3.2. Dondurarak Kurutma (Liyofilizasyon)

Liyofilizasyon olarak da adlandırılan dondurarak kurutma işlemi, dondurulacak gıdanın kurutma işleminden önce dondurulması ve ardından gıdadaki suyun düşük basınç altında doğrudan süblime edilmesine dayanan bir kurutma (dehidrasyon) yöntemidir (Oetjen ve Haseley, 2004). Başarılı bir liyofilizasyon işlemi gerçekleştirmek için kurutma odasındaki basıncın en fazla 40 Pa mutlak basınçta tutulması gerekmektedir (Toledo, 2007). Düşük sıcaklık ve basıncın kombinasyonu şeklinde uygulanan bu işlem sayesinde renk ve lezzetin çok iyi derecede korunması sağlanırken kurutulmuş ürünün süngerimsi yapısı hızlı su

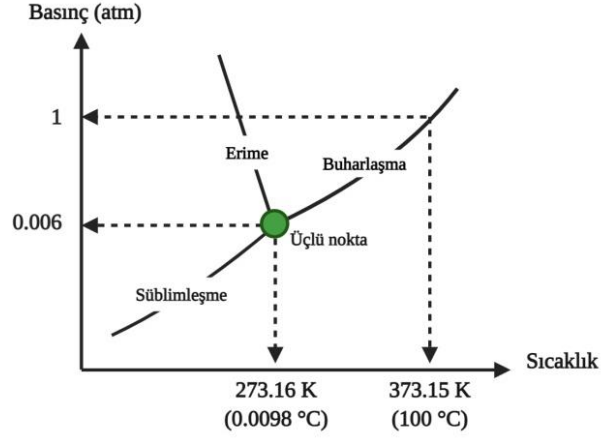
penetrasyonuna ve rehidrasyon yoluyla tazeye yakın özelliklerin geri kazanılmasına olanak tanımaktadır (Barbosa-Canovas ve Vega-Mercado, 1996).

Günümüzde dondurarak kurutma, gıda maddeleri ve farmasötikler (aşı, protein, peptit, koloidal taşıyıcı, v.b.) dahil olmak üzere yüksek değerli ürünlerin kurutulması ve stabilitesinin artırılmasında önemli bir endüstriyel işlem haline gelmiştir (Abdelwahed vd., 2006). Buna ek olarak, dondurarak kurutma işleminin gıda ürünlerinin kurutulmasında tercih edilmesinin en önemli sebepleri arasında raf ömrü uzun ve gelişmiş rehidrasyon özelliklerine sahip yüksek kaliteli ürünler elde edilmesine olanak tanınması gösterilmektedir (Schössler vd., 2012). Gıdalar yapısında doğal olarak vitamin ve protein gibi ısıya duyarlı bileşenler içerdiğinden bu tür biyomateryallerin kurutulması termal ayrışma, oksidasyon veya enzimatik esmerleşmeye sebep olabilmektedir (Marques ve Freire, 2005). Bu nedenle bu ürünlerin kurutulması esnasında dondurarak kurutma gibi özel tekniklerin kullanımı ek avantajlar sağlamaktadır (Grabowski vd., 2002). Liyofilizasyon işlemi yüksek üretim maliyeti ve enerji tüketimi nedeniyle özellikle katma değeri yüksek ürünlerin kurutulmasında kullanılmaktadır (Hsu vd., 2003; Abdelwahed vd., 2006; Schössler vd., 2012).

Dondurarak kurutma işlemi üç adımda değerlendirilebilmektedir: Dondurma (katılaştırma), birincil kurutma (buz süblimasyonu) ve ikincil kurutma (donmamış suyun desorpsiyonu). Dondurarak kurutma işlemi temel olarak malzemenin dondurulması, süblimleştirme ile dondurulmuş suyun uzaklaştırılması (birincil kurutma) ve ürünün nem desorpsiyonunu teşvik etmek için daha fazla ısıtılması (ikincil kurutma) aşamalarından oluşmaktadır (Gibert ve Boeh-Ocansey, 1985).

2.3.2.1. Dondurma (Katılaştırma) Adımı

Ürünün dondurulması, dondurarak kurutma işleminin ilk adımıdır. Dondurma sırasında dondurulacak malzemedan elde edilen süspansiyon ilk olarak suyun faz diyagramında (Şekil 3) bulunan üçlü noktasının ($0.01\text{ }^{\circ}\text{C} = 273,16\text{ K}$) altındaki sıcaklığa soğutulmaktadır. Bu adımda serbest su olarak adlandırılan suyun büyük bir kısmı buz olarak kristalleşirken geri kalan kısım konsantre çözeltide bağlı su olarak bulunmaktadır (Pisano vd., 2011).



Şekil 3. Saf suyun faz diyagramı

Dondurma sırasında oluşan buz kristallerinin homojen dağılımı, etkili bir liyofilizasyon işleminin en önemli göstergelerindendir (Ratti, 2013). Dondurma koşullarının seçimi, dondurma işleminin verimliliğini optimize etmek ve örneklerin mikro yapısını korumak açısından büyük önem arz etmektedir (Delgado ve Rubiolo, 2005). İşlem koşulları aynı zamanda buz kristallerinin şeklini ve boyutunu, dolayısıyla kurutulmuş tabakadan buhar akışına karşı oluşan direnci belirlemede de etkilidir (Marques ve Freire, 2005). Örnek olarak, büyük buz kristalleri elde etmek ve böylelikle süblimleşme adımını kısaltmak için ürün özelliklerine bağlı olarak tavlama ve soğutma gibi işlemler uygulanarak donma hızı veya doğrudan çekirdeklenme sıcaklığı (buz kristallerinin çözelti içerisinde ilk olarak oluştuğu sıcaklık) kontrol edilebilmektedir (Ratti, 2013). Düşük donma hızı hücrelerin aynı anda dehidrasyonunu ve harici sıvıların dondurulmasını sağlamakta, böylelikle büyük buz kristallerinin oluşumunu önleyerek süblimleşme aşamasında buhar akışını artırmaktadır. Hücrelere büyük miktarda çözülmüş madde geçişi ve su kaybı nedeniyle hücre zarlarında yırtılma meydana gelebilmektedir. Buna karşın, yüksek dondurma hızında oluşan küçük buz kristalleri hücre zarlarına hasar verilmemesini sağlamakta ancak süblimasyon sırasında su buharı akışı azaldığından kurutma için gereken süre artmaktadır (Marques ve Freire, 2005). Kahve gibi bazı örneklerde gözenekli matriks yapısında daha hızlı bir kurutma sağlanabildiğinden büyük buz kristalleri tercih edilmektedir. Çoğu gıda örneğinde ise büyük buz kristalleri hücre duvarlarına hasar vermekte ve rehidre edilmiş ürünün zayıf bir dokuya sahip olmasına neden olabilmektedir (Pisano vd., 2011).

2.3.2.2. Birincil Kurutma (Buz Süblimasyonu) ve İkincil Kurutma

Tipik bir liyofilizatör büyük bir valf vasıtasıyla bir kondenser odasına bağlanan sıcaklık kontrollü raflar içeren bir kurutma odasından oluşmaktadır. Kondenser haznesi ise çok düşük sıcaklıklarda (-50 °C'den düşük) muhafaza edilebilen bir dizi plaka veya bobin içermektedir (Pikal, 2002). Birincil kurutma aşaması dondurulmuş üründen buzun süblime edilmesini içermektedir. Bu işlemde öncelikle ısı, dondurulmuş çözeltiye tepsi ve flakon yoluyla aktararak süblimasyon cephesine iletilmektedir. Süblimleşen buz ve oluşan su buharı, ürünün kurutulmuş yüzeyinden kondensere aktarılmakta ve su buharı kondenser üzerinde yoğunlaşmaktadır. Süblimasyon adımının sonunda gözenekli bir yapı oluşmaktadır. Oluşan bu gözenekler, donmuş üründe buz kristallerinin kapladığı alanlara karşılık gelmektedir (Williams ve Polli, 1984). İkincil kurutma sırasında ise dondurulan üründen emilen suyun uzaklaştırılması işlemi gerçekleştirilmektedir. Bu aşamada uzaklaşan su, dondurma sırasında buz olarak ayrılmayan ve süblimleşmeyen suyu içermektedir (Pikal vd., 1990).

2.3.2.3. Dondurarak Kurutma İşleminin Avantajları, Dezavantajları ve Diğer Kurutma Yöntemleriyle Karşılaştırılması

Kurutma işleminin süresi ve sıcaklığı, kurutulmuş gıdaların kalitesini etkileyen en önemli faktörlerdir. Herhangi bir gıda ürünü için en iyi kurutma yöntemi hammadde özelliklerine, arzu edilen son ürün kalitesine ve ekonomik faktörlere bağlı olarak değişmektedir (Gong vd., 2007). Dondurarak kurutma işleminde istenen dehidrasyon ve rehidrasyon oranlarını sağlayabilmek için soğutma hızının optimize edilmesi gerekmektedir (Rey, 1964). Dondurarak kurutma işlemi sırasında dikkate alınması gereken temel faktör, ürün kalitesini bozabileceğinden belirli sınırların altında kalması gereken ancak yavaş ve maliyetli bir işlemi önlemek için yeterince süblimasyon sağlayacak kadar da yüksek bir sıcaklık değerinin kullanılmasıdır. Dondurarak kurutma sırasında ürün sıcaklığı raf sıcaklığı ve hazne basıncının ayarlanması ile kontrol edilebilmektedir. Raf sıcaklığını sabit tutan hazne basıncındaki artış süblimasyon verimini artırırken ürün sıcaklığını istenmeyen seviyelere yükseltebilmektedir. Süblimasyon oranını üründe fazla ısınmaya neden olmadan artırmak için bir diğer seçenek de raf sıcaklığındaki artışla birlikte ortam basıncını azaltmaktır (Ratti, 2013).

Her kurutma tekniğinin kendine özgü avantajları ve dezavantajları mevcuttur. Dondurarak kurutma işlemi besinsel değerleri iyi derecede korunmuş, rehidrasyon, doku ve

renk gibi parametrelerin taze ürüne yakın olduğu ürünler elde edilmesine olanak sağlamaktadır (Voda vd., 2012). Bununla birlikte, dondurarak kurutma ürünlerin dondurulması, dondurulmuş numunelerin süblimasyonunu indüklemek için ısıtılması ve dehidrasyon odasının toplam basıncının düşürülmesi nedeniyle oldukça yüksek enerji gereksinimi olan bir işlemdir (Donsi vd., 2001). Dolayısıyla, günümüzde dondurarak kurutma işleminin gıda endüstrisinde kullanımı bazı meyve, sebze ve et ürünleri gibi yüksek katma değerli ürün grupları ile sınırlı durumdadır (Donsi vd., 2001; Huang vd., 2012; Schössler vd., 2012).

Dondurarak kurutma yöntemi, gıda işlemede geleneksel kurutma işlemlerinde uygulanan yüksek sıcaklık nedeniyle zarar görebilen organoleptik özellikleri korumak veya depolama ve nakliye için daha uygun hale getirmek için kullanılabilir. İşlem çok düşük bir sıcaklıkta gerçekleştirildiği için dondurularak kurutulmuş gıdalarda taze ürünlere ait aroma ve doku korunmakta ve gözenekli yapı oluşmasına izin verilmektedir (Pisano vd., 2011). Diğer yandan bu faydalı ürün özelliklerini elde etmek için uzun işlem süreleri ve yüksek maliyetler gereklidir.

Dondurarak kurutma işlemleri birkaç saatten birkaç güne kadar uzayabilen bir sürede gerçekleşme, bu durum da enerji maliyetini artırmaktadır (Schössler vd., 2012). Liyofilizasyon işlemi ile toz ürünlerin besinsel ve aroma özellikleri diğer bazı kurutma yöntemlerine kıyasla daha iyi oranda korunabilse de uygulamanın yüksek maliyeti, bu teknolojinin endüstride kullanımını sınırlandırmaktadır (Duan vd., 2016). Aynı zamanda, kurutma raflarındaki yüzey sıcaklığının homojen olmaması aynı partideki ürün sıcaklıklarında farklılıklara neden olarak eşit kaliteye sahip ürün elde edilmesini zorlaştırabilmektedir (Fonte vd., 2016). Dondurarak kurutulmuş ürünler işlem sonunda öğütülerek toz haline getirilmelidir. Yüksek derecede higroskopik ürünler ortamdaki nemden etkilenme eğilimi göstereceğinden öğütme işlemi sırasında serbest akan bir toz elde etmek için olabildiğince kuru ortam şartlarının sağlanması gerekmektedir. Kurutulmuş örneğin %2-3'ten yüksek nem içeriğinin olması değirmenlerin tıkanmasına neden olabilmektedir (Barbosa-Cánovas vd., 2005).

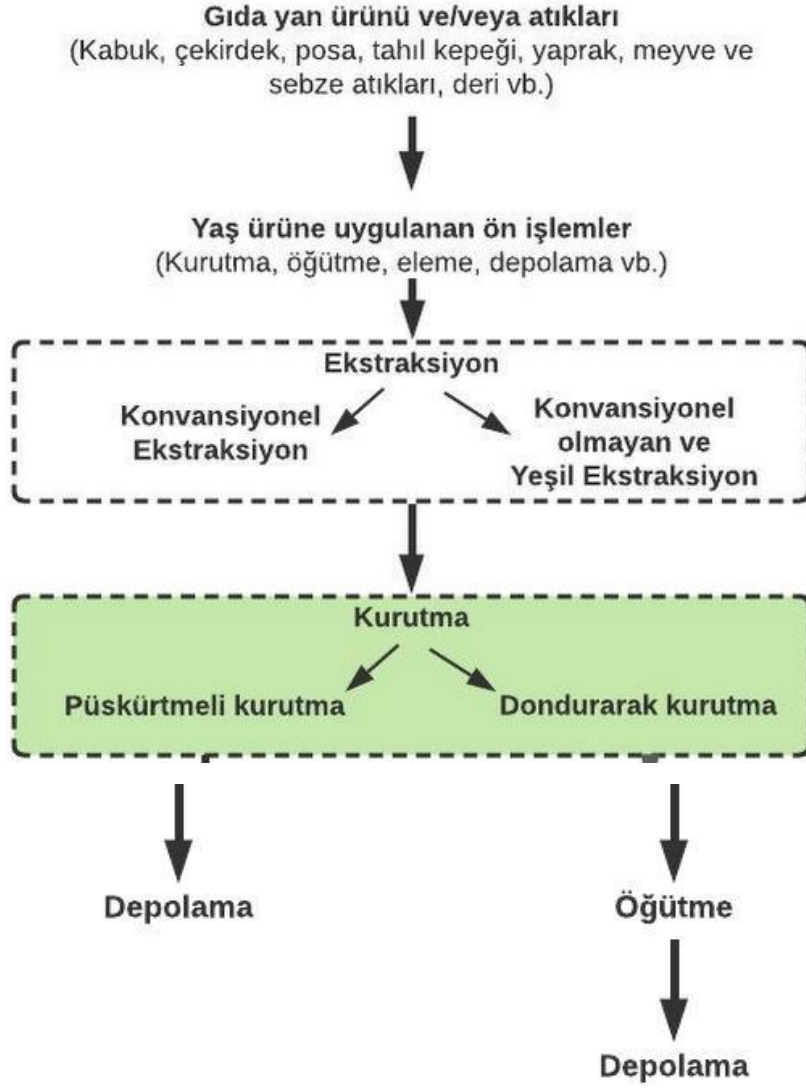
Liyofilizasyon, nihai toz ürünün kalitesi açısından çoğunlukla en iyi dehidrasyon yöntemi olarak kabul edildiğinden genellikle diğer kurutma yöntemlerinin performansını test etmek için referans olarak kullanılmaktadır. Özellikle gıda çözeltilerinin püskürtmeli kurutucuda kurutulmasında, dondurarak kurutma ile karşılaştırmasının yapıldığı çok sayıda

çalışma mevcuttur (Ratti, 2013). Püskürtmeli kurutma işlemi hızlı kurutma, yüksek verim ve sürekli çalışma gibi çeşitli avantajlar sağlayan bir kurutma yöntemidir (Duffie ve Marshall, 1953). Püskürtülerek kurutulmuş ürün toz, granül veya aglomerat şeklinde elde edilebilmektedir (Nindo ve Tang, 2007). Bununla birlikte farklı partikül boyutu dağılımına sahip, nispeten serbest akışlı ve muntazam küresel yapıya parçacıklar üretmeye imkan veren bir yöntemdir (Barbosa-Canovas vd., 2005).

2.3.3. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleri ile Gıda Atıklarından Özütlenen Biyoaktif Maddelerin Toz Formda Üretilmesi

Gıda endüstrisinde tahılların, meyve ve sebzelerin, yağlık tohumların ve et ürünlerinin işlenmesi esnasında veya sonrasında içeriğinde değerli bileşenlerin de olduğu yan ürünler ve çoğu zaman da atıklar ortaya çıkmaktadır. Bu atıkların bünyesinde yer alan aktif maddelerin geri kazanımı sağlanarak hem ekonomik hem de çevresel katkı sağlanmaktadır. Meyve ve sebzelerin posaları ve çekirdekleri, tahılların kabukları ve kepekleri, yağlık tohumların küspeleri ve balık işleme atıkları aktif biyolojik maddeleri önemli miktarda içermektedir (Oreopoulou ve Tzia, 2007). Bu maddeler arasında yer alan polifenollerin, renk maddelerinin, prebiyotik liflerin, hidrokoloidlerin, yağ asitlerinin ve biyoaktif peptitlerin hem insan sağlığına hem de teknolojik olarak yeni ürünlerin formülasyonlarında faydalı etkileri olduğu vurgulanmaktadır (Herrero vd., 2015). Gıda atıklarından ve/veya yan ürünlerinden bu maddelerin geri kazanımında uygulanan en temel işlem özütlemedir (ekstraksiyon). Atık matriksi ve bu matrikste yer alan hedef bileşenin kimyasal niteliğine göre uygun çözücü ve yöntem ile yüksek verimlilikte geri kazanımının sağlanması birincil hedeftir (Luque ve Clark, 2013). Özütlerin daha yüksek raf ömrü ve stabiliteye sahip olması ile formülasyonlarda kullanımlarının kolay olması arzulandığından toz forma dönüştürülmesi özellikle son yıllarda ele alınan başlı başına bir konu olmuştur. Bu amaçla gıda atıklarından üretilen özütlerin toz forma dönüştürülmesinde kullanılan püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemlerinin temeline ve son toz ürünlerdeki genel etkilerine yukarıda detaylı değinilmesine rağmen, özütlerin polar-apolar özellikleri ile hidrofilik-hidrofobik niteliklerine göre bu yöntemlerden ne şekilde etkilenecekleri çoğu zaman öngörülememektedir (Yerlikaya ve Şen Arslan, 2019). Dondurarak kurutma yöntemi; kurulum maliyeti, işlem süresi ve işlem hacmi açılarından dezavantajlı gösterilmesine rağmen ısıya duyarlı (thermo-labile) bileşenlerin özellikle ilaç sanayisinde kullanılmak üzere en yüksek oranda korunumunun sağlanmasında

tercih edilmektedir (Ratti, 2013). Püskürtmeli kurutma yöntemi, özütlerden toz ürün veya toz mikrokapsül üretiminde teknolojik olarak daha çok tercih edilmektedir (Vidović vd., 2014). Çalışmalarda, püskürtmeli kurutma işlem parametrelerinin optimizasyonunun son ürün özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilmesinin önemine dikkat çekilmektedir. Optimizasyonun ele alınmadığı çalışmalarda dondurarak kurutma yöntemi ile kıyaslamının sağlıklı olmayacağı bir gerçektir. Zira püskürtmeli kurutma işleminde hava giriş sıcaklığı ve atomizasyon basıncı gibi değişkenlerin farklılaşmasıyla verim, akabilirlik ve higroskopik özellikler oldukça etkilenebilmektedir (Muzaffer ve Kumar, 2015). Gıda atıklarından elde edilen hedef maddelerin biyokimyasal özellikleri göz önüne alınarak bir kurutma yönteminin seçimi toz ürün üretimi için büyük önem arz etmektedir. Kalite açısından, ürün mikroyapısının ve fonksiyonel bileşiklerin dehidrasyon (kurutma) yönteminin bir fonksiyonu olarak karşılaştırılmasına da son zamanlarda eğilim artmaktadır. Bu bağlamda gıda atıklarından biyoaktif toz ürün üretimine yönelik uygulanan genel işlemler Şekil 4'te özetlenmiş ayrıca, hem püskürtmeli hem de dondurarak kurutma ile üretilen biyoaktif bileşiklerin son ürün özelliklerini değerlendiren karşılaştırmalı bazı çalışmalar Çizelge 5'te özet halinde sunulmuştur.



Şekil 4. Gıda atıklarından biyoaktif maddelerin ekstrakte edilmesi ve toz ürün üretimi.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak Faydalar	Kaynak
Pirinç posası	Protein	pH değeri 5-11 aralığında daha yüksek protein çözünürlüğü, emülsiyon aktivitesi ve daha yüksek köpük kapasitesi (%127) değeri sağlamıştır.	Daha büyük ortalama çapa (490,4 nm), daha yüksek su ve yağ tutma kapasitesine ve termal stabiliteye sahiptir. Ek olarak, fizikokimyasal ve fonksiyonel özellikler açısından daha sıkı ve düzenli konformasyona sahip tozlar üretilmiştir.		Zhao vd. (2013)
Soya fasulyesi	Protein hidrolizatı	Soya proteini hidrolizatının doğal acılığını maskelemek için kullanılan kaplama materyali (maltodekstrin), acılığı maskeleme konusunda daha iyi etkinlik göstermiştir. Yöntemin nem emilimini azalttığı ve geri kazanım oranını iyileştirdiği gözlenmiştir.	Toz parçacıklar daha büyük ve katmanlı bir morfolojiye sahiptir.	Kapsülleme sonrası soya fasulyesi protein hidrolizatlarının higroskopik özelliğinde azalma meydana gelmiştir.	Wang vd. (2020)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troluks eşdeğeri.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar (Devam)

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak faydalar	Kaynak
Köpekbalığı derisi	Jelatin	Püskürtmeli kurutma işlemi tozların köpük ve emülsiyon aktivitesi özelliklerinin yanı sıra yağ bağlama ve su tutma kapasitelerini geliştirmiştir. Elde edilen tozlar daha yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahiptir.	Daha açık renkte tozlar elde edilmiştir. En yüksek verim (%8,67) fırında ön işlem görmüş jelatinde elde edilmiştir.	Kurutulmuş tüm jelatinler nispeten yüksek protein (%84,02-89,53) ile düşük lipit (%0,50-1,71) ve kül (%3,05-7,17) içerikleri sergilerken, işlem görmemiş jelatinler en yüksek köpük oluşturma kapasitesi değeri sağlamıştır.	Salem vd. (2020)
Siyah pirinç kepeği (<i>Oryza sativa</i> L.)	Antosiyanin	Hava giriş sıcaklığındaki artışla birlikte yığın yoğunluğu ve antosiyaninde azalma meydana gelirken dehidrasyon, işlem verimliliği, çözünürlük, dağılılabirlik, akabilirlik ve parçacık yüzeyindeki pürüzlülükte artış gözlenmiştir. 180 °C hava giriş sıcaklığı ve kırılmış siyah pirinç unundan elde edilen maltodekstrin ile kaplanan örnekler ticari bir maltodekstrin ile kaplananlardan daha yüksek antosiyanin verimine sahiptir.	Dondurularak kurutulmuş antosiyanin tozları yığın yoğunluğu, işlem verimliliği ve antosiyanin hapsedilmesi açısından daha üstün nitelik sağlamıştır.	Kırılmış siyah pirinç unundan elde edilen maltodekstrin kullanımı, her iki kurutma yönteminde de antosiyanin tozu üretiminde yüksek verimlilik sağlamıştır.	Laokuldilok ve Kanhaa (2015)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrillhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troluks eşdeğeri.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar (Devam)

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak faydalar	Kaynak
Siyah havuç suyu	Antosiyanin	Kurutucu hava giriş sıcaklığı olarak 150, 175, 200 ve 225 °C arasından en iyi antosiyanin mikroenkapsülasyonu 150 °C’de elde edilmiştir.	Toz üründe daha yüksek içeriği, antioksidan aktivite, suda çözünürlük indeksi ve kapsülleme verimliliği sağlamıştır.	Kaplama materyali olarak maltodekstrinin (20 DE), gam arabik ve tapyoka nişastasına kıyasla antosiyanin miktarını ve antioksidan aktiviteyi korumada üstün nitelikte olduğu belirlenmiştir.	Murali vd. (2015)
Gül atığı	Antosiyanin	Toz örnekler küresel bir yapı sergilemiş ve gül antosiyanin özütlerine benzer niteliklerde, arzu edilir renk özellikleri sergilemiştir.	Tozlar daha homojen dağılımlı ve katmanlı bir yapıya sahiptir. Daha yüksek fenolik (%91,44) ve antosiyanin (%95,12) tutunması tespit edilmiştir. Depolama süresince daha yüksek antosiyanin stabilitesi bulgulanmıştır.	Gül atığından elde edilen örnekler gül antosiyanin özütlerine kıyasla daha düşük nem içeriği, a_w değeri ve önemli ölçüde daha yüksek çözünürlüğe sahiptir. Ayrıca örnekler gül antosiyaninlerine benzer renk özellikleri sergilemiştir.	Yu ve Lv (2019)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troloks eşdeğeri.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar (Devam)

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak faydalar	Kaynak
Üzüm kabuğu	Antosiyanin	Toz mikrokapsüller daha düşük ortalama çap (0,56 µm) ve daha yüksek antosiyanin kapsülleme verimi (~%75); karanlıkta depolama sırasında ise en düşük bozunma sabiti (0,0207 1/saat) ve en uzun yarılanma ömrüne (33,47 saat) sahiptir. Püskürtülerek kurutulmuş mikrokapsüller tüm analizlerde en yüksek stabiliteye sahiptir.	Dondurarak kurutulmuş örnekler ortalama çap (~100 µm), antosiyanin kapsülleme verimi (~%71), bozunma sabiti (0,0255 1/saat) ve yarılanma ömrü (27,14 saat) açısından püskürtmeli kurutmaya kıyasla daha düşük stabilite sağlamıştır.		Zang vd. (2020)
Böğürtlen (Rubus fruticosus) atıkları	Antosiyanin ve antioksidan bileşikler	Elde edilen parçacıklar küresel bir mikroyapı sergilemiştir.	Elde edilen parçacıklar düzensiz aglomeratlar oluşturmuştur.	Her iki yöntemle de örneklerde yüksek antosiyanin verimi (%76'nın üzerinde) ve yüksek antioksidan kapasite (1001 µmol TE/g) elde edilmiştir. Kullanılan kaplama materyali (polivinilpropilen) antosiyaninleri hapsedmede etkili olmuştur.	Machado vd. (2018)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troluks eşdeğeri.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar (Devam)

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak faydalar	Kaynak
Avokado kabuğu	Antioksidan bileşikler	Nisin ve antioksidan avokado kabuğu özütü karışımı koaservasyon yöntemiyle başarıyla kapsülendirilmiştir. Emülsiyon haline getirilmiş kompleksler sayesinde daha yüksek mikroenkapsülasyon verimi elde edilmiştir.	Emülsiyon haline getirilmiş kompleksler ile daha yüksek su aktivitesi ve nem değeri elde edilmiştir.		Calderón-Oliver vd. (2017)
Yıldız meyvesi (Averrhoa carambola) posası	Fenolik bileşikler	Toz ürün daha yüksek "L*" değerine ve higroskopik özelliğe sahiptir. Kaplama materyalinde maltodekstrin konsantrasyonunun artmasıyla kapsüllerin higroskopikliğinde azalma gözlenmiştir. Kurutulmuş mikrokapsüllerin bazıları küresel şekilleyken bazıları düz görünüme sahiptir.	En yüksek mikroenkapsülasyon verimliliği elde edilmiştir. Öğütme sırasında tozlar, serbest akış özelliği gösteren amorf ve camsı bir yapıda görünmüştür. Maltodekstrin ile kaplanan örneklerin parçacık boyutunda küçülme ve kapsüllerde keskin kenarlı yapılar meydana gelmiştir.	Optimum özütlenme işlemi koşullarında (40 °C işlem sıcaklığı ve %65 etanol konsantrasyonu) üretilen yıldız meyvesi posası polifenol mikrokapsüllerinin, farklı gıda sistemlerinde antioksidan özellikleri artırmak amacıyla kullanılabilir olduğu belirlenmiştir.	Saikia vd. (2015)

a_w : Su aktivitesi; KE: Katesin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troloks eşdeğeri.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar (Devam)

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak faydalar	Kaynak
Üzüm (Vitis labrusca var. Bordo) kabuğu	Fenolik bileşikler	Örnekler daha düşük nem, a_w ve parçacık boyutuna, daha yüksek çözünürlüğe sahiptir. Mikropartiküller daha yüksek camsı geçiş sıcaklığı değerine sahip olmuştur. Parçacıklar küresel bir şekle sahiptir. En iyi kapülleme %5 kısmi hidrolize guar gam ve %5 polidekstroz ile sağlanmıştır.	Parçacıklar düzensiz yapılar ve daha az higroskopik özellik sergilemiştir.		Kuck ve Noreña (2016)
Kahve telvesi	Fenolik bileşikler	İkinci en yüksek fenolik içerik 1:1 (w/w) oranında maltodekstrin ve gam arabik karışımı ile kapsüllenmiş örneklerden elde edilmiştir.	En iyi sonuçlar, fenolik bileşiklerin maltodekstrin ile kapsüllemesi sonucu (%62) elde edilmiş ve flavonoid geri kazanım oranı %73 olarak belirlenmiştir. Kurutma öncesinde belirlenen antioksidan kapasitenin %73-86'sı korunmuştur.		Ballesteros vd. (2017)
Limon atığı	Fenolik bileşikler ve flavonoid	Farklı kaplama materyalleri kullanılmış ve kaplama materyallerinden bağımsız olarak farklı boyutlarda küresel parçacıklar oluşmuştur.	Maltodekstrin ve soya fasulyesi proteini karışımı ile kapsüllenen tozlar en yüksek fenolik (1,66 mg GAE/g kb) ve flavonoid (0,43 mg KE/g kb) miktarına, düşük nem içeriği ve a_w değerine sahip olmuştur.		Papoutsis vd. (2018)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troluks eşdeğeri.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar (Devam)

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak faydalar	Kaynak
Aşısız yaban mersini posası	Polifenol-protein kompleksi	Soya proteini izolatu ile üretilen örnekler en yüksek polifenol konsantrasyonu (156,2 mg GAE/g), antosiyanin konsantrasyonu (13,4 mg/g) ve DPPH antioksidan kapasitesine (714,1 µmol TE/g) sahiptir. Protein ile kompleks haline getirilmiş yaban mersini polifenolleri, 4 °C ve 20 °C'de 16 hafta boyunca bozunmaya karşı korunabilmiştir.	En düşük su aktivitesi değeri nohut unu ile üretilen örneklere aittir.	Toplam fenolik ve antosiyanin içerikleri benzer sonuçlar sağlamıştır.	Correia vd. (2017)
Acerola (Malpighia emarginata DC.) meyvesi posası	Biyoaktif bileşikler	Toz örnekler daha düşük nem içeriği, a_w , higroskopik özellik, parçacık boyutu ve yüksek çözünürlüğe sahip olmuştur. Daha düşük mikroenkapsülasyon verimliliği elde edilmiştir. Genel olarak, daha yüksek biyoaktif bileşik konsantrasyonu (asetik asit hariç) ve daha yüksek antioksidan aktivite sağlanmıştır.	Toz üründe mikroenkapsülasyon etkinliği daha yüksektir (%78-97). Kurutulmuş ürünler düzensiz morfolojik yapıya sahip olmuştur.	Acerola atığı özütleri acerola özütlerine göre daha yüksek biyoaktif konsantrasyonuna (asetik asit hariç) ve daha düşük antioksidan aktiviteye sahiptir.	Rezende vd. (2018)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troluks eşdeğeri.

Çizelge 5. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden fonksiyonel materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar (Devam)

Hammadde	Hedef bileşik	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak faydalar	Kaynak
Üzüm posası	Biyoaktif bileşikler	Peyniraltı suyu ve gam arabik karışımı ile fenolik bileşikler en üst düzeyde (2,66 mg/g GAE) tutunmuş ve en yüksek DPPH antioksidan kapasite değeri (12,64 µmol/g TE) sağlanmıştır.	Peynir altı suyu ve gam arabik karışımı ile kaplanan tozlar daha yüksek toplam monomerik antosiyanin (0,35 mg/g malvidin-3,5-diglikozit eşdeğeri) ve antioksidan kapasite (8,32 µmol/g TE) sağlamıştır.	Peynir altı suyu ve gam arabik karışımı ile kaplanan tozlar simüle bağırsak ortamında antosiyaninlerin daha yüksek oranda salınımını sağlamıştır.	Rocha ve Noreña (2020)
Pirinç kepeği	Aroma bileşikleri	Kurutma öncesi fruktozun eklendiği tozlarda aldehitler, pirazinler ve ketonlar gibi uçucu bileşiklerin konsantrasyonu önemli ölçüde artmıştır. Dondurarak kurutulan örneklerle kıyasla daha fazla miktarda arzu edilen aroma bileşiklerine (findık, süt tozu, tatlı ve kakao benzeri notalar) sahiptir.	Dondurarak kurutulmuş örneklerde düşük seviyelerde hayvan yemi ve soya sosu benzeri istenmeyen kokular tespit edilmiştir.	Pirinç kepeği proteininden elde edilen sıvı ve toz hidrolizatlarda birçok aroma tanımlayıcısı (pirinç kepeği benzeri, tahıl benzeri, kabuklu yemiş benzeri, hayvan yemi benzeri, deniz ürünü benzeri ve soya sosu benzeri) belirlenmiştir.	Arsa ve Theerakulk (2018)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DE: Glikozun kuru maddeye yüzdesel oranı; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; MRS agar: De Man, Rogosa, Sharpe agar; TE: Troloks eşdeğeri.

Gıda maddelerinin kurutulması karmaşık bir işlemdir çünkü kurutma esnasında tozun fizikokimyasal özelliklerini etkileyen fiziksel, kimyasal ve biyokimyasal dönüşümler meydana gelebilmektedir. Bu nedenle kurutucu işlem koşulları besleme miktarına, üretilen ürüne, kurutmanın amacına ve kullanılan yöntemlere göre belirlenmelidir (Shishir ve Chen, 2017). Örneğin, daha yüksek hava giriş/kurutma sıcaklığı, toz verimi ile kurutma hızının artmasını sağlamaktadır. Kurutma hızı aynı zamanda toz ürüne ait kütle yoğunluğu, nem içeriği, renk, parçacık boyutu, besin bileşenleri içeriği ve ıslanabilirlik özelliklerini etkilemektedir (Fazaeli vd., 2012). Bu bağlamda Laokuldilok ve Kanhaa (2015), siyah pirinç kepeğinden antosiyanin eldesinde hava giriş sıcaklığındaki artışla birlikte yığın yoğunluğu ve antosiyanin tutulmasında azalma, işlem verimliliği, çözünürlük, dağılılabirlik, akabilirlik özelliklerinde ise artış gözlemlenmiştir. Salem vd. (2020) ise püskürtmeli kurutmanın köpekbalığı derisinden elde edilen jelatin tozlarının köpük ve emülsiyon özellikleri ile yağ bağlama ve su tutma kapasitelerini geliştirdiğini tespit etmişlerdir. Bununla birlikte, bazı araştırmacılar püskürtmeli kurutma işlemi ile daha düşük nem içeriği, higroskopik özellik ve su aktivite değeri (Kuck ve Noreña, 2016; Rezende vd., 2018) tespit ederken dondurarak kurutma işlemi ile daha düşük nem ve su aktivitesi değeri bildiren çalışmalar da mevcuttur (Papoutsis vd., 2018).

Gıda ürünlerinin kompleks yapısı ve özelliklerinin çeşitliliği nedeniyle tek bir kurutma tekniği, nihai ürünün kalite gereksinimlerini karşılamak için yetersiz kalabilmektedir. Örneğin, püskürtmeli kurutmanın termal bir işleme dayanıyor olması ve parçacıkların oksijen ile temas etmesi, sıcaklığa ve oksidasyona karşı duyarlı bileşikler için dezavantaj oluşturabilmektedir (Ratti, 2013). Diğer yandan, dondurarak kurutma teknolojisinin vakum altında ve düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesinin sıcaklığa duyarlı malzemelerin renk, aroma ve besin değerlerini yüksek oranda koruyabildiğini ifade eden çalışmalar mevcuttur (Ratti, 2001; Sun vd., 2019). Buna karşın Arsa ve Theerakulkait (2018), pirinç kepeğinden püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerinin aroma bileşikleri üzerine etkilerini inceledikleri çalışmalarında püskürtmeli kurutma işlemi ile elde edilen üründe daha yüksek oranlarda arzu edilen aroma bileşikleri tespit etmişlerdir. Machado vd. (2018) ise her iki yöntemle de böğürtlen atıklarından elde edilen antosiyanin örneklerinin yüksek antosiyanin verimi ve antioksidan kapasitesi gösterdiğini bildirmişlerdir. Gıda bileşenlerini veya hücrelerini neme, ısıya veya oksijene karşı korumak, uçuculuğu yüksek oranda önlemek ve

aromayı muhafaza etmek amacıyla kurutma parametrelerinin kontrolünün yanında mikroenkapsülasyon gibi teknolojilerden de yaygın olarak faydalanılmaktadır (Fang ve Bhandari, 2012). Bu nedenle, çalışma sonuçlarında oluşan farklılıklar kullanılan kaplama materyalleri ile de ilişkilendirilebilir. Çizelge 5'teki bulgular incelendiğinde, biyoaktif bileşiklerin mikroenkapsülasyona tabi tutulduğu işlemlerde fenolik bileşiklerin kapsülleme verimi açısından dondurarak kurutma yönteminin daha etkili olduğu çalışmalar (Saikia vd., 2015; Ballesteros vd., 2017; Papoutsis vd., 2018) mevcutken püskürtmeli kurutma ile daha yüksek kapsülleme verimi elde edilen çalışmalar da (Rocha ve Noreña, 2020) görülmektedir. Bununla birlikte antosiyaninin kapsülleme verimliliği için yine her iki kurutma yönteminin de avantajlı olduğu sonuçlar elde edilmiştir. Bu bağlamda Zang vd. (2020) püskürtmeli kurutma işlemini daha etkin olarak ifade ederken Murali vd. (2015) ile Laokuldilok ve Kanhaa (2015) ise dondurarak kurutma işleminde daha yüksek kapsülleme verimi elde etmişlerdir. Tüm bu çalışmalardan yola çıkılarak mikroenkapsülasyon işlemi için kullanılan kaplama materyalinin hammaddeye, hedef bileşiklere ve kurutma yöntemine uygunluğunun da önemli olduğu söylenebilir. Ek olarak kurutma işlemlerinin elde edilen toz ürünlerin mikroyapısını etkilediği de bilinmektedir. Püskürtmeli kurutma işleminde ürün damlacık formunda kurutulduğundan doğal olarak küresel partiküller elde edilmektedir. Buna karşın, dondurarak kurutulan örnekler ek bir öğütme işlemine tabi tutulduklarından küresel bir yapıya sahip değildirler. Genel olarak Çizelge 5'te yer alan literatür çalışmalarında da bu durumu destekler nitelikte püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozların daha küresel bir mikroyapı gösterdiği, dondurarak kurutulmuş örneklerde ise daha keskin kenarlı ve düzensiz parçacıklar elde edildiği rapor edilmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Hammadde ve Kimyasallar

Çalışmada kullanılan atık susam kepeği, Tunas & Çelikler Gıda San. Tic. Ltd. Şti. (Gaziantep, Türkiye) firmasından temin edilmiştir. Özütleme işlemleri ve analizlerde kullanılan sodyum hidroksit (Tekkim Kimya - 100418163001) ve sülfirik asit (Tekkim Kimya - 080118171001) teknik saflıkta; diğer tüm kimyasallar ise analitik saflıkta tedarik edilmiştir. Tedarik edilen firma ile katalog numaralarına ait bilgiler belirtildiği şekildedir: Kjeldahl katalizör tablet (Ekiciler Kimya – 3,5 g potasyum sülfat + 400 mg bakır sülfattan oluşan tabletler), borik asit (Merck – 1.00165.1000), metilen kırmızısı (Sigma-Aldrich – 66720), hidroklorik asit (Merck – 1.00317.2501), alkalaz (Novozymes), viskozim L (Novozymes), sesamin (Sigma-Aldrich – 59867), sesamol (Sigma-Aldrich – 41557), sesamolin (Sigma-Aldrich – SMB00701), asetonitril (Sigma-Aldrich – 34851), asetik asit (Sigma-Aldrich – 695092).

3.2. Yöntem

Çalışma kapsamında, susam kepeğinden protein özütleme tekniklerinin optimum koşullarının belirlenmesine yönelik yapılan önceki çalışmamızda alkalaz ile enzimatik özütleme tekniğinin en yüksek protein verimi sağladığı tespit edilmiş (Görgüç vd., 2018) ve bu kapsamda protein özütleme işlemi için alkalaz ile özütleme tekniği seçilmiştir. Özütleme işlemlerinin ardından elde edilen özütler püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleri ile kurutularak toz forma dönüştürülmüş ve bitkisel protein tozu üretilmiştir. Bu aşamada, püskürtmeli kurutma işlem parametrelerinin etkileri yanıt yüzey yöntemi ile incelenerek optimum işlem koşulları belirlenmiştir. En uygun püskürtmeli kurutucu işlem koşullarının belirlenmesinde toz ürün verimi, protein verimi, su aktivitesi ve işlem süresi bağımlı değişkenler; hava giriş sıcaklığı ve hava çıkış sıcaklığı ise bağımsız değişkenler olarak seçilmiştir. Ayrıca, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleri ile optimum koşullarda üretilen toz ürünlerin ayrıntılı özellikleri belirlenmiştir.

3.2.1. Susam Kepeğine Uygulanan Ön İşlemler

Bitkisel protein tozu üretiminde kullanılan hammadde (Resim 2), endüstride kavrulmuş susam ve tahin üretim aşaması sırasında prosten ayrılan ve gıda yan ürünü olarak görülen, buna karşın değerlendirilmeden atılan bir atık üründür. Susam kepeğinin elde edilme

sürecinde susamlar ilk olarak bir süre suda bekletilerek susamın şişmesi sağlanmakta ve susam kabuklarının susam tanelerinden ayrılması kolaylaştırılmaktadır. Daha sonraki aşamada ise kabuğu soyulmuş susamlar farklı tuz konsantrasyonlarındaki (%20 ve %10 - 12) sıralı iki su havuzunda belirli bir süre bekletilerek susam kepeğinin susam tohumundan ayrılması sağlanmaktadır. Endüstride kullanılan bir diğer yöntem ise susam kepeğinin mekanik sıyırıcılar ile kabuğu soyulmuş susamdan ayrılmasının sağlandığı sistemlerdir.

Tedarik edilen susam kepeği, Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Gıda Mühendisliği laboratuvarlarına taşınmış ve ilk etapta hızla taş ve toz gibi yabancı maddelerden uzaklaştırılmıştır. Ardından fanlı tepsili kurutucuda (60 ± 2 °C; 1,4 m/s hava akış hızı; <%10 bağıl nem) nem içeriği %5'in altına düşene dek kurutulmuştur. Nem içeriği %5'in altına düşen kepekler 500 mikronluk elekten geçirilmiş ve <500 µm partikül boyutuna sahip kepekler hava geçirmez polietilen torbalar içerisine alınarak uygulanacak işlemlere dek buzdolabında (+4 °C) depolanmıştır.



Resim 2. Çalışmada kullanılan kurutulmuş ve öğütülmüş susam kepeği

3.2.2. Susam Kepeğinden Bitkisel Protein Özütleme ve Saflaştırma

Susam kepeğinden bitkisel protein özütleme işleminde kullanılmak üzere, ön çalışmalarda özütleme verimi bakımından en iyi sonuçların elde edildiği alkalaz ile enzimatik özütleme yöntemi kullanılmıştır.

Enzimatik özütleme işleminde ilk olarak kapaklı 500 mL'lik cam otoklav şişelerine 10 g susam kepeği tartılmış, üzerine 92 mL deiyonize su eklenerek 1:10 (w/v) oranında bir karışım elde edilmiştir. Karışımın pH değeri 2 N NaOH çözeltisi ile 9,8'e ayarlandıktan sonra 0,125 anson birimi/100 mL enzim ilave edilmiştir. Karışım ilk olarak çalkalamalı su banyosunda 51

°C'de 50 rpm çalkalama hızında 68 dk. boyunca bekletilmiştir. Ardından karışımın pH değeri 9,5'e ayarlanmış ve yeniden çalkalamalı su banyosunda aynı koşullarda 30 dk. daha bekletilmiştir. Son olarak, karışım kaba filtre kağıdı ile filtre edilerek süzüntü kısmı toplanmıştır. Kurutma işlemlerine dek süzüntülerin pH değerleri 1 N HCl çözeltisi ile 4,5'e ayarlanarak analizlere dek +4 °C'de depolanmıştır. Kurutma öncesi ise özütlerin pH değeri 7,0'a ayarlanmıştır.

Kurutma işlemi öncesi öncelikle ultrafiltrasyon ile saflaştırma denemeleri yapılmıştır. Bu bağlamda alkali özütleme, alkalaz ile özütleme, ultrases destekli viskozim L ile özütleme ve ultrases destekli alkalaz ile özütleme yöntemleri ile elde edilmiş özütlere, protein dışı safsızlıklardan arındırmak amacıyla kurutma işlemi öncesi ultrafiltrasyon ile saflaştırma denemeleri yapılmıştır. Özütlerin ultrafiltrasyon sistemi ile saflaştırmasında 10.000 MWCO membran açıklığına sahip membran (Sartorius, Almanya) ile donatılmış bir sirkülasyon pompası ve çapraz akışlı ultrafiltrasyon sistemi kullanılmıştır. Sistem basıncı azot gazı ile sağlanmış ve membran basıncı bir manometre ile ölçülmüştür. Saflaştırma işlemi sonucunda filtreden geçip alt haznede toplanan fazlar (<10 kDa) ile filtreden geçemeyen üst fazlar (>10 kDa) ayrı ayrı değerlendirilip protein içerikleri hesaplanmıştır. Yapılan saflaştırma denemelerine ait veriler ise Çizelge 9'da verilmiştir.

3.2.3. Susam Kepeği Özütlerinin Püskürtmeli Kurutma Yöntemi ile Kurutulması

Çalışma kapsamında optimum işlem koşullarında elde edilen susam kepeği özütlerinden bitkisel protein tozu eldesi laboratuvar ölçekli püskürtmeli kurutucu (Bakon B15, Türkiye) (Resim 3) ile gerçekleştirilmiştir. Püskürtmeli kurutma işlemine ait bağımlı değişkenler hava giriş sıcaklığı ve hava çıkış sıcaklığı; bağımlı değişkenler ise toz ürün verimi, protein verimi, su aktivitesi ve süre olarak belirlenmiştir. Bu aşamada işlem parametrelerinin etkileri yanıt yüzey yöntemi kullanılarak CCRD ile incelenmiş ve dördü merkez noktada olmak üzere toplamda 11 adet deneme (Çizelge 6) yapılarak optimum kurutma işlem koşulları belirlenmiştir. Kurutma işlemlerinde kullanılan merkezi tümleşik dizayna ait bağımsız değişkenler ile onların kodlanmış seviyeleri Çizelge 7'de verilmiştir.

Çizelge 6. Kurutma işlemi aşamasına ait yanıt yüzey yöntemi için kodlanmış seviyeler

Bağımsız Değişkenler	Birim	-1	+1	-alfa	+alfa
Hava giriş sıcaklığı	°C	158	173	150	180
Hava çıkış sıcaklığı	°C	69	76	65	80

Çizelge 7. Püskürtmeli kurutucu deneme planı

Deneme no	Hava giriş sıcaklığı (°C)	Hava çıkış sıcaklığı (°C)
1	150	73
2	154	67
3	154	78
4	165	65
5	165	73
6	165	73
7	165	73
8	165	80
9	176	67
10	176	78
11	180	73

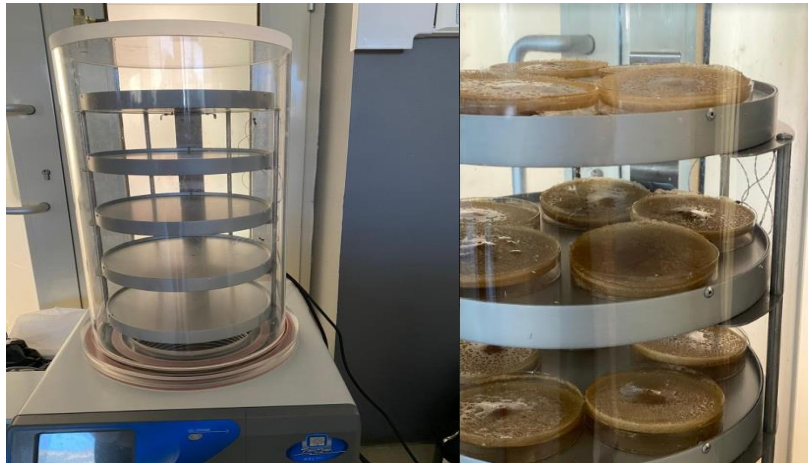
Hava giriş ve çıkış sıcaklıkları kurutucunun kontrol paneli yardımıyla ± 1 °C hassasiyetle ayarlanmıştır. Yapılan püskürtmeli kurutma işlemlerinde hava besleme hızı yapılan ön denemeler ile ortalama 7,5 L/dk. olarak belirlenmiştir. Toz ürünler analizlere dek alüminyum tabakalı polietilen (ALPE) ambalajlar içerisinde depolanmıştır.



Resim 3. Çalışmada kullanılan püskürtmeli kurutucu ve tozların genel görünümü

3.2.4. Susam Kepeği Özütlerinin Dondurarak Kurutma Yöntemi ile Kurutulması

Enzimatik özütleme işlemiyle optimum koşullarda elde edilen özütlerden dondurarak kurutma işlemi ile bitkisel protein tozu eldesi, laboratuvar ölçekli liyofilizatör (Labconco FreeZone, ABD) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu işlem için yaklaşık 30 petri kabının her birine 30'ar g protein özütü dökülmüş ve örnekler 48 saat boyunca $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta ön dondurma işlemine tabi tutulmuştur. Süre sonunda petri kapları hızlıca liyofilizatöre yerleştirilerek $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta dondurarak kurutma işlemi başlatılmış ve 48 saat sonunda toz ürün toplanarak ALPE ambalajlar içerisinde depolanmıştır (Resim 4).



Resim 4. Çalışmada kullanılan liyofilizatör ve kurutulmuş örneklerin genel görünümü

3.2.5. Bitkisel Protein Tozlarına Uygulanan Analizler

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma işlemleri sonucunda elde edilen bitkisel protein tozlarına toplam kuru madde miktarı, su aktivitesi, toz ürün verimi, protein verimi, renk, toplam mineral madde miktarı, toplam protein miktarı, amino asit, mineral madde ve lignan kompozisyonu, protein çözünürlüğü, protein termal denatürasyon özellikleri, yağ ve sıkıştırılmış yağın yoğunluğu, akabilirlik, ıslanabilirlik, dağılıbilirlik, partikül yoğunluğu, köpük kapasitesi ve stabilitesi, su tutma ve yağ bağlama kapasitesi, emülsiyon aktivitesi ve stabilitesi ve SEM ile mikroyapı analizleri uygulanmıştır.

3.2.5.1. Toz Ürün Verimi

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma işlemlerinden elde edilen toz ürünlerin verimi aşağıdaki eşitlik ile belirlenmiştir (Shofinita ve Langrish, 2014):

$$\text{Toz ürün verimi (\%)} = \left[\frac{\text{Siklondan çıkan toz ürün ağırlığı (g)}}{\text{Besleme ağırlığı (g, kb)}} \right] \times 100$$

3.2.5.2. Toplam Kuru Madde Miktarı

Toplam kuru madde analizi için ilk olarak kullanılan tartım kapları, sabit tartıma gelmeleri için etüvde (Lab Companion ON-11E, Güney Kore) 105 °C'de iki saat bekletilmiş ve desikatörde soğutulmuştur. Ardından 2±0,01 g tartılan numuneler, etüvde (105 °C) sabit tartıma ulaşınca dek bekletilmiş, etüvden çıkarılıp desikatörde soğutulduktan sonra yeniden tartılmıştır (AOAC, 1998). Sonuçlar %KM (kuru madde) cinsinden, aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$\%KM = \left[\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \right] \times 100$$

m_0 : Tartım kabı darası (g)

m_1 : Kurutma öncesi tartım kabı darası + örnek ağırlığı (g)

m_2 : Kurutma sonrası tartım kabı darası + örnek ağırlığı (g)

3.2.5.3. Toplam Mineral Madde Miktarı

Toplam mineral madde miktarı (kül) tayini, AOAC resmi metodu (923.03)'na göre yapılmıştır. Porselen krozeler ilk olarak sabit tartıma getirmek için etüvde (105 °C) iki saat bekletilmiş ve ardından desikatörde soğutulmuştur. Uygun sıcaklığa gelen krozelerin içerisine kepek ve toz örneklerden 0,5±0,01 g tartılarak, kül fırınında (MagmaTherm MT1110-E4,

Türkiye) 550 °C sıcaklıkta 5 saat yakılmıştır. Süre sonunda krozelerde kalan ağırlık üzerinden toplam mineral madde miktarı yüzde (%) cinsinden hesaplanmıştır.

3.2.5.4. Toplam Protein Miktarı

Toz örneklerin toplam protein içeriği Kjeldahl yöntemine (AOAC, 1998) göre yapılmıştır. Analizler yarı otomatik Kjeldahl sistemi kullanılarak yakma, distilasyon ve titrasyon olmak üzere üç aşamada gerçekleştirilmiştir.

Yakma aşamasında, Kjeldahl yakma tüpüne kepekler ve elde edilen tozlar için 1'er g örnek tartılarak birer adet katalizör tablet (1 tablet 3,5 g potasyum sülfat ve 0,4 g bakır sülfat içermektedir) ve 25'er mL konsantre sülfürik asit eklenmiş ve tüpler yakma ünitesine (Velp Scientifica DK6, İtalya) yerleştirilmiştir. Cihazın ayarlanan sıcaklığa ulaşması ile örnekler 420 °C'de 1 saat yakılmış ve süre sonunda tüpler yakma ünitesinden alınarak 1 saat oda sıcaklığında soğutulmuştur.

Distilasyon aşamasında soğutulan tüpler distilasyon ünitesine (Velp Scientifica UDK132, İtalya) yerleştirilmiştir. Yoğuşan azotlu bileşiklerin toplanacağı erlen içerisine ise 50 mL %4'lük borik asit çözeltisi ve 2 – 3 damla indikatör (etanol ile hazırlanmış, 1:1 v/v, %0,3 metilen kırmızısı ve %0,1 metilen mavisi) eklenmiştir. İşlem sırasında sistem, yakma tüpü içerisine ilk olarak 50 mL saf su ve sonrasında 100 mL %33'lük sodyum hidroksit (w/v) çözeltisi ilave ederek 5 dk. içerisinde distilasyon aşaması gerçekleştirmiştir. İlk aşamada pembe olan solüsyon yoğuşan azotlu bileşikler ile birlikte yeşil renkli çözeltiliye dönüşmüştür.

Son aşama olarak distilasyon sonucu erlende biriken yeşil renkli çözelti; sıvı örnekler için 0.,05 N, katı örnekler için ise 2 N hidroklorik asit çözeltisi ile çözelti mor renk dönüşümüne gelene kadar titre edilmiş ve harcanan hidroklorik asit miktarları not edilmiştir. Titrasyon sırasında harcanan hidroklorik asit miktarları kullanılarak ise % protein içerikleri de aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır. Hesaplamalarda azot dönüşüm faktörü 6,25 (Johnson vd., 1979) olarak kullanılmıştır:

$$\% \text{ Protein içeriği: } \left[\frac{(V_{HCl} \times 0,014 \times N_{HCl} \times F \times 100)}{m_{\text{örnek}}} \right]$$

V_{HCl} : Titrasyonda harcanan HCl miktarı (mL)

N_{HCl} : Kullanılan HCl'nin normalitesi

F: Dönüşüm faktörü

m_{örnek}: Analizde kullanılan toz ürünün kütlesi (g, mL)

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma işlemlerinden elde edilen toz ürünlerdeki protein verimi değerleri ise aşağıdaki eşitlik ile belirlenmiştir:

$$Protein\ verimi\ (\%) = \left[\frac{Toz\ ürün\ deki\ protein\ miktarı\ (g)}{Kurutmada\ kullanılan\ özüt\ teki\ protein\ miktarı\ (g, kb)} \right] \times 100$$

3.2.5.5. Su Aktivitesi

Toz örneklerin su aktivitesi değerleri su aktivitesi cihazı ile ölçülmüştür. Kurutulmuş toz örneklerin su aktivitesi, $\pm 0,001$ hassasiyete sahip su aktivitesi ölçüm probu (Testo AG400, Türkiye) kullanılarak belirlenmiştir. Bu amaçla, kepek ve toz örnekler yaklaşık 3-4 g olacak şekilde cihazın çelik sızdırmaz haznesine yerleştirilmiştir. Su aktivitesi değerindeki değişim 0,001'den az olduğu an elde edilen değer kaydedilmiştir.

3.2.5.6. Renk Analizleri

Elde edilen bitkisel protein tozu örneklerinin renk analizleri Hunter LabScan Colorimeter (Techkon SpectroDens, Almanya) cihazı kullanılarak yapılmıştır. Renk özellikleri olarak L* (koyuluk, parlaklık), a* (+kırmızı, -yeşil) ve b* (+sarı, -mavi) değerlerinin yanında C* (chroma) ve h° (Hue) değerleri saptanmıştır.

3.2.5.7. Protein Çözünürlüğü

Protein çözünürlüğü analizi Wang vd. (2019)'ne göre belirlenmiştir. Protein çözünürlüğünü belirlemek için toz örnekler %1 oranında seyreltilecek şekilde 0,5 g toz örnek 50 mL deiyonize suda dağıtılmıştır. Oluşan çözeltinin pH değeri 0,1 N NaOH ile 12'ye ayarlanmıştır. Ardından örnekler 25 °C sıcaklıkta 1 saat manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karışım 3000 rpm'de 30 dk. santrifüj cihazı (Centurion Scientific K3, İngiltere) ile santrifüj edildikten sonra elde edilen süpernatantlar Kjeldahl yöntemiyle toplam protein analizine tabi tutulmuştur. Kjeldahl yöntemi ile belirlenen sonuçlar “% protein çözünürlüğü” cinsinden aşağıdaki eşitlik yardımı ile ifade edilmiştir:

$$Protein\ çözünürlüğü\ (\%) = \left[\frac{PS}{PT} \right] \times 100$$

PS: Santrifüj sonrası süpernatantın yüzde protein içeriği

PT: Örneğin başlangıçtaki yüzde protein içeriği

3.2.5.8. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu Analizleri

Toz örneklerin yığın ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları, Jinapong vd. (2008)'ne göre belirlenmiştir. Yığın yoğunluğu değeri, kütle/hacim oranı kullanılarak hesaplanmıştır. Bunun için 2 g örnek 10 mL hacme sahip mezür içerisine hava boşluğu kalmayacak şekilde ancak herhangi bir basınç uygulamaksızın doldurulmuştur. Ardından örneğin kütesinin mezür içerisindeki hacmine oranlanması ile yığın yoğunluğu değeri tespit edilmiştir. Yığın yoğunluğu (ρ_b) "g/cm³" cinsinden verilmiştir.

Yığın yoğunluğu analizi gerçekleştirildikten sonra mezürün sabit bir hızla düz bir zemine yaklaşık olarak 100 defa vurulması sonucunda ise yeniden kütle/hacim oranı belirlenerek sıkıştırılmış yığın yoğunluğu hesaplanmıştır. Sıkıştırılmış yoğunluk (ρ_t) "g/cm³" cinsinden verilmiştir.

3.2.5.9. Akabilirlik Analizi

Toz protein örneklerinin akabilirlik değerleri yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluk değerlerine göre belirlenmiştir. Akabilirlik değeri Carr indeks (CI) terimine (Carr, 1965) (Çizelge 8) göre aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır:

$$CI = \left[\frac{\rho_t - \rho_b}{\rho_t} \right] \times 100$$

ρ_t : Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (kg/m³)

ρ_b : Yığın yoğunluğu (kg/m³)

Çizelge 8. Toz ürünlerin akabilirlik (Carr index) sınıflandırılması

Değerler	Akabilirlik
<15	Çok iyi
15 – 20	İyi
20 – 35	Orta
35 – 45	Kötü
>45	Çok kötü

3.2.5.10. Islanabilirlik Analizi

Islanabilirlik analizi Jinapong vd. (2008)'ne göre belirlenmiştir. İlk aşamada 250 mL hacimli behere 100 mL deiyonize su eklenmiştir. Beher içerisindeki sıvının üst yüzeyi ile

huninin alt kısmı arasında 10 cm mesafe kalacak şekilde beher ve cam huniden oluşan bir düzenek kurulmuştur. Huninin içerisine bir cam tüp yerleştirilerek 1 g örnek tüpün çevresine koyulmuştur. Örneğin tamamen ıslanma süresi ise bir kronometre yardımı ile ölçülerek kaydedilmiştir (Resim 5).



Resim 5 . Islanabilirlik analizi öncesi ve sonrası görünüm

3.2.5.11. Dağılılırlik Analizi

Dağılılırlik analizi Jinapong vd. (2008)'ne göre belirlenmiştir. İlk olarak 50 mL hacme sahip behere sırası ile 10 mL deiyonize su ve yaklaşık 1 g toz örnek eklenmiştir. Ardından 15 s boyunca saat yönünde ve saat yönünün tersi yönde 25'er dairesel hareket ile karıştırma işlemi gerçekleştirilmiş ve karışım, 215 µm'lik elekten süzülerek süzüntüden 1 mL örnek alınmıştır. Alınan örnek kurutma kabına aktarılarak 65 °C sıcaklıkta vakum etüvde sabit tartıma ulaşana dek kurutulmuştur. Sonuçlar ise aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$Dağılılırlik (\%) = \frac{[(10+a) \times b]}{[a \times (100-c)/100]}$$

a: Toz ürün miktarı (g)

b: Süzüntünün kuru maddesi (%)

c: Toz ürünün kuru maddesi (%)

3.2.5.12. Partikül Yoğunluğunun Belirlenmesi

Partikül yoğunluğu analizi Koç vd. (2011)'ne göre, sıvı piknometresi kullanılarak yapılmış ve sonuçlar “g/cm³” cinsinden ifade edilmiştir. Analizde çözügen olarak 2-propanol kullanılmış ve toz ürünlerin partikül yoğunluğu aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır:

$$\rho_p = \left[\frac{(m_s - m_0)\rho}{(m_1 - m_0) - (m_{s1} - m_s)} \right]$$

m_s : Toz ürün ile dolu piknometre ağırlığı (g),

m_0 : Boş piknometre ağırlığı (g),

ρ : 2-propanol'ün yoğunluğu (0,785 g/mL),

m_1 : 2-propanol dolu piknometre ağırlığı (g),

m_{s1} : Toz ürün ve 2-propanol dolu piknometre ağırlığı (g).

3.2.5.13. Su Tutma Kapasitesi Analizi

Toz örneklerin su tutma kapasiteleri Yu vd. (2007)'ne göre belirlenmiştir. Su tutma kapasitesi analizi için öncelikle darası alınan 15 mL'lik falkon tüpüne 1 g örnek tartılmış, ardından 10 mL distile su eklenerek vorteks ile yüksek hızda 2 dk. karıştırılmıştır. Karışım 30 dk. oda sıcaklığında bekletildikten sonra 3000g'de 20 dk. boyunca santrifüj edilmiştir. Oluşan süpernatant uzaklaştırıldıktan sonra tüpün ağırlığı ölçülmüş ve su tutma kapasitesi (STK) aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$STK (g su/g protein) = \frac{W_2 - W_1}{W_0}$$

W_2 : Tüpün darası + yaş örnek ağırlığı

W_1 : Tüpün darası + kuru örnek ağırlığı

W_0 : Kuru örnek ağırlığı (1 g)

3.2.5.14. Yağ Bağlama Kapasitesi Analizi

Yağ bağlama kapasitesi için 1 g örnek (W_0), darası alınan 15 mL'lik falkon tüpe aktarıldıktan sonra üzerine 10 mL bitkisel yağ (V_1) eklenmiş ve vorteks yardımıyla karıştırılması sağlanmıştır. Karışım oda sıcaklığında 30 dk. bekletildikten sonra 3000 g'de 20 dk. santrifüj edilmiş ve hemen ardından süpernatant 10 mL'lik mezüre aktarılarak hacim (V_2)

ölçümü yapılmıştır. Yağ bağlama kapasitesi (YBK) ise aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$YBK \text{ (mL yağ/g protein)} = \frac{V_1 - V_2}{W_0}$$

3.2.5.15. Köpük Özelliklerinin Belirlenmesi

Toz ürünlerin köpük özellikleri, Akintayo vd. (1999)'ne göre belirlenmiştir. Köpük kapasitesi için toz örneklerden 100 mg tartılarak 10 mL damıtılmış su içinde çözündürülmüştür. Elde edilen çözeltiler, oda sıcaklığında 2 dk. süreyle 10.000 rpm hızda homojenize (IKA T18, Almanya) edilmiştir. Çırpılmış numuneler hemen 25 mL'lik bir silindire aktarılıp toplam hacim 30 s sonra okunmuştur. Köpük kapasitesi aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır:

$$\text{Köpük kapasitesi (\%)} = \left[\frac{A-B}{B} \right] \times 100$$

Köpük kapasitesi analizi sonrasında elde edilen karışım ise 20 °C'de 30 dk. bekletildikten sonra son hacim kaydedilmiştir. Böylelikle köpük stabilitesi değeri aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$\text{Köpük stabilitesi (\%)} = \left[\frac{C-B}{B} \right] \times 100$$

A: Çırpma sonrasındaki hacim (mL),

B: Çırpma öncesi hacim (mL)

C: 30 dk. sonraki hacim (mL)

3.2.5.16. Emülsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi

Emülsiyon aktivitesi (EA) ve emülsiyon stabilitesi (ES), Chau vd. (1997)'ne göre belirlenmiştir. İlk olarak 25 mL %5 (w/v) örnek süspansiyonu homojenizatör kullanılarak 30 s boyunca 11.000 rpm'de homojenize edilmiştir. Daha sonra örneğe 25 mL ayçiçek yağı ilave edilip 1 dk. boyunca karıştırılmıştır (IKA T18, Almanya). Emülsiyonlar, santrifüj tüplerinde 1200g'de 5 dk. süreyle santrifüj edilerek kalan emülsiyonun hacmi ölçülmüştür. Tüpte emülsifiye olan tabaka ve toplam hacim ölçülerek emülsiyon aktivitesi değeri aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$EA (\%) = (\text{Emülsifiye olmuş tabaka hacmi} / \text{Toplam hacim}) \times 100$$

Emülsiyon stabilitesini belirlemek için ise yukarıdaki prosedürlerle hazırlanan emülsiyonlar 30 dk. boyunca su banyosunda 80 °C'de ısıtılmış ve ardından oda sıcaklığına soğutulup 1200 g'de 5 dk. boyunca santrifüjlenmiştir. Son olarak tüpte emülsifiye olmuş tabaka ile toplam hacim ölçümü gerçekleştirilmiştir. Emülsiyon stabilitesi değerleri ise aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$ES (\%) = (\text{Isıtma sonrası emülsifiye olmuş tabaka hacmi} / \text{Toplam hacim}) \times 100$$

3.2.5.17. Mineral madde kompozisyonunun belirlenmesi

Mineral maddelerin belirlenmesinde NMKL 161 metodu kullanılmıştır. Bu amaçla fosfor analizi için UV spektrofotometre (Shimadzu UV-1601, Japonya), diğer tüm mineraller için atomik absorpsiyon spektroskopisi (Perkin-Elmer AAnalyst 800, ABD) cihazı kullanılmıştır. Her numune için 0,2 mg toz örnek tartılarak tüpe konulmuştur. Her tüpe 5 ml HNO₃ ve 2 mL H₂O₂ ilave edilmiştir. Mikro fırında parçalama işlemi gerçekleştirilip materyal parçalandığında tüplere aktarılmış ve üzerine 25 mL saf su eklenmiştir. Daha sonra solüsyon filtre edilmiş ve tüpe transfer edilen örnekler analiz edilmiştir. Belirlenen mineraller Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, P ve Zn'dir. Mineral maddelerin sonuçları ppm (mg/kg) cinsinden verilmiştir. Mineral madde analizleri TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi Gıda Enstitüsüne ait laboratuvarında yapılmıştır (NMKL 161, 1998).

3.2.5.18. Amino asit kompozisyonunun belirlenmesi

Toz örneklerin amino asit kompozisyonu, HPLC metodu ile Gheshlaghi vd. (2008)'ne göre belirlenmiştir. Örnekler deiyonize su ile 200 kat seyreltilmiş, fenil izotiyosiyanat (PITC) ile türevlendirildikten sonra 0,45 µm por çapına sahip filtreden geçirilerek analiz edilmek üzere HPLC cihazına (Shimadzu HPLC 20, Japonya) enjekte edilmiştir.

3.2.5.19. Lignan kompozisyonunun belirlenmesi

Toz örneklerin lignan kompozisyonları Sarkis vd. (2015)'ne göre HPLC cihazı (Shimadzu Prominence LC-20A, Japonya) kullanılarak belirlenmiştir. Analizlerde UV/VIS dedektör ve Hichrom ODS-3 kolon (250 mm × 4,6 mm × 5 µm) kullanılmış, işlemler 30 °C kolon sıcaklığı ve 1,2 mL/d solvent akış hızında gerçekleştirilmiştir. A: %2'lik asetik asit çözeltisi ve B: %70'lik asetonitril çözeltisi olmak üzere gradient akış programı (0-2 dk.: %95 A, 2-10 dk.: %60 A, 10-20 dk.: %45 A, 20-25 dk.: %40 A, 25-35 dk.: %25 A, 35-60 dk.: %20 A) kullanılmıştır. Standart olarak kullanılan sesamin, sesamol ve sesamolinin stok çözeltileri,

etanol ile 800 µg/mL konsantrasyonda hazırlanmıştır. Elde edilen sesamol, sesamin ve sesamolin stok çözeltileri farklı konsantrasyonlara (3, 5, 50, 100, 200, 400 ve 600 µg/mL) seyreltilerek HPLC cihazındaki pik alanları 280 nm dalga boyunda belirlenmiş ve kalibrasyon eğrileri oluşturulmuştur. Kalibrasyon eğrileri ve alıkonma sürelerine göre örneklerdeki lignan bileşiklerinin miktarları “mg/g örnek” cinsinden belirlenmiştir. Cihaza verilen özütler ise uygun oranda deiyonize su ile seyreltilerek ve 0,45 µm PVDF (polyvinylidene fluoride membrane) filtreden geçirilerek viallere alınmıştır.

3.2.5.20. Proteinin Termal Denatürasyon Özelliklerinin Belirlenmesi

Toz örneklerin protein termal denatürasyon özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) kullanılarak Escamilla-Silva vd. (2003)’ne göre analiz edilmiştir. Protein tozları, öncelikle %10 (w/v) oranında saf su ile seyreltilmiştir. DSC kalibrasyonu için indiyum, referans olarak ise boş bir DSC kabı kullanılmıştır. Isıtma programı 10 °C/dk. hızla -40 °C’den 200 °C’ye çıkacak şekilde ayarlanmıştır. Analiz sonunda örneklerin camsı geçiş sıcaklık (T_g) değerleri elde edilmiştir.

3.2.5.21. Mikroyapının belirlenmesi

Susam kepeğinin özütleme öncesi ve sonrasındaki hücre yapısı ile protein tozlarının morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskobu (Zeiss Gemini Sigma, 300 VP, Almanya) ile Jiang vd. (2014)’ne göre belirlenmiştir. Örnekler numune tutucusu üzerine yerleştirilmiş ve yüzeye altın kaplama işlemi sonrasında görüntülenmiştir.

3.2.6.22. İstatistikî Değerlendirme

Verilerin istatistikî değerlendirilmesi SPSS paket programı (SPSS 7.0, ABD) kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen verilerde, sonuçlar üzerine parametrelerin etkisi varyans analizi (ANOVA) ile tespit edilmiş ve ortalamalar arasındaki farklılık ($P<0,05$) Duncan çoklu karşılaştırma testi ile belirlenmiştir. Tek yönlü varyans analizi (ANOVA), bir deneysel tasarımda hangi faktörün en önemli olduğunu ve bu faktörler arasındaki ilişkiyi belirleyen, deney sonuçlarının anlamlı olup olmadığı hakkında bilgi veren bir istatistik modelidir (Kumar vd., 2009).

Optimizasyon, Design-Expert (Design-Expert 7.0, USA) adlı istatistik programı kullanılarak yanıt yüzey yöntemi uygulanarak yapılmıştır. Deneysel veriler ikinci derece

polinom modeline örtüştürülmüş ve regresyon katsayıları çoklu doğrusal regresyon ile elde edilmiştir:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{\substack{i=1 \\ i < j}}^{k-1} \sum_{j=2}^k \beta_{ij} X_i X_j$$

Burada Y tahmin edilen bağımlı değişken; X_i ve X_j , Y değerini etkileyen bağımsız değişkenler ($i \neq j$); β_0 , β_i , β_{ii} , β_{ij} sırasıyla kesişim, doğrusal, ikinci dereceden ve etkileşim terimlerinin regresyon katsayılarıdır; k ise değişken sayısını ifade etmektedir.

Modelin doğruluğu, programın ANOVA çıktıları olan uyum eksikliği (lack of fit), uyum katsayısı (R^2) ve Fisher test değerine (F-değeri) göre değerlendirilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Susam Kepeği Özütlerinin Saflaştırılması

Kurutma işlemi öncesi öncelikle ultrafiltrasyon ile saflaştırma denemeleri yapılmıştır. Bu bağlamda alkali özütleme, alkalaz ile özütleme, ultrases destekli viskozim L ile özütleme ve ultrases destekli alkalaz ile özütleme yöntemleriyle elde edilmiş özütlerle ultrafiltrasyon ile saflaştırma işlemi uygulanmıştır. Bunun için ilk olarak farklı özütleme teknikleri ayrı ayrı incelenmiştir.

Saflaştırma işlemi sonucunda filtreden geçip alt haznede toplanan fazlar (<10 kDa) ile filtreden geçemeyen üst fazlar (>10 kDa) ayrı ayrı değerlendirilip protein yüzdeleri hesaplanmış ve üst fazda toplanan özütler işlem için önemli kabul edilmiştir. Özütlerin ultrafiltrasyon sistemi ile saflaştırılmasında 10.000 MWCO membran açıklığına sahip filtrelerden ayrılan kısımlar için elde edilen protein miktarları açısından istatistikî önemli bir fark oluşmadığı ($P>0,05$) tespit edilmiştir. Yapılan saflaştırma denemelerine ait veriler ise Çizelge 9'da verilmiştir. Veriler incelendiğinde en yüksek protein içeriğinin alkalaz ve ultrasesin kombine işlemi sonrasında ultrafiltrasyon uygulanması ile üst fazda kalan örneklerle ait olduğu görülmektedir. Buna karşın bu işlem ile alt faza geçen protein miktarı da (%1,1) oldukça yüksektir. Ultrafiltrasyon sonucu alt fazda biriken özütler işlem sonrası kullanılmayacağı için bu durumda büyük oranda protein kaybı meydana gelecektir. Diğer taraftan yöntemle ait üst fazın toplam hacme oranı da oldukça düşüktür. Dolayısıyla sadece alkalaz ile özütleme sonrası elde edilen protein miktarı (%1,4) ve hacimsel olarak karşılaştırıldığında saflaştırma işleminin büyük bir fark yaratmadığı anlaşılmaktadır. Diğer tüm yöntemler incelendiğinde ise alkalaz ile elde edilen örneklerden çok daha düşük protein içeriğine sahip oldukları görülmektedir. Bu durumda gerçekleştirilen denemelerde ultrafiltrasyon ile saflaştırılan özütler ile saflaştırma işlemine tabi tutulmayan özütler arasında protein miktarı açısından önemli bir fark oluşmadığı görülmektedir.

Çizelge 9. Farklı özütleme yöntemleri ile elde edilmiş özütlerin ve ultrafiltrasyon yöntemiyle saflaştırılması işlemi sonucunda alt ve üst fazlarda biriken özütlere ait % protein miktarı

Ultrafiltrasyon öncesi		Ultrafiltrasyon Sonrası			
Özütleme Yöntemi	Özütteki % Protein miktarı	>10 kDa fraksiyonuna ait (üst faz)		<10 kDa fraksiyonuna ait (alt faz)	
		% Protein miktarı	Toplam özüt oranı (%)	% Protein miktarı	Toplam özüt oranı (%)
Alkali	0,3±0,0	0,5±0,0	14	0,1±0,0	86
Alkalaz	1,4±0,1	-	-	-	-
Alkalaz+Ultras	1,5±0,2	2,1±0,0	21	1,1±0,0	79
Viskozim	0,2±0,1	-	-	-	-
Viskozim+Ultras	0,3±0,1	0,6±0,0	44	0,2±0,0	56

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Ek olarak, ultrafiltrasyon ile gerçekleştirilen denemelerde işlem kapasitesinin püskürtmeli kurutucu ile ürün eldesine yeterli olmayacağı sonucuna da ulaşılmıştır. Protein özütleme aşamasında yer alan son çöktürme aşamasında proteinlerin yeteri kadar çöktürüldüğü; dolayısıyla ek saflaştırma aşamalarının uygulanmasının protein saflığına önemli derecede etki etmediği yorumu yapılmıştır. Benzer durumu Tsaliki vd. (2002) rapor etmişlerdir. Söz konusu çalışmada yazarlar pamuk tohumundan elde edilen protein izolatının saflaştırılmasında diyaliz membranı kullanımının, son üründe çöktürme ile elde edilen saflıktan daha yüksek bir saflık derecesi sağlamadığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca, Huisman vd. (2000), protein-protein ve protein-membran etkileşimlerinin protein çözümlerinin ultrafiltrasyon aşamasındaki saflaştırma verimini etkilediğini rapor etmişlerdir. Yazarlar sığır serum albümininin ultrafiltrasyon ile saflaştırılmasında farklı ultrafiltrasyon membranları kullanmış ancak, protein moleküllerinin birbirleri ve membran ile etkileşimlerinden kaynaklı membran yüzeyinde meydana gelen birikimlere bağlı olarak yüksek saflığa ulaşamadıkları sonucuna varmışlardır. Yazarlar aynı zamanda saflaştırma sonrası yüksek proteini elde edebilmek için ultrafiltrasyon işleminin proteinlerin izoelektrik noktasının altındaki düşük pH

değerlerinde gerçekleştirilmesi gerektiğini bildirmişlerdir. Benzer şekilde, Koschuh vd. (2004) yonca ve çavdardan elde ettikleri protein izolatlarına uyguladıkları ultrafiltrasyon işlemi sonucu elde edilen protein veriminin (%52), ısı koagülasyon sonucu santrifüj edilen izolatların protein verimine (%53) benzer olduğunu gözlemlemişlerdir. Bu nedenle, kurutma işlemlerine tabi tutulacak özütler, özütleme sonrası çöktürme işleminin ardından ek bir saflaştırma işlemine tabi tutulmadan çöktürme kurutma işleminde kullanılmıştır.

4.2. Püskürtmeli Kurutma İşleminin Optimizasyonu

Püskürtmeli kurutucuda susam kepeğinden bitkisel protein tozu üretimi için kurutucu optimum işlem koşulları yanıt yüzey yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Ön denemelerden elde edilen bulgular ve literatürden elde edilen bilgiler doğrultusunda püskürtmeli kurutma işlemi için bağımsız değişkenler; hava giriş sıcaklığı (150–180 °C) ve hava çıkış sıcaklığı (65–80 °C) olarak seçilmiştir (Shrestha vd., 2007; Fang ve Bhandari, 2012; Naik vd., 2012; Zhao vd., 2013; Laokuldilok ve Kanha, 2015; Timilsena vd., 2016; Ermiş ve Karasu, 2020). Püskürtmeli kurutma işlemlerinde bu bağımsız değişkenlerin bağımlı değişkenler olan protein verimi, toz ürün verimi, su aktivitesi ve işlem süresi üzerindeki etkileri incelenmiştir. Bağımsız değişken değerlerinin yer aldığı deneme planları CCRD kullanılarak yanıt yüzey yöntemi ile belirlenmiştir. Merkezi tümleşik tasarım doğrultusunda gerçekleştirilen analizler sonucu elde edilen bağımlı değişkenlere ait veriler Çizelge 10'da verilmiştir. Modelin oluşturulması için tasarlanan deneme planından elde edilen deneysel yanıtlar sonucu püskürtmeli kurutma işleminin optimum çalışma noktaları; hava giriş sıcaklığı 165°C, hava çıkış sıcaklığı ise 74°C olarak belirlenmiş ve toz üretimi bu noktalarda gerçekleştirilmiştir. Bu koşulda %69,0 toz ürün verimi, %68,2 protein verimi, 70 dk. işlem süresi ve 0,215 su aktivitesi değeri elde edilmiştir. Deneme planlarında elde edilen protein tozlarının protein verimi, toz ürün verimi, su aktivitesi ve işlem süresindeki değişimleri de ayrı ayrı belirlenmiş ve yanıt yüzey yöntemine ait istatistik analiz sonuçları (ANOVA) ve model katsayıları Çizelge 11'de verilmiştir.

Tek yönlü varyans analizi (ANOVA), bir deneysel tasarımda hangi faktörün en önemli olduğunu ve bu faktörler arasındaki ilişkiyi belirleyen, deney sonuçlarının anlamlı olup olmadığını hakkında bilgi veren bir istatistik modelidir (Kumar vd., 2009). Etkilerin istatistik olarak model açısından öneminin belirlenmesinde *F* ve *p*-değerleri kullanılmıştır. *p*-değerinin 0,05'ten büyük olduğu etkiler önemsiz kabul edilmiştir. Bir istatistik modelinin tutarlılığını

veya deneysel verileri ne kadar karşıladığını gösteren uyum katsayısı (R^2) ve ayarlanmış R^2 (R^2_{adj}) değerleri de her bir model için belirlenmiştir. Bu bağlamda R^2 değerleri protein verimi için 0,9423; toz ürün verimi için 0,9797; su aktivitesi için 0,9688 ve işlem süresi için 0,9632 olarak hesaplanmıştır. Uyum katsayısı değeri olan R^2 , 0 ile 1 arasında bir değere sahiptir ve 1'e yaklaştıkça modelin tutarlılığı artırmaktadır. Ayrıca, R^2 ve R^2_{adj} değerlerinin birbirine yakın değerlerde olması modelin istatistiki olarak anlamlı olduğunu göstermektedir (Liu vd., 2008). Sonuçların yorumlanıp yorumlanamayacağını gösteren, kullanılan matematiksel eşitliğin model ile uygunsuzluğundan kaynaklanan hata olarak ifade edilen uyum eksikliği (lack of fit) değerleri de hesaplanmıştır. Bir istatistik modelinde lack of fit değerinin önemsiz, regresyon modelinin ise önemli olması ideal kabul edilmektedir (Myers ve Montgomery, 1995).

Çizelge 10. Püskürtmeli kurutma işleminin etkisini belirlemede kullanılan merkezi tümleşik tasarım ve analizler sonucu elde edilen bağımlı ve bağımsız değişkenlere ait değerler

Deney No*	Bağımsız değişkenler		Bağımlı değişkenler			
	Hava çıkış sıcaklığı (°C)	Hava giriş sıcaklığı (°C)	Protein verimi (%)	Toz ürün verimi (%)	Su aktivitesi	Süre (dk.)
1	165	73	65,7	66,5	0,214	60
2	165	73	70,4	70,5	0,220	56
3	176	78	58,8	63,8	0,267	87
4	176	67	25,1	25,3	0,276	41
5	154	67	49,0	50,0	0,265	79
6	165	65	23,0	22,8	0,250	43
7	150	73	58,6	58,7	0,247	116
8	165	80	60,5	60,7	0,220	104
9	165	73	60,9	62,5	0,223	70
10	180	73	58,4	52,4	0,288	57
11	154	78	60,8	55,9	0,196	149

*Harmanlanmış sıra

Çizelge 11. Püskürtmeli kurutma işleminin yanıt yüzey yöntemine ait istatistiki analiz sonuçları ve model katsayıları

Model parametreleri	Katsayı	Protein verimi	Toz ürün verimi	Su aktivitesi	Süre
Kesişim	β_0	-2171,771**	-1944,715***	10,679***	3801,173**
Doğrusal					
Hava giriş sıcaklığı, A	β_1	4,391	5,179*	-0,089**	-36,962 ***
Hava çıkış sıcaklığı, B	β_2	50,105**	42,074***	-0,088**	-18,877***
Etkileşimli					
A x B	β_{12}	0,097	0,145**	2,667 x10 ⁻⁴ **	-0,107
İkinci derece					
A ²	β_{11}	-0,036	-0,048**	2,150 x10 ⁻⁴ ***	0,129*
B ²	β_{22}	-0,440**	-0,439***	2,822 x10 ⁻⁴	0,284
R²		0,9423	0,9797	0,9688	0,9632
Ayarlanmış R²		0,8846	0,9594	0,9377	0,9263
p-değeri		0,0041	0,0003	0,0009	0,0014
F-değeri		16,32	48,24	31,09	26,14
Uyum eksikliği (Lack of fit)		0,4421	0,7796	0,2221	0,3546

Önem düzeyleri: * $P < 0,05$; ** $P < 0,01$; *** $P < 0,001$

$$\text{Model denklemi: } Y = \beta_0 + \beta_1 A + \beta_2 B + \beta_{12}(A \times B) + \beta_{11} A^2 + \beta_{22} B^2$$

Yanıt yüzey yönteminde bağımlı değişkenler olan protein verimi, toz ürün verimi, su aktivitesi ve işlem süresi değerlerine ait model denklemleri, hava giriş sıcaklığı (A) ve hava çıkış sıcaklığına (B) bağlı olarak sırasıyla aşağıda verilmiştir:

$$Y (\text{Protein verimi}) = -2171,77101 + 4,39254 \times (A) + 50,10541 \times (B) + 0,097333 \times (A \times B) - 0,035630 \times (A^2) - 0,44030 \times (B^2)$$

Verilerin yanıt yüzey analizinin incelenmesi (Çizelge 10), protein verimi ile kurutma değişkenleri arasındaki ilişkinin iyi bir regresyon katsayısı ($R^2 = 0,94$) ile ikinci dereceden olduğunu ortaya koymuştur.

$$Y (\text{Toz ürün verimi}) = - 1944,71534 + 5,17923 \times (A) + 42,07430 \times (B) + 0,14489 \times (A \times B) - 0,048444 \times (A^2) - 0,43911 \times (B^2)$$

Verilerin yanıt yüzey analizinin incelenmesi (Çizelge 10), toz ürün verimi ile süreç değişkenleri arasındaki ilişkinin iyi bir regresyon katsayısı ($R^2 = 0,98$) ile ikinci dereceden olduğunu ortaya koymuştur.

$$Y (\text{Su aktivitesi}) = 10,6793 - 0,088634 \times (A) - 0,087761 \times (B) + 2,66667 \times 10^{-4} \times (A \times B) + 2,15000 \times 10^{-4} \times (A^2) + 2,82222 \times 10^{-4} \times (B^2)$$

Verilerin yanıt yüzey analizinin incelenmesi (Çizelge 10), su aktivitesi ile süreç değişkenleri arasındaki ilişkinin iyi bir regresyon katsayısı ($R^2 = 0,97$) ile ikinci dereceden olduğunu ortaya koymuştur.

$$Y (\text{Süre}) = 3801,17321 - 36,96184 \times (A) - 18,87696 \times (B) - 0,10667 \times (A \times B) + 0,12889 \times (A^2) + 0,28444 \times (B^2)$$

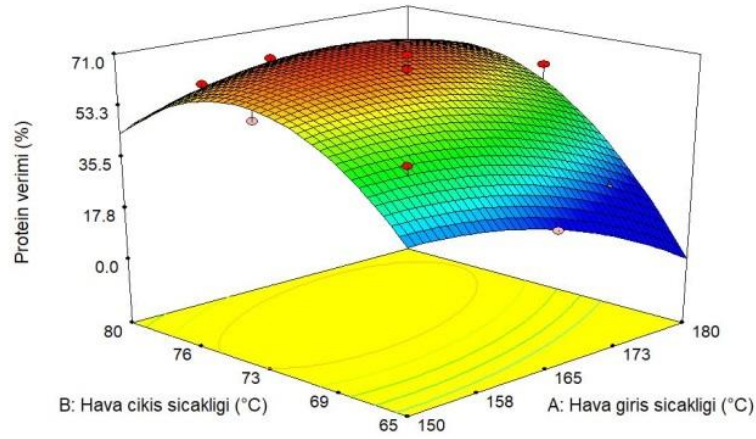
Verilerin yanıt yüzey analizinin incelenmesi (Çizelge 10), süre ile süreç değişkenleri arasındaki ilişkinin iyi bir regresyon katsayısı ($R^2 = 0,96$) ile ikinci dereceden olduğunu ortaya koymuştur.

ANOVA'ya göre ortaya çıkan ikinci dereceden model sırasıyla protein verimi, toz ürün verimi, su aktivitesi ve işlem süresi yanıtları için sırasıyla 0,9423; 0,9797; 0,9688; 0,9632 çoklu uyum katsayıları (R^2) ile deneysel verileri etkili bir şekilde temsil etmiştir (Çizelge 11). R^2 ve ayarlanmış R^2_{adj} değerleri arasındaki fark, tüm yanıtlar için birbirine yakın olması (0,2'den az) modelin uygunluğu destekler niteliktedir. Modellerin önemi ise p -değeri kullanılarak belirlenmiştir. Model katsayıları için 0,05'ten küçük p değerleri anlamlı kabul edilmiştir. Bu çalışmada kullanılan modellerin, susam kepeği protein özütünün püskürtmeli kurutulması için çalışma koşullarını belirlemede etkili olduğu görülmüştür.

4.2.1. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının Protein Verimine Etkisi

Bağımsız değişkenlerden püskürtmeli kurutma sistemine hava girişi ve hava çıkışı sıcaklıklarının protein verimi (%) üzerine etkilerini gösteren yanıt yüzey grafiği Şekil 5'te gösterilmiştir. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının (hava giriş sıcaklığı ve hava çıkış sıcaklığı) protein verimi üzerine etkileri incelendiğinde hava çıkış sıcaklığının 73 °C'ye kadar artışı ile protein verimi artış, sıcaklığın daha fazla artması durumunda ise azalma eğilimi

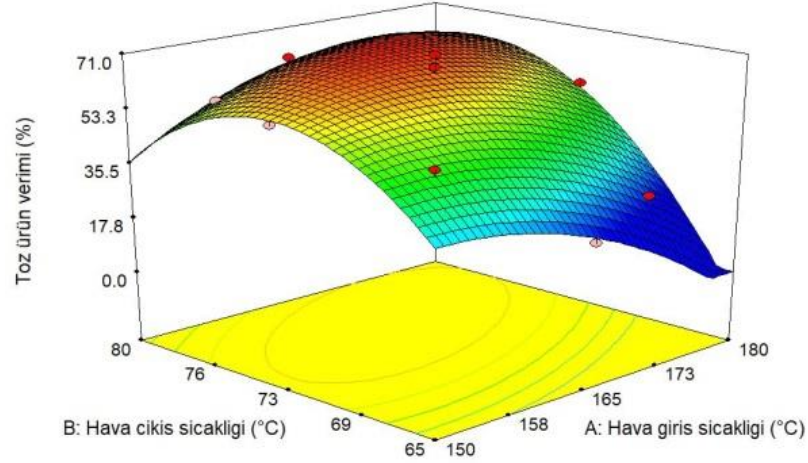
göstermektedir. Bu durum hava çıkış sıcaklığının protein verimi üzerinde etkili olduğuna işaret etmektedir. ANOVA analizi sonuçlarına (Çizelge 10) göre de hava çıkış sıcaklığının protein verimi üzerine etkisi bulunmaktadır ($P<0,05$). Hava giriş sıcaklığının 165 °C'ye kadar artışı protein verimi üzerinde etkili değilken bu noktadan itibaren hava giriş sıcaklığının artışı ile protein veriminde azalma eğilimi gözlenmektedir. Çizelge 11'de verilen ANOVA çıktıları da hava giriş sıcaklığının dahil olduğu model katsayılarının protein verimi üzerinde istatistiki öneme sahip olmadığını doğrular niteliktedir. Öte yandan hava çıkış sıcaklığının protein verimi üzerinde oldukça etkili olduğu belirlenmiştir.



Şekil 5. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının protein verimi (%) üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği

4.2.2. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının Toz Ürün Verimine Etkisi

Bağımsız değişkenlerden hava giriş ve hava çıkış sıcaklıklarının toz ürün verimi (%) üzerine etkilerini gösteren üç boyutlu yanıt yüzey grafiği Şekil 6'da gösterilmiştir.



Şekil 6. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının toz ürün verimi (%) üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği

Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının (hava giriş sıcaklığı ve hava çıkış sıcaklığı) toz ürün verimi (%) üzerine etkileri incelendiğinde hava çıkış sıcaklığının artması ile birlikte toz ürün verimi de artmaktadır. Bu bağımsız değişkenin belli bir noktadan sonra artışının devam etmesi sonucunda ise toz ürün verimi azalma eğilimi göstermektedir. Hava giriş sıcaklığı için çalışma aralığının orta noktasına kadar toz ürün verimi sabit kalırken bu noktadan sonraki sıcaklık artışı verimi olumsuz yönde etkilemiştir. Bu sonuçlar hava çıkış sıcaklığının çalışma aralığının orta noktasında ve hava giriş sıcaklığının ise orta noktaya kadar olan sıcaklık aralığında yüksek verime sahip protein tozunu elde etmek için uygun olduğunu göstermektedir. Çizelge 10 incelendiğinde de en yüksek toz veriminin bu sıcaklık aralığında gerçekleştiği görülmektedir. Benzer şekilde, Mansor vd. (2020), pirinç kepeğinden elde ettikleri protein tozu veriminin hava giriş sıcaklığının 130 °C'den 160 °C'ye artması ile artış gösterdiğini ancak 170 °C'den itibaren düşmeye başladığını tespit etmişlerdir. Liu vd. (2008), yer fıstığı izolatlarının püskürtmeli kurutma giriş ve çıkış sıcaklıklarının sırasıyla 150–170 °C ve 85–90 °C aralıklarında olması gerektiğini ifade etmişlerdir. Bu sonuçlar mevcut tez çalışması ile paralellik göstermektedir. Buna karşın, Cai ve Corke (2000) yüksek hava giriş sıcaklığının kurutma hızını artırdığı için toz verimini de artıracaklarını savunmuştur. Elde edilen veriler ise hava giriş sıcaklığının belli bir noktadan sonraki artışının protein toz verimi üzerinde negatif bir etki yarattığını göstermiştir.

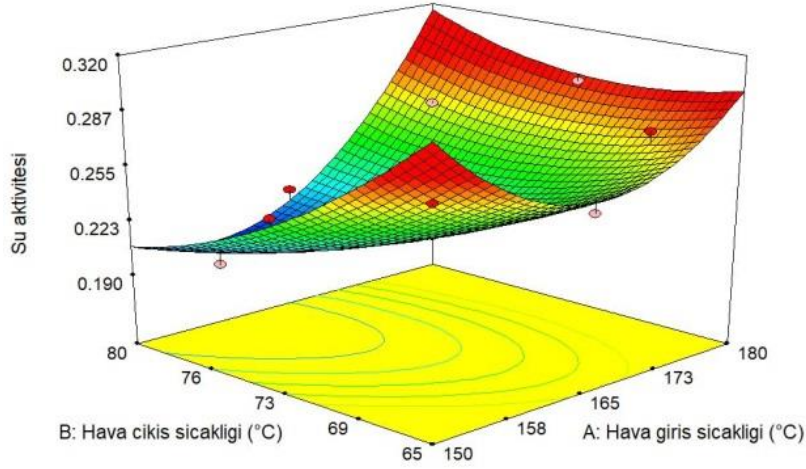
Kurutma veriminin hava giriş ve çıkış sıcaklıkları arasındaki farkla (maksimum hava giriş sıcaklığı ve minimum hava çıkış sıcaklığı arzu edilir) doğru orantılı olarak arttığı bilinmektedir (Filkova ve Mujumdar, 1995). Çizelge 11’de de hava giriş ve hava çıkış sıcaklıklarının etkileşiminin toz ürün verimi üzerinde önemli etkiye sahip olduğu görülmektedir ($P<0,001$). Hava çıkış sıcaklığının ikinci dereceden toz ürün verimi üzerine etkisinin ($P<0,001$) hava giriş sıcaklığına ait değerden ($P<0,01$) daha önemli olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla, elde edilen bulgular doğrultusunda çok yüksek kurutma sıcaklıklarında işlem süresine bağlı olarak susam kepeği protein tozunun kurutma odası duvarlarına yapışma eğilimi göstermesi, yanık oluşumu ya da partikül boyutunun azalmasına bağlı kayıplar yaşanabilmektedir.

4.2.3. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının Su Aktivitesine Etkisi

Püskürtmeli kurutma işleminde hava çıkış sıcaklığı su aktivitesi değeri üzerinde doğrusal negatif bir etki göstermiştir. Bağımsız değişkenlerden hava giriş ve hava çıkış sıcaklıklarının su aktivitesi üzerine etkilerini gösteren yanıt yüzey grafiği Şekil 7’de verilmiştir. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının su aktivitesi üzerine etkileri incelendiğinde hava çıkış sıcaklığının artışı ile su aktivitesi değerinin doğrusal bir şekilde azaldığı görülmüştür. Buna karşın su aktivitesi değeri hava giriş sıcaklığının artışı ile azalmış, 165 °C üzerinde ise artış eğilimi göstermiştir. Bu durumda oldukça düşük düzeyde su aktivitesi değerine sahip toz elde etmek için yüksek hava çıkış sıcaklığı ile çalışılan aralık içerisinde merkez noktada bir hava giriş sıcaklığı tercih edilebilir. Çizelge 10 incelendiğinde de hava çıkış sıcaklığının yükseldiği, buna karşın hava giriş sıcaklığının ortalama değerlerde olduğu alanlarda su aktivitesinin en düşük değerlere sahip olduğu görülmektedir. ANOVA çıktıları da a_w değerinin hava giriş ve hava çıkış sıcaklık değişimlerinden önemli ölçüde etkilendiğini desteklemektedir ($P<0,05$).

Yapılan çalışmalarda daha yüksek sıcaklıkta üretilen tozun daha düşük sıcaklıkta üretilen toza kıyasla daha düşük nem içeriğine sahip olduğu rapor edilmiştir (Chegini ve Ghobadian, 2007). Kurutma ortamı ve partiküller arasındaki yüksek sıcaklık farkı partiküllere daha hızlı bir ısı transferi sağlamaktadır. Böylece kuruma oranı artırılarak tozdaki nem içeriğinin azalması sağlanmaktadır (Knipschildt, 1986; Moghaddam vd., 2017). Izadi vd. (2014) hava çıkış sıcaklığının tozun nem içeriğini etkilediğini, hava giriş sıcaklığının ise nem üzerine en etkili parametrelerden biri olduğunu ifade etmişlerdir. Kurozawa vd. (2009) ise

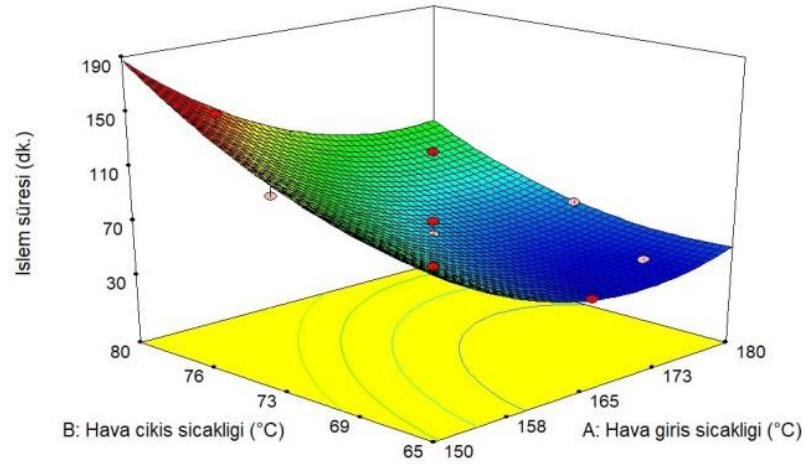
püskürtmeli kurutma işleminde hava giriş sıcaklığının artırılması ile birlikte nem içeriğinin azaldığını bulgulamıştır.



Şekil 7. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının su aktivitesi üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği

4.2.4. Hava Giriş ve Çıkış Sıcaklıklarının İşlem Süresine Etkisi

Hava çıkış sıcaklığı püskürtmeli kurutmada işlem süresi üzerine pozitif doğrusal bir etki göstermiştir. Bağımsız değişkenlerden hava giriş ve hava çıkış sıcaklıklarının işlem süresi üzerine etkilerini gösteren yanıt yüzey grafiği Şekil 8'de verilmiştir. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının kurutma süresi üzerine etkileri incelendiğinde, kurutma süresi hava çıkış sıcaklığının artışıyla birlikte artarken hava giriş sıcaklığının artışı ile birlikte azalmıştır. Bu durumda kurutma sırasında düşük hava çıkış sıcaklığının ve yüksek hava giriş sıcaklığının tercih edilmesi ile kurutma işlem süresinin minimum seviyeye düşürülebileceği yorumu yapılabilir. Çizelge 10 incelendiğinde bu durumu destekleyecek şekilde hava çıkış ve hava giriş sıcaklıkları arasındaki farkın en fazla olduğu noktalarda gerekli kurutma süresinin minimum düzeylerde olduğu görülmektedir. Bu durum kurutulacak ürünün yapısına ve bileşimine göre değişim gösterebilmektedir (Narayan vd., 2001). Dolayısıyla protein gibi sıcaklığa duyarlı moleküllerin kurutulması sırasında sıcaklık aralıkları moleküllerin fiziksel ve kimyasal yapılarını bozmayacak şekilde ayarlanmalıdır.



Şekil 8. Püskürtmeli kurutma işlem koşullarının kurutma süresi üzerine etkileri için yanıt yüzey grafiği

4.3. Susam Kepeği ve Susam Kepeğinden Elde Edilen Protein Tozlarının Temel Bileşen Karakterizasyonu

Susam kepeği ile susam kepeğinden püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozlarına ait fizikokimyasal analiz sonuçları Çizelge 12’de sunulmuştur.

Çizelge 12. Uygulamada kullanılan susam kepeği ile püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozlarına ait bazı kimyasal ve fizikokimyasal özellikler

Parametre (%)	Susam kepeği	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma
Toplam kuru madde (%)	98,0 ± 0,2 ^b	92,1 ± 0,03 ^a	95,4 ± 1,81 ^{ab}
Su aktivitesi	0,670 ± 0,0 ^c	0,213 ± 0,01 ^b	0,176 ± 0,0 ^a
Toplam mineral madde (%)	20,8 ± 0,11 ^b	15,5 ± 0,0 ^a	19,1 ± 0,0 ^b
Toplam protein (%)	23,6 ± 0,67 ^a	54,5 ± 1,92 ^b	61,6 ± 0,07 ^c

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

4.3.1. Toplam Kuru Madde Miktarı

Kurutulmuş ürünlerin kuru madde içeriği, çözünürlük ve yığın yoğunluğu gibi toz özelliklerinin (Goula vd., 2004) yanında kurutma verimini etkileyen önemli bir parametre olması nedeniyle büyük önem arz etmektedir. Kuru madde miktarındaki artışın kurutma süresini azaltarak işlem etkinliğini artırdığı bilinmektedir. Susam kepeğinin toplam kuru madde içeriğinin yanında püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işlem koşullarının, elde edilen protein tozlarının kuru maddeleri üzerine etkileri incelenmiş ve elde edilen ortalama değerler Çizelge 12’de verilmiştir. Susam kepeğinde %98,0 olarak tespit edilen kuru madde içeriği püskürterek kurutulmuş protein tozlarında %92,1; dondurarak kurutulmuş protein tozlarında ise %95,4 olarak belirlenmiştir. Atalar ve Dervişoğlu (2015), püskürtmeli kurutma yöntemiyle kefir tozu elde ettikleri çalışmalarında toplam kuru madde içeriğini %96,2 – 98,3 aralığında bildirmişlerdir. Kızılalp ve Dirim (2019) ise mevcut çalışma ile benzer şekilde alkali özütleme ve izoelektrik noktada çöktürme yöntemiyle barbunya, bezelye ve börülce kabuklarından elde ettikleri püreleri dondurarak kuruttuktan sonra toz ürünlerin kuru madde içeriklerini sırasıyla %94,0; %94,7 ve %93,5 olarak belirlemişlerdir. Bu sonuçların mevcut çalışmadaki liyofilize toz örneklerle yakın değerlerde olduğu görülmektedir. Dondurarak kurutulmuş toz örneklerin daha yüksek kuru madde oranına sahip olması, süblimasyon etkisiyle suyun daha etkin bir şekilde uzaklaştırılmasıyla açıklanmaktadır (Moeller vd., 2018).

4.3.2. Su Aktivitesi

Su aktivitesi (a_w), bir sistemdeki suyun denge buhar basıncının, aynı sıcaklıktaki saf suyun buhar basıncına oranı olarak tanımlanmaktadır ve gıda tozlarını karakterize etmek için kullanılan temel stabilite parametrelerindedir (Seerangurayar vd., 2017). Gıdalar nem içerikleri bakımından yüksek (a_w 0,90- 1,00), orta (a_w 0,60-0,90) ve düşük nemli (a_w <0,60) olarak sınıflandırılabilir (Özay vd., 1993). Genel olarak, nem içeriği bir gıda sistemindeki hem serbest hem de bağlı suyu temsil ederken, su aktivitesi gıdadaki herhangi bir biyokimyasal reaksiyonun gerçekleşmesinden sorumlu olan serbest suyun mevcudiyetini ölçmektedir (Seerangurayar vd., 2017).

Susam kepeğinin su aktivitesi değeri ile püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işlem koşullarının, elde edilen protein tozlarının su aktiviteleri üzerine etkileri incelenmiş ve

elde edilen ortalama a_w deęerleri izelge 12’de verilmiřtir. Bu bilgiler doęrultusunda en yksek su aktivitesi deęerinin 0,67 ile susam kepeęine ait olduęu grlmektedir. Buna karřın susam kepeęi ztlerinin pskrterek kurutulması ile elde edilen protein tozunun 0,21 ve dondurarak kurutulmuř protein tozunun ise 0,18 ile en dřk a_w deęerine sahip olduęu; iki kurutma yntemi ile elde edilen toz rnler arasında byk bir fark oluřmadıęı anlařılmaktadır. Bu deęerler Fang ve Bhandari (2012)’nin in koca yemiři meyve suyundan pskrtmeli kurutucu ile protein tozu elde ettikleri alıřmada 0,189 – 0,293 aralıęında bildirdikleri a_w deęerlerine benzerlik gstermektedir. Her iki kurutma yntemiyle de elde edilen su aktivitesi deęerleri; enzimlerin alıřmasını (enzimatik aktivite) kolaylařtıran 0,3 a_w ve mikroorganizmaların faaliyet gsterdięi 0,6 a_w (Ray ve Bhunia, 2013) deęerlerinden olduka dřk olması sebebiyle retilen protein tozlarının gvenli kategoride deęerlendirilmesi mmkndr. İki kurutma yntemi arasında oluřan fark ise pskrtmeli kurutma iřlem kořullarının (hava giriř sıcaklıęı, hava ıkıř sıcaklıęı) toz rn zellikleri zerinde etkili olmasıyla aıklanabilir. rneęin, Maury vd. (2005)’nin yksek hava ıkıř sıcaklıęının retilen toz rnlerin nem ierięini artırdıęı ynnde bulguları mevcuttur. Yine bařka bir alıřmada Muzaffer ve Kumar (2015), besleme akıř hızındaki artıř ve hava giriř sıcaklıęındaki azalmanın toz rneklerin higroskopiklięini azalttıęını tespit etmiřlerdir. Dondurarak kurutulmuř protein tozlarının daha dřk a_w deęerine sahip olması ise dondurma iřlemi sırasında serbest suyun byk oęunluęunun uzaklařtırılması ile aıklanabilir. Bhatta vd. (2018), dondurarak kurutmada birincil kurutma iřlem sresini 15 saatten 20 saate ıkardıklarında a_w deęerinin 0,24’ten 0,19’a dřtęn belirlemiřlerdir. Bu durumda kurutma iřlem sresinin artması ile a_w deęerinin azaldıęı yorumunu yapmak mmkndr. Bu durumda dondurarak kurutma iřleminin uzun kurutma sresi sebebiyle pskrterek kurutma iřlemine gre daha dřk a_w deęerleri saęladıęı da dřnlebilir.

4.3.3. Toplam Mineral Madde

Susam kepeęinin toplam mineral madde (kl) miktarı ile pskrtmeli kurutma ve dondurarak kurutma iřlem kořullarının, elde edilen protein tozlarının toplam mineral madde zerine etkileri incelenmiř ve elde edilen ortalama deęerler izelge 12’de verilmiřtir. Analiz sonularına gre susam kepeęi, pskrterek kurutulmuř ve liyofilize rneklerin protein tozlarının toplam mineral madde ierikleri sırasıyla %20,8, %15,5 ve %19,1 olarak belirlenmiřtir. Bitki kaynaklı protein izolatu alıřmalarına bakıldıęında Wang vd. (2019)

avokado yağı işleme yan ürünlerinden elde edilen protein tozlarının kül miktarını %3,2 olarak bildirmişlerdir. Pickardt vd. (2015), yağı alınmış ayçiçeği protein izolatlarının kül miktarını % 1,3-2,0 aralığında, Jiamyangyuen vd. (2005) ise yağı alınmış pirinç kepeğinin kül miktarını %10,1 olarak tespit etmişlerdir. Berghout vd. (2015), dondurarak kurutulmuş acı bakla protein izolatının kül miktarını %5,1; Naik vd. (2012), hindistan cevizi atıklarından püskürtmeli kurutucu ile elde ettikleri protein tozunda %12,8; Timilsena vd. (2016) ise dondurarak kurutma ve püskürtmeli kurutma yöntemiyle elde ettikleri çiya tohumu protein tozlarının kül miktarlarını sırasıyla %2,2 ve %2,3 olarak rapor etmişlerdir. Tüm bu sonuçlar incelendiğinde susam kepeğinden elde edilen protein tozlarının toplam kül miktarlarının diğer bitki kaynaklı proteinlere oranla oldukça yüksek değerlere sahip olduğu görülmektedir. Bu durumda susam kepeği protein tozlarının sahip oldukları yüksek mineral içeriği sayesinde mineralce zengin bir takviye gıda olarak kullanımı mümkündür. İki kurutma yöntemi karşılaştırıldığında ise dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen toz ürünün daha yüksek mineral madde içeriğine sahip olduğu açıkça görülmektedir.

4.3.4. Toplam Protein

Proteinler, bitki kaynaklı ürünlerden elde edilen en önemli biyoaktif bileşikler arasındadır. Bitki kaynaklı proteinlerin fonksiyonel özellikleri sayesinde gıdalarda fonksiyonel proteinler olarak kullanımı gün geçtikçe artmaktadır. Proteinlerin gıda endüstrisinde katkıda bulunabileceği avantajlı fonksiyonel özellikler arasında renk, lezzet, doku, jelleşme, çözünürlük, viskozite, köpüklenme, su veya yağ emilimi ve yağ emülsifikasyonunu saymak mümkündür (Pour-El, 1981).

Susam kepeğinin toplam protein miktarı ile püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işlem koşullarının, elde edilen protein tozlarının toplam protein miktarı üzerine etkileri incelenmiş ve elde edilen ortalama değerler Çizelge 12'de verilmiştir. Türkomp (2020) verilerine göre susam tohumunun 100 g'ında minimum ve maksimum protein içeriği sırasıyla 13,9 ve 17,6 g'dır. Çalışmadan elde edilen veriler doğrultusunda ise susam kepeğinin protein içeriği %23,6 olarak tespit edilmiştir. Bu değer keten tohumu (%22,3) (Nandi ve Ghosh, 2015), çiya tohumu (%21,6) (Timilsena vd., 2016), mercimek (%22,7) ve nohutun (%18,3) bezelye (%21,3) (Tosh vd., 2013) protein içerikleri ile benzerlik göstermektedir. Diğer yandan Jiamyangyuen vd. (2005) yağı alınmış pirinç kepeğinde %13,9; Elleuch vd. (2007) susam tohumunda %25,8; Nandi ve Ghosh (2015) ise susam kabuğunda protein içeriğini %4,61

olarak rapor etmişlerdir. Bu durumda susam kepeği değerli bir protein kaynağı olarak ifade edilebilir.

Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği tozlarının protein içerikleri sırasıyla %54,5 ve %61,6 olarak belirlenmiştir. Bu sonuçlar doğrultusunda dondurarak kurutmanın susam kepeğinden protein tozu elde etmek için daha avantajlı bir yöntem olduğu ifade edilebilir. Bu durum püskürterek kurutma işleminin termal bir uygulama olması sebebiyle proteinlerin ikincil ve üçüncül yapılarında denatürasyona sebebiyet vermesi ve sonuç olarak protein kayıplarının meydana gelmesiyle açıklanabilmektedir. Isı etkisiyle birlikte protein molekülleri esnek bir yapıya ulaşmakta ve bu da denatürasyon riskini artırmaktadır. Dondurarak kurutulmuş proteinler püskürterek kurutulan proteinlere göre daha az termal strese maruz kalmaları sebebiyle denatürasyon kaynaklı kayıp yaşanma ihtimali daha düşüktür (Haque ve Adhikari, 2015). Konuyla ilgili yapılan bazı literatür bulguları Çizelge 13'te verilmiştir.

Çizelge 13. Farklı kurutma yöntemleriyle elde edilmiş bitki kaynaklı protein tozlarının protein içerikleri

Kaynak	Kurutma yöntemi	Protein miktarı (%)	Referans
Soya	Dondurarak	90,2	Wang vd. (2019)
Avokado	Dondurarak	69,3	Wang vd. (2019)
Hindistan cevizi atıkları	Püskürtmeli	33,0	Naik, vd. (2012)
Mercimek	Püskürtmeli/ Dondurarak	91,4/90,2	Joshi vd. (2011)
Barbunya/Bezelye/Börülce kabuğu	Dondurarak	19,2/25,5/41,2	Kızılalp ve Dirim (2019)

4.4. Susam Kepeği ile Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Toz Örneklerin Mineral Madde ve Amino Asit Kompozisyonu

4.4.1. Mineral Madde Kompozisyonu

Susam tohumları genel olarak fosfor, demir, magnezyum, bakır, kalsiyum gibi mineraller; B₃ (niasin), B₁ (tiamin) ve E (tokoferol) vitaminleri ile diğer eser elementler bakımından oldukça zengindirler (Bedigian, 2004). Susam kepeği ise genellikle

değerlendirilmeden atılan veya hayvan yemi olarak kullanılan bir yan ürün olmasına karşın yapılan bazı çalışmalarda kabızlık, diyabet ve obezite gibi sağlık problemlerinde faydalı etkileri olduğu bilinen diyet lifince zengin olduğu belirlenmiştir (Ortega-Hernandez vd., 2018). Bununla birlikte fenolik bileşikler, lignanlar (sesamol, sesamin, sesamolin) ve potasyum, fosfor, magnezyum, kalsiyum gibi çeşitli hayati mineralleri yüksek oranlarda içerdiği yapılan çalışmalarda belirlenmiştir (Ortega-Hernandez vd., 2018; Görgüç vd., 2019).

Susam kepeği ile püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işlem koşullarının susam kepeğinden elde edilen protein tozlarının toplam mineral madde kompozisyonu üzerine etkileri incelenmiş ve elde edilen değerler Çizelge 14’de verilmiştir.

Çizelge 14. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarına ait mineral madde kompozisyonu

Mineral	Susam kepeği (mg/kg)	Püskürtmeli kurutma (mg/kg)	Dondurarak kurutma (mg/kg)
Demir	818,30 ± 13,58 ^b	43,55 ± 0,57 ^a	63,73 ± 0,63 ^a
Çinko	48,64 ± 0,90 ^c	14,37 ± 0,19 ^a	21,40 ± 0,39 ^b
Bakır	20,70 ± 0,42 ^a	30,51 ± 0,23 ^b	35,76 ± 0,34 ^c
Potasyum	3.360,5 ± 30,41 ^a	12.920 ± 70,70 ^c	11.910 ± 70,70 ^b
Mangan	38,65 ± 1,49 ^c	3,83 ± 0,76 ^a	8,02 ± 0,14 ^b
Magnezyum	1.982,50 ± 7,78 ^a	2.058 ± 104,70 ^a	1.983,5 ± 24,75 ^a
Fosfor	5.247,82 ± 159,59 ^c	1.932 ± 65,13 ^a	3.493,3 ± 112,90 ^b
Kalsiyum	64.490 ± 1.569,78 ^b	3.049,5 ± 17,90 ^a	2.874,5 ± 41,70 ^a

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

Veriler incelendiğinde susam kepeğinin en baskın mineralleri sırasıyla kalsiyum, fosfor, potasyum ve magnezyumdur. Susam kepeğinden püskürtmeli ve dondurarak kurutma ile elde edilmiş protein tozlarının mineral madde bileşimi incelendiğinde sodyum ve potasyumun en baskın mineraller olduğu görülmektedir. Sousa vd. (2019), mısır kepeğinin en baskın mineral madde içeriğini potasyum (7.930 mg/kg), fosfor (7.100 mg/kg) ve magnezyum (2.260 mg/kg) olarak belirlemişlerdir. Mısır kepeğinin sahip olduğu kalsiyum (300 mg/kg), demir (36,5 mg/kg), bakır (37,8 mg/kg) ve çinko (4,7 mg/kg) değerleri ise susam kepeğine oranla oldukça

düşük seviyededir. Tayengwa vd. (2020), çalışmalarında buğday kepeğinde potasyum (12.700 mg/kg) ve fosforu (10900 mg/kg) baskın mineralleri olarak belirlerken yine kalsiyum (1.500 mg/kg), magnezyum (4400 mg/kg), sodyum (600 mg/kg), demir (200 mg/kg), çinko (86,7 mg/kg) ve bakır (12,2 mg/kg) değerlerini susam kepeğine kıyasla düşük değerlerde belirlemişlerdir. Rubio vd. (2018), buğday kepeği, yulaf kepeği, susam tohumu, keten tohumu ve çiya tohumunun kimyasal bileşimini değerlendirdikleri çalışmalarında kalsiyum miktarlarını sırasıyla 415, 383, 4.349, 1.053 ve 2.556 mg/kg olarak ifade etmişlerdir. Bu sonuçlar incelendiğinde susam tohumunun en yüksek kalsiyum içeriğine sahip olduğu, mevcut çalışmada ise incelenen susam kepeği protein tozunun kalsiyum içeriğinin bahsi geçen örneklerle ait değerlerden oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Aynı çalışma ile kıyaslandığında susam kepeği protein tozuna ait potasyum ve magnezyum konsantrasyonları en yüksek değerlere, diğer mineral maddeler ile ise benzer içeriklere sahiptir. Elde edilen veriler susam kepeği protein tozunun makro ve özellikle mikro mineraller açısından zengin bir kaynak olduğunu göstermektedir. Protein tozlarının mineral içerikleri kurutma işlemine göre incelendiğinde dondurarak kurutma işleminin mikromineraleri, püskürtmeli kurutma işleminin ise makromineraleri daha iyi oranda muhafaza ettiği ifade edilebilir.

4.4.2. Amino Asit Kompozisyonu

Susam kepeği ile susam kepeğinden protein tozu üretiminde püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işlem koşullarının amino asit kompozisyonu üzerine etkileri incelenmiş ve elde edilen ortalama değerler Çizelge 15'te verilmiştir.

Susam kepeğinde en yüksek miktarda bulunan amino asitler sırasıyla glutamik asit ve aspartik asit, en düşük miktarda bulunan amino asitler ise triptofan ve metiyonin olarak belirlenmiştir. Susam kepeğinin amino asit kompozisyonu kurutulmuş örnekler ile kıyaslandığında toz örneklerin susam kepeğine kıyasla oldukça yüksek amino asit içeriğine sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca, susam kepeği toplam protein oranı %23,6; püskürtmeli kurutma ile elde edilen protein tozunun %50,2; dondurarak kurutulmuş protein tozunun ise %58,7 olarak tespit edilmiştir. Bu durum püskürtmeli ve dondurarak kurutulmuş protein tozlarının amino asit kompozisyonundaki artışı açıklamaktadır. Her iki çizelgeden de anlaşılacağı üzere susam kepeklerinden elde edilen protein tozlarının protein ve amino asit içeriklerinde büyük oranda artış sağlanmıştır. Dolayısıyla protein ve amino asit içeriği yüksek

protein tozları elde edilmiştir. Kurutma yöntemlerinin amino asit kompozisyonuna etkisi incelendiğinde ise dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen tozlara ait amino asit değerlerinin püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozların amino asit değerlerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Püskürtmeli kurutma yönteminin (913 mg/100 g) dondurarak kurutma yöntemine (406 mg/100 g) kıyasla daha fazla oranda içerdiği amino asit ise kükürtlü esansiyel amino asit grubunda yer alan, diğer bitki kaynaklarında eser miktarda bulunan metiyonin olarak belirlenmiştir. Buradan hareketle, uygun kurutma yöntemi belirlenirken diğer fonksiyonel özellikler de göz önünde bulundurularak hedeflenen amino asit grubuna göre karar verilebileceği ifade edilebilir. Protein ve amino asitlerin termal işlemlerden kolaylıkla etkilenebilen moleküller olduğu ifade edilmektedir. Dolayısıyla, süblimasyon enerjisine dayanan dondurarak kurutma işleminin termal bir işlem olan püskürtmeli kurutma işlemine göre susam kepeği protein tozunun amino asit değerlerini daha iyi koruduğu yorumu yapılabilir. Buna karşın, her iki kurutma yönteminde de miktar farklılıklarına karşın en baskın amino asitler glutamik asit, arjinin, lösin, aspartik asit ve glisin olarak belirlenmiştir.

Çizelge 15. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarına ait amino asit kompozisyonu

Amino asit	Susam kepeği (mg/100 g)	Püskürtmeli kurutma (mg/100 g)	Dondurarak kurutma (mg/100 g)
Aspartik asit	1.313,0 ± 25,46 ^a	3.072,0 ± 48,08 ^b	3.660,0 ± 50,91 ^c
Glutamik asit	3.783,5 ± 13,44 ^a	9.249,0 ± 113,10 ^b	10.398,0 ± 107,48 ^c
Serin	601,0 ± 8,49 ^a	1.975,5 ± 9,19 ^b	2.084,5 ± 17,68 ^c
Glisin	623,0 ± 9,90 ^a	3.348,0 ± 0,07 ^b	3.552,5 ± 3,54 ^c
Histidin	467,5 ± 9,19 ^a	939,5 ± 2,12 ^b	1.073,5 ± 2,12 ^c
Arjinin	635,0 ± 8,49 ^a	4.251,5 ± 17,68 ^b	5.150,5 ± 170,41 ^c
Treonin ^e	473,5 ± 23,33 ^a	1.562,0 ± 22,63 ^b	1.623,0 ± 79,20 ^b
Alanin	572,0 ± 29,70 ^a	2.783,5 ± 27,58 ^b	2.914,5 ± 40,31 ^c
Prolin	489,0 ± 25,46 ^a	2.219,0 ± 18,38 ^b	2.454,5 ± 7,78 ^c
Tirozin	370,0 ± 4,24 ^a	1.495,0 ± 9,90 ^b	1.893,5 ± 6,36 ^c
Valin ^e	599,0 ± 12,73 ^a	2.646,5 ± 43,13 ^b	2.944,5 ± 26,70 ^c
Metiyonin ^e	221,0 ± 5,66 ^a	913,5 ± 2,12 ^c	406,0 ± 1,41 ^b
İzolösin ^e	469,5 ± 3,54 ^a	1.842,5 ± 30,41 ^b	2.139,5 ± 13,44 ^c
Lösin ^e	820,5 ± 10,61	3.371,5 ± 20,51	3.924,0 ± 15,70
Fenil alanin ^e	570,0 ± 22,63 ^a	2.292,5 ± 13,44 ^b	2.834,0 ± 7,07 ^c
Lizin ^e	374,5 ± 3,54 ^a	1.873,0 ± 7,10 ^b	2.304,0 ± 45,30 ^c
Triptofan ^e	197,5 ± 2,12 ^a	459,5 ± 2,12 ^b	463,5 ± 0,71 ^b

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

^e Esansiyel amino asit

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

Bitkiler temel protein üreticisi olarak önemli protein ve amino asit kaynaklarıdır. Bitki proteinlerinin gıda uygulamasında yararlı ve başarılı olabilmeleri için gerekli amino asitler açısından kaynak sağlaması gerekmektedir. Genel olarak, bir proteinin doğasını ve dolayısıyla

çeşitli fonksiyonel amaçlara uygunluğunun belirlenmesinde amino asit bileşimi, üç boyutlu yapı ve fonksiyonel özellikler (çözünürlük, hidrofobiklik, emülsifiye edici aktivite, vb.) gibi özellikleri incelenmektedir (Wang ve Kinsella, 1976).

4.5. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Toz Örneklerin Renk Özellikleri

Susam kepeğinden püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozlarına ait renk özelliklerinin ve kurutma yönteminin renk üzerindeki etkilerinin belirlenmesi için L^* , a^* , b^* , C^* ve h° değerleri ölçülmüş ve elde edilen değerler Çizelge 16'da sunulmuştur. Rengi değerlendirmek için CIELAB (Commission Internationale de l'éclairage, L, a, b) kolorimetrik sistem indeksleri kullanılarak L^* (açıklık; siyah için $L^*=0$, beyaz için $L^*=100$), a^* (yeşil için $a^*<0$, kırmızı için $a^*>0$) ve b^* (mavi için $b^*<0$, sarı için $b^*>0$) değerleri belirlenmiştir. Hue değeri ise 0° , 90° , 180° ve 270° 'de sırasıyla kırmızı, sarı, yeşil ve mavinin saf renk tonlarını göstermektedir (Santhalakshmy vd., 2015). Püskürterek kurutulmuş (a) ve dondurarak kurutulmuş (b) toz örneklerine ait görseller de ölçülen renk değerleri ile karşılaştırmak adına Resim 6'da verilmiştir.



(a)

(b)

Resim 6. Püskürterek (a) ve dondurarak (b) kurutulmuş toz örneklerinin genel görünümü

Çizelge 16. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen toz örneklerin renk özelliklerine ilişkin veriler

Renk parametresi	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma
L*	71,41 ± 1,96 ^b	59,46 ± 0,39 ^a
a*	6,86 ± 1,00 ^a	7,39 ± 0,08 ^a
b*	16,16 ± 1,34 ^b	13,23 ± 0,18 ^a
C*	17,56 ± 1,61 ^a	15,15 ± 0,20 ^a
h°	67,08 ± 1,51 ^b	60,82 ± 0,06 ^a

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

Resim 6 incelendiğinde dondurarak kurutma ile elde edilen protein tozlarının püskürterek kurutulan örneğe kıyasla daha koyu bir renkte olduğu görülmektedir. Bu durumu destekler nitelikte, Çizelge 16'da yer alan açıklık/koyuluk/parlaklık özellikleriyle ilişkilendirilen L* değerleri incelendiğinde dondurarak kurutulmuş protein tozuna ait L* değerinin (59,46) püskürterek kurutulmuş toza ait L* değerinden (71,41) daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durumda L* değerinde 100'e yaklaştıkça rengin daha da açıldığı bilindiğine göre ikinci (b) örneğin daha koyu olması sonuçlarla paralellik göstermektedir. Püskürtmeli kurutma işleminde hava giriş sıcaklığı çok yüksek ise veya toz, kurutucu duvarlarında çok uzun süre kalırsa renk bozulması meydana gelebilmektedir. Bu durum da düşük L* değerlerine neden olmaktadır (Huntington, 2004). Daha yüksek bir sıcaklıkta numunelerin daha düşük nem içeriğine sahip olması ve bu nedenle daha konsantre olmasıyla ya da daha yüksek sıcaklıklarda daha olası olan Maillard reaksiyonunun meydana gelmesi ile açıklanabilir (Tonon vd., 2009). Daza vd. (2016), püskürterek kurutma hava giriş sıcaklığının 120 °C'den 160 °C'ye çıkarılması sonucu toz ürünün L* değerinin azaldığını, buna karşın kontrol amaçlı dondurarak kuruttukları örneğin ise en düşük L* değerine sahip olduğunu tespit etmişlerdir. Bu konuyla ilgili olarak Capeda vd. (1998), bakladan püskürtmeli ve

dondurarak kurutma işlemleriyle elde ettikleri protein tozlarının renk özelliklerine ilişkin çalışmalarında benzer sonuca ulaşmışlardır. Yapılan diğer çalışmalar incelendiğinde, Joshi vd. (2011), mercimekten püskürtmeli kurutma ile elde ettikleri protein tozunun ($L^*=92,0$) dondurarak kurutma ile elde edilen örnek ile ($L^*=82,2$) benzer L^* değerine sahip olduğunu bildirmişlerdir. Mevcut çalışma sonuçlarına benzer olarak Sathivel vd. (2009), püskürtmeli kurutma ile elde ettikleri kedibalgı yumurtası tozunda L^* , a^* , b^* , C^* ve h° değerlerini sırasıyla 71,7; 3,9; 28,8; 29,1 ve 88,3 olarak rapor etmişlerdir. Buna karşın Pires vd. (2012), dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen balık tozuna ait L^* ve h° renk değerlerini sırasıyla 76,78 ve 74,34; yumurta beyazı tozununkini ise 90,24 ve 86,59 olarak belirlemişlerdir. Barbosa vd. (2015) ise probiyotik portakal suyu tozunun L^* değerini püskürtmeli kurutma sonucu 64,44; liyofilize örnekte ise 72,11 olarak bildirmişlerdir. Yazarlar bu durumu maltodekstrin ilavesi ile açıklamışlardır. Naik vd. (2012), rengini kırık beyaz olarak tarif ettikleri hindistan cevizi tozunun L^* değerini 91,09; Gong vd. (2007) ise dondurarak kurutma ile elde ettikleri lahana tozunda L^* değerini 60,01 olarak rapor etmiştir.

Her iki kurutma yöntemiyle elde edilen protein tozları için a^* parametresi, kırmızımsı bir renge doğru hafif düşük pozitif değerler, b^* parametresiyle ilgili olarak ise her iki toz örnek de sarı renge bir eğilim gösteren pozitif değerler göstermiştir. Dondurarak kurutulmuş toza ait L^* , a^* ve b^* değerleri sırasıyla 59,46; 7,39 ve 13,23 olarak belirlenmiştir. Bu durum ise liyofilize tozda püskürterek kurutulan örneğe kıyasla daha düşük parlaklık ve sarı tonların daha baskın olduğuna işaret etmektedir. Bununla birlikte, püskürterek kurutulmuş tozun kırmızılık değeri daha düşük çıkmıştır. Her iki yöntemle elde edilen tozların h° değerleri kıyaslandığında da püskürtmeli kurutma işleminden elde edilen tozlarda daha yüksek bir değer elde edilmiştir. Literatürde bildirilen sonuçlar arasındaki farklılıklar ise püskürtmeli kurutma işlemi uygulanan örneklerde bileşenlerin termal işlemlere karşı duyarlı olması veya dondurarak kurutma işlemlerinde uzun işlem süresi boyunca soğuk uygulama sonucu numunede yanıkların oluşması ile açıklanabilir.

4.6. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Örneklerin Toz Ürün Özellikleri

Susam kepeğinden püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozlarının toz ürün özelliklerine ait değerler Çizelge 17’de sunulmuştur.

Çizelge 17. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen toz örneklerin bazı toz özelliklerine ilişkin veriler

Parametre	Birim	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma
Yığın yoğunluğu	g/cm ³	0,32 ± 0,01 ^b	0,13 ± 0,01 ^a
Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu	g/cm ³	0,52 ± 0,03 ^b	0,21 ± 0,02 ^a
Akabilirlik	%	38,5 ± 1,45 ^a	38,1 ± 0,00 ^a
Islanabilirlik	sn	137,5 ± 9,19 ^b	2,30 ± 0,57 ^a
Dağılabilirlik	%	59,6 ± 2,67 ^a	98,6 ± 0,47 ^b
Partikül yoğunluğu	g/cm ³	1,3 ± 32,7 ^a	1,5 ± 51,3 ^b

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

4.6.1. Yığın Yoğunluğu (ρ_b) ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu (ρ_t)

Bir tozun yığın yoğunluğu (ρ_b), kütlesinin tozun kapladığı hacme bölümü ya da birim hacminin ağırlığı olarak tanımlanmaktadır (Abdullah ve Geldart, 1999). Kurutulan ürünlerde kurutma yöntemine ve kurutma koşullarına bağlı olarak büzülme meydana gelebilmekte, kurutulmuş gıda ürününün kaybettiği su miktarına bağlı olarak da hacminde ve ağırlığında oluşan kayıplar ürünün yığın yoğunluğunda değişim meydana getirmektedir (Ratti, 1994). Gıda tozlarının yüksek yığın yoğunluğuna sahip olmaları, nakliye ve ambalajlama maliyetlerini azaltmaya yardımcı olmasının yanı sıra ticari ve fonksiyonel olarak önemli bir avantaj sağlamaktadır. Ambalajlama işlemlerinde genellikle ağırlık dolumu yerine hacim dolumu esas alınması, ayrıca akışkanlık ve çözünürlük gibi diğer toz özelliklerini de etkilemesi sebebiyle yığın yoğunluğunun belirlenmesi önem arz etmektedir (Bicudo vd., 2015). Düşük yığın yoğunluğu değeri topaklanma ile karakterize edilen bir toz özelliğidir (Barbosa-C'anvas ve Juliano 2005). Bu tip ürünlerde tanecikler arası boşlukların daha fazla hava barındırması sebebiyle oksidasyon riski artmaktadır (Koç vd., 2011).

Çizelge 17’de püskürtmeli kurutulmuş susam kepeği protein tozlarının ρ_b değeri (0,32 g/cm³) ve dondurarak kurutulmuş örneklerin ρ_b değeri (0,13 g/cm³) incelendiğinde püskürtmeli kurutma örneklerinin daha yüksek değere sahip olduğu ve dolayısıyla püskürtmeli kurutmanın yığın özellikleri açısından daha etkili bir kurutma işlemi olduğu anlaşılmaktadır. Naik vd. (2012), püskürtmeli kurutma ile elde ettikleri hindistan cevizi tozu, soya protein tozu ve yağsız süt tozuna ait ρ_b değerlerini sırasıyla 0,35; 0,42 ve 0,51 g/cm³ olarak bildirmişlerdir. Santhalakshmy vd. (2015), püskürtmeli kurutma işlem koşullarının etkisini inceledikleri çalışmalarında farklı giriş sıcaklıkları (40 – 160 °C) kullanılarak kurutulan jamun meyvesi tozunun ρ_b değerini 0,25 – 0,29 g/cm³ aralığında tespit etmişlerdir. Dirim ve Çalışkan (2012) ise dondurarak kurutulmuş balkabağı tozunda ρ_b değerini 0,11 g/cm³ olarak rapor etmişlerdir. Tüm bu değerler mevcut çalışma bulguları ile paralellik göstermektedir. Farklı olarak Laokuldilok ve Kanha (2015), siyah pirinç kepeğinden püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde ettikleri antosiyanin tozlarının ρ_b değerlerini sırasıyla 0,29 ve 0,34 g/cm³ olarak tespit etmişlerdir, ancak bu çalışmada taşıyıcı ajan olarak maltodekstrin kullanılmıştır. Bir tozun yığın yoğunluğu, sıkıştırma, konsolidasyon gibi partiküllerin yerleşim şekline bağlı olarak değişebilmektedir. Bu sebeple belirli bir toz için belirlenmiş sabit bir değer bulunmamaktadır (Abdullah ve Gelgart, 1999).

Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (ρ_t), bir miktar tozun belirli koşullar altında sıkıştırılmasının ardından belirlenen yoğunluğudur (Sharma ve Singh, 2012). Vurma etkisiyle birlikte toz partikülleri hareketlenmekte ve birbirleriyle olan temasları kısa süreliğine kesilmektedir. Bu işlemle partiküller arasındaki sürtünmenin azaltılması amaçlanmaktadır. Yapışkan yapıdaki toz ürünler bu işlem sonucunda daha fazla çökme eğilimi gösterirken normal yapıdaki tozlarda bir araya gelme eğilimi daha az olmaktadır (Abdullah ve Gelgart, 1999). Bir tozun sıkıştırılabilir yoğunluğu, tozlar arası etkileşimin ve kararlılığın bir ölçüsü olarak tanımlanmaktadır (Tripathi vd., 2013). Çizelge 17 incelendiğinde püskürtmeli (0,52 g/cm³) ve dondurarak (0,21 g/cm³) kurutulmuş tozlara ait ρ_t değerinin ρ_b değerlerine paralellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu arasındaki fark partikül malzemelerin akış davranışını ifade etmekte, farkın az olması ise toz ürünlerin iyi bir akış özelliği gösterdiği anlamına gelmektedir (Couto vd., 2011). Bu bilgiye dayanarak, çalışmada her iki kurutma yöntemiyle elde edilen tozların ρ_b ve ρ_t değerleri arasındaki farkın yüksek olması, her iki yöntemle kurutulmuş protein tozunun da arzu edilmeyen bir akış

özelliğine sahip olduğuna işaret etmektedir. Yapılan literatür çalışmalarında püskürtmeli kurutma işlem koşullarının tozların fonksiyonel özellikleri (akış özellikleri, dağılılabirliği, sıkıştırılabilirliği, depolama stabilitesi vb.) üzerinde etkisinin olduğu bildirilmektedir (Haque vd., 2015). Örnek olarak ρ_b değerinin atomizasyon hızının artırılması ile arttığı, hava giriş sıcaklığının artırılması ile ise azaldığı tespit edilmiştir (Tee vd., 2012). Dolayısıyla püskürtmeli kurutma işlemi esnasında dışarıdan müdahale edilerek toz ürün özellikleri kontrol edilebilmektedir. Bunun yanında kurutulmuş toz ürünlerin fonksiyonel özellikleri malzemenin yapısına bağlı olarak da farklılık gösterebilmektedir.

4.6.2. Akabilirlik

Akışkanlık veya akabilirlik, toz parçacıklarının akış kolaylığı sağlayacak biçimde hareket etmesi anlamına gelen ve toz ürünlerde arzu edilen bir özelliktir (Kim vd., 2005). Zayıf toz akışında rol oynayan ana faktörler; yüzey yükleri, parçacıklar arası kilitleme ve zayıf küresellikten kaynaklanan parçacıklar arası yüksek sürtünme kuvveti ve kohezyon kuvvetleridir (Bhandari, 2013). Akabilirlik değeri büyük ölçüde parçacık boyutu ve dağılımı ile yüzey kimyasal bileşimine bağlı olarak değişmektedir (Kim vd., 2005). Genel olarak, iyi akış özelliklerine sahip tozlar büyük yığın halindeki tozlar olarak nitelendirilmektedir (Ilari ve Loisel, 1991). Büyük granüllü moleküllerin akabilir hale getirilmesinin daha kolay olduğu ve sıvının içine batırıldığı toz kütesine nüfuz etmesi için gözenek kanallarını daha büyük hale getirdiği belirtilmektedir (Chen, 1992).

Protein tozu örneklerinin akabilirlik değerleri; yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerlerinden hesaplanmış ve elde edilen veriler Carr indeks terimi (CI) (Carr, 1965) çizelgesine (Çizelge 8) dayanarak yorumlanmıştır. Çizelge 17 incelendiğinde püskürtmekle kurutulmuş tozların akabilirlik değeri %38,5 iken liyofilize tozlarda bu değer %38,1 olarak tespit edilmiştir ve istatistiki bir fark tespit edilememiştir. Elde edilen bu veriler CI çizelgesine göre incelendiğinde, her iki kurutma yöntemiyle elde edilen tozların akış özelliğinin kötü olarak ifade edilen aralıkta bulunduğu görülmektedir. Bu durum yığın ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri arasındaki farkın yüksek bulunduğu sonuçlarla da uyumludur. Bir diğer ifadeyle bu değerler arasındaki fark ne kadar düşük ise toz ürünün akma özelliği o kadar iyi olacaktır. Yapılan diğer çalışmalar incelendiğinde, Cao vd. (2020), püskürtmeli olarak kurutulmuş karpuz tohumu protein tozunun CI değerini %21,48 – 26,97 aralığında tespit etmişlerdir. Bu sonuçlar da tozların kabul edilebilir akışkanlığa sahip

olduğunu göstermektedir. Gökkaya-Erdem ve Kaya (2021), dondurarak kurutulmuş soya protein izolatlarının CI değerini mevcut çalışma ile benzer olarak, akabilirliğin kötü olarak değerlendirildiği aralıkta %36 olarak belirlemişlerdir. Zafisah vd. (2018) ise püskürtmeli dondurarak kuruttukları hindistancevizi sütü tozununda CI değerlerini sırasıyla %12,82 ve %53,58 olarak ölçmüşlerdir.

4.6.3. Islanabilirlik ve Dağılabilirlik

Gıdaların yapısındaki protein, karbonhidrat, yağ ve mineraller aktif hidrasyon bölgelerindeki su moleküllerini absorbe edebilmektedirler. Özellikle geniş ara yüzey alanına sahip toz ürünler için bu durum daha önemli hale gelmektedir. Su absorpsiyon miktarı ve oranı kütle ve parçacıkların yüzey bileşimine, parçacık boyutuna, iç gözenekliliğine ve moleküler yapıya bağlı olarak değişmektedir. Ayrıca toz ürünler, suyun yavaş nüfuz etmesine neden olan çeşitli boyutlarda kılcal ve gözenekli yapılara sahiptirler. Diğer yandan, yüksek miktarda düşük molekül ağırlıklı karbonhidrat veya protein içeren tozlar higroskopik davranış göstermekte (kuvvetli nem bağlayıcı), bu durum ise tozların çözünabilirliğini artırmaktadır. Sıvı bir ortam içerisinde dağılan/çözünen bir toz üründe dört temel özellik ön plana çıkmaktadır: Islanabilirlik, çökebilirlik, dağılabilirlik ve çözünürlük (Bhandari, 2013).

Islanabilirlik, toz ürünlerin suya veya bir çözeltiliye döküldüğü andan itibaren sıvı yüzeyin üzerindeki tüm parçacıkların sıvı yüzeyinin altına düştüğü ana kadar geçen süre olarak tanımlanabilir. Kısaca, kuru tozun tamamen sıvı içerisine dahil edilmesi islanabilirlik, tozun suda dağılması ise dağılabilirlik olarak ifade edilebilmektedir (Chen, 1992).

Püskürtmeli ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarına ait islanabilirlik ve dağılabilirlik sonuçları Çizelge 17’de verilmiştir. Çizelgedeki veriler incelendiğinde püskürterek kurutulmuş toz için islanabilirlik değeri 137,5 sn; dondurarak kurutulmuş ürün için ise 2,3 sn olarak ölçülmüş; örnekler arasında önemli ölçüde bir fark ($P<0,05$) tespit edilmiştir. Islanabilirlik süresindeki artış islanabilirliğin azalması anlamına gelmektedir (Chegini ve Ghobadian, 2005). Bu durumda püskürterek kurutulan tozların islanabilirliği dondurarak kurutulan tozlarından düşüktür denilebilir. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen toza ait yığın yoğunluğu değeri, bir diğer deyişle birim hacimdeki ağırlık miktarı dondurarak kurutulmuş toz üründen daha yüksektir.

Küçük parçacıklı yapıya sahip tozlar, ıslatma işlemi sırasında dağılması daha zor olan oldukça viskoz bir tabaka oluşturmaya meyillidirler. Bunun sebebi ise ıslatma için kullanılan sıvının toz kütlesine nüfuz etmesi ile birlikte viskoz bir çözelti oluşturan duvar malzemesini çözerek kılcal hareketin zayıflaması için ara yüzey gerilimini düşürmesidir. Islak viskoz tabakanın oluşumu ise daha fazla sıvı penetrasyonunu önlemektedir. Bu sebeple ıslanabilirliğin ve hatta dağılılabirliğin tozların yüzey bileşiminden, aglomerasyon derecesi ve aglomera yapısından güçlü bir şekilde etkilendiğini söylemek mümkündür.

Birincil partiküller arasında güçlü bağlara sahip ve mekanik açıdan güçlü aglomeralar iyi ıslanabilirliğe, buna karşın zayıf dağılılabirlik özelliğine sahip olabilmektedir. Bu durum, yüksek kaliteli toz ürünleri elde etmek için büyük önem taşımaktadır (Chen ve Özkan, 2007). ıslanabilirliğin toz ürünün partikül boyutundan etkilendiği yönünde bulgular mevcuttur. Bu çalışmalarda büyük parçacıkların yüksek derecede gözenekli yapıları sayesinde ıslanabilirlik sürelerinin küçük parçacıklara oranla daha düşük olduğu bildirilmiştir (Gaiani vd., 2005; Ji vd., 2015). Küçük tanecikler ise büyük taneciklere kıyasla daha çok su absorblayabilirler ve bu sebeple daha az akabilirliğe ve ıslanabilirliğe sahiptirler (Fournaise vd., 2020). Püskürtmeli kurutma işleminde genellikle homojen olmayan partiküller oluşmaktadır (Koç vd., 2012).

Mevcut tez çalışmasında elde edilen protein tozunun heterojen partikül yapısının ıslanabilirlik özelliklerini olumsuz etkilemiş olabileceği düşünülmektedir. SEM görüntüleri de (Resim 9) liyofilize toz örneklerin ıslanabilirlik süresinin kısa olmasını ve dolayısıyla ıslanabilirliğinin yüksek olmasını destekler niteliktedir. Liyofilizasyon işleminde hızlı dondurma, parçacıklar arasında gözenekler bırakan buz kristalleri oluştururken ürünün fiziksel özelliklerini değiştirebilmektedir (Berghout vd., 2015). Rasekh (1974), balık proteini konsantrelerinde dondurarak kurutma işleminin tozların hidrofobik karakterini değiştirerek daha kolay ıslanmasını sağladığını belirlemiştir. Benzer şekilde Capeda vd. (1998), daha fazla gözenekli yapıya sahip dondurarak kurutma ile elde edilen protein tozlarının püskürtmeli kurutma ile üretilen tozlara oranla daha kısa ıslanma süresine sahip olduğunu tespit etmişlerdir.

Dağılılabirlik analizi, işlem sırasında proteine ısı uygulamasının etkisinin değerlendirilmesinde kullanılan önemli bir analiz yöntemidir. Artan sıcaklığın etkisiyle denatürasyona uğrayan protein tozlarının sabit bir dağılılabirlik göstermediği belirtilmektedir (Hall ve Hedrick, 1975). Bir tozun iyi dağılılabir özellik göstermesi ıslanabilirlik değerine

bağlıdır (Naik vd., 2012). Ayrıca daha yüksek dağılıbilirlik, daha az topak oluşumu anlamına gelmektedir (Laokuldilok ve Kanha, 2015). Çizelge 17 incelendiğinde liyofilize protein tozunun dağılıbilirlik değeri %98,6 olarak belirlenmiştir. Bu değer püskürtmeli kurutulmuş örneğin dağılıbilirlik değerinden (%59,6) oldukça yüksektir. İki kurutma işleminden elde edilen tozların dağılıbilirlik değerlerinde oluşan bu fark püskürtmeli kurutma işlemi sırasında protein tozunun sıcaklığın etkisiyle denatürasyona uğramış olmasıyla açıklanabilmektedir. Elde edilen bu veriler ıslanabilirlik özellikleriyle uyumluluk göstermektedir.

4.6.4. Partikül Yoğunluğu

Partikül yoğunluğu kapalı gözenekler içeren bir parçacığın birim hacmi başına sahip olduğu kütledir. Görünür partikül yoğunluğunun ölçümü için gaz ve sıvı piknometri gibi gaz veya sıvı yer değiştirme yöntemleri kullanılmaktadır (Sharma vd., 2012). İki farklı kurutma metoduyla elde edilmiş susam kepeği protein tozu örneklerinin partikül yoğunluğu değerleri Çizelge 17’de verilmiştir. Örneklerin partikül yoğunlukları püskürtmeli kurutma için 1,3 g/cm³ ve dondurarak kurutma için 1,5 g/cm³ olarak hesaplanmıştır.

Katı konsantrasyonunun artması, tozun partikül yoğunluğunu artırıcı bir faktördür. Liyofilize örneklerde kuru madde miktarının püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklere oranla daha yüksek olması da liyofilize örneklerin partikül yoğunluğunun daha yüksek çıkmasını destekler niteliktedir. Ayrıca daha yüksek kurutma sıcaklığı, partiküllerin şişmesine ve tozun yığın yoğunluğunun azalmasına neden olmaktadır (Haque vd., 2015). Dolayısıyla termal bir işlem olan püskürtmeli kurutmanın daha düşük partikül yoğunluğuna neden olması olası bir durumdur. Goula ve Adamopoulos (2005), yaptıkları çalışmada daha küçük partikül boyutuna sahip domates tozlarının daha yüksek yığın yoğunluğuna sahip olduğunu gözlemlemiştir. Gong vd. (2016) ise püskürtmeli ve dondurularak kurutulmuş tozların morfolojisindeki farklılıkların tozların fonksiyonel özelliklerde farklılığa neden olabildiğini bildirmişlerdir.

4.7. Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleriyle Elde Edilen Toz Örneklerin Bazı Kimyasal Özellikleri

Araştırmada susam kepeği ile susam kepeğinden püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozuna uygulanan kimyasal ve fizikokimyasal analiz sonuçları Çizelge 18’de sunulmuştur.

Proteinlerle ilişkili su miktarı, amino asit profili ile yakından ilgilidir. Yüklü kalıntıların sayısı ise konformasyon, hidrofobiklik, pH, sıcaklık, iyonik kuvvet ve protein konsantrasyonu ile birlikte artma eğilimi göstermektedir. Proteinlerin doğal yapısı, amino asitlerin su ile etkileşimlerinin bir sonucu olarak ortaya çıkmaktadır. Bazı fonksiyonel özellikler ise protein-su etkileşimlerinin termodinamik açıdan olumlu (ıslanabilirlik, su tutma ve çözünürlük) veya olumsuz (köpüklenme, emülsifikasyon) bir sonucu olarak yorumlanabilmektedir (Damodaran, 1997).

Çizelge 18. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen protein tozlarına uygulanan kimyasal ve fizikokimyasal analiz sonuçları

Parametre	Püskürtmeli	Dondurarak
	kurutma	kurutma
Protein çözünürlüğü (%)	71,9 ± 3,08 ^a	74,1 ± 0,0 ^a
Su tutma kapasitesi (g su/g protein)	0,94 ± 0,09 ^b	0,28 ± 0,14 ^a
Yağ bağlama kapasitesi (g yağ/g protein)	3,45 ± 0,15 ^a	5,34 ± 2,04 ^a
Emülsiyon aktivitesi (%)	48,6 ± 4,04 ^a	43,7 ± 2,86 ^a
Emülsiyon stabilitesi (%)	47,9 ± 4,94 ^a	44,4 ± 2,08 ^a
Köpük kapasitesi (%)	30,0 ± 0,0 ^a	35,0 ± 7,07 ^b
Köpük stabilitesi (%)	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

4.7.1. Protein Çözünürlüğü

Protein çözünürlüğü, toz ürünündeki protein kalitesini belirleyen birçok fonksiyonel özelliği doğrudan etkilediğinden kritik bir öneme sahiptir. Protein tozu elde edilirken karşılaşılan ana problemlerden birisi geri dönüşümsüz ve çözünmeyen bir protein agregası oluşumundan kaynaklı protein kısmi denatürasyonudur (Vojdani, 2006). Protein tozu elde etme yöntemleri, özellikle ısı işlem varlığı, protein çözünürlüğünü büyük ölçüde

etkilemektedir. Protein denatürasyonu sırasında çözünmez nitelikte bileşenler olduğundan çözünürlük değeri ısı işlemin şiddetine ve süresine bağlı olarak azalabilmektedir (Kinsella, 1982; Jindal ve Boonyai, 2001). Bu nedenle, bir protein tozunun çözünürlük özelliklerini inceleyerek protein denatürasyonu hakkında yorum yapmak mümkündür.

Mevcut tez çalışmasında susam kepeği protein izolatlarından püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilmiş protein tozlarının protein çözünürlüklerine ait veriler Çizelge 18’de verilmiştir. Proteinler genellikle izoelektrik noktada (pH 3.5 – 6.5) en düşük oranda çözünürlüğe sahiptir. Bu pH aralığındaki protein moleküllerinin elektrostatik kuvvetleri en düşük düzeye inmekte ve protein-protein etkileşimi artmaktadır. Bu sebeple protein molekülleri ile daha az su etkileşime girmektedir. Bu ortam, protein moleküllerinin birbirine yaklaşarak kümelenmesi ve çoğunlukla çökmesi için uygundur. Bir proteinin net negatif veya pozitif yüke sahip olduğu izoelektrik nokta üzerindeki ve altındaki pH değerlerinde, daha fazla su, yüklü protein gruplarıyla etkileşime girmektedir. Elektrostatik etkileşimler protein çözünürlüğünün artmasına katkıda bulunarak proteinin çözelti içerisinde çözünür durumda kalmasını sağlamaktadır (Wong vd., 1996). Bu sebeple protein çözünürlüğünü artırmaya yönelik olarak ilgili analizde tozların pH değerleri 12’ye ayarlanmıştır. Bu şartlarda protein çözünürlüğü değerleri püskürtmeli kurutma işlemi için %71,9; dondurarak kurutma için ise %74,1 olarak belirlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde liyofilize tozların daha yüksek protein çözünürlük değerine sahip olduğu buna karşın her iki kurutma yöntemi arasında istatistiki bir fark oluşmadığı görülmektedir. Dondurarak kurutulmuş tozların daha yüksek protein çözünürlüğü değerine sahip olması genellikle püskürtmeli kurutma işlemi sırasında denatürasyona uğramış proteinlerin varlığı ile ilişkilendirilmektedir. Capeda vd. (1998), dondurarak ve püskürtmeli kurutma yöntemleriyle elde ettikleri acı bakla proteini tozlarında her iki yöntem için de protein çözünürlüğünü %50’nin altında rapor etmişlerdir. Joshi vd. (2011) ise mevcut tez çalışmasının bulgularından farklı olarak püskürterek kurutulmuş mercimek proteini tozunda %81,2; dondurarak kurtulan örneklerde ise %78,4 değerlerini bildirmişlerdir. Farklı bulguların, protein çözünürlüğünü büyük ölçüde etkileyen farklı pH değerleri de dahil olmak üzere protein hazırlama ve çözünürlük ölçümü için kullanılan farklı yöntemlerden (Pickardt vd. 2009) veya işlem koşullarından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Ayrıca aşırı asidik veya bazik pH

değerlerinde protein molekülleri açılarak hidrofobik grupları açığa çıkarabilmekte (Wong vd., 1996), bu da elektrostatik itme kuvvetini artırarak çözünürlüğü etkileyebilmektedir.

4.7.2. Su Tutma Kapasitesi

Su tutma kapasitesi, protein ile su molekülleri arasındaki etkileşim sayesinde ürünün bir miktar su tutarak suyu hareketsiz hale getirme yeteneğini temsil etmektedir. Su tutma kapasitesi gıdalarda stabilite, doku ve lezzet iyileştirmede önemli bir rol oynamaktadır. Proteinlerin amino asit bileşimi, protein konformasyonu, yüzey polaritesi/hidrofobikliği gibi iç faktörler su tutma ve yağ bağlama kapasitelerini etkileyebilmektedir (Yu vd., 2007).

Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarına ait su tutma kapasitesine ilişkin veriler Çizelge 18’de verilmiştir. Püskürterek kurutulmuş örneklerin 0,94 g su/g protein ile liyofilize örneklere (0,28 g su/g protein) göre daha yüksek su tutma kapasitesine sahip olduğu görülmektedir. İki kurutma yönteminin farklı su tutma kapasitelerine sahip olması elde edilen tozların protein yapıları ve farklı hidrofiliteye sahip karbonhidrat fraksiyonlarının varlığı ile ilişkilendirilebilir (Adebowale ve Lawal, 2004). Literatürde su tutma kapasitesi ile protein çözünürlüğü arasında ters bir ilişki olduğu bildirilmektedir (Arrese vd., 1991).

Çizelge 18’de dondurarak kurutulmuş örneklerin daha yüksek protein çözünürlük değerine sahip olduğu görülmektedir. Dolayısıyla liyofilize örneklerin daha düşük su tutma özelliğine sahip olduğu yorumu yapılabilir. Mevcut çalışmada elde edilen su tutma değerleri de bu durumu destekler niteliktedir. Buna karşın yapılan bazı çalışmalarda dondurarak kurutulmuş örneklerin daha yüksek su tutma kapasitesine sahip olduğu rapor edilmiştir. Örneğin, Joshi vd. (2011), püskürtmeli kurutma yöntemi ile üretilen mercimek protein izolatlarında 0,43 g/g, dondurarak kurutma yöntemi ile üretilen örneklerde ise 0,48 g/g su tutma kapasitesi değerleri bildirmişlerdir. Liu vd. (2019), yer fıstığı protein tozlarında dondurarak kurutma sonucu elde edilen örneklerin (2,93 g/g) püskürtmeli kurutucu ile üretilen örneklere (2,88 g/g) kıyasla daha yüksek su tutma kapasitesine sahip olduğunu tespit etmişlerdir. Protein miktarı ve iyon türleri de proteinin su tutma kapasitesini etkileyen faktörler arasında yer almaktadır. Yazarlar bu durumu dondurarak kurutulmuş örneklerin daha amorf ve gözenekli bir yapıya sahip olmaları ile açıklamışlardır.

4.7.3. Yağ Bağlama Kapasitesi

Yağ bağlama kapasitesi, formüle gıdalarda kullanılan bileşenlere ait önemli bir özelliktir. Lezzeti muhafaza etmek ve ürünlerin lezzetini artırmak için yüksek yağ tutma kapasitesi arzu edilmektedir (Tiwari vd., 2008). Proteinlerin yağ bağlama yeteneği sosis, kek hamuru, mayonez ve salata sosları gibi gıdaların formülasyonunda büyük öneme sahiptir (Chandi ve Sogi, 2007).

Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarına ait yağ bağlama kapasiteleri Çizelge 18’de verilmiştir. Bu veriler doğrultusunda, dondurarak kurutulan tozlara ait yağ bağlama kapasitesi değerinin (5,34 g yağ/g protein) püskürterek kurutulmuş toz örneklerin yağ bağlama kapasitesinden (3,45 g yağ/g protein) yüksek olduğu buna karşın istatistiki bir fark yaratmadığı görülmektedir. Dondurarak kurutma ile elde edilen daha yüksek yağ bağlama kapasitesi, tozların yağın daha yüksek ve daha hızlı absorpsiyonunu kolaylaştıran gözenekli bir yapıya sahip olması veya yağ bağlayıcı özelliği yüksek mineral maddeleri fazla oranda içermesi ile ilişkilendirilmektedir. Mevcut çalışma bulgularına benzer olarak, Zhao vd. (2013), pirinç atıklarından farklı kurutma yöntemleriyle elde ettikleri protein tozlarına ilişkin yağ tutma kapasitesi sonuçlarını dondurarak kurutma için 2,38 g/g olarak belirlerken püskürtmeli kurutma için daha düşük bir değer (1,16 g/g) tespit etmişlerdir. Benzer şekilde Lili vd. (2015), dondurarak kurutulan yumurta beyazı protein tozunda yağ bağlama kapasitesini 10,2 g/g; püskürterek kurutulan örneklerde ise 6,89 g/g olarak rapor etmişlerdir. Yapılan çalışmalar incelendiğinde dondurarak kurutma işleminin gözenekli bir yapı sunmasının yanında protein tozlarının yağ bağlama kapasitelerini artırdığını söylemek de mümkündür. Bu durum, liyofilizasyon işleminin protein tozlarının fonksiyonel özelliklerine katkı sağladığına da işaret etmektedir. Dondurarak kurutulmuş tozların daha boşluklu bir yapıya sahip olması protein-lipid etkileşimini artırmaktadır. Bu durum ise hidrofobik amino asitlerin etkinliğini artırarak yağ tutma kapasitesinin artmasını sağlamaktadır (Boye vd., 2010).

4.7.4. Emülsiyon Aktivitesi ve Stabilitesi

Protein emülsiyonu, karışmayan iki sıvıdan oluşan bir süspansiyondur ve bir proteinin iki fazlı bir sistemi stabilize etmek için absorbe edebileceği yağ miktarının nitel bir ölçüsüdür. Proteinlerin emülsifiye etme yeteneği, gıda formülasyonlarında kullanımlarını sağlayan önemli bir fizikokimyasal özelliktir. Köpüklerin ve emülsiyonların oluşturulması esas olarak

ince kabarcıkların veya damlacıkların oluşumunu gerektirmektedir. Ara yüzey gerilimi düştükçe damlacıklar deforme olmakta ve bu durum da damlacıkların dağılmasını kolaylaştırmaktadır (Firebaugh ve Daubert, 2004).

Mevcut tez çalışmasında püskürterek ve dondurarak kurutulan susam kepeği protein tozlarına ilişkin emülsiyon özellikleri (aktivite ve stabilite) belirlenmiştir (Çizelge 18). Analiz sonucunda elde edilen verilere göre püskürterek kurutulan tozların emülsiyon aktivitesi %48,6 iken dondurarak kurutulan örneklerde bu değer %43,7 olarak tespit edilmiştir buna karşın sonuçlar istatistiki açıdan fark yaratmamıştır. Püskürtmeli kurutma işleminin daha yüksek oranda emülsiyon aktivitesi sağladığı sonuçlar genellikle proteinlerin kısmen açılması sonucu molekülün hidrofobik kısımlarının açığa çıkması ile fiziksel etkileşimlerin kırılmasını (üç boyutlu yapının bozulmasını) sağlayan protein denatürasyonu ile ilişkilendirilmektedir. Bu durum da ara yüzeyde protein bağlanmasını kolaylaştırarak emülsiyonlaştırma kapasitesini artırmaktadır.

Literatürde protein tozlarının emülsiyon özelliklerinin belirlenmesine yönelik yapılan çalışmalarda genellikle farklı analiz yöntemleri kullanılması sebebiyle birim bazında karşılaştırma yapmak güç olsa da sonuç olarak, elde edilen protein tozunun emülsifiye edici özelliklere sahip olduğu ve bu nedenle emülsifiye gıdalarda uygulama bulma potansiyeline sahip olduğu ifade edilebilir. Nitekim Mune ve Sogi (2016), çalışmalarında dondurarak kurutulmuş börülce tozlarının emülsiyon aktivitesini %55,8 olarak ölçmüşlerdir. Bu değer, mevcut çalışmada elde edilen sonuçlara benzerlik göstermektedir. Ahmed ve Schmidt (1979) ise yer fıstığı ve soya fasülyesi protein tozlarına farklı kurutma yöntemlerinin fonksiyonel özellikler üzerine etkisini araştırdıkları çalışmalarında yer fıstığı proteinlerinin püskürterek kurutulmuş tozlarının dondurarak kurutulmuş örneklerden daha iyi emülsiyon özelliklerine sahip olduğunu; buna karşın soya fasülyesi örneklerinde ise bu durumun tam tersi olduğunu belirtmişlerdir. Bu durumda protein karakterinin de emülsiyon özellikleri üzerinde etkisi olduğunu söylemek mümkündür.

Mikroemülsiyonlar haricinde, sıvı köpükler ve emülsiyonlar genel olarak termodinamik açıdan kararsızdırlar. Kararlılık büyük ölçüde dağınmık ve sürekli fazları ayıran arayüzün özelliklerine bağlıdır. Oluşan bu arayüz, dağınmık veya sürekli fazdan adsorbe olabilen yüzey aktif moleküllerden oluşmaktadır. Hidrofilik ve hidrofobik kısımlar ilgili polar/polar olmayan fazlarla birleşebilmek için ara yüzey bölgesine çekildiğinden bu tür moleküllerin amfifilik

karakterde olması gerekmektedir. Köpük ve emülsiyonları stabilize edebilen moleküller yüzey aktif maddeler (lipidler, emülgatörler, v.b.) ve amfifilik makromoleküllerdir (proteinler, v.b.) (Wilde, 2000). Yüzey aktif bir ajan olan proteinler ise yüzey gerilimini azaltarak hava/su arayüzünde viskoelastik bir bölge oluşturmaktadırlar (Foegeding ve Davis, 2011). Proteinlerin sahip oldukları bu fonksiyonel özellikler gıda formülasyonlarının oluşturulması ve gıda işleme proseslerinde büyük önem arz etmektedir. Tez çalışması kapsamında püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen susam kepeği protein tozlarının emülsiyon stabilitesi değerleri ise sırasıyla %47,9 ve %44,6 olarak bulunmuştur.

4.7.5. Köpük Kapasitesi ve Stabilitesi

Köpük oluşumu, protein yapısı ile ilişkilendirilen protein yüzey aktivitesine ve film oluşturma özelliklerine bağlılık göstermektedir (Philips vd., 1990). Köpük oluşumu, havanın protein arayüzüne hızlı bir şekilde adsorbe olarak yüzey gerilimini düşürmesi sonucu meydana gelmektedir (Belitz vd., 2009). Tez çalışması kapsamında püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen susam kepeği protein tozlarının köpük özellikleri belirlenmiş ve elde edilen veriler Çizelge 18’de verilmiştir. Püskürterek kurutulan protein tozlarının köpük kapasitesi değeri %30,0 iken liyofilize tozlarda bu değer %35,0 olarak belirlenmiştir. Benzer şekilde Hu vd. (2010), aynı kurutma yöntemleriyle elde ettikleri soya protein izolatlarının köpük özellikleri arasında önemli bir fark olmadığını bildirmişlerdir. Mevcut çalışmada liyofilize toz örneklerin daha yüksek köpük kapasitesi göstermesi, daha önce belirtilen yüksek protein çözünürlüğü ile ilişkilendirilebilir.

Protein tozu köpüklerinin köpük stabilitesi değerleri Çizelge 18’de sunulmuştur. Her iki yöntemle elde edilen tozlarda köpük stabilitesi değeri %0,00 olarak belirlenmiştir. Bu durumda susam kepeği protein tozlarının uzun süre sonunda (30 dk.) köpük stabilitesine sahip olmadığı ifade edilebilir. Genel olarak proteinler çok iyi derecede köpük oluşturma yeteneğine sahipken oluşan köpük yapısı stabil bir karaktere sahip olmayabilmektedir (Wilde ve Clark, 1996). Ayrıca, köpük yapısının karmaşık, hassas ve çoğu zaman kararsız olmasından dolayı sıvı köpüklerin birçok faktörden etkilenebildiği ifade edilmektedir (Pernel vd., 2000).

4.8. Lignan Kompozisyonu

Susam tohumları, antioksidan ve antikanserojen özelliklere sahip bir fitoöstrojen olan sesamin de dahil olmak üzere sesamol ve sesamolin gibi farklı karakteristik lignan bileşikleri içermektedir (Bedigian, 2004). Bu fonksiyonel bileşenler oksidatif bozulmaya karşı direnç kazandırmakta ve ürüne nutrasötik (faydalı besin desteği) değer sağlamaktadır. Bu nedenle, yüksek miktarda biyoaktif bileşenlere sahip susam tohumları antihipertansif, antikarsinojenik, antiinflamatuvar ve antioksidatif aktivitelere bağlı olarak geleneksel sağlıklı bir gıda olarak görülmektedir (Nakano, 2008). Susam kepeği lignan kompozisyonu ile üskürtmeli ve dondurarak kurutma işlem koşullarının elde edilen susam proteini tozlarının lignan kompozisyonu üzerine etkileri incelenmiş ve analiz sonuçları Çizelge 19’da verilmiştir.

Çizelge 19. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş susam kepeği protein tozlarının lignan kompozisyonlarına ilişkin veriler

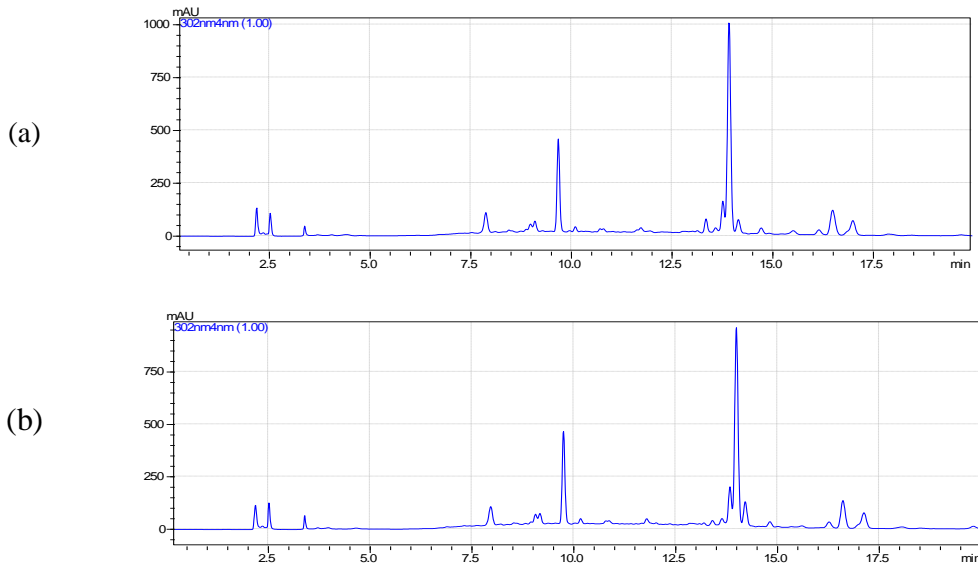
Lignan (mg/g)	Susam kepeği	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma
Sesamol	0,10 ± 0,02 ^a	26,9 ± 0,03 ^c	25,1 ± 0,14 ^b
Sesamin	1,77 ± 0,10 ^c	0,22 ± 0,04 ^a	0,39 ± 0,02 ^b
Sesamolin	0,41 ± 0,02 ^c	0,05 ± 0,00 ^a	0,11 ± 0,00 ^b

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

Susam kepeğine ait lignan kompozisyonu incelendiğinde ana lignanın sesamin olduğu ve bunu sırasıyla sesamolin ve sesamolün takip ettiği Çizelge 19’da görülmektedir. Çizelgedeki veriler doğrultusunda kurutulmuş toz örneklerde en yüksek lignan içeriğinin sesamol bileşiğine ait olduğu ve susam kepeğinde bulunan miktardan oldukça yüksek bir değere sahip olduğu tespit edilmiştir. Susam kepeğinde ana lignan bileşeni olan sesamin içeriği ise elde edilen protein tozlarında miktar olarak azalmış olmasına karşın miktar açısından sesamolden sonraki ikinci lignan bileşeni durumundadır. Bununla birlikte, susam kepeğinde yüksek miktarda bulunan sesamolin içeriği uygulanan işlemler sonrasında

azalmıştır. Kurutma yöntemlerinin lignan içeriğine etkileri incelendiğinde ise sesamol içeriği açısından püskürtmeli kurutulan örneklerin (26,9 mg/g) liyofilize örneklere (25,1 mg/g) kıyasla daha yüksek bir değere sahip olduğu belirlenmiştir. Sesamin ve sesamolin içerikleri ise püskürtmeli kurutma işlemi ile elde edilen örnekte sırasıyla 0,22 ve 0,05 mg/g; dondurarak kurutma işlemine ait toz örnekte ise sırasıyla 0,39 ve 0,11 mg/g olarak tespit edilmiştir. Bu sonuçlar doğrultusunda ısı işlem uygulaması gerçekleştirilmeyen liyofilize protein tozunda bu bileşiklerin daha iyi oranda korunduğu gözlenmektedir. Toz örneklere ait örnek HPLC kromatogramları Resim 8’de verilmiştir.



Şekil 9. (a) Püskürtmeli kurutma işlemi ile üretilen protein tozunun lignan kompozisyonuna ait kromatogram, (b) Dondurarak kurutma işlemi ile üretilen protein tozunun lignan kompozisyonuna ait kromatogram

Çiğ susam tohumları ve ticari susam yağlarındaki temel lignan bileşikleri sesamin ve sesamolindir (Wu, 2007). Susam tohumunun kavrulması esnasında sesamolinden ayrılarak oluşan ve çok güçlü bir antioksidan aktiviteye sahip olan sesamol ise genellikle susam yağlarında eser miktarda bulunmaktadır (Shi vd., 2017). Shi vd. (2017), farklı tohum renklerine sahip (sarı, siyah, kahverengi, beyaz) 100 susam çeşidi ile yaptıkları çalışmalarında ana lignanları sesamin (1,11 – 9,41 mg/g) ve sesamolin (0,20 – 3,35 mg/g) olarak belirlemişlerdir. Yazarlar, mevcut tez çalışmasında susam kepeğinde ana lignan olarak tespit

edilen sesamolü ise ortalama 0,01 mg/g miktarda yalnızca dokuz susam numunesinde tespit etmişlerdir. Yine aynı çalışmada 56 farklı susam yağından elde edilen verilerde ana lignanlar sesamin ve sesamolin olarak; toplam lignan içeriği ise 3,38 – 11,53 mg/g aralığında bildirilmiştir. Bu sonuçlar tez çalışması çıktıları ile kıyaslandığında susam kepeği protein tozunun toplam lignan ve sesamol içeriği açısından susam tohumu ve susam yağından daha zengin olduğu görülmektedir. Yapılan bazı çalışmalar da kabuğu soyulmamış tohumlardan ekstrakte edilen susam yağlarına ait oksidatif stabilitenin daha yüksek olduğunu ortaya koymaktadır (Abou-Gharbia vd., 1997). Dolayısıyla susam lignanlarının, özellikle sesamolün ana kaynağının kabuk ve kepek kısımları olduğu yorumu yapılabilmektedir. Güçlü bir fenolik antioksidan olarak bilinen sesamol içeriğinin, susam kepeği protein tozunun gıdalarda doğrudan doğal bir antioksidan kaynağı olarak kullanılmasına olanak tanıyabileceği düşünülmektedir. Susam kepeği karakterizasyonunu ele alan bir literatür çalışmasında ise en yüksek konsantrasyonda bulunan lignan bileşiği sesamolin olarak rapor edilmiştir (Ortega-Hernandez vd., 2018). Bu sonuçlar doğrultusunda susam kepeğinin yapısında bulunan sesamolün kurutma işlemlerinin etkisiyle birlikte büyük ölçüde sesamole dönüştüğü yorumu yapılabilir. Bu bileşiklerin yüksek antioksidan kapasiteye sahip olduğunu bildirilmektedir (Ghafoorunissa vd., 2004). Bu açıdan ele alındığında antioksidan etki açısından yüksek sesamol içeriğine sahip susam kepeği protein tozunun önemi artmaktadır. Nitekim sesamolün yüksek antioksidan kapasitesi sayesinde hücre zarını lipid peroksidasyonuna karşı koruduğu bildirilmektedir (Dar ve Arumugam, 2013). Buna karşın, sesamin ve sesamolün DPPH radikalini temizlemede hiçbir antioksidan aktivite göstermediğini bildiren bulgular da mevcuttur (Shyu, 2001).

4.9. Susam Kepeği Protein Tozlarının Moleküler Termal ve Mikroyapısal Özellikleri

4.9.1. Protein Tozlarının Termal Özellikleri

Susam kepeği protein tozlarının fiziksel durumlarındaki değişiklikleri belirlemek amacı ile DSC analizi yapılmıştır. Optimum üretim koşullarında elde edilen püskürtmeli kurutulmuş susam kepeği protein tozu ve dondurarak kurutulmuş protein tozlara ait camsı geçiş sıcaklığı değerleri Çizelge 20’de sunulmuştur. DSC, proteinlerin işlevselliği açısından önem arz eden protein denatürasyonu için önemli bir gösterge olarak kullanılmaktadır (Hu vd., 2010).

Çizelge 20. Püskürterek ve dondurarak kurutulmuş protein tozlarına ait termal denatürasyon (DSC) verileri

DSC parametresi	Birim	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma
Camsı geçiş sıcaklığı	°C	38,44 ± 1,36 ^a	40,15 ± 2,74 ^a

*Değerler "ortalama ± standart sapma" cinsinden verilmiştir.

Aynı sütunda üst indis olarak gösterilen aynı harflere (a, b, c) sahip ortalamalar arasında istatistikî açıdan fark bulunmamaktadır.

Camsı geçiş sıcaklığı (T_g), amorf yapıdaki bir maddenin yüksek viskoziteli bir halden daha düşük viskoziteli kauçuksu/lastiksi bir yapıya geçtiği sıcaklık olarak tanımlanmaktadır (Daza vd., 2016). Dolayısıyla camsı geçiş sıcaklığı, ısı işlem sırasında ürünün bozulmaya bağlı özelliklerini belirlemeye yarayan bir özelliktir. Genin ve René (1996), bu bozulmanın kaynağının maddenin su içeriği, moleküler ağırlığı ve kuru madde bileşiklerinin doğasından ileri geldiğini bildirmişlerdir. Bu kapsamda, su aktivitesi ile birlikte T_g değeri gıdaların kalitesi ve kararlılığı gibi önemli özellikleri karakterize etmek için bir parametre olarak kullanılmaktadır (Carter ve Schmidt, 2012). Camsı geçiş sıcaklığı, molekül hareketliliği ile ilişkili olması nedeniyle toz ürünlerin stabilitesi için de büyük önem arz etmektedir (Daza vd., 2016). Bu sebeple, istenmeyen durumların önüne geçmek için kurutma sıcaklığının kurutulacak ürünün camsı geçiş sıcaklığının 10 °C ila 20 °C altında olması önerilmektedir (Fazaeli vd., 2012). Camsı geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklık değerlerinde depolanan ürünlerde artan vizkozite sebebiyle moleküler hareketliliğin azalması ile birlikte toz ürünlerde yapışma gibi istenmeyen durumlar meydana gelebilmektedir (Suhag vd., 2018).

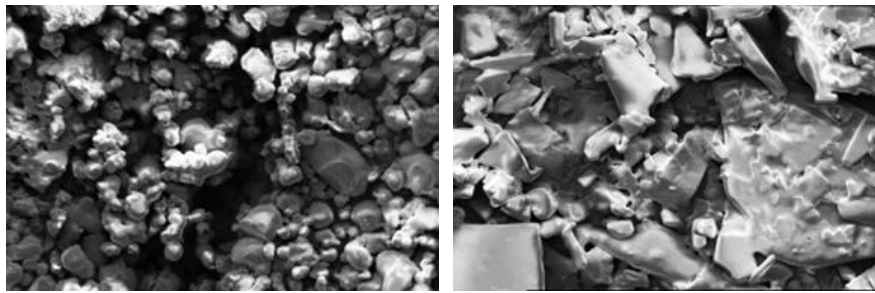
Dondurarak kurutma işlemi sırasında örneklerin hem lastiksi bir yapıya dönüşmesini önlemek hem de zaman ve ekonomik kayıplara yol açmaması için sıcaklık T_g değerinin altında tutulmaktadır (Maltesen vd., 2008). Ürün sıcaklığının camsı geçiş sıcaklığının üzerine çıktığı durumlarda buz yapısı eriyerek yapısal çökmeye ve olası kimyasal bozulmaya neden olmaktadır.

Mevcut proje çalışmasında püskürtmeli ve dondurarak kurutulmuş örnekler için camsı geçiş sıcaklıkları sırasıyla 38,44 °C ve 40,15 °C olarak belirlenmiştir (Çizelge 20). Veriler

incelendiğinde, püskürtmeli kurutulmuş tozların dondurarak kurutulmuş tozlara oranla daha düşük bir camsı geçiş sıcaklığına sahip olsa da sıcaklık değerlerinin istatistiki bir fark yaratmadığı görülmektedir. Buna karşın, her iki toz örneği için de mevcut T_g değerlerinin oda sıcaklığından yüksek olması, toz örneklerin oda sıcaklığında depolanabileceğine işaret etmektedir (Daza vd., 2016). Literatür bilgileri incelendiğinde, elde edilen sonuçlara paralel olarak Shrestha vd. (2007) püskürtmeli kurutma ile elde ettikleri laktoz hidrolize yağsız süt tozunun T_g sıcaklığını 49 °C olarak tespit etmişlerdir. Buna karşın, Wang vd. (2020), kurutulan soya fasulyesi izolatlarının T_g değerlerini püskürtmeli kurutulmuş ve dondurarak kurutulmuş örneklerde sırasıyla 76,1 °C ve 76,0 °C olarak belirlemişlerdir. Aynı çalışmada yazarlar kullandıkları taşıyıcı madde (maltodekstrin) miktarına bağlı olarak T_g değerlerinde bir artış gözlemlemişlerdir. Benzer şekilde, Song vd. (2016), bovin serum albüminin dondurarak kurutulmasında kriyoprotektan ajan olarak aminokil kullanıldığı durumda toz ürünün T_g değerlerinde artış gözlemlemişlerdir. Dolayısıyla, protein tozlarında kurutma aşamasında oluşabilecek yapısal sorunlarını önlemek amacıyla toz örneklerin enkapsüle edilmesi ile depolama stabilitelerinin artırılacağı yorumu yapılabilir.

4.9.2. SEM ile Hücresel Yapının Görüntülenmesi

Optimum koşullarda gerçekleştirilen kurutma işlemlerinin ardından açığa çıkan protein tozlarının hücresel yapılarının incelenmesi amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntüleme analizi yapılmıştır. Görüntüler, 1000X büyütme oranı ile elde edilmiş ve sonuçlar Resim 7’de verilmiştir.



(a)

(b)

Resim 7. Protein tozlarına ait taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri: (a) Püskürtmeli kurutma yöntemi ile üretilen protein tozu, (b) Dondurarak kurutma yöntemi ile üretilen protein tozu

Kurutuma işlemleri gıda ürünlerinin kimyasal bileşiminde, morfolojisinde ve fiziksel özelliklerinde önemli değişiklikler meydana getirmektedir. Yapısal özelliklerinde meydana bazı gelen değişiklikler tozların daha stabil hale gelmelerini sağlayarak daha uzun raf ömrüne sahip ürünler haline gelmelerini sağlamaktadır. Toz ürünlerin gözeneklilik yapısında meydana gelen bu değişiklikler kurutulmuş gıdaların kalitesini ve dokusunu karakterize eden bir özellik olması nedeniyle de önem arz etmektedir (Oikonomopoulou vd., 2011).

Resim 9’da kurutulmuş toz örneklerine ait elektron mikroskobu görüntüleri incelendiğinde püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen susam kepeği protein tozlarına ait yüzey morfolojilerinin birbirinden oldukça farklı olduğu görülmektedir. Kurutulmuş elde edilen protein tozlarının morfolojik özellikleri genellikle proteinin yapısına, formülasyon bileşenlerine ve işleme koşullarına bağlı olarak değişmektedir (Wang, 2006). Dolayısıyla iki toz örnek arasında oluşan bu morfolojik farklılığın kurutma yönteminden kaynaklandığını söylemek mümkündür. Toz örneklerine ait görüntüler karşılaştırıldığında püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz örnekler daha küresel ve pürüzsüz bir yüzey görünümüne sahipken liyofilize örnekler köşeli, pürüzlü ve plaka şeklinde bir yüzey yapısı göstermiştir. Dondurarak kurutma yöntemi, işlem koşullarına bağlı olarak toz ürünlerin yapısal özellikleri üzerinde değişikliklere neden olmaktadır. Buz süblimasyonu aşamasında süblimleşen buz kristalleri farklı özelliklere sahip gözenekler veya boşluklar oluşturarak tozların şeklinde ve hacminde önemli değişiklikler meydana getirmektedir (Deng vd., 2014). Elde edilen sonuçlara benzer olarak Laokuldilok ve Kanha (2015), siyah pirinç kepeği özütlerine püskürtmeli ve dondurarak kurutma uyguladıkları çalışmalarında püskürtmeli kurutulmuş örneklerin küresel bir yapı gösterdiğini, liyofilize örneklerin yüzeyinde ise çok sayıda çatlaklar oluştuğunu bildirmişlerdir. Aynı çalışmada püskürtmeli kurutma işlem koşullarının toz ürün özellikleri üzerine etkileri de incelenmiş ve hava giriş sıcaklığının artışı ile toz ürünlerin partikül boyutunun arttığı ve hızlı buharlaşma sayesinde daha pürüzsüz bir mikroyapının oluştuğu gözlenmiştir. Bir diğer çalışmada Gong vd. (2016), püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde ettikleri yerfıstığı protein izolatlarının mikroyapı özelliklerini incelemişler ve projede elde edilen bulguları destekler nitelikte sonuçlar rapor etmişlerdir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Günümüzde tüketicilerin kaliteli, güvenilir, ilave sentetik katkı maddesi veya koruyucu madde içermeyen sağlıklı ve fonksiyonel gıdalara artan talebini karşılamak için ilgili sektörler çeşitli çalışmalar yapmaktadır. Gıda atıklarından özütleme işlemleri sonucu elde edilen fonksiyonel bileşiklerden üretilen tozların önemi ortaya çıkmakta ve bu ürünlere olan taleplerin gelecek yıllarda daha da artacağı tahmin edilmektedir. Bu noktada hammaddenin fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik özellikleri ile kurutma işlemlerinin son ürünün kalite özellikleri üzerindeki etkileri de göz önüne alınarak kullanılacak kurutma yöntemine karar verilmesi de büyük önem arz etmektedir.

Türkiye, susam ithalatında dünyada üçüncü sırada yer almaktadır ve bu da ülkemizde önemli miktarda susam kepeği atığının oluştuğuna işaret etmektedir. Ülkemizde yıllık 130 bin ton susamın kavrulmuş susam, tahin ve tahin helvası üretiminde kullanıldığı ve bunun sonucunda 7.800 ton susam kepeğinin yaklaşık %15 – 20 (w/w) protein içeriği ile atık olarak ortaya çıktığı düşünüldüğünde, yalnızca ülkemizde yıllık 1.200 ton kıymetli bitkisel protein tozu üretimi potansiyeli bulunduğu sonucuna ulaşılmaktadır. Protein tozu üreticilerinin, hammadde üretici firmaların ve yan sektörlerinin konuya ilgi duymaları ve farkındalık oluşması ile atık olarak görülen susam kepeğinden bitkisel protein üretimine yönelik girişimler, hem atık değerlendirilerek çevresel kirliliğin önüne geçilmesi hem de yeni bir katma değerli ekonomik girdinin oluşturulması anlamında fayda sağlayabilecektir.

Bu tez çalışmasında da protein tozları, bol miktarda tarımsal-endüstriyel atık kaynağından (susam kepeği) püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleriyle başarıyla üretilmiş, ayrıntılı karakterizasyon yapılmış ve toz özellikleri karşılaştırılmıştır. Püskürtmeli kurutmanın optimum hava giriş ve çıkış sıcaklıkları, öncelikle protein ve toz verimini maksimize ederek ve işlem süresi ile su aktivitesi değerini ise en aza indirerek belirlenmiştir. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma, protein tozlarının protein ve lignan içeriği, amino asit bileşimi, yığın özellikleri, köpürme kapasitesi, renk ve yüzey morfolojisi gibi fizikokimyasal özellikleri üzerinde farklı etkiler göstermiştir. Susam kepeğinden elde edilen protein tozları, kükürt içeren esansiyel bir amino asit olan metiyonin bakımından zengindir. Susam kepeği protein tozlarının etler, süt ürünleri, salata sosları ve barlar dahil olmak üzere farklı gıda formülasyonlarındaki etkilerini araştırmak için gelecekte çalışmalar yapılmalıdır.

Sonuç olarak, bu tez çalışmasında endüstriyel bir gıda atığı olan susam kepeğinden bitkisel protein tozu üretimi gerçekleştirilmiş ve ürün karakterizasyonu ayrıntılı olarak ele alınmıştır. Potansiyel fonksiyonel bileşiklerin kaynağı olan gıda atıklarının püskürtmeli ve dondurarak kurutma teknikleri ile geri kazanımı, kurutucu sistem mekanizmaları ve uygulamaları tartışılmıştır. Elde edilen bulguların ve verilen literatür bilgilerinin bitki/gıda atıklarından ve yan ürünlerden protein tozu üretimine olan ilgi ve farkındalık, örneğin, hem atıkları değerlendirerek çevre kirliliğini önlemek, hem de katma değerli yeni ekonomik girdiler oluşturmak açısından faydalı olacaktır. Ayrıca, mevcut çalışmanın gıda işleme ve atık değerlendirme konularında çalışan profesyoneller ve araştırmacılar için yol gösterici olacağı düşünülmektedir.

KAYNAKÇA

- Abdelwahed, W., Degobert, G., Stainmesse, S., Fessi, H. (2006). Freeze-drying of nanoparticles: formulation, process and storage considerations. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 58(15), 1688-1713.
- Abdullah, E.C., Geldart, D. (1999). The use of bulk density measurements as flowability indicators. *Powder Technology*, 102(2), 151-165.
- Abou-Gharbia, H. A., Shahidi, F., Adel, A., Shehata, Y., Youssef, M. M. (1997). Effects of processing on oxidative stability of sesame oil extracted from intact and dehulled seeds. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 74(3), 215-221.
- Achouri, A., Nail, V., Boye, J. I. (2012). Sesame protein isolate: Fractionation, secondary structure and functional properties. *Food Research International*, 46(1), 360-369.
- Adamiec, J., Kaminski, W., Markowski, A. S., Strumiłło, C. (2006). Drying of biotechnological products. Mujumdar, A. S (Ed.), Handbook of industrial drying. Taylor and Francis Group, (pp. 906-29), Boca Roca USA.
- Adebowale, K., Lawal, O. (2004). Comparative study of the functional properties of bambarra groundnut (*Voandzeia subterranean*), jack bean (*Canavalia ensiformis*) and mucuna bean (*Mucuna pruriens*) flours. *Food Research International*, 37(4), 355–365.
- Adhikari, B. Howes, T., Bhandari, B. R., Troung, V. (2003). Surface stickiness of drops of carbohydrate and organic acid solutions during convective drying: Experiments and modelling. *Drying Technology*, 21(5), 839-873.
- Ahmed, E. M., Schmidt, R. H. (1979). Functional properties of peanut and soybean proteins as influenced by processing method. *Peanut Science*, 6(1), 1-6.
- Aiking, H. (2011). Future protein supply. *Trends in Food Science & Technology*, 22(2-3), 112-120.
- Akintayo, E., Oshodi, A., Esuoso, K. (1999). Effects of NaCl, ionic strength and pH on the foaming and gelation of pigeon pea (*Cajanus cajan*) protein concentrates. *Food Chemistry*, 66(1), 51–56.

- Anonim, (2020) <https://tr.123rf.com/stok-fotograf/sesame.html?stili=nlrcdkovvkeqatqv1&sti=m8do3k87njdcdu5f3f> adresinden erişildi.
- Anilakumar, K. R., Pal, A., Khanum, F., Bawa, A. S. (2010). Nutritional, medicinal and industrial uses of sesame (*Sesamum indicum* L.) seeds-an overview. *Agriculturae Conspectus Scientificus*, 75(4), 159-168.
- AOAC. (1998). Official Method of Analysis. 15th Edition, Association of Official Analytical Chemists, Washington DC.
- Arrese, E. L., Sorgentini, D. A., Wagner, J. R., Anon, M. C. (1991). Electrophoretic, solubility and functional properties of commercial soy protein isolates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 39(6), 1029-1032.
- Arsa, S., Theerakulkait, C. (2018). Preparation, aroma characteristics and volatile compounds of flavorings from enzymatic hydrolyzed rice bran protein concentrate. *Journal of Food Science and Agriculture*, 98(12), 4479-4487.
- Arshadi, M., Attard, T. M., Lukasik, R. M., Brnčić, M., Da Costa Lopes, A. M., Finell, (2016). Pre-treatment and extraction techniques for recovery of added value compounds from wastes throughout the agri-food chain. *Green Chemistry*, 18(23), 6160-6204.
- Ashri, A. (2007). Sesame (*Sesamum indicum* L.). Singh, R J (Ed.) Genetic resources chromosome engineering, and crop improvement, oilseed crops. CRC Press, Taylor and Francis Group, (pp. 231–289). Boca Raton, US.
- Asgar, M., Fazilah, A., Huda, N., Bhat, R., Karim, A. A. (2010). Nonmeat protein alternatives as meat extenders and meat analogs. *Food Science and Food Safety*, 9(5), 513-529.
- Atalar, İ., Dervisoglu, M. (2015). Optimization of spray drying process parameters for kefir powder using response surface methodology. *LWT - Food Science and Technology*, 60, 751-757.
- Ayadi, M. A., Khemakhem, M., Belgith, H., Attia, H. (2008). Effect of moderate spray drying conditions on functionality of dried egg white and whole egg. *Journal of Food Science*, 73, E281–E287.

- Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M. H. A., Ghafoor, K., Norulaini, N. A. N., Omar, A. K. M. (2013). Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: a review. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 426-436.
- Babbar, N., Oberoi, H. S., Sandhu, S. K. (2015). Therapeutic and Nutraceutical Potential of Bioactive Compounds Extracted from Fruit Residues. *Food Science and Nutrition*, 5(3), 319-337 .
- Baiano, A. (2014). Recovery of bio-molecules from food wastes — a review. *Molecules*, 19, 14821-14842.
- Ballesteros, L. F., Ramirez, M. J., Orrego, C. E., Teixeira, J. A., Mussatto, S. I. (2017). Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chemistry*, 237, 623-631.
- Barac, M., Cabrilo, S., Pesic, M., Stanojevic, S., Ristic, N. (2010). Profile and functional properties of seed proteins from six pea (*Pisum sativum*) genotypes. *International Journal of Molecular Sciences*, 11, 4973–4990.
- Barbosa-Cánovas, G. V., Vega-Mercado, H. (1996). Dehydration of foods. Springer Science & Business Media.
- Barbosa-Cánovas, G. V., Juliano, P. (2005). Physical and chemical properties of food powders. *Encapsulated and Powdered Foods*, 39 – 71 .
- Barbosa-Canovas, G. V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H. (2005). Size reduction. In *Food Powders. Physical Properties, Processing, and Functionality*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
- Barbosa, J., Borges, S., Amorim, M., Pereira, M. J., Oliveira, A., Pintado, M. E., Teixeira, P. (2015). Comparison of spray drying, freeze drying and convective hot air drying for the production of a probiotic orange powder. *Journal of Functional Foods*, 17, 340-351.
- Baker, B. P., Grant, J. A. (2018). Sesame & Sesame Oil Profile. *Integrated Pest Management*, 1-10.

- Bataglion, G. A., Da Silva, F. M. A., Eberlin, M. N., Koolen, H. H. F. (2015). Determination of the phenolic composition from Brazilian tropical fruits by UHPLC-MS/MS. *Food Chemistry*, 180, 280-287.
- Batal, A., Dale, N., Caf e, M. (2005). Nutrient composition of peanut meal. *Journal of Applied Poultry Research*, 14(2), 254-257.
- Bedigian D. (2000) Sesame. In: Kiple K F, (Ed.) The Cambridge World History of Food, I., (pp. 411–421). Cambridge University Press, New York.
- Bedigian D. (2004) History and lore of sesame in Southwest Asia. *Economic Botany*, 58(3), 329–353
- Bedigian, D. (2010). Characterization of sesame (*Sesamum indicum* L.) germplasm: a critique. *Genetic Resources And Crop Evolution*, 57(5), 641-647.
- Belitz, H. D., Grosch, W., Schieberle, P. (2009). Food Chemistry (4th revised and extended ed.), (pp. 62), Springer, Verlag Berlin Heidelberg.
- Berghout, J. A. M., Venema, P., Boom, R. M., van der Goot, A. J. (2015). Comparing functional properties of concentrated protein isolates with freeze-dried protein isolates from lupin seeds. *Food Hydrocolloids*, 51, 346-354.
- Bhandari, B. R., Datta, N., Howes, T. (1997). Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*, 15, 671e684.
- Bhandari, B. (2013). Introduction to food powders. B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck (Eds.), Handbook of food powders. Woodhead (pp. 688). Publishing, Sawston.
- Bhattaa, S., Stevanovica, T., Rattia, C. (2018). Freeze-drying of maple syrup: Efficient protocol formulation and evaluation of powder physicochemical properties. *Drying Technology*, 38(9), 1138–1150.
- Bhatta, S., Stevanovic Janezic, T., Ratti, C. (2020). Freeze-drying of plant-based foods. *Foods*, 9(1), 87.
- Bicudo, M. O. P., Jo, J., Oliveira, G. A. D., Chaimsohn, F. P., Sierakowski, M. R., Freitas, R. A. (2015). Microencapsulation of juçara (*Euterpe edulis* M.) pulp by spray drying using different carriers and drying temperatures. *Drying Technology*, 33, 153e161.

- Boye J. I., Aksay, S., Roufik S. (2010). Comparison of the functional properties of pea, chickpea and lentil protein concentrates processed using ultrafiltration and isoelectric precipitation techniques. *Food Research International*, 43(2), 537-546.
- Burgain, J., Petit, J., Scher, J., Rasch, R., Bhandari, B., Gaiani, C. (2017). Surface chemistry and microscopy of food powders. *Progress in Surface Science*, 92(4), 409-429,
- Cai, Y. Z., Corke, H. (2000). Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. *Journal of Food Science*, 65(7), 1248-1252.
- Cal, K., Sollohub, K. (2010). Spray drying technique. Hardware and process parameters. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 99, 575e586.
- Can Karaca, A., Guzel, O., Ak, M. M. (2016). Effects of processing conditions and formulation on spray drying of sour cherry juice concentrate. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 96, 449e455.
- Calderón-Oliver, M., Pedroza-Islas, R., Escalona-Buendía, H. B., Pedraza-Chaverri, J., Ponce-Alquicira, E. (2017). Comparative study of the microencapsulation by complex coacervation of nisin in combination with an avocado antioxidant extract. *Food Hydrocolloids*, 62, 49-57.
- Cao, C., Zhao, X., Zhang, C., Ding, Z., Sun, F., Zhao, C. (2020). Effect of inlet temperature on the physicochemical properties of spray-dried seed-watermelon seed protein powder. *Journal of Food Science*, 85(10), 3442-3449.
- Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., Fellman, J. K. (2012). Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine “Carabao” var.) powder. *Journal of Food Engineering*, 111, 135e148.
- Capeda, E., Villarh, M. C., Aranguiz, N. (1998). Functional properties of faba bean (*vicia faba*) protein flour dried by spray drying and freeze drying. *Journal of Food Engineering*, 36, 303-310.
- Carr, R. L. (1965). Evaluating flow properties of solids. *Chemical Engineering*, 72, 163-168.
- Carter, B. P., Schmidt, S. J. (2012). Developments in glass transition determination in foods using moisture sorption isotherms. *Food Chemistry*, 132, 1693–1698.

- Chan, S. Y., Choo, W. S. (2013). Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks. *Food Chemistry*, 141(4), 3752–3758.
- Chandi, G. K., Sogi, D. (2007). Functional properties of rice bran protein concentrates. *Journal of Food Engineering*, 79(2), 592-597.
- Chang, L. W., Yen, W. J., Huang, S. C., Duh, P. D. (2002). Antioxidant activity of sesame coat. *Food Chemistry*, 78(3), 347–354.
- Chau, C. F., Cheung, P. C. K., Wong Y. S. (1997). Functional properties of protein concentrate from three Chinese indigenous legume seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 2500-2503
- Chavez, B. E., Ledebor, A. M. (2007). Drying of probiotics: optimization of formulation and process to enhance storage survival. *Drying Technology*, 25(7-8), 1193–1201.
- Chedea, V. S., Kefalas, P., Socaciu, C. (2010). Patterns of carotenoid pigments extracted from two orange peel wastes (Valencia and Navel var.). *Journal of Food Biochemistry*, 34, 101-110.
- Chegini, G. R., Ghobadian, B. (2005). Effect of Spray-Drying Conditions on Physical Properties of Orange Juice Powder. *Drying Technology*, 23, 657–668.
- Chegini, G. R., Ghobadian, B. (2007). Spray dryer parameters for fruit juice drying. *World Journal of Agricultural Sciences*, 3, 230e236.
- Chen, X. D. (1992). Whole Milk powder agglomeration-principles and practice, milk powder for the future, Dunmore Press: Palmerston North, New Zealand.
- Chen, X. D., Özkan, N. (2007). Stickiness, functionality, and microstructure of food powders. *Drying Technology*, 25(6), 959-969.
- Chen, M. L., Ning, P., Jiao, Y., Xu, Z., Cheng, Y. H. (2021). Extraction of antioxidant peptides from rice dreg protein hydrolysate via an angling method. *Food Chemistry*, 337, 128069.
- Chronakis, I. S., Triantafyllou, A. Ö., Öste, R. (2004). Solid-state characteristics and redispersible properties of powders formed by spray-drying and freeze-drying cereal

dispersions of varying (1 → 3, 1 → 4)- β-glucan content. *Journal of Cereal Science*, 40, 183-193.

Climate Central. (2020). CO₂ and the Climate Curve. *Climate Central*. <https://www.climatecentral.org/search?q=Co2+and+the+climate+curve> adresinden erişildi.

Commission Regulation [EEC] 442. (1975). Waste. Official Journal of European Community, L194, 39-41.

Correia, R., Grace, M. H., Esposito, D., Lila, M. A. (2017). Wild blueberry polyphenol-protein food ingredients produced by three drying methods: Comparative physico-chemical properties, phytochemical content, and stability during storage. *Food Chemistry*, 340, 553-562.

Corrigan, O. I. (1995). Thermal analysis of spray dried products. *Thermochimica Acta*, 248, 245-258.

Couto, R., Araújo, R., Tacon, L., Conceição, E., Bara, M., Paula, J., Freitas, L. (2011). Development of a phytopharmaceutical intermediate product via spray drying. *Drying Technology*, 29(6), 709–718.

Cuq, B., Rondet, E., Abecassis, J. (2011). Food powders engineering, between knowhow and science: Constraints, stakes and opportunities, *Powder Technology*, 208(2), 244-251.

Dagnas, S., Gougouli, M., Onno, B., Koutsoumanis, K. P., Membré, J. M. (2017). Quantifying the effect of water activity and storage temperature on single spore lag times of three moulds isolated from spoiled bakery products. *International Journal of Food Microbiology*, 240, 75.

Dalmoro, A., Barba, A. A., Lamberti, G., d'Amore, M. (2012). Intensifying the microencapsulation process: Ultrasonic atomization as an innovative approach. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 80, 471e477.

Damodaran, S. (1997). In Food proteins and their applications. Paraf, A (Ed.). (pp. 1–21). Marcel Dekker, New York.

Damodaran, S. (2017). Food proteins: an overview. Food proteins and their applications, Damodaran, S (Ed.). (pp. 1-24). New York

- Dando, W. A. (2012). Food and famine in the 21st Century (2 volumes). ABC-CLIO, United States.
- Dar, A. A., Arumugam, N. (2013). Lignans of sesame: Purification methods, biological activities and biosynthesis. *Bioorganic Chemistry*, 50, 1–10.
- Daza, L. D., Fujita, A., Fávaro-Trindade, C. S., Rodrigues-Ract, J. N., Granato, D., ve Genovese, M. I. (2016). Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts. *Food and Bioproducts Processing*, 97, 20–2.
- de Sousa, M. F., Guimarães, R. M., de Oliveira Araújo, M., Barcelos, K. R., Carneiro, N. S., Lima, D. S., ... Egea, M. B. (2019). Characterization of corn (*Zea mays* L.) bran as a new food ingredient for snack bars. *LWT*, 101, 812-818.
- Deak, N. A., Johnson, L. A., Lusas, E. W., Rhee, K. C. (2008). Soy protein products, processing, and utilization. Soybeans: Chemistry, Production, *Processing, and Utilization*, 661-724.
- De Leonardis, A., Macciola, V., Iorizzo, M., Lombardi, S. J., Lopez, F., Marconi, E. (2018). Effective assay for olive vinegar production from olive oil mill wastewaters. *Food Chemistry*, 240, 437-440.
- Delgado, A. E., Rubiolo, A. C. (2005). Microstructural changes in strawberry after freezing and thawing processes. *Lebensmittel-Wiss. U.-Technology*, 38(2), 135–142.
- Deng, Y., Yali Luo, Y., Wang, Y., Yue, J., Liu, Z., Zhong, Y., Zhao, Y., Yang, H. (2014). Drying-induced protein and microstructure damages of squid fillets affected moisture distribution and rehydration ability during rehydration, *Journal of Food Engineering*, 123, 23-31.
- Dhanalakshmi, K. Ghosal, S., Bhattacharya, S. (2011). Agglomeration of Food Powder and Applications. *Food Science and Nutrition*, 51(5), 432-441.
- Dev, S. R. S., Raghavan, V. G. S. (2012). Advancements in Drying Techniques for Food, Fiber, and Fuel. *Drying Technology*, 30(11-12).

- Devahastin S, Suvarnakuta P, Soponronnarit S, Mujumdar AS. (2004). A comparative study of low-pressure superheated steam and vacuum drying of a heat-sensitive material. *Drying Technology*, 22(8), 1845-1867.
- Di Daniele, N., Noce, A., Vidiri, M. F., Moriconi, E., Marrone, G., Annicchiarico-Petruzzelli, M., De Lorenzo, A. (2017). Impact of Mediterranean diet on metabolic syndrome, cancer and longevity. *Oncotarget*, 8(5), 8947.
- Dirim, S. N., Çalışkan, G. (2012). Determination of the effect of freeze drying process on the production of pumpkin (*Cucurbita moschata*) puree powder and the powder properties. *Gıda*, 37(4), 203–210.
- Donsì, G., Ferrari, G., Matteo, D. I. (2001). Utilization of combined processes in freeze-drying of shrimps. *Food and Bioproducts Processing*, 79(3), 152–159.
- Duan, X., Yang, X., Ren, G., Pang, Y., Liu, L., Liu, Y. (2016). Technical aspects in freeze-drying of foods. *Drying Technology*, 34(11), 1271-1285.
- Duffie, J., Marshall, W., (1953). Factors influencing the properties of spray-dried materials. *Chemical Engineering and Processing*, 49, 417–423.
- Elleuch, M., Besbes, S., Roiseux, O., Blecker, C., Attia, H. (2007). Quality characteristics of sesame seeds and by-products. *Food Chemistry*, 103(2), 641-650.
- Ermiş, E., Karasu, E. N. (2020). Spray drying of de-oiled sunflower protein extracts: functional properties and characterization of the powder. *Gıda: Journal of Food*, 45(1), 39-49.
- Escamilla-Silva, E. M., Guzman-Maldonado, S. H., Cano-Medina, A., Gonzalez-Alatorre, G. (2003). “Simplified process for the production of sesame protein concentrate. Differential scanning calorimetry and nutritional, physicochemical and functional properties. *Journal of Science and Food Agriculture*, 83, 972–979.
- FAOSTAT. 2018. Production quantities of Sesame seed by country. Kaynak: <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC> adresinden erişildi.
- Fang, Z., Bhandari, B. (2012). Comparing the efficiency of protein and maltodextrin on spray drying of bayberry juice. *Food Research International*, 48, 478–483.

- Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Kalbasi Ashtari, A., Omid, M. (2012). Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and Bioproducts Processing*, 90, 667e675.
- Filkova, I., Mujumdar, A. S. (1995). Industrial spray drying systems. A. S. Mujumdar (Ed.). In *Handbook Industrial drying* (pp. 289-290). Boca Raton.
- Filkova, I., Huang, L. X., Mujumdar, A. S. (2006). Industrial Spray Drying Systems. A. S. Mujumdar (Ed.). *Handbook of Industrial Drying*. (pp. 215-256). Boca Raton.
- Firebaugh, J. D., Daubert, C. R. (2004). Emulsifying and foaming properties of a derivatized whey protein ingredient. *International Journal of Food Properties*, 8(2), 243-253.
- Foegeding, E. A., Davis, J. P. (2011). Food protein functionality. *Food Hydrocolloids*, 25(8), 1853–1864.
- Fonte, P., Reis, S., Sarmiento, B. (2016). Facts and evidences on the lyophilization of polymeric nanoparticles for drug delivery. *Journal of Controlled Release*, 225, 75-86.
- Fournaise, T., Burgain, J., Perroud, C., Scher, J., Gaiani, C., Petit, J. (2020). Impact of formulation on reconstitution and flowability of spray-dried milk powders. *Powder Technology*, 372, 107-116.
- Gaiani, C., Banon, S., Scher, J., Schuck, P., Hardy, J. (2005). Use of a turbidity sensor to characterize micellar casein powder rehydration: influence of some technological effects. *Journal of Dairy Science*, 88(8), 2700–2706.
- Gaiani, C., Burgain, J., & Scher, J. (2013). Surface composition of food powders. B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck (Eds.). In *Handbook of Food Powders*. (pp. 339-378). Woodhead Publishing.
- Galanakis, C. M., Tornberg, E., Gekas, V. (2010). Clarification of high-added value products from olive mill wastewater. *Journal of Food Engineering*, 99, 190-197.
- Galanakis, C. M. (2012). Recovery of high added-value components from food wastes: Conventional, emerging technologies and commercialized applications. *Trends in Food Science ve Technology*, 26(2), 68-87.

- Genin, N., Rene, F. (1996). Influence of freezing rate and the ripeness state of fresh courgette on the quality of freeze-dried products and freeze-drying time. *Journal of Food Engineering*, 29(2), 201-209.
- Georgetti, S. R., Casagrande, R., Souza, C. R. F., Oliveira, W. P., ve Fonseca, M. J. V. (2008). Spray drying of the soybean extract: effects on chemical properties and antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 41(8), 1521e1527.
- Ghafoorunissa, S., Hemalatha, M., Vishnuvardhana Rao. (2004). Sesame lignans enhance the antioxidant activity of vitamin E in lipid peroxidation systems. *Molecular and Cellular Biochemistry*, 262, 195-202.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A. and Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients. *Food Research International*, 40(9), 1107-1121.
- Gheshlaghi, R., Scharer, J. M., Moo-Young, M., Douglas, P. L. (2008). Application of Statistical Design for the Optimization of Aminoacids Separation by Reverse-Phase HPLC. *Analytical Biochemistry*, 383, 93-102.
- Gibert, H., Boeh-Ocansey, O. (1985). A study of the primary phase of food freeze-drying in vacuo. *Drying Technology*, 3(3), 349–372.
- Gong, Z., Zhang, M., Sun, J. (2007). Physico-chemical properties of cabbage powder as affected by drying methods. *Drying Technology*, 25(5), 913-916.
- Gong, K. J., Shi, A. M., Liu, H. Z., Liu, L., Hu, H., Adhikari, B., Wang, Q. (2016). Emulsifying properties and structure changes of spray and freeze-dried peanut protein isolate. *Journal of Food Engineering*, 170, 33-40.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2003). Spray Drying Performance of a Laboratory Spray Dryer for Tomato Powder Preparation. *Drying Technology*, 21(7), 1273-1289.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G., Kazakis, N. A. (2004). Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. *Drying Technology*, 22(5), 1129-1151.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2005). Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: The effect on powder properties. *Journal of Food Engineering*, 66(1), 35-42.

- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2010). A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science ve Emerging Technologies*, 11(2), 342-351.
- Goula, A. M. (2017). Implications of non-equilibrium state glass transitions in spray-dried sugar-rich foods. In *Non-Equilibrium States and Glass Transitions in Foods*. B. Bhandari (Ed.). Woodhead Publishing. (pp. 253-282). Sawston.
- Görgüç, A., Bircan, C., Yılmaz, F. M. (2019). Sesame bran as an unexploited by-product: Effect of enzyme and ultrasound-assisted extraction on the recovery of protein and antioxidant compounds. *Food Chemistry*, 283, 637-645.
- Gökkaya-Erdem B., Kaya, S. (2021). Production and application of freeze dried biocomposite coating powders from sunflower oil and soy protein or whey protein isolat. *Food Chemistry*, 339, 127976.
- Grabowski, S., Marcotte, M., Poirier, M., Kudra, T. (2002). Drying characteristics of osmotically pretreated cranberries energy and quality aspects. *Drying Technology*, 20(10), 1989 – 2004.
- Grougnet, R., Magiatis, P., Mitaku, S., Terzis, A., Tillequin, F., Skaltsounis, A. L. (2006). New lignans from the perisperm of *Sesamum indicum*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(20), 7570-7574.
- Gu, M., Fang, H., Gao, Y., Su, T., Niu, Y., Yu, L. (2020). Characterization of enzymatic modified soluble dietary fiber from tomato peels with high release of lycopene. *Food Hydrocolloids*, 99, 105321.
- Guan, X., Huiyuan Yao, H. (2008). Optimization of viscozyme L-assisted extraction of oat bran protein using response surface methodology. *Food Chemistry*, 106(1), 345-351.
- Guiné, R. (2018). The drying of foods and its effect on the physical-chemical, sensorial and nutritional properties. *International Journal of Food Engineering*, 2(4), 93-100.
- Gupta, A. S. (1978). Spray drying of citrus juice, American Institute of Chemical Engineers, 7th Annual meeting paper no. 55f.
- Gupta, P., Nayak, K. K. (2015). Characteristics of protein-based biopolymer and its application. *Polymer Engineering ve Science*, 55, 485-498.

- Hall, C. W., Hedrick, T. I. (1975). *Drying of milk and milk products*, The Avi Publishing Company, Inc. 2nd Edition, Wesport, Connecticut.
- Han, Z., Cai, M. J., Cheng, J. H., Sun, D. W. (2018). Effects of electric fields and electromagnetic wave on food protein structure and functionality: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 75, 1-9.
- Hansen, M. M., Maidannyk, V. A., Roos, Y. H. (2020). Thermal gelation and hardening of whey protein beads for subsequent dehydration and encapsulation using vitrifying sugars. *Journal of Food Engineering*, 279, 109966.
- Haque, M. A., Adhikari, B. (2015). Drying and Denaturation of Proteins in Spray Drying Proces. A. S. Mujumdar(Ed.). *Handbook of Industrial Drying*. (pp. 971-984). Taylor and Francis group, USA.
- Haque, M. A., Timilsena, Y. P., Adhikari, B. (2015). Spray drying. *Drying Technologies for Foods: Fundamentals ve Applications*. Nema, P. K. Kaur, B. P. Mujumdar, A. S. (Eds.). (pp.79-106). New India Publishing Agency, India.
- Hashtjin, A. M., Abbasi, S. (2015). Nano-emulsification of orange peel essential oil using sonication and native gums. *Food Hydrocolloids*, 44, 40-48.
- Hatam, M., Abbasi, G. Q. (1994). Oil seed crops. *Crop Production*. (pp. 357). National Book Foundation, Islamabad.
- Herrero, M., Sánchez-Camargo, A. P., Cifuentes, A., Ibáñez, E. (2015). Plants, seaweeds, microalgae and food by-products as natural sources of functional ingredients obtained using pressurized liquid extraction and supercritical fluid extraction. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 71, 26-38.
- Hsu, C. L., Chen, W., Weng, Y. M., Tseng, C.Y., (2003). Chemical composition, physical properties, and antioxidant activities of yam flours as affected by different drying methods. *Food Chemistry*, 83, 85–92.
- Hu, X. Z., Cheng, Y. G., Fan, J. F., Lu, Z. H., Yamaki, K., Li, L. T. (2010). Effects of drying method on physicochemical and functional properties of soy protein isolates. *Journal of Food Processing and Preservation*, 34(3), 520-540.

- Hua, M., Lu, J., Qu, D., Liu, C., Zhang, L., Li, S., Chen, J., Sun, Y. (2019). Structure, physicochemical properties and adsorption function of insoluble dietary fiber from ginseng residue: A potential functional ingredient. *Food Chemistry*, 286, 522-529.
- Huang, L. L., Zhang, M., Wang, L. P., Mujumdar, A. S., Sun, D. F. (2012). Influence of combination drying methods on composition, texture, aroma and microstructure of apple slices. *LWT- Food Science and Technology*, 47(1), 183–188.
- Huisman, I. H., Prádanos, P., Hernández, A.. (2000). The effect of protein–protein and protein–membrane interactions on membrane fouling in ultrafiltration. *Journal of Membrane Science*, 179, 79-90.
- Huntington, D. A. (2004). The influence of the spray drying process on product properties. *Drying Technology*, 22(6), 1261-1287.
- Ilari, J. L., Loisel, C. (1991). 4ème rencontre AGORAL 91 à Dijon, la maîtrise de la fonctionnalité des poudres. *Process (Cesson-Sévigné)*, (1063), 39-43.
- Intipunya, P., Bhandari, B. R. (2010). Chemical deterioration and physical instability of food and beverages. Skibsted, L. Risbo, J. Andersen, M. (Eds.). *Handbook on Spray Drying Applications for Food Industries*. (pp. 663-700). Woodhead Publishing, Sawston.
- Izadi, M., Eskandari, M. H., Niakousari, M., Shekarforoush, S., Hanifpour, M. A., Izadi, Z. (2014). Optimisation of a pilot-scale spray drying process for probiotic yoghurt, using response surface methodology. *International Journal of Dairy Technology*, 67(2).
- Jayasena, V., Chih, H. J., Nasar-Abbas, S. M. (2011). Efficient isolation of lupin protein. *Food Australia*, 63(7), 306-309.
- Jafari, S. M., Ghalenoei, M. G., Dehnad, D. (2017). Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technology*, 311, 59-65.
- Ji, J., Cronin, K., Fitzpatrick, J., Fenelon, M., and Miao, S. (2015). Effects of fluid bed agglomeration on the structure modification and reconstitution behaviour of milk protein isolate powders. *Journal of Food Engineering*, 167, 175-182.
- Jiamyangyuen, S., Srijesdaruk, V., Harper, W. J. (2005). Extraction of rice bran protein concentrate and its application in bread. *Journal of Science Technology*, 27(1), 55-64.

- Jiang, L., Wang, J., Li, Y., Wang, Z., Liang, J., Wang, R., Chen, Y., Ma, W., Oi, B., Zhang, M. (2014). Effects of ultrasound on the structure and physical properties of black bean protein isolates. *Food Research International*, 62, 595-601.
- Jinapong, N., Suphantharika, M., Jamnong, P. (2008). Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84(2), 194-205.
- Jindal, V., Boonyai, P. (2001). Effect of processing conditions on the quality of spray dried soy milk, Proceedings of the 2nd Asian Oceania Drying Conference. (pp.477–486), Malaysia.
- Johnson, L. A., Suleiman, T. M., Lusas, E. W. (1979). Sesame protein: a review and prospectus. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 56, 463-468.
- Joshi, M., Adhikari, B., Aldred, P., Panozzo, J. F., Kasapis, S. (2011). Physicochemical and functional properties of lentil protein isolates prepared by different drying methods. *Food Chemistry*, 129, 1513-1522.
- Kalogeropoulos, N., Chiou, A., Pyriochou, V., Peristeraki, A., Karathanos, V. T. (2012). Bioactive phytochemicals in industrial tomatoes and their processing byproducts. *LWT - Food Science and Technology*, 49(2), 213-216.
- Kapadia, G. J., Azuine, M. A., Tokuda, H., Takasaki, M., Mukainaka, T., Konoshima, T., Nishino, H. (2002). Chemopreventive effect of resveratrol, sesamol, sesame oil and sunflower oil in the Epstein–Barr virus early antigen activation assay and the mouse skin two-stage carcinogenesis. *Pharmacological Research*, 45(6), 499-505.
- Karaca, A. C., Low, N., Nickerson, M. (2011). Emulsifying properties of canola and flaxseed protein isolates produced by isoelectric precipitation and salt extraction. *Food Research International*, 44, 2991-2998.
- Karande, G. R., Yamgar, S. V., Waghmode, A. A., & Wadikar, P. B. (2018). Exploitation of heterosis for yield and yield contributing character in sesame (*Sesamum indicum* L.). *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, 7(2), 299-308.

- Keshani, S., Daud, W. R. W., Nourouzi, M. M., Namvar, F., Ghasemi, M. (2015). Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. *Journal of Food Engineering*, 146, 152–162.
- Khanji, A.N., Michaux, F., Petit, J., Salameh, D., Rizk, T., Jasniewski, J., Banon, S. (2018). Structure, gelation, and antioxidant properties of curcumin-doped casein micelle powder produced by spray-drying. *Food and Function*, 9, 971-981.
- Kızıllalp, G., Dirim, S. N. (2019). Production and characterization of plant protein concentrates from shells of kidney bean, pea and cowpea and their effects on freezing and freeze drying of kiwi puree. *Akademik Gıda*, 17(2), 157-166.
- Kim, E. H. J., Chen, X. D., Pearce, D. (2005). Effect of surface composition on the flowability of industrial spray-dried dairy powders. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 46(3), 182–187.
- Kinsella, J. E. (1982). Relationships between structure and functional properties of food proteins. *Food proteins*, 1, 51-103.
- Knipschildt, M.E. (1986). Recent Developments in Spray Drying of Milk. APV Anhydro A/S, Denmark.
- Koç, M., Koç, B., Sakin-Yılmaz, M., Kaymak-Ertekin, F., Susyal, G., Bağdatlıoğlu, N. (2011). Physicochemical characterization of whole egg powder microencapsulated by spray drying. *Drying Technology*, 29, 780-788.
- Koç, M., Koç, B., Güngör, Ö., & Ertekin, F. K. (2012). The effects of moisture on physical properties of spray-dried egg powder. *Drying Technology*, 30(6), 567-573.
- Kollia, E., Tsuroufflis, K., Markaki, P. (2016). Aflatoxin B1 in sesame seeds and sesame products from the Greek market. *Food Additives & Contaminants: Part B*, 9(3), 217-222.
- Koschuh, W., Povoden, G., Thang, V. H., Kromus, S., Kulbe, K. D., Novalin, S., Krotscheck, C. (2004). Production of leaf protein concentrate from ryegrass (*Lolium perenne x multiflorum*) and alfalfa (*Medicago sativa* subsp. *sativa*). Comparison between heat coagulation/centrifugation and ultrafiltration. *Desalination*, 163(1-3), 253-259.

- Krajcovicova-Kudlackova, M., Babinska, K., Valachovicova, M. (2005). Health benefits and risks of plant proteins. *Bratislavské Lekárske Listy*, 106(6/7), 231.
- Kuck, L. S., Noreña, C. P. Z. (2016). Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. *Food Chemistry*, 194, 569-576.
- Kumar, R., Singh, R., Kumar, N., Bishnoi, K., Bishnoi, N. (2009). Response surface methodology approach for optimization of biosorption process for removal of Cr (VI), Ni (II) and Zn (II) ions by immobilized bacterial biomass sp. *Bacillus brevis*. *Chemical Engineering Journal*, 146(3), 401-407.
- Kurozawa, L. E., Morassi, A. G., Vanzo, A. A., Park K. J., Hubinger, M. D. (2009). Influence of spray drying conditions on physicochemical properties of chicken meat powder. *Drying Technology*, 27(11), 1248-1257.
- Laokuldilok, T., Kanha, N. (2015). Effects of processing conditions on powder properties of black glutinous rice (*Oryza sativa* L.) bran anthocyanins produced by spray drying and freeze drying. *LWT - Food Science and Technology*, 64, 405-411.
- Lawal, O. S. (2005). Functionality of native and succinylated Lablab bean (*Lablab purpureus*) protein concentrate. *Food Hydrocolloids*, 19, 63-72.
- León-Martínez, F. M., Méndez-Lagunas, L. L., Rodríguez-Ramírez, J. (2010). Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 81(4), 864-870.
- Liao, L., Wang, Q., Zhao, M. (2013). Functional, conformational and topographical changes of succinic acid deamidated wheat gluten upon freeze- and spray-drying: A comparative study. *LWT-Food Science and Technology*, 50(1), 177e184.
- Lin, C. S. K., Pfaltzgraff, L. A., Herrero-Davila, L., Mubofu, E. B., Abderrahim, S., Clark, J. H., Koutinas, A. A., Kopsahelis, N., Stamatelatos, K., Dickson, F. (2013). Food waste as a valuable resource for the production of chemicals, materials and fuels. Current situation and global perspective. *Energy ve Environmental Science*, 6, 426-464.
- Linnemann, A. R., Dijkstra, D. S. (2002). Toward sustainable production of protein-rich foods: appraisal of eight crops for Western Europe. Part I. Analysis of the primary links

- of the production chain. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 42(4), 377-401.
- Liu, J., Guan, X., Zhu, D., Sun, J. (2008). Optimization of the enzymatic pretreatment in oat bran protein extraction by particle swarm optimization algorithms for response surface modeling. *LWT-Food Science and Technology*, 41(10), 1913-1918.
- Liu, H., Shi, A., Liu, L., Wu, H., Ma, T., He, X., Lin, W., Feng, X., Liu, Y. (2016). Peanuts: processing technology and product development. *Peanut Protein Processing Technology*, 4, 83-209.
- Liu, J., Li, P., Jiang, Z., Yang, R., Zhang, W. (2019). Characterisation of peanut protein concentrates from industrial aqueous extraction processing prepared by spray and freeze drying methods. *International Journal of Food Science and Technology*, 54, 1597-1608.
- Looi, Y. F., Ong, S. P., Julkifle, A., Alias, M. S. (2019). Effects of pretreatment and spray drying on the physicochemical properties and probiotics viability of Moringa (*Moringa oleifera* Lam) leaf juice powder. *Journal of Food Process Preservation*, 43(4), e13915.
- Luque, R., Clark, H. J. (2013). Valorisation of food residues: Waste to wealth using green chemical Technologies. *Sustainable Chemical Processes*, 1, 10-12.
- Maa, Y. F., Costantino, H., Nguyen, P. A., Hsu, C. (1997). The effect of operating and formulation variables on the morphology of spray dried protein particles. *Pharmaceutical Development and Technology*, 2, 213e223.
- Machado, A. P. D., Rezende, C. A., Rodrigues, R. A., Barbero, G. F., Rosa, P. D. V. E., Martinez, J. (2018). Encapsulation of anthocyanin-rich extract from blackberry residues by spray-drying, freeze-drying and supercritical antisolvent. *Powder Technology*, 340, 553-562.
- Makris, D. P., Boskou, G., Andrikopoulos, N. K. (2007). Polyphenolic content and in vitro antioxidant characteristics of wine industry and other agri-food solid waste extracts. *Journal of Food Composition and Analysis*, 20(2), 125-132.
- Maltesen, M. J., van de Weert, M. (2008). Drying methods for protein pharmaceuticals. *Drug Discovery Today: Technologies*, 5(2-3), e81-e88.

- Maneffa, A. J., Stenner, R., Matharu, A. S., Clark, J. H., Matubayasi, N., Shimizu, S. (2017). Water activity in liquid food systems: A molecular scale interpretation. *Food Chemistry*, 237, 1133-1138.
- Mansor, M. R., Krishnan, T. S., Md Sarip, M. S., Saidi, S. A. (2020). Rice bran protein powder production using spray drying technique: effect of temperature, feed flowrate and air flowrate. *Materials Science and Engineering*, 864, 012189.
- Marathe, S. J., Jadhav, S. B., Bankar, S. B., Singhal, R. S. (2017). Enzyme-assisted extraction of bioactives. *Food Bioactives*, 171–201.
- Marques, L. G., Freire, J. T. (2005). Analysis of freeze-drying of tropical fruits. *Drying Technology*, 23(9-11), 2169-2184.
- Marques, G. R., Borges, S. V., Mendonça, K. S. D., Fernandes, R. V. B., Menezesab, E. G. T. (2014). Application of maltodextrin in green corn extract powder production. *Powder Technology*, 263, 89-95.
- Masters, K. (1991). *Spray Drying Handbook*, 5th ed; Longman Scientific and Technical, London.
- Masters, K. (1997). Spray dryers. *Industrial Drying of Foods*, 90-114.
- Maury, M., Murphy, K., Kumar, S., Shi, L., Lee, G. (2005). Effects of process variables on the powder yield of spray-dried trehalose on a laboratory spray-dryer. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 59, 565e573.
- Meshkani, S. M, Mortazavi, S. A, Rad, A. H. E, Beigbabaei, A. (2016). Optimization of protein extraction and evaluation of functional properties of tomato waste and seeds from tomato paste plants. *Biosciences Biotechnology Research Asia*, 13(4).
- Miller, D. A., Gil, M. (2012). Spray-drying technology. In: *Formulating Poorly Water Soluble Drugs*. O. W. Robert, B. W. Alan, A. M Dave. (Eds.). AAPS Advances in the Pharmaceutical Sciences Series, (pp. 363-442). Springer, New York.
- Mirabella N., Castellani V., Sala, S. (2014). Current options for the valorization of food manufacturing waste: a review. *Journal of Cleanear Production*, 65, 28–41.

- Moeller, H., Martin, D., Schrader, K., Hoffmann, W., Lorenzen, P. C. (2018). Spray- or freeze-drying of casein micelles loaded with Vitamin D2: Studies on storage stability and in vitro digestibility. *LWT - Food Science and Technology*, 97, 87-93.
- Moghaddam, A. D., Pero, M., Askari, G. R. (2017). Optimizing spray drying conditions of sour cherry juice based on physicochemical properties, using response surface methodology (RSM). *Journal of Food Science Technology*, 54, 174–184.
- Morgan, C. A., Herman, N., White, P. A., Vesey, G. (2006). Preservation of micro-organisms by drying; a review. *Journal of Microbiological Methods*, 66(2), 183-193.
- Muguerza, E., Gimeno, O., Ansorena, D., Astiasarán, I. (2004). New formulations for healthier dry fermented sausages: a review. *Trends in Food Science & Technology*, 15(9), 452-457.
- Mukhopadhyay, S., Ukuku, D. O., Juneja, V. K., Nayak, B., Olanya, M. (2017). Principles of food preservation. In *Microbial Control and Food Preservation* (pp.17-39). Springer, New York, NY.
- Mune, M. A. M., Sogi, D. S. (2016). Emulsifying and foaming properties of protein concentrates prepared from cowpea and bambara bean using different drying methods. *International Journal of Food Properties*, 19(2), 371-384.
- Munekata, P. E. S., Franco, D., Trindade, M. A., Lorenzo, J. M. (2016). Characterization of phenolic composition in chestnut leaves and beer residue by LC-DAD-ESI-MS. *LWT - Food Science and Technology*, 68, 52-58.
- Murali, S., Kar, A., Mohapatra, D., Kalia, P. (2015). Encapsulation of black carrot juice using spray and freeze drying. *Food Science and Technology International*, 21(8), 604-612.
- Muzaffer, K., Kumar, P. (2015). Parameter optimization for spray drying of tamarind pulp using responsesurface methodology. *Powder Technology*, 279, 179-184.
- Myers, R. H., Montgomery, D. C. (1995). Response surface methodology, process and product optimization using designed experiments 2nd ed. John Wiley and Sons, New York, NY.

- Nadar, S. S., Rao, P., Rathod, V. K. (2018). Enzyme assisted extraction of biomolecules as an approach to novel extraction technology: A review. *Food Research International*, 108, 309-330.
- Nadathur, S. R., Wanasundara, J. P. D., Scanlin, L. (2017). Proteins in the Diet: Challenges in Feeding the Global Population. *Sustainable Protein Sources*, 1–19.
- Naik, A., Raghavendra, S. N., Raghavarao, K. S. M. S. (2012). Production of Coconut Protein powder from coconut wetprocessing waste and its characterization. *Application Biochemistry Biotechnology*, 167, 1290–1302.
- Nandi, I., Ghosh, M. (2015). Studies on functional and antioxidant property of dietary fibre extracted from defatted sesame husk, rice bran and flaxseed. *Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre*, 5(2), 129-136.
- Narayan, P., Marchant, D., Wheatley, M. A. (2001). Optimization of spray drying by factorial design for production of hollow microspheres for ultrasound imaging. *Journal of Biomedical Materials Research*, 56(3), 333-341.
- Neacsua, M., Vaughana, N., Raikosa, V., Multaria, S., Duncanb, G. J., Duthiea, G. G., Russella, G. W. (2015). Phytochemical profile of commercially available food plant powders: their potential role in healthier food reformulations. *Food Chemistry*, 179, 159-169.
- Nicolson, D. H., Wiersema, J. H. (2004). Proposal to conserve *Sesamum indicum* against *Sesamum orientale* (Pedaliaceae). *Taxon*, 53(1), 210-211.
- Nindo, C. I., Tang, J. (2007). Refractance window dehydration technology: a novel contact drying method. *Drying Technology*, 25, 37–48.
- Novák, P., Havlíček, V. (2016). Protein Extraction and Precipitation. *Proteomic Profiling and Analytical Chemistry*, 51–62.
- Ochoa-Rivas, A., Nava-Valdez, Y., Serna-Saldívar, S. O., Chuck-Hernández, C. (2017). Microwave and ultrasound to enhance protein extraction from peanut flour under alkaline conditions: Effects in yield and functional properties of protein isolates. *Food and Bioprocess Technology*, 10, 543–555.

- Oetjen, G.W., Haseley, P. (2004). Freeze-drying. Haseley, P., Oetjen, G-W., Fisher, R (Eds.). (2nd ed.). Wiley-VCH, Germany.
- Oikonomopoulou, V. P., Krokida, M. K., Karathanos, V. T. (2011). The influence of freeze drying conditions on microstructural changes of food products. *Procedia Food Science*, 1, 647-654.
- Oliveira, T. I. S., Rosa, M. F., Cavalcante, F. L., Pereira, P. H. F., Moates, G. K., Wellner, N., Azeredo, H. M. C. (2016). Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chemistry*, 198, 113–118.
- Oreopoulou, V., Tzia, C. (2007). Utilization of plant by-products for the recovery of proteins, dietary fibers, antioxidants, and colorants V. Oreopoulou, W. Russ (Eds.), Utilization of by-products and treatment of waste in the food industry. *Science and Business Media*, 209-232.
- Ortega-Hernández, E., Coello-Oliemans, C., Ornelas-Cravioto, A., Santacruz, A., Becerra-Moreno, A., Jacobo-Velázquez, D. A. (2018). Phytochemical characterization of sesame bran: an unexploited by-product rich in bioactive compounds, *CyTA -Journal of Food*, 16(1), 814-821.
- Papadakis, S. E., Gardeli, C. Tzia, C. (2006). Spray drying of raisin juice concentrat. *Drying Technology*, 24, 173-180.
- Papoutsis, K., Golding, C. B., Vuong, Q., Pristijono, P., Stathopoulos, C. E., Scarlett, C. J., Bowyer, M. (2018). Encapsulation of citrus by-product extracts by spray-drying and freeze-drying using combinations of maltodextrin with soybean protein and γ -carrageenan. *Foods*, 7(7), 115.
- Parfitt, J., Barthel, M., Macnaughton, S. (2010). Food waste within food supply chains: quantification and potential for change to 2050. *Philosophical Transactions of the Royal Society*, 465, 3065-3081.
- Pathak, N., Rai, A. K., Kumari, R., Thapa, A., Bhat, K. V. (2014). Sesame crop: an underexploited oilseed holds tremendous potential for enhanced food value. *Agricultural Sciences*, 2014.

- Pereira, P. H. F., Oliveira, T. I. S., Rosa, M. F., Cavalcante, F. L., Moates, G. K., Wellner, N., Azeredo, H. M. C. (2016). Pectin extraction from pomegranate peels with citric acid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 88, 373–379.
- Pereira, R. M., López, B. G. C., Diniz, S. N., Antunes, A. A., Garcia, D. M., Oliveira, C. R., Marcucci, M. C. (2017). Quantification of flavonoids in brazilian orange peels and industrial orange juice processing wastes. *Agricultural Sciences*, 8(7), 631.
- Pernell, C. W., Foegeding, E. A., Daubert, C. R. (2000). Measurement of the yield stress of protein foams by vane rheometry. *Journal of Food Science*, 65(1), 110-114.
- Phillips, L. G., German, J. B., O’Neil, T. E., Foegeding, E. A., Harwalkar, V. R., Kilara, A., Lewis, B. A., Mangino, M. E., Morr, C. V., Regenstein, J. M., Smith, D. M., Kinsella, J. E. (1990). Standardized procedure for measuring foaming properties of three proteins, a collaborative study. *Journal of Food Science*, 55(5), 1441–1453.
- Phisut, N. (2012). Spray drying technique of fruit juice powder: Some factors influencing the properties of product. *International Food Research Journal*, 19, 1297-1306.
- Phongthai, S., Lim, S. T., Rawdkuen, S. (2016). Optimization of microwave-assisted extraction of rice bran protein and its hydrolysates properties. *Journal of Cereal Science*, 70, 146-154.
- Pickardt, C., Neidhart, S., Griesbach, C., Dube, M., Knauf, U., Kammerer, D. R. (2009). Optimisation of mild-acidic protein extraction from defatted sunflower (*Helianthus annuus* L.) meal. *Food Hydrocolloids*, 23, 1966-1973.
- Pickardt, C., Eisner, P., Kammerer, D. R., Carle, R. (2015). Pilot plant preparation of light-coloured protein isolates from de-oiled sunflower (*Helianthus annuus* L.) press cake by mild-acidic protein extraction and polyphenol adsorption, *Food Hydrocolloids*, 44, 208-219.
- Pikal, M. J., Shah, S., Roy, M. L., Putman, R. (1990). The secondary drying stage of freeze-drying: drying kinetics as a function of temperature and chamber pressure. *International Journal of Pharmaceutics*, 60, 203-217.
- Pikal, M. J. (2002). Freeze drying. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*, 2, 1299-1326.

- Pires, C., Costa, S., Batista, A. P., Nunes, M. C., Raymundo, A., Batista, I. (2012). Properties of protein powder prepared from Cape hake by-products. *Journal of Food Engineering*, 108(2), 268-275.
- Pisano, R., Barresi A. A., Fissore, D. (2011). Innovation in monitoring food freeze drying. *Drying Technology*, 29(16), 1920-1931.
- Pojić, M., Mišan, A., Tiwari, B. (2018). Eco-innovative technologies for extraction of proteins for human consumption from renewable protein sources of plant origin. *Trends in Food Science and Technology*, 75, 93-104.
- Pour-El, A. (1981). Protein functionality: classification, definition, and methodology. *Journal of the American Chemical Society*, 1, 1-19.
- Poveda, T., Vilcacundo, R., Carpio, C., Carrillo, W. (2016). Analysis of sesame proteins isolate (*Sesamum indicum* L.) with water and salt treatment. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 9(3), 404-407.
- Prabakaran, P., Ravindran, A. D. (2011). A comparative study on effective cell disruption methods for lipid extraction from microalgae. *Letters in Applied Microbiology*, 53(2), 150-154.
- Prinn, K. B., Costantino, H. R., Tracy, M. (2002). Statistical modeling of protein spray drying at the lab scale. *American Association of Pharmaceutical Scientists*, 3, 32–39.
- Prosekov, A., Babich, B., Kriger, O., Ivanova, S., Pavsky, V., Sukhikh, S., Yang, Y., Kashirskih, E. (2018). Functional properties of the enzyme-modified protein from oat bran. *Food Bioscience*, 24, 46-49.
- Puri, M., Sharma, D., Barrow, C. J. (2012). Enzyme-assisted extraction of bioactives from plants. *Trends in Biotechnology*, 30(1), 37-44.
- Putnik, P., Bursać Kovacević, D., Režek Jambrak, A., Barba, F. J., Cravotto, G., Binello, A., Shpigelman, A. (2017). Innovative “green” and novel strategies for the extraction of bioactive added value compounds from citruswastes. *Molecules*, 22(5).
- Qiaoyun, C., Xinghong, N. I., Liang, Z., Zheng, T., Jin, L., Kang, S., Xuan, C., Xinghui, L. (2017). Optimization of protein extraction and decoloration conditions for tea residues. *Horticultural Plant Journal*, 3(4), 172-176.

- Rasekh, J. (1974). Effect of freeze drying, spray drying, and stabilizers on functional characteristics of fish protein concentrate. *Journal of Milk and Food Technology*, 37(2), 78-82.
- Ratti, C., (1994). Shrinkage during drying of foodstuffs. *Journal of Food Engineering*, 23, 91-105.
- Ratti C. (2001). Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. *Journal of Food Engineering*, 49, 311-319.
- Ratti, C. (2013). Freeze drying for food powder production. B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck (Eds.) In: *Handbook of food powders* (pp. 57-84). Woodhead Publishing, Sawston.
- Ray, B., Bhunia, A. (2013). *Fundamental food microbiology*, CRC Press, 663, Florida.
- Rey, L. (1964). Fundamentals aspects of lyophilization. *Aspects Théoriques et Industriels de la Lyophilization*, 23-43.
- Rezende, Y. R. R. S., Nogueira, J. P., Narain, N. (2018). Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. *Food Chemistry*, 254, 281-291.
- Rocha, C. B. D., Noreña, C. P. Z. (2020). Microencapsulation and controlled release of bioactive compounds from grape pomace. *Drying Technology*, 1-15.
- Rodríguez, R., Jiménez, A., Fernández-Bolaños, J., Guillén, R., Heredia. A. (2006). Dietary fibre from vegetable products as source of functional ingredients. *Trends in Food Science ve Technology*, 17, 3-15.
- Rubio, C., González-Weller, D., Caballero, J. M., Romano, A. R., Paz, S., Hardisson, A., Gutiérrez, A. J., Revert, C. (2018). Metals in food products with rising consumption (brewer's yeast, wheat bran, oat bran, sesame seeds, flaxseeds, chia seed), A nutritional and toxicological evaluation. *Journal of Functional Foods*, 48, 558-565.
- Saikia, S., Mahnot, N. K., Mahanta, C. L. (2015). Optimisation of phenolic extraction from *Averrhoa carambola* pomace by response surface methodology and its microencapsulation by spray and freeze drying. *Food Chemistry*, 171, 144-152.

- Salem, A., Fakhfakh, N., Jridi, M., Abdelhedi, O., Nasri, M., Debeaufort, F., Zouari, N. (2020). Microstructure and characteristic properties of dogfish skin gelatin gels prepared by freeze/spray-drying methods. *International Journal of Biological Macromolecules*, *162*, 1-10.
- Santhalakshmy, S., Don Bosco, S. J., Francis, S., Sabeena, M. (2015). Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder. *Powder Technology*, *274*, 37–43.
- Sari, Y. W., Bruins, M. E Sanders, J. P. M. (2013). Enzyme assisted protein extraction from rapeseed, soybean, and microalgae meals. *Industrial Crops and Products*, *43*, 78-83.
- Sarkis, J. R., Boussetta, N., Blouet, C., Tessaro, I. C., Marczak, L. D. F., Vorobiev, E. (2015). Effect of pulsed electric fields and high voltage electrical discharges on polyphenol and protein extraction from sesame cake. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, *29*, 170–177.
- Sathivel, S., Yin, H., Bechtel, P. J., King, J. M. (2009). Physical and nutritional properties of catfish roe spray dried protein powder and its application in an emulsion system. *Journal of Food Engineering*, *95*(1), 76-81.
- Schössler, K., Jäger, H., Knorr, D. (2012). Novel contact ultrasound system for the accelerated freeze-drying of vegetables. *Innovative Food Science ve Emerging Technologies*, *16*, 113-120.
- Seerangurayar, T., Manickavasagan, A., Al-Ismaili, A. M., Al-Mulla, Y. A. (2017). Effect of carrier agents on flowability and microstructural properties of foam-mat freeze dried date powder. *Journal of Food Engineering*, *215*, 33–43.
- Sharma, P. C., Tilakratne, B. M., Anil, G. (2010). Utilization of wild apricot kernel press cake for extraction of protein isolat. *Journal of Food Science and Technology-Mysore*, *47*, 682e685.
- Sharma, A., Jana, A., Chavan, R. (2012). Functionality of milk powders and milkbased powders for end use applications. *Food Science and Food Safety*, *11*(5), 518-528.
- Sharma, L., Singh, C. (2016). Sesame protein edible films: development and characterization. *Food Hydrocolloids*, *61*, 139-147.

- Sheldon, R. A., van Pelt, S. (2013). Enzyme immobilisation in biocatalysis: Why, what and how. *Chemical Society of Review*, 42(15), 6223-6235.
- Shi, L., Liu, R., Jin, Q., Wang, X. G. (2017). The contents of lignans in sesame seeds and commercial sesame oils of china. *Journal of The American Oil Chemists' Society*, 94, 1035–1044.
- Shishir, M. R. I., Chen, W. (2017). Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends in Food Science and Technology*, 65, 49e67.
- Shofinita, D., Langrish, T. A. G. (2014). Spray drying of orange peel extracts: Yield, total phenolic content, and economic evaluation. *Journal of Food Engineering*, 139, 31-42.
- Shrestha, A. K., Howes, T., Adhikari, B. P., Wood, B. J., Bhandari, B. R. (2007). Effect of protein concentration on the surface composition, water sorption and glass transition temperature of spray-dried skim milk powders. *Food Chemistry*, 104(4), 1436–1444.
- Shyu, Y. H. (2001). Studies on the analysis and antioxidative activities of lignans and lignan glycosides in sesame meal. PhD thesis, National Taiwan University, Taipei, Republic of China.
- Song, J. G., Lee, S. H., Han, H. K. (2016). Biophysical evaluation of aminoclay as an effective protectant for protein stabilization during freeze-drying and storage. *International Journal of Nanomedicine*, 11, 6609–6619.
- Souza, A. S., Borges, S. V., Magalhães, N. F., Ricardo, H. V., Cereda, M. P., Daiuto, E. R. (2009). Influence of spray drying conditions on the physical properties of dried pulp tomato. *Food Science and Technology*, 29(2), 291-294.
- Strati, I. F., Oreopoulou, V. (2011). Effect of extraction parameters on the carotenoid recovery from tomato waste. *International Journal of Food Science and Technology*, 46, 23-29.
- Suhag, Y., Nayik, G. A., Nanda, V. (2018). Modelling of moisture sorption isotherms and glass transition temperature of spray-dried honey powder. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12, 2553–2560.

- Sun, X., Cameron, R. G., Bai, J. (2020). Effect of spray-drying temperature on physicochemical, antioxidant and antimicrobial properties of pectin/sodium alginate microencapsulated carvacrol. *Food Hydrocolloids*, 100, 105420.
- Şahin, G. (2014). Türkiye'de üretimi azalan önemli bir yağ bitkisi susam. İtobiad: *Journal of the Human & Social Science Researches*, 3(2).
- Talekar, S., Patti, A. F., Singh, R., Vijayraghavan, R., Arora, A. (2018). From waste to wealth: High recovery of nutraceuticals from pomegranate seed waste using a green extraction process. *Industrial Crops and Products*, 112, 790-802.
- Tayengwa, T., Chikwanha, O. C., Dugan, M. E. R., Mutsvangwa, T., Mapiye, C. (2020). Influence of feeding fruit by-products as alternative dietary fibre sources to wheat bran on beef production and quality of Angus steers. *Meat Science*, 161, 107969.
- Tee, L., Luqman Chuah, A., Pin, K., Abdull Rashih, A., Yusof, Y. (2012). Optimization of spray drying process parameters of *Piper betle* L. (Sirih) leaves extract coated with maltodextrin. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 4, 1833e1841.
- Telang, A. M., Thorat, B. N. (2010). Optimization of process parameters for spray drying of fermented soy milk. *Drying Technology*, 28(12), 1445-1456.
- Timilsena, Y. P., Wang, B., Adhikari, R., Adhikari, B. (2016). Preparation and characterization of chia seed protein isolate–chia seed gum complex coacervates. *Food Hydrocolloids*, 52, 554-563.
- Tirgar, M., Silcock, P., Carne, A., Birch, E. J. (2017). Effect of extraction method on functional properties of flaxseed protein concentrates. *Food Chemistry*, 215, 417-424.
- Tiwari, B. K., Tiwari, U., Jagan Mohan, R., & Alagusundaram, K. (2008). Effect of various pre-treatments on functional, physiochemical, and cooking properties of pigeon pea (*Cajanus cajan* L.). *Food Science and Technology International*, 14(6), 487-495.
- Toledo, R., (2007). *Fundamentals of Food Process Engineering*, (D. R.Heldman). (3rd ed.). Aspen Publishers, Inc., Athens, GA, USA.
- Tonon, R. V., Brabet, C., Hubinger, M. D., (2009). Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 29(2), 444–450.

- Tontul, İ., Topuz, A. (2017). Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends in Food Science ve Technology*, 63, 91-102.
- Tosh, S. M., Farnworth, E. R., Brummer, Y., Duncan, A. M., Wright, A. J., Boye, J. I., Marcotte, M., Benali, M. (2013). Nutritional profile and carbohydrate characterization of spray-dried lentil, pea and chickpea ingredients. *Foods*, 2(3), 338-349.
- Tóth, J., Pallai-Varsányi, E. (2006). Drying of bovine serum albumin on inert particle surface in msb dryer. 15th International Drying Symposium, (pp. 20–23). Budapest.
- Tripathi, R., Verma, S., Easwari, T. S., Shah, H. (2013). Standardization of some herbal antidiabetic drugs in polyherbal formulation and their comparative study. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 4(8), 3256-3265.
- Tsaliki, E., Kechagia, U., Doxastakis, G. (2002). Evaluation of the foaming properties of cottonseed protein isolates. *Food Hydrocolloids*, 16, 645-652.
- Tsouko, E., Alexandri, M., Fernandes, K. V., Guimarães Freire, D. M., Mallouchos, A., Koutinas, A. A. (2019). Extraction of Phenolic Compounds from Palm Oil Processing Residues and Their Application as Antioxidants. *Food Technology and Biotechnology*, 57(1), 29–38.
- Türk Gıda Kodeksi [TGK]. 2013. *Susam: Sesamum indicum L. (Pedaliaceae). Türk Gıda Kodeksi Baharat Tebliği*. <https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2013/04/20130410-19.htm> adresinden erişildi.
- Ulusal Gıda Kompozisyon Veri Tabanı [Türkomp]. 2020. Protein. *Ulusal Gıda Kompozisyon Veri Tabanı*. http://www.turkomp.gov.tr/component_result-3 adresinden erişildi.
- Vásquez, V., Martínez, R., Bernal, C. (2019). Enzyme-assisted extraction of proteins from the seaweeds *Macrocystis pyrifera* and *Chondracanthus chamissoi*: Characterization of the extracts and their bioactive potential. *Journal of Applied Phycology*, 31, 1999-2010.
- Verma, A., Singh, S. V. (2015). Spray drying of fruit and vegetable juices. *Food Science and Nutrition*, 55, 701-719.

- Venturi, F., Sanmartin, C., Taglieri, I., Nari, A., Andrich, G., Terzuoli, E., Zinnai, A. (2017). Development of phenol-enriched olive oil with phenolic compounds extracted from wastewater produced by physical refining. *Nutrients*, 9(8), 916.
- Vidović, S. S., Vladić, J. Z., Vaštag, Z. G., Zeković, Z. P., Popović, L. M. (2014). Maltodextrin as a carrier of health benefit compounds in *Satureja montana* dry powder extract obtained by spray drying technique. *Powder Technology*, 258, 209-215.
- Vioque, J., Clemente, A., Pedroche, J., Yust, M. M., Millán, F. (2001). Obtention and uses of protein hydrolysates. *Grasas y Aceites*, 52, 132-136.
- Voda, A., Homan, N., Witek, M., Duijster, A., van Dalen, G., van der Sman, R., ... van Duynhoven, J. (2012). The impact of freeze-drying on microstructure and rehydration properties of carrot. *Food Research International*, 49(2), 687-693.
- Vojdani, F. (2006). Solubility. Methods of testing protein functionality, 11–60.
- Wang, J. C., Kinsella, J. E. (1976). Functional properties of novel proteins: Alfalfa leaf protein. *Journal of Food Science*, 41, 286-289.
- Wang, M., Hettiarachchy, N. S., Qi, M., Burks, W., Siebenmorgen, T. (1999). Preparation and functional properties of rice bran protein isolate. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 47, 411-416.
- Wang W. (2006). Protein aggregation and its inhibition in biopharmaceutics. *International Journal of Pharmaceutics*, 289(1–2), 1–30.
- Wang, J. S., Wang, A. B., Zang, X. P., Tan, L., Xu, B. Y., Chen, H. H., ... Ma, W. H. (2019). Physicochemical, functional and emulsion properties of edible protein from avocado (*Persea americana* Mill.) oil processing by-products. *Food Chemistry*, 288, 146-153.
- Wang, H., Tong, X., Yuan, Y., Peng, X., Zhang, Q., Zhang, S., ... Li, Y. (2020). Effect of spray-drying and freeze-drying on the properties of soybean hydrolysates. *Journal of Chemistry*, 2020.
- Westhoek, H., Lesschen, J. P., Rood, T., Wagner, S., De Marco, A., Murphy-Bokern, D., Oenema, O. (2014). Food choices, health and environment: Effects of cutting Europe's meat and dairy intake. *Global Environmental Change*, 26, 196–205.

- Wijesinghe, W. A. J. P., Jeon, Y. J. (2012). Enzyme-assistant extraction (EAE) of bioactive components: A useful approach for recovery of industrially important metabolites from seaweeds. *Fitoterapia*, 83(1), 6-12.
- Wikberg, H., Grönqvist, S., Niemi, P., Mikkelsen, A., Siikaaho, M., Kanerva, H., Käsper, A., Tamminn, T. (2017). Hydrothermal treatment followed by enzymatic hydrolysis and hydrothermal carbonization as means to valorise agro- and forest-based biomass residues. *Bioresource Technology*, 235, 70-78.
- Wilde, P. J., Clark, D. C. (1996). Foam formation and stability. G. M. Hall (Ed.). *Methods for Testing Protein Functionality*. (pp.110–148). Academic Professional, London, , London.
- Wilde, P. J. (2000). Interfaces: their role in foam and emulsion behaviour. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 5(3-4), 176-181.
- Wilken, L. R., Nikolov, Z. L. (2016). Aqueous fractionation of dry-milled corn germ for food protein production. Emerging and traditional technologies for safe. *Healthy and Quality Food*, 443-461.
- Williams, N. A., Polli, G. P. (1984). The lyophilization of pharmaceuticals: a literature review. *Science. Technology*, 38, 48-59.
- Wong, W. S., Camirond, W. M., Pavlath, A. E. (1996). Structures and functionality of milk proteins. *Food Science and Nutrition*, 36(8), 807-844.
- Wu, W. H. (2007). The contents of lignans in commercial sesame oils of Taiwan and their changes during heating. *Food Chemistry*, 104, 341–344.
- Yerlikaya, S., Şen Arslan, H. (2019). Dondurularak ve püskürterek kurutulmuş süt tozlarının bazı mikrobiyolojik ve fizikokimyasal özelliklerinin karşılaştırılması. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 8(2), 677 – 687.
- Yan, J. K., Wu, L. X., Cai, W. D., Xiao, G. S., Duan, Y., & Zhang, H. (2019). Subcritical water extraction-based methods affect the physicochemical and functional properties of soluble dietary fibers from wheat bran. *Food Chemistry*, 298, 124987.
- Yu, J., Ahmedna, M., Goktepe, I. (2007). Peanut protein concentrate: Production and functional properties as affected by processing. *Food Chemistry*, 103(1), 121-129.

- Yu, Y., Lv, Y. (2019). Degradation kinetic of anthocyanins from rose (*Rosa rugosa*) as prepared by microencapsulation in freeze-drying and spray-drying. *International Journal of Food Properties*, 22(1), 2009-2021.
- Zafisah, N. S., Yusof, Y. A., Ali, M. A., Roslan, N. S., Tahir, A., Aziz, M. G., Chin, N. L. (2018). Processing of raw coconut milk for its value addition using spray and freeze drying techniques. *Journal of Food Process Engineering*, 41(1), e12602.
- Zaky, A. A., Abd El-Aty, A. M., Ma, A., Jia, Y. (2020). An overview on antioxidant peptides from rice bran proteins: extraction, identification, and applications. *Food Science and Nutrition*, 1-13.
- Zhao, Q., Xiong, H., Selomulya, C., Chen, X. D., Huang, S., Ruan, X., ... Sun, W. (2013). Effects of spray drying and freeze drying on the properties of protein isolate from rice dreg protein. *Food and Bioprocess Technology*, 6(7), 1759-1769.
- Zhu, Z., He, J., Liu, G., Barba, F. J., Koubaa, M., Ding, L., ... Vorobiev, E. (2016). Recent insights for the green recovery of inulin from plant food materials using non-conventional extraction technologies: A review. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 33, 1-9.
- Zouari, R., Besbes, S., Ellouze-Chaabouni, S., Ghribi-Aydi, D. (2016). Cookies from composite wheat–Sesame peels flours: Dough quality and effect of *Bacillus subtilis* SPB1 biosurfactant addition. *Food Chemistry*, 194, 758–769.

T.C.
AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BİLİMSEL ETİK BEYANI

“Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleri Kullanılarak Susam İşleme Atığından Bitkisel Protein Tozu Üretimi ve Toz Ürün Karakterizasyonu” başlıklı Yüksek Lisans tezindeki bütün bilgileri etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada, bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiz atıf yaptığımı bildiririm. İfade ettiklerimin aksi ortaya çıktığında ise her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

.....

Elif Ezgi ÖZDEMİR

09 / 08 / 2021

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Soyadı, Adı : Özdemir, Elif Ezgi

Uyruk : T.C.

Yabancı Dil : İngilizce

EĞİTİM DURUMU

Derece	Kurum	Mezuniyet tarihi
Yüksek Lisans	Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Gıda Mühendisliği ABD	-
Yüksek Lisans	Aydın Adnan Mendere Üniversitesi, Uluslararası Ticaret ve İşletmecilik ABD (Tezsiz)	23.01.2017
Lisans	Gümüşhane Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü	11.06.2015

BURSLAR ve ÖDÜLLER

3501: Tübitak Kariyer Geliştirme Programı, Susam Kepeğinden Bitkisel Protein Tozu Üretimi: Atık Değerlendirme, Farklı Özütleme Tekniklerinin ve Püskürtmeli Kurutma İşlem Parametrelerinin Etkilerinin Belirlenmesi Projesi Kapsamında Bursiyerlik, 2019-2020

İŞ DENEYİMİ

Yıl	Yer/Kurum	Unvan
2016 – 2017	Hisar Doğa Ürünleri Ve Soğuk Depolama Tic. San. A.Ş., Aydın	Gıda Mühendisi
2016 – 2016	BSG Gıda Servis Hizmetleri A.Ş.-Aydın Bahçeşehir Koleji	Proje Müdürü

AKADEMİK YAYINLAR

Özdemir, E. E., Görgüç, A., Gençdağ, E., Yılmaz, F. M. (2021). Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemlerinin Temelleri ve Bu Yöntemler ile Gıda Atıklarından Toz Ürünlerin Üretimi. *Gıda*, 46(3), 583-607.

Kesen, M., Karabıyık, B. K., Özdemir, E. E. (2020). İçsel Pazarlamanın Birey-Örgüt Uyumu ve İşten Ayrılma Niyeti Üzerindeki Etkisi: Otel İşletmesi Çalışanları Üzerine Bir Araştırma. *Giresun Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Dergisi*, 6(2), 217-238.

Üçüncü, O., Baltacı, C., Karataş, Ş. M., Muslu, A., Büyükçekiç, D., Ejderha, H., Özdemir, E. E. (2019). *Galanthus ikariae* Baker Bitkisinin Toprak Üstü Kısımlarının Uçucu Yağının Kimyasal Bileşimi ve Biyolojik Aktiviteleri. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 9(4), 674-680.