

**MISIR YAĐININ RAFINASYON AŐAMALARINDA  
MEYDANA GELEN FİZİKOKİMYASAL DEĐİŐMELER  
VE NANOBOYUTTAKİ SAFSIZLIKLARIN  
TESPİT EDİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Musa HAŐLAK**

**Danışman**

**Dr. Öğr. Üyesi Erman DUMAN**

**GIDA MÜHENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI**

**Aralık 2018**

Bu tez çalışması 17.FEN.BİL.28 numaralı proje ile Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından desteklenmiştir.

**AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**MISIR YAĞININ RAFİNASYON AŞAMALARINDA MEYDANA  
GELEN FİZİKOKİMYASAL DEĞİŞMELER VE  
NANOBOYUTTAKİ SAFSIZLIKLARIN TESPİT EDİLMESİ**

**Musa HAŞLAK**

**Danışman**

**Dr. Öğr. Üyesi Erman DUMAN**

**GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**Aralık 2018**

## TEZ ONAY SAYFASI

Musa HAŞLAK tarafından hazırlanan “Mısır Yağının Rafinasyon Aşamalarında Meydana Gelen Fizikokimyasal Değişmeler ve Nanoboyuttaki Safsızlıkların Tespit Edilmesi” adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 21/12/2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği **Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Danışman** : Dr. Öğr. Üyesi Erman DUMAN

**Başkan** : Dr. Öğr. Üyesi Buket GÜNEŞER

**Üye** : Dr. Öğr. Üyesi Bilge AKDENİZ

**Üye** : Dr. Öğr. Üyesi Erman DUMAN

İmza

İmza

İmza

Afyon Kocatepe Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun  
...../...../..... tarih ve  
.....sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. İbrahim EROL

Enstitü Müdürü

## BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI

Afyon Kocatepe Üniversitesi

**Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;**

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

**beyan ederim.**

21/12/2018



## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### MISIR YAĞININ RAFİNASYON AŞAMALARINDA MEYDANA GELEN FİZİKOKİMYASAL DEĞİŞMELER VE NANOBOYUTTAKİ SAFSIZLIKLARIN TESPİT EDİLMESİ

Musa HAŞLAK

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

**Danışman:**Dr. Öğr. Üyesi Erman DUMAN

Bu araştırmada, ham mısır yağının rafinasyon aşamaları olan ham yağ, nötralizasyon, ağartma, vinterizasyon ve deodorizasyondaki fizikokimyasal ve nano boyuttaki değişimleri incelenmiş ve değerleri tespit edilmiştir. Asitlik, peroksit sayısı, refraktif indeks, viskozite, renk, sabunlaşma sayısı ve sabunlaşmayan madde sayısı, sterol, yağ asitleri kompozisyonu, mineral madde ve SEM analizi değerleri hesaplanmıştır. Son rafinasyon aşamasındaki asitlik, peroksit sayısı, refraktif indeks, viskozite, sabunlaşma sayısı, sabunlaşmayan madde sayısı sırasıyla % 0,08 mg KOH/g, 0 meq aktif oksijen/kg, 1,46 n<sub>D</sub>, 68,4 mPa, 202,88 mg KOH/gr, 0,23 g/kg hesaplanmıştır.

Yağ asitleri kompozisyonuna bakıldığında, rafinasyonun son aşamasında toplam doymuş yağ asitleri % 12,44, doymamış yağ asitlerinden tekli doymamış yağ asitleri toplam % 31,09 ve çoklu doymamış yağ asitleri toplam % 56,96 olarak tespit edilmiştir. Son rafinasyon aşaması olan deodorizasyonda mısır yağında sterol kompozisyonuna bakacak olursak; kampasterol, stigmasterol, Δ5,23-Stigmastadienol, klerosterol, beta-sitosterol ve Δ7-Stigmastenol tespit edilmiştir.

**2018, viii + 61 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** Mısır, Rafinasyon, Yağ asitleri, Gaz kromatografisi, Deodorizasyon, Ham Yağ.

**ABSTRACT**  
M.Sc Thesis

**THE DETECTION OF IMPURITIES IN NANOSCALE AND PHYSICO-CHEMICAL  
CHANGES OCCURING IN REFINED STAGES OF CORN OIL**

Musa HAŞLAK

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Food Engineering

**Supervisor:** Asst. Prof. Erman DUMAN

In this study, crude oil, neutralisation, bleaching vinterisation that are the stages of refining of crude corn oil and physicochemical and nano-sized changes in deodorisation were analyzed and their values were determined. Acidity, peroxide value, refractive index, viscosity, color, saponification value and the value of unsaponification matters, sterol, fatty acid composition, mineral matter, and the value of SEM analysis were measured. Acidity, peroxide value, refractive index, viscosity, saponification value and the value of unsaponification matters were measured as 0,08 mg KOH/g, 0 meq active oxygen/kg, 1,46 n<sub>D</sub>, 68,4 mPa, 202, 88 mg KOH/g, 0,23 g/kg respectively.

When it was looked at fatty acids composition, total saturated fatty acids was measured as 12,44 %, total monounsaturated fatty acids of unsaturated fatty acids was measured as 31,09 % and total polyunsaturated fatty acids was measured as 56,96 % at the last stage of refining. When it was looked at sterol composition of corn oil in deodorisation that is the last stage of refining, campesterol, stigmasterol,  $\Delta$ 5,23-stigmastadienol, clerosterol, beta-sitosterol,  $\Delta$ 7-stigmastenol were determined.

**2018, viii + 61 pages**

**Keywords:** Corn, Refining, Fatty acids, Gas chromatography, Deodorization, Crude oil.

## TEŞEKKÜR

Tezimde benden yardımlarını esirgemeyen tez danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Erman DUMAN' a lisans eğitimim boyunca üzerimde emekleri olan değerli hocalarım Prof. Dr. Abdullah ÇAĞLAR, Prof. Dr. Ramazan ŞEVİK, Dr. Öğr. Üyesi Gökhan AKARCA, Dr. Öğr. Üyesi Dilek KAVAK, Dr. Öğr. Üyesi Bilge AKDENİZ' e, Arş. Grv. Çiğdem AŞÇIOĞLU ve Arş. Grv. Teslime EKİZ' e ve 17.FEN.BİL.28 numaralı projeyi destekleyen Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri koordinatörlüğüne teşekkür ederim.

Bu araştırmam esnasında ve tüm hayatım boyunca bana her konuda destek olan sevgili babam İhsan HAŞLAK' a abim Murat HAŞLAK' a ve tüm aileme teşekkür ederim.

Musa HAŞLAK  
Afyonkarahisar, 2018

## İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	viii
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ .....	3
2.1 Rafinasyon Aşamaları.....	9
2.1.1 Yapışkan Madde Giderme (Degumming) ve Asitlik Giderme (Nötralizasyon) .....	9
2.1.2 Ağartma (Bleaching).....	11
2.1.3 Deodorizasyon (Koku Giderme).....	11
2.1.4 Soğuklama (Vinterizasyon).....	13
2.2 Gıdalarda Nanoteknolojik Uygulamalar .....	16
3. MATERYAL ve METOT .....	21
3.1 Materyal .....	21
3.2 Deneysel Metotlar .....	21
3.2.1 Asit Sayısı Tayini .....	21
3.2.2 Peroksit Sayısı Analizi .....	21
3.2.3 Kırılma İndisi .....	22
3.2.4 Viskozite .....	22
3.2.5 Renk Tayini .....	22
3.2.6 Sabunlaşma Sayısı Analizi .....	22
3.2.7 Sabunlaşmayan Madde Sayısı.....	23
3.2.8 Sterol Kompozisyonu.....	24
3.2.9 Yağ Asitleri Kompozisyonu.....	24
3.2.10 Mineral Madde Analizi .....	25
3.2.11 SEM Analizi.....	25



3.2.12 Verilerin İstatistiksel Analizi .....	25
4. BULGULAR .....	27
4.1 Mısır Yağının Fizikokimyasal Özellikleri .....	27
4.1.1 Asit Sayısı Sonuçları .....	27
4.1.2 Peroksit Sayısı Sonuçları.....	28
4.1.3 Kırılma İndeksi Sonuçları .....	30
4.1.4 Viskozite Sonuçları .....	31
4.1.5 Renk Tayini Sonuçları.....	32
4.1.6 Sabunlaşma Sayısı Sonuçları .....	33
4.1.7 Sabunlaşmayan Madde Sonuçları .....	34
4.1.8 Sterol Analizi Sonuçları .....	36
4.1.9 Toplam Yağ Asitleri Kompozisyonu Sonuçları .....	37
4.1.10 Mineral Madde Sonuçları.....	38
4.1.11 SEM Analizi.....	39
5. TARTIŞMA VE SONUÇ.....	41
6. KAYNAKLAR.....	47
ÖZGEÇMİŞ.....	55
EKLER .....	56

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

### **Simgeler**

---

M <sub>1</sub>	Buharlaştırma kabının kütlesi, g
M <sub>2</sub>	Buharlaştırma kabı ve bakiyenin kütlesi, g
g	Gram
V	Harcanan 0,1 N NaOH veya KOH çözeltisi
HCl	Hidroklorik asit
lt	Litre
N	Normalite
V <sub>3</sub>	Numune deneyindeki sodyum tiyosülfat sarfiyatı (ml)
M	Numunenin kütlesi, miktarı, g
V <sub>1</sub>	Örnek için harcanan 0,5 N HCl çözeltisi (ml)
KOH	Potasyum hidroksit
V <sub>0</sub>	Şahit deneydeki sodyum tiyosülfat sarfiyatı (ml)
M <sub>3</sub>	Şahit analiz değeri, g
V <sub>2</sub>	Şahit için harcanan 0,5 N HCl çözeltisi (ml)
m	Metre
µg	Mikrogram
µl	Mikrolitre
mPa	Milipaskal
µs	Mikrosaniye
meq	Miliekivalent
°C	Santigrat derece
NaOH	Sodyum hidroksit
%	Yüzde oranı
mg	Miligram
kg	Kilogram
ml	Mililitre
CO <sub>2</sub>	Karbondioksit
Fe	Demir
Cu	Bakır
K	Potasyum
P	Fosfor
Mg	Magnezyum
β	Beta
Δ	Delta
dk	Dakika

### **Kısaltmalar**

---

AOCS	American oil chemists society
GC	Gas chromatography
SEM	Taramalı elektron mikroskopu
SYA	Serbest yağ asitliği
TAG	Triaçil gliserol

---

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<b>Sayfa</b>
Şekil 2.1 Mısır bitkisi ve danesinin kısımları .....	4
Şekil 2.2 Dünya bitkisel ham yağ üretimi .....	5
Şekil 2.3 Nanometre boyutunu anlatan örnekler .....	16
Şekil 2.4 Siyah dut tozu parçacıklarının 2000 kez büyütülmüş SEM görüntüleri .....	19
Şekil 2.5 Hava ile kurutulmuş elma dilimlerinin 1000 kez büyütülmüş SEM görüntüsü .....	20
Şekil 2.6 Hava ve mikrodalga ile kurutulan numunenin 1000 kez büyütülmüş SEM görüntüsü .....	20
Şekil 2.7 Aşırı ısıtılmış buharla kurutulan cips yapısının 1000 kez büyütülmüş SEM görüntüsü .....	20
Şekil 4.1 Mısır yağı asit sayısı değişim grafiği .....	28
Şekil 4.2 Mısır yağı peroksit sayısı değişim grafiği .....	29
Şekil 4.3 Mısır yağı kırılma indeksi değişim grafiği .....	31
Şekil 4.4 Mısır yağı viskozite değişim grafiği .....	32
Şekil 4.5 Mısır yağı sabunlaşma sayısı değişim grafiği .....	34
Şekil 4.6 Mısır yağı sabunlaşmayan madde değişim grafiği .....	35

## ÇİZELGELER DİZİNİ

	<b>Sayfa</b>
<b>Çizelge 2.1</b> Mısır yağının fiziksel ve kimyasal karakteristikleri .....	7
<b>Çizelge 2.2</b> Yemelik yağlarda kimyasal rafinasyon basamakları, ayrılan ve üretilen maddeler. ....	14
<b>Çizelge 4.1</b> Mısır yağının asit sayısı analiz sonuçları .....	27
<b>Çizelge 4.2</b> Mısır yağının peroksit sayısı analiz sonuçları .....	29
<b>Çizelge 4.3</b> Mısır yağının refraktif indeks analiz sonuçları .....	30
<b>Çizelge 4.4</b> Mısır yağının viskozite analiz sonuçları .....	31
<b>Çizelge 4.5</b> Mısır yağının renk tayini sonuçları .....	33
<b>Çizelge 4.6</b> Mısır yağının sabunlaşma sayısı analiz sonuçları .....	33
<b>Çizelge 4.7</b> Mısır yağının sabunlaşmayan madde analiz sonuçları.....	35
<b>Çizelge 4.8</b> Mısır yağının sterol kompozisyonu analiz sonuçları .....	36
<b>Çizelge 4.9</b> Mısır yağının yağ asitleri kompozisyonu sonuçları .....	37
<b>Çizelge 4.10</b> Mısır yağının mineral madde analiz sonuçları .....	38
<b>Çizelge 4.11</b> Etanol ile muamele edilen rafinasyon aşaması örneklerinin SEM analizinde tespit edilen elementler (%).....	39
<b>Çizelge 4.12</b> Etanol ile muamele edilen rafinasyon aşaması örneklerinin SEM analizindeki kesitlerde tespit edilen elementlerin ortalama standart sapmaları.....	40

## 1. GİRİŞ

Mısır yıllardan beri tarımı yapılan ender bitkilerden biridir. Anavatanı Amerika kıtası olup buradan tüm dünyaya yayılmıştır. A.B.D'nin New Mexico eyaletinde yapılan arkeolojik kazılarda, kayalardan oluşmuş barınaklarda ve mağaralarda bulunan mısır taneleri ve mısır koçanı parçalarının yaklaşık 5000 yıllık olduğu tespit edilmiştir. 1954 yılında Meksika'nın başkenti Mexico City'de yapılan çalışmalarda, toprağın 50-60 m derinliğinde 7000 yıllık olduğu saptanan mısır çiçek tozlarına rastlanmıştır. Mısırın orijinine ilişkin kesin bir bilgi bulunmamaktadır ve bu konuda teoriler üretilmiştir. Bu teoriler günümüzde halen tartışılmaktadır. Yapılan tüm arkeolojik çalışmalardan elde edilen sonuçlara göre mısır bitkisinin 8000-10000 yıllık geçmişinin olduğu görülmektedir. Mısırın Türkiye'ye girişi ise Kuzey Afrika ülkeleri üzerinden olmuştur. Ülkemizde mısır bitkisine mısır adının verilmiş olması, bu bitkinin ülkemize Mısır ve Suriye üzerinden girdiğinin bir göstergesidir (İnt.Kyn.1).

Mısır ülkemizde tahıl grubu içinde buğday ve arpadan sonra en çok ekilen bitkidir. 1925-2008 yılları arasında ülkemizde mısır ekili alanlarda dalgalanmalar olurken üretimin artma eğiliminde olduğu görülmektedir. Türkiye'de mısır üretiminin % 31'i Akdeniz, % 20'si Karadeniz, % 16'sı Güneydoğu, % 15'i Marmara, % 14'ü Ege, % 4'ü ise İç Anadolu ve Doğu Anadolu bölgelerinde bulunmaktadır. Mısır ekiminde suya ihtiyaç duyulması ve üretiminde verimin diğer tahıl bitkilerine oranla daha yüksek olması mısırın Çukurova'da ikinci ürün olarak ekilmesine neden olmuştur. Çukurova Bölgesinin başı çektiği üretimde, elde edilen verim dekar başına 203 kg/da ile 881 kg/da arasında değişmektedir. Türkiye'de ortalama verim 726 kg/da olup dünya ortalamasının altında yer almaktadır (Yıldırım 2006).

Ülkemizde üretilen mısır bitkisinin %35'i doğrudan insan gıdası, %30'u hayvan yemi, %20'si yem sanayinde ham madde olarak %5'i ise tohumluk ve %10 kayıplar olarak değerlendirilmektedir (Akman ve Şencar 1991). Karbonhidrat kaynağı olan bu bitkinin, insan ve hayvan beslenmesinde önemli bir paya sahip olduğu bildirilmiştir (Pajic 2007).

Mısır yağlık bir bitki olmamasına rağmen Dünya’da ve ülkemizde ham yağ üretimi ve tüketim bakımından önemli bir yağ bitkisi olarak kullanılmaktadır. Mısır yağının Türkiye’de yağ açığını kapatmada önemli bir potansiyeli vardır (Öz ve Kapar 2007). Mısır yağının aynı zamanda Türkiye’de tüketim sıralamasında ilk üç yağdan biri olduğu bildirilmiştir (Yayar ve Bal 2007).

Mısır yağı yüksek oranda doymamış ve düşük miktarda doymuş yağ içeriğine sahiptir (Zai and Gao 2001). Bu yönleri ile beslenme açısından istenilen özelliklere sahip bitkisel yağlar içerisinde yer almaktadır. Diğer taraftan yüksek E vitamini içeriği sağlık açısından da mısır yağının arzu edilen özelliklerinden birisidir.

Ham mısır yağı insan gıdası olarak tüketilebilmesi için içerisindeki serbest yağ asitleri, renk maddeleri, vaks, aldehit ve ketonlardan belirli ölçülerde uzaklaştırılması için rafinasyon işlemine tabi tutulması gerekmektedir.

Bu doğrultuda yapmış olduğumuz bu çalışmada, örnek olarak seçilen ham mısır yağı bitkisel yağ fabrikasında nötralizasyon, ağartma, vinterizasyon ve deodorizasyon işlemlerine tabi tutulmuş ve her aşama sonucu mısır yağının serbest yağ asitliği, peroksit sayısı, renk, kırılma indisi, viskozite, sabunlaşma sayısı, sabunlaşmayan madde sayısı, yağ asitleri kompozisyonu, sterol kompozisyonu, mineral madde kompozisyonu analiz edilmiştir. Her rafinasyon aşaması sonucu meydana gelen nano boyuttaki safsızlıklar görüntülenerek toplam 5 örnekte 11 farklı özellik incelenmiştir. Bu araştırma ile mısır yağının rafinasyonunda fizikokimyasal açıdan nasıl bir değişimin meydana geldiği araştırılmış olup, bu konuyla ilgili çalışacak diğer araştırmacılara ve bitkisel yağ endüstrisine yol gösterecek önemli sonuçların ortaya çıkmasına katkı sağlamak amaçlanmıştır.

## 2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

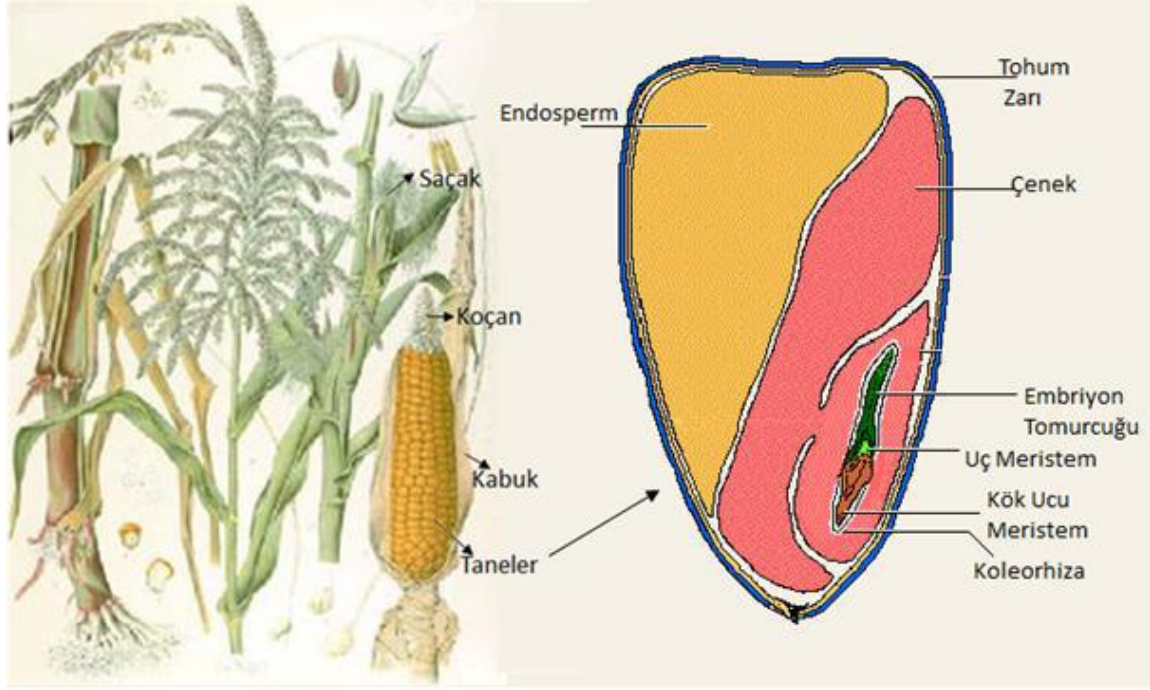
Dünya genelinde ve ülkemizde; ham yağ üretimi ve işlenmesi ile ilgili olarak faaliyet gösteren çok sayıda işletme mevcuttur. Bitkisel sıvı yağ üretiminde işlem basamakları tarladan başlayıp, modern işletmelerde devam eden ve tüketimin gerçekleştiği evlere kadar süren bir zincirdir. Yağ, insan beslenmesinde ve bazı gıdaların üretimlerinin gerçekleştirilmesinde vazgeçilmez bir bileşendir (Kuleaşan 2004).

Temel besin maddelerinden olan ve insan beslenmesi açısından büyük bir öneme sahip olan yağlar insan organizması için gerekli, yaşamsal faaliyetlerin sürdürülebilmesinde beslenme zincirinde mutlaka olması gereken besin maddelerini içerir. Ayrıca yağlar; insan vücudunda hücre, doku ve organların yapılarında yer aldıklarından dolayı sağlık açısından vazgeçilmez besin kaynaklarını oluşturur (Başoğlu 2004).

Günümüzde en çok tüketilen yağ kaynağının bitkisel yağlar olması bitkisel yağları ve bunların hammaddesi olan yağlı tohumların üretimini önemli hale getirmiştir. Ayçiçeği ve çiğit başta olmak üzere susam, soya, mısır, kanola gibi çeşitli yağlı tohumları hammadde olarak işleyen bitkisel yağ sanayi; tarıma dayalı sanayinin önemli alt kollarından biridir (Çökmez 2004).

Mısır bitkisi; buğdaygiller familyasının *Maydeae* oymağına giren mısır tahıllar içerisinde güneş enerjisini en iyi kullanan ve birim alandan yüksek verim elde edilen bir bitkidir (Kırtok 1998). Mısır bitkisinin merkezi Amerika Kıtasıdır. 16. yy. da İspanya'dan Avrupa üzerine yayılmıştır. Mısır bitkisi hemen hemen bütün ülkelerde yetişmektedir ve 158 milyon hektar bir alanda ekimi yapılmaktadır. Bu alanın yarısından gelişmekte olan ülkelerde olup, buğday ve çeltikten sonra ekim olarak üçüncü sırada yer almaktadır. En fazla mısır üretimi yapan ülkeler arasında ABD, Çin, Meksika ve 29 Avrupa ülkesi ön sırada gelmektedir. Meksika ve Hindistan üretimi en fazla mısır üretimi yapan ülkelerdir (Özcan 2009).

Mısır bitkisi sulu koşullarda her türlü bitki ile ekim nöbetine girebilmektedir. Kendisinde sonra ekilen bitkinin verimi, genellikle ekim nöbetine alınan diğer tahıllara göre daha yüksektir (Sencar 1988).



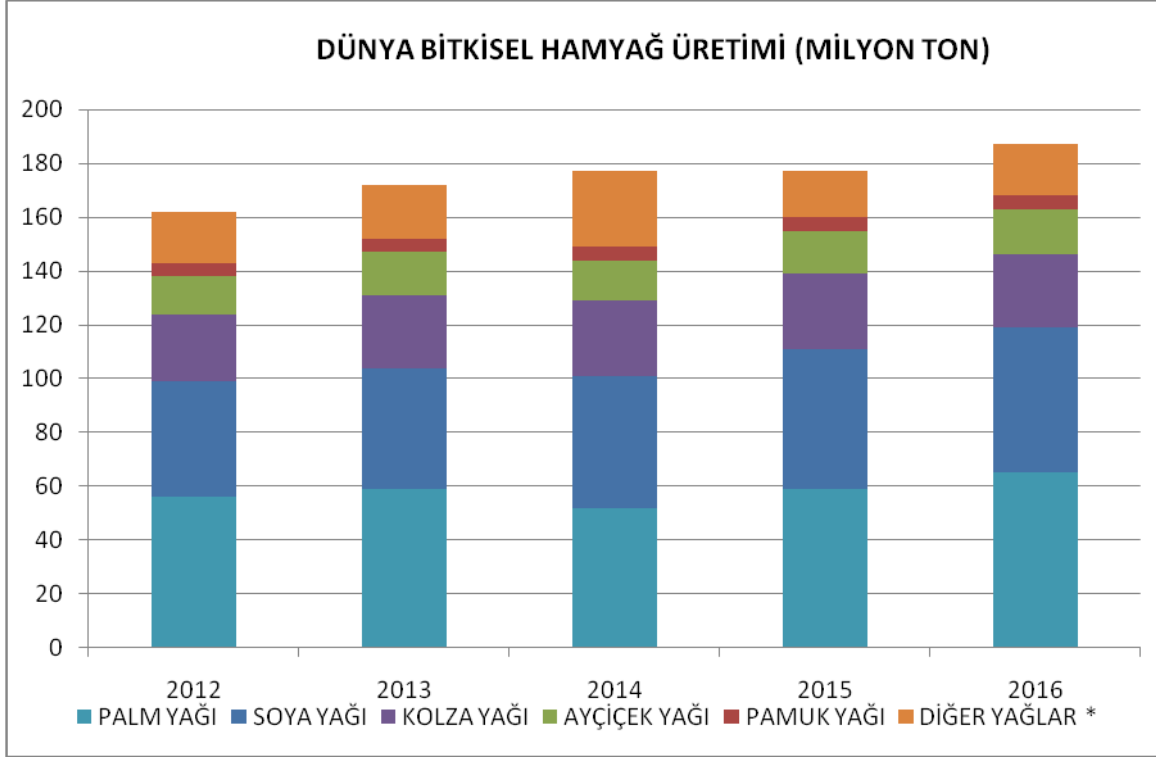
Şekil 2.1 Mısır bitkisi ve danesinin kısımları (Kayahan 2004).

Mısır daneleri nişastanın depolandığı bir hububat türüdür ve danesinde yaklaşık %5 oranında yağ bulunur, bu yağın %85'i danenin embriyo kısmından elde edilir. Ham mısırözü yağı koyu kırmızımsı-sarı renktedir. Mısır danesindeki embriyo büyüdükçe yağ oranı da buna bağlı olarak artar. Yağ miktarı yüksek mısır çeşitleri, normal mısırlara göre %6-7 oranında daha besleyicidir Mısır danesinde ortalama %16 oranında su bulunurken, kuru madde olarak ortalama; %71,7 nişasta, %9,5 protein, %9,5 lif ve geri kalan miktar ise önemli oranda şeker, yağ ve karoten içerir. Bunların yanında önemli miktarda Fe, Mg, K, A, B1, B3, B9, C vitaminleri de yapısında bulunmaktadır (Başoğlu 2006, Özcan 2009).

Mısır yağı *Graminae* familyasının *Zea* mısır tanelerinden elde edilen yağdır. Hemen her alanda bir yan ürünün olduğu mısır yağı üretiminde ekonomik bir güç potansiyeli



vardır. Ruşeymden nişasta ve glikoz şurubu üretimi sırasında yan ürün olarak oluşan mısırözü yağı elde edilmektedir (Türetkan 2012).



**Şekil 2.2** Dünya bitkisel ham yağ üretimi (Anonim 2016).

Mısır danelerinde yaklaşık olarak %5 oranında yağ bulunmaktadır. Yüksek yağlı çeşitlerinden ise % 19,5 yağ çıkar. Bulunan bu yağın % 85'i danenin embriyo kısmından elde edilir. Ham mısırözü yağı koyu kırmızı-sarı renktedir. Mısır tanesindeki embriyonun büyüklüğü yağ oranı ile doğru orantılıdır. Yağ oranı yüksek olan mısır çeşitleri besleyicilik açısından daha iyidir (Türetkan 2012, Aksoy 2015). Yüksek enerji kaynağı olmasının yanı sıra önemli miktarda yağ asitleri, E vitamini içermektedir ve A, B ve K vitaminleri ile birlikte kalsiyum, potasyum, magnezyum, fosfor, çinko, demir ve bakır mineralleri açısından oldukça zengindir (Aksoy 2015). Yağ asitleri kompozisyonu mısır yağının kalitesini belirler. Mısır da ıslah çalışmaları olsun, kalite kontrol olsun, bunlarda yağ asitleri kompozisyonu etkileyen önemli etken olarak görülmektedir. (Zawadzki *et al.* 2007). Mısır yağında düşük miktarda doymuş yağ asitleri, yüksek miktarda linoleik asit bulunmaktadır. Linoleik asit bileşiminin yüksek olması oksidatif kararlılığı etkilemektedir (Gunstone *et al.* 2007). Yapılan bir çalışmada mısır yağında

toplam yağ asitleri miktarı %67,8 olarak tespit edilmiştir. Gaz kromatografisi kullanılarak yapılan çalışmada toplam doymamış yağ asitleri miktarı ise %36,39 olarak tespit edilmiştir (Dowd, 1998). Moreau vd. (2010), yaptıkları bir çalışmada mısır çekirdeği yağı ve fermente mısır yağında 4 farklı doymamış yağ asidi incelenmiş ve mısır çekirdeği yağında toplam doymamış yağ asitleri miktarı % 1,11 fermente mısır yağında ise % 16,43 olarak tespit etmiştir. Pekin vd. (2005), yaptıkları çalışmada da mısır yağı yağ asitleri değerleri incelenmiş ve misirstik asit % 0,05, palmitik asit % 12,19, palmitoleik asit % 0,16, heptadekanoik asit % 0,07, steraik asit % 1,74, oleik asit % 25,51, linoleik asit % 58,85, linolenik asit % 0,83, araşidonik asit % 0,28, gadoleik asit % 0,22 ve behenik asit % 0,07 olarak tespit etmiştir. Mısır yağı tokoferol ve karotenoitlerce de zengindir. Yağdaki tokoferollar ve doymamış yapıdaki yağ asitleri ve TAG içeriği yüksek olduğundan iyi stabilite gösterir. Kızartma yağı olarak kullanılmasında bu durum mısır yağını avantajlı kılar. Tokoferoller ayrıca yüksek antioksidan özelliklerinden ve yüksek E vitamini aktivitesinden kaynaklı koruyucu etki gösterirler. Paketlenmeye hazır rafine mısır yağında 10,6 mg/g tokoferol tespit edilmiştir (Ferrari *et al.* 1995). Mısır yağının içerisindeki karotenoitlerin de yüksek antioksidan özellik gösterdiği düşünülmektedir. Mısır yağında ayrıca yüksek miktarda fosfolipit ve diğer yağ olmayan maddeler, %1 civarında steroller ve genelde %1,5 oranında serbest yağ asitleri içerir (Türetkan 2012). Mısır yağında ayrıca koenzim Q bulunmaktadır. Koenzim Q, yağın çabuk bozulmasını ve acılaşmasını önlemektedir. Mısır yağında 200 mg/kg kadar bulunmaktadır. Ayrıca mısır yağında koenzim Q dışında fenolik bileşikler ve antioksidan etkisine sahip birçok madde bulunmaktadır (White 2005).

**Çizelge 2.1** Mısır yağının fiziksel ve kimyasal karakteristikleri (Türetkan 2012).

<i>Özellikler</i>	<i>Değer</i>
Özgül ağırlık (25 °C)	0,915 – 0,920
İyot değeri	118 – 128
Sabunlaşma değeri	187 – 193
Sabunlaşmayan maddeler (g/kg)	1,3 -2,3
Mumsu maddeler (%)	0,15 - 0,5
Serbest yağ asitleri (%)	0,03 – 4
Yağ asidi bileşimi (%)	95,6-95,8
Linoleik (18:2)	34-62
Linolenik (18:3)	0,1-2
Palmitik ( 16:0)	8-16
Stearik (18:0)	0,5-4
Oleik (18:1)	19-50
Fitositeroller (%)	1,1-1,2
Tokoferoller (%)	0,15-0,08
Fosfolipidler (%)	0,7-2

Çizelge 2.1’ de mısır yağının kimyasal karakteristik özelliklerinin hangi aralıklarda olması gerektiği verilmiştir. Bitkisel yağların insan tüketimine sunulabilmesi için bazı safsızlıklarının uzaklaştırılması gerekmektedir (Temür 2006). Bu safsızlıklar yapışkan maddeler, serbest yağ asitleri, renk maddeleri, vakslar ve aldehit-ketonlardır. Bu safsızlıkların giderilmesi için aşağıda belirtildiği şekilde rafinasyon işlemi uygulanmaktadır.

Bitkisel yağların tüketilebilmeleri için kesinlikle rafinasyon işlemlerinden geçmesi gerekmektedir. Bu rafinasyonun geniş olarak anlamı trigliseritlerin ve safsızlıkların yağdan ayrılmasıdır. Rafinasyonun amacı, hidrojenasyon için kısmen rafine edilmiş veya tat, koku, görünüş özellikleri ve raf ömrü iyi olan tam rafine edilmiş yağları yüksek randıman ve düşük maliyetle üretmektir. Ham yağ içerisinde bulunan trigliseritler dışındaki maddeler, hammaddenin yetiştirilme ve depolama koşulları ile tohuma uygulanan yağ elde etme yöntemine ve ham yağa uygulanan işlemlere bağlı olarak miktar ve çeşit bakımından büyük farklılıklar göstermektedir. Rafinasyon işlemlerinin, değişik özellikteki hammaddeden yüksek ve kalıcı kalitede bir son ürün elde etmeye yönelik olması gerekmektedir. Bu amacın gerçekleştirilebilmesi veya diğer bir ifade ile rafinasyon yöntemleriyle kabul edilebilir özellikte ürün elde edilebilmesi

için ham yağın trigliserit olmayan maddeleri düşük oranlarda içermesi gerekmektedir (Taşan *vd.* 2011).

Presleme veya ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen yağlarda yağ dışı safsızlıklar bulunmaktadır. Bu safsızlıklar yağın tadını, kalitesini ve kokusunu etkilemektedir. Bu safsızlıklar; reçine, serbest yağ asitleri, aldehit-ke-tonlar, renk maddeleri, mono ve di gliseritler, metaller ve koku maddeleridir. Bu maddelerin miktarı yağ özelliğine, yağ bitkisinin bulunduğu bölgeye göre değişebilir. Rafinasyondaki amaç istenmeyen maddelerin uzaklaştırılarak kaliteli ve yüksek TAG içeriğine sahip yağ üretmektir. Rafinasyonda bu safsızlıklar giderilirken tokoferollerin en az zarara uğraması amaçlanmalıdır (Türetkan 2012).

Bitkisel yağların rafinasyonu kimyasal ve fiziksel olarak iki şekilde yapılmaktadır. Kimyasal rafinasyon; koku giderme, renk açma, yapışkan maddelerin uzaklaştırılması ve asitliğin düşürülmesi gibi aşamalardan oluşur. Fosfolipitler, serbest yağ asitleri ve diğer safsızlıklar NaOH içeren çözelti ile nötralizasyon aşamasında kaybolmaktadır. Fiziksel rafinasyon ise ilk önce yapışkan maddelerin giderilmesi, yağ renginin açılması ve daha sonra asitliğin giderilmesi ve kokunun ayarlanması aşamalarından oluşur (Türetkan 2012). Bu iki rafinasyon arasındaki temel farklılık; kimyasal rafinasyonda serbest yağ asitlerinin alkali çözeltiler ile sabunlaşarak uzaklaşması, fiziksel rafinasyonda ise su buharı distilasyonu ile uzaklaşmasıdır (Yemişçioğlu *vd.* 2013).

Rafinasyon genel olarak altı aşamadan oluşmaktadır. Bu aşamaların uygulanış sıraları fabrikalara göre değişebilmektedir.

- 1) Müsilaj (Zamksı maddeler=Degumming)
- 2) Asitlik giderme (Nötralizasyon)
- 3) Ağartma (Bleaching)
- 4) Koku giderme (Deodorizasyon)
- 5) Soğuklatma (Vinterizasyon)
- 6) Parlatma

Yukarıdaki ilk dört basamak rafinasyonun en önemli basamaklarıdır (Başoğlu 2014).

## **2.1 Rafinasyon Aşamaları**

### **2.1.1 Yapışkan Madde Giderme (Degumming) ve Asitlik Giderme (Nötralizasyon)**

Bu aşama rafinasyon aşamasının ilkidir. Bu aşamada yağda bulunan musilajlı maddeler, özellikle fosfatidler ayrılır (Helme 1984, Nas *vd.* 2001). Ayrıca yağlarda fosfolipitlerin varlığı, yağın koyu renkli olmasına sebep olur ve yağın tadını bozar. Bu bozulmalar ve renk değişimlerini önlemek için bütün fosfolipitlerin yağlardan uzaklaştırılması gerekmektedir (Erickson 1995).

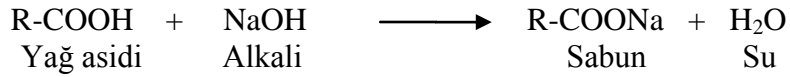
Fosfolipitlerin uzaklaştırılması (degumming) aşamasında su, buhar ve seyreltik asitler fosfolipitleri hidrat hale getirerek yağdan filtreleme ve santifrüjleme yöntemi ile çöktürülerek ayrıştırılır. Bu yöntemin en büyük dezavantajları önemli miktarda nötr yağ kaybı olması ve büyük miktarda atık su oluşur, enerji tüketimi de oldukça çoktur. Degumming yağı rafine etme aşamasında çok önemli bir adımdır. Fosfolipitlerin hepsinin su ile etkileşime girme özelliği yoktur. Yapışkan maddelerin giderilmesi fosfolipitlerin su ile etkileşime girme yatkınlıklarına bağlıdır. Fosfolipitler havanın nemini çekerek çamurumsu bir hal alırlar ve bu durum depolama ve nakliyatta sıkıntı çıkarabilir. Bu nedenle yapışkan maddelerin yağdan ayrılması işlemi ham yağ eldesinden hemen sonra yapılır (O'Brien and Richard 2004).

Degumming işlemi ile ilgili alternatif yöntemlerin bulunmasına yönelik çalışmalar vardır. Membran degumming yöntemi avantaj sağlayan bir yaklaşımdır. Konvansiyonel Degumming'e göre örnek en aza indirgenmiş, adım sayısı az, süreç basit, tüm besin maddelerin yanında diğer besin maddelerinde tutulması, düşük enerji tüketimi sağlamıştır.

Bitkisel yağlarda rafinasyon işlemleri sırasında Fe ve Cu içeriklerinde azalmalar görülmektedir. Rafinasyon aşamalarından biri olan degumming işleminde yağdaki metaller daha fazla miktarda uzaklaştırılmaktadır. Ancak, tüm rafinasyon aşamalarından

geçen bir yağda yine de metal iyonları tamamen uzaklaştırılmamaktadır (Prevot *et al.* 1977).

Kimyasal rafinasyonun diğer bir basamağı olan nötralizasyonda ham yağın içerisine alkali bir çözeltinin eklenmesi ile fiziksel ve kimyasal reaksiyonlar başlar. Bu reaksiyonlardaki en önemli olay alkali ve serbest yağ asitlerinin bir araya gelerek sabunlaşma reaksiyonunu oluşturmasıdır (Başoğlu 2014).



Bu reaksiyonda da görüldüğü gibi serbest yağ asitleri sabun oluşturarak yağdan uzaklaşır. Burada oluşan sabun çözeltisi yağda çözünemez ve su ile birlikte ayrılır. Bundan dolayı da yağ içerisindeki serbest yağ asitliği oranı düşer. Burada seçilecek alkalinin yapısı, gücü, miktarı, karışma hızı ve zamanı çok önemlidir (O'Brien and Richard, 2004).

Yağ sanayinde nötralizasyon işlemi genellikle NaOH ile yapılmaktadır. Sodyum hidroksitin yağ asitlerine etki etmesinin yanında farklı olarak başka etkileri de mevcuttur:

- 1) Asit yapıda olan başka maddelerle de reaksiyona girerek onların çökmesini sağlar.
- 2) Yağdaki asitlik seviyesini %0,1-0,3'e kadar düşürür.
- 3) Rafinasyonda eğer yapışkan maddelerin giderilmesi işlemi yapılmadıysa nötralizasyonla birlikte fosfatitler de ayrılır (Başoğlu 2014).

Nötralizasyonda fosfatid ve tokoferol miktarlarındaki değişimler oksidasyonu etkilemektedir. Rafinasyonda tokoferol miktarı sitrik asit ile dengelenebilmektedir. Ayrıca absorbant kullanımı da peroksit değerlerinde düşürücü veya artırıcı etki göstermektedir (Peredi *et al.* 1971).

### 2.1.2 Ağartma (Bleaching)

Ağartmadaki amaç, ham yağda bulunan kabuklardan yağa geçen renk maddelerinin uzaklaştırılmasıdır. Bu renk maddeleri karoten, ksantofil ve klorofillerdir. Bu renk maddeleri koloidal yapıda oldukları için adsorbsiyonla alınır. Adsorbsiyon maddeleri olarak ağartma toprağı (alüminyum silikat), klorik ya da sülfürik asitle işlenmiş topraklar, aktif karbon ve bentonoit gibi maddelerdir. Ağartma maddesi rafinasyondaki yağın % 0,2-2'si kadardır. Renk maddeleri ayrılırken sabun, Fe, Cu, Pb gibi ağır metaller ve aromatik hidrokarbonlar da ortamdan uzaklaşmış olur (Başoğlu 2006).

Kullanılan ağartma toprağı miktarı yağın koyuluğuna göre değişebilmektedir. Koyu renkli yağlarda % 3-5, soya ve ayçiçeğı gibi rengi açık olan yağlarda % 1-2 oranında kullanılır. Ağartma yapılırken iki noktaya dikkat edilmesi gerekir;

- 1) Yağ ağartma toprağı ile karıştırılmadan önce vakum yapılarak havası alınmalıdır.
- 2) Yağ ağartıldıktan sonra hava ile teması kesilmelidir. Bundan dolayı ağartmadan sonra yağlar hemen soğutulurak filtrelelere verilir (Başoğlu 2014).

Rafinasyon aşamaları serbest yağ asitleri %98,7'ni uzaklaştırmaktadır. Fakat degumming ve ağartma işlemleri sırasında bu asitlik değerleri artmaktadır. Bunun nedeni olarak da ağartma toprağı ile bazı trigliseridlerin hidroliz olmasıdır (Taşan 1999).

### 2.1.3 Deodorizasyon (Koku Giderme)

Ham yağların işlenmesinde son basamak olan deodorizasyon işlemi 220-240° C sıcaklıklarda 3-5 mBar basınç altında ve su buharı enjeksiyonu yardımı ile yaklaşık 30 dk sürmektedir. Bu işlemle uçucu bileşikle (kötü koku) su buharı yardımıyla uzaklaşmaktadır (Gümüşkesen ve Yemişcioğlu 2010). Bu aşamada uygulanan sıcaklık, basınç, süre ve buhar distilasyonu trans yağların oluşmasında önemli bir etkiye sahiptir (Wolff 1991).

Yüksek sıcaklıklarda deodorizasyon işlemi sırasında tokoferol kaybı artmaktadır ve bu kaybı azaltmak için sıcaklığın 260° C üzerine çıkartılmaması gerekmektedir. Tokoferol gibi antioksidanları bünyesinde bulunduran ham bitkisel yağların oksidatif stabiliteleri, rafine bitkisel yağlardan daha yüksektir. Bu stabilite rafinasyon sırasındaki sıcaklık ve süreye bağlı olarak değişebilmektedir (Gümüşkesen 1990).

Uygun bir deodorizasyonla birlikte kaliteli, kokusuz, sert olmayan ve yumuşak yağ üretilir. Koku gidermedeki buharın tam randımanla kullanılması ve yağın atmosferik oksidasyondan korunması için deodorizasyon düşük vakum altında yapılır. Deodorizasyon iyi şekilde yapıldığı takdirde koku yayan maddeler tamamen temizlenmiş olur. Yağın istenmeyen koku ve aroma verici maddelerden tamamen ayrılması için birtakım kimyevi reaksiyonlar da gerçekleştirilir. Sıcaklık, buhar enjeksiyonu, vakum, süre, yağ tabakası kalınlığı, koku giderme işleminin uygulanmasında önemli bir etkiye sahiptir (Başoğlu 2014).

Deodorizasyon çeşitli uçucu bileşenlerin alındığı fiziksel bir işlemdir. Bununla birlikte, genellikle yüksek sıcaklıklarda gerçekleştiğinden, bazı kimyasal ve termal etkiler de gerçekleşebilir. Belirli bir uçucu bileşenin yağdan ayrılması, iç volatilitesi (buhar basıncı eğrisi) ve uygulanan deodorize koşulları (sıcaklık, basınç ve buhar miktarı) ile belirlenir (Norris 1985, De Greyt *et al.* 2005). Koku giderme işleminin bir başka amacı ise, lezzet öncüllerinin ve ısıya duyarlı renk pigmentlerinin ısıl tahribatını gerçekleştirmektir.

Uçucu olmayan lezzet öncüllerini, aroma unsurlarına dönüştürmek için uzun koku giderme süresi gereklidir. Uygulamada bu zamanın; yumuşak ve dengeli bir tadı olan rafine edilmiş bir yağ elde edilmesinde önemli bir işlem parametresi olduğu anlamına gelmektedir. Koku giderme süresi çok kısaysa, bazı lezzet öncülleri deodorize yağda kalacak ve bu da depolamada ya da kullanım sırasında tatların değişmesine neden olacaktır (Greyt 2004).

Yağlarda kimyasal tepkimeler sonucu oluşan peroksitler 100° C ve üzeri sıcaklıklarda parçalanmaktadır. Buna bağlı olarak yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen



deodorizasyon işleminde, bitkisel yağlarda peroksit değerlerinde azalmalar meydana gelmektedir (Evans *et al.* 1960). Ayrıca deodorizasyon işleminde tokoferoller de kısmen ayrılmaktadır ve peroksitlerin parçalanması gerçekleşmektedir. Buna bağlı olarak serbest yağ asitleri ve tat maddeleri de tamamen ayrılmaktadır. Bunların hepsine bağlı olarak da yağın oksidatif stabilitesinde artma görülmektedir (Wilding 1963).

#### **2.1.4 Soğuklama (Vinterizasyon)**

Bu işlem yemeklik yağlarda stearinlerin yağı 8-10° C’de bulandırmamaları için yapılmaktadır. Bu işlem büyük çoğunlukla ayçiçeği, pamuk çekirdeği ve mısır gibi yağlar için uygulanmaktadır. Bazı yağlar doğal olarak mumsu madde içermezler fakat tohumlarında mumsu maddeler olabilmektedir. Bu mumsu maddeler ayrılma esnasında yağa geçebilmektedir. Bunun için vinterizasyon işlemi yapılmaktadır (Başoğlu 2006).

Rafinasyon işleminden sonra yağ kristalizatöre alınır ve 0-10° C’ye soğutulur. Soğutma işlemi sırasında yüksek sıcaklıklarda ergiyen trigliseritler ve mumlar ayrılmaktadır. Bu işlem yapılarak depolama veya raflarda bulanıklık engellenmiş olur. Kristalleşen kısım yağdan ayrılmaya başlayınca soğuk yağ filtrelerden geçerek berrak kısım ayrılmış olur. Filtrelerde genellikle stearinler ve vakslar kalır, bunlar filtrelerden temizlenerek ayrılır. Burada stearinler hayvan rasyonlarının hazırlanmasında kullanılmaktadır. Vinterizasyon işleminin sağlıklı olması için yağın diğer rafinasyon aşamalarından mutlaka geçmesi gerekmektedir. Diğer rafinasyon aşamalarından geçmeyen yağda asitlik derecesi artar, yapışkan maddeler ve renk maddeleri kristalizasyon işlemi zorlaştırır. Vinterizasyon işleminde çift cidarlı içerisinde soğuk su dolaşan 5 tonluk paslanmaz çelik kazanlar kullanılmaktadır. Vinterizasyon işleminin 1. basamağında kazanlardaki yağın sıcaklığı 55° C’den 35° C’ye düşürülür. 2. basamakta ise içinde motorlu karıştırıcılar ve içinde soğuk su dolaşan 20 tonluk karıştırıcılar kullanılır. Bu karıştırıcılar borular vasıtası ile birbirine bağlıdır. İlk kazanda sıcaklık 18° C’ye, ikinci kazanda 10° C’ye ve 3. ve 4.’de 6° C’ye düşürülmektedir. Kristalizasyon işleminin başlaması için % 0,1 oranında perlit katılır. Süzme işlemi sırasında perlit fitreye yardımcı olur. İzolasyonlu borular yardımı ile yağ filtrelerden süzülür ve berrak hal alır. Sonuç olarak yaklaşık 36 saatte vinterizasyon işlemi tamamlanmış olur (Başoğlu 2014).

**Çizelge 2.2** Yemelik yağlarda kimyasal rafinasyon basamakları, ayrılan ve üretilen maddeler (Moreau 2006).

<b>Basamaklar</b>	<b>Ayrılan maddeler</b>	<b>Üretilen yan ürün</b>
1-Yapışkan Madde Giderme (Degumming)	Fosfolipidler, şekerler, reçineler, proteinli bileşikler, iz metaller	Lesitin
2-Asitlik Giderme (Nötralizasyon)	Serbest yağ asitleri, pigmentler, vitaminler ve soapstok	Soapstok (Yağ asidi içerir)
3-Ağartma (Bleaching)	Renk maddeleri, vitamin ve antioksidanlar	Harcanan ağartma toprağı
4-Koku giderme (Deodorizasyon)	Uçucu oksidasyon ürünleri; Aldehitler, ketonlar, yağ alkolleri ve sülfür bileşikleri	Koku giderme distilatı (fitosterol ve tokoferol içerir)
5-Vinterizasyon (Soğuklama)	Stearinler, mumsu maddeler	Mumsu maddeler ve doymuş TAG'ler

Çizelge 2.2' de rafinasyon aşamalarında ayrılan maddeler ve oluşan yan ürünler gösterilmektedir. Bu çizelge mısır yağının rafinasyon aşamalarının en baştan son aşamasında kadar genel bir özeti şeklindedir.

Antoniassi vd.'nin (1998), yaptığı bir çalışmada mısır yağının ön arıtma işlemlerinde, rafinasyon basamaklarına göre renk, asitlik ve fosfor içeriklerinin nasıl değiştiği incelenmiştir. Yaptıkları çalışmada ham yağda asitlik % 5,10 iken deodorize yağda % 0,67 olarak tespit etmiştir. P içeriği ise ham yağda 381,03 ppm, ağartmada 9,02 ppm, vinterizasyonda 7,33 ppm olarak tespit etmiştir. Nötralizasyon ve deodorizasyonda fosfor tespit edilmemiştir.

Karoui vd. (2010), mısır yağının rafinasyonunu incelemiş ve bu aşamalarda mısır yağında uçucu bileşen ve yağ asitleri miktarlarını gözlemlemişlerdir. Yaptıkları çalışmada yunusta yaygın olarak kullanılan rafine mısır yağını seçmişlerdir. Aynı partiye ait örnekler incelenmiş ve dört adımdan oluşan zank giderme, nötralizasyon, ağartma ve deodorizasyon basamaklarına bakılmıştır. Deodorize mısır yağında 5g, 10g ve 15g olmak üzere üç örnekte uçucu bileşenlerin toplam miktarları tespit edilmiştir. 5g örnekte toplam uçucu bileşen 1,17 mg/ml, 10 g örnekte toplam uçucu bileşen 1,90 mg/ml ve 15g örnekte toplam uçucu bileşen 2,40 mg/ml olarak tespit etmiştir. Doymamış yağ asitlerinden palmitoleik asit, oleik asit ve gadoleik asit miktarları incelenmiş ve rafinasyon aşamalarına göre bu üç yağ asitinin toplam miktarları sırası ile

ham yağda % 27,67, nötralizasyonda % 26,36, ağartmada % 26,54, vinterizasyonda % 26,63 ve deodorizasyonda % 26,49 olarak tespit etmiştir.

Ferrari vd. (1995), yaptıkları çalışmada mısır yağında rafinasyon aşamalarında toplam steril esterler, tokoferol, tokotrienol ve doymuş yağ asitlerinden palmitik asit, steraik asit, doymamış yağ asiti olarak palmitoleik asit miktarını tespit etmiştir. Toplam steril ester miktarı ham yağda 1090 mg/100g, nötralizasyonda 0,00 mg/100g, ağartmada 1100 mg/100g, vinterizasyonda 808 mg/100g ve deodorizasyonda 911 mg/100g olarak tespit etmiştir. Ham yağda tokoferol miktarı 23,5 mg/100g, nötralizasyonda 25,0 mg/100g, ağartmada 23,1 mg/100g, vinterizasyonda 22,6 mg/100g ve deodorizasyonda 10,6 mg/100g olarak tespit etmiştir. Tokotrienol miktarı ise ham yağda 5,4 mg/100g iken deodorizasyonda 2,9 mg/100g olarak tespit etmiştir.

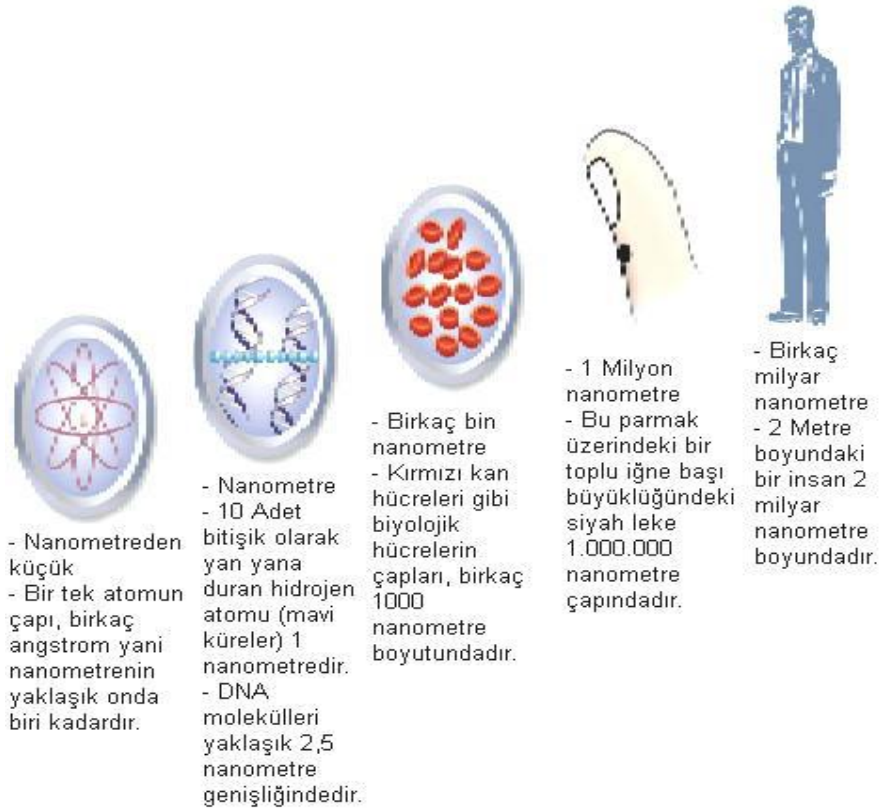
List vd. (1984), yaptıkları çalışmada mısır yağında rafinasyonda P, asitlik, Fe, sabunlaşmayan madde ve tokoferol değerlerini tespit etmişlerdir. P miktarı ham yağda 661 ppm, nötralizasyonda 1 ppm, ağartmada 119 ppm, vinterizasyonda 3 ppm ve deodorizasyonda 1 ppm olarak tespit etmiştir. Serbest yağ asitliğini ham yağda % 1,2, nötralizasyonda % 1,15, ağartmada % 0,7, vinterizasyonda % 0,5 ve deodorizasyonda % 0,5 olarak tespit etmişlerdir. Fe miktarını ham yağda 0,5 ppm, nötralizasyonda 0,3 ppm, ağartmada 0,3 ppm, vinterizasyonda 0 ppm ve deodorizasyonda da 0 ppm değerlerini tespit etmişlerdir. Sabunlaşmayan madde ham yağda % 1,26, nötralizasyonda % 1,26, ağartmada % 1,34, vinterizasyonda % 1,20 ve deodorizasyonda % 1,20 olarak tarafından bildirilmiştir. Tokoferol miktarını ham yağda 1 mg/g, nötralizasyonda 1,89 mg/g, ağartmada 1,69 mg/g, vinterizasyonda 1,84 mg/g ve deodorizasyonda 1,65 mg/g olarak tespit etmişlerdir.

Verleyen ve ark. (2002), mısır yağı rafinasyon aşamalarında total tokoferol ve serbest yağ asitliğini incelemişlerdir. Total tokoferol miktarını ham yağda 1528,6 ppm, nötralizasyonda 1073,3 ppm, ağartmada 1038,7 ppm, vinterizasyonda 1281,4 ppm ve deodorizasyonda 560,2 ppm değerlerini tespit etmişlerdir. Serbest yağ asitliğini ise ham yağda % 1,3 iken rafinasyon aşamalarında azalarak en son %0,09 olarak tespit edilmişlerdir.

Rebolleda vd. (2012), yaptıkları çalışmada CO<sub>2</sub> ile ekstrakte edilmiş mısır yağı ile ham mısır yağında tekli doymamış, çoklu doymamış, doymuş ve toplam yağ asitleri miktarını tespit etmişlerdir. CO<sub>2</sub> ile ekstrakte edilmiş mısır yağının dört numunesini farklı sıcaklıklarda incelenmiş ve bu numunelerin tekli doymamış, çoklu doymamış, doymuş ve toplam yağ asitleri miktarlarının ortalamaları 246mg/g tekli doymamış, 471,5mg/g çoklu doymamış, 128,5mg/g doymuş ve 846mg/g toplam yağ asiti miktarı olarak tespit etmişlerdir. Ham mısır yağında 15,2 mg/g doymuş yağ asiti, 36,1 mg/g tekli doymamış yağ asiti, 63,5 mg/g çoklu doymamış yağ asiti miktarı tespit etmişlerdir.

## 2.2 Gıdalarda Nanoteknolojik Uygulamalar

Nanoteknoloji kavramı nano ve teknoloji kavramlarının birleşmesinden oluşmuştur. Yunanca da nano “cüce” demektir. Burada nano ile tanımı yapılan ifadeler, herhangi bir ölçünün milyarda birini göstermektedir. Örneğin; nanometre, metrenin milyarda birini (1nm= 10<sup>-9</sup>m) ifade etmektedir (Özdoğan vd. 2006).



Şekil 2.3 Nanometre boyutunu anlatan örnekler (Cireli vd. 2006, Bozkaya 2006).

Bu teknoloji gıda sektöründe daha yeni ortaya çıkmıştır, fakat daha sonraki yıllarda hızla ilerleyeceği tahmin edilmektedir (Chaudhry *et al.* 2008). Yeni yüzyılda kritik bir teknoloji devrimi olarak görülen nanoteknoloji hala kuluçka dönemindedir. Bu kritik teknolojinin 2025 yılına kadar gelişmesini ve hayatın her alanına girmesi beklenmektedir (Bayındır 2007).

Dünyadaki pek çok gıda firması bu teknolojiyi özellikle ambalajlama alanında kullanılmak üzere, aktif bir şekilde araştırdıkları raporladıkları gözlemlenmiştir. Bu alandaki gelişmeler gıdalardaki tat, renk, doku, kalite, aroma ve besin öğeleri, gıdanın ambalajlama ve depolama sırasındaki durumu gösteren nanosensörler sayılabilir (Chaudhry *et al.* 2008).

Günümüzde gıda nano teknolojisi ilgi duyulan alanlardan biri haline gelmiştir ve gıda endüstrisi için yeni imkânların oluşmasını sağlamıştır. Gıda ambalajlamada şu anda nanoteknoloji uygulamalarının ve işlevlerinin temel kategorileri şunlardır: plastik malzeme bariyerlerinin iyileştirilmesi, geleneksel aktif ambalajların işlevsel özelliklerinin ötesinde işlevsel nitelikler taşıyabilen aktif bileşenlerin bir araya getirilmesi ve ilgili bilgilerin algılanması ve sinyal vermesidir. Nano gıda ambalajları gıda raf ömrünü uzatabilir, gıda güvenliğini geliştirebilir ve hatta gıdaların ömrünü uzatmak için koruyucu olabilir. Bu nanoteknolojik uygulamalar bakterilerin tespit edilmesi veya paketlemede koruyucu özelliklerin artırılması ile daha güçlü tatlar ve renk kalitesi sağlayabilmektedir. Nanoteknoloji gıda endüstrisinde yenilikçi yaklaşımları da beraberinde getirmektedir (Sekhon 2010).

Nanoteknoloji-nano gıda gibi başlıklar günümüzde belirginlik göstermeye başlamıştır. Araştırmalar da çeşitli besinlerin renginin, tadının ve kıvamının doğru ayarlanmış bir mikrodalga ile ısıtılmasıyla değişebileceği öne sürülmüştür. Yani burada “Programlanabilir Gıdalar” tarif edilmiştir (İnt.Kyn.2).

Kraft, Nestle ve Uniliver gibi birçok endüstri kurucusu ortaya çıkan nanoteknoloji nedeni ile mümkün oldukça bu gıdalar içecekler üzerine yoğunlaşmaktadırlar. Doğal olarak diyet ihtiyaçlarına veya besin tercihlerine göre birkaç yeni yiyecek üretmek için

başka şirketlerde bu konulara el atmaktadır. Nanoteknoloji ayrıca gıdaların dokusu, ısı toleransı ve raf ömrü gibi özelliklerini değiştirmek için de kullanılmaktadır (İnt.Kyn.2).

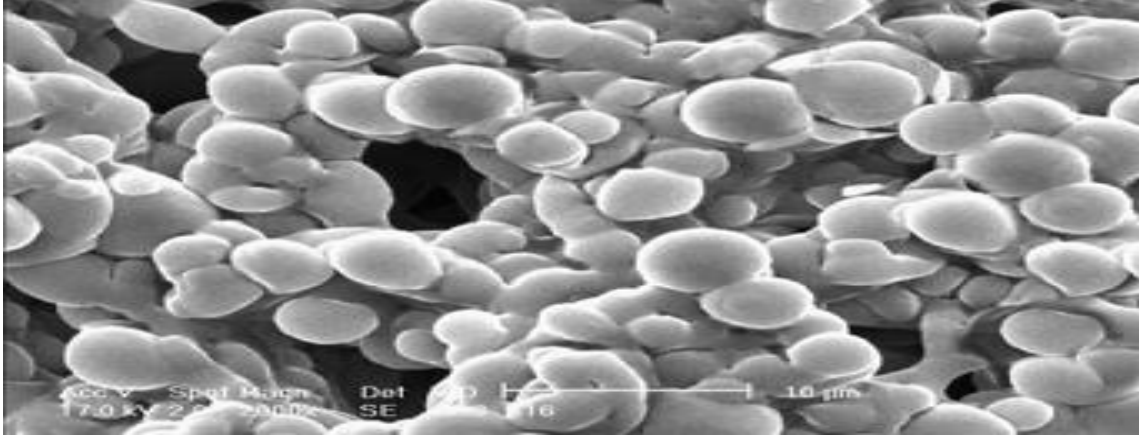
Ayrıca önemli gıda şirketleri omega-3 açısından zengin balık yağı gibi gıda bileşenlerini üretmek ve dağıtımını sağlamak için nanoteknolojiyi kullanarak mikrokapsüller üretmektedir (Lyons 2010).

Bu alanda en şaşırtıcı örneklerden biri, bir çikolata üreticisi yeni tasarlamış olduğu ürününü kızgın güneş altında bile erimemesini sağlamıştır. Üzerinde titanyum kaplama olduğundan erime gözlemlenmemektedir. Nano parçacıklarının arasını dolduran titandioksit kakaonun içerisine yerleştirilir ve sıcaklık artması ile harekete geçen koruyucu tabaka çikolatanın erimesini engeller (İnt.Kyn.2).

Kızartma yağının içerisine yerleştirilen seramik yüklü nano parçacıklar ise sıcaklıkla birlikte açığa çıkmak üzere programlanmıştır. Isının yükselmesiyle birlikte harekete geçen seramik parçacıkları kızartılmak için yağın içerisine atılan gıdaların yüzeyine yapışmaktadır. Seramik parçacıklar gıdaların üzerinde koruyucu bir zar oluşturarak büyük miktarda yağın emilmesini engellemektedir. Nano-gıdaların içerisinde en büyük süksenin ise nano-içecek tarafından yapılacağı tahmin edilmektedir. Bu içeceklerin içerisine yerleştirilen renk ve lezzet parçacıkları da içeceğin hem renginin hem de tadının değişmesini sağlamaktadır. Örneğin bir bardağın içerisindeki sıvı, o bardağı kavrayan elin ısıyla birlikte renk değiştirmekte, bardak bırakıldığında rengin eski haline geri dönmesi düşünülmektedir. Bu özelliğin özellikle gençler arasında büyük ilgi uyandıracığı tahmin edilmektedir (İnt.Kyn.2).

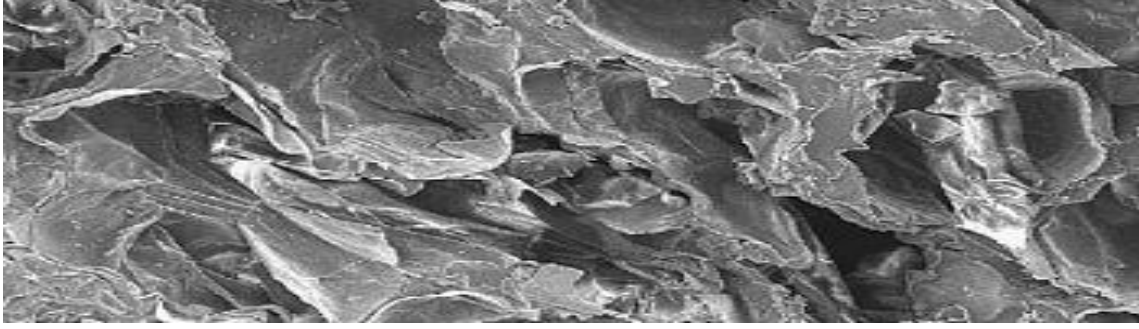
Fakat bilim adamları, bu teknolojinin ekolojik, sağlık ve sosyo-ekonomik yönden sektörlerde bir risk oluşturabileceğini tahmin etmektedir. Nanoteknoloji gıda matriksinde bazı toksik etkiler yaratabilir. Bu durumda doğal olarak toksikolojik etiklerin dikkate alınması gerekir. Birçok araştırmada gıda zincirinin ve normal enerji akışının nano parçacıklar tarafından değiştirildiği görülmektedir (Bhattacharyya 2011).

Fazaeli vd. (2012), mikroskopik teknoloji uygulayarak gıda dokularının karakterizasyonunu incelemişlerdir. Siyah dut tozları püskürtmeli kurutma prensibine göre kurutma işlemi yapılarak çok kısa bir ısı süresi ve yüksek buharlaşma sağlanarak dut tozu parçacıklarının SEM görüntülerini elde etmiştir. Bu görüntülerde 130° C’de % 6 maltodekstrin ve 110° C’de %8 maltodekstrin görülmüştür.

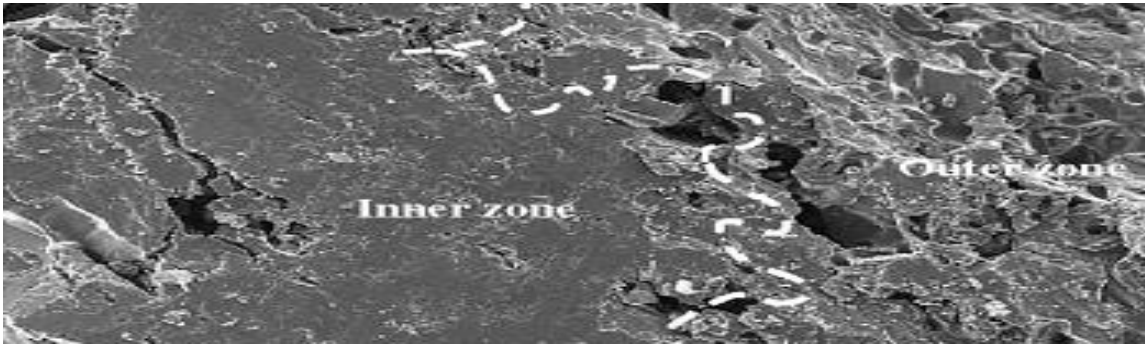


**Şekil 2.4** Siyah dut tozu parçacıklarının 2000 kez büyütülmüş SEM görüntüleri (Fazaeli *et al.* 2012).

Andres vd. (2004), kombine bir sıcak hava mikrodalgası ile kurutulmuş elma dilimlerini SEM yöntemi ile incelemiştir. Birinci görüntü sadece hava ile kurutularak incelenen SEM görüntüsü olup, ikincisinde hava ve mikrodalganın birlikte kullanılarak kurutulan elma dilimlerinin SEM görüntüsü incelenmiştir. Sadece hava ile kurutulan numunelerin gözenekli bir yapı sergilediği ve hücre duvarlarının büyük ölçüde büzüldüğü gözlemlenmiştir. Mikrodalga ve hava ile kurutulmuş numunelerin ısınma etkisinin daha az olduğu dokunun daha kompakt görüldüğünü tespit etmiştir.

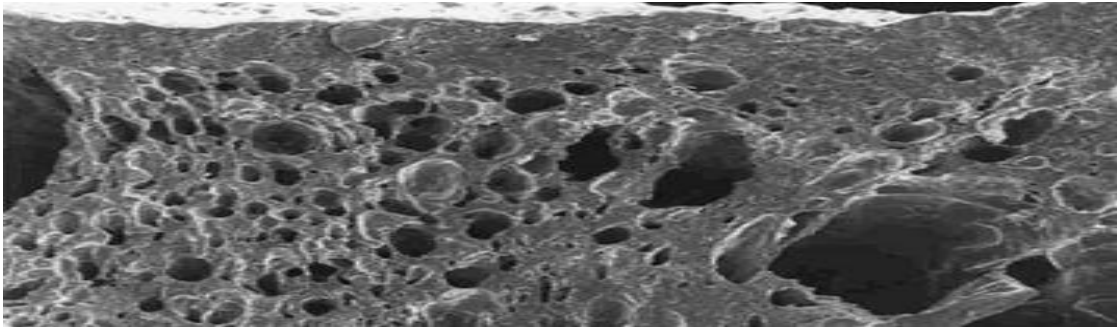


**Şekil 2.5** Hava ile kurutulmuş elma dilimlerinin 1000 kez büyütülmüş SEM görüntüsü (Andres *et al.* 2004).



**Şekil 2.6** Hava ve mikrodalga ile kurutulan numunenin 1000 kez büyütülmüş SEM görüntüsü (Andres *et al.* 2004).

Jamradloedluk vd. (2007), aşırı ısıtılmış buharla kurutma yöntemi ile düşük yağlı cips mikroyapısını incelemiş hücre duvarlarının hasar gördüğünü ve malzemelerin yüksek sıcaklığından kaynaklı küçük gözeneklerin oluştuğunu gözlemlemiştir.



**Şekil 2.7** Aşırı ısıtılmış buharla kurutulan cips yapısının 1000 kez büyütülmüş SEM görüntüsü (Jamradloedluk *et al.* 2007).



### 3. MATERYAL ve METOT

#### 3.1 Materyal

Araştırmada kullanılan mısır yağı rafinasyon aşamalarının numuneleri Balıkesir ilinde bulunan Kula Yağ Tic. A.Ş.'den temin edilmiştir. Numuneler aynı parti üründen olmak şartıyla rafinasyonun her aşamasından (ham yağ, nötralizasyon, ağartma, vinterizasyon, deodorizasyon) 500 ml'lik cam kavanozlara doldurulup alüminyum folyo ile sarılarak serin ve kuru yerde muhafaza edilmiştir.

#### 3.2 Deneysel Metotlar

##### 3.2.1 Serbest Yağ Asitliği (SYA) Tayini

5 veya 10 g örnek tartılıp 50 veya 150 ml etil alkol-dietil eter karışımında çözülmüş ve elde edilen çözelti fenol fitalein indikatörü eşliğinde 0,1N KOH çözeltisi titre edilmiştir. Asit sayısı değeri mg KOH/g yağ cinsinden hesaplanmıştır (Nas 2001).

##### 3.2.2 Peroksit Sayısı Analizi

AOCS' nin Cd 8-53 standart metodu kullanılmıştır. 5'er g yağ örneği üzerine 30 ml asetik asit-kloroform (3:2 v/v) ve 0,5 ml doymuş KI (Potasyum iyodür) ilave edilmiştir. Bir dakika karıştırma işleminden sonra üzerine 30 ml nişasta çözeltisi eklenmiş ve karışım 0,01 N sodyum tiyosülfat ile sarı renk görülene kadar titre edilmiştir. Aynı işlem şahit deney için de numune kullanılmadan da yapılmış ve peroksit sayısı aşağıda belirtilen formüle göre, meq/kg yağ olarak hesaplanmıştır (Anonim 1989).

$$\text{Peroksit Değeri} = \frac{(V_1 - V_0) \times N \times 1000}{m} = (V_1 - V_0) \times N \times 1000 / m \quad (3.1)$$

$V_0$ : Şahit deneyindeki sodyum tiyosülfat sarfiyatı (ml)

$V_1$ : Numune deneyindeki sodyum tiyosülfat sarfiyatı (ml)

N: Sodyum tiyosülfat çözeltisinin normalitesi

m: Test edilecek numune miktarı (g)

### 3.2.3 Kırılma İndisi

Bir ortamın kırılma indisi ışığın boşluktaki hızının bu ortamdaki hızına oranıdır. Bu oran, havadan numune ortamına giren ışık demetinin düşey düzlem ile meydana getirdiği açının sinüsüne oranıdır. Kırılma indisi genellikle beyaz ışıkla ölçülür ve işaret olarak örneğin  $n_D^{20}$  kullanılır. Bu işaretle n kırılma indisini, D sodyumun D ışığına göre verildiğini, 20 ifadesi ise tayinin 20° C'de yapıldığını gösterir. Mısır yağı numunelerinin kırılma indisleri Abbe refraktometresi ile tespit edilmiştir. Bu amaçla spatula yardımıyla alınan mısır yağı numuneleri, refraktometrenin prizması üzerine dökülmüş ve 20° C de okuma yapılmıştır (Anonim 1970).

### 3.2.4 Viskozite

Araştırmamızda elde edilen mısır yağları numunelerinin 50 ml kadar alınarak ayrı ayrı viskozite kaplarına koyulmuş ve Vibro (SV-10) viskozimetresiyle 22° C sıcaklıkta viskoziteleri ölçülmüştür. Ölçümler, her bir tür ve varyetede mısır yağı örneklerinde üç farklı okuma yapılarak gerçekleştirilmiştir (Lazaridou 2004).

### 3.2.5 Renk Tayini

Mısır yağ rafinasyon aşamaları renk değerleri Lovibond Tintometresinde (Lovibond PFX-880L) 5,25 inç ölçüm kuvvetleri kullanılarak yapılmıştır. Her rafinasyon işleminden sonra süzülerek ve santrifüjlenerek materyallerinin tamamen yağdan ayrılması sağlandıktan sonra oda sıcaklığında bulunan yağ numunelerinin renk değerleri tayin edilmiştir (Mehlenbacher *et al.* 1985).

### 3.2.6 Sabunlaşma Sayısı Analizi

AOCS'nin Cd 30-94 standart metodu kullanılmış ve sonuçlar standarttaki formüle göre aşağıdaki şekilde hesaplanmıştır (Anonymus 1971).

$$\text{Sabunlaşma Sayısı (mg KOH/g yağ)} = \frac{(V_1) \times N \times 0,561 \times 100}{m} \quad (3.2)$$

V<sub>1</sub>: Örnek için harcanan 0,5 N HCl çözeltisi (ml)

V<sub>2</sub>: Şahit için harcanan 0,5 N HCl çözeltisi (ml)

N: HCl'in normalitesi

m: Örnek miktarı (g)

### 3.2.7 Sabunlaşmayan Madde Sayısı

TS 4963 sayılı standarta göre, her bir mısır yağı numunesinden 2 ml alınarak üzerine 25 ml etanol ve 1,5 ml KOH çözeltisi ilave edilmiştir. Erlene geri soğutucu olarak takılarak, bir saat süre ile yavaşça kaynatılarak sabunlaştırılmıştır. Sulu ve etanollü faz sabunlaşmada kullanılan erlene, eter ekstraktı ise içinde 20 ml su bulunan ikinci bir ayırma hunisine alınmıştır. Birinci ayırma hunisinin ucu, eter ile yıkanır ve eter ikinci ayırma hunisine ilave edilir. Sulu ve etanollü sabun çözeltisi her defasında 50 ml eter kullanılarak iki kez daha aynı şekilde ekstrakte edilir ve eter ekstraktları ikinci ayırma hunisine toplanır, içinde 20 ml su ve eter ekstraktları toplanmış olan huni, fazla çalkalanmadan döndürülmüştür. Fazlar ayrıldıktan sonra su fazı akıtılmış ve eter fazı kuvvetle çalkalanarak iki defa 20 ml su ile yıkanmıştır. Eter fazı daha sonra 0,5 N KOH çözeltisi ve arkasından 20 ml su ile kuvvetlice çalkalanarak, bu işlem 3 defa tekrar edilmiştir. Ayırma hunisindeki eterli çözelti ağız geniş erlene alınır, huni eter ile yıkanır, eter erlene ilave edilir ve yaklaşık 5 ml kalıncaya kadar buharlaştırılmıştır. Sıcaklığı 100 °C ayarlanmış etüvde kurutulmuş ve sabit ağırlığa ulaşınca kadar 30 dakika da bir tartılmıştır. Erlenin içindekiler 2 ml eter ile çözülerek ve fenolftaleyn çözeltisi kullanılarak nötrale edilmiş 10 ml etanol ilave edilerek, 0,1 N alkollü NaOH ve KOH çözeltisi ile titre edilmiştir. Ayrıca reaktifler için değer tespiti amacıyla yağ katılmadan şahit deney yapılmış ve miktar harcanan miktar tespit edilerek, aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır (Anonim 1986).

$$\text{Sabunlaşmayan maddeler \% , (m/m)} = x = \frac{(M_2 - M_1) \times 0,0282}{m} \times 100 \quad (3.3)$$

m: Numunenin kütlesi, g

M<sub>1</sub>: Buharlaştırma kabının kütlesi, g

M<sub>2</sub>: Buharlaştırma kabı ve bakiyenin kütlesi, g

### 3.2.8 Sterol Kompozisyonu

Araştırmamızda elde edilen mısır yağı numunelerinin sterol analizi için öncelikle 2N KOH ve internal standart olarakta 1000 ppm 5- $\alpha$ -cholestan-3- $\beta$ -ol hazırlanmıştır. Daha sonra 0.5 g mısır yağı numunesi alınarak üzerine 5ml KOH ve 1ml internal standart olan 5- $\alpha$ -cholestan-3- $\beta$ -ol eklenmiştir. Elde edilen bu çözelti 80°C'lik su banyosunda her 15 dk'da bir karıştırılmak üzere 1 saat bekletilmiştir. 1 saat sonunda 5ml su ilave edilir ve oda sıcaklığına kadar soğuması beklenir. Soğutma işleminden sonra üzerine 5ml hegzan koyularak karıştırılır, meydana gelen faz ayrımında üst faz ayrı bir kaba alınmış ve hegzanı uçurmak için azot gazı kullanılmıştır. Bu işlemden sonra diğer fazın üzerine 5ml su koyularak vorteks karıştırıcıda karıştırılır. Bu işlemde su altta kalmaktadır ve işlem 3 defa 5ml hegzan koyulacak şekilde yapılmaktadır. Daha sonra hexan 10ml'ye ulaşıncaya kadar uçurular ve hazırlanan numune 10ml'lik balon jöjelere alınır. Örneklerin içerisinde su kalmasını engellemek için bir miktar sodyum sülfat kullanılmıştır. Sililendirme çözeltisi adı verilen çözelti ise 4 birim Bistrimethylsilyl-trifluoroacefanide ve 1 birim cholorotimethylsilane karıştırılmıştır. Son olarak 500  $\mu$ l daha önceden 10ml'lik balon jöjelere hazırlanmış numuneden alınarak, üzerine 250  $\mu$ l sililendirme çözeltisi ve son olarak da 250 $\mu$ l pyridin katılarak, karıştırılmış ve elde edilen bu karışım 60°C etüvde 15 dk bekletilerek GC' ye verilmiştir (Lenchner *et al.* 1999).

### 3.2.9 Yağ Asitleri Kompozisyonu

Mısır yağlarının yağ asidi kompozisyonu, AOCS' de (1989a) belirtilen yöntem doğrultusunda, yağ asidi metil esterleri, yağların potasyum hidroksit ve n-Heptane ile muamele edilmesi sonucu hazırlanmış ve daha sonra gaz kromatografisi ile belirlenmiştir. Analizde SHIMADZU GC-14B markalı gaz kromatografisi kullanılmıştır (Hışıl 2004, Özkaya 1988). Kullanılan kolon ise RTX-2330 marka olup, 60 m uzunluğunda, 0,25 mm çapında ve 0,20 mm film kalınlığına sahiptir.

### **Sıcaklıklar**

Kolon:	180° C
Enjeksiyon:	200° C
Dedektör:	200° C

### **Akış hızları**

Taşıyıcı gaz (N <sub>2</sub> ) :	30ml/dk
Yanıcı gaz (H <sub>2</sub> ) :	28ml/dk
Kuru hava:	220ml/dk
Enjeksiyon miktarı:	1 µl

### **3.2.10 Mineral Madde Analizi**

Yakma kabı içerisine konulan 0,5 g yağ üzerine 15ml saf HNO<sub>3</sub> ilave edilerek, mikrodalga fırınında 200° C' de yakılmıştır. Çözelti hacmi 100mL'ye ultra saf suyla seyreltilmiş ve külsüz filtre kâğıdından (Macherey-Nagel MN 640w, 110 mm çap, siyah bantlı) filtre edilmiştir. Hazırlanan örnekler Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer (ICP-AES) cihazında okunarak mineral maddelerin konsantrasyonları belirlenmiştir (Skujins 1998).

### **3.2.11 SEM Analizi**

Bu analiz için ham mısır yağından rafine mısır yağına kadar rafinasyonun her aşamasından elde edilen mısır yağları direkt ve etanol ile muamele edilerek Whatman No:22 fitre kâğıdından geçirilmiş ve filtre kâğıdının yüzeyinde kalan safsızlıklar LEO 1430VP ikincil elektron mikroskobu ile SEM analizi yapılmıştır. İşlem sonucunda ayrıca RONTEC EDS (EDX) elementel kimyasal dedektörü kullanılarak tespit edilen safsızlıkların bileşenlerinin yarı kantitatif ölçümleri yapılmıştır.

### **3.2.12 Verilerin İstatistiksel Analizi**

Araştırmada elde edilen veriler SPSS (Statistical Package for Social Sciences) for Windows 22.0 programı kullanılarak analiz edilmiştir. Verilerin değerlendirilmesinde

tanımlayıcı istatistiksel yöntemleri olarak ortalama, standart sapma kullanılmıştır. İki den fazla bağımsız grup arasında niceliksel sürekli verilerin karşılaştırılmasında Tek yönlü (One-Way) Anova testi kullanılmıştır. Anova testi sonrasında farklılıkları belirlemek üzere tamamlayıcı post-hoc analizi olarak LCD testi kullanılmıştır.

## 4. BULGULAR

### 4.1 Mısır Yağının Fizikokimyasal Özellikleri

Bu tez çalışmasında mısır yağının rafinasyon aşamalarında meydana gelen fizikokimyasal değişimleri tespit etmek amacıyla; serbest yağ asitliği, peroksit sayısı, refraktif indeks değeri, viskozite, renk, sabunlaşma ve sabunlaşmayan madde sayısı, sterol kompozisyonu, yağ asitleri kompozisyonu, mineral madde ve safsızlıkların elektron mikroskobu ile görüntülenmesi (SEM) analizleri yapılmış ve sonuçlar, bulgular maddeler halinde aşağıda belirtilmiştir.

#### 4.1.1 Asit Sayısı Sonuçları

Bitkisel yağlarda asit sayısı değeri yağın acılaşması ve kalitesi hakkında bilgi vermektedir. Kalite sınıflandırılmasında da bu parametre kullanılmaktadır. Türk Gıda Kodeksine göre bir bitkisel yağın yemeklik yağ olarak kullanılabilmesi için maksimum asit sayısının %0,6 olması gerekmektedir (Anonim 2012).

**Çizelge 4.1** Mısır yağının asit sayısı analiz sonuçları.

<i>Rafinasyon Aşamaları</i>	<i>Asit Sayısı (%)</i>	<i>Ortalama Standart Sapma (±)</i>	<i>P&lt;0,001 Düzeyinde İstatistikî Farklılık</i>	
Ham yağ <sup>1</sup>	2,50	0,03	<b>1 &gt; 2</b>	<b>1&gt;5</b>
Nötralizasyon <sup>2</sup>	0,09	0,03	<b>4 &gt; 2</b>	<b>3&gt;5</b>
Ağartma <sup>3</sup>	0,11	0,02	<b>1 &gt; 3</b>	<b>4&gt;5</b>
Vinterizasyon <sup>4</sup>	0,14	0,01	<b>4 &gt; 3</b>	
Deodorizasyon <sup>5</sup>	0,08	0,02	<b>1 &gt; 4</b>	

<sup>1</sup>: Rafinasyon aşamasının ilk basamağı

<sup>2</sup>: Rafinasyon aşamasının ikinci basamağı

<sup>3</sup>: Rafinasyon aşamasının üçüncü basamağı

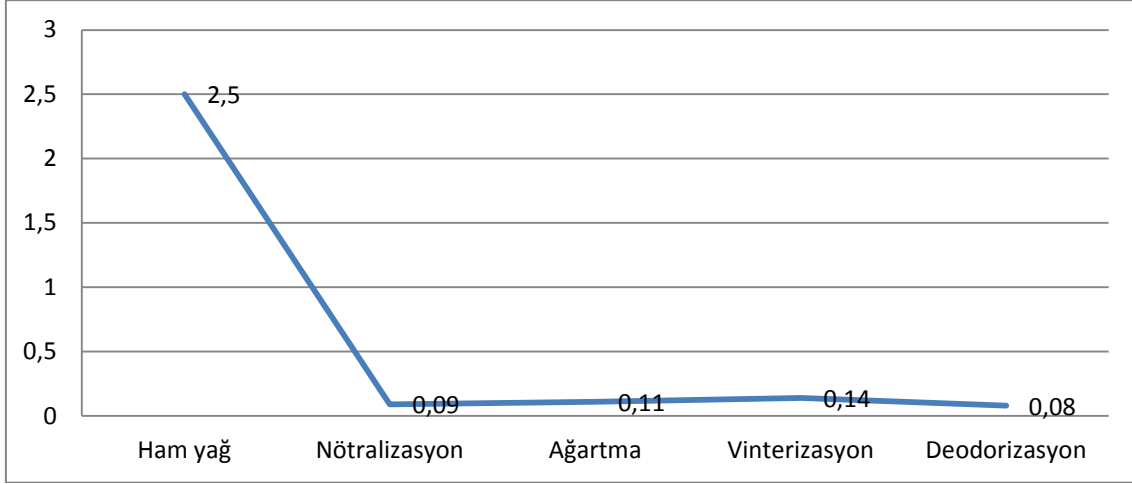
<sup>4</sup>: Rafinasyon aşamasının dördüncü basamağı

<sup>5</sup>: Rafinasyon aşamasının beşinci basamağı

<sup>1-5</sup> Çizelge 4.1' de farklı sayılarla işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak ( $p < 0,001$ ) biri birinden farklıdır.

Çizelge 4.1'de görüldüğü gibi ham mısır yağının rafinasyon işlemi sonucu her aşamada asit sayısı değeri istatistiki olarak  $p < 0,001$  düzeyinde farklılık gösterdiği belirlenmiştir. Ham mısır yağının asit sayısı değeri rafinasyon öncesinde 2,50 mgKOH/g ( $\pm 0,03$ ) iken

nötralizasyon aşaması sonucunda 0,09 mgKOH/g ( $\pm 0,03$ ), ağartma aşamasında 0,11 mgKOH/g ( $\pm 0,02$ ), vinterizasyon aşamasında 0,14 mgKOH/g ( $\pm 0,01$ ) ve deodorizasyon aşamasında 0,08 mgKOH/g ( $\pm 0,02$ ) olarak tespit edilmiştir.



**Şekil 4.1** Mısır yağı asit sayısı değişim grafiği.

Şekil 4.1’ de görüldüğü gibi mısır yağının rafinasyon aşamalarına göre asit sayısı değerinin kademeli olarak düştüğü ve deodorizasyon aşaması sonucunda 0,08 mg KOH/g’lık tespit edilen değerle Türk Gıda Kodeksi Bitkisel Yağ Tebliği’ne Uygun olduğu belirlenmiştir.

#### **4.1.2 Peroksit Sayısı Sonuçları**

Peroksit sayısı yağlarda aktif oksijen miktarının ölçüsüdür (Anonim 1987). Peroksit sayısı 5 meq/kg’dan fazla olan yağlarda acılaşma görülür, 10 meq/kg’dan sonra ise yağlar kullanılamaz hale gelir (Kayahan 1975). Yağların kalitesi hakkında bilgi veren peroksit miktarı, yağın acılığı hakkında da bozulma düzeyi hakkında da bilgi vermektedir. Sıcaklık, oksijen miktarı, ışık ve depolama şartları yağın peroksit değerini etkilemektedir.



**Çizelge 4.2** Mısır yağının peroksit sayısı analiz sonuçları.

<i>Rafinasyon Aşamaları</i>	<i>Peroksit Sayısı (meq aktif oksijen/kg)</i>	<i>Ortalama Standart Sapma (±)</i>	<i>P&lt;0,01 Düzeyinde İstatistikî Farklılık</i>
Ham yağ <sup>1</sup>	3,13	0,30	<b>2 &gt; 1</b>
Nötralizasyon <sup>2</sup>	2,58	0,20	<b>2 &gt; 3</b>
Ağartma <sup>3</sup>	1,54	1,00	<b>2 &gt; 4</b>
Vinterizasyon <sup>4</sup>	0,92	0,20	<b>2 &gt; 5</b>
Deodorizasyon <sup>5</sup>	0	0	

<sup>1</sup>: Rafinasyon aşamasının ilk basamağı

<sup>2</sup>: Rafinasyon aşamasının ikinci basamağı

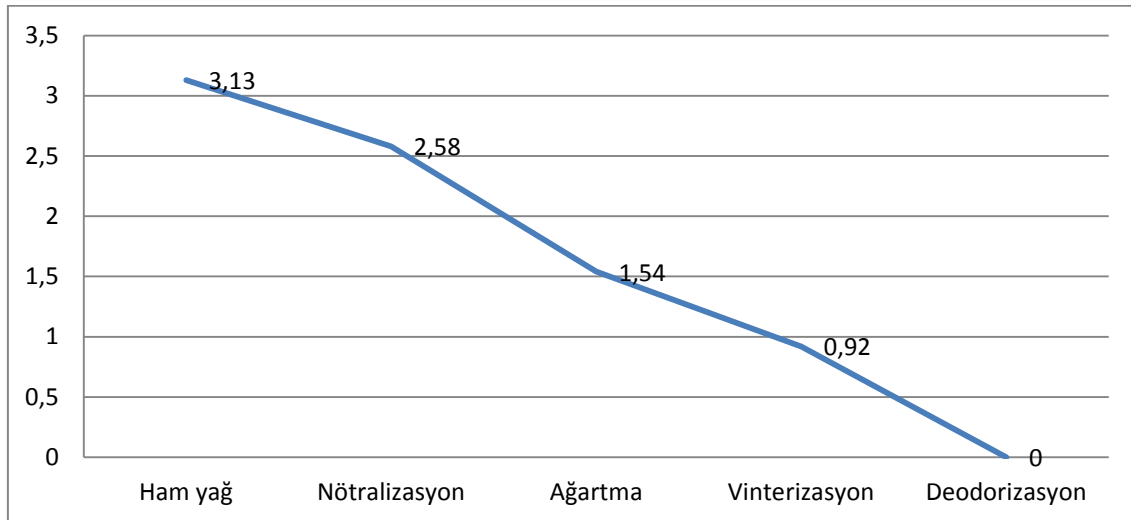
<sup>3</sup>: Rafinasyon aşamasının üçüncü basamağı

<sup>4</sup>: Rafinasyon aşamasının dördüncü basamağı

<sup>5</sup>: Rafinasyon aşamasının beşinci basamağı

<sup>1-5</sup> Çizelge 4.2' de farklı sayılarla işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak ( $p < 0,01$ ) biri birinden farklıdır.

Çizelge 4.2' de görüldüğü gibi ham mısır yağının rafinasyon işlemi sonucu her aşamada peroksit sayısı değeri istatistiki olarak  $p < 0,01$  düzeyinde farklılık gösterdiği belirlenmiştir. Ham mısır yağının peroksit sayısı değeri rafinasyon öncesinde 3,13 meq aktif oksijen/kg ( $\pm 0,30$ ) iken nötralizasyon aşaması sonucunda 2,58 meq aktif oksijen/kg ( $\pm 0,20$ ), ağartma aşamasında 1,54 meq aktif oksijen/kg ( $\pm 1,00$ ), vinterizasyon aşamasında 0,92 meq aktif oksijen/kg ( $\pm 0,20$ ) ve deodorizasyon aşaması sonucunda 0 meq aktif oksijen/kg ( $\pm 0$ ) olarak tespit edilmiştir.



**Şekil 4.2** Mısır yağı peroksit sayısı değişim grafiği.

Şekil 4.2’ de görüldüğü gibi peroksit sayısı rafinasyon aşamalarında doğrusal bir artış veya azalış göstermemektedir. Ham yağ aşamasında maksimum değerde iken son aşamalara doğru azalarak minimum düzeye ulaşmıştır. Deodorizasyon sonunda bulunan değer Türk Gıda Kodeksi Bitkisel Yağ Tebliği’ne Uygun olduğu belirlenmiştir.

#### 4.1.3 Kırılma İndeksi Sonuçları

Bitkisel yağlarda kırılma indeksi Abbe Refraktometresi kullanılarak ölçülür. Burada ışığın ortam değiştirirken ışığın doğrultusunun değişmesinden yararlanır. Bitkisel yağların saflık parametresi hakkında bilgi vermektedir. Ölçümler, 0,4-0,7 m’lik spektral aralıkta 20°C sıcaklıkta gerçekleştirilir. Genellikle refraktif indeks yağların kaynağını belirlemek amacı ile kullanılmaktadır.

**Çizelge 4.3** Mısır yağının refraktif indeks analiz sonuçları.

<i>Rafinasyon Aşamaları</i>	<i>Refraktif İndeks</i>	<i>Ortalama Standart Sapma (±)</i>	<i>İstatistikî Farklılık</i>
Ham yağ <sup>1</sup>	1,46	0,01	Anlamlı farklılık
Nötralizasyon <sup>2</sup>	1,46	0,01	olmadığı
Ağartma <sup>3</sup>	1,46	0,01	görülmektedir.(p>0.05)
Vinterizasyon <sup>4</sup>	1,46	0,01	
Deodorizasyon <sup>5</sup>	1,46	0,01	

<sup>1</sup>: Rafinasyon aşamasının ilk basamağı

<sup>2</sup>: Rafinasyon aşamasının ikinci basamağı

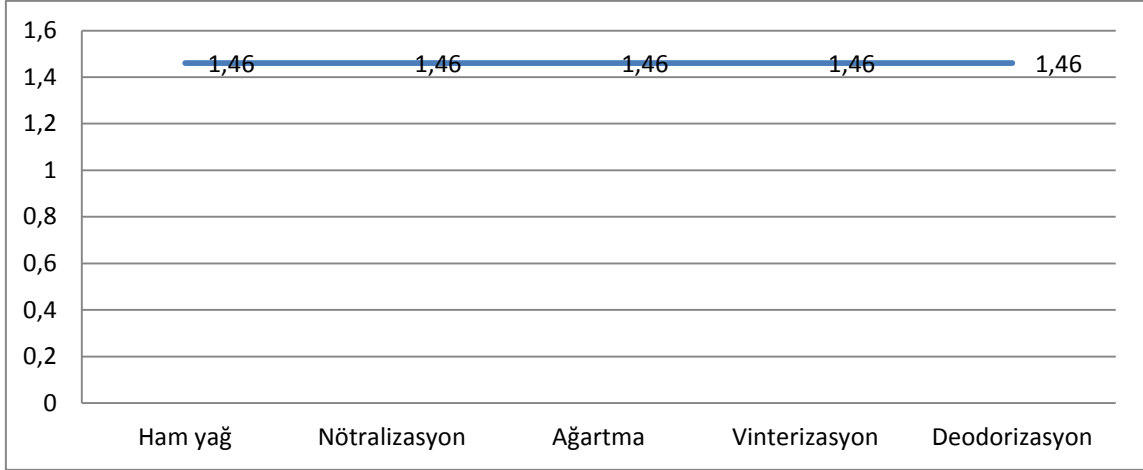
<sup>3</sup>: Rafinasyon aşamasının üçüncü basamağı

<sup>4</sup>: Rafinasyon aşamasının dördüncü basamağı

<sup>5</sup>: Rafinasyon aşamasının beşinci basamağı

<sup>1-5</sup> Çizelge 4.3’ de farklı sayılarla işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak ( $p > 0,05$ ) biri birinden farklı değildir.

Çizelge 4.3’ de görüldüğü gibi ham mısır yağının rafinasyon işlemi sonucu her aşamada refraktif indeks değerleri istatistiki olarak  $p < 0,01$  düzeyinde anlamlı farklılık göstermediği belirlenmiştir. Ham mısır yağının refraktif indeks değeri rafinasyon öncesinde 1,46 ( $\pm 0,01$ ) iken nötralizasyon aşamasında 1,46 ( $\pm 0,01$ ), ağartma aşamasında 1,46 ( $\pm 0,01$ ), vinterizasyonda 1,46 ( $\pm 0,01$ ) ve deodorizasyon aşamasında 1,46 ( $\pm 0,01$ ) olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4.3 Mısır yağı kırılma indeksi değişim grafiği.

Şekil 4.3’ de görüldüğü gibi kırılma indeksi tüm rafinasyon aşamalarında değişkenlik göstermemiştir.

#### 4.1.4 Viskozite Sonuçları

Viskozite bir akışkanın akışa karşı göstermiş olduğu dirençtir. Birimi mPA’dır. Her sıvının veya yarı akışkan maddelerin bir viskozite değeri vardır. Literatüre göre mısır, pamuk, susam, ayçiçeği, soya vb. yağların viskozite değerleri 27,2 ile 297 mPA arasında değişiklik göstermektedir (Georing *et al.* 1982).

Çizelge 4.4 Mısır yağının viskozite analiz sonuçları.

Rafinasyon Aşamaları	Viskozite (mPA)	Ortalama Standart Sapma ( $\pm$ )	$P < 0,001$ Düzeyinde İstatistikî Farklılık
Ham yağ <sup>1</sup>	81,60	0,30	1 > 2   1 > 5
Nötralizasyon <sup>2</sup>	72,50	0,20	1 > 3   2 > 5
Ağartma <sup>3</sup>	71,30	0,10	2 > 3   3 > 5
Vinterizasyon <sup>4</sup>	71,30	0,20	1 > 4   4 > 5
Deodorizasyon <sup>5</sup>	68,40	0,02	2 > 4

<sup>1</sup>: Rafinasyon aşamasının ilk basamağı

<sup>2</sup>: Rafinasyon aşamasının ikinci basamağı

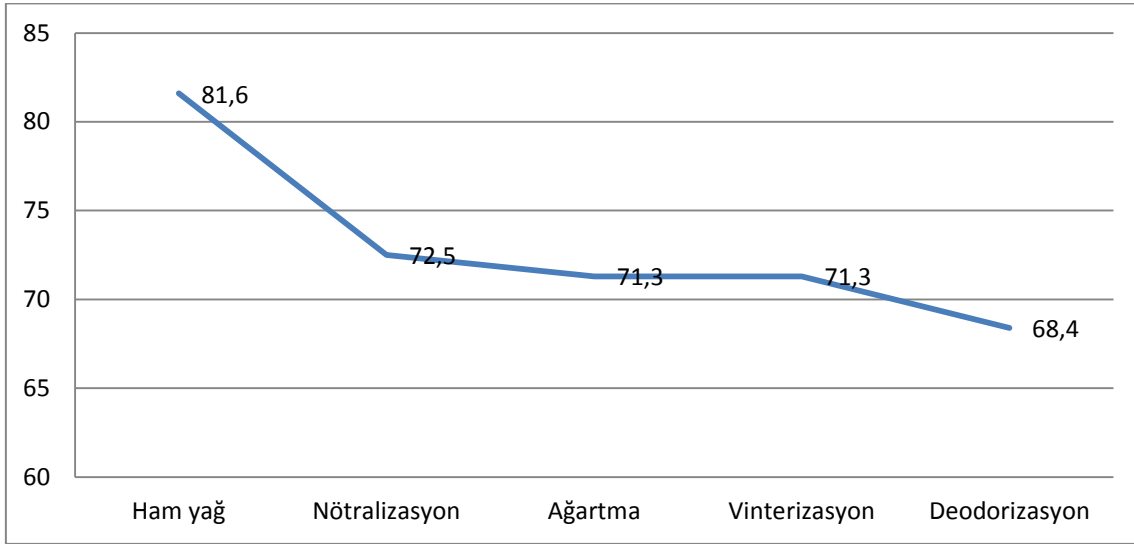
<sup>3</sup>: Rafinasyon aşamasının üçüncü basamağı

<sup>4</sup>: Rafinasyon aşamasının dördüncü basamağı

<sup>5</sup>: Rafinasyon aşamasının beşinci basamağı

<sup>1-5</sup> Çizelge 4.4’ de farklı sayılarla işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak ( $p < 0,001$ ) biri birinden farklıdır.

Çizelge 4.4' de görüldüğü gibi ham mısır yağının rafinasyon işlemi sonucu her aşamada viskozite değeri istatistiki olarak  $p < 0,001$  düzeyinde farklılık gösterdiği belirlenmiştir. Ham mısır yağının viskozite değeri rafinasyon öncesinde 81,60 mPA ( $\pm 0,30$ ) iken nötralizasyon aşaması sonucunda 72,50 mPA ( $\pm 0,20$ ), ağartma aşamasında 71,30 mPA ( $\pm 0,10$ ), vinterizasyon aşamasında 71,30 mPA ( $\pm 0,20$ ) ve deodorizasyon aşamasında 68,40 mPA ( $\pm 0,02$ ) olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4.4 Mısır yağı viskozite değişim grafiği.

Şekil 4.4' de mısır yağında akışa karşı gösterilen direnç (viskozite), ham yağdan son aşamaya kadar doğrusal bir azalma göstererek deodorizasyon aşaması sonunda 68,40 mPA olarak tespit edilmiştir.

#### 4.1.5 Renk Tayini Sonuçları

Renk tayini yağların bileşiminde bulunan doğal pigmentlerin yağa verdiği rengin durumunu belirlemek için kullanılmaktadır. Rafinasyon aşamalarında ağartmada kullanılan toprağın yağda ne derecede etkili olduğu ve sonradan eklenen renk maddelerinin yağa ne kadar etki ettiğini belirlemek içinde yapılan bir analizdir (Sarıkaya 2010). Renk tayini lovibont tintometresi ile yapılan güvenilir bir analizdir. Yapılan bir çalışmada buğday yağının renk tayininde ham yağ aşamasında 15,0 nötralizasyon da 8,3 ağartmada ise 1,8 olarak ölçülmüştür (Wang and Johnson 2001).

**Çizelge 4.5** Mısır yağının renk tayini sonuçları.

<i>Rafinasyon Aşamaları</i>	<i>Renk Tayini</i>
Ham yağ	9,8K-70,0S-0,0M-0,9D (1 inç)
Nötralizasyon	3,6K-70,0S-0,0M-0,1D (1 inç)
Ağartma	5,4K-70,0S-0,0M-0,0D (5,25 inç)
Vinterizasyon	5,5K-70,0S-0,0M-0,2D (5,25 inç)
Deodorizasyon	3,1K-46,0S-0,0M-0,6D (5,25 inç)

Çizelge 4.5’ de görüldüğü gibi rafinasyon aşamalarında bağlı olarak mısır yağının rengi, ham yağda daha koyu iken son aşamaya kadar mısır yağının renginde açılma görülmektedir.

#### 4.1.6 Sabunlaşma Sayısı Sonuçları

1 gr yağın sabunlaşma sırasında açığa çıkan yağ asitlerini nötralize etmek için mg cinsinden gerekli KOH’ in miktarıdır. Sabunlaşma sayısının düşük olması, yağın yüksek moleküllü yağ asitlerinden oluştuğunu göstermektedir (İnt. Kyn.4).

**Çizelge 4.6** Mısır yağının sabunlaşma sayısı analiz sonuçları.

<i>Rafinasyon Aşamaları</i>	<i>Sabunlaşma Sayısı (mg KOH/g yağ)</i>	<i>Ortalama Standart Sapma (±)</i>	<i>P&lt;0,001 Düzeyinde İstatistikî Farklılık</i>
Ham yağ <sup>1</sup>	207,48	0,03	<b>1 &gt; 2 3 &gt;4</b>
Nötralizasyon <sup>2</sup>	206,19	0,02	<b>1 &gt; 3 1 &gt;5</b>
Ağartma <sup>3</sup>	204,89	0,01	<b>1 &gt; 4 2 &gt;5</b>
Vinterizasyon <sup>4</sup>	203,52	0,03	<b>2 &gt; 4 3 &gt;5</b>
Deodorizasyon <sup>5</sup>	202,88	0,04	<b>2 &gt; 3 4 &gt;5</b>

<sup>1</sup>: Rafinasyon aşamasının ilk basamağı

<sup>2</sup>: Rafinasyon aşamasının ikinci basamağı

<sup>3</sup>: Rafinasyon aşamasının üçüncü basamağı

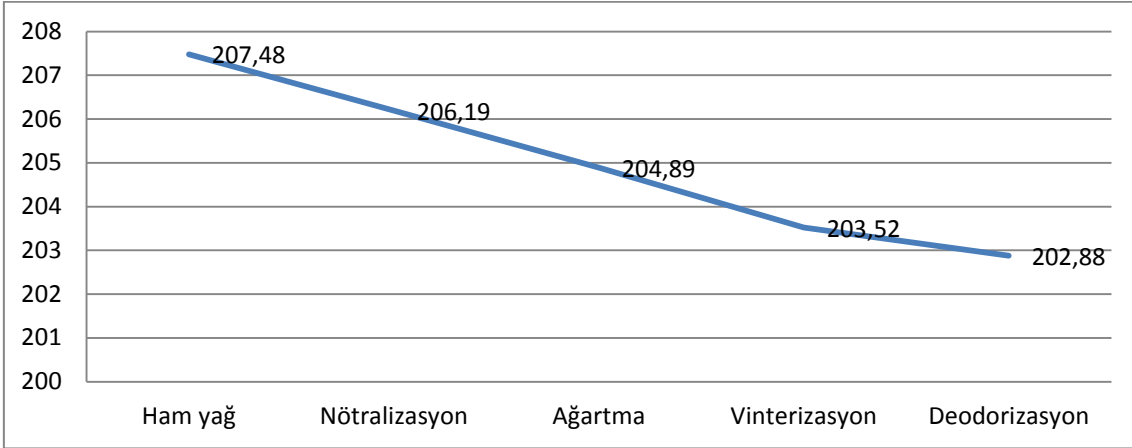
<sup>4</sup>: Rafinasyon aşamasının dördüncü basamağı

<sup>5</sup>: Rafinasyon aşamasının beşinci basamağı

<sup>1-5</sup> Çizelge 4.6’ da farklı sayılarla işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak ( $p < 0,001$ ) biri birinden farklıdır.

Çizelge 4.6’ da görüldüğü gibi ham mısır yağının rafinasyon işlemi sonucu her aşamada sabunlaşma sayısı değeri istatistiki olarak  $p < 0,001$  düzeyinde farklılık gösterdiği belirlenmiştir. Ham mısır yağının sabunlaşma sayısı değeri rafinasyon öncesinde 207,48

mg KOH/g yağ ( $\pm 0,03$ ) iken nötralizasyon aşaması sonucunda 206,19 mg KOH/g yağ ( $\pm 0,02$ ), ağartma aşamasında 204,89 mg KOH/g yağ ( $\pm 0,01$ ), vinterizasyon aşamasında 203,52 mg KOH/g yağ ( $\pm 0,03$ ) ve deodorizasyon aşaması sonunda 202,88 mg KOH/g yağ ( $\pm 0,04$ ) olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4.5 Mısır yağı sabunlaşma sayısı değişim grafiği.

Şekil 4.5 incelendiğinde sabunlaşma sayısının maksimum seviyeye ham yağda, minimum seviyeye deodorizasyonda ulaştığı görülmektedir. Aşamalardaki artış ve azalışlara bakıldığında, rafinasyonun ilk ve son basamağı arasındaki sabunlaşma sayısı değerleri arasında fark görülmektedir.

#### 4.1.7 Sabunlaşmayan Madde Sonuçları

Sabunlaşmayan madde yağda çözünen fakat sabunlaşma işleminden sonra suda çözünmesi gerçekleşmeyen, alkalilerde sabunlaşmayan petrol veya dietiler ile çözünen maddelerdir. Bu maddelerin toplamı sabunlaşmayan madde sayısını verir (İnt.Kyn.5).

**Çizelge 4.7** Mısır yağının sabunlaşmayan madde analiz sonuçları.

<i>Rafinasyon Aşamaları</i>	<i>Sabunlaşmayan Madde (g/kg)</i>	<i>Ortalama Standart Sapma (±)</i>	<i>P&lt;0,001 İstatistikî Farklılık</i>	<i>Düzeyinde</i>
Ham yağ <sup>1</sup>	1,91	0,03	1 > 2 1 > 4	
Nötralizasyon <sup>2</sup>	0,69	0,02	3 > 2 1 > 5	
Ağartma <sup>3</sup>	1,29	0,01	4 > 2 2 > 5	
Vinterizasyon <sup>4</sup>	1,40	0,02	1 > 3 3 > 5	
Deodorizasyon <sup>5</sup>	0,23	0,03	4 > 3 4 > 5	

<sup>1</sup>: Rafinasyon aşamasının ilk basamağı

<sup>2</sup>: Rafinasyon aşamasının ikinci basamağı

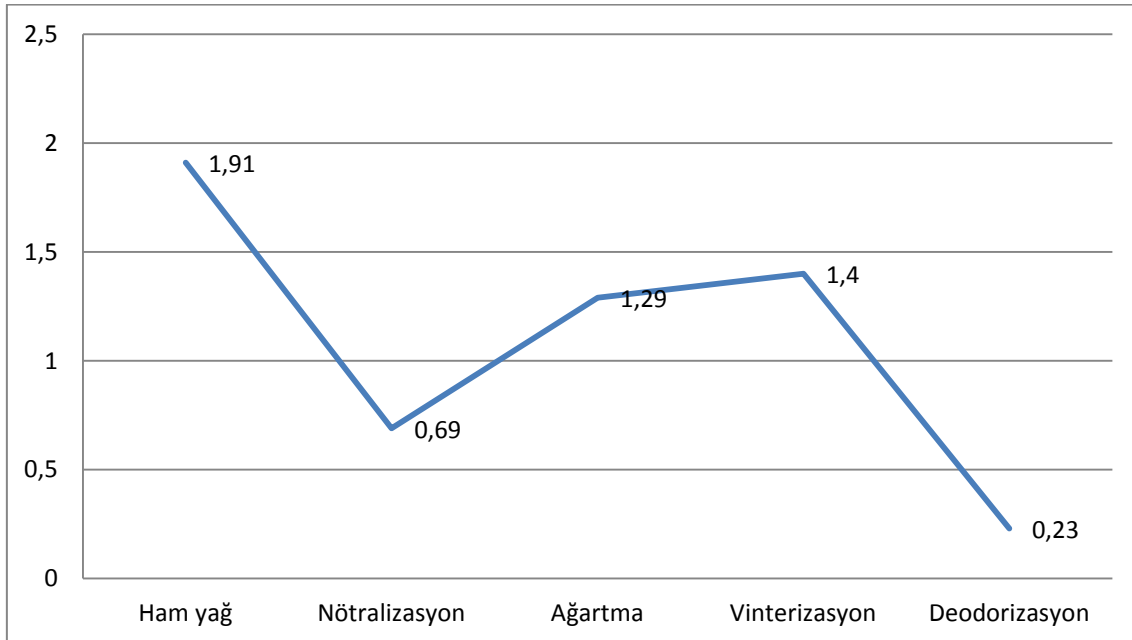
<sup>3</sup>: Rafinasyon aşamasının üçüncü basamağı

<sup>4</sup>: Rafinasyon aşamasının dördüncü basamağı

<sup>5</sup>: Rafinasyon aşamasının beşinci basamağı

<sup>1-5</sup> Çizelge 4.7' de farklı sayılarla işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak ( $p < 0,001$ ) biri birinden farklıdır.

Çizelge 4.7' de görüldüğü gibi ham mısır yağının rafinasyon işlemi sonucu her aşamada sabunlaşmayan madde değeri istatistiki olarak  $p < 0,001$  düzeyinde farklılık gösterdiği belirlenmiştir. Ham mısır yağının sabunlaşmayan madde değeri rafinasyon öncesinde 1,91 g/kg ( $\pm 0,03$ ) iken nötralizasyon aşaması sonucunda 0,69 g/kg ( $\pm 0,02$ ), ağartma aşamasında 1,29 g/kg ( $\pm 0,01$ ), vinterizasyon aşamasında 1,40 g/kg ( $\pm 0,02$ ) ve deodorizasyon aşamasında 0,23 g/kg ( $\pm 0,03$ ) olarak tespit edilmiştir.



**Şekil 4.6** Mısır yağı sabunlaşmayan madde değişim grafiği.

Şekil 4.6’da sabunlaşmayan madde sayısı artış ve azalışlar göstermektedir. Rafinasyonun ilk basamağında ham mısır yağında yüksek seviyelerde seyrederken, deodorizasyon aşamasına gelindiğinde en alt seviyeye ulaşmıştır.

#### 4.1.8 Sterol Analizi Sonuçları

Literatüre göre mısır yağında toplam sterol miktarı 1 kg yağda 7000-22 100 mg arasında değişmektedir (Anonim 2012). Diğer bir deyişle sterol miktarı tebliğe göre %0,2-1 arasında değişmektedir (Yazıcıoğlu ve Karaali 1983). Literatüre göre mısır yağında Kolesterol, Brassikasterol bulunmaması gerekmektedir.

**Çizelge 4.8** Mısır yağının sterol kompozisyonu analiz sonuçları.

<i>Sterol Kompozisyonu</i>	<i>Ham Yağ</i>	<i>Nötralizasyon</i>	<i>Ağartma</i>	<i>Vinterizasyon</i>	<i>Deodorizasyon</i>
1-Kampesterol (%)	25,87	27,25	21,73	25,46	9,00
2-Stigmasterol (%)	6,46	6,92	6,13	6,76	12,63
3- $\Delta$ 5,23-Stigmastadienol (%)	T.E.D	T.E.D	T.E.D	T.E.D	0,80
4-Klerosterol (%)	0,45	0,43	0,45	0,53	0,84
5- $\beta$ -sitosterol (%)	67,21	65,39	61,25	67,22	71,87
6- $\Delta$ 5-Avenasterol (%)	T.E.D	T.E.D	4,01	T.E.D	T.E.D
7- $\Delta$ 5,24-Stigmastadienol (%)	T.E.D	T.E.D	0,60	T.E.D	T.E.D
8- $\Delta$ 7-Stigmastenol (%)	T.E.D	T.E.D	5,08	T.E.D	4,82
9- $\Delta$ 7-Avenasterol (%)	T.E.D	T.E.D	0,72	T.E.D	T.E.D

**T.E.D:** Tespit edilemeyen değer

Çizelge 4.8’ de mısır yağının sterol kompozisyonu incelendiğinde; kampesterol rafinasyonun her aşamasında yağda bulunmaktadır. Nötralizasyonda en yüksek miktarda, deodorizasyonda en düşük miktarda bulunmaktadır. Miktar olarak doğrusal bir artış gösteren stigmasterol de rafinasyonun her aşamasında bulunmaktadır.  $\Delta$ 5,23-Stigmastadienol rafinasyonun son aşamasında tespit edilirken ilk dört aşamada tespit edilememiştir. Klerosterol’de stigmasterol gibi her aşamada rastlanırken, miktar olarak rafinasyon aşamalarında doğrusal bir azalma gözlemlenmemektedir.  $\beta$ -sitosterol mısır yağında diğer sterollere göre en yüksek miktarda bulunan bir sterol kompozisyonudur.  $\Delta$ 5-Avenasterol,  $\Delta$ 7-Avenasterol ve  $\Delta$ 5,24-stigmastadienol rafinasyon aşamalarından



sadece ağartmada bulunmaktadır.  $\Delta 7$ -Stigmastenol ise en yüksek ağartma bulunurken deodorizasyonda ağartmadan daha düşük seviyede bulunmaktadır. Ham yağ, vinterizasyon ve nötralizasyonda bulunmamaktadır.

#### 4.1.9 Toplam Yağ Asitleri Kompozisyonu Sonuçları

Bitkisel yağların fiziksel ve kimyasal özelliklerini; onların içerdiği yağ asitleri belirlemektedir. Yağ asitleri kompozisyonu, yağ bitkilerinin türlerine ortam şartlarına bağlı olarak değişebilmektedir. Ayrıca yağ asitlerinin kompozisyonu hakkında fikir edinilmesi yağın hangi amaca göre kullanılacağı hakkında fikir vermektedir. Ayrıca mısır yağında da bulunan doymamış yağ asitlerinden oleik, linoleik ve linolenik asit insan sağlığı açısından büyük öneme sahiptir (Karaca ve Aytaç 2011).

**Çizelge 4.9** Mısır yağının yağ asitleri kompozisyonu sonuçları.

<i>Yağ Asitleri Kompozisyonu (%)</i>	<i>Ham Yağ (%)</i>	<i>Nötralizasyon (%)</i>	<i>Ağartma (%)</i>	<i>Vinterizasyon (%)</i>	<i>Deodorizasyon (%)</i>
<b>Doymuş Yağ Asitleri</b>					
Miristik Asit	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04
Palmitik Asit	11,15	11,08	10,01	10,27	9,44
Steraik Asit	1,98	1,97	2,33	2,23	2,41
Araşidik Asit	0,43	0,43	0,38	0,39	0,35
Lignoserik Asit	0,18	0,15	0,16	0,16	0,17
$\sum$ Doymuş Yağ Asitleri	13,77	13,67	12,94	13,10	12,44
<b>Tekli Doymamış Yağ Asitleri</b>					
Palmitoleik Asit	0,06	0,06	0,06	0,06	0,05
Heptadekanoik Asit	0,04	0,04	0,03	0,04	0,03
Oleik Asit	33,23	33,22	31,38	31,91	30,49
Nervonik Asit	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
<b>Çoklu Doymamış Yağ Asitleri</b>					
Linoleik Asit	52,70	52,78	55,25	54,59	56,58
Linolenik Asit	0,01	0,09	0,09	0,08	0,01
Cis-11,14-eicosadienoic	0,09	0,12	0,25	0,21	0,32
Araşidonik Asit	0,05	0,05	0,05	0,05	0,04
$\sum$ Doymamış Yağ Asitleri	86,22	86,32	87,06	86,90	87,55

Çalışmamızda doymuş, tekli doymamış ve çoklu doymamış yağ asitleri sonuçlarında rafinasyon aşamalarına göre artış ve azalışlar, sabit kalmış değerler görülmektedir.

Deodorizasyon sonucu ulařılan birok yaę asiti deęerlerinin Trk Gıda Kodeksi Bitki Adı İle Anılan Yaęlar Teblięi'ne uygun olduęu tespit edilmiřtir.

#### 4.1.10 Mineral Madde Sonuları

izelge 4.10 Mısır yaęının mineral madde analiz sonuları.

<i>Mineral madde</i>	<i>Ham Yaę (ppm)</i>	<i>Ntralizasyon (ppm)</i>	<i>Aęartma (ppm)</i>	<i>Vinterizasyon (ppm)</i>	<i>Deodorizasyon (ppm)</i>
<b>Li</b>	0,028	0,000	0,000	0,000	0,000
<b>B</b>	0,000	0,040	0,110	0,123	0,080
<b>Na</b>	0,000	764,74	109,61	141,75	130,68
<b>Mg</b>	16,693	6,773	2,145	1,976	1,790
<b>Al</b>	0,000	0,446	1,133	2,212	1,163
<b>Si</b>	20,312	37,30	39,15	43,84	39,78
<b>P</b>	165,41	1029,32	1084,56	1 202,45	1046,08
<b>K</b>	19,451	0,000	0,000	0,000	0,000
<b>V</b>	0,000	0,001	0,000	0,001	0,00
<b>Cr</b>	0,000	0,018	0,040	0,066	0,039
<b>Mn</b>	0,283	0,062	0,081	0,081	0,043
<b>Co</b>	0,000	0,000	0,002	0,011	0,002
<b>Cu</b>	0,045	0,000	0,000	0,049	0,071
<b>Ga</b>	0,000	0,000	0,000	0,001	0,001
<b>As</b>	0,001	0,001	0,011	0,020	0,013
<b>Se</b>	12,94	12,07	11,99	14,40	11,98
<b>Rb</b>	0,006	0,000	0,000	0,000	0,000
<b>Sr</b>	0,018	0,022	0,024	0,023	0,025
<b>Pd</b>	0,000	0,000	0,000	0,002	0,000
<b>Ag</b>	0,000	0,000	0,000	0,021	0,003
<b>Cd</b>	0,054	0,027	0,000	0,000	0,000
<b>In</b>	0,000	0,000	0,048	0,063	0,043
<b>Sn</b>	0,000	4,998	32,42	40,34	25,78
<b>Sb</b>	0,000	0,002	0,002	0,021	0,001
<b>Te</b>	0,000	0,008	0,000	0,000	0,000
<b>Ba</b>	0,000	0,004	0,022	0,046	0,024
<b>Pt</b>	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
<b>Hg</b>	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
<b>Pb</b>	0,000	0,000	0,005	0,055	0,014

izelge 4.10'da grldę gibi mısır yaęının rafınasyon ařamalarına gre mineral madde deęerleri tespit edilmiřtir. Ham yaęda en yksek 165,118 ppm deęeri ile P (fosfor) mineraline rastlanmıřtır. Dięer drt rafınasyon ařamasında da en yksek deęerde olan mineral fosfordur. izelgede grldę gibi bazı mineral maddelere hi

rastlanmamıştır. Fosfordan sonra rafinasyon aşamalarında en yüksek değerlere sahip mineraller ise Mg (magnezyum), Se (Selenyum) ve Si (Silisyum)'dur. Yapılan başka çalışmada ise mısır yağının rafinasyon aşamalarında Na, Mg, K, P, Ca ve Fe değerleri incelenmiştir (Aksoy 2015). Bulunan değerlerin yukarıda çizelgedeki değerlerden farklı olduğu görülmüştür.

#### 4.1.11 SEM Analizi

SEM analizinde; elektron demeti ve numune arasındaki etkileşimlerden geri saçılan atomlar sayesinde yüzeydeki atomların taranması ile yüksek atom numaralı bölgeler, düşük atom numaralı bölgelerden daha parlak görüldüğünden numunenin topoğrafisi, yoğunluğu, dağılımı ve numune bileşimi hakkında nanoboyutta bilgiler elde edilmektedir (Köksal ve Köseoğlu 2014).

Çalışmamızda örnekler etanol ile muamele edilerek SEM analizi yapılmıştır. Örneklerin farklı kesitlerinde yapılan incelemeler neticesinde element içerikleri nanoboyutta tespit edilmiştir.

**Çizelge 4.11** Etanol ile muamele edilen rafinasyon aşaması örneklerinin SEM analizinde tespit edilen elementler (%).

<i>Element</i>	<i>Ham Yağ</i>			<i>Nötralize</i>			<i>Ağartma</i>	<i>Vinterize</i>	<i>Deodorize</i>		
	<i>Kesit</i>			<i>Kesit</i>			<i>Kesit</i>	<i>Kesit</i>	<i>Kesit</i>		
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>1</i>	<i>1</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
C	41,61	38,09	50,58	36,17	22,20	57,28	59,96	7,20	34,50	42,09	44,49
O <sub>2</sub>	51,38	54,04	40,75	63,83	38,67	41,41	39,43	54,40	15,94	29,73	55,51
Na	TE	TE	TE	TE	5,14	TE	TE	TE	TE	1,66	TE
Silikon	TE	TE	TE	TE	1,56	TE	0,61	5,73	TE	2,08	TE
P	1,33	1,21	4,22	TE	0,29	TE	TE	TE	TE	TE	TE
Ca	TE	0,46	0,53	TE	21,23	1,31	TE	29,99	TE	5,05	TE
Cl	TE	TE	TE	TE	2,74	TE	TE	TE	TE	0,75	TE
Mg	1,32	1,52	1,72	TE	0,99	TE	TE	TE	TE	1,11	TE
Al	TE	TE	TE	TE	0,94	TE	TE	1,68	TE	1,14	TE
K	4,36	4,68	1,21	TE	1,11	TE	TE	0,28	TE	TE	TE
Fe	TE	TE	0,99	TE	TE	TE	TE	TE	TE	TE	TE
S	TE	TE	TE	TE	TE	TE	TE	0,72	TE	TE	TE

Çizelge 4.11’de görüldüğü gibi C ve O elementleri rafinasyon aşamalarında incelenen her örnekte, her kesitte tespit edilmiştir. Na sadece nötralize yağın 2. kesitinde ve deodorize yağın 2.kesitinde tespit edilmiştir. Silikon nötralize, ağartma, vinterize ve deodorize yağda tespit edilmiştir. Fe elementi sadece ham yağın 3. Kesitinde tespit edilmiştir. S elementi ise sadece vinterize yağda görülmüştür.

**Çizelge 4.12** Etanol ile muamele edilen rafinasyon aşaması örneklerinin SEM analizindeki kesitlerde tespit edilen elementlerin ortalama standart sapmaları.

<i>Elementler</i>	<i>Ham Yağ(±)</i>	<i>Nötralize(±)</i>	<i>Ağartma(±)</i>	<i>Vinterize(±)</i>	<i>Deodorize(±)</i>
C	6,44	17,66	59,96	7,20	5,21
O <sub>2</sub>	7,32	13,80	39,43	54,40	7,03
Na	T.E	0,24	TE	TE	T.E
Silikon	T.E	T.E	0,61	5,73	T.E
P	1,76	T.E	T.E	TE	T.E
Ca	0,02	14,08	T.E	29,99	T.E
Cl	T.E	0,18	T.E	TE	T.E
Mg	0,20	T.E	T.E	TE	T.E
Al	T.E	T.E	T.E	1,68	T.E
K	1,91	T.E	T.E	0,28	T.E
Fe	T.E	T.E	T.E	TE	T.E
S	T.E	T.E	T.E	T.E	T.E

Çizelge 4.12’de görüldüğü gibi bazı elementlerin standart sapma değerleri tespit edilirken bazı elementlerin tespit edilememiştir.

## 5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu tez çalışmasında mısır yağının rafinasyon aşamalarında ki fizikokimyasal değişimler incelenmiştir. Serbest yağ asitliği, peroksit sayısı, sabunlaşma sayısı ve sabunlaşmayan madde sayısı, renk, viskozite, kırılma indeksi, yağ asitleri kompozisyonu, sterol madde, mineral madde ve SEM analizleri değerleri tespit edilmiştir.

Ham mısır yağının rafinasyon aşamaları olan ham yağ, nötralizasyon, ağartma, vinterizasyon ve deodorizasyondaki fizikokimyasal ve nano boyuttaki değişimleri incelenmiş ve değerleri tespit edilmiştir. Asitlik, peroksit sayısı, refraktif indeks, viskozite, renk, sabun sayısı, sabunlaşma ve sabunlaşmayan madde sayısı, sterol, yağ asitleri kompozisyonu, mineral madde ve SEM analizi değerleri hesaplanmıştır. Son rafinasyon aşamasındaki asitlik, peroksit sayısı, refraktif indeks, viskozite, sabunlaşma sayısı, sabunlaşmayan madde sayısı sırasıyla % 0,08 mgKOH/g, 0 meq aktif oksijen/kg, 1,46<sub>nD</sub>, 68,4 mPa, 202,88 mg KOH/gr, 0,23 g/kg hesaplanmıştır.

Ham yağa uygulanan sıcaklık işlemlerinin özellikle deodorizasyonda uygulanan yüksek sıcaklık, yağda trans yağ asidi miktarının artmasına neden olmaktadır (Brüehl 1996).

Aksoy (2015), yaptığı bir çalışmada mısır yağında asitlik ham yağda % 2,20 nötralizasyonda % 0,12 ağartmada % 0,10 vinterizasyonda % 0,09 ve deodorizasyon da % 0,09 olarak tespit edilmiştir. Jung Yoon and Min (1989), yaptıkları çalışmada soya fasulyesi yağında ham yağda asitlik % 0,74 degummingte % 0,36 ağartmada % 0,03 ve deodorizasyonda % 0,02 olarak tespit etmiştir.

Çalışmamızda bulunan değerler ile yukarıdaki yapılan çalışmalarda asit sayısı değerleri rafinasyon aşamalarında azalma göstermiştir. Literatüre göre son asitlik değeri % 0,6 'nın altındadır.

Gomes vd.'nin (2003), ayçiçeği yağı ile yaptıkları bir çalışmada ham yağ, nötralizasyon, ağartma, vinterizasyon ve deodorizasyonda aldığı sonuçlar sırası ile 4,16; 2,73; 2,73;

2,64 ve 2,62 olarak tespit edilmiştir. Gomes vd. (2003), fıstık yağında rafinasyon aşamalarına göre yaptıkları bir çalışmada ise peroksit değerleri ham yağ 6,04, nötralizasyon 5,71, ağartma 4,43, deodorizasyon da 3,92 olarak tespit edilmiştir. Gomes vd. (2003), mısır yağında yaptıkları bir çalışmada ise ham yağ da 6,76 nötralizasyon da 4,99 ağartma da 4,78 deodorizasyon da 4,18 olarak sonuçlar elde edilmiştir. Jung vd. (1989), yaptıkları çalışmada soya fasulyesi yağında peroksit değeri ham yağda 2,4 degumming aşamasında 10,5 ağartmada 16,5 ve deodorizasyonda da 0 olarak tespit edilmiştir.

Peroksit sayısı 5'ten büyük olan yağlarda acılaşıma başlar. Ayçiçeği ve fıstık yağı ile yapılan çalışmada rafinasyon aşamalarında peroksit sayısı giderek azalmış ve acılaşımanın oluşmayacağı sınırın altına düşmüştür. Soya fasulyesi ile yapılan çalışmada da aynı şekilde azalma görülmektedir. Araştırmamız da ise yukarıdaki çalışmalar gibi rafinasyon aşamalarında azalma göstermiş ve son aşamada 0 olarak bulunmuştur.

Khodler (2002), yaptığı bir çalışmada A, B ve C numunelerinde kırılma indeksi sırası ile 1,405, 1,420 ve 1,4363 olarak tespit etmiştir. Bayaz (1992), yaptığı bir çalışmada zeytinyağında rafinasyon aşamalarında kırılma indeksi gözlemlenmiş ve ham yağ da 1,4681 nötralizasyonda 1,4686 ağartma da 1,4689 ve deodorizasyon da 1,4690 olarak tespit edilmiştir.

Seydim ve Ertekin (2006), yaptığı bir çalışmada fındık yağının renksiz cam şişe, renkli yeşil cam şişe, PET şişe ve teneke kutuda saklanarak 12 ay boyunca depolama sırasındaki kırılma indisi değerleri incelenmiş ve bu değerler ambalaj cinsine göre değişiklik gösterdiği tespit etmişlerdir.

Tespit ettiğimiz sonuçlar fındık yağı ve zeytinyağı ile yapılan sonuçlar ile paralellik göstermektedir.

Noureddini vd.'nin (1992), yaptığı bir çalışmada rafine mısır yağında değişen sıcaklığa göre viskozite değerleri gözlemlenmiş ve 23,9° C'de 52,3; 37,8° C'de 30,8; 48,9° C'de 22,7; 60° C'de 15,7; 62,2° C'de ise 9,28 olarak tespit edilmiştir. Aynı çalışmada aynı

sıcaklıklarda rafine soya fasulyesi yağı viskozite değerleri de incelenmiş ve sırası ile 54,3; 31,8; 23,3; 16,1 ve 9,51 değerleri tespit edilmiştir.

Wang and Johnson (2001), yaptığı bir çalışmada buğday yağının renk değerlerini ham yağ aşamasında 15,0 nötralizasyonda 8,3 ağartmada ise 1,8 olarak tespit etmişlerdir. Aksoy (2015), yaptığı bir çalışmada ise mısır yağında rafinasyon aşamalarında kırmızı renk değişimini incelemiş ve ham yağda 16, nötralizasyonda 9, ağartmada 5,2 vinterezasyonda 5 ve deodorizasyonda 2,7 olarak tespit etmiştir. Buğday yağında ve mısır yağında rafinasyonun başlarında renk değerleri yüksektir. Çünkü rafinasyon basamakları tamamlanmamıştır. Tespit ettiğimiz sonuçlarda da başta renk değerleri yüksek, sona doğru azalma göstermiştir.

Sabunlaşma sayısı ile ilgili olarak; Özcan (1993), yaptığı bir çalışmada Adana iline ait susam yağında 188,40 olarak tespit etmiştir. Bayaz (1992), zeytinyağında yaptığı çalışmada ham yağda 187, nötralizasyonda 189, ağartma da 190 ve deodorizasyon da 191 olarak tespit etmiştir. Yazıcıoğlu ve Karaali (1983), ayçiçeği, mısır, kanola gibi bitkisel yağlarında sabunlaşma sayısının 187-195 mg/g KOH arasında değiştiğini tespit etmişlerdir.

Susam ve zeytinyağı ile yapılan çalışmalarda sabunlaşma sayısı, tespit ettiğimiz değerler ile farklıdır. Aynı zamanda literatüre göre tespit ettiğimiz sonuçlar yüksektir.

Pestana vd.'nin (2008), pirinç kepeği yağı ile yaptıkları çalışmada sabunlaşmayan madde sayıları incelenmiştir. Ham yağda %2,28, nötralizasyonda % 1,92, ağartmada % 2,04, vinterezasyon da % 1,98 ve deodorizasyon aşamasında % 2,01 olarak ölçülmüştür.

Pirinç kepeği ile yapılan çalışma, tespit ettiğimiz sonuçlarla paralellik göstermektedir. Literatüre göre de tespit ettiğimiz değerler sınır değerinin altında çıkmıştır.

Siew (1990), yaptığı bir çalışmada ham palm yağında kolesterol miktarı 2,7-13 ppm, kampasterol 46,4-150 ppm, stigmasterol 26,3-65,7 ppm,  $\beta$  -sitosterol 120-369,5 ppm ve totalde sterol miktarı 210-620 ppm olarak ölçülmüştür. Rafinasyon aşamalarından

geçmiş palm yağında kolesterol miktarı 1,2–5,5 ppm, kampasterol 15,3–65,4 ppm, stigmasterol 8,5–36,9 ppm,  $\beta$  -sitosterol 45–198 ppm ve totalde toplam sterol miktarı 70–316 ppm olarak tespit edilmiştir.

Ham palm yağındaki kampsterol, stigmasterol ve beta-stosterol tespit ettiğimiz sonuçlara göre yüksektir. Rafine olmuş palm yağı ile elde etimiz sonuçlar karşılaştırılacak olursa, palm yağı kampasterol olarak yüksek, stigmasterol olarak düşüktür.  $\beta$ -Sitosterol değerleri paralellik göstermektedir.

Ferrari vd. (1996), mısır yağında yaptığı bir çalışmada ham yağ da palmitik asit % 13,1 nötralizasyon da % 12,4 ağartmada % 12,8 vinterizasyonda % 12 ve deodorizasyonda ise % 12,5 bulunmuştur. Palmitoleik asit içeriği nötralizasyon da % 0,2 ağartmada % 0,2 vinterizasyonda % 0,2 deodorizasyonda ise % 0,2 olarak hesaplanmıştır. Doymamış yağ asitlerinden oleik asit miktarı ise ham yağ da % 34,1 nötralizasyon da % 34,6 ağartmada % 35,5 vinterizasyonda % 34,9 deodorizasyonda da % 34,8 olarak tespit edilmiştir.

Trabelsi vd. (2006), ham zeytinyağı ile yaptığı bir çalışmada yağ asitleri kompozisyonu palmitik asit (C16:0): % 21,33; palmitoleik asit (C16:1): % 3,33; margarik asit (C17:0): % 0,03; heptadesenoik asit (C17:1): % 0,07; stearik asit (C18:0): % 2,66; oleik asit (C18:1): % 51,37; linoleik asit (C18:2): % 17,20; linolenik asit (C18:3): % 0,55; araşidik asit (C20:0): % 0,35 ve gadoleik asit (C20:1): % 0,16 şeklinde bulunduğu tarafından bilgilendirilmiştir. Zeytinyağı ile ilgili yapılan bu çalışmadaki yağ asitleri kompozisyonu, mısır yağında tespit ettiğimiz sonuçlar ile paralel değildir.

Tokuşoğlu (2008), çalışmasında ise palmitik asit (C16:0): % 12,07 , stearik asit (C18:0): % 1,86, oleik asit (C18:1): % 30,31 , linoleik asit (C18:2): % 54,34 , linolenik asit (C18:3): % 1,28 , cis-9, *trans*-11 konjuge linoleik asit: % 0,62 , *trans*-10, cis-12 konjuge linoleik asit: % 0 olarak belirlenmiş; rafine mısır yağında palmitik asit (C16:0): % 11,24 , stearik asit (C18:0): % 2,00 , oleik asit (C18:1): % 30,24 , linoleik asit (C18:2): % 54,35 , linolenik asit (C18:3): % 1,29 , cis-9, *trans*-11 konjuge linoleik asit: % 1,24 , *trans*-10, cis-12 konjuge linoleik asit: % 0,14 oranlarında tespit etmiştir. Çalışmamızda



tespit ettiğimiz yağ asitleri kompozisyon değerleri ile bu çalışmadaki yağ asitleri kompozisyonu değerleri farklılık göstermektedir.

Mısır yağında yapılan çalışma da doymuş yağ asitlerinden palmitik asit, tekli doymamış yağ asitlerinde palmitoleik asit ve doymamış yağ asitlerinde oleik asit rafinasyon aşamalarına göre incelenmiştir. Palmitik asit için rafinasyon aşamalarında bulunan değerler bizim yaptığımız çalışmamıza göre yüksek çıkmıştır. Palmitoleik miktarı da tespit ettiğimiz değerden yüksek olduğu görülmektedir. Ayrıca literatüre yakın yağ asitleri kompozisyonu değerleri tespit edilmiştir.

Aksoy (2015), yaptığı araştırmada rafinasyon aşamalarına göre Na, Mg, K, P, Ca ve Fe değerleri incelenmiş ve ham yağda sırası ile 37,75 ppm, 21,15 ppm, 12,97 ppm, 107,36 ppm, 107,48 ppm ve 4,68 ppm'dir. Nötralizasyonda sırası ile 9,84 ppm, 1,12 ppm, 1,14 ppm, 1,04 ppm, 31,13 ppm ve 3,12 ppm'dir. Ağartma aşamasında sırası ile 9,69 ppm, 0,29 ppm, 6,38 ppm, 0,91 ppm, 36,61 ppm ve 1,46 ppm tespit edilmiştir. Vinterizasyon aşamasında 8,24 ppm, 0,91 ppm, 10,27 ppm, 1,09 ppm, 54,80 ppm ve 0,77 ppm ve son aşama deodorizasyonda 8,26 ppm, 1,38 ppm, 9,82 ppm, 0,20 ppm, 8,11 ppm ve 0,54 ppm olarak tespit edilmiştir. Bu çalışmada bulunan sonuçlar ile bizim tespit ettiğimiz sonuçlar arasında paralellik bulunmaktadır.

Benjelloun vd. (1991), rafine kolza yağını iz metallerden arındırmak için bazı metal tutuculardan geçirilmesi gerektiğini öne sürmüştü ve bu tutuculardan geçirilen örneklerin oksidatif stabilitesi yüksek ve linolenik asit içeriğinin fazla olduğu saptamışlardır. Yapılan başka bir çalışmada sürekli ve kesikli olarak çalışan ayçiçeği rafinasyon sisteminde demir ve bakır miktar değişimleri incelenmiştir. Ostric vd. (1980), yaptığı çalışmada ayçiçeği yağında ppm cinsinden Fe ve Cu miktarları sırası ile nötralizasyon çıkışı yağda 0,75; 0,70 ağartma çıkışında 0,63; 0,63 olarak tespit edilmiştir.

Ekler kısmında resimde kontrol filtresi görünmekte olup, mısır yağının rafinasyonunda tespit edilen nano boyuttaki safsızlıkların görüntüleri resimler arasında verilmiş olup nano boyuttaki safsızlıkların etanol ile muamele edilmiş SEM görüntülerinde görüldüğü üzere rafinasyonun son aşaması olan deodorizasyon aşamasında nanoboyutta safsızlık

tespit edilmemiştir. Yaptığımız çalışma sonucunda elde edilen SEM analiz sonuçları ile ilgili kıyaslanabilecek bir kaynak bulunamadığından dolayı çalışma bu yönüyle özgündür.

Sonuç olarak araştırdığımız literatür incelemeleri doğrultusunda mısır yağı ile ilgili belirli konular araştırılmış ancak nano boyuttaki safsızlıkların tespiti için yaptığımız bu araştırma ile ilgili çalışmaların az sayıda olduğu anlaşılmaktadır. Bu nedenle mısır yağının rafinasyon aşamasındaki değişimleri ve nano boyuttaki safsızlıkları tespit edilerek fizikokimyasal özelliklerin incelenmesi yağ teknolojisi alanında geleceğe yönelik nano rafinasyon açısından da önem arz etmektedir.

## 6. KAYNAKLAR

- Akman, Z. ve Şencer, Ö. (1991). Şeker mısırında ekim sıklığı ve farklı ekim zamanlarının verim ve diğer agronomik karakterler üzerine etkileri. *Onsekiz Mart Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, **7**: 25-36.
- Andres, A., Bilbao, C. and Fito, P. (2004). Drying kinetics of apple cylinders under combined hot air-microwave dehydration. *Food Engineering*, **63**: 71–78.
- Aksoy, S. A. (2015). Kimyasal rafinasyonun element içerikleri ile bazı kalite özelliklerine etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ.
- Anonim, 1970. Türk Standartları Enstitüsü, Refraktif İndeks Analiz Standardı-894.
- Anonim, (1986a). Türk Standartlar Enstitüsü, Sabunlaşmayan Maddeler Tayini Standardı 4963.
- Anonim, (1989a). Türk Standartlar Enstitüsü, Sabunlaşmayan Maddeler Tayini Standardı 4963.
- Anonim, (2012). Türk Gıda Kodeksi Bitki Adı ile Anılan Yağlar Tebliği (Tebliğ No:2012/29).
- Anonim, (2015a). 2015 Yılı Mısır Raporu, Gümrük ve Ticaret Bakanlığı Koperatifçilik Genel Müdürlüğü, Ankara.
- Anonim, (2016). 2015 Yılı Dünya Bitkisel Ham Yağ Üretim Raporu, Bitki Sanayiciler Derneği, Ankara.
- Anonymous, (1971). American Oil Chemists' Society Sapoinable Number in Oil, Official Method Cd 30-94 Volume-1
- Anonymous (1989). American Oil Chemists' Society Peroxide Value Official Method Cd 853 (93) Volume-1
- Başoğlu, F. (2004). Yemeklik Yağ Teknolojileri, Nobel Yayın Dağıtım, 2. basım, Ankara, Türkiye.
- Başoğlu, F. (2006). Yemeklik Yağ Teknolojileri, Nobel Yayın Dağıtım, 3. basım, Ankara, Türkiye.
- Başoğlu, F. (2014). Yemeklik Yağ Teknolojileri, Dora Yayın Dağıtım, 4. basım, Bursa, Türkiye.

- Bayaz M. (1992). Fiziksel ve Kimyasal Rafinasyonun Zeytinyağının Özelliklerine Etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Benjelloun, B., Talou, T., Delmas, M. and Gaset, A. (1991). Oxidation of Rapeseed Oil Effect Of Metal Traces. *J. Amer. Oil Chem. Soc.*, **68**: 210-211.
- Bhattacharyya, A., Datta, P., Chaudhuri, P. and Barik, B. (2011). Nanotechnology a new frontier for food security in socio economic development. *School of Environmental Sciences, Mahatma Gandhi University, India in association with the Applied Geoin Formatics for Society and Environment, Germany*. **67**: 12–14.
- Brien O. and Richard D. (2004). Fats and oils, Formulating and processing for applications, *Eur. J. Lipid Sci. Technolgy*, **106**: 451-454.
- Brüehl, L. (1996). Determination of trans fatty acids in cold pressed oils and in dried seeds. **98**: 380-383.
- Cireli. A., Kutlu, B., Onar, N. ve Erkan, G. (2006). Tekstilde ileri teknolojiler. *Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi*, **13**: 7-20.
- Chaudhry, Q., Scotter, M., Blackburn, J., Ross, B., Boxall, A., Castle, L., Aitken, R. Ve Watkins, R. (2008). Applications and implications of nanotechnologies for the food sector. *Food Additives and Contaminants* **25**: 241-258.
- Çökmez N. (2004). Türkiye’de Yağlı Tohumlar ve Bitkisel Yağ Üretim Politikaları ile Bitkisel Yağ Sanayinin Ekonomik Yapısı. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Dowd, M.K. (1998). Gas chromatographic characterization of soapstocks from vegetable oil refining. *Southern Regional Research Center, US Department of Agriculture*, 1100 Robert E. Lee Boulevard, New Orleans, 70124, USA.
- Erickson, D.R. (1995). Practical handbook of soybean processing and utilization. *American Oil Chemists Society*, 45–48.
- Evans, C.D., Frankel, E.N., Cooney, M. and Moser, H.A. (1960). Effect of autoxidation prior to Deodorization on Oxidative and Flavor Stability of Soyabean Oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **37 (9)**: 452-456.
- Fazaeli, M., Tahmasebi, M. and Emam, Z.D. (2012). Transfer properties lab (TPL). *Department of Food Science and Technology, Faculty of Agricultural Engineering and Technology, University of Tehran, Karadj, Iran*.

- Ferrari, R.A., Schulte, E., Esteves, W., Brühl, L. and Mukherjee, K.D. (1996). Minor constituents of vegetable oils during industrial processing. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **73**: 587- 592.
- Georing, C.E., Schwab, A.W. and Daughurt, M.J. (1982). Fuel properties of eleven vegetable oils. *Transactions of ASAE*.
- Gunstone, F.D. and Harwood, J.D. (2007). Occurrence and Characterisation of Oils and Fats, in *The Lipid Handbook* 43-44.
- Gümüşkesen, A.S. (1990). Rafinasyon işleminin bitkisel sıvı yağların bileşimleri üzerindeki etkileri. *Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, **1**: 113-118.
- Gümüşkesen, A.S. ve Yemişçioğlu, F. (2010). Bitkisel Sıvı ve Katı Yağ Üretim Teknolojisi, Ege Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü, Meta Basım Matbaası Bornova, İzmir. 224s.
- Greyt, W., Radanyi, O., Kellens, M. and Huyghebaert, A. (1996). Contribution of trans fatty acids from vegetables oils and margarines to the Belgian diet. *Fett/Lipid*, **98(1)**: 30-33.
- Greyt, W. (2004). Deodorization and physical refining, *IUPAC-AOCS Workshop on fats, oils and oilseeds analyses and production*, De Smet Group Belgium.
- Gomes, T., Caponio, F. And Delcuratolo D. (2003). Fate of oxidized triglycerides during refining of seed oils. Bari, Italy.
- Hışıl, Y. (2004). Enstrümantal Gıda Analizleri. Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi İzmir-2004, 39s.
- Jamradloedluk ,J., Nathakaranakule, A., Soponronnarit, S. and Prachayawarakorn S. (2007). Influences of drying medium and temperature on drying kinetics and quality attributes of durian chip. *Food Engineering*. **78**: 198–205.
- Jung, M.Y., Yoon S.H. and Min, D.B.(1989). Effect of processing steps on the contents of minor compounds and oxidation of soybean oil, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **66**: 118–120.
- Karaca, E. ve Aytaç, S. (2006). Yağ bitkilerinde yağ asitleri kompozisyonu üzerine etki eden faktörler. *Ondokuz Mayıs Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, **1**: 12-131.
- Kayahan, M. (1975). Yağlarda meydana gelen oksidatif bozulmalar ve önleme çareleri. *Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları*, 601. Derleme 14-18s.
- Kayahan, M. (2004). Yağ Kimyası. ODTÜ Geliştirme Vakfı Yayıncılık, Ankara.

- Kırtok, Y. (1998). Mısır Üretimi ve Kullanımı. Akoluk Yayınları, İstanbul.
- Kuleşan, Ş. (2004). Ham yağların Nötralizasyonunda Destek Maddesi Kullanımı Üzerine Araştırma. Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Khodier, S.A. (2002). Refractive index of standard oils as a function of wavelength and temperature. *National Institute for Standards (NIS), Optical Metrology Department* Giza, Egypt.
- Köksal, F. ve Köseoğlu, R. (2014). Nanobilim ve Nanoteknoloji, Nobel Akademik Yayıncılık Eğitim Danışmanlık Tic. Ltd. Şti. 1. Basım, Ankara.
- Lazardio, A. (2004). Composition, thermal and rheological behaviour of selected Grek honeys. *Journal of Food Engineering*, **64**: 9-21.
- Lechner, M., Reiter, B., Lorbeer, E., (1999). Determination of tocopherols and sterols in vegetable oils by solid phase extraction and subsequent capillary gas chromatographic analysis. *J. Chrom. A.*, **857**: 231-238.
- List, G.R., Friedrich, J.P and Christianson D.D. (1984). Properties and processing of corn oils obtained by extraction with supercritical carbon dioxide. *Northen Regional Research Center, Agricultural Research Service, U.S Department of Agriculture, Peoria,*
- Lyons, K, (2010). Nanotechnology: Transforming food and the environment. *Food First Backgrounder*, **16(1)**: 1-4.
- Mehlenbacher V.C., Walker, R.O., Walker R. and Link, W.E. (1985). Lovibond Method. official methods and recommended practices of the American Oil Chemists Society.
- Moreau, R. A. (2006). Bailey industrial oil and fat products, Edible Oil Processing, *Corn Oil*, **2**: 149-170.
- Moreau, R.A., Hicks, B.K., Johnston, D.B. and Laun, N.P. (2010). The composition of crude corn oil recovered after fermentation via centrifugation from a commercial dry grind ethanol process. *Department of Agriculture, Eastern Regional Research Center Agricultural Research Service*, **87**: 895-902.
- Nas, S. (2001). Bitkisel Yağ Teknolojisi. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Denizli-2001, 298s.

- Nas, S., Gökalp H.Y. ve Ünsal, M. (2001). Bitkisel Yağ Teknolojisi. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Ders Kitapları Yayın No:5, 329s, Denizli.
- Ostic, M.B., Turkulov, J. and Karlovic, D. (1980). Quality of sunflower oil bleached during deodorization. *Journal of American Oil Chemists Society*, **57**: 323-325.
- Özcan M. (1993). Susam, Susam Yağı ve Tahinde Fiziksel, Kimyasal Analizler ve Yağ Asitleri Bileşiminin Belirlenmesi.Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Özcan, S. (2009). Modern dünyanın vazgeçilmez bitkisi mısır: genetiği değiştirilmiş mısırın tarımsal üretime katkısı. *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*, (2): 01-34.
- Özdoğan, E., Demir, A.ve Seventekin, N. (2006). Nanoteknoloji ve tekstil uygulamaları. *Tekstil ve Konfeksiyon*, Ege Üniversitesi, İzmir. **16(3)**:159-163.
- Öz, A. ve Kapar, H. (2007). Mısırın yağ içeriği ve yağ sanayi açısından önemi. 1.Ulusal Yağlı Tohumlu Bitkiler ve Biyodizel Sempozyumu 28-31 Mayıs 2007, Samsun, 388- 391.
- Özkaya, H. (1988). Analitik gıda kontrolü. *Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları*, No: 1068, Ankara.
- Pajic, Z. (2007). Breeding of maize types with specific traits at the maize research institute, zemun polje. *Genetika*, **39**: 169-180.
- Pekin, G., Sukan, V.B. and Kosaric, N. (2005). Production of sophorolipids from candida bombicola ATCC 22214 using Turkish corn oil and honey. *English Life Science*, **5**: 357- 362.
- Peredi, J. and Balogh, A. (1971). Effect of method of oil refining on autoxidation of sunflower oil. *Olah Szappan Kozmetika*, **20(3)**: 65-71.
- Prevot. A., Gente, J.M.and Morin, O. (1977). Progres in atomic absorbtion spectrometry of fats. *Revue Française des Corps Gras*, **24**: 409-418.
- Pestana, V. R., Zambiasi, R.C., Mendonça, C.R.B., Bruscatto, M.H.L., Garcia, M. J. And Ramos ,G. (2008). Quality changes and tocopherols and  $\gamma$ -orizanol concentrationsin rice bran oil during the refining process. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **85**: 1013–1019.
- Rosemar, A., Walter, E. and Meirelles, A.J.A. (1998). Pretreatment of Corn Oil for physical Refining. *Faculdade de Engenharia de Alimentos*, Rio de Janeiro, Brazil.

- Rebolleda, S., Rubio, N., Beltran, S., Sanz, M.T. and Gonzalez, L.M.S. (2012). Supercritical fluid extraction of corn germ oil: Study of the influence of process parameters on the extraction yield and oil quality. Department of Biotechnology and Food Science, University of Burgos, Burgos, Spain.
- Sarıkaya İ. (2010). Ayçiçek Mısır ve kanolu Yağlarının kızartma dayanıklılıklarının karşılaştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne.
- Sekhon, B.S. (2010) . Food nanotechnology overview, *Nanotec. Sci Appl*, **3**: 1-15.
- Seydim, A.C. ve Ertekin, B. (2006). Farklı Ambalaj Kullanımının Fındık Yağının Depolama Stabilitesi Üzerine Etkisi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, **3**: 341-345.
- Siew, W.L. (1990). Palm oil sterols, in palm oil developments, *Malaysian Palm Oil Board, Kuala Lumpur*, 18-19.
- Skujins, J. (1998). Handbook for ICP-AES (Varian-Vista). A short Guide to Vista Series ICP-AES Operation. Switzerland.
- Şencar, Ö., Gökmen, S., Sakin, M.A. ve Ocakdan, M. (1999). Şeker Mısırında (*Zea mays- accharata Sturt.*) Koltuk Almanın Verim ve Bazı Özelliklere Etkisi. Türkiye III. Tarla Bitkileri Kongresi, Cilt I, Genel ve Tahıllar, Çukurova Üniversitesi, Adana, 456-461.
- Taşan, M. (1999). Farklı rafinasyon yöntemlerinin (kimyasal ve fiziksel) ayçiçek yağı bileşimine ve oksidatif stabilitesi üzerine etkileri. Doktora Tezi, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne.
- Taşan, M., Geçgel, Ü. ve Demirci, M. (2011). Effects of storage and industrial oilseed extraction methods on the some quality and stability characteristics of crude sunflower oil (*Helianthus annuus L.*), *Grasas Aceites*, **4**: 389-398.
- Temür O. (2006). Bitkisel Yağlardan Bazı Metallerin Uzaklaştırılmasının Voltametrik Metotlarla İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Trabelsi. M., Essid, K. and Frikha, M.H. (2006). Effect of neutralization with lime on the quality of acid olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, **83**: 879-884.



- Tokuşođlu, Ö. (2008). Conjugated linoleic acid Cis 9, trans11 and trans 10, cis12 isomer detection in crude and refined corn oils by capillary GC. Celal Bayar Üniversitesi Üniversitesi, Akhisar M.Y.O., Manisa.
- Türetkan, G. (2012). Ham Mısır Yağından Enzimatik Yöntemle Fosfolipitlerin Giderilmesi Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Verleyen, T., Sosinska, U., Ioannidoua, S., Verhea, R., Dewettinck, K., Huyghebaert, A. and Greyt, D.E. (2002). Influence of the vegetable oil refining process on free and Greyt, D.E. (2002). Influence of the vegetable oil refining process on free and esterified sterols. *Departments of Organic Chemistry and Food Technology and Nutrition University of Ghent, Belgium.*
- Yayar, R. ve Bal, H.S.G. (2007). Forecasting of corn oil price in Turkey. *Journal of Applied Science Research*, **3**: 706-712.
- Yazıcıođlu, T. ve Karaali, A. (1983). Türk bitkisel yağlarının yağ asitleri bileşimleri. *TÜBİTAK MAM Beslenme ve Gıda Tek. Bölümü Yayın No: 70, Gebze, 105s.*
- Yemişciođlu, F., Özdikicierler, O. Gümüşkesen, A.S. ve Sönmez A.E. (2013). Bitkisel yağ rafinasyon artıklarının değerlendirilmesi. *Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü*, **38(6)**: 367-374.
- Yüksel E. (2010). Çeşitli Rafine Bitkisel Yağlarda ve Kahvaltılık Margarinlerde Bazı Element Element İçeriklerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Tekirdağ.
- Yıldırım, A.N. (2006). Genetiđi Deđiştirilmiş Ürünlerin Mevcut Yapısı ve Adana'daki Tüketicilerin bilgi düzeyleri. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Zai, S.W. and Gao, J. (2001). Nutritional value and developing prospect of high-oil corn. cereal *Feed Ind.* **6**: 41- 42.
- Zawadzki, A., Shrestha, D.S. and He, B. (2007). Biodiesel blend level detection using ultraviolet absorption spectra. *American Society of Agricultural and Biological Engineers*, **50**:1349-1353.
- Wang, T. and Johnson L.A. (2001). Refining high-free fatty acid wheat germ oil. *Department of Food Science and Human Nutrition, and Center for Crops Utilization Research, Iowa State University, USA.* **78**: 71-76.

- Wilding, M.D., Rice, E.E. and Mattil, K.F. (1963). The effect of processing conditions upon the nutritional quality of vegetable oils, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **140**: 55-56.
- White, J. S. (2005). Corn's role in keeping us healthy, in corn part of our daily lives. *Corn Refiners Association Annual Report*, 18, Ed. Mcnamara.
- Wolff, R.L. (1993). Heat induced geometrical isomerization of a-linolenic acid: effect of temperature and heating time on the appearance of individual isomers. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **70**: 425-430.

### **İnternet Kaynakları**

- 1) <http://arastirma.tarim.gov.tr/trtaeSayfalarDetay.aspx?SayfaId=89>, 22.10.2017
- 2) <http://www.nanoturkiye.net/2009/02/25/gidalar-ve-nanoteknoloji>, 05.06.2018
- 3) <https://www.foodelphi.com/tag/sabunlasma-sayisi-tayini/>, 12.07.2018
- 4) <https://www.foodelphi.com/tag/sabunlasmayan-madde-tayini/>, 06.12.2017
- 5) <https://www.foodnavigator.com>, accessed, 02.18.2018

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Musa HAŞLAK  
Doğum Yeri ve Tarihi : Bayburt, 01/10/1991  
Yabancı Dili : İngilizce  
İletişim : [mshhaslak@hotmail.com](mailto:mshhaslak@hotmail.com)  
Telefon : 0542-540-95-84

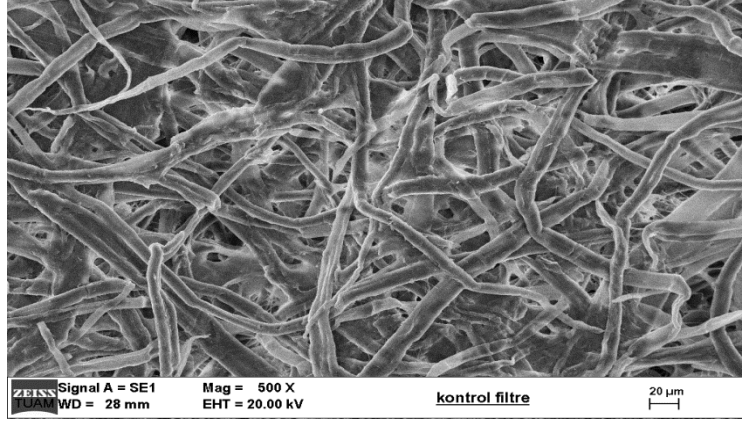
### Eğitim Durumu (Kurumu ve Yıl)

Lise : Orhangazi Lisesi (2005-2009)  
Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik  
Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü (2011-2015)  
Yüksek Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri  
Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı (2016-  
2018)

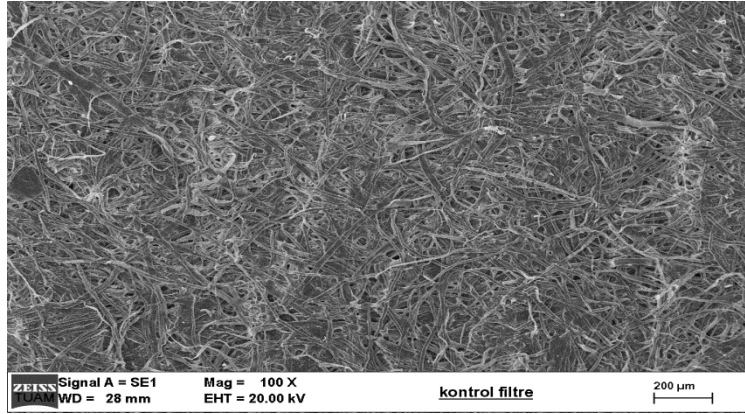
## EKLER

### EK-1 Mısır Yağı Örneklerinin Etanol ile Muamele Edildikten Sonra SEM Analizi

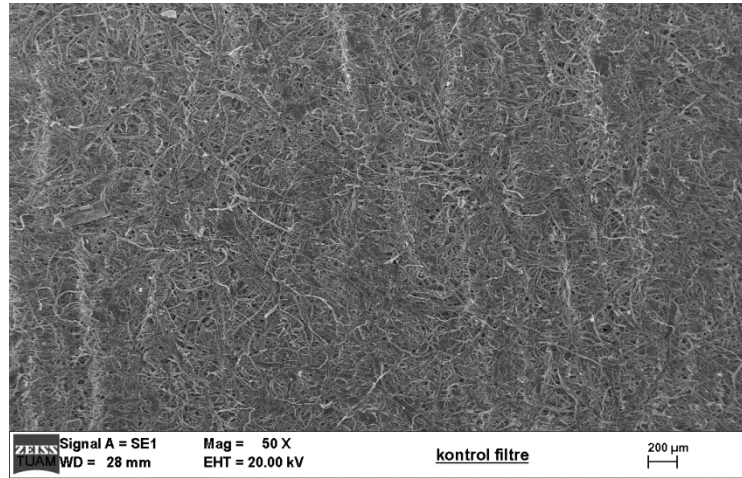
#### Kontrol Filtre SEM Topografik Görünümleri



Kontrol filtre 500 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

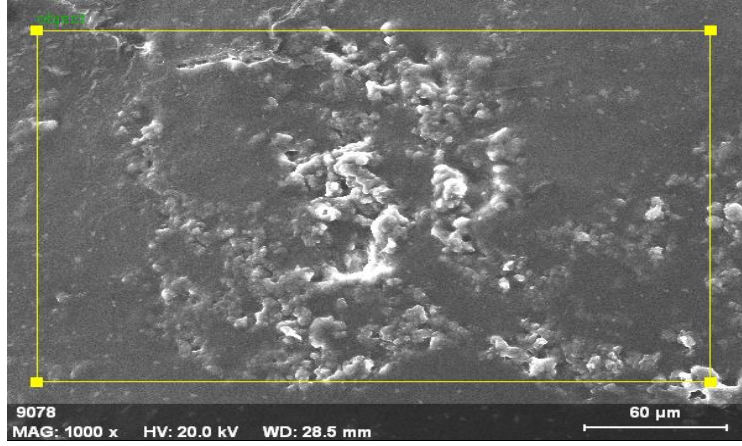


Kontrol filtre 100 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

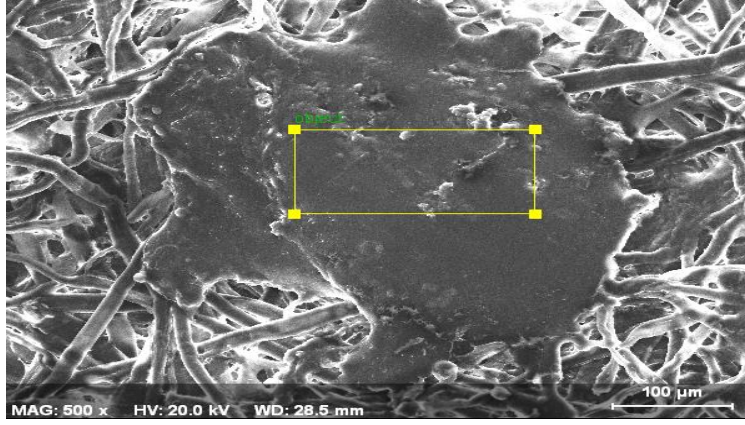


Kontrol filtre 50 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

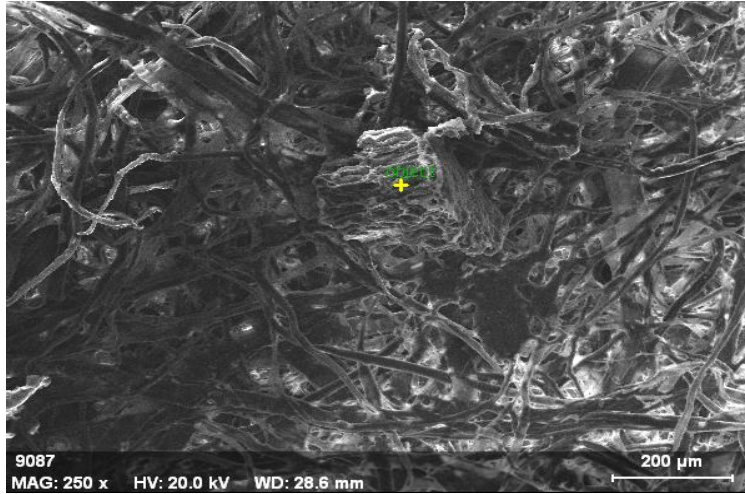
## EK-2 Ham Yağ SEM Topografik Görünümleri



Ham yağ 1000 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

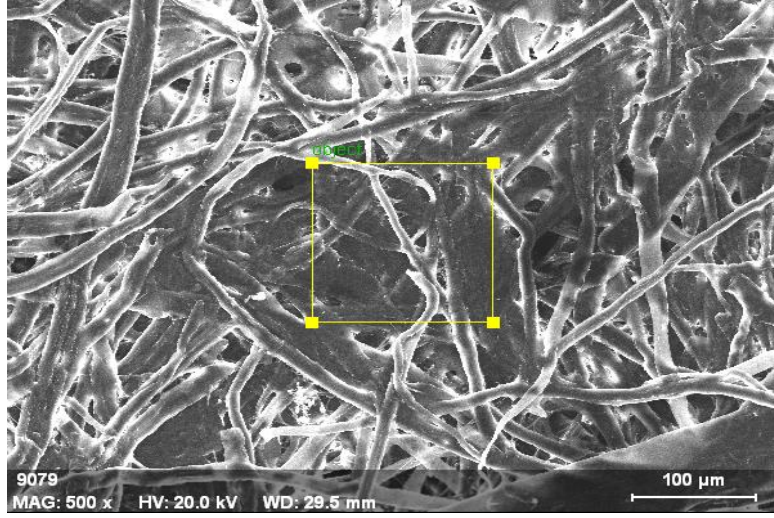


Ham Yağ 500 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

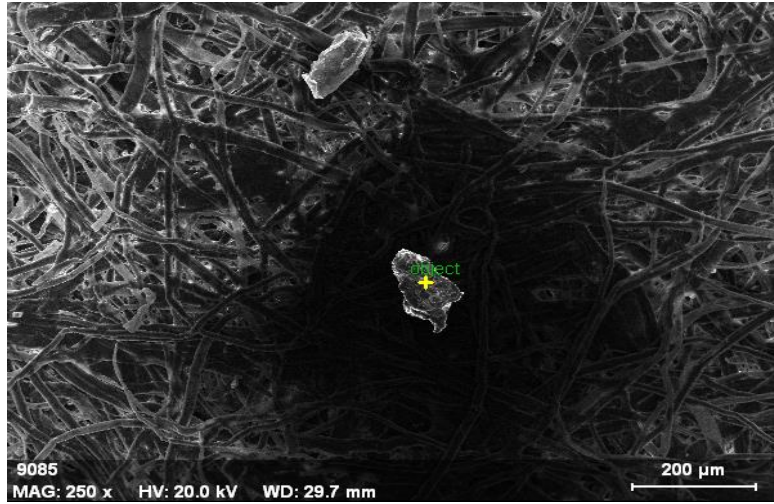


Ham yağ 250 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

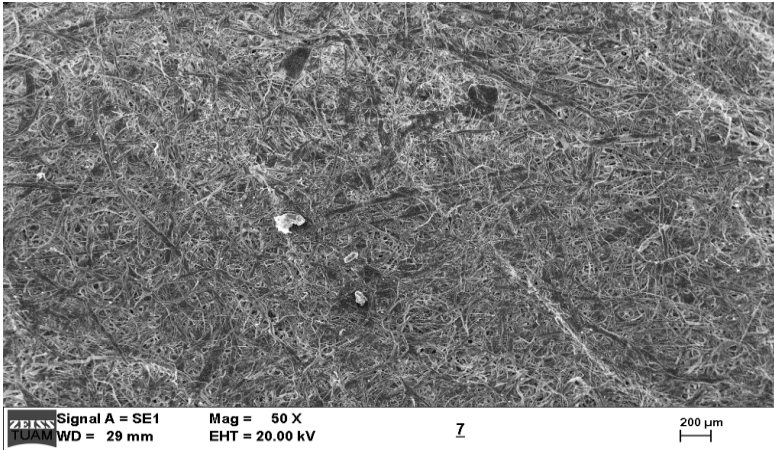
### EK-3 Nötralize Yağ SEM Topografik Görünümleri



Nötralize yağ 500 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

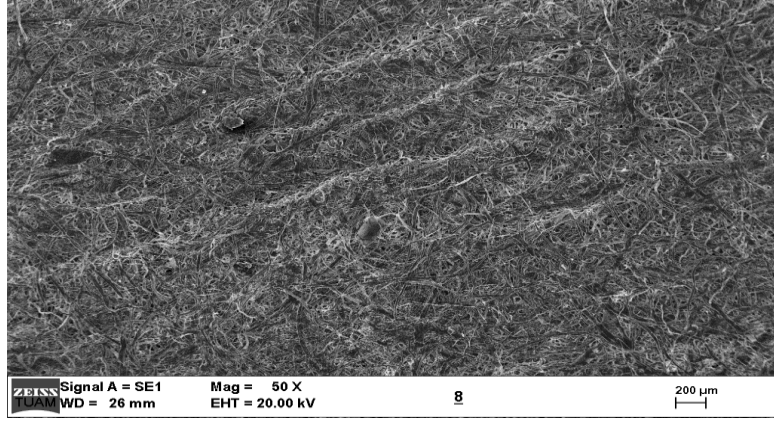


Nötralize yağ 250 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

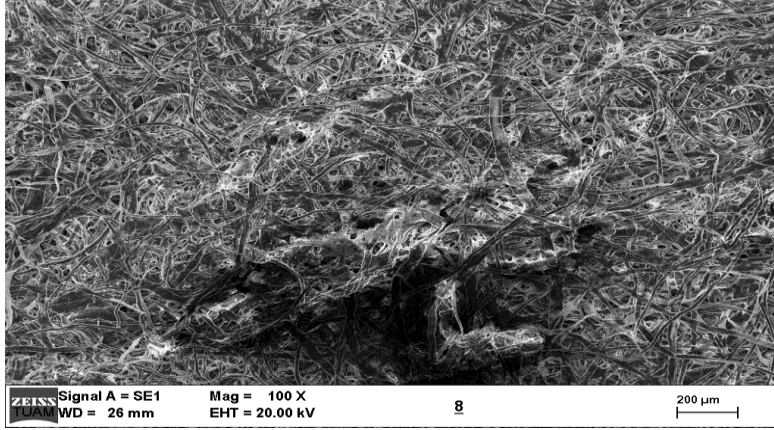


Nötralize yağ 50 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

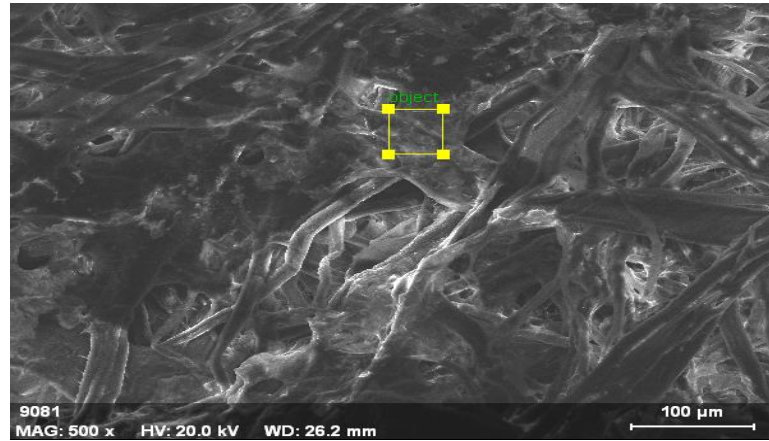
## EK-4 Ağartma Yağ SEM Topografik Görünümleri



Ağartma yağ 50 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

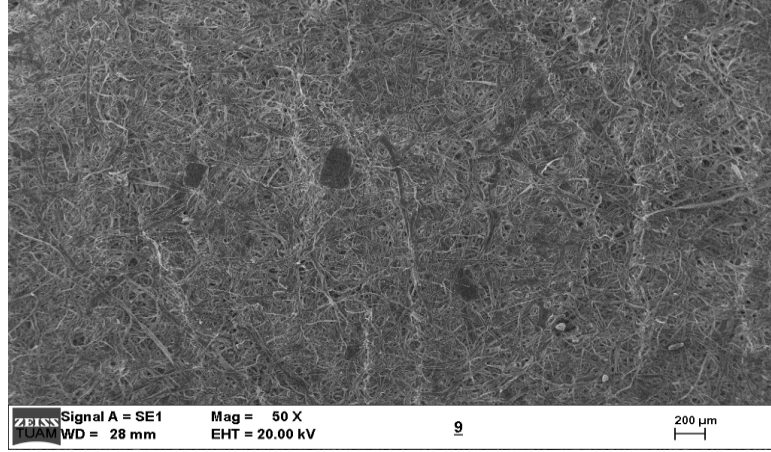


Ağartma yağ 100 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

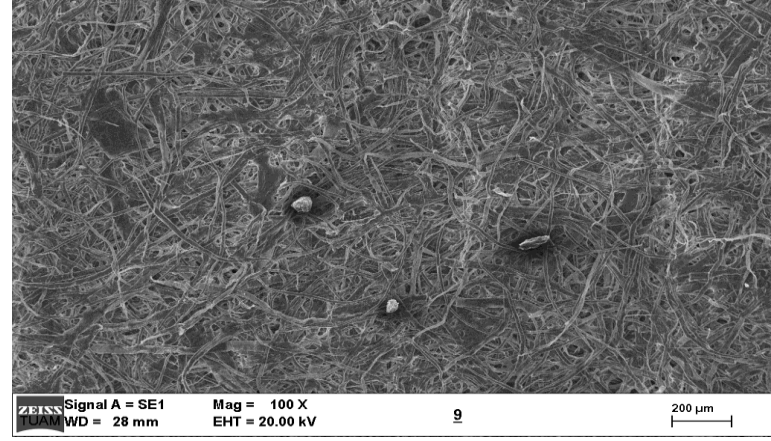


Ağartma yağ 500 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.

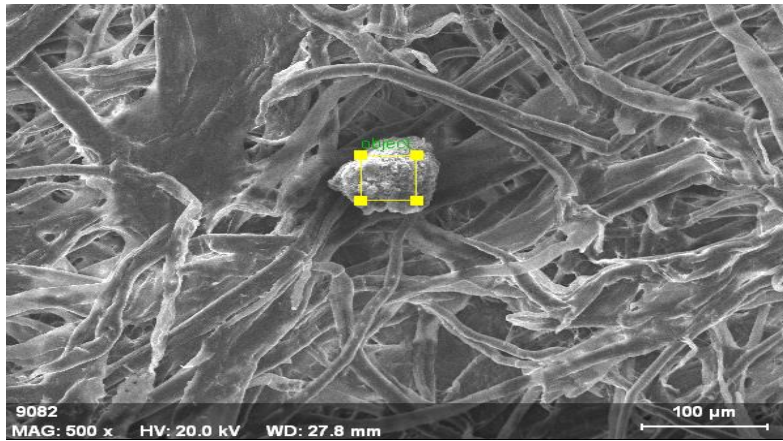
## EK-5 Vinterize Yağ SEM Topografik Görünümleri



Vinterize yağ 50 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.



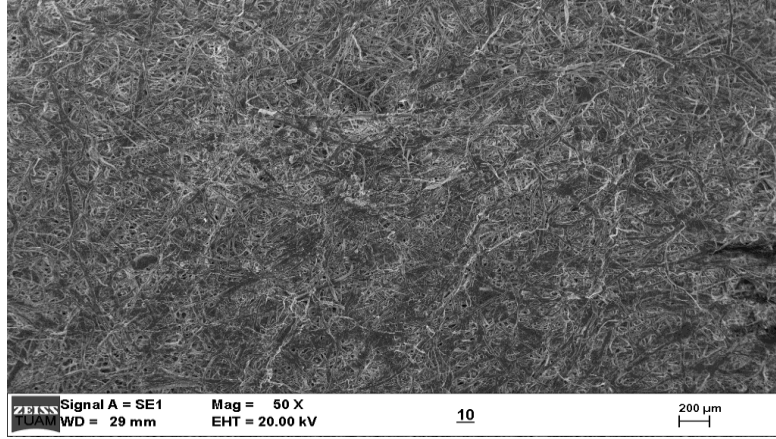
Vinterize yağ 100 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.



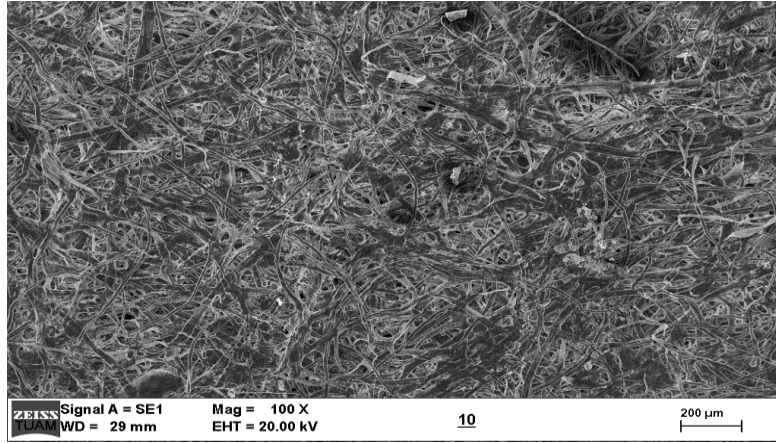
Vinterize yağ 500 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.



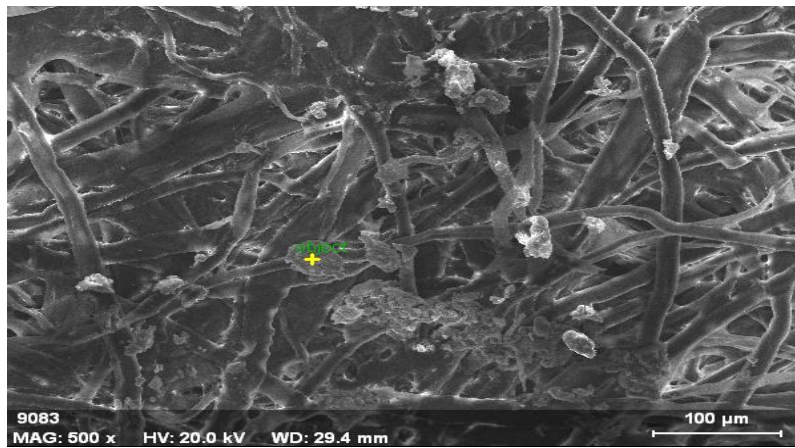
## EK-6 Deodorize Yağ SEM Topografik Görünümleri



Deodorize yağ 50 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.



Deodorize yağ 100 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.



Deodorize yağ 500 kez büyütülmüş SEM topografik görünüm.