

Yaban Mersini (*Vaccinium corymbosum* L.) Suyu Konsantresinin Püskürtmeli Kurutucuda Kurutulması: Tepki Yüzey Yöntemiyle Optimizasyon

Kübra Atacan , Derya Koçak Yanık 

Gaziantep Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Gaziantep

Geliş Tarihi (Received): 03.03.2017, Kabul Tarihi (Accepted): 07.06.2017

✉ *Yazışmalardan Sorumlu Yazar (Corresponding author): dkocak@gantep.edu.tr (D. Koçak Yanık)*

☎ 0 342 317 23 96 📠 0 342 360 11 05

ÖZ

Bu çalışmada, fenolik madde içeriği ve antioksidan aktivitesi yüksek olan yaban mersininden elde edilen meyve suyu konsantresinden püskürtmeli kurutucu ile meyve tozu üretim koşullarının tepki yüzey yöntemiyle optimize edilmesi amaçlanmıştır. Çalışmada kurutma ajanı olarak maltodekstrin (DE8) kullanılmıştır. Hava giriş sıcaklığı (110-150°C) ve maltodekstrin oranı (%20-80) bağımsız değişkenler; fenolik madde geri kazanımı ve kurutma verimi ise bağımlı değişkenler olarak seçilmiştir. Verimin ve fenolik madde geri kazanımının maksimum olduğu optimum kurutma şartları hava giriş sıcaklığı için 130°C, maltodekstrin oranı için ise %71 olarak belirlenmiştir. Bu optimum koşulda hava çıkış sıcaklığı 76°C olarak kaydedilmiştir. Optimum koşullarda elde edilen toz yaban mersini (%3.51 nem) için verim ve fenolik madde geri kazanımı sırasıyla %75.8 ve %86.1 olarak belirlenmiştir. Elde edilen toz üründe çözünürlük, yoğunluk, higroskopisite, gözeneklilik, yapışkanlık, akabilirlik, camsı geçiş sıcaklığı, toplam fenolik madde miktarı, toplam antosiyanin miktarı, antioksidan kapasite ve renk, kalite parametreleri olarak incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yaban mersini, Püskürtmeli kurutma, Fenolik madde, Tepki yüzey yöntemi

Drying Blueberry (*Vaccinium corymbosum* L.) Juice Concentrate by Spray Dryer: Optimization by Response Surface Methodology

ABSTRACT

In this study, fruit powder was produced by a spray dryer from fruit juice concentrate of blueberry which is high in phenolics and antioxidant activity. Maltodextrin (DE8) was used as a drying agent. The effects of drying parameters and optimum drying conditions were determined by using response surface methodology (RSM). While the inlet air temperature (110-150°C) and the amount of maltodextrin (20-80%) were independent variables, the phenolic recovery and drying yield were dependent variables. At optimum drying conditions, inlet air temperature and amount of maltodextrin were 130°C and 71%, respectively. Outlet air temperature at an optimum condition was 76°C. The total yield and phenolic recovery obtained at optimum conditions for fruit powder (3.51% moisture) were 75.8% and 86.1%, respectively. The solubility, density, hygroscopicity, porosity, cohesiveness, flowability, glass transition temperature, total phenolic content, total anthocyanin content, antioxidant capacity, and color were used as quality parameters.

Keywords: Blueberry, Spray drying, Phenolics, Response surface methodology

GİRİŞ

Türkiye, üzümü meyve yetiştiriciliğinde önde gelen ülkelerden birisidir. Özellikle Karadeniz Bölgesi'nde, yabancı üzümü meyvelerin uzun yıllardır tüketildiği bilinmekte ancak son yıllarda yapılan ıslah çalışmalarıyla üzümü meyve yetiştiriciliği daha geniş bir alana yayılmıştır [1]. Yabancı mersinini de içeren üzümü meyveler ticari olarak da yetiştirilen, taze veya işlenmiş formda tüketilen meyvelerdir. Literatürde üzümü meyve tüketiminin insan sağlığına olumlu katkılarının olduğunu gösteren çalışmalar mevcuttur [2]. Yabancı mersinini fenolik bileşenlerce, özellikle antosiyaninlerce zengindir [3] ve birçok diğer meyve ve sebze göre antioksidan kapasitesi oldukça yüksektir. Fakat onları değerli kılan fenolik bileşenleri genellikle; ısı, ışık, nem, yüksek sıcaklık ve oksijen gibi olumsuz çevresel faktörlere karşı hassas bileşenlerdir. Dolayısıyla işlenmeleri ve saklanmaları esnasında bu bileşenlerin kaybı muhtemeldir. Bu tür hassas ürünlerin daha uzun süre saklanabilmesini, kolay depolanabilmesini ve kolay transferini sağlayacak çeşitli teknikler olup, mikroenkapsülasyon tekniği ile toz ürüne dönüştürülmesi bunlardan birisidir [4]. Gıda sanayisinde kullanılan çoğu bileşenin toz formunda olması sebebiyle, toz teknolojisi gıda sanayi açısından ayrıca önem arz etmektedir. Gıdaların toz formda üretilmelerinin başlıca sebepleri ise su içeriğini düşürerek raf ömrünü arttırmak, taşıma maliyetini düşürmek ve kullanım kolaylığı sağlamaktır [5].

Mikroenkapsülasyon tekniği toz ürün üretmek amacıyla gıda endüstrisinde yaygın kullanılan bir tekniktir [6]. Çeşitli mikroenkapsülasyon teknikleri hali hazırda geliştirilmiş olmakla beraber sürekli sistem çalışabilmesi, düşük işletme maliyeti, kaliteli toz ürün eldesi ve gerekli olan makine ve teçhizatın kolay bulunabilir olması gibi sağlamış olduğu avantajların yanı sıra kurutmanın oldukça hızlı ve merkez sıcaklığının da genellikle 100°C'yi geçmiyor oluşu nedeniyle püskürtmeli kurutma tekniği ısıya duyarlı gıda bileşenlerinin kurutulması ve enkapsülasyonunda en yaygın kullanılan metottur [4,7]. Bu teknikte genellikle sıvı ya da bulamaç formundaki ürün, uygun bir kurutucu ajan (maltodekstrin, glikoz, soya fasulyesi proteini, sodyum klorür, nişasta, modifiye nişasta, gamlar, pektin veya yağsız süt tozu) eklendikten sonra bir çembere atomize edilir. Bu esnada sıcak hava ile karşılaşan damlacıklardan nem uzaklaştırılır ve toz ürün elde edilir. Elde edilen ürünün kalitesi ve verimi, havanın giriş ve çıkış sıcaklığı, besleme akış hızı, püskürtme hızı ve basıncı, besleme yoğunluğu ve kaplama materyalinin oranı gibi çalışma koşullarına bağlıdır [8-10].

Püskürtmeli kurutucu ile fenolik maddelerce zengin birçok maddenin başarılı bir şekilde enkapsüle edilebildiğini gösteren çalışmalar bulunmaktadır. Kara ahududu suyu [8], defne meyvesi suyu [11] üzüm çekirdeği, elma ve zeytin yaprağı ekstraktları [12], acı kavun ekstraktı [13], karadut suyu [14], kuş üzümü ekstraktı [15] ve kara havu ekstraktı [16] bunlardan bazılarıdır. Yapılan literatür incelemesi sonucunda, yabancı mersininden de benzer şekilde mikroenkapsüle edilmiş toz ürünler üretildiğini gösteren çalışmalara

rastlanmıştır [17-22]. Ancak, yapılan araştırmalarda yabancı mersinini meyve suyu konsantresi kullanılarak elde edilen toz ürünün fenolik madde içeriği ve verimi üzerine kurutma parametrelerinin etkilerinin incelendiği bir çalışmaya rastlanmamıştır.

Bu çalışmada, yabancı mersininin gıda endüstrisinde daha yaygın kullanımını sağlamak amacıyla yabancı mersinini suyu konsantresinden kurutucu ajan olarak maltodekstrin kullanılarak püskürtmeli kurutucu ile meyve tozu üretilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla kurutma parametrelerinin (hava giriş sıcaklığı ve maltodekstrin miktarı) tepki yüzey yöntemi (TYT) ile irdelenmesiyle en iyi verimin ve fenolik geri kazanımının olduğu optimum kurutma koşullarının belirlenmesi ve elde edilen toz ürünün kalite özelliklerinin (çözünürlük, yoğunluk, higroskopisite, gözeneklilik, yapışkanlık, akabilirlik, toplam fenolik madde miktarı, toplam antosiyanin miktarı, antioksidan kapasite ve renk) belirlenmesi amaçlanmıştır.

MATERYAL ve METOT

MATERYAL

Bu çalışmada kullanılan organik yabancı mersinini (*Vaccinium corymbosum* L.) meyveleri Ekin Doğal Ürünler A. Ş. firmasından (Trabzon, Türkiye) satın alınmıştır. Kurutma ajanı olarak seçilen maltodekstrin (8DE), C☆PharmDry™, Cargill Türkiye, İstanbul, Türkiye tarafından hibe edilmiştir. Folin-Ciocalteu, etanol, sitrik asit (analitik saflıkta), Sodyum asetat 3 hidrat ($C_2H_3NaO_2 \cdot 3H_2O$), sodyum karbonat (Na_2CO_3), 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH), potasyum klorür (KCl), gallik asit, Demir (3) klorür heksahidrat ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), konsantre hidroklorik asit (HCl) ve (\pm)-6-hidroksi-2,5,7,8-tetra-metilroman-2-karboksilik asit (Trolox) Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, ABD)'den satın alınmıştır. 2,4,6-tripirydyls-triazine (TPTZ) Fluka'dan satın alınmıştır. Diğer kullanılan bütün reaktifler ve çözümler analitik sınıftır.

METOT

Meyve Suyu Konsantresinin Hazırlanması

Yabancı mersinini meyve suyu taze yabancı mersinini meyvelerinin öncelikle 5 sn. süresince blenderde (Waring Commercial Blender, 8011ES, ABD) düşük devirde parçalanması ve ardından 150 g partiler halinde tülbenkten yapılmış keselere konularak presli filtre (Ceselsan, YP 0420, Giresun, Türkiye) ile sıkılmasıyla elde edilmiştir. Meyve suyuna antosiyaninlerin stabilizasyonunu sağlamak amacıyla sitrik asit (%0.5) eklendikten sonra 685 mmHg vakum altında dönel evaporatör (Heidolph, Hei-VAP Advantage, Heidolph Instruments GmbH & Co. KG, Almanya) kullanılarak (45°C ve 60 rpm) suyun uzaklaştırılmasıyla meyve suyu konsantresi (28°Brix) elde edilmiştir. Hazırlanan konsantreler ağzı kapaklı 50 mililitrelik numune kaplarında -20°C dondurucularda kurutma işlemi gerçekleştirilinceye kadar muhafaza edilmiştir.

Besleme Karışımlarının Hazırlanması ve Püskürtmeli Kurutma İşlemi

Deney tasarımının (Tablo 1) gerektirdiği her bir nokta için karışımın son konsantrasyonu 20°Brix olacak şekilde hazırlanan maltodekstrin ve meyve suyu konsantresi homojenizer (Ultra-Turrax, IKA T18 digital, Almanya) kullanılarak homojen karışım elde edilinceye kadar 3 dakika süre ile karıştırılmıştır. Her bir deney için 100 gram besleme karışımı hazırlanmıştır. Püskürtmeli kurutma işlemi için Büchi B-290 (Büchi Labortechnik AG, İsviçre) marka püskürtmeli mini kurutucu kullanılmıştır. Araştırmada kullanılan püskürtmeli kurutucunun çalışma koşulları aspiratör hızı için %100 (35 m³/s), atomize hava püskürtme hızı için 40 mm (473 L/s) ve dakikada 3 mL besleme yapabilmek için pompa hızı %10 olarak ayarlanmıştır. Bu çalışma koşulları yapılan ön denemelerle belirlenmiştir. Hazırlanan besleme karışımları deney tasarımının ön gördüğü farklı hava giriş sıcaklarında kurutularak mikrokapsüle edilmiş toz örnekler ürün toplama haznesinden toplanmıştır. Sistem dengeye geldikten sonra kaydedilen hava çıkış sıcaklığı çalışılan kurutma koşullarına bağlı olarak 74°C ile 90°C arasında değişmiştir. Elde edilen toz ürünler nem almasını önlemek amacıyla derhal ağız kapaklı numune kaplarına alınmış ve sonrasında yapılacak analizler için 4°C'de saklanmıştır. Kurutma

parametrelerinin etkisinin belirlenmesi amacıyla her bir deney için kurutma verimi ve toplam fenolik madde içeriği belirlenmiştir. RSM kullanılarak yapılan optimizasyon sonucu elde edilen optimum koşullarda daha fazla üretim yapılarak elde edilen toz ürünün bazı kalite parametreleri incelenmiştir.

Tepki Yüzey Yöntemi ve Deney Tasarımı

Yaban mersini suyu konsantrasyonundan toz ürün üretilmesi üzerine püskürtmeli kurutma parametrelerinin etkisini anlamak için tepki yüzey yöntemi Stat-Ease Design Expert 7.0.0 (Stat-Ease Inc., Minneapolis, MN, ABD) paket programı kullanılarak beş seviyeli, iki faktörlü merkezli birleşik döndürülebilir merkezli deney tasarımı oluşturulmuştur. Oluşturulan deneysel tasarım 8 adet eksensel ve 5 adet merkezi olmak üzere 13 deney noktasını içermektedir. Hata oranını azaltmak amacıyla merkezi noktada 5 kez tekrarlı deney yapılmıştır. Bütün deneyler yazılımın öngördüğü şekilde rasgele bir sırayla gerçekleştirilmiştir. Bağımsız değişken olarak hava giriş sıcaklığı (110-150°C) ve maltodekstrin oranı (20-80 g maltodekstrin / 100 g kuru madde) seçilmiştir. Bu seçilen alt ve üst limitler yapılan ön denemeler neticesinde belirlenmiştir. Deney tasarımı ve çalışmalar sonrası elde edilen sonuçlar Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Püskürtmeli kurutma için oluşturulan beş seviyeli, iki faktörlü merkezli birleşik, döndürülebilir merkezli deney tasarımı ve deney sonuçları

No	Faktörler		Tepkiler	
	Sıcaklık (°C)	M.D ¹ (%)	Verim ² %	TFM ³ Geri Kazanım (%)
1	116	29	17.15	17
2	144	29	11.57	11
3	116	71	76.85	89
4	144	71	79.76	89
5	110	50	70.12	76
6	150	50	67.28	66
7	130	20	8.45	8
8	130	80	77.81	86
9	130	50	61.59	62
10	130	50	53.81	55
11	130	50	49.22	52
12	130	50	70.68	77
13	130	50	68.74	72

¹Maltodekstrin; ²Verim: elde edilen toplam kuru madde miktarının beslenen toplam kuru madde miktarına oranının yüzdesi; ³Toplam Fenolik Madde

İstatistiksel Analiz

Deneylerden elde edilen sonuçlara, Stat-Ease Design Expert 7.0.0 (Stat-Ease Inc., Minneapolis, MN, ABD) programı kullanılarak varyans analizi (ANOVA), regresyon analizi, modelleme ve optimizasyon uygulanmış ve tepki-yüzey 3D grafikleri çizimi yapılmıştır. Güven aralığı model için %99 ve bütün diğer testler için %95 olarak seçilmiştir. Modelin uygunluğu, R² model katsayısı ve ANOVA sonuçları ile değerlendirilmiştir.

Suda Çözünür Kuru Madde ve Nem Tayini

Tüm örneklerde suda çözünür kuru madde miktarı Abbe refraktometre (Atago NAR-1T LIQUID, Atago Co., Ltd., Japonya) kullanılarak oda sıcaklığında (25°C) belirlenmiştir.

Kurutma sonrası elde edilen toz örneklerin nem içeriği 3 gram toz ürünün 70°C vakumlu etüvde (Binder VD 23 - Vacuum drying oven, Tuttlingen, Almanya) 24 saat kurutulması sonrası ağırlık farkından hesaplanmıştır. Deneyler 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

Kurutma Verimi ve Toplam Fenolik Madde Geri Kazanımı

Kurutma verimi; elde edilen toplam kuru madde miktarının, beslenen toplam kuru madde miktarına

$$\text{TFM geri kazanım (\%)} = \frac{\text{Kurutulan toz ürünündeki TFM} \left(\frac{\text{mg}}{100\text{g}} \right)}{\text{Besleme solüsyonundaki TFM} \left(\frac{\text{mg}}{100\text{g}} \right)} \times 100 \quad (1)$$

Fenolik Bileşenlerin Ekstraksiyonu

Toz ve konsantre örneklerden birer gram numune alınarak 25 mL etanol:su (60:40; v/v) karışımı eklenmiş ve 25°C'de 40 dakika karıştırıcıda (New Brunswick Scientific, Innova 40, ABD) tutulmuştur, ardından 3461 g'de 10 dakika oda sıcaklığında (25°C) santrifüjlenerek (Hettich-EBA 20, Tuttlingen, Almanya) fenolik maddeler ekstrakt edilmiştir. Elde edilen ekstraktlar fenolik madde tayini, antosiyanin madde miktarı ve antioksidan kapasite belirleme analizlerinde kullanılmıştır.

Toplam Fenolik Madde Tayini

Yaban mersini suyu konsantrasyonunun ve elde edilen toz ürünlerin toplam fenolik madde içeriği Singleton ve ark., [23]'nün önerdiği yöntemle belirlenmiştir. 450 µL fenolik ekstrakta (50 kat seyreltilmiş) 2.25 mL distile suyla 1:9 (v/v) seyreltilen Folin-Ciocalteu belirteci ve 1.8 mL Na₂CO₃ solüsyonu (75 g/L) eklenerek reaksiyona tabi tutulmuştur. 2 saat oda sıcaklığında karanlık odada bekletildikten sonra reaksiyon esnasında oluşan rengin absorbansı 760 nm dalga boyunda spektrofotometre

$$\text{Toplam antosiyanin} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = A * MW * DF * \frac{1000}{\epsilon * l} \quad (2)$$

Denklemden (2), MW, siyanidin-3-glikozitin molekül ağırlığı; DF, seyreltme faktörü; l, yol uzunluğu (cm), ε: 29,600 cyn-3-glu için molar ekstinksiyon katsayısını, 1000, g'dan mg'a dönüşümü; A=(A₅₁₅-A₇₀₀)_{pH1.0} - (A₅₁₅-A₇₀₀)_{pH4.5} temsil etmektedir. Deneyler 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

Antioksidan Kapasitesi

DPPH Radikalini Süpürme Etkisi

Toplam antioksidan aktivite DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) serbest radikalini süpürme aktivitesinden Brand-Williams ve ark., [25]'nin önerdiği yöntemle

$$\%DPPH \cdot \text{temizleme aktivitesi} = \left[1 - \left(\frac{A_{\text{örnek}_t}}{A_{\text{kör}_t=0}} \right) \right] * 100 \quad (3)$$

Denklemden (3) de A_{örnek}, ekstrakt ve DPPH karışımının absorbansını, A_{kör}, metanol ve DPPH karışımının absorbansını temsil etmektedir.

Demir İndirgeme Gücü (FRAP)

Örneklerin demir indirgeme gücü Benzie ve Strain, [26] önerdiği şekilde belirlenmiştir. FRAP reaktifi, sodyum asetat tampon çözeltisi, 10 mM TPTZ çözeltisi, 20 mM

oranının yüzdelik ifadesidir. Püskürtmeli kurutma sonrasında toplam fenolik madde (TFM) geri kazanımı ise aşağıdaki formül (1) kullanılarak kuru bazda hesaplanmıştır.

(Optima SP-3000 nano UV-Vis Spektrofotometre, OPTIMA Tokyo, Japonya) ile şahide karşı okunmuştur. Kalibrasyon eğrisi oluşturmak amacıyla farklı konsantrasyonlarda (0-80 µg/mL) galik asit solüsyonu hazırlanmış ve yukarıdaki gibi reaksiyona tabi tutulmuş ve absorbansları okunmuştur. Sonuçlar mg GAE/g kuru madde olarak ifade edilmiştir. Deneyler 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

Toplam Antosiyanin Miktarı

Toplam antosiyanin madde miktarı tayini, potasyum klorür (0.025 M, pH:1.0) ve sodyum asetat (0.4 M, pH:4.5) tampon çözeltileri kullanılarak, Lee ve ark., [24]'nün önerdiği pH-diferansiyel metoduyla belirlenmiştir. 25 kat seyreltilen fenolik ekstrakttan 0.5 mL alınarak 7.5 mL tampon çözelti eklenmesiyle karanlık ortamda 40 dakika reaksiyona tabi tutulmuş ve reaksiyon neticesinde oluşan rengin absorbansı 515 ve 700 nm dalga boylarında spektrofotometre ile okunmuştur. Toplam antosiyanin miktarı, siyanidin-3-glikozit (cyn-3-glu) eşdeğeri olarak aşağıdaki denklemde (2) değerlerin yerine yazılmasıyla hesaplanmıştır.

belirlenmiştir. Öncelikle elde edilen fenolik ekstraktlar 5 farklı konsantrasyona (19.4, 12.9, 9.7, 7.8 ve 6.5 mg/mL) seyreltilmiştir. Farklı konsantrasyonlardaki örneklerden 500 µL alınarak 2500 µL DPPH-metanol (89.7 µmol/L) çözeltisi ile reaksiyona tabii tutulmuş, karanlık ortamda 1 saat bekletildikten sonra 517 nm spektrofotometre ile absorbans ölçümü yapılmıştır ve DPPH temizleme aktivitesi aşağıdaki eşitlikle (3) hesaplanmıştır. Antioksidan kapasitesinin belirlenmesi için ölçülen; başlangıç DPPH konsantrasyonunu %50 azaltmak için gerekli olan örnek miktarı kalibrasyon grafiği çizilerek lineer regresyon ile hesaplanmış ve EC₅₀ değeri olarak verilmiştir. Deneyler 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

FeCl₃.6H₂O çözeltisi sırasıyla 10:1:1 (v/v/v) oranında, 37°C su banyosu ortamında karıştırılarak hazırlanmıştır. 30 kat seyreltilmiş fenolik ekstrakttan 100 µL alınarak 3.0 mL FRAP reaktifi ile reaksiyona tabii tutulmuş, 15 dakika sonunda 593 nm dalga boyunda spektrofotometre (Optima SP-3000 nano UV-Vis Spektrofotometre, OPTIMA Tokyo, Japonya) ile absorbans okunmuştur. Farklı konsantrasyonlarda (0-500 µmol/L etanol) troloks solüsyonları (100 µL)

kalibrasyon için kullanılmıştır. Ekstraktın demir iyonlarını indirgeme yeteneğine dayanarak antioksidan kapasitesi hazırlanan kalibrasyon eğrisi kullanılarak μmol Trolox eşdeğerinin 1 gram kuru madde ($\mu\text{mol TE/g}$ kuru madde) bazında materyale oranı olarak ifade edilmiştir. Deneyle 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

Renk Tayini

Yaban mersini meyve suyu konsantresi ve mikrokapsüle toz örneklerin aydınlık değeri (L^*), kırmızılık indeksi (a^*) ve sarılık indeksi (b^*) değerleri CIE Lab sisteminde HunterLab ColorFlex (A60-1010-615 Model Colorimeter, Hunter Lab, Reston, VA) cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Cihaz her seferinde beyaz ve siyah seramik plakalar ($L_0=93.01$, $a_0=-1.11$ ve $b_0=1.30$) kullanılarak standardize edilmiştir. Ölçümler Daylight Color (D65/10*)'da gerçekleştirilmiştir. Renk ölçümü 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

Çözünürlük

Toz ürünlerin çözünürlüğü, Eastman ve Moore [27] tarafından geliştirilen ve Cano-Chauca ve ark. [28] tarafından uyarlanan prosedür kullanılarak ölçülmüştür. Kuru madde bazında 1 gram toz ürün, 100 mL distile suda, 5 dakika boyunca homojenizatörde (T18 digital ULTRA-TURRAX®, IKA®-Werke GmbH & Co. KG, Staufen, Almanya) yüksek hızda (13,000 rpm) karıştırılarak çözülmüş ve yine 5 dakika boyunca 865.3 g'de santrifüj (Hettich-EBA 20, Tuttlingen, Almanya)

$$\varepsilon = \frac{\rho_p - \rho_T}{\rho_p} \times 100 \quad (4)$$

$$CI = \frac{\rho_T - \rho_B}{\rho_T} \times 100 \quad (5)$$

$$HR = \frac{\rho_T}{\rho_B} \quad (6)$$

Tablo 2. Toz ürünlerin akabilirlik (Carr index) ve yapışkanlığının (Hausner Ratio) sınıflandırılması

Parametre	Değer	Akabilirlik-Yapışkanlık
CI	<15	Çok iyi
	15-20	İyi
	20-35	Orta
	35-45	Kötü
	>45	Çok kötü
HR	<1.2	Düşük
	1.2-1.4	Orta
	>1.4	Yüksek

Higroskopisite

Toz ürünün higroskopisitesi Santhalakshmy ve ark., [29]'nın önerdiği şekilde belirlenmiştir. 1 g toz ürün içerisinde doymuş NaCl çözeltisi (%75.29 RH) bulunan ağız kapaklı kavanozun içerisinde 1 hafta bekletilmiş ve son ağırlığı belirlenmiştir. Higroskopisite 100 gram kuru maddenin nem alışı (g) olarak ifade edilmiştir. Deneyle 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

Camsı Geçiş Sıcaklığı

Elde edilen toz ürünün camsı geçiş sıcaklığı (T_g) diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) (Perkin Elmer DSC-6, Norwalk, CN, ABD) kullanılarak Santhalakshmy

edilmiştir. Çökeltmenin sağlanması için 30 dakika beklenmiş ve üst fazdan 25 mL süzöntü dikkatli bir şekilde pipet yardımıyla önceden tartılmış alüminyum petrilere transfer edilerek, 5 saat boyunca 105°C'deki fırında kurutulmuştur. Toz ürünün çözünürlüğü yüzde ağırlık farkı alınarak hesaplanmıştır. Deneyle 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir.

Yığın Yoğunluk, Parçacık Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk

Toz örneklerin yığın yoğunluğu (ρ_B) ve parçacık yoğunluğu (ρ_p) Santhalakshmy ve ark. [29], sıkıştırılmış yoğunluk (ρ_T) ise Suhag ve ark. [30] önerdiği prosedür uygulanarak belirlenmiştir. Deneyle 3 tekrar yapılmış ve ortalamaları sonuç olarak verilmiştir.

Gözeneklilik, Akabilirlik ve Yapışkanlık

Toz ürünün gözenekliliği, akışkanlığı ve yapışkanlıkları Jinapong ve ark. [31] önerdiği şekilde sırasıyla aşağıdaki eşitlikler (4, 5 ve 6) kullanılarak hesaplanmıştır. Hesaplamalardan elde edilen sonuçlar, akabilirlik için Carrl index (CI), yapışkanlık için ise Hausner oranı (HR), Tablo 2'ye göre değerlendirilmiştir. Deneyle 3 tekrar yapılmış ve ortalaması sonuç olarak verilmiştir. Denklem 4, 5 ve 6'da ρ_B , ρ_p ve ρ_T sırasıyla yığın yoğunluk ve parçacık yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluğu ifade etmektedir.

ve ark., [29]'nın önerdiği şekilde belirlenmiştir. Öncelikle 5 mg toz ürün 50 μL DSC alüminyum kapsüllerin (Perkin-Elmer) içine alınarak içerisinde doymuş magnezyum klorür çözeltisi (%32.8 RH) bulunan ağız kapaklı kavanozda 25°C de 1 hafta bekletilerek dengeye getirilmiştir. Dengeye ulaşan numuneler hava sızdırmaz bir biçimde kapatılmış ve 10 K/dk. ısıtma hızı ile 10°C den 150°C'ye ısıtılmış ve akabinde 25°C 'ye 10 K/dk. hız ile soğutulmuştur. Elde edilen DSC termogramında gözlemlenen endotermik geçişin orta noktası sıcaklığı (mid-point) belirlenerek T_g 'si bulunmuştur.

BULGULAR ve TARTIŞMA**Modelleme**

Kurutma verimi ve fenolik madde geri kazanımı için istatistiksel modelleme, çoklu regresyon ve geri eleme yöntemiyle RSM kullanılarak yapılmış ve en uygun model olarak kurutma verimi için kuadratik model, fenolik geri kazanımı için ise lineer model seçilmiştir. Modeller %99 güvenilirlik aralığında kayda değer bulunmuştur. Kurutma verimi (7) ve fenolik geri kazanımı (8) için istatistiksel olarak önemli olan terimler ile oluşturulan model denklemleri aşağıdaki gibidir:

$$Y_1 = 61.89 + 28.25MD - 11.44MD^2 \quad (7)$$

$$Y_2 = 58.46 + 32.54MD \quad (8)$$

Modellerde; Y1: Tepki (Kurutma Verimi, %) ; Y2: Tepki (TFM geri kazanımı, %) , MD: Maltodekstrin yüzdesini ifade etmektedir.

Kurutma Parametrelerinin Verim ve Fenolik Geri Kazanımı Üzerine Etkilerinin Değerlendirilmesi

Kurutma verimi ve fenolik geri kazanımı için elde edilen ANOVA sonuçları Tablo 3'te verilmiştir. Görüldüğü üzere bağımsız değişkenlerden maltodekstrin yüzdesinin püskürtmeli kurutma proses verimi açısından istatistiksel olarak önemli derecede pozitif bir etkisi olduğu bulunurken hava giriş sıcaklığının etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmamıştır. Maltodekstrin miktarının kuadratik etkisinin negatif çıkması bu parametrenin çalışılan aralık içerisinde bir optimum değerinin olduğunu göstermektedir. Bağımsız değişkenlerin etkileşimlerinin yani sıcaklık*maltodekstrin miktarı etkileşiminin de verim üzerine istatistiksel bir etkisi gözlenmemiştir. Kurutma parametrelerinin fenolik geri kazanımı üzerine etkilerine bakıldığında fenolik geri kazanımında kurutma veriminde olduğu gibi hava giriş sıcaklığı etkisiz bulunurken maltodekstrin miktarı istatistiksel olarak önemli bulunmuştur.

Tablo 3. Kurutma verimi ve fenolik geri kazanımı için ANOVA tablosu

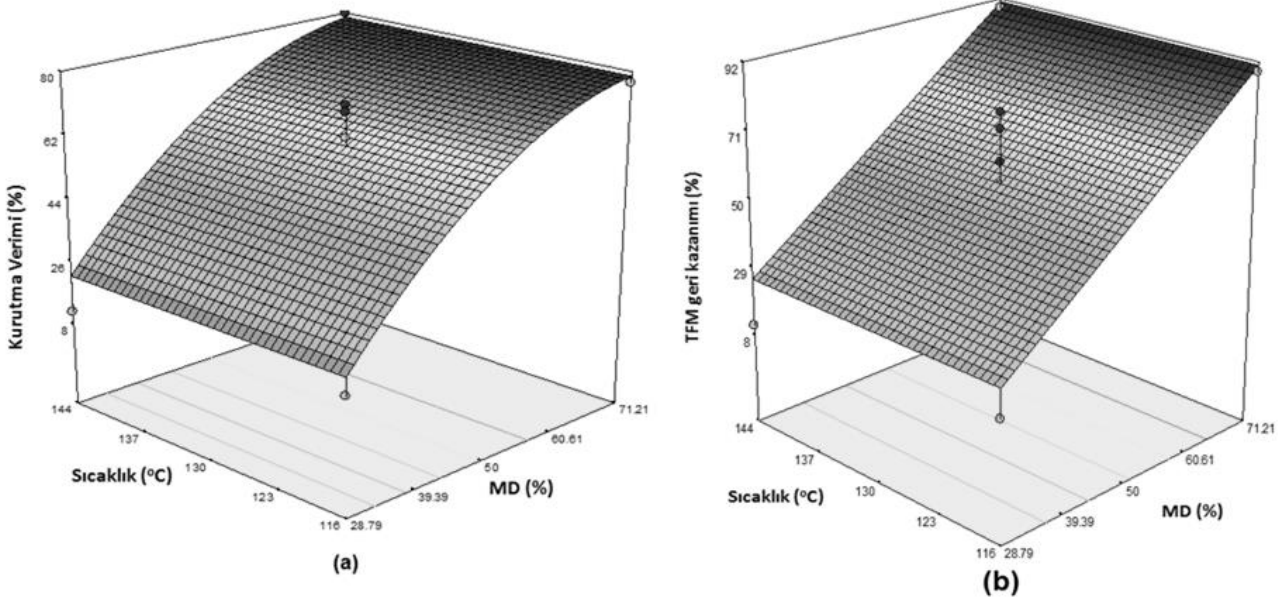
Tepkiler	Değişkenler	Tahmini Katsayılar	Standart Hata	P- değeri Prob>F
Kurutma Verimi (%)	MD	28.25	2.91	< 0.0001 ^a
	MD ²	-11.44	3.09	0.0042 ^b
TFM geri kazanımı (%)	MD	32.54	4.30	< 0.0001 ^a

^a 0.001'de önemlidir; ^b 0.01'de önemlidir; MD: Maltodekstrin

Meyve suları, meyve suyu konsantreleri veya meyvelerden elde edilen ekstraktların şeker ve asit içeriğinin yüksek olması ve bu bileşenlerin camsı geçiş sıcaklık (T_g) değerlerinin kurutma işlemleri için oldukça düşük olması kuruma esnasında çökme ya da yapışmaya neden olmakta ve kurutma verimi oldukça düşükmektedir [32]. Dolayısıyla bunlardan toz elde edilmesinde kurutma ajanı yani yüksek T_g'ye sahip maddelerin kullanılması gerekliliği bilinmektedir. Bununla bağlantılı olarak püskürtmeli kurutmada düşük DE'li maltodekstrin kullanıldıkça kurutma veriminin arttığı da bilinmektedir [33]. Bu çalışmada da bu fayda göz önünde bulundurularak özellikle düşük DE'ye sahip maltodekstrin (8DE) kullanılmıştır. Yukarıdaki açıklamalar göz önünde bulundurulduğunda bu çalışmada da besleme karışımında maltodekstrin miktarının artmasıyla kurutma veriminin artmış olması beklenen bir sonuçtur. Benzer eğilim gösteren başka birçok çalışma mevcuttur [8, 9, 11, 14]. Böylelikle maltodekstrinin püskürtmeli kurutma ile toz ürün elde edilmesinde kullanılan etkili bir kurutma ajanı olduğu bir kez daha ortaya konulmuştur. Fakat bu çalışmada olduğu gibi hava giriş sıcaklığının kurutma verimi üzerine etkisiz olduğunu gösteren az sayıda çalışmaya rastlanmıştır [15]. Diğer birçok çalışmada hava giriş sıcaklığı kurutma verimi üzerine etkili bulunmuştur [9, 13, 14, 29]. Bulgular arasındaki hava giriş sıcaklığının etkisine yönelik bu farklılıklar çalışılan sıcaklık aralıklarının ve kullanılan maltodekstrinin dekstroz eşdeğerliğinin farklı olması ile açıklanabilir. Örneğin, bu

çalışmada hem DE'si düşük maltodekstrin (DE8) kullanılmış hem de çalışılan sıcaklık aralığı (110-150°C) yapılan ön çalışmalarla daraltılmış ve yüksek verim alınması muhtemel sıcaklıklar üzerine yoğunlaşmıştır. Dolayısıyla bu durumda hava giriş sıcaklığı etkisiz gibi görülmektedir. Oysaki sıcaklığın etkili ve/veya bir noktadan sonra etkili olduğunu gösteren çalışmalarda [9, 30, 34] daha geniş sıcaklık aralığının test edildiği veya DE'si yüksek maltodekstrin kullanıldığı görülmektedir. Çünkü DE'si düşük maltodekstrin kullanılan sistemlerde yüksek hava giriş sıcaklıklarında (180°C) bile yapışma olmadan kurutma yapılabileceği görülmüştür [16].

Şekil 1'de deneysel veriler kullanılarak maltodekstrin miktarının ve hava giriş sıcaklığının kurutma verimi ve fenolik geri kazanımı üzerine etkilerini gösteren 3 boyutlu yanıt yüzey grafikleri verilmiştir. Grafikler ANOVA sonuçlarıyla paralellik göstermektedir. Sıcaklığın herhangi bir etkisinin olmadığı ve maltodekstrin miktarının yaklaşık %65-70 gibi optimum değere ulaştığı ve bu noktadan sonra ise maltodekstrin miktarındaki artışın verim üzerine pek fazla etkisinin olmadığı açıkça ortadadır. Fenolik geri kazanımı açısından ise maltodekstrin miktarının arttıkça fenolik geri kazanımının arttığı görülmektedir. Bu etki kurutma esnasında maltodekstrinin camsı geçiş sıcaklık değerlerinin altında katı bir matris oluşturması ve bu matris içine hapsolan fenolik bileşenlerin dış etkenlerden korunmasıyla açıklanabilir [8].



Şekil 1. Yaban mersini toz ürünü için tepki yüzey grafikleri (a) Püskürtmeli kurutma proses verimi, (b) Üründeki toplam fenolik madde miktarı geri kazanımı

Optimizasyon ve Modelin Doğrulanması

En iyi verimin ve en yüksek fenolik geri kazanımının olduğu koşullar (optimum koşullar) tepki-yüzey yönteminden tahminlenen eşitlikler ile belirlenmiştir. Bu amaçla optimizasyon set değerleri bağımsız değişkenler için çalışılan aralıkta tutulurken bağımlı değişkenlerin, kurutma verimi ve fenolik geri kazanımının, en yüksek olduğu koşullar bulunmaya çalışılmıştır. Bu koşullarda yapılan optimizasyon çözümlemesinden elde edilen sonuçlara göre hava giriş sıcaklığı 130°C, maltodekstrin miktarı ise %71 olarak set edildiği takdirde tahmini kurutma veriminin %79, fenolik geri kazanımının ise %89 olabileceği öngörülmüştür. Yapılan modellemenin doğrulanması amacıyla bu tahmini optimum koşullarda 3 bağımsız deney yapılmıştır. Bu 3 deney sonucunda ortalama kurutma verimi %75.8 ve ortalama fenolik geri kazanımı %86.1 olarak bulunmuştur. Bu optimum çalışma koşullarında hava çıkış sıcaklığı 76°C olarak okunmuştur. Püskürtmeli kurutma proseslerinde siklondan %50 ve üzeri ürün geri kazanımının kritik nokta olarak kabul edildiği [32] göz önünde bulundurulduğunda bu çalışmada elde edilen %76 ürün verimi başarılı bir sonuç olarak kabul edilebilir. Diğer benzer meyvelerden püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz ürünlerin kurutma verimi %35 ile %86 arasında değişmektedir. Örneğin Fang ve Bhandari'nin [11] defne meyvesi suyunu kuruttıkları çalışmada verim %53, Tan ve ark.'nın [13] acı kavandan elde ettikleri sulu ekstraktı kuruttıkları çalışmada verim %71.4, Igual ve ark., [9] naranjilla meyve posasından ürettikleri toz üründe verimi %35, Fazaeli ve ark.'nın [14] kara dut suyunu kuruttıkları çalışmada verim %82, Bakowska-Barczak ve Kolodziejczyk'nın [15] kuş üzümü ekstraktını kuruttıkları çalışmada ise verim %86 bulunmuştur. Bu çalışmada da elde edilen verim önceki çalışmalarla karşılaştırılabilir niteliktedir. Bu çalışmada fenolik bileşenlerin yüksek oranda muhafaza edilebilmesi (%86.1) sıcaklığa duyarlı bu bileşenlerin çalışmada

belirlenen optimum hava giriş ve çıkış sıcaklıklarından çok fazla zarar görmediğini ortaya koymuştur. Benzer çalışma koşullarında yüksek fenolik muhafazası sağlandığına dair bulgulara diğer çalışmalarda da rastlanmıştır [4, 16].

Toz Ürünün Özellikleri

Optimum koşullarda üretilen toz ürünün bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri Tablo 4'te özetlenmiştir. Toz ürünlerin kalitesi higroskopisite, akabilirlik, yapışkanlık, çözünürlük, camsı geçiş sıcaklığı ve renk gibi parametreler açısından irdelenmelidir. Örneğin toz ürünlerin depolama esnasında ortamındaki oransal nemden ne derece etkileneyeceği veya ne tür bir paketleme malzemesi kullanılarak paketlenmesi gerektiği toz ürünün higroskopisitesi ile ilişkilidir. Higroskopisitesi yüksek ürünler daha çok nem alacağı için fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik açıdan bozulmaya daha yatkındırlar [5]. Genellikle püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz ürünlerin higroskopisite değerleri kurutma parametrelerine ve kullanılan kurutma ajanına bağlı olarak farklılık göstermekle birlikte literatürde var olan değerler %5.55 ile %50 arasında değişmektedir. Örneğin Saikia ve ark.'nın [35] ürettikleri yıldız meyvesi ekstraktı tozunda %6.82, Caparino ve ark.'nın [36] ürettikleri mango tozunda %16.5, Igual ve ark.'nın [9] naranjilla meyve posasından ürettikleri toz üründe %54, Jiménez-Aguilar ve ark.'nın [18] ürettikleri yaban mersini ekstraktı tozunda %26.5, Santhalakshmy ve ark.'nın [29] ürettikleri java eriği suyu tozunda %17 ile %25 arasında, Cai ve Corke'un [37] horoz ibiği çiçeği betasiyanin pigmentlerinden ürettikleri toz üründe ise %45.3 ile %49.5 arasında bulunmuştur. Bu çalışmada üretilen yaban mersini meyve tozunun higroskopisitesi (%14.49) literatürle karşılaştırıldığında higroskopisitesi düşük olanlar arasındadır. Toz ürünler için akabilirlik ve yapışkanlık ise üretim alanlarında kullanılabilirliği açısından önem arz etmektedir. Bu çalışmada elde

edilen yaban mersini tozunun akabilirliği ve yapışkanlığı sırasıyla Carr Index (CI) ve Hunsen Ratio (HR) değerlerine göre değerlendirilmiştir. Ürünün yüksek CI'ya sahip olması akabilirliğinin zayıf olduğu anlamına gelirken HR'sinin yüksek oluşu ürünün yapışkan olduğunu göstermektedir. Yaban mersini meyve suyu konsantresi tozunun distile suda oldukça iyi çözündüğü (%97.2) gözlenmiştir. Bu çalışmada elde edilen toz ürünün toplam fenolik madde miktarı (TFM), toplam antosiyanin miktarı (TACN) ve antioksidan kapasitesi (AOK) (Tablo 4) literatürde rapor edilen yaban mersininden üretilen toz ürünlerle kıyaslandığında düşük gibi görülmektedir. Fakat, bu çalışmalar genellikle yaban mersini meyvesinden elde edilen biyoaktif ekstraktların kurutulması üzerinedir. Örneğin Flores ve ark.'nın [17] gerçekleştirdiği yaban mersininden ekstrakte edilen antosiyaninlerin püskürtmeli kurutucu ile kurutulduğu çalışmada toz ürünlerin TFM, TACN ve AOK değerleri sırasıyla 0.22-0.35 mg GAE/ mg ekstrakt, 0.04-0.14 mg Cyn3glu/ mg ekstrakt ve 3900-4640 nmol Fe(II) eşdeğeri/ mg ekstrakt olarak bulunmuştur. Jiménez-Aguilar ve ark.'nın [18] yapmış olduğu benzer bir çalışmada ise TFM, TACN ve AOK değerleri sırasıyla 18.24-23.69 mg GAE/g yaban mersini ekstraktının çözünür katı maddesi, 11.98- 15.70 mg Cyn3glu/g yaban mersini ekstraktının çözünür katı maddesi ve 95.89 – 102.22 µmol TE/g yaban mersini ekstraktının çözünür katı maddesi olarak bulunmuştur. Bulgular arasındaki farklılıkların diğer bir nedeni de kullanılan

kurutma ajanı miktarının farklılık arz etmesidir. Örneğin Turan ve ark.'nın [19] gerçekleştirdiği yaban mersini meyve suyundan püskürtmeli kurutma ile toz ürün elde edilen benzer bir çalışmada %10 kurutma ajanı kullanılmıştır. Bu çalışmadan üretilen toz ürünlerin TFM, TACN ve AOK değerleri ise sırasıyla 7.68-9.07 mg GAE/g kuru madde, 17.71-19.27 mg Cyn3glu/g kuru madde ve 0.11-0.13 µmol TE/g kuru madde olarak bulunmuştur.

Optimum koşulda elde edilen yaban mersini meyve suyu konsantresi tozunun yüksek camı geçiş sıcaklığına ($T_g=85.6^\circ\text{C}$) sahip olması çalışmada yüksek miktarda DE'si düşük maltodekstrin kullanılmasıyla açıklanabilir. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz ürünlerin renk parametrelerinin kurutma sıcaklığı ve kullanılan maltodekstrin miktarıyla önemli ölçüde değiştiği bilinmektedir. Bu çalışmada optimum koşullarda elde edilen toz ürünün renk parametreleri (Tablo 4) kurutmada kullanılan yaban mersini meyve suyu konsantresinin renk parametreleri ($L^*= 7.74$; $a^*= 11.63$; $b^*= 4.49$) ile kıyaslandığında daha açık renkli toz ürün elde edildiği görülmektedir. Toz üründe aydınlık değerini gösteren L^* da ciddi bir artış gözlenirken kırmızılık (a^*) değerinde düşüş, sarılık (b^*) değerinde ise bir değişim görülmemiştir. Benzer sonuçlara diğer çalışmalarda da rastlanmış ve yüksek miktarda eklenen beyaz renge sahip maltodekstrinin buna neden olmasıyla açıklanmıştır [38].

Tablo 4. Optimum şartlarda üretilen toz ürünün özellikleri

Parametre	Değeri
Nem (%)	3.51 ± 0.006
Çözünürlük (%)	97.2 ± 0.13
Yığın yoğunluk (g/mL)	0.40 ± 0.01
Sıkıştırılmış yoğunluk (g/mL)	0.74 ± 0.02
Partikül yoğunluğu (g/mL)	2.02±0.25
Higroskopisite (g alınan nem/100g kuru madde)	14.49±0.03
Gözeneklilik (%)	63.3±5.44
Akabilirlik (%)	45.9±2.8
Yapışkanlık (Cohesiveness)	1.85±0.1
Tg (°C)	85.6±0.58
Toplam fenolik madde (mg GAE/g kuru madde)	1.57±0.01
Toplam antosiyanin (mg Cyn3glu/g kuru madde)	0.35±0.003
Antioksidan kapasitesi	
DPPH (IC ₅₀ , mg/mL)	38.6±0.43
FRAP (µmol TE/g kuru madde)	9.4±0.34
Renk değişkenleri	
L*	82.6±0.15
a*	9.09±0.06
b*	4.64±0.02

SONUÇ

Bu çalışmanın sonuçları yaban mersini suyu konsantresinden püskürtmeli kurutucu kullanılarak maltodekstrin varlığında yüksek verim ve fenolik geri kazanımı ile mikroenkapsüle toz ürün üretilmesinin mümkün olduğunu göstermektedir. TYY sonuçları, yaban mersini meyve suyu konsantresinden toz ürün üretilmesinde maltodekstrin miktarının hem kurutma

verimi hem de fenolik geri kazanımında önemli rolü olduğunu, çalışılan aralıkta hava giriş sıcaklığının ise etkisiz olduğunu göstermiştir. Bu çalışma ile püskürtmeli kurutma sonrası elde edilen yaban mersini meyve tozlarının fenolik içerik, antosiyanin miktarı, antioksidan aktivitesi, çözünürlük, higroskopisite, Tg, yoğunluk, gözeneklilik ve renk açısından oldukça iyi kalitede olduğu ortaya konulmuştur.

KAYNAKLAR

- [1] Koca, I., Karadeniz, B., 2009. Antioxidant properties of blackberry and blueberry fruits grown in the Black Sea Region of Turkey. *Scientia Horticulturae* 121(4): 447-450.
- [2] de Souza, V.R., Pereira, P.A.P., da Silva, T.L.T., de Oliveira Lima, L.C., Pio, R., Queiroz, F., 2014. Determination of the bioactive compounds, antioxidant activity and chemical composition of Brazilian blackberry, red raspberry, strawberry, blueberry and sweet cherry fruits. *Food Chemistry* 156: 362-368.
- [3] Cho, M.J., Howard, L.R., Prior, R.L., Clark, J.R., 2005. Flavonol glycosides and antioxidant capacity of various blackberry and blueberry genotypes determined by high-performance liquid chromatography/mass spectrometry. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 85(13): 2149-2158.
- [4] Fang, Z., Bhandari, B., 2011. Effect of spray drying and storage on the stability of bayberry polyphenols. *Food Chemistry* 129(3): 1139-1147.
- [5] Koç, M., Kaymak-Ertekin, F., 2016. Şeker İçeriği Yüksek Gıdaların Püskürtülerek Kurutulması: Ürün Kazanımı ve Toz Ürün Özelliklerinin Geliştirilmesi. *Türk Tarım – Gıda Bilim ve Teknoloji Dergisi* 4(5): 336-344.
- [6] Shahidi, F., Han, X.Q., 1993. Encapsulation of food ingredients. *Critical reviews in Food Science and Nutrition* 33(6): 501-47.
- [7] Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R., 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International* 40(9): 1107-1121.
- [8] Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z., Mousavi, M., Kobarfard, F., Zbicinski, I., 2015. Developing spray-dried powders containing anthocyanins of black raspberry juice encapsulated based on fenugreek gum. *Advanced Powder Technology* 26(2): 462-469.
- [9] Igual, M., Ramires, S., Mosquera, L., Martínez-Navarrete, N., 2014. Optimization of spray drying conditions for lulo (*Solanum quitoense* L.) pulp. *Powder Technology* 256: 233-238.
- [10] Patil, V., Chauhan, A., Singh, R., 2014. Optimization of the spray-drying process for developing guava powder using response surface methodology. *Powder Technology* 253: 230-236.
- [11] Fang, Z., Bhandari, B., 2012. Comparing the efficiency of protein and maltodextrin on spray drying of bayberry juice. *Food Research International* 48(2): 478-483.
- [12] Kosaraju, S.L., Labbett, D., Emin, M., Konczak, I., Lundin, L., 2008. Delivering polyphenols for healthy ageing. *Nutrition & Dietetics* 65(3): 48-52.
- [13] Tan, S., Kha, T., Parks, S., Stathopoulos, C., Roach, P., 2015. Effects of the spray-drying temperatures on the physicochemical properties of an encapsulated bitter melon aqueous extract powder. *Powder Technology* 281: 65-75.
- [14] Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Ashtari, A., Omid, M., 2012. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and Bioprocess Technology* 90(4): 667-675.
- [15] Bakowska-Barczak, A., Kolodziejczyk, P., 2011. Black currant polyphenols: Their storage stability and microencapsulation. *Industrial Crops and Products* 34(2): 1301-1309.
- [16] Ersus, S., Yurdagel, U., 2007. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier. *Journal of Food Engineering* 80(3): 805-812.
- [17] Flores, F.P., Singh, R.K., Kerr, W.L., Pegg, R.B., Kong, F., 2014. Total phenolics content and antioxidant capacities of microencapsulated blueberry anthocyanins during in vitro digestion. *Food Chemistry* 153: 272-278.
- [18] Jiménez-Aguilar, D.M., Ortega-Regules, A.E., Lozada-Ramírez, J.D., Pérez-Pérez, M.C.I., Vernon-Carter, E.J., Welti-Chanes, J., 2011. Color and chemical stability of spray-dried blueberry extract using mesquite gum as wall material. *Journal of Food Composition and Analysis* 24(6): 889-894.
- [19] Turan, F.T., Cengiz, A., Kahyaoglu, T., 2015. Evaluation of ultrasonic nozzle with spray-drying as a novel method for the microencapsulation of blueberry's bioactive compounds. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 32: 136-145.
- [20] Flores, F.P., Singh, R.K., Kerr, W.L., Phillips, D.R., Kong, F., 2015. In vitro release properties of encapsulated blueberry (*Vaccinium ashei*) extracts. *Food Chemistry* 168: 225-232.
- [21] Flores, F.P., Singh, R.K., Kong, F., 2014. Physical and storage properties of spray-dried blueberry pomace extract with whey protein isolate as wall material. *Journal of Food Engineering* 137: 1-6.
- [22] Candia-Muñoz, N., Ramirez-Bunster, M., Vargas-Hernández, Y., Gaete-Garretón, L., 2015. Ultrasonic Spray Drying vs High Vacuum and Microwaves Technology for Blueberries. *Physica Procedia* 70: 867-871.
- [23] Singleton, V., Orthofer, R., Lamuela-Raventós, R., 1999. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Oxidants and Antioxidants Part A Methods in Enzymology* 299: 152-178.
- [24] Lee, J., Durst, R.W., Wrolstad, R.E., 2005. Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: Collaborative study. *Journal of AOAC International* 88(5): 1269-1278.
- [25] Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E., Berset, C.L.W.T., 1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology* 28(1): 25-30.
- [26] Benzie, I., Strain, J., 1996. The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a Measure of "Antioxidant Power": The FRAP Assay. *Analytical Biochemistry* 239(1): 70-76.
- [27] Eastman, J.E., Moore, C.O. 1984. "Cold-water-soluble granular starch for gelled food compositions. U.S. Patent No. 4,465,702.

- Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- [28] Cano-Chauca, M., Stringheta, P., Ramos, A., Cal-Vidal, J., 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 6(4): 420-428.
- [29] Santhalakshmy, S., Bosco, S., Francis, S., Sabeena, M., 2015. Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder. *Powder Technology* 274: 37-43.
- [30] Suhag, Y., Nayik, G.A., Nanda, V., 2016. Effect of gum arabic concentration and inlet temperature during spray drying on physical and antioxidant properties of honey powder. *Journal of Food Measurement and Characterization* 10(2): 350-356.
- [31] Jinapong, N., Suphantharika, M., Jamnong, P., 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering* 84(2): 194-205.
- [32] Bhandari, B.R., Datta, N., Howes, T., 1997. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology* 15(2): 671-684.
- [33] Papadakis, S.E., Gardeli, C., Tzia, C., 2006. Spray drying of raisin juice concentrate. *Drying Technology* 24(2): 173-180.
- [34] Vardin, H., Yasar, M., 2012. Optimisation of pomegranate (*Punica granatum* L.) juice spray-drying as affected by temperature and maltodextrin content. *International Journal of Food Science & Technology* 47(1): 167-176.
- [35] Saikia, S., Mahnot, N.K., Mahanta, C.L., 2015. Optimisation of phenolic extraction from Averrhoa carambola pomace by response surface methodology and its microencapsulation by spray and freeze drying. *Food Chemistry* 171: 144-152.
- [36] Caparino, O.A., Tang, J., Nindo, C.I., Sablani, S.S., Powers, J.R., Fellman, J.K., 2012. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao'var.) powder. *Journal of Food Engineering* 111(1): 135-148.
- [37] Cai, Y., Corke, H., 2000. Production and properties of spray-dried Amaranthus Betacyanin pigments. *Journal of Food Science* 65(7): 1248-1252.
- [38] Tuyen, C.K., Nguyen, M.H., Roach, P.D., 2010. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *Journal of Food Engineering* 98(3): 385-392.
-