T.C.
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI
FİZİKOKİMYA BİLİM DALI

ÇÖREK OTU *(NİGELLA SATİVA* L.*)* YAĞINDAN YAPIŞKAN VE RENK VERİCİ MADDELERİN UZAKLAŞTIRILMASININ OPTİMİZASYONU

Gürhan ŞİMŞEK

Danışman
Prof. Dr. Yüksel ABALI

MANİSA – 2018

Gürhan ŞİMŞEK	**ÇÖREK OTU *(NİGELLA SATİVA* L.)YAĞINDAN YAPIŞKAN VE RENK VERİCİ MADDELERİN UZAKLAŞTIRILMASININ OPTİMİZASYONU**	**2018**

TEZ ONAYI

Gürhan ŞİMŞEK tarafından hazırlanan **" Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağından Yapışkan ve Renk Verici Maddelerin Uzaklaştırılmasının Optimizasyonu "** adlı tez çalışması 20/04/2018 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Fizikokimya Bilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman **Prof. Dr. Yüksel ABALI**
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

Jüri Üyesi **Doç. Dr. Ertuğrul ERDOĞMUŞ**
Bartın Üniversitesi

Jüri Üyesi **Doç. Dr. Kamil ŞİRİN**
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

TAAHHÜTNAME

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Gürhan ŞİMŞEK

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER	I
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	III
ŞEKİLLER DİZİNİ	IV
GRAFİKLER DİZİNİ	V
TABLO DİZİNİ	VI
TEŞEKKÜR	VII
ÖZET	VIII
ABSTRACT	IX
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Yağlar ve Özellikleri	3
2.1.1. Ticari Değere Sahip Yağlar	6
2.1.1.1. Dünyadaki Yağlı Tohum Üretimi	7
2.1.1.2. Türkiye deki Yağlı Tohum Üretimi	8
2.2. Ham Bitkisel Yağ Eldesi	9
2.3. Ham Bitkisel Yağların Rafinasyonu	16
2.3.1. Fiziksel Rafinasyon	17
2.3.2. Kimyasal Rafinasyon	18
2.3.2.1. Yapışkan Maddelerin Giderilmesi	19
2.3.2.2. Asitlik Giderme	19
2.3.2.3. Renk Açma (Ağartma)	20
2.3.2.4. Koku Giderme	20
2.3.2.5. Soğutma (Vinterizasyon)	21
2.4. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağının Özellikleri ve Faydaları	22
2.4.1. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Tohumu	22
2.4.2. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağı	24
2.5. Fosfolipidler	28
2.6. Renk Verici Maddeler	29
2.7. Yapışkan Maddelerin Giderilmesi	31
2.7.1. Hidratasyon yöntemiyle yapışkan maddelerin giderilmesi	31
2.7.2. Asidik yöntemle yapışkan maddelerin giderilmesi	33
2.7.3. Enzimatik yöntemle yapışkan maddelerin giderilmesi	34
2.8. Renk Açma (Ağartma)	35
2.9. Taguchi Metodu	36
2.9.1. Taguchi Metodunun Gelişimi	37
2.9.2. Taguchi Metodunun Felsefesi	37
2.9.3. Taguchinin Kayıp Fonksiyonu	38
2.9.4. Performans Karakteristiği	39
2.9.5. Performans İstatistiği	39
2.9.6. Deney Tasarımında Taguchi Yaklaşımı	40
2.9.7. Taguchi'nin Kalite Kontrol Sistemi	40
2.9.8. Taguchi Metodunun Deney Tasarımı Aşamaları	41
2.10. Taguchi Metoduyla İlgili Literatür Çalışmaları	47
2.11. Yapışkan Madde Giderme ve Renk Açma (Ağartma) İşlemi İle İlgili Literatür Çalışması	49

3. DENEYSEL KISIM 53
3.1. Kullanılan Malzemeler 53
3.2. Yöntemler 53
3.2.1. Ham Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağından Fosfolipidlerin Giderilmesi 53
3.2.1.1. Hidratasyon Yöntemi İle Fosfolipidlerin Giderilmesi 53
3.2.1.2. Asidik Yöntemi İle Fosfolipidlerin Giderilmesi 54
3.2.2. AOCS Ca 12-55 Metoduna Göre Fosfor Tayini 55
3.2.3. Ham Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağındaki Renk Verici Maddelerin Giderilmesi 57
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA 59
4.1. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağının Yağ Asidi Bileşimi 59
4.2. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağından Fosfolipidlerin Giderilmesi İçin Deney Programının Belirlenmesi 60
4.3. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağından Fosfolipidlerin Giderilmesi İşleminin İdeal Çalışma Koşulları 75
4.4. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağından Fosfolipidlerin Giderilmesi İşleminin Verimi 76
4.5. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağındaki Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İçin Deney Programının Belirlenmesi 77
4.5.1. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağındaki Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İşleminin Renk Ölçüm Sonuçları 79
5. SONUÇ VE ÖNERİLER 81
KAYNAKLAR 83
ÖZGEÇMİŞ 91

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

TAG	Triaçilgliserol
ÇOY	Çörek Otu Yağı
TQ	Timokinon
AOCS Ca 12-55	American Oil Chemist's Society

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Triaçilgliserol Oluşum Reaksiyonu	3
Şekil 2.2. Hidroliz Reaksiyonu	6
Şekil 2.3. Sabunlaşma Reaksiyonu	6
Şekil 2.4. Ham Yağ Üretim Prosesi	11
Şekil 2.5. Kavurma ve Presleme Cihazı	14
Şekil 2.6. Presyon Cihazı	15
Şekil 2.7. Fiziksel Rafinasyonun Şematik Gösterimi	17
Şekil 2.8. Sabunlaşma Reaksiyonu	19
Şekil 2.9. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Tohumu ve Yağı	22
Şekil 2.10. Timokinonun Kimyasal Yapısı	26
Şekil 2.11. Bazı Fosfolipidlerin Moleküler Yapıları	28
Şekil 2.12. Hidratasyon Yöntemi ile Yapışkan Maddelerin Giderilmesi	32
Şekil 2.13. Asidik yöntemi ile Yapışkan Maddelerin Giderilmesi	33
Şekil 2.14. Enzy-Max Prosesi ile Yapışkan Maddelerin Yağdan Giderilmesi	34
Şekil 2.15. Taguchi Kayıp Fonksiyonu	38
Şekil 2.16. Taguchi' nin Kalite Kontrol Sistemi	41
Şekil 3.1. Hidratasyon Yöntemi ile Fosfolipidlerin Giderilmesi İşleminde Kullanılan Deney Düzeneği	54
Şekil 3.2. Asidik Yöntem ile Fosfolipidlerin Giderilmesi İşleminde Kullanılan Deney Düzeneği	55
Şekil 3.3. Lovibond Renk Tayini Cihazı	57
Şekil 4.1. S/N Oranına Göre Sonuç Grafiği (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)	64
Şekil 4.2. Ortalamalar İçin Sonuç Grafiği (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)	64
Şekil 4.3. S/N Oranına Göre Sonuç Grafiği (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)	69
Şekil 4.2. Ortalamalar İçin Sonuç Grafiği (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)	69

GRAFİKLER DİZİNİ

	Sayfa
Grafik 3.1. Fosfor İçeriğinin Belirlenmesi İçin Oluşturulan Kalibrasyon Eğrisi	56
Grafik 4.1. Soğuk Pres Çörek Otu Yağının Paremetre Etkinliği	67
Grafik 4.2. Sıcak Pres Çörek Otu Yağının Paremetre Etkinliği.....	72

TABLO DİZİNİ

Sayfa

Tablo 2.1. Dünya daki 50 Yıllık Dönemde (1965-2014) Yağlı Tohum Üretim Miktarları (milyon ton) ve Artış Oranları (%) (Anonim 2015a)..... 7
Tablo 2.2. Türkiye deki 50 Yıllık Dönemde (1965-2014) Yağlı Tohum Üretim Miktarları (milyon ton) ve Artış Oranları (%) (Anonim 2015a) . 8
Tablo 2.3. Yemeklik Yağlarda Kimyasal Rafinasyon Basamakları, Ayrılan ve Üretilen Maddeler..... 18
Tablo 2.4. Türkiye' de Yetiştirilen Çörek Otu Tohumunun Bileşimi..... 22
Tablo 2.5. Farklı Ülkelerde Yetiştirilen Çörek Otu Tohumu Yağlarının Karakterizasyonu 23
Tablo 2.6. Çörek Otu Yağının Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri..... 24
Tablo 2.7. Farklı Bölgelere ait *Nigella Sativa* L. Tohumu Yağlarının Yağ Asidi Bileşimi..... 25
Tablo 2.8. Taguchi İle Tam Faktöriyel Tasarım Deney Sayısı Bakımından Arasındaki Fark 36
Tablo 2.9. Taguchi Ortogonal Dizi Seçim Tablosu 43
Tablo 4.1. Kullanılan Gaz Kromatografi Cihazının Özellikleri..... 59
Tablo 4.2. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağının Yağ Asidi Bileşimleri..... 59
Tablo 4.3. Yapışkan Maddelerin Giderilmesi İşleminin Çalışma Parametreleri ve Parametre Seviyeler 60
Tablo 4.4. Yapışkan Maddelerin Giderilmesi İşleminin Deney Programı..... 61
Tablo 4.5. Soğuk Pres - Sıcak Pres Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağlarının Deney Sonuçları 62
Tablo 4.6. Minitap Program Çıktısı (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı) 63
Tablo 4.7. Parametrelere Karşılık F Value (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)….. 68
Tablo 4.8. Minitap Program Çıktısı (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)……. 68
Tablo 4.9. Parametrelere Karşılık F Value (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)…… 73
Tablo 4.10. Optimum Parametre Değerlerinin Belirlenmesi (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)……. 73
Tablo 4.11. Optimum Parametre Değerlerinin Belirlenmesi (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)…….. 74

Tablo 4.12. Çörek Otu Yağından Fosfolipid Giderilmesi İşlemi İdeal Çalışma Koşulları (Soğuk Pres ve Sıcak Pres) 75
Tablo 4.13.Toplam Fosfor Miktarları – Verim Değerleri 76
Tablo 4.14. Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İşleminin Çalışma Parametreleri ve Parametre Seviyeleri 77
Tablo 4.15. Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İşleminin Deney Programı ... 78
Tablo 4.16. Lovibond Renk Tayini Cihazı ile Belirlenen Renk Değerleri (Soğuk Pres – Sıcak Pres) 79

TEŞEKKÜR

Bu araştırma da beni yönlendiren, çalışmam için gerekli imkanları sağlayan, yardım ve desteğini hiçbir zaman esirgemeyen çok değerli danışman hocam sayın Prof. Dr. Yüksel ABALI' ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Araştırmanın yürütülmesinde yardımlarını esirgemeyen, gösterdiği ilgi ve destekleri için sayın Burcu ÇAĞLAYAN ve eşi Kemal ÇAĞLAYAN' a çok teşekkür ederim.

Yüksek Lisans Tez çalışmam da kullandığım Çörek Otu *(Nigella sativa* L.*)* yağ desteğini esirgemeyen Konya Akşehir OSB' de bulunan Necdet UĞURLUOĞLU Yağ Firmasına ve yağ numunelerinin analizinde yardımcı olan Manisa OSB' de bulunan YONCA Yağ Firmasına teşekkür ederim.

Tezimin her aşamasında maddi ve manevi destekleriyle bana güç veren aileme sonsuz sevgi ve saygılarımı sunarım.

Gürhan ŞİMŞEK
Manisa, 2018

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÇÖREK OTU *(NİGELLA SATİVA* L.*)* YAĞINDAN YAPIŞKAN VE RENK VERİCİ MADDELERİN UZAKLAŞTIRILMASININ OPTİMİZASYONU

Gürhan ŞİMŞEK

Manisa Celal Bayar Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Yüksel ABALI

Bu çalışmada, çörek otu *(Nigelle sativa* L.*)* yağında bulunan yapışkan, fosfolipid ve zamksı maddelerin uzaklaştırılması (degumming) ve yağda bulunan renk verici maddelerin giderilmesi (decolorization) üzerine çalışmalar yürütülmüştür. Ham yağın bünyesindeki safsızlıkları gidermek amacıyla yapılan işlemlere rafinasyon denilmektedir. Rafinasyon fiziksel ve kimyasal olmak üzere iki ana başlıkta toplanır. Kimyasal rafinasyonun işlemleri sırasıyla; yapışkan maddelerin giderilmesi (degumming), asit giderme (neutralization), ağartma (decolorization), koku giderme (deodorization) ve soğutma (winterization) işlemlerini kapsamaktadır. Ham çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının bünyesindeki fosfolipidlerin, iz metallerin ve zamksı maddelerin uzaklaştırılması (degumming) işleminde; su miktarı, fosforik asit miktarı, sıcaklık, karıştırma süresi ve karıştırma hızı parametreleri kullanılmıştır. Yapışkan maddeleri giderilmiş çörek otu yağının bünyesindeki renk verici maddelerin uzaklaştırılması (decolorization) işleminde ise bentonit miktarı, zeolit miktarı, sıcaklık, karıştırma süresi ve karıştırma hızı parametreleri kullanılmıştır. Ham çörek otu yağı, çörek otu tohumundan soğuk pres ve sıcak pres olmak üzere farklı iki yöntem ile üretilmektedir. Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinden standart L_{16} kullanılarak yapılan degumming işlemlerinde iki yöntem ile üretilen çörek otu yağı kullanılmış olup soğuk pres ve sıcak pres yöntemi ile elde edilen çörek otu yağları için ideal çalışma koşulları sırasıyla; su miktarı (g.) [(5), (1)]; fosforik asit miktarı (g.) [(0.50), (1)]; sıcaklık (℃) [(65), (65)]; karıştırma süresi (dk.) [(40), (40)] ve karıştırma hızı (devir/dk.) [(600), (400)] olarak tespit edilmiştir. İdeal çalışma koşulları uygulanarak elde edilen degum çörek otu yağlarında, ağartma toprağı olarak bentonit ve zeolit katılarak yapılan decolorization işlemleri sonucunda Lovibond Renk Tayini Cihazı ile yapılan ölçümlerde sadece soğuk pres çörek otu yağının mavi renginde ve sıcak pres çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının ise kırmızı renginde yeterli derecede bir giderim sağlandığı görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Yapışkan Maddelerin Giderilmesi, Ağartma, Bentonit, Zeolit, Optimizasyon

ABSTRACT

MASTER'S THESIS

OPTIMIZATION OF DEGUMMING AND DECOLORIZATION IN OIL OF *NIGELLA SATIVA* L.

Gürhan ŞİMŞEK

Manisa Celal Bayar University
Institute of Science and Technology
Department of Chemistry

Adviser: Prof. Dr. Yüksel ABALI

In this study, processes were carried out on removal of adhesive, phospholipid agents and degumming in oil of *Nigella sativa* L. and decolorization in its oil. The processes that are carried out to remove the impurities in the raw oil are called refining. Refining is divided into two main categories, physical and chemical. The processes of chemical refining include degumming, neutralization, decolorization, deodorization, and winterization respectively. In the process of degumming phospholipids, trace metals and gums in the raw *Nigella sativa* L. oil; amount of water, amount of phosphoric acid, temperature, stirring time and stirring speed parameters were used. Bentonite amount, zeolite amount, temperature, stirring time and stirring speed parameters were used in the decolorization process in *Nigella sativa* L. oil which was degummed. The raw *Nigella sativa* L. oil is produced by two different methods; cold pressing and hot pressing from the *Nigella sativa* L. seed. In the degumming processes using the standard L_{16} from Taguchi Fractional Design Methods, *Nigella sativa* L. seed oil produced by the two methods was used and the ideal operating conditions for the *Nigella sativa* L. oil obtained by cold pressing and hot pressing method were; the amount of water (g.) [(5), (1)]; the amount of phosphoric acid (g.) [(0.50), (1)]; the temperature (℃) [(65), (65)]; the stirring time (min.) [(40), (40)] and the stirring speed (rpm) [(600), (400)]. In degummed *Nigella sativa* L. oil obtained by using ideal operating conditions, as a consequence of the decolorization process, which involved adding bentonite and zeolite as bleaching earth, in measurements made with the Lovibond Colorimeter Device, it was observed that sufficient removal was obtained only in blue color of the cold pressed *Nigella sativa* L. oil and red color in the hot pressed *Nigella sativa* L. oil.

Keywords: Degumming, Decolorization, Bentonite, Zeolite, Optimization

1. GİRİŞ

Ham bitkisel yağlar; fosfolipidler, reçineler, iz metaller, serbest yağ asitleri, renk ve koku maddeleri gibi çeşitli safsızlıklar içermektedir. Bu safsızlıklar; yağın kalitesine, tadına, görünüşüne etki ettiğinden rafinasyon işlemi ile yağdan giderilmektedirler. Ham yağa uygulanan rafinasyon işlemleri, yapışkan madde giderme (degumming), asit giderme (nötralizasyon), renk ve koku giderme aşamalarından oluşmaktadır. Rafinasyon aşamalarından ilki yapışkan madde giderme işlemi ile ham yağda bulunan fosfolipidler, reçineler, iz metallerin giderilmesidir ve diğer safsızlıklarda farklı yöntemlerle giderilirler. Yapışkan maddelerin giderilmesinde suda çözünen ve çözünmeyen özellikteki bu maddelerin yağdaki miktarları % 0,05 – 3 arasında değişmektedir. Deguming işleminin yapılmasının amaçlarını şu şekilde sıralıyabiliriz:

- Oksidatif reaksiyonları hızlandıran iz metalleri gidererek, yağın raf ömrünü arttırmak
- Zamksı maddelerin giderilmesiyle rafinasyonun koku giderme aşamasında çıkılan yüksek sıcaklığın; yağın rengini koyulaştırması engellemek.
- Emülgatör karakterli fosfolipitlerin giderilmesiyle rafinasyondaki yağ kayıplarını azaltmak
- Yağın tadının bozulmasını engellemek [1,2].

Çörek otu yağı bulundurduğu; demir, kalsiyum, sodyum, potasyum, karbonhidrat, magnezyum gibi mineraller ile A, C, D, B_6 ve B_{12} gibi vitaminler bulundurması yönünden insan sağlığı için yararlı ve zengin bir yağdır. İnsan vücudundaki kanserli hücrelerin tedavisinde çörek otu yağının uçucu kısmının temel bioaktif bileşeni olan timokinon (thymoquinone) maddesi antioksidan, antiinflamatuar (iltihap giderici) ve antineoplastik (tümör hücrelerinin gelişimini önleyen) bir bileşen olarak kullanılmaktadır [3].

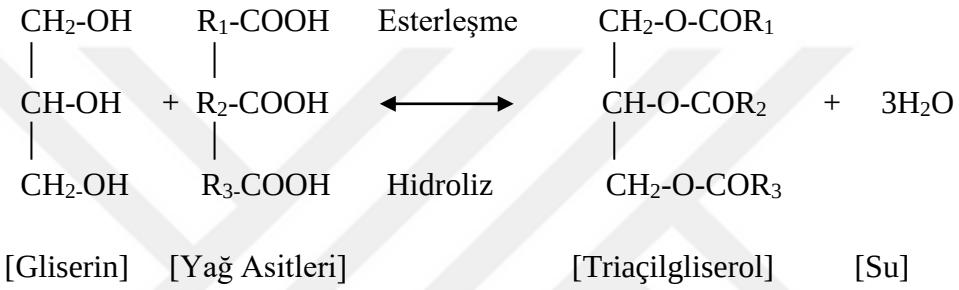
Bu çalışmada insan sağlığında önemli yere sahip çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının bileşenleri araştırılacak ve çörek otu yağındaki yapışkan, fosfolipid ve zamksı maddelerinin uzaklaştırılarak (degumming ve decolorization) çörek otu yağının piyasa değerinin ve insan sağlığındaki etkinliğinin arttırılması amaçlanmıştır. Yapısındaki yapışkan, fosfolipid ve zamksı maddeleri uzaklaştırılan çörek otu yağı sağlık ve kozmetik sektörleri için önemli hammadde olarak kullanılmaktadır.

Çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının piyasadaki müşteri talepleri araştırıldığında; bazı kullanıcılar açısından yağın koyu bir renge sahip olmasının kullanım talebini azaltıcı yönde bir etki gösterdiği tespit edilmiştir. Ağartma işlemi için uygulanan klasik yöntemde, ham yağa renk veren pigmentlerin azaltılması için yağ toz halindeki adsorblayıcı bir madde olan ağartma toprağı ile muamele edilir [4]. Tez çalışması kapsamında ilk adım olarak zamksı maddeler fosforik asitle giderilecek olup elde edilen degum çörek otu yağının bünyesindeki renk verici maddelerin bentonit ve zeolit gibi kil mineralleri kullanılarak azaltılmasıyla kullanım kolaylığı sağlamak ve ilgili firmalar tarafından ticari olarak üretimi yapılarak açık renk çörek otu yağı talebinin karşılanması amaçlanmaktadır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Yağlar ve Özellikleri

Yağlar, organik kimyada lipit olarak adlandırılan; yüksek viskoziteli ve suyla karışmayan; temel yapı taşı yağ asitleri olan yapılardır. Yağlar çok değişik şekillerde sınıflandırılabilir. Lipitler kaynakları göz önünde tutularak bitkisel yağlar, hayvansal yağlar, madeni, eteri yağlar ve mumlar şeklinde sınıflandırılır. Yağların temel kimyasal bileşenleri triaçilgliserollerdir (TAG). TAG'ler gliserin ve üç mol yağ asidinin lipaz enziminin etkisinde ve uygun bir ortamda esterleşmesi sonucu oluşurlar [1,5]. Esterleşme reaksiyonu Şekil 2.1' de gösterilmiştir.



Şekil 2.1. Triaçilgliserol Oluşum Reaksiyonu [2].

Gliserinle esterleşen yağ asidi aynı cins ise "basit gliserid", farklı ise "karma gliserid" oluşur. Yağlar çok geniş ve karmaşık bir grup olan lipidlerin en büyük sınıfını teşkil ederler. Yağın % 95-99'unu trigliseridler, % 1.5' ini de mono ve digliseridler, fosfatidler, serbest yağ asitleri, steroller, yağda çözünen vitaminler ve diğer maddeler oluştururlar. Gliserin ile doğal yağ asitleri, yağları oluşturan yapıtaşları olarak kabul görürler [6].

Gliserin, $C_3H_8O_3$ kapalı formülüne sahip bir trialkol olup yağın yaklaşık olarak % 10'unu oluşturmaktadır [6].

Doğal yağ asitleri, Doğadaki yağlarda bulunan yağ asitleri genellikle 16-18 C atomludur. Aslında tabiatta 4-24 C sayılı yağ asitleri bulunmaktadır. Fakat 16-18 C'lu olanların dışındakiler miktarca azdır. Bu yağ asitlerinin çoğu çift karbon sayılı olmakla beraber, tek karbon sayılılara da az miktarda rastlanır.

Bundan başka düz zincirli, dallanmış, doymuş veya doymamış yani çifte bağlı (– –C= C – olefin sınıfı), üçlü bağlı (–C–C ≡C – Asetilen sınıfı) yağ asitleri olabilir. Doymamış bağ sayısı, tek, iki, üç, dört, beş, altı çifte bağa kadar olabilir. Çifte bağlar izole (-C=C-C-C-C=C-) veya konjuge (-C=C-C=C-C=C-) durumunda olabilirler. Bunlardan başka dikarboksilli asitler ve alisiklik asitlere de rastlanır [6].

Triaçilgliseroller; farklı tipte yağ asitleri içerdiklerinde karmaşık yapıya sahip, tek tip yağ asidi içerdiklerinde ise basit yapılı olmaktadırlar. Triaçilgliseroller bundan dolayı da iki çeşittirler ve karmaşık yapılı TAG'lere daha fazla rastlanmaktadır [1,7].

Fosfolipidler, gliserinlere fosfor içeren bir yapının bağlanmasıyla oluşan yağın bünyesindeki kaliteyi bozan bileşenlerdendir. Fosfolipid miktarı bitkisel yağlarda % 0,1 ile 3 arasında bulunmaktadır ve yağın bünyesinden rafinasyon işlemlerinden olan yapışkan maddelerin giderilmesi (degumming) işlemi ile yağdan ayrılmaktadır [7].

Steroller; eser miktarda bulunan, yapıları düz bir zincirden ziyade yağ asitleriyle birleşmiş şekilde halkalı olan yağ bileşikleridir. Örnek olarak, hayvansal ürünlerdeki kolesterol ve bitkisel ürünlerdeki fitositerol verilebilir. Yüksek kaynama noktasına sahip, renksiz ve göreceli olarak inerttirler. Sterollerin yağın özelliklerine hiçbir katkıda bulunmadıkları düşünülse bile, ısıtılmış yağlarda bazı sterollerin polimerleşme önleyici etkisi olduğu gözlemlenmiştir [7,8].

Pigmentler; yağlar içerisindeki renk verici maddelerdir. Örnek olarak; karotenler, yağa sarı ve kırmızı rengi, klorofiller, yeşilimsi renkleri, bozunmuş karbonhidrat ve proteinler, kahverengi tonlarını, gossipol ise pamuğa sarı tonlarını vermektedir [8].

Yağların ayırt edici ve karakterlerini belirleyen koşullar yağların özelliklerini verir ve yağların özellikleri iki ana başlık adı altında toplanabilir. Bunlar; Fiziksel ve Kimyasal özellikler olmak üzere gruplandırılırlar.

Yağların Fiziksel Özellikleri

Yağlar renksiz, tatsızdır. Sarı renk yağdan eriyen bir pigment olan ksantofil ve karotenden ileri gelir, yağlarda 5–6 mg/lt karoten bulunur. Yağların yoğunluğu 0,9–0,92 g/cm^3 tür. Molekül ağırlığı ve doygunluk derecesi arttıkça yoğunluk düşer. Her yağın erime noktası farklıdır. Düz ve uzun zincirli asitleri içeren yağların erime noktası yüksektir. Çünkü bu yağların kristal yapısı kuvvetlidir ve kristaller arası bağları koparmak için daha fazla ısı gerekir. Her yağın kendine özgü bir kristal yapısı vardır. Kristal yapının şekline göre yağın kıvamı değişir. Oda sıcaklığında katı olan yağlarda kristalize olmuş miktar daha fazladır [6].

Bitkisel yağlar; alkolde çok az, suda hiç çözünmezler. Eter, kloroform, benzen, karbon sülfür, hegzan, petrol eteri, karbontetraklorür gibi organik çözücülerde ve sıcak alkolde çözünürler. Doğal olarak elde edilen doymuş ve doymamış yağ asitleri ultraviyole (UV) ve vizibil (görülebilir) alandaki ışınları absorplama özellikleri yoktur [1].

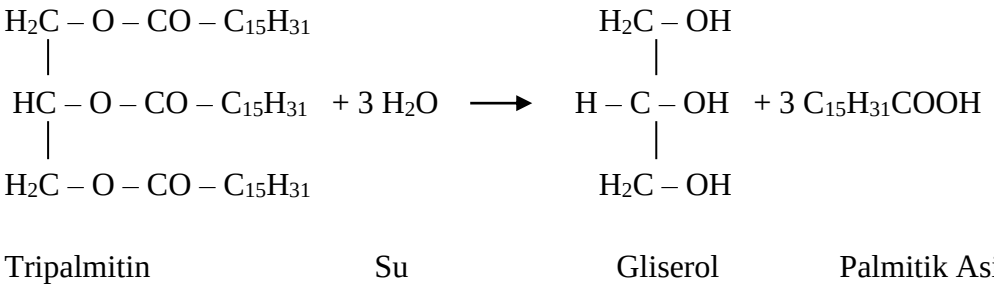
Yağların Kimyasal Özellikler

Yağlarda kimyasal reaksiyonlar ya ester bağlarında ya da çift bağlarda meydana gelir.

Bunlar:

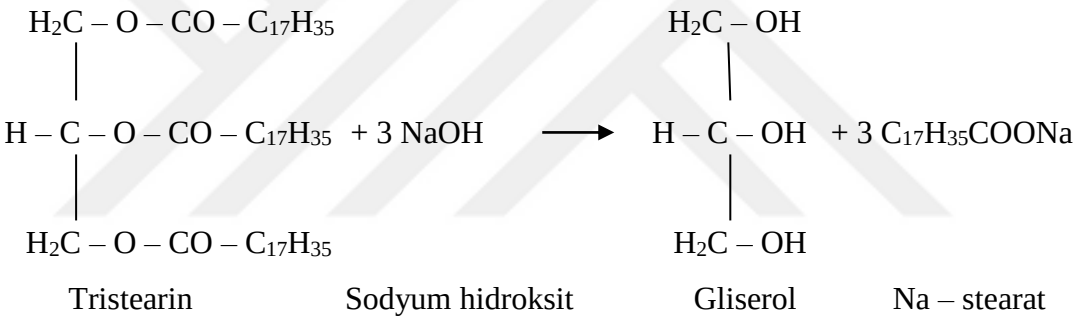
- Hidroliz
- Sabunlaşma
- Ara esterleşme (interestification)
- Yeni moleküllerin oluşması (rearrangement)

Hidroliz: Gliserit molekülünde su etkisi ile gliserol ve yağ asitleri arasındaki ester bağlarını kopması, serbest yağ asidi ve gliserol oluşmasıdır [6].



Şekil 2.2. Hidroliz Reaksiyonu [9].

Sabunlaşma: Sabun yağ asitlerinin Na veya K tuzlarıdır. Yağların NaOH, KOH gibi alkalilerle hidrolizine sabunlaşma = saponifikasyon denir. Sabunlaşma endüstriyel açıdan önemlidir [6].



Şekil 2.3. Sabunlaşma Reaksiyonu [9].

Ara Esterleşme: Trigliserit molekülünden yağ asidinin koparılarak bir başka alkole transfer edilmesidir. Ara esterleşme ticari amaçla mono ve digliseritlerin elde edilmesinde kullanılır. İşlem ortama serbest gliserol katılarak yapılır [6].

Yeni Moleküllerin Oluşması: Gliserol molekülü üzerinde yağ asitlerinin gelişigüzel dağılıp yağda homojen yapının bozulması, farklı yeni moleküllerin oluşması ve yağların fonksiyonel özelliklerinin değişmesidir [1].

2.1.1. Ticari değere sahip yağlar

İnsanlar için önemli besin öğelerinden olan yağlar, bitkisel ve hayvansal hücreler ile mikroorganizmalar tarafından sentezlenmektedirler ve ticari değerleri de büyüktür. Yemeklik yağlar da bitkisel ve hayvansal kaynaklı olmak üzere ikiye ayrılırlar.

Bitkisel kaynaklı yağlara örnek olarak, ayçiçeği, çiğit, susam, kolza, mısır, zeytin, badem, fındık, palm yağı verilirken; hayvansal yağlara örnek olarak ise, iç yağı, tereyağı ve balık yağı verilebilir [2].

2.1.1.1. Dünyadaki Yağlı Tohum Üretimi

1965-2014 yılları arasında yani son 50 yıllık dönem kapsamında dünya yağlı tohum üretimi ve üretiminde meydana gelen değişimler beşer yıllık dönemler halinde Tablo 2.1.' de verilmiştir [10].

Tablo 2.1. Dünya daki 50 Yıllık Dönemde (1965-2014) Yağlı Tohum Üretim Miktarları (milyon ton) ve Artış Oranları (%) (Anonim 2015a)

Yıllar	Ayçiçeği	Çiğit	Soya	Kolza	Y.Fıstığı	Aspir	Susam	Toplam
1965	8.0	35.7	31.7	5.2	15.8	0.5	1.7	**98.6**
1970	10.0	35.4	43.7	6.7	18.0	0.7	2.0	**116.5**
1975	9.9	36.0	64.2	8.8	19.1	1.0	1.7	**140.7**
1980	13.7	41.2	81.0	10.7	16.9	0.9	1.7	**166.1**
1985	18.9	50.7	101.2	19.2	21.0	0.9	2.3	**224.2**
1990	22.7	54.3	108.5	24.4	23.3	0.8	2.4	**236.4**
1995	26.3	56.7	127.0	34.2	28.8	0.8	2.5	**276.3**
2000	26.4	53.1	161.4	39.5	35.0	0.6	2.9	**318.9**
2005	30.7	66.7	209.7	45.3	36.5	0.6	3.3	**392.8**
2010	34.0	44.0	264.0	61.0	42.1	0.6	4.4	**450.1**
2014	40.0	45.0	315.0	71.0	45.2	0.6	4.8	**521.6**
Oransal Değer (%)	**7.67**	**8.63**	**60.39**	**13.61**	**8.67**	**0.11**	**0.92**	**100.0**
Değer Oranı (%)	**400.0**	**26.1**	**893.7**	**1265.4**	**186.0**	**20.0**	**182.4**	**429.0**

Tablo 2.1.'in incelendiğinde de görüldüğü gibi; 1965 yılında zeytin, hurma ve hindistan cevizi yağlı tohumları hariç dünya yağlı tohum üretimi 98.6 milyon ton iken, 2014 yılında 532 milyon ton olarak gerçekleşmiştir. Son 50 yıllık dönemde dünya çapında yağlı tohum üretiminde % 429' luk bir artış gözlenmektedir [10].

Yağlı tohum üretiminde en büyük artış kolza (%1.265) ve soya (%894) tohumunda olmuştur. 2014 yılında dünya yağlı tohum üretiminde soya ve kolza büyük bir dilimi kapsamaktadır [10].

2.1.1.2. Türkiye deki Yağlı Tohum Üretimi

1965 - 2014 yılları arasında yani son 50 yıllık dönemde Türkiye yağlı tohum üretimi ve üretiminde meydana gelen değişimler beşer yıllık dönemler halinde Tablo 2.2.' de verilmiştir [10].

Tablo 2.2. Türkiye deki 50 Yıllık Dönemde (1965-2014) Yağlı Tohum Üretim Miktarları (milyon ton) ve Artış Oranları (%) (Anonim 2015a)

Yıllar	Ayçiçeği	Çiğit	Soya	Kolza	Y.Fıstığı	Aspir	Susam	Toplam
1965	160	527.0	5.0	7.5	30.0	-	34.0	**763.5**
1970	375	640.0	12.0	3.2	37.0	-	36.0	**1103.1**
1975	488	768.0	6.8	0.5	40.0	-	33.0	**1336.3**
1980	750	800.0	2.3	11.5	41.0	-	26.0	**1630.8**
1985	800	828.8	25.0	0.5	59.0	-	45.0	**1757.5**
1990	860	1047	162.0	2.1	63.0	0.14	39.0	**2173.6**
1995	900	1262	5.0	-	70.0	0.13	30.0	**2267.7**
2000	800	129	44.5	0.2	78.0	0.02	23.0	**2240.7**
2005	930	930	45.0	2.0	80.0	0.22	26.0	**2013.2**
2010	1000	1000	55.0	110.0	97.3	26.00	23.4	**2311.7**
2014	1200	1200	153	112.0	123.6	76.00	17.7	**2882.3**
Oransal Değer (%)	**41.6**	**41.6**	**5.4**	**3.9**	**4.3**	**2.6**	**0.6**	**100.0**
Değer Oranı (%)	**650.0**	**127.7**	**2960**	**1393**	**312.0**	**192.3**	**-47.9**	**264.4**

Tablo 2.2.' nin incelenmesinde de görüleceği gibi, Türkiye yağlı tohum üretimi 1965 yılında 763.500 ton iken, 2014 yılında 2.882.300 tona ulaşmıştır yani son 50 yıllık dönemde Türkiye yağlı tohum üretiminde % 264' lük bir artış

sağlamaktadır. Yağlı tohum üretiminde en büyük artış soya (%2960) ve kolzada (%1393) olmuştur. Soya üretimi 1987 yılında 250 bin tonlara ulaşmış, ancak uygulanan yanlış politikalar nedeniyle 30 bin tonlara kadar gerilemiştir. Son yıllarda uygulamaya konulan prim sistemi ile üretimde önemli artışlar sağlanmıştır hatta 2013 yılında 180 bin tonlara ulaşmıştır [10].

2.2. Ham Bitkisel Yağ Eldesi

Yağlar, kaynakları bakımından bitkiler ve hayvanlarda bulunurlar ve bulundukları bu yerlerden uygun yöntemlerle çıkartılırlar. Bu amaç için geliştirilen başlıca yöntemler şunlardır:

a) Isıtarak Eritmek ve Akıtarak Ayırmak: Bu yöntem genellikle hayvansal kaynaklı yağların elde edilmesinde kullanılır. Eritme artığında kalan yağ pres veya extraksiyon ile çıkartılır. Uygulamada değişik eritme yöntemleri kullanılmaktadır.

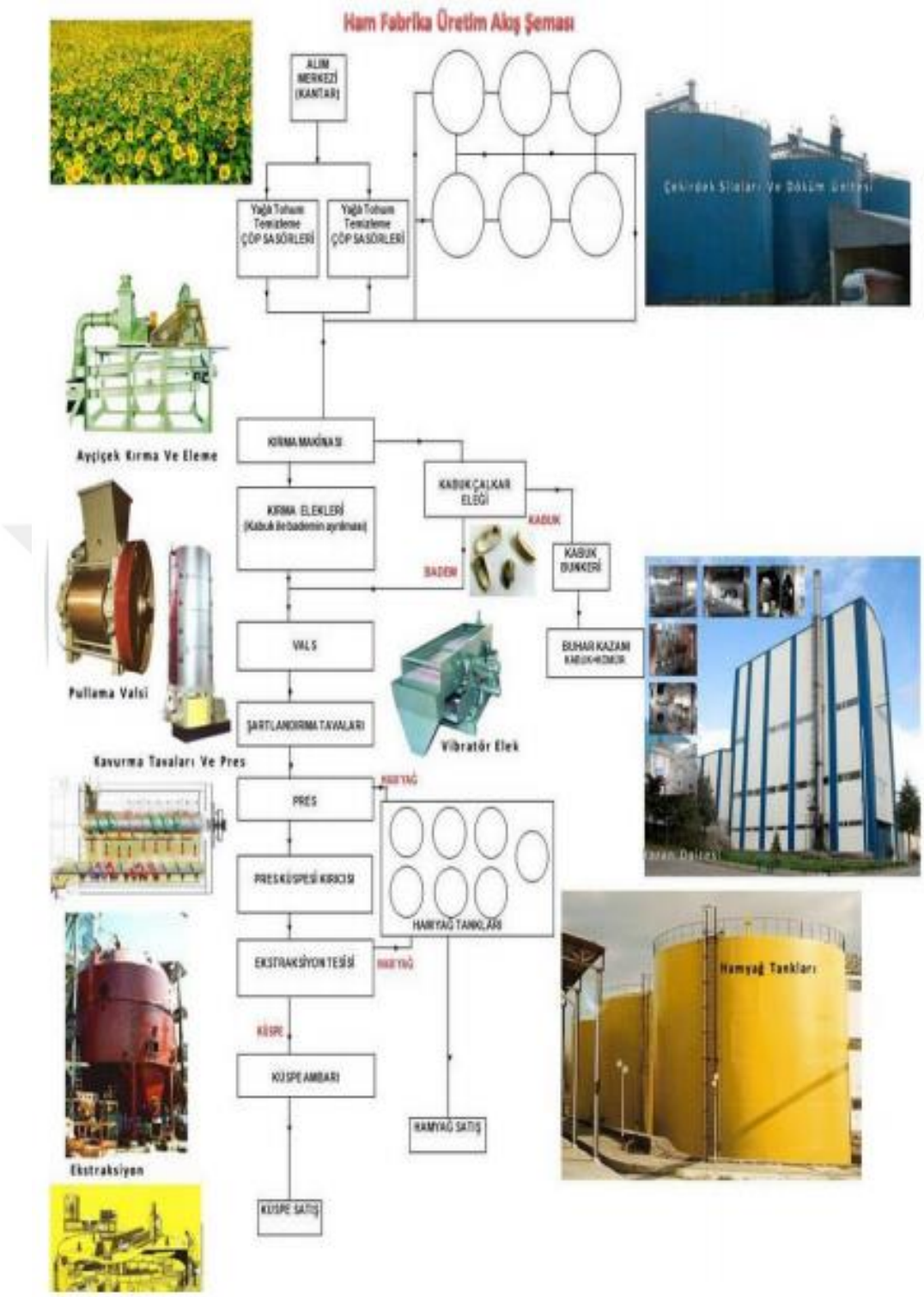
b) Pres (sıkma) İle Ayırmak: Genellikle bitkisel kaynaklı yağların elde edilmesinde kullanılır. Bitkilerin tiplerine göre değişik presyon yöntemleri uygulanır. Örneğin zeytinden zeytinyağı elde etmek için hidrolik presler kullanılırken; çiğit, ayçiçeği vb. yağların elde edilmesinde ise ekspeller presler kullanılmaktadır.

c) Extraksiyon İle Ayırmak: Bu yöntem genellikle bitkisel yağların elde edilmesinde kullanılan bir yöntemdir. Yağlı tohumlardan yağ ancak extraksiyon ile çıkartılabilir. Yağlı tohumlarından yağ elde etmek için kullanılan en uygun yöntem, ilk önce pres (sıkma) ile ayırma yaparak yağlı tohumdaki yağın büyük kısmını aldıktan sonra sıkma sonucunda çıkan küspedeki düşük orandaki yağıda extraksiyon ile ayırma yaparak almaktır yani pres extraksiyon kombine sistem kullanmaktır.

d) Santrifüj İle Ayırma: Günümüzde Türkiye'de kullanılmamaktadır. Yeni bir metod olmak ile birlikte başlangıç olarak ilk defa İtalya'da zeytinyağı üretimde uygulanmıştır [6]. Bu yöntem ile elde edilen zeytinyağının kalitesi oldukça yüksektir.

Bitkisel Yağların Hazırlanması

Yağlı tohumlara, bazı fiziksel işlemler uygulayarak tohumun bünyesindeki yağ elde edilmektedir. Ham yağın elde edilmesindeki fiziksel işlemler aşağıdaki Şekil 2.4.' de görüldüğü gibi; tarladan getirilen yağlı tohum tartıma girer sonra tohum içerisindeki pislikler temizlenir, temizlenen tohum uygun kırma makinasına gönderilir, tohumun kırma işleminden sonra ise kavurma tavalarından geçirilerek preslenir (sıcak pres yağ) veya kırma işleminden sonra direk preslenerek (soğuk pres yağ) ham yağ elde edilmiş olur ve son aşama olan filtrasyon ham yağ tanklarına depolanır. Bu işlemler sonucunda çıkan yağlı küspeye ekstraksiyon yöntemi uygulanarak yağlı küspedeki yağda kazanılmıştır ve filtre edildikten sonra ham yağ tanklarına gönderilir. Ekstraksiyon uygulanan yağlı küspe, küspe ambarına alınır ve satışı yapılır. Ham yağ tanklarındaki yağ ise yapılacak ise rafinasyona hazır veya satışa hazır halde beklemektedir [11].



Şekil 2.4. Ham Yağ Üretim Prosesi [11].

Yağlı tohumların nemlendirilmesi; Yağlı tohumlarda kabuk kırma ve ayırma, pulcuklandırma, kavurma gibi işlemlerin daha kolay uygulanabilmesi için tohumun nem oranının % 16-18 olması gerekmektedir. Bu nedenle yağlı tohumların istenen nem derecesine getirilebilmeleri için aşağıda belirtildiği şekilde nemlendirilmeleri gerekmektedir.

Tohuma verilen su, homojen bir dağılım saplamak için püskürtme şeklinde verilmelidir. Tohumun suyla temas süresi mümkün olduğunca uzun tutulmalıdır. Eğer yığında zedelenmiş tohum miktarı yüksek değilse bu süre 3-4 gün olabilir. Nemlendirmeden sonra tohumun yüzeyinde su kalmamalıdır. Nemlendirilmiş tohumlar çabuk bozulacağı için hemen yağa işlenmelidir [12].

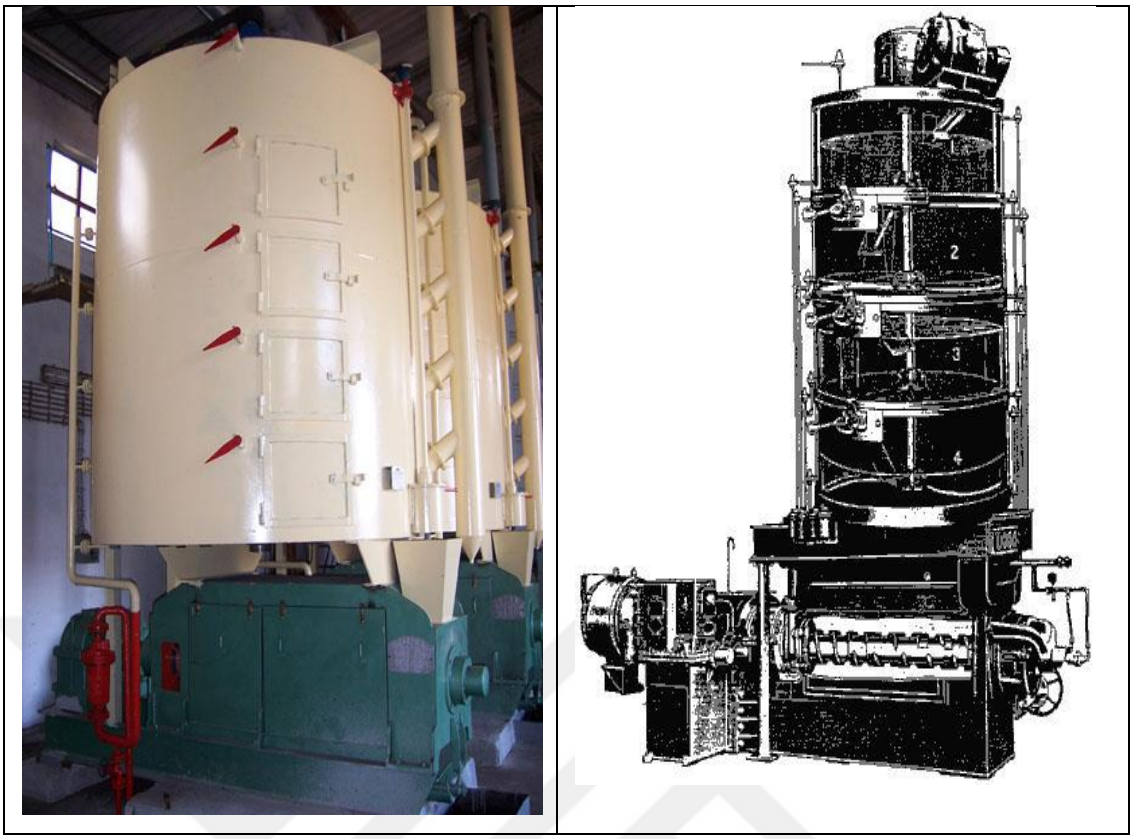
Yağlı tohumların kabuklarının kırılması ve ayrılması; Yağlı tohumların yağa işleme safhasında kabuklarının kırılıp bademden ayrılması, tohumdan yağın ayrılmasında presyon yöntemi kullanıldığında işleme randımanı, ekstraksiyon yöntemi kullanıldığında ise üretilen yağ kalitesi açısından önem taşır. Tohum partisini oluşturan daneler irilik yönünden çok büyük farklılıklar gösterirse, bunların tasnif edildikten sonra tohumlardaki kabukların önce tohum iriliğine göre ayarlanabilen diskli veya valsli kırma makinalarında kırılması, daha sonra da elekler veya pnömatik sistemler yardımı ile bademden ayrılması zorunludur. Kabuk kırma işleminde kırma sırasında sadece kabukların çıtlatılması, fakat bademin hiçbir şekilde zedelenip ezilmemesi gereklidir [6].

Kabuk ayırma işleminden sonra ezilip kavrularak preslere gelen tohum içi, içerdiği su, protein, yağ ve karbonhidratlı maddeler nedeni ile kıvamlı bir kitle oluşturduğundan pres basıncı altında bile yağ, kitle içinde oluşan cepciklerinden dışarı sızmaz. Bu nedenle badem ve kabuk birbirinden ayrıldıktan sonra badem değirmenlere sevkedilmeden önce, yağ randıman ve kalitesini etkilemeyecek miktarda tekrar kabukla karıştırılır. Pnömatik kabuk ayırma işlemlerinde hava hızını ayarlamak sureti ile de sağlanabilen uygun kabuk oranı ayçiçeği tohumlarında %5-7, pamuk çiğidinde ise %10 olarak saptanmıştır. Tohum kabuklarının kırılması amacıyla bar (çubuk) tipi ya da diskli kırma makineleri kullanılır [6].

Tohum İçinin (Bademin)Ezilmesi; Pulcuklandırma işlemiyle yağı hapseden hücre ve dokular, parçalanarak yağın kendiliğinden dışarı akışı sağlanır. Pulcuklandırma işlemiyle hem hücre içindeki yağın dışarıya sızma alanı genişletilmiş, hem de yağ çıkışına karşı tohum yapısının gösterdiği direnç azaltılmış olmaktadır. Özellikle çözgen ekstraksiyonunda çözgenin içe difüzyonu kolaylaşmakta, bu da ekstraksiyon hızını artırmaktadır [12].

Yağlı Tohumların Kavrulması; Kavrulduktan sonra preslemekle yağlı maddelerden yağın alınması daha kolaylaşır ve bunlara bağlı olarak sağlanan başlıca yararlar aşağıdaki şekilde özetlenebilir.

1. Protoplazmadaki proteini koagüle ederek, yağ damlacıklarının birleşmesine olanak vermek,
2. Sıcaklığın yükseltilmesiyle yağın akışkanlığını arttırmak,
3. Hücre zarını geçirgen (permeabl) bir hale getirmek,
4. Fosfatid ve yağa geçmesi istenmeyen diğer maddeleri çözünmez hale getirmek,
5. Yağın katı madde yüzeylerine yapışma kuvvetini (adhezyon) azaltmak,
6. Etkili bir sıkma için tohuma elastikiyet kazandırmak,
7. Bakteri ve küfleri öldürmek, enzimleri inaktive etmek,
8. Fosfatid-yağ, protein-yağ emülsiyonlarını kırmak,
9. Pamuk çiğidindeki gossipol ve susamdaki sesame bileşiklerini parçalayarak toksik özelliklerini gidermek
10. Soyada küspenin sindirilebilirliğini ve proteinin biyolojik değerini arttırmak [6].



Şekil 2.5. Kavurma ve Presleme Cihazı [6]

Şekil 2.5.' in üst kısmında görünen(beyaz) 4 kademeli kısım iç malın (elenmiş kırılmış ezilmiş tohumun) kavrulduğu (ısıl işlem gördüğü) kısımdır, yukarıdan giren iç mal her katta artan sıcaklıklarda kavrula kavrula aşağıya doğru iner. Altta görünen (yeşil) kısım ise sonsuz (sürekli) vidalı prestir, kavrulan iç mal burada sıkıştırılır presin kenarlarından ham yağ çıkarken presin kafasından küspe çıkar [6].

Kesintili çalışan preslerde randımanlı bir üretim için aşağıdaki hususlar göz önünde tutulmalıdır.

a) Küspede kalan yağ miktarı ile presleme basıncı ve presleme süresi arasında çok yakın bir ilişki söz konusu olup, sıkma sırasında presin azami basıncına yavaş yavaş, aşamalı olarak ve en az 20 dakikada ulaşılmalıdır. Ayrıca materyal en yüksek basınç altında da içerdiği yağın akması için 20-30 dakika civarında bekletilmeli, toplam presyon süresi 40-60 dakika kadar olmalıdır [6].

b) Tohumdaki nem ve sıcaklığın hem birbirlerine hem de pres randımanı üzerine etkisi vardır. Kavurma sonucu küspede %5.0-6.0 oranında nem kaldığı ve 99˚C'nin üzerindeki sıcaklık uygulamalarının özellikle küspe kalitesini düşürdüğü düşünülürse sıkmanın 93-99˚C arasında yapılması gerektiği anlaşılır.

c) Tohuma belirli oranlarda kabuk karıştırılması pres randımanı açısından yararlı olmaktadır. Ancak bu işlemde pres randımanı yanında elde edilecek küspe ve yağ kalitesi de önemli olacağından katılacak tohum kabuğu oranının ön denemelerle hiç olmazsa her tohum çeşidi için saptanması lazımdır.

d) Küspe kalınlığı pres verimini etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Yapılan araştırmalara göre preste en yüksek ve ucuz verim, presin sıkıldıktan sonra 2,5 cm. küspe kalınlığı verecek şekilde yüklenmesi halinde sağlanmaktadır. Daha fazla yükleme halinde pres basıncı artırılırsa dahi, bu basıncın gerektirdiği masrafı karşılayacak bir randıman artışı sağlanamamaktadır [6].



Şekil 2.6. Presyon Cihazı [6]

Günümüzde et kıyma makinaları esasına göre çalışan presyon yöntemi ile yağ elde etmede, sürekli çalışan vidalı presler yaygın olarak kullanılmaktadır. Pres kafesi içine yerleştirilmiş olan sonsuz vida bir yandan tohum ezmesini ileri doğru iterken bir yandan da daralan kanal nedeni ile preslemeye başlamaktadır. Bu nedenle tohumdaki yağ kafes cidarlarından süzülerek çıkarken, yağı alınan küspe de pres çenesinden dışarıya atılır [6].

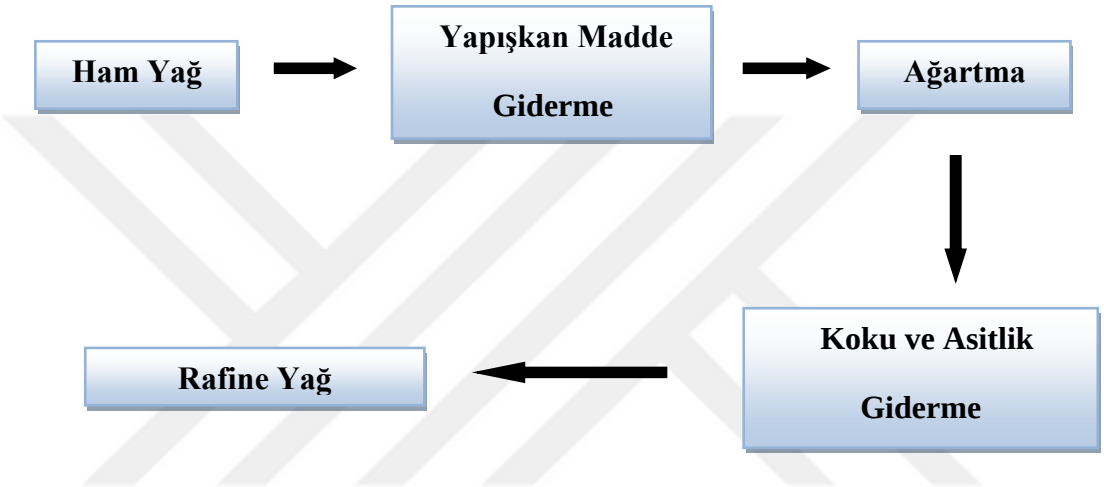
2.3. Ham Bitkisel Yağların Rafinasyonu

Ham bitkisel yağın bünyesinde; fosfolipidler, reçineler, iz metaller, serbest yağ asitleri, renk ve koku maddeleri bulunmaktadır. Bu maddeler ham bitkisel yağın kalitesini ve değerini düşürmesine sebep olduğundan ham bitkisel yağdan uzaklaştırılması gerekir. Ham bitkisel yağdaki bulunan ve safsızlığı sebep olan bu maddeleri uzaklaştırma işlemlerine rafinasyon denilmektedir. Ham bitkisel yağların rafinasyonu fiziksel ve kimyasal rafinasyon olmak üzere iki yöntem ile ifade edilir. Fiziksel ve kimyasal rafinasyonun ilk aşaması yapışkan maddelerin giderilmesi aşamasıdır. Fiziksel rafinasyon üç aşamadan meydana gelmektedir. Fiziksel rafinasyonun ilk aşaması yapışkan maddelerin uzaklaştırılması, ikinci aşama renk açma ve son aşama ise asit ve koku giderme işlemidir. Bu işlemi tek bir basamak olan buhar distilasyonu ile de yapmak mümkündür. Kimyasal rafinasyon ise beş aşamadan oluşmaktadır. Kimyasal rafinasyonun ilk aşaması yapışkan maddelerin giderilmesi, ikinci aşama asitliği gidermek, üçüncü aşama yağın rengini açmak, dördüncü aşama ise yağda kokuya sebep olan maddeleri uzaklaştırmaktır ve son yani beşinci basamak yağın bulanmasına sebep olan maddelerin soğutarak uzaklaştırılması işlemidir. Bu işlem yemeklik yağlarda yani ayçiçeği, mısır ve çiğit gibi yağlarında yapılmaktadır [6, 13].

Yağlar özelliklerine göre; fiziksel rafinasyon, kimyasal rafinasyon ve ikisininde birlikte olduğu fiziksel-kimyasal rafinasyon uygulanmaktadır. Proses açısından ekonomik olmasından dolayı fiziksel rafinasyon tercih edilmektedir. Palm, hindistan cevizi yağı gibi yağlar düşük fosfolipid içerikleri nedeniyle fiziksel rafinasyon için uygundurlar. Kanola, ayçiçeği, mısır gibi tanelerinden elde edilen yağlar bölgesel çevrenin gerektirdiklerine ve proses ekonomisine bakılarak her iki kategori için uygun olabilirler [8].

2.3.1 Fiziksel Rafinasyon

Fiziksel rafinasyonu; kimyasal rafinasyondan ayıran en önemli fark asitlik giderme ve tat-koku giderme işlemlerinin aynı kademede, su buharı distilasyonu ile gerçekleştirilmesidir. Fiziksel rafinasyondaki iki aşamanın aynı kademede giderilmesine olanak tanıyan etken ise yağda doğal halde bulunan ve uzaklaştırılması gereken tat ve koku maddeleri ile serbest yağ asitlerinin buhar basınçlarının birbirine yakın olmasıdır. Bu işlemle yüksek asitli yağların asitliği % 0,2 seviyelerine kadar düşürülebilmektedir [2, 14].



Şekil 2.7. Fiziksel Rafinasyonun Şematik Gösterimi [15].

Fiziksel rafinasyonu Başoğlu, F., Pokorny, J. ve Cmolik, J.' inde dedikleri gibi kimyasal rafinasyondan ayıran tek farkı koku ve asit giderme aşamalarının tek kademede giderilmesidir. Fiziksel rafinasyonda bu iki aşamanın aynı safa da yapılmasına olanak sağlayan sebep koku maddeleri ve serbest yağ asitlerinin buhar basınçlarının birbirine yakın olması ile bu iki bileşen aynı aşamada yağın bünyesinden uzaklaştırılmaktadır. Fiziksel rafinasyon da koku giderilmesi ve asit giderilmesi işleminin tek aşamada yapılması kimyasal rafinasyona göre maliyette bir düşüş sağlamaktadır [2,14].

Fiziksel rafinasyonun avantajı; yüksek yağ verimine sahiptir, (yapışkan maddelerin giderilmesi aşamasında) fosforik asit, sülfürik asit ve kostik soda kullanımında düşüşler sağlar, harcanan ve atık olarak çıkan suda da düşüşler yaparak göreceli olarak %75-90 dolaylarında doğaya zararı azaltmıştır [15].

Fiziksel rafinasyonda en çok kullanılan buhar distilasyonu yönteminin yanında, inert gaz ile sıyırma, moleküler distilasyon, membran rafinasyonu, çözücü ile ekstraksiyon, süperkrtik CO_2 ile rafinasyon gibi çeşitleri de vardır [14].

2.3.2 Kimyasal Rafinasyon

Ham Bitkisel yağların rafinasyonunda kullanılan en yaygın yöntem kimyasal rafinasyondur. Kimyasal rafinasyonun aşamaları; yapışkan maddelerin uzaklaştırılması, asit giderilmesi, renk açma (ağartma), koku giderimi ve rafinasyonu yapılan yağda bulanıklığa sebep olan bileşenler mevcut ise son aşama soğutma işlemleri yapılır ve rafine bitkisel yağ elde edilir [2].

Tablo 2.3. Yemeklik yağlarda kimyasal rafinasyon basamakları, ayrılan ve üretilen maddeler [2, 16].

Basamaklar	Ayrılan Maddeler	Üretilen Yan Ürün
1.Yapışkan Madde Giderme (Degumming)	Fosfolipidler, Şekerler Reçineler, Proteinli Bileşikler, İz Metaller	Lesitin
2.Asitlik Giderme (Nötralizasyon)	Serbest Yağ Asitleri, Pigmentler, Vitaminler, Soapstock	Soapstock (Yağ Asidi İçerir.)
3.Ağartma (Bleaching)	Renk Maddeleri,Vitamin, Antioksidanlar	Harcanan Ağartma Toprağı
4. Koku Giderme (Deodorizasyon)	Uçucu Oksidasyon Ürünleri, Aldehitler, Ketonlar, Yağ Alkolleri, Sülfür Bileşikleri	Koku Giderme Distilatı (Fitosterol ve Tokoferol İçerir.
5.Vinterizasyon (Soğutma)	Stearinler, Mumsu Maddeler	Mumsu Maddeler, Doymuş TAG'ler

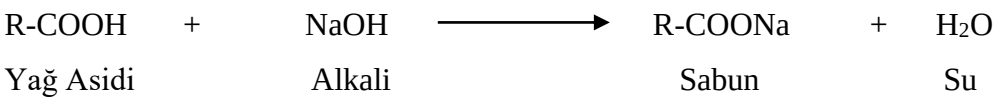
2.3.2.1 Yapışkan Maddelerin Uzaklaştırılması

Kimyasal rafinasyonun ilk aşaması, ham bitkisel yağın bünyesindeki yapışkan maddeler, fosfolipidler, şekerler, reçineler, proteinli bileşikler ve iz metaller gibi safsızlığa sebep olan maddelerin uzaklaştırıldığı aşamadır. Safsızlığa sebep olan bu maddelerin yağdan uzaklaştırılmasında çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bunların en yaygın olarak kullanılanları; hidratasyon yöntemiyle yapışkan maddelerin uzaklaştırılması, asidik yöntemle yapışkan maddelerin uzaklaştırılması ve enzimatik yolla yapışkan maddelerin uzaklaştırılması yöntemleridir.

Hidratasyon yöntemiyle yapışkan maddelerin uzaklaştırılmasında yağda bulunan suda hidrate olabilen fosfolipidlerin uzaklaştırıldığı yöntemdir. Asidik yöntemle yapışkan maddelerin uzaklaştırılması ise hidrate olamayan fosfoliplerin asit çözeltisi ile muamele edilerek yağın bünyesinden uzaklaştırıldığı yöntemdir. Bir diğer yaygın olarak kullanılan yöntem ise enzimatik yolla yapışkan maddelerin uzaklaştırıldığı yöntemdir. Enzimatik yolla yapışkan maddelerin uzaklaştırıldığı bu aşamada su ve asit çözeltisi ile muamele edildiğinde dahi hidrate olamayan fosfolipidlerin fosfolipidin cinsinr uygun enzim kullanılarak yağın bünyesinden uzaklaştırıldığı aşamadır. Yapışkan maddelerin uzaklaştırılmasında yağın bünyesindeki safsızlığa sebep olan bu maddelerin yağdan uzaklaştırılması amaçlanmaktadır [2].

2.3.2.2 Asitlik Giderme

Kimyasal rafinasyonun bir diğer basamağı; asit giderme (nötralizasyon) dir. Asit gidermede, ham yağın içerisine alkali çözelti eklenmesiyle birlikte birçok fiziksel ve kimyasal reaksiyonlar meydana gelir buradaki ana reaksiyon, alkali yapı ve serbest yağ asitlerinin bir araya gelerek oluşturdukları sabunlaşma reaksiyonudur.



Şekil 2.8. Sabunlaşma Reaksiyonu

Şekil 2.8.' de görüldüğü gibi serbest yağ asitleri sabunlaşma reaksiyonu vererek yağdan uzaklaştırılırlar, reaksiyon sonucunda oluşan sabun, suda çözünebilir ama yağda çözünmemektedir. Bundan dolayı da bu işlem ile su fazıyla uzaklaştırılabilir hale gelir. Böylelikle yağ içerisindeki serbest yağ asidi oranı % 0,1 seviyelerine iner [2, 17, 18].

2.3.2.3 Renk Açma (Ağartma)

Kimyasal rafinasyonun 3. basamağını ağartma işlemi oluşturmaktadır. Bu basamakta amaç, ham yağın doğal olarak içerdiği kabuklardan yağa geçen ve tohumun işlenmesi sırasında oluşan renk maddelerinin uzaklaştırılmasıdır. Bu maddeler yağın yapısında bulunan doğal renk maddeleri (α, β karoten, ksantofil, klorofil…) olabildikleri gibi oksidatif tepkimeler sonucu da oluşabilirler. Yağa renk veren maddeler kolloidal halde bulunduklarından adsorbsiyonla alınırlar. En önemli adsorbsiyon maddesi ağartma toprağıdır (hidrate olmuş alüminyum silikat), diğerleri sülfürik ya da klorik asitle işlenmiş topraklar, aktif karbon, bentonit ve montmorillonit killeri gibi çeşitli adsorbant maddelerdir. Ağartma maddesi yağın % 0,2 – 2' si arasında konulur. Adsorbsiyon sırasında renk maddeleri yanında, kalan sabun, Fe, Cu, Pb gibi ağır metal iyonları ve her türlü okside olmuş maddeler ve polisiklik aromatik hidrokarbonlar da ortamdan uzaklaştırılır, böylelikle peroksit sayısı da düşürülmüş olur. Bozuk renkler ile istenmeyen tat ve koku arasında bir bağlantı olduğundan bu işlemin tat ve kokuya da olumlu etkisi bulunmaktadır
[2, 19, 20].

2.3.2.4 Koku Giderilmesi

Kimyasal rafinasyonun diğer basamağı koku giderme işlemi; katı ve sıvı yağlarda doğal olarak bulunan veya diğer rafinasyon işlemleri sonucunda oluşan bazı tat ve koku maddeleri gibi uçucu bileşiklerin, direkt buhar distilasyonu yoluyla yağdan ayrılması işlemine koku giderme (deodorizasyon) adı verilir. Rafinasyon ardından iyi bir koku giderme işlemine tabi tutulan yağın ancak bir uzman yardımıyla hangi yağ olduğu anlaşılabilir ve bu işlemle yüksek kaliteli, bozulmayan, yumuşak, kokusuz sıvı yağ üretilir.

Koku maddelerinin temizlenmesinin yanı sıra bu işlem ile asit giderme işleminden kalan serbest yağ asitleri de düşürülür, hatta miktarca % 0,015' e varan düşüşler sağlanmaktadır. Ayrıca ağartma işleminin ardından kalan peroksitler de bu işlemle giderilerek yağın stabilitesine katkıda bulunulur ve koku giderme işlemi yüksek sıcaklıklarda meydana geldiğinden daha önceki işlemlerde içerikte kalan pigmentler de parçalanırlar ve böylelikle yağın renginde de tekrar açılma meydana gelmektedir [2].

2.3.2.5 Soğutma (Vinterizasyon)

Bu işlem yemeklik yağlarda bulunan doymuş triaçilgliserollerin, özellikle stearinlerin 8-10 °C' de donarak yağı bulandırmalarını önlemek amacıyla yapılır. İşlem genellikle yemeklik yağlardan olan ayçiçeği, pamuk çekirdeği ve mısır gibi yağlara uygulanır. Bazı yağlar kendinden mumsu madde içermedikleri halde tohumlarının içerisindeki mumsu maddeler ayrılma esnasında yağa geçer bu tip yağlarda vinterizasyon işlemine ihtiyaç duyarlar. Sadece soya ve kanola yağı ise uygulanan işlemden bağımsız olarak mumsu maddeler içermezler. Vinterizasyon işlemi için rafinasyonu sonlandırılan yağ, kristalizatöre alınır ve genellikle 0-10 °C dolaylarında olan kristalizasyon sıcaklığına kadar soğutularak yüksek sıcaklıklarda ergiyen triaçilgliseroller (genelde stearin) mumsu maddelerden, soğuk filtrelerden geçirilerek ayrılırlar. Soğutma işleminin sonunda ayrılan maddelerden olan stearinler hayvan beslenmesinde enerji kaynağı olarak kullanılmaktadır [2].

2.4. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağının Özellikleri ve Faydaları

2.4.1. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Tohumu

Çörek otu *(Nigella sativa* L.*),* Ranunculaceae ailesinden olmakla birlikte tohumları yemeklerde ve tedavi amaçlı çeşitli karışımlarda kullanılmaktadır. Çörek otu tohumları, yağ içeriği bakımından kütlece % 30-40' lık dilime sahiptir [21].



Şekil 2.9. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Tohumu ve Yağı

Türkiye' de yetiştirilen çörek otu tohumunun içerdiği başlıca bileşenler ve mineral oranları Tablo 2.4.' de belirtilmektedir [21].

Tablo 2.4. Türkiye' de Yetiştirilen Çörek Otu Tohumunun Bileşimi [21].

	Bileşim, % Ağırlık
Nem	6,4±0,15
Yağ	32,0±0,54
Ham Protein	20,2±0,82
Karbonhidratlar	37,4±0,87
Mineraller (µg/100g)	
Kalsiyum	188±1,5
Demir	57,5±0,5
Sodyum	85,3±16,07
Potasyum	1180±10,0

Çörek otu tohumunun yetiştirildiği bölgelerdeki iklimsel farklılıklara bağlı olarak elde edilen çörek otu yağlarının özelliklerin de ve bazı karakterizasyon değerlerinde farklılıklar göstermektedir. Yağın kalitesini etkileyen; asit değeri ise serbest ya da esterleşmemiş yağ asitlerinin ölçüsünü, iyot değeri, sabunlaşma değeri ise ortalama açil zinciri uzunluğunu ve yoğunluk değerleri de Tablo 2.5.' de gösterilmektedir [19].

Tablo 2.5. Farklı Ülkelerde Yetiştirilen Çörek Otu Tohumu Yağlarının Karakterizasyonu [21].

Bölge (kaynak)	Asit Değeri	Sabunlaşma Değeri	İyot Değeri	Sabunlaşmayan Madde (%)	Yoğunluk g/ml, 20°C
Çekoslavakya	29,42	201,98	107,40	-	0,8960
Hindistan	40,64	169,90	116,90	4,00	0,9164
Mısır	30,30	196,30	114,50	0,66	0,9207
Orta Doğu	11,00	189,40	124,63	-	0,9201
Türkiye					
Kütahya	39,61	212,75	116,63	3,47	0,9221
Denizli	36,74	230,50	112,32	5,38	0,9188
Konya	37,50	201,80	112,50	1,52	-

2.4.2. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağı

Nigella sativa L. bitkisi tohumlarından elde edilen bu kıymetli yağın üretimi ve tüketimi Akdeniz ülkelerinde oldukça yaygındır. Bitki tohumlarının yüksek basınç altında soğuk preslenmesi sayesinde yağ elde edilmektedir. Hassas bir şekilde uygulanan işlem, esansiyel yağların elde edilmesi açısından çok önemlidir. Kızılımsı sarı renkte, acı ve aromatik kokusu olan bir yağdır. Çörek otu yağının fiziksel ve kimyasal karakteristikleri Tablo 2.6.' da verilmiştir [22].

Tablo 2.6. Çörek Otu Yağının Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri [22].

Kırılma İndisi, n_D^{20}	**1,4649**
Yoğunluk, d_4^{15}	**0,925**
Katılaşma Noktası, ˚C	**<0**
Sabunlaşma Sayısı	**195-207**
İyot Sayısı	**107-117**
Sabunlaşmayan Madde, %	**0,5**

Farklı bölgelerde yetiştirilmiş *Nigella sativa* L. tohumlarından elde edilen yağların, yağ asidi bileşimleri Tablo 2.7.' de verilmiştir. Yağ asidi bileşimleri incelendiğinde çörek otu yağının %80' inini oleik ve linoleik asitlerinin oluşturduğu görülmektedir ve bundan dolayı da *Nigella sativa* L. tohumlarından elde edilen yağın oleik-linoleik grubu bitkisel yağlardan olduğu söylenebilir. Türkiye ve Orta Doğu yağ örneklerinde, yağ asitlerinin %25'ini oleik asit, %62'sini linoleik asit oluştururken, %1'den az oranda linolenik asit de bulunmaktadır [21].

Bu yağlarda başlıca yağ asidi linoleik asit iken, önceki çalışmalarda kullanılan Hindistan ve Mısır kökenli yağlarda başlıca yağ asidi oleik asit olarak belirlenmiştir. Bu farklılığında sebebi yine iklimsel koşulların değişikliğinden meydana gelmektedir. Tohumdan elde edilen yağdaki başlıca doymuş yağ asidi ise, yaklaşık olarak %13' lük kısma sahip olan palmitik asittir. Doymuş yağ asidi olarak daha az miktarlarda stearik, arahidik ve behenik asit de bulunmaktadır. Sadece Konya tohumlarının yağında %0.2 palmitoleik saptanmıştır [21].

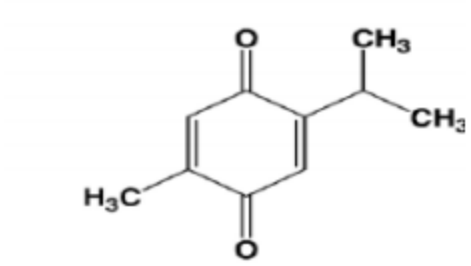
Tablo 2.7. Farklı Bölgelere ait *Nigella Sativa* L. Tohumu Yağlarının Yağ Asidi Bileşimi [21]

Yağ Asitleri	Yağ Asidi, %					
				Türkiye		
	Hindistan	Mısır	Orta Doğu	Kütahya	Denizli	Konya
Miristik	0,29		0,16	0,45	0,34	0,19
Palmitik	7,08		12,08	12,97	12,70	12,07
Palmitoleik	-	11,80[a]	-	-	-	0,23
Stearik	2,74		3,11	20,8	1,99	3,01
Oleik	49,67	48,76	24,64	21,84	22,03	20,54
Linoleik	40,22	37,56	56,12	61,84	62,53	60,25
Linolenik	-	1,88	0,70	0,33	-	-
Arahidik	-	-	-	0,22	0,24	-
Behenik	-	-	-	0,19	0,17	-
Eikosadienoik	-	-	2,53	-	-	3,71

Türkiye'de Ege, Afyon, Isparta, Burdur ve Trakya Bölgelerinde tarımı yapılmakta olup önemli olarak iki çeşit çörek otu bilinmektedir. Bunlar, Şam çörek otu ve Kır çörek otu olarak bilinir [23].

Ülkemizde 12 kadar Nigella türü yetişmekte olup henüz çoğu yeteri kadar araştırılmamıştır. En yaygın ve en iyi bilineni; N. Sativa'ya benzeyen, N. Arvensis L. olup bu da kullanılmaz. N. Damascena L. yabani olarak yetişir (Şam çörek otu) [23].

Timokinon, $C_{10}H_{12}O_2$ kapalı formunda olup (2-izopropil-5-metil 1, 4-benzokinon) çörek otu yağının uçucu kısmında % 18.4-24 oranında bulunan en önemli biyoaktif bileşendir [24]. Timokinonun kimyasal yapısı Şekil 2.10.' da verilmiştir.



Şekil 2.10. Timokinonun Kimyasal Yapısı [24]

Timokinonun (TQ); Antihiperlipidemik ve Antihiperkolesterolemik, Anti-diyabet, Antitümoral ve Antikanserojen, Sindirim Sistemi, İmmun Sistemi, Sinir Sistemi, Solunum Sistemi, Dolaşım Sistemi ve Boşaltım Sistemi üzerine çalışmalar yapılmıştır [25].

Antihiperlipidemik ve antihiperkolesterolemik etkisi üzerine incelemeler yapıldığında günümüzde tükettiğimiz besinlerin içerisindeki yağ oranının giderek artması, vücudumuzda yağlanmaya ve obeziteye sebep olmaktadır. Obeziteye bağlı olarak hiperleptinemik, hipertrigliseridemik ve hiperkolesterolemik etkilere sebep olduğu bilinmektedir [25]. Zaoui ve arkadaşları, 2002 yılında yaptıkları çalışmada, çörek otu yağının 6. haftadan itibaren canlı ağırlığını düşürdüğünü ve bu düşüşün de timokinonun besin alımını azaltıcı etkisinden kaynaklandığı bildirilmektedirler [26].

Anti-diyabet etkisi üzerine; Fararh ve arkadaşları, 2005 yılında yaptıkları çalışmada, çörek otu yağının uçucu kısmındaki bioaktif bileşen olan timokinonun antidiyabetik etkiye sahip olduğunu bildirmektedirler [27].

Antitümoral ve antikanserojen etkisi üzerine; *Nigella Sativa L.* tohumlarından elde edilen çörek otu yağı ve yağın uçucu kısmının bioaktif bileşeni olan timokinonun, antitümöral ve antikanserojen etki gösterdiği kanıtlanmıştır [25].

Çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağı ve yağının uçucu kısmındaki bioaktif bileşeni olan timokinonun (TQ) sindirim sistemi, immun sistemi, sinir sistemi, solunum sistemi, dolaşım sistemi ve boşaltım sistemi üzerine birçok bilimsel çalışma yapılmış olup yukarıdaki adı geçen sistemlerin üzerinde iyileştirici etki gösterdiği kanıtlanmıştır [25].

Çörek otu tohumundan yüksek basınç altında soğuk preslenmesi sonucunda çıkarılan yağ; geleneksel olarak, cilt döküntüleri, felç, sırt ağrısı, romatizma ve diğer iltihaplı hastalıkların tedavisinde kullanılmaktadır. Cilt bakımında, nemlendiricilerde yağ ve kırışık karşıtı madde olarak, sedef hastalığı ve egzama gibi rahatsızlıkların tedavisinde veya yanık, enfeksiyon ve eklem ağrılarının tedavisinde çeşitli karışımlar ile kullanılmaktadır [21].

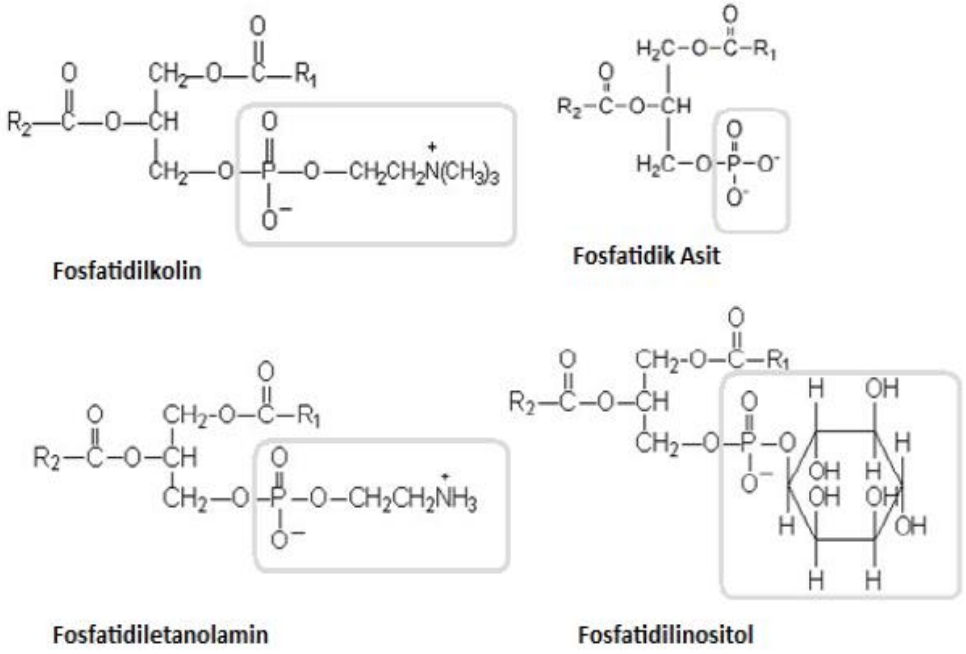
Kanter ve arkadaşları, 2005 yılında yaptıkları çalışmada, çörek otu yağı *(Nigella sativa* L.*)* ve thymoqinonun sindirim sistemine etkileri üzerine çalışma yapmışlardır. Bu çalışmada çörek otu yağının uçucu kısmındaki biyoaktif madde olan thymoqinonun bağışıklık sistemini güçlendirdiği belirtmişlerdir [28].

İlhan ve çalışma arkadaşları, 2005 yılında yaptıkları çalışmada, insan vücudun da meydana gelen zararlı maddelerin çörek otunun *(Nigella sativa* L.*)* uçucu kısmındaki timokinonun antioksidan etkisi ile oluşan zararlı maddeleri yok ettiğini tespit etmişlerdir [29].

Rooney ve arkadaşları, 2005 yılında yaptıkları çalışmada, çörek otu yağının *(Nigella sativa* L.*)* içerisindeki etkin maddelerin (Alfa – Hederin, Thymoquinon) kanser hücrelerinin gelişmesini durduğunu hatta gerilettiği kanısına varmışlardır [30].

2.5. Fosfolipidler

Fosfolipidler, yağda çözünebilen, yapıları TAG' lere benzemekle birlikte üç yerine iki yağ asidi içeren ve diğer zincirleri de fosfat esterlerinden meydana gelen bileşenlerdir. Fosfolipidler ham yağın rafinasyonu ve depolanması esnasında problem oluştururlar. Bu yapıların büyük bir bölümü su ile temas halinde çözünmeyip şişerek topaklanırlar ve giderilmesi güç, yapışkan bir madde halinde çökelirler. Bu nedenle yemeklik yağ teknolojisinde bu yapıları isimlendirmek için "reçine" terimi kullanılmaktadır. Fosfolipidleri ifade etmek için literatürde kullanılan bir diğer terim ise "fosfatit"lerdir. Yağlı tohumlarda fosfolipid içerikleri ve çeşitleri, tohumların türüne göre farklılık gösterirken aynı tür içerisinde de dahi farklılıklar mevcuttur. En yaygın bulunan fosfolipidler ise; fosfatidilkolin (PC), fosfatidiletanolamin (PE), fosfatidilinositol (PI) ve fosfatidik asittir (PA) [31]. Şekil 2.11' de fosfolipid çeşitlerinin moleküler yapıları görülmektedir.



Şekil 2.11. Bazı Fosfolipidlerin Moleküler Yapıları [31]

Ham bitkisel yağın bünyesindeki fosfolipidler yağda safsızlığa sebep olmaktadır. Safsızlığa sebep olan fosfolipidler kimyasal ve fiziksel rafinasyonun ilk aşaması olan yapışkan maddelerin giderilmesi (degumming) aşamasında yağın bünyesinden uzaklaştırılmaktadır. Fosfolipidlerin tür ve özelliklerine bağlı olarak suda hidrate olabilen fosfolipidler hidratasyon yöntemiyle yapışkan maddelerin giderilmesi ile uzaklaştırılırken, suda hidrate olamayan fosfolipid türleri için uygun asit çözeltisi kullanılarak hidrate edilir ve bu yönteme ise asidik yolla yapışkan maddelerin giderilmesi denilmektedir. Bazı fosfolipid türleri vardır ki su ve asit çözeltisi ile hidrate edilemeyip yağın bünyesinden uzaklatırılamazlar, bu fosfolipid türleri içinde enzim kullanılır ve bu yönteme ise enzimatik yolla yapışkan maddelerin giderilmesi denilmektedir. Fosfolipidlerin tür ve özelliklerine göre uygun olan degumming işlemi rafinasyon safhasında uygulanmaktadır. Yapışkan maddelerin giderilmesi aşaması sırasında yağın bünyesinden atılan lesitinler gıda ve benzer sektörlerde emülsiyon olarak kullanılmaktadır [1, 8].

2.6. Renk Verici Maddeler

Ham bitkisel yağlara rafinasyon işlemlerinin yapılmasının amacı yağın bünyesindeki; fosfolipiler, zamksı maddeler, serbest yağ asitleri, renk ve koku maddeleri gibi yağın kalitesini etkileyen maddelerin yağdan uzaklaştırılmasıdır. Yağın bünyesindeki safsızlığa sebep olan bu maddeler çeşitli rafinasyon aşamaları ile yağdan uzaklaştırılmaktadır. Ham bitkisel yağa uygulan rafinasyon aşamalarından biri de ağartma (renk açma) aşamasıdır. Ağartma işlemi yağın bünyesindeki renk verici maddelerin yağdan uzaklaştırılması aşamasıdır. Renk verici maddelerden aşağıda söz edilmiştir.

Karoten ve karotenoitler ($C_{40}H_{56}$), safran, havuç, palmyağı gibi karoten içeren çeşitli bitkisel kaynaklardan, alglerden, bazı küf ve bakteri türlerince sentezlenerek çözgen ekstraksiyonuyla elde edilebilmektedirler [32].

Karotenoid sınıfından olan karotenlerin başlıca renk maddesi β-karoten olup, alfa ve gama karoten yapıları da bulunmaktadır. β- karoten, açık sarı veya turuncu renkte bir pigment olup A vitaminin öncül maddesidir. β-karoten bağırsak epitel hücrelerinde A vitaminine dönüştürülmekte ve karaciğerde palmitat esteri olarak depolanmaktadır [33].

Klorofiller, yüksek yapılı bitkilerde fotosentezi gerçekleştiren yeşil renkli pigment olarak bilinmekle birlikte fotosentetik porfirin pigmentinin bütün sınıflarını kapsamaktadır. Yeşil yaprakların ve bazı ham meyvelerin yeşil rengini veren bu pigment, klorofil "a" (mavi-yeşil) ve klorofil "b" (sarı-yeşil) olarak iki formda bulunur ve genel olarak bitkilerdeki oranları 3:1'dir [34].

Pigmentler; yağlar içerisindeki renk sağlayıcı maddelerdir, örnek olarak, karotenler, yağa sarı ve kırmızı rengi, klorofiller, yeşilimsi renkleri, bozunmuş karbonhidrat ve proteinler, kahverengi tonlarını, gossipol ise pamuğa sarı tonlarını sağlamaktadır [8].

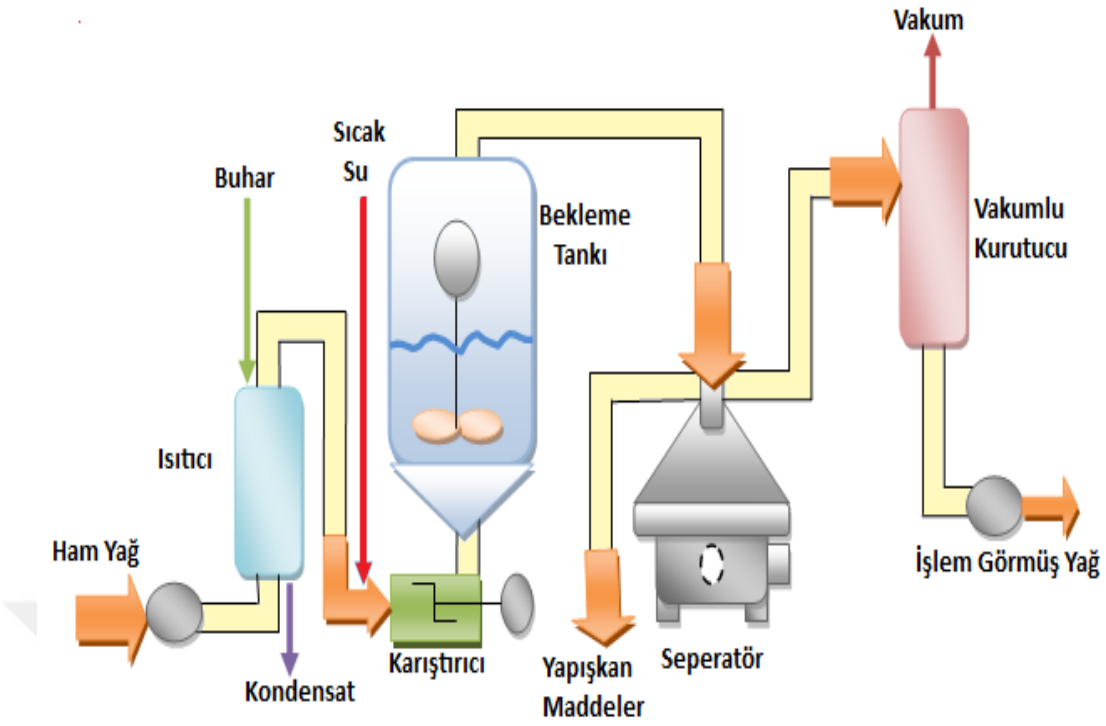
2.7. Yapışkan Maddelerin Giderilmesi

Yapışkan maddelerin giderilmesinde; ham yağın bünyesinde kütlece % 0,5-3' lük kısmı oluşturan fosfolipidler, mumsu maddeler, oksidasyon hızlandırıcı maddeler ve diğer safsızlıkların su, tuz çözeltileri, enzim, kostik soda, ve seyreltik asitlerle (sitrik, fosforik, maleik asit gibi) muamele edilerek ham yağdan uzaklaştırılması işlemidir [1,8].

Yapışkan madde gidermede yaygın olarak kullanılan yöntemler; hidratasyon, asidik ve enzimatik yolla yapışkan maddelerin giderilmesidir. Bu yöntemlere ilave olarak birçok yapışkan madde giderme yöntemi mevcuttur bunlardan bazılar; süper kritik CO_2 ile degumming, toplam degumming ve ultrafiltrasyon prosesi gibi yöntemlerdir. Süper kritik CO_2 ile degumming, toplam degumming ve ultrafiltrasyon prosesi gibi yöntemler endüstriyel alanlarda bazı olumsuzluklara neden olduklarından dolayı fazla uygulama alanı bulamamışlardır [35].

2.7.1. Hidratasyon yöntemiyle yapışkan maddelerin giderilmesi

Hidratasyon yöntemiyle yapışkan maddelerin giderilmesinde, hidrate olabilen fosfolipid türlerinin su fazına geçmesi ile safsızlıkların yağdan ayrılması amaçlanmaktadır. Bu işlemin gerçekleştirilmesinden önce preslenmiş veya çözücü ekstraksiyonu işlemleri sonucunda elde edilmiş ham yağ, 60-70 ˚C aralığına (sürekli sistemde 80 ˚C) kadar ısıtılıp hacimce % 1-3 oranında su ilave edilerek (fosfolipid içeriğinin yaklaşık %75' i kadar) 30-60 dakika boyunca (sürekli sistemde ise 10-15 dk, yüksek hızlı karıştırıcı kullanılması ile 1 dk' dan kısa süre dahi yeterli olabilmektedir) karıştırılır ve santrifüjlenerek seperatörler yardımıyla safsızlıklar ayrılır çünkü hidrate olabilen fosfolipid türleri, triaçilgliserollerden daha yoğun bir hale geleceklerinden dolayı çökelirler. Yapışkan maddeleri giderilmiş olan yağ ise kurutmaya gönderilir [20, 36, 37]. Şekil 2.12 'de hidratasyon yöntemi ile yapışkan madde giderme prosesi görülmektedir.

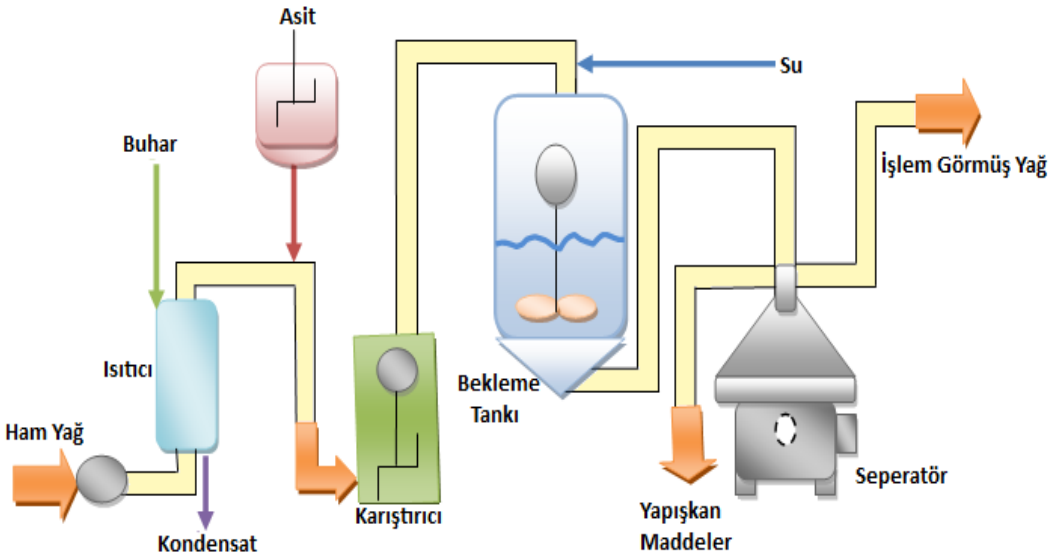


Şekil 2. 12. Hidratasyon Yöntemi ile Yapışkan Maddelerin Giderilmesi [15]

Hidratasyon yöntemi ile yapışkan maddelerin giderilmesi işleminde; kalsiyum ve magnezyum tuzları içeren fosfolipidler, lizofosfolipidler, gliserofosfatlar ve inorganik fosfatlar suda çözünemediklerinden dolayı yağdan ayrılmazlar. Bu sebepten dolayı da hidratasyon yönteminin verimi düşük olmaktadır ve günümüzde pek tercih edilmemektedir. Verimin düşük olmasına rağmen; ayrılan yapışkan maddelerden lesitin üretiminde, asidik yöntem ile ayrılan yapışkan maddelere göre renk kararmasına sebep olmamasından dolayı hidratasyon yöntemi avantaj sağlamaktadır [8, 36, 38].

2.7.2. Asidik yöntemle yapışkan maddelerin giderilmesi

Asidik yöntem ile yapışkan maddelerin giderilmesi işleminde, kalsiyum ve magnezyum tuzları halinde bulunan fosfatidik asit ve fosfatidiletanolamin gibi hidratasyon yöntemi ile hidrate olamayan fosfolipid türlerinin seyreltik asitlerle (sitrik, fosforik, maleik asit gibi) muamele edilerek hidrate hale getirilerek yağdan uzaklaştırılması sağlanmaktadır [37].

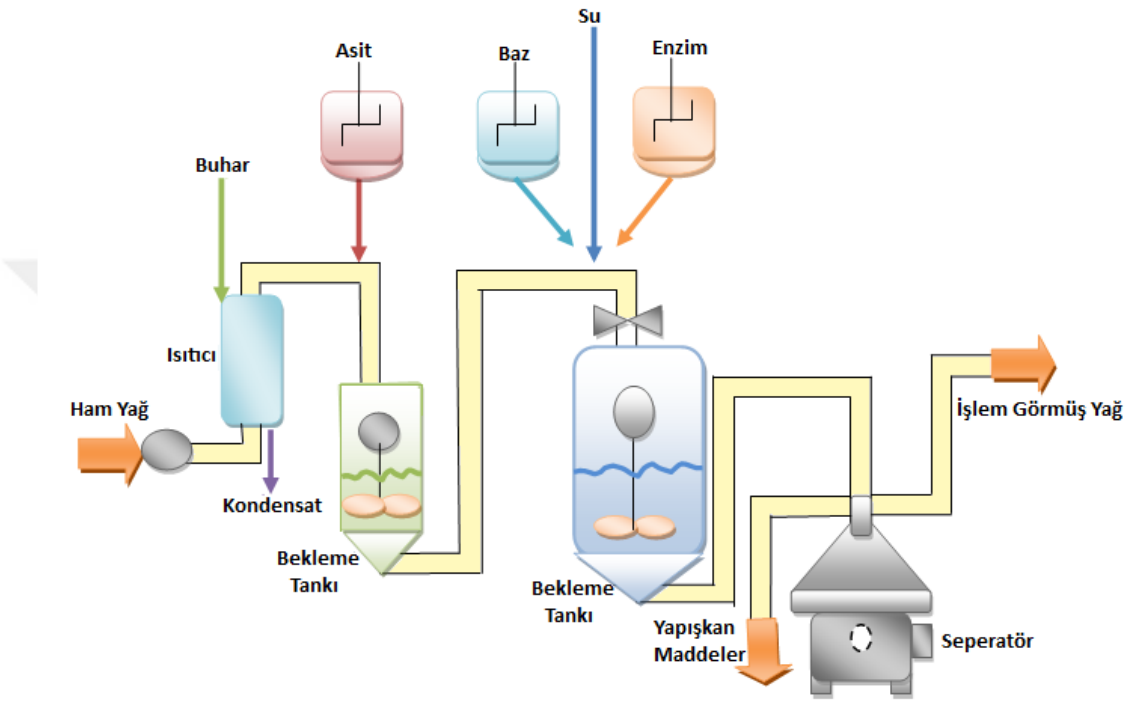


Şekil 2. 13. Asidik Yöntem ile Yapışkan Maddelerin Yağdan Giderilmesi İşlemi [15].

Şekil 2.13' de gösterilen asidik yöntemle yapışkan madde giderme prosesinde, yağ önce asit çözeltisiyle sonrasında ise su ile karıştırılarak ara tanka alınır. Açık bir kazanda 60-80 ˚ C' ye kadar ısıtılan yağa, %85' lik fosforik asit veya %45' lik sitrik asit çözeltisinden genellikle yağın ağırlıkça %0,01- 0,4' ü oranında ilave edilir. Karışım 5000 devir/dk. gibi yüksek bir hızda 1 dakikadan daha kısa bir süre karıştırılır. Su ilave edilerek 30 dakika tankta bekletilir sonrasında seperatör yardımıyla ayrılır. Yüksek hızda karıştırıcı kullanılan bu metotta bekleme süresi kısa tutulurken, daha düşük karıştırma hızlarında daha uzun bekleme sürelerinde proseslerde mevcuttur. Bazı asidik yöntem proseslerinde ise, asit uygulanarak serbest kalan fosfolipidleri suda çözünen sodyum tuzlarına dönüştürmek için NaOH çözeltisi eklenir. Böylece yağın fosfor içeriği bir miktar daha düşürülebilmektedir [1, 15, 36].

2.7.3. Enzimatik yöntemle yapışkan maddelerin giderilmesi

Enzimatik yöntem ile yapışkan maddelerin giderilmesinde, fosfolipidlerin (fosfolipid türüne uygun enzimler ile) fosfolipaz enzimi yardımıyla hidrate olabilen fosfolipidler haline getirilerek tek aşamalı bir santrifüj ile yağdan uzaklaştırılmasıdır ve fiziksel bir rafinasyon aşamasıdır [39].



Şekil 2. 14. Enzy-Max Prosesi ile Yapışkan Maddelerin Yağdan Giderilmesi [20].

Şekil 2.14' de gösterilen Enzy-Max prosesinde ilk adımın sitrik asit eklenmesi olduğu görülmektedir. 70-80°C yağa % 0,04-0,1 kadar konsantre (% 45-50' lik) sitrik asit çözeltinden eklenir. Sitrik asit karıştırıcı ile dağıtılır ve karışım bekleme tankında 10-30 dakika kadar bekletilir. Kullanılacak enzimin aktif olduğu sıcaklığa tekrar çözelti ayarlanır sonrasında sulu fazın pH ayarı yapılması için NaOH eklenir. Eklenen NaOH miktarı sitrik asit miktarıyla dengede olacak şekildedir. Bu miktarın en uygun değeri her mol sitrik aside karşılık 1,5 mol NaOH olacak şekildedir. Yağ miktarının %1-3' ü kadar su enzimle birlikte karışıma eklenir. İkinci karıştırıcı tüm bileşenlerin tamamen karışmasını sağlar ve su yağ emülsiyonu oluşturur, bu sayede fosfolipidlere geniş yüzey alanı sağlanır ve sitrik asit metal iyonlarını yakalar. Karıştırmanın ardından tüm bileşenler bekleme tankına alınır.

Burada bileşenlerin bekletilmesinin sebebi enzimin reaksiyona girebilmesi için gerekli zamanın sağlanmasıdır (tank büyüklükleri sürekli sistemde, genellikle saatte üretilen miktarların 4-6 katı büyüklüğünde seçilmektedir). Son aşamada karışım santrifüje gönderilir ve sulu fazda bulunan yapışkan kısım ayrılır [31, 39, 40].

2.8. Renk Açma (Ağartma)

Bitkisel ve hayvansal kaynaklı maddelerden elde edilen yağların renkleri içerdikleri lipokromlardan ileri gelmektedir. Bitkisel yağlarda en yaygın bulunan renk maddeleri alfa ve beta karoten, ksantofil ve klorofildir. Ancak uygun koşullarda depolanmayan ve işlenmeyen hammaddelerden elde edilen yağlar, doğal renk maddeleri yanında oksidatif tepkimelerle oluşan ve yağa değişik renk veren maddeleri de içermektedir. Ayrıca yağın karbonhidrat ve azotlu bileşikleri arasındaki tepkimelerde yağın rengini koyulaştırmaktadır. Yağdaki bu renk maddelerinden bir kısmı: degumming ve alkali rafinasyonu sırasında hem parçalanarak hemde sabunla sürüklenerek ortamdan alınır. Ancak yenebilen yağda istenilen renk özelliklerine ulaşabilmek için rafine edilmiş yağın ağartılması gerekir [41].

Rafinasyonun, renk açma (ağatma) aşamasında rengi açılacak olan bitkisel yağ kazan içerisinde yaklaşık 80 – 120 °C' ye kadar ısıtılmaktadır. Isıtılan bitkisel yağın türü ve özelliğine uygun olan ağartma toprağı ilave edilir ve yaklaşık 20 – 40 dakikada karıştırmaya tabi tutulur. Karıştırma işlemi sonlandırıldıktan sonra yağın sıcaklığı 20 – 35 °C' ye kadar soğutulur, soğutma işleminin ardından son olarak renk açma (ağartma) için kullanılan ağartma toprağı filtrelerden süzülerek yağdan uzaklaştırılır. Yağın bünyesinden uzaklaştırılan ağartma toprağı ile yağdaki renk verici maddelerde yağdan uzaklaştırılmış olur. Renk açma aşamasında kullanılan ağartma toprağı yağdan uzaklaştırıldıktan sonra hiçbir alanda kullanılamaz.

2.9. Taguchi Metodu

Endüstriyel koşullar altında klasik deney tasarım yöntemlerinin kullanılması, sistemi etkileyen faktörlerin sayısı arttıkça gerekli olan deney sayısını hızla arttırmaktadır. Bu durum maliyeti artmasına sebep olmakla birlikte endüstriyel uygulamaları zorlaştırdığı için verimli olmamaktadır. Böyle durumlarda kesirli faktöriyel deney tasarım yöntemlerinden olan Taguchi Metodu uygulanması daha verimli ve kolay olmaktadır. Japon mühendis ve bilim adımı Dr. Genichi Taguchi' nin geliştirdiği Taguchi metodu kaliteyi arttırma ve maliyeti düşürme yöntemidir. Taguchi yöntemi, kontrol edilemeyen faktörlere karşı, kontrol edilebilen faktör seviyelerinin en uygun kombinasyonunun seçilmesi sonucu, ürün ve prosesteki değişkenliği en aza indirmeye çalışan bir deneysel tasarım metodudur [42].

Dr. Genichi Taguchi deneylerin gerçekleştirilmesi ve değerlendirilmesinde verimin artmasını sağlayacak bir çözüm geliştirdiği için, deney öncesi yapılan çalışmalar sonucunda deney sayılarında önemli derecede azalma sağlamaktadır. [43]. Taguchi metodunun esas amacı; hedef değer etrafındaki değişken sayısının azaltılmasıdır ve bu yöntemin temeli de deney tasarımına dayanmakta olup kesirli faktöriyel deney tasarımı yöntemine, robust tasarım ve ortogonal diziler gibi kavramları da eklemektedir. Taguchi ve tam faktöriyel tasarım metotları ile yapılacak deney sayıları arasındaki farklar Tablo 2.8.' de gösterilmiştir. Tablo da ortogonal dizi (O.D), L harfiyle ifade edilirken L' den sonraki sayı ise deneme sayısını göstermektedir.

Tablo 2.8. Taguchi İle Tam Faktöriyel Tasarım Deney Sayısı Bakımından Arasındaki Fark [44]

Ortogonal Dizi	Faktör ve Seviye Sayısı	Tam Faktöriyel Tasarım Deneme Sayısı
L4	3 Faktör 2 Seviyeli	8
L8	7 Faktör 2 Seviyeli	128
L9	4 Faktör 3 Seviyeli	81
L16	15 Faktör 2 Seviyeli	32768
L27	13 Faktör 3 Seviyeli	1594323

2.9.1. Taguchi Metodunun Gelişimi

Japonya'nın kalite konusunda yaptığı büyük atılımlarda katkısı olan kişilerden biride 1940' lı yıllardan günümüze kadar kalite konusunda yaptığı birçok çalışma ile Dr. Genichi Taguchi' dir. Dr. Taguchi geleneksel hata denetleme yaklaşımlarında ciddi eksikler olduğunu tespit etmiş ve bu nedenle deney tasarımında başarılı olarak kullanılan, belirli bir sistematiğe sahip ve temeli istatistik yöntemlerine dayanan yeni bir yöntem geliştirmiştir [45]. Taguchi' nin geliştirdiği yöntem, kalite konusunda çalışan bilim adamlarının süregelen çalışmalarından farklı bir yöntemdir. Taguchi' ye göre kalite, ürün ve prosesteki değişkenliğin azaltılarak hedef değere yaklaşması ve buna bağlı olarak tüketici gereksinimlerinin optimum düzeyde karşılanmasıdır [46]. Taguchi' nin kalite anlayışı ile geleneksel kalite anlayışı arasındaki en önemli farklılıklar aşağıdaki gibi sıralanabilir [45].

Geleneksel Kalite Anlayışı	Taguchi' nin Kalite Anlayışı
Kalite, maliyeti arttırır.	Kalite, maliyeti düşürür.
Kalite, Kontrol ile sağlanır.	Kalite, tasarım aşamasında sağlanır.

2.9.2. Taguchi Metodunun Felsefesi

Taguchi felsefesinin temel prensipleri; rekabetçi bir ekonomide kaliteyi sürekli olarak geliştirmek ve maliyeti düşürmek işletmelerin devamlılığı için zorunlu hale gelmiştir. Bir kalite geliştirme programı, ürünün hedef değerlerinden olan sapmaları azaltmak için çalışmalıdır ve kalitede, hedef değerden sapmaların en aza indirilmesi sonucunda en mükemmel düzeye ulaşılır. Böylelikle ürün, kontrol edilemeyen çevre faktörleri karşısında dayanıklı hale gelir. Kalite, ürün tasarım ve üretimi aşamasında göz önünde bulundurulması gereken önemli kriter olduğu için sonradan ürüne katılamaz. Kalitenin maliyeti, standart değerlerden sapmanın bir fonksiyonu olarak hesaplanmalı ve kayıplar sistem çapında ölçülmelidir [45].

2.9.3. Taguchinin Kayıp Fonksiyonu

Taguchi' nin kayıp fonksiyonu, hedeflenen değerden sapmanın maliyetini değerlendirebilme imkanı sağlamaktadır. Geleneksel kalite kontrolde parçalar, hedef değerden sapmalarına bakılmaksızın, standart sınırlar içinde olup olmadıklarına göre değerlendirilir. Parçanın değeri sınırın dışındaysa, parça yeniden işleme veya hurdaya sevk edilir; içindeyse kabul edilir. Firmalar açısından kayıp ya tamdır ya da sıfırdır. Taguchi, bu geleneksel görüşün gerçeği aksettirmediğini düşünerek karesel kayıp fonksiyonu denilen kayıp fonksiyonunu Şekil 2.15.' da geliştirmiştir. Bu şekilde, yatay eksen hedeften sapmanın miktarını, dikey eksen ise parasal kaybı ifade etmektedir. Kayıp, ürünün fabrikadaki üretim aşamaları bittikten sonra oluşan tüm kayıpların toplamıdır. Buna iadeler, garanti talepleri, müşterinin tamir masrafları gibi maliyetler dahil edilir. Hedef değerden sapma arttıkça, sapmanın karesi oranında kayıp artmaktadır [47].

Taguchi, kayıp fonksiyon denklemini Eşitlik 2' deki gibi ifade etmiştir [45]:

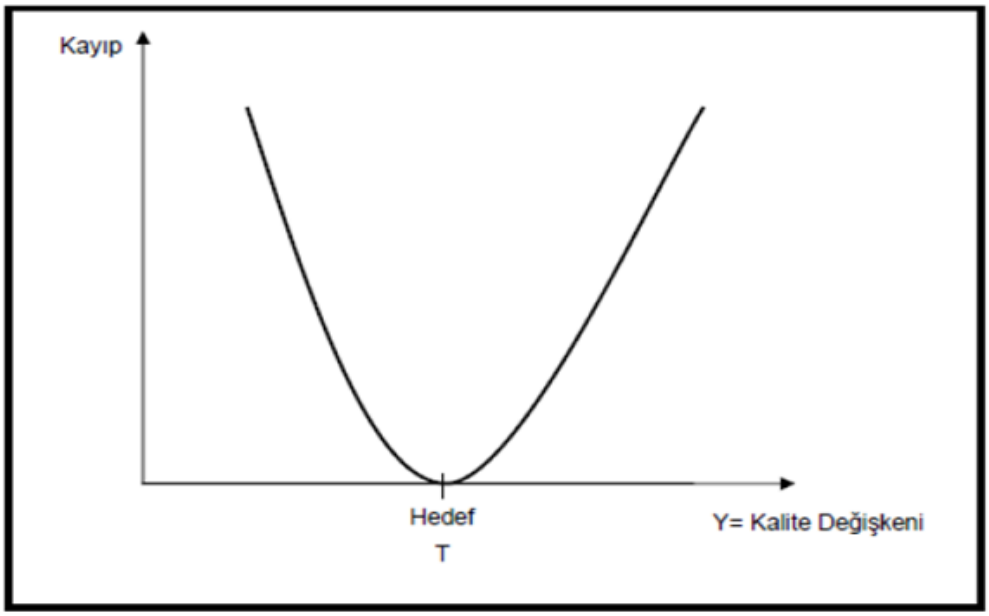
Kayıp(L) = k (y-T)2

Denklemde;

T : Nominal ya da hedef değer

y : Değişkenin ölçülen gerçek değeri

k : Sapmayı para birimine çeviren bir katsayı



Şekil 2.15. Taguchi Kayıp Fonksiyonu

Gerçek ölçü değeri ile hedef değer arasındaki fark (yani varyasyon), topluma karesel şekilde artan bir zarar olarak dönmektedir. Amaç hedeften sapmaları en küçük değere düşürerek varyansı azaltmaktır [48].

2.9.4. Performans Karakteristiği

Performans karakteristiği, ürünün veya prosesin kalitesini belirleyen bir özelliktir. Taguchi metodunda amaç, bu performans karakteristiği ile hedef değer etrafındaki değişkenliği azaltmaktır. Bir ürünün birden fazla performans karakteristiği olabilir. Bu karakteristiklerin her biri, ürünün ayrı bir özelliğini simgelemektedir. Bu özellikler içinden hem tüketici ihtiyaçlarına hem de ürünün kullanım amaçlarına en uygun olanı performans karakteristiği olarak seçilmelidir. Performans karakteristiğine örnek olarak televizyondaki görüntünün netliği verilebilir [45].

2.9.5. Performans İstatistiği

Performans istatistiği; kontrol edilebilen faktörlerin her birine karşılık gelen ve farklı seviyelerin karşılaştırılarak en uygun faktör-seviye kombinasyonunun seçilmesini sağlayan, bir değerlendirme metodu olarak tanımlanabilir. Performans karakteristiği üzerinde kontrol edilebilen ve kontrol edilemeyen faktörlerin etkisini ölçmek için kullanılan performans istatistiklerinden bir tanesi "Sinyal/Gürültü Oranı" (S/N) dır [45]. Taguchi deney tasarımında elde edilen deney sonuçları sinyal/gürültü (S/N) oranlarına dönüştürülerek değerlendirir. Deney sonuçları S/N oranına çevrilirken hedefe göre "Hedef Değer En Büyük En İyi, Hedef Değer En Küçük En İyi, Nominal Değer En İyi" şeklinde hesaplanır. En fazla kullanılan üç tanesi aşağıda verilmektedir [47]:

- **Hedef Değer En büyük - En iyi:** Bu durumda (güç, mukavemet v.b) y' nin hedef değeri sonsuzdur.
- **Hedef Değer En Küçük – En iyi:** Bu tür problemlerde, (gürültü, zararlı maddeler, kirlenme v.b) performans karakteristiği y' nin hedef değeri sıfırdır.
- **Nominal Değer – En İyi:** Bu tür problemlerde (ürün boyutları, elektrik voltajı v.b) y için belli bir hedef değer verilmiştir.

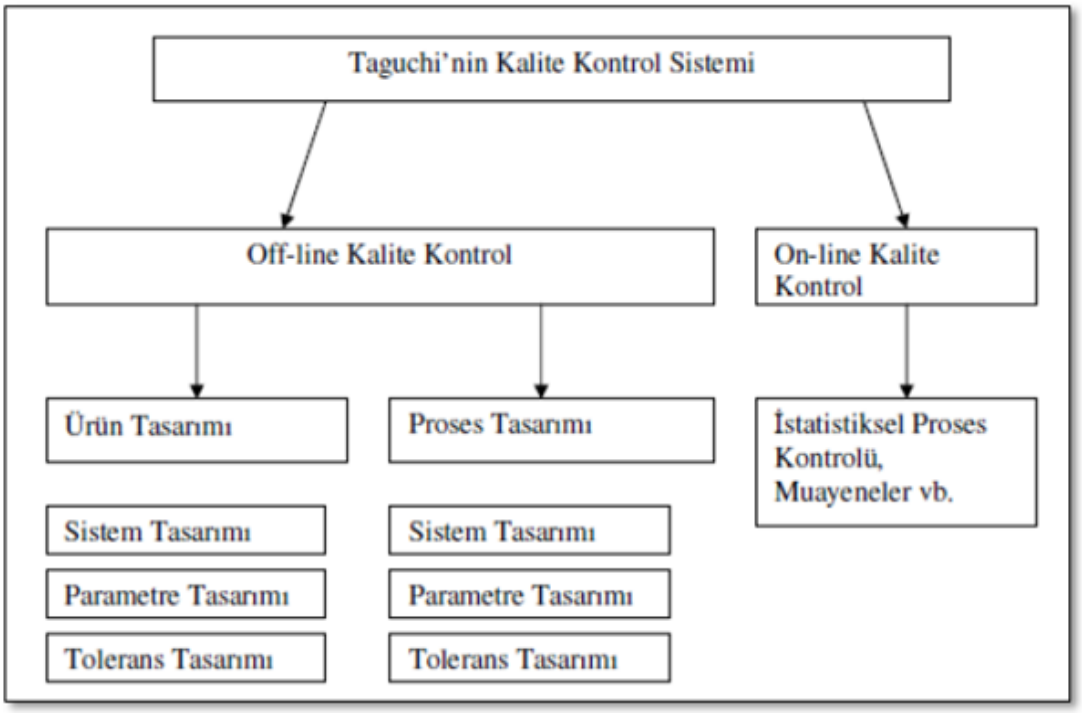
2.9.6. Deney Tasarımında Taguchi Yaklaşımı

Deney tasarımı ve Taguchi metodu, ürün kalitesini ve proses performansını geliştirmek için kullanılan ileri düzeyde istatistik tekniklerdir. Bir çalışmada Taguchi deney tasarım metodu; Faktörlerin seçimi ve aralarındaki etkileşimlerin değerlendirilmesi, faktörlerin her birine karşılık gelen seviyelerin belirlenmesi, doğru dengeli bir deney tasarımının seçilmesi, faktörlerin ve/veya aralarındaki etkileşimlerin dengeli deney düzenindeki kolonlarla eşleştirilmesi, deneylerin yapılması, sonuçların analizi edilmesi ve doğrulama deneyinin veya deneylerinin yapılması şeklinde uygulanmaktadır [49].

Japon mühendis Dr. Genichi Taguchi tarafından geliştirilen, Taguchi deneysel tasarım metodun getirdiği yenilikler ve avantajlar; Kalite geliştirme açısından tam anlamıyla formüle edilmiş bir yöntemdir. Sonuçlar deneylere dayandırılmaktadır. Değişkenlik sonucu ortaya çıkabilecek maliyetlere dikkat çekilir. Basitleştirilmiş bir tolerans analizine olanak sağlamıştır. Ortalamalar ve değişkenlikler ile ilgili çalışmalara süreklilik kazandırması olarak verilmektedir [50,51].

2.9.7. Taguchi' nin Kalite Kontrol Sistemi

Kalitenin sağlanması için üretim öncesi süreç geliştirilmesi, üretim esnasında oluşan ve ürün kalitesine etki eden değişikliklerin giderilmesi gerekmektedir. Bunun için Çevrim İçi (On-Line) ve Çevrim Dışı (Off-Line) Kalite Kontrol olmak üzere Şekil 2. 16 ' da iki farklı faaliyet alanı geliştirilmiştir [50].



Şekil 2.16. Taguchi' nin Kalite Kontrol Sistemi

2.9.8. Taguchi Metodunun Deney Tasarımı Aşamaları

Taguchi metodunu bir ürün veya süreçte başarılı bir şekilde uygulayabilmek için sistematik bir yaklaşım izlemek gerekir.

Taguchi metodunun deneysel tasarım adımları şunlardır [45]:

1. Problemin belirlenmesi.

2. Performans karakteristiğinin ve ölçüm sistemlerinin belirlenmesi.

3. Performans karakteristiğini etkileyen faktörlerin ve seviyelerin belirlenmesi.

4. Faktörlerin kontrol edilebilen-kontrol edilemeyen faktörler olarak ayrılması ve etkileşimlerin belirlenmesi.

5. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi ve faktörlerin bu dizinlere atanması.

6. Performans istatistiklerinin belirlenmesi.

7. Deneylerin yapılması, tekrar edilmesi ve sonuçların kaydedilmesi.

8. Verilerin analizi.

9. Doğrulama deneyinin yapılması.

1. Problemin belirlenmesi:

Bu aşamada, çalışmaya başlamadan önce sistemdeki problemin tam olarak belirlenip açık bir şekilde ifade edilmesi gerekmektedir. Problemin belirlenmesi, ilk olarak basit gibi görünse de çok önemli ve dikkat edilmesi gereken bir basamaktır [45,48].

2. Performans karakteristiğinin ve ölçüm sistemlerinin belirlenmesi:

Bu aşama, performans karakteristiklerinin ve deneyler sonuçlandırıldığında ulaşılmak istenen sonucun tanımlanmasını içerir. Performans karakteristiği, müşterinin isteklerinin yerine getirilmesi ürünün kalitesini etkileyen bir özelliktir. Aynı zamanda belirlenen performans karakteristiğinin ölçümü için gerekli aletlerin seçimi yapılarak ölçme metotları belirlenir [45, 52].

3. Performans karakteristiğini etkileyen faktörlerin ve seviyelerinin belirlenmesi:

Bu aşamada, hedef değerden sapmaların kaynakları araştırılır ve sapmalara neden olan bu kaynaklar "faktör" olarak tanımlanır. Ürün performansına etki eden faktörler belirlenirken, deney tasarımcısı daha önceden bu konu ile ilgili yapılan çalışmalara ve kendi bilgi birikimine dayanarak hedef değerden sapmalara neden olabileceğini düşündüğü faktörleri seçer. Faktörler belirlendikten sonra faktörlerin seviye sayıları da belirlenir [45].

4. Faktörlerin kontrol edilebilen - kontrol edilemeyen (gürültü) faktörler olarak ayrılması:

Bu aşamada seçilen faktörler, kontrol edilebilen ve kontrol edilemeyen faktörler (gürültü) olmak üzere ikiye ayrılırlar. Kontrol edilebilir faktörler, ürün ya da proses üzerinde etkili olduğu varsayılan girdilerdir. Kontrol edilemeyen faktörler (gürültü) ise sistem üzerinde etkili olan sıcaklık, nem gibi kontrol edilmesi güç ya da kontrol edilmesi düşünülmeyen faktörler olarak tanımlanır. Gürültü faktörleri kısa bir süreliğine kontrol altında tutulabilir ancak sürekli kontrolleri oldukça pahalıdır [48]. Taguchi metodunda da kontrol edilebilen faktörleri kullanarak kontrol edilemeyen faktörlerin etkilerini azaltmaya çalışır.

5. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi ve faktörlerin bu dizinlere atanması:

Kontrol edilebilen faktörlerin optimum değerlerini belirlemek için parametre sayısına ve parametre seviyesine bağlı olarak tasarlanmış dizinlere "ortogonal diziler" denir. Ortogonal dizi, dengelenmiş dizi anlamında kullanılmaktadır. Ortogonal dizi kullanımı, Taguchi metoduna özgü olmayıp sadece, Dr. Taguchi tarafından Taguchi metodunda kullanılmak üzere basitleştirmiştir [53].

Tablo 2.9. Taguchi Ortogonal Dizi Seçim Tablosu [54]

PARAMETRE SAYISI / SEVİYE SAYISI	2			3			4			5		
P=2	S=2	L4	P=2	S=3	L9	P=2	S=4	L' 16	P=2	S=5	L25
P=3	S=2		P=3	S=3		P=3	S=4		P=3	S=5	
P=4	S=2	L8	P=4	S=3		P=4	S=4		P=4	S=5	
P=5	S=2		P=5	S=3	L18	P=5	S=4		P=5	S=5	
P=6	S=2		P=6	S=3		P=6	S=4	L' 32	P=6	S=5	
P=7	S=2		P=7	S=3		P=7	S=4		P=7	S=5	L50
P=8	S=2	L11	P=8	S=3		P=8	S=4		P=8	S=5	
P=9	S=2		P=9	S=3	L27	P=9	S=4		P=9	S=5	
P=10	S=2		P=10	S=3		P=10	S=4		P=10	S=5	
P=11	S=2		P=11	S=3					P=11	S=5	
P=12	S=2	L16	P=12	S=3					P=12	S=5	
P=13	S=2		P=13	S=3							
P=14	S=2		P=14	S=3	L36						
P=15	S=2		P=15	S=3							
P=16	S=2	L32	P=16	S=3							
P=17	S=2		P=17	S=3							
P=18	S=2		P=18	S=3							
P=19	S=2		P=19	S=3							
P=20	S=2		P=20	S=3							
P=21	S=2		P=21	S=3							
P=22	S=2		P=22	S=3							
P=23	S=2		P=23	S=3							
P=24	S=2										
P=25	S=2										
P=26	S=2										
P=27	S=2										
P=28	S=2										
P=29	S=2										
P=30	S=2										
P=31	S=2										

Genel olarak kullanılan diziler, 2 seviyeliler için L4, L8, L16, L32 ve 3 seviyeliler için L9, L18, L27' dir [32] 54. Taguchi' ye göre ortogonal dizi seçim tablosu Tablo 2.9.' da yer almaktadır. Örneğin; 2 seviyeli 7 faktörden oluşan tam faktöriyel deneyde deney sayısı 27=128 olmaktadır. Taguchi tarafından geliştirilen L8 dizisi ile 128 olan deneme sayısı 8' e düşer ve bu 8 deney sonucunda istenilen analizler yapılabilir. Böylece 128-8=120 deney yapmak için harcanan zamandan ve maliyetten tasarruf edilmektedir. Aynı zamanda istatistiksel açıdan proseslerin ya da tasarımların daha az parametre ile de uygun olarak ifade edilebileceği göz önünde alındığında, tam faktöriyel tasarım ile deney yapmanın çok da gerekli olmadığı bir gerçektir [52].

6. Performans istatistiklerinin belirlenmesi

Bu aşamada performans istatistiğinin, performans karakteristiğinin özelliklerine uygun olarak seçilmesi gerekir. Deneyler yapıldıktan sonra elde edilecek verilerin analizi, seçilen performans istatistiklerine göre yapılmaktadır. Taguchi deney tasarımında en çok kullanılan performans istatistiği S/N oranıdır. Bu aşamada, S/N oranının performans karakteristiklerinin hedef değerine ve yapısına göre farklı tipleri bulunmaktadır [45].

7. Deneylerin yapılması, tekrar edilmesi ve sonuçların kaydedilmesi

Ortogonal dizin seçilerek kolonlara faktörlerin ve seviyelerin ataması yapıldıktan sonra deneyler fiilen gerçekleştirilir. Deneyden sonra her deneme en az bir kez tekrar edilmelidir. Deneyde hata payını azaltmak için tekrar deneyleri yapılmalıdır. Her bir deneme için birden fazla tekrar yapılması, deney ortalamasında meydana gelebilecek küçük değişkenlerin saptanması ve deneyin güvenilirliğinin arttırılması açısından faydalı olmaktadır [45, 48].

8. Verilerin analizi

Deneysel çalışmalardan elde edilen gözlem değerlerinden, veri analizlerinin yapılabilmesi için sütun farkları, varyans analizi ve faktör etkilerinin grafiksel gösterimi metotları kullanılır [45].

- **Sütun farkları metodu:** Taguchi tarafından kullanılan basitleştirilmiş bir varyans analizi yöntemidir. Sütun farkları metodu her bir sütun için 1. düzeyin kullanılması ile ortaya çıkan deney sonuçları toplamının, 2. düzeyin kullanılması ile ortaya çıkan deney sonuçları toplamından çıkarılması esasına dayanır. Bu metot ile her bir sütun için sayısal bir değer elde edilir. Bu değerin büyüklüğü, ilgili sütunda incelenen faktör ya da seviyenin etki derecesine karar verir [48].

- **Varyans (ANOVA) analizi (Analysis of Variance):** Varyans analizi, test edilen faktör ve etkileşimlerin ortalama performansları arasındaki farklılığı ortaya koymak için kullanılan istatistiksel bir metottur [55].

Varyans analiz metodu 1930'larda İngiliz istatistikçi Fisher tarafından geliştirilmiştir. Varyans analizi tek faktörlü, iki faktörlü ve çok faktörlü olmak üzere geniş bir kullanım yelpazesi sunmaktadır [52].

- **Faktör etkilerinin grafiksel gösterim metodu:** Faktör ve etkileşimlere ait farklı seviyelerdeki gözlem değerleri, performans istatistiklerine göre belirlenmektedir. Düşük ve yüksek seviyedeki her faktörün performans istatistiği değeri grafikte işaretlenmektedir. Grafiklerin incelenmesi sonucu amaçlar doğrultusunda en uygun faktör-seviye kombinasyonu seçilmektedir [45].

9. Deney sonuçlarının yorumlanması

Deney sonucunda elde edilen verilerin yorumlanmasında "katkı yüzdesi", "ortalamanın tahmini" ve "tahmin edilen ortalama etrafında güven aralığı" kullanılır [45].

- **Katkı yüzdesi:** Yapılan deneyde gözlenen her bir faktör ve etkileşime yüklenen toplam değişkenlik oranı katkı yüzdesi olarak ifade edilmektedir. Katkı yüzdesi önemli faktörlerin karelerinin toplamının bir fonksiyonudur[56].

- **Ortalamanın tahmini:** Belirlenen en iyi faktör-seviye kombinasyonu için, beklenen tahmini değerin hesaplanabilmesini sağlar. Belirlenen kombinasyondaki faktör-seviyelerin ortalama değerleri aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır [56].

$$= A1 + B1 - (n-1)$$

n : Belirlenen faktör-seviye kombinasyondaki faktör sayısı
T : Seçilen faktör-seviye kombinasyonundaki faktörlerin tüm seviyelerinin ortalaması

- **Tahmin edilen ortalama etrafında güven aralığı:** Ortalamanın tahmini (μ), deneyden elde edilen sonuçların ortalamalarına dayanan bir nokta tahminidir. Güven aralığı, belirlenen güven düzeyinde gerçek ortalamanın arasına düşmesi beklenen maksimum ve minimum değerlerdir. Güven düzeyi istatistiksel anlamda hata payının bırakılması anlamına gelmektedir [56].

10. Doğrulama deneyinin yapılması

Bu son basamakta deney, analiz sonucunda belirlenen en iyi şartlar altında tekrarlanır. Doğrulama deneyleri sonucunda elde edilen değerler, beklenen güven aralığının içinde ise bulunan faktör-seviye kombinasyonu en iyi performans karakteristiği değerini veren kombinasyon olur. Böylece Taguchi deney tasarımı amacına ulaşır. Ancak doğrulama deneyi sonuçları belirlenen güven aralığı değerleri içerisinde değilse o zaman yapılan deney tasarımında bir başarısızlık vardır. Bu durumda proses tekrar incelenip hatalar tespit edilmeye çalışılır [45].

2.10. Taguchi Metoduyla İlgili Literatür Çalışmaları

Abalı ve arkadaşları 2011 yılında yaptıkları, ‘’Dolomit Cevherinin HCI İçerisindeki Çözünmesinin Optimizasyonu’’ adlı çalışmasında dolomit (CaCO3MgCO3) cevherinin HCl çözeltisinde çözünmesinin optimum olduğu koşulları belirlemek için Taguchi yöntemini kullanmışlardır. Deney parametreleri reaksiyon sıcaklığı, katı-sıvı oranı, asit konsantrasyonu, reaksiyon süresi ve karıştırma hızı olarak belirlenmiştir. Deneyde 5 parametre ve bu parametrelere karşılık gelen 5 farklı parametre seviyelerini incelemek için 3125 deneme yapılarak ulaşılabilecek sonuçlara, L25(55)’li ortogonal dizi ile 25 deneme yaparak ulaşılmıştır. Taguchi yönteminin uygulanması sonucunda ideal çalışma koşullar; reaksiyon sıcaklığı 50°C, katı-sıvı oranı % 2, asit konsantrasyonu 20 g/cm3 (2 mol/dm3), karıştırma hızı 450 rpm, reaksiyon süresi 5 dakika olarak tespit etmiştir ve bu ideal çalışma koşulları altında dolomitin HCl çözeltisinde çözünme miktarı % 83 olarak hesaplanmıştır [57].

Demir ve Dönmez 2008 yılında yaptıkları, ‘Sitrik Asit Çözeltisi İçerisinde Magnezitin Çözünmesinin Optimizasyonu’ adlı çalışma da Erzurum-Oltu yöresinden temin edilen magnezitin sitrik asit çözeltisinde çözünmesine ait ideal koşulları L16 (45)’ lı ortogonal dizini kullanarak belirlemiştir. Taguchi yöntemi ile asit konsantrasyonu, reaksiyon süresi, reaksiyon sıcaklığı, katı-sıvı oranı ve partikül boyutu parametreler olarak belirlenmiştir. İdeal öalışma koşulları; asit konsantrasyonu 2 M, reaksiyon süresi 120 dakika, reaksiyon sıcaklığı 75°C, katı-sıvı oranı 0,125 g/mL ve partikül boyutu −319 μm olarak bulmuştur. Taguchi yöntemine göre belirlenen ideal koşulların altında magnezitin sitrik asit çözeltisinde çözünme miktarı % 99,90 olarak hesaplanmıştır. Sitrik asit ile magnezitin reaksiyonundan oluşan magnezyum sitratın tıpta ve diyette geniş bir kullanım alanına sahip olması, magnezitin optimum çözünme parametrelerinin belirlendiği bu çalışmayı endüstri açısından önemlidir [58].

Abalı ve arkadaşları 2006 yılında yaptıkları, ‘’H2SO4 Çözeltisinde Magnezitin Çözünmesinin Optimum Koşullarının Belirlenmesi’’ adlı çalışmasında Erzurum-Hasankale yöresinden temin edilen magnezitin (MgCO3), H2SO4 çözeltisinde çözünmesinin optimum koşullarını belirlemek için Taguchi yöntemi kullanılmıştır. Deney parametreleri olarak reaksiyon sıcaklığı, katı-sıvı oranı, asit konsantrasyonu, reaksiyon süresi ve karıştırma hızı belirlemiştir. Optimizasyon çalışmaları için 5 parametre ve bu parametre bağlı 5 faklı seviyeyi incelemek amacıyla 5x5x5x5x5=3125 deneme yapmak yerine, L25 (55)’ li Ortogonal dizinini kullanarak 25 deneme yapılmıştır. Taguchi yöntemi uygulanarak ideal koşullar; reaksiyon sıcaklığı 65°C, katı-sıvı oranı 5/100 g/mL, asit konsantrasyonu 2 M, karıştırma hızı 300 rpm, reaksiyon süresi 60 dakika olarak tespit etmiş ve bu ideal koşullar altında magnezitin H2SO4 çözeltisinde çözünme miktarı %96,32 olarak belirlenmiştir [59].

Abalı ve arkadaşları 2006 yılında yaptıkları, ‘Kolemanitin Asetik Asit Çözeltilerinde Çözünmesinin Optimizasyonu’ adlı çalışmasında Bandırma Borik Asit Fabrikasından temin edilen kolemanit (2CaO.3B2O3.5H2O) cevherinin asetik asit çözeltisinde çözünmesini Taguchi yöntemi ile belirlemişlerdir. İdeal çalışma koşulları; reaksiyon sıcaklığı 35˚C, katı/sıvı oranı 5/100 (g/ml), asit konsantrasyonu % 10, karıştırma hızı 200 devir/dak., reaksiyon süresi 10 dakika olarak bulunmuş olup bu ideal çalışma koşullarında % 84,57’ lik B2O3 verimi elde edilmiştir [60].

Çopur 2002 yılında yaptığı, ‘Konsantre ZnS’ ün HNO3 çözeltisinde Zn ve Cu’ nun Çözünmesinin Bir Optimizasyon Çalışması’ adlı çalışmasında Rize-Çayeli yöresinden temin edilen konsantre çinko sülfürün HNO3 içerisinde çözünmesi sonucu çözeltiye geçen Zn, Cu ve Fe miktarını belirlemek için Taguchi metodunu kullanmıştır. Çalışmada ideal çalışma koşullarını belirlemek için 5 parametre ve bu parametreler bağlı 5 seviyeden oluşan L25 (55)’ li ortogonal dizini kullanmıştır. Taguchi yöntemine göre elde edilen ideal çalışma koşulları; sırasıyla reaksiyon sıcaklığı 55 °C, katı-sıvı oranı 0,1, asit konsantrasyonu 7 mol.dm–3, reaksiyon süresi 50 dakika ve karıştırma hızı 700 min–1 dır. Bu koşullar altında çinko sülfürün HNO3 çözeltisindeki çözünmesi sonucu çözeltiye geçen Zn, Cu ve Fe’ in çözünme kütlelerini sırasıyla % 96.32, % 62.55 ve % 29,5 olarak tespit edilmiştir [61].

2.11. Yapışkan Madde Giderme ve Renk Açma (Ağartma) İşlemi İle İlgili Literatür Çalışması

Bu bölümde, yapışkan maddelerin giderilmesi ve renk açma (ağartma) ile ilgili çalışmalar özet olarak verilmiştir. Çalışmalar da daha çok, yapışkan maddelerin giderilmesinde seçilen yöntemin verimi ve renk açma (ağartma) işleminin renk değerleri üzerinde durulmuştur. Yapılan literatür araştırmaları sonucunda, çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağından yapışkan madde giderme işlemi ve renk açma (ağartma) ile ilgili bir çalışmaya rastlanmamıştır.

Ghazani ve arkadaşları, 2013 yılında yaptıkları çalışmada, ham haldeki kanola yağı örneklerinin fosfor içeriklerini 544,0 ± 71,2 mg/kg, yapışkan maddeleri giderilmiş kanola yağı örneklerinin fosfor içeriklerini ise 12,3 ± 1,0 mg/kg bulmuşlardır [62].

Hrastar ve arkadaşları, 2011 yılında yaptıkları çalışmada, ham haldeki fosfor içeriği 28,2 ppm olan ketencik yağının yapışkan maddeleri giderildikten sonraki fosfor içeriğini 8,8 ppm belirlemişlerdir. Çalışmada ketencik yağının ham ve yapışkan maddeleri giderilmiş haldeki yağ örneklerinin Lovibond kırmızı ve sarı (5¼" küvet kullanılarak) renk değerlerini belirlemişlerdir. Ham haldeki yağda sarı rengi 60,1 kırmızı rengi 4,8 olarak; yapışkan maddeleri giderilmiş ketencik yağında ise sarı rengi 41 kırmızı rengi 4,3 bulmuşlardır [63].

Ramli ve arkadaşları, 2011 yılında yaptıkları çalışmalarında, palm yağının, ham ve rafine edilmiş halindeki P, Fe ve Cu metal içeriklerini belirlemişlerdir. Ham palm yağının P, Fe ve Cu değerleri sırasıyla 14,9; 4,0; 0,08; rafine palm yağının P, Fe ve Cu değerleri ise sırasıyla 4,4; 0,7; 0,06 olarak belirlenmiştir [64].

Mounts ve arkadaşları, 1979 yılında yaptıkları çalışmada, sağlam ve hasat sırasında zarar görmüş soya danelerinden ekstraksiyon ile elde ettikleri ham soya yağlarının demir, serbest yağ asitliği ile peroksit değerlerini ve laboratuar ortamında uyguladıkları yapışkan maddelerin giderilmesi işleminden sonra yağın fosfor içeriklerini belirlemişlerdir. Ham yağdaki fosfor içeriği 660 ppm, %2 su ilavesinde 36,4-37,2 ppm, %3 su ilavesinde 36,8-38,1 ppm, %4 su ilavesinde 38,7-40,0 ppm olarak belirlemiştir [65].

De Krishna ve Patel, 2011 yılındaki çalışmalarında, ham pirinç kepeği yağının fosfor miktarını 300,0±2,0 ppm; gamı giderilmiş, vinterize edilmiş ve ağartılmış pirinç kepeği yağının fosfor içeriğini 96±1,00 ppm, ve tamamen rafine edilmiş pirinç kepeği yağının fosfor içeriğini ise 95±2,00 ppm bulmuşlardır [66].

Diosady ve arkadaşları, 1983 yılında; Elson ve arkadaşları da, 1979 yılında yaptıkları çalışmalarda, yağa uygulanan rafinasyon aşamalarının kanola yağı içindeki iz elementlere etkisini incelemişlerdir. Ham kanola yağında 1190,0 ppm fosfor, 3,52 ppm demir, 296,0 ppm kalsiyum, 6,5 ppm sülfür, 2,4 ppm çinko, 0,24 ppm kurşun; hidratasyon ile yapışkan maddeleri giderilmiş kanola yağında 222,0 ppm fosfor, 1,32 ppm demir, 169,0 ppm kalsiyum, 1,2 ppm sülfür, 2,1 ppm çinko; fosforik asit kullanılarak yapılan yapışkan maddeleri giderilmiş kanola yağında 117,2 ppm fosfor, 0,63 ppm demir, 34,8 ppm kalsiyum, 1,5 ppm sülfür; ağartılmış ve hidratasyon ile yapışkan maddeleri giderilmiş yağda 0,21 ppm fosfor, 0,23 ppm demir, 5,6 ppm kalsiyum; ağartılmış ve fosforik asit ile yapışkan maddeleri giderilmiş yağda 0,19 ppm fosfor, 0,59 ppm demir, 4,1 ppm kalsiyum, 0,87 ppm sülfür; deodorize edilmiş ve hidratasyon ile yapışkan maddeleri giderilmiş yağda 0,25 ppm fosfor, 0,25 ppm sülfür, 0,07 ppm kurşun; deodorize edilmiş ve fosforik asit ile yapışkan maddeleri giderilmiş yağda 0,22 ppm fosfor ve 0,38 ppm sülfür tespit etmişlerdir [67, 68].

Sabah ve Çelik, 2005 yılında yaptıkları çalışmada, yapışkan maddeleri giderilmiş kolza yağının renk açma işleminde adsorbant olarak sepiyolit kullanarak yağın renk değerinin istenilen düzeye düşürülebildiğini, ayrıca serbest yağ asidi içeriği, peroksit değeri, arisidik değeri ve fosfor içeriğinde de azalma sağlandığını belirtmiştir [69].

Jawad ve arkadaşları, 1983 yılında yaptıkları çalışmada, fosforik asit ile yapışkan maddeleri giderilmiş ve ağartılmış soya yağlarının bazı karakteristiklerine değişik sıcaklık ve sürelerde uygulanan buhar distilasyonun etkilerini incelemiş ve sonuçlara göre 280-300°C ile kısa sürelerde dahi koyu renk oluştuğu tespit edilmiştir [70].

Ayala ve arkadaşları, 2007 yılında yaptıkları çalışmada, kakao yağının fosfor içeriğine ağartma işleminin etkisini araştırmışlardır. Ham haldeki kakao yağında 55 ppm olan fosfor değeri ağartma (renk açma) işlemi sonrası elde edilen kakao yağında 9 ppm olarak belirlenmiştir [71].

Deboni ve arkadaşları, 2013 yılında yaptıkları çalışmalarında, yapışkan maddeleri giderilmiş soya yağı örneklerinin fosfor içeriği 47±4 (mg/kg), kimyasal rafinasyon ile asitliği giderilmiş soya yağının fosfor içeriği ise 15,7±0,2 (mg/kg) bulunmuştur. Yapışkan maddeleri giderilmiş soya yağının sarı renk değeri 72±4 ve kırmızı renkdeğeri 9,8±0,2 iken, asitliği giderildikten sonra sarı renk değeri 30±0,00 ve kırmızı renk değeri 6,7±0,6 olarak belirlenmiştir [72].

Güler, 2009 yılında yaptığı çalışmasında, renk değerlerinin soğuk pres ile elde edilen kanola yağında rafine kanola yağına göre daha yüksek olduğunu, kırmızı renk değerinin soğuk pres yağda 7,3 değerine kadar ulaşırken, bu değerin rafine yağda 1,6 düzeyinde olduğunu bildirmektedir [73].

Wiedermann, 1981 yılında yaptığı çalışmasında, kimyasal rafinasyon aşamalarında soya yağında renk değişimlerini incelemiştir. Nötralizasyon, ağartma, deodorizasyon aşamaları çıkışı yağlarda kırmızı renk değerlerini sırasıyla 7-8; 2-2,5; 0,4-0,8 olarak belirlenmiştir [74].

Forster ve Harper, 1983 yılında yaptıkları çalışmada, soya yağının fiziksel rafinasyonu prosesinde farklı miktarlarda su, fosforik asit, ağartma toprağının kullanımının fosfor içeriği, serbest yağ asitliği, peroksit, renk değerlerine etkileri incelenmiş ve 4/30 (kırmızı/sarı) renk değerlerine sahip soya yağı kullanılmıştır. Çalışmada %1 fosforik asit, %4,5 su, %1,5 tonsil ağartma toprağının kullanıldığı ön işlem sonrası yağda 2 ppm fosfor, 260˚C' deki buhar distilasyonundan sonraki yağda 6,5/1,2 renk (k/s) değeri; %0,4 fosforik asit, %2 tonsil ağartma toprağının kullanıldığı ön işlem sonrası ise yağda 4,0/0,6 renk (k/s) değeri belirlenmiştir [75]

Hoed ve arkadaşları, 2010 yılında yaptıkları çalışmada, pirinç kepeği yağına uygulanan fiziksel rafinasyon işlemi aşamalarında örneklerin renk (Lovibond 1" küvet kullanılarak) değerlerini belirlemişlerdir. Ham yağda kırmızı ve sarı değerleri 6,0 ± 0,2 ve 70,0 ± 2,1'dir. Asit müsilaj giderme uygulanmış yağlarda kırmızı ve sarı değerleri ise 6,0 ± 0,27 ve 3,3 ± 2,0; ağartma uygulanmış örneklerde 69,0 ± 2,0 ve 6,9 ± 0,2; vinterize örneklerinde ise 3,5 ± 0,2 ve 35,0 ± 0,5'dir. Renk değerleri, yıkama işleminde kullanılan NaOH konsantrasyonu arttıkça daha düşük bulunmuştur. % 0,122 ; % 0,244 ; % 0,366 ; % 0,650 konsantrasyonları için kırmızı ve sarı değerleri sırasıyla; 2,0 ± 0,1 ve 14 ± 0,5; 1,7 ± 0,1 ve 11 ± 0,5; 1,6 ± 0,1 ve 11 ± 0,5; 1,5 ± 0,1 ve 9,6 ± 0,5 olmuştur [76].

Bayaz, 1992 yılında yaptığı çalışmasında, zeytinyağı örneklerinin fosfor içeriklerinin rafinasyon aşamaları boyunca azalarak 2,57 ppm değerinden 0,5 ppm değerine düştüğünü bildirmiştir, kimyasal ve fiziksel rafinasyon aşamalarının zeytinyağının fosfor içeriğinde oluşturdukları azalmalar sırasıyla %81 ve %77 olarak hesaplanmıştır. Fosfolipidleri oldukça düşük miktarlarda içeren zeytinyağının rafinasyonunda degumming kademesi yer almamaktadır. Fosfolipidlerin önemli bir kısmı nötralizasyon ve renk açma kademelerinde yağdan uzaklaştırılmaktadır [77].

3. DENEYSEL KISIM

Uygulanan deneysel çalışmalarda ham çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağında fosfolipid giderilme işlemleri yapılmış ve fosfolipidleri giderilmiş çörek otu yağının bünyesindeki renk verici maddeler ağartma işlemi ile uzaklaştırılmıştır.

3.1. Kullanılan Malzemeler

Bu çalışma boyunca kullandığımız ham çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağı Akşehir OSB'de kurulu olan Necdet Uğurluoğlu Bitkisel Yağ Firmasından, fosforik asit Merck (Darmstadt, Almanya) marka olup satışının yapıldığı firmadan, zeolit Gördes'te bulunan Rota Madencilik firmasından ve bentonit ise Sındırgı' da bulunan Utelka Kaolin firmasından temin edilmiştir.

3.2. Yöntemler

3.2.1. Ham Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağından Fosfolipidlerin Giderilmesi

Ham çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağından fosfolipidlerin, iz metallerin ve zamksı maddelerin uzaklaştırılmasında; hidratasyon yöntemi ile asidik yöntem kullanılmıştır ve toplam fosfor miktarları American Oil Chemist's Society (AOCS) Ca 12-55 standart metoduna göre belirlenmiştir.

3.2.1.1. Hidratasyon Yöntemi İle Fosfolipidlerin Giderilmesi

Ham çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağından fosfolipidlerin giderilmesi amacı ile yapılan deneysel çalışmalarda, önce saf suyun kullanıldığı ve " hidratasyon yöntemi ile fosfolipidlerin giderilmesi " diye adlandırılan yöntem kullanılmıştır. Bu yöntemde, 250 mL' lik dibi düz balona 100 mL çörek otu yağı ilave edilmiş olup, içerisine literatür değerlerine bakılarak yağın % 1-3' ü oranında saf su ilave edilmiştir. Reaksiyon balonu; sıcaklık ve karıştırma hızı kontrol edilen manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilip, belirli süre karıştırılmıştır.

Karıştırma işleminin ardından yaklaşık 13 mL örnek santrifüj tüpüne alınmış ve 5000 devir/dk. hızda 10 dakika süreyle santrifüj işlemi yapılmıştır. Santrifüj sonrası ayrılan üst faz reaksiyon tüpüne alınmış ve fosfor miktarı American Oil Chemist's Society (AOCS) Ca 12-55 standart metoduna göre belirlenmiştir. Çalışma da kullanılan deney düzeneği Şekil 3.1.' de gösterilmiştir.

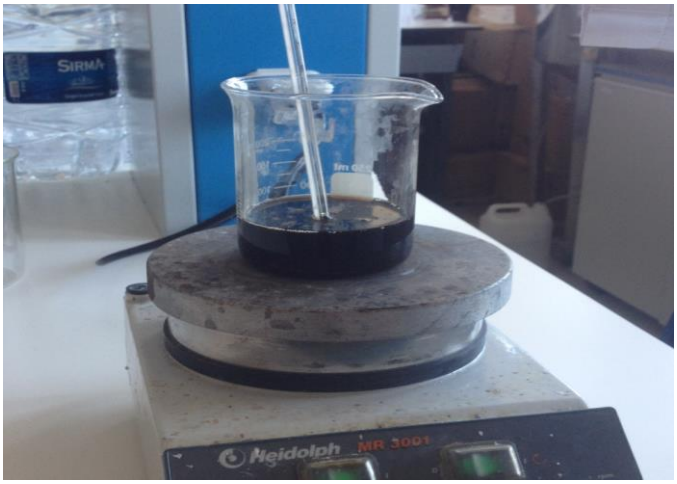


Şekil 3.1. Hidratasyon Yöntemi ile Fosfolipidlerin Giderilmesi İşleminde Kullanılan Deney Düzeneği

3.2.1.2. Asidik Yöntem İle Fosfolipidlerin Giderilmesi

Ham çörek otu yağından fosfolipidlerin giderilmesi amacı ile yapılan deneysel çalışmalarda, kullanılan diğer bir yöntem ise asit çözeltisinin kullanıldığı yani '' asidik yöntem ile fosfolipidlerin giderilmesi '' olarak adlandırılan yöntemdir. Bu yöntemde, 250 mL' lik, dibi düz balona 100 mL çörek otu yağı ilave edilmiş olup, içerisine literatür değerlerine bakılarak yağın % 0,01-0,4' ü oranında %85' lik fosforik asit çözeltisi ilave edilmiştir. Reaksiyon balonu, sıcaklık ve karıştırma hızı kontrol edilen manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilip karıştırılmıştır. Daha sonra yağın % 1-3' ü kadar saf su ilave edilmiş ve aynı karıştırma hızı ile reaksiyon devam ettirilmiştir. Karıştırma işleminin ardından yaklaşık 13 mL örnek santrifüj tüpüne alınmış ve 5000 devir/dk.' lık bir hızda 10 dakika süreyle santrifüj işlemi yapılmıştır. Santrifüj sonrası ayrılan üst faz reaksiyon tüpüne alınmış ve fosfor miktarı American Oil Chemist's Society (AOCS) Ca 12-55 standart metoduna göre belirlenmiştir.

Çalışma da kullanılan deney düzeneği Şekil 3.2.’ de gösterilmiştir.

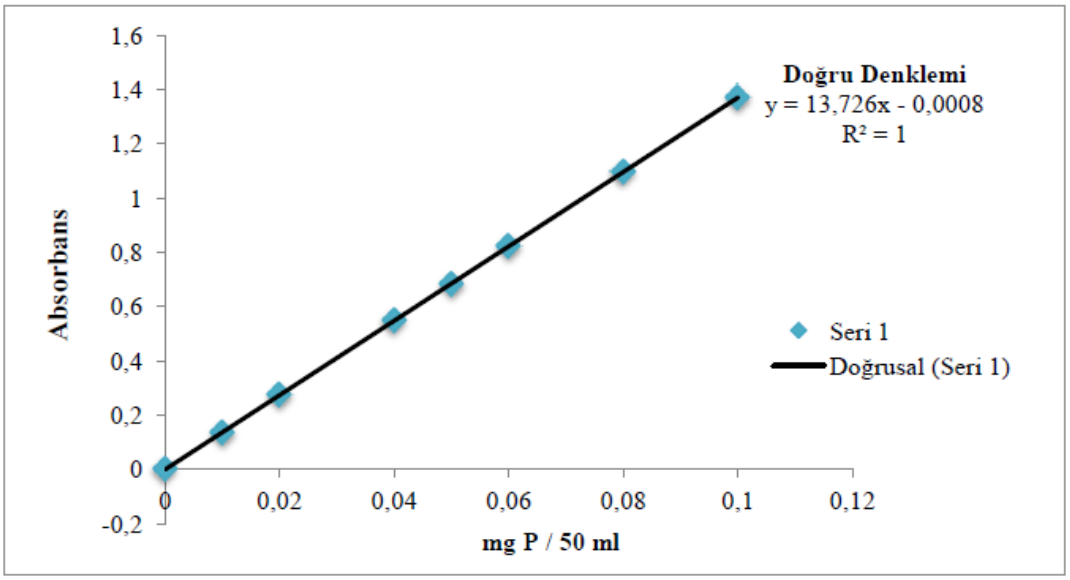


Şekil 3.2. Asidik Yöntemi ile Fosfolipidlerin Giderilmesi İşleminde Kullanılan Deney Düzeneği

3.2.2. AOCS Ca 12-55 Metoduna Göre Fosfor Tayini

American Oil Chemist's Society (AOCS) metodu, numunelerin MgO varlığında yakılması ile başlayıp, mavi fosfomolibdik asit kompleksi içeren numunenin spektrofotometrik ölçümüyle sonlanmaktadır. Oluşan çözeltinin mavi rengindeki koyuluk, yağın içerdiği fosfor miktarıyla orantılı olarak değişmektedir. P miktarını belirleyebilmek amacıyla, yüksek ısıya dayanıklı kroze içerisine, 0,1 gram magnezyum oksit tartılarak bek alevinde 5-10 dakika nemini gidermek için ön ısıtma yapılmıştır. Ardından içine yaklaşık 1 gram yağ eklenip, yağ kömür haline gelene kadar bek alevinde yakıldıktan sonra, muffle fırında 875 ºC’de 2 saat bekletilerek beyaz kül haline getirilmiştir. Kül haline getirilen yağın fosfor içeriğini belirlemek için AOCS Ca 12-55 metoduna göre hazırlanan çözelti kuvars küvete alınarak, Jenway 6700 model spektrofotometre’ de, en yüksek pikin gözlemlendiği 830 nm dalga boyunda absorbans değeri okunmuştur. Okunan absorbans değerine karşılık gelen fosfor miktarını bulabilmek için öncelikle standart çözeltiler AOCS Ca 12-55 metodunda belirtildiği gibi hazırlanarak, aynı metoda göre aynı dalga boyunda absorbansları okunmuştur. Her standardın mg olarak içerdiği fosfor miktarına karşı absorbans grafiği çizilerek, kalibrasyon eğrisi oluşturulmuştur. Bu grafikten yola çıkılarak yağ numunelerindeki fosfor içerikleri belirlenmiştir [78].

Deneysel çalışmalarda kullanılan kalibrasyon eğrisi Grafik 3.1.' de verilmiştir.



Grafik 3.1. Fosfor İçeriğinin Belirlenmesi İçin Oluşturulan Kalibrasyon Eğrisi [78].

Grafik 3.1.' den yola çıkılarak yağ numunesinin fosfor içeriği Denklem [78] de belirtildiği gibi hesaplanmıştır.

Fosfor miktarı: mg/kg (ppm) = (A-B)*104/W [78]

A = Yağ numunesinin fosfor miktarı, mg

B = Şahit numunenin fosfor miktarı, mg

W = Yağ numunesinin ağırlığı, g

3.2.3. Ham Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağındaki Renk Verici Maddelerin Giderilmesi

Ham çörek otu yağındaki renk verici maddelerin giderilmesi için yapılan deneysel çalışmalarda, çörek otu yağındaki renk verici maddelere uygun ağartma toprakları kullanılmıştır. Bu amaçla, 250 mL' lik, dibi düz balona 100 mL yağ numunesi ilave edilmiş olup ve içerisine literatür değerlerine bakılarak yağın % 1-3' ü oranında bentonit ve zeolit ilave edilmiştir. Reaksiyon balonu, sıcaklık ve karıştırma hızı kontrol edilen manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilip karıştırma işlemi başlatılmıştır. Reaksiyon sıcaklığı 65-80 ℃ arasında tutulmuştur. Karıştırma işleminin ardından süzme işlemi yapılarak ağartma toprağı olarak kullanılan bentonit ve zeolitler yağın bünyesinden renk verici maddeler ile birlikte uzaklaştırılmıştır.

Yemeklik yağ sektöründe renk ölçümü manuel ya da otomatik cihazlar ile yapılmaktadır. Bu çalışmada fosfolipidleri giderilmiş çörek otu yağının renk verici maddelerinin giderilmesi işlemi sonucunda elde edilen yağ numunelerine Yonca Yağ A.Ş. firmasında bulunan Lovibond Renk Tayini Cihazı ile renk değerleri ölçümleri yapılmıştır.



Şekil 3.3. Lovibond Renk Tayini Cihazı [79]

Renk verici maddelerin giderilmesindeki işlemin verimini aşağıdaki denklem ile belirlemek mümkündür:

$$\text{Ağartma Verimi (\%)} = \frac{\text{A (ağartma öncesi)} - \text{A (ağartma sonrası)}}{\text{A (ağartma öncesi)}} \times 100 \quad [80]$$

A (ağartma öncesi) : Ham yağın ölçülen lovibond sarı ve kırmızı değerleri

A(ağartma sonrası): Ağartma işleminden sonra yağın lovibond sarı ve kırmızı değerleri

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağının Yağ Asidi Bileşimi

Deneysel çalışmalarda kullanılan çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının yağ asidi bileşimi Süleyman Demirel Üniversitesi Deneysel ve Gözlemsel Öğrenci Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan gaz kromatografi cihazında yapılmıştır. Yağ asidi bileşiminin incelendiği gaz kromatografi cihazının özellikleri Tablo 4.1.' de verilmiştir.

Tablo 4.1. Kullanılan Gaz Kromatografi Cihazının Özellikleri

KULLANILAN GAZ KROMATOGRAFİSİ	**PERKİN ELMER AUTO SYSTEM XL**
DEDEKTÖR	**FLAME IONIZATION**
MOBİL FAZ	**HELYUM 15 PSİ**
ENJEKSİYON HACMİ	**1 mikrolitre**
KOLON	**VARIAN CP sil 88 for FAME 50 m x 0,25 mm 0,2 microm. Film thickness**

(Yağ asitleri metil esterleri analizi AOAC 996.06 metoduna göre yapılmıştır.)

Gaz kromatografi cihazında yağ asidi bileşimleri belirlenen çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının yağ asidi bileşimleri Tablo 4.2.' de verilmiştir.

Tablo 4.2. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağının Yağ Asidi Bileşimleri

Yağ Asidi Adı	**Bileşim Miktarı (%)**
Miristik (14:0)	**0,12**
Palmitik (16:0)	**11,76**
Palmitoleik (16:1)	**0,15**
Stearik (18:0)	**3,17**
Oleik (18:1)	**25,07**
Araşidik (20:0)	**0,01**
Linoleik (18:2)	**55,86**
gama linolenik (18:3)	**0,55**
c11eikozenoik (20:1)	**0,42**
Heneicosenoik (21:0)	**2,94**

Deneysel çalışmalarda kullanılan çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının belirlenen yağ asidi bileşimi literatür değerleri ile uyumluluk göstermektedir.

4.2. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağından Fosfolipidlerin Giderilmesi İçin Deney Programının Belirlenmesi

Çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağından fosfolipidlerin giderilmesi amacı ile Bölüm 3'de anlatılan yöntemler ile deneyler gerçekleştirilmiş ve ideal çalışma koşulları belirlenmeye çalışılmıştır.

Bu çalışmadaki deney programının belirlenmesinde Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinden yararlanılmıştır. Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinin kullanılması ve deney programının belirlenmesi için seçilen parametreler ve bu parametrelere bağlı olarak öngörülen parametre seviyeleri aşağıdaki Tablo 4.3.' de verilmiştir.

Tablo 4.3. Yapışkan Maddelerin Giderilmesi İşleminin Çalışma Parametreleri ve Parametre Seviyeler

		Parametre Seviyeleri			
	Parametreler	**1**	**2**	**3**	**4**
A	**Su Miktarı (g.)**	**0**	**1**	**3**	**5**
B	**Fosforik Asit Mik.(g.)**	**0**	**0.25**	**0.50**	**1**
C	**Sıcaklık (˚C)**	**20**	**35**	**50**	**65**
D	**Karıştırma Süresi (dakika)**	**10**	**20**	**30**	**40**
E	**Karıştırma Hızı (devir/dk.)**	**100**	**250**	**400**	**600**

Yukarıdaki Tablo 4.3.' de belirtilen parametre ve seviyeleri yani; su miktarı (g.) [(0),(1),(3),(5)], fosforik asit miktarı (g.) [(0),(0.25),(0.50),(1)], sıcaklık (℃) [(20),(35),(50),(65)], karıştırma süresi (dakika) [(10),(20),(30),(40)] ve karıştırma hızı (devir/dk.) [(100),(250),(400),(600)] parametre ve seviyeleri kullanılarak Taguchi Fransiyonel Tasarım Yöntemlerinden Standard L_{16} (5*4) deney planı kullanılarak deney programı hazırlanmıştır. Hazırlanan deney programı Tablo 4.4.' de verilmektedir.

Tablo 4.4. Yapışkan Maddelerin Giderilmesi İşleminin Deney Programı

No	Su Miktarı (g.)	Fosforik Asit Mik. (g.)	Sıcaklık (˚C)	Karıştırma Süresi (dk.)	Karıştırma Hızı (devir/dk.)
1	0	0	20	10	100
2	0	0.25	35	20	250
3	0	0.50	50	30	400
4	0	1	65	40	600
5	1	0	35	30	600
6	1	0.25	20	40	400
7	1	0.50	65	10	250
8	1	1	50	20	100
9	3	0	50	40	250
10	3	0.25	65	30	100
11	3	0.50	20	20	600
12	3	1	35	10	400
13	5	0	65	20	400
14	5	0.25	50	10	600
15	5	0.50	35	40	100
16	5	1	20	30	250

Deney programındaki parametreler ve seviyelerinden yararlanılarak yapılan yapışkan maddelerin giderilmesi (degumming) işlemindeki fosfolipidler, gumlar ve iz metaller olarak adlandırılan çökelti miktarı; yapılan her deneysel çalışmada tartım alınarak kaydedildi. Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yönteminden yararlanılarak yapılan deneyler çift tekrarlı olarak yapılmış olup ve yapılan çökelti miktarlarının ortalama değerleri ideal çalışma koşullarının belirlenmesinde kullanılmıştır.

Taguchi Fraksiyonel deney programındaki parametrelere göre soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağında yapılan deneysel çalışmaların; çökelti miktarları ve ortalamaları Tablo 4.5.' de verilmiştir.

Tablo 4.5. Soğuk Pres ve Sıcak Pres Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağlarının Deney Sonuçları

	Soğuk Pres Çörek Otu Yağı			**Sıcak Pres Çörek Otu Yağı**		
No	**1.Deney (Çökelti Miktarı)**	**2.Deney (Çökelti Miktarı)**	**Ortalama (Çökelti Miktarı)**	**1.Deney (Çökelti Miktarı)**	**2.Deney (Çökelti Miktarı)**	**Ortalama (Çökelti Miktarı)**
1	**0**	**0**	**0**	**0**	**0**	**0**
2	**2.987**	**2.8761**	**2.9315**	**2.6016**	**2.3840**	**2.4931**
3	**2.8145**	**2.5068**	**2.6606**	**2.4044**	**2.5866**	**2.4955**
4	**3.1936**	**3.9423**	**3.5679**	**2.8590**	**3.0832**	**2.9711**
5	**2.8874**	**2.795**	**2.8412**	**2.7902**	**2.8604**	**2.8253**
6	**1.8655**	**1.4671**	**1.6663**	**4.138**	**4.066**	**4.102**
7	**2.951**	**3.0811**	**3.0160**	**4.5794**	**4.5594**	**4.5694**
8	**1.5132**	**1.6874**	**1.6003**	**4.1774**	**4.2126**	**4.195**
9	**1.9941**	**1.9931**	**1.9936**	**2.3504**	**2.2666**	**2.3085**
10	**1.8004**	**1.8436**	**1.822**	**3.199**	**3.2446**	**3.2218**
11	**2.2822**	**1.9888**	**2.1355**	**3.3074**	**4.0696**	**3.6885**
12	**1.0449**	**1.2448**	**1.1448**	**4.7706**	**4.5384**	**4.6545**
13	**1.5423**	**2.5915**	**1.5669**	**2.24**	**2.405**	**2.3225**
14	**2.3435**	**2.4814**	**2.4124**	**3.318**	**3.488**	**3.403**
15	**3.1975**	**2.9089**	**3.0532**	**3.8202**	**3.7122**	**3.7662**
16	**2.6394**	**2.5861**	**2.6127**	**3.4472**	**3.2989**	**3.3730**

Yapılan çalışmalar da endüstriyel olarak iki farklı üretim yöntemi ile elde edilen (soğuk pres ve sıcak pres) çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağlarının bünyesinde bulunan fosfolipidlerin giderilmesindeki optimum koşulların belirlenmesi amaçlanmaktadır.

Çörek otu yağındaki fosfolipidlerin giderilmesindeki optimum koşulların belirlenmesinde kullanılan parametre ve parametre seviyeleri Tablo 4.3' de verilmiştir. Tablo 4.3' deki parametre ve seviyeleri kullanılarak Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinden Standard L_{16} (5*4) deney planı kullanılarak deney programı hazırlanmıştır. Hazırlanan deney programı Tablo 4.4.' de verilmektedir. Taguchi Fraksiyonel deney programındaki parametrelere göre soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağında yapılan deneysel çalışmaların; çökelti miktarları ve ortalamaları Tablo 4.5.' de verilmiştir.

Verilerin analizi

Deneysel çalışmaların sonucunda elde edilen veriler Minitab 17 programıyla analiz edilmiştir. Soğuk pres yöntemi ile üretilen çörek otu yağından elde edilen değerlere göre Minitab program çıktısı Tablo 4.6.' da yer almaktadır.

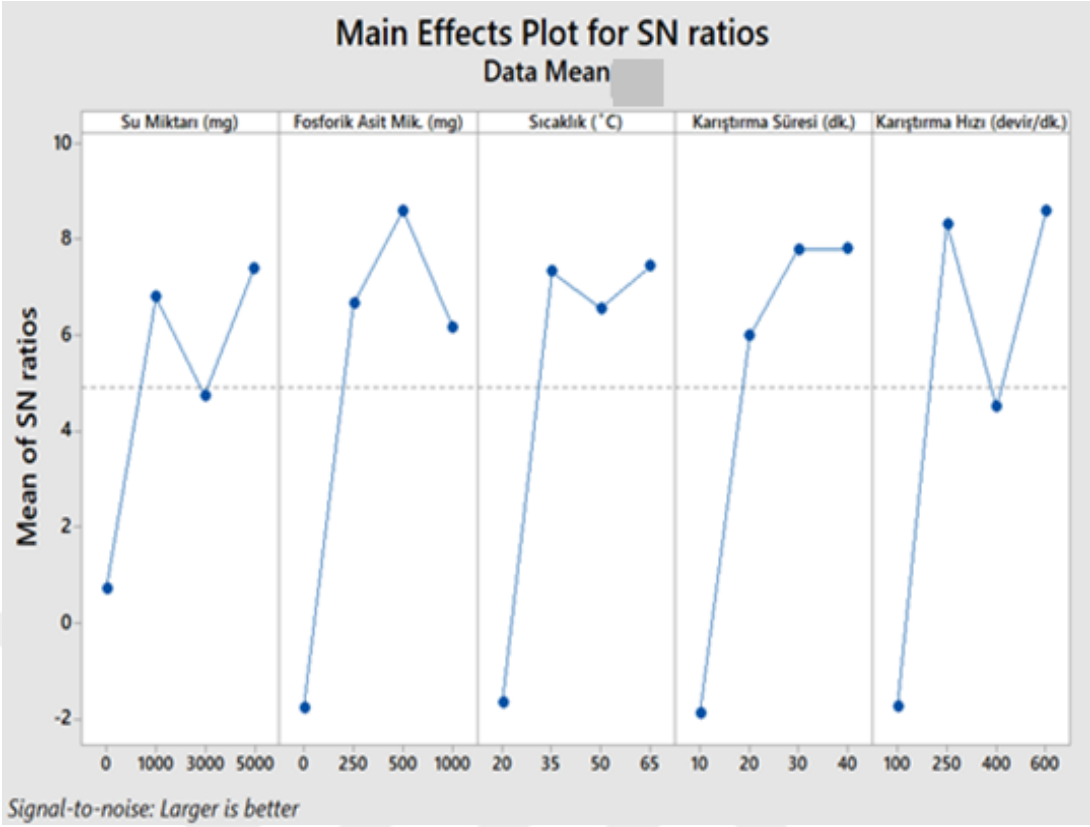
Tablo 4.6. Minitap Program Çıktısı (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)

Response Table for Signal to Noise Ratios
Larger is better

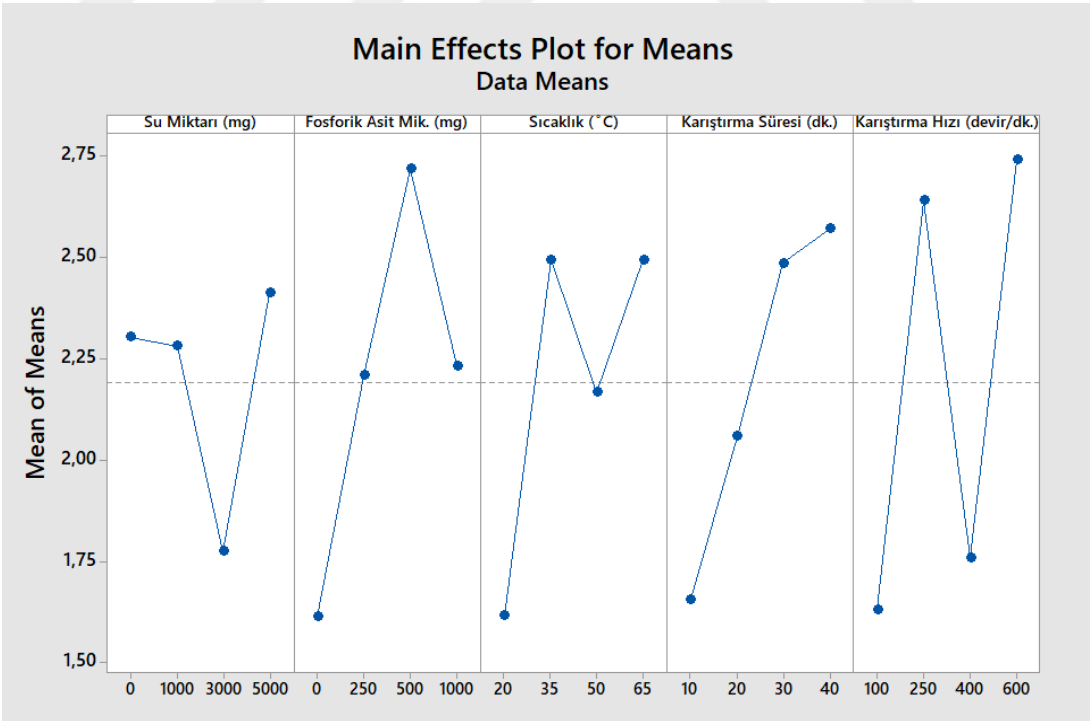
Level	Su Miktarı (mg)	Fosforik Asit Mik. (mg)	Sıcaklık (° C)	Karıştırma Süresi (dk.)	Karıştırma Hızı (devir/dk.)
1	0,7173	-1,7642	-1,6634	-1,9021	-1,7576
2	6,7944	6,6592	7,3204	5,9792	8,3162
3	4,7421	8,5933	6,5563	7,7806	4,5025
4	7,3967	6,1622	7,4372	7,7928	8,5893
Delta	6,6794	10,3576	9,1006	9,6949	10,3469
Rank	5	1	4	3	2

Response Table for Means

Level	Su Miktarı (mg)	Fosforik Asit Mik. (mg)	Sıcaklık (° C)	Karıştırma Süresi (dk.)	Karıştırma Hızı (devir/dk.)
1	2,303	1,613	1,616	1,656	1,631
2	2,281	2,208	2,493	2,059	2,638
3	1,774	2,716	2,167	2,484	1,760
4	2,411	2,231	2,493	2,570	2,739
Delta	0,637	1,103	0,877	0,914	1,108
Rank	5	2	4	3	1



Şekil 4.1. S/N Oranına Göre Sonuç Grafiği (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)



Şekil 4.2. Ortalamalar İçin Sonuç Grafiği (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)

Elde edilen veriler ile Minitab 17 programında Anova analizi yapılmıştır. Soğuk pres ile elde edilen çörek otu yağının Anova analizi; su miktarı (g.), fosforik asit miktarı (g.), sıcaklık (℃), karıştırma süresi (dakika) ve karıştırma hızı (devir/dk.) için ayrı ayrı yapılmıştır. Anova analiziyle kareler toplamı, serbestlik dereceleri, varyasyon, F ve P değerleri bulunmuştur.

One-way ANOVA: çökelti miktarı Soğuk Pres (g) versus Su Miktarı (mg)

```
Method

Null hypothesis         All means are equal
Alternative hypothesis  At least one mean is different
Significance level      α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.


Factor Information

Factor           Levels  Values
Su Miktarı (mg)       4  0; 1000; 3000; 5000


Analysis of Variance

Source           DF   Adj SS  Adj MS  F-Value  P-Value
Su Miktarı (mg)   3   0,9718  0,3239     0,37    0,779
Error            12  10,6368  0,8864
Total            15  11,6087
```

One-way ANOVA: çökelti miktarı Soğuk Pres (g) versus Fosforik Asit Mik. (mg)

```
Method

Null hypothesis         All means are equal
Alternative hypothesis  At least one mean is different
Significance level      α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.


Factor Information

Factor                  Levels  Values
Fosforik Asit Mik. (mg)      4  0; 250; 500; 1000


Analysis of Variance

Source                  DF  Adj SS  Adj MS  F-Value  P-Value
Fosforik Asit Mik. (mg)  3   2,448  0,8161     1,07    0,399
Error                   12   9,160  0,7634
Total                   15  11,609
```

One-way ANOVA: çökelti miktarı Soğuk Pres (g) versus Sıcaklık (˚C)

Method

Null hypothesis	All means are equal
Alternative hypothesis	At least one mean is different
Significance level	α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Sıcaklık (° C)	4	20; 35; 50; 65

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Sıcaklık (° C)	3	2,054	0,6845	0,86	0,488
Error	12	9,555	0,7963		
Total	15	11,609			

One-way ANOVA: çökelti miktarı Soğuk Pres (g) versus Karıştırma Süresi (dk.)

Method

Null hypothesis	All means are equal
Alternative hypothesis	At least one mean is different
Significance level	α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Karıştırma Süresi (dk.)	4	10; 20; 30; 40

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Karıştırma Süresi (dk.)	3	2,135	0,7116	0,90	0,469
Error	12	9,474	0,7895		
Total	15	11,609			

One-way ANOVA: çökelti miktarı Soğuk Pres (g) versus Karıştırma Hızı (devir/dk.)

Method

Null hypothesis	All means are equal
Alternative hypothesis	At least one mean is different
Significance level	α = 0,05

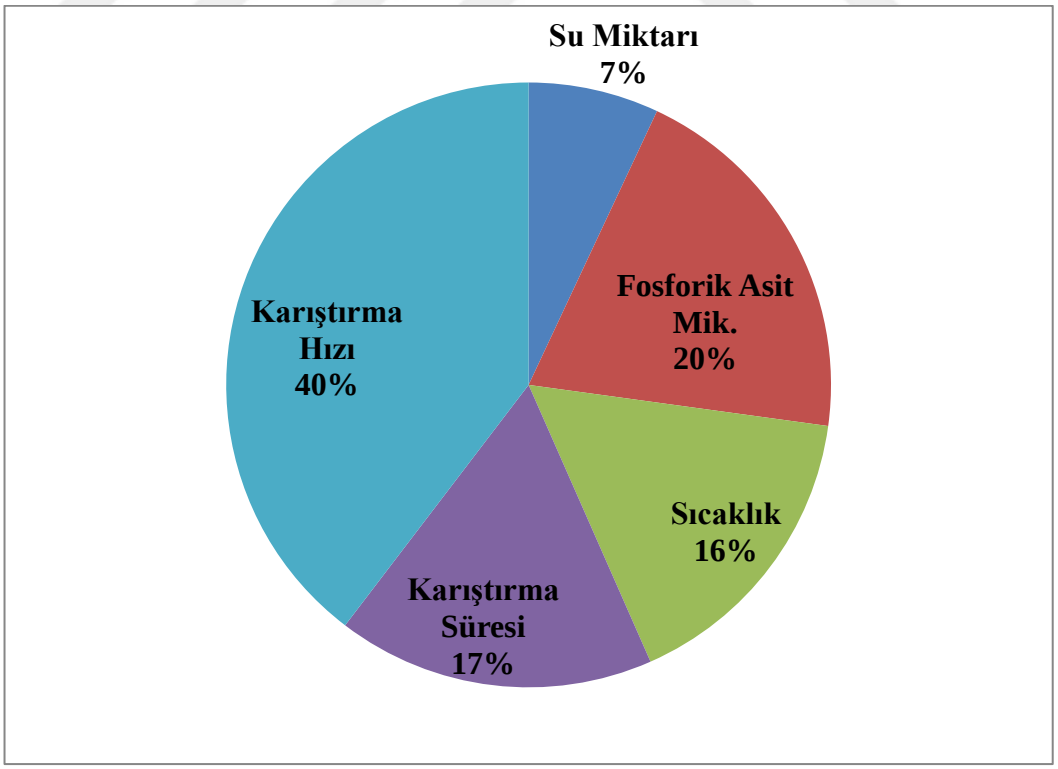
Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Karıştırma Hızı (devir/dk.)	4	100; 250; 400; 600

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Karıştırma Hızı (devir/dk.)	3	4,000	1,3334	2,10	0,153
Error	12	7,609	0,6340		
Total	15	11,609			



Grafik 4.1. Soğuk Pres Çörek Otu Yağının Paremetre Etkinliği

Tablo 4.7. Parametrelere Karşılık F Value (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)

Parametreler (soğuk pres)	F_Value
Su Miktarı (mg.)	0,37
Fosforik Asit Mik. (mg.)	1,07
Sıcaklık (˚C)	0,86
Karıştırma Süresi (dk.)	0,90
Karıştırma Hızı (devir/dk.)	2,10

Sıcak pres yöntemi ile üretilen çörek otu yağından elde edilen değerlere göre Minitab program çıktısı Tablo 4.8.' de yer almaktadır.

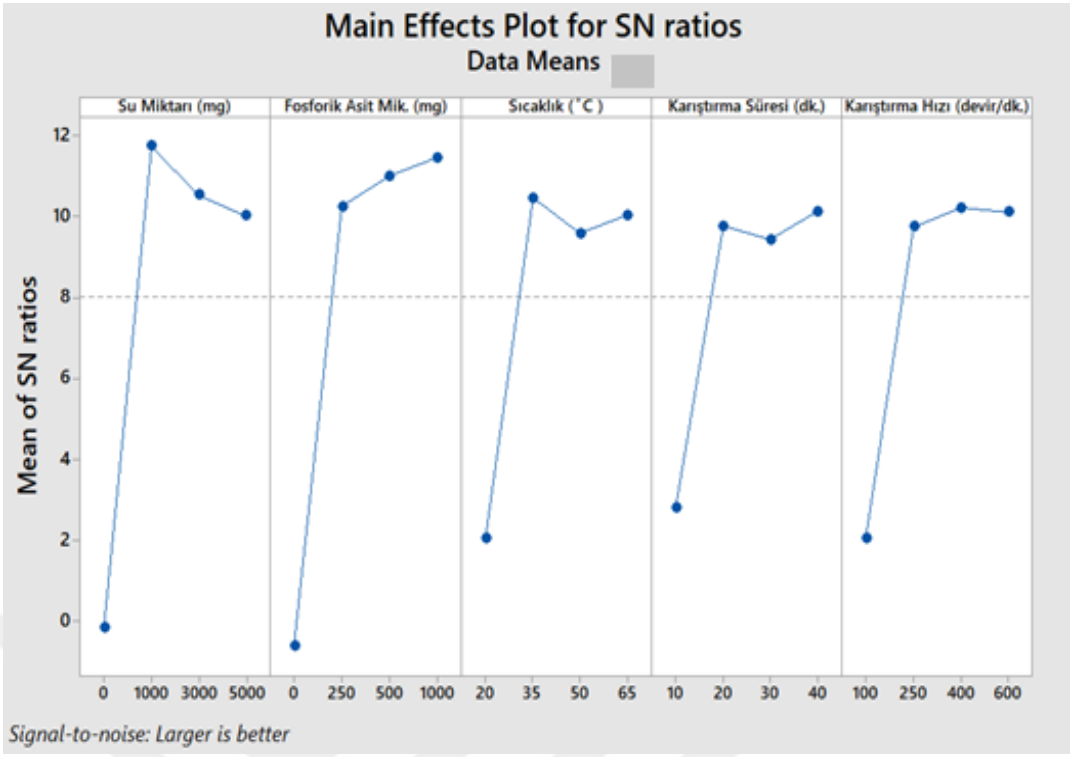
Tablo 4.8. Minitap Program Çıktısı (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)

Response Table for Signal to Noise Ratios
Larger is better

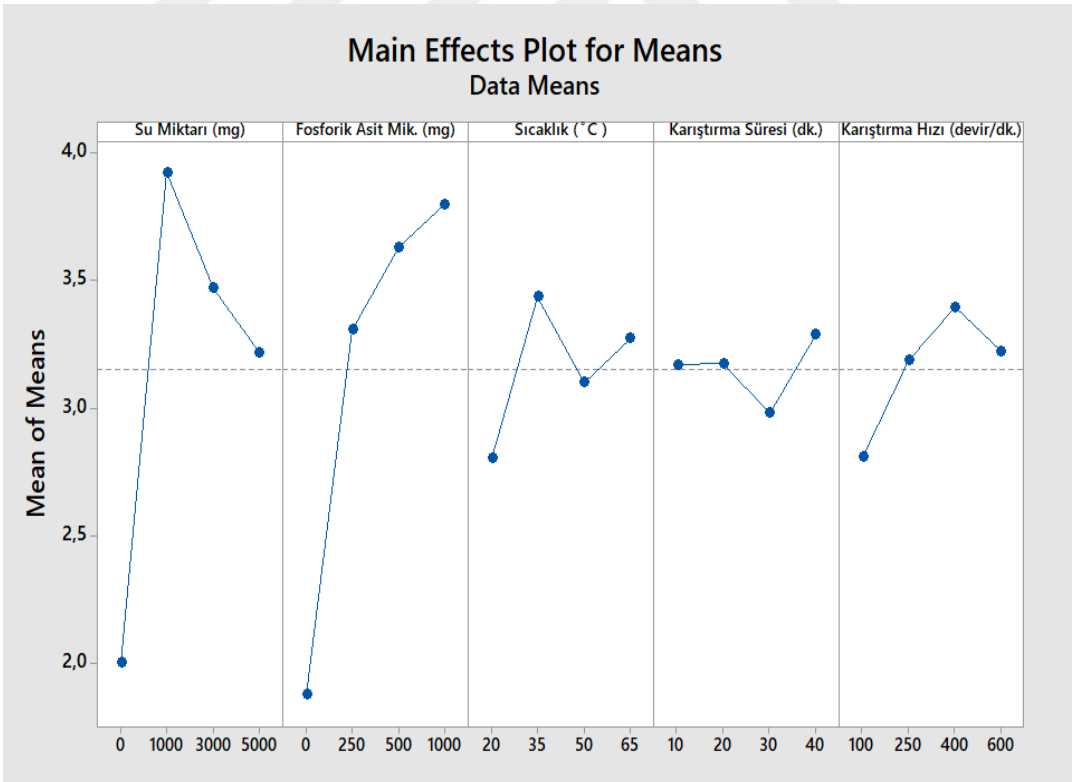
Level	Su Miktarı (mg)	Fosforik Asit Mik. (mg)	Sıcaklık (° C)	Karıştırma Süresi (dk.)	Karıştırma Hızı (devir/dk.)
1	-0,1711	-0,6034	2,0342	2,7928	2,0285
2	11,7333	10,2485	10,4579	9,7614	9,7397
3	10,5308	10,9988	9,5754	9,4217	10,2199
4	10,0087	11,4577	10,0342	10,1257	10,1135
Delta	11,9043	12,0611	8,4237	7,3329	8,1914
Rank	2	1	3	5	4

Response Table for Means

Level	Su Miktarı (mg)	Fosforik Asit Mik. (mg)	Sıcaklık (° C)	Karıştırma Süresi (dk.)	Karıştırma Hızı (devir/dk.)
1	2,002	1,877	2,803	3,169	2,808
2	3,923	3,305	3,435	3,175	3,186
3	3,468	3,630	3,101	2,979	3,394
4	3,216	3,798	3,271	3,287	3,222
Delta	1,921	1,922	0,631	0,308	0,585
Rank	2	1	3	5	4



Şekil 4.3. S/N Oranına Göre Sonuç Grafiği (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)



Şekil 4.4. Ortalamalar İçin Sonuç Grafiği (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)

Elde edilen veriler ile Minitab 17 programında Anova analizi yapılmıştır. Sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağının Anova analizi; su miktarı (g.), fosforik asit miktarı (g.), sıcaklık (℃), karıştırma süresi (dakika) ve karıştırma hızı (devir/dk.) için ayrı ayrı yapılmıştır. Anova analiziyle kareler toplamı, serbestlik dereceleri, varyasyon, F ve P değerleri bulunmuştur.

One-way ANOVA: çökelti miktarı Sıcak Pres (g) versus Su Miktarı (mg)

```
Method

Null hypothesis         All means are equal
Alternative hypothesis  At least one mean is different
Significance level      α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.


Factor Information

Factor           Levels  Values
Su Miktarı (mg)       4  0; 1000; 3000; 5000


Analysis of Variance

Source           DF  Adj SS  Adj MS  F-Value  P-Value
Su Miktarı (mg)   3   8,080  2,6934     2,94    0,076
Error            12  10,985  0,9154
Total            15  19,065
```

One-way ANOVA: çökelti miktarı Sıcak Pres (g) versus Fosforik Asit Mik. (mg)

```
Method

Null hypothesis         All means are equal
Alternative hypothesis  At least one mean is different
Significance level      α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.


Factor Information

Factor                  Levels  Values
Fosforik Asit Mik. (mg)      4  0; 250; 500; 1000


Analysis of Variance

Source                  DF  Adj SS  Adj MS  F-Value  P-Value
Fosforik Asit Mik. (mg)  3   9,185  3,0618     3,72    0,042
Error                   12   9,880  0,8233
Total                   15  19,065
```

One-way ANOVA: çökelti miktarı Sıcak Pres (g) versus Sıcaklık (˚C)

Method

Null hypothesis	All means are equal
Alternative hypothesis	At least one mean is different
Significance level	α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Sıcaklık (° C)	4	20; 35; 50; 65

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Sıcaklık (° C)	3	0,8734	0,2911	0,19	0,900
Error	12	18,1918	1,5160		
Total	15	19,0652			

One-way ANOVA: çökelti miktarı Sıcak Pres (g) versus Karıştırma Süresi (dk.)

Method

Null hypothesis	All means are equal
Alternative hypothesis	At least one mean is different
Significance level	α = 0,05

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Karıştırma Süresi (dk.)	4	10; 20; 30; 40

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Karıştırma Süresi (dk.)	3	0,1960	0,06532	0,04	0,988
Error	12	18,8693	1,57244		
Total	15	19,0652			

One-way ANOVA: çökelti miktarı Sıcak Pres (g) versus Karıştırma Hızı (devir/dk.)

Method

Null hypothesis	All means are equal
Alternative hypothesis	At least one mean is different
Significance level	α = 0,05

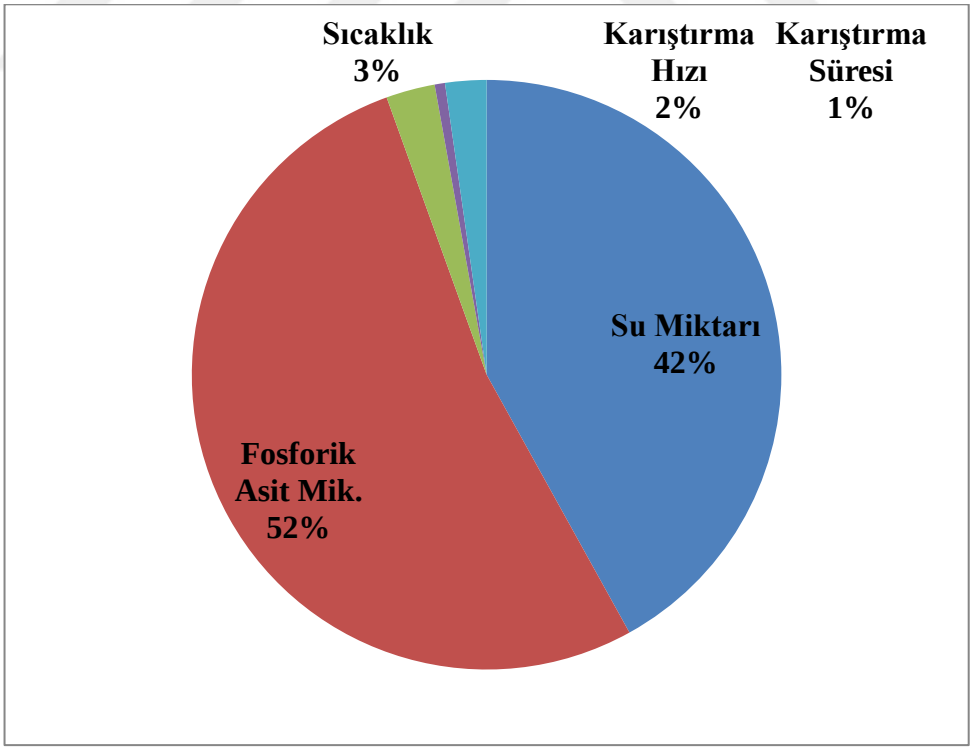
Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Karıştırma Hızı (devir/dk.)	4	100; 250; 400; 600

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Karıştırma Hızı (devir/dk.)	3	0,7304	0,2435	0,16	0,922
Error	12	18,3348	1,5279		
Total	15	19,0652			



Grafik 4.2. Sıcak Pres Çörek Otu Yağının Paremetre Etkinliği

Tablo 4.9. Parametrelere Karşılık F Value (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)

Parametreler (sıcak pres)	F_Value
Su Miktarı (mg.)	2,97
Fosforik Asit Mik. (mg.)	3,72
Sıcaklık (˚C)	0,19
Karıştırma Süresi (dk.)	0,04
Karıştırma Hızı (devir/dk.)	0,16

Tablo 4.10. Optimum Parametre Değerlerinin Belirlenmesi (Soğuk Pres Çörek Otu Yağı)

	Parametreler	**Parametre Seviyeleri**	**Çökelti Miktarı (g.)**	**Maliyet**	**Seçim**
A	**Su Miktarı (g.)**	**0**	**2,2900**		
		1	**2,2809**		
		3	**1,7739**	**Min.**	
		5	**2,4113**	**Max.**	**A_4**
B	**Fosforik Asit Miktarı (g.)**	**0**	**1,6004**	**Min.**	
		0,25	**2,2080**		
		0,50	**2,7163**	**Max.**	**B_3**
		1	**2,2314**		
C	**Sıcaklık (˚C)**	**20**	**1,6036**	**Min.**	
		35	**2,4926**		
		50	**2,1667**		
		65	**2,4932**	**Max.**	**C_4**
D	**Karıştırma Süresi (dk.)**	**10**	**1,6433**	**Min.**	
		20	**2,0580**		
		30	**2,4787**		
		40	**2,5942**	**Max.**	**D_4**
E	**Karıştırma Hızı (devir/dk.)**	**100**	**1,6188**	**Min.**	
		250	**2,6384**		
		400	**1,7596**		
		600	**2,7392**	**Max.**	**E_4**

Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinden standart L_{16} kullanılarak yapılan degumming işlemlerinde soğuk pres yöntemi ile elde edilen çörek otu yağları için ideal çalışma koşulları sırasıyla; su miktarı (g.)[(5)], fosforik asit miktarı (g.)[(0.50)], sıcaklık (℃)[(65)], karıştırma süresi (dk.)[(40)] ve karıştırma hızı (devir/dk.)[(600)] olarak tespit edilmiştir.

Tablo 4.11. Optimum Parametre Değerlerinin Belirlenmesi (Sıcak Pres Çörek Otu Yağı)

	Parametreler	Parametre Seviyeleri	Çökelti Miktarı (g.)	Maliyet	Seçim
A	**Su Miktarı (g.)**	**0**	**1,9899**	**Min.**	
		1	**3,9229**	**Max.**	**A_2**
		3	**3,4683**		
		5	**3,2161**		
B	**Fosforik Asit Miktarı (g.)**	**0**	**1,8640**	**Min.**	
		0,25	**3,3049**		
		0,50	**3,6299**		
		1	**3,7984**	**Max.**	**B_4**
C	**Sıcaklık (˚C)**	**20**	**2,7908**	**Min.**	
		35	**3,2347**		
		50	**3,1005**		
		65	**3,4712**	**Max.**	**C_4**
D	**Karıştırma Süresi (dk.)**	**10**	**3,1567**		
		20	**3,1747**		
		30	**2,9789**	**Min.**	
		40	**3,2869**	**Max.**	**D_4**
E	**Karıştırma Hızı (devir/dk.)**	**100**	**2,7957**	**Min.**	
		250	**3,1860**		
		400	**3,3911**	**Max.**	**E_3**
		600	**3,2219**		

Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinden standart L_{16} kullanılarak yapılan degumming işlemlerinde sıcak pres yöntemi ile elde edilen çörek otu yağları için ideal çalışma koşulları sırasıyla; su miktarı (g.)[(1)], fosforik asit miktarı (g.)[(1)], sıcaklık (℃)[(65)], karıştırma süresi (dk.)[(40)] ve karıştırma hızı (devir/dk.)[(400)] olarak tespit edilmiştir.

4.3. Çörek Otu (*Nigella Sativa* L.*)* Yağından Fosfolipid Giderilmesi İşleminin İdeal Çalışma Koşulları

Yapılan deneysel çalışmalarda soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağındaki fosfolipidler çökeltilerek giderilmeye çalışılmıştır. Fosfolipid giderilmesi işlemi için Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemi kullanılarak beş parametre ve parametrelere bağlı seviyeler belirlenmiştir. Deneysel çalışmalar, hem soğuk pres hem de sıcak pres çörek otu yağı için ayrı ayrı yapılmış olup, maksimum çökeltinin sağlandığı ideal çalışma koşulları hem soğuk pres hem de sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağı için belirlenmiştir. Soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağları için belirlenen ideal çalışma koşulları aşağıdaki Tablo 4.12.' de verilmektedir.

Tablo 4.12. Çörek Otu Yağından Fosfolipid Giderilmesi İşlemi İdeal Çalışma Koşulları (Soğuk Pres ve Sıcak Pres)

		Çörek Otu Yağı (Soğuk Pres)	**Çörek Otu Yağı (Sıcak pres)**
	Parametreler	**İdeal çalışma Koşulları**	
A	**Su Miktarı (g.)**	**5**	**1**
B	**Fosforik Asit Mik. (g.)**	**0.50**	**1**
C	**Sıcaklık (˚C)**	**65**	**65**
D	**Karıştırma Süresi (dk.)**	**40**	**40**
E	**Karıştırma Hızı (devir/dk.)**	**600**	**400**

4.4. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağındaki Fosfolipid Giderilmesi İşleminin Verimi

İdeal çalışma koşulları belirlenen ham çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağına yapılan fosfolipid giderilmesi (degumming) işleminin yüzde veriminin hesaplanması Bölüm 3.3. teki toplam fosfor analizi ile ham çörek otu yağının ve fosfolipidleri giderilmiş çörek otu yağının toplam fosfor miktarlarına bakılarak yapılmıştır. Yapılan toplam fosfor analizleri soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağlarına ayrı ayrı yapılmıştır.

Tablo 4.13. Toplam Fosfor Miktarları – Verim Değerleri

	Çörek Otu Yağı (Soğuk Pres)	**Çörek Otu Yağı (Sıcak pres)**
Ham Çörek Otu Yağı Toplam Fosfor Miktarı (ppm)	**13.0**	**395**
Fosfolipidleri Giderilmiş Çörek Otu Yağının Toplam fosfor Miktarı (ppm)	**2.25**	**142**
Verim (%)	**82.69**	**63.93**

Tablo 4.13.' de görüldüğü gibi hem soğuk pres hem de sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağlarına yapılan fosfolipid giderilmesi (degumming) işlemi ardından elde edilen yağ numunelerine (soğuk pres ile elde edilmiş çörek otu yağı ile bu yağın fosfolipdleri giderilmiş formu ve sıcak pres ile elde edilmiş çörek otu yağı ile bu yağın fosfolipdleri giderilmiş formu), yapılan toplam fosfor analizleri ile soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağlarına uygulanan fosfolipid giderilmesi (degumming) işleminin verimleri hesaplanmış ve tablo 4.13.' de verilmiştir.

4.5. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağındaki Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İçin Deney Programının Belirlenmesi

Çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağındaki renk verici maddelerin giderilmesi amacı ile Bölüm 3'de anlatılan yöntemler ile deneyler gerçekleştirilmiş ve ideal çalışma koşulları belirlenmeye çalışılmıştır.

Bu çalışmadaki deney programının belirlenmesinde Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinden yararlanılmıştır. Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yöntemlerinin kullanılması ve deney programının belirlenmesi için seçilen parametreler ve bu parametrelere bağlı olarak öngörülen parametre seviyeleri aşağıdaki tablo 4. 14.' de verilmiştir.

Tablo 4.14. Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İşleminin Çalışma Parametreleri ve Parametre Seviyeleri

		Parametre Seviyeleri			
	Parametreler	**1**	**2**	**3**	**4**
A	**Zeolit Miktarı (g.)**	**0**	**0.4**	**0.8**	**1.5**
B	**Bentonit Miktarı (g.)**	**0**	**0.4**	**0.8**	**1.5**
C	**Sıcaklık (˚C)**	**50**	**65**	**80**	**95**
D	**Karıştırma Süresi (dk.)**	**10**	**20**	**30**	**50**
E	**Karıştırma Hızı (devir/dk.)**	**100**	**250**	**400**	**600**

Yukarıdaki Tablo 4.14.' de belirtilen parametre ve seviyeleri yani; zeolit miktarı (g.) [(0),(0.4),(0.8),(1.5)], bentonit miktarı (g.) [(0),(0.4),(0.8),(1.5)], sıcaklık (℃) [(50),(65),(80),(95)], karıştırma süresi (dakika) [(10),(20),(30),(50)] ve karıştırma hızı (devir/dk.) [(100),(250),(400),(600)] parametre ve seviyeleri kullanılarak Taguchi Fransiyonel Tasarım Yöntemlerinden Standard L_{16} (5*4) deney planı kullanılarak deney programı hazırlanmıştır. Hazırlanan deney programı aşağıdaki tablo 4.15.' da verilmektedir.

Tablo 4.15. Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İşleminin Deney Programı

No	Zeolit Miktarı (g.)	Bentonit Miktarı (g.)	Sıcaklık (˚C)	Karıştırma Süresi (dk.)	Karıştırma Hızı (devir/dk.)
1	0	0	50	10	100
2	0	0.4	65	20	250
3	0	0.8	80	30	400
4	0	1	95	50	600
5	0.4	0	65	30	600
6	0.4	0.4	50	50	400
7	0.4	0.8	95	10	250
8	0.4	1.5	80	20	100
9	0.8	0	80	50	250
10	0.8	0.4	95	30	100
11	0.8	0.8	50	20	600
12	0.8	1.5	65	10	400
13	1.5	0	95	20	400
14	1.5	0.4	80	10	600
15	1.5	0.8	65	50	100
16	1.5	1.5	50	30	250

Deney programındaki parametreler ve seviyelerinden yararlanılarak yapılan renk verici maddelerin giderilmesi (decolorization) işleminde kullanılan ağartma toprakları belirlenen sıcaklık, karıştırma süresi ve karıştırma hızların da yağ ile muamele edilip ardından süzülerek çörek otu yağının bünyesindeki renk verici maddeler ile birlikte yağdan uzaklaştırılmıştır.

4.5.1. Çörek Otu *(Nigella Sativa* L.*)* Yağındaki Renk Verici Maddelerin Giderilmesi İşleminin Renk Ölçüm Sonuçları

Bu çalışmada çörek otu yağının bünyesindeki safsızlıklardan olan renk verici maddeler yağın bünyesinden uzaklaştırılmıştır. Çörek otu yağının bünyesindeki renk verici maddeler, ağartma toprakları (bentonit ve zeolit) ile birlikte belirlediğimiz çalışma koşullarında muamele edilmiş renk verici maddeler süzülerek ağartma toprakları ile yağın bünyesinden uzaklaştırılmıştır.

Tablo 4.16. Lovibond Renk Tayini Cihazı İle Belirlenen Renk Değerleri (Soğuk Pres – Sıcak Pres)

NO	Çörek Otu (Soğuk Pres)			Çörek Otu (Sıcak Pres)		
	Renk (LOVIBOND)			Renk (LOVIBOND)		
	Sarı	Kırmızı	Mavi	Sarı	Kırmızı	Mavi
Şahit Numune	70	17.5	2.5	70	20.6	35
1	70	14.1	0	70	11	32
2	70	14.0	0	70	10	32
3	70	14.0	0	70	9	31
4	70	14.3	0	70	10	31
5	70	14.2	0	70	7	31
6	70	15.5	0	70	8	34
7	70	17.5	0	70	9	33
8	70	15.5	0	70	7	32
9	70	17.0	0	70	7	34
10	70	17.1	0	70	7	35
11	70	17.4	0	70	6	34
12	70	16.6	0	70	7	35
13	70	17.3	0	70	6	35
14	70	17.2	0	70	6.2	31
15	70	17.0	0	70	7	33
16	63	17.0	0	70	7	33

Degum soğuk pres ve sıcak pres yağlarının ağartılması ile elde edilen yağ numuneleri Yonca Yağ A.Ş. firmasındaki Lovibond Renk Tayini Cihazı ile renk değerleri belirlenmiştir. Çörek otu yağında bakılan renk değerleri soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen yağlar için ayrı ayrı olarak bakılıp yukarıdaki tablo 4.16.' da verilmiştir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, ham çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağına fosfolipidlerin giderilmesi üzerine deneyler yapılmıştır ve fosfolipidlerin giderilmesi için ideal çalışma koşulları belirlenmiştir. İdeal çalışma koşulları ile fosfolipidleri giderilmiş çörek otu yağının bünyesindeki renk verici maddelerin giderilmesi üzerine deneyler yapılmış ve uygun ağartma toprakları ile ideal çalışma koşulları belirlenmiştir.

Ham çörek otu yağı soğuk pres ve sıcak pres yöntemleri ile elde edilmektedir. Bu iki yöntem ile elde edilen çörek otu yağlarına yapılan fosfolipid giderilmesi denemelerinde maksimum çökeltinin sağlandığı ideal çalışma koşulları belirlenmiştir. Soğuk pres ile elde edilen çörek otu yağının ideal çalışma koşulları; su miktarı 5 gram, fosforik asit miktarı 0.50 gram, reaksiyon sıcaklığı 65˚C, karıştırma süresi 40 dakika ve karıştırma hızı 600 devir/dk. olarak belirlenmiştir. Sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağının ideal çalışma koşulları ise; su miktarı 1 gram, fosforik asit miktarı 1 gram, reaksiyon sıcaklığı 65˚C, karıştırma süresi 40 dakika ve karıştırma hızı 400 devir/dk. olarak belirlenmiştir.

Soğuk pres ve sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağlarının ideal çalışma koşullarında farklılıklar olmaktadır. İdeal çalışma koşullarındaki bu farklılıklar; soğuk pres ile elde edilen çörek otu yağının su miktarı 5 gram iken sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağının su miktarı 1 gram olmasının sebebi sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağının üretimi esnasında bir ısıl işlem gördüğünden dolayı soğuk pres ile elde edilen çörek otu yağına göre daha az su miktarı yeterli gelmektedir. Sıcak Pres ile elde edilen çörek otu yağının fosforik asit miktarının soğuk pres ile elde edilen çörek otu yağına göre daha fazla olmasının sebebi ise ısıl işlem esnasında yağın bünyesine geçen fosfolipid türlerinin asit çözeltisi ile hidrate olabilme olasılığı yüksek olduğundan fosforik asit miktarı 1 gram olarak belirlenmiştir. Karıştırma hızlarındaki farklılığın sebebi ise sıcak pres ile elde edilen yağın ısıl işlemi esnasında yağın bünyesine soğuk pres ile elde edilen çörek otu yağına göre daha fazla safsızlıklar bırakmasından dolayı soğuk pres ile elde edilen yağa göre daha düşük karıştırma hızında fosfolipid giderilmesi işleminin gerçekleşmesi yeterli gelmektedir.

İdeal çalışma koşullarındaki farklılıkların temel sebebi sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağının üretimi aşamasında ısıl işleme tabi tutulması ve bu ısıl işlem esnasında çörek otu tohumlarından yağın bünyesine daha fazla miktarda safsızlıkların geçmesi sebep olmaktadır.

Ham çörek otu yağı soğuk pres ve sıcak pres yöntemleri ile üretilmiştir. Bu iki yöntem ile elde edilen çörek otu yağına uygulanan ideal çalışma koşullarındaki fosfolipid giderilmesi işleminin verimleri de hesaplanmıştır. Soğuk pres ile elde edilen çörek otu yağından, ham çörek otu yağına göre % 82.69 verim ile fosfolipid giderilmesi gerçekleştirilirken; sıcak pres ile elde edilen çörek otu yağından, ham çörek otu yağına göre % 63.93 verim ile fosfolipid giderilmesi gerçekleştirilmiştir.

Ham çörek otu yağına ideal çalışma koşulları ile uygulanan fosfolipid giderilmesi işleminin ardından yağın bünyesindeki renk verici maddelerin giderilmesi işlemi ağartma toprakları (bentonit ve zeolit), sıcaklık, karıştırma süresi ve karıştırma hızı parametreleri kullanılarak ve Taguchi Fraksiyonel Tasarım Yönteminden yaralanılarak hazırlanan deney programı göre denemeler yapılmıştır. Yapılan denemelerden elde edilen yağ numunelerine Yonca Yağ A.Ş. firmasındaki Lovibond Renk Tayini Cihazı ile renk değerlerine bakılmıştır.

Çörek otu yağındaki renk verici maddelerin giderilmesi işleminin ardından elde edilen numunelerin renk değeri yapılan renk açma işleminin göz ile görünür düzeyde fark yaratmadığını fakat Lovibond Renk Tayini Cihazı ile yapılan ölçümlerde sadece soğuk pres çörek otu yağının mavi renginde ve sıcak pres çörek otu *(Nigella sativa* L.*)* yağının ise kırmızı renginde yeterli derecede bir giderim sağlandığı görülmüştür.

Bundan sonra yapılacak olan çalışmalarda farklı degum yöntemleri de kullanılarak degum işlemine etki eden farklı parametreler incelenebilir ve fosfolipid giderilmesi işlemleri gerçekleştirilebilir.

Renk verici maddelerin giderilmesi işleminde de farklı adsorbanlar (ağartma toprakları) kullanılarak farklı parametrelerin etkinlikleri üzerinde çalışmalar gerçekleştirilebilir.

KAYNAKLAR

[1] **Gümüşkesen, S. A.,** 1999: Bitkisel Yağ Teknolojisi, Asya Tıp Yayıncılık, İzmir.

[2] **Başoğlu, F.,** 2006: Yemeklik Yağ Teknolojileri, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara.

[3] http:// Vikipedi/Çörek otu/ Besin değerleri, 09.10.2017.

[4] **Anderson, D.,** 2005. Edible Oil and Fat Products:Processing Technologies, BAILEY'S INDUSTRIAL OIL AND FAT PRODUCTS, Fereidoon Shahidi Ed. , Sixth Edition, Vol. 5, John Wiley & Sons, Inc.,NY.

[5] **Gunstone, Frank D.**, 2008: Oils and Fats in the Food Industry, Wiley-Blackwell Press, UK, 1st ed., 1-10.

[6] **Baydar, H.,** 2000. Bitkilerde yağ sentezi, kalitesi ve kaliteyi artırmada ıslahın önemi. Ekin Dergisi, 11: 50-57.

[7] **Stauffer, Clyde E.,** 1996: Fats and Oils, Eagan Press, USA, 1st ed., 3-14.

[8] **O'Brien, Richard D.,** 2004: Fats and Oils, Formulating and Processing for Applications, CRC Press, 2nd ed., 6-23 / 62-71.

[9] **Kayahan M.**, Yağ Kimyası, ODTÜ Yayıncılık, Ankara, 2003.

[10] **Arıoğlu H.**, Türkiye'de Yağlı Tohum ve Ham Yağ Üretimi, Sorunlar ve Çözüm Önerileri, 2016.

[11]https://www.tobb.org.tr/SanayiMudurlugu/Documents/KapasiteKriterleri/Bitkisel%20Hamyağlar.pdf, 18.11.2017.

[12]http://www.solverkimya.com/site/makaleler/gida-urunleri-makaleleri/bitkisel-yag-uretimi.html, 18.11.2017.

[13] **O'Brien, Richard D., Farr, Walter E.; Wan, Peter J.,** 2000: Introduction to Fats and Oils Technology, AOCS Press, 2nd ed., 136-380.

[14] **Pokorny, J., Cmolik,J.,** 2000: Physical Refining of Edible Oils, Eur. J. Lipid Sci. Technol. 102, 472-186.

[15] **Greyt, W., Kellens, M.,** 2000: Edible Oil Processing, Refining Practice, Sheffield Academic Press, England, 79-97.

[16] **Moreau, R. A.,** 2006: Bailey‟s Industrial Oil and Fat Products, 6th ed., Edible Oil Processing, Corn Oil, **2**, 149-170.

[17] **Bitkisel Yağ Sanayicileri Derneği,** İstatistikler. Alındığı tarih: 25.10.2017, adres: http://www.bysd.org.tr/Default.aspx.

[18] **Duff, H. G.,** 1991: Introduction to fats and oils technology, Chapter 5, *Refining*, AOCS Campaign, Toronto, Canada, 85-98.

[19] **Gunstone, F. D.,** 2004: The Chemistry of oils and Fats: sources, composition, properties and uses, CRC Press, Oxford, UK, 38-41.

[20] **Münch, E.,** 2007: Degumming Of Plant Oils for Different Applications, Oils And Fats Technical Interest Group Conference, Cairo, Egypt, March 20-21.

[21] **Üstün, G., Türkay, S. ve Karaali, A.,** (1998). Nigella Sativa seeds: A Potential Source for Oil and Oleochemicals. In: Advances in Oils and Fats, Antioxidants, and Olilseed By-Products, AOCS Press, Champaign, Vol II, 155-160.

[22] **Roth, L. and Kormann, K.,** 2005. Atlas of Oil Plants and Vegetable Oils – Fats, Waxes, Fatty Acids, Botany, Ingredients, Analytics, Agrimedia, Germany.

[23] **Tohumlarından Faydalanılan İlaç Ve Baharat Bitkileri Yetiştiriciliği**, Tarım Teknolojileri, Ankara,2016.

[24] **Parı L, Sankaranarayanan C.** 2009. Beneficial effects of thymoquinone on hepatic key enzymes in streptozotocin-nicotinamide induced diabetic rats. Life Sciences, 85: 830- 834.

[25] **Bacak Güllü, E., Avcı G.,** 2013; Timokinon: Nigella Sativa'nın Biyoaktif Kompenenti, Kocatepe Veteriner Dergisi.

[26] **Zaouı A, Cherrah Y, Alaouı K, Mahassıne N, Amarouch H, Hassar M.** 2002. Effects of Nigella sativa fixed oil on blood homeostasis in rat. Journal of Ethnopharmacology, 79: 23- 26.

[27] **Fararh, KM, Shımızu, Y, Shına, T, Nıkamı, H, Ghanem, MM, Takewakı, T.** 2005. Thymoquinone reduces hepatic glucose production in diabetic hamsters. Research in Veterinary Science, 79: 219-223.

[28] **Kanter M., DEMİR h., Karakaya C., Ozbek H.,** 2005 Gastroprotective ectivity of Nigella sativa L. oil and itsconstituent thymoquinone against acute alcohol-induced gastric mucosal in rast.

[29] **Ilhan A., Gurel A., Armutcu F., Kamıslı S., Iraz M.,** 2005Antiepileptogenic and antioxidant effect of Nigella sativa oil against pentylenetetrazol-induced.

[30] **Rooney S., Ryan MF.,** 2005 Effects of alpha – hederin and thymoquinone, constituents of Nigella sativa, on human cancer cell lines.

[31] **Xu., L., Diosady, L. L.,** 2004: Nutritionally Enhanced Edible Oil and Oilseed Processing, Chapter 7, *Degumming*, AOCS press, USA.

[32] **Yeşilayer, N., Doğan, G., Erdem, M.,** 2008. Balık Yemlerinde Doğal Karotenoid Kaynaklarının Kullanımı. Journal of Fisheries Sciences, ISSN 1307-234X, 2(3):241- 251.

[33] **Kahyaoğlu, M., Kıvanç, M.,** 2006. Endüstriyel Atık Maddelerden Mikrobiyal Yolla Beta Karoten Üretimi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Bilimleri Dergisi (J. Agric. Sci.), 2007, 17(2): 61-6.

[34] **Saldamlı, İ.,** 2007. Gıda Kimyası. Hacettepe Üniversitesi Yayınları, ISBN: 978-975- 491-190-9, 587, Ankara.

[35] **Dijkstra, A. J.,** 2010: Enymatic Degumming, Review Article, *Eur.J. Lipid Sci. Technol*., 1178-1189.

[36] **O'Brien, R. D.,** 2008: Soybean oil Purification, AOCS Press, 378-407.

[37] **Applewhite, H. T.,** 1993: World Conference on Oilseed Technology and Utilization, AOCS Press, 142-143.

[38] **Carelli, A. A., Ceci L. N., and Crapiste G. H.,** 2002: Phosphorus-to-Phospholipid Conversion Factors for Crude And Degummed Sunflower Oils, *JAOCS*, **79**, (12), 1177-1180.

[39] **Whitehurst J. R., and Oort, M.,** 2010: Enzymes in Food Technology, 2nd ed., Wiley-Blackwell publication, 1-355.

[40] **Chakrabarti, P. P., Rao, B. V. S. K., Roy, S. K.,** 2004: Process for the pre-treatment of vegetable oils for physical refining. United States Patent Application, No: 20040005399.

[41] **Batur Akif,** 1997, Yağ Sanayii Atıkları ve Değerlendirme Olanakları, Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, İzmir.

[42] **Çömlekçi, N.,** 1988, 'Deney Tasarımı ve Çözümlemesi', Anadolu üniversitesi yayınları, Eskişehir.

[43] **Ross, P.J.,** 1996, 'Taguchi Tecniques for Quality Engineering', McGrow–Hill International Book Company, 1-73.

[44] **Alhalabi K., Sabır E. C.,** Aralık 2011, 'Antistatik Yağın İplik Kalite Parametrelerine Etkisi', Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 26(2), ss. 19-32.

[45] **Şanyılmaz, M.,** 2006, 'Deney Tasarımı ve Kalite Geliştirme Faaliyetlerinde Taguchi Yöntemiyle Bir Uygulama', Dumlupınar Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Kütahya.

[46] **Hamzaçebi, Ç.,** 2000, ’Kalite Yönetiminde Taguchi Felsefesi’, Gazi Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Ankara.

[47] **Şirvancı, M.,**1997, ’Kalite İçin Deney Tasarımı’, Literatür yayınları, 110, İstanbul.

[48] **Öztop, M.,** 2007, ’Taguchi Deney Tasarım Yöntemi ile Alüminyum Ekstrüzyon Prosesinin İyileştirilmesi’ Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri.

[49] **Yang, W.H., Tarng, Y.S.,** 1998, ‘Design Optimization of Cutting Parameters for Turning Operations Based on the Taguchi Metod’, Journal of Materials Processing Technology, Vol.84, 122-129.

[50] **Taylan, D.,** 2009, ‘Taguchi Deney Tasarımı Uygulaması’ Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Isparta.

[51] **Pignatell,o J., Ramberg, J.S.,** 1991-1992,’Top Ten Triumphs and Tragedies of Genichi Taguchi’, Quality Engineering, Vol:4, No:2, p:221-225.

[52] **Durmaz, S.,** 2008, ‘Taguchi Metodunun Kauçuğun Vulkanizasyonu Prosesine Uygulanması’, Sakarya Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Sakarya.

[53] **Hamzaçebi, Ç., Kutay, F.,** 2001, ‘Kalite Maliyetlerine Genel Bir Bakış: Taguchi Kayıp Fonksiyonu’ Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, Cilt: 7, Sayı: 2, 287-293.

[54] **Gökçe, B., Taşgetiren S.,** 2009 ‘Kalite için Deney Tasarımı’ Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi’, Cilt:6, No:1, 71-83.

[55] **Kasman Ş.,** 2011, ‘Lazerle Derin Oyma Tekniğinde EN 7075 Alüminyum Alaşımı için İşlem Parametrelerinin Etkilerinin Taguchi Metodu Kullanılarak İncelenmesi’, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, Cilt: 8, No.2, 41-54.

[56] **Bayrak, Z.,** 1996, ‘Taguchi Yönteminin Kalite Kontrolüne Uygulanması’, Kocaeli Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli.

[57] **Abalı, Y., Bayça, S., Arısoy, K., Vaizoğullar, I.,A.,** 2011, ‘Optimization of Dolomite Ore Leaching in Hydrochloric Acid Solutions’ Physicochem. Probl. Miner. Process., 46, 253-262.

[58**] Demir, F., Dönmez, B. and Çolak, S.,** 2003, ‘Dissolution Kinetics of Magnesite in Citric Acid Solutions’, J. Chem. Eng. Jpn., 6, 683.

[59] **Abalı, Y., Çopur, M. and Yavuz, M.,** 2006, ‘Determination of Optimum Conditions for Dissolution of Magnesite with H2SO4 Solutions’, Indian Journal of Chemical Technology, (13) 391-397.

[60] **Abalı, Y., Arga, A.,** 2006, ‘Kolemanitin Asetik Asit Çözeltilerinde Çözünmesinin Optimizasyonu’ Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 2.2, 89-97.

[61] **Çopur, M.,** 2002, ‘An Optimization Study of Dissolution of Zn and Cu in ZnS Concentrate with HNO3 Solutions’ Chem. Biochem. Eng. Q., 16, (4), 191–197.

[62] **Ghazani S M, Garcı´a-Llatas G, Marangoni A G.,** 2013. Minor Constituents in Canola Oil Processed by Traditional and Minimal Refining Methods. J. Am. Oil Chem. Soc., 90:743–756.

[63] **Hrastar R, i Cheong L Z, Xu X, Miller R L, Kosˇir IJ.,** 2011. Camelina sativa Oil Deodorization: Balance Between Free Fatty Acids and Color Reduction and Isomerized Byproducts Formation. J Am Oil Chem Soc, 88:581–588.

[64] **Ramli M R, Siew W L, Ibrahim N A, Hussein R, Kuntom A, Razak R A, Nesaretnam K.,** 2011. Effects of Degumming and Bleaching on 3-MCPD Esters Formation During Physical Refining. J. Am. Oil Chem. Soc., 88:1839–1844.

[65] **Mounts TL, List GR, Heakin AJ.,** 1979. Postharvest handling of soybeans: Effects on oil quality. Journal of American Oil Chemist Society, 56: 883-885.

[66] **De Krishna B, Patel JD.,** 2011. Refining of rice bran oil by neutralization with calcium hydroxide. Eur. J. Lipid Sci. Technol., 113, 1161–1167.

[67] **Diosady LL, Rub LJ, Ting N, Trass O.,** 1983. Carbonhydrase hydrolysis of canola to enchance oil extraction with hexane. Journal of the American Oil Chemists' Society, 60:1658.

[68] **Elson CM, Hynes DL, MacNeil PA.,** 1979. Trace metal content of rapeseed meals, oils and seeds. Journal of the American Oil Chemists' Society, 56 (12) 998-999.

[69] **Sabah, E., Çelik, M.S.,** 2005. Sepiolite:An effective bleaching adsorbent fort he physical refining of degummed rapseed oil. *J.Am.Oil Chem.Soc.*82(12):911-916.

[70] **Jawad IM, Kochar SP, Hudson BJF.,** 1983. Quality Charasteristics of Physically RefinedSoyabean Oil: Effect of Pretreatment and Processing Time and Temperature. J. Food Techn., 353-360.

[71] **Ayala J V, Calliauw G, Foubert I, Dewettinck K, Dyer B, De Greyt W.,** 2007. Impacts of Bleaching and Packed Column Steam Refining on Cocoa Butter Properties. J Am Oil Chem Soc, 84, 1069–1077.

[72] **Deboni T M, Cuevas M S, Neto P M, Mota R V, Damasceno F S, Da Silva H M, & Rodrigues C E C, Meirelles A J A.,** 2013. Deacidification of Soybean Oil by Ion Exchange. Food Bioprocess Technol, 6, 3335–3344.

[73] **Güler G.,** 2009. Soğuk Presyon Ve Kimyasal Rafinasyon Yöntemleri İle Üretilen Kanola (Kolza) Yağlarının Bazı Fiziksel Ve Kimyasal Özelliklerinin Karşılaştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniv. Fen Bil. Ens., Tekirdağ.

[74] **Wiedermann LH.,** 1981. Nahrungsfetten, Verlag Paul Pavey in Berlin un Hamburg, 74-76.Degumming, refining and bleaching soybean oil. Journal of the American Oil Chemists' Society, 58: 158-166.

[75] **Forster A, Harper AJ.,** 1983. Physical refining. Journal of the American Oil Chemists'Society, 60 (2): 217A-223A.

[76] **Hoed V V, Ayala J V, Czarnowska M, De Greyt W, Verhe R.,** 2010. Optimization of Physical Refining to Produce Rice Bran Oil with Light Color and High Oryzanol Content. J. Am. Oil Chem. Soc., 87:1227–1234.

[77] **Bayaz M.,** 1992. Fiziksel ve kimyasal rafinasyonun zeytinyağının özelliklerine etkileri. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi. Fen Bil. Ens., İzmir.

[78] **AOCS Ca 12-55,** 1990 : Phosphorus, Official methods and recommended practices of the American Oil Chemist's Society, 4th ed., AOCS, Champaign.

[79]http://www.ecslabonline.com/lovibond-tintometre-renk-olcum-cihazi.html, 19.11.2017.

[80] **Çağlayan, M.O., Kafa, S., Yiğit, N.,** 2003, Al-polikatyonu destekli Ca-Bentonitin aktifliğinin ham pamuk yağı ağartılması ile belirlenmesi, XI. Ulusal Kil Sempozyumu, İzmir, s 219-225.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Gürhan ŞİMŞEK

Doğum Yeri ve Yılı : Manisa, 1994

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : simsek.grhn@gmail.com.tr

İletişim : 05076234323

Eğitim Durumu

Lise : Halit Görgülü Anadolu Lisesi, 2008 - 2012

Lisans : Uşak Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 2012 - 2016

Yüksek Lisans : Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Kimya Bölümü, 2016 - 2018

Mesleki Deneyim

PETKİM Petrokimya Holding A.Ş. (Laboratuvar Stajı) 2013-2014

PETKİM Petrokimya Holding A.Ş. (Fabrika Stajı) 2014-2015