



Zeytinyağı bazlı oleojellerin balmumu ve tarçın esansiyel yağı ile stabilizasyonu: Optimizasyon ve karakterizasyon

Stabilization of olive oil-based oleogels with beeswax and cinnamon essential oil: Optimization and characterization

Nihal Yaman^{1*} , Özgül Özdekan Ocak²

¹Ege Tarımsal Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü, İzmir, Türkiye.

nihal.yaman@tarimorman.gov.tr

²Gıda Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Ege Üniversitesi, İzmir, Türkiye.

ozgul.ozdekan@ege.edu.tr

Geliş Tarihi/Received: 13.06.2025

Düzeltilme Tarihi/Revision: 29.11.2025

doi: 10.65206/pajes.40179

Kabul Tarihi/Accepted: 22.01.2026

Araştırma Makalesi/Research Article

Öz

Olejeller, sıvı yağların yapılandırıcı ajanlarla katı benzeri forma dönüştürülmesiyle elde edilen yeni nesil gıda sistemleridir. Trans ve doymuş yağların sağlık üzerindeki olumsuz etkileri nedeniyle, bu sistemler geleneksel katı yağlara alternatif olarak giderek daha fazla ilgi görmektedir. Bu çalışmanın amacı, balmumu ile yapılandırılmış ve tarçın uçucu yağı (TUY) içeren zeytinyağı bazlı oleojelin üretim parametrelerini optimize ederek, maksimum yağ bağlama kapasitesine, gelişmiş dokusal özelliklere ve düşük peroksit değerine sahip bir ürün elde etmektir. Ayrıca, geliştirilen oleojelin fizikokimyasal, yapısal ve termal özellikleri değerlendirilmiştir. Balmumu oranı, ısıtma (T_H) ve soğutma (T_C) sıcaklıklarının etkilerini incelemek amacıyla Yanıt Yüzeyi Metodolojisi (RSM) kapsamında Box-Behnken deney tasarımı (BBD) kullanılmıştır. Optimize edilmiş formülasyon (%11.53 bal mumu, $T_H = 80^\circ\text{C}$, $T_C = 11.21^\circ\text{C}$) için yanıt değişkenleri değerleri %99.65 yağ bağlama kapasitesi, 1765.20 g sertlik, 1188.84 g iç yapışkanlık ve 13.05 meqO₂ kg⁻¹ peroksit sayısı olarak hesaplanmıştır. Reolojik analizler, oleojelin viskoelastik davranış sergilediğini ortaya koymuştur. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) sonuçları, oleojelin ısı işlem sonrası katı yapısını yeniden kazanabildiğini ve termal stabilitesini koruduğunu göstermiştir. TUY ve balmumunun sinerjik etkisiyle, ürün depolama süresince iyi bir oksidatif stabilite sergilemiştir. Bu sonuçlar, geliştirilen oleojel sisteminin sağlıklı yağ ikamesi, fonksiyonel bileşen taşıyıcısı veya margarin benzeri ürünlerde kullanım potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir.

Anahtar kelimeler: Peroksit değeri, Antioksidan aktivite, Termal özellikler, Fenolik madde, Viskoelastik davranış.

Abstract

Oleogels are a new generation of food systems obtained by structuring liquid oils into semi-solid forms using structuring agents. Due to the adverse health effects of trans and saturated fats, these systems are receiving increasing attention as potential alternatives to conventional solid fats. The aim of this study was to optimize the processing parameters for a beeswax-structured, cinnamon essential oil (CEO)-enriched olive oil-based oleogel to achieve maximum oil binding capacity, improved textural properties, and a low peroxide value. Additionally, the physicochemical, structural, and thermal properties of the developed oleogel were evaluated. A Box-Behnken experimental design (BBD) within the scope of Response Surface Methodology (RSM) was used to investigate the effects of beeswax concentration, heating (T_H), and cooling (T_C) temperatures. For the optimized formulation (11.53% beeswax, $T_H = 80^\circ\text{C}$, $T_C = 11.21^\circ\text{C}$), the response variables were determined as 99.65% oil binding capacity, 1765.20 g firmness, 1188.84 g cohesiveness, and 13.05 meqO₂/kg peroxide value. Rheological analyses confirmed the viscoelastic behavior of the oleogel. Differential Scanning Calorimetry (DSC) results revealed that the oleogel could regain its solid structure after thermal treatment and maintain its thermal stability. The synergistic effect of CEO and beeswax contributed to good oxidative stability during storage. These findings demonstrate that the developed oleogel system has promising potential for use as a healthy fat substitute, a carrier for functional compounds, or in margarine-like applications.

Keywords: Peroxide value, Antioxidant activity, Thermal properties, Phenolic compounds, Viscoelastic behavior.

1 Giriş

Olejeller, sıvı yağların mumlar, monogliseridler veya fosfolipitler gibi jelatörlerle yapılandırılmasıyla elde edilen sistemlerdir. Yağ tutma, oksidatif stabilite sağlama ve besinsel değerleri koruma özellikleri sayesinde, trans ve doymuş yağlara alternatif olarak gıda formülasyonlarında önemli bir potansiyele sahiptirler [1],[2].

Balmumu (BW), jelleşme kapasitesi, yağ stabilizasyonu, dokusal iyileştirme ve kaplayıcı özellikleriyle gıda endüstrisinde çeşitli uygulamalara uygun olup; doğal kökeni, biyolojik olarak parçalanabilirliği ve kullanım kolaylığı sayesinde oleojel formülasyonlarında sürdürülebilir ve işlevsel bir bileşen olarak öne çıkmaktadır [3]-[5].

Zeytinyağı (OO), yüksek oleik asit ve fenolik içeriği sayesinde antimikrobiyal, antioksidan ve anti-enflamatuar etkilere sahiptir [6],[7]. Ancak doymamış yağ asidi içeriği nedeniyle, bu tür yağlarla oluşturulan oleojeller oksidasyona yatkındır ve bu oleojellerin oksidatif stabilitesi, bunları içeren gıda ürünlerinin raf ömrünü ve kalitesini etkilediği için çok önemlidir [2],[8]. Oleojel formülasyonlarında çeşitli doğal antioksidanlar kullanılmış olsa da [9]-[13], uçucu yağ gibi lipofilik biyoaktif bileşiklerin kullanıldığı çalışmalar sınırlıdır. Antioksidanların etkinliği, yapılandırıcılarla ve kullanılan yağlarla olan uyumluluklarının yanı sıra konsantrasyonlarının da hedef uygulamaya uygun şekilde belirlenmesini gerektirir [2],[14].

Uçucu yağlar, doğal kaynaklı olmaları ve antimikrobiyal, antioksidan ve antifungal aktiviteleri nedeniyle endüstride

*Yazışılan yazar/Corresponding author

yaygın ilgi görmektedir [15]. Ancak, konsantrasyonu genellikle baskın aroma, uçuculuk sorunları ve ürün formülasyonlarında olası istikrarsızlıktan kaçınmak için sınırlıdır. Araştırmalar, tarçın esansiyel yağının etkinliği ve duyuşal kabul edilebilirliği dengelemek için düşük konsantrasyonlarla (%0.5 veya daha az) sınırlandırılmasını desteklemektedir [16],[17]. TUY, sinnaaldehit ve öjenol içeriğiyle güçlü antioksidan özellik sergilemektedir [18]. Ancak uçuculukları, hidrofobik yapıları ve çevresel faktörlere duyarlılıkları stabilite açısından dezavantaj oluşturmaktadır [19]. Oleojeller, bu tür biyoaktif bileşenleri ağ yapıları içinde kapsülleyerek oksidasyona karşı koruma sağlar ve kontrollü salınım imkânı sunar [19],[20].

Oleojeller literatürde geniş çapta incelenmiş olsa da, uçucu yağlarla stabilizasyonlarına yönelik çalışmalar sınırlıdır. Yapılandırıcı ajanlar, antioksidan bileşikler ve yağ matrisi arasındaki etkileşimlerin daha iyi anlaşılması, gıda uygulamalarında işlevsellik açısından önemlidir. Bu çalışmanın amacı, TUY içeren ve BW ile yapılandırılmış OO bazı oleojelin işleme parametrelerini optimize ederek yüksek yağ bağlama kapasitesi (YBK), üstün doku özellikleri ve düşük peroksit sayısı (PS) değerine ulaşmak; ayrıca bu oleojelin fiziksel, yapısal, termal, kimyasal ve antioksidan özelliklerini belirlemektir. Optimizasyonu, RSM kapsamında BBD kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2 Materyal ve metot

2.1 Materyal

OO ve BW, Ege Tarımsal Araştırma Enstitüsü'nden; TUY ise ticari bir tedarikçiden temin edilmiştir (başlıca bileşenleri: sinnaaldehit %72.7, karyofilen(E-) %5.64, öjenol %5.51, linalool %4.41). Sodyum karbonat, sodyum tiyosülfat TEKKİM'den (Bursa, Türkiye), kloroform, glasiyal asetik asit, potasyum iyodür, nişasta, etanol, potasyum persülfat, n-hekzan, Folin-Ciocalteu fenol reaktifi, gallik asit standardı Merck'ten (Darmstadt, Almanya); metanol ISOLAB'dan (Eschau, Almanya); 2.2-azinobis[3-etilbenzotiazolin-6-sülfonik asit (ABTS), 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH), Trolox (6-hidroksi-2,5,7,8-tetrametilokroman-2-karboksilik asit) Sigma-Aldrich'ten (St. Louis, MO, ABD) temin edilmiştir.

2.2 Metot

2.2.1 Deneysel tasarım ve istatistiksel analiz

Oleojel hazırlamada etkili parametreler olan mum oranı, T_H ve T_C etkilerini incelemek ve optimize etmek için RSM'nin BBD'si kullanılmıştır. Ön denemeler doğrultusunda, merkez noktası 3 tekrarlı 15 deney düzeneği oluşturulmuş; değişkenler ve seviyeleri Tablo 1'de sunulmuştur. Bu çalışmada, minimum malzeme kullanımı ve düşük enerji tüketimi ile en yüksek YBK, sertlik, iç yapışkanlık (İY) değerine ve en düşük PS değerlerine sahip oleojel elde edilmesi amaçlanmıştır. Tablo 2'de gösterildiği gibi Design Expert 13.0 yazılımı kullanılarak oluşturulan bir tasarım matrisi yürütülmüştür.

2.2.1.1 Oleojellerin hazırlanması

250 mL'lik behere tartılan OO, manyetik karıştırıcıda (Heidolph MR-Hei, Almanya) 80, 90 ve 100 °C sıcaklıklara kadar ısıtılmıştır. Belirlenen sıcaklıklar korunarak, deney tasarımına uygun oranda BW eklenmiş ve 600 rpm'de 15 dk. karıştırılmıştır. Ardından %0.5 TUY ilave edilmiştir. Homojen karışımlar, örnek kaplarına aktarılmış ve 4, 12 ve 20 °C'de 24 saat jel oluşumu sağlanmıştır. Oluşan oleojeller analiz öncesine kadar 4 °C'de saklanmıştır [21].

Tablo 1. Bağımsız değişkenlerin seviyeleri.

Table 1. Levels of independent variables.

Bağımsız Değişkenler	Birim	Seviyeler		
		(-1)	0	(+1)
BW Oran	%	7	10	13
T_H	(°C)	80	90	100
T_C	(°C)	4	12	20

Tablo 2. İşleme parametreleri ve tepki değişkenleri.

Table 2. Processing parameters and response variables.

Deneme Sırası	BW (%)	T_H (°C)	T_C (°C)	YBK (%)	Sertlik (g)	İY (g)	PS (meqO ₂ kg ⁻¹)
1	13	90	4	99.78	2438.53	-1434.77	12.62
2	13	90	20	99.22	3624.68	-1715.25	12.85
3	10	90	12	99.10	1226.2	-865.98	14.03
4	10	80	20	97.96	1477.31	-942.74	13.57
5	7	90	4	96.83	382.75	-316.88	14.46
6	10	100	4	98.97	1369.76	-897.11	14.62
7	10	90	12	98.69	1359.23	-823.1	14.11
8	10	100	20	98.76	2039.20	-1073.37	14.99
9	7	90	20	95.72	638.76	-479.75	15.05
10	7	80	12	96.77	481.66	-383.35	14.82
11	13	80	12	99.64	2697.90	-1682.48	12.51
12	13	100	12	99.55	2381.57	-1479.70	13.39
13	7	100	12	97.68	565.32	-372.68	15.13
14	10	90	12	99.58	1200.36	-864.06	14.33
15	10	80	4	99.67	880.15	-709.95	13.36

2.2.1.2 Yağ bağlama kapasitesi

Hazırlanan oleojel örnekleri, 90 °C'lik su banyosunda 30 dk. bekletilerek eritilmiş, 1 mL'si önceden tartılmış Eppendorf (a) tüplerine konulmuştur. Tüpler 4 °C'de 1 sa. bekletildikten sonra tekrar tartılmıştır (b). Oleojel içeren bu tüpler 20 °C'de 10000 rpm hızında 15 dk. santrifüj (Hettich Universal 320 R) edildikten sonra ters çevrilmiş ve 15 dk. bekletilmiştir. Ayrılan yağ uzaklaştırıldıktan sonra yağı uzaklaştırılmış tüpler tekrar tartılmış (c) ve YBK (%) değeri (1) ile hesaplanmıştır [22]:

$$YBK(\%) = 100 - 100 \times [(b - a) - (c - a)] / (b - a) \quad (1)$$

2.2.1.3 Tekstür profil analizi

Optimizasyon için hazırlanan ve optimum formülasyona sahip oleojellerin dokusal özellikleri (sertlik ve İY), 35 mm çapında sıkıştırma probu ve 30 kg yük hücresi ile donatılmış bir doku analizörü (TA-XT Plus, Stable Microsystems Ltd., İngiltere) ile belirlenmiştir. Numunelere 1 mm s⁻¹ hızda döngü uygulanmış, maksimum kuvvet (sertlik) ve negatif alan (İY) kuvvet-zaman eğrisinden hesaplanmıştır [23]. Negatif işaret yalnızca kuvvet yönünü ifade ettiğinden, istatistiksel değerlendirme ve optimizasyon işlemlerinde değerlerin mutlak büyüklükleri kullanılmıştır. Optimum oleojel 4 °C'de 90 gün saklanmış ve her 30 günde bir analiz edilmiştir.

2.2.1.4 Peroksit sayısı

Optimizasyon için hazırlanan oleojellerin ve optimum formülasyonla elde edilen oleojelin PS'leri, asetik asit/kloroform çözeltisi yöntemi kullanılarak incelenmiştir [24]. Optimum oleojel 90 gün boyunca 4 °C'de saklanmış ve her 30 günde bir değerlendirilmiştir.

2.2.2 Modellerin optimizasyonu ve doğrulanması

Bağımsız değişkenlerin YBK, dokusal özellikler ve PS üzerine etkileri %95 güven aralığında F (Fischer) testi kullanılarak polinom etkileşim modelleri ile incelenmiştir. İstatistiksel olarak önemsiz bazı model terimleri (p>0.05), model hiyerarşisi korunarak modelin uyum ve tahmin başarımının iyileştirilmesi amacıyla modelden çıkarılmıştır. Her model için

ANOVA analizi ile bulunan R^2 , F değeri, ayarlanmış regresyon katsayısı ($Adj-R^2$), tahmini karesel hata toplamı (PRESS), uyuşmazlık (LOF) değeri, tahmini çoklu regresyon katsayısı ($Pre-R^2$) ve yeterli kesinlik (AP) değeri, model uyumu açısından değerlendirilmiştir. Hazırlama koşullarının oleojel özellikleri üzerindeki etkilerini görselleştirmek için, 3D tepki yüzey grafikleri Design Expert 13 yazılımı ile oluşturulmuştur. Regresyon analizi, verilere ikinci dereceden polinom denklemi uygulanarak yapılmıştır. Regresyon verilerinden 0 (kabul edilemez yanıt) ile 1 (tamamen arzu edilir yanıt) arasında değişen arzu edilirlik değeri (D) elde edilmiş ve D değerini maksimize eden optimum hazırlama koşulları belirlenmiştir.

2.2.3 Optimal oleojelin karakterizasyonu

2.2.3.1 Reolojik özellikler

Optimal oleojelin reolojik analizleri, 60 mm çaplı pürüzlü paralel plaka geometrisine ve Peltier sıcaklık kontrol sistemli bir reometre (DHR-30, TA Instruments, ABD) ile yapılmıştır. Doğrusal viskoelastik bölge (LVR), 1 Hz frekansta ve 25 °C'de uygulanan genlik tarama testi ile belirlenmiştir. Bu bölge içinde kalacak şekilde, 0.001 sabit gerinim altında 1–100 Hz aralığında frekans taramaları gerçekleştirilmiştir. Frekans taramasında, depolama modülü (G'), kayıp modülü (G''), kayıp faktörü ($\tan \delta$) ve kompleks viskozite (η^*) değerleri belirlenmiştir [25],[26]. Katı benzeri davranışı ifade eden G' ve sıvı benzeri davranışı temsil eden G'' değerleri kullanılarak jel yapısı değerlendirilmiştir. G''/G' oranı, jelin dayanıklılığının göstergesi olarak dikkate alınmıştır [27],[28].

2.2.3.2 Termal özellikler

Optimal oleojelin kristalleşme ve erime başlangıç/pik sıcaklıkları ile entalpi değerleri, TA Instruments Q20 DSC cihazıyla belirlenmiştir [29]. Termogramlardan T_{om} , T_{pm} , ΔH_m , T_{oc} , T_{pc} ve ΔH_c , Universal V4.5A yazılımıyla hesaplanmıştır.

2.2.4 Fizikokimyasal özellikler

2.2.4.1 Toplam fenolik madde

Optimal oleojelin toplam fenolik madde (TFM) analizi için, hekzan ve metanol:su (80:20) karışımıyla ekstraksiyon uygulanmıştır. Elde edilen faz, TFM ve antioksidan aktivite analizlerinde kullanılmıştır. TFM miktarı, Folin-Ciocalteu yöntemiyle spektrofotometrik olarak 720 nm'de ölçülmüş ve sonuçlar gallik asit eşdeğeri (mg GAE kg^{-1} yağ) cinsinden hesaplanmıştır [30],[31].

2.2.4.2 ABTS ve DPPH serbest radikal temizleme aktivitesi

ABTS ve DPPH yöntemlerine dayanan analizlerde, % inhibisyon değerleri spektrofotometrik olarak belirlenmiş ve sonuçlar Trolox kalibrasyon eğrisi kullanılarak μmol TEAC g^{-1} cinsinden hesaplanmıştır [18],[31],[32].

2.2.5 İstatistiksel analiz

İstatistiksel analizler SPSS 25 yazılımı ile gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar üç tekrarlı yürütülen analiz sonuçlarının ortalamaları $\pm$ standart sapmaları olarak ifade edilmiştir. Örnekler arasındaki istatistiksel önemi ölçmek için tek yönlü ANOVA ve Tukey çoklu karşılaştırma testi kullanılmıştır ($p < 0.05$).

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Model uyumu

RSM'de Box-Behnken tasarımı uygun olarak ikinci dereceden polinom modeli olarak eşitlik (2) kullanılmıştır:

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k (\beta_i x_i + \beta_{ii} x_i^2) + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j, \quad (2)$$

burada y tepki değişkenini, β_0 sabit terimi, β_i doğrusal katsayısı, β_{ii} ikinci dereceden katsayısı, β_{ij} etkileşim katsayısını ve x_i kodlanmış faktör düzeyini temsil eder [33].

Tüm yanıtların modele anlamlı uyum gösterdiği belirlenmiş ($p < 0.0001$), LOF değerinde anlamlı fark gözlenmemiştir ($p > 0.05$). YBK, sertlik, İY ve PS için belirlenen R^2 değerleri sırasıyla 0.945, 0.9773, 0.9816 ve 0.9509'dur. Bu yüksek R^2 değerleri modellerin güçlü tahmin kabiliyetine sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca tüm yanıtlar için AP değerleri 14.18–32.57 aralığında olup, bu da model güvenilirliğini desteklemektedir [34]–[36].

3.1.1 Yağ bağlama kapasitesi (YBK)

Olejeller yüksek miktarda yağ içerecek şekilde hazırlandığından yağ sızıntısını önlemek için yüksek YBK değerine sahip olmalıdır [37]. YBK'ya ait varyans analizi sonuçları (Tablo 3), ikinci dereceden modelin anlamlı olduğunu ($p < 0.0001$), LOF değerinin önemsiz olduğunu ($p > 0.05$) ve modelin yüksek tahmin gücüne sahip olduğunu ($R^2 = 0.945$) göstermektedir. Kodlanmış faktörler açısından en iyi tahmin edilen model denklemi (3)'te verilmiştir:

$$YBK (\%) = +99.20 + 1.40A + 0.1150B - 0.4488C + 0.3750BC - 0.8421A^2 - 0.4121C^2, \quad (3)$$

burada A , BW 'yi; B , T_H 'yi ve C ise T_C 'yi temsil etmektedir. BC , T_H - T_C etkileşimine karşılık gelirken; A^2 BW 'nin kare terimini (BW^2) ve C^2 ise T_C 'nin kare terimini (T_C^2) ifade etmektedir.

YBK değerleri %95.72–99.78 aralığında bulunmuştur (Tablo 2). BW ile hazırlanan oleojel çalışmalarında benzer YBK sonuçları ve %90'ın üzerinde R^2 değerleri rapor edilmiştir [15],[28],[37]–[41]. YBK, BW oranı arttıkça ve T_C azaldıkça artış göstermiştir (Şekil 1). Bu durum, daha düşük sıcaklıkta hızlanan kristalleşme kinetiği ile daha küçük ve yoğun kristallerin oluşmasına, mum oranının artışıyla ise daha yoğun ve sıkı kristallerin oluşmasına bağlanabilir [42].

3.1.2 Sertlik

Sertlik değerlerine ait varyans analizi sonuçları (Tablo 3), ikinci dereceden modelin anlamlı olduğunu ($p < 0.0001$), LOF değerinin önemsiz olduğunu ($p > 0.05$) ve modelin yüksek tahmin gücüne sahip olduğunu ($R^2 = 0.9773$) göstermektedir. Kodlanmış faktörler açısından en iyi tahmin edilen modelin denklemi, (4)'te verilmiştir:

$$\ln(\text{Sertlik}) = 7.19 + 0.8436A + 0.1000B + 0.2280C - 0.1171A^2 \quad (4)$$

burada A , B , C ve A^2 değişkenleri eşitlik (3)'teki gibi tanımlıdır.

Örneklerin sertlik değerleri 382.75–3624.68 g arasında değişmiştir (Tablo 2). BW oranı, T_H ve T_C parametrelerinin oleojel sertliği üzerindeki etkileşimleri Şekil 2'de sunulmuştur.

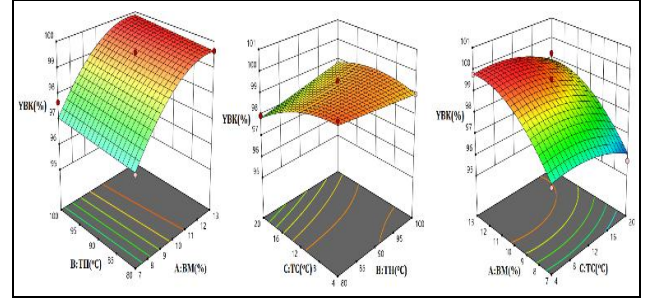
Sertlik, BW oranı ve sıcaklık arttıkça artış göstermiştir. Bu durum, BW oranının artmasıyla kristallerin mikro yapı içinde büyümesi ve daha fazla birbirine bağlı hale gelmesi ile [43]–[45], yüksek sıcaklıkta ise yapılandırıcının yağ fazında tam olarak eriyerek homojen dağılmasını sağlama ve böylece daha sağlam bir jel yapısının oluşumuna bağlanmaktadır [28],[38]. Düşük soğutma sıcaklıkları ise kristal çekirdeği oluşumunu hızlandırarak daha sıkı yapılar oluşmasına ve sertliğin artmasına neden olmuştur.

Tablo 3. Optimize edilmiş oleojelin varyans analiz sonuçları.
(a): YBK. (b): Sertlik. (c): İY. (d): PS.

Table 3. Analysis of variance (ANOVA) results of the optimized oleogel:
(a): OBC. (b): Firmness. (c): Cohesiveness. (d): PV.

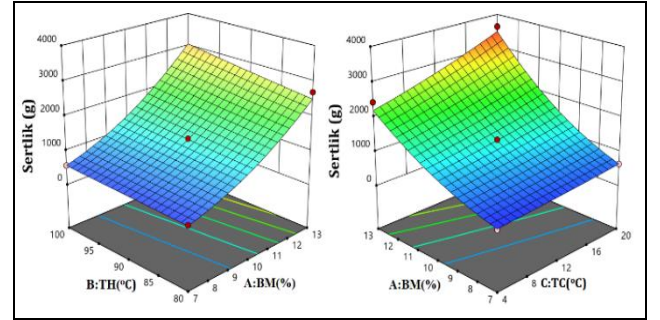
Kaynak	KT [†]	df	KTO ^{††}	F-değeri	p- değeri
(a)					
Model	21.03	6	3.50	23.11	< 0.0001
A-BW	15.65	1	15.65	103.19	< 0.0001
B-T _H	0.106	1	0.1058	0.6975	0.4278
C-T _C	1.61	1	1.61	10.62	0.0115
BC	0.563	1	0.5625	3.71	0.0903
A ²	2.63	1	2.63	17.37	0.0031
C ²	0.631	1	0.6308	4.16	0.0757
Residual	1.21	8	0.1517		
LOF	0.817	6	0.1361	0.6858	0.6953
Pure Error	0.397	2	0.1984		
Cor Total	22.24	14			
Std. Dev.	0.389				
Mean	98.53				
C.V. %	0.395				
R ²	0.945				
Adj. R ²	0.905				
Pre. R ²	0.837				
AP	14.183				
(b)					
Model	6.24	4	1.56	107.48	< 0.0001
A-BW	5.69	1	5.69	392.22	< 0.0001
B-T _H	0.0800	1	0.0800	5.51	0.0408
C-T _C	0.4160	1	0.4160	28.66	0.0003
A ²	0.0512	1	0.0512	3.53	0.0899
Residual	0.1452	10	0.0145		
LOF	0.1363	8	0.0170	3.86	0.2222
Pure Er.	0.0088	2	0.0044		
Cor Total	6.39	14			
Std. Dev.	0.1205				
Mean	7.13				
C.V. %	1.69				
R ²	0.9773				
Adj. R ²	0.9682				
Pre. R ²	0.9440				
AP	30.812				
(c)					
Model	2.962E+06	4	7.404E+05	133.01	< 0.0001
A-BW	2.832E+06	1	2.832E+06	508.67	< 0.0001
B-T _H	1360.85	1	1360.85	0.2445	0.6317
C-T _C	90823.22	1	90823.22	16.32	0.0024
A ²	37916.12	1	37916.12	6.81	0.0260
Residual	55667.88	10	5566.79		
LOF	54494.51	8	6811.81	11.61	0.0817
Pure Error	1173.37	2	586.68		
Cor Total	3.017E+06	14			
Std. Dev.	74.61				
Mean	936.08				
C.V. %	7.97				
R ²	0.9816				
Adj. R ²	0.9742				
Pre. R ²	0.9534				
AP	32.569				
(d)					
Model	10.61	4	2.65	48.38	< 0.0001
A-BW	8.18	1	8.18	149.17	< 0.0001
B-T _H	1.87	1	1.87	34.14	0.0002
C-T _C	0.2450	1	0.2450	4.47	0.0607
A ²	0.3151	1	0.3151	5.75	0.0375
Residual	0.5484	10	0.0548		
LOF	0.5002	8	0.0625	2.59	0.3082
Pure Error	0.0483	2	0.0241		
Cor Total	11.16	14			
Std. Dev.	0.2342				
Mean	13.99				
C.V. %	1.67				
R ²	0.9509				
Adj. R ²	0.9312				
Pre. R ²	0.8774				
AP	22.114				

[†] Kareler Toplamı, ^{††} Kareler Toplamı Ortalama



Şekil 1. Optimize edilmiş oleojelin YBK değerlerinin 3D grafikleri.

Figure 1. 3D response surface plots of the optimized oleogel's oil binding capacity (OBC) values.



Şekil 2. Optimize edilmiş oleojelin sertlik değerlerinin 3D grafikleri.

Figure 2. 3D response surface plots of the optimized oleogel's firmness values.

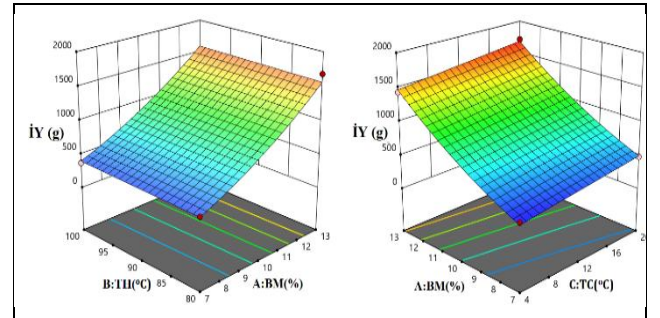
3.1.3 İç yapışkanlık

İY değerlerine ait varyans analizi sonuçları (Tablo 3), ikinci dereceden modelin anlamlı olduğunu ($p < 0.0001$), LOF değerinin önemsiz olduğunu ($p > 0.05$) ve modelin yüksek tahmin gücüne sahip olduğunu ($R^2 = 0.9816$) göstermektedir. Kodlanmış faktörler açısından en iyi tahmin edilen modelin denklemi, (5)'te verilmiştir.

$$IY = 882.33 + 594.94A + 13.04B + 106.55C + 100.78A^2 \quad (5)$$

burada A , B , C ve A^2 değişkenleri (3)'deki gibi tanımlıdır.

İY değerleri -316.88 g ile -1715.25 g arasında bulunmuştur (Tablo 2). En etkili parametrenin BW oranı olduğu belirlenmiştir (Şekil 3).



Şekil 3. Optimize edilmiş oleojelin İY değerlerinin 3D grafikleri.

Figure 3. 3D response surface plots of the optimized oleogel's cohesiveness values.

Artan BW oranı, kristal yapı yoğunluğunu artırarak İY'i güçlendirmiştir [44]-[46]. Yüksek BW ve ısıtma sıcaklıkları birlikte uygulandığında, BW'nin homojen dağılması ve jel matrisi içinde daha etkin bir ağ yapısı oluşturması sayesinde maksimum İY değerleri elde edilmiştir. Ancak bu etkinin optimum BW seviyelerinde daha belirgin olduğu gözlenmiştir, düşük BW oranlarında ısıtmanın etkisi sınırlı kalmıştır. Ayrıca, düşük soğutma sıcaklıklarında daha yoğun kristalleşme nedeniyle İY seviyeleri artmıştır [28],[46].

3.1.4 Peroksit sayısı

PS için varyans analizi sonuçları (Tablo 3), ikinci dereceden modelin anlamlı olduğunu ($p < 0.0001$), LOF değerinin önemsiz olduğunu ($p > 0.05$) ve modelin yüksek tahmin gücüne sahip olduğunu ($R^2 = 0.9509$) göstermektedir. Kodlanmış faktörler açısından en iyi tahmin edilen modelin denklemi, (6)'da verilmiştir:

$$PS = 14.14 - 1.01A + 0.4837B + 0.1750C - 0.2905A^2 \quad (6)$$

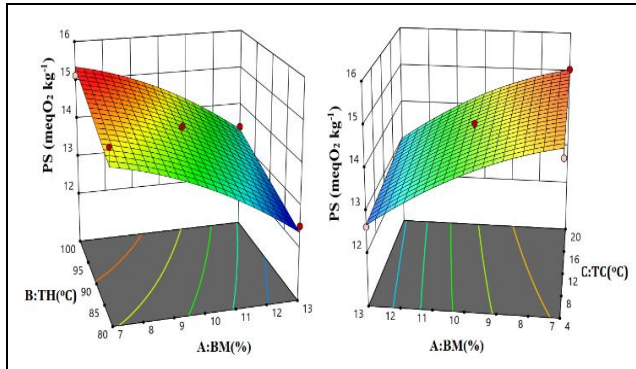
burada A , B , C ve A^2 değişkenleri (3)'teki gibi tanımlıdır.

PS değerleri $12.51-15.13 \text{ meqO}_2 \text{ kg}^{-1}$ yağ aralığında bulunmuştur (Tablo 2). Isıtma ve soğutma sabitken, artan BW oranı PS'yi düşürmüştür (Şekil 4). Bu etki, BW'nin doğal antioksidan bileşenlerine [47] ve oluşturduğu yoğun kristal yapı ile oksijen geçişini sınırlamasına bağlanmıştır. Öte yandan, BW sabitken T_H ve T_C 'nin artması PS seviyesini yükseltmiştir. Bu durum, yüksek sıcaklıkların yağın oksijenle temasını ve oksidatif bozunmayı hızlandırması ile ilişkilendirilebilir [48].

3.2 Çoklu yanıt optimizasyonu ve model doğrulaması

Optimum noktanın belirlenebilmesi için yanıtlar arasında YBK, sertlik ve İY değerlerinin maksimum, PS'nin ise minimum olması hedeflenmiştir. Bu kriterlere göre elde edilen optimum nokta ve arzu edilebilirlik düzeyi (D) Tablo 4'te verilmiş olup, D değeri en yüksek olan ilk nokta tercih edilmiştir. Optimum koşullar altında oleojel numunesi hazırlanmış ve modelin geçerliliğini doğrulamak için incelenmiştir.

Optimum nokta, tahmini değerlerin alt ve üst sınırları ve bu noktaya ilişkin optimum oleojelin deneysel sonuçları Tablo 5'te sunulmuştur. YBK, sertlik, İY ve PS deneysel sonuçları tahmin edilen değerlerle uyumludur. Bu bulgular, çok amaçlı optimizasyonun başarıyla gerçekleştirildiğini göstermektedir.



Şekil 4. Optimize edilmiş oleojelin PS değerlerinin 3D grafikleri.

Figure 4. 3D response surface plots of the optimized oleogel's pv values.

Tablo 4. Optimizasyon sonucuna göre elde edilen optimum noktalar ve arzu edilebilirlik seviyesi.

Table 4. Optimum points and desirability level obtained from the optimization results.

Örnek	BW (%)	T_H (°C)	T_C (°C)	YBK (%)
CBO *	11.53	80	11.21	99.65
	Sertlik (g)	İY (g)	PS ($\text{meqO}_2 \text{ kg}^{-1}$)	D
	1765.2	1188.84	13.05	0.656

Tablo 5. Optimizasyon sonuçları: Optimum noktanın tahmini değerleri ve optimum oleojelin yanıtları.

Table 5. Optimization results: Predicted values at the optimum point and experimental responses of the optimized oleogel.

Yanıtlar	Tahmini ortalama	%95 CI düşük	%95 CI yüksek	Optimize oleojel yanıtları
YBK	99.65	99.14	100.17	99.447±0.05
Sertlik	1765.2	1545.4	2016.27	2013.42±3.49
İY	1188.84	1106.5	1271.2	1268.6±5.6
PS	13.05	12.79	13.31	12.90±0.08

3.3 Optimize edilmiş oleojelin karakterizasyonu

3.3.1 Reolojik özellikler

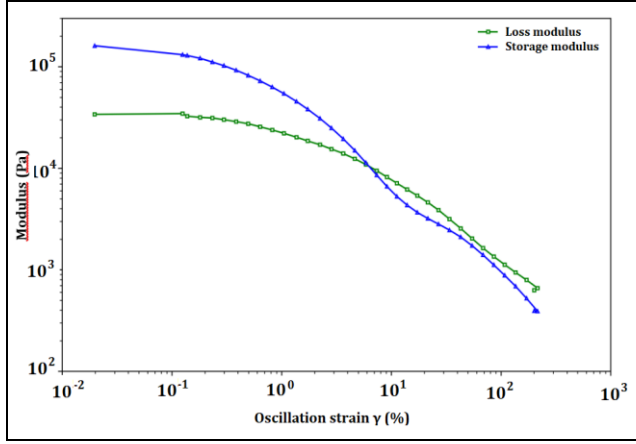
Oleojellerin gıdalarda kullanım alanlarını artırmak için reolojik özelliklerinin ortaya çıkarılması son derece önemlidir [49]. Frekans tarama testi ile G' ve G'' değerleri oleojelin elastik ve viskoz özelliklerini ortaya koyar. G' , G'' 'den büyükse madde jel olarak sınıflandırılır. Bu nedenle, G''/G' oranı oleojelin mukavemetinin bir ölçüsü olarak kullanılır [50].

Oleojellerin doğrusal viskoelastik bölgesi için en uygun gerinim genliği 0.001 olarak belirlenmiş ve frekans tarama analizlerinde bu değer kullanılmıştır Şekil 5(a). Optimize edilmiş oleojel (CBO), kontrol örneği MRG'den daha yüksek depolama modülü (G'), kayıp modülü (G'') ve kompleks viskozite (η) değerlerine sahiptir Şekil 5(b), 5(c). Bu bulgular, CBO'nun MRG'ye kıyasla daha sert, elastik ve viskoz bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca $\tan(\delta)$ değerleri, CBO'nun elastik ve viskoz davranış arasında dengeli bir yapı sergilediğini ortaya koymuştur [51]-[53].

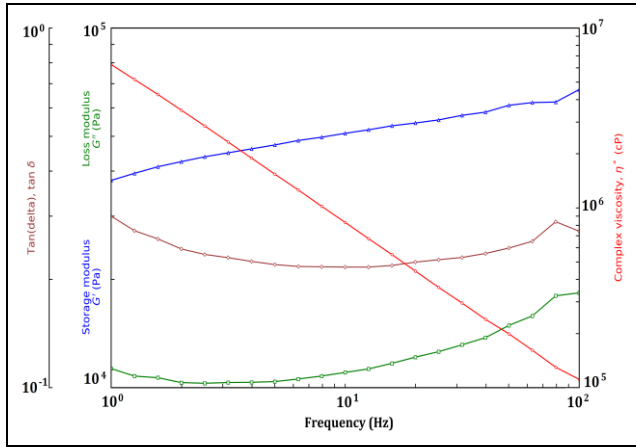
3.3.2 Termal özellikler

DSC analizi, oleojellerin kristal ağ yapısını ve termal davranışını değerlendirmek için kullanılmıştır [54]. Şekil 6'da CBO'nun erime ve kristalleşme termogramları sunulmuştur. CBO'nun başlangıç erime sıcaklığı (T_{om}) 46.69°C , erime pik sıcaklığı (T_{pm}) 55.3°C ve erime entalpisi (ΔH_m) 8.45 J g^{-1} olarak belirlenmiştir (Tablo 6). Bu değerler, BW ve OO'ya göre orta seviyede olup, oleojelin termal özelliklerinin her iki bileşenin etkisini taşıdığını göstermektedir. CBO'nun kristalleşme başlangıç ve pik sıcaklıkları sırasıyla 50.21°C ve 47.16°C , kristalleşme entalpisi ise 5.95 J g^{-1} olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlar, BW'ye göre daha düşük sıcaklıklarda kristalleşme eğiliminde olduğunu gösterir [44]. Doğrudan yöntemlerle elde edilen uçucu yağ ile zenginleştirilmiş oleojellerin termal özelliklerine dair literatürde sınırlı bilgi bulunmaktadır. Önceki çalışmalarda, uçucu yağların jel ağ yapısını zayıflatarak daha düşük erime ve kristalleşme sıcaklıklarına neden olabileceği bildirilmiştir [19]. Ancak, bu çalışmada kullanılan TUY oranı düşük olduğundan, etkisi sınırlı kalmıştır. Yılmaz ve Ögütçü (2014) ticari katı yağ ürünlerinin erime sıcaklığını 41.86°C olarak bildirmiştir [43]. CBO'nun erime sıcaklıklarının ticari margarin ürünlerinden daha yüksek olması, oda sıcaklığında stabil kalabildiğini ve ağızda daha geç eriyen, pürüzsüz ve hafif

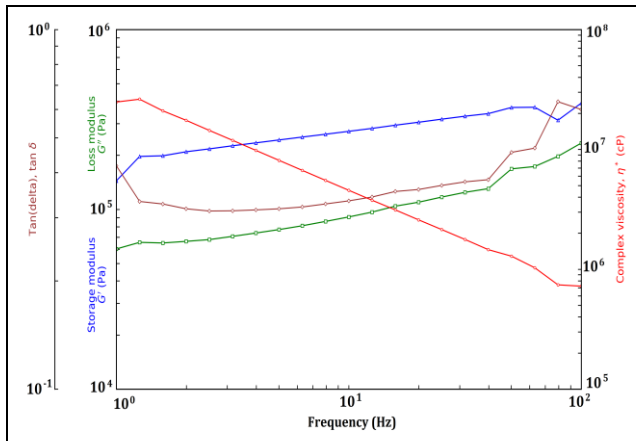
mumsu bir dokuya sahip olduğunu göstermektedir. Kristalleşme sıcaklıkları ise termal geri dönüşüm kabiliyetini desteklemektedir [55].



(a)

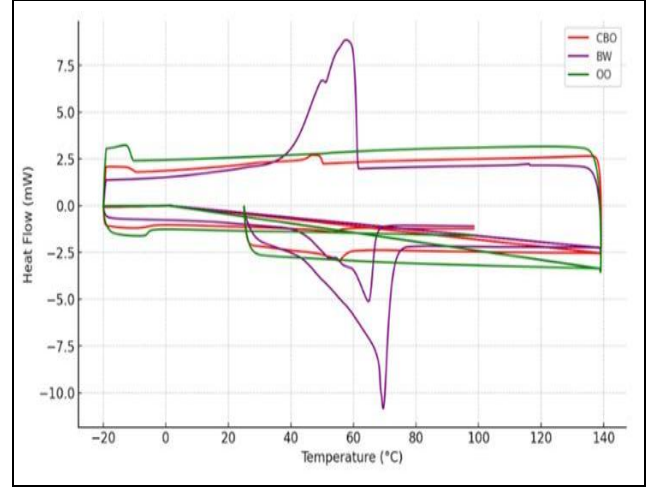


(b)



Şekil 5. (a): %0,01 ile %100 arasında değişen gerinimlerde oleojel numunesinin genlik taraması. (b): Margarinin frekans tarama testi sonuçları. (c): CBO'nun frekans tarama testi sonuçları.

Figure 5. (a): Amplitude sweep of the oleogel sample at strains ranging from 0.01% to 100%. (b): Frequency sweep test results of margarine. (c): Frequency sweep test results of the CBO.



Şekil 6. Balmumu, zeytinyağı ve optimize edilmiş oleojel için erime ve kristalleşmenin DSC termogramları.

Figure 6. DSC thermograms of melting and crystallization for beeswax, olive oil, and the optimized oleogel.

Tablo 6. Optimize edilmiş oleojel, zeytinyağı ve bal mumunun termal özellikleri.

Table 6. Thermal properties of the optimized oleogel, olive oil, and beeswax.

Örnek	Erime			Kristalizasyon		
	T_{om} (°C)	T_{pm} (°C)	ΔH_m (J g ⁻¹)	T_{oc} (°C)	T_{pc} (°C)	ΔH_c (J g ⁻¹)
BW	65.96	69.55	181.8	61.43	57.82	180.1
CBO	46.69	55.3	8.45	50.21	47.16	5.95
OO	-5.32	-1.78	23.45	-21.67	-16.94	18.92

T_{om} : Erime başlangıcı T_{pm} : Erime zirvesi ΔH_m : Erime entalpisi T_{oc} : Kristalizasyon başlangıcı T_{pc} : Kristalizasyon zirvesi ΔH_c : Kristalizasyon entalpisi, CBO: Optimize edilmiş oleojel, BW: Balmumu, OO: Zeytinyağı.

3.4 Stabilité analizleri

3.4.1 Tekstür profil analizi

CBO'nun sertlik ve İY değerleri depolama süresince anlamlı bir artış gösterirken ($p < 0.05$), MRG'de anlamlı bir fark gözlenmemiştir ($p > 0.05$) (Tablo 7). Tüm zaman dilimlerinde CBO'nun ölçülen sertlik ve İY değerleri MRG örneğine göre anlamlı bir şekilde ($p < 0.05$) farklılık göstermiştir. Oleojel 90 günlük depolama süresince oldukça stabil, plastik ve homojen kalmıştır. Sonuçlarımız BW ve çeşitli bitkisel yağlarla hazırlanan oleojellerin dokusal değerleri ile uyumludur [43]-[45],[48].

Oleojelin sertlik ve İY değerleri 0. gündeki analizlerde MRG'ye kıyasla daha düşükken, 90. günde MRG'ye kıyasla en yüksek sertliği göstermiştir. CBO'da depolama sırasında sertlikteki artış, mikro yapısal değişikliklere ve uzun zincirli hidrokarbonlar ile esterler arasındaki etkileşimlere bağlanabilir [56]. Depolama süresinin, özellikle CBO üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu, MRG'nin ise daha kararlı bir yapı sergilediği sonucuna varılabilir. Elde edilen sertlik ve İY değerleri, oda sıcaklığında stabil kalabilecek, taşınabilir ürün formülasyonları (örneğin bisküvi, dolgu kreması) için uygun doku profiline işaret etmektedir. Bu değerler, endüstriyel tekstür standartlarıyla karşılaştırıldığında ürünün işlenebilirlik ve raf ömrü açısından avantaj sunduğunu göstermektedir.

Tablo 7. Örneklere ait sertlik, iç yapışkanlık, peroksit sayısı, TFM, DPPH ve ABTS sonuçları.

Table 7. Firmness, cohesiveness, PV, total phenolic content, DPPH and ABTS radical scavenging activities of the samples.

Sertlik (g)				
Örnek	0.Gün	30.Gün	60.Gün	90.Gün
CBO	2013.42±3.49 ^{Db*}	2482.53±29.37 ^{Cb}	2899.67±111.10 ^{Ba}	3421.64±29.30 ^{Aa}
MRG	2848.98±119.03 ^{Aa}	2814.64±58.6 ^{Aa}	2846.48±91.4 ^{Aa}	2891.66±54.5 ^{Ab}
İç Yapışkanlık (g)				
Örnek	0.Gün	30.Gün	60.Gün	90.Gün
CBO	-1268.57±5.56 ^{Cb}	-1277.26±10.97 ^{Cb}	-1587.75±99.08 ^{Bb}	-2043.86±17.47 ^{Aa}
MRG	-2038.32±61.2 ^{Aa}	-2093.21±88.9 ^{Aa}	-2109.01±27.8 ^{Aa}	-2084.1±15.2 ^{Aa}
PS (meqO ₂ kg ⁻¹)				
Örnek	0.Gün	30.Gün	60.Gün	90.Gün
CBO	12.90±0.08 ^{Ba}	13.2±0.04 ^{Ba}	14.62±0.16 ^{Aa}	15.15±0.22 ^{Aa}
MRG	2.06±0.07 ^{Bc}	2.31±0.06 ^{Bc}	2.65±0.11 ^{Ac}	2.93±0.06 ^{Ac}
OO	8.84±0.1 ^{Cb}	9.71±0.3 ^{Bb}	10.25±0.17 ^{ABb}	10.52±0.01 ^{Ab}
TFM (mg GAE kg ⁻¹ yağ)				
Örnek	0.Gün	30.Gün	60.Gün	90.Gün
CBO	80.5±0.71 ^{Aa}	77.75±2.19 ^{Aa}	67±2.4 ^{Ba}	51±0.28 ^{Ca}
OO	40.6±0.28 ^{Ab}	36.4±0.99 ^{Bb}	30.4±0.14 ^{Cb}	28.05±0.21 ^{Db}
DPPH (μmol TEAC g ⁻¹)				
Örnek	0.Gün	30.Gün	60.Gün	90.Gün
CBO	325.96±0.73 ^{Ba}	433.85±1.07 ^{Aa}	312.55±0.20 ^{Ca}	300.27±0.16 ^{Da}
OO	169.30±0.33 ^{Ab}	155.12±1.34 ^{Bb}	61.69±0.46 ^{Cb}	50.33±0.15 ^{Db}
ABTS (μmol TEAC g ⁻¹)				
Örnek	0.Gün	30.Gün	60.Gün	90.Gün
CBO	170.69±2.38 ^{Aa}	60.77±0.12 ^{Ba}	15.85±0.04 ^{Ca}	11.76±0.12 ^{Ca}
OO	62.02±0.16 ^{Ab}	25.32±0.12 ^{Bb}	11.99±0.16 ^{Cb}	6.81±0.08 ^{Db}

*: Aynı sütundaki farklı küçük harfler örnekler arasındaki farklılıkları (p<0.05) ve aynı satırdaki farklı büyük harfler o satırdaki örneğin depolama sırasındaki farklılıklarını (p<0.05) göstermektedir. CBO: Optimize edilmiş oleojel, MRG: Margarin OO: Zeytinyağı.

3.4.2 Fizikokimyasal analizler

3.4.2.1 Peroksit sayısı

Depolama süresince CBO, MRG ve OO örneklerinde PS değerlerinde anlamlı artış gözlenmiştir (p < 0.05) (Tablo 7). Benzer eğilim, farklı bitkisel yağlarla formüle edilmiş BW bazlı oleojellerde de bildirilmiştir [45]. Deney başlangıcında, CBO'nun PS değeri OO ve MRG'ye kıyasla daha yüksekti; bu durum, hazırlık sırasında yağın yüksek sıcaklığa maruz kalması ve işlem farklılıklarıyla ilişkilendirilebilir. BW oranı arttıkça PS artışı daha yavaş seyretmiş; bu etki, BW'nin oluşturduğu üç boyutlu ağ yapısının oksijen geçişini sınırlandırmasına bağlanmıştır [48],[57]. CBO'da, zaman içinde en düşük PS artış oranı gözlenirken, MRG en yüksek artışı göstermiştir. Bu durum, CBO'nun içerdiği BW'nin doğal antioksidanları [47] ve TUF'un oksidasyonu geciktirici etkileriyle açıklanabilir [18].

3.4.2.2 Toplam fenolik madde

Depolama süresince tüm örneklerin TFM değerlerinde anlamlı azalmalar gözlenmiş ve her periyotta örnekler arasında istatistiksel fark bulunmuştur (p < 0.05) (Tablo 7). CBO'nun TFM değeri 80.5–51 mg GAE kg⁻¹ yağ aralığında ölçülmüş; başlangıçta yüksek olan fenolik madde seviyesi, 90. güne kadar belirgin şekilde düşmüştür. Bu azalma, fenolik bileşiklerin oksidatif bozunması, uçuculuğu ve oleojel matrisinde sınırlı stabiliteye sahip olmaları ile ilişkilendirilebilir. Fenolik bileşiklerin oksidatif bozunmaya karşı korunmasında oleojel yapıları etkili olabilir; çünkü bu yapılar, bileşiklerin oksijenle temasını sınırlandırarak oksidasyonu geciktirir. Bununla birlikte, özellikle yüksek sıcaklıklarda hazırlanan ya da uzun süre depolanan sistemlerde bazı fenolikler, zamanla kayba uğrayabilir [8],[14],[43],[58]–[62].

Bazı fenolik bileşikler oleojel matrisinde daha iyi stabilize olurken; bazı bileşikler hem sıvı yağda hem de oleojelde zamanla azalsa da, oleojel içinde daha yüksek düzeyde kalabilmektedir [59]. Ayrıca, uçucu fenolik bileşiklerin,

özellikle fenolik aldehitlerin balmumu gibi yapılandırıcılarla çapraz bağlanması, uçuculuğun azaltılmasına ve oksidatif stabilitenin artırılmasına yardımcı olabilmektedir [8],[62]. CBO sisteminde kullanılan OO ve BW bileşenlerinin fenolik koruyuculuğa katkı sağladığı düşünülmektedir. BW'nin fenolik ve flavonoid içeriği daha önce bildirilmiştir [63]. OO ise bilinen polifenol kaynağıdır; ancak fenolik profili üretim yöntemi, zeytin çeşidi ve bölgesel faktörlere bağlı olarak geniş bir değişkenlik göstermektedir [64]. Bu çalışmada elde edilen başlangıç TFM değeri, literatürde bildirilen bazı oleojel çalışmalarıyla benzer düzeydedir. Örneğin, Çeviker (2024) %0.5 biberiye yağı, %15 karnauba vaksı ve %35 mısır:findık yağı içeren sistemde 0.081 mg GAE g⁻¹ TFM değeri bildirmiştir [65].

Gao ve diğ. (2024) fenolik bileşiklerin oleojel ağ yapısıyla etkileşime girebileceğini, bu etkileşimlerin bir kısmının fenollerin matriste hapsederek ekstrakte edilebilirliğini düşürebileceğini belirtmiştir [66]. Puşças ve diğ. (2020) ise sekiz aylık depolama sonunda fenolik seviyelerinde %50'ye varan düşüşler tespit etmiş ve bu durumu yapısal kararsızlık ve oksidatif bozunmayla ilişkilendirmiştir [59]. Sonuç olarak, TFM'nin yalnızca yağ fazındaki miktarı değil, bu bileşiklerin matriste ne ölçüde ekstrakte edilebildiği ve analiz yöntemleriyle ne ölçüde tespit edilebildiği de önemlidir. Bu bağlamda, fenolik stabilitenin değerlendirilmesinde yöntem biyokimyası, yapılandırıcı tipleri, fenolik bileşiklerin fizikokimyasal özellikleri ve matrisle etkileşimleri birlikte ele alınmalıdır.

3.4.3 Antioksidan aktivite analizleri

Depolama süresince tüm örneklerde DPPH ve ABTS radikal inhibisyon değerleri istatistiksel olarak anlamlı değişim göstermiştir (p < 0.05) (Tablo 7). CBO örneğinde DPPH değeri 30. güne kadar artış göstermiş (325.96 → 433.85 μmol TEAC g⁻¹), sonrasında düşüşe geçmiştir. Buna karşılık ABTS değeri sürekli azalmış ve 170.69 μmol TEAC g⁻¹'den 90. gün sonunda

11.76 $\mu\text{mol TEAC g}^{-1}$ e kadar gerilemiştir. OO örneği ile karşılaştırıldığında, CBO örneği tüm depolama süresince daha yüksek antioksidan aktivite sergilemiştir. Bu fark, oleojel sistemindeki BW'nin yapısal koruyucu etkisi ve TUY'un lipofilik bileşenlerinden (sinmalaldehit, öjenol) kaynaklanan doğrudan antioksidan katkıyla açıklanabilir. 30. gündeki DPPH değerindeki artış, fenolik içeriğin azalmış olmasına rağmen serbest radikalleri etkisizleştirme kapasitesinin artmasıyla dikkat çekicidir. Bu durum, fenolik bozunma ürünlerinin de antioksidan aktiviteye sahip olabileceğini ve matris içinde yeniden düzenlenen bazı biyoaktif bileşiklerin radikal süpürücü etkisinin zamanla belirginleşebileceğini göstermektedir [67]-[69]. Benzer şekilde, Gómez-Alonso ve diğ. (2003) ve Baiano ve diğ. (2009), fenolik bozunma ürünlerinin, diğer aktif bileşenlerin varlığının veya bileşenlerin matris etkisinin DPPH üzerinde etkili olabileceğini bildirmiştir [70],[71]. Ayrıca, ABTS metodunun daha hidrofilik bileşenlere duyarlı olduğu dikkate alındığında, zamanla sistemdeki hidrofilik fenollerin azalması bu yöntemdeki düşüşü daha keskin kılabılır.

Oleojel yapısının, özellikle balmumu gibi oleojelatörler kullanıldığında, lipofilik antioksidanların stabilitesini artırabildiği bildirilmiştir [72]. Bununla birlikte, ABTS ile DPPH arasındaki farklı eğilimler, yöntemlerin radikal yapısı, çözücü sistemi ve reaktivite farklarıyla da ilişkilidir. DPPH genellikle lipofilik sistemlere daha duyarlıyken, ABTS hem hidrofilik hem lipofilik bileşenleri değerlendirebilir [67],[73].

Çalışmamızda TUY'un düşük oranda (%0.5) kullanılması, sistemin aromatik denge ve yapı kararlılığı açısından tercih edilmiştir. Ancak bu oranda bile gözlenen DPPH aktivitesi, TUY bileşenlerinin güçlü antioksidan etkisinin oleojel yapısı içinde yeterli düzeyde sürdürülebildiğini göstermektedir. Uçucu yağ bileşenlerinin oleojel matrisi ile fiziksel bağlanması, onların volatilitelerini sınırlandırarak antioksidan aktiviteyi daha uzun süre korumasına olanak sağlamaktadır. Bu sonuçlar, oleojel sisteminin uçucu bileşenlerin oksidatif stabilitesini artırmada etkili bir taşıyıcı sistem olabileceğini desteklemektedir.

4 Sonuçlar

Bu çalışmada, BW ile yapılandırılan ve TUY ile zenginleştirilen optimize edilmiş oleojelin reolojik, termal, fizikokimyasal ve antioksidan özellikleri değerlendirilmiştir. Optimizasyon süreci sonucunda elde edilen oleojel, yüksek yağ tutma kapasitesi, gelişmiş dokusal özellikler ve oksidatif stabilize açısından güçlü bir performans sergilemiştir. Yapısal, termal ve reolojik analizler, geliştirilen sistemin homojen, elastik ve termal olarak dayanıklı bir yapı sunduğunu ortaya koymuştur. Ayrıca, depolama süresi boyunca ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerinde gözlenen istikrar, fonksiyonel kullanım potansiyelini desteklemektedir. Kontrol yağa kıyasla daha yüksek antioksidan aktivitenin sürdürülmesinde, balmumunun oluşturduğu ağ yapısının ve tarçın uçucu yağının biyolojik özelliklerinin etkili olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmanın bulguları, oleojel sistemlerinde fenolik bileşiklerin stabilizasyonuna dair mekanizmaların daha ayrıntılı araştırılması gerektiğini de ortaya koymaktadır. Elde edilen bulgular, bu tür oleojel sistemlerinin trans ve doymuş yağlara alternatif olarak gıda endüstrisinde kullanım potansiyelini açıkça ortaya koymaktadır. Özellikle fonksiyonel gıdalarda yapılandırılmış yağ fazı, dolgu malzemesi ya da aktif bileşen taşıyıcısı olarak değerlendirilebilecek bu sistem, doğal kaynaklı bileşenleriyle sürdürülebilirlik ve sağlık odaklı formülasyonlara katkı sağlayabilir. Gelecek araştırmalarda;

farklı uçucu yağ türleri ve konsantrasyonlarının karşılaştırılması, oleojellerin gerçek gıda ürünlerinde duyu özellikler ve tüketici kabulü üzerindeki etkilerinin belirlenmesi, biyoyararlanım analizleri ve uzun dönem raf ömrü denemelerinin yapılmasına odaklanılması önerilmektedir.

5 Conclusions

In this study, the rheological, thermal, physicochemical, and antioxidant properties of the optimized oleogel system structured with beeswax (BW) and enriched with cinnamon essential oil (CEO) were evaluated. The oleogel obtained through the optimization process demonstrated strong performance in terms of high oil binding capacity, improved textural attributes, and oxidative stability. Structural, thermal, and rheological analyses revealed that the developed system exhibited a homogeneous, elastic, and thermally stable network. Furthermore, the physical and chemical stability observed throughout the storage period supports its potential for functional applications. The maintenance of higher antioxidant activity compared with the control oil was attributed to the network-forming ability of beeswax and the bioactive properties of CEO. The findings also suggest the need for further investigation into the mechanisms underlying the stabilization of phenolic compounds in oleogel systems. Overall, the results clearly indicate the potential of such oleogel systems as alternatives to trans and saturated fats in the food industry. Particularly in functional food formulations, this system could serve as a structured fat phase, filler, or carrier for active compounds, offering contributions to both health-oriented and sustainable product development due to its natural origin. Future research should focus on the comparison of different types and concentrations of essential oils, assessment of oleogels in real food matrices regarding sensory attributes and consumer acceptance, bioavailability studies, and long-term shelf-life evaluations.

6 Teşekkür

Yazarlar, bu çalışmanın finansal desteğini sağlayan Ege Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne (Proje No: FM-GAP-2023-31862) teşekkür eder. Ayrıca, araştırmanın gerçekleştirilmesi için gerekli laboratuvar altyapısını sağlayan Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğü (TAGEM) Ege Tarımsal Araştırma Enstitüsü Kalite ve Teknoloji Laboratuvarı'na katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

7 Yazar katkı beyanı

Nihal Yaman tasarımın ve model analizlerin yapılması, literatür taraması, yazım, sonuçların değerlendirilmesi konusunda; Özgül Özdehan Ocak elde edilen sonuçların değerlendirilmesi, kullanılan malzemelerin temin edilmesi ve sonuçların incelenmesi, yazım denetimi ve içerik açısından makalenin kontrol edilmesi başlıklarında katkı sunmuşlardır.

8 Etik kurul onayı ve çıkar çatışması beyanı

"Hazırlanan makalede etik kurul izni alınmasına gerek yoktur".
"Hazırlanan makalede herhangi bir kişi/kurum ile çıkar çatışması bulunmamaktadır".

9 Kaynaklar

- [1] Günel-Koroğlu D, Gultekin Subasi B, Saricaoglu B, Karabulut G, Capanoglu E. "Exploring the frontier of bioactive oleogels in recent research". *Trends in Food Science & Technology*, 151, 104613, 2024.
- [2] Millao S, Quilaqueo M, Contardo I, Rubilar M. "Enhancing the oxidative stability of beeswax-canola oleogels: Effects of ascorbic acid and alpha-tocopherol on their physical and chemical properties". *Gels*, 11(1), 43, 2025.
- [3] Demirkesen I, Mert B. "Utilization of beeswax oleogel-shortening mixtures in gluten-free bakery products". *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 96(5), 545-554, 2019.
- [4] Abdolmaleki K, Alizadeh L, Nayeibzadeh K, Baranowska HM, Kowalczewski PŁ, Mousavi Khaneghah A. "Potential application of hydrocolloid-based oleogel and beeswax oleogel as partial substitutes of solid fat in margarine". *Applied Sciences*, 12(23), 12136, 2022.
- [5] Guo J, Cui L, Meng Z. "Oleogels/emulsion gels as novel saturated fat replacers in meat products: a review". *Food Hydrocolloids*, 137, 108313, 2023.
- [6] Piroddi M, Albini A, Fabiani R, Giovannelli L, Luceri C, Natella F, Rosignoli P, Rossi T, Taticchi A, Servili M, Galli F. "Nutrigenomics of extra-virgin olive oil: A review". *Biofactors*, 43(1), 17-41, 2017.
- [7] Adelantado C, Salatti-Dorado JA, Herrera C, Arce L, Cardador MJ. "Discrimination amongst olive oil categories by means of high performance-ion mobility spectrometry: a step forward on food authentication". *Food Control*, 158, 110208, 2024.
- [8] Shang J, Zhong F, Zhu S, Huang D, Li Y. "Formation, structural characteristics and physicochemical properties of beeswax oleogels prepared with tea polyphenol loaded gelators". *Food & Function*, 12(4), 1662-1671, 2021.
- [9] Wang X, Wang SJ, Nan Y, Liu GQ. "The effects of oil type and crystallization temperature on the physical properties of vitamin C-loaded oleogels prepared by an emulsion-templated approach". *Food & Function*, 11(9), 8028-8037, 2020.
- [10] Masotta NE, Höcht C, Contin M, Lucangioli S, Rojas AM, Tripodi VP. "Bioavailability of coenzyme Q10 loaded in an oleogel formulation for oral therapy: Comparison with a commercial-grade solid formulation". *International Journal of Pharmaceutics*, 582, 119315, 2020.
- [11] Gómez-Estaca J, Pintado T, Jiménez-Colmenero F, Cofrades S. "The effect of household storage and cooking practices on quality attributes of pork burgers formulated with PUFA- and curcumin-loaded oleogels as healthy fat substitutes". *LWT-Food Science and Technology*, 119, 108909, 2020.
- [12] Jeong S, Lee S, Oh I. "Development of antioxidant-fortified oleogel and its application as a solid fat replacer to muffin". *Foods*, 10(12), 3059, 2021.
- [13] Pan J, Tang L, Dong Q, Li Y, Zhang H. "Effect of oleogelation on physical properties and oxidative stability of camellia oil-based oleogels and oleogel emulsions". *Food Research International*, 140, 110057, 2021.
- [14] Chen Z, Shi Z, Meng Z. "Development and characterization of antioxidant-fortified oleogels by encapsulating hydrophilic tea polyphenols". *Food Chemistry*, 414, 135664, 2023.
- [15] da Silva FT, dos Santos FN, Fonseca LM, de Souza EJD, dos Santos Hackbart HC, da Silva KG, Biduski B, Gandra EA, Dias ARG, da Rosa Zavareze E. "Oleogels based on germinated and non-germinated wheat starches and orange essential oil: application as a hydrogenated vegetable fat replacement in bread". *International Journal of Biological Macromolecules*, 253, 126610, 2023.
- [16] Ghabraie M, Vu K, Tata L, Salmiéri S, Lacroix M. "Antimicrobial effect of essential oils in combinations against five bacteria and their effect on sensorial quality of ground meat". *LWT-Food Science and Technology*, 66, 332-339, 2016.
- [17] Zych S, Adaszyńska-Skwirzyńska M, Szewczuk M, Szczecińska D. "Interaction between Enrofloxacin and Three Essential Oils (Cinnamon Bark, Clove Bud and Lavender Flower)-A Study on Multidrug-Resistant Escherichia coli Strains Isolated from 1-Day-Old Broiler Chickens". *International Journal of Molecular Sciences*, 25(10), 5220, 2024.
- [18] Zhang Y, Yang S, Hardie WJ, Li X, Xiao M, Huang T, Xiong T, Xie M. "Microcapsules of a cinnamon, peppermint, and lemon essential oil mix by spray drying: Preparation, characterization and antibacterial functions". *Food Hydrocolloids*, 145, 109103, 2023.
- [19] Çokay H, Ögütçü M. "Determining the structure and stability of essential oil-sunflower wax and beeswax oleogels". *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 100(12), 993-1002, 2023.
- [20] Pinto TC, Martins AJ, Pastrana L, Pereira MC, Cerqueira MA. "Oleogel-based systems for the delivery of bioactive compounds in foods". *Gels*, 7(3), 86, 2021.
- [21] Borriello A, Masi P, Cavella S. "Novel pumpkin seed oil-based oleogels: development and physical characterization". *LWT - Food Science and Technology*, 152, 112165, 2021.
- [22] Erinc H, Okur I. "Determination of physical and chemical properties of oleogels prepared with olive oil and olive-based emulsifier". *Journal of Food Processing and Preservation*, 45(6), e15545, 2021.
- [23] Ögütçü M, Yılmaz E. "Characterization of hazelnut oil oleogels prepared with sunflower and carnauba waxes". *International Journal of Food Properties*, 18(8), 1741-1755, 2015.
- [24] Eser İH, İnanc AL. "Farklı Yöntemlerle Anadolu Manda Tereyağı Üretimi". *Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi*, 19(1), 215-226, 2022.
- [25] Han LJ, Li L, Zhao L, Li B, Liu GQ, Liu XQ, Wang XD. "Rheological properties of organogels developed by sitosterol and lecithin". *Food Research International*, 53(1), 42-48, 2013.
- [26] Zhu Q, Zhang WW, Ni ZJ, Thakur K, Zhang JG, Hu F, Wei ZJ. "Development and characterization of novel Lycium barbarum seed oil-based oleogels and their application in functional chocolate". *Food Bioscience*, 56, 103155, 2023.
- [27] Tavernier I, Doan CD, Van de Walle D, Danthine S, Rimaux T, Dewettinck K. "Sequential crystallization of high and low melting waxes to improve oil structuring in wax-based oleogels". *RSC Advances*, 7(20), 12113-12125, 2017.

- [28] Thakur D, Singh A, Prabhakar PK, Meghwal M, Upadhyay A. "Optimization and characterization of soybean oil-carnauba wax oleogel". *LWT Food Science and Technology*, 157, 113108, 2022.
- [29] Yılmaz E, Keskin Uslu E, Öz C. "Oleogels of some plant waxes: Characterization and comparison with sunflower wax oleogel". *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 98(6), 643-655, 2021.
- [30] Canpolat K, Bilenler Koç T, Karabulut İ. "Physicochemical properties of oleogels produced using wheat germ oil and natural waxes". *Firat University Journal of Engineering Sciences*, 35(2), 647-656, 2023.
- [31] Rojas J, Cabrera S, Benavides J, Lopera Y, Yarcé CJ. "Lipidic matrixes containing clove essential oil: biological activity, microstructural and textural studies". *Molecules*, 26(9), 2425, 2021.
- [32] Ünal K. "Farklı Hayvansal Yağlar İlave Edilerek Üretilen Sucukların Bazı Fizikokimyasal Özellikleri Üzerine Karanfil ve Tarçının Etkisi". *Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi*, 14(3), 55-65, 2017.
- [33] Wang J, Wan W. "Experimental design methods for fermentative hydrogen production: A review". *International Journal of Hydrogen Energy*, 34(1), 235-244, 2009.
- [34] Koç B, Kaymak-Ertekin F. "Response surface methodology and food processing applications". *Gıda*, 35(1), 63-70, 2010.
- [35] Giacomozzi AS, Carrin ME, Palla CA. "Muffins elaborated with optimized monoglycerides oleogels: from solid fat replacer obtention to product quality evaluation". *Journal of Food Science*, 83(6), 1505-1515, 2018.
- [36] Sinha SS, Upadhyay A, Singh A. "Development and optimization of oleogel made with soy protein isolate and xanthan gum using emulsion template approach and its comparison with solid fats". *Heliyon*, 10(3), 2024.
- [37] Sivakanthan S, Fawzia S, Mundree S, Madhujith T, Karim A. "Optimization and characterization of new oleogels developed based on sesame oil and rice bran oil". *Food Hydrocolloids*, 142, 108839, 2023.
- [38] Palla C, Giacomozzi A, Genovese DB, and Carrin ME. "Multi-objective optimization of high oleic sunflower oil and monoglycerides oleogels: searching for rheological and textural properties similar to margarine". *Food Structure*, 12, 1-14, 2017.
- [39] Alizadeh L, Abdolmaleki K, Nayebezhadeh K, Hosseini SM. "Oleogel fabrication based on sodium caseinate, hydroxypropyl methylcellulose, and beeswax: effect of concentration, oleogelation method, and their optimization". *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 97(5), 485-496, 2020.
- [40] Frolova Y, Sarkisyan V, Sobolev R, Makarenko M, Semin M, Koçetkova A. "The influence of edible oils' composition on the properties of beeswax-based oleogels". *Gels*, 8(1), 48, 2022.
- [41] Çokay H, Çelebi Uzkuç NM, Yüceer YK, Ögütçü M. "Comparative analysis of essential oil oleogels containing beeswax and sunflower wax with petrolatum gels". *European Journal of Lipid Science and Technology*, 126(5), 2300055, 2024.
- [42] Dassanayake LSK, Kodali DR, Ueno S, Sato K. "Crystallization kinetics of organogels prepared by rice bran wax and vegetable oils". *Journal of Oleo Science*, 61(1), 1-9, 2012.
- [43] Yılmaz E, Ögütçü M. "Properties and stability of hazelnut oil organogels with beeswax and monoglyceride". *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 91(6), 1007-1017, 2014.
- [44] Fayaz G, Goli SAH, Kadivar M, Valoppi F, Barba L, Balducci C, Conte L, Calligaris S, Nicoli MC. "Pomegranate seed oil organogels structured by propolis wax, beeswax, and their mixture". *European Journal of Lipid Science and Technology*, 119(10), 1700032, 2017.
- [45] Pang M, Shi Z, Lei Z, Ge Y, Jiang S, Cao L. "Structure and thermal properties of beeswax-based oleogels with different types of vegetable oil". *Grasas y Aceites*, 71(4), e380, 2020.
- [46] Pandolsook S, Kupongsak S. "Influence of bleached rice bran wax on the physicochemical properties of organogels and water-in-oil emulsions". *Journal of Food Engineering*, 214, 182-192, 2017.
- [47] Topal E, Ceylan Ö, Kösoğlu M, Märgäoan R, Cornea-Cipcigan M. "Bal mumunun yapısı, kullanım alanları ve bazı temel sorunları". *Uludağ Arı Dergisi*, 20(2), 209-220, 2020.
- [48] Lim J, Hwang HS, Lee S. "Oil-structuring characterization of natural waxes in canola oil oleogels: rheological, thermal, and oxidative properties". *Applied Biological Chemistry*, 60, 17-22, 2017.
- [49] Demirkese, I. "Farklı mumlarla oluşturulan oleojellerin reolojik ve tekstürel özellikleri". *Gıda*, 42(1), 50-57, 2017.
- [50] Chai X, Zhang Y, Shi Y, Liu Y. "Crystallization and structural properties of oleogel-based margarine". *Molecules*, 27(24), 8952, 2022.
- [51] Martins AJ, Cerqueira MA, Fasolin LH, Cunha RL, Vicente A A. "Beeswax organogels: Influence of gelator concentration and oil type in the gelation process". *Food Research International*, 84, 170-179, 2016.
- [52] Martins AJ, Silva P, Maciel F, Pastrana LM, Cunha RL, Cerqueira MA, Vicente AA. "Hybrid gels: Influence of oleogel/hydrogel ratio on rheological and textural properties". *Food Research International*, 116, 1298-1305, 2019.
- [53] Han W, Chai X, Liu Y, Xu Y, Tan CP. "Crystal network structure and stability of beeswax-based oleogels with different polyunsaturated fatty acid oils". *Food Chemistry*, 381, 131745, 2022.
- [54] Torregrossa F, Cinquanta L, Albanese D, Cuomo F, Librici C, Lo Meo P, Conte P. "Vegan and sugar-substituted chocolates: assessing physicochemical characteristics by NMR relaxometry, rheology, and DSC". *European Food Research and Technology*, 250, 1219-1228, 2024.
- [55] Yılmaz E, Öz C. "Preparation and characterization of cold-pressed hazelnut oil oleogels with sunflower wax and polyglycerol stearate organogelators". *Akademik Gıda*, 21(1), 38-48, 2023.
- [56] Ojijo NKO, Neeman I, Eger S, Shimoni E. "Effects of monoglyceride content, cooling rate and shear on the rheological properties of olive oil/monoglyceride gel networks". *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 84(12), 1585-1593, 2004.
- [57] Kim D, Oh I. "The characteristic of insect oil for a potential component of oleogel and its application as a solid fat replacer in cookies". *Gels*, 8(6), 355, 2022.
- [58] Fu H, Lo Y, Yan M, Li P, Cao Y. "Characterization of thermo-oxidative behavior of ethylcellulose oleogels". *Food Chemistry*, 305, 125470, 2020.

- [59] Puşcaş A, Mureşan A, Ranga F, Fetea F, Muste S, Socaciu C, Mureşan V. "Phenolics Dynamics and Infrared Fingerprints during the Storage of Pumpkin Seed Oil and Thereof Oleogel". *Processes*, 8(11), 1412, 2020
- [60] Alongi M, Lucci P, Clodoveo ML, Schena FP, Calligaris S. "Oleogelation of extra virgin olive oil by different oleogelators affects the physical properties and the stability of bioactive compounds". *Food Chemistry*, 368, 130779, 2022.
- [61] Pan H, Xu X, Qian Z, Cheng H, Shen X, Chen S, Ye X. "Xanthan gum-assisted fabrication of stable emulsion-based oleogel structured with gelatin and proanthocyanidins". *Food Hydrocolloids*, 115, 106596, 2021.
- [62] Zhu J, Tian D, Chen X, Huang T, Chen X. "Preparation of Chitosan-phenolic Aldehyde Fragrance Oleogels and Comparative Study of their Structure and Properties". *Food and Bioprocess Technology*, 17, 4204–4214, 2024.
- [63] Sawicki T, Starowicz M, Kłębukowska L, Hanus P. "The profile of polyphenolic compounds, contents of total phenolics and flavonoids, and antioxidant and antimicrobial properties of bee products". *Molecules*, 27(4), 1301, 2022.
- [64] Ögütçü M, Yılmaz E. "Comparison of the virgin olive oils produced in different regions of Turkey". *Journal of Sensory Studies*, 24(3), 332-353, 2009
- [65] Çeviker C. Oleojel ve Oleojel Bazlı Bigelların Optimize Edilerek Bisküvi ve Bisküvi Dolgu Kremasında Kullanım Olanaklarının İncelenmesi. Doktora Tezi, T.C. Erciyes Üniversitesi, Kayseri, Türkiye, 2024.
- [66] Gao P, Liu Y, Wang S, Huang C, Zhong W, Yin J, Hu C, He D, Wang X. "Effects of different oleogelators on the structural properties and composition of iron walnut-oil oleogels". *Ultrasonics Sonochemistry*, 102, 106729, 2024.
- [67] Villaño D, Fernández-Pachón MS, Moyá ML, Troncoso AM, García-Parrilla MC. "Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical". *Talanta*, 71(1), 230-235, 2007.
- [68] Gu C, Howell K, Dunshea F, Suleria H. "LC-ESI-QTOF/MS Characterisation of Phenolic Acids and Flavonoids in Polyphenol-Rich Fruits and Vegetables and Their Potential Antioxidant Activities". *Antioxidants*, 8(9), 405, 2019.
- [69] ChiaWen L, ChiaWen Y, SungChuan W, KuangHway Y. "DPPH free-radical scavenging activity, total phenolic contents and chemical composition analysis of forty-two kinds of essential oils". *Journal of Food and Drug Analysis*, 17(5), 386-395, 2009.
- [70] Gómez-Alonso S, Fregapane G, Salvador MD, Gordon MH. "Changes in phenolic composition and antioxidant activity of virgin olive oil during frying". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(3), 667–672, 2003.
- [71] Baiano A, Terracone C, Gambacorta G, Notte EL. "Changes in quality indices, phenolic content and antioxidant activity of flavored olive oils during storage". *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 86(11), 1083–1092, 2009.
- [72] Silva SS, Rodrigues LC, Fernandes EM, Lobo FCM, Gomes JM, Reis RL. "Tailoring natural-based oleogels combining ethylcellulose and virgin coconut oil". *Polymers*, 14(12), 2473, 2022.
- [73] Xie J, Schaich KM. "Re-evaluation of the 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl free radical (DPPH) assay for antioxidant activity". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(19), 4251-4260, 2014.