



T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BARBUN BALIĞININ (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758) BUZDA DEPOLAMA
BOYUNCA TAZELİĞİNİN VE KALİTE GÜVENCESİNİN ARAŞTIRILMASI**

Ayça ŞAVKAR

SU ÜRÜNLERİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HATAY
Temmuz - 2014



T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BARBUN BALIĞININ (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758) BUZDA
DEPOLAMA BOYUNCA TAZELİĞİNİN VE KALİTE GÜVENCESİNİN
ARAŞTIRILMASI

Ayça ŞAVKAR

SU ÜRÜNLERİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HATAY
TEMMUZ - 2014

T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BARBUN BALIĞININ (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758) BUZDA DEPOLAMA
BOYUNCA TAZELİĞİNİN VE KALİTE GÜVENCESİNİN ARAŞTIRILMASI

AYÇA ŞAVKAR
SU ÜRÜNLERİ ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Doç. Dr. Abdullah ÖKSÜZ danışmanlığında hazırlanan bu tez **28.08.2014** tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından **OYBİRLİĞİ** ile kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Abdullah ÖKSÜZ
Başkan

Doç. Dr. Yasemin BİRCAN YILDIRIM
Üye

Yrd. Doç. Dr. Hatice Zehra AKBAŞ
Üye

Kod No:

Prof. Dr. İsmail Hakkı KARAHAN
Enstitü Müdürü

Bu çalışma MKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir.
Proje No: 12021

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını ve tez üzerinde Yükseköğretim Kurulu tarafından hiçbir değişiklik yapılamayacağı için tezin bilgisayar ekranında görüntülendiğinde asıl nüsha ile aynı olması sorumluluğunun tarafıma ait olduğunu beyan ederim.

İmza

Ayça ŞAVKAR

ÖZET

BARBUN BALIĞININ (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758) BUZDA DEPOLAMA BOYUNCA TAZELİĞİNİN VE KALİTE GÜVENCESİNİN ARAŞTIRILMASI

Barbun balığının buzda depolama boyunca meydana gelen duyusal ve kimyasal değişimler incelenmiştir. Barbun balığı Nisan 2014'te İskenderun Körfezi'nden trol ile avlanılmış ve buzlanarak belirli günler arasında duyusal, kimyasal ve fiziksel analizlere tabi tutulmuştur. Balıklar avlandıktan hemen 3 saat içerisinde kimyasal ve duyusal analize tabi tutularak başlangıç TVB-N değeri 4,90 mg/100g, K değeri ise %5,36 olarak bulunmuştur. Depolamanın sonunda bozunmuş balıkların TVB-N değeri 20 mg civarında K değeri ise %60 civarında bulunmuştur. K değeri balıklarda tazelik kaybına bağlı olarak bir artış göstermiştir.

Balıklar 10.gün bozunma belirtilerini gösterdiği ancak ileri bozunmanın 12. günde meydana geldiği tespit edilmiştir. Empedans ölçümünün sonucu kimyasal ve duyusal değişimlerle ilişkilendirilerek, balıkların tazelik kaybını belirlemede umut verici bir fiziksel parametre olduğu bulunmuştur.

2014, 45 sayfa

Anahtar kelimeler: Barbun, tazelik belirlenmesi, K değeri, TVB-N, duyusal analiz, besin kompozisyonu.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF FRESHNESS AND QUALITY CHANGES OF RED MULLET (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758) DURING ICE STORAGE

Chemical, sensory and physical changes of red mullet were investigated during the ice storage. Red mullet was caught in Iskenderun Bay in April 2014 by trawl net and stored in ice. The fish were sampled in two days interval until rejected by sensory panel. The fish were sampled soon after captured in three hours for chemical and sensory analysis. Extractions were made for K value and TVB-N analysis. Initial TVB-N value was 4.90 mg/100g and 5.36 for K value. At the end of storage TVB-N value was reached about 20 mg TVB-N/100g fish sample and K value was about 60% at the rejection point. An increase in K value was observed with the loss of freshness.

Sign of spoilage was observed on day 10 but advanced spoilage was occurred on day 12. Measurement of impedance in fish muscle gave promising results but need more study on it.

2014, 45 pages

Key Words: Red mullet, freshness determination, K value, TVB-N, sensory assessment, proximate composition.

TEŞEKKÜR

Çalışmam süresince her daim yanımda olan, maddi ve manevi yardımlarını esirgemeyen, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan başta danışman hocam, **Doç. Dr. Abdullah ÖKSÜZ' e** teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca, laboratuvar çalışmalarında bana desteklerini esirgemeyen Yrd. Doç. Dr. Hatice Zehra AKBAŞ' a, MARGEM de çalışan tüm uzman ve hocalarıma, yanımda olmamalarına rağmen, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen en büyük moral kaynağım olan ailem ve dostlarıma da sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmalarda analizlerin yapılmasında alt yapı imkanlarını kullandığım MARGEM Müdürlüğü'ne ve çalışmamın maddi olarak desteklenmesini sağlayan Üniversitemiz BAP Koordinatörlüğü'ne teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

	SAYFA
ÖZET	I
ABSTRACT	II
TEŞEKKÜR	III
İÇİNDEKİLER	IV
ŞEKİLLER DİZİNİ	V
ÇİZELGELER DİZİNİ	VI
KISALTMALAR	VII
1.GİRİŞ	1
2.ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	3
2.1.Balıklarda duyuusal analizler.....	3
2.2. Objektif metotlar.....	4
2.2.1 TMA (Trimethylamine).....	5
2.2.2Amonyak.....	5
2.2.3. Toplam uçucu bazik azot (TVB-N).....	6
2.2.4.Histamin.....	6
2.2.5. ATP yıkımı sonucu oluşan ürünler ve K değeri.....	7
2.3. Fiziksel yöntemler.....	8
2.3.1. pH ölçümü.....	8
2.3.2. Torrymetre ve Empedans ölçümü.....	8
3.MATERYAL VE METOT.....	10
3.1.Materyal.....	10
3.2.Kullanılan cihaz ve ekipman.....	10
3.3. Metod.....	11
3.3.1.Besin kompozisyonu.....	11
3.3.2 Balıkta Kapasitans.....	15
3.4.Kimyasal yöntemler.....	17
3.4.1.Toplam uçucu bazik azot	17
3.4.2.ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünlerin tayini, K değeri.....	17
3.4.3.Duyuusal analiz.....	20
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	21
4.1.Besin bileşenleri.....	21
4.2.Duyuusal analiz.....	25
4.3.Balıkta kapasitans.....	27
4.4.Kimyasal Analizler.....	29
4.4.1. Toplam uçucu bazik azot.....	29
4.4.2. ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünler.....	32
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	38
KAYNAKLAR.....	41
ÖZGEÇMİŞ.....	44

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 3.1. HPLC cihazı.....	11
Şekil 3.2. Elementel Analiz Cihazı (Thermo FLASH 2000 CHNS).....	13
Şekil 3.3. CHS-O elementel analiz cihazında azot kalibrasyon eğrisi.....	13
Şekil 3.4. Thermo Flash 2000 CHNS çalışma prensibi.....	14
Şekil 3.5. Yağ asitleri tayininde kullanılan GC-MS cihazı.....	15
Şekil 3.6. LCR metre.....	16
Şekil 3.7. Örnek Kromatogram(0.01 M ATP).....	19
Şekil 4.1. Barbun balığında belirlenen yağ asitleri.....	23
Şekil 4.2. Barbun balığının doymuş ve doymamış yağ asidi dağılımı.....	25
Şekil 4.3. Depolama boyunca analiz günleri yapılan duyuşal analizlerin puan eğrisi ve standart sapmaları...	27
Şekil 4.4. Barbun balığının kapasitesinin depolama günlerinde frekansla değişimi.....	27
Şekil 4.5. Barbun balığının kayıp tanjantının farklı depolama günlerinde frekansla değişimi	28
Şekil 4.6. Barbun balığının 1 MHz'deki kayıp tanjantının farklı depolama günlerinde frekansla değişimi.....	28
Şekil 4.7. Buzda depolama boyunca barbun balığında TVB-N'nin değişimi.....	32
Şekil 4.8. Analiz günleri boyunca ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünlerin değişimi.....	33
Şekil 4.9. Taze barbun balığının HPLC kromatografisi.....	35
Şekil 4.10. Bayat barbun balığının HPLC kromatografisi.....	36
Şekil 4.11. Buzda depolama boyunca K ve ilgili değerlerde ki değişim.....	36

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 3.1. ATP ve yıkımı ürünleri için hazırlanan kalibrasyon eğrisi.....	18
Çizelge 3.2. Duyusal analiz parametreleri.....	20
Çizelge 4.1. Barbun balığının (<i>Mullus barbatus</i>) besin bileşenleri.....	21
Çizelge 4.2. Barbun balığının yağ asitlerini kompozisyonu.....	24
Çizelge 4.3. Buzda depolama boyunca barbun balığında TVB-N'nin değişimi....	29
Çizelge 4.4. Buzda depolama boyunca barbun balığının etinde K(%), H(%), G(%), Ki(%) değerlerinde ki değişim.....	38

KISALTMALAR DİZİNİ

ATP	: Adenozin-trifosfat
ADP	Adenozin-difosfat:
AMP	: Adenin-monofosfat
IMP	: Inozin-monofosfat
Ino	: Inozin
Hx	: Hypoxanthine)
TMA	: Trimetilamin
TMA-O	: Ttimetilamin-oksit
DMA	: Dimetilamin
MUFA	: Tekli doymamış yağ asitleri
PUFA	: Çoklu doymamış yağ asitleri
SFA	: Doymuş yağ asitleri
KOH	: Potasyum hidroksit

1. GİRİŞ

Mullidae ailesine ait demersal bir tür olan barbun (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758), tekir (*Mullus surmuletus*, Linnaeus, 1758), paşa barbunu (*Upeneus moluccensis*, Bleeker, 1855) ve Nil barbunu (*Upeneus pori*, Ben-Tuvia & Golani, 1989) ekolojik açıdan oldukça önemli balıklardan kabul edilir. Barbun balığı 10-300 m derinliklere kadar uzanabilen, dipleri kumlu, çamurlu bölgelerde ülkemizde Akdeniz ve Karadeniz de yayılım göstermektedir (Akşiray, 1987). Yılın her mevsimi trol ve fanyalı ağlarla avlanabilir.

Balık pazarında veya halinde, balıkların tazeliğinden bahsederken, zaman olarak ifade edilmektedir. Örneğin bu balık sabahın balığı veya dün avlandı gibi. Canlı materyaller için yaş, ömür zamanla ifade edilebilir iken hasat edilmiş balıklar için muhafaza edildikleri sıcaklık belirtilmeden verilen süre eksik kalır. Çünkü 10 °C de muhafaza edilen 1 günlük balığın tazelik derecesi buzda 4 gün muhafaza edilen balık ile hemen hemen aynıdır. Diğer hayvansal dokularda olduğu gibi balıklarda da ölüm sonrası ATP üretimi kısa bir süre devam eder ve ortamında sıcaklığına bağlı olarak ATP rezervinin bitmesi ile birlikte ATP yıkımı hızlı bir şekilde devam ederek, ATP, ADP ve AMP miktarı minimum seviyeye iner. Balıklarda ATP yıkımı ürünlerden bazısının azalması lezzet kaybına neden olurken bazılarının artışı ise balığın duyusal kalitesini olumsuz yönde etkilemektedir.

Ekonomik değeri yüksek olan bu türlerin lezzeti ile de tercih edilen olması, birçok çalışmaya sebep olmuş, biyolojileri ve ekolojileri hakkında birçok çalışmalar yapılmıştır (Platell, 1998; Martin, 1999; ve ark., 1999; Çelik ve Torcu, 2000; Özbilgin ve ark. , 2004; Metin, 2005; İşmen, 2006). Ancak türlerin kalite ve tazeliği için raf ömrü belirlenmesi amacı ile yapılan çalışmalar kısıtlıdır. ATP yıkımı ve sonucu oluşan ürünlerin incelenmesi için yapılmış bir çalışma yoktur.

Türkiye’den barbun ve paşa barbunu için kaliteye yönelik ilk çalışma Özoğul ve ark. (2005;2009) tarafından yapılmıştır. Yapılan çalışmada metot farklılığı gözetilmektedir. Barbun için literatürlerde besin kompozisyonu incelemeleri birçok kişi tarafından yapılmıştır (Güner ve ark. 1998; Kalogeropoulos, Andrikopoulos ve Hassapidou, 2004).

Bu alıřmada Nisan ayında İřkenderun krfezinden yakalanan barbun balıęının nem, yaę ve kl ieriklerine bakılmıř, yaę asitleri daęılımı yapılmıř ve ayrıca tazelik sınıflandırılması iin buz ierisinde stoklanan balıklardan belirli gnlerde TVB-N ve K deęerlerine bakılmıřtır. ATP yıkımı ve yıkımı sonucunda aıęa ıkan balıęın tazelięini bize gsteren ADP (adenin-difosfat), AMP (adenin-monofosfat), IMP(inosin-monofosfat), INO (inosin) ve Hx (hypoxanthine) tablolar halinde balıęın tazelięi ile iliřkilendirilmiřtir.

Ayrıca 5 kiři duyusal analizler konusunda eęitilerek ve bu balıęın en taze halinden bozununcaya kadar evrelerinde nasıl bir deęiřim meydana geldięini Avrupa Birlięi Duyusal řeması ve Kalite İndeks Metoduna gre balıkları deęerlendirmiřlerdir.

Bu alıřma balıęın ilk tazelięinden bozununcaya kadar ATP ve yıkımı sonucu oluřan rnlerin incelenmesi iin yapılan ilk alıřma olma zellięi vardır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Balıkların tazeliği ile ilgili çalışmaların tarihçesi çok eskilere dayanmaktadır. İnsanların ilk tazelik ile yaptıkları analiz şüphesiz duyusal analizdir. Balık hasat edildikten sonra hemen pişirilmez veya soğutulmaz ise hemen kokmaya başlar. Gerek ticari olarak gerekse tüketici olarak balık satın alınmadan önce yapılan ilk iş balıkların duyusal analize tabi tutulmasıdır. Balık halinde insanlar balık almadan önce balığın taze olup olmadığını anlamak için balığın gözlerine, solungacına ve derisinde bakarak balığın tazeliği hakkında bir ön bilgi edinerek balığı alıp almama konusunda bir karar vermektedirler. Bu tür analizler tam olmasa da bir çeşit duyusal analizdir.

Duyusal analizler çok çabuk sonuç vermesi ve pratik olması nedeni ile tercih edilirken, bazı sınırlamaları ve objektif olmaması nedeni ile enstrümantal veya kimyasal analizlere ihtiyaç duyulur. Dünyada balık kalitesini belirlemede yaygın olarak kullanılan kimyasal analizler ise, TMA, TVB-N, nükleotid yıkımı sonucu oluşan ürünler, TBA vb. analizlerdir. Bu analizlerinde kendi içlerinde bazı sınırlayıcı özellikleri vardır.

2.1. Balıklarda Duyusal Analizler

Son 60 yıl içerisinde taze balığın duyusal analizi için pek çok duyusal analiz şeması geliştirilmiştir. İlk modern duyusal analiz şeması ise Torrey Research Station tarafından geliştirilmiştir (Shewan ve ark., 1953). Bu şemada balığın dış görünüşü, tekstürü, karın durumu, kokusu gibi özellikler tanımlanmıştır. Bunun yanı sıra pişirilmiş balıklar için de ayrıca bir şema geliştirilmiştir. Duyusal analizlerde beğeni ile ilgili terimler yerine, tanımlayıcı terimler kullanılır ve böylece panelistler terimler üzerine hemfikir olup, kişisel değerlendirmeden ziyade objektif bir değerlendirme yapabilirler (Nielsen, 1995).

Duyusal analiz metodu bir derece bazı kişiye bağlı etkilere maruz kalmaktadır. Bunlar analiz sonuçlarının kişilere bağlı olarak değişmesi, panelist kişinin ürünü sevip sevmemesi, önyargıları ve balığı test ederken balıkla ilgili aldığı duyuları ifade etme derecesine bağlı olarak değişiklikler göstermesidir.

Bununla birlikte iyi bir şekilde eğitilmiş panelistler ile yukarıda belirtilen pek çok

zorluk giderilebilir (Huss, 1988), ancak bu işlemler zaman alıcı ve maddi imkan gerektirir.

Balıkların duyusal analizi ile ilgili pek çok yöntem geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olanları, Tasmanian Food Research Unit (Bremner et al., 1985), Torry Duyusal Şeması , Avrupa Birliği Duyusal Şeması (Howgate et al., 1992), ve son zamanlarda geliştirilen Quality Index Method (Jonsdottir, 1992) gibi çeşitli şemalar vardır.

Bu şemaların ortak özelliği balığın bazı özelliklerinde meydana gelen değişimlere göre balıkların rakamsal olarak puanlanması ve buna göre çok taze, taze, orta ve bayat gibi kararlara varılmasıdır. Avrupa birliği duyusal şeması diğer şemalardan farklı olarak rakam yerine balıkların tazelik derecesini harf ile belirler. Ekstra tazelikteki balık E sınıfı, taze balık A sınıfı, orta tazelikte olan bir balık B ve insan tüketimi için uygun olmayan balık sınıfı olarak 4 gruba ayrılmaktadır.

Yukarıda belirtilen balık tazeliği yöntemleri genelde bütün balıkta ve balığın göz, deri, solungaç ve iç organları üzerinde iken uygulanabilen yöntemlerdir. Günümüzde hasat edilen balıkların hemen işlenmesi ve işlendikten sonra ise hasat edilen yerden çok uzaklarda pazarlanabilmektedirler. Bu nedenle balıklar işlense bile geçerli olabilecek diğer analiz yöntemlerine ihtiyaç vardır.

2.2. Objektif Metotlar

Duyusal olmayan yöntemler objektif yöntemler olarak bilinmektedir. Bu analitik teknikler balıkların değerlendirilmesinde insanların duyularına bağlı olmayan ve laboratuarda yapılan deneylerin sonuçlarına bağlı olarak yapılan değerlendirmelerdir.

Bu yöntemlerin esas avantajı insanlardan kaynaklanan farklılıkların olmaması, kolay ve güvenilir bir şekilde elde edilmesidir. Objektif olarak bilinen ve laboratuvar cihazları ile elde edilen bu yöntemlerin en önemli dezavantajı ise kalite parametrelerinin hepsine uygulanamaması, analiz maliyeti ve balık hallerinde mevcut olmamasıdır (Bonnell, 1994). Botta (1995)'e göre, balıkların tazeliğini belirlemede kullanılan kimyasal metotlar numunedeki özel bir kimyasalın spesifik konsantrasyonunu ele aldığını ve bu yöntemlerin duyusal metotlara göre üstünlüğünün olduğunu ifade etmiştir.

Balık tazeliğini belirlemede yaygın olarak kullanılan kimyasal analizlerden bazıları hakkında aşağıda bilgiler verilecektir.

2.2.1. TMA (Trimethylamine)

TMA özellikle deniz balıklarının bozunmuşluk derecesini belirlemede yaygın olarak kullanılan bir kimyasal yöntemdir. TMA uçucu bir baz olup balıkhanelerdeki istenmeyen balıksı bir kokuyu andırır. Bu bir çeşit amin olup, balıklarda TMA-O ‘nun indirgenmesi ile oluşur. TMA-O deniz balıklarının yapısında doğal olarak bulunan ve balıkların osmo-regülasyonunda görev alan bir bileşiktir.

Yeni avlanmış taze balıkta TMA hemen hemen hiç yoktur veya çok azdır, TMA’ nın balıklarda bulunması tamamen mikrobiyel faaliyetlerin sonucu olduğu bildirilmekle beraber bazı ağır metallerin örneğin Fe ve Co bakteriyel faaliyet olmadan da TMAO’i TMA’ ya indirgeyebilmektedir. TMA miktarı balıklardaki bozunmaya neden olan bakterilerin faaliyeti sonucu oluşur ve bakteriyel bozunmanın bir göstergesidir. TMA renklendirme çözeltileri ile spektrofotometrik yöntemle, buharda distilasyon, GC ve HPLC yöntemleri ile ölçülebilir.

Balıkların tazeliğine yönelik yapılan TMA analizinin dezavantajlarından birisi TMA’nın genellikle balık bozunmaya başladığı zaman hızlı bir artış göstermesi, diğeri ise TMA’nın deniz balıkları ile sınırlı kalmasıdır. Bununla birlikte deniz balıkları ununda yapılan yem ile beslenen kültür tatlı su balıklarında da TMA’e rastlanılmıştır ve tazelik kriteri olarak kullanılmıştır (Etemadi ve ark. 2013), (Chytiri ve ark. 2004).

2.2.2. Amonyak

Bakteriler az miktarda da olsa bozunmakta olan balıkta amonyak üretirler. Bunun kaynağı ise çoğunlukla serbest aminoasitlerdir. Amonyak miktarı balıkların bozunduğuna dair bir gösterge olmakla beraber balığın bozunma derecesi ile doğrudan ilintili değildir. Örneğin kıkırdaklı balıklar doğal olarak bünyelerinde yüksek miktarda üre bulundurdıklarından bu tür balıkların bozunması esnasında çok miktarda amonyak üretilir.

Bunun yanı sıra kabuklu su ürünleri ise balıklara nazaran daha fazla amonyak üretirler (Huss, 1995).

2.2.3. Toplam Uçucu Bazik Azot (TVB-N)

Toplam Uçucu Bazlar balıklarda balıgımsı koku olarak bilinen ve balıklar avlandıktan günlerce sonra da var olan bazik yapıdaki bileşiklerdir. Balıkların tazeliğini belirlemede duyuşal testlerle birlikte yaygın olarak kullanılan bir kalite ölçütüdür.

TVB-N tek başına bir molekül olmayıp balıkların bozunması sonucu ortaya çıkan TMA, DMA, Amonyak gibi bazik yapıdaki azotlu bileşiklerin tamamını içerir. Toplam uçucu bazların balıkların tazelik ve bozunma kriterleri olarak kullanılabileceğine dair pek çok araştırmacı incelemeler yapmışlardır (Oehlenschläger (1997 a, b) ve FAO Fisheries Technical Paper 348 (Huss, 1995).

Toplam uçucu bazlar tazelik kriteri olarak kullanılmakta olup, çok taze balıklarda TVB-N miktarı 10 mg/100 g' dan az, ve sardalya gibi pelajik balıklar (16-18 mg/100 g) hariç 15 mg/100 g' (El Marrakchi et al., 1990), uskumruda 18-20 mg/100 g (Malle et al., 1983), ton balığında yaklaşık 30mg/100g'ı geçmediği Pérez-Villarreal ve Pozo (1990) tarafından bildirilmiştir. Balıkların buzda depolama ile ilgili yapılan çoğunda kalite parametresi olarak TVB-N tayini yapılmış ve depolamanın ilk günlerinde bariz bir artış görülmez iken depolamanın sonuna doğru hızlı bir artışın olduğu bildirilmiştir.

Bunun yanı sıra, küçük balıklarda depolamanın ilk haftasında TVB-N miktarında bir azalışın olduğu gözlenmiş olup, Oehlenschläger, (1997 b) bunun eriyen buz ile birlikte bazı uçucu azotlu bileşiklerin özellikle amonyağın yıkanıp gidebileceğini bildirmiştir. Bu nedenle buzda depolama çalışmasında başlangıçta bir miktar uçucu bazın eriyen su ile yıkanıp gidebileceği göz önünde bulundurulmalıdır. Akdeniz'de yaşayan 180 türe ait balıkların TMA-N ve TVB-N içeriklerini inceleyen araştırmacılar türler arasında TVB-N ve TMA içeriklerinin farklı olduğunu ortaya koymuşlardır (Civera et al. 1995).

2.2.4. Histamin

Histamin balık ve diğer su ürünlerinde kalite güvencesi parametresi olarak ele alınmaktadır. Belli başlı bazı balık türleri özellikle Scombridea familyası balıklar diğer balıklara göre bünyelerinde daha fazla serbest aminoasit bulundururlar. Bozunma esnasında bu tür balıklarda depolama sıcaklığı 10°C'yi geçtiği zaman histidin dekarboksilaz enzimi üreten bakteriler tarafından histidin histamine dönüştürölür ve

histamin ise bir gıda allerjenidir. Bu nedenle depolama sıcaklığının kötüye kullanıldığı durumlarda bazı balık türlerinde histamin değeri tüketim için uygun olmayabilir. Buzda depolanan beyaz etli balıklarda balık bozursa bile histamin değeri limitlerin altında kalmaktadır. Bu nedenle bu çalışmada barbunun biyojenik aminleri ele alınmamıştır.

2.2.5. ATP yıkımı sonucu oluşan ürünler ve K değeri

Balıkların bozunmasının nedeni bakteriyel ve enzim kökenli olduğu yıllardan beridir bilinmektedir. Enzim faaliyetleri otolitik değişimleri beraberinde getirmekte ve balık avlandıktan hemen sonra meydana gelmektedir. Otoliz “kendi kendini sindirme” anlamına gelmekte ve Uchiyama ve Ehira (1974) sarıkanat orkinos ile morina balıklarında bakteriyel değişime bağlı olmaksızın enzimatik değişimlerin balıkların tazeliğini etkilediğini bildirmiştir. Ölüm sonrası kaslarda meydana gelen glikozun yıkımı sonucu laktik asit birikimi ve neticesinde ise balık kaslarında pH'nın düşmesine yol açar. pH'nın düşmesi neticesinde proteinde kısmi denatürasyon ve proteinin su tutma kapasitesinde bir azalma meydana gelir. Ölüm sonucu meydana gelen rigor mortis ile balık kaslarındaki ATP seviyesi yaklaşık 1 µmol/g'a kadar düşer. Nihayetinde balık kaslarında bir kasılmaya neden olur ve balığın sert ve elastik olmayan bir yapıya sokar. Teknik olarak, bu aşamadaki balıkların fileto edilmesi ve mekanik olarak elleçlenmesi önerilmez.

Balıklarda meydana gelen ilk otolitik değişim ATP ve ilgili bileşiklerin yıkımıdır. Balık tazeliği açısından önemi ise ATP yıkımı sonucu oluşan ürünlerin bir tazelik kriteri olarak kullanılabilmesidir.

ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünlerin tazelik kriteri olarak kullanılması ilk olarak Saito (1959) tarafından ortaya atıldı ve aşağıdaki formül K değeri olarak tanımlandı.

$$K \text{ değeri}(\%) = \frac{[\text{Ino}] + [\text{Hx}] \times 100}{[\text{ATP}] + [\text{ADP}] + [\text{AMP}] + [\text{IMP}] + [\text{Ino}] + [\text{Hx}]} \quad (2.1)$$

K değeri, hem başlangıçta otolitik değişimlerden meydana gelen nisbi tazeliği hem de depolama boyunca kaslarda otolitik değişimlerle meydana gelen tazelik

kayıpları hesaba katan bir tazelik göstergesi olarak kullanılabilir. Bununla birlikte K değeri deniz balıklarının hepsinde güvenilir bir indeks olamayacağı (Atlantik morinasi örneğinde olduğu gibi) bildirilmiştir (Ryder, J., Karunasagar,& Ababouch. 2014)

K değeri balıkların tazeliğini belirlemede pek çok araştırmacı tarafından kullanılmıştır.

2.3. Fiziksel Yöntemler

Balıkların tazeliğini ölçmede objektif olarak kullanılan kimyasal yöntemler bir kısmı güvenilir olmasına rağmen deneyin yapılması, cihazların kullanımı ve elde edilen sonuçları yorumlama bir profesyonelliği gerektirir. Ayrıca bu işlemler zaman alması ve hızlı bir şekilde cevap vermemesi bir dezavantaj oluşturmaktadır. Balık hallerinde bu tür imkanların olması hemen hemen mümkün değildir. Bunun yerine küçük ve elde taşınabilen kolayca kullanılabilen ve hızlı cevap verebilecek, kullanımı özel yetenek gerektirmeyen elektronik cihazlara ihtiyaç vardır.

2.3.1. pH Ölçümü

Taze balık için pH değeri, türlere göre değişkenlik göstermekle birlikte 6.0 -6.5 arasındadır. Bu değer, depolama sırasında depolama süresine bağlı olarak yükselmektedir. Tüketilebilirlik sınır değeri ise 6.8-7.0' dir. Ancak pH kesin bir kriter olmayıp, her zaman duyuşal ve kimyasal testlerle tamamlanması gerekmektedir. (Anonymous, 2000)

2.3.2. Torrymetre ve Empedans Ölçümü

Bu yöntemde kullanılan cihazlar farklı olsa bile çalışma prensibi; balık kasına uygulanan elektrotların anot ve katot iletimi ve kapasitansın ölçülmesidir (Jason ve Richards, 1975).

Balığın ölümünden sonra hücre zarında meydana gelen otolitik parçalanma sonucunda elektrik iletkenliğinde ve kapasitansta değişimler meydana gelmektedir. Metotta deriye doğru iletkenlik ölçüldüğü için yöntem sadece bütün balık ya da derisi

muhafaza edilmiş filetolarda kullanılabilmektedir. Ayrıca yöntemin kullanılabilmesi için balığın zarar görmemiş ve donmamış olması gerekmektedir (Oehlenschläger, 2003). Ancak balığın daha önce dondurulup dondurulmadığının anlaşılabilmesi için yine bu yöntem kullanılabilmektedir (Anonymous, 2000). Dielektrik özelliklerinin kullanıldığı cihazlarla yapılan ölçümlerde, genellikle depolama süresinin artması ile birlikte değerler de orantılı olarak azalmaktadır. Hızlı ve zararsız bir yöntem olmasına rağmen, ölçülen değerler sadece balığın bozulmasına bağlı değil, aynı zamanda ortam ve balığın tutulduğu sezon ve işleme yöntemi gibi birçok faktöre bağlı olarak değişmektedir

3-MATERYAL VE METOD

3.1.Materyal

Araştırmada kullanılan barbun balığı (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758) İskenderun körfezi açıklarından avlanarak (Trol çekim başlangıç: 36°.32.48'N 35°.56.048'E; bitiş 36°. 29. 849'N 35°57.082'E) 3 saat içerisinde Mustafa Kemal Üniversitesi, Deniz Bilimleri ve Teknolojisi Fakültesi laboratuvarına soğuk zincirde getirilerek ATP yıkımı ürünler ve TVB-N için ilk ekstraksiyon yapılmıştır. Daha sonra balıklar tekrar buzda paketlenerek Mustafa Kemal Üniversitesi, MARGEM laboratuvarına getirilmiş boy ve ağırlık ($14,9 \pm 0,8$ cm ve $67,3 \pm 15,8$ g) ölçümünden sonra buzlama işlemi yapılmıştır. Buzlama işleminden sonra balıklar buz içerisinde strafor kutularda muhafaza edilmiştir. Balıklar düzenli olarak buzlanıp ve eriyen buz uygun bir şekilde kutunun alt tarafından tahliye edilmiştir.

3.2. Kullanılan cihaz ve ekipman

ATP yıkımı ve sonrası oluşan ürünlerin ekstraksiyon ve tayininde kullanılan cihazlar: Soğutmalı santrifüj, homojenizatör, pH metre, HPLC (Resim 3.1) cihazında kullanılan kolon Intertsil ODS-2 (5 μ m), cihazının kısım özellikleri ise SPD-M20A(Diode Array Detector), SCL-10A VP (System Contoller, Shimadzu), DGU-10A3 (Degasser), LC-10AD SP (Liquid Chromatografi), CTO-20A(Column Oven)'dır.

Yağ asidi analizinde metillendirme işlemi ısıtıcı blok (Eco 16 Velp Scientifica) vorteks (Dragon lab. MX-S 50 Hz) kullanılarak hazırlanmış olup HP 6890 Series GC System cihaza 2 ml enjekte edilerek bakılmıştır. Protein analizinde numuneler çeker ocağın içinde üzerine asit eklenerek yakılmış, distilasyon işlemi için Kjeldahl ünitesi (Gerhardt Vapodest) kullanılmıştır.

Balıktaki karbon ve azot tayini için Thermo Flash 2000 CHNS Elemental Analiz Cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.2).



Şekil 3.1. HPLC cihazı

3.3. Metod

3.3.1 Besin Kompozisyon

Elde edilen balıkların besin bileşenleri için 5 balık alınarak nem, yağ, kül ve protein tayini yapılmıştır.

Nem içeriği, Avrupa Birliğinin önerdiği fırında kurutma yöntemi ile (ISO 1442(Commission of European Communities EE, 1979). Darası önceden alınmış ve içerisinde cam ezme çubuğu bulunan petrilerin içerisine 5 gr numune tartılarak konulmuştur. 24 saat 105 °C etüvde kurumaya bırakılmıştır. Kurutma sonrası numuneler desikatörde alınarak soğumasının ardından tartımları yapılmıştır.

Yağ analizi Modifiye edilmiş Bligh&Dyer yöntemi ile yapılmıştır (Hanson and Olley, 1963). Balık numunesinden 10 g alınarak 40ml Methanol ve üzerine 20 ml Kloroform eklenmiştir. Toplam su miktarı 16 ml ($(0.8 \times 10) + 8$ ml) olacak şekilde 8 ml su ilave edilerek 1 dakika homojenize edilmiştir. Homojenat üzerine 20 ml kloroform eklenerek 1 dakika daha homojenize edilmiş ve son olarak 20 ml saf su eklenerek 30 sn aynı devirde homojenize edilmiştir. Homojenizasyon işleminde tüpün buzlu su içerisine daldırılarak yapılmasına özen gösterilmiştir.

Hazırlanan karışım 2000 rpm de 20 dakika santrifüj edilerek faz ayrışımı sağlanmış

ve alttaki kloroform tabakasından tam olarak 20 ml alınarak darası alınmış armudi balona konulmuştur. Kloroformu 40°C’de vakum altında Rotary evaporatör (IKA Labortechnik) ile buharlaştırarak yağın kalması sağlanmıştır. Elde edilen yağ etüvde 115°C 30 dakika bekletildikten sonra, armudi balonlar desikatöre konularak soğuması beklenmiştir. Daha sonra armudi balonların tartımı alınarak elde edilen tartım geri hesaplanarak yağ oranı % olarak ifade edilmiştir.

$$Yağ\ oranı(\%) = \frac{(A + B) - (A)}{m} * 100 \quad (3.1)$$

A: Armudi balon darası(g)

B: Kloroform uçurulduktan sonra kalan yağ (g)

m: Numune ağırlığı

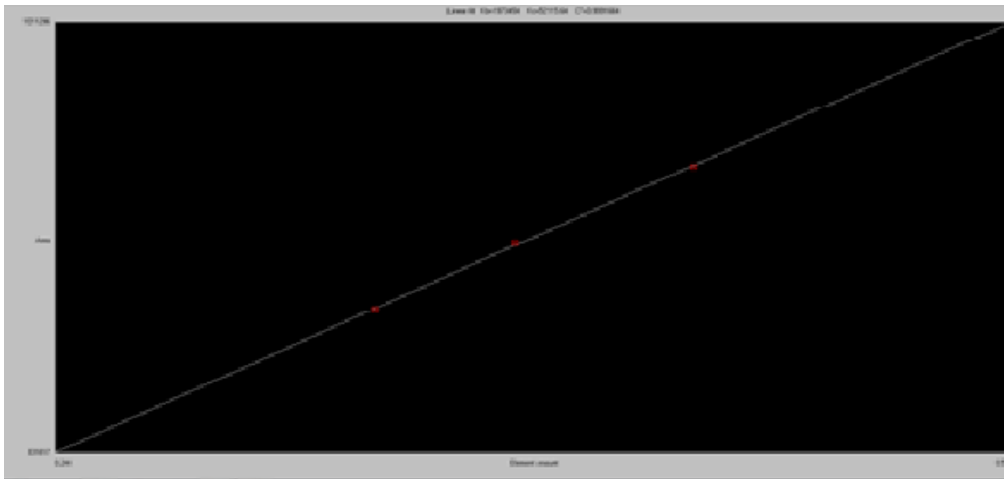
Protein tayini Kjeldahl Metodu (method 981.10) ile, kül oranı ise 550 °C de 8 saat süre ile darası bilinene porselen krozelere yaklaşık 5 gr numune tartılarak yakılması sureti ile yapılmıştır (A.O.A.C. 5..1.14(2000) Method no.938.08).

Ayrıca balıkların kuru maddesinde Elementel analiz cihazında (Thermo FLASH 2000 CHNS) (Şekil3.2.) azot miktarı belirlenerek protein faktörü (6,25) ile çarpılarak kuru madde bazında protein değeri hesaplanmıştır. Daha sonra nem oranını da hesaba katarak yağ ağırlık bazında da protein oranları hesaplanmıştır. Nem tayini için kullanılan numune kurutulduktan sonra porselen havanda iyice homojen hale getirildi. Cihaz için özel olan kalay kapsülüne homojen numuneden 2-3 mg arasında 0.001 mg hassasiyette tartılarak cihazın auto sampler bölümüne yerleştirildi.

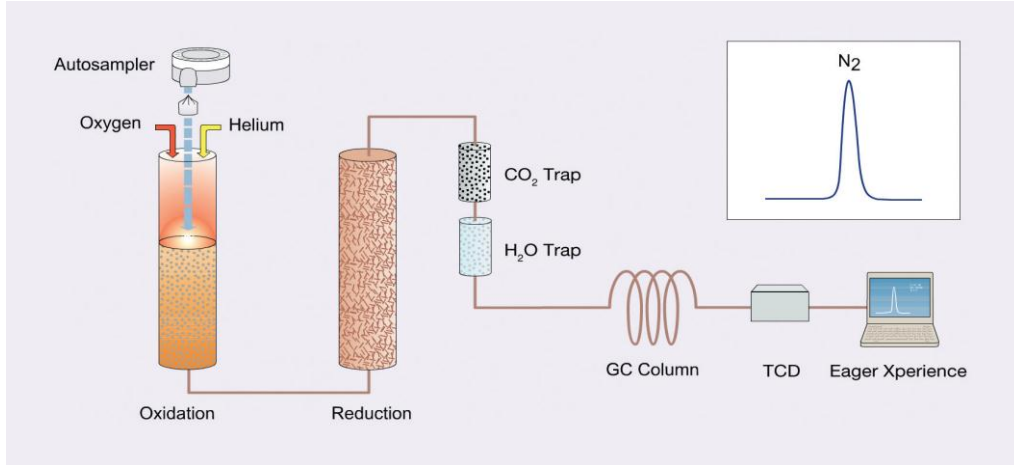


Şekil 3.2. Elementel analiz cihazı (Thermo FLASH 2000 CHNS)

Numune Thermo Scientific MAS 200R auto sampler yardımı ile cihazın yakma reaktörüne gönderilerek numunenin oksijen yardımı ile tamamen yanması sağlanmış ve üretilen gaz, helyum gazı ile bakır çubuklarla doldurulmuş ikinci bir reaktöre sevk edilmiştir. Oluşturulan gaz daha sonra taşıyıcı gaz vasıtası ile CO₂ ve su tuzaklarından geçip kolona yönlendirilmiş daha sonrada termal iletkenlik dedektörü (TCD) azot miktarı belirlenmiştir (Şekil3.4). Toplam analiz süresi 12 dakikadır.



Şekil 3.3. CHNS-O Elementel analiz cihazında azot kalibrasyon eğrisi



Şekil 3.4. Thermo FLASH 2000 CHNS şematik çalışma prensibi (Thermo web site)

Cihazla ilgili analitik şartlar aşağıdaki gibidir.

Sol fırın sıcaklığı: 950°C

Dedektör sıcaklığı: 65°C

Taşıyıcı gaz akışı (He): 140 ml/dakika

Referans akışı: 100 ml/dakika

Standard: Sulfanilamid

Yağ asitlerinin metillendirme işlemi; balık yağından yaklaşık 25-40 mg alınarak 15ml'lik ağzı teflon vida kapaklı deney tüpüne tartılmıştır. Üzerine 1,5 ml 0,5 M metanolik KOH eklenerek ağzı sıkı bir şekilde kapatılıp önceden ısıtılmış ısıtma bloğuna 115°C de 7 dakika kaynatılmış, daha sonra soğutulup üzerine 1,5 ml metanolik BF₃ (%14) eklenerek 5 dk 115°C de kaynatılmıştır. Soğumaya bırakılan tüpler çalkalanmıştır. Daha sonra beklemeye alınıp, faz ayrışımı gerçekleştirildikten sonra üst fazdan alınarak 2 ml'lik vial tüplere konularak enjeksiyon yapılınca kadar -20 °C dondurucuda saklanmıştır. Yağ asitleri metil esterlerin tayini ise, Gaz kromatografi ve Mass Spektrometri (HP 6890 Series GC System) ile yapılmıştır. Kolon olarak HP Innowax 60m kolon kullanılmış ve sıcaklık programı ise 120 °C de 3 dakika tutulmuş ve 10 °C/ dakikalık bir artışla 250 °C ye ulaşmış ve bu sıcaklıkta 20 dakika tutulmuştur. Enjeksiyon hacmi 1 µl ve split modu 1/50 olarak ayarlanmıştır.

Yağ asitlerinin tanımlanması Supelco Fame 37 mix ve MS kütüphanesi kullanılarak yapılmıştır. Yağ asitleri % pik alanı olarak verilmiştir.



Şekil.3.5. Yağ asitleri tayininde kullanılan GC-MS cihazı

3.3.2 Balıkta Kapasitans Ölçümü

Bir malzemeye dışarıdan bir elektrik alan uygulandığı zaman, malzeme bu alanın etkisiyle üzerinde enerji depolayabiliyorsa bu malzeme dielektrik malzeme olarak ifade edilebilir.

Dielektrik sabiti (elektriksel geçirgenlik), bir elektrik alan etkisi altında dış elektriksel bölgede ne kadar büyüklükte enerjinin depo edildiğini ve ne kadar büyüklükte bir enerjinin kaybolduğunu belirtir.

Kapasitans ya da kapasite(C), herhangi bir kondansatörün elektriksel yük depolama kapasitesi ile ilgili bir büyüklüktür. Bir kondansatörün kapasitesi, levhalarda toplanan yükün(Q), levhalar arasında ki potansiyel farkla (V) oranı ile hesaplanmaktadır.

$$Q = C \cdot V \quad (3.2)$$

Bu çalışmada numunelerin dielektrik özellikleri, 20 Hz-2 MHz frekans aralığına sahip Agilent E4980A (Şekil 3.6.) marka hassas LCR metre kullanılarak yapılmıştır. Sığa (C) ve kayıp tanjant parametreleri oda sıcaklığında 20 Hz-2 MHz aralığında

ölçülmüştür. Türkiye de balık da daha önce bu konu ile ilgili çalışılma yapılmamıştır. Dünyada ise kapasitans ve empedans gibi balıkların dielektrik özellikleri çalışılmış olmasına rağmen raf ömrü ile ilgili burada yapılan benzer bir çalışmaya rastlanmamıştır.



Şekil 3.6. LCR metre

Alternatif elektrik alanındaki bir dielektrik malzemede de bir miktar enerji ısı enerjisi olarak kaybolur. İletkenlerden farklı olarak, dielektriklerin birçoğu bu karakteristik özelliği gösterir. Belli bir gerilim altında bulunan dielektrikler içerisindeki güç azalması gerilimin frekansının bir fonksiyonudur. Bununla birlikte alternatif bir gerilimdeki güç kaybı, doğru gerilimdekinden çok daha büyüktür (Tareev 1975). Uygulanan gerilimin etkisi ile oluşan di-elektrik içerisindeki güç kayıplarının miktarı, “di-elektrik kayıplar” olarak bilinir. Bu terim, hem doğru hem de alternatif gerilim altındaki bir elektriksel yalıtıcıdaki güç kaybını belirleyen genel bir terimdir. Yaygın olarak kullanıldığı gibi bu çalışmada da alternatif gerilim altındaki kayıplar “dielektrik kayıplar” olarak kullanılacaktır.

3.4. Kimyasal Yöntemler

3.4.1. Toplam Uçucu Bazik Azot

Toplam Uçucu Bazik Azot Tayini: Avrupa Birliğinin resmi metodu olan Buhar Distilasyon yöntemine göre yapılmıştır. Balıktan yaklaşık 10 g numune alınarak soğutulmuş 90 ml 0,6 M perklorik asit ile 2 dakika homojenize edildikten sonra kaba filtre kağıdından erlenlere süzölmüştür. Daha sonrasında hazırlanan bu karışımdan 50ml alınarak Kjeldahl tüpüne konarak üzerine birkaç damla fenolfitaleyn indikatörü damlatılarak karışımın rengi pembe oluncaya kadar (yaklaşık 6 ml) %20'lik NaOH eklenmiştir. Numunedeki uçucu bazlar % 3 lük indikatörlü borik asit içerisinde 600 sn süre ile distile edilmiştir. Distilasyon öncesi cihazın NaOH ekleme modu kapatılmıştır. Distilat 0.01 N HCl (hydrochloric asid) ile renk gri oluncaya kadar titre edilmiştir. Titrasyondaki sarfiyat kayıt edilerek aşağıda ki formül ile numunedeki uçucu bazik azot miktarı mg TVB-N/100 g olarak hesaplanmıştır.

$$TVB - N \frac{mg}{100g} = \frac{(V_1 - V_0) * N_A * 1,4 * 2 * 100}{M (g)} \quad (3.3)$$

V_0 : Kör sarfiyat (ml)

V_1 : Sarfiyat (ml)

N_A : Asitin normalitesi (M)

M: Numune ağırlığı (g)

3.4.2. ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünlerin tayini ve K değerinin hesaplanması

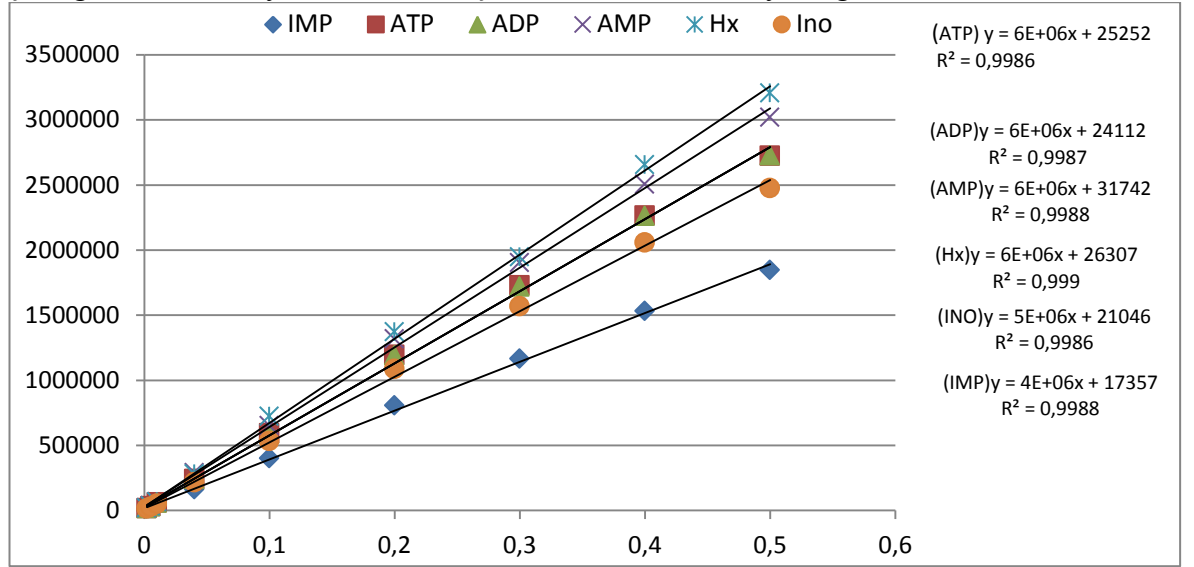
ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünlerin belirlenmesi Ryder, (1985)'e göre yapılmıştır. Balığın dorsal kısmından 5g numune alınarak 25ml soğutulmuş 0,6M Perklorik asit ile homojenize edilmiştir. Homojenize edilen örnek santrifüj tüplerine konarak 3000 rpm'de 20 dk boyunca santrifüj edilmiştir.

Santrifüjden çıkan örneklerden 10 ml berrak kısmından alınarak 0,1 M ve 1 M KOH yardımı ile pH'sı 6.5-6.7 olacak şekilde ayarlanmıştır.

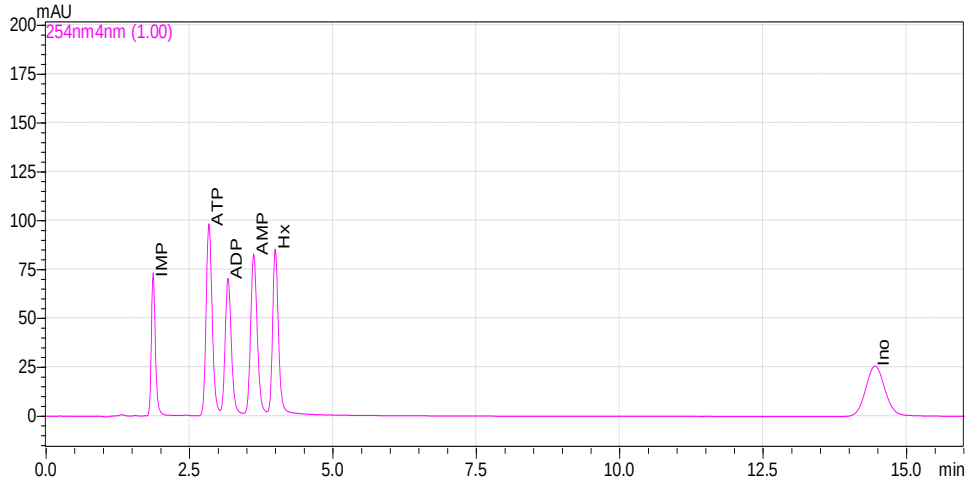
Örneklerin pH'sı ayarlandıktan sonra buzlu su içerisinde 30 dakika bekletilip daha sonra 20 ml balon jojelere Whatman No:1 filtre kağıdından süzülerek hacimleri ultra saf su ile tamamlanmıştır. Örnekler belli bir miktar alınarak analiz edilinceye kadar -20°C dondurulmuştur.

Bu numune alımları 2 gün ara ile balık duyusal olarak kabul edilemez hale gelinceye kadar tekrar edilmiştir. Elde edilen kimyasal bulgular duyusal verilerle ilişkilendirilerek yorumlanmıştır.

Çizelge 3.1 ATP ve yıkımı ürünleri için hazırlanan kalibrasyon eğrisi



Mobil faz 0.04 M potasyumdihidrojen fosfat (KH_2PO_4) ve 0,06 M dipotasyumhidrojen fosfat (K_2HPO_4) ultra saf suda çözündürüldükten sonra 0,45 μ naylon filtreden süzülüp 1 litre cam mobil faz şişesine alınıp 5 dakika süre ile ultrasonik banyoda tutularak hazırlanmıştır. Cihazda uygun software açıldıktan sonra ölçüm dalga boyu λ 254 nm olarak ayarlanmış ve kolon akış hızı ise 1,5 ml/dakika, kolon sıcaklığı 30°C ayarlanmıştır. Cihaza enjekte edilen 0,01 M konsantrasyonlu standartın kromatografisi Şekil 3.7 ' de gösterilmiştir.



Şekil 3.7. Örnek kromotogram (0,01 M ATP mix standart)

Yapılan ön çalışmalarda taze ve bayat balıkların ekstraktlarından yapılan enjeksiyonlardan elde edilen piklerin alanları göz önünde bulundurularak farklı konsantrasyonlarda standartlar hazırlanmış, böylelikle kalibrasyonun taze ve bayat balığı kapsayacak şekilde hazırlanmasına özen gösterilmiştir. Hazırlanan kalibrasyon numunelerin konsantrasyonlarını kapsayacak şekilde en düşük değerden en yüksek değere kadar hassas bir biçimde ayarlanmış, enjekte edilen numuneler kalibrasyona göre hesaplanmıştır (3.1). Kalite tazelik indeksi olarak K, Ki, H ve G değerleri, Saito ve ark., (1959), Karube ve ark. (1984), Luong ve (1992) ve Burns ve ark. (1985) tarafından aşağıda verilen formüllere göre hesaplanmıştır. K değeri hesaplamaları;

$$K \text{ değeri}(\%) = \frac{Hx + Ino}{ATP + ADP + AMP + IMP + Hx + Ino} * 100 \quad (3.4)$$

$$Ki \text{ değeri}(\%) = \frac{Hx + Ino}{IMP + Hx + Ino} * 100 \quad (3.5)$$

$$G(\%) = \frac{Hx + Ino}{AMP + IMP + Ino} * 100 \quad (3.6)$$

$$H(\%) = \frac{Hx}{IMP + Hx + Ino} * 100 \quad (3.7)$$

$$Fr(\%) = \frac{(IMP)}{IMP + Hx + Ino} * 100 \quad (3.8)$$

3.4.3 Duyusal Analiz

Duyusal analizlerde 5 panelist balıkları Kalite Gösterge Metodu (QIM) (Nielsen & Hyldig, 2004) barbun balığı için modifiye edilerek yapılarak kullanılmıştır. Çizelgeye göre en taze balık için duyusal skor 0 (sıfır) iken bayat balıkta en yüksek skor 18 (onsekiz)' olarak belirtilmiştir. Değerlendirilen her bir özellik 0-3 arasında puanlamaya tabi tutulmuş ve en taze balığa özgü özellik için 0 puan verilirken, bu değer bayat balık için 3 üzerinden değerlendirilmiştir. Puanlama bazı değerlendirmeler için 0-2 arasında yapılmıştır (Çizelge 3.2).

Çizelge.3.2. Duyusal analiz parametreleri (Nielsen & Hyldig, 2004)

Kalite parametreleri	Açıklama	Puan
Bütün Balık		
Deri görünümü	Çok parlak	0
	Parlak	1
	Mat	2
Solungaç kapağında kan	Yok	0
	Biraz var	1
	Çok	2
Doku	Sert	0
	Esnek	1
	Yumuşak	2
Karın dokusu	Esnek	0
	Yumuşak	1
	Karın zarında patlama	2
Koku	Taze deniz/yosun yada çim kokusu	0
	Nötr	1
	Hafif koku var	2
	Ağır koku	3
Gözler		
Görünümü	Parlak	0
	Az bulutlu	1
Şekli	Dış Bükey	0
	Düz	1
	İç bükey	2
Solungaçlar		
Rengi	Karakteristik kırmızı	0
	Biraz soluk,mat, kahverengi	1
Koku	Taze,yosun,metalik	0
	Nötr	1
	Hafif koku	2
	Ağır koku	3
Toplam Puan 0-29		

4.ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1.Besin Bileşenleri

Barbun balığının besin bileşenleri nem, protein, yağ ve kül olarak 3'er tekerrürlü yapılarak ortalamaları Çizelge4.1' de sunulmuştur. Veriler çizelgede ortalamalar ve standart sapma ile birlikte verilmiştir. Barbun nem içeriğine bakıldığı zaman ortalama %70 civarında nem içerdiği buna karşın yağ oranının %6-7 olduğu belirlenmiştir. Genel olarak balıkların nem içeriği ile yağ oranı arasında ters bir ilişki vardır. Beyaz etli balıklar yağsız balıklar olarak nitelendirilirken bunların nem oranı %80 civarında ve yağ oranı ise %1 in altındadır. Bu tür balıklar genellikle demersal balıklardır ve dipte yaşarlar. Diğer yandan kırmızı etli balıklar ise yağlı balıklardır ve yağ oranı mevsimlere göre değişiklik arz eder. Barbun balığı yağ içeriği bakımından orta yağlı balıklar sınıfına girmektedir. Balıklar yağ içeriklerine göre yağlı, orta yağlı ve yağsız olarak üçe ayrılan balıklar, %1'in altında kalanlar yağsız, %2-7'den fazla olanlar orta yağlı ve %10'dan büyük olan yağlı balık grubuna girmektedir. Barbun balığı verilerine göre sınıra yakın olmakla birlikte orta yağlı balık grubuna girmektedir.

Çizelge 4.1. Barbun balığının (*Mullus barbatus*) besin bileşenleri (n=3 ±St.sapma)

Besin bileşeni	%
Nem	70,75±0,47
Protein	18,57±0,33;*19,88±1,65
Yağ	6,74±0,42
Kül	1,22±0,06

*Bu değer CHNS-O Elementel analiz cihazı ile belirlenmiştir.

Barbun balığının protein oranı 18,6 mg/ olarak bulunmuştur. Balıklarda protein oranı %16 ile 21 arasında değişmekte olup, bu değişikliğe balığın türü, büyüklüğü, cinsi olgunluğu ve üreme zamanı ve beslenme durumu etki etmektedir. Bono ve Badalucco (2012) tekir balığında (*Mullus surmuletus*) yaptıkları araştırmada nem oranını %74,8, protein oranını %15,9 yağ oranını %6,4 ve kül oranını ise %4,1 olarak belirtmişlerdir. Bu bulgular, Mullidea familyasına ait tekir ve paşa barbunun yağ içeriği ile karşılaştırılabilir (Öksüz ve ark. (2010)

Elementel Analiz Cihazında da yapılan azot tayininde, protein oranı kuru ağırlık bazında verilmiş olup (%73,37±1,14), daha sonra yaş ağırlık bazında da hesaplama

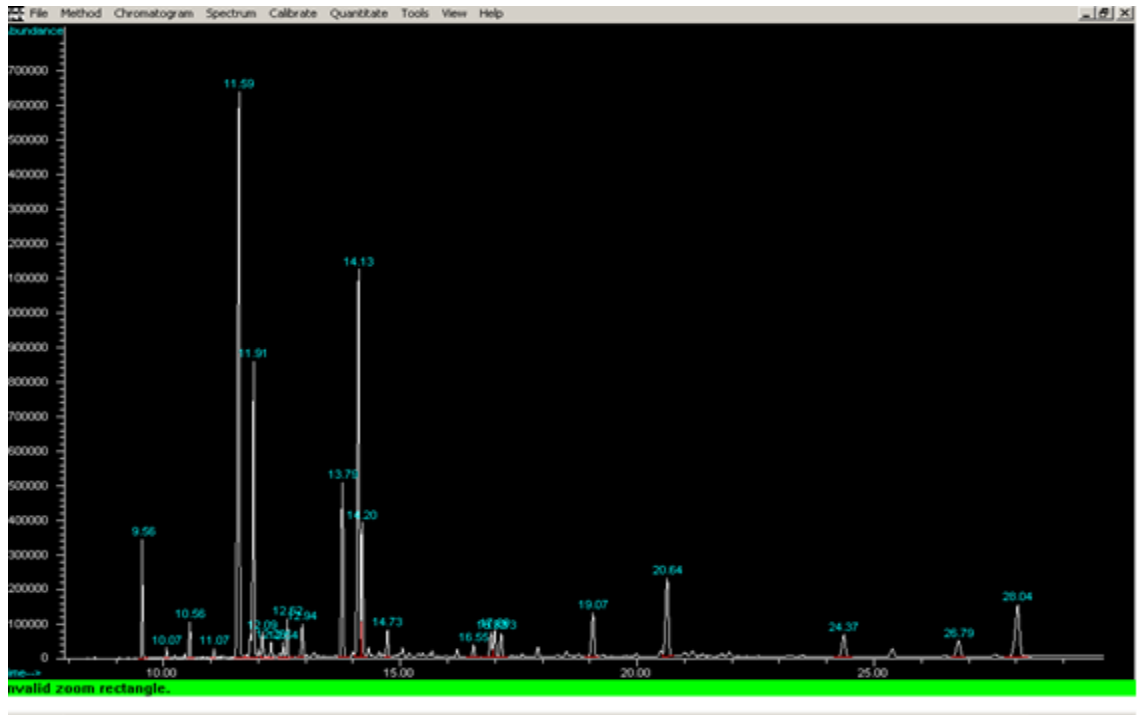
yapılmış ve bu değer $19,88 \pm 1,65$ mg olarak hesaplanmıştır.

Elementel analiz cihazında yapılan azot tayininde kullanılan balıklardan 2 birey dişi, bir birey ise erkek idi. Yapılan analiz sonucunda dişi bireylerde protein oranı erkek bireye göre daha düşük bulunmuş olup, aynı bireylerde yapılan karbon analizi de cinsiyete bağlı olarak karbon miktarında da farklılık görülmüştür.

Karbon tayininde yüzde olarak dişi balıklarda $53,36 \pm 0,82$ değeri iken, erkek balıklarda $48,70 \pm 0,63$ değeri bulunmuştur. Elementel analiz cihazı (CHNS Thermo Flash 2000) protein tayininde büyük avantajlara sahiptir. Kjeldahl yöntemi ile protein tayini uzun yıllardan beri yapılmakta olan bir analiz yöntemi olmasına rağmen yöntemde konsantre asit ve alkali kullanılması, yakma işleminin uzun olması ve çıkan asit buharı gibi bazı çevre ve çalışanların güvenliği açısından olumsuz yanları vardır. Bunla birlikte Elementel analiz cihazı ile yapılan N tayini numune hazırlama ve analiz süresinin kısa olması, daha az numune miktarına ihtiyaç duyulması (2-3 mg), analizde herhangi bir kaybın olmaması ve hassasiyet derecesinin yüksek olması gibi avantajları nedeni ile gıdalarda protein tayininde kullanılabilecek etkin bir yöntemdir. Deneysel olarak yapılan bir hatanın giderilmesi ise Elementel Analiz Cihazında yaklaşık bir analiz süresi olan 12 dakika iken, Kjeldahl yönteminde yapılan deneysel bir hatanın giderilebilmesi için belki numunenin yeniden hazırlanmasını da gerektirebilecek uzun bir zaman dilimi, iş gücü ve kimyasal sarfiyatına gereksinim duyulabilecektir. Ayrıca cihazın yazılım kısmına gıdanın özelliğine göre protein faktörü girilerek, analiz yapılan numunedeki protein miktarı, tekerrürlerinin ortalaması, standart sapma ve hatası da hesaplanmış olarak verilmektedir.

Balıkları besin açısından önemli kılan etmenlerin en başta geleni balıkların yağ içeriği ve yağ asitleri kompozisyonudur. Yağın besin açısından kalitesini belirleyen en önemli faktör ise onun içerdiği yağ asitleri kompozisyonudur. İnsan gıdası olarak tüketilen yağlar içerisinde yağ asitleri çeşitliliği bakımından en zengin olanı balık yağıdır.

Balık yağı orta zincirli yağ asitlerinden uzun zincirli yağ asitlerine kadar (C12:0-C24:0), doymuş yağ asitlerinden tekli ve çoklu yağ asitlerine kadar pek çok çeşitliliği bünyesinde bulunduran bir yağdır.



Şekil4.1. Barbun balığında belirlenen yağ asitleri

Yapılan çalışmada barbun balığında 29 çeşit yağ asidi belirlenmiş, bunlardan 6 tanesi doymuş yağ asidini diğerleri ise tekli ve çoklu doymamış yağ asitleri oluşturmaktadır. Doymamış yağ asitleri içerisinde de on iki tane tekli, on bir adet çoklu doymamış yağ asidi belirlenmiştir (Şekil 4.1). Doymuş yağ asitleri toplam yağ asitlerinin yaklaşık %38'lik kısmını oluşturmaktadır. Doymuş yağ asitleri arasında en fazla bulunan C16:0 olup, toplam yağ asitleri içerisinde yaklaşık %24,8'lik bir dilimi oluşturmaktadır. Bundan sonra sırası ile C18:0 ve C14:0 yağ asitleri olup en az ise C20:0 yağ asidi bulunmaktadır. Tekli doymuş yağ asitleri içerisinde en fazla olan ise 18:1n9 yağ asididir. C18 grubu tekli doymamış yağ asitlerinden 3 tane yağ asidi belirlenmiş olup bunlar bulunuş bolluklarına göre sırası ile n9, n7 ve n5 yağ asitleridir.

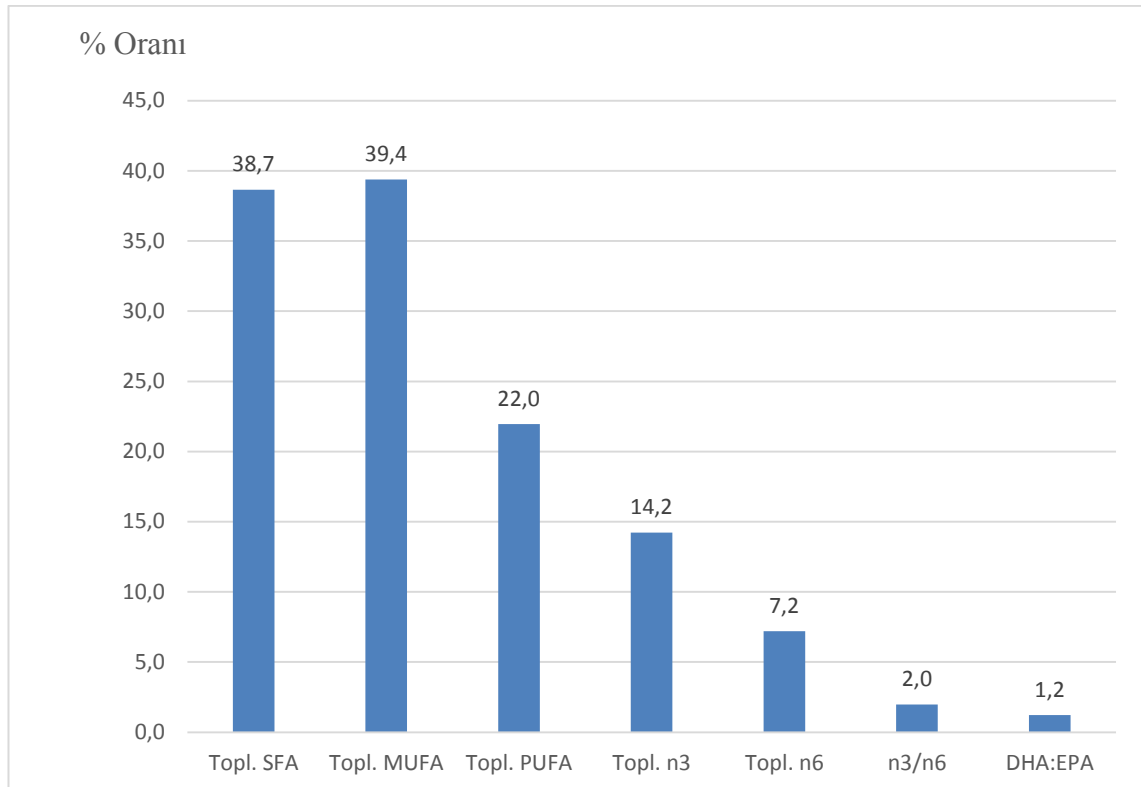
Çizelge 4.2. Barbun balığının yağ asitleri kompozisyonu (n=3 ± St. Sapma)

Yağ asiti	Ortalama	Yağ asiti	Ortalama
C14:0	3,52±0,10	C16:2n4	0,50±0,44
C15:0	1,05±0,04	C18:2n6	1,05±0,09
C16:0	24,78±0,29	C20:2n6	0,47±0,03
C17:0	1,26±0,01	C20:3n6	0,21±0,19
C18:0	7,52±0,06	C20:4n6	2,88±0,61
C20:0	0,53±0,07	C22:4n6	1,85±0,10
Toplam SFA	38,66±0,58	C22:5n6	0,78±0,19
C14:1	0,32±0,01	C18:4n3	0,31±0,03
C15:1	0,29±0,01	C20:5n3	5,57±0,35
C16:1n9	0,90±0,02	C22:5n3	1,58±0,10
C16:1n7	9,42±0,72	C22:6n3	6,76±1,83
C16:1n5	0,26±0,04	Toplam PUFA	21,96±3,95
C17:1	1,10±0,11	Toplam n3	14,23±2,22
C18:1n9	18,60±1,67	Toplam n6	7,21±0,60
C18:1n7	4,76±0,16	n3/n6	1,97±0,17
C18:1n5	0,36±0,04	DHA:EPA	1,21±0,25
C20:1n11	1,18±0,06		
C20:1n9	1,12±0,08		
C20:1n7	1,06±0,08		
Toplam MUFA	39,39±3,00		

Çoğu zaman C18:1n9 ve n7 yağ asidi birbirine çok yakın olduğundan ayrışma zor olmakta ve pikler iç içe geçmektedir. Kullanılan kolon ve uygun kolon sıcaklık programı ile bu yağ asitlerinin birbirinden bariz bir şekilde ayrışması sağlanmıştır. Tekli doymamış yağ asitlerinde en fazla bulunanlardan ikincisi ise C16:1n7 yağ asididir.

Ayrıca C20:1 grubu tekli yağ asitlerinden 3 tane n11, n9 ve n7 yağ asitleri tanımlanmıştır. Tekli doymamış (MUFA) yağ asitlerinin toplam yağ asitleri içerisindeki payı ise doymuş yağ asitleri ile hemen hemen aynıdır. Çoklu doymamış (PUFA) yağ asitlerinin toplam yağ asitleri içerisindeki payı yaklaşık %22 civarındadır (Çizelge 4.2). Barbun yağı insan sağlığı için önemli olan n3 serisi yağ asitlerini de içermektedir. Yağ asitleri içerisinde toplam n3'lerin oranı toplam n6 serisi yağ asitlerine göre hemen hemen iki katıdır.

Bu yağ asitlerinin başında DHA ve EPA gelir. DHA toplam yağ asitlerinin %6,7'sini, EPA ise %5,5'sini oluşturmaktadır.(Şekil 4.2.)



Şekil 4.2. Barbun balığının doymuş ve doymamış yağ asidi dağılımı

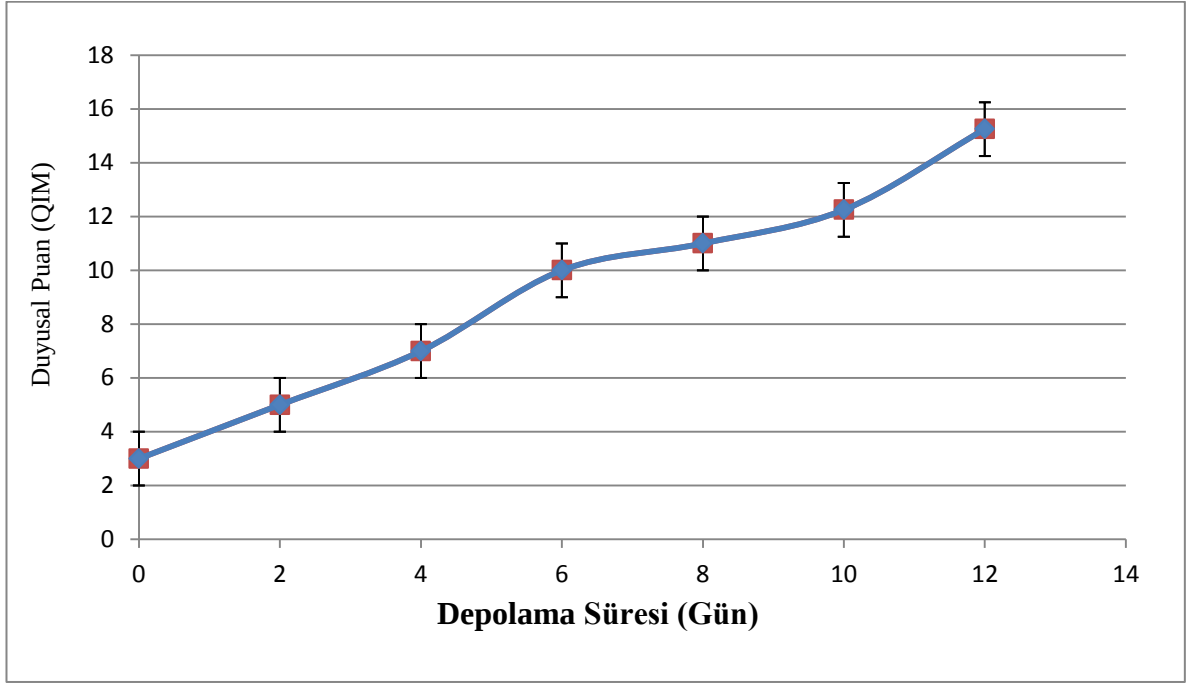
Barbun balığının doymuş yağ asitleri tekir ve paşa barbun ile benzerlik gösterirken, tekli ve çoklu doymamış yağ asitleri farklılık göstermektedir (Öksüz ve ark. 2011). Bir önceki çalışmada belirtildiği üzere EPA ve DHA oranı tekir balığı ile benzerlik gösterirken paşa barbun ile farklılık göstermektedir.

4.2. Duyusal Analiz

Panelistlerin yaptığı duyusal analiz de 0.günde balık duyusal analiz parametreleri ortalaması 3 ± 0.82 değerini alırken duyusal olarak balığın kabul edilmediği günde (12.gün) ise $15.25\pm1,26$ değerini almıştır. Ayrıca yapılan duyusal çalışmalarda alınan notlara göre; balığın 6.günde solungaçlarında renk kaybı ve koyulaşma başlangıcı görüldü. Depolamanın 8.günde balığın dorsal kısmında kahverengi noktalar, iç organlarında dağılma başlangıcı, deride soluk bir renk, göz bulanık ve solungaçlarda nötral bir koku gözlenirken, numunelerde bozunmanın en önemli duyusal göstergesi olan karın bölgesinde yumuşama gözlenmiştir.

Ayrıca bu bölgede iç organların dışarıya çıkması olmuştur. Balıklarda karın kısmında meydana gelen erime ve neticesinde iç organların dışarı doğru çıkması daha çok balıkların beslenme sonrası avlanılmasından kaynaklanmaktadır. Çalışma materyali balıkların avlandığı mevsim bakımından ilkbahar olması balıkların aktif olarak beslendikleri bir mevsim olması, ayrıca balığın yaşadığı habitat ve avlanma yönteminin de beraberinde getirdiği mikroorganizma yükü balığın bozunmasını tetiklemiş olabileceği düşünülmektedir. Karın bölgesinde patlamanın görüldüğü balıklar incelendiği zaman midelerinin dolu olduğu gözlemlenmiştir. Midesi dolu olan balıklarda sindirim enzimleri balık canlı iken salgılanır ve balıklarda ölüm sonrası da bu enzimlerin aktivitelerini sürdürmekte, ayrıca enzimleri kontrol eden mekanizmanın ölüm sonrası devreden çıkmaktadır. Bunun sonucunda, önce mide içerisindeki alınan gıda, daha sonra mide barsak duvarı, nihayetinde de karın duvarı enzimler tarafından sindirilerek mide içeriğinin dışarı sızmasına neden olmaktadır.

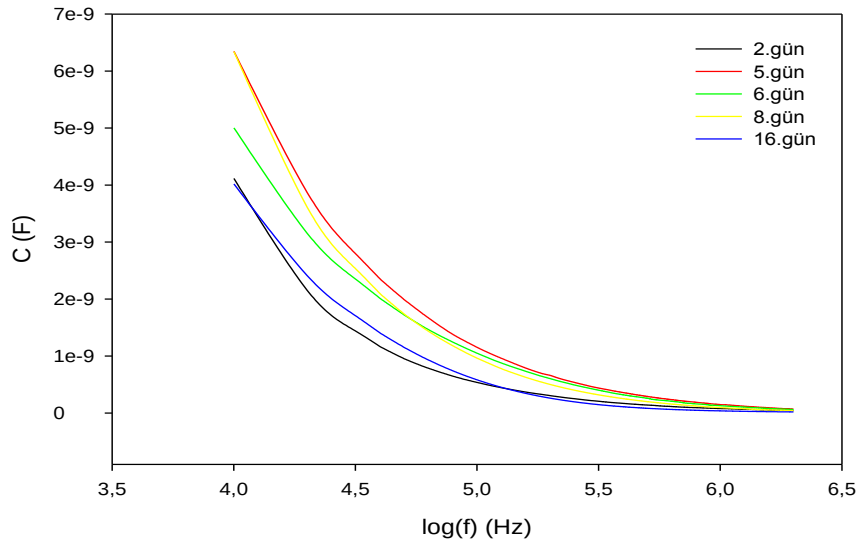
Balığın duyusal olarak red edildiği 12.günde ise gözler iç bükey, bulanık, sütümsü renkte, solungaçlar ve karın boşluğu ekşimsi bir kokuya sahip, karın zarının kolayca etten ayrılabilirdiği, etin ise yumuşak olduğu gözlenmiştir. Bu durumda balığın aldığı toplam duyusal puan yaklaşık 15 olmuştur. Depolama boyunca balıklara verilen duyusal puanlar standart sapmaları ile birlikte Şekil 4.3 'de verilmiştir. Balıkların depolama süresinin artması ile birlikte duyusal skorda da bir artış gözlemlenmiştir. Duyusal skordaki artış balığın tazeliğindeki kaybı da beraberinde getirmiştir.



Şekil 4.3. Depolama boyunca analiz günleri yapılan duyu analizlerinin puan eğrisi ve standart sapmaları

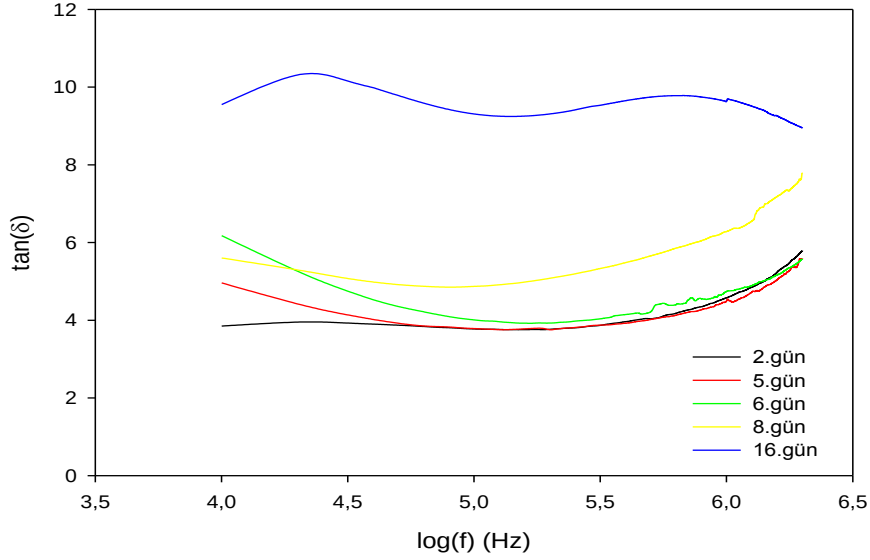
4.3. Balıkta Kapasitans

Farklı günlerde yapılan kapasitans analizinin logaritmik frekansla değişim grafiği Şekil.4.4 de verilmiştir.



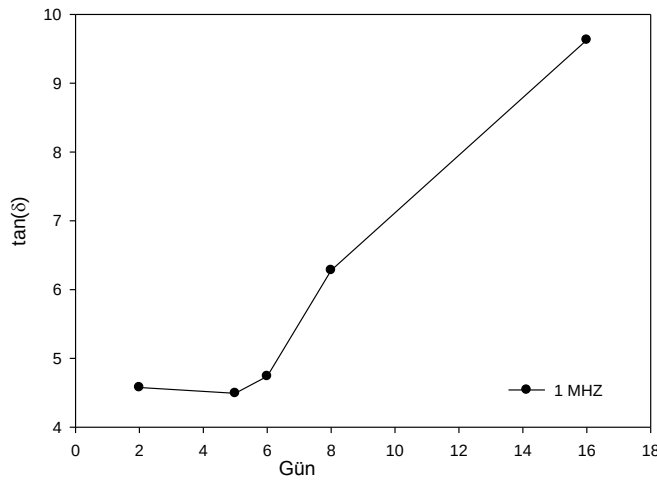
Şekil 4.4. Barbun balığının kapasitansının farklı depolama günlerinde frekansla değişimi

Grafiğe göre günlere bağlı olarak bir farklılık gözlemlenmemiştir. Düşük frekans verildiğinde kapasitans değeri yüksek, yüksek frekans verildiğinde ise kapasitans değerinin düşerek neredeyse 0 (sıfıra) yaklaşmıştır.



Şekil 4.5. Barbun balığının kayıp tanjantının farklı depolama günlerinde frekansla değişimi

Kayıp tanjant grafiğinde de depolama günlerinde ölçülen kayıp tanjantın frekansla değişimi verilmiştir (Şekil.4.5.). Şekilde de görüldüğü gibi 8. güne kadar düşük farklılıklar görünürken balığın bozunmaya başladığı 8. gün de tanjant değerinde artış görülmüştür.



Şekil.4.6. Barbun balığın 1 MHz'deki kayıp tanjantının farklı depolama günleri ile değişimi

Farklı depolama günlerinde kayıp tanjantının 1 MHz kesitinden alınan bu şekilde görüldüğü gibi 0. 2. ve 4. günlerde tanjant değerinde bir farklılık gözlemlenmemişken 6. günde değer değişimi göstermiş ve 8. günde bu değer artarak devam ettiği görülmüştür. Bulunan değerler diğer analizlerle ilişkilendirilerek yorumlanmıştır. Ayrıca deney süresi 12 gün olmasına rağmen kapasitansın değerlerini farklılığı görebilmek için, 16 gün aralığında deneyler yapılmıştır. Balığın bozunmaya başladığı 8. gün ile 16. gün arasında doğru orantılı artış gözlenmiştir.

4.4. Kimyasal Analizler

Balığın tazeliğinin ölçülmesinde kimyasal analiz olarak TVB-N ve ATP yıkımı sonucu oluşan bileşiklerin tayini yapılmıştır.

4.4.1. Toplam Uçucu Bazik Azot

TVB-N balıkların bayatlık derecesini belirlemede kullanılan en eski yöntemlerden birisidir. Bozunmanın günlere bağlı değerini belirlemek için yapılan TVB-N analizi hem deniz balıklarında (Kietzmann et al., 1969; Çaklı ve ark., 2003) hem de tatlısu balıklarında (Oehlenschläger, 1985; Çaklı ve ark., 2003) kullanılır.

Balıklarda TVB-N' in bozunmaya bağlı olarak miktarı, balık türlerine bağlı olarak değiştiği bilinmektedir (Antonacopoulos, 1973; Rehbein, Oehlenschläger, 1982; Çaklı ve ark., 2003).

Çizelge 4.3. Buzda depolama boyunca barbun balığında TVB-N'nin değişimi (n:3 ±st. Sapma)

Depolama Süresi (Gün)	TVB-N mg N/100 g
0	4,90a±0,14
2	16,20b±0,75
4	18,70c±0,20
6	19,60c±0,42
8	19,40c±0,28
10	21,35d±0,07
12	21,80d±0,85

Depolama boyunca barbun balığında TVB-N'nin günlere bağlı değişimi Çizelge 4.4'te verilmiştir. Bu çalışmada balık avlandıktan sonra ilk 3 saatte elde edilen TVB-N değeri $4,59 \pm 0,28$ mg/100 g iken, duyusal olarak bu balığın tazelik puanı 3 olarak değerlendirilmiştir. Yapılan çalışmaların çoğunda başlangıç TVB-N değeri olarak verilen değerler bu çalışmada elde edilen değerlerin üstündedir.

İstavritin MAP ve vakum paketlenme ile yapılan raf ömrü çalışmasında buzda 11 saatlik istavritin balığının başlangıç TVB-N değeri yaklaşık 7 mgN/100 g bulunmuş olup depolama ve işleme yöntemine göre TVB-N değerlerinin raf ömrünün sonunda duyusal olarak kabul edilemediği andaki değerlerinin farklı olduğu belirtilmiştir (Erkan ve ark. 2007).

Taze avlanmış balıklarda TVB-N konsantrasyonu 5-20 mgN 100 g⁻¹ iken buzda depolanan soğuk su balıkları için kabul edilebilirlik sınırı 30–35 mgN 100g⁻¹ olarak belirtilmiştir (Huss,1988; Connell, 1995). Depolamanın 2. gününde TVB-N miktarı başlangıç değeri olan $4,59 \pm 0,28$ mgN/100g⁻¹ dan hızlı bir şekilde artarak 16,2 mgN 100g⁻¹ seviyesine ulaşmıştır. Depolamanın ilk iki gününde TVB-N miktarında görülen hızlı artış, ikinci günden depolamanın sonuncu gününe kadar yavaşta olsa doğrusal bir artış sergileyerek nihayet olarak 21,80 mg N 100g⁻¹ seviyesine ulaşmıştır. Bozunma belirtilerinin başladığı 8.günde TVB-N değeri 19,40 mg/100 g bulunmuştur.

Duyusal olarak balığın kabul edilmediği 12.günde TVB-N değeri ise $21,79 \pm 0,46$ mg/100g olarak bulunmuştur. Ayrıca analiz günleri boyunca 8.güne kadar düzenli bir artış gösteren TVB-N değeri 10'uncu ve 12'nci günler arasında pek bir fark olmadığı gözlenmiştir.

Depolama boyunca günler arası TVB-N değerleri incelendiği zaman istatistiksel açıdan Duncan çoklu karşılaştırma testine göre balıkların depolama boyunca tazelik kaybı dört gruba ayrılmaktadır. İlk ve ikinci günlerin TVB-N değerleri diğer günlerden istatistiksel olarak farklı ($p < 0.05$) olduğu belirlenmiştir. Depolamanın dört, altı, sekizinci günlerinin TVB-N içeriği bakımında birbirinden farklı olmadığı, depolamanın 10 ve 12. günlerinin TVB-N değerlerinin benzerlik gösterdiği ortaya çıkmıştır. TVB-N değerine bakılarak verilecek bir tazelik kriteri kararında buzda 4 günlük balık ile 8 günlük bir balığın bir farkının olmadığı ortaya çıkmaktadır. Aslında balıklar buzda da

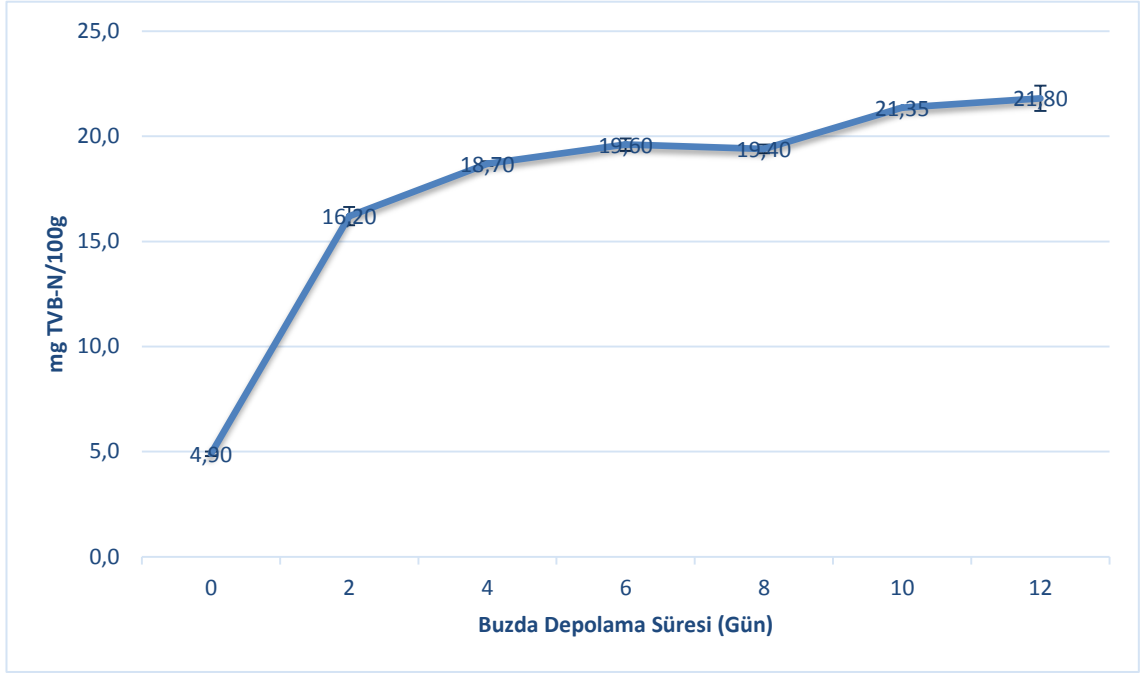
bekletilseler, tazelik kaybı devam etmektedir. TVB-N değeri balıkların tazelik derecesinden daha çok balıkların bayatlık derecesi ile ilgilidir. Özyurt ve ark. (2009) yaptığı çalışmada barbun ve paşa barbunun başlangıç TVB-N değerlerini sırası ile 12 ve 19,6 mg olduğunu belirtirken kabul edilebilirlik sınırında bu değerlerin 37 ve 48 mg TVB-N/100g değerine ulaştığını belirtmişlerdir. Verilen başlangıç değerleri bu çalışmadaki başlangıç değerlerinin üstünde ayrıca bu çalışmada 12 günlük depolama sonucunda elde edilen TVB-N değerinin de çok üstündedir.

Barbun balığı için duyusal olarak kabul edilebilirlik üst sınırında hesaplanan TVB-N değerleri EC rehberinde belirtilen ve çığ balıklar için belirtilen sınır olan 35 mgN/100 g değerinin altında olarak bulunmuştur. (EC Directive 95, 149 ve EC: Comission Decision of March 1995). TVB-N değeri aynı depolama sıcaklığında olsa bile farklı koruyucular eklendiği zaman balıklarda TVB-N oluşumu kontrol grubuna göre daha az oluştuğu bildirilmektedir. Sallam (2007)' e göre farklı organik asit tuzları ile muamele edilen salmon dilimlerinde TVB-N oluşumu kontrol grubuna göre daha az meydana geldiği ve raf ömrünün de kontrol grubuna göre önemli bir derecede uzadığını belirtmişlerdir.

Kyranas ve Lougovoıs (2002)'e göre düşük seviyedeki TVB-N değerinin balıktaki pH nın nispeten düşük olması ve balıktaki mikrobiyel floranın kompozisyonundan kaynaklanabileceğini belirtmişlerdir. Ayrıca bir önceki yazara ilaveten Papadopoulos ve ark. (2003) TVB-N miktarının balığın tazeliğini belirlemede zayıf bir gösterge olduğunu beyan etmişlerdir.

Castro ve arkadaşlarına (2006) göre deniz levreğinin tazeliğinin belirlenmesinde TVB-N'nin kullanılması konusunda dikkatli olunması gerektiği bildirilmiştir. Aynı familyadan tekir balığında yapılan farklı paketlenme malzemesi kullanılarak yapılan bir çalışmada başlangıç TVB-N değeri 9 mg ve 9. günde ise bu değerın sınır değeri olan 30 mg 100g⁻¹ geçtiğini belirtilmiştir (Bono ve Badalucco, 2012).

Avrupa Birliğı Rehberinde (EU Guidelines) barbun için bir kriter bulunmamakla birlikte, bu çalışma ile ilgili olarak TVB-N değeri göz önünde bulundurulacak olursa kesin olmamakla birlikte buzda muhafaza edilmiş barbun için 20mg TVB-N/100 g değeri üzeri bayat olarak kabul edilebilir.



Şekil 4.7. Buzda depolama boyunca barbun balığında TVB-N'nin değişimi

4.4.2. ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünler

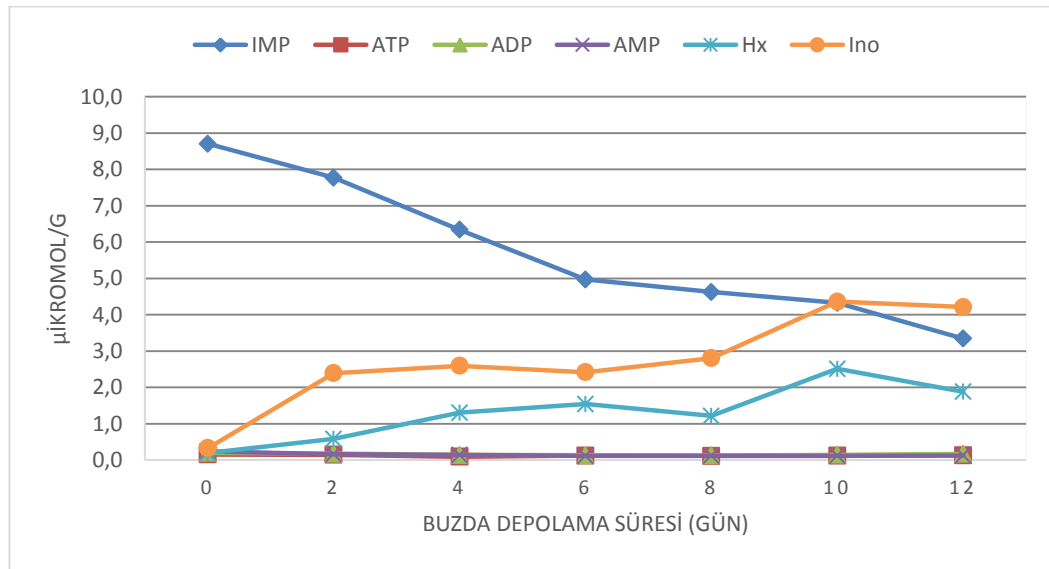
Balıkların kalitesini belirlemede yaygın olarak TVB-N, TMA, Amonyak miktarı, hipoksantin gibi kimyasal yöntemler kullanılır. Bunlardan TMA'nın deniz balıkları ile sınırlı olması, TVB-N'nin genellikle balığın bayatlamasına yakın hızlı bir şekilde artması gibi bazı dezavantajları vardır.

Kimyasal yöntemler içerisinde balığın öldükten sonra başlayıp, tüketilemez oluncaya kadar geçen sürede balık tazeliği konusunda bir gösterge olabilecek bir kimyasal yöntem ihtiyacı vardır. Barbun balığının buzda depolama boyunca ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünlerde meydana gelen azalma veya artış Şekil 4,7'de verilmiştir. Balıklarda ölüm sonrası ATP üretimi durur veya en az seviyeye ulaşır. Ölüm sonrası ATP üretimi durması ile birlikte ATP yıkımı başlar ve hızlı bir şekilde ADP ve AMP'ye daha sonrada IMP'ye dönüşür. Bu işlem ölüm sonrası birkaç saat içerisinde gerçekleşir ve ATP, ADP ve AMP seviyesi sıfıra yakın bir seviyeye iner. Balık trol ile avlandığı için çekim boyunca balıkta bir yorulma veya torba içerisinde iken ölüm başlamış olabilir. Bu nedenle balıkta ATP yıkımı henüz balık güverteye alınmadan başlamış ve numune alındığında ATP konsantrasyonu minimuma inmiş olabilir.

Avlandıktan hemen sonra ölümü gerçekleşen istavritlerde ATP miktarının 6 $\mu\text{mol/g}$ üzerinde olduğu ve balığın ölüm şekline göre K değerinde farklılığın olduğu

(Mishima et al. 2005) tarafından bildirilmiştir. Yaptığımız çalışmada Şekil 4.7 ‘de görüldüğü üzere ATP, ADP ve AMP değerleri depolama boyunca sıfıra yakın bir seviyede seyretmiştir. ATP’ nin AMP’ ye kadar yıkımının hızlı olması nedeni ile bu yıkım ürünü olan IMP miktarı buzda 3 saat muhafaza edilen balıklarda 7,69 ile 9,7 $\mu\text{M/g}$ seviyesinde bulunmuştur. Aynı zamanda avlanan tekerrürler arasında bile balığın tazelik derecesi için önemli olan IMP konsantrasyonları arasında farklılık değişiklik görülmüştür. Öksüz ve Garthwaite (1998)’in alabalıklar üzerine yaptığı bir çalışmada, balık hasat edildikten hemen sonra ATP değerinin yüksek olduğu ve buzda depolamanın 1. gününde ATP yıkımı ile birlikte IMP miktarında bir artışın olduğu ve daha sonra da yavaş yavaş bir azalmanın meydana geldiği bildirilmiştir. IMP’nin yüksek seviyede olması balığın çok taze olduğunun bir göstergesidir. IMP miktarının fazla olmasının balığın lezzetine olumlu bir katkı yaptığı birçok araştırmacı tarafından bildirilmiştir.

IMP seviyesindeki düşüşün ise balığın lezzetinde de bir düşüşe neden olacağı bildirilmiştir. Taze kültür ve doğal levreklerde başlangıç IMP değerinin 12,3 $\mu\text{mol/g}$ ve 10,1 $\mu\text{mol / g}$ olduğu ve buzda depolama sonunda (22 gün) bu değerlerin sırasıyla 1,7-1,3 $\mu\text{mol/g}$ seviyesine düştüğü bildirilmiştir (Alasalvar, Taylor, Oksuz, et al. 2002).



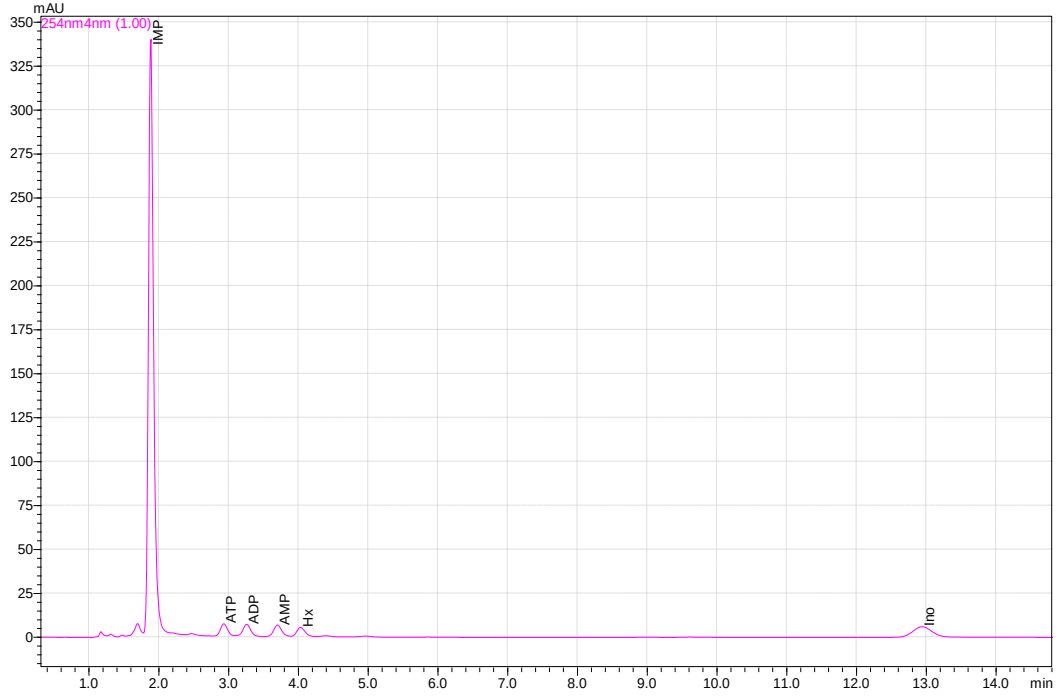
Şekil 4.8. Analiz günleri boyunca ATP ve sonucu oluşan ürünlerin değişimi

Şekil 4.8 ‘te depolama boyunca ATP ve yıkımı sonucu oluşan ürünlerde meydana gelen değişimler görülmektedir. ATP, ADP ve AMP konsantrasyonları

depolamanın başlangıcında bile sıfıra yakın bir konsantrasyona sahip olup depolama boyunca önemli bir artış veya azalış sergilememişlerdir. İlk analiz gününden balıklar bozununcaya kadar geçen süre boyunca ATP, ADP, AMP sıfıra yakın ve herhangi bir değişim gözlenmiyorken, IMP, Hx ve Ino değerlerinde farklılıklar olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4,8.). K değerinin hesaplanmasında ATP, ADP ve AMP konsantrasyonlarının düşük olması ve depolama boyunca manidar bir değişimin olmaması üzerine Karube ve ark. (1984) ATP, ADP, ve AMP konsantrasyonlarını hesaba katmayarak K değerine ek olarak Ki değerini tanımlamışlardır. IMP konsantrasyonu 0-2. günlerde artışı daha sonra buzda depolama boyunca tedrici olarak düştüğü gözlemlenmiştir. IMP değeri depolamanın sonunda 3,3 mikromol/ g değerine düşmüştür.

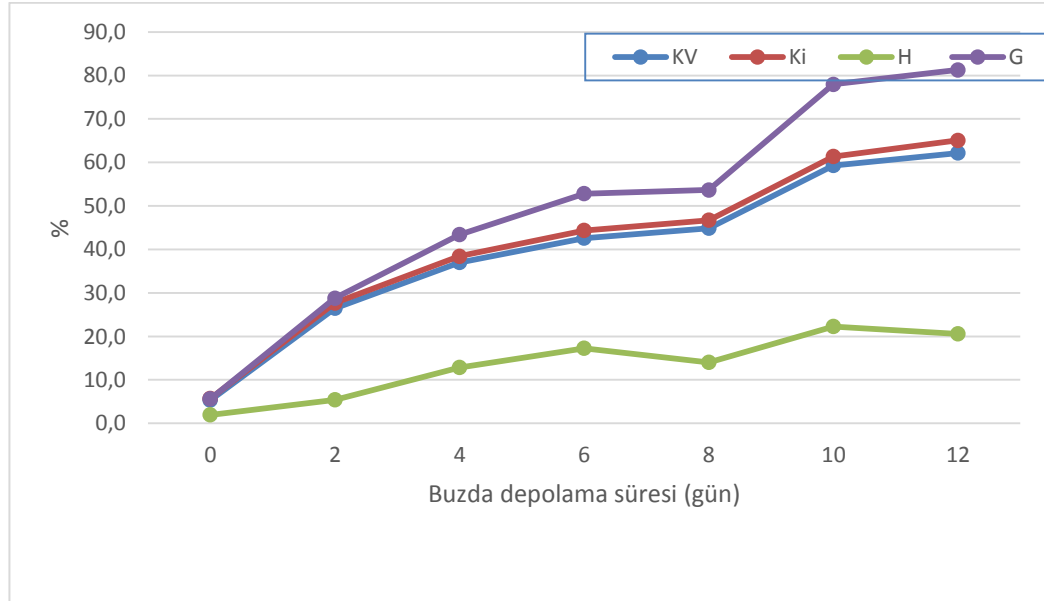
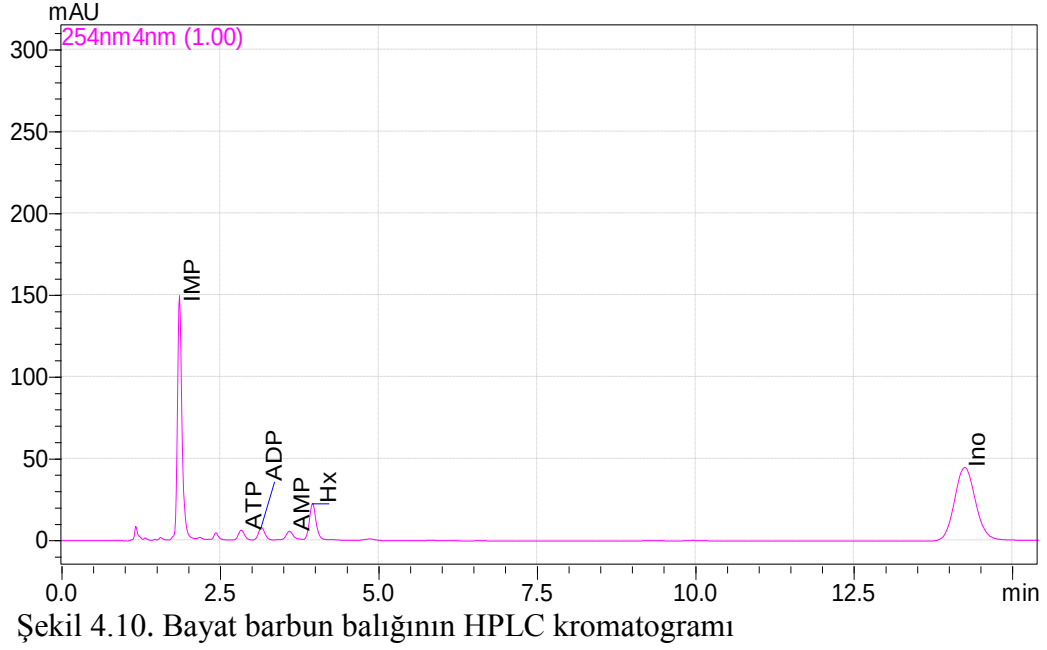
Ancak IMP değerlerinde yavaş yavaş bir azalma görülmesine rağmen depolamanın ilk, 4 ve 6. günündeki IMP değerlerinin istatistiksel olarak farklı olmadığı, 6, 8 ve 10. günlerdeki IMP birbirine benzerlik gösterdiği ve 12.günde IMP konsantrasyonlarının diğer günlerden önemli bir şekilde ($p<0.05$) düştüğü görülmüştür. IMP balıkta yüksek olması istenen bir bileşik olup, azalması lezzet kaybı ile ilişkilendirilmiştir.

Buna zıt olarak Hx balıkta fazla olması istenmeyen bir özellik olup, balığa ekşimsi bir tat verdiği bilinmektedir. Inosinin ise lezzet açısından nötral bir tada sahip olduğu bildirilmiştir. IMP'nin gerek balığın bünyesinde bulunan enzimler, gerekse mikrobiyal enzimlerin faaliyetleri ile önce Inosin'e (Ino) daha sonra da hipoksantine (Hx)'e yıkılır ve bunun neticesinde bahsedilen iki bileşiğin konsantrasyonlarında artış meydana gelir.



Şekil 4.9. Taze barbun balığının HPLC kromatogramı

Taze olan balığın kromatogramında da görüldüğü üzere IMP pikinin yüksekliği diğer piklerine göre çok yüksek bulunmuştur (Şekil 4.9). Buna rağmen ATP, ADP, AMP, Hx ve Ino pikleri minimum seviyede kalmıştır. Bayat balığın kromatogramında ise IMP piki düşük Ino ve Hx piklerinde ise bir yükselme meydana gelmiştir (Şekil 4.10). Kromatogramlar incelendiği zaman depolama boyunca IMP pikinin düştüğü, buna rağmen Hx ve Ino piklerinde bir artışın meydana geldiği belirlenmiştir. İncelenen ATP yıkımı sonucu oluşan ürünlerin konsantrasyonları hesaplanmadan bile sadece kromatogram incelenerek balığın taze veya bayat olduğu hakkında bir fikir edinilebilir.



Şekil 4.11. Buzda depolama boyunca K ve ilgili değerlerdeki değişim

Şekil 4.11.'da belirtildiği gibi K değeri depolama boyunca sürekli bir artış göstermiştir. Başlangıç K değeri %5,3 iken bu değer 2. Güne kadar hızlı bir artış göstererek %26,4 seviyesine ulaşmıştır. K değeri çok taze balıkta %20 nin altında olduğu çeşitli araştırmacılar tarafından bildirilmiştir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Avlandıktan itibaren buzda 3 saatlik bir ömre sahip olan barbun balığının K değeri %5 bulunmuştur. Balıklarda başlangıç K değerinin düşük olması tamamen kaslarda henüz yıkımı tamamlanmamış ATP ürünlerinin varlığı ve IMP seviyesinin yüksekliği ile Hx ve Ino değerlerinin henüz kaslarda birikim yapmaya başlamamasından kaynaklanmaktadır. K değeri depolama boyunca istatistiksel açıdan ($p<0.05$) artarak değişim göstermiştir. K değerinde ilk 2 gün içerisinde hızlı bir artış gerçekleşerek %5'ten %26 seviyesine çıkmıştır. Öksüz ve Garthwaite (1997) yeni hasat edilmiş alabalıkta K değerini %0-2 arasında bulurken, buzda 1 günlük alabalıklarda ise K değerinin %20'nin altında olduğunu ifade etmişlerdir. K değerindeki artış depolamanın başlangıcında (buzda 3 saatlik), 2 ve 4. günlerdeki artışın istatistiksel olarak önemli bir şekilde farklı olduğu ($p<0.05$) görülmüştür. Depolamanın 6 ve 8.günlerdeki K değerinin benzer ve 10 ile 12. günlerin K değerinin diğer günlerden farklı ancak kendi aralarında benzerlik gösterdiği ortaya çıkmıştır ($p>0.05$). Duncan çoklu karşılaştırma testine göre depolama boyunca K değerindeki artış 5 aşamada gerçekleşmiştir. Bunlardan 1. aşama balığın en taze olduğu avlamayı takip eden ilk 3 saat, 2. Aşama balığın buzda 2 günlük olduğu en tazeye yakın aşama, 3. aşama ise 4.günde balığın halen taze olduğu aşamadır. Depolamanın 6 ve 8.günlerde balığın tazeliğini kaybetmeye başladığı aşama K değerinin durağanlık seyrettiği (%42-45) ve en son olarak ta 10. ve 12.günlerdeki bayatlık aşamasıdır. Balık bayatladığı zaman K değeri, % 60 civarında seyretmekte ve daha sonrada manidar bir değişim görülmemektedir. Ki değeri de K değerine benzer bir eğilim sergileyerek başlangıç değeri %5,7'ten başlayarak depolamanın sonunda ise %65 değerine ulaşmıştır. Ki değerinde de günler arası artışta önemli bir değişiklik görülmüştür. Kafeslerde yetiştirilen çipuralarda yapılan buzda depolama çalışmasında K değeri depolama sonunda %37 değerine, kültür ve doğal levreklerde yapılan çalışmada ise depolama sonunda K değerinin %50-60 seviyesine ulaştığı bildirilmiştir (Alasalvar et al. 2001, Alasalvar, Taylor, Oksuz, Shahidi and Alexis 2002, Alasalvar, Taylor and Shahidi 2002). K değerinin ulaşabileceği değer, balık türlerine göre değişiklik göstermektedir.

Çizelge 4.4. Buzda depolama boyunca Barbun balığının etinde K, H, G, Ki (%) değerlerindeki değişim (n:3±St.sapma)

Gün	%KV	% Ki	% H	% G	% Fr
0	5,36±0,32	5,71±0,24	1,96±2,17	5,66±0,19	94,31±0,25
2	26,47±0,55	27,68±0,51	5,42±0,53	28,79±0,72	72,33±0,52
4	37,01±1,89	38,42±2,12	12,85±2,97	43,42±2,06	61,57±2,13
6	42,60±0,56	44,37±0,66	17,27±0,13	52,80±0,77	55,61±0,67
8	44,86±1,28	46,73±1,15	14,01±4,81	53,65±3,78	53,26±1,18
10	59,30±0,52	61,35±0,30	22,28±3,83	77,97±4,19	38,64±0,27
12	62,18±4,57	65,07±5,04	20,58±6,87	81,27±12,65	34,92±5,06

Balıklarda ATP ve yıkımı sonucu elde edilen bileşikler kullanılarak elde edilen değerlerden diğerleri ise H, G ve Fr değerleridir.

Balık türlerinin bir kısmı depolama boyunca Hx, bir kısmı Ino ve bazı türler ise her ikisini de depolama boyunca kaslarında biriktirirler. Bu özellikten yararlanılarak H, G ve Fr değerleri formül haline getirilmişlerdir (formül 3.4-3.8). Yapılan çalışmada K, Ki, G ve H değerlerinde depolama boyunca bir artış gözlemlenmiştir (Çizelge 4.5).

G değeri başlangıçta %5 civarında bulunurken depolama boyunca artış gözlemlenmiştir. Depolamanın ilk ve 2. Günleri istatistiksel olarak farklı, 4,6 ve 8. günleri benzerlik göstermiştir. Depolamanın sonunda 10 ve 12. Günlerde G değeri benzerlik gösterip en fazla sırası ile %78 ve 81 seviyesine ulaşmıştır. G değeri balığın tazeliğini kaybetmesi ile birlikte hızlı bir şekilde artmıştır.

Barbun balığı ATP yıkımı sonucu oluşan ürünlerden daha çok Inosin'i biriktirmektedir. Hx ise inosine göre daha yavaş kaslarda birikim yapılmaktadır. Matematiksel olarak Ki değeri daima K değerine eşit veya büyüktür ve her iki değer % 100 den daha azdır. H değeri ise daima K ve Ki değerinden IMP ve Ino nedeni ile düşüktür. Değeri ise sadece $Hx > IMP + AMP$ olduğu zaman %100 değerini geçebilir (Öksüz, 2000).

Fr(%) değeri ise diğer ele alınan K ve ilgili değerlerin aksine, tazelik kaybı ile birlikte bir azalma eğilimi gösterir. Balık sudan çıktığı andaki Fr değeri % 100 kabul edilirse balıktaki IMP'nin azalması ile birlikte Fr değerinde de bir azalma meydana gelir. Başlangıçta Fr değeri %94,3 iken ilk dört günde bu değer %61'e inmektedir.

Fr değerindeki azalma günler arası istatistiksel olarak önemli bir şekilde azalmış, 6 ve 8. günde fazla bir değişim gözlenmeyerek %55-53 seviyesinde kalmış, balığın

bayatlaması ile birlikte 10 ve 12. günlerde hızlı bir şekilde %38 ve 35 seviyelerine gerilemiştir. K değeri ile Fr değeri karşılaştırıldığında grafiğin eğilimi 8. günden hemen sonra bir makas yaparak bir kesim noktası oluşturmaktadır. Aslında 8. Günden itibaren balıkta müşteri tarafından kabul edilebilir tazelikte bir gerileme görülmektedir.

- Barbun balığının besin bileşenleri olarak nem değeri %70.74, protein oranı %18.57, yağ oranı %6.74 ve kül oranı ise %1.22 olarak bulunmuştur. Elementel analiz cihazında yapılan N miktarı analizi sonucunda protein oranı yağ ağırlık bazında %19.88 mg olarak hesaplanmıştır.
- Ayrıca elementel analiz cihazında yapılan C tayinin de kullanılan balıklar dişi ve erkek balık olarak ayrılarak bakılmış, dişi balıklar da %53.36, erkek balıklar da ise % 48.70 değeri bulunmuştur.
- Barbun balığında 29 çeşit yağ asidi belirlenmiştir. Bunların 6 tanesi doymuş yağ asidi diğerleri ise tekli ve çoklu doymamış yağ asitleri olarak bulunmuştur

Sonuç olarak K değeri barbun balığının tazeliğini belirlemede K değeri etkin bir yöntem olup, başlangıçtan bozununcaya kadar olan aralıkta tazelikte meydana gelen kayıpları göstermektedir. K değeri duyusal analizlerle uyumluluk göstermiş olup TVB-N değeri ise balığın kabul edilemez olduğu durumlarda 20mg/100g değerinde kalmıştır. Empedans ölçümü ise çalışılan materyalde umut verici sonuçlar vermiş olup üzerinde biraz daha detaylı çalışma yapılmalıdır.

- Barbun balığın (Mullus barbatus) iç organlarının çıkartılarak depolanması raf ömrünü uzatılabileceği düşünülmektedir.
- Yapılan protein analizini Elementel analiz cihazında da bakılarak Kjeldahl Metodu (method 981.10) ile karşılaştırılmıştır. Bunun sonucunda Elementel analiz cihazında yapılan protein analizinin insan hatasını minimuma indirdiği, analiz süresinin daha kısa olduğu ve daha doğru sonuçlar elde edildiği için kullanılması önerilir.
- Bu çalışma da yapılan Barbun balığın da belirli günlerde yapılan empedans ölçümü sonucu, kayıp tanjant grafisinde görüldüğü üzere, duyusal ve kimyasal analizlerle karşılaştırıldığında uyum gösterdiği görülmüştür. Bunun neticesinde bu konu da yapılacak çalışmalar için umut kaynağı olmuştur.

5. KAYNAKLAR

- Akşıray, F., 1987. **Türkiye Deniz Balıkları Anahtarı**. 2. Baskı, İst. Üniver. Rek. yay. No: 3490: 811s.
- Alasalvar C, Taylor KDA, Oksuz A, Shahidi F, Alexis M. 2002. Comparison of freshness quality of cultured and wild sea bass (*Dicentrarchus labrax*). **Journal of Food Science**. Nov-Dec;67:3220-3226.
- Alasalvar C, Taylor KDA, Shahidi F. 2002. Comparative quality assessment of cultured and wild sea bream (*Sparus aurata*) stored in ice. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. Mar 27;50:2039-2045.
- Alasalvar, C., Taylor, K.D.A., Oksuz A., Garthwate, T., Alexis, M.N. and GRIGoraks, K., 2001. Freshness Assessment of Cultured Seabream (*Sparus aurata*) by Chemical, Physical and Sensory Methods. **FoodChem.**, (72): 33-40.
- Anonymous, 2000. **Flair Flow Europe Technical Manual**. F-FE 380 A100
- AOAC. 1998 Official Method 955.04, nitrogen (total) in seafood. Chapter 35, p. 6, Hungerford JM, Chapter editor. In: Cunniff, editor. Fish and other marine products. Official Methods of Analysis of AOAC International, USA.
- Bligh, E. G. and Dyer, W. J., 1959. A Rapid Method of Total Lipit **Extraction and Purification**. **Can J. Biochem. Phys.**, (37): 911-917.
- Bonnell, A.D. (1994) Quality Assurance in Seafood Processing: a practical guide. Chapman & Hall, London.
- Bono, G., Badalucco, C. (2012) Combining ozone and modified atmosphere packaging (MAP) to maximize shelf-life and quality of striped red mullet (*Mullus surmuletus*) LWT - **Food Science and Technology** 47, 500-504
- Botta, J.R. (1995). Evaluation of Seafood Freshness Quality. 1st ed. **UCH Publishers Inc. Cambridge, pp 9-24**.
- Bremner, H.A. (1985). ‘ A convenient easy to use system for estimating the quality of chilled seafood’ in scott D N and summers C, Proceedings of the fish processing conference, Nelson, New Zealand, 23-25 April 1958, **Fish Processing Bulletin**, 7, 59, 703.
- Burns, G. B., Kee, P.J. and Irvine, B., 1985. Objective Procedure for fish freshness Evaluation Based on Nucleotide changes using a HPLC system. **Canadian Technical Resport of fisheries and Aquatic Science** No.1373
- Çaklı, Ş., Tokur, B., Çelik, U., Taşkaya, L., 2003. No-Frost Koşullarda Depolanan Sardalya Balıklarının (*Sardina pilchardus* (Walbaum, 1792)) Fiziksel, Kimyasal ve Duyusal Değerlendirilmesi. **E.Ü. Su Ürünleri Dergisi** 20(1-2):87-93.
- Çaklı, S., B. Kilinc • A. Cadun • S. Tolasa Effects of using slurry ice on the microbiological, chemical and sensory assessments of aquacultured sea bass (*Dicentrarchus labrax*) stored at 4 °C Eur **Food Res Technol** (2006) 222: 130–138.
- Castro P, Padron JCP, Cansino MJ, Velazquez ES, De Larriva RM. 2006. Total volatile base nitrogen and its use to assess freshness in European sea bass stored in ice. **Food Control**. Apr;17:245-248.
- Çelik, Ö., Torcu, H. 2000. Ege Denizi, Edremit Körfezi Barbunya Balığı (*Mullus barbatus*, Linnaeus, 1758)’nın Biyolojisi Üzerine Araştırmalar. **Türk. J. Vet. Anim. Sci.** 24 (2000) 287–295.
- Chytiri S, Chouliara I, Savvaidis IN, Kontominas MG. 2004. Microbiological, chemical and sensory assessment of iced whole and filleted aquacultured rainbow trout. **Food**

- Microbiology.** Apr;21:157-165.
- Civera T, Turi RM, Parisi E, Fazio G. 1995. Further investigations on total volatile basic nitrogen and trimethylamine in some mediterranean teleosts during cold-storage. **Sciences Des Aliments.** 1995;15:179-186.
- Commission of European Communities (1979) Oven drying method. **ISO**, 1442-1973
- Connell JJ (1995) Control of Fish Quality, 4th edn. **FishingNews Books Limited, London.**
- Erkan, N., Özden, Ö., Inugur, M. 2007 The effects of modified atmosphere and vacuum packaging on quality of chub mackerel **doi:10.1111/j.1365-2621.2006.01325.b**
- Etemadi H, Rezaei M, Kenari AMA, Hosseini SF. 2013. Combined Effect of Vacuum Packaging and Sodium Acetate Dip Treatment on Shelf Life Extension of Rainbow Trout (*Oncorhynchus mykiss*) during Refrigerated Storage. **Journal of Agricultural Science and Technology.** Sep;15:929-939.
- Fagan et al 2003. Effect of freeze-chilling, in comparison with fresh, chilling and freezing, on some quality parameters of raw whiting, mackerel and salmon portions John D. Fagan*, T. Ronan Gormley, Mary **Ui Mhuircheartaigh Lebensm.-Wiss. u.-Technol.** 36 (2003) 647–655
- Güner, S., Dinçer, B., Alemdağ, N., Çolak, A. and Tüfekçi, M., 1998. Proximate Composition and Selected Mineral Content of Commercially Important Fish Species from the Black Sea. **J. Sci. Food Agric**, 78: 337-342.
- Jason, A.C., Richards, J.C.S., 1975. The development of an electronic fish freshness meter, **J. Physics E: Scientific Instruments**, 8: 826-830.
- Jonsdottir, S. (1992) 'Quality Index Method and TQM System'. In : R. Qlafsson, A.H. Ingthorsson, (Eds), **Quality Issues in the Food Industry. University of Iceland, The Research Liaison Office**, pp. 81-94
- Hanson, S.W.F., Olley, J. (1963) Application of the Bligh and Dyer method of lipid extraction to tissue homogenates. **Proceeding of the Biochemical Society**. 89, 101-102.
- Howgate, P., Johnston, A. and Whittle, K.S. 1992. Multilingual guide to EC freshneess grades for Wshhery products Marina Laboratory, **Scottish OYce of Aqriculture Environment and fisheries Department, Aberdeen, UK.**
- Huss HH (1988) Fresh fish quality and quality changes. **FAO Fisheries Series, No. 29, FAO, Rome.**
- Huss.H.H. (1995) Quality and quality changes in fresh fish. **FAO Technical Paper** No: 348.
- ISO 11035 (1994), 'Sensory Analysis Identification and selection of descriptors for establishing a sensory profile by a multidimensional approach', The International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland. **FISHERIES SCIENCE** 2005; 71 : 187–194.
- İşmen, A. 2006. Growth and Reproduction of Por's Goatfish (*Upeneus pori*, Ben-Tuvia & Golani, 1989) in İskenderun Bay, the Eastern Mediterranean. **Turk. J. Zool.** 30 (2006) 91–98
- Kalogeropoulos, N., Kalogeropoulos, N.K., Hassapodou, M., 2004. Dietary Evaluation of Mediterranean Fish and Molluscs Pan-Fried in Virgin Olive Oil. Research Article, Depertman of Science of Diattetics-Nutrition, **Harokopio University, 70 El Venizelou Av.17671 Kallithea, Athens, Greece.**
- Karube, I., Matsuoka, H., Suzuki, S., Watanabe, E. and Toyama, T., 1984.

- Determination Of Fish Freshness With An Enzyme Sensor System. J. Agric. **Food Chem.**, (32): 314-319.
- Kietzmann, U., Priece, K., Rakou, D., Reichstein, K., 1969. Seefish als lebens mittel, **Hamburg, Berlin, Paul Parey Verlag.**
- Kornop, G., 1976 Die Lokale Verteilung fluchtigen Basen (TVB-N) **Im gewelov von Ganzfisehen wahrend der Eisbgerug Arc- Fischerei wiss**, (27): 159-169
- Kyrana, V. R., ve Lougovois, V. P. (2002). Sensory, chemical and microbiological assessment of farm-raised European sea bass (*Dicentrarchus labrax*) stored in melting ice. **International Journal of Food Science and Technology**, 37, 319–328.
- Luong JHT, Male KB. 1992. Development of a new biosensor system for the determination of the hypoxanthine ratio, an indicator of fish freshness. **Enzyme and Microbial Technology**. Feb;14:125-130.
- Marrachi, El A, Bennour, M., Bouchrit, N., Hamama, A., and Tagafait, H., 1990. Sensory, Chemical and Microbiological Assessments of 50 Moroccan Sardines (*Sardina pilchardus*) Stored in ice. **Journal of Food Protection**, 53, (7): 600-605.
- Martin, E. R., Gray, R.J.H., ve Pierson, M. D., 1978. Quality Assessment of Fresh Fish and The Role of the Naturally Occurring Microflora. **Food Technology**, 188-192.
- Martin, P., Sartor, P., Garcia-Rodriguez, M. 1999. Exploitation patterns of the European hake *Merluccius merluccius*, red mullet *Mullus barbatus* and striped red mullet *Mullus surmuletus* in the western Mediterranean. J. **Appl. Ichthyol.** 15 (1999), 24-28.
- Mazzola, A., Lopiano, L., La Rosa, T., Sara, G. 1999. Diel feeding habits of juveniles of *Mullus surmuletus* (Linneo, 1758) in the lagoon of the Stagnone di Marsala (Western Sicily, Italy). J. **Appl. Ichthyol.** 15 (1999), 143-148
- Metin, G. 2005. İzmir Körfezi'nde Barbunya (*Mullus barbatus*, L., 1758) Balığının Üreme Özellikleri. **E. Ü. Su Ürünleri Dergisi 2005, Cilt 22, Sayı (1-2): 225-228.**
- Mishima T, Nonaka T, Okamoto A, Tsuchimoto M, Ishiya T, Tachibana K. 2005. Influence of storage temperatures and killing procedures on post-mortem changes in the muscle of horse mackerel caught near Nagasaki Prefecture, **Japan Fisheries Science**. Feb;71:187-194.
- Nielsen, J (1995), 'Sensory methods', in Huss H H, Quality and quality changes in fresh fish. Rome, **FAO Fisheries Technical Paper**, No 348, 130–9.
- Oehlenschläger J. (1997 a.). Volatile amines as freshness/spoilage indicators. A literature review. In: Seafood from Producer to Consumer, Integrated Approach to Quality. Proceedings of the International Seafood Conference, Ed- J.B. Luten, T. Borrensen., J. Oehlenschläger, Elsevier - Developments in **Food Science**, 38, 571-586
- Oehlenschläger J. (1997 b.). Suitability of ammonia-N, dimethylamine-N, trimethylamine-N, trimethylamine oxide-N and total volatile basic nitrogen as freshness indicators in seafoods. "Methods to determine the freshness of fish in research and industry. - Evaluation of Fish Freshness", **Institut International du Froid**, 92-99.
- Öksüz A. , Garthwaite, T., Analysis of K-value of rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) held under controlled storage at 0 °C for a period of nine days. **First International Symposium on Fisheries Ecology-Proceedings** Trabzon-Turkey, 292-296 (1998).

- Öksüz A. 2000. Quality indices of rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) and Atlantic mackerel (*Scomber scombrus*): a comparative study [PhD dissertation]. **Lincoln, U.K: Univ. of Lincoln. 227 p. Available from Univ. of Lincoln Library.**
- Öksüz A., Özyilmaz, A., Küver, Ş. Fatty Acid Composition and Mineral Content of *Upeneus moluccensis* and *Mullus surmuletus*(2011). **Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences** 11: 71-77 (2011).
- Özbilgin, H., Tosunoglu, Z., Bilecenoglu, M., Tokaç, A. 2004. Population parameters of *Mullus barbatus* in İzmir Bay (Aegean Sea), using length frequency analysis. **J. Appl. Ichtyol.** 20 (2004), 231-233.
- Özyurt, O., Kuley, E., Özkütük, S., & Özogul, F. (2009). Sensory, microbiological and chemical assessment of the freshness of red mullet (*Mullus barbatus*) and goldband goatfish (*Upeneus moluccensis*) during storage in ice. **Food Chemistry**, 9, 114, 505-510.
- Papadopoulos, V., Chouliara, I., Badeka, A., Savvaidis, I. N., & Kontominas, M. G. (2003). Effect of gutting on microbiological, chemical, and sensory properties of aquacultured sea bass (*Dicentrarchus labrax*) stored in ice. **Food Microbiology**, 20(4), 411–420.
- Perez, B., Villarreal Pozo Ed R., 1990. Chemical composition and ice spoilage of Albacore (*Thunnus alalunga*) **Journal of Food Science, May, Volume 55, Issue 3**, pages 678-682.
- Platell, M. E., Potter, I. C., Clarke, K. R. 1998. Do the habitats, mouth morphology and diets of the mullids *Upeneichthys stotti* and *U. lineatus* in coastal waters of south-western Australia differ. **Journal of Fish Biology** (1998) 52, 398-418.
- Rehbein, H., Oehlenschläger, J., (1982). Zur zusammensetzung der TVB-N fraction in Sauren extrakten und alkalischen destillaten von see-fishfillet Archiv für lebensmittelhygiene 33, 33-35
- Ryder, J.M. (1985) Determination of Adenosine Triphosphate and Its Breakdown Products in Fish Muscle by High-Performance Liquid Chromatography. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, 33: 678-680.
- Ryder, J., Karunasagar, I. & Ababouch, L., 2014. Assessment and management of seafood safety and quality: current practices and emerging issues. **FAO Fisheries and Aquaculture Technical Paper No. 574**. Rome, FAO. 432 pp.
- Saito, T., Araki, K., & Matsuyoshi, M. (1959). A new method for the estimating the freshness of fish. **Bulletin of the Japanese Society of Scientific Fisheries**, 24, 749–750.
- Sallam, K.I. (2007) Chemical, sensory and shelf life evaluation of sliced salmon treated with salts of organic acids **Food Chemistry** 101, 592–600 .
- Shewan J M, Mackintosh R G, Tucker G and Ehrenberg S C (1953), ‘The development of a numerical scoring system for the sensory assessment of the spoilage of wet white fish stored in ice’, **J. Sci. Food Agric.**, 4, 283–98
- Simeonidou, S., Govaris, A. & Varelziz, K., (1998) Quality assessemnt seven Mediterranean fish species during storage on ice. **Food Research International**, Vol. 30 No. 7, pp. 479-484.
- Tareev, B. (1975), “Physics of Dielectric Materials”, **Mir Publishers**, Moscow.
- Torry Research Station (1989) **FAO., Fish. Tech. pap.,(309): 78-81**

Uchiyama, H. & Ehira, S. 1974. Relation between freshness and acid-soluble nucleotides in aseptic cod and yellowtail muscles during ice storage. **Bulletin of Tokai Regional Fisheries Research Laboratory**, 78: 23–31.

ÖZGEÇMİŞ

1990 yılında Çankaya/Ankara'da doğdu. İlkokul, Ortaokul ve Liseyi Ankara'da tamamladı. Mustafa Kemal Üniversitesi Deniz Bilimleri ve Teknolojileri Fakültesi, Su ürünleri Mühendisliğini 2008-2012 yılları arasında tamamlayarak 2012 yılında mezun oldu. 2012-2013 yılları arasında Ankara' da özel bir firmada çalışmaya başladı. Aynı yıl içerisinde Eylül 2012'de arasında Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Su Ürünleri Anabilim Dalı'nda Yüksek lisans öğrenimine başladı.