



**PÜSKÜRTMELİ KURUTMA VE DONDURARAK KURUTMA
YÖNTEMLERİNİN TEMELLERİ VE BU YÖNTEMLER İLE GIDA
ATIKLARINDAN TOZ ÜRÜNLERİN ÜRETİMİ**

Elif Ezgi Özdemir, Ahmet Görgüç, Esra Gençdağ, Fatih Mehmet Yılmaz*

Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Aydın, Türkiye

Geliş / Received: 18.01.2021; Kabul / Accepted: 16.03.2021; Online baskı / Published online: 08.04.2021

Özdemir, E.E., Görgüç, A., Gençdağ, E., Yılmaz, F.M. (2021). Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemlerinin temelleri ve bu yöntemler ile gıda atıklarından toz ürünlerin üretimi. *GIDA* (2021) 46(3) 583-607 doi: 10.15237/gida. GD21009.

Özdemir, E.E., Görgüç, A., Gençdağ, E., Yılmaz, F.M. (2021). Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemlerinin temelleri ve bu yöntemler ile gıda atıklarından toz ürünlerin üretimi. *GIDA* (2021) 46(3) 583-607 doi: 10.15237/gida. GD21009.

ÖZ

Bu derleme makalede gıda atıkları ve/veya yan ürünlerinden gıda bileşenlerinin özütlenerek geri kazanımının ardından püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile toz formda ürün üretimine yönelik çalışmalar ele alınmıştır. Gıda atıklarından özütlenen fenolik maddeler, vitaminler, renk maddeleri, aroma maddeleri, proteinler ve lifler gibi bileşiklerin hem dış etkenlere karşı dayanımlarını artırmak hem de gıda formülasyonlarında kullanımını kolaylaştırmak için özütler kurutulmuş toz forma dönüştürülmektedir. Püskürtmeli ve dondurarak kurutucu sistem bileşenlerinin, çalışma prensiplerinin ve işlemlerde etkili faktörlerin de değerlendirildiği bu makalede özellikle son yıllarda gerçekleştirilen, her iki yöntemin bir arada kullanıldığı ve karşılaştırıldığı çalışmalar ele alınmıştır. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işlemlerinin ve kurutma yardımcı maddelerinin elde edilen toz ürünlerin verim, higroskopisite, nem içeriği, yapışkanlık, renk, çözünürlük, camsı geçiş sıcaklığı, yığın yoğunluğu, mikroyapı, elektron mikroskobu altındaki görünüm, antioksidan kapasite, antosiyanin ve toplam karotenoid içeriği gibi özellikleri üzerinde etkili oldukları anlaşılmaktadır.

Anahtar kelimeler: Toz gıda ürünleri, camsı geçiş sıcaklığı, toz ürün üretimi, fonksiyonel toz ürünler, atık değerlendirme

**PRINCIPLES OF SPRAY DRYING AND FREEZE DRYING TECHNIQUES AND
THEIR USE IN POWDER PRODUCTION FROM FOOD WASTES**

ABSTRACT

In this review article, literature studies on the production of powder products by spray and freeze drying methods after the extraction of food components from food waste and/or by-products are discussed. The extracts are dried and converted into powder form in order to increase the stability of compounds extracted from food wastes, such as phenolic compounds, vitamins, coloring and flavoring agents, proteins, fibers, and to ease their use in food formulations. In this article, spray and freeze dryer system components, working principles and effective factors in processes are evaluated,

* Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author

✉: fatih.yilmaz@adu.edu.tr

☎: (+90) 256 213 7503

☎: (+90) 256 213 6686

Elif Ezgi Özdemir; ORCID no: 0000-0003-2800-9376

Ahmet Görgüç; ORCID no: 0000-0003-3018-4595

Esra Gençdağ; ORCID no: 0000-0002-4510-0940

Fatih Mehmet Yılmaz; ORCID no: 0000-0002-1370-1231

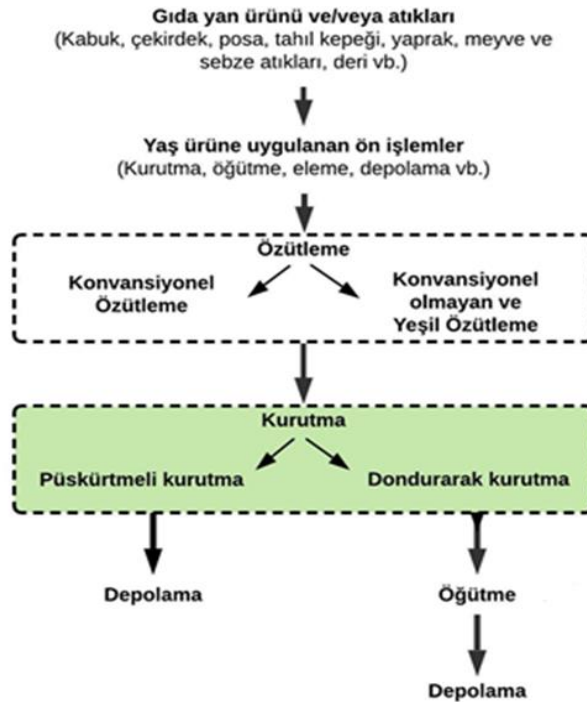
and especially recent studies evaluating both methods are discussed. It is clear that the spray drying and freeze drying processes and drying auxiliaries are effective on powder properties such as the yield, hygroscopicity, moisture content, adhesiveness, color, solubility, glass transition temperature, bulk density, microstructure, appearance under electron microscope, antioxidant capacity, anthocyanin and total carotenoid contents.

Keywords: Powder food products, glass transition temperature, production of powder product, functional powder products, waste valorization

GİRİŞ

Gıda atıkları, gıda yaşam döngüsünün tüm aşamalarında, yani tarımsal üretim, endüstriyel üretim, işleme ve dağıtım sırasında açığa çıkmaktadır (Mirabella vd., 2014). Buna karşın birçok gıda atığının insan sağlığı üzerinde faydaları olduğu bilinen önemli bileşiklerin kaynağı olduğu da iyi bilinmektedir (Bataglion vd., 2015). Özellikle bitki bazlı gıdalar lif, antioksidanlar ve diğer fitokimyasal maddeler (fenolik asitler, flavonoidler vb.) açısından zengin ürünler olarak ilgi çekmektedir (Neacsua vd., 2015). Bitki kaynaklı yan ürünlerden/atıklardan özütlenen steroller, tokoferoller, karotenoidler, terpenler ve polifenoller gibi fitokimyasallar, önemli ölçüde antioksidan kapasiteye sahiptirler. Bu nedenle, bu tür atıklardan izole edilen bileşenler, fonksiyonel

gıda formülasyonlarında doğal antioksidanlar olarak kullanılabilmekte ve raf ömrünü uzatmak için gıda ürünlerinde katkı maddesi olarak birçok alanda değerlendirilmektedir (Kalogeropoulos vd., 2012). Bu bağlamda bu bileşiklerin geri dönüştürülmesi önem kazanmaktadır. Vitaminler, probiyotikler, mineraller, polifenoller, omega-3-yağ asitleri ve fitosteroller gibi bileşikler oksijene, ışığa, yüksek sıcaklığa ve suya oldukça duyarlı olabilmekte; bu faktörlere bağlı olarak da gıda ürünlerinin raf ömrü ve biyoyararlanımı sınırlanmaktadır (Champagne ve Fustier, 2007; Dordević vd., 2015). Kurutma işleminin önemi de burada ortaya çıkmaktadır. Gıda atıklarından ekstraksiyon sonrası toz ürün üretimine yönelik uygulanan genel işlemler Şekil 1’de özetlenmiştir.



Şekil 1. Gıda atıklarından farklı maddelerin özütlenmesi ve toz ürün üretimi

Püskürtmeli kurutma işlemi operasyon kolaylığı ve maliyet etkinliği sağlaması nedeniyle (Botrel vd., 2014) sıvı bir çözeltiyi kuru parçacıklara (toz gıda ve aglomerat) dönüştürmede yaygın olarak kullanılmaktadır (Shishir ve Chen, 2017). Dondurarak kurutma (liyofilizasyon) ise buzun süblimleşmesine dayanan bir dehidrasyon işlemi olarak tanımlanmaktadır (Marques ve Freire, 2005). Düşük sıcaklık ve basınç kombinasyonu şeklinde uygulanan bu işlem sayesinde nihai üründe renk ve lezzetin çok iyi derecede korunumunun sağlandığı, hızlı su penetrasyonuna ve rehidrasyon yoluyla tazeye yakın özelliklerin geri kazanılmasına olanak tanıdığı (Ceballos vd., 2012) ifade edilmektedir. Burada en önemli nokta kurutma yönteminin gıdanın özelliklerine uygun şekilde seçilmesidir. Uygun kurutma yöntemi seçiminin önemi kurutma işlemi sonrasında elde edilen ürün kalitesinin en üst düzeyde tutulması, üretilen toz ürünün rehidrasyon özelliklerinin iyileştirmesi ve işlem parametrelerinin optimize edilmesi gibi durumlarda ortaya çıkmaktadır (Morgan vd., 2006).

Bu çalışmada, püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri, gıda atıklarından özütlenen farklı bileşenlerin kurutma yoluyla geri kazanımı, kurutma işlem parametrelerinin son ürün üzerindeki etkileri ve oluşabilecek olumsuzlukları en aza indirmek amacıyla uygulanan işlemler ele alınmıştır. Okuyucuların, bu çalışmada sunulan literatür bulguları ile püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ve bu yöntemler kullanılarak gıda atıklarından toz ürün üretimi konuları hakkında bilgi edinmeleri amaçlanmıştır.

GIDA ATIKLARI VE ATIKLARDA BULUNAN BİYOAKTİF MADDELER

Gıda atıkları genellikle gıda hammaddelerinin hasat edilmesi, işlenmesi veya nakliyesi sırasında açığa çıkan, sıvı veya katı formdaki organik kalıntılardır. Bu maddeler üretim sürecinden istenmeyen materyaller olarak uzaklaştırılmaktadırlar. Gıda işleme endüstrisinin her yıl sadece Avrupa Birliği'nde 100 milyon ton civarında gıda atığı ve yan ürünü ürettiği bilinmektedir. Bu durum, toplam hasadın üçte birinden fazlasının hasat ve gıda işleme sırasında kaybolduğu veya atıldığı anlamına gelmektedir.

Gıda üretim, işleme, dağıtım ve depolama gibi gıda tedarik zincirinin farklı aşamaları sırasında en fazla oranda gıda atığı açığa çıkan gıda prosesleri incelendiğinde içecek endüstrisinin %26'lık kayıp ile ilk sırada olduğu, bunu %21.3 ile süt ve dondurma endüstrisinin, %14.8'lik kayıpla ise meyve ve sebze endüstrisinin takip ettiği araştırmacılar tarafından bildirilmiştir (Arshadi vd., 2016).

Genel olarak gıda atıkları karbonhidratlar (nişasta, selüloz, hemiselüloz veya lignin), proteinler, lipitler, organik asitler ve daha küçük inorganik kısımlardan oluşan heterojen bir yapıya sahiptirler. Bu atıklar günümüzde çoğunlukla hayvan yemi ve kompost olarak geri dönüştürülmekte, kalan atıklar ise yakılarak imha edilmektedir. Bu durum da sera gazı olarak karbondioksitten 23 kat daha fazla oranda ve iklim değişikliğine önemli ölçüde etkisi bulunan metan gazı emisyonuna neden olmaktadır (Lin vd., 2013). Sanayileşme ve küresel nüfus artışı ile birlikte gıda endüstrisi tarafından üretilen atık maddelerin bertarafı ciddi çevresel sorunlar yaratmaktadır. İşleme tesislerindeki çevresel atıklar yenilikçi işleme yöntemleri kullanılarak yeniden kullanım yoluyla önemli ölçüde azaltılabilmektedir. Günümüzde atık maddeleri biyoyakıtlara, gıda bileşenlerine ve diğer katma değerli biyoürünlere dönüştürmeyi amaçlayan, atıkların ve yan ürünlerin bir kaynak haline geldiği çeşitli süreçler geliştirilmektedir (Makris, 2007).

Gıdaların işlenmesi sonucu oluşan yan ürünler ve/veya gıda atıkları aynı zamanda polisakkaritler, lezzet bileşikler, enzimler, polifenoller, uçucu yağlar, pigmentler, besinsel lifler, proteinler (Zhu vd., 2016), antioksidanlar ve renklendiriciler gibi değerli işlevsel bileşiklerin eldesinde kullanılabilirler. Bu kaynaklar bol ve ucuz, uygun teknolojik ve/veya beslenme özelliklerine sahip bileşikler için önemli kaynaklar olduklarından ticari açıdan değerli ürünlerin üretiminde kullanılabilirler (Luque ve Clark, 2013).

Son yıllarda polifenoller, karotenoidler, peptitler, steroller veya çoklu doymamış yağ asitleri gibi doğal biyoaktiviteye sahip bileşikler içeren

fonksiyonel gıdalara olan talep gün geçtikçe artmakta, bu bağlamda fonksiyonel ürünlerin geliştirilmesi için gıda endüstrisi tarafından sürdürülebilir ve yeni fonksiyonel bileşenler talep edilmektedir (Herrero vd., 2015). Bu sebeple, gıda sanayisinde birçok gıdanın işlenmesinde ve üretiminde oluşan bitkisel ve hayvansal yan ürün ve/veya atıkların farklı amaçlarla kullanımı gün geçtikçe artmaktadır. Özellikle bitkisel gıdalar, işleme sonucunda çok miktarda yan ürün üretmesi nedeniyle ilgi odağı haline gelmiştir. Son yıllarda yapılan araştırmalar bu yan ürünlerin birçoğunun potansiyel olarak değerli bileşenlerin kaynağı olabileceğini de ortaya koymuştur (Yılmaz vd., 2021). Örneğin, buğdayın öğütülmesi, pirinç kabuklarının ayrıştırılması veya yulafın öğütülmesi sonucu protein ve besinsel lifler açısından zengin olan kepek veya saman gibi yan ürünler üretildiği ve bu atıklardan antioksidan peptit (Zaky vd., 2020), protein (Chen vd., 2021) ve çözünebilir diyet lifi (Yan vd., 2019) gibi bileşiklerin elde edildiği bildirilmiştir. Bununla birlikte, bitkisel yan ürünlerden ve/veya atıklardan elde edilen fenoller ve karotenoidler, gıda endüstrisinde doğal gıda veya içecekler için fonksiyonel bileşenler olarak kullanılabilirler (Oreopoulou ve Tzia, 2007). Örnek olarak, palm yağı üretimi sonucu açığa çıkan küspeden (Tsouko vd., 2019), kestane yapraklarından (Munekata vd., 2016) ve zeytinyağı üretimi sırasında oluşan pirina, zeytin yaprağı ve karasudan fenolik bileşiklerin (Venturi vd., 2017) veya zeytin sirkesi (De Leonardis vd., 2018) eldesine yönelik çalışmalar mevcuttur. Şekerleme ürünlerinde jelleştirici olarak veya et ürünlerinde yağ yerine kullanılabilen pektinin (Galanakis vd., 2010) ticari olarak üretimi için ana kaynak narenciye kabuklarıdır (Putnik vd., 2017). Kakao kabuğu (Chan ve Choo, 2013), nar kabukları (Pereira vd., 2016) ve muz kabuğu (Oliveira vd., 2016) da değerlendirilen diğer bitkisel gıda atıklarındandır. Suda çözünmeyen lifler de bağırsak fonksiyonlarının düzenlenmesini sağlayan, fonksiyonel gıda üretiminde kullanılan bileşiklerdir (Rodríguez vd., 2006). Ginseng bitkisinin atıklarından (Hua vd., 2019) çözünmeyen lif, domates kabuklarından (Gu vd., 2020) çözünür lif; portakal kabuğundan ise flavonoidler (Pereira vd., 2017), uçucu yağlar (Hashtjin ve Abbasi, 2015) ve karotenoidlerin

(Murador vd., 2019) geri kazanımını ele alan literatür bulguları mevcuttur.

TOZ ÜRÜNLER VE TOZ (KURU) ÜRÜN ÜRETİM AVANTAJLARI

Tüketim davranışlarındaki son gelişmeler, özellikle gıda ve tüketim alanlarının çeşitlenmesi, gıda şirketlerini formülasyon programlarını geliştirmeye itmektedir. Yeni bir ürünün geliştirilmesi sürecinde gıdanın korunması, taşınması, depolanması, tartılması ve işlenmesi kolay işlevsel bileşenler kullanmayı da beraberinde getirmektedir (Cuq vd., 2011). Gıdaların toz forma dönüştürülmesi de bu noktada önem kazanmaktadır. Toz gıda, küçük ve gevşek parçacıklar şeklindeki kuru bir katı gıda ürünü olarak ifade edilebilir. Bu ürünler sağlık için temel besinleri sağlamasının ötesinde spesifik ve faydalı bir fizyolojik etki sağlamak üzere tasarlanmışsa o zaman fonksiyonel toz ürün olarak adlandırılmaktadır. Taze veya sulu/yaş bir katıdan toz gıda üretimiyle ilgili ana işlemler, kurutma ve/veya boyut küçültme şeklinde özetlenebilmektedir (Chronakis vd., 2004). Gıda işleme sırasındaki uygulamalarda ve ürün formülasyonlarında kolaylık sağlamak, duyuşal çekiciliği artırmak, ürünün besin içeriğinin iyileştirilmesi gibi sebeplerden ötürü birçok gıdanın toz formda kullanımı tercih edilmektedir (Dhanalakshmi vd., 2011). Bu bağlamda tüm gıda ürünlerinin yaklaşık %80'inin kuru (toz, susuz parçacıklar vb.) forma dönüştürülebileceği ifade edilmektedir (Burgain vd., 2017). Bu ürünlere yumurta tozları, süt tozları, jelatin tozları, gıda katkı maddeleri, vitaminler, meyve ve sebze tozları, baharatlar, renklendirici maddeler örnek olarak verilebilir. Gıda ürünlerinden veya atıklarından elde edilen bu tozlar kullanım ve saklama kolaylığı sağlaması açısından gıda endüstrisinde geniş kullanım alanı bulmaktadır (Cuq vd., 2011).

Tozların, bileşimini ve işlevselliğini daha karmaşık hale getiren bileşenlerin kompleks bir karışımı olduğunu belirtmek gerekmektedir. Gıdalardaki makro bileşenlerin (su, karbonhidrat, protein ve yağlar) fiziksel durumundaki herhangi bir değişiklik, gıda tozunun minör bileşenlerinin (vitamin, fenolik bileşikler vb.) kimyasal

özelliklerini de etkilemektedir. Örneğin gıdanın su içeriğinin yüksek olması toz üründe yapışkanlık ve katılaşma gibi istenmeyen fiziksel değişikliklere yol açarak ürünün depolama stabilitesinin azalmasına neden olabilmektedir. Benzer şekilde, lipit ve protein oksidasyonu ile enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonları istenmeyen karakteristik tatların oluşumuna, renk bozulmasına ve besin değeri kaybına yol açmaktadır (Burgain vd., 2017). Dolayısıyla, kurutma yönteminin gıdanın özelliklerine uygun şekilde seçilmesi önem arz etmektedir. Uygun kurutma işlemi seçiminin önemi kurutma işlemi sonrasında elde edilen ürün kalitesinin en üst düzeyde tutulması, üretilen toz ürünün rehidrasyon özelliklerinin iyileştirmesi ve işlem parametrelerinin optimize edilmesi gibi konularda ortaya çıkmaktadır (Morgan vd., 2006). Böylece depolama, karıştırma ve rehidrasyon gibi işlemlerin etkinliğini artırmak, toz ürünlerin davranışını belirlemek ve kontrol altına almak da kolaylaşmaktadır (Ermiş ve Karasu, 2019).

PÜSKÜRTMELİ KURUTMA

Püskürtmeli kurutma, yüksek su içeriğine sahip pompalanabilir sıvıların kurutulmasında ölçeklenebilirliği, sürekli çalışması ve standart kalite özellikleri nedeniyle yaygın olarak kullanılan yöntemlerin başında gelmektedir (Yerlikaya ve Şen Arslan, 2019). Ayrıca, bu kurutma yöntemi kısa uygulama süresi ve kolay kontrol edilebilir çalışma koşullarına sahiptir. Püskürtmeli kurutma işlemi çeşitli ürün gruplarını işleme potansiyelinin yanında renk, lezzet ve besin değeri gibi özellikleri yüksek ölçüde korunabilen ürünler için ideal bir kurutma sistemi olarak öne çıkmaktadır (Haque vd., 2015). Tüm bunlara ek olarak, ekonomik olması, toz ürünlerde partikül yoğunluğu, yığın yoğunluğu ve kristallenme derecesi gibi parametreler üzerinde kontrol kolaylığı sağlaması bu kurutma sisteminin avantajlarını artırmaktadır (Haggag ve Faheem, 2015).

Püskürtmeli kurutma işlemi, sıcak hava veya inert gaz gibi bir akışkan yardımıyla sulu veya organik çözeltilerin atomizasyonu ve ardından kurutulmasını içermektedir (Haque vd., 2015). Sistemdeki akışkan, kurutma ortamına küçük damlacıklar halinde püskürtülmekte ve bu damlacıklar sıcak gaz/hava ortamına doğru

hareket ederek küçük parçacıklar şeklinde kurumaktadır (Nuzzo vd., 2015). Besleme bileşimine ve işlem koşullarına bağlı olarak elde edilen nihai parçacıklar çok ince nano boyutlu tozlar (210-280 nm), mikron boyutunda ince tozlar (10-50 µm) veya aglomeratlar (3 mm'ye kadar) olabilmektedir (Gharsallaoui vd., 2007).

Püskürtmeli kurutma ile üretilen tozların kalitesi, sisteme beslenen çözeltilerin özelliklerine (viskozite, akış hızı vb.), kurutma havasına (basınç/sıcaklık ve akış hızı), sıcak hava ile kurutma odasındaki damlacıklar arasındaki temas oranı veya mesafeye, kullanılan atomizer türüne (eş zamanlı veya ters akım) ve hızına bağlı olarak değişmektedir (Shishir ve Chen, 2017). Buna ek olarak, kurutulmuş ürünün özellikleri ise beslenen ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerinin yanında kurutucu sistem tasarımına ve işlem parametrelerine bağlı olarak belirlenmektedir (Keshani vd., 2015). Dolayısıyla, püskürtmeli kurutulmuş tozların kalitesi, akış özelliği, sıkıştırılabilirlik, kütle yoğunluğu, dağılılabilirlik, çözünürlük, ürün kompozisyonu ve püskürtmeli kurutma işlem parametrelerine bağlı olarak değişmektedir (Haque vd., 2015). Tipik bir püskürtmeli kurutucu sisteminin şematik gösterimi Şekil 2'de verilmiştir.

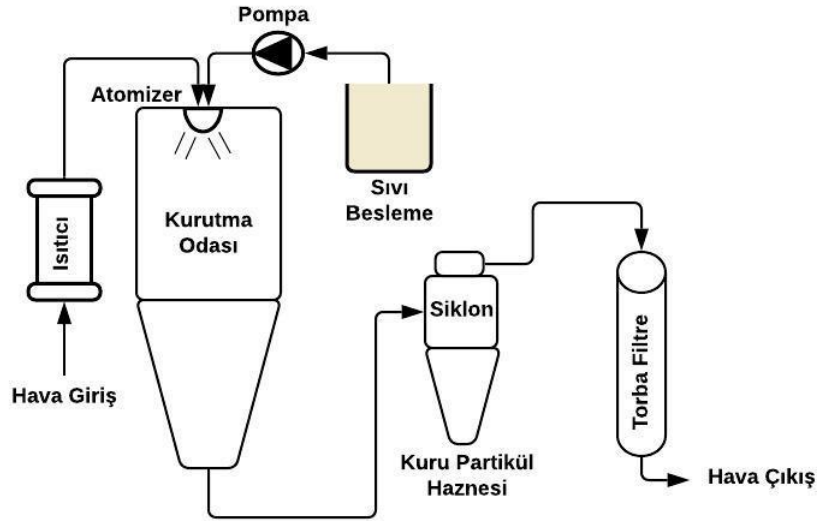
Püskürtmeli kurutma işlemi temel olarak (I) Sisteme beslenecek sıvının ince damlacıklar halinde atomize edilmesi, (II) Damlacıkların sıcak hava ile teması, (III) Atomize edilen damlacıkların kurutulması ve (IV) Kurutulmuş damlacıkların nemli havadan ayrılması olmak üzere dört adımdan oluşmaktadır (Malamatari vd., 2020).

Atomizasyon

Atomizasyonun temel amacı daha geniş yüzey alanı ve daha verimli bir ısı ve kütle aktarımı sağlayarak beslenen sıvı ürünün kurutma yüzey alanını artırmaktır. Atomizasyon işlemi için döner atomizerler, hidrolik nozullar, pnömatik nozullar ve ultrasonik nozullar gibi sistemler kullanılmaktadır (Cal ve Sollohub, 2010). Püskürtmeli kurutma işleminde atomizer tasarımı, atomizasyon basıncı ve atomizasyon hızı gibi parametreler toz ürünün fiziksel (boyut, şekil vb.) özelliklerini önemli derecede etkilemektedir

(Shishir ve Chen, 2017). Kurutma sırasında atomize edilmiş damlacıklar ve sıcak hava bir kurutma bölgesinde etkileşime girerek damlacık sıcaklığını artırmaktadır. Bu durum ise küçük su damlacıklarının buharlaşma hızının artmasını sağlamaktadır. Bu süreçte damlacık yüzeyinde kuru bir tabaka oluşurken, damlacıktaki nem içeriği de kritik noktaya ulaşmaktadır. Sonuçta elde edilen toz parçacıklar hammaddenin yapısına ve kurutma koşullarına bağlı olarak pürüzsüz veya pürüzlü; küresel veya oval şekilli olabilmektedir (Caparino vd., 2012). Örneğin, atomizasyonu sağlamak için uygulanan enerji ne kadar yüksek olursa damlacıklar/parçacıklar o kadar küçük

boyutta olacaktırlar (Gharsallaoui vd., 2007). Chegini ve Ghobadian (2005) yaptıkları çalışmada daha yüksek atomizer hızında daha küçük damlacıkların oluştuğunu ve bununla birlikte temas yüzeyinin artmasıyla daha fazla nem buharlaştırılabildiğini göstermişlerdir. Bu sayede de küçük parçacık boyutu ve hızlı kuruma sağlandığını, sonuç olarak damlacıkların üzerinde kabuk oluşumunun önlendiği bildirilmiştir. Yüksek atomizer basınçlarında toz ürünün parçacık boyutu ve nem içeriği azalırken katı yüzdesi ve yığın yoğunluğunun arttığı yapılan çalışmalarda rapor edilmiştir (Tee vd., 2012).



Şekil 2. Püskürtmeli kurutma sisteminin şematik gösterimi

Damlacık-Sıcak Hava Teması

Damlacık-hava teması beslenen ürünün atomizasyonundan hemen sonra kurutma odasında gerçekleşmektedir. Bu aşamada, havanın termal enerjisi buharlaşma için kullanılmakta ve soğumuş hava kurumuş partikülleri kurutma sistemi boyunca pnömatik olarak taşımaktadır (Phisut, 2012). Bu süreç atomize edilmiş damlacıkların suyun buharlaşmasını kolaylaştıran ısıtılmış hava ile karşılaşması şeklinde özetlenebilir. Püskürtmeli kurutma işleminde sıcak hava geniş bir hacimde kurutma odasında dolaşmaktadır. Dolayısıyla bu kurutma sisteminin

termal etkinliği oldukça düşüktür. Ayrıca, damlacık boyutunun kontrolünün de sınırlı olması geniş boyutlu parçacık dağılımına ve bazen de düzensiz mikro yapıya neden olabilmektedir (Dalmoro vd., 2012). Bu sebeple son ürünün yüksek verimle toplanabilmesi için tozun kurutma odası duvarlarına temas etmeden önce yeterince kurumuş olması gerekmektedir (Haque vd., 2015). Duvara parçacık yapışma durumu genellikle meyve suyu gibi şeker ve organik asit içeriği yüksek ürünlerde görülmektedir. Yapışma sorunu ise esas olarak sükröz, glikoz ve fruktoz gibi düşük molekül ağırlıklı şekerler ile organik asitlerin

düşük camısı geçiş sıcaklığından (T_g) kaynaklanmaktadır (Goula, 2017). Yüzey toz birikmesi veya yapışması aynı zamanda kurumuş parçacıklar ve kurutma odası iç yüzeyi arasındaki kaçınılmaz temastan kaynaklanmaktadır. Birçok üründe, tortular belirli bir kalınlığa kadar biriktikten sonra düşmektedir (Goula ve Adamopoulos, 2010). Buna karşın eğer materyal kuruyana kadar ekipman duvarlarına temas etmezse püskürtmeli kurutma işlemi süresince daha az yapışma ve korozyon gerçekleşeceği belirtilmektedir (Chegini vd., 2008).

Atomize Damlacıkların

Kurutulması/Buharlaştırılması

Kurutma işleminde sisteme beslenen damlacıklar, sıcak hava ile temas ettiği anda suyun buharlaşması ile kurumakta ve bu sırada kuru toz parçacıkları oluşmaktadır. Daha genel bir ifadeyle, kurutma işlemi ilk olarak kurutma odasında damlacıkların hava ile temasıyla başlamaktadır. Isı transferi ise suyun damlacıklardan buharlaştığı ıslak termometre sıcaklığına ulaşana kadar artmaya devam etmektedir. Kurutma işleminde suyun buharlaşması sabit sıcaklıkta ve su buharı kısmi basıncında gerçekleşmektedir. Son olarak damlacık yüzeyinde kuru bir kabuk oluştuktan sonra kurutma oranı azalmakta ve difüzyon hızına bağımlı hale gelmektedir. Kurutma havası sıcaklığı ile partikül sıcaklığı eşitlendiğinde ise kurutma işlemi tamamlanmaktadır (Gharsallaoui vd., 2007). Kurutulmuş parçacıklar, kurutma odasından çıktıkları anda kurutucu çıkış sıcaklığına yakın durumdadırlar. Kurutma işlemi süresince her damlacığın yüzeyinden hızlı buharlaşma meydana gelmektedir. Sıcak hava, kurutucuya beslenen ürünün damlacıklarına temas ettiği anda büyük çoğunlukla kuruma işlemi de gerçekleşmiş olacaktır. Bu hızlı buharlaşma aynı zamanda beslenen ürün tamamen kuruyana kadar damlacıkların yüksek sıcaklığa maruz kalmasını önlemektedir (Shishir ve Chen, 2017).

Püskürtmeli kurutma işlemindeki son adım ise kurutulmuş parçacıkların nemli havadan ayrılarak bir haznede toplanmasıdır. Bu esnada üründen uzaklaştırılan nem ise genellikle siklon ve kurutma odasının dışına yerleştirilen bir torba filtre ile kurutma ortamından uzaklaştırılmaktadır.

Taneciklerin kurutma ortamından ayrılmasının etkinliği taneciklerin yoğunluğuna, boyutuna ve bunların siklon içindeki çökme hızına bağlı olarak değişmektedir (Haque vd., 2015). Ürün geri kazanımı esas olarak toz ürün toplama verimliliği ile belirlenmektedir. Bir püskürtmeli kurutma sistemindeki ürün kaybı çoğunlukla püskürtülmüş damlacıkların ve kuru tozun aparatın duvarına tutunmasından ve siklonun ince parçacıklar toplamadaki etkinliğinin yetersiz olmasından kaynaklanmaktadır (Goula vd., 2004).

Püskürtmeli Kurutma Parametrelerinin Toz Ürün Özelliklerine Etkisi

Toz ürünlerin fiziksel özellikleri arasında parçacık (partikül) şekli, yoğunluk, gözeneklilik, yüzey özellikleri, parçacık çapı ve boyutunu saymak mümkündür. Kurutulmuş toz ürünlerin fizikokimyasal özellikleri, kurutma işlemi süreçlerini ve işlevselliği optimize etmek ve maliyetleri azaltmak açısından önem arz etmektedir (Barbosa-Cánovas ve Juliano, 2005). Örneğin, partikül boyutunun azalması veya partikül yüzey alanındaki artış, neme karşı daha yüksek bir afiniteye ya da kurutma işlemi sırasında aglomerasyona (kümeleşme) neden olabilmektedir (Chindapan vd., 2018). Toz ürünün yoğunluk bilgisi ise işleme, paketleme, depolama ve dağıtım koşullarının ayarlanmasında malzeme bilimi çalışmaları ve endüstriyel süreçler için önemli avantajlar sağlamaktadır. Buna ek olarak, yığın yoğunluğu değeri öğütme veya kurutma ile elde edilen nihai ürünü karakterize etmek için kullanılmaktadır (Barbosa-Cánovas ve Juliano, 2005). Ayadi vd. (2008), püskürtmeli kurutma işlem koşullarının kurutulmuş yumurta akı ve bütün yumurta tozlarının özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Yazarlar, kurutma esnasındaki besleme akış hızına ve giriş havası sıcaklığına bağlı olarak spesifik köpüklenme, jelleşme ve emülsifiye edici özelliklere sahip toz ürün elde edildiğini bildirmişlerdir. Dolayısıyla, son üründe istenen özellikleri elde etmek için püskürtmeli kurutma işlemi sırasında farklı parametreler kontrol edilerek yüksek kalitede tozlar elde edilebilmektedir. Bu sayede yapışkanlık, higroskopik özellikleri ve düşük çözünürlük gibi

bazı yapısal dezavantajların da önüne geçilebilmektedir (Vidović vd., 2014).

Hava Giriş/Kurutma Sıcaklığı

Kurutma sıcaklığı, püskürtmeli kurutulmuş tozun fizikokimyasal özelliklerini etkileyen önemli faktörlerden birisidir (Shishir ve Chen, 2017). Daha yüksek hava giriş/kurutma sıcaklığının kurutma hızını artırarak toz ürün veriminde artış sağladığı; bunun yanında artan kurutma hızı ile birlikte toz ürünün nihai nem içeriği ile kütle yoğunluğunun da önemli ölçüde etkilendiğini gösteren çalışmalar mevcuttur (Jafari vd., 2017). Diğer yandan yüksek kurutma sıcaklıklarının kullanılması, toz üründe yer alan ısıya hassas değerli bileşenleri yok etme ve camsı geçiş sıcaklığının aşılması suretiyle yapışkanlığı artırma riski de taşımaktadır (Looi vd., 2019). Muzaffer ve Kumar (2015), demirhindi özünden püskürtmeli kurutma sistemi ile toz ürün elde ettikleri çalışmalarında hava giriş sıcaklığındaki artışla birlikte meydana gelen ısı ve kütle aktarımındaki artışın, verimliliği artırdığını tespit etmişlerdir. Yüksek kurutma sıcaklığı, kurutma odasına daha fazla ısı transferi sağlaması nedeniyle kurutma hızını arttırarak kurutulmuş ürünün nem içeriğini azaltmaktadır. Ayrıca toz ürünün kalıntı nem içeriğinin azalması sebebiyle ortalama ıslanabilirlik süresinde bir artışa, yani ıslanabilirlik özelliklerinde azalmaya neden olmaktadır (Chegini ve Ghobadian, 2005). Benzer şekilde, Sun vd. (2020) püskürtmeli kurutma sıcaklığının mikroenkapsüle karvakrol tozlarının fiziksel özellikleri üzerindeki etkilerini incelemiş ve nem içeriği ile yığın yoğunluğunun kurutma sıcaklığındaki artışla azaldığı sonucuna varmışlardır. Jafari vd. (2017) ise hava giriş sıcaklığının nar suyu tozunun fonksiyonel özellikleri üzerindeki etkisini incelemiş ve giriş hava sıcaklığının artmasıyla birlikte protein çözünürlüğünün azaldığını tespit etmişlerdir. Püskürtmeli kurutulan ürünün parçacık boyutu, kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak değişebilmektedir. Kurutma sıcaklığındaki artış, kürelerin düzgün şekilde büzülmesine izin vermeden büyük partikül oluşumuna neden olan hızlı bir su buharlaşmasına neden olmaktadır. Büyük partiküller genellikle daha gözenekli bir

yapıya sahip olduğundan partikül yoğunluğunda azalma eğilimi gözlenmektedir (Fazaeli vd., 2012).

Hava Çıkış Sıcaklığı

Toz parçacıklarının nemli havadan ayrılıp siklonun dibine bırakıldığı andaki siklon sıcaklığı, hava çıkış sıcaklığı olarak kabul edilmektedir. Hava çıkış sıcaklığı, toz halindeki ürünlerin kurutma sürecini ve fizikokimyasal özelliklerini kontrol etmede kullanılan önemli bir parametredir (Shishir ve Chen, 2017). Püskürtmeli kurutma işleminde kurutma çıkış sıcaklığının daima düşük tutulması ve kurutmanın mümkün olduğunca hızlı gerçekleştirilmesi, sıcaklığa duyarlı proteinler ve peptitler açısından ürünün bozulmasını/denatürasyonunu önlemek adına önem arz etmektedir (Prinn vd., 2002). Yüksek çıkış sıcaklığının nem içeriği ve proses verimini artırdığı bazı çalışmalarda rapor edilmiştir (Tontul ve Topuz, 2017). Hava çıkış sıcaklığının toz özellikleri üzerinde önemli etkileri vardır. Maa vd. (1997), düşük hava çıkış sıcaklığının toz partiküllerin küreselliğini artırdığını belirtmiştir. Yazarlar ayrıca hava çıkış sıcaklığının besleme akış hızı ve atomize hava akış hızının artışına bağlı olarak azaldığını tespit etmişlerdir. Bu durum hava çıkış sıcaklığının diğer kurutma parametrelerinden etkilendiği gerçeğini desteklemektedir. Hava giriş ve çıkış sıcaklıkları arasındaki fark ne kadar fazla ise sıcaklık ve buhar basıncı gradyanları da o derece yüksek olacak; bu durum ise buharlaşma ve parçacık oluşumunun daha hızlı gerçekleşmesini sağlayacaktır (Haque vd., 2015).

Besleme Akış Hızı

Besleme akış hızı, püskürtmeli kurutma düzenine kapasitesi de dikkate alınarak bir sıvı materyalin toz ürün kalitesi ve verim ele alınarak kurutulmasında önemli parametrelerden birisi olarak kabul edilmektedir (Miller ve Gil, 2012). Muzaffer ve Kumar (2015), püskürtmeli kurutma işleminin yüksek besleme hızında gerçekleştirildiğinde meydana gelen yavaş ısı ve kütle aktarımının işlem verimi üzerinde olumsuz bir etki gösterdiğini belirtmişlerdir. Aynı çalışmada, besleme akış hızındaki artış ve hava giriş sıcaklığındaki azalmanın, toz örneklerin nem içeriğini doğrusal yönde etkileyen bir değişken

olan higroskopik özelliğini azalttığı tespit edilmiştir.

Besleme akış hızı temel olarak atomizer hızı ile doğru orantılı olarak değişmektedir. Yüksek akış hızına sahip besleme, aynı miktarda nemi damlacıklardan buharlaştırmak için daha fazla enerjiye ihtiyaç duymakta, dolayısıyla daha yavaş ısı ve kütle transfer hızına neden olarak damlacıkların kurumasını zorlaştırmaktadır (Shishir ve Chen, 2017). Benzer şekilde Kurozawa vd. (2009), yaptıkları çalışmada tavuk eti tozlarındaki nem içeriğinin, daha yüksek besleme hızının damlacıklar ile kurutma havası arasındaki temas süresini azaltması nedeniyle düşük verimli bir ısı transferine ve daha düşük oranda su buharlaşmasına neden olduğunu belirtmişlerdir. Başka bir çalışmada ise yüksek hava giriş sıcaklığı, düşük besleme akış hızı, yüksek atomizasyon basıncı ve yüksek hava akış hızında toz ürün nem içeriğinin daha düşük olduğu tespit edilmiştir (Telang ve Thorat, 2010). Bununla birlikte, yüksek hava akış hızında ve düşük besleme akış hızında daha yüksek ürün verimine ulaşıldığı belirlenmiştir. Diğer yandan Souza vd. (2009), kurutucu sisteme beslenen çözelti yoğunluğunun besleme akış hızı ve atomizasyon hızı ile ters orantılı olduğunu, atomizer hızı ile besleme akış hızının ise domates tozunun parçacık boyutu üzerinde önemli bir etki gösterdiğini belirtmişlerdir.

Hava Akış Hızı

Kurutma havası akış hızı, buharlaşma için gereken süreyi etkilemesi sebebiyle püskürtmeli kurutma işleminde önemli bir faktördür. Kurutma havası akış hızı suyun buharlaşma hızını etkilemektedir. Düşük hava akış hızı damlacıkların kuruma süresini artırırken yüksek kuruma süresi daha fazla miktarda suyun buharlaşmasına neden olmaktadır (Goula vd., 2004). Yüksek hava akış hızı daha kısa kurutma süresi sağlamasına karşın yetersiz oranda bir kurutma sağlaması nedeniyle nihai üründe yüksek nem içeriğine neden olabilmektedir (Shishir ve Chen, 2017).

Püskürtmeli kurutma işlemi esnasında iç duvarlarda biriken ürünler iki kategoriye ayrılmaktadır: Duvara çarpmadan önce yeterince

kuru olmayan damlacıkların neden olduğu yarı ıslak tortular ve kurutma sıcaklığında ürünün doğasından kaynaklı yapışkan tortular (Goula ve Adamopoulos, 2010). İlk kategorideki tortu oluşumu aynı zamanda işlem veriminin azalmasına da neden olan hava akış hızının azaltılması ile gerçekleşmektedir. Benzer şekilde, yüksek hava akış hızı damlacık çaplarında azalmaya neden olmakta ve küçük parçacık boyutlu damlacıklar kurutma odasında nem içeriğinin çok daha düşük olduğu kısımlarda duvara çarpma eğilimi göstermektedirler (Fazaeli vd., 2012).

Toz Ürün Verimi

Püskürtmeli kurutma işleminin verimliliği, buharlaştırmada kullanılan ısının toplam ısı girdisine oranı olarak tanımlanmaktadır (Goula ve Adamopoulos, 2003). Fazaeli vd. (2012)'nin çalışma verilerine göre yüksek hava giriş sıcaklığı proses veriminde ve çözünürlükte artış sağlarken yığın yoğunluğu, nem içeriği ve su aktivitesi değerinde azalma meydana getirmektedir. Buna karşın, hava akış hızı artışının kurutma verimi ve kütle yoğunluğu üzerinde olumlu; çözünürlük, nem içeriği ve su aktivitesi değeri üzerinde ise olumsuz bir etkiye sahip olduğu belirtilmiştir.

Kurutma işlemi etkinliği adına önemli bir gösterge olan toz ürün verimliliği ise kurutma sonrası elde edilen toplam toz madde kütesinin başlangıçta sisteme beslenen çözeltide yer alan toplam kuru madde kütesine oranı olarak tanımlanmaktadır. Nihai toz ürünün verimi ve fiziksel özellikleri, besleme konsantrasyonu, besleme akış hızı, atomizasyon hızı/basıncı ve kurutma sıcaklığı gibi çeşitli faktörlerden etkilenmektedir (Tontul ve Topuz, 2017). Düşük ürün verimi ise temel olarak özellikle şekerler gibi bazı gıda bileşenlerinin yapışkanlık özelliklerinden ileri gelmektedir (Can Karaca vd., 2016). Örnek olarak León-Martínez vd. (2010), yaptıkları bir çalışmada en düşük toz ürün veriminin yüksek toz nem içeriği ve düşük hava çıkış sıcaklığına neden olan yüksek besleme akış hızı ve düşük giriş sıcaklığı koşullarında elde edildiğini bildirmişlerdir. Bu kurutma koşulları altında, kurutma odasının duvarında yapışmaların görüldüğü de ayrıca vurgulanmıştır. Aynı çalışma sonuçlarına göre verim üzerinde besleme akış

hızının atomizer hızından daha büyük bir etkiye sahip olduğu, bununla birlikte sabit besleme hızında atomizasyon hızı arttıkça verimin de arttığı tespit edilmiştir. Başarılı bir püskürtmeli kurutma işleminde ürün veriminin %50'den yüksek olması gerektiği bildirilmektedir (Elez Garofulic vd., 2016).

Püskürtmeli Kurutma İşleminde Dikkat Edilmesi Gereken Noktalar

Püskürtmeli kurutma işleminde dikkat edilmesi gereken noktaların başında ürünün camsı geçiş sıcaklığı gelmektedir. Camsı geçiş sıcaklığı sert, katı ve amorf bir maddenin yumuşak, kauçuk benzeri ve sıvı bir faza dönüştüğü sıcaklıktır. Camsı geçiş sıcaklığının saptanması için yaygın olarak kullanılan ölçüm yöntemi ise camsı geçiş sıcaklığı aralığında meydana gelen, cam ve kauçuksu durumlar arasındaki şekilsiz bileşenin ısı akışındaki değişikliği tespit eden diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazıdır (Fazaeli vd., 2012).

Püskürtmeli kurutulmuş gıdalar yapışkan ve yapışkan olmayan olmak üzere iki gruba ayrılabilir. Yağsız süt, maltodekstrin, zamksı maddeler ve proteinlere ait çözeltilerden yapışkan olmayan; meyve-sebze suları ve bal gibi şeker ve asit açısından zengin gıdalardan ise yapışkan karakterde toz ürünler elde edilmektedir. Şeker ve asitçe zengin malzemelerin yapışkan toz davranışı genel olarak fruktoz (-5 °C), glikoz (32 °C), sükroz (62 °C) gibi şekerlerin düşük camsı geçiş sıcaklığından ve sitrik, malik ve tartarik asit gibi organik asitlerin varlığından kaynaklanmaktadır (Adhikari vd., 2003). Bu bileşenler püskürtmeli kurutma işlemi esnasında kurutucu duvarlarına yapışma ve toz yerine macun benzeri bir yapı oluşturma eğilimi göstermektedirler (Goula ve Adamopoulos, 2010). Bir ürünün camsı geçiş sıcaklığını ise sıcaklık, nem ve ürün bileşimi olmak üzere üç temel faktör etkilemektedir (Intipunya ve Bhandari, 2010).

Düşük camsı geçiş sıcaklığı püskürtmeli kurutma işlemi sırasında istenmeyen fiziksel değişikliklere (yapışma, kabuk bağlama, topaklanma vb.) neden olabilmektedir. Aynı zamanda, üründe renk ve

aroma değişikliklerinin yanında bazı kimyasal değişiklikler de meydana gelebilmektedir. Bu sebeple, bu tarz istenmeyen durumların önüne geçmek için parçacıkların yüzey sıcaklığının kurutulacak ürün camsı geçiş sıcaklığının en az 20 °C altında olması önerilmektedir (Fazaeli vd., 2012). Ürün nem içeriği de camsı geçiş sıcaklığının düşürülmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Toz ürünlerin birçoğu %5'ten düşük nem içeriğine sahip olmasına rağmen nem içeriğindeki %1 gibi küçük bir artışın camsı geçiş sıcaklığını önemli ölçüde azaltabildiği vurgulanmaktadır (Intipunya ve Bhandari, 2010). Bu sebeple beslenen ürünlerin camsı geçiş sıcaklığını yükseltmek için farklı teknolojilerin kullanımı tavsiye edilmektedir. Bu yöntemler kurutulacak ürünün yüksek nişasta, şeker veya yağ içeriğine sahip olduğu durumlarda ürünün verimi ve kalitesini düşüren yapışkanlık ve çökme gibi durumları önlemek amacıyla da kullanılmaktadır.

DONDURARAK KURUTMA

Liyofilizasyon olarak da adlandırılan dondurarak kurutma işlemi, dondurulacak gıdanın kurutma işleminden önce dondurulması ve ardından gıdadaki suyun düşük basınç altında doğrudan süblime edilmesine dayanan bir kurutma yöntemidir (Nireesha vd., 2013). Başarılı bir liyofilizasyon işlemi gerçekleştirmek için kurutma odasındaki basıncın en fazla 40 Pa mutlak basınçta tutulması gerekmektedir (Toledo, 2007). Düşük sıcaklık ve basıncın kombinasyonu şeklinde uygulanan bu işlem sayesinde renk ve lezzetin iyi derecede korunması sağlanırken kurutulmuş ürünün süngerimsi yapısı hızlı su penetrasyonuna ve rehidrasyon yoluyla tazeye yakın özelliklerin geri kazanılmasına olanak tanımaktadır (Ceballos vd., 2012).

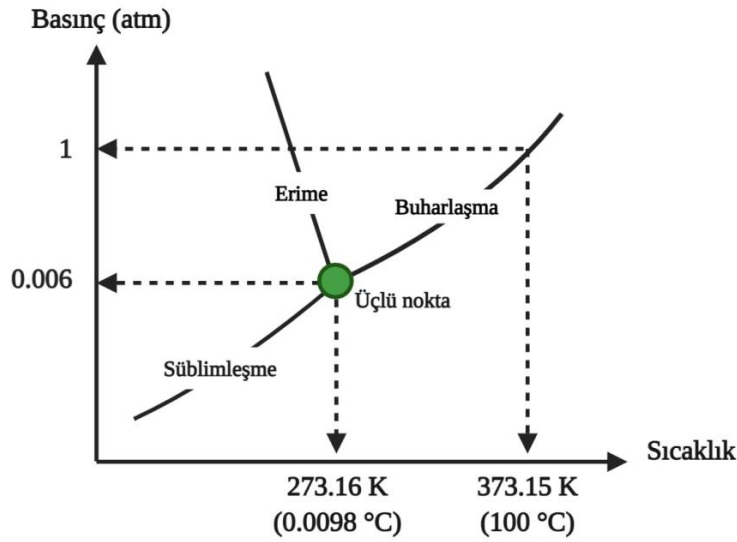
Günümüzde dondurarak kurutma, gıda maddeleri ve farmasötikler (aşı, protein, peptit, koloidal taşıyıcı vb.) dahil olmak üzere yüksek katma değerli ürünlerin kurutulması ve stabilitesinin artırılmasında önemli bir endüstriyel işlem haline gelmiştir (Kumar vd., 2011). Buna ek olarak, dondurarak kurutma işleminin gıda ürünlerinin kurutulmasında tercih edilmesinin en önemli sebepleri arasında raf ömrü uzun ve gelişmiş rehidrasyon özelliklerine sahip yüksek kaliteli

ürünler elde edilmesine olanak tanınması gösterilmektedir (Schössler vd., 2012). Gıdalar yapısında doğal olarak vitamin ve protein gibi ısıya duyarlı bileşenler içerdiğinden bu tür biyomateryallerin kurutulması termal ayrışma, oksidasyon veya enzimatik esmerleşmeye sebep olabilmektedir (Marques ve Freire, 2005). Bu nedenle bu ürünlerin kurutulması esnasında dondurarak kurutma gibi özel tekniklerin kullanımı ek avantajlar sağlamaktadır (Menon vd., 2020). Liyofilizasyon işlemi yüksek yatırım maliyeti ve enerji tüketimi nedeniyle özellikle katma değeri yüksek ürünlerin kurutulmasında kullanılmaktadır (Schössler vd., 2012). Dondurarak kurutma işlemi temel olarak (I) Malzemenin dondurulması, (II) Süblimleştirme ile dondurulmuş suyun uzaklaştırılması (birincil

kurutma) ve (III) Ürünün nem desorpsiyonunu teşvik etmek için daha fazla ısıtılması (ikincil kurutma) olmak üzere üç temel aşamadan oluşmaktadır (Searles vd., 2017).

Dondurma (Katılaştırma) Adımı

Ürünün dondurulması, dondurarak kurutma işleminin ilk adımıdır. Dondurma sırasında dondurulacak malzemeden elde edilen süspansiyon ilk olarak suyun faz diyagramında (Şekil 3) bulunan üçlü noktasının ($0.01\text{ }^{\circ}\text{C} = 273.16\text{ K}$) altındaki sıcaklığa soğutulmaktadır. Bu adımda serbest su olarak adlandırılan suyun büyük bir kısmı buz olarak kristalleşirken geri kalan kısım konsantre çözeltide bağlı su olarak bulunmaktadır (Pisano vd., 2011).



Şekil 3. Saf suyun faz diyagramı

Dondurma işlemi sırasında oluşan buz kristallerinin homojen dağılımı, etkili bir liyofilizasyon işleminin en önemli göstergelerindendir (Ratti, 2013). Dondurma koşullarının seçimi, dondurma işleminin verimliliğini optimize etmek ve örneklerin mikro yapısını korumak açısından büyük önem arz etmektedir (Delgado ve Rubiolo, 2005). İşlem koşulları aynı zamanda buz kristallerinin şekli ve

boyutunu, dolayısıyla kurutulmuş tabakadan buhar akışına karşı oluşan direnci belirlemede de etkilidir (Marques ve Freire, 2005). Örnek olarak, büyük buz kristalleri elde etmek ve böylelikle süblimleşme adımını kısaltmak için ürün özelliklerine bağlı olarak tavlama ve soğutma gibi işlemler uygulanarak donma hızı veya doğrudan çekirdeklenme sıcaklığı (buz kristallerinin çözelti içerisinde ilk olarak oluştuğu sıcaklık) kontrol

edilebilmektedir (Ratti, 2013). Düşük donma hızı hücrelerin aynı anda dehidrasyonunu ve harici sıvıların dondurulmasını sağlamakta, böylelikle büyük buz kristallerinin oluşumunu önleyerek süblimleşme aşamasında buhar akısını artırmaktadır. Hücrelere büyük miktarda çözünmüş madde geçişi ve su kaybı nedeniyle hücre zarlarında yırtılmalar meydana gelebilmektedir. Buna karşın, yüksek dondurma hızında oluşan küçük buz kristalleri hücre zarlarına hasar verilmemesini sağlamakta ancak süblimasyon sırasında su buharı akısı azaldığından kurutma için gereken süre artmaktadır (Cao vd., 2018). Kahve gibi bazı örneklerde gözenekli matris yapısında daha hızlı bir kurutma sağlanabildiğinden büyük buz kristalleri tercih edilmektedir. Çoğu gıda örneğinde ise büyük buz kristalleri hücre duvarlarına hasar vermekte ve rehidre edilmiş ürünün zayıf bir dokuya sahip olmasına neden olabilmektedir (Pisano vd., 2011).

Birincil Kurutma (Buz Süblimasyonu) ve İkincil Kurutma

Tipik bir liyofilizatör büyük bir valf vasıtasıyla bir kondenser odasına bağlanan sıcaklık kontrollü raflar içeren bir kurutma odasından oluşmaktadır. Kondenser haznesi ise çok düşük sıcaklıklarda (-50 °C'den düşük) muhafaza edilebilen bir dizi plaka veya bobin içermektedir (Pikal, 2002). Birincil kurutma aşaması dondurulmuş üründen buzun süblime edilmesini içermektedir. Bu işlemde öncelikle ısı, dondurulmuş çözeltiye tepsi ve flakon yoluyla aktarılarak süblimasyon cephesine iletilmektedir. Süblimleşen buz ve oluşan su buharı, ürünün kurutulmuş yüzeyinden kondensere aktarılmakta ve su buharı kondenser üzerinde yoğunlaşmaktadır. Süblimasyon adımının sonunda gözenekli bir yapı oluşmaktadır. Oluşan bu gözenekler, donmuş üründen buz kristallerinin kapladığı alanlara karşılık gelmektedir (Gaidhani vd., 2015). İkincil kurutma sırasında ise dondurulan üründen emilen suyun uzaklaştırılması işlemi gerçekleşmektedir. Bu aşamada uzaklaşan su, dondurma sırasında buz olarak ayrılmayan ve süblimleşmeyen suyu içermektedir (Kawasaki vd., 2019).

Dondurarak Kurutma İşleminin Avantajları, Dezavantajları ve Diğer Kurutma Yöntemleriyle Karşılaştırılması

Kurutma işleminin süresi ve sıcaklığı, kurutulmuş gıdaların kalitesini etkileyen en önemli faktörlerdendir. Herhangi bir gıda ürünü için en iyi kurutma yöntemi hammadde özelliklerine, arzu edilen son ürün kalitesine ve ekonomik faktörlere bağlı olarak değişebilmektedir (Moses vd., 2014). Dondurarak kurutma işleminde istenen dehidrasyon ve rehidrasyon oranlarını sağlayabilmek için soğutma hızının da optimize edilmesi gerekmektedir (Assegehegn vd., 2019). Dondurarak kurutma işlemi sırasında dikkate alınması gereken temel faktör, ürün kalitesini bozabileceğinden belirli sınırların altında kalması gereken ancak yavaş ve maliyetli bir işlemi önlemek için yeterince süblimasyon sağlayacak kadar da yüksek bir sıcaklık değerinin kullanılmasıdır. Dondurarak kurutma sırasında ürün sıcaklığı raf sıcaklığı ve hazne basıncının ayarlanması ile kontrol edilebilmektedir. Raf sıcaklığını sabit tutan hazne basıncındaki artış, süblimasyon verimini artırırken ürün sıcaklığını istenmeyen seviyelere yükseltebilmektedir. Süblimasyon oranını üründen fazla ısınmaya neden olmadan artırmak için bir diğer seçenek de raf sıcaklığındaki artışla birlikte ortam basıncını azaltmaktır (Ratti, 2013).

Her kurutma tekniğinin kendine özgü avantaj ve dezavantajları mevcuttur. Dondurarak kurutma işlemi besinsel değerleri iyi derecede korunmuş, rehidrasyon, doku ve renk gibi parametrelerin taze ürüne yakın olduğu ürünler elde edilmesine olanak sağlamaktadır (Voda vd., 2012). Bununla birlikte, dondurarak kurutma ürünlerin dondurulması, dondurulmuş numunelerin süblimasyonunu indüklemek için ısıtılması ve dehidrasyon odasının toplam basıncının düşürülmesi nedeniyle oldukça yüksek enerji gereksinimi olan bir işlemdir (Donsi vd., 2001). Dolayısıyla, günümüzde dondurarak kurutma işleminin gıda endüstrisinde kullanımı bazı meyve, sebze ve et ürünleri gibi yüksek katma değerli ürün grupları ile sınırlı durumdadır (Schössler vd., 2012). Dondurarak kurutma yöntemi, gıda işleminde geleneksel kurutma işlemlerinde uygulanan yüksek sıcaklık nedeniyle zarar görebilen organoleptik özellikleri korumak

veya depolama ve nakliye için daha uygun hale getirmek için kullanılabilir. İşlem çok düşük bir sıcaklıkta gerçekleştirildiği için dondurarak kurutulmuş gıdalarda taze ürünlere ait aroma ve doku korunmakta ve gözenekli yapı oluşmasına izin verilmektedir (Pisano vd., 2011). Diğer yandan bu arzu edilen ürün özelliklerini elde etmek için uzun işlem süreleri ve yüksek maliyetler gereklidir. Dondurarak kurutma işlemleri birkaç saatten birkaç güne kadar uzayabilen bir sürede gerçekleşmekte, bu durum da enerji maliyetini artırmaktadır (Schössler vd., 2012). Dondurarak kurutma işlemi ile toz ürünlerin besinsel ve aroma özellikleri diğer bazı kurutma yöntemlerine kıyasla daha iyi oranda korunabilse de uygulamanın yüksek maliyeti, bu teknolojinin endüstride kullanımını sınırlandırmaktadır (Duan vd., 2016). Aynı zamanda, kurutma raflarındaki yüzey sıcaklığının homojen olmaması aynı partideki ürün sıcaklıklarında farklılıklara neden olarak eşit kaliteye sahip ürün elde edilmesini zorlaştırabilmektedir (Fonte vd., 2016). Dondurarak kurutulmuş ürünler işlem sonunda öğütülerek toz haline getirilmelidir. Yüksek derecede higroskopik ürünler ortamdaki nemden etkilenme eğilimi göstereceğinden öğütme işlemi sırasında serbest akan bir toz elde etmek için olabildiğince kuru ortam şartlarının sağlanması gerekmektedir. Kurutulmuş örneğin %2-3'ten yüksek nem içeriğinin olması değirmenlerin tıkanmasına neden olabilmektedir (Barbosa-Cánovas vd., 2005).

Dondurarak kurutma, nihai toz ürünün kalitesi açısından çoğunlukla en iyi dehidrasyon yöntemi olarak kabul edildiğinden genellikle diğer kurutma yöntemlerinin performansını test etmek için referans olarak kullanılmaktadır. Özellikle gıda çözümlerinin püskürtmeli kurutucuda kurutulmasında, dondurarak kurutma ile karşılaştırmasının yapıldığı çok sayıda çalışma mevcuttur (Ratti, 2013). Püskürtmeli kurutma işlemi hızlı kurutma, yüksek verim ve sürekli çalışma gibi çeşitli avantajlar sağlayan bir kurutma yöntemidir (Ziaee vd., 2019). Püskürtmeli kurutulmuş ürünler toz, granül veya aglomerat formunda elde edilebilmektedir (Nindo ve Tang, 2007). Bununla birlikte püskürtmeli kurutma işlemi farklı partikül boyutu dağılımına sahip,

nispeten serbest akışlı ve muntazam küresel yapıya parçacıklar üretmeye imkân veren bir yöntemdir (Barbosa-Canovas vd., 2005). Buna karşın, ürün tipine bağlı olarak püskürtmeli kurutma işleminin dondurarak kurutmaya kıyasla renk ve aroma kaybı gibi bazı dezavantajları bulunmaktadır.

PÜSKÜRTMELİ KURUTMA VE DONDURARAK KURUTMA YÖNTEMLERİ İLE GIDA ATIKLARINDAN ÖZÜTLENEN MADDELERİN TOZ FORMDA ÜRETİLMESİ

Gıda endüstrisinde tahılların, meyve ve sebzelerin, yağlık tohumların ve et ürünlerinin işlenmesi esnasında veya sonrasında içeriğinde kıymetli bileşenlerin de olduğu yan ürünler ve çoğu zaman da atıklar ortaya çıkmaktadır. Bu atıkların bünyesinde yer alan aktif maddelerin geri kazanımı sağlanarak hem ekonomik hem de çevresel katkı sağlanmaktadır. Meyve ve sebzelerin posaları ve çekirdekleri, tahılların kabukları ve kepekleri, yağlık tohumların küspeleri ve balık işleme atıkları aktif biyolojik maddeleri önemli miktarda içermektedir (Oreopoulou ve Tzia, 2007). Bu maddeler arasında yer alan polifenollerin, renk maddelerinin, prebiyotik liflerin, hidrokolloidlerin, yağ asitlerinin ve biyoaktif peptitlerin hem insan sağlığına hem de teknolojik olarak yeni ürünlerin formülasyonlarında faydalı etkileri olduğu vurgulanmaktadır (Herrero vd., 2015). Gıda atıklarından ve/veya yan ürünlerinden bu maddelerin geri kazanımında uygulanan en temel işlem özütlemedir (ekstraksiyon). Atık matriksi ve bu matrikste yer alan hedef bileşenin kimyasal niteliğine göre uygun çözücü ve yöntem ile yüksek verimlilikte geri kazanımının sağlanması birincil hedefdir (Luque ve Clark, 2013). Özütlemenin ardından genellikle çözücünün uzaklaştırılması (süperkritik akışkan özütleme hariç) sağlanmakta ve konsantre özüt uygun ambalaj materyalinde tıp, eczacılık, gıda, kozmetik, vb. alanlarda kullanılmak üzere tüketiciye veya ara sektörlere arz edilmektedir (Herrero vd., 2015). Bu özütlerin daha yüksek raf ömrü ve stabiliteye sahip olması ile formülasyonlarda kullanımının kolay olması arzulanıdığından toz forma dönüştürülmesi özellikle son yıllarda ele alınan başlı başına bir

konu olmuştur. Bu amaçla gıda atıklarından üretilen özütler, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleri ile toz forma dönüştürülmektedir. Her iki yöntemin temelini ve son toz ürünündeki genel etkilerine yukarıda detaylı değinilmesine rağmen, özütlerin polar – apolar özellikleri ile hidrofilik – hidrofobik niteliklerine göre bu yöntemlerden ne şekilde etkilenecekleri çoğu zaman öngörülemezdir (Yerlikaya ve Şen Arslan, 2019). Bu yüzden bu konuda gerçekleştirilen çalışmalarda her iki yöntemin bir arada ele alındığı ve karşılaştırma şeklinde toz ürünün fiziksel özellikleri ile diğer kimyasal ve biyokimyasal özelliklerinin sunulduğu görülmektedir (Chronakis vd., 2004). Dondurarak kurutma yöntemi; kurulum maliyeti, işlem süresi & maliyeti ve işlem hacmi açısından dezavantajlı gösterilmesine rağmen ısıya duyarlı (thermolabile) bileşenlerin özellikle ilaç sanayisinde kullanılmak üzere en yüksek oranda korunumunun sağlanmasında tercih edilmektedir (Ratti, 2013). Püskürtmeli kurutma yöntemi, özütlerden toz ürün veya toz mikrokapsül üretiminde teknolojik olarak daha çok tercih edilmektedir (Vidović vd., 2014). Çalışmalarda, püskürtmeli kurutma işlem parametrelerinin

optimizasyonunun son ürün özellikleri dikkate alınarak gerçekleştirilmesinin önemine dikkat çekilmektedir. Optimizasyonun ele alınmadığı çalışmalarda dondurarak kurutma yöntemi ile kıyaslanmanın sağlıklı olmayacağı bir gerçektir. Zira püskürtmeli kurutma işleminde hava giriş sıcaklığı ve atomizasyon basıncı gibi değişkenlerin farklılaşmasıyla verim, akabilirlik ve higroskopik özellikler oldukça etkilenebilmektedir (Muzaffer ve Kumar, 2015). Dolayısıyla optimizasyonun ele alınmadığı çalışmalarda son toz ürün özelliklerinin bu yöntemlerden doğrudan ne derece etkilendiği ile ilgili somut yorumlar yapmak güçtür. Gıda atıklarından elde edilen hedef maddelerin biyokimyasal özellikleri göz önüne alınarak bir kurutma yönteminin seçimi toz ürün üretimi için büyük önem arz etmektedir. Kalite açısından, ürün mikroyapısının ve fonksiyonel bileşiklerin dehidrasyon (kurutma) yönteminin bir fonksiyonu olarak karşılaştırılmasına da son zamanlarda eğilim artmaktadır. Bu bağlamda gıda atıklarından hem püskürtmeli hem de dondurarak kurutma ile üretilen bileşiklerin son ürün özelliklerini değerlendiren karşılaştırmalı bazı çalışmalar Çizelge 1’de özet halinde sunulmuştur.

Çizelge 1. Gıda işleme sonucu oluşan atık ve/veya yan ürünlerden farklı materyallerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile geri kazanımı için yapılmış bazı çalışmalar

Hammadde	Hedef bileşik/ürün	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak özellikler/faydalar	Kaynak
Üzüm kabuğu	Antosiyanin	Toz mikrokapsüller daha düşük ortalama çap (0.56 µm) ve daha yüksek antosiyanin kapsülleme verimi (~%75); karanlıkta depolama sırasında ise en düşük bozunma sabiti (0.0207 1/sa) ve en uzun yarılanma ömrüne (33.47 sa) sahiptir. Püskürtülerek kurutulmuş mikrokapsüller tüm analizlerde en yüksek stabiliteye sahiptir.	Dondurarak kurutulmuş örnekler ortalama çap (~100 µm), antosiyanin kapsülleme verimi (~%71), bozunma sabiti (0.0255 1/sa) ve yarılanma ömrü (27.14 sa) açısından püskürtmeli kurutmaya kıyasla daha düşük stabilite sağlamıştır.		Zang vd. (2020)
Siyah pirinç kepeği (<i>Oryza sativa</i> L.)	Antosiyanin	Hava giriş sıcaklığındaki artışla birlikte yığın yoğunluğu ve antosiyanin tutulmasında azalma meydana gelirken işleme verimliliği, çözünürlük, dağılılabirlik, akabilirlik ve parçacık yüzeyindeki pürüzlülükte artış gözlenmiştir.	Dondurularak kurutulmuş antosiyanin tozları yığın yoğunluğu, işlem verimliliği ve antosiyanin hapsedilmesi açısından daha üstün nitelik sağlamıştır.	Kırlmış siyah pirinç unundan elde edilen maltodekstrin kullanımı, her iki kurutma yönteminde de antosiyanin tozu üretiminde yüksek verimlilik sağlamıştır.	Laokuldikok ve Kanhaa (2015)

Çizelge 1. devam

Hammadde	Hedef bileşik/ürün	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak özellikler/faydalar	Kaynak
Yıldız meyvesi (<i>Averrhoa carambola</i>) posası	Fenolik bileşikler	Toz ürün daha yüksek "L" değerine ve higroskopik özelliğe sahiptir. Kaplama materyalinde maltodekstrin konsantrasyonunun artmasıyla kapsüllerin higroskopikliğinde azalma gözlenmiştir. Kurutulmuş mikrokapsüllerin bazıları küresel şekildedeyken bazıları düz görünümüne sahiptir.	En yüksek mikroenkapsülasyon verimliliği elde edilmiştir. Öğütme sırasında tozlar, serbest akış özelliği gösteren amorf ve camsı bir yapıda görünmüştür. Maltodekstrin ile kaplanan örneklerin parçacık boyutunda küçülme ve kapsüllerde daha keskin kenarlı yapılar meydana gelmiştir.	Özütleme işlemine ait optimize edilmiş model koşullarında (40 °C işlem sıcaklığı ve %65 etanol konsantrasyonu) üretilen yıldız meyvesi posası polifenol mikroenkapsüllerinin, farklı gıda sistemlerinde antioksidan özellikleri artırmak amacıyla kullanılabilir olduğu belirlenmiştir.	Saikia vd. (2015)
Üzüm (<i>Vitis labrusca</i> var. Bordo) kabuğu	Fenolik bileşikler	Örnekler daha düşük nem, a_w ve parçacık boyutuna, daha yüksek çözünürlüğe sahiptir. Mikropartiküller daha yüksek camsı geçiş sıcaklığı değerine sahip olmuştur. Parçacıklar küresel bir şekle sahiptir. En iyi kapülleme %5 kısmi hidrolize guar gam ve %5 polidekstroz ile sağlanmıştır.	Parçacıklar düzensiz yapılar ve daha az higroskopik özellik sergilemiştir.		Kuck ve Noreña (2016)
Avokado kabuğu	Antioksidan bileşikler	Nisin ve antioksidan avokado kabuğu özütü karışımı koaservasyon yöntemiyle başarıyla kapsüllenmiştir. Emülsiyon haline getirilmiş kompleksler sayesinde daha yüksek mikroenkapsülasyon verimi elde edilmiştir.	Emülsiyon haline getirilmiş kompleksler ile daha yüksek su aktivitesi ve nem değeri elde edilmiştir.		Calderón-Oliver vd. (2017)
Aşısız yaban mersini posası	Polifenol-protein kompleksleri	Soya proteini izolatu ile üretilen örnekler en yüksek polifenol konsantrasyonu (156.2 mg GAE/g), antosiyanin konsantrasyonu (13.4 mg/g) ve DPPH antioksidan kapasitesine (714.1 µmol TE/g) sahiptir. Protein ile kompleks haline getirilmiş yaban mersini polifenoller, 4 °C ve 20 °C'de 16 hafta boyunca bozunmaya karşı korunabilmiştir.	En düşük su aktivitesi değeri nohut unu ile üretilen örnekler aittir.	Toplam fenolik ve antosiyanin içerikleri benzer sonuçlar sağlamıştır.	Correia vd. (2017)
Kahve telvesi	Fenolik bileşikler	İkinci en yüksek fenolik içerik 1:1 (<i>w/w</i>) oranında maltodekstrin ve gam arabik karışımı ile kapsüllenmiş örneklerden elde edilmiştir.	En iyi sonuçlar, fenolik bileşiklerin maltodekstrin ile kapsüllenmesi sonucu (%62) elde edilmiş ve flavonoid geri kazanım oranı %73 olarak belirlenmiştir. Kurutma öncesinde belirlenen antioksidan kapasitenin %73-86'sı korunmuştur.		Ballesteros vd. (2017)
Böğürtlen (<i>Rubus fruticosus</i>) atıkları	Antosiyanin ve antioksidan bileşikler	Elde edilen parçacıklar küresel bir mikroyapı sergilemiştir.	Elde edilen parçacıklar düzensiz aglomeratlar oluşturmuştur.	Her iki yöntemle de örneklerde yüksek antosiyanin verimi (%76'nın üzerinde) ve yüksek antioksidan kapasite (1001 µmol TE/g) elde edilmiştir. Kullanılan kaplama materyali (polivinilpropilen) antosiyaninleri hapsedmede etkili olmuştur.	Machado vd. (2018)

Çizelge 1. devam

Hammadde	Hedef bileşik/ürün	Püskürtmeli kurutma	Dondurarak kurutma	Ortak özellikler/faydalar	Kaynak
Acerola (<i>Malpighia emarginata</i> DC.) meyvesi posası	Biyoaktif bileşikler	Toz örnekler daha düşük nem içeriği, a_w , higroskopik özellik, parçacık boyutu ve yüksek çözünürlüğe sahip olmuştur. Karotenoit, asetik asit ve fenolik maddeler açısından daha düşük mikroenkapsülasyon verimliliği elde edilmiştir. Genel olarak, daha yüksek biyoaktif bileşik konsantrasyonu (asetik asit hariç) ve daha yüksek antioksidan aktivite sağlanmıştır.	Toz üründe mikroenkapsülasyon etkinliği daha yüksektir (%78-97). Kurutulmuş ürünler düzensiz morfolojik yapıya sahip olmuştur.	Acerola atığı özütleri acerola özütlerine göre daha yüksek biyoaktif bileşik konsantrasyonuna (asetik asit hariç) ve daha düşük antioksidan aktiviteye sahiptir.	Rezende vd. (2018)
Limon atığı	Fenolik bileşikler ve flavonoit	Farklı kaplama materyalleri kullanılmış ve kaplama materyallerinden bağımsız olarak farklı boyutlarda küresel parçacıklar oluşmuştur.	Maltodekstrin ve soya fasulyesi proteini karışımı ile kapsüllenen tozlar en yüksek fenolik (1.66 mg GAE/g kb) ve flavonoit (0.43 mg KE/g kb) miktarına, düşük nem içeriği ve a_w değerine sahip olmuştur.	X ışını kırınımı analizi sonucu, her iki teknikte üretilen örneklerde de düşük kristallik derecesi belirlenmiştir.	Papoutsis vd. (2018)
Gül atığı	Antosiyenin	Toz örnekler küresel bir yapı sergilemiş ve gül antosiyenin özütlerine benzer niteliklerde, arzu edilir renk özellikleri sergilemiştir.	Tozlar daha homojen dağılımlı ve katmanlı bir yapıya sahiptir. Daha yüksek fenolik (%91.44) ve antosiyenin (%95.12) tutunması tespit edilmiştir. Depolama süresince daha yüksek antosiyenin stabilitesi bulgulanmıştır.	Her iki kurutma işlemi de gül atıkları için etkili bir koruma sağlamıştır. Gül atığından elde edilen örnekler gül antosiyenin özütlerine kıyasla daha düşük nem içeriği, a_w değeri ve önemli ölçüde daha yüksek çözünürlüğe sahiptir.	Yu ve Lv (2019)
Üzüm posası	Biyoaktif bileşikler	Peyniraltı suyu ve gam arabik karışımı ile fenolik bileşikler en üst düzeyde (2.66 mg/g GAE) tutunmuş ve en yüksek DPPH antioksidan kapasite değeri (12.64 μ mol/g TE) sağlanmıştır.	Peynir altı suyu ve gam arabik karışımı ile kaplanan tozlar daha yüksek toplam monomerik antosiyenin (0.35 mg/g malvidin-3,5-diglikozit eşdeğeri) ve antioksidan kapasite (8.32 μ mol/g TE) sağlamıştır.	Peynir altı suyu ve gam arabik karışımı ile kaplanan tozlar simüle bağırsak ortamında antosiyeninlerin daha yüksek oranda salınımını sağlamıştır.	Rocha ve Noreña (2020)

a_w : Su aktivitesi; KE: Kateşin eşdeğeri; DPPH: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil; GAE: Gallik asit eşdeğeri; kb: Kuru bazda; TE: Troloks eşdeğeri.

Gıda maddelerinin kurutulması karmaşık bir işlemdir çünkü kurutma esnasında tozun fizikokimyasal özelliklerini etkileyen fiziksel, kimyasal ve biyokimyasal dönüşümler meydana gelebilmektedir. Bu nedenle kurutucu işlem koşulları besleme miktarına, üretilen ürüne, kurutmanın amacına ve kullanılan yöntemlere göre belirlenmelidir (Shishir ve Chen, 2017). Örneğin daha yüksek hava giriş/kurutma sıcaklığı, toz verimi ile kurutma hızının artmasını sağlamaktadır. Kurutma hızı aynı zamanda toz ürüne ait kütle yoğunluğu, nem içeriği, renk, parçacık boyutu, besin bileşenleri içeriği ve ıslanabilirlik özelliklerini etkilemektedir (Cai ve

Corke, 2000, Fazaeli vd., 2012). Bu bağlamda Laokuldilok ve Kanhaa (2015) siyah pirinç kepeğinden antosiyenin eldesinde hava giriş sıcaklığındaki artışla birlikte yığın yoğunluğu ve antosiyenin tutulmasında azalma, işlem verimliliği, çözünürlük, dağılılırlik, akabilirlik özelliklerinde ise artış gözlemlenmiştir. Salem vd. (2020) ise püskürtmeli kurutmanın köpekbalığı derisinden elde edilen jelatin tozlarının köpük ve emülsiyon özellikleri ile yağ bağlama ve su tutma kapasitelerini geliştirdiğini tespit etmişlerdir. Bununla birlikte, bazı araştırmacılar püskürtmeli kurutma işlemi ile daha düşük nem içeriği, higroskopik özellik ve su aktivite değeri (Kuck ve

Noreña, 2016; Rezende vd., 2018) tespit ederken dondurarak kurutma işlemi ile daha düşük nem ve su aktivitesi değeri bildiren çalışmalar da mevcuttur (Papoutsis vd., 2018).

Gıda ürünlerinin kompleks yapısı ve özelliklerinin çeşitliliği nedeniyle tek bir kurutma tekniği, nihai ürünün kalite gereksinimlerini karşılamak için yetersiz kalabilmektedir. Örneğin, püskürtmeli kurutmanın termal bir işleme dayanıyor olması ve parçacıkların oksijen ile temas etmesi, sıcaklığa ve oksidasyona karşı duyarlı bileşikler için dezavantaj oluşturabilmektedir (Ratti, 2013). Diğer yandan, dondurarak kurutma teknolojisinin vakum altında ve düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesinin sıcaklığa duyarlı malzemelerin renk, aroma ve besin değerlerini yüksek oranda koruyabildiğini ifade eden çalışmalar mevcuttur (Ratti, 2001; Sun vd., 2019). Buna karşın Arsa ve Theerakulkait (2018), pirinç kepeğinden püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerinin aroma bileşikleri üzerine etkilerini inceledikleri çalışmalarında püskürtmeli kurutma işlemi ile elde edilen üründe daha yüksek oranlarda arzu edilen aroma bileşikleri tespit etmişlerdir. Machado vd. (2018) ise hem püskürtmeli hem de dondurarak kurutma yöntemleri ile böğürtlen atıklarından elde edilen antosiyanin örneklerinin yüksek antosiyanin verimi ve antioksidan kapasite gösterdiğini bildirmişlerdir. Gıda bileşenlerini veya hücrelerini neme, ısıya veya oksijene karşı korumak, uçuculuğu yüksek oranda önlemek ve aromayı muhafaza etmek amacıyla kurutma parametrelerinin kontrolünün yanında mikroenkapsülasyon gibi teknolojilerden de yaygın olarak faydalanılmaktadır (Fang ve Bhandari, 2011). Bu nedenle, çalışma sonuçlarında oluşan farklılıklar kullanılan kaplama materyalleri ile de ilişkilendirilebilir. Çizelge 1'deki bulgular incelendiğinde, farklı bileşenlerin mikroenkapsülasyona tabi tutulduğu işlemlerde fenolik bileşiklerin kapsüllenme verimi açısından dondurarak kurutma yönteminin daha etkili olduğu çalışmalar (Saikia vd., 2015; Ballesteros vd., 2017; Papoutsis vd., 2018) mevcutken püskürtmeli kurutma ile daha yüksek kapsülleme verimi elde edilen çalışmalar da (Rocha ve Noreña, 2020) mevcuttur. Bununla birlikte antosiyaninin kapsüllenme verimliliği için yine her

iki kurutma yönteminin de avantajlı olduğu sonuçlar elde edilmiştir. Bu bağlamda Zang vd. (2020) püskürtmeli kurutma işlemi daha etkin olarak ifade ederken Murali vd. (2014) ve Laokuldilok ve Kanhaa (2015) ise dondurarak kurutma işleminde daha yüksek kapsüllenme verimi elde etmişlerdir. Tüm bu çalışmalardan yola çıkılarak mikroenkapsülasyon işlemi için kullanılan kaplama materyalinin hammaddeye, hedef bileşiklere ve kurutma yöntemine uygunluğu da önem arz etmektedir. Ek olarak kurutma işlemlerinin elde edilen toz ürünlerin mikroyapısını etkilediği de bilinmektedir. Püskürtmeli kurutma işleminde ürün damlacık formunda kurutulduğundan doğal olarak küresel partiküller elde edilmektedir. Buna karşın, dondurarak kurutulan örnekler ek bir öğütme işlemine tabi tutulduklarından küresel bir yapıya sahip değildirlir. Genel olarak Çizelge 1'de yer alan literatür çalışmalarında da bu durumu destekler nitelikte püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozların daha küresel bir mikroyapı gösterdiği, dondurarak kurutulmuş örneklerde ise daha keskin kenarlı ve düzensiz parçacıklar elde edildiği rapor edilmiştir.

SONUÇ VE ÖNERİLER

Püskürtmeli kurutma, nihai ürünün partikül boyutu ve dağılımı, nem içeriği, yığın yoğunluğu ve morfoloji gibi özelliklerinde daha iyi kalitede tozlar üretmesi nedeniyle en çok tercih edilen kurutma yöntemlerinin başında gelmektedir. Püskürtmeli kurutmanın yüksek kalitede toz ürün sağlamasının yanında dondurarak kurutmaya kıyasla daha düşük enerji ihtiyacı ve sürekli çalışabilmesi, sağladığı diğer avantajları arasında öne çıkmaktadır. Buna karşın, yöntemin termal işleme dayanması, parçacıkların oksijen ile teması gibi durumlar bu yöntemin dış etkenlere karşı duyarlı gıda bileşenlerinin (protein, fenolik bileşikler, vitaminler, renk maddeleri vb.) bozulma veya kayıplarına neden olabilmektedir. Bu durumda düşük sıcaklıklarda ve vakum altında çalışmaya izin veren dondurarak kurutma yöntemi öne çıkmakta ve böylece sıcaklığa ve oksijene duyarlı bileşiklerin yüksek oranda korunumu sağlanabilmektedir. Kurulum maliyeti ve uzun işlem süresi ise dondurarak kurutma yönteminin en önemli dezavantajlarıdır. Buna ek olarak işlem

sonunda ek bir öğütme işlemi gerektiriyor olması dondurarak kurutma işleminin kullanımını sınırlamaktadır. Buna karşın her iki kurutma tekniğinin oluşturabileceği olumsuzlukların önüne geçebilmek için mikrokapsülasyon işlemi uygulanmaktadır. Bu sayede istenmeyen fiziksel değişikliklere (yapışma, kabuk bağlama, topaklanma vb.) neden olabilecek durumların yanında, kimyasal özelliklerdeki değişimlerin de önüne geçilebilmektedir. Bu noktada hammaddenin fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik özellikleri ile kurutma işlemlerinin son ürünün kalite özellikleri üzerindeki etkileri de göz önüne alınarak kullanılacak kurutma yöntemine karar verilmesi önem kazanmaktadır.

Günümüzde tüketicilerin kaliteli, güvenilir, ilave sentetik katkı maddesi veya koruyucu madde içermeyen sağlıklı ve fonksiyonel gıdalara artan talebini karşılamak için ilgili sektörler çeşitli çalışmalar yapmaktadır. Bu noktada gıda atıklarından özütleme işlemleri sonucu elde edilen fonksiyonel bileşiklerden üretilen tozların önemi ortaya çıkmakta ve bu ürünlere olan taleplerin gelecek yıllarda daha da artacağı tahmin edilmektedir. Bu derleme makale kapsamında potansiyel fonksiyonel bileşik kaynağı olan gıda atıklarının püskürtmeli ve dondurarak kurutma teknikleri ile geri kazanımı, kurutucu sistem mekanizmaları ve uygulamaları tartışılmıştır. Mevcut çalışmanın gıda işleme ve atık değerlendirme konularında çalışan profesyoneller ve araştırmacılar için yol gösterici bir kaynak olabileceği düşünülmektedir.

ÇIKAR ÇATIŞMASI BEYANI

Yazarların, başka kişiler ve/veya kurumlar ile çıkar çatışması bulunmamaktadır.

YAZAR KATKILARI

Tüm yazarlar yayının planlanması ve yazımında eşit oranda katkı sağlamışlardır.

TEŞEKKÜR

Yazarlar olarak, *Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu*'na (TÜBİTAK; Proje no: 217O066) teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR

Adhikari, B. Howes, T., Bhandari, B. R., Troung, V. (2003). Surface stickiness of drops of carbohydrate and organic acid solutions during convective drying: Experiments and modelling. *Dry Technol*, 21(5): 839-873, <https://doi.org/10.1081/DRT-120021689>.

Arsa, S., Theerakulkait, C. (2018). Preparation, aroma characteristics and volatile compounds of flavorings from enzymatic hydrolyzed rice bran protein concentrate. *J Food Sci Agric*, 98(12): 4479-4487; <https://doi.org/10.1002/jsfa.8972>.

Arshadi, M., Attard, T. M., Lukasik, R. M., Brnčić, M., Da Costa Lopes, A. M., Finell, m. et al. (2016). Pre-treatment and extraction techniques for recovery of added value compounds from wastes throughout the agri-food chain. *Green Chem*, 18(23): 6160-6204, <https://doi.org/10.1039/C6GC01389A>.

Assegehegn, G., Brito-de la Fuente, E., Franco, J. M., Gallegos, C. (2019). The importance of understanding the freezing step and its impact on freeze-drying process performance. *J Pharm Sci*, 108(4): 1378-1395, <https://doi.org/10.1016/j.xphs.2018.11.039>.

Ayadi, M. A., Khemakhem, M., Belgith, H., Attia, H. (2008). Effect of moderate spray drying conditions on functionality of dried egg white and whole egg. *J Food Sci*, 73: E281-E287, <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2008.00811.x>.

Ballesteros, L. F., Ramirez, M. J., Orrego, C. E., Teixeira, J. A., Mussatto, S. I. (2017). Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chem*, 237: 623-631, [https://doi.org/10.1016/j.foodchem.\(2017\).05.142](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.(2017).05.142).

Barbosa-Cánovas, G. V., Juliano, P. (2005). Physical and chemical properties of food powders. *Encapsulated and Powdered Foods*, 39 – 71.

Bataglion, G. A., Da Silva, F. M. A., Eberlin, M. N., Koolen H. H. F. (2015). Determination of the phenolic composition from Brazilian tropical fruits by UHPLC-MS/MS. *Food Chem*, 180: 280-

- 287, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.02.059>.
- Bhandari, B. (2013). Introduction to food powders, Handbook of food powders (Bhandari, B., chief ed.), Woodhead Publishing, Sawston, p 688.
- Botrel, D. A., Barros Fernandes, R. V. D., Borges, S. V., Yoshida, M. I. (2014). Influence of wall matrix systems on the properties of spray-dried microparticles containing fish oil. *Food Res Int*, 62: 344-352, <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.02.003>.
- Burgain, J., Petit, J., Scher, J., Rasch, R., Bhandari, B., Gaiani, C. (2017). Surface chemistry and microscopy of food powders, *Prog Surf Sci*, 92(4): 409-429, <https://doi.org/10.1016/j.progsurf.2017.07.002>.
- Cai, Y., ve Corke, H. (2000). Production and properties of spray-dried amaranthus betacyanin pigments. *J Food Sci*, 65: 1248e1252, <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2000.tb10273.x>.
- Cal, K., ve Sollohub, K. (2010). Spray drying technique. I: Hardware and process parameters. *J Pharm Sci*, 99: 575e586, <https://doi.org/10.1002/jps.21886>.
- Cao, X., Zhang, F., Zhao, D., Zhu, D., Li, J. (2018). Effects of freezing conditions on quality changes in blueberries. *J Sci Food Agric*, 98(12): 4673-4679, <https://doi.org/10.1002/jsfa.9000>.
- Calderón-Oliver, M., Pedroza-Islas, R., Escalona-Buendía, H. B., Pedraza-Chaverri, J., Ponce-Alquicira, E. (2017). Comparative study of the microencapsulation by complex coacervation of nisin in combination with an avocado antioxidant extract. *Food Hydrocoll*, 62: 49-57, <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.07.028>.
- Can Karaca, A., Guzel, O., Ak, M. M. (2016). Effects of processing conditions and formulation on spray drying of sour cherry juice concentrate. *J Sci Food Agric*, 96: 449e455, <https://doi.org/10.1002/jsfa.7110>.
- Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., ve Fellman, J. K. (2012). Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine “Carabao” var.) powder. *J Food Eng*, 111: 135e148, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.01.010>.
- Ceballos, A. M., Giraldo, G. I., Orrego, C. E. (2012). Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. *J Food Eng*, 111(2): 360-365, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.02.010>.
- Champagne, C. P., Fustier, P. (2007). Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. *Curr Opin Biotechnol* 18: 184-190, <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2007.03.001>.
- Chan, S. Y., Choo, W. S. (2013). Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks. *Food Chem*, 141(4): 3752-3758, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.06.097>.
- Chegini, G. R., Ghobadian, B. (2005). Effect of Spray-Drying Conditions on Physical Properties of Orange Juice Powder. *Dry Technol*, 23: 657-668, <https://doi.org/10.1081/DRT-200054161>.
- Chegini, G. R., Khazaei, J., Ghobadian, B., Goudarzi, A. M. (2008). Prediction of process and product parameters in an orange juice spray dryer using artificial neural networks. *J. Food Eng*. 84(4): 534-543, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.06.007>.
- Chen, M. L., Ning, P., Jiao, Y., Xu, Z., & Cheng, Y. H. (2021). Extraction of antioxidant peptides from rice dreg protein hydrolysate via an angling method. *Food Chemistry*, 337: 128069, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128069>.
- Chindapan, N., Niamnuy, C., Devahastin, S. (2018). Physical properties, morphology and saltiness of salt particles as affected by spray drying conditions and potassium chloride substitution. *Powder Technol.*, 326, 265-271, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.12.014>.
- Chronakis, I. S., Triantafyllou, A. Ö., Öste, R. (2004). Solid-state characteristics and redispersible properties of powders formed by spray-drying and freeze-drying cereal dispersions

- of varying (1 → 3, 1 → 4)- β-glucan content. *J Cereal Sci*, 40: 183-193, <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2004.03.004>.
- Chuah, L., Rashih, (2012). Optimization of spray drying process parameters of Piper betle L. (Sirih) leaves extract coated with maltodextrin. *J Chem Pharm*, 4(3): 1833-1841. 4, ID: 8315610.
- Correia, R., Grace, M. H., Esposito, D., Lila, M. A. (2017). Wild blueberry polyphenol-protein food ingredients produced by three drying methods: Comparative physico-chemical properties, phytochemical content, and stability during storage. *Food Chem*, 340: 553-562, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.09.063>.
- Cuq, B., Rondet, E., Abecassis, J. (2011). Food powders engineering, between knowhow and science: Constraints, stakes and opportunities, *Powder Technol*, 208(2): 244-251, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2010.08.012>.
- Dalmoro, A., Barba, A. A., Lamberti, G., d'Amore, M. (2012). Intensifying the microencapsulation process: Ultrasonic atomization as an innovative approach. *Eur J Pharm Biopharm*, 80: 471e477, <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2012.01.006>.
- De Leonardis, A., Macciola, V., Iorizzo, M., Lombardi, S. J., Lopez, F., & Marconi, E. (2018). Effective assay for olive vinegar production from olive oil mill wastewaters. *Food chemistry*, 240, 437-440, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.159>.
- Delgado, A. E., Rubiolo, A. C. (2005). Microstructural changes in strawberry after freezing and thawing processes. *Lebensmittel-Wiss. U.-Technol*, 38(2): 135-142, <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2004.04.015>.
- Dhanalakshmi, K. Ghosal, S., Bhattacharya, S. (2011). Agglomeration of Food Powder and Applications. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 51(5) : 432-441; DOI: 10.1080/10408391003646270.
- Donsì, G., Ferrari, G., Matteo, D. I. (2001). Utilization of combined processes in freeze-drying of shrimps. *Food Bioprod Process*, 79(3): 152-159, DOI: 10.1205/096030801750425244.
- Dorđević, V., Balanč, B., Belščak-Cvitanović, A., Lević, S., Trifković, K., Kalušević, A., Kostić, I., Komes, D., Bugarski, B., Nedović, V. (2015). Trends in Encapsulation Technologies for Delivery of Food Bioactive Compounds. *Food Eng Rev*, 7: 452-490, <https://doi.org/10.1007/s12393-014-9106-7>.
- Duan, X., Yang, X., Ren, G., Pang, Y., Liu, L., Liu, Y. (2016). Technical aspects in freeze-drying of foods. *Dry Tech*, 34(11): 1271-1285, <https://doi.org/10.1080/07373937.2015.1099545>.
- Elez Garofulić, I., Zorić, Z., Pedisić, S., Dragović-Uzelac, V. (2016). Optimization of sour cherry juice spray drying as affected by carrier material and temperature. *Food Technol Biotech*, 54(4), 441-449.
- Ermiş, E., Karasu, E. N. (2020). Spray drying of de-oiled sunflower protein extracts: functional properties and characterization of the powder. *Gıda: J Food*, 45 (1): 39-49, DOI: 10.15237/gıda.GD19096.
- Fang, Z. X., Bhandari, B. (2011). Effect of spray drying and storage on the stability of bayberry polyhenols. *Food Chem*, 129: 1139-1147, DOI: 10.1016/j.foodchem.2011.05.093.
- Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Kalbasi Ashtari, A., Omid, M. (2012). Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food Bioprod Process*, 90: 667e675, <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2012.04.006>.
- Fonte, P., Reis, S., Sarmento, B. (2016). Facts and evidences on the lyophilization of polymeric nanoparticles for drug delivery. *J. Control. Release*, 225: 75-86, <https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2016.01.034>.
- Gaidhani, K. A., Harwalkar, M., Bhambere, D., Nirgude, P. S. (2015). Lyophilization/freeze drying—a review. *World J Pharm Res*, 4(8): 516-543.
- Galanakis, C. M., Tornberg, E., Gekas, V. (2010). Clarification of high-added value products from olive mill wastewater. *J Food Eng*, 99: 190-197, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.02.018>.

- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voille, A. and Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients. *Food Res Int*, 40(9): 1107-1121, <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2007.07.004>.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2010). A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innov Food Sci Emerg Technol*, 11(2): 342-351, <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2009.12.001>.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2003). Spray drying performance of a laboratory spray dryer for tomato powder preparation. *Dry Technol*, 21(7):1273-1289, DOI: 10.1081/DRT-120023180.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G., Kazakis, N. A. (2004). Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. *Dry Technol*, 22(5): 1129-1151, DOI: 10.1081/DRT-120038584.
- Goula, A. M. (2017). Implications of non-equilibrium state glass transitions in spray-dried sugar-rich foods. In *Non-Equilibrium States and Glass Transitions in Foods*, Woodhead Publishing, Sawston, (Bhandari, B., chief ed.), pp. 253-282.
- Gu, M., Fang, H., Gao, Y., Su, T., Niu, Y., Yu, L. (2020). Characterization of enzymatic modified soluble dietary fiber from tomato peels with high release of lycopene. *Food Hydrocoll*, 99: 105321, <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105321>.
- Haggag, Y. A., Faheem, A. M. (2015). Evaluation of nano spray drying as a method for drying and formulation of therapeutic peptides and proteins. *Front Pharmacol*, 6, 140.
- Haque, M. A., Timilsena, Y. P., Adhikari, B. (2015). *Spray drying. Drying Technologies for Foods: Fundamentals ve Applications* New India Publishing Agency, India, (Nema, P. K., chief ed.), pp.79-106.
- Hashtjin, A. M., Abbasi, S. (2015). Nano-emulsification of orange peel essential oil using sonication and native gums. *Food Hydrocoll*, 44: 40-48, <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.08.017>.
- Herrero M., Sánchez-Camargo, A. P., Cifuentes, A., Ibáñez, E. (2015). Plants, seaweeds, microalgae and food by-products as natural sources of functional ingredients obtained using pressurized liquid extraction and supercritical fluid extraction. *Trends Analyt Chem*, 71: 26-38, <https://doi.org/10.1016/j.trac.2015.01.018>.
- Hua, M., Lu, J., Qu, D., Liu, C., Zhang, L., Li, S., Chen, J., Sun, Y. (2019). Structure, physicochemical properties and adsorption function of insoluble dietary fiber from ginseng residue: A potential functional ingredient. *Food Chem*, 286: 522-529, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.01.114>.
- Intipunya, P., Bhandari, B. R. (2010). Chemical deterioration and physical instability of food and beverages. *Handbook on Spray Drying Applications for Food Industries*, Woodhead Publishing, , Sawston, (Skibsted, L., chief ed.), pp.663-700.
- Jafari, S. M., Ghalenoei, M. G., Dehnad, D. (2017). Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technol*, 311: 59-65, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.01.070>.
- Kalogeropoulos, N., Chiou, A., Pyriochou, V., Peristeraki, A., Karathanos, V. T. (2012). Bioactive phytochemicals in industrial tomatoes and their processing byproducts. *LWT - Food Sci Technol*, 49(2): 213-216, <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.12.036>.
- Kawasaki, H., Shimanouchi, T., Kimura, Y. (2019). Recent development of optimization of lyophilization process. *J Chem*, 2019, <https://doi.org/10.1155/2019/9502856>.
- Keshani, S., Daud, W. R. W., Nourouzi, M. M., Namvar, F., Ghasemi, M. (2015). Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. *J Food Eng*, 146: 152-162, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.09.004>.
- Kuck, L. S., Noreña, C. P. Z. (2016). Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. *Food Chem*, 194: 569-576.

- [https://doi.org/10.1016/j.foodchem.\(2015\).08.066](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.(2015).08.066).
- Kumar, G., Prashanth, N., Kumari, B. (2011). Fundamentals and applications of lyophilization. *J Adv Pharm Res*, 2(4): 157-169.
- Laokuldilok, T., Kanha, N. (2015). Effects of processing conditions on powder properties of black glutinous rice (*Oryza sativa* L.) bran anthocyanins produced by spray drying and freeze drying. *LWT - Food Sci Technol*, 64(1): 405-411. [https://doi.org/10.1016/j.lwt.\(2015\).05.015](https://doi.org/10.1016/j.lwt.(2015).05.015).
- León-Martínez, F. M., Méndez-Lagunas, L. L., Rodríguez-Ramírez, J. (2010). Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydr Polym*, 81(4): 864-870, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.03.061>.
- Lin, C. S. K., Pfaltzgraff, L. A., Herrero-Davila, L., Mubofu, E. B., Abderrahim, S., Clark, J. H., Koutinas, A. A., Kopsahelis, N., Stamatelatos, K., Dickson, F., et al. (2013). Food waste as a valuable resource for the production of chemicals, materials and fuels. Current situation and global perspective. *Energy Environ Sci*, 6, 426-464, <https://doi.org/10.1039/C2EE23440H>.
- Looi, Y. F., Ong, S. P., Julkifle, A., Alias, M. S. (2019). Effects of pretreatment and spray drying on the physicochemical properties and probiotics viability of Moringa (*Moringa oleifera* Lam) leaf juice powder. *J Food Process Preserv*, 43(4): e13915, <https://doi.org/10.1111/jfpp.13915>.
- Luque, R., Clark, H. J. (2013). Valorisation of food residues: Waste to wealth using green chemical Technologies. *Sustain Chem Process*, 1, 10-12, <https://doi.org/10.1186/2043-7129-1-10>.
- Maa, Y. F., Costantino, H., Nguyen, P. A., ve Hsu, C. (1997). The effect of operating and formulation variables on the morphology of spray dried protein particles. *Pharm Dev Technol*, 2: 213e223, <https://doi.org/10.3109/10837459709031441>.
- Machado, A. P. D., Rezende, C. A., Rodrigues, R. A., Barbero, G. F., Rosa, P. D. V. E., Martinez, J. (2018). Encapsulation of anthocyanin-rich extract from blackberry residues by spray-drying, freeze-drying and supercritical antisolvent. *Powder Technol*, 340: 553-562, [https://doi.org/10.1016/j.powtec.\(2018\).09.063](https://doi.org/10.1016/j.powtec.(2018).09.063).
- Makris, D. P., Boskou, G., Andrikopoulos, N. K. (2007). Polyphenolic content and in vitro antioxidant characteristics of wine industry and other agri-food solid waste extracts. *J Food Compos Anal*, 20(2): 125-132, <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2006.04.010>.
- Malamatari, M., Charisi, A., Malamataris, S., Kachrimanis, K., Nikolakakis, I. (2020). Spray drying for the preparation of nanoparticle-based drug formulations as dry powders for inhalation. *Processes*, 8(7), 788, <https://doi.org/10.3390/pr8070788>.
- Marques L. G., Freire, J. T. (2005). Analysis of freeze-drying of tropical fruits. *Drying Technol*, 23(9-11): 2169-2184, <https://doi.org/10.1080/07373930500212438>.
- Marques, G. R., Borges, S. V., Mendonça, K. S. D., Fernandes, R. V. B., Menezesab, E. G. T. (2014). Application of maltodextrin in green corn extract powder production. *Powder Technol*, 263: 89-95, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.05.001>.
- Menon, A., Stojceska, V., Tassou, S. A. (2020). A systematic review on the recent advances of the energy efficiency improvements in non-conventional food drying technologies. *Trends in Food Sci Tech*, 100: 67-76, <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.03.014>.
- Miller, D. A., Gil, M. (2012). Spray-drying technology. In: *Formulating Poorly Water Soluble Drugs, AAPS Advances in the Pharmaceutical Sciences Series*, Robert O. W., Alan B. W., Dave A. M. (ed.), Springer, New York, pp. 363-442.
- Mirabella N., Castellani V., Sala, S. (2014). Current options for the valorization of food manufacturing waste: a review. *J Clean Prod*, 65: 28-41, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.10.051>.
- Morgan CA, Herman N, White PA, Vesey G. (2006). Preservation of micro-organisms by drying; a review. *J Microbiol Methods*, 66(2): 183-19, <https://doi.org/10.1016/j.mimet.2006.02.017>.

- Moses, J. A., Norton, T., Alagusundaram, K., Tiwari, B. K. (2014). Novel drying techniques for the food industry. *Food Eng Rev*, 6(3): 43–55, DOI 10.1007/s12393-014-9078-7.
- Munekata, P. E. S., Franco, D., Trindade, M. A., Lorenzo, J. M. (2016). Characterization of phenolic composition in chestnut leaves and beer residue by LC-DAD-ESI-MS. *LWT - Food Sci Technol*, 68: 52-58, <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.11.017>.
- Murador, D. C., Braga, A. R. C., Martins, P. L., Mercadante, A. Z., & de Rosso, V. V. (2019). Ionic liquid associated with ultrasonic-assisted extraction: A new approach to obtain carotenoids from orange peel. *Food research international*, 126: 108653, <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.108653>.
- Murali, S., Kar, A., Mohapatra, D., Kalia, P. (2014). Encapsulation of black carrot juice using spray and freeze drying. *Food Sci Technol Int*, 21(8); <https://doi.org/10.1177/1082013214557843>.
- Muzaffer, K., Kumar, P. (2015). Parameter optimization for spray drying of tamarind pulp using responsesurface methodology. *Powder Technol*, 279: 179-184, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.010>.
- Neacsua, I. M., Vaughana, N., Raikosa, V., Multaria, S., Duncanb, G. J., Duthiea, G. G., Russella, G. W. (2015). Phytochemical profile of commercially available food plant powders: their potential role in healthier food reformulations. *Food Chem*, 179: 159-169, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.01.128>.
- Nindo, C. I., Tang, J., (2007). Refractance Window dehydration technology: a novel contact drying method. *Dry Technol*, 25: 37–48, <https://doi.org/10.1080/07373930601152673>.
- Nireesha, G. R., Divya, L., Sowmya, C., Venkateshan, N. N. B. M., Lavakumar, V. (2013). Lyophilization/freeze drying-an review. *Int J Novel Trends Pharm Sci*, 3(4): 87-98, <https://scienztech.org/ijntps/article/view/96>.
- Nuzzo, M., Millqvist-Fureby, A., Sloth, J., Bergenstahl, B. (2015). Surface composition and morphology of particles dried individually and by spray drying. *Dry Technol*, 33(6), 757-767.
- Oliveira, T. I. S., Rosa, M. F., Cavalcante, F. L., Pereira, P. H. F., Moates, G. K., Wellner, N., Azeredo, H. M. C. (2016). Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chem*, 198: 113–118, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.08.080>.
- Oreopoulou, V., Tzia, C. (2007). Utilization of plant by-products for the recovery of proteins, dietary fibers, antioxidants, and colorants, Utilization of by-products and treatment of waste in the food industry. *Science and Business Media*, (Oreopoulou, V. chief ed.), 209-232.
- Papoutsis, K., Golding, C. B., Vuong, Q., Pristijono, P., Stathopoulos, C. E., Scarlett, C. J., Bowyer, M. (2018). Encapsulation of Citrus By-Product Extracts by Spray-Drying and Freeze-Drying Using Combinations of Maltodextrin with Soybean Protein and ι -Carrageenan. *Foods*, 7(7): 115; <https://doi.org/10.3390/foods7070115>.
- Pereira, P. H. F., Oliveira, T. I. S., Rosa, M. F., Cavalcante, F. L., Moates, G. K., Wellner, N., Azeredo, H. M. C. (2016). Pectin extraction from pomegranate peels with citric acid. *Int J Biol Macromol*, 88: 373–379, <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.03.074>.
- Pereira, R. M., López, B. G. C., Diniz, S. N., Antunes, A. A., Garcia, D. M., Oliveira, C. R., & Marcucci, M. C. (2017). Quantification of flavonoids in Brazilian orange peels and industrial orange juice processing wastes. *Agricultural Sciences*, 8(07): 631, Doi: 10.4236/as.2017.87048.
- Phisut, N. (2012). Spray drying technique of fruit juice powder: Some factors influencing the properties of product. *Int Food Res J*, 19: 1297-1306.
- Pikal, M. J. (2002). Freeze drying. In *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*, Marcel Dekker, New York (2002), pp. 1299-1326.
- Pisano, R., Barresi A. A., Fissore, D. 2011 Innovation in monitoring food freeze drying. *Dry Technol*, 29 (16): 1920-1931, <https://doi.org/10.1080/07373937.2011.596299>.

- Prinn, K. B., Costantino, H. R., Tracy, M. (2002). Statistical Modeling of protein spray drying at the lab scale. *AAPS PharmSciTech*, 3: 32–39, <https://doi.org/10.1208/pt030104>.
- Putnik, P., Bursać Kovacević, D., Režek Jambrak, A., Barba, F. J., Cravotto, G., Binello, A., Shpigelman, A. (2017). Innovative “green” and novel strategies for the extraction of bioactive added value compounds from citruswastes. *Molecules*, 22(5), <https://doi.org/10.3390/molecules22050680>.
- Ratti, C. (2001). Hot air and freeze-drying of high-value foods: A review. *J Food Eng*, 49 (4): 311-319, [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(00\)00228-4](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(00)00228-4).
- Ratti, C. (2013). Freeze drying for food powder production. Handbook of Food Powders Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition, (Bhandari, B., chief ed.), Sawston, pp. 57-84.
- Rezende, Y. R. R. S., Nogueira, J. P., Narain, N. (2018). Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. *Food Chem*, 254: 281-291, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.026>.
- Rocha, C. B. D., Noreña, C. P. Z. (2020). Microencapsulation and controlled release of bioactive compounds from grape pomace. *Dry Technol*, 1-15, DOI: 10.1080/07373937. (2020).1741004.
- Rodríguez, R., Jiménez, A., Fernández-Bolaños, J., Guillén, R., Heredia. A. (2006). Dietary fibre from vegetable products as source of functional ingredients. *Trends Food Sci Technol*, 17, 3-15, <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2005.10.002>.
- Saikia, S., Mahnot, N. K., Mahanta, C. L. (2015). Optimisation of phenolic extraction from *Averrhoa carambola* pomace by response surface methodology and its microencapsulation by spray and freeze drying. *Food Chem*, 171: 144-152, [https://doi.org/10.1016/j.foodchem.\(2014\).08.064](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.(2014).08.064).
- Salem, A., Fakhfakh, N., Jridi, M., Abdelhedi, O., Nasri, M., Debeaufort, F., Zouari, N. (2020). Microstructure and characteristic properties of dogfish skin gelatin gels prepared by freeze/spray-drying methods. *Int J Biol Macromol*, 162: 1-10, [https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.\(2020\).06.033](https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.(2020).06.033).
- Schössler, K., Jäger, H., Knorr, D. (2012). Novel contact ultrasound system for the accelerated freeze-drying of vegetables. *Innov Food Sci Emerg Technol*, 16: 113-120, <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2012.05.010>.
- Searles, J. A., Aravapalli, S., Hodge, C. (2017). Effects of chamber pressure and partial pressure of water vapor on secondary drying in lyophilization. *AAPS PharmSciTech*, 18(7): 2808-2813, <https://doi.org/10.1208/s12249-017-0768-3>.
- Shishir, M. R. I., Chen, W. (2017). Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends Food Sci Technol*, 65: 49-67. [https://doi.org/10.1016/j.tifs.\(2017\).05.006](https://doi.org/10.1016/j.tifs.(2017).05.006).
- Souza, A. S., Borges, S. V., Magalhães, N. F., Ricardo, H. V., Cereda, M. P., Daiuto, E. R. (2009). Influence of spray drying conditions on the physical properties of dried pulp tomato. *Food Sci Technol*, 29(2): 291-294, <https://doi.org/10.1590/S0101-20612009000200008>.
- Sun, Q., Zhang, M., Mujumdar, A. S. (2019). Recent developments of artificial intelligence in drying of fresh food: A review. *Food Sci Nutr*, 59(14): 2258-2275, <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1446900>.
- Sun, X., Cameron, R. G., Bai, J. (2020). Effect of spray-drying temperature on physicochemical, antioxidant and antimicrobial properties of pectin/sodium alginate microencapsulated carvacrol. *Food Hydrocoll*, 100: 105420, <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105420>.
- Telang, A. M., Thorat, B. N. (2010). Optimization of process parameters for spray drying of fermented soy milk. *Dry Technol*, 28 (12): 1445-1456, <https://doi.org/10.1080/07373937.2010.482694>.

- Toledo, R., (2007). *Fundamentals of Food Process Engineering*, (Heldman, D. R. Chief ed.), 3rd ed. Aspen Publishers, Inc., Athens, GA, ISBN: 978-3-319-90097-1.
- Tontul, İ., Topuz, A. (2017). Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends Food Sci Technol*, 63: 91-102, <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.03.009>.
- Tsouko, E., Alexandri, M., Fernandes, K. V., Guimarães Freire, D. M., Mallouchos, A., Koutinas, A. A. (2019). Extraction of Phenolic Compounds from Palm Oil Processing Residues and Their Application as Antioxidants. *Food Technol Biotechnol*, 57(1): 29-38, <https://doi.org/10.17113/ftb.57.01.19.5784>.
- Venturi, F., Sanmartin, C., Taglieri, I., Nari, A., Andrich, G., Terzuoli, E., ... & Zinnai, A. (2017). Development of phenol-enriched olive oil with phenolic compounds extracted from wastewater produced by physical refining. *Nutrients*, 9(8): 916, <https://doi.org/10.3390/nu9080916>.
- Vidović, S. S., Vradić, J. Z., Vaštag, Z. G., Zeković, Z. P., Popović, L. M. (2014). Maltodextrin as a carrier of health benefit compounds in *Satureja montana* dry powder extract obtained by spray drying technique. *Powder Technol*, 258: 209-215, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.03.038>.
- Voda, A., Homan, N., Witek, M., Duijster, A., Van Dalen, G., Van der Sman, R., et al. (2012). The impact of freeze-drying on microstructure and rehydration properties of carrot. *Food Res Int*, 49(2): 687-693, <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.08.019>.
- Yan, J. K., Wu, L. X., Cai, W. D., Xiao, G. S., Duan, Y., & Zhang, H. (2019). Subcritical water extraction-based methods affect the physicochemical and functional properties of soluble dietary fibers from wheat bran. *Food chemistry*, 298, 124987, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.124987>.
- Yerlikaya, S., Şen Arslan, H. (2019). Dondurularak ve püskürterek kurutulmuş süt tozlarının bazı mikrobiyolojik ve fizikokimyasal özelliklerinin karşılaştırılması. *Bitlis Eren Univ J Sci & Technol*, 8(2): 677 – 687, <https://doi.org/10.17798/bitlisfen.511313>.
- Yılmaz F. M., Görgüç A., Gençdağ E. (2021). Recovery and Purification of Antioxidant Compounds from Plant Origin Agro-Industrial By-products. In: Ekiert H. M., Ramawat K. G., Arora J. (eds.) *Plant Antioxidants and Health*. Reference Series in Phytochemistry. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-45299-5_24-2.
- Yu, Y., Lv, Y. (2019). Degradation kinetic of anthocyanins from rose (*Rosa rugosa*) as prepared by microencapsulation in freeze-drying and spray-drying. *International Int. J. Food Prop* 22(1): 2009 – 2021; <https://doi.org/10.1080/10942912.2019.1701011>.
- Zaky, A. A., Abd El-Aty, A. M., Ma, A., & Jia, Y. (2020). An overview on antioxidant peptides from rice bran proteins: extraction, identification, and applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1-13, <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1842324>.
- Zhang, R., Zhou, L., Li, J., Oliveira, H., Yang, N., Jin, W., Zhu, Z., Li, S., He, J. (2020). Microencapsulation of anthocyanins extracted from grape skin by emulsification/internal gelation followed by spray/freezing-drying techniques: Characterization, stability and bioaccessibility. *LWT - Food Sci Tech*, 123: 109097, <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109097>.
- Zhu, Z. J. He, J., Liu, G., Barba, F. J., Koubaa, M., Ding, L. et al. (2016). Recent insights for the green recovery of inulin from plant food materials using non-conventional extraction technologies: A review. *Innov Food Sci Emerg Tech*, 3: 1-9, DOI: 10.1016/j.ifset.2015.12.023.
- Ziaee, A., Albadarin, A. B., Padrela, L., Femmer, T., O'Reilly, E., Walker, G. (2019). Spray drying of pharmaceuticals and biopharmaceuticals: Critical parameters and experimental process optimization approaches. *Eur. J. Pharm. Sci*, 127: 300-318, <https://doi.org/10.1016/j.ejps.2018.10.02>.