

Santrifüj Destekli Dondurarak Konsantrasyon Yöntemi İle Farklı Yağ İçeriğindeki Sütlerin Konsantre Edilmesi

Hale BAYKAL¹, Safiye Nur DİRİM^{2*}

¹Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği, İzmir, Türkiye 1; halebaykal1@gmail.com

²Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği, İzmir, Türkiye 2; nur.dirim@ege.edu.tr

*Sorumlu Yazar; nur.dirim@ege.edu.tr; (+90) 232 311 3012

Gönderme tarihi:13/05/2019

Kabul tarihi: 20/06/2019

ÖZET

Bu çalışmada, santrifüj destekli blok dondurarak konsantrasyon tekniğinin farklı yağ içeriğindeki sütlere (yağlı (%3,3), yarım yağlı (%1.5) ve az yağlı (%0.1)) uygulanarak konsantre süt üretimi hedeflenmiştir. Bu amaçla, yağlı süt (11.75°Briks), yarım yağlı süt (10.57°Briks) ve az yağlı süt (9.10°Briks) santrifüj tüplerine doldurulmuş ve statik dondurucuda (24°C, 12 sa) dondurulmuş ve donmuş örnekler santrifüj (25°C, 4500 rpm, 35 dak) edilmiştir. Buz fazdan ayrıldıktan sonra elde edilen konsantre faz aynı koşullarda tekrar dondurulmuştur ve aynı işlemler tekrar edilmiştir (döngü). Konsantre süt örneklerinin suda çözünür kuru madde miktarı (SÇKM), protein ve yağ içerikleri (%), erime fraksiyonu (f), konsantrasyon yüzdesi (KY), konsantrasyon verimi (η) ve geri kazanılan sıvı miktarı (Y) hesaplanmıştır. Ayrıca konsantre süt örneklerinin donma davranışları belirlenmiştir. İkinci döngü sonunda konsantre süt örneklerinin SÇKM içerikleri yağlı, yarım yağlı ve az yağlı süt için sırasıyla 25.43°Briks, 18.56°Briks ve 17.40°Briks'e ulaştığı gözlenmiştir. Dondurarak konsantrasyon işlemi ile sütün en değerli bileşenlerinden olan süt proteini ve yağının tamamına yakın kısmı konsantre kısımda tutulduğu belirlenmiştir. Konsantre süt örneklerinin konsantrasyon verimi değeri %83-63 ve geri kazanılan sıvı miktarı değeri ise 0.85-0.61 arasında değişim gözleendiği belirlenmiştir. Sütlerin farklı yağ içeriğine sahip olmasının donma süresinde etkisi önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$).

Anahtar Kelimeler: Süt; Konsantre süt, Dondurarak konsantrasyon, Donma davranışı.

The Concentration of Milk with Different Fat Contents by Freeze Concentration Assisted by Centrifugation

ABSTRACT

The aim of this study was to provide concentrated milk production by applying by freeze concentration assisted by centrifugation technique to milk with different fat contents (whole milk (3.3%), semi-skimmed milk (1.5%) and skimmed milk (0.1%)). For this purpose, whole milk (11.75°Brix), semi-skimmed milk (10.57°Bx) and skimmed milk (9.10°Bx) were filled in centrifuge tubes and frozen in a static freezer (24°C, 12 h) and frozen samples were centrifuged (4500 rpm, 35 min, 25°C). The concentrated solution which was obtained after the removal of formed ice by filtration was frozen again at the same conditions and the same processes were repeated (cycle). The total soluble dry matter contents (°Bx), protein and fat contents (%), the thawing fraction (f), percentage of concentrate (KY), efficiency of concentration (η) and recovered solute values (Y) were calculated for each cycle. In addition, freezing behaviors of concentrated milk samples were determined. At the end of the second cycle, it was observed that the concentrated milk samples reached 25.43°Bx, 18.56°Bx and 17.40°Bx for whole, semi-skimmed and skimmed milk, respectively. By the freeze concentration process, it was determined that the milk protein and fat, which are the most valuable components of the milk, were kept in the concentrated part. The efficiency of concentration and recovered solute values of concentrated milks ranged between 83-63% and 0.85-0.61, respectively. The effect of the milk with different fat contents on freezing time was found to be insignificant ($p>0.05$).

Keywords: Milk, Concentrated milk, Freeze concentration, Freezing behavior.

1. GİRİŞ

İnsan beslenmesinde sütün oldukça önemli bir yeri vardır. Süt, içerdiği protein, yağ, laktoz, mineral maddeler ve vitamin yönünden oldukça zengin bir besin maddesi olarak bilinmektedir (Demirgöl ve Sağdıç, 2018). Sütün bu üstün besin niteliğinden daha çok yararlanmak amacıyla raf ömrünü uzatmak ve değişik nitelikli ürünler elde etmek için çeşitli süt ürünleri üretim teknolojileri geliştirilmiştir (Tuna ve Arslan, 2016). Sütü uzunca bir süre dayanıklı hale getirmede en yaygın olarak uygulanan yöntemler; sterilizasyon, konsantre etme ve kurutma teknolojileridir (Anonim, 2019).

Sıvı haldeki gıdaların konsantre edilmesinde evaporasyon, ters ozmos ve dondurarak konsantrasyon teknikleri kullanılmaktadır (Aider ve de Halleux, 2009; Dinçer ve Topuz, 2009). Süt ve süt ürünlerin konsantre edilmesi amacıyla genellikle evaporasyon işlemi uygulanmaktadır. Evaporasyon işlemi ile yüksek konsantrasyon seviyelerine (>50°Briks) ulaşılırken, bu işlem düşük ürün kalitesi sağlamaktadır. Ters osmoz işlemi ise konsantre sütte elde edilebilecek maksimum konsantrasyon (30°Briks) evaporasyon işlemine nazaran nispeten düşüktür (Sánchez ve ark., 2011). Bununla birlikte ters ozmos işleminde membran gözeneklerinin tıkanma ve yırtılma problemleri olduğundan membranların düzenli olarak temizlenmesi ve değiştirilmesi gerekmektedir (Dinçer ve Topuz, 2009). Ayrıca membranların maliyeti de oldukça yüksektir. Dondurarak konsantrasyon tekniği, düşük sıcaklıklarda gerçekleştiğinden günümüzde süt ve süt ürünlerinin konsantre edilmesinde evaporasyon ve ters ozmos teknolojilerine iyi bir alternatif olabilmektedir.

Dondurarak konsantrasyon işlemi, dondurulmuş çözeltiden buz kristallerinin ayrılması ile daha konsantre bir ürün elde edilmesi işlemidir (Petzold ve ark., 2013). Dondurarak konsantrasyon tekniği protein, yağ, suda çözünür vitaminler ve aromatik bileşenler gibi ısıya duyarlı ürünlerinin konsantre edilmesinde avantaj oluşturmakta ve bu ürünler bozulmadan uzun süre muhafaza edilebilmekte ya da kurutma gibi daha sonraki işlem basamaklarına hazır hale gelmektedir (Dinçer ve Topuz, 2009; Bektaş, 2017). Bu avantajlar dikkate alındığında birçok araştırmacı dondurarak konsantrasyon işlemi ile tam yağlı süt (Chen ve Chen, 2000), yağsız süt (Habib ve Farid, 2007), peynir altı suyu (Aider ve ark., 2007) ve meyve suları (Sánchez ve ark., 2009; Bektaş, 2017) gibi ürünleri konsantre etmişlerdir. Dondurarak konsantrasyon işlemi üç farklı teknikte gerçekleştirilmektedir (Aider ve de Halleux, 2009). Bunlar süspansiyon, film ve blok dondurarak konsantrasyon teknikleridir. Süspansiyon dondurarak konsantrasyon tekniği; buz kristallerinin oluşturulduğu bir kristalizatör (yüzey kazıyıcılı ısı değiştirici), buz kristallerinin geliştirildiği olgunlaşma tankı (rekristalizatör) ve buz kristallerinin konsantreden ayrıldığı ayırma birimi olmak üzere üç temel birimden oluşmaktadır (Dinçer ve Topuz, 2009; Bektaş, 2017). Film dondurarak konsantrasyon tekniği; konsantre edilecek üründe mevcut bulunan suyun soğutulmuş bir yüzeyin üzerinden akması sırasında ürün içerisindeki buzun kristalleştirilmesi işlemidir. Film dondurarak konsantrasyon tekniğinin tabakalı ve aşamalı film dondurarak konsantrasyon teknikleri olmak üzere iki farklı yöntemi bulunmaktadır (Sánchez ve ark., 2009). Blok dondurarak konsantrasyon tekniği ise; donma, erime ve ayırma olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır (Pardo ve Sánchez, 2015). Bu teknikte konsantre edilecek ürün önce dondurulur ve daha sonra çeşitli koşullar altında (sıcaklık, basınç, zaman, santrifüj hızı vb.) eritilerek, konsantre faz ile buz faz birbirinden ayrılmaktadır (Bektaş, 2017). Santrifüj, dondurarak konsantrasyon işleminde buz kısmın yerçekimi kuvveti uygulanarak konsantre kısımdan ayrılmasında bir alternatif oluşturmaktadır (Petzold ve Aguilera, 2013).

Bu çalışmada, santrifüj destekli blok dondurarak konsantrasyon tekniğinin farklı yağ içeriğindeki sütlere (yağlı (%3,3), yarım yağlı (%1.5) ve az yağlı (%0.1)) uygulanması ve bu tekniğin konsantre süt ürünlerinde çözünür kuru madde miktarı, yağ ve protein içerikleri üzerine etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. Ayrıca konsantre süt ürünlerinin erime fraksiyonu, konsantrasyon yüzdesi, konsantrasyon verimi ve geri kazanılan sıvı miktarı

hesaplanmıştır. Süt ve konsantre süt örneklerinin donma davranışları da belirlenmiştir. Bu çalışma konsantre süt üzerine yapılacak çalışmaların bilgi alt yapısına destek sağlamış olacaktır.

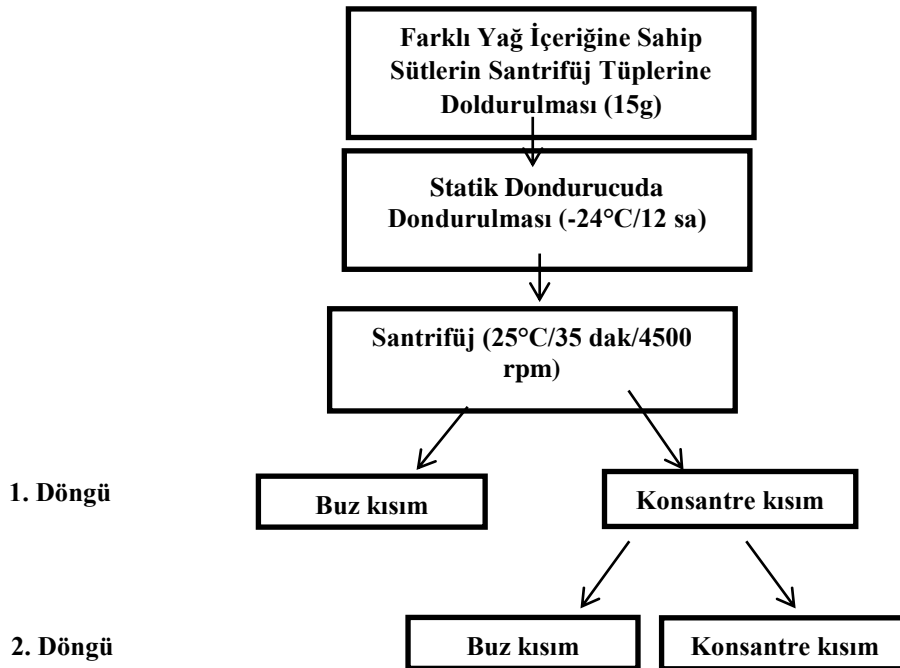
2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1 Materyal

Santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon işleminde kullanılacak olan farklı yağ içeriğindeki sütler (yağlı (%3,3), yarım yağlı (%1.5) ve az yağlı (%0.1)) İzmir'de yerel bir marketten temin edilmiş ve kullanılacağı zamana kadar buzdolabında (+4°C'de) muhafaza edilmiştir.

2.2 Yöntem

Farklı yağ içeriğindeki sütler yaklaşık 15±0.1 g olacak şekilde ısı izolasyonu sağlanmış (cam yünü ile sarılarak) santrifüj tüplerine doldurulmuştur. Örnekler statik dondurucuda (-24°C, 12 sa) dondurulmuştur. Donmuş örnekler, santrifüj (25°C, 35 dak, 4500 rpm) işlemine tabi tutulmuştur. Santrifüj işlemi sonunda konsantre ve buz kısım birbirinden ayrılarak, konsantre süt örnekleri tekrar santrifüj tüplerine doldurulup, aynı işlemlere bir kez daha tekrar edilmiştir (döngü). Çalışmada ikinci döngü sonrası çalışılmış fakat SÇKM miktarı değişmediği ve konsantrasyon verimi azaldığı için bir döngü daha yapılması uygun bulunmamıştır. Santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon tekniğinin genel yöntemi Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon tekniğinin genel yöntemi.

2.3 Analiz Yöntemleri

Konsantre süt denemeleri ve analizler üç tekrar, üç paralel olacak şekilde gerçekleştirilmiştir.

2.3.1 Fiziksel ve Kimyasal Analizler

2.3.1.1 Suda çözünür kuru madde (°Briks):

Süt ve konsantre edilmiş süt örneklerinin her döngüden sonra suda çözünür kuru madde içeriği (°Briks) Hanna (HI 96801, USA) marka dijital refraktometre ile belirlenmiştir.

2.3.1.2 Protein Tayini:

Süt ve konsantre edilmiş süt örneklerinde protein tayini Leco FP-528 Protein/Nitrogen Determinator, USA cihazı ile AOAC 920.87 no'lu yöntem kullanılarak gerçekleştirilmiştir (AOAC, 2005).

2.3.1.3 Yağ tayini:

Süt ve konsantre edilmiş süt örneklerinde yağ tayini Gerber yöntemine göre % olarak belirlenmiştir (Metin, 2009).

2.3.2 Hesaplamalar

Dondurarak konsantrasyon yöntemi ile birinci ve ikinci döngü sonunda elde edilen konsantre sütler tartılarak Eşitlik 1, 2, 3 ve 4'te verilen hesaplamalarda kullanılmıştır.

2.3.2.1 Erime Kesri (f):

Santrifüj ile dondurarak konsantre etme işlemi uygulanan tam yağlı sütün erime kesri (f) her döngü için Nakagawa ve ark. (2010)'a göre hesaplanmıştır (Eşitlik 1).

$$f = \frac{\text{Konsantre ürün ağırlığı (g)}}{\text{Başlangıç ürün ağırlığı (g)}} \quad (1)$$

2.3.2.2 Konsantrasyon Yüzdesi (KY):

Santrifüj ile dondurarak konsantre etme işlemi uygulanan tam yağlı sütün konsantrasyon yüzdesi (KY (%)) her döngü için Petzold ve Aguilera (2013)'ya göre hesaplanmıştır (Eşitlik 2).

$$KY (\%) = \frac{\text{Başlangıç ürün ağırlığı (g)} - \text{Buz ağırlığı (g)}}{\text{Başlangıç ürün ağırlığı (g)}} * 100 \quad (2)$$

2.3.2.3 Konsantrasyon Verimi (η):

Santrifüj ile dondurarak konsantre etme işlemi uygulanan tam yağlı sütün konsantrasyon verimi(η) her döngü için Petzold ve Aguilera (2013)'ya göre hesaplanmıştır (Eşitlik 3).

$$\eta = \frac{\left(\frac{\text{Konsantre edilmiş ürünün toplam}}{\text{suda çözünür kuru madde miktarı (°Bx)}} \right) - \left(\frac{\text{Ayrılan buz kısmın toplam}}{\text{suda çözünür kuru madde miktarı (°Bx)}} \right)}{\text{Konsantre edilmiş ürünün toplam suda çözünür kuru madde miktarı (°Bx)}} * 100 \quad (3)$$

2.3.2.4 Geri Kazanılan Sıvı Miktarı (Y):

Konsantre edilmiş sütün geri kazanılan sıvı miktarı (Y) her döngü için Petzold ve Aguilera (2013)'ya göre hesaplanmıştır (Eşitlik 4).

$$Y = \frac{\text{Konsantre ağırlığı (g)} * \text{toplam suda çözünür kuru madde miktarı (°Bx)}}{\text{Başlangıç ağırlık (g)} * \text{toplam suda çözünür kuru madde miktarı (°Bx)}} \quad (4)$$

2.3.3 Donma davranışının belirlenmesi

Farklı yağ içeriğine sahip konsantre sütlerin donma davranışları gıdanın merkez noktasına yerleştirilen ısı eşler yardımıyla belirlenmiştir. Birinci ve ikinci döngü sonunda elde edilen konsantre sütler cam tüplere konulmuş, statik dondurucuda donma işlemi (-24°C)

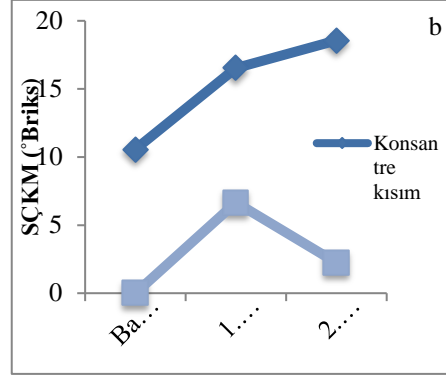
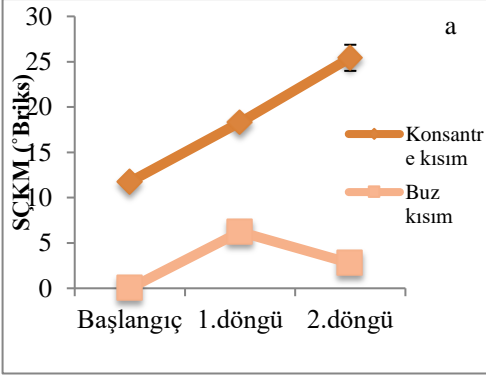
gerçekleştirilmiştir. Tüm denemelerde gıdanın merkez noktasının sıcaklık ölçümü ısı eşler yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Sıcaklık değerleri veri kaydetme cihazı ile kaydedilmiştir. Gıdanın merkez noktası sabit sıcaklığa ulaştığında donma işlemine son verilmiştir.

2.3.4 İstatistiksel Analiz

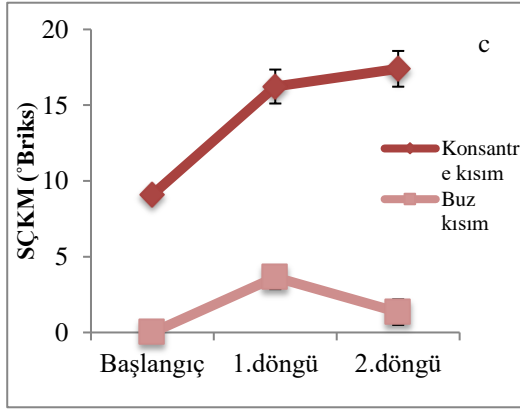
Deneysel sonuçlar ortalama \pm standart sapma olacak şekilde kaydedilerek SPSS 22.0 paket programı (SPSS Inc., USA) ile %95 güven aralığında varyans analizi (ANOVA) ile test edilmiştir.

3. BULGULAR ve TARTIŞMA

Dondurarak konsantrasyon işlemi sırasında kullanılan farklı yağ içeriğine sahip sütlerin konsantre ve buz faz için ayrılan kısımların SÇKM içerikleri Şekil 2’de verilmiştir. Şekil 2’ye göre yağlı sütün santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon yöntemi ile konsantre edilmesi ile ilk döngü sonunda SÇKM içeriği 11.75°Briks’ten 18.30°Brikse, ikinci döngü sonunda ise bu değer 25.43°Briks değerine ulaşmıştır. Yarım yağlı sütün konsantre edilmesi ile ilk döngü sonunda SÇKM içeriği 10.57° Briks’ten 16.53°Brikse, ikinci döngü sonunda ise 18.56°Brikse ulaşırken; az yağlı sütün ise ilk döngü sonunda SÇKM içeriği 9.10°Briks’ten 16.23°Brikse, ikinci döngü sonunda ise 17.40°Brikse ulaşmıştır. Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin SÇKM içerikleri döngü sayısına bağlı olarak arttığı görülmektedir. Döngüler sonunda yağlı sütün SÇKM içeriği başlangıca göre 2.16 kat, yarım yağlı sütün 1.76 kat ve az yağlı sütün ise 1.91 kat arttığı belirlenmiştir. Çalışmada üçüncü döngü sonunda yağlı sütün konsantre kısmının SÇKM içeriği 25.55°Briks değerine sahip olduğunu ve değerini değişmediği gözlenmiştir. Ayrıca yağlı sütün buz kısmının SÇKM içeriği ikinci döngü sonunda 2.76 °Briks değerine sahip iken üçüncü döngü sonunda buz kısmının SÇKM içeriği 18.10°Briks değerine ulaştığından üçüncü döngünün yapılması uygun bulunmamıştır. Dondurarak konsantrasyon tekniğinin farklı yağ içeriğine sahip sütlere uygulanması sonucunda elde edilen konsantre ürünlerin SÇKM içerikleri ile döngü sayısı arasında istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur ($p<0.05$). Tüm örneklerden ayrılan buz kısımlarının SÇKM içerikleri aynı davranışı göstererek birinci döngü sonunda artarken, ikinci döngü sonunda ise azaldığı görülmektedir. Kullanılan sütlerin yağ içerikleri azaldıkça konsantre kısımda tutulan sütün suda çözünür kuru madde bileşenlerinin miktarı da azalmaktadır. Aider ve ark. (2009) yaptıkları çalışmada yağsız peynir altı suyuna (%6,86 \pm 0.39 kuru madde içeriğine sahip) blok dondurarak konsantrasyon tekniğini uygulayarak dört döngü boyunca konsantre etmeye çalışmışlar, birinci ve iki döngü sonunda kuru madde içeriklerini sırasıyla %17.88 \pm 0.56 ve %28.25 \pm 0.46 olarak bulmuşlardır. Çalışmamızda uygulanan yöntem ile hammadde farklılıkları nedeniyle sonuçların literatürde verilen değerlerle doğrudan kıyaslanması mümkün olmamakla birlikte, yağsız süt için iki döngü sonunda elde edilen 17.40°Briks değerinin başarılı olarak kabul edilebileceği düşünülmektedir.



Şekil 2.
ve
kuru
süt, c:az
ile
edilen
sütlerin



Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin başlangıç konsantrasyon işlemi sonucunda elde edilen konsantr ve buz kısımların suda çözünür madde içerikleri (a: yağlı süt, b: yarım yağlı yağlı süt).

Dondurarak konsantrasyon işlemi birinci ve ikinci döngü sonunda elde farklı yağ içeriğine sahip konsantr protein ve yağ içerikleri (%) Tablo 1'de verilmiştir. En yüksek protein içeriğinin

ikinci döngü sonunda konsantr edilmiş yağlı sütte olduğu görülmüştür. Farklı yağ içeriğine sahip konsantr sütlerin % protein içeriği döngü sayısına bağlı olarak arttığı görülmüştür ($p < 0.05$). Benzer bir durum, Aider ve Ounis (2012) tarafından yapılan çalışmada yağsız sütte de görülmüştür. Araştırmacılar yağsız süttün % protein içeriğinin döngü sayısına bağlı olarak arttığını bildirmişlerdir. Başlangıç % protein içeriğini 3.79 ± 0.71 olarak belirtirken; birinci ve ikinci döngü sonunda toplam protein içeriklerini sırasıyla 6.08 ± 0.11 ve 11.37 ± 0.21 olarak bildirmişlerdir. Literatürde bulunan değerlerle kıyaslandığında, çalışmamızda bulunan protein içeriklerinin daha düşük olduğu görülmüştür. Bu farkın uygulanan yöntem farklılığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Farklı yağ içeriğine sahip konsantr sütlerin % yağ içeriğinin de döngü sayısına bağlı olarak arttığı görülmüştür. Yağlı, yarım yağlı ve az yağlı konsantr sütlerin döngüler sonunda % yağ içerikleri başlangıca göre sırasıyla 1.42, 1.77 ve 4.70 kat arttığı görülmektedir. En yüksek % yağ içeriğinin ikinci döngü sonunda konsantr edilmiş yağlı sütte olduğu gözlenmiştir. Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin yağ içerikleri artan SÇKM ve döngü sayısına bağlı olarak istatistiksel olarak anlamlı ölçüde artmıştır ($p < 0.05$). Dondurarak konsantrasyon işlemi ile süttün en değerli bileşenlerinden olan süt proteini ve yağının tamamına yakın kısmının konsantr kısımda tutulduğu belirlenmiştir.

Tablo 1. Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin başlangıç ve konsantr işlemi sonucundaki protein ve yağ içerikleri (%).

Analiz	Döngü	Yağlı süt	Yarım yağlı süt	Az yağlı süt
Protein içeriği	Başlangıç	3.01 ± 0.12^{ay}	3.30 ± 0.24^{az}	2.47 ± 0.06^{ax}
	1.Döngü	7.17 ± 0.14^{bz}	6.23 ± 0.18^{by}	4.33 ± 0.26^{bx}
	2.Döngü			

(%)	2.Döngü	7.67±0.15 ^{cz}	7.37±0.21 ^{cy}	5.33±0.25 ^{cz}
	Başlangıç	3.23±0.12 ^{az}	1.30±0.00 ^{ay}	0.10±0.00 ^{ax}
Yağ İçeriği (%)	1.Döngü	4.30±0.17 ^{bz}	1.90±0.10 ^{by}	0.30±0.00 ^{bx}
	2.Döngü	4.60±0.10 ^{cz}	2.30±0.20 ^{cy}	0.47±0.06 ^{cx}

a-c Aynı yağ içeriğine sahip sütlerin döngüler arasındaki istatistiksel farkı göstermektedir (p<0.05).

x-z Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin aynı döngüler arasındaki istatistiksel farkı göstermektedir (p<0.05).

Yağlı, yarım ve az yağlı konsantre sütlerin tartımından elde edilen veriler Eşitlik 1, 2, 3 ve 4’de verilen hesaplamalarda kullanılmıştır. Elde edilen verilerden her döngü için erime fraksiyonu, konsantrasyon yüzdesi, konsantrasyon verimi ve geri kazanılan sıvı miktarı hesaplanmış ve sonuçları Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 2. Her döngü için geri kazanılan sıvı miktarı, konsantrasyon yüzdesi, konsantrasyon verimi ve erime fraksiyonu.

Örnek	Döngü Sayısı	Erime Fraksiyonu (f)	Konsantrasyon Yüzdesi (%)	Konsantrasyon Verimi (%)	Geri Kazanılan Sıvı Miktarı (kg konsantre faz/kg başlangıç)
Yağlı Süt	1	0.54±0.07 ^{ay}	62.22±2.47 ^{by}	82.52±3.56 ^{bx}	0.85±0.12 ^{ay}
	2	0.51±0.03 ^{ax}	52.61±0.16 ^{ay}	67.01±0.14 ^{ay}	0.80±0.01 ^{ay}
Yarım Yağlı Süt	1	0.49±0.05 ^{ay}	58.25±4.28 ^{by}	83.65±0.75 ^{bx}	0.77±0.02 ^{by}
	2	0.49±0.01 ^{ax}	49.89±0.60 ^{ax}	63.40±0.67 ^{ax}	0.61±0.03 ^{ax}
Az Yağlı Süt	1	0.33±0.05 ^{ax}	47.17±2.27 ^{ax}	84.07±1.40 ^{bx}	0.59±0.09 ^{ax}
	2	0.48±0.01 ^{bx}	45.53±0.06 ^{ax}	62.65±1.28 ^{ax}	0.78±0.02 ^{by}

a-b Aynı yağ içeriğine sahip sütlerin döngüler arasındaki istatistiksel farkı göstermektedir (p<0.05).

x-z Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin aynı döngüler arasındaki istatistiksel farkı göstermektedir (p<0.05).

Erime fraksiyonu (f); konsantre olarak ayrılan faz ağırlığının, başlangıç ağırlığına oranı olarak tanımlanmaktadır. Yapılan çalışmada sonuçlar incelendiğinde, farklı yağ içeriğine sahip sütlerden konsantre olarak ayrılan faz kısımların veya başlangıç ağırlığındaki artma ve azalmaya bağlı gösterdiği davranışlar erime fraksiyonunu etkilemektedir. Konsantre edilmiş sütlerin erime fraksiyonu değerleri incelendiğinde; en yüksek erime fraksiyonu değerine birinci döngü sonunda elde edilen konsantre yağlı sütte (0.54±0.07), en düşük erime fraksiyonu değerine (0.33±0.05) ise birinci döngü sonunda elde edilen konsantre az yağlı sütte olduğu gözlenmiştir. Bu durumun nedeninin konsantre olarak ayrılan miktarın, yağlı sütte daha fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Erime fraksiyonu sonuçlarına bakıldığında, döngü sayısının artmasında bağlı olarak tüm örneklerde farklı bir sonuç sergilenmiştir. Konsantre edilmiş yağlı sütlerde erime fraksiyonu değeri döngü sayısına bağlı olarak azaldığı görülürken, konsantre edilmiş yarım yağlı sütlerde bu değer değişmediği ve konsantre edilmiş az yağlı sütte ise bu değer artış olduğu gözlenmektedir. Birinci ve ikinci

döngü sonunda elde edilen konsantre sütlerin erime fraksiyonu üzerine etkisi istatistiksel olarak anlamlı olmadığı gözlenmiştir ($p>0.05$).

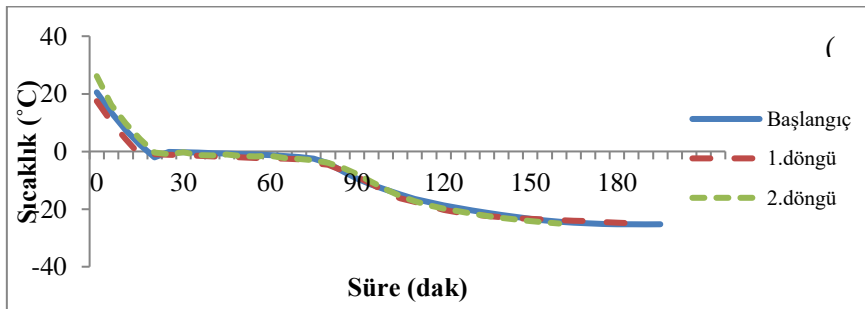
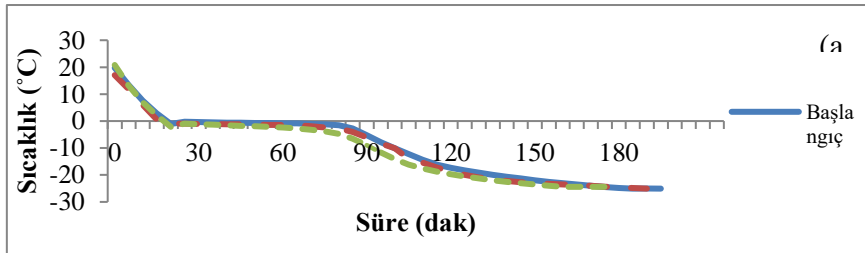
Konsantrasyon yüzdesi (KY), başlangıç ağırlığı ile döngü sonunda buz olarak ayrılan ve eritilen faz ağırlıkları arasındaki farkın başlangıç ağırlığına oranı olarak tanımlanmaktadır. Tüm süt örneklerinde döngü sayısının artmasıyla, konsantrasyon yüzdesi (%) değerlerinin azaldığı gözlenmektedir. Benzer durumun yaban mersini ve ananas suyunda (Petzold ve ark., 2015) da gözlemlendiği belirtilmiştir. Petzold ve ark. (2015) yaptıkları bir çalışmada yaban mersini ve ananas suyu santrifüj destekli blok dondurarak konsantrasyon tekniği (4600 rpm, 20°C, 15 dak) ile üç döngü boyunca konsantre edilmiş ve elde edilen konsantrasyon yüzdesinin yaklaşık olarak %60'a ulaştığı belirtilmiştir. Dondurarak konsantre edilmiş yağlı sütün birinci ve ikinci döngü sonunda elde edilen konsantrasyon yüzdesi değerleri Petzold ve ark. (2015) bulduğu değerlerle uyum içinde olduğu gözlenirken, yarım ve az yağlı sütlerin konsantrasyon yüzdesi değerlerinin daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durumun nedeninin yağlı sütün kuru madde miktarının diğer sütlerle oranla daha yüksek olduğundan kaynaklandığı düşünülmektedir. Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin konsantrasyon yüzdesi değerlerinin birinci ve ikinci döngü üzerindeki etkisi istatistiksel olarak önemli bulunurken ($p<0.05$), farklı yağ içeriğine sahip olmaları üzerindeki etkisi önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$).

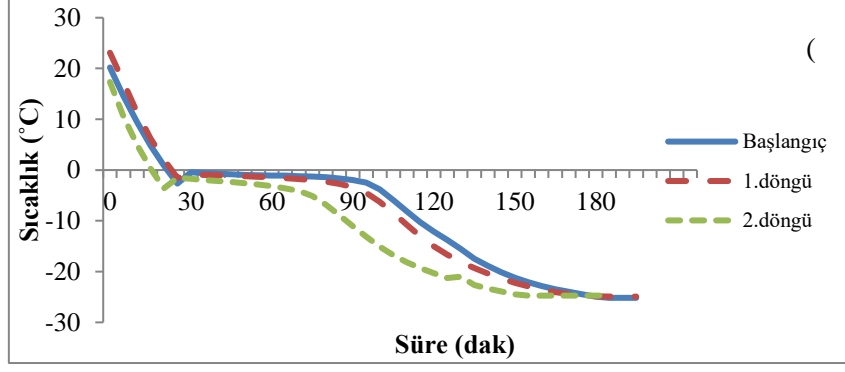
Konsantrasyon verimi (η), konsantre olarak ayrılan fazın SÇKM içeriği ile buz olarak ayrılan ve eritilen fazın SÇKM içeriği arasındaki farkın konsantre olarak ayrılan fazın SÇKM içeriğine oranı olarak tanımlanmaktadır. Konsantrasyon verimi (%) ile konsantrasyon yüzdesi (%) değerleri aynı davranışı göstermiş, yani döngü sayısının artmasına bağlı olarak bu değerlerin azaldığı görülmektedir. Yapılan istatistik analiz sonuçlarına göre; tüm süt örneklerinin konsantrasyon verimi değerleri, birinci ve ikinci döngü arasında anlamlı bir fark görülürken ($p<0.05$), farklı yağ içeriğine sahip olmaları üzerindeki etkisi önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$). Çalışmada üçüncü döngüde çalışılmış fakat konsantrasyon verimi değeri %29 değerine düştüğü için bir döngü daha yapılması anlamlı bulunmamıştır. Bu nedenle, çalışmada farklı yağ içeriğine sahip sütlerin konsantre edilmesinde iki döngünün yeterli olacağına karar verilmiştir. Aider ve Ounis (2012) tarafından yapılan çalışmada yağsız süte blok dondurarak konsantrasyon tekniğini uygulamışlar ve dört döngü sonunda konsantrasyon veriminin azaldığını belirtmişlerdir. En yüksek konsantrasyon verimine birinci ve ikinci döngü sonunda ulaşılmış ve ortalama değerinin 92 ± 1.12 olduğunu bildirmişlerdir. Üçüncü ve dördüncü döngü sonunda ise bu değerlerin azaldığını belirterek, bu değerlerin sırasıyla $66.21\pm 2.53\%$ ve 49.31 ± 2.91 olduğunu bildirmişlerdir. Konsantre edilmiş yağsız süt için bulunan konsantrasyon verimi değerleri Aider ve Ounis (2012) bulduğu değerlerle benzer davranış göstermiş yani döngü sayısı arttıkça verimin azaldığı gözlenmiştir. Muñoz ve ark. (2018) yaptıkları çalışmada üç farklı soğutma sıcaklığı (-5°C, -10°C, -15°C) ve üç farklı karıştırma hızı (0 rpm, 500 rpm, 1000 rpm) uygulayarak, yağsız sütün dondurarak konsantrasyon tekniği ile karıştırma kazanında konsantre edilmesini amaçladığı çalışmada; en yüksek konsantrasyon verimi değerlerinin tüm soğutma sıcaklıkları (-5°C, -10°C, -15°C) için en yüksek karıştırma hızında (1000 rpm) olduğu gözlenmiştir. Üç farklı sıcaklık ve 1000 rpm karıştırma hızı için konsantrasyon verimi değerleri sırasıyla 62.07 ± 1.99 , 57.52 ± 0.72 ve 56.70 ± 0.58 olarak bulunmuştur. Bu çalışmada sıcaklık ve karıştırma hızının konsantre verimin sonuçları üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu sonucuna varılmıştır. Konsantre edilmiş farklı yağ içeriğine sahip sütlerin için birinci ve ikinci döngü sonunda bulunan konsantrasyon verimi değerleri, Muñoz ve ark. (2018) bulduğu değerlerden daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durumun santrifüj hızının daha yüksek (4600 rpm) olmasıyla buz fazın daha etkin ayrılmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Geri kazanılan sıvı miktarı (Y) ise konsantre olarak ayrılan fazda ve başlangıçtaki toplam katı madde arasındaki oranı ifade etmektedir. Konsantre edilmiş sütlerin geri

kazanılan sıvı miktarı değerleri incelendiğinde; en yüksek geri kazanılan sıvı miktarı (0.85 ± 0.12) birinci döngü sonunda elde edilen konsantre yağlı sütte, en düşük geri kazanılan sıvı miktarı (0.59 ± 0.09) ise birinci döngü sonunda elde edilen konsantre az yağlı sütte gözlenmiştir. Birinci ve ikinci döngü sonunda elde edilen konsantre sütlerin geri kazanılan sıvı miktarı üzerine etkisi yağlı sütte istatistiksel olarak anlamlı olmadığı gözlenirken ($p>0.05$), yarım ve az yağlı sütlerde etkisi anlamlı olduğu görülmüştür ($p<0.05$). Petzold ve ark. (2015) yaptıkları çalışmada dondurarak konsantrasyon tekniği ile konsantre edilmiş yaban mersini ve ananas suyunun üçüncü döngü sonunda geri kazanılan sıvı miktarlarının sırasıyla 0.73 kg/kg ve 0.74 kg/kg olduğunu bildirmişlerdir. Petzold ve Aguilera (2013) yaptıkları çalışmada ise sukroz çözeltisine santrifüj destekli blok dondurarak konsantrasyon tekniğini (3799 rpm, 20°C, 15 dak) uygulamış ve üç döngü sonunda konsantre edilen sukroz çözeltisinin geri kazanılan sıvı miktarını 0.73 kg/kg olarak belirtilmiştir. Dondurarak konsantre edilmiş yağlı sütün birinci ve ikinci döngü sonunda elde edilen geri kazanılan sıvı miktarları ile yarım yağlı sütün birinci döngü sonunda elde edilen geri kazanılan sıvı miktarları belirtilen referanslarda verilen değerlere göre daha yüksek olduğu gözlenirken, yarım yağlı sütün ikinci döngü sonunda elde edilen geri kazanılan sıvı miktarları ile az yağlı sütün birinci ve ikinci döngü sonunda elde edilen geri kazanılan sıvı miktarlarının ise daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durumun farklı hammadde kullanımından kaynaklanabileceği gibi ayrıca az yağlı sütün konsantre olarak ayrılan kısmının daha az olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Süt özellikle bileşiminden gerçek çözelti halinde bulunan maddeler, yani laktoz ve mineral maddeler nedeniyle suya oranla daha düşük bir derece donar. Çeşitli hayvan ırkları dikkate alındığında sütün donma noktası -0.530°C ile -0.540°C arasında değiştiğini belirtilmiştir (Üçüncü, 2015). Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin merkez noktasının -24°C 'de statik dondurucuda dondurulması sırasında gözlenen sıcaklık-zaman donma eğrileri Şekil 3'de verilmiştir. Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin donma eğrileri karşılaştırıldığında en uzun donma sürelerinin başlangıç örnekleri olan yağlı, yarım yağlı ve az yağlı sütlerde olduğu görülmektedir. Yağlı, yarım yağlı ve az yağlı sütlerde döngü sayısının artmasına bağlı olarak donma sürelerinin azaldığı görülmektedir. Yani sütlerin donma süresi konsantre sütlerden daha uzun sürdüğü ve hedeflenen sıcaklığa daha geç ulaşıldığı görülmektedir. Sütlerin farklı yağ içeriğine sahip olmasının donma süresinde etkisi önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$).





Şekil 3. Farklı yağ içeriğine sahip sütlerin başlangıç ve her döngü sonundaki donma eğrileri (a): yağlı süt, (b): yarım yağlı süt, (c): az yağlı süt).

Daha yüksek kuru madde içeriğine sahip gıdalarda ilk buz kristallerinin oluşması daha düşük sıcaklıkları gerektirmektedir (Koç ve ark., 2018). Farklı yağ içeriğine sahip sütlerde döngü sayısına bağlı olarak suda çözünür kuru madde içeriği arttığından, aşırı soğumanın gerçekleştiği sıcaklık başlangıç örneklerine göre genel olarak (yarım yağlı süt hariç) daha düşük sıcaklıklarda olduğu gözlenmiştir. Muñoz ve ark. (2018) yaptıkları çalışmada üç farklı soğutma sıcaklığı (-5°C, -10°C ve -15°C) ve üç farklı karıştırma hızı (0 rpm, 500 rpm ve 1000 rpm) uygulayarak, yağsız sütün aşamalı film dondurarak konsantrasyon tekniği ile konsantre edilmesi amaçladığı çalışmada; konsantre sütlerde aşırı soğumanın gerçekleştiği sıcaklığın, yağsız sütün sıcaklığından daha düşük olduğunu belirtmiştir. Benzer durum, peynir altı suyu (Sánchez ve ark., 2011) ve meyve suyunda (Auleda ve ark., 2011) da gözlemlendiği belirtilmiştir.

4. SONUÇ

Bu çalışmada, farklı yağ içeriğine sahip sütlere santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon tekniğinin uygulanması ile konsantrasyon işleminin suda çözünür kuru madde miktarı (°Briks), protein ve yağ içerikleri (%) üzerine etkileri incelenmiştir. Yağlı sütün santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon yöntemi ile konsantre edilmesi ile 25.43°Briks; yarım yağlı sütün konsantre edilmesi ile 18.56°Briks; az yağlı sütün konsantre edilmesi ile 17.4°Briks değerine ulaştığı gözlenmiştir. Döngü sayısının artmasına bağlı olarak % protein ve % yağ içerikleri arttığı görülmektedir. Dondurarak konsantrasyon işlemi ile süt proteini ve yağının tamamına yakın kısmı konsantre kısımda tutulduğu belirlenmiştir. Santrifüj destekli blok dondurarak konsantrasyon tekniğinin değerlendirilmesinde kullanılan hesaplamalara bakıldığında; döngü sayısının artmasıyla konsantrasyon yüzdesi, konsantrasyon verimi ve geri kazanılan sıvı miktarı (az yağlı süt hariç) azalırken, erime fraksiyonu tüm süt örneklerine farklı davranış göstermiştir. En yüksek (84.07±1.40) ve en düşük (62.65±1.28) konsantrasyon verimi değerlerine az yağlı konsantre sütlerde sırasıyla birinci ve ikinci döngü sonunda elde edildiği gözlenmiştir. Döngü sayısının artmasına bağlı olarak donma sürelerinin azaldığı görülmektedir, farklı yağ içeriğine sahip olmalarının donma süreleri üzerindeki etkisi önemsiz olduğu bulunmuştur. Bu çalışma ile farklı yağ içeriklerine sahip sütlere santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon tekniği uygulanarak başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Konsantre sütün üretimi ile artan kuru madde içeriği sayesinde bu ürünler kurutma işlemine hazır hale geldiğinden, konsantre sütlerden süt tozu üretimi konusunda yapılacak çalışmaların literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Teşekkür: Bu çalışma Ege Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (Proje No: FYL-2018-20217) tarafından desteklenen yüksek lisans tezi kapsamında hazırlanmıştır.

KAYNAKLAR

- Aider M., De Halleux, D. & Akbache, A. (2007). Whey cryoconcentration and impact on its composition, *Journal of Food Engineering* 82: 92102.
- Aider, M. & de Halleux, D. (2009). Cryoconcentration technology in the bio-food industry: Principles and Applications, *Food Science and Technology* 42 (3): 679-685.
- Aider, M., de Halleux, D. & Melnikova, I. (2009). Skim milk whey cryoconcentration and impact on the composition of the concentrated and ice fractions, *Food and bioprocess technology*, 2(1), 80-88.
- Aider, M. & Ounis, W.B. (2012). Skim milk cryoconcentration as affected by the thawing mode: gravitational vs. microwave-assisted, *International Journal of Food Science and Technology*, 47:195–202.
- Anonim (2019). Süt kurutma tarihçesi, <http://edelmakmakine.com/tr/content/48-sut-kurutma-tarihcesi> (Erişim Tarihi: 13 Nisan 2019).
- AOAC (2005). Official methods of analysis of AOAC. International, 18 Th Ed.; AOAC International: Gaithersburg, MD, USA.
- Auleda, J., Raventos M., Sánchez, J. & Hernández, E. (2011). Estimation of the freezing point of concentrated fruit juices for application in freeze concentration, *Journal of Food Engineering* 105(2): 289–294.
- Bektaş, B. (2017). Ayva, nar ve kara havuç sularına santrifüj destekli dondurarak konsantrasyon yöntemi uygulanması ve verim ile fenolik madde içeriği üzerine etkisinin incelenmesi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi İzmir, Türkiye, 94 s.
- Chen P. & Chen X.D. (2000). A generalized correlation of solute inclusion in ice formed from aqueous solutions and food liquid on sub-cooled surface, *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 78: 312318.
- Demirgöl, F. & Sağdıç, O. (2018). Fermente süt ürünlerinin insan sağlığına etkisi, *European Journal of Science and Technology*, (13), 45-53.
- Diñçer, C. & Topuz, A. (2009). Dondurarak konsantrasyon işlemi ve gıda endüstrisindeki Uygulamaları.
- Habib B. & Farid M. (2007). Freeze concentration of milk and saline solutions in a liquid-solid fluidized bed part I, *Experimental Chemical Engineering and Processing* 46: 14001411.
- Koç, M., Devseren, E., Yılmaz, T., Petmez, B., Okut, D. & Kaymak-Ertekin, F. (2018). Farklı dondurma ve çözündürme yöntemleri ile ön işlem uygulamalarının mandalina ve çilekte kalite özellikleri üzerine etkileri. *Gıda*, 43(3), 370-383.
- Metin, M. (2009). Süt ve mamulleri analiz yöntemleri, Ege Üniversitesi Ege Meslek Yüksekokulu Yayınları No:24, 4.Baskı
- Muñoz, I. D. B., Rubio, A., Blanco, M., Raventós, M., Hernández, E., & Prudêncio, E. S., (2018). Progressive freeze concentration of skimmed milk in an agitated vessel: effect of the coolant temperature and stirring rate on process performance, *Food Science and Technology International*.
- Nakagawa, K., Maebashi, S. & Maeda, K., (2010). Freeze-thawing as a path to concentrate aqueous solution, *Separation and Purification Technology*. 73, 403–408.
- Pardo, J. M. & Sánchez, R. (2015). Block freeze concentration intensification by means of vacuum and microwave pulses. *Ingeniería y competitividad*, 17(1), 143-151.
- Petzold, G. & Aguilera, J.M. (2013). Centrifugal freeze concentration, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 20: 253-258 Pp.

- Petzold, G., Moreno, J., Lastra, P., Rojas, K. & Orellana, P., (2015). Block freeze concentration assisted by centrifugation applied to blueberry and pineapple juices, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 30: 92-197 pp.
- Petzold, G., Niranjan, K. & Aguilera, J. M. (2013). Vacuum-assisted freeze concentration of sucrose solutions, *Journal of Food Engineering*, 115(3), 357-361.
- Sánchez, J., Ruiz, Y., Auleda, J. M., Hernández, E.& Raventós, M. (2009). Review freeze concentration in the fruit juices industry, *Food Science and Technology International*, 15(4), 303–315.
- Sánchez, J., Hernández, E., Auleda, J. M. & Raventós, M. (2011). Freeze concentration of whey in a falling-film based pilot plant: process and characterization, *Journal of Food Engineering*, 103(2), 147-155.
- Tuna, C. & Arslan, S. (2016). Süt reçeli üretim yöntemleri ve özellikleri, *Akademik Gıda*, 14(2), 204-208.
- Üçüncü, M. (2015). Süt ve mamülleri teknolojisi, Sidas Medya Ltd. Şti., 5. Baskı, İzmir, Türkiye, 571 s., ISBN:978-975-98951-3-6.