



T.C.
NECMETTİN ERBAKAN
ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**ÇİĞ SÜT NAKLİYESİ SIRASINDA
MİKROORGANİZMA SAYILARINDAKİ
DEĞİŞİMİN MİKROFİLTRASYON TEKNİĞİ
KULLANILARAK AZALTILMASI VE BU
SÜTLERDEN ÜRETİLEN SÜT TOZLARININ
BAZI KALİTE ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN
BELİRLENMESİ**

Ümmügülsüm KARA

DOKTORA TEZİ

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

**Temmuz-2021
KONYA
Her Hakkı Saklıdır**

TEZ KABUL VE ONAYI

Ümmügülsüm KARA tarafından hazırlanan “Çiğ Süt Nakliyesi Sırasında Mikroorganizma Sayılarındaki Değişimin Mikrofiltrasyon Tekniği Kullanılarak Azaltılması ve Bu Sütlerden Üretilen Süt Tozlarının Bazı Kalite Özelliklerine Etkisinin Belirlenmesi” adlı tez çalışması 17/07/2021 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı’nda DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Başkan

Prof. Dr. Nihat AKIN

.....

Danışman

Doç. Dr. Durmuş SERT

.....

Üye

Prof. Dr. Nermin BİLGİÇLİ

.....

Üye

Prof. Dr. Cemalettin SARIÇOBAN

.....

Üye

Doç. Dr. Mustafa Kürşat DEMİR

.....

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun/.../20.. gün ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. İbrahim KALAYCI
FBE Müdürü

Bu tez çalışması NEÜ BAP Koordinatörlüğü tarafından 191419008 nolu proje ile desteklenmiştir.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

Ümmügülsüm KARA

Tarih: 17/07/2021

ÖZET

DOKTORA TEZİ

ÇİĞ SÜT NAKLİYESİ SIRASINDA MİKROORGANİZMA SAYILARINDAKİ DEĞİŞİMİN MİKROFİLTRASYON TEKNİĞİ KULLANILARAK AZALTILMASI VE BU SÜTLERDEN ÜRETİLEN SÜT TOZLARININ BAZI KALİTE ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN BELİRLENMESİ

Ümmügülsüm KARA

Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Durmuş SERT

2021, 140 Sayfa

Jüri

Doç. Dr. Durmuş SERT

Prof. Dr. Nihat AKIN

Prof. Dr. Nermin BİLGİÇLİ

Prof. Dr. Cemalettin SARIÇOBAN

Doç. Dr. Mustafa Kürşat DEMİR

Bu çalışmada, yağsız süt tozu üretiminde kullanılmak üzere fabrikaya farklı süre ve şartlarda gelen sütün mikrobiyal popülasyonlarındaki değişimler dikkate alınarak, üretim prosesine mikrofiltrasyon (MF) tekniği dahil edilmiş ve süt tozu kalitesine çığ sütün, MF gözenek boyutunun ve depolamanın etkisi araştırılmıştır. Üretimde kullanılan çığ sütünler sağımdan sonraki süt (30-35 °C), soğutulmamış il içi süt (20-25 °C de 3 saat) soğutulmuş gelen nakil süt (4-6 °C de 12 saat) ve kontrol süt olarak sınıflandırılmıştır. Bu sütünlerin yağı ayrıldıktan sonra yağsız sütünlere 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak MF işlemi uygulanmış ve yağsız süt tozuna işlenmiştir. Elde edilen MF yağsız süt tozları oda sıcaklığında 180 gün boyunca depolanmıştır. Depolama süresinin farklı periyotlarında yağsız süt tozu örneklerinin fizikokimyasal, fonksiyonel, mikrobiyolojik, partikül boyut dağılımı ve duyu özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca örneklerin termal stabilite ve mikroyapıları da incelenmiştir. Yağsız çığ sütünlere uygulanan 0.5 µm gözenek boyutundaki MF işlemi ile toplam aerobik mezofilik bakteri, maya küf, lipolitik psikrotrofik bakteri, *Bacillus* ve *Pseudomonas* sayısında sırası ile 2.39 log, 1.27 log, 1.58 log, 1.64 log, 1.67 log'a varan bir azalma sağlanmıştır. 0.8 µm gözenek boyutundaki MF işlemi ise aynı bakteri türlerinin sayısında sırası ile 2.31 log, 1.11 log, 1.53 log, 0.94 log, 1.34 log'a varan bir azalma sağlamıştır. Depolama süresinin artmasıyla süt tozlarının nem oranlarında artış meydana gelmiştir. En yüksek hidroksimetilfurfural içeriği 4.11 µM değeri ile kontrol sütünlerden üretilen, en düşük ise 2.82 µM değeri ile soğutulmuş nakil sütün üretilen süt tozlarında tespit edilmiştir. 0.8 µm MF kullanılan örneklerin toplam serbest yağ asitliği miktarı (1.97 mEq/kg süt) 0.5 µm MF kullanılan örneklere (1.83 mEq/kg süt) göre daha yüksek bulunmuştur. Kontrol süt tozlarına kıyasla MF süt tozlarının tiyobarbitürik asit reaktif bileşeni (TBARS) içeriğinin daha düşük olduğu, MF süt tozları içinden de en düşük TBARS içeriğinin soğutulmuş nakil sütün üretilen süt tozlarında olduğu belirlenmiştir. Depolama süresince süt tozlarının ıslanabilirlik, dağılıbilirlik ve çözünabilirlik oranlarının sırası ile 7-45 s, %77.50-97.07 ve %99.80-99.90 aralığında değiştiği belirlenmiş olup, MF süt tozları kontrol süt tozlarına kıyasla daha iyi fonksiyonel özellikler göstermiştir. Örneklerin depolama süresinin artması ile köpük oluşturma kapasiteleri artarken, köpük stabilite düşmüştür. Yağsız süt tozlarının D_{4,3} ve D₉₀ boyut sonuçları depolama süresince sırası ile 61.70-163.92 µm ve 111.54-382.25 µm aralığında değişmekle birlikte MF gözenek boyutu, çığ süt çeşidi ve depolama süresinin süt tozlarının partikül büyüklüğünü ve boyut dağılımını etkilediği tespit edilmiştir. Tozların depolamanın başındaki

camsı geiř sıcaklıkları 51.22-62.02 °C arasında deęiřirken, depolamanın sonunda ise 46.01-59.99 °C arasında deęiřtięi belirlenmiřtir. SEM grntlerinde 0.5 µm MF’li rneklerin daha niform bir grnt sergiledięi grlmřtir. MF st tozlarının kontrol st tozlarına kıyasla daha dřk bakteri ierdięi tespit edilmiřtir. Stlerin MF iřleminde kk gzenek boyutu kullanımı (0.5 µm) daha iyi bakteri inhibisyonu saęladıęı ve mikrobiyolojik kalitesi en iyi tozun 0.5 µm ile soęutularak nakil stten elde edilen st tozu olduęu tespit edilmiřtir. Sonu olarak; yaęsız st tozu retiminde ste n iřlem olarak 0.5 µm veya 0.8 µm gzenek boyutunda MF uygulamasının, elde edilen st tozlarının mikrobiyolojik kalitesi ve fonksiyonel zellikleri zerine olumlu etkiler saęladıęı belirlenmiřtir.

Anahtar Kelimeler: Fizikokimyasal zellikler, fonksiyonel zellikler, mikrofiltrasyon, mikroyapı, st tozu.

ABSTRACT

Ph.D THESIS

REDUCING THE CHANGE IN THE COUNT OF MICROORGANISMS DURING RAW MILK TRANSPORTATION BY USING MICROFILTRATION TECHNIQUE AND DETERMINING THE EFFECTS OF MILK POWDERS PRODUCED FROM THESE MILKS ON SOME QUALITY CHARACTERISTICS

Ümmügülsüm KARA

THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF
NECMETTİN ERBAKAN UNIVERSITY
THE DEGREE OF DOCTOR OF PHILOSOPHY
IN FOOD ENGINEERING

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Durmuş SERT

2021, 140 Pages

Jury

Assoc. Prof. Dr. Durmuş SERT

Prof. Dr. Nihat AKIN

Prof. Dr. Nermin BİLGİÇLİ

Prof. Dr. Cemalettin SARIÇOBAN

Assoc. Prof. Dr. Mustafa Kürşat DEMİR

This study aimed to produce skimmed milk powder with reduced microbial load by applying a microfiltration process to milk supplied at different times and conditions and to investigate the effects on milk powder of MF pore size, raw milk and storage parameters. Raw milk used in production is classified as milk after milking (30-35 °C), uncooled inner-city milk (3 hours at 20-25 °C) and cooled transport milk (12 hours at 4-6 °C) and control milk. After separating the fat of these milks, MF treatment was applied to the skimmed milk using 0.5 µm and 0.8 µm pore sizes and processed into skimmed milk powder, and the produced MF skimmed milk powders were stored at room temperature for 180 days. During storage, physicochemical, functional, microbiological, particle size distribution, thermal stability, microstructure and sensory properties of skimmed milk powder samples were determined. MF treatment with 0.5 µm pore size applied to skimmed raw milk resulted in a reduction of up to 2.39 log, 1.27 log, 1.58 log, 1.64 log, and 1.67 log in the total aerobic mesophilic bacteria, yeast mold, lipolytic psychrotrophic bacteria, *Bacillus* and *Pseudomonas*, respectively. MF treatment with 0.8 µm of skimmed raw milk provided a reduction of up to 2.31 log, 1.11 log, 1.53 log, 0.94 log, 1.34 log in the counts of the same bacterial species, respectively. The moisture content of milk powders increased with the increase in storage time. The highest hydroxymethylfurfural content was found in the milk powders produced from control milk with a value of 4.11 µM, while the lowest value was determined in milk powders produced from cooled transport milk with a value of 2.82 µM. The total free fatty acidity of the samples produced using 0.8 µm MF (1.97 mEq/kg milk) were higher than the samples obtained using 0.5 µm MF (1.83 mEq/kg milk). It was determined that the thiobarbituric acid reactive substances (TBARS) content of MF milk powders was lower compared to control milk powders, and the lowest TBARS content between MF milk powders was found in milk powders produced from the cooled transport milk group. During the storage, the wettability, dispersibility and solubility values of milk powders varied between 7-45 s, 77.50-97.07% and 99.80-99.90%, respectively and MF milk powders showed better functional properties compared to control powders. While the foaming capacity of the samples increased during storage, the foam stability decreased. The D_{4,3} and D₉₀ values of

skimmed milk powders ranged from between 61.70-163.92 μm and 111.54-382.25 μm , respectively. Factors such as MF pore size, raw milk type and storage time shown a significant effect on particle size and size distribution. While the glass transition temperatures of milk powders at the beginning of storage range from 51.22 $^{\circ}\text{C}$ to 62.02 $^{\circ}\text{C}$, this values varied between 46.01 $^{\circ}\text{C}$ and 59.99 $^{\circ}\text{C}$ at the end of storage. In the SEM images, it was observed that samples with 0.5 μm MF showed a more uniform appearance than that of others. Lower bacterial counts were obtained with MF milk powders compared to control milk powders. Small pore size MF treatment was more effective in bacterial removal in milk, and the milk sample transported by cooled and processed in 0.5 μm was determined to be superior in terms of microbiological quality. In conclusion; in the production of skimmed milk powder, it has been determined that the use of MF with 0.5 μm or 0.8 μm pore size to milk as a pre-treatment had positive effects on the microbiological quality and functional properties of milk powders.

Keywords: Physicochemical properties, functional properties, microfiltration, microstructure, milk powder.

ÖNSÖZ

Doktora tezimin planlanması ve yürütülmesinde bana büyük destek olan, teşvik eden ve deneyimlerini esirgemeyen saygı değer hocam Doç. Dr. Durmuş SERT'e,

Tez çalışmalarım süresince yardımlarını esirgemeyen Tez İzleme Komitesi üyeleri çok değerli hocalarım Prof. Dr. Nermin BİLGİÇLİ ve Prof. Dr. Nihat AKIN'a,

Doktora eğitimim boyunca çalışmalarımı verimli şekilde sürdürebilmem için gerekli imkanları sağlayan değerli Necmettin Erbakan Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü öğretim elemanlarına,

Tez çalışmalarım boyunca yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Dr. Gamze ÜÇOK'a, özveri ile destek olan değerli arkadaşlarım Arş. Gör. Tekmile CANKURTARAN, Mine ASLAN ve Ayşenur ACAR'a,

Doktora eğitimim boyunca 100/2000 YÖK Doktora Projesi kapsamında burs desteği veren Yükseköğretim Kurulu'na,

Bu tez çalışmasına maddi destek veren Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne,

Son olarak, hayatımın her aşamasında bana destek olan, emeklerinin ve fedakarlıklarının karşılığını asla ödeyemeyeceğim anneme ve babama sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ümmügülsüm KARA
KONYA-2021

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT.....	vi
ÖNSÖZ	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xi
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	4
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	20
3.1. Materyal	20
3.1.1. Süt tozu üretiminde kullanılan sütler	20
3.1.2. Ambalaj materyali.....	20
3.2. Yöntem	20
3.2.1. Yağsız süt tozu örneklerinin üretimi.....	20
3.2.2. Çiğ süt ve permeata uygulanan analizler	26
3.2.3. Süt tozlarına uygulanan analizler.....	26
4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	36
4.1. Çiğ Sütlerin ve Permeatların Fizikokimyasal ve Mikrobiyolojik Analiz Sonuçları	36
4.1.1. Çiğ sütlerin ve permeatların fizikokimyasal analiz sonuçları ve tartışma	36
4.1.2. Çiğ sütlerin ve permeatlarının mikrobiyolojik analiz sonuçları ve tartışma.	39
4.2. Yağsız süt tozlarının fizikokimyasal özelliklerine ait sonuçlar ve tartışma	42
4.2.1. Yağsız süt tozlarının nem miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma.....	42
4.2.2. Yağsız süt tozlarının kül miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma	46
4.2.3. Yağsız süt tozlarının yağ miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma.....	47
4.2.4. Yağsız süt tozlarının pH değerlerine ait sonuçlar ve tartışma	47
4.2.5. Yağsız süt tozlarının titrasyon asitliği değerlerine ait sonuçlar ve tartışma	48
4.2.6. Yağsız süt tozlarının protein miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma	49
4.2.7. Yağsız süt tozlarının hidrosimetilfurfural (HMF) miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma.....	51
4.2.8. Yağsız süt tozlarının toplam serbest yağ asitliği (TSYA) miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma	52
4.2.9. Yağsız süt tozlarının tiyobarbitürik asit reaktif bileşen (TBARS) miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma	53
4.2.10. Yağsız süt tozlarının L^* renk değerlerine ait sonuçlar ve tartışma.....	54
4.2.11. Yağsız süt tozlarının a^* renk değerlerine ait sonuçlar ve tartışma	58
4.2.12. Yağsız süt tozlarının b^* renk değerlerine ait sonuçlar ve tartışma	58

4.2.13. Yağsız süt tozlarının yabancı yanık madde miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma.....	59
4.2.14. Yağsız süt tozlarının su aktivitesi değerlerine ait sonuçlar ve tartışma	60
4.2.15. Yağsız süt tozlarının gevşek yığın yoğunluğu değerlerine ait sonuçlar ve tartışma.....	61
4.2.16. Yağsız süt tozlarının sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerlerine ait sonuçlar ve tartışma.....	64
4.3. Yağsız Süt Tozlarının Fonksiyonel Özelliklerine Ait Sonuçlar ve Tartışma	66
4.3.1. Yağsız süt tozlarının ıslanabilirlik sürelerine ait sonuçlar ve tartışma	66
4.3.2. Yağsız süt tozlarının dağılıbilirlik miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma.....	70
4.3.3. Yağsız süt tozlarının çözünabilirlik miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma ...	72
4.3.4. Yağsız süt tozlarının köpük oluşturma kapasitesi değerlerine ait sonuçlar ve tartışma.....	73
4.3.5. Yağsız süt tozlarının köpük stabilitesi değerlerine ait sonuçlar ve tartışma.	73
4.4. Yağsız Süt Tozlarının Partikül Boyutu Değerlerine Ait Sonuçlar ve Tartışma...	74
4.5. Yağsız Süt Tozlarının DSC Analizlerine Ait Sonuçlar ve Tartışma	87
4.6. Yağsız Süt Tozlarının SEM Görüntülerine Ait Sonuçlar ve Tartışma	98
4.7. Yağsız Süt Tozlarının Rekonstitüe Sütlerinin Tekstürel Özelliklerine Ait Sonuçlar ve Tartışma	105
4.8. Yağsız Süt Tozlarının Mikrobiyolojik Analizlerine Ait Sonuçlar ve Tartışma.	110
4.9. Yağsız Süt Tozlarının Duyusal Özelliklerine Ait Sonuçlar ve Tartışma.....	114
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	121
5.1. Sonuçlar	121
5.2. Öneriler	126
6. KAYNAKLAR	127

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

$^{\circ}\text{C}$:Santigrat derece
a^*	:(a+) kırmızı ve (a-) yeşil renk değeri
Al_2O_3	:Alümina
a_w	:Su aktivitesi
b^*	:(b+) sarı ve (b-) mavi renk değeri
cm^2	:Santimetrekare
cm^3	:Santimetreküp
CO_2	:Karbondioksit
D_{10}	:%10 kümülatif yüzdeye denk gelen boyut
$D_{3,2}$:Yüzey ağırlıklı ortalama
$D_{4,3}$:Hacimsel ortalama çap
D_{50}	:Hacme dayalı medyan
D_{90}	:%90 kümülatif yüzdeye denk gelen boyut
dk	:Dakika
g	:Gram
H_2SO_4	:Sülfürik asit
HCl	:Hidroklorik asit
kg	:Kilogram
kJ	:Kilojoule
kPa	:Kilopaskal
L	:Litre
L^*	:(0) siyah ve (100) beyaz renk değeri
M	:Molar
m^2	:Metrekare
mEq	:Miliekivalent
mg	:Miligram
ml	:Mililitre
mm	:Milimetre
MPa	:Megapaskal
N	:Newton
N	:Normalite
NaOH	:Sodyum hidroksit
Nm	:Nanometre
rpm	:Dakikadaki devir sayısı
s	:Saniye
T_g	:Camsı geçiş sıcaklığı
TiO_2	:Titanya
V	:Volt
w/w	:Ağırlıkça yüzde
ZrO_2	:Zirkonya
μM	:Mikromolar
μm	:Mikrometre

Kısaltmalar

AAOC	:Association of Official Analytical Chemists
ADPI	:Amerikan Süt Ürünleri Enstitüsü
DF	:Dyafiltrasyon
DSC	:Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
ESL	:Uzatılmış Raf Ömrü
GYG	:Gevşek yığın yoğunluğu
HMF	:Hidroksimetilfurfural
HPP	:Yüksek basınçlı işleme
HTST	:Yüksek sıcaklıkta kısa süreli
KM	:Kuru madde
kob	:Koloni oluşturan birim
LA	:Laktik asit
LDPE	:Çok katmanlı düşük yoğunluklu polietilen
MCC	:Misel kazein konsantresi
MF	:Mikrofiltrasyon
MFGM	:Süt yağı globül membranı
MFÖ	:Mikrofiltrasyondan önce
MFS	:Mikrofiltrasyondan sonra
NF	:Nanofiltrasyon
PEF	:Darbeli elektrik alan
RO	:Ters ozmoz
SCC	:Somatik hücre sayısı
SEM	:Taramalı elektron mikroskopu
SYG	:Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu
TAMB	:Toplam aerobik mezofilik bakteri
TBARS	:Tiyobarbitürik asit reaktif bileşeni
TGK	:Türk Gıda Kodeksi
TSYA	:Toplam serbest yağ asitliği
TÜİK	:Türkiye İstatistik Kurumu
UF	:Ultrafiltrasyon
UHT	:Ultra yüksek sıcaklık
UVC	:Ultraviyole-C
VK	:Varyasyon kaynakları
WPNI	:Peynir altı suyu nitrojen indeksi
YYM	:Yabancı yanık madde

1. GİRİŞ

Süt, doğanın en eksiksiz gıdası olarak bilinir ve süt ürünleri en besleyici gıdalardan biri olarak kabul edilmektedir. Süt, başlıca proteinleri olan kazein ve peynir altı suyu proteinlerinin yanı sıra insan metabolizması, beslenmesi ve sağlığı üzerinde olumlu etkileri olan önemli fizyolojik ve biyokimyasal fonksiyonlara sahip biyolojik olarak aktif bileşikler de içermektedir (Park ve Haenlein, 2013).

Süt fabrikası tarafından çeşitli yerlerden toplanan sütler, memeden, sağım makinasından, havadan, nakliye ekipmanı ve dökme tank gibi hem çevresel hem de hayvan kaynaklı kontaminasyonunu gösteren çok sayıda türün oluşturduğu bir mikrobiyal flora içermektedir. Tüm bu potansiyel kontaminasyonlar göz önüne alındığında, çiftlik düzeyinde hijyen uygulamalarına ne kadar dikkat edilirse edilsin, toplanan sütün her zaman kontamine olabileceği söylenebilir (Saboyainsta ve Maubois, 2000). Bundan dolayı çoğu süt ürününün kalitesi, üretildikleri çiğ sütün mikrobiyal durumu ile yakından ilişkilidir. Depolama sıcaklığına, koşullarına ve süresine bağlı olarak da sütte çeşitli mikroorganizma grupları gelişebilir ve bu mikroorganizmalar yüksek konsantrasyonlarda enzimler, özellikle lipazlar ve proteinazlar üreten yoğun bir büyüme periyoduna girebilir. Süt ürünlerinin üretiminde birkaç ısı işlem basamağı kullanılsa bile, bunlar tüm enzimleri etkisiz hale getirmek için yeterli olmayabilir. Ayrıca, ısının ürün üzerindeki olumsuz etkileri, kullanılacak ısı işlemlerin kapsamını sınırlamaktadır. Isıl işlemden sonra kalan proteinaz ve lipaz aktiviteleri, depolama sırasında süt tozları da dahil olmak üzere süt ürünlerinin işlevselliği ve lezzetinde değişikliklere neden olabilir (Celestino ve ark., 1997a; Chen ve ark., 2003).

Süt endüstrisinde, pastörizasyon, sterilizasyon, ultra yüksek sıcaklık gibi geleneksel termal işlemler, süt ürünlerindeki patojenik ve spor oluşturan mikroorganizmaları etkisiz hale getirmek veya yok etmek için kullanılmaktadır. Ancak ısı işlem, sütün besinsel ve duyu özelliklerini olumsuz etkileyebilmektedir. Bu yüzden süt ve süt ürünlerinde, yüksek basınçlı işleme (HPP), darbeli elektrik alan (PEF), ultrason, ultraviyole ışınlar ve membran mikrofiltrasyon gibi besin kalitesini korurken raf ömrünü artıran yenilikçi, ısı olmayan işleme tekniklerine artan bir ilgi vardır (Shabbir ve ark., 2020). Bu yeni teknolojilerden biri olan mikrofiltrasyon (MF) tekniği, son yıllarda sütün bakteri yoğunluğunun azaltılmasında etkin bir şekilde kullanım alanına sahiptir.

Membranlar kullanılarak yağsız süte uygulanan MF, bakteri, spor ve somatik hücrelerin uzaklaştırılmasında çok etkili olmakla birlikte süt bileşenlerinin ise neredeyse tamamen geçişini sağlayan bir tekniktir. Yağsız süttten mikroorganizmaların fiziksel olarak uzaklaştırılması ile

bakteriden arındırılmış bir hammadde elde edilebilmektedir (Saboyainsta ve Maubois, 2000; Tan ve ark., 2014). Bu teknik, sütün mikrobiyal yükünü mekanik bir ayırma işlemi ile ısıya bağlı kimyasal değişiklikler olmadan azalttığı için süt endüstrisinde; sütün duyuşsal, işlevsel ve besinsel özelliklerini korumak amacıyla kullanılabilir. Ayrıca belirli bir raf ömrüne ulaşmak için müteakip bir ısı işlem için gerekli zaman/sıcaklık kombinasyonları daha hafif uygulanabilmektedir (Hoffmann ve ark., 2006). Süt endüstrisi için yağsız sütün MF ön işlemi birçok olanağı beraberinde getirebilmektedir. Özellikle ESL (Uzatılmış Raf Ömrü) sütün ön işlemi olarak içme sütü sektöründe kullanılmasının yanı sıra, peynirler, fermente ürünler, standardize süt bileşenlerinin elde edilmesi ve toz ürünler gibi yağsız sütün kullanıldığı tüm proseslere uygulanabilme imkanına sahiptir.

Süt tozu genellikle ısı işlem, koyulaştırma, püskürterek kurutma, ardından paketleme ve depolama işlemlerini içermektedir. Püskürterek kurutma, süt ve ürünleri için kullanılan en yaygın kurutma teknolojisidir. Sütün süt tozuna dönüştürülmesi, raf ömrünü uzatmakta ve ortam sıcaklıklarında bile önemli kalite kaybı olmadan uzun süre saklanmasını sağlamaktadır. Ayrıca ürün kullanımını kolaylaştırması, düşük paketleme, nakliye sırasında daha az hacim gereksinimi ve daha yüksek satış fiyatı gibi birçok avantajı olduğundan süt ürünleri arasında önemli bir yere sahiptir. Süt tozları sadece yeniden birleştirme veya yeniden oluşturma ile süt elde etmek için kullanılmaz, aynı zamanda şekerleme, unlu mamuller ve et ürünleri gibi çeşitli ürünlerde gıda bileşeni olarak kullanılmaktadır (Mujumdar ve ark., 2010; Sharma ve ark., 2012; Yıldırım ve Genç, 2017). Bu nedenlerle süt tozunun raf ömrü boyunca standart kalitede kalması çok önemlidir.

Süt tozunun raf ömrüne ve dolayısıyla ticari değerini azaltan fiziksel ve kimyasal özelliklerindeki değişikliklere, çeşitli faktörler katkıda bulunabilmektedir. Süt fabrikalarının standart koşulları sağlama çabaları ile geleneksel olarak düşük kalitedeki çiğ sütün ilk bakteri yükünü azaltmak için yüksek sıcaklıkların uygulanmasına odaklanmıştır. Bununla birlikte, bu yöntem, esas olarak kötü tatlar, renk değişiklikleri ve sulandırmadan sonra azalan stabilite ile ilgili olarak düşük toz kalitesi ile ilişkilendirilmektedir (Oliveira ve ark., 2000). Süt tozlarındaki bu endüstriyel sorunların ısı işlem dayanan mikrobiyal organizmalar ve bunların ürettikleri enzimlerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu nedenlerle bozucu mikroorganizma ve lipaz, proteaz gibi enzimler içermeyen, yüksek kalite ve fonksiyonel özelliklere sahip, depolama stabilitesi yüksek olan süt tozlarının geliştirilmesi süt endüstrisi için çok önemlidir.

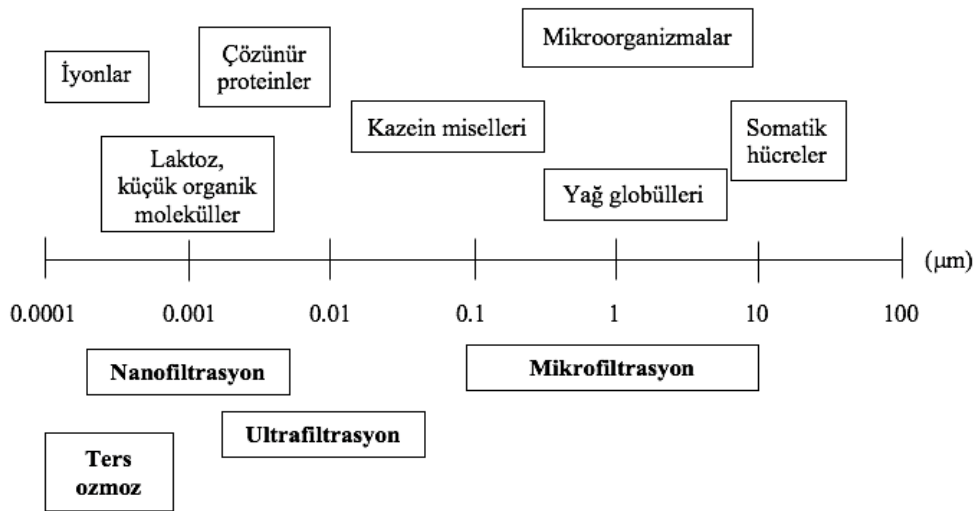
Dünyadaki süt miktarının önemli bir kısmı, yağsız süt tozu olarak işlenmektedir (Shrestha ve ark., 2008). Türkiye İstatistik Kurumu (TÜİK) verilerine göre ülkemizde 2019 ve 2020 yıllarına ait toplanan inek sütü miktarı sırasıyla 9.506 milyon ton ve 9.841 milyon ton

olarak bildirilmiştir. Aynı yılların yağsız süt tozu üretimi ise sırası ile 66.513 ton ve 69.470 ton olarak bildirilmiş olup, bir yıl içinde üretimin %4.4 arttığı belirlenmiştir (TÜİK, 2020). Dünyada ve ülkemizde süt endüstrileri tarafından toplanan sütlerin önemli bir kısmı yağsız süt tozu üretiminde kullanılmaktadır.

Süt tozu üretiminde çiğ sütün fabrikaya farklı süre ve şartlarda gelmesi sütün mikrobiyal dengesini etkilemekte ve *Bacillus*, *Pseudomonas* gibi mikroorganizmaların bulaşması ve çoğalması kaçınılmaz olmaktadır. Isıya dirençli enzimler üreten bu mikroorganizmaların son üründe sorunlara neden olduğu süt fabrikaları tarafından bilinmektedir. Ayrıca süt tozunun kullanıldığı diğer gıda ürünlerinde de sorunlara neden olabileceği düşünülmektedir. Bu sıkıntılar göz önünde bulundurularak bu çalışmada, fabrikaya gelen ve süt tozuna işlenecek olan farklı taşıma şartlarındaki sütlere MF tekniği ile ön işlem uygulanmasının süt tozu kalitesine etkisi araştırılmıştır.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Membran teknolojisi, 50 yıldan fazla bir süredir süt endüstrisinde geniş bir uygulama alanına sahiptir. Membran proses uygulamaları, fiziksel ayırma ilkesine dayalı olarak ayırma sorunlarının çözümünde, süt ürünlerinin üretim sürecinde bazı temel uygulamalara alternatif olarak ve yeni ürünlerin geliştirilmesi amacı ile kullanılmaktadır (Pouliot, 2008). Membran filtrasyonu bir besleme akışındaki bazı bileşenlerin retentat formunda seçici olarak tutulmasına ve diğerlerinin permeat olarak nüfuz etmesini sağlayan basınçla çalışan bir ayırma işlemidir. Farklı membran üniteleri arasında ultrafiltrasyon (UF), nanofiltrasyon (NF), ters ozmoz (RO) ve mikrofiltrasyon (MF) bulunmakta ve Şekil 2.1’de gösterilmektedir (Pouliot, 2008; Mistry ve Maubois, 2017).



Şekil 2. 1. Mebran filtrasyonu ile ayırma işlemi için yaklaşık partikül boyutları

Membran teknolojisi, süt endüstrisinde bakteri ve sporların uzaklaştırılması, peynir altı suyu konsantrasyonunun yağının giderilmesi, peynir altı suyu demineralizasyonu, süt proteinlerinin parçalanması, süt bazlı protein bileşenlerinin elde edilmesi, peynir üretimi için süt konsantrasyonu ve sütün raf ömrünü uzatmak için alternatif bir teknoloji olarak geniş bir uygulama alanına sahiptir (Brans ve ark., 2004; Pouliot, 2008; Tamime, 2012; Kumar ve ark., 2013; Hu ve Dickson, 2015; Mistry ve Maubois, 2017; Soodam ve ark., 2018). Sütteki hangi bileşenlerin membrandan geçtiği, hangilerinin ise tutulduğu membran gözenek boyutuna bağlı olmaktadır (Soodam ve ark., 2018).

Tablo 2.1. Süt endüstrisindeki membran proses uygulamaları (Pouliot, 2008)

Birim işlemlerine alternatifler	Ayrılma sorunlarını çözme	Yeni ürünler üretmek
Bakteriler üzerinde kontrol (ısıtma)	Yağsız süttten ve peynir altı suyundan sporları uzaklaştırmak	UF-peynirler Uzun raf ömürlü süt
Deminerlizasyon (elektrodiyaliz)	Peynir altı suyundan yağı uzaklaştırmak	(ESL)
Su uzaklaştırma (buharlaştırma)	Peynir altı suyu proteinlerinin çıkarılması (WPC'ler)	İçecekler (UF-permeate) Fermente sütler
Santrifüjlü ayırma	Proteinleri / peptitleri ayırmak Tuzlu su ve temizleme solüsyonlarının geri dönüşümü	Tekstürel özellikleri iyileştirilmiş süt ürünleri

Süt ürünlerinin raf ömrünü uzatmak için yapılacak olan işlemleri bir takım olumsuzluklar sınırlamaktadır. Bu olumsuzluklar; üründe renk değişikliklerinin oluşması, vitamin kaybı ve süt proteini denatürasyonudur (Fernández García ve ark., 2013).

Süt endüstrisinde MF uygulamasından önce süütün yağının alınması gerekmektedir, çünkü süt yağ globülleri (0.15–15 µm) ile bakterilerin (0.2–6 µm) boyut aralığı birbiriyle örtüşmektedir (Saboyainsta, 2000; Gésan-Guiziu, 2013). Eğer tam yağlı süte MF işlemi uygulanırsa kirliliğe sahip retentat elde edilmekte ve bununda değerlendirilmesi zor olabilmektedir. Klasik bir yöntem olarak süütün MF ile işlenmesinde; 35–55 °C düşük sıcaklıklarda süt bileşenleri, 1.4 µm gözenek çapına sahip seramik membranlardan geçerken bakterilerin önemli miktarı tutulmaktadır. Bu gözenek boyutunda somatik hücreler de tutulmakta ve dolayısıyla elde edilen mikrofiltre süt termostabil enzimler tarafından bozulmamaktadır. Ayrıca bu işlem düşük sıcaklıklarda gerçekleştiği için süütün organoleptik kalitesini de korumaktadır. Süte ısı işlem görmüş krema eklenerek istenilen yağ içeriği ayarlanabilmektedir (Gésan-Guiziu, 2013).

Sıcaklık, membran filtrasyonunda önemli bir parametredir ve bakterilerin uzaklaştırılması üzerindeki etkisinin göz önünde bulundurulması gerekmektedir. Süt endüstrisinde, MF ile bakteriyel uzaklaştırma genel olarak 50-55 °C arasındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir. MF ile süütün sıcak işlenmesi permeate akışını en iyi seviyeye çıkarabilmesine rağmen, bu durum aynı zamanda termofilik (*Geobacillus* spp ve *Anoxybacillus* spp) veya fakültatif termofilik (*Bacillus* spp'nin belirli suşları) spor üreten bakterilerin optimum gelişmesine neden olmaktadır (Burgess ve ark., 2010). Bu yüzden MF'nin düşük sıcaklıklarda uygulanmasının, membran yüzeyinde veya MF sisteminin devirdaim döngüsünde termofilik bakteri gelişimi ve biyofilm oluşumu riskini azaltması gibi olumlu etkileri nedeniyle membranın mikrobiyal kirlenmesi en aza indirebilmektedir (Wang ve ark.,

2019). Bu nedenle, düşük sıcaklıklı MF uygulaması, membran işleme sırasında bakteri gelişme riskini azaltmak için bir çözüm olarak önerilmektedir (Fritsch ve Moraru, 2008; Walkling-Ribeiro ve ark., 2011).

Bakterilerin uzaklaştırılmasında en çok kullanılan membranlar, 1.4 µm gözenek boyutuna sahip olanlardır. Yapılan çalışmalarda, inek sütüne MF işlemi uygulanması ile ana süt bileşenlerinin önemli ölçüde etkilenmediği, mikrobiyal popülasyonun ise etkili bir şekilde azaldığı gösterilmiştir (Pafylas ve ark., 1996; Elwell ve Barbano, 2006).

MF işleminde kullanılacak membranın belirli bir amaç doğrultusunda seçilmesi çok önemlidir. Isıl işlem alternatif uygulaması olarak farklı gözenek çapları kullanılarak farklı etkiler sağlanabilmektedir. Pastörizasyon etkisi için gözenek boyutu 1.4 µm membranlar, sterilizasyonun etkisi için ise 0.2 µm gözenek boyutuna sahip membranlar kullanılmaktadır (Akal ve Taban, 2020). MF’de daha iyi bir ayırma elde edebilmek için daha küçük gözenek boyutuna (0.5-0.8 µm) sahip membranlar tercih edilebilir (Gésan-Guizoui, 2010). Araştırmacılar 0.5 µm gözenek çapına sahip membran kullanımının, 1.4 µm membrana kıyasla bakteri uzaklaştırmada 2-3 log'a kadar artış gösterdiğini ve kazein misel nüfuzunda da sadece hafif bir azalma olduğunu belirtmişlerdir (Lindquist, 1998).

Soğuk bir MF prosesini optimize etmek isteyen araştırmacılar; MF’nin (1.4 µm gözenek çapı, 6±1 °C sıcaklıkta) yağsız sütün bileşimi üzerindeki etkisini değerlendirmek için mikrobiyolojik, kimyasal ve somatik hücre sayımı analizlerini yapmışlardır. Yağsız süte, düşük sıcaklıklarda, 7 m/s'lik bir çapraz akış hızı ve 60-85 kPa'lık bir transmembran basıncı aralığında MF işlemi uyguladıklarında, vejetatif bakterilerin, sporların ve somatik hücrelerin çok etkili bir şekilde uzaklaştırılmasını sağlarken mikrofiltre sütün protein içeriğinde önemli bir değişikliğin olmadığını belirtmişlerdir. Sonuç olarak çapraz akış hızı 5'ten 7 m/s'ye yükseltildiğinde permeat akışının önemli ölçüde arttığını ve ayrıca CO₂ destekli soğuk MF prosesinin, süt ürünlerinin kalitesi ve raf ömrünü olumlu etkileyerek, süt ürünleri endüstrisi için ekonomik olma potansiyeline sahip olabileceğini bildirmişlerdir (Fritsch ve Moraru, 2008).

Caplan ve Barbano (2013), termal olmayan işleme birlikte minimum yüksek sıcaklık kullanarak 60 ila 90 gün soğutulmuş raf ömrüne sahip %2 yağ içeren homojenize süt üretmeyi amaçlamışlardır. Yağsız çiğ sütü, Membralox seramik membranlarda (1.4 µm gözenek boyutu, 2.31 m² yüzey alanı) işleyerek mikrofiltre etmişlerdir. %2 yağlı süt elde etmek için; MF permeatı ve 3 farklı krema kullanmışlar ve her bir süt örneğine homojenizasyon işlemi uygulandıktan sonra kısa süreli pastörizasyon (73.8 °C’de 15 s) işlemi (HTST) ile pastörize etmişlerdir. Yağsız sütün MF işlemi ile toplam bakterilerde 4.13 log azalma ve sonrasında permeatın HTST pastörizasyonu ile 0.53 log azalma daha elde etmişlerdir. Bu da kombine işlem

için bakteri sayısında toplam 4.66 log azalma ile sonuçlanmıştır. MF ile HTST pastörizasyon kombinasyonu ile %2 yağlı sütler için hem 1.7 °C hem de 5.7 °C'de depolama sıcaklığında 60-90 gün soğutulmuş raf ömrü elde etmişlerdir.

Süt endüstrisi sütün bozulmasını önlemek, mikrobiyal yükü azaltmak ve güvenli ürünler üretmek için ısı işlem uygulamaktadır. Bununla birlikte, spor oluşturan mikroorganizmalar ve diğer ısıya dayanıklı bakteriler bu muameleden kurtulabilmektedir (Novak ve ark., 2005; Christiansen ve ark., 2006). Zhang ve ark. (2021), yüksek sıcaklıkta kısa süreli (HTST) pastörizasyona kıyasla, tek başına veya Ultraviyole-C (UVC) işlemi ile birlikte MF ile muamele edilmiş yağsız sütün serum proteinlerindeki ve raf ömründeki değişiklikleri araştırmışlardır. Mikrofiltreleme prosedürünü, 50 °C'de, 7.0 m/s'lik bir çapraz akış hızı ve 75 kPa'lık bir transmembran basıncı ile 1.4 µm gözenek boyutuna sahip seramik membranlarda gerçekleştirmişlerdir. Uygulanan işlem prosedürlerinin vejetatif bakteri yükünü etkilediğini belirtmişlerdir. HTST pastörizasyonu uygulandığında yaklaşık 2 log azalırken, tek başına MF uygulaması ve MF ile UVC kombinasyonu sırası ile yaklaşık olarak 3.5 log ve 5 log azaldığını bulmuşlardır. MF'nin 39.3 mJ/cm²'lik bir UVC dozajı ile birleştirilmesi sayesinde yağsız sütün raf ömrü en az 40 güne kadar uzadığını belirten araştırmacılar, ayrıca bunun yaygın olarak kullanılan HTST pastörizasyonuna göre çok daha uzun bir süre olduğunu ifade etmişlerdir. UVC ile birleştirilen MF işleminden sonra, sütteki laktoferrin ve immünoglobulin içeriğinin raf ömrü boyunca stabil olduğunu ve UVC dozajının artırılmasıyla, biyoaktif süt serum proteinlerinde (laktoferrin, immünoglobulinler ve laktoperoksidaz) önemli bir hasar olmadan bakteriyel yükün daha da azaltılabileceğini belirtmişlerdir.

MF teknolojisi uygulamalarında membranlar organik (polimerler gibi) veya inorganik (seramik materyaller gibi) olarak sınıflandırılan çok çeşitli materyallerden oluşabilmektedir. Polimerik membranlar, hidrofobik (politetrafloroetilen, poliviniliden florür ve polipropilen) veya hidrofilik (polikarbonat ve polietersülfon) materyallerden yapılabilmektedir. Seramik membranların yapımında ise genel olarak alümina (Al₂O₃), zirkonya (ZrO₂) ve titanyadan (TiO₂) yararlanılmaktadır. Membran üretimi esnasında, özel uygulama yöntemleri ile bazı hidrofobik materyaller yüzey modifikasyonu ile hidrofilik hale getirilebilmektedir (Mulder, 1996; Hu ve Dickson, 2015).

Yağsız sütün MF'si için farklı seramik membranların davranışlarını inceleyen araştırmacılar, üç farklı 1.4 µm gözenek boyutlu, seramik membranları karşılaştırmışlardır. Diğer işlem koşulları olarak, 0.5 bar transmembran basıncı ve 400 ila 530 L/m²h arasında permeat akışı kullanmışlardır. Membranların, protein reddinin %0.8 ile 2.9 arasında değiştiğini ve sıcaklık faktörünün önemli bir etkisi olmadığını belirtilmiştir. Toplam bakteri içeriğinde ise

3.5 ile 5.2 arasında ondalık azalma sonuçları sağlamışlar ve en iyi değerleri Isoflux® membranlar ile gerçekleştiğini belirtmişlerdir. Isıl işlem olmadan mikrofiltre sütün raf ömrünü 10 gün olarak belirleyen araştırmacılar, ayrıca sütün başlangıçtaki bakteri yükü ne kadar düşükse sütün raf ömrünün o kadar uzun olabileceği sonucuna varmışlardır (Fernández García ve Riera Rodríguez, 2015).

Tan ve ark. (2014) MF'de membran kirlenme mekanizmasını belirlemek amacıyla yaptıkları çalışmalarında, yağsız sütü 1.4 µm gözenek çapında seramik membran kullanarak 6±1°C sıcaklıkta, 6 m/s çapraz akış hızında ve 159 kPa transmembran basıncında 90 dk süreyle mikrofiltre etmişlerdir. Peynir altı suyu proteinleri seramik membran yüzeyine adsorbe olma eğiliminde iken, kazein misellerinin uygulanan transmembran basıncı ile kirlenme tabakasına katkıda bulunduğunu belirtmişlerdir. Kazein misellerinin zamanla membran yüzeyinde birikerek geri dönüşü olmayan, kalıcı değişiklere yol açtığını ve membran performansının değişmesinde önemli bir rol oynadığını göstermişlerdir. Ayrıca çalışmada kullanılan seramik membranın başlangıçta hidrofilik olduğunu ancak, MF işleme sırasında süt proteinlerinin adsorpsiyonu ve birikiminin daha hidrofobik bir membran yüzeyine yol açtığını, bunun da aynı zamanda membranın su akışındaki azalmayı açıkladığını belirtmişlerdir.

Süt endüstrisinde bakterileri uzaklaştırmak için uygulanan bir teknoloji olan MF, sütün organoleptik ve besleyici özelliklerini korurken ve hatta iyileştirirken raf ömrünü uzatmaktadır (Fernández García ve ark., 2013). Wang ve ark. (2019), yağsız sütün raf ömrünü uzatmak için, tek başına veya ısıl işlemle birlikte soğuk MF'nin etkinliğini değerlendirmişlerdir. Sistemde bakteri gelişmesini engelleyen bir yöntem olan 6±1 °C'de soğuk MF (1.4 µm, 75.8 kPa transmembran basıncı ve 7 m/s çapraz akış hızı) uygulaması ile vejetatif bakterilerde ortalama 3.4 log azalma sağlandığını bulmuşlardır. Aynı çalışma sonuçlarına göre yüksek sıcaklıkta, HTST bakteri yükünü yaklaşık 2 log azaltırken, MF+HTST kombinasyonu ise 4 log azalma ile vejetatif mikrofloranın neredeyse tamamının uzaklaştırıldığı görülmüştür. Ayrıca duyuşal olarak MF işleminin önemli bir farka neden olmadığı bulunmuştur.

Svanborg ve ark. (2014), MF'den önce yağsız sütün 73 °C'de 15 s süreyle pastörize edilmesinin, elde edilen fraksiyonlara etkisini araştırmışlardır. Pastörize edilmiş ve pastörize edilmemiş yağsız sütleri, ortalama 56.3 °C sıcaklıkta, 0.2 µm gözenek boyutlu seramik membranlar kullanarak mikrofiltre etmişlerdir. Permeat ve retentatların nitrojen ve mineral oranlarını pastörizasyon işleminin etkilemiş olduğunu belirtmişlerdir. Pastörize edilmemiş yağsız süttten elde edilen permeat daha yüksek miktarlarda kalsiyum, fosfor ve doğal peynir altı suyu proteini ve daha az kazein parçası içerdiğini bildirmişlerdir. Pastörizasyon işleminin yağsız sütteki doğal β-LG içeriğini azalttığını ve MF'den önce pastörizasyonun neden olduğu

peynir altı suyu proteinlerinin ısı denatürasyonunun membran performansını etkilemediğini tespit etmişlerdir.

Walkling-Ribeiro ve ark. (2011), süte darbeli elektrik alan (PEF) ve MF uygulayarak termal pastörizasyona kıyasla, daha iyi mikrobiyal inaktivasyon ve raf ömrü stabilitesi sağlayan, düşük sıcaklık ve kısa işlem sürelerine izin veren yeni gıda işleme yöntemlerinden soğuk hurdle (engeller) teknolojisini tanımlamışlardır. 660 L/sa m²'lik bir transmembran akışında MF (1.4 µm) ve ardından PEF uygulamalarını birleştirerek, 4.1 (407 ve 632 kJ/L'de), 4.4 (668 kJ/L'de) ve 4.8 (815 kJ/L'de) log'luk bir mikrobiyal azalma elde etmişlerdir. Bu prosesin tersine çevrilmesi (MF'den önce PEF) ile 7.1 log (815 kJ/mL'de) yüksek bir inaktivasyon rapor etmişlerdir. Sonuç olarak PEF/MF ile sütün 'soğuk' pastörizasyonu amacıyla bir hurdle teknolojisi ile işlenmesinin, termal pastörizasyona kıyasla daha düşük işleme sıcaklıklarında daha fazla mikrobiyal inaktivasyon ve genel olarak benzer raf kararlılığı sağladığını belirtmişlerdir.

Normalde sütte az sayıda bulunan somatik hücre sayısı, meme içi enfeksiyon olan mastitis hastalığında artmakta ve bu da sütün bileşimini ve kalitesini önemli ölçüde etkilemektedir (Sharma ve ark., 2011). Sütün yüksek oranda somatik hücre içermesi proteolitik ve lipolitik aktivitenin artmasına neden olabilmekte, bu da nihai ürünün organoleptik özelliklerini ve raf ömrünü tehlikeye atabilmektedir (Ma ve ark., 2000). Isıl işlemin yanı sıra baktöfugasyon (veya santrifüj) ve MF somatik hücreleri, bakterileri ve sporları süttten fiziksel olarak uzaklaştırmak için kullanılan etkili ve ticari tekniklerdir. Ancak yayınlanmış önceki çalışmalara bakıldığında MF'nin bakteri ve sporları uzaklaştırmada baktöfugasyona göre daha etkili olduğu belirlenmiştir (Gésan-Guiziu, 2010).

Zhang ve ark. (2016), MF'nin ultra yüksek sıcaklıktaki (UHT) sütün kalitesi ve raf ömrü üzerindeki etkisini değerlendirmişlerdir. Çiğ süt olarak, sağlıklı ineklerden düşük somatik hücre sayımları (SCC) içeren süt (3.91×10^5 /ml) ile mastitisli ineklerden yüksek SCC içeren süt (3.33×10^6 /ml) kullanmışlardır. Tam yağlı sütlerin MF'den önce ayrılan kremalarına 115 °C'de 7 dakika ısı işlem uygulamışlar, yağsız sütü ise 50 °C'de 1.4 µm seramik membranlı MF işleminden geçirmişlerdir. Çalışma sonuçlarına göre; yüksek ve düşük SCC içeren yağsız sütler MF işlemi uygulanması ile toplam bakteri sayısında sırasıyla, ortalama 3.56 ve 3.57 log azalma, SCC'de 1.52×10^6 ve 2.10×10^5 'ten $<1.00 \times 10^3$ 'e azalma sağlandığı belirlenmiştir. Depolama boyunca, MF'li UHT sütün (yüksek ve düşük SCC süt), UHT kontrol (mikrofiltreli olmayan) süte kıyasla daha yüksek pH'a ve daha düşük titre edilebilir asitliğe sahip olduğu belirlenmiştir. Partikül boyutunun ise depolama boyunca SCC (düşük ve yüksek) içeren mikrofiltrelenmiş UHT sütlerde monodispers dağılım gösterdiği görülmüştür. MF işlemi,

özellikle yüksek SCC içeren çiğ süttten üretilen MF'li UHT süttün raf ömrünü, kontrol süte göre 63 gün uzatarak, daha uzun raf stabilitesi sağlamıştır.

Pinto ve ark. (2014), MF işleminin ve çok katmanlı düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) paketlemenin, pastörize süttün raf ömrü üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Çiğ süt, mikrofiltre edildikten sonra plastik şişelerde (LDPE 200 mL) paketlenip, 4 °C ve 14 °C'de depolanmış veya pastörize (74 °C, 15 s) edildikten sonra üç farklı LDPE çok katmanlı filminden veya tek çeşit LDPE içeren birkaç filminden yapılmış paketlerde depolanmışlardır. MF işlemi, 50 °C'ye ısıtılmış yağsız süttün, 0.8 µm gözenekli bir seramik membranda (Sterilox®), 7.0 m/s'lik hızda ve 0.5 bar transmembran basıncında gerçekleştirilmiştir. Araştırma sonuçlarına göre; 0.8 µm gözenek boyutunda MF işleminin, toplam mikroorganizma sayısında önemli bir azalma sağlayarak, süttün raf ömrünü en az 30 gün artırdığı bulunmuştur. Çalışmada kullanılan ambalaj malzemelerinin pastörize süttü korumada yeterli olduğu, ancak pastörize süttün raf ömrü üzerinde önemli bir etkisi olmadığı bildirilmiştir. Bu nedenle ticari üretim için en ucuz filmin tercih edilebileceğini belirtmişlerdir.

Griep ve ark. (2018) yağsız inek süttü için soğuk MF (gözenek boyutu 1.4 µm ve 1.2 µm) kullanarak yaptıkları çalışmalarında bakteri sporlarının azalmasının türe bağlı olduğunu bulmuşlardır. MF gözenek boyutundaki bir azalma ile *B. licheniformis* sporlarındaki azalma (1.4 µm'lik gözenek boyutu için 2.17 log, 1.2 µm gözenek boyutu için 4.57 log) önemli ölçüde artmıştır. *Geobacillus sp* sporlarının ise her iki gözenek boyutunda neredeyse tamamen uzaklaştığını belirtmişlerdir.

Tomasula ve ark. (2011), MF'nin süttten *Bacillus anthracis* (Sterne) sporlarını uzaklaştırmadaki etkinliğini incelemişlerdir. 6.2 m/s çapraz akış hızında ve 127.6 kPa transmembran basıncında, 0.8 µm ve 1.4 µm gözenek boyutunda seramik membranlar kullanılarak *Bacillus anthracis* sporlarının sırasıyla ortalama 5.91 log ve 4.50 log azaldığını rapor etmişlerdir. 0.8 µm membran kullanımı ile doğal mikrofloranın verimli bir şekilde uzaklaştırıldığı ve her iki gözenek boyutunda da kazein proteinlerinin hemen hemen hepsinin geçtiği bildirmişlerdir.

Bakteriyel sporları uzaklaştırmak için MF membranlarının kullanımı "Bactocatch" olarak adlandırılmaktadır. Bu yöntemde 6-8 m/s gibi yüksek lineer hız kullanılması ve membranlar arasındaki basıncın filtre boyunca sabit kalması için permeatın yeniden sirkülasyon edilmesi ile gerçekleştirilmektedir (Guerra ve ark., 1997). Guerra ve ark. (1997), yağsız süte uyguladıkları MF işlemini, seramik (1.0 µm gözenek boyutu, 50 °C'de) ve polimerik membranlar (0.54 µm ve 0.87 µm) kullanarak farklı membran yapıları ile incelemişlerdir. Gözenek boyutu 0.87 µm olan ters polimerik asimetrik membran kullanılarak MF

uygulanmasında, süte aşıl原因anan *Clostridium tyrobutyricum* ve *Bacillus cereus* sporları için ortalama 10^4 - 10^5 arasında bir azalma faktörü olduğunu belirlemişlerdir. Asimetrik membranların, %100 toplam protein iletimi sağladığını ve kazein pıhtılaşma özelliklerini de koruduğunu belirtmişlerdir.

ESL süt ve süt ürünleri, gelişmiş mikrobiyal güvenlikleri nedeniyle popülerlik kazanmıştır. ESL süt, yağsız sütün MF ve HTST (yüksek sıcaklık kısa süreli) pastörizasyon ile işlenmesi ve ardından ultra pastörize retentat ve krema ile karıştırılmasıyla üretilmektedir. Sonuç olarak üretilen sütün raf ömrü HTST uygulanmış süte göre daha uzundur (Elwell ve Barbano, 2006).

ESL süt ürünleri, pastörizasyon işlemine kıyasla mikroorganizma içeriği önemli ölçüde azalacak şekilde muamele edilmiş, hijyenik şartlarda paketlenmiş ve soğuk koşullarda uzun raf ömrüne sahip olan ürünleri içermektedir (Rysstad ve Kolstad, 2006). ESL süt soğukta depolandığında 7 gün raf ömrü olan HTST pastörize süt ile oda sıcaklığında bir kaç ay saklanabilen UHT süt arasındaki boşluğu doldurmaktadır. Son yıllarda, özellikle tat, koku gibi pastörize süte yakın duyuşsal özelliklere sahip ESL süt üretimi için çeşitli üretim arayışları ve işleme alternatifleri denenmiştir. Bunlardan biri de ESL süt üretimine MF entegrasyonudur. MF, yüksek ısı işlemin nihai üründe yarattığı olumsuz etkiler olmaksızın sütün bakteri yükünü azaltan mekanik bir ayırma işlemidir. Böylelikle uzatılmış bir raf ömrü için uygulanan ısı işlem normları daha hafif seçilebilmektedir (Hoffmann ve ark., 2006).

MF kullanımı, uzun raf ömürlü süt ürünlerinin üretiminde daha düşük sıcaklıklar uygulanabilmesi nedeniyle UHT işlemine göre daha az pişmiş lezzet oluşturmaktadır. Ayrıca bu işleme, depolama boyunca üründe değişikliklere neden olabilecek potansiyel olarak aktif enzimlere sahip ölü hücrelerin ve somatik hücrelerin de uzaklaştırılması söz konusudur (Saboyainsta ve Maubois, 2000).

Hoffmann ve ark. (2006) yürüttükleri çalışmalarında çiğ süt ve bu süttten üretilen ESL sütü ana bileşenler bakımından karşılaştırdıklarında; MF'nin (gözenek boyutu $1.4 \mu\text{m}$) ihmal edilebilir değişikliklere yol açtığını, sadece toplam protein miktarında %0.02-0.03 oranında bir azalma olduğunu belirtmişlerdir. Araştırmacılar kremanın yüksek sıcaklıkta işlemeye tabi tutulduğunu göstermek için izole edilmiş yağ globülin membran fraksiyonunun furosin içeriğini ısı işlem indikatörü olarak kullanmışlardır. ESL sütler, pastörize sütlerle karşılaştırıldığında raf ömrü boyunca duyuşsal olarak önemli bir fark görülmemiştir. Sonuç olarak ESL sütün raf ömrünün, yüksek sıcaklıkta kısa süreli pastörize süte kıyasla belirgin şekilde uzamış olduğu tespit edilmiştir.

Yağsız sütteki toplam bakteri, spor ve koliform sayısının azaltılmasında MF (1.4 µm, 50 °C'de) ve pastörizasyon (72 °C, 15 s) işleminin etkinliğini değerlendiren araştırmacılar, MF ve pastörize yağsız sütün raf ömrünü depolama sıcaklığının (0.1, 2.0, 4.2 ve 6.1 °C) bir fonksiyonu olarak incelemiştir. Sonuç olarak; MF ile toplam bakterilerde 3.79 log azalma sağlanmış ve minimum pastörizasyon ile MF uygulanarak 1.84 log azalma daha elde edilmiş, bu da kombine işlem için 5.63 log azalma ile sonuçlanmıştır. Proteoliz ile ilgili olarak, MF ve ardından HTST ile işlenen yağsız sütün raf ömrünün 6.1 °C'de 32 gün, 4.2 °C'de 46 gün, 2.0 °C'de 78 gün ve 0.1 °C'de 92 günden daha fazla olduğunu bildirmişlerdir (Elwell ve Barbano, 2006).

Schmidt ve ark. (2012), üç farklı ESL süt partisini, üretim sürecinin farklı aşamalarında ve farklı sıcaklıklardaki (4 °C, 8 °C ve 10 °C) depolamalarda, bakteri sayısındaki, mikrobiyal çeşitlilikteki ve enzimatik kalitedeki değişiklikleri değerlendirerek için analiz etmişlerdir. Ayrıca araştırmacılar Almanya, Avusturya ve İsviçre'den olmak üzere toplam beş üreticinin ürettiği ESL sütün raf ömrü bitiminde biyoçeşitlilik analizlerini de yapmışlardır. MF (1.4 µm) ve pastörizasyon kombinasyonunu (77 °C, 30 s) ile üretilen numuneler incelendiğinde, saklama sıcaklığına (4 ve 8 °C) bağlı olarak 18 ila 22 gün arasında bir raf ömrü elde ederek (yaklaşık 30.000 CFU/mL toplam bakteri sayısı sınırı dikkate alınarak), MF uygulamasının mikrobiyal yüklerde bir düşüş sağladığını bildirmişlerdir. Bozulmuş süt paketlerinin yaklaşık üçte biri, Gram-negatif bakteriler tarafından pastörizasyon sonrası yeniden kontaminasyondan kaynaklandığını, diğer üçte ikisinin ise, MF ve pastörizasyon ile tamamen ortadan kaldırılamayan spor oluşturan bakterilerin, özellikle *B. cereus* ve *Paenibacillus* spp.'nin sorumlu olduğunu belirlemişlerdir.

Uzun raf ömrüne sahip içme sütü üretimi için yürütülen bir çalışmada, 1.4 µm gözenek boyutuna sahip seramik membranlar kullanılarak, 0.55 bar basınç altında, 45 °C sıcaklıkta MF uygulaması (permeat akış hızı 450-500 L/h) ile farklı normlarda (73 ve 130 °C arasında, 2 ve 15 s) ısıtılmış işlem uygulaması incelenmiştir. Çalışma sonucunda, MF ve ısıtılmış işlem (125–130 °C) kombinasyonu ile üretilen sütün oda sıcaklığındaki maksimum uzatılmış raf ömrünün 74 gün olarak belirlenmiştir. Ayrıca MF'den sonra, 90 °C'de pastörizasyon işlemi uygulanan sütün 4-6 °C'de depolanması ile 33 günlük uzatılmış bir raf ömrü elde edilmiştir (Garcia ve Rodriguez, 2014).

Silva ve ark. (2012), mikrofiltrasyon süt ve pastörize süt (72°C'de 15 s) 7 ila 70 yaş arası tüketiciler tarafından duyu kabul edilebilirliğini karşılamışlardır. Araştırmacılar, 0.8 µm gözenek boyutlu seramik membranlar kullanarak çiğ sütü mikrofiltrasyon etmişler, daha sonra MF sütte pastörize edilmiş krema ilavesi ve homojenizasyon işlemi ile %3 yağ içeren standardize

MF'li st retmiřlerdir. Duyusal analiz ile birlikte mikrobiyolojik, asitlik, renk ve ısıl iřlem lm analizleri de gerekleřtirmiřlerdir. MF uygulamasının, iđ stte bulunan mikrobiyal ykn azaltılmasında pastrizasyondan daha etkili sonular ve daha dřk asitlik deđerleri verdiđini bildirmiřlerdir. Aynı zamanda, ısıl iřlem kaynaklı reaksiyonların gerekleřmemesi nedeniyle mikrofiltre stn renk koordinatlarında daha az deđiřiklik olduđunu belirtmiřlerdir. Duyusal deđerlendirme sonularına gre ise sadece ocukların oluřturduđu grupta kabul edilebilirlikte farklılık bulunmadıđını bildirmiřlerdir.

St rnlerinin raf mrn uzatmak iin yapılan iřlemler sonucunda meydana gelen rn renk deđiřiklikleri, vitamin yıkımı ve st protein denatrasyonu gibi faktrler iřlemleri sınırlandırmakta ve nemli bir engel oluřturmaktadır. Bu nedenle iđ stte bulunan ve bozulmaya neden olan mikroorganizma ve sporların uzaklařtırılması veya yok edilmesinde bir takım zorluklar yařanmaktadır (García ve Rodrguez, 2014). Pastrizasyon ve MF'nin kombinasyon iřlemi, stten sporları uzaklařtırarak daha kaliteli st sađlayabilmekte ve bu stlerden yapılan peynirin kalitesini iyileřtirme potansiyeline sahip olabilmektedir (Pafylas ve ark., 1996; Schmidt ve ark., 2012)

MF stteki tm mikroorganizmaların neredeyse tamamını uzaklařtırdıđı iin peynire iřlenecek olan stn n muamelesinde gvenli bir Őekilde kullanılabilir. Ancak MF'den nce stn yađının alınması gerekmektedir. Krema genellikle UHT iřlemi uygulandıktan sonra retime dahil edilmektedir (Eugster ve Jakob, 2019) .

Peynir yapılacak stn bileřimi ve kalitesi; beslenme, mevsimler, yavruyu besleme dnemi ve evresel faktrlere gre deđiřiklik gstermektedir. Peynir retiminde uygulanan standart retim metotları bu gibi deđiřiklikleri hesaba katacak Őekilde ayarlanmadıđı zaman peynir verimi, bileřimi ve kalitesinde tutarlılıđı sađlamak zor olabilmektedir. Daha tutarlı bir peynir retilmesi iin ultrafiltrasyon veya MF uygulamaları ile st proteini standardizasyonu (rneđin %4.5'e kadar) sađlanabilmektedir (Soodam ve Guinee, 2018).

Neocleous ve ark. (2002), MF'nin 6 aylık olgunlařma sresi boyunca Cheddar peynirinin proteolizi, sertliđi ve lezzeti zerindeki etkilerini incelemiřlerdir. Peynir st n iřlemi olarak yađsız iđ st, 50 °C'de 0.1 µm seramik membran kullanarak iki kat mikrofiltre etmiřlerdir. Konsantre edilmemiř st (1X), 1.26X, 1.51X ve 1.82X konsantrasyon faktrlerini kullanarak peynirler yapmıřlardır. Arařtırmacılar peynirlerin olgunlařması sırasında azalan proteoliz iin  olası neden ne srmřlerdir. Bunlar; stn yađsız kuru maddesinin azalması nedeniyle kimozin iin substrat miktarının azalması, mikrofiltrelenmiř st retentatındaki daha byk peynir altı suyu proteinlerinin kimozin aktivitesini inhibe etmesi ve peynirlerin daha dřk peynir mayası iermesi olarak belirtilmiřtir. Ayrıca MF standardize stler ile yapılan

Cheddar peynirinin daha sert olduğunu, çünkü peynirlerin daha düşük nem ve daha yüksek kalsiyum içeriğine sahip olduğunu bulmuşlardır. Üretim prosedürü, kontrol ve MF peynirlerinin nem içerikleri benzer olacak şekilde ayarladığında, peynirlerin sertliğindeki farklılık ortadan kaldırılmıştır.

Cheddar peyniri üretimi için yağsız süte MF, ultrafiltrasyon (UF) ve ters ozmoz (RO) içeren kademeli bir membran filtrasyon işlemi uygulayan araştırmacılar yüksek kazein içeren misel kazein konsantreleri (toplam proteindeki kazein içeriği, ~% 91) üretmişler, bu misel kazein konsantrelerinin MF sırasında RO suyu ile diyafiltrasyonun (DF) bir sonucu olarak yüksek bir pH'a (~7.0) sahip olduğunu belirlemişlerdir. Membran akışlarından standardize edilen tipik kazein içeriğine sahip peynir sütü ile üretilen peynirler, kontrol ile karşılaştırılabilir peynir mayası pıhtılaşma özelliklerine, peynir bileşimine, verime ve yapıya sahip olurken, kazein içeriği yüksek peynir sütü kullanımının ise azalan peynir neminin yanı sıra artan pH, sertlik ve peynir verimi ile sonuçlandığını bulmuşlardır (Xia ve ark., 2020).

Govindasamy-Lucey ve ark. (2007), soğuk MF'nin (<7 °C) pizza peynirinin yapısı, kalitesi ve verimi üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Pizza peyniri üretiminde sütü standardize etmek ve kazein ile zenginleştirilmiş retentat üretmek için 0.2 µm gözenek boyutlu spiral sargılı poliviniliden florür membranlar kullanmışlardır. Yüksek bir kazein/gerçek protein oranı ve azaltılmış serum proteini içeriği ile retentatlar üretilebileceğini göstermişlerdir. Sonuç olarak, pizza peyniri üretiminde sütlerin standardizasyonunda soğuk MF retentatlarının kullanılmasının kalite, duyu ve fonksiyonel özelliklerden ödün vermeden pizza peyniri verimini artırdığı sonucuna varmışlardır.

Papadatos ve ark. (2003), 1998 ile 2000 yılları arasındaki 3 yıllık dönem için peynir yapımında MF'nin uygulanabilirliği üzerine bir ekonomik çalışma yayınlamışlardır. Amerika Birleşik Devletleri'nde geçerli fiyatlara göre, MF kullanımı geleneksel peynir yapımına kıyasla, hem Cheddar hem de düşük nemli, yarı yağlı mozzarella peynirler için 36 ayın 30'unda daha yüksek net kazanç sağladığını göstermişlerdir. Ayrıca iki ve üç kat kazein konsantrasyonu içeren peynirler arasında kazançta fark olmadığı belirtilmiştir.

Panopoulos ve ark. (2020), MF işleminin (seramik membranlar 1.4 µm, 50 °C), %0.4 yağlı koyun sütü ve %0.3 yağlı inek sütünün mikrobiyal yüküne ve biyokimyasal özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Koyun ve sığır permeatındaki toplam mezofilik mikrofloranın sırasıyla yaklaşık 4 log ve 2 log azalması ile mikrobiyal kalitenin iyileştiğini göstermişlerdir. Protein ve toplam katı içeriklerinin her iki permeatta da önemli ölçüde azaldığı, ayrıca permeatlarda daha düşük α_{s1}- ve β-kazein, daha yüksek κ-kazein içerikleri olduğu tespit edilmiştir. Peynir özellikleri ile ilgili olarak, MF işlemi uygulanmayan koyun sütünden üretilen pıhtının sertliği,

permeattan üretilenle karşılaştırıldığında önemli bir fark görülmemiştir. Çalışmadan elde edilen sonuçlar ile peynir yapımından önce küçükbaş hayvan sütünün mikrobiyal kalitesini iyileştirmek için MF'nin ön işlem olarak kullanılabilceği sonucuna varılmıştır.

MF, süt endüstrisinde farklı amaçlar için de kullanılabilir. Örneğin; globüler süt yağını parçalamak, kazeini parçalamak ve konsantre etmek veya β -laktoglobulini (β -Lg) saflaştırmak için kullanılabilir gibi, ultrafiltrasyon ile kombinasyon halinde peynir altı suyunu işlemede de kullanılabilir (Goudédranche ve ark., 2000; Maubois ve Schuck, 2005; Lawrence ve ark., 2008).

Özer ve Robinson (1999), yaptıkları çalışmada ultrafiltrasyon ve ters ozmoz işlemleri ile konsantre edilmiş sütlerin fermente edilmesiyle ve aynı teknikler kullanılarak doğal yoğurttan peynir altı suyunun çıkarılmasıyla ürettikleri konsantre yoğurtlarda (labne) starter kültürlerin davranışlarını ve bu prosedürlerin ürün üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Kültürlerin davranışı sütteki toplam katı madde içeriğinden etkilenmesine rağmen, 4 °C'de 24 saat sonra belirlenen *Streptococcus thermophilus* ve *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *Bulgaricus*'un toplam koloni sayılarının tüm örneklerde benzer sonuçlar verdiğini belirtmişlerdir. Prosedür seçiminin, son ürünlerin kimyasal bileşimini ve başlangıç kültürünün metabolik aktivitesini etkilemiş olduğu görülmüştür. Konsantre edilen ve daha sonra yoğurt haline getirilen örneklerdeki titre edilebilir asitlik değeri daha yüksek bulunmuştur. On panelistin yaptığı tat değerlendirmesinde ise, normal yoğurdun UF konsantrasyonu (160 g/kg kurumadde) ile üretilen labnenin (230 g/kg kurumadde) genel kabul edilebilirlik açısından tercih edilen ürün olduğunu tespit etmişlerdir.

Süt yağı globül membranlarının (MFGM) işlenmemiş çiğ süttten boyut dışlama teknikleri kullanılarak ayrılması, kazein miselleri ile benzer boyut aralığında olmasından dolayı zor olmaktadır. Araştırmacılar, tam yağlı çiğ sütün 1.4 μ m gözenek boyutuna sahip bir seramik membran kullanarak diyafiltrasyon ile yağ globüllerinin süt proteinlerinden ayrılmasını sağlamışlar ve dolayısıyla MFGM materyalinin verimini optimize etmişlerdir. Çiğ sütün MF'ye tabi tutulması ile süt proteinlerinin %88'ini yağ fazından ayrılırken, yağın sadece %3'ü kaybedilmiştir. Diyafiltrasyon ortamlarında ise protein konsantrasyonunda önemli bir azalma (~%90 azalma) sağlandığı belirtilmiştir. Sonuç olarak, MF yönteminin tam yağlı süttten yağ globüllerinin ayrılmasında etkili olduğu bulunmuştur. Ayrıca bu yöntemin yayıkaltı kuru maddesinde MFGM parça konsantrasyonunu artırması ile endüstri için daha elverişli hale getirdiğini belirtmişlerdir (Jukkola ve ark., 2016).

Hansen ve ark. (2020), MFGM ekstraksiyonundan önce yağ globüllerini kazein misellerinden ve peynir altı suyu proteinlerinden ayırmak için, tam yağlı sütün diafiltrasyon-

MF yoluyla MFGM materyalini daha hassas bir şekilde ayrılmasını sağlamayı amaçlamışlardır. 1.4 µm gözenek boyutuna (membran yüzey alanı 1.05 m²) sahip pilot ölçekli bir MF uygulamasının düşük yağ geçirgenliği (%2.5 geçme) ve yüksek protein geçirgenliği (%97 geçme) gibi ideal bir sonuç verdiğini tespit etmişlerdir. Bunun da %7 (w/w) polar lipid ve %30 (w/w) protein içeren bir MFGM izolatu sağladığını belirtmişlerdir.

Debon ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada yağsız çiğ sütü, 45±1 °C sıcaklıkta, 1.4 µm gözenek çapında membran kullanarak MF işlemi uygulamışlar ve bu MF inek sütünü, inülin (prebiyotik) ve inülin olmadan fermente ederek, reolojik ve fiziko-kimyasal karakterizasyonunu değerlendirmişlerdir. Prebiyotik fermente süt üretimi için elde edilen mikrofiltre sütün mezofilik ve psikrofilik bakteriler açısından mikrobiyolojik olarak uygun sonuçlar verdiğini bildirmişlerdir. Fermente süte %5 inülin ilavesi toplam katı içeriğini artırmakla birlikte, aynı zamanda asitliğini, depolama süresini ve görünür viskozitesini de artırdığını tespit etmişlerdir.

Fauquant ve ark. (2014), bakterileri endüstriyel yayıkaltı suyundan seçici olarak uzaklaştırmak için MF'ye dayalı bir proses geliştirmişlerdir. Endüstriyel yayıkaltı suyunun ve MF'den çıkan permeat ve retentatın partikül boyutu ölçümleri, biyokimyasal ve mikrobiyolojik analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Yağı alınmış yayıkaltı sularının 80 MPa'da homojenize ettikten sonra, 0.8 µm gözenek boyutuna sahip membranlar kullanılarak MF işlemi uygulanması ile elde edilen permeatın herhangi bir bakteri (0 cfu/ml) içermediğini, 1.4 µm gözenek boyutlu membran kullanılarak elde edilen permeattaki bakteri sayısının ise 1 cfu/ml olduğunu bulmuşlardır. Kimyasal analiz sonuçları da proteinlerin ve toplam ve polar lipidlerin etkili bir şekilde nüfuz ettiğini göstermiştir. 80 MPa'da homojenizasyon ve çapraz akışlı MF (0.8 µm veya 1.4 µm) kombinasyonu ile yayıkaltı suyu gibi lipid içeren süt ürünlerinden mikroorganizmaları seçici olarak uzaklaştırmanın mümkün olduğunu belirtmişlerdir.

Yağsız sütteki kazein misellerini peynir altı suyu proteinlerinden ayırma miktarını birçok faktör etkilemektedir. 0.01 ila 0.3 µm arasında değişebilen kazein miselinin boyutu dikkate alındığında membran gözenek çapının (tipik olarak 0.1 veya 0.2 µm gözenek çapı) tercihi çok önemli olmaktadır. Kazein misel boyutunun iyonik kalsiyum konsantrasyonu ile ilişkisi çok güçlüdür ve bundan dolayı sitrat ilavesiyle azalmakta, kalsiyum ve fosfat ilavesiyle artmaktadır (Le Berre ve Daufin, 1998; Zeman ve Zydney, 2017).

Kazein konsantrasyonu için kullanılan geleneksel kazein ekstraksiyon tekniklerinden olan asitleştirme ve peynir mayası ile pıhtılaşma yöntemlerine kıyasla membran filtrasyon işleminin kullanılması kazein misel yapısını bozmamaktadır (Al-Akoum ve ark., 2002). MF'nin daha düşük sıcaklıklarda çalışmaya imkan tanınması kazeinin yapısını koruma avantajı

sağlamaktadır. Araştırmacılar yağsız süttten kazein konsantresi üretimi için 0.3 ve 0.5 µm poliviniliden florür polimerik membranlar kullandıkları çalışmalarında, filtrasyon sırasında membran yüzeyinde oluşan protein tabakasının, filtrasyon işleminin performansında anahtar faktör olduğunu ve bazı işlem parametreleri değiştirilerek (nispeten daha düşük işlem basınçları (≤ 50 Pa) ve yüksek çapraz akış hızı kullanıldığında) daha iyi ayırmanın gerçekleştiği sonucuna varmışlardır (Lawrence ve ark., 2008).

Yağsız süttün gözenek boyutu 0.1 µm olan membranlar kullanılarak yapılan çapraz akışlı MF'si ile, peynir yapımında kullanılan doğal kazein miselleri (retentat) ve serum proteini (permeat) olarak süt endüstrisinde iki ana protein grubunu ayırmak için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu ayrılan ürünler esas olarak bebekler ve yaşlı insanlar gibi belirli popülasyonlara özel gıdalar formüle etmede kullanılmaktadır (Belna ve ark., 2020).

Heidebrecht ve ark. (2018), yağsız çiğ süttten kazein miselleri ve immünoglobulin G (IgG) ayırmak amacıyla farklı MF membranlarını (seramik standart ve eğimli), gözenek boyutlarını (0.14-0.8 µm), transmembran basınçlarını (0.5-2.5 bar) ve sıcaklıklarını (10, 50 °C) araştırmışlardır. 0.14 µm gözenek çaplı seramik eğimli membranların kullanılmasıyla elde edilen permeatlarda kazein fraksiyonunun %1'in altına düştüğünü, membranların IgG geçirme oranlarının %45 ila %65 arasında olduğu ve ayrıca düşük transmembran basıncı kullanımının Ig iletimini olumlu etkilediğini belirtmişlerdir. Büyük gözenek çapının daha iyi akış sağlaması beklenirken aksine 0.14 µm'lik bir gözenek boyutu, 0.2 µm MF membranlardan %35'e kadar daha yüksek akışlar sağladığını tespit etmişlerdir.

Granger-Delacroix ve ark. (2020), süt ön işleme aşamaları olarak 4 °C'de depolama (48, 72 veya 96 saat) ve süttün mikrobiyolojik stabilizasyonuna yönelik yöntemleri (1.4 µm MF, termizasyon, termizasyon+baktöfugasyon, pastörizasyon), nihai ürünün mikrobiyolojik kalitesini sağlamak için yağsız süttün 0.1 µm gözenek boyutundaki membrandan MF'sinden önce endüstriyel olarak gerçekleştirmişlerdir. Süte uygulanan bu ön işleme adımlarının (soğuk depolama ve mikrobiyolojik stabilizasyon) MF'nin geçirgenliğini ve seçiciliğini etkilediğini bildirmişlerdir. Transmembran basıncının en çok, mikrofiltre edilecek yağsız süttlerdeki mikroorganizmaların yüküne bağlı olan MF kirlenmesinden etkilenirken, serum proteininin geri kazanımının ise, esas olarak ön muamele aşamalarının neden olduğu protein denatürasyonu ve/veya agregasyonundan etkilendiği belirtilmiştir. Sonuç olarak, bakteri gelişimini önlemek ve iyi bir MF performansı sağlamak için çiğ süttün 4 °C'de kısa süreli depolanması gerektiğini bildirmişlerdir.

France ve ark. (2021), yağsız süttün laboratuvar ölçekli 0.1 µm gözenek boyutlu polietersülfon (PES) membranda MF'sinin, düşük sıcaklığın (4, 8, 12, 16 ve 20 °C) ve farklı

transmembran basınçlarının (0.05 ve 0.30 bar) protein, kalsiyum ve plazmin bölünmesi üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. MF'nin uygulandığı sıcaklık ve basınç parametrelerinin yağsız sütte protein ve minerallerin ayrılması üzerine önemli etkiye sahip olduğunu belirtmişlerdir. Permeattaki en yüksek β -kazein veriminin (2.02 mg m/l) 4 °C'de işleme ile sağlandığını belirlemişlerdir. 4 °C'de, 0.30 bar'da mikrofiltrelemeye kıyasla, 0.05 bar ile permeatta önemli miktarda daha yüksek ($p < 0.05$) toplam ve iyonik kalsiyum konsantrasyonları ölçülmüştür.

Zulewska ve ark. (2018), azaltılmış β -kazein içeriğine sahip peynir sütü üretiminde soğuk MF uygulanabilirliğini değerlendirmek amacıyla farklı ısıl işlemlerin (50 °C'de 1.4 μ m MF, termizasyon ve 72 °C'de 15 s süreyle pastörizasyon) soğuk (6 °C) MF performansları üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Termize, pastörize ve 1.4 μ m MF işlemlerinden bağımsız olarak, çalışmada kullanılan 0.1 μ m gözenek çapındaki seramik MF membranın, β -kazeini %1'den daha az uzaklaştırdığını bulmuşlardır. Sonuç olarak ticari uygulama için uygun bir işlem olmadığını belirtmişlerdir.

Yapılan bir çalışmada araştırmacılar, yağsız sütün MF'si ile üretilen bebek beslenmesinde ve fonksiyonel bir gıda bileşeni olarak büyük ilgi gören doğal peynir altı suyunun gelişimini değerlendirmiş ve peynir altı suyu tozu üretmek için uygulanan farklı işlemlerin proteinlerin kalitesine bireysel etkilerini araştırmışlardır. Bu işlemleri standart termal pastörizasyon (72 °C'de 15 s), membran konsantrasyonu ve püskürtmeli kurutma gibi kritik işleme adımları ile gerçekleştirmişlerdir. Doğal peynir altı suyunu sütte ayırmak için, 220 litre pastörize edilmemiş yağsız sütü 0.1 μ m nominal gözenek boyutunda, 10 ila 12 °C arasındaki sıcaklıklarda çapraz akışlı MF sistemi ile mikrofiltre etmişlerdir. β -laktoglobulin, a-laktalbümin, sığır serum albümini, immünoglobulinler, laktoferrin ve laktoperoksidaz olmak üzere en çok bulunan peynir altı suyu proteininin denatürasyon miktarını belirlemek için her bir işleme adımından önce ve sonra HPLC analizi yapmışlardır. Denatürasyonun, test edilen işleme türleri ve ortam bileşimleri arasında değişiklik göstermesine rağmen, genel olarak minimum düzeyde olduğunu tespit etmişlerdir. MF işlemi ile doğal peynir altı suyu üretiminde retansiyonların, proteinler arasında büyük farklılıklar gösterdiğini, ancak çiğ veya pastörize sütün hammadde olarak kullanılmasının doğal peynir altı suyunun protein bileşimi üzerinde şaşırtıcı derecede az etkiye sahip olduğunu belirtmişlerdir (Muuronen ve ark., 2021).

El-Samragy ve ark. (1993), UF kullanarak ürettikleri %20 katı içeren yağsız çiğ süt retentatını püskürtmeyle kurutmadan önce, farklı ısıl işlemlerin (65 °C 30 dk, 75 °C 28 s ve 85 °C 28 s) ve pH (6.4, 6.7 ve 7.0) ayarlamalarının UF retentat tozu üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Üretilen tozları nem, protein, laktoz, yağ, kül, titre edilebilir asitlik, pH ve

fiziksel özellikler açısından analiz etmişlerdir. Proses değişkenleri olarak pH ve ısı işlem, ölçülen özellikler üzerinde önemli etkilere sebep olmamıştır. Sonuç olarak çiğ yağsız sütü UF ile %20 kuru maddeye konsantre ederek, yüksek protein içeriğine sahip yağsız süttozunun üretilebileceğini göstermişlerdir.

Bir patent çalışmasında, yüksek peynir altı suyu proteini nitrojen indeksine (WPNI) sahip düşük bakterili süt tozlarının üretimi için prosese MF işlemi dahil edilmiştir. 1.1-2.0 µm aralığında gözenek boyutuna sahip membranlar kullanan araştırmacı, MF ile bakterilerin süttten niceliksel olarak ayrılmasının ardından ultra yüksek sıcaklıkta bir ısı işlemi gerek kalmayacağını belirtmiştir. Sonuç olarak, neredeyse bakteri içermeyen, 6.8'lik bir WPNI'ne sahip düşük ısıda yağsız süt tozu üretilebileceğini bildirmiştir (Döring, 2013).

Garem ve ark. (2000), çiğ süte benzer peynir yapma özelliklerine sahip bir süt tozu üretmek için, yağsız süte MF (0.1 µm) ve UF kombinasyonu uygulamışlardır. Bu kombinasyonla ısı işlemi uygulamadan önce peynir altı suyu proteininin kısmen uzaklaştırılması ile ısı işlemi sırasında bir β-laktoglobulin - κ - kazein kompleksinin meydana gelmesinin engellenebileceğini belirtmişlerdir. Araştırmacılar yeni süt tozunun özelliklerini ve bu tozun rekombinasyonu ile elde edilen süttten Mozzarella peyniri üretimini, peynir mayası pıhtılaşabilirliğini, erime özelliklerini ve peynir verimini incelemişlerdir. Toz kullanılarak rekombine süttten üretilen Mozzarella, çiğ taze süt ile yapılan Mozerallaya (kontrol) göre %7.3 daha yüksek peynir verimi sağlamış ve çiğ süt ile yapılabilen benzer bileşim özellikleri gösterdiğini tespit etmişlerdir.

Panthi ve ark. (2021), yağsız süttün MF retentatlarının fizikokimyasal özelliklerine pH'nın etkisini ve elde edilen misel kazein konsantrasyonu (MCC) tozlarının rehidrasyon özelliklerini incelemişlerdir. Retentat pH'sının 6.9'dan 7.6'ya ayarlanması, daha büyük kazein misel boyutu, daha yüksek iletkenlik, protein hidrasyonu ve viskozite, daha düşük iyonik kalsiyum konsantrasyonları ile sonuçlanmıştır. MCC tozlarının, retentat pH'sının artması ile daha yavaş ıslanma ve daha yüksek dağılılabilirlik sergilediğini belirtmişlerdir. Sonuç olarak, retentatların pH modifikasyonlarının, elde edilen MCC tozlarının rehidrasyon özelliklerini olumlu etkilediğini göstermişlerdir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Süt tozu üretiminde kullanılan sütler

Süt tozlarının üretiminde kullanılan sütler yerel bir süt firmasından (Konya) temin edilmiştir. Fabrikaya farklı taşıma şartlarında (süre ve sıcaklıkta) gelen çiğ sütler süt tozuna işlenmiştir. Bu şekilde üç grup süt hammadde olarak kullanılmıştır. Bunlar; sağımdan sonraki süt (30-35 °C), soğutulmamış il içi süt (20-25 °C de 3 saat) ve soğutularak gelen nakil süttür (4-6 °C de 12 saat). Sağılır sağılmaz 4 °C'ye soğutularak süt tozuna işlenen bir grup süt ise kontrol grubu olarak kullanılmıştır.

3.1.2. Ambalaj materyali

Ambalaj materyali olarak oksijen ve nem geçirgenliği düşük olan üç kat kraft kâğıt kaplı polietilen torba kullanılmıştır. Bu ambalaj materyalinin kullanılması ile depolama süresince süt tozlarının nem çekmesi ve oksijen ile okside olması minimum düzeyde olmaktadır. Kullanılan ambalaj materyali elde edilen ürünün niteliğini raf ömrü boyunca koruyabilmesi açısından çok önemlidir. Endüstriyel olarak da süttozlarının ambalajlanmasında genellikle bu torbalar kullanılmaktadır. Üretilen süt tozlarının paketlenmesi için 500 g süt tozu alabilecek boyutta olan ambalaj materyeli kullanılmıştır.

3.2. Yöntem

3.2.1. Yağsız süt tozu örneklerinin üretimi

Süt tozlarının üretiminde kullanılan çiğ süt grupları Çizelge 3.1'de verilmiştir. Mikrofiltre yağsız süt tozu üretiminde kullanılmak üzere alınan her sütün gerekli kimyasal analizleri ve mikrobiyolojik analizleri yapıldıktan sonra ilk aşama olarak kaba süzme işlemine tabi tutulmuştur. Ardından seperatör ile sütlerin kreması uzaklaştırılmış ve yağ oranı yağsız süt için maksimum %0.15 (tozda maksimum %1.5) olacak şekilde standardize edilmiştir. Daha sonra standardize edilmiş yağsız sütlere MF işlemi uygulanmıştır. Bu çalışmada Pall Aria AP

(Şekil 3.1) endüstriyel ölçekli MF ünitesi kullanılmıştır. Ünitenin yüzey alanı 2.31 m² olan Membralox seramik membranlarla donatılmıştır. Membran gözenek boyutu 0.5 µm ve 0.8 µm olmak üzere iki farklı boyut kullanılarak MF gözenek boyutu farklılığı değerlendirilmiştir. Her iki gözenek boyutu için de mikrofiltre edilmemiş kontrol grupları üretilmiştir.

MF işlemi için yağsız süt, MF ünitesinin besleme girişine takılı, örtülü, ceketli paslanmaz çelik bir besleme tankına yerleştirilmiştir. Süt karıştırılarak ve bu tankta tank ceketli boyunca 70 °C su dolaştırılarak 50 °C'ye ısıtılmıştır. Süt 50 °C'ye ulaştığında hemen işlenmiştir. Daha sonra MF'den çıkan permeata homojenizasyon işlemi uygulandıktan sonra 85 °C'de 1 dk süre ile pastörize edilmiştir. Pastörizasyon işlemini takiben 55-60 °C'ye soğutma işleminden sonra düşen film evaporatör kullanılarak yaklaşık %45-50 kuru madde olacak şekilde koyulaştırılma işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra koyulaştırılmış sütlerin, pilot ölçekli püskürterek kurutucu (GEA Niro Atomizer, GEA Process Engineering A/S, Soeborg, Danimarka) kullanılarak kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Sütlerin püskürterek kurutulma parametreleri giriş sıcaklığı 180 °C ve çıkış sıcaklığı 70 °C olacak şekilde ayarlanmıştır. Yağsız süt tozları üretildikten sonra yaklaşık 500'er g olacak şekilde 3 kat kraft kâğıt kaplı polietilen torba ile ambalajlanmıştır. Ambalajlanan süt tozları 23 °C sıcaklıkta 180 gün boyunca depolanmıştır. Süt tozlarının depolamanın 0., 30., 60., 90., 120 ve 180. günlerinde gerekli analizleri yapılmıştır. Yağsız süt tozlarının üretiminde kullanılan akım şeması Şekil 3.2'de verilmiş olup, üretilen süt tozlarının görselleri de Şekil 3.3 ve Şekil 3.4'te gösterilmiştir.

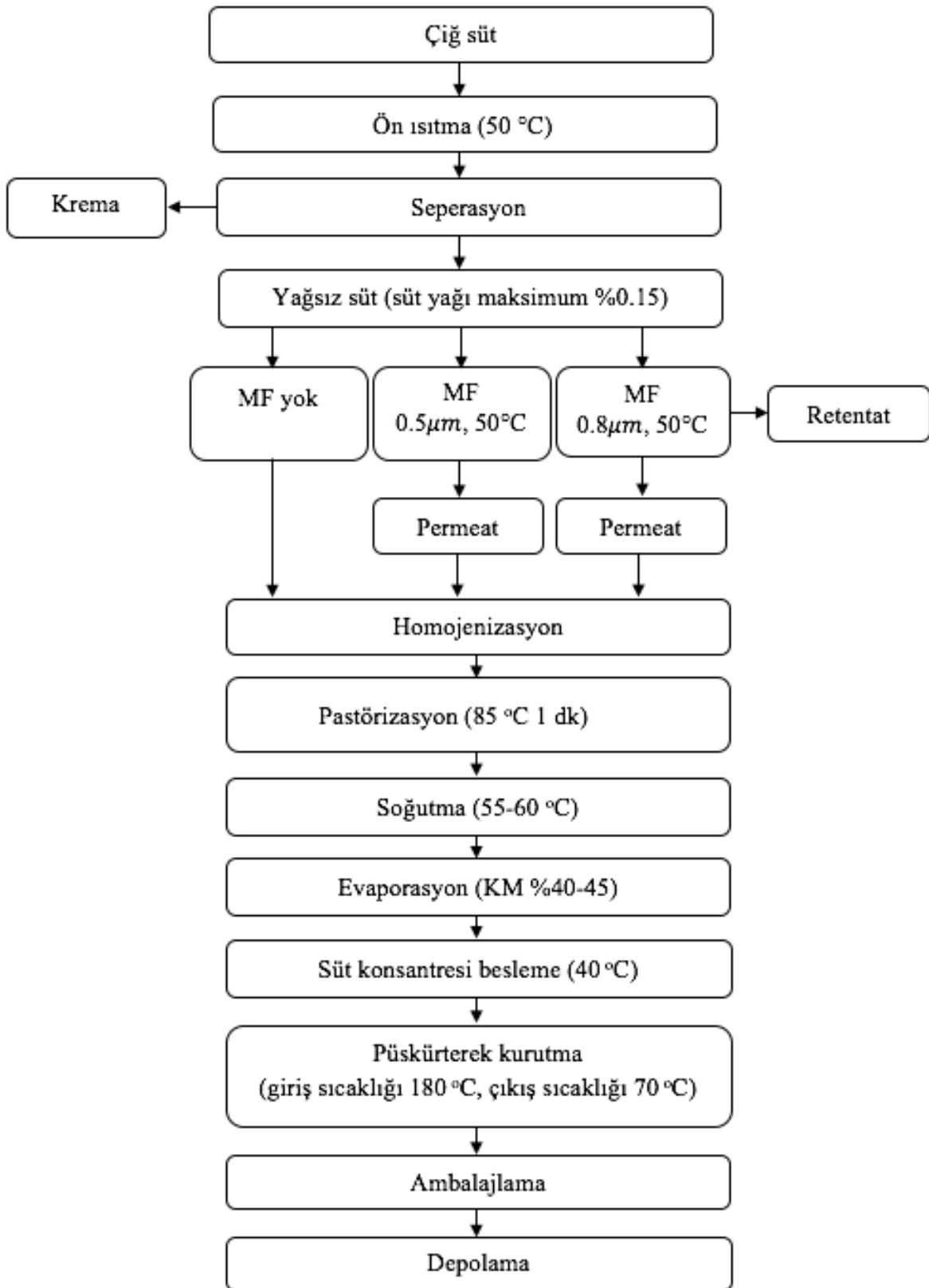
Çizelge 3.1. Süt tozlarının üretiminde kullanılan çiğ süt grupları

Çiğ süt	MF gözenek boyutu	
	0.5 µm	0.8 µm
Kontrol süt	X	
Sağımdan sonraki süt	X	
Soğutulmamış il içi süt	X	
Soğutularak nakil süt	X	
Kontrol süt		X
Sağımdan sonraki süt		X
Soğutulmamış il içi süt		X
Soğutularak nakil süt		X

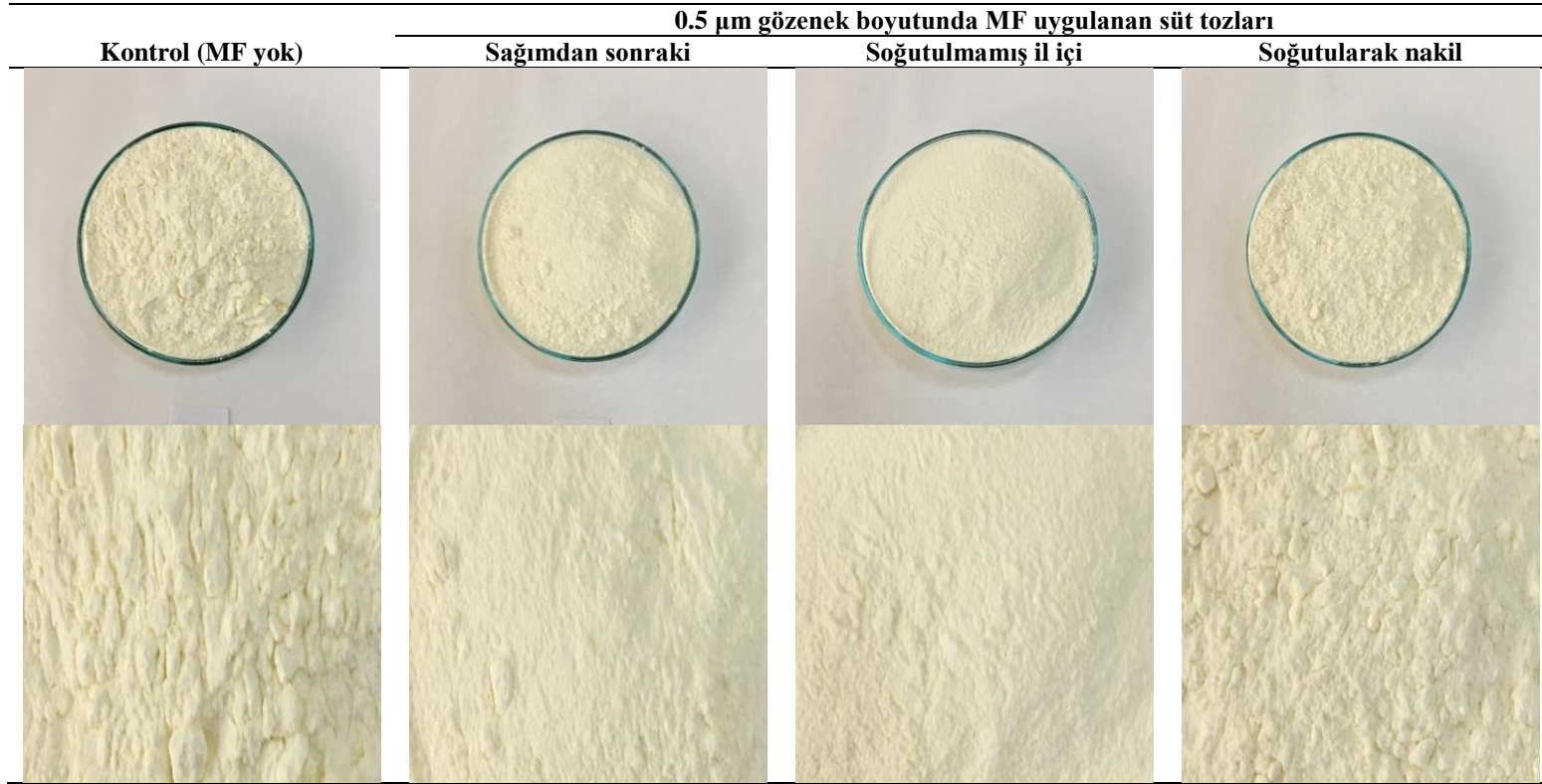


Pall Aria AP system

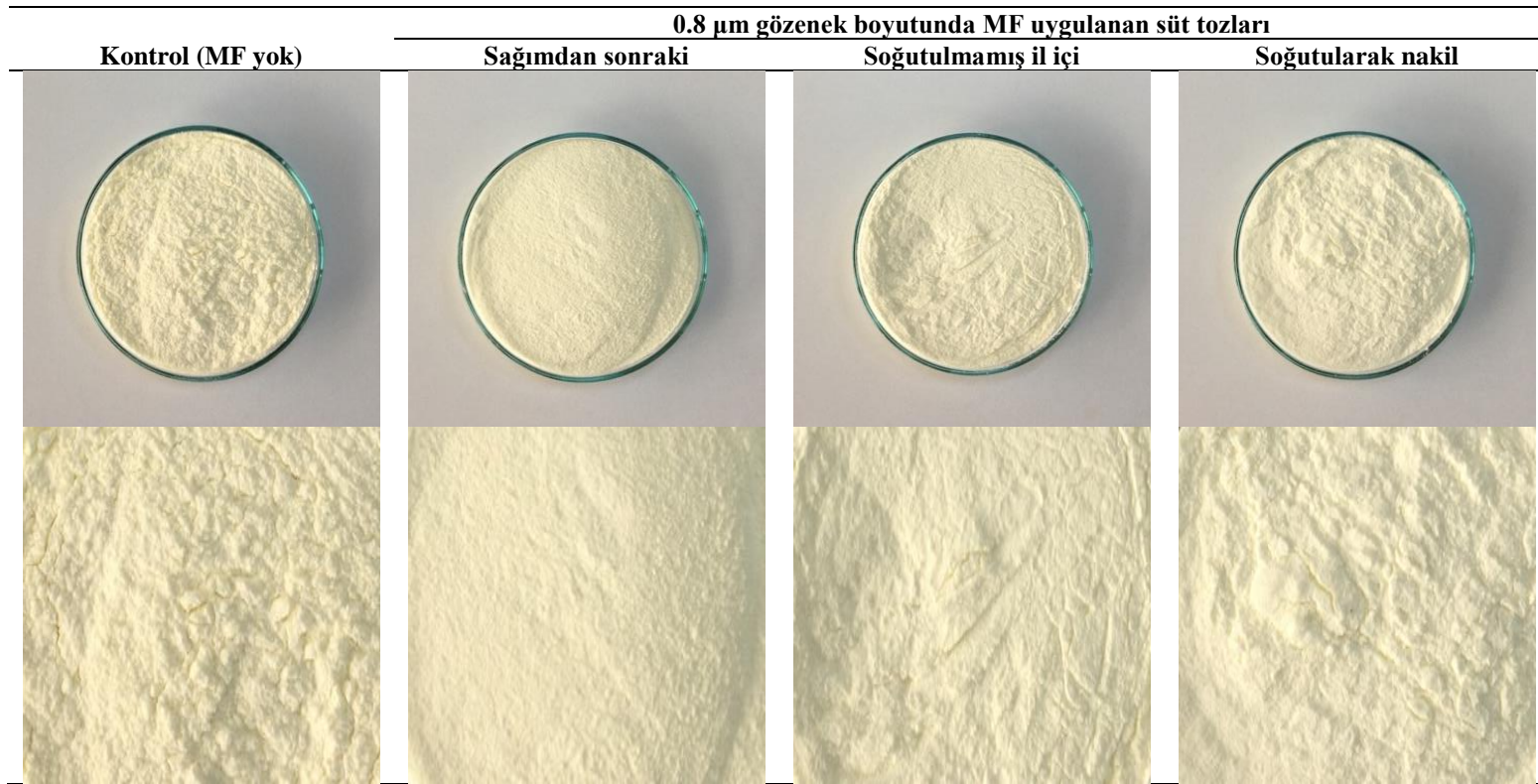
Şekil 3. 1. MF ünitesi (Pall Aria AP)



Şekil 3.2. Mikrofiltre yağsız süt tozlarının üretim akım şeması



Şekil 3.3. 0.5 μm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozları



Şekil 3.4. 0.8 μm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozları

3.2.2. Çiğ süt ve permeata uygulanan analizler

3.2.2.1. Fizikokimyasal analizler

Çiğ sütlerin ve permeatların kuru madde, yağ, protein ve titrasyon asitliği analizleri AOAC metotlarına göre belirlenmiştir (AOAC, 2005). pH ölçümü, Sentix 42 elektrotlu el tipi pH-metre (WTW pH 3110, Almanya) kullanılarak belirlenmiştir.

3.2.2.2. Mikrobiyolojik analizler

Çiğ sütlerin ve permeatların toplam bakteri (aerobik mezofilik bakteri) sayısı ISO 4833-1 (ISO, 2013) metoduna göre, maya küf sayısı ISO 6611 (ISO, 2004a) metoduna göre, *Bacillus* sayısı ISO 7932 (ISO, 2004b) ve *Pseudomonas* sayısı ISO/TS 11059 (ISO, 2009) metoduna göre belirlenmiştir. Lipolitik psikrotrofik bakteri sayısı ise Tributyrin Agar'da (Merck) 7 °C'de 10 gün inkübasyondan sonra sayılmıştır (Hantsis-Zacharov ve Halpern 2007).

3.2.3. Süt tozlarına uygulanan analizler

3.2.3.1. Fizikokimyasal analizler

3.2.3.1.1. Nem

Süt tozlarının nem içeriğinin belirlenmesi için, yaklaşık 3 g süt tozu örneği darası alınmış kurutma kaplarına tartılarak 102±2 °C etüvde 3 saat bekletilmiştir. Süre sonunda örnekler etüvden çıkartılarak desikatörde oda sıcaklığına gelinceye kadar soğutulmuş ve tartılmıştır. Süt tozlarının % nem içeriği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır (GEA, 2006a).

$$\% \text{ Nem} = \frac{b - c}{b - a} \times 100$$

a: Kurutma kabının darası (g)

b: Kurutma kabı + toz örnek (g)

c: Kurutma kabı + kurutulmuş toz örnek (g)

3.2.3.1.2. Protein

Süt tozu örneklerinin azot içeriği, Kjeldahl yöntemiyle (AOAC, 2005) belirlenmiştir. Süt tozu numunelerinin % protein miktarı, bulunan % azot miktarının 6.38 faktörü ile çarpılması ile hesaplanmıştır.

3.2.3.1.3. Kül

Süt tozlarının kül içeriğinin belirlenmesi için, porselen krozeler sabit tartıma getirildikten sonra desikatörde soğutulularak darası alınmıştır. Darası alınan krozelere 2 g süt tozu örneği tartılarak 525 °C de kül fırınında karbonsuz kül elde edilinceye kadar yakılmıştır. Yakma işleminin ardından krozeler desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra tartılmıştır. Analiz sonucu % kül olarak aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır (GEA, 2004).

$$\% \text{ Kül} = \frac{a - b}{c - b} \times 100$$

a: Krozenin darası + yanmış örnek (g)

b: Krozenin darası (g)

c: Krozenin darası + örnek (g)

3.2.3.1.4. Yağ

Süt tozlarının yağ içeriğinin belirlenmesinde, süt tozu bütirometresine sırasıyla 10 ml 1.816 g/ml yoğunluklu H₂SO₄ (sülfürik asit), 8 ml saf su, 2.5 g süt tozu ve 1 ml amil alkol (0.811 g/ml) eklendikten sonra bütirometrenin tıpası kapatılarak 15 dk Gerber santrifüjünde (Funke Gerber, Almanya) santrifüjlenmiştir. Süt tozlarının yağ miktarı % yağ olarak bütirometre skalasından okunarak belirlenmiştir (GEA, 2005).

3.2.3.1.5. pH

Süt tozlarının yağsız kuru madde miktarı %10 olacak şekilde saf su içinde çözüldükten sonra, pH ölçümü Sentix 42 elektrotlu el tipi bir pH-metre (WTW pH 3110, Almanya) kullanılarak belirlenmiştir. Kalibrasyon için standart tampon çözeltileri (pH 4.01 ve 7.01; WTW) kullanılmıştır.

3.2.3.1.6. Titrasyon asitliđi

Mevcut laktik asit miktarını belirlemek için süt tozları rekonstitüe (%10 yağsız kuru madde) edildikten sonra fenolftalein indikatörü damlatılmış ve 0.1 N sodyum hidroksit (NaOH) ile kalıcı pembe renk oluşuncaya kadar titre edilerek belirlenmiştir. Titrasyon asitliđi deđerleri % laktik asit (%LA) cinsinden ařađıdaki formüle göre hesaplanmıştır (GEA, 2006b).

$$\% \text{ Laktik asit} = \frac{ml \times N \times 90 \times 100}{V \times 100}$$

ml: Harcanan 0.1 N NaOH (ml)

N: NaOH'ın normalitesi

V: Titrasyonda kullanılan süt (ml)

3.2.3.1.7. Hidroksimetilfurfural (HMF)

Süt tozlarının hidroksimetilfurfural (HMF) iđerliđi Keeney ve Bassette (1959)'in yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. İlk olarak yağsız süt tozu (100 ml suda 10 g) rekonstitüe edilmiş ve deney tüpüne 10 ml rekonstitüe süt koyulduktan sonra üzerine 5 ml 0.3 N okzalik asit ilave edilerek karıştırılmıştır. Ardından bu karışım 1 saat kaynar su banyosunda bekletilmiştir. İşlem sonrası su banyosundan çıkarılan tüplerin oda sıcaklığına kadar sođuması sađlandıktan sonra 5 ml triklorasetik asit (TCA; Sigma-Aldrich, Almanya) ilave edilip karıştırılmış ve Whatman 42 filtre kađıdı ile süzölmüştür. Bařka bir tüp iđerisine elde edilen süzöntüden 4 ml alınarak üzerine 1 ml 2-tiyobarbitürük asit ilave edilmiş ve karıştırılmıştır. Bu karışım 40°C su banyosunda 30-40 dk bekletilmiş ve süre sonunda tüpler çıkartılarak oda sıcaklığına kadar sođutulmuştur. Sođuyan tüplerin spektrofotometrede (Biochrom, LibraS22, Cambridge-İngiltere) 443 nm dalga boyunda absorbsiyon deđerleri belirlenmiştir. Elde edilen absorbsiyon deđerlerinden ařađıda belirtilen formöl yardımıyla HMF miktarı hesaplanmıştır.

$$\text{HMF } (\mu\text{M}) = (\text{Absorbans} - 0.055) \times 87.5$$

3.2.3.1.8. Toplam serbest yağ asitliği (TSYA) analizi

Örneklerin serbest yağ asidi içeriği Deeth ve ark. (1975) tarafından açıklanan metoda göre yapılmıştır.

3.2.3.1.9. Tiyobarbitürik asit reaktif bileşen (TBARS) analizi

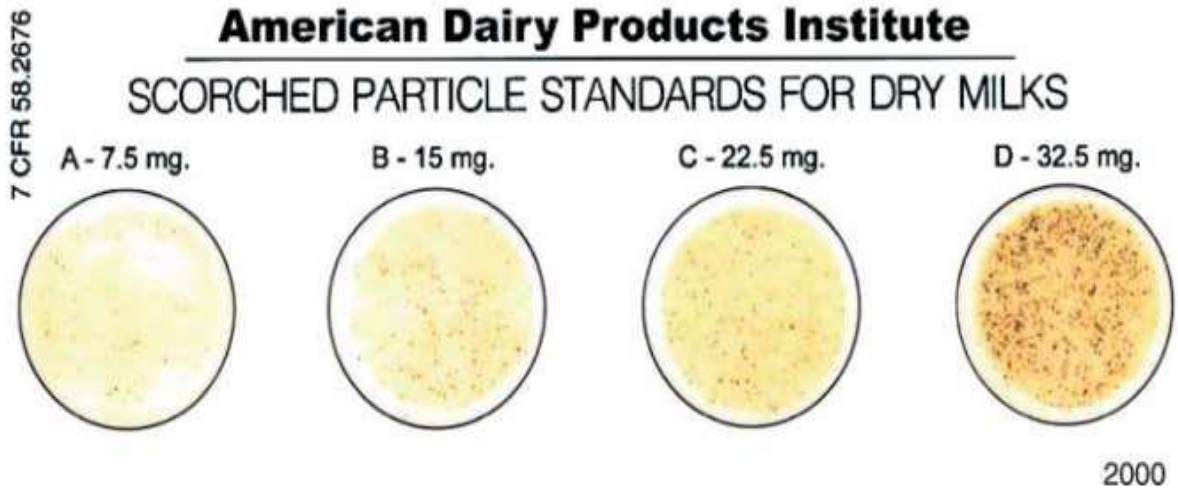
Örneklerin tiyobarbitürik asit reaktif maddeler (TBARS) içeriği, Nanua ve ark. (2000) tarafından bildirilen yönteme göre belirlenmiştir. İlk olarak Kjeldahl tüpünde 5 g süt tozu örneği 93 ml saf su ile karıştırılmıştır. Ardından sırasıyla 1.4 ml 4 M HCl, 400 µl Tween 80, 200 µl antifoam A, 200 µl bütil hidroksi tolüen, birkaç tane cam boncuk eklenmiş ve karıştırılmıştır. Karışım daha sonra Kjeldahl distilasyon ünitesinde distile edilmiştir. İşlem sonrasında deney tüpüne 5 ml distilat eklenmiş ve saf asetik asit içinde 5 ml 20 mM tiyobarbitürik asit çözeltisi koyulmuştur. Daha sonra deney tüpü kaynar su banyosunda 35 dk bekletilmiştir. Süre sonunda oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra spektrofotometre ile 538 nm'de absorbans belirlenmiştir. Kör numunenin ölçümü saf su ile yapılmıştır. Distilat çözeltisinde TBARS konsantrasyonu, 1.1.3.3-tetraethoxypropane ile tiyobarbitürik asitin (TBA) reaksiyon çözeltileri ile elde edilen kalibrasyon kurvesi ile hesaplanmıştır. Süt tozlarındaki TBARS konsantrasyonu mg malonaldehit/kg olarak belirlenmiştir.

3.2.3.1.10. Renk Analizi

Renk analizleri bir Chroma Meter CR-400 (Minolta, Osaka, Japonya) kullanılarak ölçülmüştür. Süt tozu örnekleri, 50 mm çapındaki bir petri kabının üzerine düzgün şekilde yerleştirilerek renk için analiz edilmiştir. L^* (parlaklık), a^* (kırmızılık) ve b^* (sarılık) değerleri CIELAB renk aralığına göre belirlenmiştir. Analiz öncesinde, cihaz referans tablası ile kalibre edilmiştir (Francis, 1998).

3.2.3.1.11. Yanmış Parçacık Analizi

Süt tozlarının yanmış partikülleri, Amerikan Süt Ürünleri Enstitüsü Bülteni tarafından belirtilen yönteme göre analiz edilmiştir (ADPI, 2002). Rekonstitüe edilen süt tozları özel filtreden süzöldükten sonra kurutulularak, Şekil 3.5'de verilen standart test şeması ile karşılaştırılarak belirlenmiştir.



Şekil 3.5. Süt tozları için görünümüne göre yanık parçacıkların değerlendirilme tablosu

3.2.3.1.12. Su aktivitesi

Süt tozlarının su aktivitesi (a_w), Novasina LabTouch- a_w cihazı (Novasina AG, Lachen, İsviçre) kullanılarak belirlenmiştir.

3.2.3.1.13. Yığın yoğunluğu

Süt tozlarının kütle yoğunluğu analizi, Caparino ve ark. (2012) ve Lebrun ve ark. (2012)'nin yöntemine göre yapılmıştır. Yaklaşık olarak 1 g süt tozu, 5 ml'lik cam ölçekli bir silindire herhangi bir basınç uygulamaksızın serbestçe dökülerek süt tozunun gevşek kütle yoğunluğu belirlenmiştir. Belirli bir yükseklikten hafifçe vurulduktan sonra aynı numunelerde ard arda gelen ölçümler arasında hacimde önemsiz bir fark gözlenene kadar ölçülen hacim ise sıkıştırılmış kütle yoğunluğu olarak ölçülmüştür. Gevşek ve sıkıştırılmış süt tozu yoğunluğu aşağıdaki ifade kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{Gevşek yığın yoğunluğu (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{Toz ağırlığı (g)}}{\text{Toz hacmi (cm}^3\text{)}}$$

$$\text{Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{Toz ağırlığı (g)}}{\text{Sıkıştırılmış toz hacmi (cm}^3\text{)}}$$

3.2.3.2. Fonksiyonel özelliklerin belirlenmesine yönelik analizler

3.2.3.2.1. Islanabilirlik

Süt tozlarının ıslanabilirliği Fuchs ve ark. (2006)'ın yöntemine göre belirlenmiştir. Islanabilirlik, 1 g tozun, çalkalamadan 20 °C'de 100 ml damıtılmış su yüzeyinden kaybolması için geçen süre saniye cinsinden verilmiştir.

3.2.3.2.2. Dağılılabirlik

Yağsız süt tozları dağılılabirlik analizi için, 20±2 °C sıcaklıkta 100 ml su 250 ml'lik behere koyulmuştur. Hazırlanan suya, 10 g yağsız süt tozu eklenir eklenmez kronometreye basılarak spatül ile 15 saniyede 25 ileri geri hareket yapılarak karıştırılmıştır. Süre sonunda bu karışım 150 µm'lik metal bir elekten süzölmüş ve süzöntünün kuru maddesini belirlemek için etüvde 105 °C'de 4 saat kurutulmuştur. Örneklerin dağılılabirliği hesaplanırken aşağıdaki formül kullanılmıştır (Schuck ve ark., 2012).

$$\text{Dağılılabirlik (\%)} = \frac{(100 + a) \times \text{KM}}{a \times \left(\frac{100 - b}{100}\right)}$$

KM: Süzöntünün kuru madde içeriği (%)

a: Kullanılan süt tozu miktarı (g)

b: Süt tozunun nem oranı (%)

3.2.3.2.3. Çözünöbilirlik

Çözünörlük indeksi, Amerikan Süt Ürünleri Enstitüsü'nün metoduna göre belirlenmiştir (ADPI, 2002). Süt tozları %10 yağsız kuru madde olacak şekilde hazırlanmış ve dereceli test tüplerine (Art. No3634, Funke Gerber, Almanya) koyulmuştur. Ardından tüpler 1100 rpm'de 10 dk boyunca santrifüjlenmiştir. İşlem sonrasında tüplerin dibindeki sediment, mililitre tortu olarak belirlenmiş ve aşağıdaki formül kullanılarak örneklerin çözünörlüğü hesaplanmıştır.

$$\text{Çözünöbilirlik (\%)} = 100 - [2 \times \text{sediment (ml)}]$$

3.2.3.2.4. Köpük oluşturma kapasitesi ve stabilitesi

Köpük oluşturma kapasitesi tayini için, 10 g yağsız süt tozu 20 °C sıcaklıktaki 100 ml suda çözündürülerek rekonstitüe edilmiştir. Rekonstitüe sütlerin ultraturax (T 25, IKA WERKE, Almanya) ile 15800 rpm'de 30 s karıştırılarak köpük oluşması sağlanmış ve 250 ml'lik ölçü silindire dökülerek toplam hacim belirlenmiştir. Köpük oluşturma kapasitesi toplam hacim belirlendikten sonra yüzde (%) olarak hesaplanmıştır.

Köpürme stabilitesi ise, toplam köpük hacminin %50'sinin azalması için geçen süre (saniye) olarak belirlenmiştir (Zouari ve ark., 2021).

3.2.3.3. Partikül büyüklüğü ölçümü

Süt tozlarının partikül büyüklüğü ölçümleri, bir kuru dispersiyon ünitesi (Aero S) ile donatılmış Malvern Mastersizer 3000 cihazı (Malvern Instruments Ltd., Worcestershire, İngiltere) kullanılarak lazer kırınımı ile belirlenmiştir. Besleme hunisine yaklaşık 5 g süt tozu beslenerek, %1-5'lik bir 'obscuration' değeri ile 0.1 bar besleme basıncında kuru dispersiyon sistemi aracılığıyla dağıtılmıştır. Besleme hızı %25 ve kırılma indisi 1.46 olarak ayarlanmıştır. Partikül boyut dağılımının D₁₀, D₅₀, D₉₀, D_{4,3}, D_{3,2}, span, üniformluk ve spesifik yüzey alanı değerleri saptanmıştır.

D_{4,3} = Hacimsel ortalama çapı

D_{3,2} = Sauter ortalama çapı olarak da ifade edilen, hacim/yüzey alanı ortalama çapı

D₁₀ = Partiküllerin %10'unun belirlenen çapın altında olduğunu belirtmektedir.

D₅₀ = Partiküllerin %50'sinin belirlenen çapın altında olduğunu belirtmektedir.

D₉₀ = Partiküllerin %90'ının belirlenen çapın altında olduğunu belirtmektedir.

Span = Boyut dağılımının genişliğini ifade etmektedir.

$$\text{Span} = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}}$$

Üniformluk = Partikül boyutu dağılımının büyüklüğünü ve partikül boyutu dağılım eğrisinin gradyanını yansıtmaktadır.

Spesifik yüzey alanı = Partiküllerin toplam alanının, toplam ağırlığa bölünmesiyle hesaplanmaktadır.

3.2.3.4. DSC analizi (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre)

Numuneler (7-10 mg) hassas bir şekilde alüminyum numune kaplarına tartılıp, kapakları kapatılarak DSC 25 cihazı (TA Instruments, New Castle, DE, ABD) ile analiz edilmiştir. Cihazı kalibre etmek için indiyum (erime sıcaklığı 429.75 K, $\Delta H_f = 28.45$ J/g) ve referans olarak ise boş bir numune kabı kullanılmıştır. Süt tozu örnekleri, -20°C ila 250°C sıcaklık aralığında 50 ml/dk hızındaki azot gazı akışında, 10°C/dk sıcaklık artışıyla analiz edilmiştir.

3.2.3.5. SEM analizi (Taramalı Elektron Mikroskobu)

Taramalı elektron mikroskobu ile görüntüleme yöntemiyle süt tozu örneklerinin mikroyapıları belirlenmiştir. Görüntümeden önce SEM stublarının üzerindeki çift taraflı bantın üzerine süt tozu örneği bırakılmıştır. Daha sonra bant üzerindeki örnek, çekim esnasında elektron bombardımanından koruma sağlanmak ve iletkenliği artırmak amacıyla bir püskürtmeli kaplayıcıda ince bir altın tabakası ile kaplanmıştır. Kaplanan örneğin taramalı elektron mikroskobu (SEM) (FEI Quanta 250 FEG) ile 2 kV'da 500-8000 magnifikasyonda görüntüler alınarak yüzey morfolojisi ve yüzey pürüzlülüğü incelenmiştir.

3.2.3.6. Tekstürel analiz

Yağsız süt tozlarının tekstürel özelliklerini belirlemek için 10 g yağsız süt tozu oda sıcaklığındaki 100 ml suda rekonstitüe edildikten sonra, TAXTPlus Texture Analyzer (Stable Microsystems, UK) cihazında A/BE probu kullanılarak analizi gerçekleştirilmiştir. Bu analiz ile rekonstitüe sütlerin sertlik (g), kıvam (g.s), yapışkanlık (g) ve viskozite indeksi (g.s) değerleri tespit edilmiştir.

3.2.3.7. Mikrobiyolojik analizler

Süt tozlarında toplam bakteri (aerobik mezofilik bakteri) sayısı ISO 4833-1 (ISO, 2013) metoduna göre, maya küf sayısı ISO 6611 (ISO, 2004a) metoduna göre, *Bacillus* sayısı ISO 7932 (ISO, 2004b) ve *Pseudomonas*'ın sayısı ISO/TS 11059 (ISO, 2009) metoduna göre belirlenmiştir. Lipolitik psikrotrofik bakteri sayısı ise Tributyrin Agar'da (Merck) 7°C 'de 10 gün inkübasyondan sonra sayılmıştır (Hantsis-Zacharov ve Halpern 2007).

3.2.3.8. Duyusal analiz

Süt tozları ve rekonstitüe stler 7 kiřilik bir panelist grubu tarafından Rankin (2009) tarafından bildirilen duyusal deęerlendirme izelgesine (izelge 3.1) gre farklı parametreler kullanılarak deęerlendirilmiřtir. St tozları ambalaj ve grnm aısından, rekonstite stler ise aroma bakımından deęerlendirmeye alınmıřtır.

3.2.3.9. İstatistiksel analiz

Verilerin istatistiksel analizleri, JMP istatistik programı 10.0 versiyonu (SAS Institute Inc., Cary, NC, ABD) kullanılarak yapılmıřtır. Elde edilen veriler varyans analizine tabi tutularak, ana varyasyon kaynaklarının ortalamaları Tukey HSD testi ile karřılařtırılmıřtır. İstatistikî analiz sonuları tablolar halinde zetlenerek deęerlendirilmiřtir.

Çizelge 3.1. Yağsız süt tozlarında kullanılan duyuusal değerlendirme çizelgesi

Örnek No:		Tarih:
Aroma (10 puan)	Değerlendirme kriteri	Puan:
Kabul edilir 10	Asit	
	Buruk	
	Acı	
	Tebeşir	
Satılamaz 0	Pişmiş	
	Yem	
	Fermente	
	Yavan	
	Yabancı	
	Zamk	
Normal aralık 1-10	Metalik	
	Nötürleyici madde	
	Okside	
	Ransit	
	Tuzlumsu	
	Yanık	
	Bayat	
	Depo	
	Kirli	
	Yabancı ot tadı	
Fiziksel görünüm (5 puan)		Puan:
Kabul edilir 5	<u>Toz üründe:</u>	
	Kekleşme	
	Koyu partiküller	
	Topaklaşma	
Satılamaz 0	Doğal olmayan renk	
	<u>Rekonstitüe üründe:</u>	
	Ayrılmış partiküller	
	Koyu partiküller	
Normal aralık 1-5	Taneli görünüm	
	Çözünmeyen topakçıklar	
Ambalaj (5 puan)		Puan:
Kabul edilir 5	Delik ambalaj	
Satılamaz 0	Lekli-kirli ambalaj	
Normal aralık 1-5	Kapatılmamış ambalaj	

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

4.1. Çiğ Sütlerin ve Permeatların Fizikokimyasal ve Mikrobiyolojik Analiz Sonuçları

4.1.1. Çiğ sütlerin ve permeatların fizikokimyasal analiz sonuçları ve tartışma

Yağsız süt tozu üretiminde kullanılan çiğ sütlerin, MF'den önce (MFÖ) ve MF'den sonra (MFS) olmak üzere fizikokimyasal analizleri gerçekleştirilmiştir. Fizikokimyasal özelliklere ait sonuçlar Çizelge 4.1'de verilmiştir. MFS sütler metin içinde bazı yerlerde permeat olarak ifade edilmiştir. MFÖ çiğ sütlerin yağsız kuru madde (KM) değerleri %10.45-10.66 arasında değişirken, permeatların ise %10.24-10.46 arasında değiştiği belirlenmiştir. Çiğ sütlerin 0.5 µm MF işlemi ile KM değerlerinde %0.23-0.28 arasında, 0.8 µm MF işlemi ile ise %0.17-0.20 arasında bir kayıp belirlenmiştir. Bu kayıp bileşenlerin MF membranları tarafından tutulan mikroorganizmalar, kaba süzme işleminden kurtulan ancak MF membranlarından kurtulamayan kir, toz ve yabancı maddeler olduğu düşünülmektedir. Ayrıca membran gözenek boyutundan daha büyük olan süt bileşenleri de tutulmuş olabilir. MF membranlarında gözenek boyutundan büyük bileşenler tutulmakta (retentat), küçük bileşenler ise geçmektedir (permeat).

MF işlemi yağsız sütlere uygulandığı için çiğ sütlerin yağ oranı filtrasyondan önce tespit edilmiş ve %3.20-3.30 değerleri arasında belirlenmiştir. Sütün MF ile işlenmesinden önce süt yağının alınması gerekmektedir, çünkü 0.15-15 µm boyut aralığında değişen süt yağ globülleri ile 0.2-6 µm boyut aralığında değişen bakteriler birbiriyle örtüşmektedir (Saboyainsta, 2000; Gésan-Guiziu, 2013). Ayrıca yağı alınmamış sütün MF işlenmesi membran yüzeyinde bir yağ tabakasının birikmesine ve gözeneklerin daralmasına neden olarak membranın çok hızlı kirlenmesine ve performansının düşmesine sebep olmaktadır. Mikrobiyal uzaklaştırma için MF, yalnızca endüstriyel ölçekte yağsız süte uygulanmaktadır (García ve Rodríguez, 2014).

Çiğ sütlerin ve permeatların protein içeriği sırası ile %3.16-3.30 ve %3.11-3.20 olarak belirlenmiştir. 0.5 µm MF uygulaması ile çiğ sütlerin protein içeriğinin %0.03-0.05 oranında, 0.8 µm MF uygulaması ile ise %0.02-0.03 oranında membranlar tarafından tutulduğu tespit edilmiştir. Hoffmann ve ark. (2006) ESL süt üretiminde 1.4 µm gözenek boyutunda MF membranları kullandıkları çalışmalarında kaynak sütün toplam protein miktarını MF süt ile karşılaştırdıklarında %0.02-0.03 değeri ile kısmen azaldığını belirtmişlerdir. Fernández García ve Riera Rodríguez (2015) tarafından yapılan çalışma sonuçlarına göre yağsız sütün ortalama gözenek boyutu 1.4 µm olan üç farklı tipte seramik membranlardan çapraz akışlı MF işlemi ile %0.8 ile %2.9 arasında protein tutulum değerleri elde edilmiştir. Ayrıca sıcaklığın protein kaybı

üzerinde önemli bir etkisi olmadığını bildirmişlerdir. Başka bir çalışmada 0.5 µm gözenek çapına sahip membran kullanımının, 1.4 µm membrana kıyasla kazein misel nüfuzunda sadece kısmen bir azalma olduğunu belirtmişlerdir (Lindquist, 1998). MF gözenek boyutunun küçülmesi kazein misel geçirgenlik hızında hafif bir azalmaya yol açmakta, ancak yağsız süttten mikroorganizmaların uzaklaştırılması da o kadar yüksek olmaktadır (Saboyainsta ve Maubois 2000). MF’de kullanılan seramik membranlar hidrofilik özelliktedir ve membrana düşük de olsa protein yapışması beklenebilmektedir (Baruah ve ark., 2006). Bu durum MF gözenek boyutundan büyük olan proteinlerin MF mebranları tarafından tutulması ile de açıklanabilir.

MFÖ çiğ sütlerin ve permeatların pH değerleri sırasıyla 6.64-6.75 ve 6.54-6.64 aralığında saptanmıştır. Titrasyon asitliği ise MFÖ sütlerde 6.65-6.80 aralığında belirlenirken, permeatlarda ise 6.62-6.71 arasında tespit edilmiştir. Yeni sağılmış inek sütünün pH değeri 6.6-6.8 arasında iken, titrasyon asitliği ise 6.4-7.0 °SH veya süt asidi cinsinden %0.14-0.16 arasında değişmektedir. Sütün sağımdan sonra depolama ve taşınması sırasında laktozun laktik aside parçalanması ile asitlik derecesinde bir artış meydana gelmektedir (Metin, 2017). Silva ve ark. (2012), 0.8 µm gözenek boyutunda membran kullanarak ürettikleri mikrofiltre sütün asitlik değerinin, pastörize süte kıyasla daha düşük olduğunu belirlemişlerdir. Sütün asitliğinin artmasının nedeninin, sütün kendi içinde bulunan ve çoğalan mikroorganizmaların laktozu parçalaması ve laktik asit üretmesinden dolayı olduğunu bildirmişlerdir.

Çiğ sütün pH ve titrasyon asitliği değerlerini sırası ile 6.61 ve 7.30 °SH olarak belirleyen Yetişemiyen ve ark. (2008) yağsız sütün 0.45 µm gözenek boyutlu membrandan mikrofiltre edilmesiyle elde edilen permeatın pH ve titrasyon asitliğini ise sırası ile 6.55 ve 4.92 °SH olarak tespit etmişlerdir. Ayrıca araştırmacılar, sütün bileşimindeki maddelerin sütün asitliğini etkilediğini, bundan dolayı farklı bileşim özelliklerindeki sütlerin asitliğinin de farklı olduğunu belirtmişlerdir.

Bu çalışmada çiğ sütlerin ve permeatların fizikokimyasal analiz sonuçları incelendiğinde yağsız süt tozu üretimine uygun oldukları görülmektedir.

Çizelge 4.1. Çiğ sütlerin ve permeatların fizikokimyasal analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Kuru madde (%)		Yağ (%)	Protein (%)		pH		Titrasyon asitliği (°SH ²)	
		MFÖ ³	MFS ⁴	MFÖ	MFÖ	MFS	MFÖ	MFS	MFÖ	MFS
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	10.66±0.03		3.30±0.14	3.25±0.04		6.75±0.01		6.65±0.07	
	Sağımdan sonraki	10.52±0.06	10.24±0.06	3.25±0.07	3.18±0.10	3.15±0.10	6.69±0.03	6.58±0.03	6.80±0.01	6.68±0.01
	Soğutulmamış il içi	10.55±0.01	10.28±0.01	3.20±0.04	3.25±0.04	3.20±0.04	6.67±0.04	6.54±0.04	6.75±0.04	6.71±0.04
	Soğutularak nakil	10.48±0.08	10.25±0.08	3.25±0.06	3.16±0.08	3.11±0.08	6.70±0.01	6.59±0.04	6.70±0.03	6.62±0.03
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	10.54±0.08		3.29±0.01	3.30±0.42		6.70±0.03		6.72±0.01	
	Sağımdan sonraki	10.45±0.04	10.25±0.04	3.30±0.10	3.20±0.14	3.18±0.08	6.75±0.03	6.63±0.03	6.70±0.02	6.62±0.02
	Soğutulmamış il içi	10.63±0.04	10.46±0.06	3.25±0.06	3.16±0.04	3.13±0.04	6.64±0.06	6.56±0.06	6.75±0.03	6.67±0.03
	Soğutularak nakil	10.46±0.03	10.27±0.03	3.30±0.06	3.21±0.01	3.19±0.04	6.70±0.03	6.64±0.03	6.75±0.01	6.65±0.01

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. ²SH: Soxhlet-Henkel. ³MFÖ: Mikrofiltrasyondan önce. ⁴MFS: Mikrofiltrasyondan sonra.

4.1.2. Çiğ sütlerin ve permeatlarının mikrobiyolojik analiz sonuçları ve tartışma

Süt tozu üretiminde her bir MF işlemi (0.5 µm ve 0.8 µm) için sağımdan sonraki süt (30-35 °C), soğutulmamış il içi süt (20-25 °C de 3 saat), soğutularak gelen nakil süt (4-6 °C de 12 saat) ve filtrasyon uygulanmayan kontrol grubu olmak üzere dört farklı çiğ süt grubu kullanılmıştır. Bu sütlerin filtrasyon öncesi ve filtrasyon sonrası olmak üzere mikrobiyolojik analizleri gerçekleştirilmiş olup Çizelge 4.2’de verilmiştir.

MFÖ çiğ sütlerin toplam aerobik mezofilik bakteri (TAMB) sayısının 2.91-5.02 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. Her iki MF grubu için en yüksek TAMB sayım sonucu kontrol süt örneğinde belirlenirken, en düşük sayım sonucu soğutularak nakil sütte belirlenmiştir. MFS sütlerde ise 0.81-2.70 log kob/g arasında belirlenmiş olup, en yüksek TAMB sayısı sağımdan sonraki süt grubunda tespit edilmiştir. Ancak MF işlemi ile en yüksek bakteri tutulması da sağımdan sonraki süt grubunda belirlenmiştir. Sağımdan sonraki süt grubunda 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılmasıyla sırası ile 2.39 log kob/g ve 2.31 log kob/g azalma sağlanmıştır.

Çiğ sütlerin maya küf sayısı MFÖ ve MFS’de sırası ile 1.42-3.27 log kob/g ve 0.77-2.10 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. Permeatlar içinde en yüksek maya küf sayısı 0.8 µm MF uygulanmış sağımdan sonraki sütte belirlenmiştir. Soğutularak gelen nakil sütün 0.5 µm MF’den geçirilmesi ile maya küf içeriği tamamıyla ortadan kaldırılmıştır.

Lipolitik psikrotrofik bakteri sayısının ise MFÖ ve permeat sütlerde sırası ile 2.01-3.82 log kob/g ve 1.10-2.28 log kob/g arasında değiştiği bulunmuştur. 0.5 µm ve 0.8 µm MF uygulaması çiğ sütlerde lipolitik psikrotrofik bakteri sayısında sırası ile 1.58 ve 1.53 log birime varan bir inhibisyon sağlamıştır. En düşük lipolitik psikrotrofik bakteri içeren grubun filtrasyon öncesi ve sonrası değerlendirildiğinde soğutularak gelen nakil sütler olduğu belirlenmiştir.

Çiğ sütlerde *Bacillus* içeriği MFÖ’de 1.67-3.00 log kob/g, permeatlarda ise 0.49-1.60 log kob/g arasında belirlenmiştir. En yüksek sayımın 0.8 µm MF uygulaması ile sağımdan sonraki süt grubunda, en düşük sayımın ise 0.5 µm MF uygulaması ile soğutularak gelen nakil süt grubunda olduğu tespit edilmiştir. MF uygulaması ile çiğ sütlerde *Bacillus* sayısında 1.64 log kob/g’e varan bir azalma sağlanmıştır.

Pseudomonas sayısının, MFÖ ve MFS sütlerde sırası ile 2.06-2.83 log kob/g ve 0.48-1.91 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. Permeatlarda *Pseudomonas* sayısı en yüksek sağımdan sonraki süt grubunda bulunurken, en düşük ise soğutularak gelen nakil süt grubunda tespit edilmiştir.

Çizelge 4.2. Çiğ sütlerin ve permeatların mikrobiyolojik analiz sonuçları (log kob/g)¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	TAMB ²		Maya Küf		Lipolitik Psikrotrofik Bakteri		<i>Bacillus</i>		<i>Pseudomonas</i>	
		MFÖ ³	MFS ⁴	MFÖ	MFS	MFÖ	MFS	MFÖ	MFS	MFÖ	MFS
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	4.80±0.05		2.81±0.12		3.48±0.06		3.00±0.09		2.71±0.04	
	Sağımdan sonraki	4.69±0.05	2.30±0.03	2.73±0.11	1.52±0.03	3.31±0.08	1.98±0.04	2.91±0.08	1.27±0.04	2.62±0.04	1.49±0.01
	Soğutulmamış il içi	3.84±0.15	1.93±0.04	2.28±0.03	1.01±0.04	2.97±0.07	1.39±0.06	2.28±0.06	0.87±0.05	2.28±0.03	1.17±0.05
	Soğutularak nakil	2.91±0.06	0.81±0.04	1.42±0.05	-	2.13±0.06	1.10±0.03	1.90±0.08	0.49±0.02	2.15±0.01	0.48±0.01
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	5.02±0.17		3.27±0.10		3.82±0.04		2.48±0.04		2.83±0.01	
	Sağımdan sonraki	5.01±0.04	2.70±0.06	3.09±0.05	2.10±0.06	3.81±0.01	2.28±0.03	2.39±0.01	1.60±0.05	2.57±0.04	1.91±0.03
	Soğutulmamış il içi	4.21±0.08	2.17±0.11	2.82±0.03	1.71±0.02	2.81±0.08	1.66±0.04	2.09±0.04	1.15±0.08	2.14±0.08	1.39±0.02
	Soğutularak nakil	3.06±0.03	1.43±0.11	1.67±0.09	0.77±0.04	2.01±0.04	1.28±0.04	1.67±0.04	0.90±0.01	2.06±0.01	0.72±0.05

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. ²TAMB: Toplam aerobik mezofilik bakteri. ³MFÖ: Mikrofiltrasyondan önce. ⁴MFS: Mikrofiltrasyondan sonra. "-" sayılamayacak kadar az.

0.5 µm MF uygulamasının 0.8 µm'ye göre bakteri tutumunun daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Filtrasyon uygulanan sütler arasında mikrobiyal içeriğin en yüksek sağımdan sonraki süt (30-35 °C) grubunda, en düşük soğutulmuş nakil süt (4-6 °C de 12 saat) grubunda olduğu görülmektedir. Süt tozuna işlenmek için fabrikaya gelen sütlerin nakliye süre ve koşulları sütün mikrobiyolojik kalitesini etkilemektedir. Ayrıca çiğ sütün MF işleminden önceki mikrobiyolojik yükü de permeatın mikrobiyolojik kalitesini etkileyebilmektedir.

Hoffmann ve ark. (2006) yağsız sütün 1.4 µm boyutlu filtrasyonu ile çiğ süte bağlı olarak, permeatın bakteri içeriğinin 2-3 log azaldığını bildirmişlerdir. Elwell ve Barbano (2006), 1.4 µm gözenek çapına sahip seramik bir Membralox membran kullanarak 50 °C'de MF uygulaması ile toplam bakteride 3.79 log azalma sağladıklarını belirtmişlerdir. Uzun ömürlü süt üretiminde 1.4 µm gözenek boyutunda MF kullanan başka bir grup araştırmacı, MF'nin mikrobiyal yükü 5-6 log birim azaltarak 1 kob/ml 'nin altına düşürdüğünü tespit etmiştir (Schmidt ve ark. 2012). Diğer bir çalışmada, 0.5 µm gözenek çapına sahip membran kullanımının, 1.4 µm membrana kıyasla bakteri uzaklaştırmada 2-3 log daha iyi bakteri giderimi sağladığını belirtmişlerdir (Lindquist, 1998). Pinto ve ark. (2014), 0.8 µm gözenek boyutunda MF işleminin, toplam mikroorganizma sayısında önemli bir azalma sağladığını bildirmişlerdir.

Yetişemiyen ve ark. (2006), çiğ sütün başlangıçtaki toplam aerobik mezofilik bakteri sayısını 5.4×10^5 kob/ml olarak belirleyen araştırmacılar, yağsız sütün 0.45 µm gözenek boyutlu membrandan mikrofiltre edilmesiyle bu sayının 1.8×10^5 kob/ml'e düştüğünü tespit etmişlerdir. Hammaddede çiğ sütün toplam bakteri içeriğinin 0.45 µm gözenek boyutlu membran kullanımı ile %66.66 oranında azaldığını, 0.1 µm gözenek boyutu kullanımında ise % 97.27 oranında azaldığını belirtmişlerdir.

Yetişemiyen ve ark. (2008), çiğ sütün başlangıç *Bacillus cereus* içeriğini 2.3×10^3 kob/ml olarak belirlerken, yağsız sütün 0.45 µm'de filtre edilmesi ile permeatta 1.2×10^2 kob/ml *Bacillus cereus* içeriği tespit etmişlerdir.

Lawrence ve ark. (2008) MF'nin, süt proteinlerinin denatürasyonunu önlemek için yüksek ısı işlem kullanımını azaltabileceğini ve mikroorganizmaların süttten ayrılması için kullanılabilirliğini göstermişlerdir. Ancak bu azalma, çiğ sütte bulunan ilk mikrobiyal yüke bağlı olmaktadır (Saboyainsta ve Maubois, 2000).

4.2. Yağsız süt tozlarının fizikokimyasal özelliklerine ait sonuçlar ve tartışma

4.2.1. Yağsız süt tozlarının nem miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının depolama süresince nem içeriğinde meydana gelen değişim Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te verilmiştir. Yağsız süt tozlarının nem oranları depolama süresince %2.74-4.94 aralığında değişmiştir. En düşük nem içeriği 0.8 µm filtrasyon ile soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozunun 0. gününde belirlenirken, en yüksek nem içeriği aynı gözenek boyutu kullanılmış soğutularak nakil süttten üretilen süt tozunun 120. gün depolamasında tespit edilmiştir. MF yağsız süt tozlarının 180 günlük depolama süresince nem oranlarında nispi artış belirlenmiştir. Depolama süresince nem oranında en yüksek artışı 1.17 birim 0.8 µm ile MF uygulanan sağımdan sonraki süttten elde edilen örnekte belirlenmiştir.

Yağsız süt tozu örneklerinde çiğ süt, gözenek boyutu ve depolama süresinin nem içeriğine etkisini belirlemek için yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.5'de, Tukey HSD testi sonuçları ise Çizelge 4.6'da verilmiştir. Gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının süt tozlarının nem oranını önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.8 µm MF kullanılan örneklerin nem içeriği (%3.91), 0.5 µm MF kullanılan örneklerin nem içeriğinden (%3.70) daha yüksek bulunmuştur ($p<0.01$). Çiğ süt faktörüne göre en yüksek nem içeriği %4.13 ile soğutularak nakil süttten yapılan süt tozlarında, en düşük nem içeriği ise %3.47 ile kontrol süt tozlarında belirlenmiştir. Depolama boyunca en düşük nem içeriği (%3.46) 0. günde, en yüksek ise 120. (%4.02) ve 180. günlerde (%4.07) bulunmuştur.

Depolama boyunca yağsız süt tozlarının nem içeriklerinin Türk Gıda Kodeksi Koyulaştırılmış Süt ve Süt Tozu Tebliği'nde belirtilen maksimum %5 değerine uygun olduğu belirlenmiştir (TGK, 2005). Süt tozunun nem içeriğinin %5'in üstüne çıkmasıyla çözünürlük kaybı ve Maillard reaksiyonları meydana gelebilmektedir (Shakeel-Ur-Rehman ve ark., 2003). Çok düşük nem içeriği ise yağ oksidasyon hızının artmasına neden olabilmektedir (Labuza, 1971; Van Mıl ve Jans 1991). Schuck ve ark. (2008) püskürterek kurutulmuş yağsız süt tozlarının nem içeriğini %4.5-5.6 arasında bulmuşlar ve kurutucu çıkış havasının bağıl neminin, süt tozlarının nem içeriğini ve su aktivitesini optimize etmek için anahtar parametre olduğunu belirtmişlerdir. Pugliese ve ark. (2017) Avrupa'da üretilen yedi yağsız süt tozunun nem içeriğini %1.15-4.20 arasında tespit etmişlerdir. Püskürterek kurutulacak ürünün bileşimi, sıcaklığı ve kurutma parametreleri, süt tozunun nem içeriğini etkileyebilmektedir.

Çizelge 4.3. 0.5 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının bazı fizikokimyasal analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Nem (%)	Kül (%)	Yağ (%)	pH	Titrasyon asitliği (%LA ²)
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	3.02±0.06	9.03±0.04	0.50±0.00	6.71±0.02	0.122±0.01
		30	3.30±0.01	8.98±0.07	0.50±0.00	6.68±0.04	0.128±0.00
		60	3.38±0.14	9.12±0.00	0.50±0.00	6.66±0.04	0.128±0.00
		90	3.33±0.02	9.05±0.02	0.50±0.00	6.67±0.01	0.126±0.00
		120	3.46±0.04	9.06±0.01	0.50±0.00	6.64±0.01	0.128±0.00
		180	3.48±0.06	9.04±0.02	0.50±0.00	6.62±0.05	0.140±0.01
	Sağımdan sonraki	0	3.78±0.05	8.69±0.01	0.50±0.00	6.72±0.03	0.108±0.00
		30	3.86±0.04	8.55±0.01	0.50±0.00	6.71±0.01	0.108±0.00
		60	4.00±0.03	8.72±0.02	0.50±0.00	6.71±0.04	0.110±0.00
		90	4.16±0.01	8.67±0.01	0.50±0.00	6.70±0.03	0.113±0.00
		120	4.12±0.16	8.69±0.03	0.50±0.00	6.69±0.04	0.110±0.00
		180	3.98±0.06	8.61±0.02	0.50±0.00	6.69±0.02	0.117±0.00
	Soğutulmamış il içi	0	3.68±0.03	8.84±0.01	0.50±0.00	6.73±0.04	0.117±0.00
		30	3.72±0.03	8.77±0.06	0.50±0.00	6.73±0.02	0.117±0.00
		60	3.90±0.01	8.86±0.04	0.50±0.00	6.70±0.03	0.119±0.00
		90	3.77±0.16	8.82±0.00	0.50±0.00	6.71±0.04	0.119±0.00
		120	4.06±0.03	8.87±0.01	0.50±0.00	6.70±0.02	0.117±0.00
		180	4.16±0.17	8.88±0.03	0.50±0.00	6.70±0.01	0.117±0.00
	Soğutularak nakil	0	3.31±0.08	8.79±0.03	0.50±0.00	6.70±0.06	0.110±0.00
		30	3.48±0.00	8.90±0.11	0.50±0.00	6.70±0.04	0.121±0.01
		60	3.63±0.11	8.80±0.06	0.50±0.00	6.69±0.01	0.122±0.01
		90	3.54±0.12	8.81±0.03	0.50±0.00	6.68±0.02	0.119±0.00
		120	3.72±0.05	8.74±0.05	0.50±0.00	6.66±0.01	0.119±0.01
		180	3.83±0.02	8.76±0.03	0.50±0.00	6.65±0.03	0.117±0.00

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. ²LA: Laktik asit.

Çizelge 4.4. 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının bazı fizikokimyasal analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Nem (%)	Kül (%)	Yağ (%)	pH	Titrasyon asitliği (%LA ²)
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	3.29±0.10	7.10±0.03	0.50±0.00	6.73±0.02	0.122±0.01
		30	3.63±0.11	7.55±0.08	0.50±0.00	6.72±0.04	0.122±0.01
		60	3.33±0.07	7.99±0.05	0.50±0.00	6.70±0.03	0.124±0.00
		90	3.53±0.22	8.48±0.02	0.50±0.00	6.69±0.06	0.124±0.01
		120	3.86±0.00	8.57±0.01	0.50±0.00	6.67±0.05	0.131±0.01
		180	3.96±0.01	8.54±0.03	0.50±0.00	6.66±0.04	0.135±0.00
	Sağımdan sonraki	0	3.36±0.12	7.00±0.12	0.50±0.00	6.71±0.01	0.122±0.01
		30	3.97±0.03	7.72±0.07	0.50±0.00	6.70±0.03	0.122±0.01
		60	3.76±0.04	7.94±0.07	0.50±0.00	6.69±0.01	0.117±0.00
		90	3.84±0.08	8.46±0.04	0.50±0.00	6.69±0.01	0.119±0.00
		120	4.26±0.07	8.56±0.00	0.50±0.00	6.68±0.02	0.122±0.01
		180	4.53±0.15	8.54±0.01	0.50±0.00	6.66±0.03	0.126±0.00
	Soğutulmamış il içi	0	2.74±0.00	7.07±0.10	0.50±0.00	6.73±0.02	0.110±0.00
		30	3.44±0.07	7.56±0.01	0.50±0.00	6.73±0.02	0.113±0.01
		60	3.15±0.09	8.04±0.05	0.50±0.00	6.72±0.03	0.113±0.01
		90	3.40±0.03	8.52±0.03	0.50±0.00	6.71±0.04	0.108±0.00
		120	3.71±0.07	8.58±0.01	0.50±0.00	6.69±0.01	0.113±0.01
		180	3.95±0.10	8.54±0.02	0.50±0.00	6.69±0.03	0.108±0.00
	Soğutularak nakil	0	4.48±0.08	6.96±0.04	0.50±0.00	6.71±0.03	0.119±0.00
		30	4.79±0.05	7.43±0.13	0.50±0.00	6.71±0.00	0.117±0.00
		60	4.70±0.02	7.88±0.09	0.50±0.00	6.69±0.05	0.119±0.00
		90	4.50±0.07	8.31±0.00	0.50±0.00	6.70±0.03	0.119±0.00
		120	4.94±0.06	8.46±0.00	0.50±0.00	6.68±0.02	0.119±0.00
		180	4.69±0.04	8.38±0.02	0.50±0.00	6.66±0.03	0.117±0.01

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. ²LA: Laktik asit.

Çizelge 4.5. Yağsız süt tozlarının bazı fizikokimyasal özelliklerine ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	Nem		Kül		Yağ		pH		Titrasyon asitliği	
		KO	F	KO	F	KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	1.10	179.69**	16.53	7004.05**	0.00	0.00ns	0.00	1.39ns	0.00	0.16ns
Çiğ süt (B)	3	6.66	364.01**	0.61	86.17**	0.00	0.00ns	0.01	4.80**	0.00	36.43**
Depolama (C)	5	3.92	128.45**	7.57	641.30**	0.00	0.00ns	0.03	6.17**	0.00	3.26*
A x B	3	7.99	436.70**	0.49	69.64**	0.00	0.00ns	0.01	2.72ns	0.00	14.52**
A x C	5	0.71	23.12**	7.39	626.58**	0.00	0.00ns	0.00	0.02ns	0.00	0.92ns
B x C	15	0.37	4.07**	0.04	1.12ns	0.00	0.00ns	0.00	0.28ns	0.00	1.51ns
A x B x C	15	0.71	7.72**	0.11	3.23**	0.00	0.00ns	0.00	0.08ns	0.00	0.46ns
Hata	48	0.29		0.11		0.00		0.5		0.00	

¹ * p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.6. Yağsız süt tozlarının bazı fizikokimyasal özelliklerine ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	Nem (%)	Kül (%)	Yağ (%)	pH	Titrasyon asitliği (%LA ²)
Gözenek boyutu						
0.5 µm	48	3.70 ^b	8.84 ^a	0.50 ^a	6.70 ^a	0.119 ^a
0.8 µm	48	3.91 ^a	8.01 ^b	0.50 ^a	6.69 ^a	0.119 ^a
Çiğ süt						
Kontrol	24	3.47 ^d	8.54 ^a	0.50 ^a	6.68 ^b	0.127 ^a
Sağımdan sonraki	24	3.97 ^b	8.35 ^c	0.50 ^a	6.69 ^{ab}	0.116 ^{bc}
Soğutulmamış il içi	24	3.64 ^c	8.45 ^b	0.50 ^a	6.71 ^a	0.114 ^c
Soğutularak nakil	24	4.13 ^a	8.35 ^c	0.50 ^a	6.68 ^b	0.119 ^b
Depolama						
0	16	3.46 ^c	7.93 ^e	0.50 ^a	6.72 ^a	0.116 ^b
30	16	3.77 ^b	8.18 ^d	0.50 ^a	6.71 ^a	0.118 ^{ab}
60	16	3.73 ^b	8.42 ^c	0.50 ^a	6.69 ^{ab}	0.119 ^{ab}
90	16	3.76 ^b	8.64 ^b	0.50 ^a	6.69 ^{ab}	0.118 ^{ab}
120	16	4.02 ^a	8.69 ^a	0.50 ^a	6.67 ^b	0.120 ^{ab}
180	16	4.07 ^a	8.66 ^{ab}	0.50 ^a	6.67 ^b	0.123 ^a

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05). ²LA: Laktik asit.

Hem laktoz hem de proteinler güçlü higroskopik bileşenlerdir. Süt tozu gibi laktoz içeren ürünlerin nem çekmesi ile yapışkanlık artmaktadır (Özkan ve ark., 2002). Nem, amorf tozların camsı geçişi ve kristalleşme davranışında önemli bir rol oynamakta ve bu da akışkanlık, yapışkanlık, kekleşme ve depolama stabilitesini etkilemektedir (Shrestha ve ark., 2008). Artan nem içeriği toz parçacıkları arasında oluşan sıvı köprüleri ve kılcal kuvvetleri artırarak akışkanlığına sebep olabilmektedir. Ayrıca bu durum önemli akışkanlık sorunu olan kekleşmeye neden olabilmektedir (Fitzpatrick ve ark., 2004).

4.2.2. Yağsız süt tozlarının kül miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının kül oranının depolama süresince değişimi Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te verilmiştir. 0.5 µm MF kullanılarak üretilen süt tozlarında depolamanın başında kül oranındaki değişim %8.69-9.03, depolamanın sonunda %8.61-9.04 aralığında bulunmuştur. Depolamanın başında ve sonunda en yüksek kül değeri kontrol grubunda, en düşük ise sağımdan sonraki süt örneğinden yapılan tozlarda belirlenmiştir. 0.8 µm MF kullanılarak üretilen yağsız süt tozlarının olduğu gruptaki süt tozlarının depolama süresince kül içeriği ise %6.96-8.58 aralığında değişmiştir.

Çizelge 4.5'de varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin yağsız süt tozlarının kül oranını önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir (p<0.01). Tukey HSD testi sonuçlarına (Çizelge 4.6) göre 0.5 µm MF kullanılan örneklerin kül

oranı (%8.84) daha yüksek bulunmuştur ($p<0.01$). En düşük kül oranının (%8.35) sağımdan sonraki süt ve soğutulmuş nakil süttten üretilen tozlarda, en yüksek kül oranının (%8.54) ise kontrol süt tozlarında olduğu belirlenmiştir. Depolama boyunca en yüksek kül değeri (%8.69) 120. günde, en düşük değeri ise (%7.93) depolamanın 0. gününde görülmüştür.

Yağsız süt tozlarının depolamanın başındaki kül içeriklerinin %6.96-9.03 aralığında tespit edilmiştir. Yağsız süt tozlarının kül içeriğini Pugliese ve ark. (2017) %7.5-8.5 aralığında, Ji ve ark. (2016) ise %8.2 olarak tespit etmişlerdir. Püskürtülerek kurutulmuş deve ve inek sütü tozları üreten Zouari ve ark. (2021) yağsız inek sütü tozlarının kül içeriğini %7.3-7.9 olarak belirlemişlerdir.

4.2.3. Yağsız süt tozlarının yağ miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Toz süt ürünlerinde duyuusal ve işlevsel kusurlara neden olan en önemli bozucu değişiklikler, süt lipidlerinin oksidasyonu ve Maillard reaksiyonudur. Süt tozundaki süt yağının oksidatif stabilitesini ısı işlem, depolama sıcaklığı, su aktivitesi ve ambalajlama gibi faktörler etkilemektedir (Farkye, 2006).

Yağsız süt tozlarının depolama süresince yağ miktarındaki değişim Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'de verilmiştir. 180 günlük depolama boyunca yağsız süt tozlarının yağ oranının %0.50 olduğu ve depolama süresince de değişmediği tespit edilmiştir.

Çizelge 4.5'de gösterilen varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin tozların yağ oranı üzerine etkisi istatistik açıdan önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre yağ oranı tüm faktörlerde %0.50 yağ içeriği sonucunu vermiştir (Çizelge 4.6).

Yağsız süt tozununun TGK ve ADPI standartlarına göre maksimum yağ içeriği %1.5 olarak belirlenmiştir (TGK, 2005; ADPI, 2020). Bu çalışmadaki süt tozlarına ait yağ değerleri ilgili standartlarla uyumludur. Sert ve ark. (2016) çalışmalarındaki yağsız süt tozlarının yağ içeriği (%0.5) ile benzer bulunmuştur. Fitzpatrick ve ark. (2004) yağsız süt tozlarının yağ içeriğini %0.9, Pugliese ve ark. (2017) %0.2-1 aralığında ve Murrieta-Pazos ve ark. (2011) da %1.5 olarak daha yüksek tespit etmişlerdir.

4.2.4. Yağsız süt tozlarının pH değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının pH değerinin depolama periyodunca değişimi Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'de verilmiştir. Örneklerin depolamanın başlangıcında pH değerleri 6.70-6.73,

depolama sonunda 6.62-6.70 arasında tespit edilmiştir. Depolama sonunda en yüksek pH değeri (6.70) 0.5 µm MF'li soğutulmamış il içi süttten üretilen yağsız süt tozunda, en düşük pH değeri (6.62) ise aynı grubun kontrol süt tozunda bulunmuştur. Depolama süresince süt tozlarının pH değerlerinin azaldığı görülmüştür.

Varyans analizi sonuçlarına (Çizelge 4.5) göre MF gözenek boyutunun süt tozlarının pH değerine etkisinin olmadığı ($p>0.05$), çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin ise pH değerini önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.6) en düşük pH değerleri (6.68) kontrol grubu ve soğutulmuş nakil süttten üretilen tozlarda bulunurken, en yüksek pH değerinin ise soğutulmamış il içi süttten (6.71) üretilen tozlarda olduğu tespit edilmiştir. Depolama süresince en yüksek pH değerleri 0. ve 30. günlerde bulunurken, en düşük ise depolamanın son periyodlarında (120. ve 180. gün) belirlenmiştir.

Rekonstitüe yağsız süt tozlarında benzer pH değerleri (6.68-6.72) Gulati ve ark. (2019) tarafından bildirilmiştir. Shakeel-Ur-Rehman ve ark. (2003), farklı ambalaj materyallerinde 37°C ve %90 bağıl nemde 135 gün depoladıkları yağsız süt tozlarının pH değerlerini depolamanın başında 6.70-6.76, depolamanın sonunda ise 6.52-6.54 aralığında tespit etmişlerdir. Depolama periyodunda Maillard reaksiyon ürünleri, karbonik aside yol açan CO₂'i geliştirebilmekte ve bu da pH'da bir düşüşe neden olabilmektedir (Shakeel-Ur-Rehman ve ark., 2003).

4.2.5. Yağsız süt tozlarının titrasyon asitliği değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

Titre edilebilir asitlik; fosfatlar, sitrat, CO₂'den ve ayrıca laktik asit oluşumundan kaynaklanmaktadır (Shakeel-Ur-Rehman ve ark., 2003). Yağsız süt tozlarının depolamanın başlangıcındaki titrasyon asitliği değerlerinin %0.108-0.122, depolamanın sonunda ise %0.108-0.140 arasında değiştiği belirlenmiştir (Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4). Depolama sonunda en düşük asitlik değeri 0.8 µm MF ile soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozunda (%0.108), en yüksek asitlik değeri (%0.140) ise 0.5 µm grubunun kontrol tozunda tespit edilmiştir.

Çizelge 4.5'de verilen varyans analizine göre MF gözenek boyutunun örneklerin asitlik değerine istatistiki açıdan etkisinin olmadığı belirlenmiştir ($p>0.05$). Bununla birlikte çiğ süt çeşidi ($p<0.01$) ve depolama süresinin ($p<0.05$) asitlik oranına etkisinin önemli olduğu tespit edilmiştir. Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.6) ise kontrol grubu tozların titrasyon asitlik değeri (%0.127) en yüksek bulunurken, soğutulmamış il içi süttten yapılan tozların asitlik değeri en düşük (%0.114) olarak belirlenmiştir. Depolama periyodunda ise en yüksek asitlik değeri 180. günde bulunurken, en düşük asitlik değerinin 0. günde olduğu görülmüştür.

Benzer şekilde Er ve ark. (2019) yaptıkları çalışmada asitlik değerini %0.11-0.13 aralığında tespit etmişlerdir. Yağsız süt tozlarını 135 gün depolayan Shakeel-Ur-Rehman ve ark. (2003)'nın depolamanın sonunda bulduğu %0.13-0.19 asitlik değerlerine kıyasla, bu çalışmadaki MF yağsız süt tozlarının asitlik değeri daha düşük bulunmuştur.

4.2.6. Yağsız süt tozlarının protein miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının depolamanın 0., 90. ve 180. günündeki protein oranı değişimi Çizelge 4.7'de verilmiştir. Üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın başında protein oranındaki değişim %34.30-34.88 arasında, depolamanın sonunda %34.25-34.75 arasında bulunmuştur. Depolama periyodunda en yüksek protein oranı kontrol grubu örneğinde, en düşük ise soğutulmuş nakil süttten yapılan örnekte belirlenmiştir. Depolama süresi sonunda örneklerin protein oranının azaldığı belirlenmiştir.

Çizelge 4.8'de verilen varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutunun süt tozlarının protein oranı üzerine etkisi önemli bulunurken ($p < 0.01$), çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin etkisi istatistik açıdan önemsiz bulunmuştur ($p > 0.05$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.9) 0.5 µm MF kullanılan süt tozlarının protein oranının (%34.67), 0.8 µm MF kullanılan süt tozlarının protein oranından (%34.44) daha yüksek tespit edilmiştir. Çiğ süt faktörüne göre yağsız süt tozlarının protein miktarlarının benzer olduğu belirlenmiştir. Depolama süresinin süt tozlarının protein değerlerini etkilemediği görülmüştür.

Süt tozlarının en önemli teknolojik ve fonksiyonel özelliklerinden biri olan köpürme özelliği, süt proteinlerinin arayüzey özellikleri ve su-hava arayüzüne adsorbe etme kapasiteleri ile ilgilidir. Püskürtürerek kurutma sırasında kuru-sıcak hava ile su buharlaştırılırken, bu sıcak hava bazı ısıya duyarlı süt proteinlerinin yapısını ve fonksiyonel özelliklerini etkileyebilmektedir. Proteinlerin denatürasyonu ve müteakip kümelenmeleri, özellikle rehidrasyon (çözünürlük, dağılılırlık ve ıslanabilirlik) ve renk özellikleri olmak üzere işlevselliklerinin kaybına neden olabilmektedir (Zouari ve ark., 2021).

Yağsız süt tozlarında minimum protein oranı ADPI standartlarına göre %34 olması gerekmektedir (ADPI, 2020). Bu çalışmadaki yağsız süt tozlarının protein oranının depolama süresince belirtilen standartlara uygun olduğu belirlenmiştir. Depolama süresinin artması ile

Çizelge 4.7. 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının protein, HMF, TSYA ve TBARS analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Protein (%)	HMF ² (µM)	TSYA ³ (mEq/kg)	TBARS ⁴
						(mg malonaldehit/kg)
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	34.88±0.19	2.07±0.01	1.91±0.01	0.060±0.00
		90	34.79±0.19	4.79±0.01	2.38±0.03	0.075±0.01
		180	34.75±0.25	5.57±0.04	2.87±0.04	0.105±0.01
	Sağımdan sonraki	0	34.57±0.00	1.96±0.01	1.55±0.01	0.055±0.01
		90	34.52±0.06	3.89±0.04	1.82±0.02	0.060±0.00
		180	34.52±0.06	4.77±0.03	2.07±0.01	0.075±0.01
	Soğutulmamış il içi	0	34.78±0.43	2.07±0.03	1.60±0.01	0.060±0.00
		90	34.70±0.25	3.84±0.08	1.79±0.01	0.065±0.01
		180	34.70±0.19	4.67±0.02	2.09±0.01	0.085±0.01
	Soğutularak nakil	0	34.66±0.38	1.55±0.04	1.09±0.01	0.050±0.00
		90	34.57±0.13	3.19±0.01	1.34±0.02	0.060±0.00
		180	34.52±0.06	4.22±0.02	1.49±0.01	0.070±0.01
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	34.66±0.00	2.13±0.04	1.82±0.02	0.075±0.01
		90	34.61±0.19	4.67±0.04	2.33±0.04	0.090±0.00
		180	34.57±0.25	5.40±0.03	2.94±0.03	0.095±0.01
	Sağımdan sonraki	0	34.43±0.44	1.83±0.04	1.76±0.01	0.060±0.00
		90	34.39±0.25	3.73±0.04	1.99±0.01	0.060±0.00
		180	34.30±0.13	4.33±0.04	2.19±0.02	0.085±0.01
	Soğutulmamış il içi	0	34.57±0.38	1.77±0.01	1.81±0.01	0.045±0.01
		90	34.52±0.44	3.82±0.03	2.04±0.01	0.060±0.00
		180	34.48±0.13	4.42±0.05	2.08±0.02	0.070±0.01
	Soğutularak nakil	0	34.30±0.51	1.11±0.04	1.33±0.04	0.045±0.01
		90	34.25±0.44	2.96±0.01	1.58±0.03	0.050±0.00
		180	34.25±0.06	3.91±0.02	1.82±0.04	0.075±0.01

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. ²HMF: Hidroksimetilfurfural. ³TSYA: Toplam serbest yağ asitliği. ⁴TBARS: Tiyobarbitürik asit reaktif bileşeni.

Çizelge 4.8. 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının protein, HMF, TSYA ve TBARS analizlerine ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	Protein		HMF		TSYA		TBARS	
		KO	F	KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	0.59	8.02**	0.53	445.07**	0.23	453.48**	0.00	0.20ns
Çiğ süt (B)	3	0.67	3.03ns	9.93	2771.96**	5.24	3406.32**	0.00	33.40**
Depolama (C)	2	0.07	0.48ns	69.07	28931.39**	2.74	2677.37**	0.01	68.60**
A x B	3	0.04	0.17ns	0.10	28.47**	0.13	87.75**	0.00	5.13**
A x C	2	0.00	0.01ns	0.05	21.86**	0.00	1.76ns	0.00	0.20ns
B x C	6	0.00	0.00ns	1.21	168.83**	0.57	185.95**	0.00	0.80ns
A x B x C	6	0.01	0.02ns	0.11	14.71**	0.06	20.66**	0.00	2.53*
Hata	24	1.78		0.03		0.01		0.00	

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.9. 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının protein, HMF, TSYA ve TBARS analizlerine ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	Protein (%)	HMF ² (µM)	TSYA ³ (mEq/kg)	TBARS ⁴ (mg malonaldehit/kg)
Gözenek boyutu					
0.5 µm	24	34.67 ^a	3.55 ^a	1.83 ^b	0.068 ^a
0.8 µm	24	34.44 ^b	3.34 ^b	1.97 ^a	0.067 ^a
Çiğ süt					
Kontrol	12	34.71 ^a	4.11 ^a	2.37 ^a	0.083 ^a
Sağımdan sonraki	12	34.46 ^a	3.42 ^b	1.89 ^b	0.066 ^b
Soğutulmamış il içi	12	34.63 ^a	3.43 ^b	1.90 ^b	0.064 ^{bc}
Soğutularak nakil	12	34.43 ^a	2.82 ^c	1.44 ^c	0.058 ^c
Depolama					
0	16	34.60 ^a	1.81 ^c	1.61 ^c	0.056 ^c
90	16	34.55 ^a	3.86 ^b	1.91 ^b	0.065 ^b
180	16	34.51 ^a	4.66 ^a	2.19 ^a	0.083 ^a

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05). ²HMF: Hidroksimetilfurfural. ³TSYA: Toplam serbest yağ asitliği ⁴TBARS: Tiyobarbitürik asit reaktif bileşeni.

birlikte protein oranlarında gözlenen benzer bir azalma Deveci (1999) tarafından da bildirilmiştir. Bu çalışmadaki protein değerleri Zouari ve ark. (2021)'nin çalışmasında inek yağsız süt tozlarında belirlediği %33.1 değerine kıyasla daha yüksektir. Pugliese ve ark. (2017) %33.0-36.7 arasında değişen sonuçlarla geniş bir protein oranı aralığı bulmuşlardır. Ji ve ark. (2016) ve Kim ve ark. (2005) ise yağsız süt tozlarında daha yüksek protein içeriği (%36) bildirmişlerdir.

4.2.7. Yağsız süt tozlarının hidroksimetilfurfural (HMF) miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının depolama süresince hidroksimetilfurfural (HMF) miktarındaki değişim 1.11-5.57 µM arasında olup, Çizelge 4.7'de verilmiştir. HMF içeriği her iki grup içinde en yüksek kontrol grubunun 180. gününde belirlenmiştir. En düşük HMF 0.5 µm ve 0.8 µm MF'li soğutularak nakil süten üretilen tozların 0. gününde tespit edilmiştir.

Yağsız süt tozu örneklerinde çiğ süt, gözenek boyutu ve depolama süresinin HMF içeriğine etkisini belirlemek için yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.8'de, Tukey HSD testi sonuçları ise Çizelge 4.9'da verilmiştir. Gözenek boyutu, çiğ süt, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının yağsız süt tozlarının HMF içeriğine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur (p<0.01). 0.5 µm MF kullanılan örneklerin HMF içeriği (3.55 µM), 0.8 µm kullanılanlara (3.34 µM) kıyasla daha yüksek belirlenmiştir. En yüksek HMF içeriği 4.11 µM değeri ile kontrol süten elde edilen yağsız süt tozlarında belirlenirken, en düşük ise 2.82 µM

değeri ile soğutulmuş nakil süttten üretilen yağsız süt tozlarında tespit edilmiştir. Sağımdan sonraki süt ve soğutulmamış il içi süttten yapılan tozlarda da benzer HMF içeriği tespit edilmiştir. Depolama süresince tozların HMF içeriğinin arttığı görülmektedir. Yağsız süt tozları yüksek miktarda laktoz içerdiği için depolama süresince Maillard reaksiyonu nedeniyle HMF içeriğinin de arttığı düşünülmektedir.

HMF, Maillard reaksiyonunun bir ara ürünüdür ve süt tozunun depolanması sırasında Maillard reaksiyonunun derecesini göstermektedir (Li ve ark., 2019). Bu çalışmada depolamanın başında HMF değerleri 1.11-2.13 μM aralığında belirlenmiş olup, bu değerler Sert ve ark. (2016)'ın yağsız süt tozları için bildirdikleri sonuçlarla uyumludur. Başka bir çalışmada yağsız süt tozunun HMF miktarlarının depolama süresine bağlı olarak arttığı görülmüştür (De Block ve ark., 2003). Mevcut çalışmada da depolama süresince HMF miktarının arttığı tespit edilmiştir.

Le ve ark. (2011) yağsız süt tozunun farklı bağıl nemlerde 12 haftalık depolama periyodunda serbest HMF içeriğinin önemli ölçüde arttığını bulmuşlardır. Bu artışın yağsız süt tozunun yüksek laktoz konsantrasyonu nedeniyle, daha fazla maillard reaksiyonu oluşmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir. Ayrıca tam yağlı süt tozu ile yağsız süt tozunun serbest HMF seviyelerinin benzer olduğunu bulmuşlardır. Bu durumun süt tozlarında süt yağının maillard reaksiyonu üzerinde çok az etkisi olduğunu veya hiç etkisi olmadığını gösterdiğini bildirmişlerdir.

4.2.8. Yağsız süt tozlarının toplam serbest yağ asitliği (TSYA) miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının depolama süresince toplam serbest yağ asitliği (TSYA) miktarlarında meydana gelen değişim Çizelge 4.7'de verilmiştir. Örneklerin TSYA miktarının depolama boyunca 1.09-2.94 mEq/kg süt aralığında değiştiği belirlenmiştir.

Yapılan varyans analizi sonucunda (Çizelge 4.8) gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin örneklerin TSYA miktarını önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p < 0.01$). Çizelge 4.9'da verilen Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.8 μm MF kullanılan örneklerin TSYA miktarı (1.97 mEq/kg süt) 0.5 μm kullanılan örneklere (1.83 mEq/kg süt) göre daha yüksek bulunmuştur. Çiğ süt faktörüne göre en yüksek TSYA miktarı (2.37 mEq/kg süt) kontrol süttten üretilen yağsız süt tozu grubunda, en düşük ise (1.44 mEq/kg süt) soğutulmuş nakil süttten yapılan grupta belirlenmiştir. Depolamaya bağlı olarak yağsız süt tozlarının TSYA miktarlarında artış belirlenmiştir.

Taze çiğ süt, proteazlar ve lipazlar başta olmak üzere doğal enzimler içermektedir. Sütün işlenmesi ve taşınması sırasında bu enzimlere ilave olarak çevreden kontamine olan bakteriler tarafından daha fazla proteaz ve lipaz üreten türler bulaşabilmektedir. Proseste kullanılan ısı işlem bazı durumlarda enzim inaktivasyonu için yeterli olamamaktadır. Isıl işlemde kurtulan proteazlar ve lipazlar, depolama boyunca süt tozları da dahil olmak üzere süt ürünlerinin işlevsel özelliklerinde ve lezzetinde değişikliklere neden olabilmektedir (Chen ve ark., 2003). Lipazlar, süt yağını serbest yağ asitliği adı verilen daha küçük bileşiklere hidrolize ederek süt ürünlerinde ransit ve sabunlu aromalar üretmektedir (Fonseca, ve ark., 2013).

Páez ve ark. (2006) tam yağlı süt tozunun raf ömrünü etkileyen en önemli bozulmalardan birinin, termostabil mikrobiyal lipazların yağda meydana getirdiği değişikliklerle serbest yağ asitlerinin oluşması olduğunu bildirmişlerdir.

Süt tozunun kalitesini değerlendirmek için önemli bir indeks olan serbest yağ içeriği, kurutma endüstrisinde oksidasyon aromalarındaki değişikliklerin, rehidrasyonun azalmasının ve süt tozunun akışkanlığının ana nedeni olarak kabul edilmektedir. Serbest yağ, püskürterek kurutma ve depolama sırasındaki büzülmeden dolayı fiziksel bir hasardan kaynaklanabilmektedir (Vignolles ve ark., 2007; Vignolles ve ark., 2010; Li ve ark., 2019). Süt tozunun yağ içeriği arttıkça serbest yağ içeriğinin arttığı önceki çalışmalarda bildirilmiştir (Keogh ve ark., 2003).

4.2.9. Yağsız süt tozlarının tiyobarbitürik asit reaktif bileşen (TBARS) miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Tiyobarbitürik asit reaktif bileşenleri, renkli ürünler oluşturmak üzere tiyobarbitürik asit (TBA) ile tepkimeye giren bir grup lipid oksidasyon ürünleridir. Standart olarak malonaldehit kullanılmasına rağmen, diğer bileşikler de TBA ile reaksiyona girerek renkli pigmentler vermektedir (Nanua ve ark., 2000). Bu çalışmada da standart olarak malonaldehit kullanılmıştır. Örneklerin oda sıcaklığında depolama süresince TBARS miktarının 0.045-0.105 mg malonaldehit/kg arasında değiştiği tespit edilmiştir (Çizelge 4.7). Yağsız süt tozlarının depolama süresince en yüksek TBARS değerleri her iki grubun kontrol örneğinin 180. gün depolamasında belirlenmiştir.

Çizelge 4.8'de verilen varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutunun süt tozlarının TBARS değeri üzerine etkisi önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$). Çiğ süt ve depolama süresi ise TBARS değerini önemli düzeyde etkilemiştir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına

göre (Çizelge 4.9) en yüksek TBARS değerinin 0.083 mg malonaldehit/kg değeri ile kontrol süttten üretilen süt tozlarında, en düşük ise 0.058 mg malonaldehit/kg değeri ile soğutulmuş nakil süttten üretilen süt tozlarında belirlenmiştir. Depolama süresince TBARS değerinde arttığı belirlenmiştir.

Bu çalışmadaki süt tozlarının TBARS değerlerine üretimde kullanılan çiğ süttün özelliklerinin ve fabrikaya taşıma şartlarının etkisi olabileceği düşünülmektedir. Tozların depolanması sırasında yağın (%0.50) oksidasyona uğraması ile TBARS değerlerinin de artmış olabileceği tahmin edilmektedir.

Süt tozunun oksidasyon kararlılığını, birçok faktör (çiğ süttün özellikleri, işleme ve saklama koşulları) etkileyebilmektedir. Depolama süresindeki artış ile süt tozunun kalitesini olumsuz etkileyen süt yağı oksidasyon reaksiyonları oluşabilir. Süt yağı oksidasyonu oldukça karmaşık bir süreç olup, yağ asitleri açığa çıkmakta ve oksidasyon, dehidrasyon, dekarboksilasyon, indirgeme ve hidroliz yoluyla uçucu karboniller, laktonlar, asitler, hidrokarbonlar, esterler, alkoller ve diğer bileşikler oluşmaktadır. Bu uçucu maddeler süt tozunun aromasında önemli bir yere sahiptir. Aldehitler ve ketonlar, süt tozunun oksidasyonu ile yakından ilişkili olduğu bildirilmiştir (Li ve ark., 2019).

Torlak ve Sert (2013)'in, süt tozlarına farklı süre ve konsantrasyonda ozon işlemi uyguladıkları çalışmalarında yağsız süt tozlarının TBARS değerlerini 0.08-0.12 mg/kg aralığında, yağlı süt tozlarının ise 0.60-0.98 mg/kg aralığında tespit etmişlerdir.

Li ve ark. (2019)'nın, ticari dokuz çeşit bebek maması süt tozu ve üç çeşit tam yağlı süt tozunun özelliklerini araştırdıkları çalışmalarında bebek maması tozların TBA değerlerinin tam yağlı süt tozlarından daha yüksek olduğunu bulmuşlardır. Ayrıca tam yağlı süt tozlarının TBA değerlerinin 0.044 ile 0.221 arasında değiştiğini belirleyen araştırmacılar, TBA reaktif madde değerinin, tozdaki süt yağının daha fazla oksidasyonunu yansıtan ana parametre olduğunu bildirmişlerdir.

4.2.10. Yağsız süt tozlarının L^* renk değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

L^* renk değeri parlaklığın ölçüsüdür. MF uygulanmış süttlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolama boyunca L^* renk değerleri değişimi Çizelge 4.10'da gösterilmektedir. 0.5 µm MF'li yağsız süt tozlarının depolama boyunca L^* değerindeki değişim 96.02-97.88 arasında bulunurken, 0.8 µm MF kullanılan örneklerin L^* değerinin 96.01-98.42 aralığında değiştiği belirlenmiştir. Depolama sonunda 0.5 µm MF kullanılan gruptaki süt tozlarının parlaklığı

artmıştır. 0.8 µm MF kullanılan gruptaki süt tozlarının ise 60. gün depolamaya kadar L^* değeri artarken, 90. günde değerlerde bir düşüş belirlenmiştir.

Yağsız süt tozu örneklerinde gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin L^* değerine etkisini belirlemek için yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.11’de, Tukey HSD testi sonuçları ise Çizelge 4.12’de verilmiştir. MF gözenek boyutu, çiğ süt, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının yağsız süt tozlarının L^* değerlerini önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p < 0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.8 µm MF kullanılan örneklerin L^* değeri (97.46) 0.5 µm kullanılan örneklerin L^* değerine (96.96) göre daha yüksek bulunmuştur. Çiğ süt faktörüne göre en düşük L^* değerine 96.93 ile kontrol süt grubundan elde edilen süt tozlarının sahip olduğu belirlenmiştir. Depolama süresince en düşük L^* değeri 97.08 ile depolamanın başında bulunurken, en yüksek 97.47 değeri ile 60. günde tespit edilmiştir.

Gıdanın rengi, tüketicinin kalite algısını etkileyen önemli özelliklerden biridir. Hammaddede ile ilişkili renkli doğal ürünler ve/veya işlemeyle oluşan renkli bileşikler gıdanın rengini oluşturmaktadır. Gıdalarda renk gelişimi, Maillard reaksiyonunun ilerleme derecesi ile karakterize edilmektedir. Maillard reaksiyonu, indirgeyici şekerler ve proteinler veya amino asitler arasındaki karmaşık bir kimyasal reaksiyon ağından meydana gelmektedir. Gıdanın türüne ve reaksiyonun derecesine bağlı olarak, açık sarıdan koyu kahverengiye kadar geniş bir renk yelpazesi gelişebilmektedir. Sıcaklık, su aktivitesi, nem içeriği, pH ve gıdanın kimyasal bileşimi gibi birçok faktör Maillard reaksiyonunun kapsamını etkilemektedir. Süt tozları, yüksek konsantrasyonda laktoz ve yüksek lizin düzeyine sahip proteinler içerdiklerinden Maillard reaksiyonuna duyarlı olmaktadır. Ek olarak, işleme ve uzun süreli depolama sırasında nispeten yüksek sıcaklık ve su içeriği Maillard reaksiyonu için uygun koşulların oluşmasında rol oynayan başlıca faktörlerdir (Grigioni ve ark., 2007).

Bu çalışmada yağsız süt tozlarının L^* değeri 96.01-98.42 aralığında bulunmuş olup, benzer sonuçlar Er ve ark. (2019) tarafından da bildirilmiştir. Gulati ve ark. (2019) 92.3-93.0 olarak daha düşük L^* değerleri belirlemişlerdir. Eshpari (2011), farklı depolama sürelerinde (0, 3, 6, 12 ay) test ettiği yağsız süt tozlarının L^* değerlerinde (90.49-91.07) depolama süresince doğrusal bir artış veya azalış olmamakla birlikte depolama başlangıcına göre depolama sonunda L^* değerlerinde azalma tespit etmiştir. Daha düşük L^* değerleri (daha koyu örnekler), Maillard reaksiyonları nedeniyle kahverengi pigmentlerin oluşmasının bir sonucu olabilmektedir (Morales ve van Boekel, 1998).

Çizelge 4.10. Yağsız süt tozlarının renk değerleri ve yabancı yanık madde miktarı analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Renk değerleri			Yabancı yanık madde
			<i>L</i> *	<i>a</i> *	<i>b</i> *	
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	96.63±0.01	-3.51±0.04	12.91±0.01	A
		30	97.06±0.02	-3.64±0.01	13.36±0.06	A
		60	97.06±0.05	-3.83±0.06	13.44±0.15	A
		90	97.10±0.01	-3.74±0.00	13.34±0.02	A
		120	97.11±0.26	-3.69±0.08	13.24±0.00	A
		180	97.49±0.04	-3.68±0.01	13.29±0.09	A
	Sağımdan sonraki	0	96.97±0.00	-3.97±0.13	13.00±0.22	A
		30	97.35±0.04	-4.02±0.10	13.09±0.34	A
		60	97.27±0.01	-4.24±0.03	13.18±0.17	A
		90	97.40±0.02	-4.12±0.00	13.07±0.10	A
		120	97.74±0.02	-4.21±0.01	13.19±0.01	A
		180	97.88±0.04	-3.99±0.02	12.82±0.04	A
	Soğutulmamış il içi	0	96.45±0.02	-3.59±0.08	12.68±0.17	A
		30	96.82±0.00	-3.61±0.03	12.76±0.08	A
		60	96.80±0.01	-3.77±0.01	12.83±0.02	A
		90	96.83±0.07	-3.70±0.02	12.83±0.03	A
		120	97.17±0.03	-3.82±0.01	12.84±0.01	A
		180	97.30±0.04	-3.69±0.03	12.87±0.09	A
Soğutularak nakil	0	96.02±0.01	-2.99±0.05	12.70±0.04	A	
	30	96.36±0.01	-3.18±0.04	13.09±0.12	A	
	60	96.37±0.04	-3.31±0.04	13.18±0.09	A	
	90	96.47±0.01	-3.31±0.02	13.10±0.05	A	
	120	96.73±0.03	-3.32±0.03	13.11±0.01	A	
	180	96.75±0.20	-3.40±0.03	13.22±0.12	A	
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	97.11±0.00	-3.16±0.00	12.93±0.02	A
		30	97.27±0.22	-3.33±0.21	13.18±0.20	A
		60	97.44±0.02	-3.50±0.01	13.32±0.04	A
		90	96.01±0.01	-3.66±0.05	13.46±0.02	A
		120	96.36±0.11	-3.58±0.02	13.64±0.06	A
		180	96.58±0.00	-3.70±0.03	13.77±0.09	A
	Sağımdan sonraki	0	97.92±0.01	-3.79±0.03	12.70±0.07	A
		30	98.07±0.18	-3.83±0.06	12.72±0.04	A
		60	98.20±0.02	-3.95±0.04	12.73±0.12	A
		90	97.00±0.35	-4.10±0.03	12.76±0.01	A
		120	97.40±0.22	-4.11±0.03	12.95±0.01	A
		180	97.34±0.02	-4.15±0.03	13.32±0.06	A
	Soğutulmamış il içi	0	97.36±0.05	-3.51±0.11	12.15±0.13	A
		30	97.40±0.01	-3.59±0.01	12.24±0.04	A
		60	98.42±0.01	-3.70±0.02	11.97±0.07	A
		90	96.91±0.02	-3.79±0.05	11.99±0.05	A
		120	97.94±0.02	-3.82±0.01	12.28±0.13	A
		180	97.36±0.07	-3.86±0.04	12.53±0.06	A
Soğutularak nakil	0	98.15±0.04	-3.37±0.04	11.57±0.10	A	
	30	98.15±0.04	-3.39±0.07	11.65±0.21	A	
	60	98.24±0.04	-3.49±0.01	11.40±0.01	A	
	90	97.04±0.03	-3.64±0.02	11.44±0.07	A	
	120	97.84±0.12	-3.62±0.01	11.48±0.00	A	
	180	97.61±0.01	-3.57±0.02	11.90±0.04	A	

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır.

Çizelge 4. 11. Yağsız süt tozlarının renk değerlerine ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	<i>L</i> *		<i>a</i> *		<i>b</i> *	
		KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	5.99	681.25**	0.00	0.20ns	7.10	667.96**
Çiğ süt (B)	3	4.65	176.35**	5.51	579.91**	14.87	466.37**
Depolama (C)	5	3.91	88.97**	1.12	70.72**	1.26	23.64**
A x B	3	9.01	341.42**	0.70	73.50**	8.84	277.21**
A x C	5	7.88	179.24**	0.20	12.75**	0.92	17.32**
B x C	15	1.20	9.13**	0.07	1.49ns	0.48	3.00**
A x B x C	15	0.86	6.55**	0.13	2.83**	0.54	3.36**
Hata	48		0.42		0.15		0.51

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.12. Yağsız süt tozlarının renk değerlerine ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	<i>L</i> *	<i>a</i> *	<i>b</i> *
Gözenek boyutu				
0.5 µm	48	96.96 ^b	-3.68 ^a	13.05 ^a
0.8 µm	48	97.46 ^a	-3.68 ^a	12.50 ^b
Çiğ süt				
Kontrol	24	96.93 ^d	-3.59 ^b	13.32 ^a
Sağımdan sonraki	24	97.55 ^a	-4.04 ^d	12.96 ^b
Soğutulmamış il içi	24	97.23 ^b	-3.70 ^c	12.50 ^c
Soğutularak nakil	24	97.14 ^c	-3.38 ^a	12.32 ^d
Depolama				
0	16	97.08 ^c	-3.49 ^a	12.58 ^c
30	16	97.31 ^b	-3.57 ^b	12.76 ^b
60	16	97.47 ^a	-3.72 ^c	12.75 ^b
90	16	96.84 ^d	-3.76 ^c	12.75 ^b
120	16	97.29 ^b	-3.77 ^c	12.84 ^b
180	16	97.29 ^b	-3.75 ^c	12.96 ^a

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05).

4.2.11. Yağsız süt tozlarının a^* renk değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

a^* renk değeri kırmızılığı (a^+) ve yeşilliği (a^-) belirtmektedir. Depolama boyunca örneklerin a^* değerindeki değişim Çizelge 4.10'da verilmiştir. 180 günlük depolama süresince örneklerin a^* değerleri -4.24 ile -2.99 aralığında değişim göstermektedir. En düşük a^* değeri 0.5 μm MF ile sağımdan sonraki süttten yapılan yağsız süt tozunun 60. gün depolamasında, en yüksek ise aynı gözenek çapı ile soğutularak nakil süttten yapılan yağsız süt tozunun 0. gün depolanmasında görülmüştür.

Çizelge 4.11'de verilen varyans analizi sonuçlarına göre, gözenek boyutunun tozların a^* renk değeri üzerine etkisinin önemli olmadığı ($p>0.05$), çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin ise tozların a^* değeri üzerine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.12) çiğ süt faktörü açısından değerlendirildiğinde, en yüksek a^* değeri (-3.38) soğutularak nakil süttten üretilen yağsız süt tozlarında, en düşük ise (-4.04) sağımdan sonraki süttten yapılan süt tozlarında olduğu belirlenmiştir. Depolama süresi sonunda a^* değerinde azalma gözlemlenmiştir. Depolama süresince süt tozlarının en yüksek a^* değeri 0. günde tespit edilmiştir.

Renk farklılıkları, birçok değişkenin etkileşiminden kaynaklanabilmektedir. Parçacık boyutu dağılımı rengi etkileyebilmekte olup bu durum ışığın görünür aralıktaki geri saçılmasının parçacık boyutu ile gelen dalga boyu arasındaki orana bağlı olması ile açıklanabilmektedir. Buharlaştırma ve kurutma sırasında nemin uzaklaştırılması nedeniyle partikül boyutu, partiküllerin ve pigmentlerin konsantrasyonunun değişmesi, ısı işlem sırasında Maillard reaksiyonları sonucu oluşan kahverengi pigmentlerin oluşumu renk farklılıklarına katkı sağlayabilmektedir (Pugliese ve ark., 2017).

Bu çalışmada elde edilen yağsız süt tozlarının a^* değerlerine benzer sonuçlar Gulati ve ark. (2019) ve Sert ve ark. (2016) tarafından bildirilmiştir. Pugliese ve ark. (2017) yaptıkları çalışmalarında yağsız süt tozlarında -2.47 ile -2.13 aralığında daha yüksek, Schuck ve ark. (2012) ise -5.8 değeri ile daha düşük a^* değeri belirlemişlerdir.

4.2.12. Yağsız süt tozlarının b^* renk değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

b^* renk değeri sarılığı (b^+) ve maviliği (b^-) belirtmektedir. Üretilen yağsız süt tozlarının depolama boyunca b^* renk değeri değişimi Çizelge 4.10'da gösterilmiştir. Depolama periyodunca 0.5 μm MF kullanılarak üretilen gruptaki örneklerin b^* değerleri 12.68-13.44

arasında değişirken, 0.8 µm MF kullanılarak üretilen gruptaki örneklerin ise 11.40-13.77 aralığında değiştiği görülmüştür.

Çizelge 4.11’de verilen varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının mikrofiltre yağsız süt tozlarının b^* değeri üzerine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçları incelendiğinde (Çizelge 4.12) 0.5 µm MF kullanılan yağsız süt tozlarının b^* değerlerinin (13.05) 0.8 µm MF kullanılanlardan (12.50) daha yüksek olduğu görülmüştür. Çiğ süt faktörüne göre b^* değeri 13.32 ile kontrol süttten yapılan tozlarda en yüksek bulunurken, 12.32 değeri ile soğutularak nakil süttten yapılan tozlarda en düşük olduğu belirlenmiştir. Depolama süresindeki artışla birlikte süt tozlarının b^* değerlerinde artış görülmüştür. Depolamada en düşük b^* değerlerinin (12.58) 0. gün depolamada, en yüksek (12.96) ise 180. gün depolamada olduğu tespit edilmiştir.

Hammadde ve işleme koşulları, gıdanın rengini etkileyen önemli faktörlerdir. İnek sütündeki sarı renk içeriği karotenoidlerden kaynaklanmaktadır (Grigioni ve ark., 2007). Kontrol ve MF yağsız süt tozlarının depolama süresince b^* değerlerinde görülen değişimlerin ham madde bileşimindeki farklılıklardan ve Maillard reaksiyonundan kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Bu çalışmada mikrofiltre yağsız süt tozlarının b^* değeri 11.40-13.77 aralığında bulunmuş olup, Gulati ve ark. (2019) benzer ve daha geniş bir aralık (11.40-15.00) bulurken, Eshpari (2011) de benzer sonuçlar (11.51-11.72) tespit etmiştir. Pugliese ve ark. (2017) yağsız süt tozlarının b^* değerini 8.64-13.00 olarak belirlemişlerdir.

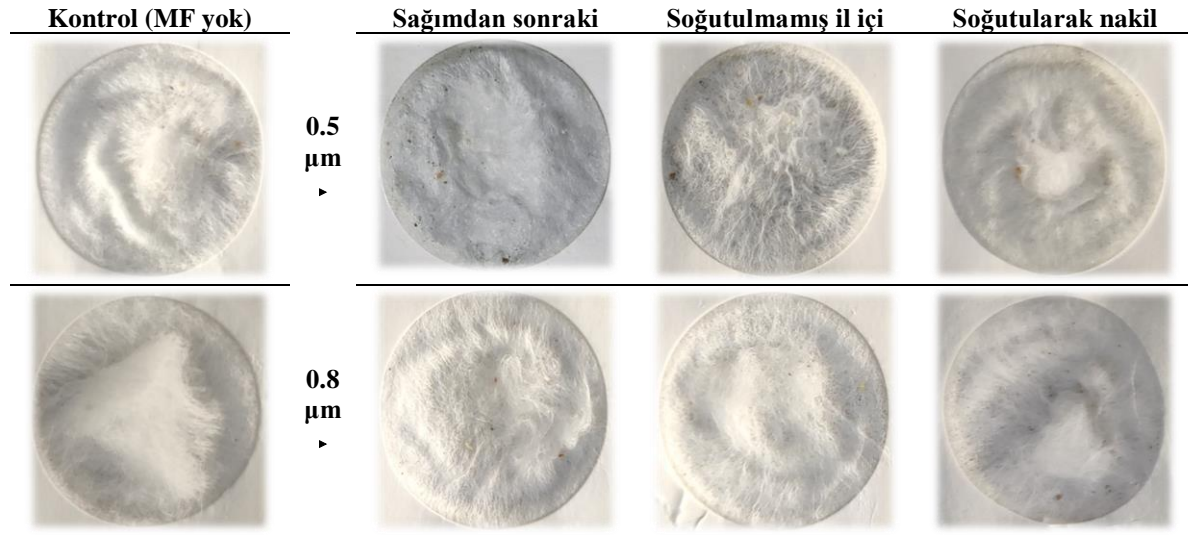
4.2.13. Yağsız süt tozlarının yabancı yanık madde miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

0.5 µm ve 0.8 µm MF uygulanan süttlerden üretilen yağsız süt tozlarının ve kontrol süt tozlarının depolama süresince yabancı yanık madde (YYM) miktarındaki değişim Çizelge 4.10’da verilmiştir. Şekil 4.1’de depolamanın başlangıcında yapılan YYM analizindeki disk görselleri verilmiş olup, yağsız süt tozu örneklerinin YYM diskleri A (7.5 mg) sınıfı olarak tespit edilmiştir.

Yanık partiküller, genel olarak kurutma bölümünde kalan herhangi bir tortunun yüksek sıcaklıklara maruz kalması ile yanık, rengi solmuş ve aynı zamanda çözünmez hale gelen parçacıklar için bir ölçü olarak kabul edilmektedir (Tamime, 2009). Yanık parçacıklar genellikle evaporatör ve/veya kurutucu içinde bir yerde tutularak aşırı ısınan veya yanan süt katılarından kaynaklanmaktadır (Celestino ve ark., 1997b). Bununla birlikte çiğ süttün kir ve

tortu içerebileceğinden dolayı yeterli klarifikasyon işleminin yapılmaması, üretim hattının yetersiz temizliği nedeniyle oluşan yabancı partiküller de yanmış parçacık içeriğine katkıda bulunabilmektedir (Tamime, 2009).

Yağsız süt tozları için YYM içeriğinin Amerikan Süt Ürünleri Enstitüsü (ADPI) standartında en fazla B diski olması gerektiği bildirilmiştir (ADPI, 2020). Bu çalışmada üretilen yağsız süt tozları bu standarta uygun olduğu görülmektedir.



Şekil 4.1. Yağsız süt tozlarının 0. günde yapılan yabancı yanık madde analiz disk görüntüleri

4.2.14. Yağsız süt tozlarının su aktivitesi değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının 180 günlük depolama süresince su aktivitesi (a_w) değerindeki değişim 0.151-0.283 aralığında bulunmuştur (Çizelge 4.13). En düşük a_w değeri 0.8 µm MF kullanılan grubun kontrol örneğinin 0. gününde belirlenirken, en yüksek a_w değeri 0.8 µm MF ile soğutularak nakil süten üretilen örneğin 180. gün depolamasında tespit edilmiştir. 0.8 µm MF kullanılan grupta depolama süresince a_w değerlerinde genellikle artış olduğu belirlenmiştir.

Yağsız süt tozu örneklerinde çiğ süt çeşidi, gözenek boyutu ve depolama süresinin a_w değerine etkisini belirlemek için yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.14’de, Tukey HSD testi sonuçları ise Çizelge 4.15’de verilmiştir. MF gözenek boyutu, çiğ süt, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının a_w değerini önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.8 µm MF kullanılan süt tozlarının a_w değeri (0.225), 0.5 µm MF kullanılan süt tozlarının a_w değerinden (0.208) istatistiki olarak daha yüksek bulunmuştur ($p<0.01$). Çiğ süt faktörüne göre a_w değerlendirildiğinde soğutularak nakil süten

elde edilen tozlarda en yüksek değerler (0.234) belirlenmiştir. Depolama boyunca ise en düşük a_w değeri depolamanın başında belirlenirken, en yüksek 90. ve 120. gün depolama süresinde bulunmuştur.

Su aktivitesi, kurutulmuş süt ürünlerinin kalitesini önemli ölçüde etkilemektedir. Süt tozu genellikle uzun süre depolanan bir ürün olduğundan besinsel kayıpları en aza indirmek için, ürünü doğru sıcaklıkta ve a_w koşullarında ve laktoz camsı geçişinin altında tutmak, amorf laktozun kristalleşmesini önlemek ve su göçünü kontrol altına almak için kritik öneme sahiptir (Kim ve ark., 2009b; Pugliese ve ark., 2016; Pugliese ve ark., 2017). Depolama sırasında tozun nem içeriğinin artması toz özelliklerini olumsuz etkileyebilmektedir. Süt tozunda a_w değeri yükselirse belirli mikrobiyolojik (küf, maya veya bakteri gelişmesi), biyokimyasal (lipid oksidasyonu, enzimatik veya enzimatik olmayan reaksiyon) veya fiziksel değişiklikler (yapışkanlık, topaklanma, çökme, laktoz kristalleşmesi) oluşabilmektedir (Roos, 2002). Optimum koruma için a_w 25 °C'de yaklaşık 0.200 olmalıdır (Schuck ve ark., 2007).

Shakeel-Ur-Rehman ve ark. (2003) yağsız süt tozlarının 37 °C ve %90 bağıl nemde depolamadaki a_w değerlerini depolamanın başında 0.15-0.17 aralığında, 135. gün depolamada 0.26-0.27 aralığında belirlemişlerdir. Aynı örneklerin 135 gün boyunca 23–25 °C sıcaklıkta saklanan numunelerinin a_w değerini ise 0.21-0.24 arasında değiştiğini bulmuşlardır. Ayrıca araştırmacılar süt tozlarının su aktivitesinin ambalaj tipi ve depolama süresinden etkilendiğini bildirmişlerdir. Hogan ve ark. (2010) ve Morgan ve ark. (2005) yağsız süt tozlarında sırası ile 0.100-0.380 ve 0.211-0.373 arasında değişen değerlerle geniş bir su aktivitesi aralığı bulmuşlardır.

4.2.15. Yağsız süt tozlarının gevşek yığın yoğunluğu değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

Süt tozu örneklerinin depolama süresince gevşek yığın yoğunluğu (GY) değerindeki değişimi Çizelge 4.13'de verilmiştir. Depolama boyunca 0.5 µm MF kullanılan gruptaki süt tozlarının GY 0.429-0.542 g/cm³ arasında bulunurken, 0.8 µm kullanılan gruptaki süt tozlarının ise 0.422-0.525 g/cm³ arasında değiştiği belirlenmiştir.

Çizelge 4.14'de gösterilen varyans sonuçlarına göre gözenek boyutu ($p < 0.01$), çığ süt ($p < 0.01$) ve depolama süresi ($p < 0.05$) örneklerin GY değerini istatistik olarak önemli düzeyde etkilemiştir. Tukey HSD testi sonuçlarına (Çizelge 4.15) göre 0.5 µm ile üretilen örneklerin GY değerlerinin (0.500 g/cm³), 0.8 µm ile üretilen örneklerin değerlerinden (0.479 g/cm³) daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.13. 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının su aktivitesi ve yığın yoğunluğu analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Su aktivitesi	GY ² (g/cm ³)	SY ³ (g/cm ³)
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	0.167±0.002	0.504±0.004	0.667±0.000
		30	0.211±0.000	0.507±0.008	0.679±0.015
		60	0.195±0.002	0.507±0.009	0.612±0.007
		90	0.193±0.002	0.524±0.005	0.668±0.000
		120	0.212±0.000	0.507±0.009	0.657±0.015
		180	0.206±0.002	0.504±0.005	0.626±0.000
	Sağımdan sonraki	0	0.205±0.006	0.517±0.005	0.631±0.007
		30	0.242±0.000	0.504±0.004	0.657±0.015
		60	0.211±0.001	0.508±0.009	0.618±0.015
		90	0.221±0.000	0.484±0.024	0.669±0.001
		120	0.223±0.000	0.501±0.002	0.641±0.007
		180	0.199±0.001	0.514±0.000	0.627±0.000
	Soğutulmamış il içi	0	0.215±0.006	0.456±0.015	0.581±0.012
		30	0.241±0.000	0.448±0.011	0.594±0.006
		60	0.217±0.003	0.429±0.016	0.553±0.005
		90	0.226±0.004	0.472±0.008	0.581±0.001
		120	0.222±0.000	0.498±0.013	0.627±0.028
		180	0.200±0.000	0.507±0.009	0.631±0.007
	Soğutularak nakil	0	0.173±0.000	0.542±0.021	0.704±0.017
		30	0.212±0.010	0.517±0.004	0.668±0.001
		60	0.199±0.001	0.531±0.005	0.636±0.015
		90	0.207±0.000	0.488±0.032	0.673±0.008
		120	0.216±0.002	0.527±0.000	0.674±0.008
		180	0.191±0.001	0.507±0.010	0.657±0.014
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	0.151±0.006	0.483±0.008	0.662±0.007
		30	0.182±0.002	0.495±0.008	0.680±0.016
		60	0.204±0.001	0.507±0.009	0.646±0.001
		90	0.231±0.000	0.514±0.001	0.668±0.001
		120	0.224±0.000	0.511±0.014	0.674±0.008
		180	0.226±0.000	0.525±0.003	0.662±0.008
	Sağımdan sonraki	0	0.187±0.012	0.502±0.000	0.669±0.000
		30	0.205±0.002	0.511±0.014	0.668±0.000
		60	0.233±0.003	0.500±0.000	0.621±0.020
		90	0.254±0.003	0.498±0.004	0.631±0.006
		120	0.242±0.000	0.508±0.009	0.668±0.000
		180	0.239±0.000	0.507±0.009	0.662±0.008
	Soğutulmamış il içi	0	0.160±0.001	0.477±0.000	0.626±0.000
		30	0.176±0.000	0.481±0.005	0.653±0.009
		60	0.201±0.000	0.463±0.011	0.594±0.006
		90	0.224±0.001	0.495±0.008	0.617±0.013
		120	0.221±0.001	0.456±0.001	0.617±0.013
		180	0.233±0.001	0.469±0.020	0.617±0.014
	Soğutularak nakil	0	0.238±0.000	0.446±0.028	0.569±0.028
		30	0.260±0.000	0.422±0.007	0.594±0.007
		60	0.261±0.003	0.422±0.006	0.585±0.006
		90	0.282±0.000	0.424±0.003	0.576±0.017
		120	0.282±0.001	0.430±0.007	0.564±0.011
		180	0.283±0.004	0.445±0.001	0.572±0.000

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. ²GY: Gevşek yığın yoğunluğu. ³SY: Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu.

Çizelge 4. 14. Yağsız süt tozlarının su aktivitesi ve yağın yoğunluğu analizine ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	Su aktivitesi		GYG		SYY	
		KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	0.01	686.47**	0.01	83.70**	0.00	18.59**
Çiğ süt (B)	3	0.02	518.96**	0.03	66.63**	0.04	102.99**
Depolama süresi (C)	5	0.02	423.27**	0.00	3.18*	0.02	24.61**
A x B	3	0.02	834.03**	0.04	88.18**	0.05	145.95**
A x C	5	0.01	272.53**	0.00	2.04ns	0.00	4.30**
B x C	15	0.00	12.94**	0.01	4.23**	0.01	2.95**
A x B x C	15	0.00	17.87**	0.01	4.33**	0.01	6.28**
Hata	48		0.00		0.01		0.01

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.15. Yağsız süt tozlarının su aktivitesi ve yağın yoğunluğu analizine ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	Su aktivitesi	GYG ² (g/cm ³)	SYY ³ (g/cm ³)
Gözenek boyutu				
0.5 µm	48	0.208 ^b	0.500 ^a	0.639 ^a
0.8 µm	48	0.225 ^a	0.479 ^b	0.629 ^b
Çiğ süt				
Kontrol	24	0.200 ^d	0.507 ^a	0.659 ^a
Sağımdan sonraki	24	0.222 ^b	0.504 ^a	0.647 ^b
Soğutulmamış il içi	24	0.211 ^c	0.471 ^b	0.607 ^d
Soğutularak nakil	24	0.234 ^a	0.475 ^b	0.623 ^c
Depolama				
0	16	0.187 ^d	0.491 ^{ab}	0.639 ^{ab}
30	16	0.216 ^c	0.486 ^{ab}	0.649 ^a
60	16	0.215 ^c	0.483 ^b	0.608 ^c
90	16	0.230 ^a	0.487 ^{ab}	0.635 ^b
120	16	0.230 ^a	0.492 ^{ab}	0.640 ^{ab}
180	16	0.222 ^b	0.497 ^a	0.632 ^b

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05). ²GYG: Gevşek yağın yoğunluğu. ³SYY: Sıkıştırılmış yağın yoğunluğu.

Çiğ süt faktörüne göre ise en yüksek GYY değerinin kontrol grubu (0.507 g/cm^3) ve sağımdan sonraki süttten üretilen (0.504 g/cm^3) süt tozlarında olduğu görülmüştür. Depolama periyodu boyunca en düşük GYY değerinin 60. gün depolamada (0.483 g/cm^3), en yüksek ise 180. gün depolamada (0.497 g/cm^3) olduğu belirlenmiştir.

Süt tozunun kütle yoğunluğu ekonomik, ticari ve işlevsel olarak önemli bir kalite özelliğidir. Tozlar uzun mesafelere gönderildiğinde, hacmi azaltmak için yüksek bir yığın yoğunluğuna sahip olmaları önemlidir. Yığın yoğunluğu depolama, paketleme ve nakliye maliyetlerini etkilediği için ekonomik açıdan oldukça önemlidir (Robertson, 2006; Sharma ve ark., 2012).

Yığın yoğunluğu esas olarak konsantrenin özelliklerinden (ısı işleme, havalandırma, köpürme kapasitesi, viskozite), kurutma havasının özelliklerinden (giriş ve çıkış havası sıcaklığı) ve tozun özelliklerinden (partiküllerin boyut dağılımı ve nem) etkilenmektedir. Püskürtme kurutmada nozulün ayarlanması ve konsantrenin kuru madde oranını artırarak veya püskürtme basıncını azaltarak partikül boyutu dağılımının homojenliğinin azaltılması ile yığın yoğunluğu artırılabilir (Schuck ve ark., 2012).

Taze üretilmiş tozun genellikle üretimden birkaç gün sonra artan düşük kütle yoğunluğu sergilediği gözlemlenmiştir. Bu, tozun elektrostatik yükünün parçacıkların birbirine yapışmasını sağlayarak "aglomeratlar" oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Zaman geçtikçe toz yükünü kaybederek normal hale gelmektedir. Kurutma ünitesinin tüm parçalarının etkin bir şekilde topraklanması bu sorunu bir dereceye kadar çözebilmektedir (Tamime, 2009).

Bu çalışmada mikروفiltre yağsız süt tozlarının GYY değeri $0.422-0.542 \text{ g/cm}^3$ aralığında belirlenmiştir. Yağsız süt tozları için benzer gevşek yığın yoğunluğu değerleri Pugliese ve ark. (2017) tarafından bildirilmiştir. Zouari ve ark. (2021) yağsız süt tozlarında daha düşük GYY değerleri belirlemişlerdir.

4.2.16. Yağsız süt tozlarının sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının depolama süresince SY Y değerindeki değişim Çizelge 4.13'de gösterilmektedir. SY Y değerleri $0.553-0.704 \text{ g/cm}^3$ aralığında değişmekte olup, en düşük değer $0.5 \mu\text{m}$ MF kullanılan soğutulmamış il içi süttten üretilen tozun (0.553 g/cm^3) 60. depolama gününde, en yüksek değer ise $0.5 \mu\text{m}$ MF kullanılarak soğutulmuş nakil süttten üretilen tozun (0.704 g/cm^3) 0. depolama gününde belirlenmiştir. MF süt tozlarının depolama süresince SY Y değeri linear bir değişim göstermemiştir.

SY Y deęerine MF gzenek boyutu, ię st eşidi, depolama sresi ve bunların interaksiyonlarının nemli dzeyde etki ettięi izelge 4.13’de varyans analizinde grlmektedir ($p < 0.01$). izelge 4.14’de verilen Tukey HSD testi sonularına gre 0.8 μm MF kullanılan st tozlarının SY Y deęeri (0.629 g/cm^3), 0.5 μm MF kullanılan st tozlarının SY Y deęerinden (0.639 g/cm^3) istatistiki olarak daha dşk bulunmuştur ($p < 0.01$). ię st faktrne gre en yksek SY Y deęeri (0.659 g/cm^3) kontrol stten elde edilen tozlarda belirlenirken, en dşk SY Y deęerleri ise (0.607 g/cm^3) soęutulmamış il ii stten elde edilen tozlarda olduęu tespit edilmiştir. Depolama boyunca ise st tozlarının en yksek SY Y deęeri depolamanın 30. gnnde (0.649 g/cm^3) belirlenirken, en dşk deęer depolamanın 60. gnnde (0.608 g/cm^3) bulunmuştur.

Sıkıştırılmış yoęunluk, belirli koşullar altında bir toz hacmine vurulduktan veya titreştirdikten sonraki yığın yoęunluęu olarak kabul edilmektedir (Ortega-Rivas, 2008). St tozunun yoęunluęu, bireysel toz partiklleri iindeki vakuollerdeki hava miktarına (tıkanmış hava) ve komşu toz partiklleri arasında tutulan hava miktarına (arayer havası) baęlı olmaktadır. Tıkanmış hava, yığın yoęunluęunu kontrol etmek iin en nemli faktrlerden biridir. Tıkanan hava miktarı, beslemeye uygulanan ısıl işleme, atomizasyon yntemine ve ıkış havası sıcaklıęına baęlı olmaktadır. Dşk ktle yoęunluęu, tıkanmış havayı artırarak veya aglomerasyon yoluyla elde edilebilmektedir. Tıkanmış hava ierięi arttıka partikl hacmi artar, dolayısıyla partikl yoęunluęu ve ktle yoęunluęu azalmaktadır (Pisecky, 1997).

Bu alıřmadaki yaęsız st tozlarının SY Y deęerine ($0.553\text{-}0.704 \text{ g/cm}^3$) benzer sonular Pugliese ve ark. (2017) ve Fitzpatrick ve ark. (2004) tarafından bildirilmiştir. Eshpari (2011), ise yaęsız st tozlarında daha yksek SY Y deęeri belirlemiş ve depolamaya baęlı olarak artış tespit etmiştir. Shakeel-Ur-Rehman ve ark. (2003), plastik veya kaęıt torbalarda paketlenen ve $37 \text{ }^\circ\text{C}$ ’de ve %90 nemde depolanan yaęsız st tozlarının yığın yoęunluęunun net bir eęilim gstermedięini belirtmişlerdir. Ayrıca oda sıcaklıęında depolanan yaęsız st tozlarının ise en dşk yığın yoęunluęuna sahip olduęunu tespit etmişlerdir.

Sıkıştırılmış yığın yoęunluęu deęerlerinde grlen farklılıkların st tozlarının bileşim zellikleri, partikl boyutundaki farklılıklar ve partikller arası etkileşimlerdeki farklılıklardan kaynaklanıyor olabileceęi dşnlmektedir.

4.3. Yağsız Süt Tozlarının Fonksiyonel Özelliklerine Ait Sonuçlar ve Tartışma

4.3.1. Yağsız süt tozlarının ıslanabilirlik sürelerine ait sonuçlar ve tartışma

Yağsız süt tozlarının depolama boyunca ıslanabilirliklerindeki değişim Çizelge 4.16 ve Çizelge 4.17’de gösterilmiştir. Süt tozlarının ıslanabilirliği saniye (s) cinsinden verilmiş olup, depolama süresince 7-45 s arasında belirlenmiştir. En düşük ıslanabilirlik süresi 0.5 µm MF kullanılarak sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozunun 60. gün depolamasında, en yüksek ıslanabilirlik süresinin ise 0.5 µm MF kullanılan grubun kontrol numunesinde 180. günde tespit edilmiştir.

Yapılan varyans analizi (Çizelge 4.18) MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin örneklerin ıslanabilirliğine önemli düzeyde etki ettiğini göstermektedir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.19) 0.5 µm MF kullanılarak üretilen süt tozlarının ıslanabilirliğinin (17.04 s), 0.8 µm kullanılarak üretilenlere kıyasla (13.04 s) istatistiki açıdan daha yüksek olduğu görülmektedir ($p<0.01$). Çiğ süt faktörüne göre örneklerin en yüksek ıslanabilirlik süresi (28.34 s) kontrol süt tozlarında bulunurken, en düşük (9.40 s) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozlarında belirlenmiştir. Depolamada süt tozlarının ıslanabilirlik süresinin arttığı tespit edilmiştir.

Rehidrasyon, süt tozunun temel kalite özelliği olmakla birlikte, kolay rehidrasyon yetenekleri, gıda endüstrisi için en önemli gereksinimlerden biridir. Rehidrasyon süreci temel olarak üç farklı aşamadan oluşmaktadır. Bunlar; ıslanabilirlik, dağılılırlik ve çözünebilirliktir (Gaiani ve ark., 2011).

Islanabilirlik, bir tozun belirli bir sıcaklıkta suyla ıslanabilme yeteneğinin bir ölçüsüdür (Tamime, 2009). Genellikle toz partikül boyutuna, yoğunluğuna, gözenekliliğine, yüzey yüküne, yüzey alanına, amfipatik maddelerin varlığına ve partiküllerin yüzey aktivitesine bağlı olmaktadır. Bu parametrelere rağmen ıslanma olayında temel faktör tozun partikül yüzeyi ile su arasındaki temas açısı tarafından belirlenmektedir. Toz yüzey bileşiminin ıslatma işleminde önemli bir rol oynaması beklenmektedir. Laktoz gibi higroskopik bileşenlerin yüzeyi kaplaması, küçük temas açısı nedeniyle iyi ıslatma özellikleri sağlarken, yağ gibi hidrofobik bileşenlerin yüzeyi kaplaması geniş bir temas açısına neden olarak zayıf ıslatma özellikleri vermektedir (Kim ve ark., 2002). Yağsız süt tozunda suyu kolayca emen esas bileşenler amorf fazda olan laktoz ve protein olduğu için yağsız süt tozu partikülleri (yüzeyde %0.03 gr'dan az yağ olması şartıyla) genellikle kolayca ıslanmaktadır (Tamime, 2009).

Çizelge 4.16. 0.5 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının fonksiyonel özelliklerine ait analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Islanabilirlik (s)	Dağılıbilirlik (%)	Çözünabilirlik (%)	Köpük oluşturma kapasitesi (%)	Köpük stabilitesi (s)
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	33.75±6.01	82.07±0.00	99.85±0.07	63.25±1.06	2362.50±95.46
		30	35.00±1.41	80.33±0.13	99.85±0.07	65.50±2.12	2191.75±68.24
		60	33.00±1.41	79.75±0.15	99.80±0.00	66.00±1.41	1662.00±9.90
		90	42.00±4.24	80.17±0.55	99.80±0.00	66.50±2.12	1561.50±57.28
		120	43.00±2.83	79.35±0.14	99.80±0.00	67.25±1.06	1529.50±47.38
		180	45.00±2.83	77.50±0.38	99.80±0.00	67.50±2.12	1390.00±1.41
	Sağımdan sonraki	0	7.25±0.35	97.07±0.59	99.90±0.00	50.75±1.77	3492.50±102.53
		30	7.50±0.71	96.17±0.01	99.90±0.00	50.75±2.47	2001.25±15.91
		60	7.00±1.41	95.76±0.54	99.90±0.00	72.25±1.06	2517.75±53.39
		90	8.50±0.71	96.11±0.48	99.90±0.00	75.50±2.12	2617.25±121.27
		120	7.50±2.12	95.30±0.45	99.90±0.00	74.00±2.83	2992.00±2.83
		180	8.50±0.71	94.78±0.15	99.90±0.00	67.50±3.54	1619.25±51.97
	Soğutulmamış il içi	0	7.50±3.54	93.63±0.06	99.88±0.04	63.25±1.77	2277.00±69.30
		30	8.00±4.24	93.99±0.07	99.88±0.04	67.25±3.18	1789.50±127.99
		60	10.50±2.12	92.50±0.28	99.90±0.00	67.25±1.06	2665.75±58.34
		90	11.50±0.71	92.26±0.17	99.90±0.00	73.50±2.12	2346.00±82.02
		120	12.50±2.12	91.98±0.06	99.90±0.00	68.75±1.06	1309.00±124.45
		180	11.00±2.83	90.64±0.18	99.90±0.00	65.25±1.06	880.50±112.43
	Soğutularak nakil	0	8.75±3.18	83.93±0.11	99.88±0.04	64.63±0.53	1163.50±54.45
		30	9.50±3.54	83.25±0.37	99.88±0.04	61.50±2.12	792.25±10.96
		60	10.25±3.18	81.69±0.13	99.80±0.00	60.75±3.18	1633.25±80.26
		90	11.25±3.18	81.31±0.04	99.80±0.00	66.25±1.06	1551.00±108.89
		120	13.50±3.54	81.36±0.77	99.80±0.00	69.50±2.12	1293.75±77.43
		180	16.75±1.77	81.00±0.14	99.80±0.00	74.63±0.53	1150.00±22.63

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır.

Çizelge 4.17. 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının fonksiyonel özelliklerine ait analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Islanabilirlik (s)	Dağılılırılık (%)	Çözünebilirlik (%)	Köpük oluşturma kapasitesi (%)	Köpük stabilitesi (s)
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	15.25±0.35	87.85±0.24	99.90±0.00	48.25±1.06	429.75±23.69
		30	17.00±2.83	87.68±0.36	99.90±0.00	42.50±2.12	1248.75±84.50
		60	17.50±3.54	85.09±0.94	99.90±0.00	44.88±2.65	298.00±9.90
		90	16.25±5.30	83.74±0.37	99.90±0.00	42.75±1.06	498.25±3.18
		120	20.00±1.41	82.62±0.16	99.80±0.00	59.75±3.18	459.75±83.09
		180	22.50±3.54	83.32±0.26	99.80±0.00	68.13±2.65	408.75±13.09
	Sağımdan sonraki	0	9.75±4.60	96.90±0.05	99.90±0.00	56.25±1.06	1286.25±13.08
		30	7.25±2.47	96.32±0.77	99.90±0.00	50.75±3.18	2869.75±47.73
		60	12.00±2.12	95.19±0.30	99.90±0.00	58.75±1.06	986.25±28.64
		90	11.75±0.35	94.83±0.22	99.90±0.00	53.25±1.06	1637.50±3.54
		120	12.00±0.71	91.35±0.83	99.90±0.00	72.50±2.12	1478.25±80.26
		180	13.75±2.47	89.55±0.08	99.90±0.00	69.25±1.06	1223.50±102.53
	Soğutulmamış il içi	0	9.50±2.83	95.38±0.03	99.90±0.00	50.75±1.06	1551.00±93.34
		30	10.25±1.77	95.02±0.48	99.90±0.00	50.75±1.06	1418.25±81.67
		60	9.50±1.41	94.46±0.74	99.90±0.00	56.50±2.12	1051.75±23.69
		90	11.25±1.77	93.32±0.87	99.90±0.00	56.13±1.59	2240.00±5.66
		120	12.00±0.71	90.06±0.64	99.90±0.00	78.50±2.12	2367.00±114.55
		180	14.50±4.24	89.36±0.09	99.90±0.00	78.75±1.77	1420.00±36.77
	Soğutulmuş nakil	0	11.25±3.18	88.00±0.29	99.90±0.00	48.50±2.12	1232.50±14.85
		30	12.50±2.83	87.92±0.08	99.90±0.00	50.75±3.18	1735.25±148.14
		60	13.00±4.24	85.70±0.53	99.90±0.00	52.50±2.12	921.00±1.41
		90	14.75±1.77	85.79±0.83	99.90±0.00	53.88±1.59	1584.00±33.94
		120	13.50±2.83	85.11±0.65	99.85±0.07	56.50±0.71	1251.00±2.83
		180	18.00±2.83	84.93±0.59	99.88±0.04	59.25±3.18	1211.00±67.88

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır.

Çizelge 4.18. Yağsız süt tozlarının fonksiyonel özelliklerine ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	Islanabilirlik		Dağılabilirlik		Çözünabilirlik		Köpük Oluşturma Kapasitesi		Köpük Stabilitesi	
		KO	F	KO	F	KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	294.00	37.09**	94.49	500.65**	0.02	49.47**	2194.59	542.12**	8144806	1675.25**
Çiğ süt (B)	3	5597.77	235.39**	2750.15	4857.15**	0.06	45.39**	554.22	45.64**	12462498	854.44**
Depolama (C)	5	406.61	10.26**	212.83	225.53**	0.01	6.46**	2865.04	141.55**	4301336	176.94**
A x B	3	2340.27	98.41ns	192.04	339.17**	0.02	12.77**	448.67	36.94**	6663965	456.89**
A x C	5	22.41	0.57ns	28.93	30.66**	0.01	2.32ns	991.05	48.96**	6369034	262.00**
B x C	15	101.20	0.85ns	16.82	5.94**	0.02	3.51**	628.89	10.36**	4169932	57.18**
A x B x C	15	97.07	0.82ns	21.28	7.52**	0.01	1.75ns	1024.96	16.88**	6019976	82.55**
Hata	48	380.50		9.07		0.02		194.31		233369	

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.19. Yağsız süt tozlarının fonksiyonel özelliklerine ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	Islanabilirlik (s)	Dağılılırlik (%)	Çözünebilirlik (%)	Köpük Oluşturma Kapasitesi (%)	Köpük Stabilitesi (s)
Gözenek boyutu						
0.5 µm	48	17.04 ^a	87.58 ^b	99.86 ^b	66.22 ^a	1866.20 ^a
0.8 µm	48	13.04 ^b	89.56 ^a	99.89 ^a	56.66 ^b	1283.65 ^b
Çiğ süt						
Kontrol	24	28.34 ^a	82.46 ^d	99.84 ^b	58.52 ^c	1170.04 ^d
Sağımdan sonraki	24	9.40 ^c	94.94 ^a	99.90 ^a	62.63 ^b	2060.13 ^a
Soğutulmamış il içi	24	10.67 ^{bc}	92.72 ^b	99.90 ^a	64.72 ^a	1776.31 ^b
Soğutularak nakil	24	12.75 ^b	84.17 ^c	99.86 ^b	59.89 ^c	1293.21 ^c
Depolama						
0	16	12.88 ^d	90.60 ^a	99.89 ^a	55.70 ^c	1724.38 ^a
30	16	13.38 ^{cd}	90.08 ^b	99.89 ^a	54.97 ^c	1755.84 ^a
60	16	14.09 ^{bcd}	88.77 ^c	99.88 ^{ab}	59.86 ^b	1466.97 ^c
90	16	15.91 ^{abc}	88.44 ^c	99.88 ^{ab}	60.97 ^b	1754.44 ^a
120	16	16.75 ^{ab}	87.14 ^d	99.86 ^b	68.34 ^a	1585.03 ^b
180	16	18.75 ^a	86.38 ^e	99.86 ^b	68.78 ^a	1162.88 ^d

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05).

Kolay ve hızlı ıslanma özelliği gösteren süt tozlarına genellikle “instant” süt tozları denilmektedir. Yağsız süt tozları 15 saniyeden daha kısa sürede ıslanıyorsa “instant” olarak adlandırılmaktadır (Sharma ve ark., 2012). Ji ve ark. (2016) ve Schuck ve ark. (2012) yağsız süt tozlarında sırası ile 22 s ve 24 s süreleri bildirmişlerdir. Daha yüksek ıslanabilirlik süreleri Zouari ve ark. (2021) tarafından bulunmuştur. Lee ve ark. (2014) ise yağsız süt tozlarının ıslanabilirlik süresini yeni geliştirdikleri bir cihazla 36-1593 s olarak tespit etmişlerdir. Mevcut çalışmadaki MF süt tozlarının ıslanabilirlik süreleri önceki çalışmalarda bildirilen sonuçlar ile karşılaştırıldığında daha düşük süreler belirlenmiştir.

Bu çalışmada MF uygulanan yağsız süt tozlarından sadece soğutularak nakil süttten üretilen süt tozlarının depolamanın sonundaki ıslanabilirlik sürelerinin 15 s'nin üzerinde olduğu belirlenmiştir. Diğer MF yağsız süt tozları ise depolama periyodu boyunca 15 s'den daha az ıslanabilirlik süreleri göstermişlerdir.

4.3.2. Yağsız süt tozlarının dağılılırlik miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Süt tozu örneklerinin depolama boyunca dağılılırlik oranlarındaki değişim Çizelge 4.16 ve Çizelge 4.17'de verilmiştir. Depolama süresince 0.5 µm MF kullanılan gruptaki yağsız süt tozlarının dağılılırlik oranı %77.50-97.07 arasında değişirken, 0.8 µm kullanılan gruptaki süt tozlarının dağılılırlik oranının ise %82.62-96.90 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Her iki MF grubunda da en yüksek dağılılırlik oranının sağımdan sonraki süttten üretilen süt

tozlarının 0. depolamasında olduğu görülmektedir. Depolama süresindeki artışla birlikte süt tozlarının dağılılırlık oranlarının düştüğü belirlenmiştir.

Çizelge 4.18’de verilen varyans analizi sonuçlarına göre, gözenek boyutu, çığ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının yağsız süt tozlarının dağılılırlık oranını önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçları (Çizelge 4.19) incelendiğinde, 0.8 μm MF kullanılan örneklerin dağılılırlık oranının (%89.56) 0.5 μm MF kullanılanlara göre (%87.58) daha yüksek olduğu belirlenmiştir. En yüksek dağılılırlık oranı sağımdan sonraki süttten yapılan yağsız süt tozlarında belirlenirken (%94.94), en düşük (%82.46) kontrol süttten yapılan yağsız süt tozlarında bulunmuştur. 0. gün depolamada süt tozlarının dağılılırlık oranının en yüksek olduğu ve depolama süresinin artması ile süt tozlarının dağılılırlığının düştüğü tespit edilmiştir. Bu düşüşün depolama süresinin artması ile nem içeriğinin de artmasından dolayı olabileceği düşünülmektedir.

Bu çalışmadaki süt tozlarının dağılılırlığını, kullanılan sütlerin bileşimi, toz partikül boyutu ve dağılım özelliklerindeki farklılıkların etkilediği düşünülmektedir. Ayrıca süt tozlarının üretim prosesinde MF işlemi dışında diğer tüm işleme koşullarının aynı olması dikkate alındığında, tozların dağılılırlık oranlarına MF işleminde etkisi olabileceği tahmin edilmektedir.

Bir tozun suda hafifçe karıştırılarak dağıtıldığında tek tek parçacıklara ayrılma yeteneği, endüstriyel açıdan önemli bir husustur. Dağılılırlık, toz parçalarının ve topaklarının suda dağılma kolaylığıdır ve çözünen katıların yüzdesi olarak ifade edilmektedir. İyi dağılılırlık özellik gösteren tozlar tipik olarak iyi ıslanabilirlik sergilerler ve ince parçacıkların yokluğunda topaklanmaktadırlar (Sharma ve ark., 2012).

Dağılılırlık indeksinde yağsız süt tozu için %90’dan ve tam yağlı süt için %85’ten büyükse dağılılırlık olarak kabul edilen seviye, püskürterek kurutma teknolojisindeki gelişmelerle birlikte, bu değer yağsız süt tozları için %95’ten büyükse dağılılırlık olarak nitelendirilmektedir. Dağılılırlığı üretimdeki ısı işlem koşulları, püskürterek kurutmadaki çıkış havası sıcaklığı, granülometrik profil ve rekonstitüsyon koşulları gibi faktörler etkilemektedir (Schuck ve ark., 2012).

Bu çalışmadaki yağsız süt tozlarının depolamanın başındaki dağılılırlık oranı %82.07-97.07 aralığında tespit edilmiştir. Ji ve ark. (2016) ve Gaiani ve ark. (2011) tarafından yapılan çalışmalarda yağsız süt tozunun dağılılırlığını sırası ile %95 ve %89 olarak belirlenmiştir. Bu değerler bu çalışmadaki dağılılırlık oranlarına benzerdir. Zouari ve ark. (2021) ise yağsız inek sütü tozlarının dağılılırlık oranını %74.3-91.0 arasında tespit etmişlerdir. Araştırmacılar düşük giriş/çıkış kurutma sıcaklıkları (160/80 °C) kullanılarak üretilen örneğin düşük

dağılılabirlik oranının (%74.3) olduğunu bildirmişlerdir. Literatürdeki dağılılabirlik sonuçları dikkate alındığında; sütün bileşimi, kurutmadan önceki konsantrenin KM oranı, kurutucu tipi ve özellikleri, kurutma giriş ve çıkış sıcaklığı gibi değişkenlerin yağsız süt tozunun dağılılabirliğini etkileyebileceği düşünülmektedir.

4.3.3. Yağsız süt tozlarının çözünabilirlik miktarlarına ait sonuçlar ve tartışma

Depolama boyunca MF yağsız süt tozlarının çözünabilirlik miktarındaki değişim Çizelge 4.16 ve Çizelge 4.17’de gösterilmiştir. 180 günlük depolama süresince örneklerin çözünabilirlik oranında %99.80-99.90 aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

Yağsız süt tozu örneklerinde çiğ süt çeşidi, MF gözenek boyutu ve depolama süresinin süt tozlarının çözünabilirlik oranına etkisini belirlemek için yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.18’de, Tukey HSD testi sonuçları ise Çizelge 4.19’da verilmiştir. MF gözenek boyutu, çiğ süt ve depolama süresinin çözünabilirlik oranına etkisinin istatistiki açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir ($p < 0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.8 µm ile üretilen örneklerin çözünabilirlik oranı (%99.89), 0.5 µm ile üretilenlerden (%99.86) daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Çiğ süt faktörüne göre en yüksek çözünürlük oranının sağımdan sonraki süttten üretilen ve soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozlarında olduğu tespit edilmiştir. Depolama periyodunda en yüksek çözünabilirlik oranları depolamanın ilk iki periyodunda belirlenirken, en düşük ise son iki depolama periyodunda bulunmuştur.

Çözünme, süt tozlarının rehidrasyonunun son aşamasıdır ve granüler yapıların tamamen kaybolması ve bileşen moleküllerinin (yani proteinler, karbonhidratlar, mineraller vb.) salınması ile gerçekleşmektedir (Crowley ve ark., 2016). Çözünürlük esas olarak tozun kimyasal bileşimine ve fiziksel durumuna bağlıdır. Süt tozlarının çözünürlüğü sütte laktik asit bulunması, süte uygulanan ısı işlem, püskürtmeli kurutma tipi, süt tozu proteinindeki tuz iyonlarının seviyeleri ve üretimden önce süte eklenen bir ısı dengeleyici ajan gibi faktörler tarafından doğrudan etkilenmektedir. Çözünürlüğü az olan tozlar işleme zorluklarına ve ekonomik kayıplara neden olabilmektedir (Sharma ve ark. 2012).

Mikrofiltre yağsız süt tozlarının çözünabilirlik oranı sonuçları, Zouari ve ark. (2021) ve Eshpari (2011) tarafından yağsız süt tozları için bildirilen değerlere benzerken, Gaiani ve ark. (2011)’ının bildirdiği değerlerden daha yüksektir. Süt tozu çözünürlük indeksi %99’dan fazla ise veya çözünmeyen içeriği %1’den az ise çözünür olarak kabul edilmektedir. Süt tozlarında çözünmeyen maddelerin çoğu, denatüre proteinlerden (çoğunlukla çözünür proteinler) veya

mineral çökeltilerden (kalsiyum fosfat) oluşmaktadır (Schuck ve ark., 2012). Bu çalışmada üretilen MF yağsız süt tozları depolama süresince çözünür özellik göstermiştir.

4.3.4. Yağsız süt tozlarının köpük oluşturma kapasitesi değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

Süt tozlarının en önemli teknolojik fonksiyonel özelliklerinden biri köpürme özellikleridir. Bu özellikler, süt proteinlerinin arayüzey özellikleri ve su-hava arayüzüne adsorbe etme kapasiteleri ile ilgilidir (Zouari ve ark., 2021). Köpürme kapasitesini ve stabilitesini, protein denatürasyonunun boyutu, derecesi, çözünürlüğü ve proteinlerin esnekliği etkilemektedir (Sharma ve ark., 2012).

Yağsız süt tozlarının 180 günlük depolama boyunca köpük oluşturma kapasitelerindeki (%) değişim Çizelge 4.16 ve Çizelge 4.17'de gösterilmiştir. Üretilen yağsız süt tozlarının depolama boyunca köpük oluşturma kapasiteleri değişimi %42.50-78.75 aralığında belirlenmiştir.

Çizelge 4.18'de verilen varyans analizi sonuçlarına göre, MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının, süt tozlarının köpük oluşturma kapasiteleri üzerindeki etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur ($p < 0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.19) 0.5 μm MF kullanılan süt tozlarının köpük oluşturma kapasitelerinin (%66.22), 0.8 μm MF kullanılanlardan (%56.66) daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Kontrol süttten yapılan örnekler (%58.52) ve soğutularak nakil süttten yapılan örnekler (%59.89) en düşük köpük oluşturma kapasitesi değerleri verirken, soğutulmamış il içi süttten yapılan örneklerin en yüksek (%64.72) değeri verdiği belirlenmiştir. En yüksek köpük oluşturma kapasitesinin depolamanın 120. ve 180. günlerinde olduğu görülmüştür.

Zouari ve ark. (2021) yağsız inek süttünün ve aynı süttün püskürterek kurutulduktan sonraki rekonstitüe süttünün köpük kapasitesini sırası ile %57 ve %72.33 olarak tespit etmişlerdir. Ayrıca araştırmacılar, köpük özelliklerinin iyileştirilmesinin, büyük ölçüde süt proteinlerinin fizikokimyasal durumuna bağlı olduğunu belirtmişlerdir.

4.3.5. Yağsız süt tozlarının köpük stabilitesi değerlerine ait sonuçlar ve tartışma

Köpürme stabilitesi, toplam köpük hacmini %50 azaltmak için gerekli süre (saniye olarak) olarak tanımlanmaktadır (Zouari ve ark., 2021). Köpüğün, dış nedenlerden kaynaklanan

bozulmaya veya kendiliğinden çökmeye dayanma gücünü ifade etmektedir (Sharma ve ark. 2012).

Yağsız süt tozlarının depolanma boyunca köpük stabilitesinde meydana gelen değişim Çizelge 4.16 ve Çizelge 4.17’de gösterilmiştir. Örneklerin köpük stabilitesi depolama periyodunda 298.00-3492.50 s aralığında değişmiştir.

Yağsız süt tozu örneklerinde MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin köpük stabilitesi üzerindeki etkisini belirlemek için yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.18’de, Tukey HSD testi sonuçları Çizelge 4.19’da verilmiştir. MF gözenek boyutu, çiğ süt, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının örneklerin köpük stabilitesine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur ($p < 0.01$). 0.5 μm MF kullanılan örneklerin köpük stabilitesi (1866.20 s) 0.8 μm MF kullanılan örneklere (1283.65 s) kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Çiğ süt faktörüne göre en düşük köpük stabilitesi kontrol süttten üretilen tozlarda, en yüksek sağımdan sonraki süttten üretilenlerde olduğu belirlenmiştir. Depolamanın 180. gününde köpük stabilitesinin en düşük sürede olduğu tespit edilmiştir.

Zouari ve ark. (2021) yağsız inek sütünün ve aynı süttün püskürterek kurutulduktan sonraki rekonstitüe süttünün köpük stabilitesini sırası ile 210 ve 330 s olarak belirlemişlerdir.

4.4. Yağsız Süt Tozlarının Partikül Boyutu Değerlerine Ait Sonuçlar ve Tartışma

Yağsız süt tozlarının partikül boyut dağılımının $D_{3,2}$, $D_{4,3}$, D_{10} , D_{50} , D_{90} , span, üniformluk ve spesifik yüzey alanı değerleri saptanmıştır. MF işlemi uygulanmış süttlerden üretilen yağsız süt tozlarının ve kontrol sütt tozlarının depolama süresince partikül boyutu dağılımında meydana gelen değişim Çizelge 4.20 ve Çizelge 4.21’de verilmiştir. Ayrıca depolama (0., 30., 60., 90., 120. ve 180. gün) süresince yağsız süt tozlarının partikül boyut dağılımındaki değişimler Şekil 4.2-Şekil 4.7’deki grafiklerde de görülmektedir.

Sütt tozunun partikül boyutu, görünümü, sulandırma özelliği ve akış özelliği ile ilişkilidir. Partikül boyutu, süttün özelliklerinden, işleme koşullarından ve kurutma işleminde kullanılan ekipman türünden etkilenebilmektedir. Püskürtülerek kurutulan toz parçacıkları genellikle 10 ila 250 μm arasında değişen çaplarda küreseldir. Büyük parçacık boyutuna sahip toz, çok iyi dağılıbilirlik özelliği göstermektedir. İnce partiküllerin oranı ($< 90 \mu\text{m}$) arttıkça tozun dağılıbilirliği azalmaktadır (Sharma ve ark., 2012).

$D_{3,2}$ değeri ortalama yüzey alanını vermektedir. Yüzey alanı moment ortalaması veya Sauter ortalama çapı olarak da ifade edilmekle birlikte ince partiküller hakkında bilgi sağlamaya yardımcı olmaktadır. Sauter ortalama çapı özellikle spesifik yüzey alanının önemli

olduğu hesaplamalarda kullanılmaktadır. MF yağsız süt tozlarının $D_{3,2}$ değerleri depolama süresince 39.63-64.60 μm arasında bulunmuştur. Yağsız süt tozu örneklerinde çiğ süt çeşidi, MF gözenek boyutu ve depolama süresinin $D_{3,2}$ değerlerine etkisini belirlemek için yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.22'de, Tukey HSD testi sonuçları ise Çizelge 4.24'de verilmiştir. Gözenek boyutu, çiğ süt, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının yağsız süt tozlarının $D_{3,2}$ değerlerine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur ($p < 0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.8 μm MF kullanılan örneklerin $D_{3,2}$ değerleri (54.78 μm), 0.5 μm kullanılanlara kıyasla (51.58 μm) daha yüksek bulunmuştur. Çiğ süt faktörüne göre en yüksek (62.74 μm) $D_{3,2}$ değerleri sağımdan sonraki süt grubunda, en düşük ise (42.83 μm) soğutulmuş nakil süt grubunda belirlenmiştir. Depolama periyodunda ise en düşük $D_{3,2}$ değeri 30. günde, en yüksek ise 120. günde tespit edilmiştir.

Mercan ve ark. (2018) yağsız süt tozlarının 180 günlük depolama süresince $D_{3,2}$ değerlerini 18.50-31.69 μm arasında bulurken, Pugliese ve ark. (2017) $D_{3,2}$ değerlerini 25.86-60.79 arasında bulmuşlardır. Tamime (2009), püskürterek kurutulmuş ürünlerin partiküllerinin boyutu ve dağılımının, sütü püskürtmek için kullanılan nozül tipine büyük ölçüde bağlı olduğunu bildirmiştir.

Depolama koşulları ve partikül özelliklerindeki küçük değişiklikler bile toz ürünlerinin akışkanlığını etkileyebilmektedir. Partikül boyutunun tozun akışkanlığı üzerinde önemli bir etkisi olmaktadır. Genellikle 200 μm 'den büyük partikül boyutlarına sahip tozların serbest akışlı olduğu, ince tozların ise kohezyona eğilimli olduğu ve akışa karşı daha yüksek direnç göstermesi nedeniyle akışkanlıklarının zor olduğu bildirilmiştir. Daha küçük partikül boyutlarında akışkanlıktaki bu azalmanın nedeni, birim toz kütlesi başına artan yüzey alanından kaynaklanmaktadır. Özellikle kohezyon kuvvetleri ve akışa direnen sürtünme kuvvetleri için daha fazla yüzey alanı veya yüzey teması mevcut olduğundan dolayı akışkanlık azalmaktadır (Fitzpatrick ve ark., 2004; Benkovic ve Bauman, 2009).

$D_{4,3}$ değeri hacim ağırlıklı ortalamayı vermektedir. De Brouckere Ortalama Çapı ve Hacim veya Kütle Moment Ortalaması olarak da ifade edilen $D_{4,3}$ değeri, numune hacminin büyük kısmını oluşturan parçacıkların boyutunu yansıttığından dolayı birçok numune için önemlidir. Bununla birlikte boyut dağılımında büyük partiküllerin varlığına en duyarlı ölçümü sağlamaktadır. Yağsız süt tozlarının depolama periyodundaki $D_{4,3}$ değerleri 61.70-163.92 μm aralığında değişmiştir. Çizelge 4.22'de verilen varyans analizi sonuçlarına göre MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının örneklerin $D_{4,3}$ değerlerine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur ($p < 0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.24) 0.5 μm MF kullanılan yağsız süt tozlarının $D_{4,3}$ değerler

Çizelge 4.20. 0.5 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının partikül boyutu analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	D _{3,2} (µm)	D _{4,3} (µm)	D ₁₀ (µm)	D ₅₀ (µm)	D ₉₀ (µm)	Span	Üniformluk	Spesifik yüzey alanı (m ² /kg)
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	39.75±0.54	62.43±1.13	20.55±0.54	53.10±0.42	118.00±2.83	1.84±0.03	0.56±0.01	251.62±3.37
		30	39.63±0.01	61.70±1.80	20.55±0.03	52.71±0.20	116.25±6.01	1.81±0.10	0.56±0.03	252.26±0.05
		60	40.00±0.04	67.66±1.40	20.75±0.11	53.43±0.24	127.17±2.59	1.99±0.04	0.65±0.02	249.97±0.14
		90	40.08±0.12	66.05±0.21	20.86±0.15	53.11±0.02	124.38±0.53	1.95±0.01	0.63±0.00	249.42±0.78
		120	41.28±0.36	66.48±0.40	21.43±0.19	53.38±0.18	124.92±0.59	1.94±0.00	0.63±0.00	242.20±2.16
		180	40.56±0.05	66.17±0.75	21.01±0.08	53.20±0.18	125.17±1.18	1.95±0.02	0.63±0.01	246.59±0.41
	Sağımdan sonraki	0	60.92±0.12	147.46±0.29	26.76±0.09	99.69±0.27	326.17±1.65	3.01±0.03	0.97±0.01	164.20±0.32
		30	61.62±0.31	156.08±0.82	26.95±0.17	102.46±0.29	364.63±1.94	3.30±0.00	1.02±0.00	162.34±0.86
		60	61.59±0.02	156.38±0.88	27.08±0.12	101.34±0.58	363.88±1.59	3.32±0.04	1.03±0.02	162.40±0.10
		90	63.73±0.19	163.92±0.59	27.75±0.11	105.46±0.29	382.25±0.35	3.37±0.01	1.05±0.00	156.90±0.47
		120	63.73±0.38	158.83±1.65	27.78±0.06	104.46±1.12	367.92±0.82	3.26±0.03	1.01±0.00	156.88±0.97
		180	61.50±0.52	149.25±0.35	26.85±0.21	99.60±0.52	344.08±0.82	3.18±0.03	0.99±0.01	162.57±1.41
	Soğutulmamış il içi	0	61.05±0.45	126.67±1.89	28.03±0.24	95.80±0.57	272.33±5.66	2.55±0.04	0.79±0.02	163.85±1.25
		30	62.42±0.31	140.50±0.24	28.45±0.07	99.37±1.13	313.50±0.71	2.87±0.02	0.89±0.02	160.23±0.75
		60	62.33±0.24	138.83±0.71	28.52±0.02	98.40±0.57	306.83±1.18	2.83±0.01	0.88±0.00	160.43±0.57
		90	63.63±0.47	138.54±1.12	29.03±0.19	99.40±0.47	306.92±3.42	2.79±0.02	0.86±0.00	157.17±1.14
		120	64.60±0.00	140.96±0.41	29.48±0.08	100.56±0.15	310.04±2.42	2.79±0.03	0.87±0.01	154.85±0.03
		180	62.20±0.42	135.67±1.41	28.33±0.14	96.53±0.57	300.50±3.54	2.82±0.02	0.87±0.01	160.75±1.06
	Soğutularak nakil	0	40.47±0.15	71.33±1.87	19.51±0.02	56.75±0.31	145.83±5.89	2.23±0.09	0.68±0.03	247.14±0.94
		30	40.45±0.07	71.83±0.94	19.42±0.02	56.81±0.30	147.71±2.89	2.26±0.04	0.69±0.01	247.14±0.55
		60	41.80±0.14	86.39±2.67	19.98±0.02	58.58±0.21	171.67±4.71	2.59±0.07	0.90±0.04	239.23±0.85
		90	41.67±0.01	78.03±0.32	19.99±0.02	58.19±0.08	162.33±0.94	2.45±0.01	0.76±0.00	239.98±0.06
		120	41.15±0.21	75.70±1.41	19.72±0.16	57.14±0.44	155.67±3.30	2.38±0.04	0.75±0.02	243.03±1.13
		180	41.72±0.26	74.87±0.56	20.04±0.15	57.17±0.09	154.71±1.36	2.35±0.02	0.73±0.01	239.74±1.22

¹Sonuçlar iki tekrerrün ortalamasıdır.

Çizelge 4.21. 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının partikül boyutu analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	D _{3,2} (µm)	D _{4,3} (µm)	D ₁₀ (µm)	D ₅₀ (µm)	D ₉₀ (µm)	Span	Üniformluk	Spesifik yüzey alanı (m ² /kg)
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	55.98±0.32	106.13±4.07	27.61±0.16	82.39±0.19	200.13±3.36	2.09±0.03	0.71±0.04	178.61±1.08
		30	54.98±0.12	95.20±0.42	27.20±0.00	80.22±0.45	184.67±0.94	1.96±0.00	0.60±0.00	181.86±0.41
		60	55.19±0.22	96.39±0.37	27.19±0.37	80.87±0.24	187.33±0.94	1.98±0.01	0.61±0.01	181.20±0.85
		90	53.16±0.19	87.19±0.22	26.18±0.12	77.65±0.03	162.29±1.36	1.76±0.02	0.54±0.01	188.16±0.80
		120	54.35±0.11	92.20±0.52	26.90±0.04	79.25±0.31	177.29±1.36	1.90±0.01	0.58±0.00	184.05±0.39
		180	54.20±0.28	90.83±1.79	26.90±0.14	78.83±0.56	173.04±5.24	1.86±0.05	0.57±0.02	184.47±0.98
	Sağımdan sonraki	0	64.05±0.25	141.38±1.94	30.18±0.22	98.43±0.15	311.54±4.54	2.86±0.05	0.89±0.02	156.13±0.66
		30	62.71±0.12	130.83±1.18	29.46±0.05	96.05±0.03	284.29±2.89	2.66±0.03	0.82±0.01	159.48±0.31
		60	63.58±0.35	138.79±2.06	29.85±0.07	97.90±0.89	294.46±6.78	2.70±0.05	0.87±0.01	157.25±0.82
		90	62.93±0.01	130.83±1.18	29.64±0.05	96.79±0.08	278.83±2.59	2.58±0.03	0.81±0.01	158.90±0.04
		120	63.70±0.04	140.46±0.29	29.83±0.01	98.35±0.54	295.92±0.59	2.71±0.02	0.89±0.01	157.00±0.10
		180	62.89±0.06	130.46±3.12	29.54±0.05	97.05±0.07	278.33±6.13	2.56±0.06	0.80±0.03	159.02±0.12
	Soğutulmamış il içi	0	57.78±0.06	97.82±0.82	29.99±0.20	82.48±0.87	186.63±2.30	1.90±0.01	0.59±0.00	173.13±0.19
		30	56.47±0.28	93.78±1.44	28.95±0.31	81.25±0.02	177.17±4.95	1.82±0.06	0.56±0.02	177.12±0.97
		60	56.10±0.18	91.63±1.08	28.94±0.01	80.37±0.47	171.54±4.95	1.77±0.03	0.54±0.01	178.25±0.54
		90	56.78±0.16	93.53±1.08	29.30±0.04	81.57±0.47	176.29±2.77	1.80±0.03	0.55±0.01	176.07±0.56
		120	56.46±0.19	93.23±1.04	29.03±0.25	81.34±0.15	175.54±3.95	1.80±0.05	0.55±0.01	177.12±0.64
		180	56.74±0.13	93.14±1.36	29.16±0.19	81.48±0.12	175.04±4.66	1.79±0.05	0.54±0.02	176.25±0.54
	Soğutularak nakil	0	45.28±0.92	77.05±7.52	24.62±0.35	61.20±1.04	123.83±4.48	1.62±0.04	0.63±0.10	220.90±4.48
		30	44.24±0.09	65.66±0.29	24.12±0.06	59.85±0.03	115.79±0.77	1.53±0.01	0.47±0.00	226.01±0.48
		60	44.20±0.04	65.19±0.55	24.03±0.05	59.91±0.20	114.42±1.53	1.51±0.02	0.46±0.01	226.30±0.32
		90	44.22±0.06	64.41±0.02	24.08±0.02	59.72±0.02	111.54±0.29	1.46±0.00	0.45±0.00	226.04±0.48
		120	44.40±0.10	64.88±0.06	24.23±0.05	59.85±0.03	112.96±0.41	1.49±0.01	0.46±0.00	225.25±0.39
		180	44.37±0.05	64.74±0.05	24.24±0.05	59.81±0.06	112.46±0.29	1.48±0.00	0.45±0.00	225.39±0.34

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır.

Çizelge 4.22. Yağsız süt tozlarının partikül boyutu sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	D _{3,2}		D _{4,3}		D ₁₀		D ₅₀		D ₉₀	
		KO	F	KO	F	KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	246.19	3390.61**	2729.87	939.60**	282.51	10527.73**	87.94	442.18**	46068.84	4629.19**
Çiğ süt (B)	3	6585.32	30232.10**	83182.90	9543.68**	838.04	10409.96**	26802.83	44921.27**	547662.99	18343.81**
Depolama (C)	5	7.26	20.00**	210.19	14.47**	1.57	11.71**	16.13	16.22**	848.16	17.05**
A x B	3	1288.03	5913.11**	16508.23	1894.01**	103.32	1283.37**	6088.64	10204.49**	105018.65	3517.57**
A x C	5	28.39	78.19**	1087.67	74.87**	6.07	45.25**	57.31	57.63**	6168.40	123.97**
B x C	15	11.76	10.80**	412.73	9.47**	2.15	5.35**	42.93	14.39**	2016.69	13.51**
A x B x C	15	7.93	7.28**	296.95	6.81**	1.84	4.57**	27.38	9.18**	2048.95	13.73**
Hata	48	3.49		139.46		1.29		9.55		477.69	

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.23. Yağsız süt tozlarının partikül boyutu sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	Span		Üniformluk		Spesifik yüzey alanı (m ² /kg)	
		KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	8.44	6292.94**	0.83	1831.76**	7242.48	5935.44**
Çiğ süt (B)	3	16.87	4190.90**	1.62	1185.11**	94569.83	25834.31**
Depolama (C)	5	0.07	10.73**	0.03	11.31**	86.65	14.20**
A x B	3	3.44	854.73**	0.32	231.63**	22215.70	6068.82**
A x C	5	0.52	77.78**	0.11	48.27**	347.31	56.93**
B x C	15	0.11	5.59**	0.03	4.45**	118.66	6.48**
A x B x C	15	0.12	5.94**	0.04	6.42**	119.14	6.51**
Hata	48	0.06		0.02		58.57	

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.24. Yağsız süt tozlarının partikül boyutu sonuçlarına ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	D _{3,2} (µm)	D _{4,3} (µm)	D ₁₀ (µm)	D ₅₀ (µm)	D ₉₀ (µm)	Span	Üniformluk	Spesifik yüzey alanı (m ² /kg)
Gözenek boyutu									
0.5 µm	48	51.58 ^b	108.41 ^a	24.12 ^b	77.78 ^b	234.70 ^a	2.58 ^a	0.81 ^a	202.95 ^a
0.8 µm	48	54.78 ^a	97.74 ^b	27.55 ^a	79.69 ^a	190.89 ^b	1.98 ^b	0.62 ^b	185.58 ^b
Çiğ süt									
Kontrol	24	47.43 ^c	79.88 ^c	23.93 ^c	66.51 ^c	151.72 ^c	1.92 ^c	0.61 ^c	215.87 ^b
Sağımdan sonraki	24	62.74 ^a	145.39 ^a	28.47 ^b	99.80 ^a	324.36 ^a	2.96 ^a	0.93 ^a	159.42 ^d
Soğutulmamış il içi	24	59.71 ^b	115.36 ^b	28.93 ^a	89.88 ^b	239.36 ^b	2.30 ^b	0.71 ^b	167.94 ^c
Soğutularak nakil	24	42.83 ^d	71.67 ^d	22.00 ^d	58.75 ^d	135.74 ^d	1.94 ^c	0.62 ^c	233.85 ^a
Depolama									
0	16	53.16 ^b	103.78 ^{ab}	25.91 ^{ab}	78.73 ^b	210.56 ^{cd}	2.26 ^b	0.73 ^{ab}	194.45 ^b
30	16	52.81 ^c	101.95 ^{cd}	25.64 ^c	78.59 ^b	213.00 ^{bc}	2.28 ^b	0.70 ^c	195.81 ^a
60	16	53.10 ^b	105.16 ^a	25.79 ^{bc}	78.85 ^{ab}	217.16 ^a	2.34 ^a	0.74 ^a	194.38 ^b
90	16	53.28 ^b	102.81 ^{bc}	25.85 ^b	78.99 ^{ab}	213.10 ^{bc}	2.27 ^b	0.71 ^{bc}	194.08 ^b
120	16	53.71 ^a	104.09 ^{ab}	26.05 ^a	79.29 ^a	215.03 ^{ab}	2.28 ^b	0.72 ^{bc}	192.55 ^c
180	16	53.02 ^{bc}	100.64 ^d	25.76 ^c	77.96 ^c	207.92 ^d	2.25 ^b	0.70 ^c	194.35 ^b

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05).

(108.41 μm), 0.8 μm kullanılanlara (97.74 μm) kıyasla daha yüksek bulunmuştur. $D_{4,3}$ değerleri en yüksek sağımdan sonraki süttten yapılan örneklerde belirlenirken, en düşük değer soğutularak nakil süttten yapılanlarda bulunmuştur. Depolama süresince en düşük $D_{4,3}$ değeri (100.64 μm) depolamanın sonunda (180. gün), en yüksek (105.16 μm) ise 60. günde olduğu tespit edilmiştir.

Bu çalışmada elde edilen yağsız süt tozlarının hacim ağırlıklı ortalama sonuçları, Pugliese ve ark. (2017) tarafından 72.60-122.75 μm aralığında bildirilen $D_{4,3}$ değerleri ile uyumludur. Silva ve O'Mahony (2017) da yağsız süt tozunda $D_{4,3}$ değerini 79.1 μm tespit etmişlerdir. Langrish ve ark. (2006) çalışmalarında %8.8 katı konsantrasyonunda yağsız süttün püskürtülerek kurutulması ile elde edilen tozun $D_{4,3}$ değerini 14-24 μm aralığında bulurken, konsantre (%41.2) yağsız süttten elde edilen tozun $D_{4,3}$ değerini 35 μm olarak bulmuşlardır. Ayrıca araştırmacılar konsantre yağsız süt parçacıklarının, kurutmada daha az çökme ve daha güçlü duvarlar nedeniyle önemli ölçüde daha büyük çaplara sahip olduklarını belirtmişlerdir. Literatürdeki yağsız süt tozu partikül boyutlarındaki bu farklılıkların besleme kuru madde içeriğinden, püskürterek kurutma koşullarından ve özellikle farklı nozül giriş koşullarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

D_{10} değeri, partiküllerin %10'unun belirlenen çapın altında olduğunu belirtmektedir. Örneklerin D_{10} değerinin depolama boyunca 19.42-30.18 μm aralığında değiştiği belirlenmiştir. Yapılan varyans analizine göre (Çizelge 4.22) MF gözenek boyutu, çiğ süt, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının yağsız süt tozlarının D_{10} değerlerini önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p<0.01$). Çizelge 4.24'te verilen Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.8 μm MF kullanılan örneklerin D_{10} değerleri (27.55 μm), 0.5 μm kullanılanlara (24.12 μm) kıyasla istatistiki açıdan daha yüksek bulunmuştur ($p<0.01$). D_{10} değerleri en düşük (22.00 μm) soğutularak nakil süttten üretilen süt tozlarında belirlenirken, en yüksek D_{10} değeri (28.93 μm) soğutulmamış il içi süttten yapılan süt tozlarında olduğu tespit edilmiştir. Depolama süresince örneklerin D_{10} değerlerinin en düşük 30. ve 180. günlerde, en yüksek ise 120. gün depolamada olduğu görülmüştür.

Benzer sonuçlar Pugliese ve ark. (2017) tarafından yağsız süt tozlarında bildirilmiş olup, Lee ve ark. (2014) daha düşük D_{10} değerleri belirlemişlerdir. Yağsız süt tozlarında daha yüksek D_{10} değeri Schuck ve ark. (2012) tarafından bildirilmiştir.

D_{50} değerleri partiküllerin %50'sinin belirlenen çapın altında olduğunu belirtmektedir. Örneklerin oda sıcaklığında depolama süresince D_{50} değerlerinin 52.71-105.46 μm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre (Çizelge 4.22) MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının örneklerin D_{50} değerlerini önemli

düzeyde etkilediği belirlenmiştir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.24) 0.8 μm MF kullanılan örneklerin D_{50} değerleri (79.69 μm), 0.5 μm kullanılanlara (77.78 μm) kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Çiğ süt faktörüne göre en düşük D_{50} değerinin (58.75 μm) soğutularak nakil süttten üretilen tozlarda, en yüksek ise (99.80 μm) sağımdan sonraki süttten üretilen tozlarda olduğu görülmüştür. Depolama süresince en düşük D_{50} değerleri depolamanın sonunda belirlenirken, en yüksek D_{50} değerleri 120. gün depolamada tespit edilmiştir.

Nikolova ve ark. (2014)'nın yağsız süt tozlarında 51.1-123.7 μm gibi geniş bir aralık olarak buldukları D_{50} değerleri, bu çalışmadaki sonuçlara benzerlik göstermektedir. Zouari ve ark. (2021) yağsız inek sütü tozlarında D_{50} değerlerini 9.2-12.7 μm aralığında, Silva ve O'Mahony (2017) ise bu değeri 65.9 μm olarak tespit etmişlerdir. Schuck ve ark. (2012) ise 248 μm D_{50} değeri ile daha yüksek bir sonuç bildirmiştir.

Zouari ve ark. (2021) süt tozlarının düşük D_{50} değeri ile dar bir boyut dağılımı göstermesi, bu tozların ince parçacıklardan oluştuğunun bir göstergesi olduğunu ve bu tür tozların yüksek kütle yoğunluğu sergilediğini bildirmişlerdir. Ayrıca araştırmacılar, süt tozu üretiminde giriş kurutma sıcaklığının artmasıyla, span değeri artarken D_{50} değerinin azaldığını belirlemişlerdir. Bu, yüksek kurutma sıcaklığında daha büyük parçacıkların üretildiğini göstermektedir. Yüksek sıcaklıklarda kurutma işleminde, suyun hızlı uzaklaşması ve partiküllerin yüksek oranda büzülmesi nedeniyle partiküllerin daha büyük boyutlu olduğu açıklanmaktadır. Sonuç olarak, daha büyük parçacık boyutu (düşük D_{50}) ve daha geniş boyut dağılımı (daha yüksek span) göstermektedir (Zouari ve ark., 2021).

D_{90} değerleri partiküllerinin %90'ının belirlenen çapın altında olduğunu belirtmektedir. Yağsız süt tozlarının D_{90} değerleri depolama periyodunda 111.54-382.25 μm aralığında tespit edilmiştir. Çizelge 4.22'de gösterilen varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutu, çiğ süt, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının örneklerin D_{90} değerlerini istatistiki açıdan önemli düzeyde etkilediği belirlenmiştir ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.24) 0.5 μm MF kullanılan örneklerin D_{90} değerleri (234.70 μm), 0.8 μm kullanılanlara (190.89 μm) göre daha yüksek tespit edilmiştir. En düşük D_{90} değerleri soğutularak nakil süttten üretilen örnekte bulunurken, en yüksek değer sağımdan sonraki süttten üretilen örnekte bulunmuştur. Depolama boyunca en düşük D_{90} değerlerinin (207.92 μm) 180. gün depolamada, en yüksek D_{90} değerleri (217.16 μm) ise 60. gün depolamada tespit edilmiştir.

Lee ve ark. (2014) yağsız süt tozlarının D_{90} değerlerini 83-122 μm aralığında belirlemişlerdir. Ayrıca araştırmacılar D_{10} , D_{50} ve D_{90} değerlerinin ısıtma sıcaklığına bağlı olarak önemli farklılıklar gösterdiğini belirterek, partikül boyutunun yüksek, düşük ve orta ısıtlı yağsız süt tozlarında sırasına göre arttığını tespit etmişlerdir. Bu D_{90} değerlerinin mevcut

çalışmadaki sonuçlara kıyasla oldukça düşük olduğu görülmektedir. Benzer sonuçlar Pugliese ve ark. (2017) tarafından bildirilmiş olup, daha yüksek D_{90} değerleri Schuck ve ark. (2012) tarafından tespit edilmiştir.

0.5 μm MF işlemi uygulanarak üretilen süt tozu örnekleri kontrol grubuna kıyasla daha fazla miktarda büyük toz parçacıklarına sahip olduğu görülmektedir. Soğutulmuş nakil süten 0.8 μm MF işlemi uygulanarak üretilen süt tozu ise aynı grubun örneklerine kıyasla daha fazla miktarda küçük toz parçacıkları içerdiği belirlenmiştir. Toz partikül boyutu dağılımının hammadde bileşimi ile ilgili olması muhtemeldir. Bununla birlikte aglomerasyon kaynaklı da olabileceği düşünülmektedir. İnce parçacık oranının artması ile tozun dağılılabirliğinin olumsuz etkilendiği de bilinmektedir.

Span değeri partikül boyut dağılımının genişliğini ifade etmektedir. Yağsız süt tozlarının span değerlerinin depolama boyunca 1.46-3.37 aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre (Çizelge 4.23) gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksiyonlarının örneklerin span değerlerine etkisi istatistikî açıdan önemli bulunmuştur ($p < 0.01$). Çizelge 4.24’de verilen Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.5 μm MF kullanılan örneklerin span değerlerinin (2.58), 0.8 μm kullanılanlara (1.98) göre daha yüksek olduğu belirlenmiştir. En düşük span değerleri kontrol süten yapılan süt tozlarında (1.92) ve soğutulmuş nakil süten yapılan süt tozlarında (1.94) belirlenirken, en yüksek değerlerin (2.96) ise sağımdan sonraki süt grubunda olduğu belirlenmiştir. Depolama süresince örneklerin span değerlerinin 60. gün depolamada en yüksek olduğu belirlenmiş olup, diğer depolama günlerinde örneklerin span değerleri benzer bulunmuştur.

Mercan ve ark. (2018) süt konsantrelerine yüksek basınçlı homojenizasyon işlemi uygulayarak ürettikleri yağsız süt tozlarının 180 günlük depolama periyodunda span değerleri aralığını 1.288-1.832 olarak tespit etmişlerdir. Zouari ve ark. (2021) yağsız inek sütü tozlarının span değerini 1.30-1.70 aralığında belirlemişler ve ayrıca araştırmacılar inek sütü tozlarının, küçük partikül boyutları ($D_{50} \leq 12 \mu\text{m}$) ve dar boyut dağılımları ($\text{span} \leq 2$) nedeniyle zayıf dağılılabirlik ve ıslanabilirlik indeksleri ile yüksek bir çözünürlük indeksi ($> \%99$) sergilediğini belirtmişlerdir. Nikolova ve ark. (2014) ise bu değeri 1.09-1.39 olarak belirlemişler ve span değerinin püskürterek kurutma koşullarından etkilendiğini bildirmişlerdir. Bu çalışmadaki yağsız süt tozlarının ise geniş bir boyut dağılımı sergilediği görülmektedir.

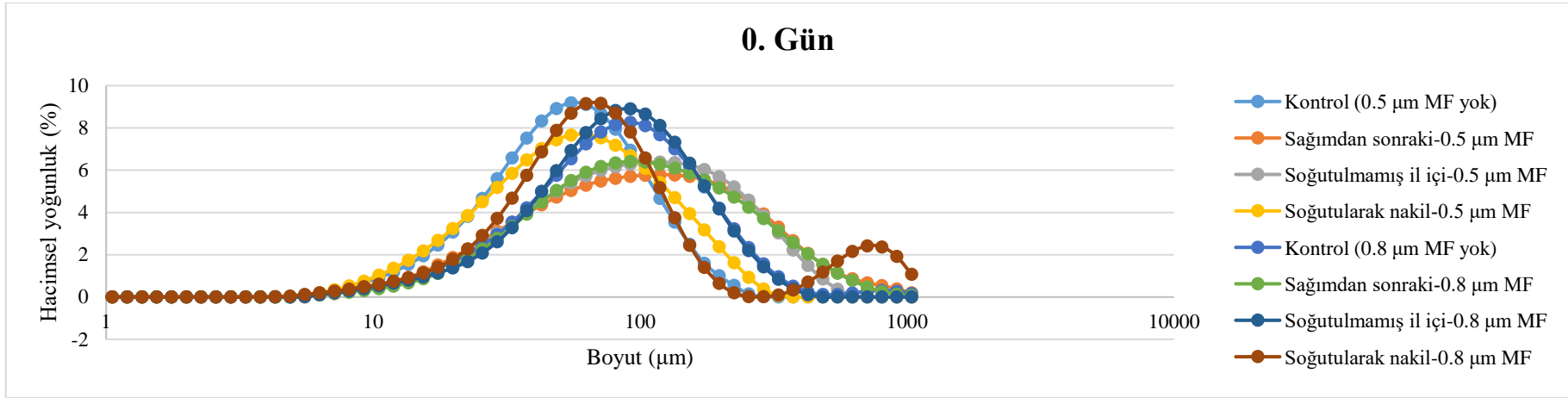
Üniformluk partikül boyutu dağılımının büyüklüğünü ve partikül boyutu dağılım eğrisinin gradyanını yansıtmaktadır. Diğer bir ifadeyle üniformluk medyandan (D_{50}) mutlak sapmanın bir ölçüsüdür. Depolama boyunca örneklerin üniformluk değeri 0.45-1.05 arasında belirlenmiştir. Yapılan varyans analizi sonuçlarına göre (Çizelge 4.23) MF gözenek boyutu, çiğ

süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksyonları örneklerin üniformluk değerlerini istatistiki açıdan önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p < 0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.5 μm MF kullanılan örneklerin üniformluk değerleri (0.81), 0.8 μm kullanılanlara (0.62) kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Sağımdan sonraki süttten üretilen örneklerin üniformluk değerleri en yüksek (0.93) bulunurken, kontrol süttten (0.61) ve soğutulmuş nakil süttten (0.62) üretilen örneklerin en düşük üniformluk değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir. Depolama süresince süt tozlarının üniformluğu en düşük 30. ve 180. günde belirlenirken, en yüksek ise 60. gün depolamada tespit edilmiştir.

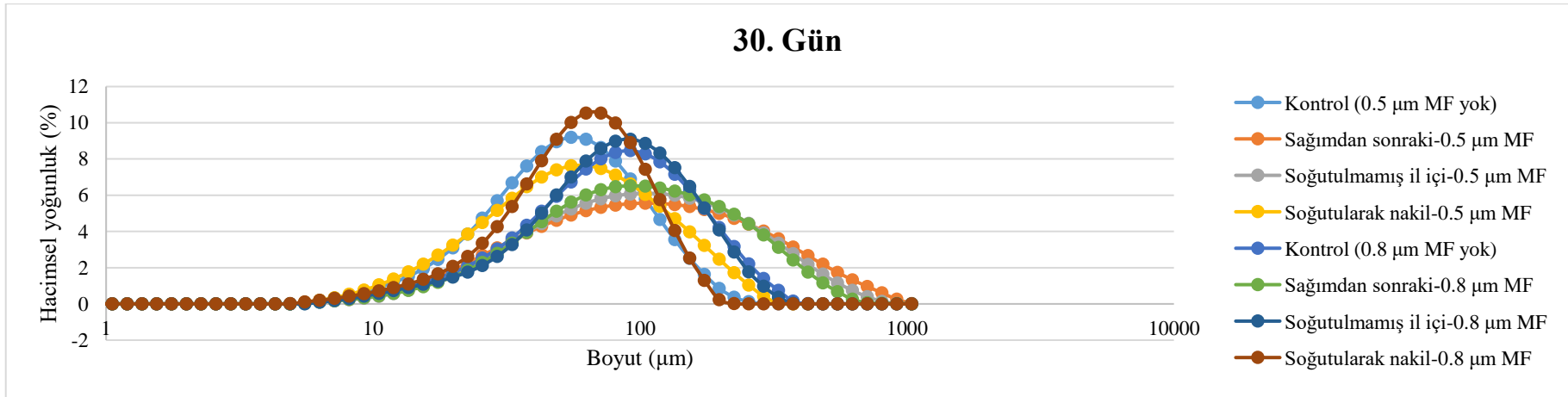
0.8 μm kullanılarak üretilen yağsız süt tozlarının depolama periyodunda üniformluk değerinde azalma belirlenirken, 0.5 μm kullanılarak üretilen yağsız süt tozlarında artış görülmüştür. Üniformluk değerinde artış olması, yağsız süt tozunun medyan değerden uzaklaşması anlamına gelmektedir. Sert ve ark. (2016) yağsız süt tozlarının üniformluk değerini 0.396-0.436 olarak belirlemişlerdir.

Spesifik yüzey alanı partiküllerin toplam alanının, toplam ağırlığa bölünmesiyle hesaplanmaktadır. MF yağsız süt tozlarının depolama süresince spesifik yüzey alanı değerlerinin 154.85-252.26 m^2/kg aralığında değiştiği belirlenmiştir. Çizelge 4.23'de gösterilen varyans analizi sonuçlarına göre MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi, depolama süresi ve bunların interaksyonlarının örneklerin spesifik yüzey alanı değerlerini önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p < 0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.24) 0.5 μm MF kullanılan yağsız süt tozlarının spesifik yüzey alanı değerleri (202.95 m^2/kg), 0.8 μm kullanılanlara (185.58 m^2/kg) kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Çiğ süt faktörüne göre, en yüksek (233.85 m^2/kg) soğutulmuş nakil süttten üretilen süt tozunda bulunurken, en düşük (159.42 m^2/kg) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozunda belirlenmiştir. Depolama periyodunda spesifik yüzey alanı değerleri en yüksek 30. günde, en düşük ise 120. günde tespit edilmiştir.

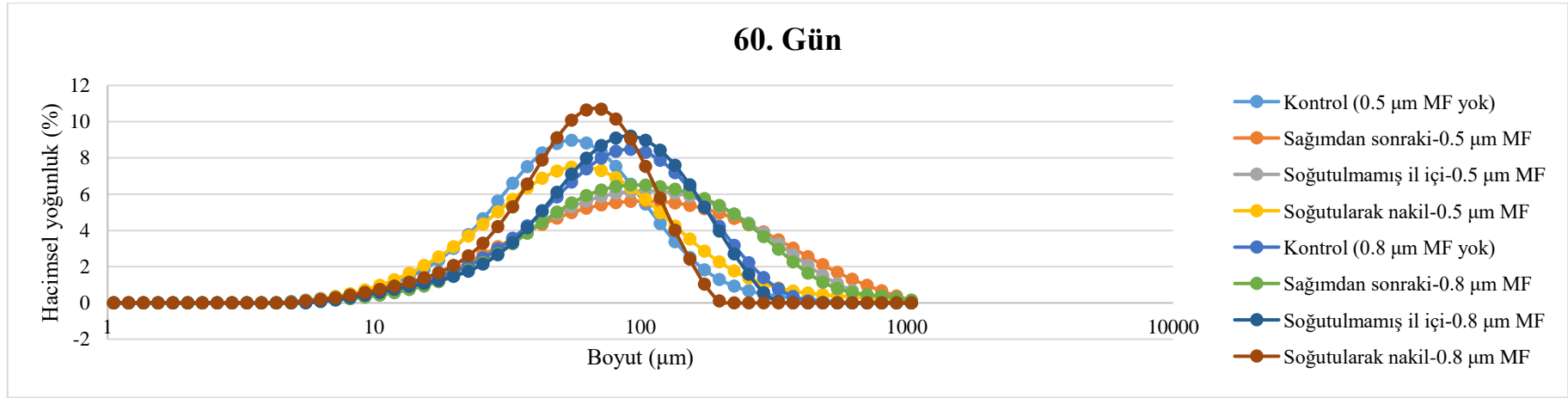
Silva ve ark. (2017) yağsız süt tozunun spesifik yüzey alanını 137 m^2/kg olarak bildirmişlerdir. Daha büyük parçacık boyutuna sahip olan tozların, daha küçük spesifik yüzey alanına sahip olmaları beklenmektedir (Silva ve ark., 2017). Bu çalışmada genel olarak, 0.8 μm MF işlemi ile üretilen süt tozlarının partikül boyutu, 0.5 μm MF uygulananlardan daha yüksek bulunmuştur. MF gözenek boyutunun süt tozlarının partikül boyutunu etkilemiş



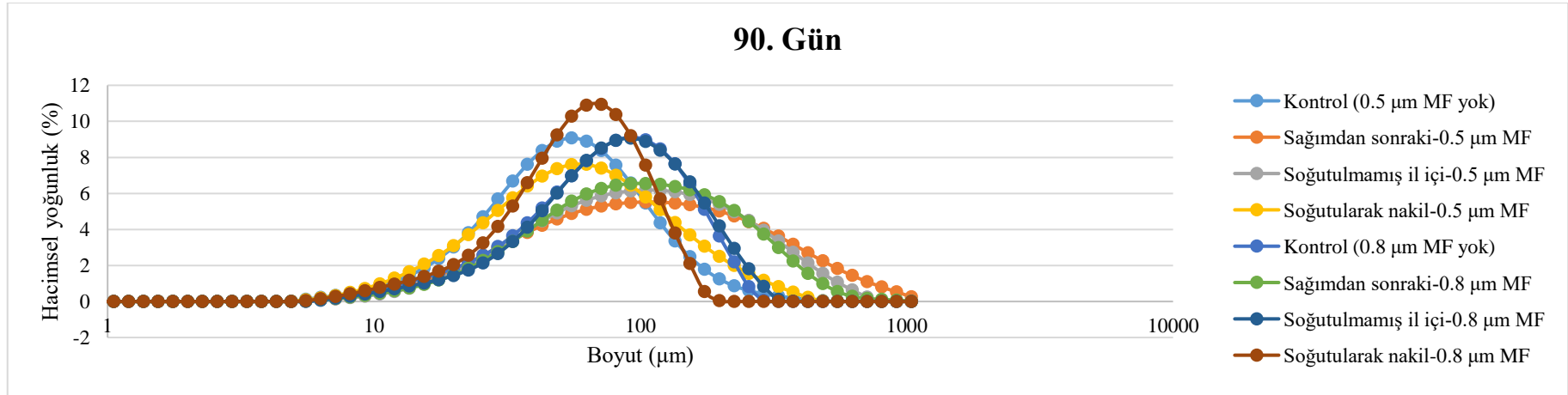
Şekil 4.2. Yağsız süt tozlarının depolama başlangıcındaki partikül büyüklüğü ve boyut dağılımı eğrileri



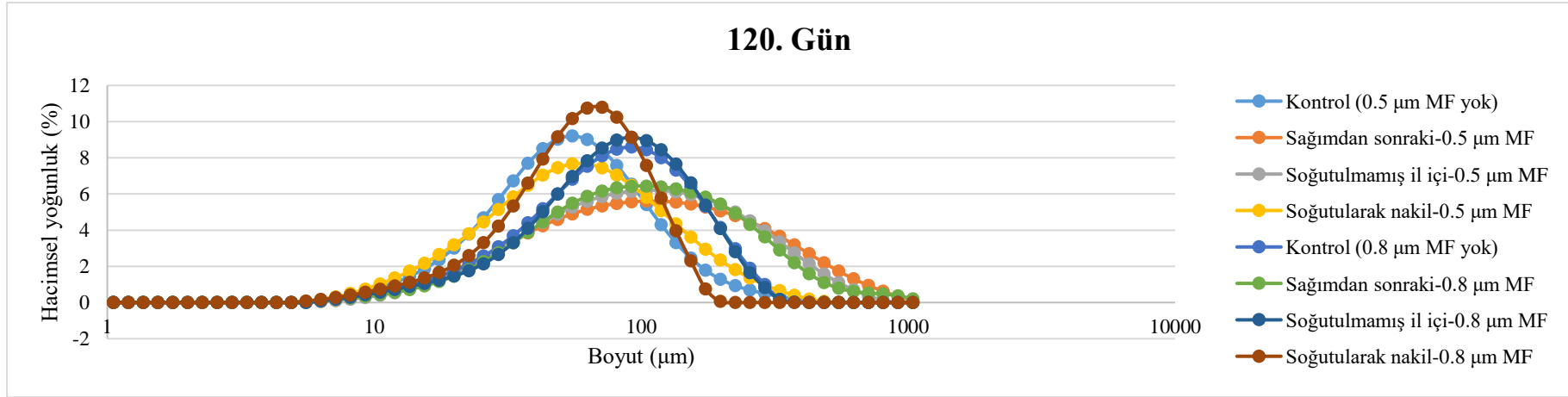
Şekil 4.3. Yağsız süt tozlarının depolamanın 30. günündeki partikül büyüklüğü ve boyut dağılımı eğrileri



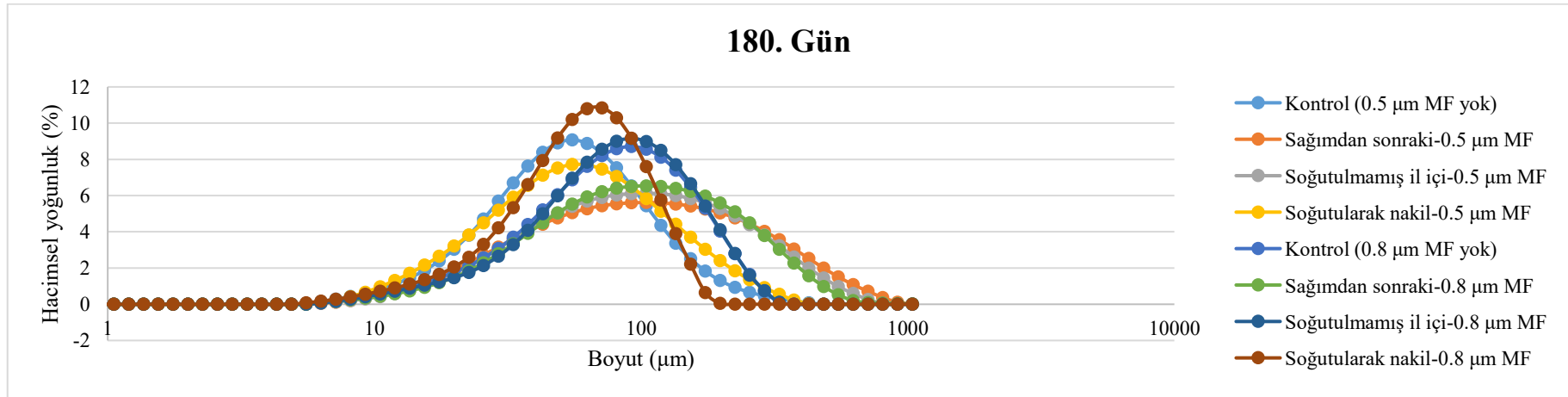
Şekil 4.4. Yağsız süt tozlarının depolamanın 60. günündeki partikül büyüklüğü ve boyut dağılımı eğrileri



Şekil 4.5. Yağsız süt tozlarının depolamanın 90. günündeki partikül büyüklüğü ve boyut dağılımı eğrileri



Şekil 4.6. Yağsız süt tozlarının depolamanın 120. günündeki partikül büyüklüğü ve boyut dağılımı eğrileri



Şekil 4.7. Yağsız süt tozlarının depolamanın 180. günündeki partikül büyüklüğü ve boyut dağılımı eğrileri

olabileceği tahmin edilmektedir. Süt tozlarının partikül büyüklüğünde ve boyut dağılımlarında görülen farklılıkların süt tozlarının nem içeriği ile de ilişkili olduğu ve ayrıca hammadde bileşiminin de etkisi olduğu düşünülmektedir. 0.5 µm MF kullanılan gruptaki yağsız süt tozlarının depolama periyodunda spesifik yüzey alanlarında düşüş tespit edilmiştir. Bu durum depolama süresince partikül boyutunun da artmış olduğunu göstermektedir. Partikül boyutundaki bu artışın partiküller arasında meydana gelen van der Waals etkileşiminden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Depolamada partikül boyutunda meydana gelen artış, toz parçacıklarının birbirine daha yakın itilmesine yol açan zaman konsolidasyonundan kaynaklanabilmektedir. Bu, partiküller arasında daha fazla kohezyona yol açan artan van der Waals etkileşimi ile sonuçlanmakta ve daha büyük toz partikülleri oluşmaktadır. Partikül boyutu, tozların yoğunluğunu, akışkanlığını, sıkıştırılabilirliğini ve çözünürlüğünü etkilemektedir (Eshpari, 2011).

4.5. Yağsız Süt Tozlarının DSC Analizlerine Ait Sonuçlar ve Tartışma

Püskürtmeli kurutma, süt ve süt ürünlerinin kurutulmasında en yaygın yöntem olarak kullanılmaktadır. Proteinlerin, yağ globüllerinin ve hava hücrelerinin dağıldığı sürekli bir matris oluşturan amorf laktoz oluşumuna yol açan nemin hızla uzaklaştırılması ile gerçekleşir (Shresta ve ark., 2007). Süt tozu üretiminde kurutma koşullarına göre ana süt bileşenlerinde çeşitli kimyasal (protein denatürasyonu, Maillard reaksiyonu, protein-protein agregasyonu, protein-karbonhidrat bağları ve protein-yag etkileşimleri) ve fiziksel (laktoz kristalizasyonu, yapışkanlık, çökme ve aroma tutma) değişiklikler oluşabilmektedir. Bu değişikliklerin yapısı ve kapsamı, ürün bileşimi, işleme prosesi ve depolama koşulları gibi birçok etkene bağlı olabilmektedir (Pugliese ve ark., 2016).

Süt tozlarının ana bileşenlerinden biri olan laktozun fiziksel durumu süt tozlarının depolama stabilitesi ve kalitesi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Laktoz genellikle camsı geçiş sıcaklığının (T_g) altındaki sıcaklıklarda stabil olan amorf bir camsı yapıda bulunmaktadır. Camsı laktoz oldukça higroskopiktir ve nem absorpsiyonuna eğimli olmaktadır. Nem oranının artması camsı laktozun plastikleşmesine ve T_g 'nin azalmasına neden olmaktadır. Tozun T_g 'nin üzerindeki bir sıcaklıkta depolanması, moleküler hareketliliği arttırmakta ve viskoziteyi düşürerek yapışkanlığa, kekleşmeye ve kristalleşmeye neden olabilmektedir. Laktoz, T_g 'nin üzerindeki sıcaklıklarda kristalleşir; ortam sıcaklığı ile T_g arasındaki sıcaklık farkı arttıkça oran artmaktadır. Laktoz kristalizasyonu, çözünürlük kaybı, kekleşme, enzimatik olmayan esmerleşme, lizin kaybı ve lipit oksidasyonu gibi birçok bozulma reaksiyonunu hızlandırmakta

ve kurutulmuş st rnlerinin depolama stabilitesini ve kalitesini nemli lde azaltmaktadır (Jouppila ve Roos, 1994; Jouppila ve ark., 1997).

St tozundaki ana bileen, nispeten yksek camsı gei sıcaklıęı (T_g 97-116 °C) olan laktozdur. Laktozun hidrolizi ile dk molekler aęırlıklı monosakkaritler olan glikoz ve galaktoz olumaktadır. Glikoz ve galaktozun T_g deęerleri sırası ile 31 °C ve 32 °C'dir. Bu deęerlerden de grldę gibi bir karbonhidratın T_g deęeri ile molekl aęırlıęı ters orantılıdır (Shrestha ve ark., 2007). Bu aynı zamanda laktozla hidrolize edilmi st katılarının pskrterek kurutma davranıında ve depolama stabilitesinde nemli deęiikliklere neden olmaktadır (Roos, 2002).

Su ierięi ile T_g arasında ters orantı bulunmaktadır. Su ierięi ne kadar yksekse, T_g o kadar dk olmaktadır (Schuck ve ark., 2012). Suyun amorf bileenler zerindeki plastikletirici etkisine baęlı olarak depolamada veya nem ierięindeki artıla T_g deęerlerinin azalması beklenmektedir (Abbas ve ark., 2010).

Diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC), faz ve cam gei zelliklerini lebilen yerleik bir termal analitik tekniktir. Camsı gei, molekler hareketlilik nedeniyle maddenin zgl ısı kapasitesindeki endotermik bir deęiiklik ile karakterize edilmektedir (Ozmen ve Langrish, 2002; Ostrowska-Lięęza ve ark., 2012). Bu alımada retilen MF yaęsız st tozlarının depolamanın baında ve sonunda olmak zere faz ve camsı gei sıcaklıkları analiz edilmi ve izelge 4.25'de verilmitir. Depolamanın balangıcındaki en yksek camsı gei sıcaklıęı 62.02 °C ile 0.5 μ m MF uygulanan kontrol grubunda, en dk ise 51.22 °C ile 0.8 μ m MF uygulanan soęutularak nakil stten elde edilen st tozunda belirlenmitir. Depolama sonundaki (180. gn) T_g deęerleri ise en yksek 0.5 μ m MF uygulanan soęutularak nakil stten elde edilen st tozunda (59.99 °C), en dk 0.8 μ m MF uygulanan yine soęutularak nakil stten elde edilen st tozunda (46.01 °C) grlmtir. Depolama sonunda tm rneklerin T_g deęerinde d belirlenmitir. Yaęsız st tozlarının T_g deęerini, zc ve plastikletirici grevi gren su miktarının etkiledięi bilinmektedir. MF yaęsız st tozlarının depolama sresince nem ierięi artmı ve beklendięi gibi retilen tm st tozlarının camsı gei sıcaklıęının da dtę tespit edilmitir.

Ozmen ve Langrish (2002) yaptıkları alımalarında, nem ierięi 1.65, 2.71, 4.39 ve 4.52 olan yaęsız st tozlarının T_g 'sini sırası ile 87.7 °C, 66.1 °C, 53.7 °C ve 46.7 °C olarak bulmulardır. Aratırmacılar, yaęsız st tozunun nem ierięi arttıka T_g deęerinin azaldıęını belirtmilerdir. Baka bir alımada yaęsız st tozunun protein seviyesini drmek iin farklı oranlarda st permeatı kullanan aratırmacılar, yaęsız st tozunun T_g 'sinin dtęn ve

Çizelge 4.25. Yağsız süt tozlarının DSC Termogramları¹

Gözenek boyutu	Çiğ Süt	Depolama (gün)	1. Endotermik			2. Endotermik	3. Endotermik
			Camsı geçiş sıcaklık aralığı (°C)			Maksimum pik (°C)	Maksimum pik (°C)
			Başlangıç	Orta nokta	Bitiş		
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	59.89±0.64	62.02±0.38	64.04±0.23	176.29±2.04	182.80±0.80
		180	56.44±0.04	58.28±0.33	60.34±0.37	162.34±0.32	179.63±0.57
	Sağımdan sonraki	0	54.92±0.01	57.42±0.08	59.61±0.34	160.38±0.41	180.92±1.13
		180	54.79±0.01	56.08±0.08	57.87±0.18	161.75±0.37	177.21±0.30
	Soğutulmamış il içi	0	56.11±1.15	58.09±0.81	59.76±0.52	162.36±0.37	179.02±0.64
		180	54.69±0.35	56.12±0.59	56.99±0.25	159.06±0.51	186.39±1.65
Soğutularak nakil	0	59.74±0.16	61.68±0.20	63.17±1.00	162.93±0.29	181.39±0.57	
	180	57.92±0.25	59.99±0.22	62.12±0.12	161.58±0.30	180.79±0.76	
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	53.43±1.29	56.26±0.69	58.89±0.15	161.44±0.59	179.74±0.93
		180	51.47±0.45	53.27±1.19	55.53±1.01	161.53±0.54	178.55±2.18
	Sağımdan sonraki	0	51.96±0.59	54.45±0.29	56.69±0.39	160.39±0.43	180.44±0.35
		180	49.34±1.20	51.52±0.43	53.22±0.03	156.98±4.65	184.66±0.08
	Soğutulmamış il içi	0	56.02±0.65	58.52±0.28	60.94±0.02	-	160.67±0.16
		180	50.47±1.30	52.50±0.94	54.53±0.57	-	162.72±5.88
Soğutularak nakil	0	49.20±0.10	51.22±0.13	53.03±0.05	160.11±0.50	177.27±0.57	
	180	42.48±0.81	46.01±0.44	49.27±0.09	157.13±0.25	177.82±0.62	

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. "-" pik tespit edilmemiştir.

daha düşük su aktivitesinde laktoz kristalleşmesinin indüklendiğini bulmuşlardır. Ayrıca, yağsız süt tozu örneğinin 0.000 ve 0.432 su aktivitesinde T_g değerini sırası ile 92.7 °C ve 16.7 °C olarak belirlemişler ve tüm örneklerin T_g değerlerinin nemdeki artışla kademeli ve neredeyse doğrusal bir düşüş gösterdiğini belirtmişlerdir (Shrestha ve ark., 2008).

Kritik su içeriğinin/su aktivitesinin, ürünün T_g 'sinin oda sıcaklığına eşit olduğu andaki değer olduğu bildirilmiştir. Tüm amorf ürünler yarı kararlı olduğu için depolama sırasında zamanla topaklaşmaya ve kristalleşmeye eğilimli olmaktadır. Amorf ürünlerin stabilitesi büyük ölçüde T_g tarafından belirlenmektedir ve bu da su aktivitesi veya nem ve sıcaklık gibi saklama koşullarına bağlı olmaktadır (Shrestha ve ark., 2008). Üretilen yağsız süt tozlarının T_g grafikleri 0.5 µm MF kullanılarak üretilenler için depolamanın başında ve sonunda olmak üzere Şekil 4.8 ve Şekil 4.9'da, 0.8 µm MF kullanılan örnekler için ise Şekil 4.10 ve Şekil 4.11'de verilmiştir.

Süt tozunda nem, yağ, protein, mineral madde ve laktik asit gibi bileşenler camsı geçiş sıcaklığı, su emilimi ve tozun kristalleşmesi dâhil olmak üzere fizikokimyasal davranışları önemli ölçüde etkilemektedir (Shrestha ve ark., 2007)

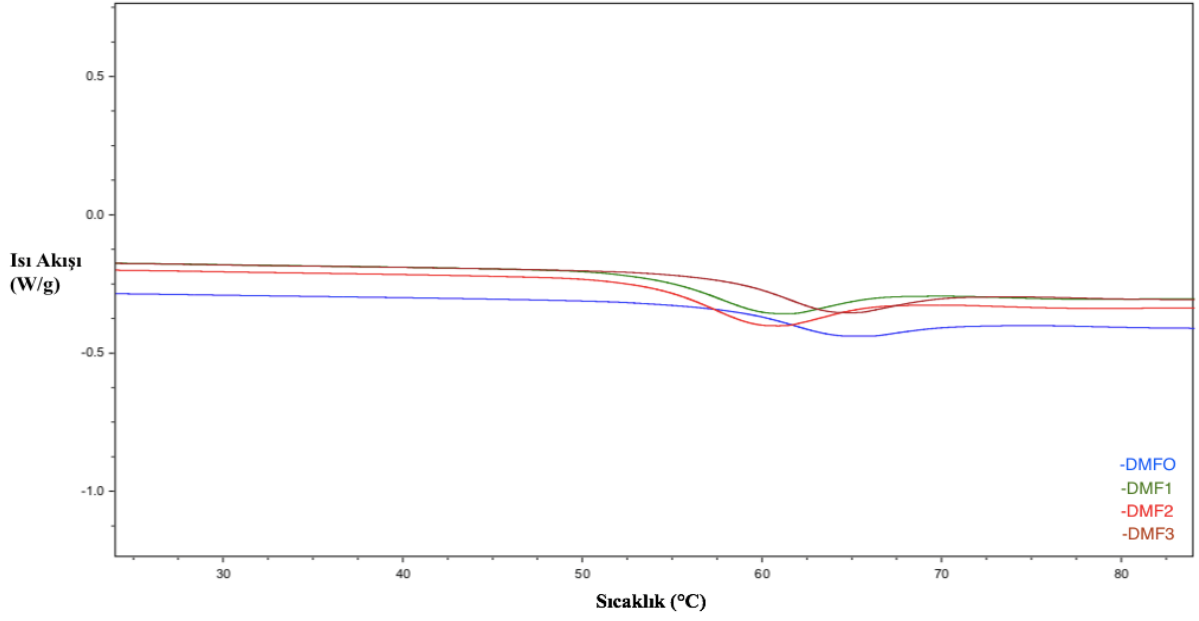
DSC verilerine göre soğutulmamış il içi sütünden 0.8 µm MF ile üretilen örnek hariç tüm süt tozlarında birincisi camsı geçiş sıcaklığı olmak üzere 3 endotermik faz geçişi görülmüştür. Faz geçiş sıcaklıklarının maksimum pik değerleri Çizelge 4.25'de verilmiştir. İkinci endotermik reaksiyon değerleri depolamanın başında ve sonundaki DSC diyagram sonuçlarına göre sırası ile 160.11-176.29 °C ve 156.98-162.34 °C arasında tespit edilmiştir. Bu endotermik pikin örnekten ayrılan suyun buharlaşması sonucu oluştuğu düşünülmektedir. Ayrıca kazeinin termal denatürasyonu da bu sıcaklıklarda gerçekleşebilmektedir. 0.8 µm MF ile soğutulmamış il içi sütten üretilen süt tozunda diğerlerinde belirlenen 2. faz geçişi görülmemiştir. Ancak aynı örneğin 3. endotermik faz geçişi diğer örneklerin 2. faz geçişi sıcaklığı ile benzer bir maksimum pik vermiştir. 2. ve 3. gerçekleşen reaksiyonun faz geçişinin aynı sıcaklık aralığında üst üste gelmiş olabileceği düşünülmektedir. Şekil 4.15'deki grafikte iki pikin üst üste geldiği daha açık görülmektedir. Ostrowska-Ligeza ve ark. (2012) yağsız süt tozunda 155.52 °C de gözlemledikleri endotermik pikin su buharlaşması olduğunu belirtmişlerdir. Gombas ve ark. (2002), hem amorf hem de kristal laktozun faz geçişlerinin sıcaklıklarını inceledikleri çalışmalarında, DSC diyagramında 144 °C'de su kaybını temsil eden endotermik bir tepe noktasına sahip olduğunu bulmuşlardır. Bu literatür verilerine göre bu mevcut çalışmadaki suyun buharlaşma sıcaklığının daha yüksek olduğu belirlenmiştir ve bu sonucun süt tozunun karmaşık bileşenlerinin etkisinden kaynaklı olabileceği tahmin edilmektedir.

3. endotermik reaksiyonun ise laktozun erimeye başlamasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Kristal haldeki laktozdan hidrat suyunun uzaklaşması ile erimeye başladığı tahmin edilmektedir. Süt tozlarının depolamanın başında ve sonundaki DSC diyagram sonuçlarına göre 3. endotermik reaksiyon sıcaklıkları sırası ile 160.67-182.80 °C ve 162.72-186.39 °C arasında belirlenmiştir. Ostrowska-Liğeza ve ark. (2012) da yağsız süt tozlarında 155.52 °C (su buharlaşması) ve 183.13 °C (laktoz erimesinin başlangıcı) sıcaklıklarında yer alan iki ayrı endotermik pik belirlemişlerdir. Gombas ve ark. (2002) α ve β -laktozun erime sıcaklığını 213 °C ve 224 °C olarak bildirmişlerdir. Ayrıca saf laktozun erime sıcaklığının daha yüksek ve şekerin durumuna bağlı olduğu sonucuna varmışlardır. Mevcut çalışmada laktozun erime sıcaklığı daha düşük belirlenmiş olup, bu durumun süt tozunun bileşiminden kaynaklı olduğu tahmin edilmektedir.

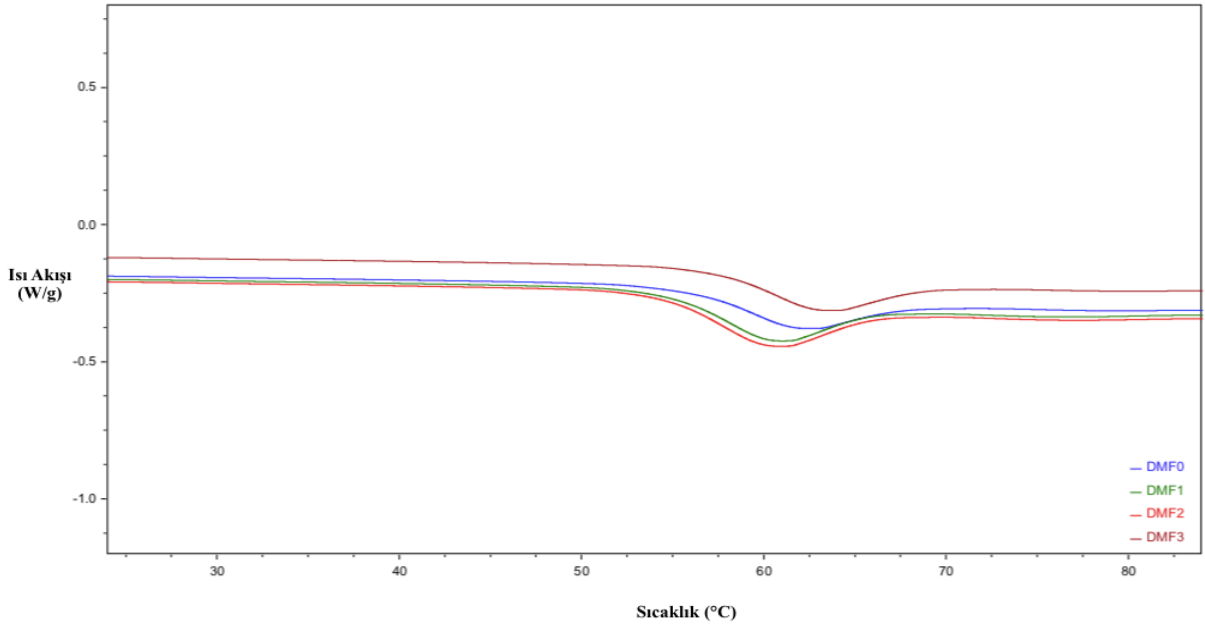
Süt tozunun yağ ve laktoz içeriği termal özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir (Rahman ve ark., 2012). Ancak süt çok bileşenli bir karışım olduğu için termal davranışını belirli bileşenlere dayandırmak zor olacaktır çünkü karmaşık bileşenler kadar birbiri ile etkileşime girenlerin de göz önünde bulundurulması gerekmektedir (Lapčık ve ark., 2015).

Yığın depolamada ve kapalı paketlerde amorf laktozun kristalizasyonu, aynı zamanda su aktivitesinde bir artışa, oksidasyon ve kahverengileşme reaksiyonları gibi çoğu bozucu değişikliğin hızlanmasına neden olmaktadır (Roos, 2002). Camsı amorf durumdaki gıdalar yarı kararlı durumda bulunur ve aylar hatta yıllar boyunca uzun süre stabil kalabilmektedir. Ancak kauçuksu duruma geçtikten sonra, zamana bağlı kalite kaybı süreçleri hızla artar ve raf ömrü haftalara, günlere ve hatta saatlere düşebilmektedir (Carter ve Schmidt, 2012).

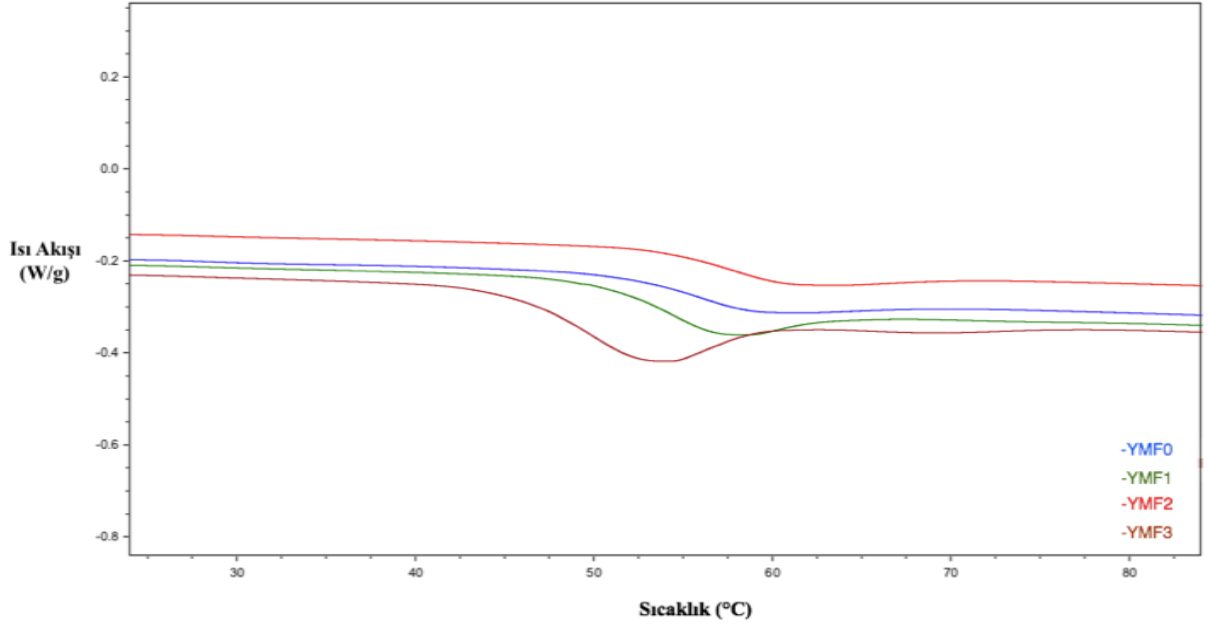
Örneklerin DSC diyagramının tamamı, gözenek boyutu ve depolamaya göre gruplandırılarak Şekil 8-Şekil 15'te verilmiştir. Üretilen MF yağsız süt tozlarının bazılarında belirtilen üç endotermik reaksiyondan başka ekzotermik reaksiyonlar da gerçekleştiği belirlenmiştir. Depolamanın başında yapılan analiz sonucunda 0.5 μ m MF kullanılarak sağımdan sonraki süttten üretilen (160.09 °C), 0.5 μ m MF ile soğutulmamış il içi süttten üretilen (158.32 °C) ve 0.8 μ m MF ile soğutulmamış il içi süttten üretilen (156.02 °C) MF yağsız süt tozu örneklerinde ekzotermik reaksiyonlar görülmüştür. Depolamanın sonunda ise 0.8 μ m MF ile sağımdan sonraki süttten üretilen (160.41 °C), soğutulmamış il içi süttten (160.27 °C) ve soğütularak nakil süttten üretilen (157.52 °C) tozlarda görülen ekzotermik reaksiyonların laktoz kristalleşmesine ait bir pik olabileceği düşünülmektedir. Lapčık ve ark. (2015) yaklaşık 170 °C'deki ilk ekzotermik pikin laktoz kristalleşmesine, 220 °C sıcaklıkta gerçekleşen ikinci büyük pikin ise proteinler ve laktoz arasındaki enzimatik olmayan esmerleşme olan Maillard reaksiyonuna ait olduğunu belirtmişlerdir. Jouppila ve Roos (1994)



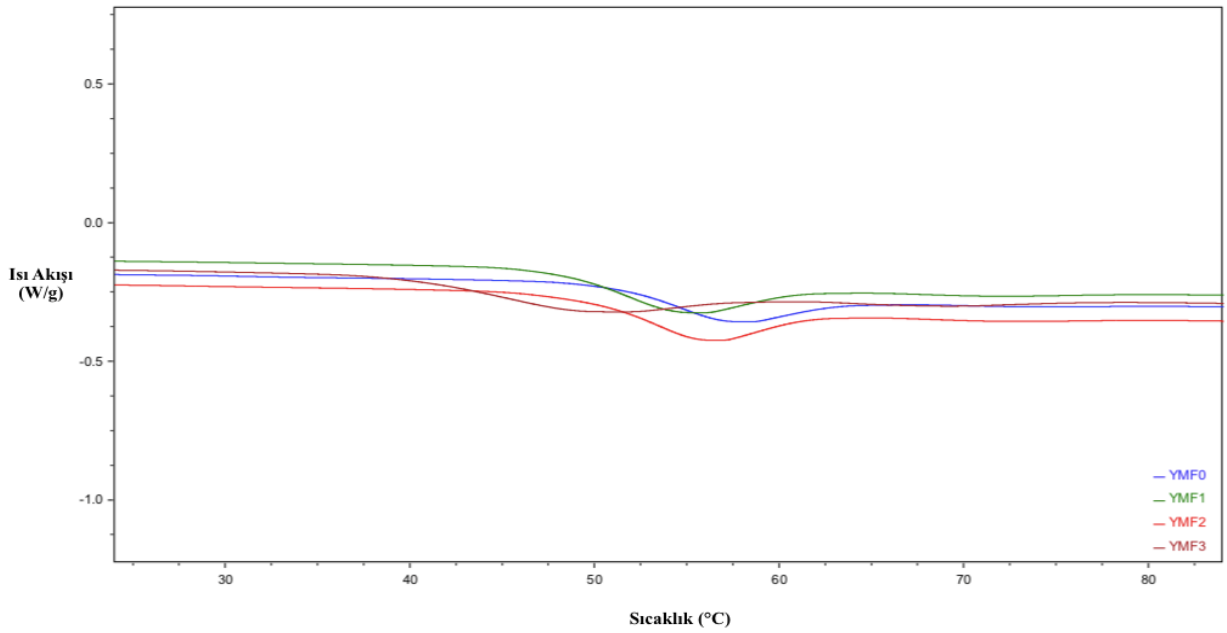
Şekil 4.8. 0.5 μm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın ilk günündeki camsı geçiş sıcaklığını gösteren DSC grafikleri ((DMFO) kontrol süt tozu (0.5 μm MF yok); (DMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (DMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (DMF3) soğutulularak nakil süttten üretilen süt tozu)



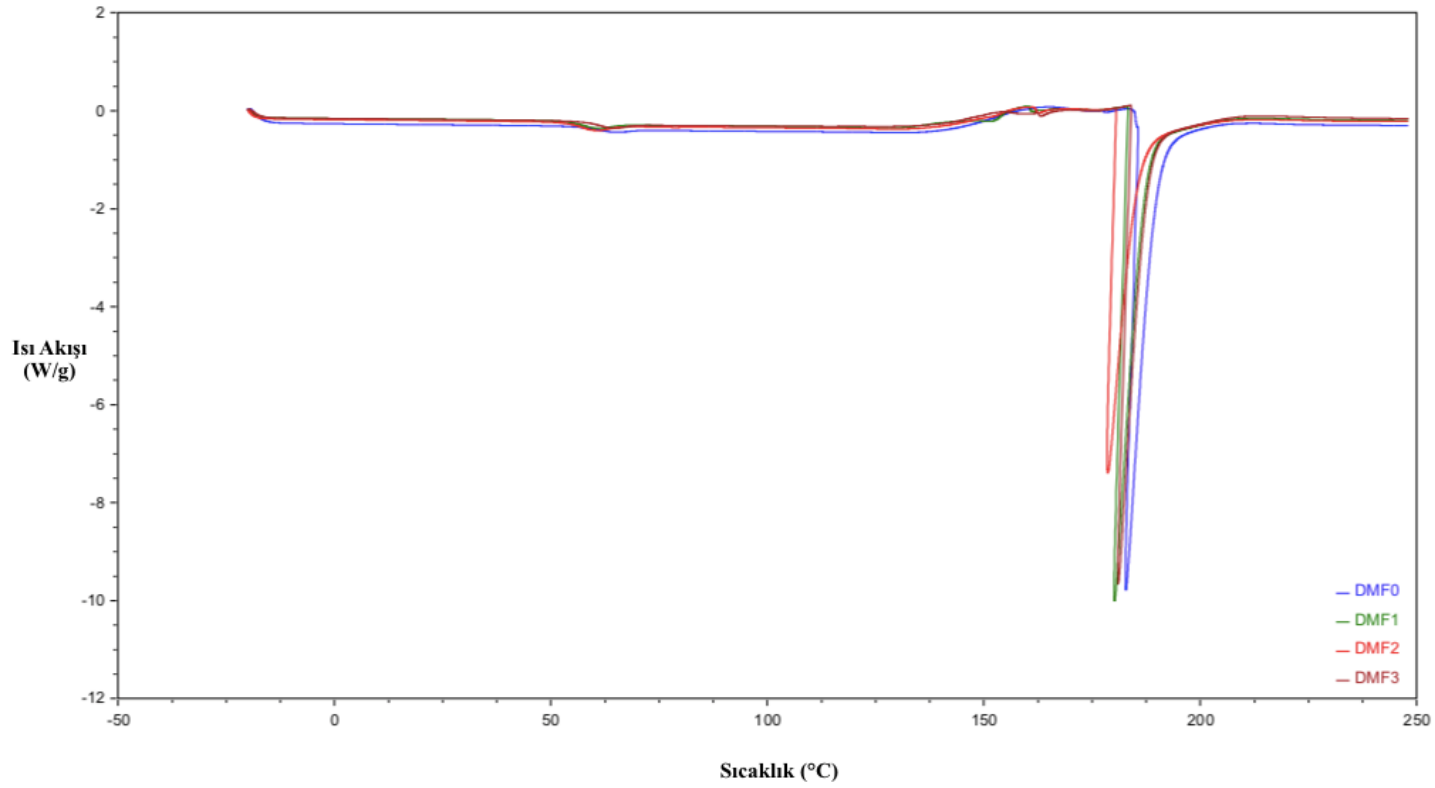
Şekil 4.9. 0.5 μm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 180. günündeki camsı geçiş sıcaklığını gösteren DSC grafikleri ((DMFO) kontrol süt tozu (0.5 μm MF yok); (DMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (DMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (DMF3) soğutulularak nakil süttten üretilen süt tozu)



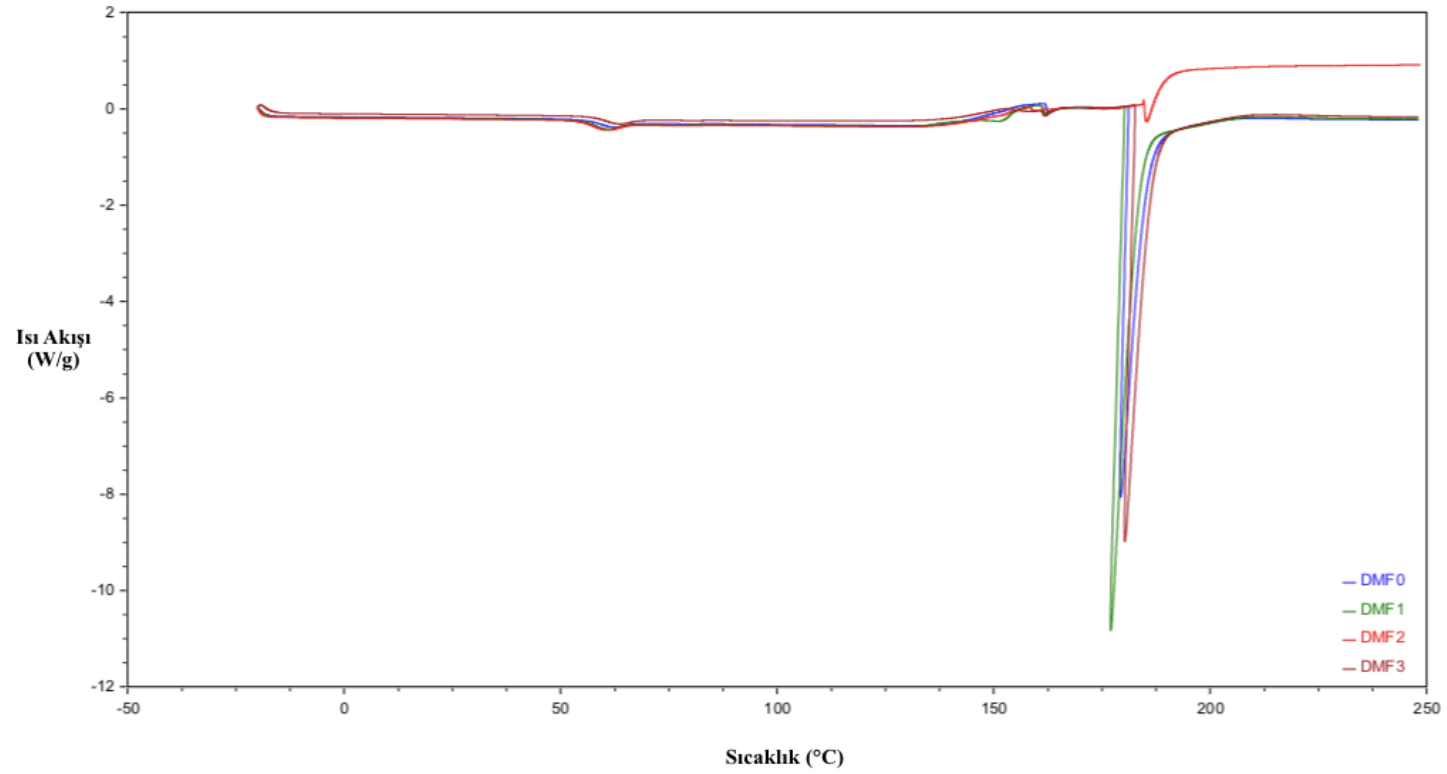
Şekil 4.10. 0.8 μm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın ilk günündeki camsı geçiş sıcaklığını gösteren DSC grafikleri ((YMF0) kontrol süt tozu (0.8 μm MF yok); (YMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (YMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (YMF3) soğutulularak nakil süttten üretilen süt tozu)



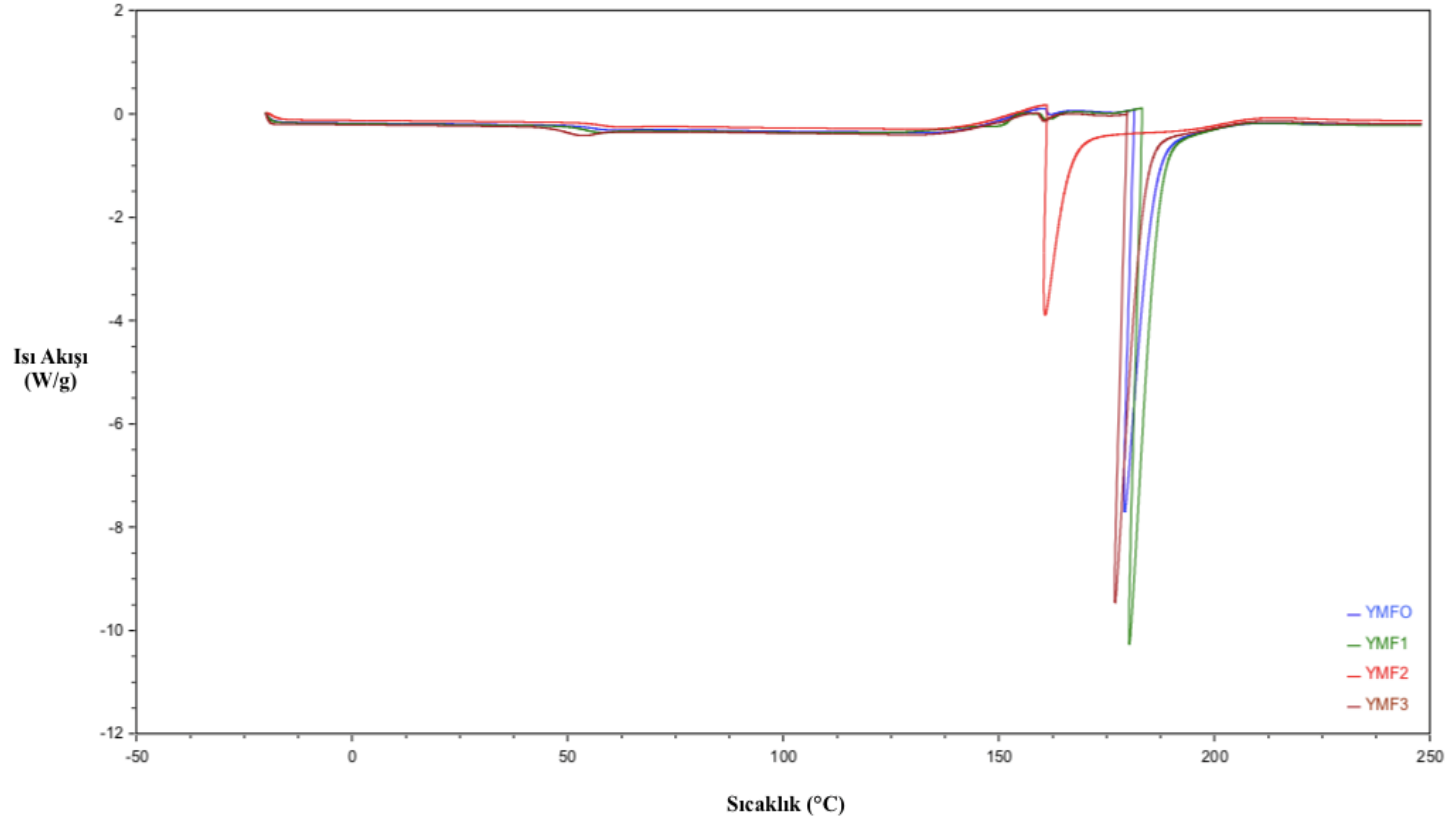
Şekil 4.11. 0.8 μm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 180. günündeki camsı geçiş sıcaklığını gösteren DSC grafikleri ((YMF0) kontrol süt tozu (0.8 μm MF yok); (YMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (YMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (YMF3) soğutulularak nakil süttten üretilen süt tozu)



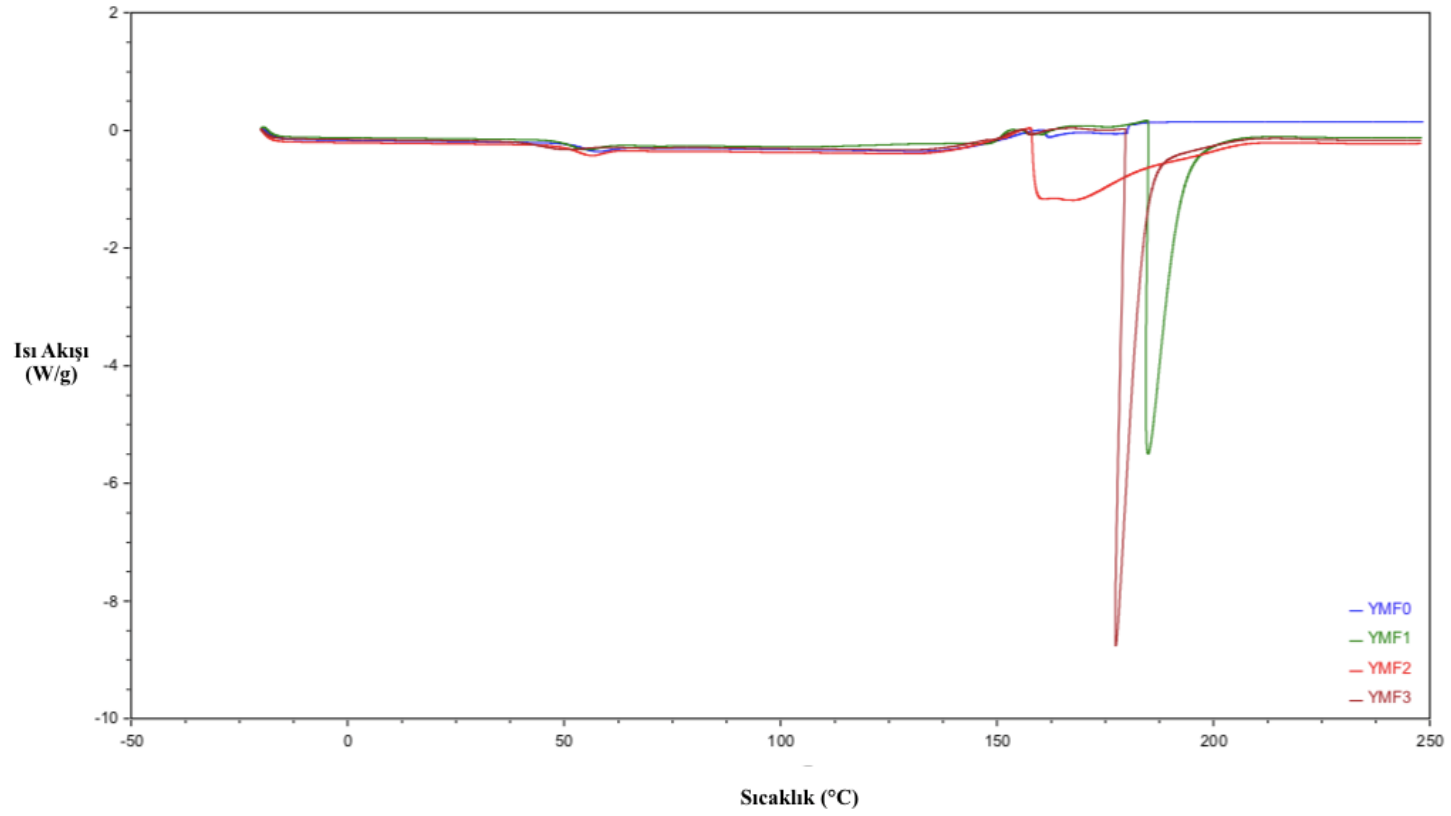
Şekil 4.12. 0.5 µm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın başlangıcındaki DSC grafikleri ((DMF0) kontrol süt tozu (0.5 µm MF yok); (DMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (DMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (DMF3) soğutularak nakil süttten üretilen süt tozu)



Şekil 4.13. 0.5 µm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 180. günündeki DSC grafikleri ((DMF0) kontrol süt tozu (0.5 µm MF yok); (DMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (DMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (DMF3) soğutularak nakil süttten üretilen süt tozu)



Şekil 4.14. 0.8 µm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın başlangıcındaki DSC grafikleri ((YMFO) kontrol süt tozu (0.8 µm MF yok); (YMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (YMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (YMF3) soğutularak nakil süttten üretilen süt tozu)



Şekil 4.15. 0.8 µm MF sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 180. günündeki camsı geçiş sıcaklığını gösteren DSC grafikleri ((YMF0) kontrol süt tozu (0.8 µm MF yok); (YMF1) sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozu; (YMF2) soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozu; (YMF3) soğutulularak nakil süttten üretilen süt tozu)

laktoz kristalleşmesinin süt proteinlerinin varlığından etkilendiğini gözlemlemişlerdir. Başka bir çalışmada, püskürtülerek kurutulmuş laktoz/protein karışımlarında, laktoz kristalleşmesinin proteinlerin varlığıyla geciktiğini göstermişlerdir (Haque ve Roos, 2004). Bu çalışmada ikinci bir ekzotermik reaksiyon piki görülmemiştir. Ancak 150-185 °C arasında Maillard reaksiyonuna ait bir ekzotermik reaksiyon olabileceği, ancak bu diğer faz geçişlerinin sıcaklık aralığı ile üst üste gelmesi nedeniyle görülmemiş olabileceği tahmin edilmektedir.

Tek veya iki bileşenli sistemler test edildiğinde her geçişin moleküler bir değişikliğe bağlanması daha kolay olabilirken, süt tozu gibi çok bileşenli bir matrisin açıklanması bileşenler arasındaki etkileşimler ve/veya faz geçişlerinin üst üste binmesi nedeniyle daha karmaşık olmaktadır (Pugliese ve ark., 2016).

4.6. Yağsız Süt Tozlarının SEM Görüntülerine Ait Sonuçlar ve Tartışma

Süt tozunun yüzeyini karakterize etmenin klasik bir yolu taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanmaktır. Süt tozlarının mikroyapılarının belirlenmesinde 500-8000x büyütme oranları ile elde edilen SEM görüntüleri kullanılmıştır (Şekil 4.16-Şekil 4.19).

Püskürtmeli kurutma, süt tozu üretimi için en önemli işlemlerden biridir. Bu işlem sırasında, sıvı halde bulunan süt damlacıkları, farklı toz yüzeyleri oluşturan katı parçacıklara dönüşmektedir (Kim ve ark., 2003). Elde edilen tozlarının yüzey bileşimleri; yapışkanlık, ıslanabilirlik, akışkanlık, oksidatif stabilite, parçacık boyutu dağılımı ve yığın yoğunluğu gibi fonksiyonel ve teknolojik özelliklerini etkilemektedir. Bunlar da tozların depolama, işleme ve taşıma yeteneklerini belirleyen temel işlevsel özellikleri oluşturmaktadır (Nijdam ve Langrish 2006; Kim ve ark., 2009a).

0.5 µm MF kullanılan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının ve kontrol süttozunun depolamanın başındaki farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri Şekil 4.16'da verilmiştir. Bu görüntülere göre, partiküllerin yüzeylerinde genellikle hafif kırışıklıklar olmasına rağmen, kırışık olmayan düzgün partiküller de belirlenmiştir. Kontrol örneğinde 8000x büyütme oranında da görüldüğü gibi birleşmiş süt tozu partikülleri tespit edilmiştir. Soğutulmamış il içi süttten ve sağımdan sonraki süttten üretilen tozlarda kontrol örneğine benzer görüntüler elde edilmiştir. Soğutularak nakil süttten üretilen süt tozlarında ise diğer örneklere göre daha homojen ve buruşuk parçacıklar görüntülenmiştir. Murrieta-Pazos ve ark. (2013) yağsız süt tozları için, esas olarak bir laktoz-protein matrisinin ve daha az yüzey yağının varlığından dolayı daha sert ve buruşuk bir yüzey gözlemleyen araştırmacılar, ayrıca karakteristik bir görüntü olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmadaki toz partiküllerinin yüzey morfolojisi

görüntülerinin Murrieta-Pazos ve ark. (2011) ve Gaiani ve ark. (2006) çalışmalarındaki yağsız süt tozlarının ve Fyfe ve ark. (2011) çalışmalarındaki ticari ölçekli bir püskürtmeli kurutucu ile üretilen yağsız süt tozu parçacıklarının SEM mikrografları ile benzer olduğu görülmüştür.

0.8 µm MF kullanılan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının ve kontrol süt tozunun depolamanın ilk gününde yapılan, toz morfolojilerini gösteren SEM görüntüleri Şekil 4.17'de verilmiştir. 0.5 µm MF kullanılan yağsız süt tozlarına benzer morfolojide olduğu, ancak daha heterojen parçacıklar görülmektedir. Ayrıca 0.5 µm MF kullanılan grubun süt tozları, 0.8 µm MF kullanılan grubun süt tozlarına göre daha fazla kırışık parçacık görüntüleri vermiştir.

Murrieta-Pazos ve ark. (2011), yağsız süt tozu partiküllerinin yüzey yapılarının bazı derin ve sığ kıvrımlara sahip "beyin tipi" bir yüzeye karakterize etmişlerdir. Şekil 4.17'de de siyah oklarla gösterildiği gibi tüm tozlarda beyin tipi yüzey görüntüsü mevcuttur. Ancak kontrol ve soğutulmuş nakil süten elde edilen MF yağsız süt tozunda daha belirgin görülmektedir.

Kurutulmuş sütlerin mikroyapısal özellikleri bir dizi faktöre bağlı olmaktadır. Bunlar; kurutma yöntemi, kurutma koşulları (sıcaklık, atomizasyon tipi ve hızı gibi) ve konsantre maddelerin bileşimi gibi faktörlerdir (Caric ve Kalab, 1987; Mistry ve ark., 1992).

Farklı laktoz ve protein içeriklerine sahip süt tozlarının SEM çalışmalarında, laktoz yönünden zenginleştirilmiş tozların buruşuk bir yüzey yapısında olduğu, yüksek protein tozlarının ise çukurlu, pürüzsüz bir yüzeyde olduğu gösterilmiştir (Mistry ve ark., 1992). Aynı çalışma sonuçlarına göre kurutulmuş ultrafiltre/diyafiltre yağsız süt tozu partiküllerinin, kırışıklık olmadan pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu ve bu tozların %3.1-19.9 laktoz ve %66-81.5 protein içerdiği belirtilmiştir.

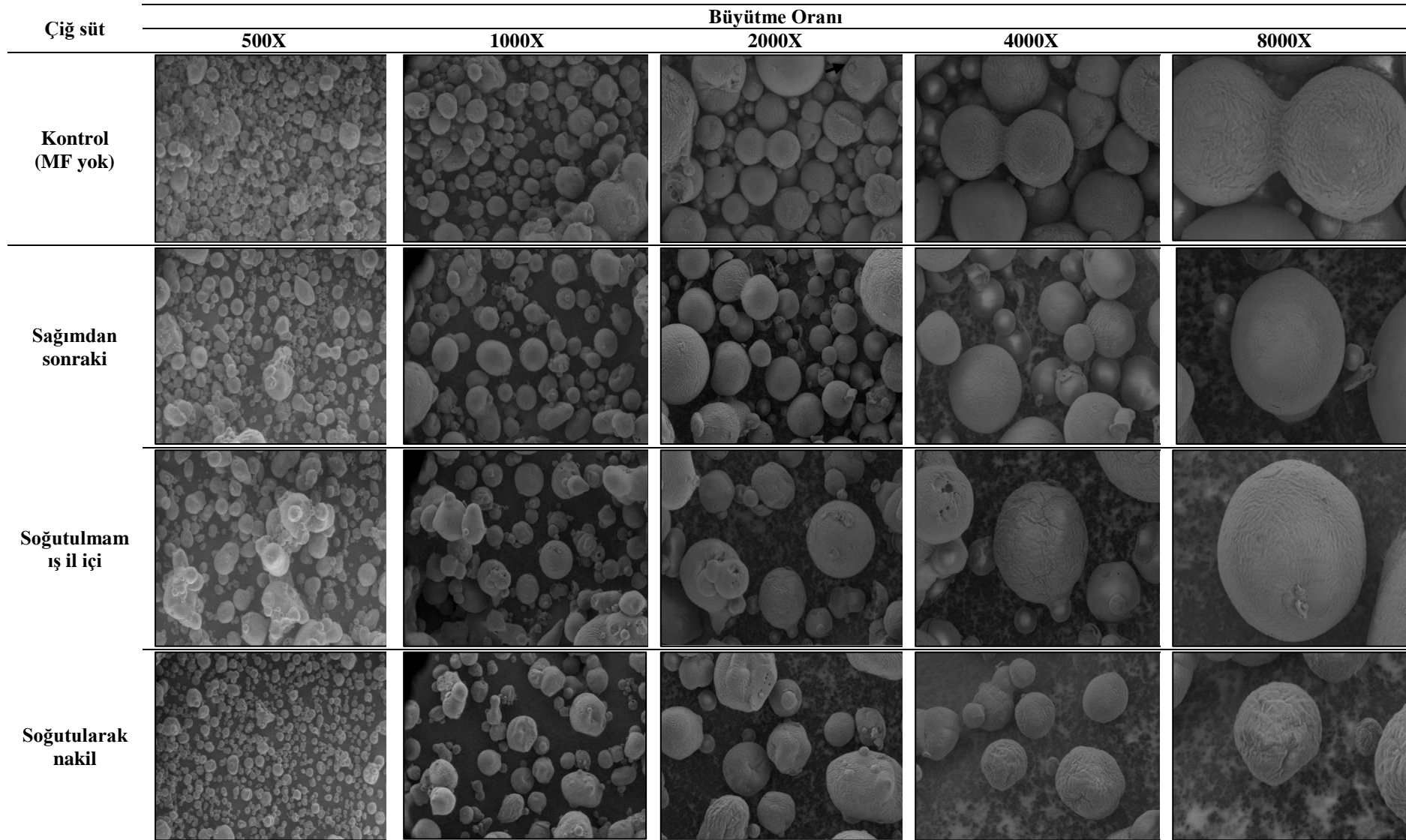
0.5 µm MF kullanılan gruptaki yağsız süt tozlarının 180. gün depolamasındaki SEM görüntülerinde parçalanmış ve kırık gibi görünen partiküller belirlenmiştir. Aynı görüntüler 0.8 µm MF grubundaki tozların 180. gün depolanmasında da görülmektedir. Ancak 0.5 µm MF grubundaki tozlarda daha yoğun olduğu belirlenmiştir. Nijdam ve Langrish (2006), süt tozlarının taramalı elektron mikrograflarında çok sayıda parçalanmış parçacık olduğu ve, parçacıkların içinin boş olduğunu göstermiştir. Bunu da, yüzeyde bir kabuk oluştuktan hemen sonra partikül içinde bir buhar kabarcığının (bir koful) oluştuğunu, partikülün sıcaklığı kısmi ortam kaynama noktasının üzerine çıktığında ve koful içindeki buhar basıncının kısmi ortam basıncını aştığında şiştiği şeklinde açıklamışlardır. Ayrıca yüksek kurutma sıcaklığında, nemin oldukça hızlı bir şekilde buharlaşması ile partikülün en üst kısmının (kabuk) kuruyarak sert hale geldiğini, daha sonra bu partikülün düşük sıcaklıkdaki bölgelere (kurutucuda) taşınırken buhar yoğunlaşmasından dolayı sönmeyen partikülün içinin boş olduğunu belirtmişlerdir. Kurutma sıcaklığı daha düşük olduğunda ise partikül kabuğu daha uzun süre nemli ve esnek kaldığından,

içi boş partikülün soğudukça sönüp buruşabileceğini bildirmişlerdir (Nijdam ve Langrish, 2006). Bu bilgiler, Şekil 4.18'de beyaz oklar ile gösterilen parçalanmış partikül görüntülerini açıklamaktadır. Özellikle 180. gün depolamadaki 0.5 µm MF uygulanan süt tozlarında parçalanmış ve içi boş partiküller açıkça görülmektedir. Depolamanın ilk gününde de az da olsa partikül parçaları vardır, ancak depolamanın sonundaki görüntüler de daha yoğun olduğu tespit edilmiştir.

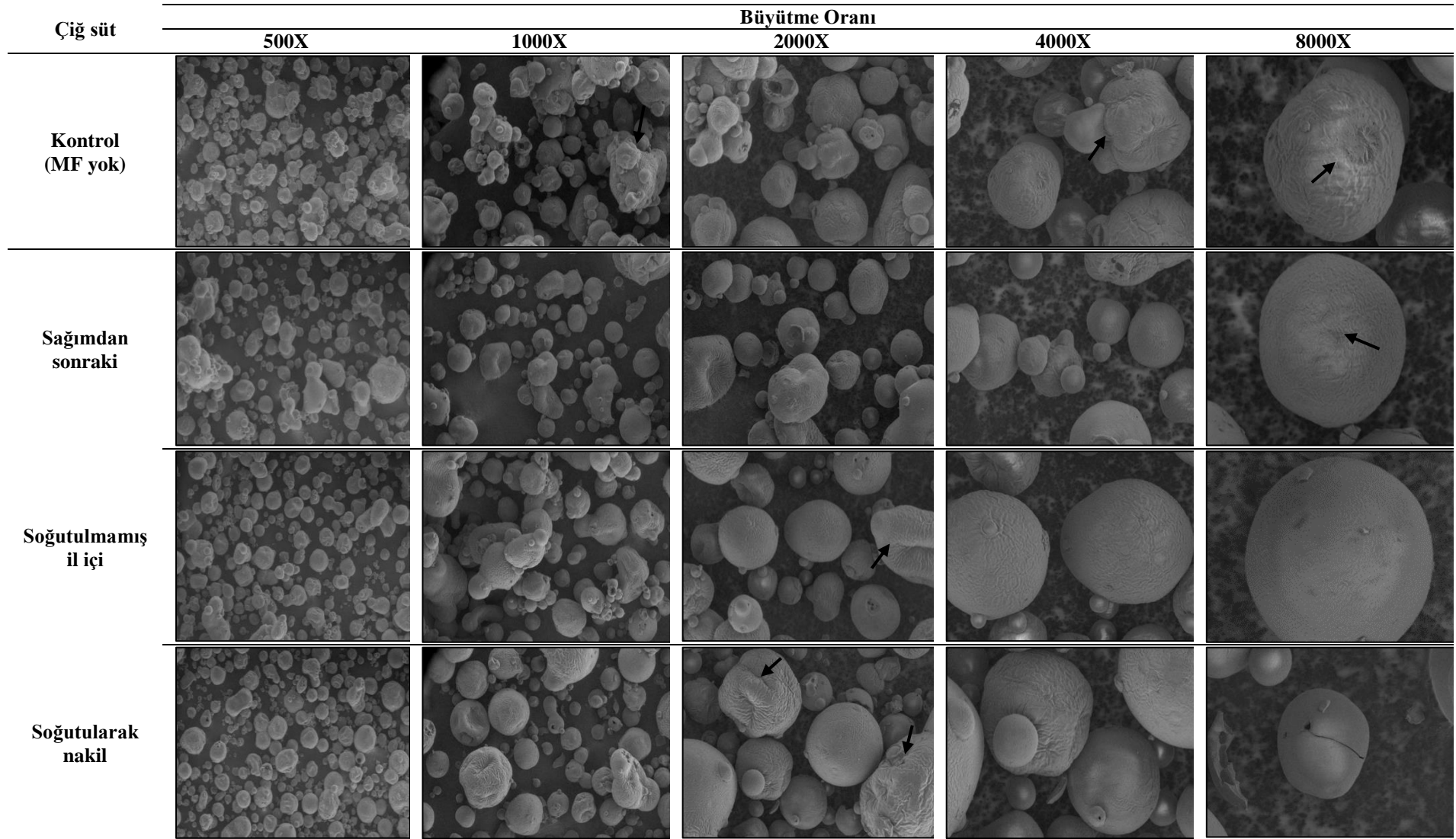
Şekil 4.19'da ise 0.8 gözenek çapı kullanılarak mikrofiltre edilen sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının ve kontrol süttozlarının depolamanın 180. gününde yapılan SEM görüntüleri verilmiştir. En kırışık ve buruşuk görüntüler bu grupta belirlenmiştir.

Depolamanın başında da kırışık partiküllerin varlığı gözlemlenmekle birlikte, depolama sonunda kırışıklığın daha da artmış olduğu görülmektedir. Özellikle kontrol süt tozu partikülleri depolamanın son gününde daha buruşuk bir yüzey yapısında görünmektedir. Kim ve ark. (2009b) depolamanın tozun yüzey kompozisyonunu etkileyebileceğini belirtmişlerdir. Bu bilgiler doğrultusunda 180. gün depolamadaki toz morfolojisindeki değişikliklerin nedeni uzun süre depolama ile birlikte, tozun yüzey bileşiminin değişmiş olmasından kaynaklanıyor olabileceği düşünülmektedir.

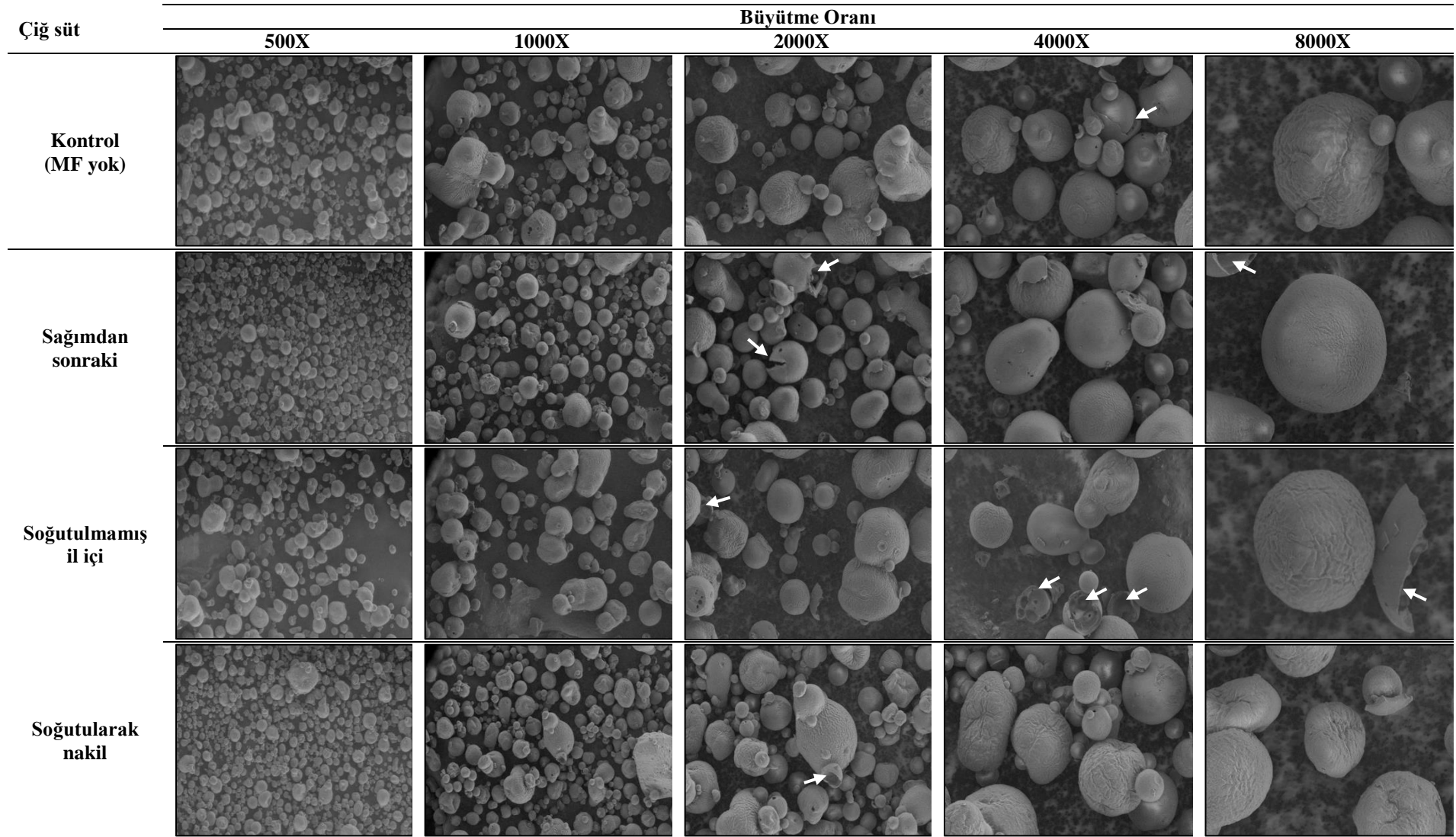
Kim ve ark. (2003) süt tozlarının yüzey bileşiminin, çok düşük yağ içeriğinde bile büyük ölçüde serbest yağ ile kaplı olduğunu ve bu serbest yağın toz yüzeyinde biriktiği belirtmişlerdir. Süt tozlarının yüzeyinde bulunan serbest yağın SEM mikrograflarında ise şekli ya düzensiz parçalar ve havuzlar ya da bir katman halinde görüldüğünü tesbit etmişlerdir. Püskürterek kurutulmuş yağsız süt tozunun yüzey bileşimini inceleyen araştırmacılar; yağsız süt tozunun kütle bileşimi %58 laktoz, %41 protein ve %1 yağ iken, yüzeyin %36 laktoz, %46 protein ve %18 yağ ile kaplandığını göstermişlerdir (Kim ve ark., 2002; Kim ve ark., 2003). Nijdam ve Langrish (2006), yağ ve laktozun süt tozu parçacıklarının yapışkanlığı üzerinde güçlü bir etkiye sahip olduğunu, ayrıca partiküller arasındaki yapışkanlığın, yağ içeriğinin %0'dan %5'e çıktığında yüzey yağ bileşiminin %0'dan %35'e çıkması ile değişebileceğini bildirmişlerdir. Bu bilgiler doğrultusunda, bu çalışmadaki mikrofiltre süt tozlarının, SEM görüntülerinde az da olsa görülen birleşmiş partiküllerin, partikül yüzeyinde bulunan yağ ve laktozdan kaynaklı bir birleşme olabileceği düşünülmektedir.



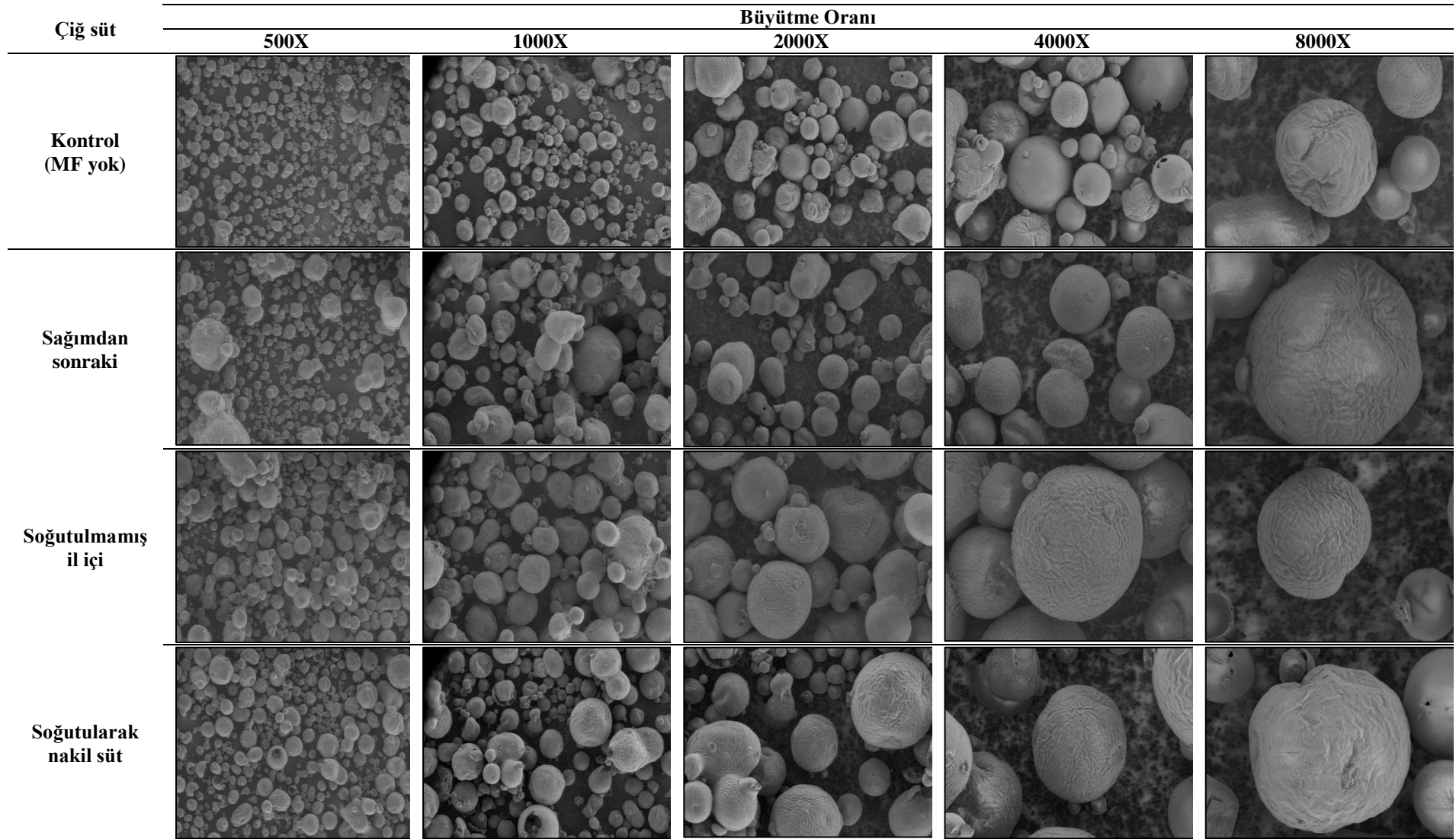
Şekil 4.16. 0.5 µm MF uygulanan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 0. günündeki, farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri



Şekil 4.17. 0.8 µm MF uygulanan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 0. günündeki, farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri



Şekil 4.18. 0.5 µm MF uygulanan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 180. günündeki farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri



Şekil 4.19. 0.8 µm MF uygulanan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının depolamanın 180. günündeki farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri

4.7. Yağsız Süt Tozlarının Rekonstitüe Sütlerinin Tekstürel Özelliklerine Ait Sonuçlar ve Tartışma

Yağsız süt tozlarının tekstürel özelliklerini belirlemek için 10 g süt tozunun oda sıcaklığındaki 100 ml suda rekonstitüe edildikten sonra analizi gerçekleştirilmiştir. Rekonstitüe sütlerin sertlik, kıvam, yapışkanlık ve viskozite indeksi değerleri tespit edilmiştir. Üretilen yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin depolama süresince tekstürel özelliklerinde meydana gelen değişim Çizelge 4.26 ve Çizelge 4.27’de verilmiştir. Rekonstitüe süt örneklerinde MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin tekstürel özellikleri üzerindeki etkisini belirlemek amacıyla yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.28’de, Tukey HSD testi sonuçları ise Çizelge 4.29’da verilmiştir.

Yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin depolama periyodu sertlik değerlerinin 12.99-16.13 g aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Süt tozlarının depolama periyodunda rekonstitüe sütlerinin en düşük sertlik değeri 0.8 µm MF ile sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozunun 30. gün depolamasındaki rekonstitüe sütünde belirlenirken, en yüksek değer 0.5 µm MF ile soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozunun 90. gün depolamasındaki rekonstitüe sütünde olduğu belirlenmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutu ve çiğ süt çeşidi rekonstitüe sütlerin sertlik değerlerine etkisi istatistiki açıdan önemsiz bulunurken ($p>0.05$), depolama süresi önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre farklı MF gözenek çapı kullanımının ve çiğ süt farkının sütlerin sertlik değerine önemli bir etkisi olmadığı tespit edilmiştir. En düşük sertlik değeri 30. gün depolamada belirlenirken (13.57 g), en yüksek sertlik değeri ise depolamanın sonunda (14.26 g) bulunmuştur.

Depolama boyunca yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin kıvam değerlerinin 175.47-257.69 g arasında değiştiği tespit edilmiştir. Depolama süresince süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin en düşük kıvam değeri 0.8 µm MF kullanılan grubun kontrol süt tozunun 90. gün depolamasındaki rekonstitüe sütünde belirlenirken, en yüksek değer 0.5 µm MF ile soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozunun 120. gün depolamasındaki rekonstitüe sütünde olduğu belirlenmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre gözenek boyutu ($p<0.05$), çiğ süt ($p<0.01$) ve depolama süresi ($p<0.05$) rekonstitüe sütlerin kıvam değerlerine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur. 0.8 µm kullanılarak üretilen süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin kıvam değerleri (222.49 g.s), 0.5 µm kullanılanlara (207.75 g.s) kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Çiğ süt çeşidi rekonstitüe sütlerin kıvam değerlerini önemli düzeyde etkilemiş olup, kontrol grubunun rekonstitüe sütü en düşük (190.56 g) kıvam değeri ile diğer

Çizelge 4.26. 0.5 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin tekstürel özelliklerine ait analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Sertlik (g)	Kıvam (g.s)	Yapışkanlık (g)	Viskozite indeksi (g.s)
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	13.95±0.33	180.60±5.50	-7.57±0.19	16.01±0.25
		30	13.75±0.16	180.76±3.14	-7.87±0.14	15.84±0.07
		60	14.33±0.87	177.82±1.81	-7.70±0.05	15.80±0.33
		90	13.43±0.46	180.91±5.81	-7.91±0.03	15.98±0.05
		120	13.91±0.16	180.19±4.46	-8.05±0.33	16.09±0.42
		180	13.74±0.30	178.86±3.77	-7.66±0.11	16.09±0.33
	Sağımдан sonraki	0	14.02±0.11	213.13±52.64	-7.82±0.22	7.26±11.83
		30	13.68±0.81	213.76±46.77	-7.82±0.11	7.56±12.23
		60	13.95±0.22	212.00±49.83	-7.70±0.05	7.38±12.45
		90	13.56±0.65	205.32±30.63	-8.20±0.11	7.27±12.02
		120	14.42±0.14	246.77±3.85	-7.95±0.24	-1.29±0.01
		180	14.33±0.43	255.44±1.51	-8.12±0.33	-1.39±0.03
	Soğutulmamış il içi	0	14.08±0.19	177.44±2.77	-7.61±0.14	15.87±0.20
		30	13.39±0.62	212.81±48.14	-7.80±0.24	7.39±11.94
		60	13.91±1.14	225.80±45.33	-7.62±0.05	-1.13±0.08
		90	16.13±2.76	212.57±14.70	-7.89±0.11	-1.23±0.16
		120	14.19±0.14	257.69±1.22	-7.91±0.19	-1.21±0.08
		180	13.83±0.27	215.42±48.67	-7.97±0.43	7.34±12.22
Soğutularak nakil	0	14.04±0.35	180.49±6.26	-7.68±0.03	11.44±6.10	
	30	13.79±1.08	220.35±57.53	-7.55±0.05	7.58±12.07	
	60	14.21±0.60	217.80±54.76	-7.74±0.11	7.38±11.92	
	90	13.72±0.65	213.72±47.43	-7.82±0.00	7.53±12.19	
	120	13.79±0.22	210.19±48.85	-7.93±0.16	7.35±11.92	
	180	14.79±1.08	216.06±57.35	-7.62±0.05	7.27±11.88	

¹Sonuçlar iki tekrerrün ortalamasıdır.

Çizelge 4.27. 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin tekstürel özelliklerine ait analiz sonuçları¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Sertlik (g)	Kıvam (g.s)	Yapışkanlık (g)	Viskozite indeksi (g.s)
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	14.08±0.08	194.53±26.18	-7.62±0.05	12.24±6.25
		30	13.81±0.19	191.44±8.77	-7.85±0.05	2.92±6.03
		60	14.02±0.22	216.89±32.80	-7.59±0.11	-1.13±0.11
		90	13.45±0.38	175.47±1.21	-7.62±0.05	15.92±0.20
		120	13.54±0.30	175.53±1.01	-7.62±0.05	15.82±0.16
		180	14.39±0.19	253.64±5.07	-7.68±0.08	-1.04±0.04
	Sağımdan sonraki	0	13.39±0.19	211.80±15.06	-7.80±0.03	-1.47±0.07
		30	12.99±0.16	208.90±0.03	-8.43±0.22	-1.26±0.02
		60	14.31±0.19	234.14±16.83	-7.84±0.24	-1.13±0.19
		90	14.20±0.03	194.52±24.66	-7.74±0.00	11.48±6.02
		120	13.79±0.43	250.47±1.48	-7.89±0.00	-1.35±0.30
		180	14.42±0.41	253.20±5.80	-7.95±0.35	-1.20±0.08
	Soğutulmamış il içi	0	13.64±0.22	249.01±1.21	-7.89±0.11	-1.29±0.13
		30	13.64±0.00	204.52±0.00	-7.43±0.00	-1.13±0.00
		60	13.98±0.05	250.66±0.48	-7.89±0.11	-1.11±0.03
		90	13.75±0.16	196.17±25.05	-7.84±0.24	11.68±6.05
		120	13.77±0.35	250.25±2.01	-7.83±0.14	-1.04±0.19
		180	14.56±0.11	250.25±5.85	-7.82±0.00	-1.10±0.06
	Soğutularak nakil	0	13.45±0.16	248.61±0.05	-7.66±0.00	-1.14±0.03
		30	13.49±0.11	210.78±4.67	-7.95±0.03	-1.22±0.00
		60	13.91±0.60	215.35±13.73	-7.72±0.19	-1.17±0.04
		90	14.18±0.65	224.72±37.78	-7.66±0.11	-1.17±0.07
		120	14.39±0.08	227.09±42.29	-7.64±0.14	-1.12±0.14
		180	14.02±0.32	251.81±4.38	-7.70±0.05	-1.16±0.10

¹Sonuçlar iki tekrerrün ortalamasıdır.

Çizelge 4.28. Rekonstitüe sütlerin tekstürel özelliklerine ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	Sertlik		Kıvam		Yapışkanlık		Viskozite indeksi	
		KO	F	KO	F	KO	F	KO	F
Gözenek boyutu (A)	1	0.59	1.65ns	5217.20	6.78*	0.03	1.13ns	929.42	24.97**
Çiğ süt (B)	3	0.57	0.53ns	19763.75	8.57**	0.71	9.42**	1388.57	12.43**
Depolama (C)	5	4.52	2.52*	13646.45	3.55*	0.32	2.57*	403.55	2.17ns
A x B	3	0.47	0.44ns	1564.42	0.68ns	0.07	0.95ns	171.57	1.54ns
A x C	5	0.82	0.45ns	7622.16	1.98ns	0.53	4.25**	508.38	2.73*
B x C	15	5.75	1.07ns	8784.30	0.76ns	0.55	1.45ns	482.19	0.86ns
A x B x C	15	8.91	1.65ns	7495.95	0.65ns	0.88	2.33*	528.45	0.95ns
Hata	48	17.25		36911.63		1.21		1786.97	

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.29. Rekonstitüe yağsız süt tozlarının tekstürel özelliklerine ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	Sertlik (g)	Kıvam (g.s)	Yapışkanlık (g)	Viskozite indeksi (g.s)
Gözenek boyutu					
0.5 µm	48	14.04 ^a	207.75 ^b	-7.81 ^a	8.26 ^a
0.8 µm	48	13.88 ^a	222.49 ^a	-7.78 ^a	2.03 ^b
Çiğ süt					
Kontrol	24	13.87 ^a	190.56 ^b	-7.73 ^a	11.71 ^a
Sağımdan sonraki	24	13.92 ^a	224.96 ^a	-7.94 ^b	2.65 ^b
Soğutulmamış il içi	24	14.07 ^a	225.22 ^a	-7.79 ^a	2.75 ^b
Soğutularak nakil	24	13.98 ^a	219.75 ^a	-7.73 ^a	3.46 ^b
Depolama					
0	16	13.83 ^{ab}	206.95 ^{ab}	-7.71 ^a	7.36 ^a
30	16	13.57 ^b	205.42 ^{ab}	-7.84 ^a	4.71 ^a
60	16	14.08 ^{ab}	218.81 ^{ab}	-7.73 ^a	3.11 ^a
90	16	14.05 ^{ab}	200.43 ^b	-7.84 ^a	8.43 ^a
120	16	13.98 ^{ab}	224.78 ^{ab}	-7.85 ^a	4.16 ^a
180	16	14.26 ^a	234.34 ^a	-7.82 ^a	3.10 ^a

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05).

rekonstitüe sütlerden farklı bulunmuştur ($p<0.01$). Süt tozlarının depolama periyodu sonunda ise rekonstitüe sütlerinin kıvam değerlerinin en yüksek olduğu belirlenmiştir.

Depolama periyodu boyunca yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin yapışkanlık değerlerinin -8.43 g ile -7.43 g aralığında değiştiği belirlenmiştir. Süt tozlarının depolama periyodunda rekonstitüe sütlerinin en düşük yapışkanlık değeri 0.8 μm MF ile sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozunun 30. gün depolamasındaki rekonstitüe sütünde belirlenirken, en yüksek değer 0.8 μm MF ile soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozunun 30. gün depolamasındaki rekonstitüe sütünde olduğu tespit edilmiştir. Çizelge 4.28’de görüldüğü gibi MF gözenek boyutunun rekonstitüe sütlerin yapışkanlık değerlerine önemli bir etkisi olmadığı tespit edilmiştir ($p>0.05$). Ancak çiğ süt çeşidi ($p<0.01$) ve depolama süresinin ($p<0.05$) örneklerin yapışkanlık değerlerini önemli ölçüde etkilediği görülmüştür. Sağımdan sonraki süt kaynaklı süt tozlarından elde edilen rekonstitüe sütlerin yapışkanlık değerleri (-7.94 g) diğer rekonstitüe süt gruplarından istatistiki açıdan daha düşük bulunmuştur ($p<0.01$). Bununla birlikte tozların depolama süresi rekonstitüe sütlerin yapışkanlık değerinde istatistiki açıdan önemli bir etkiye neden olmamıştır ($p>0.05$).

Yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin depolama boyunca viskozite indeks değerlerinin -1.47-16.09 g.s aralığında değiştiği belirlenmiştir. Süt tozlarının depolama süresince rekonstitüe sütlerinin en düşük viskozite indeks değeri 0.8 μm MF ile sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozunun 0. gün depolamasındaki rekonstitüe sütünde belirlenirken, en yüksek değer 0.5 μm MF kullanılan grubunun kontrol süt tozunun 120. gün ve 180. gün depolamalarındaki rekonstitüe sütünde olduğu tespit edilmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre MF gözenek boyutunun ve çiğ süt çeşidinin sütlerin viskozite indeks değerlerini istatistiki açıdan önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p<0.01$). Depolama süresinin ise önemli bir etkisi olmadığı belirlenmiştir ($p>0.05$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.5 μm kullanılarak üretilen süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin viskozite indeks değerleri (8.26 g.s), 0.8 μm kullanılanlara (2.03 g.s) kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Kontrol süt grubundan elde edilen rekonstitüe sütler en yüksek viskozite indeks değerleri ile diğer rekonstitüe sütlerden farklılık göstermiştir.

Rekonstitüe sütlerin sertlik, kıvam, yapışkanlık ve viskozite indeksi değerlerinin süt tozlarının partikül boyutu ile ilişkili olduğu düşünülmektedir. Büyük partikül miktarı fazla olan tozların iyi bir dağılılabirlik özellik gösterdiği bilinmektedir. Yapışkanlık değerinin ve viskozite indeksi değerlerinin azalması, daha yüksek yapışkanlık ve viskozite gösterdiği Sert ve ark., (2021) tarafından bildirilmiştir. Bu durumda 0.8 μm MF uygulanan süt tozlarının

rekonstitüe sütlerinin kıvamının, yapışkanlığının ve viskozitesinin daha yüksek olabileceği düşünülmektedir.

Kontrol örneklerinin rekonstitüe sütlerinin kıvam ve viskozite indeksi değerleri diğer sütlerden istatistiksel açıdan farklı bulunurken ($p < 0.01$), sağımdan sonraki süt, soğutulmamış il içi süt ve soğutularak nakil süt kaynaklı gruptan üretilen süt tozlarının rekonstitüe sütlerinde ise benzer değerler belirlenmiştir. Kontrol süt tozlarının rekonstitüe sütlerinde en düşük kıvam ve en yüksek viskozite indeks değeri belirlenmiştir. Bu sonuçlar kontrol sütlerden üretilen süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin diğer sütlere kıyasla kıvamının ve viskozitesinin düşük olduğunu göstermektedir.

Rekonstitüe sütlerin tekstürel değerleri yağsız süt tozlarının fonksiyonel özellikleri (ıslanabilirlik, dağılıbilirlik ve çözünebilirlik), partikül boyut ve dağılım özellikleri ile ilişkili olduğu düşünülmektedir.

Sert ve ark. (2021) yağsız süt konsantrelerine farklı sürelerde (0, 5, 15, 30 ve 60 dk) sonikasyon işlemi uyguladıktan sonra süt tozuna işlemişlerdir. Sonikasyon işlemi uygulanmış yağsız süt konsantrelerinin sertlik, kıvam, yapışkanlık ve viskozite indeks değerlerini sırası ile 0.148-0.180 N, 2.46-2.93 Ns, -0.137 ile -0.172 N ve -0.006 ile -0.117 Ns arasında değiştiğini tespit etmişlerdir. Sonikasyon işlem süresinin artması ile konsantrelerin sertlik ve kıvam değerleri artarken, yapışkanlıkta ve viskozite indeks değerlerinde bir azalma olduğunu bulmuşlardır. Sonuç olarak ise sonikasyonun yağsız süt konsantrelerinin sıklığını, kıvamını, yapışkanlığını ve viskozitesini artırdığını bildirmişlerdir.

4.8. Yağsız Süt Tozlarının Mikrobiyolojik Analizlerine Ait Sonuçlar ve Tartışma

Yağsız süt tozlarının depolamanın 0., 90. ve 180. günlerinde yapılan mikrobiyolojik analiz sonuçları Çizelge 4.30'da verilmiştir.

MF işlemi uygulanan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının TAMB sayısının depolama süresince 0.39-1.87 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. MF işlemi uygulanmayan sütlerden üretilen kontrol süt tozlarının ise TAMB sayısı depolama süresince 0.82-3.41 log kob/g arasında tespit edilmiştir. 0.5 µm MF uygulaması ile soğutularak gelen nakil süttten üretilen yağsız süt tozunda depolama süresince TAMB tespit edilmemiştir. Bu süt grubunun aynı zamanda çiğ sütün MFS'de en düşük bakteri içeriğine sahip olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.2). Depolama süresince TAMB sayısının azaldığı belirlenmiştir. 0.5 µm MF uygulaması ile soğutulmamış il içi süttten elde edilen süt tozunda sadece depolamanın başında 0.90 log kob/g TAMB sayılmıştır. 0.5 µm MF grubunun sağımdan sonraki süttünden üretilen süt tozunda ve

0.8 µm MF grubunda ise soğutulmuş nakil süt ve soğutulmamış il içi süttten üretilen tozlarında depolamanın sonunda TAMB tespit edilmemiştir.

Depolama süresince MF süt tozlarının maya küf sayısının 0.31-1.25 log kob/g arasında, kontrol süt tozlarının ise 0.74-1.99 log kob/g arasında değiştiği tespit edilmiştir. En yüksek sayım depolamanın başında 0.8 µm MF grubunun kontrol tozunda olduğu belirlenmiştir. Her iki MF grubunda soğutulmuş nakil süttten üretilen yağsız süt tozlarında depolama boyunca maya küf belirlenmemiştir. 0.5 µm MF grubunda sağımdan sonraki süt ve soğutulmamış il içi süttten üretilen tozlarda sadece depolama başında sırası ile 0.70 log kob/g ve 0.31 log kob/g maya küf belirlenmiştir. Süttlerin MF işleminde daha küçük gözenek çapı kullanımı (0.5 µm) daha iyi bakteri giderimi sağlamış olup, böylelikle son üründe bakteri içeriği düşük tespit edilmiştir. Depolama süresince tozların maya küf sayısında azalma görülmüştür.

Kontrol süt tozlarının lipolitik psikrotrofik bakteri sayısının depolama süresince 0.83-2.28 log kob/g arasında, MF süt tozlarının ise 0.49-1.52 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. Her iki MF grubunda da soğutulmuş nakil süttten üretilen yağsız süt tozlarında sadece depolamanın başında lipolitik psikrotrofik bakteri sayılabilmmiştir. Üretilen yağsız süt tozlarının lipolitik psikrotrofik bakteri içeriğinin depolama ile düştüğü tespit edilmiştir.

Soğutulmuş nakil süttün 0.5 µm MF işlemi ile elde edilen süt tozunda sadece depolamanın başında 0.81 log kob/g lipolitik psikrotrofik bakteri tespit edilmiştir. Bu grup süt tozunda analizi gerçekleştirilen diğer bakteri grupları depolamanın hiçbir aşamasında tespit edilmemiştir.

MF süt tozlarının depolama boyunca *Bacillus* sayımı 0.53-1.00 log kob/g arasında belirlenmiştir. En yüksek *Bacillus* sayısı her iki grupta da kontrol süt tozunda tespit edilmiştir. Depolama süresince örneklerin *Bacillus* sayısının düştüğü görülmüştür. 0.5 µm MF uygulanan soğutulmamış il içi süt ve soğutulmuş nakil süttten üretilen tozlar ve 0.8 µm MF uygulaması ile soğutulmuş nakil süttten üretilen tozlarda depolama boyunca *Bacillus* belirlenmemiştir.

Süt endüstrisinde problemlere neden olan ana termofilik bakteriler *Bacillus* türleridir. Termofilik basiller patojen değildir, ancak uygun koşullar olduğunda sporları gelişmeye başlayabilmektedir. Bu durum enzim üretimi, asit üretimi ve sonuç olarak üründe istenmeyen bir tat oluşmasına neden olabilmektedir. Ayrıca, ürünün herhangi bir türden çok sayıda bakteri içermesi, çoğu müşteri tarafından kabul edilemez bir duruma sebep olabilmektedir (Scott ve ark., 2007).

Depolama boyunca MF süt tozlarının *Pseudomonas* sayısının 0.55-1.20 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. En yüksek *Pseudomonas* sayımı diğer bakteri sayımlarında olduğu gibi depolamanın başında kontrol süt tozlarında (1.93-2.08 log kob/g) tespit edilmiştir.

MF süt tozları içinde en yüksek *Pseudomonas* sayısının sağımdan sonraki süttten yapılan süt tozunda olduđu görülmüştür. Soğutularak nakil süttten elde edilen tozlarda *Pseudomonas* depolama süresince görülmemiştir. Süt tozlarındaki *Pseudomonas* sayısının depolama ile azaldığı belirlenmiştir.

Süt tozlarında depolama ile birlikte mikrobiyal popülasyonda azalma belirlenmiştir. Bu azalmanın nedeninin, süt tozlarının düşük su aktivitesinden dolayı olduđu düşünülmektedir.

Fonseca ve ark. (2013) farklı sürelerde 4 °C'de saklanan çiğ keçi sütlerinden ürettikleri süt tozlarında, depolama boyunca (25 °C'de 180 gün) mezofilik bakteri sayısının 2.5-3.8 log kob/g arasında deđiştini belirlemiştirler. Lipolitik psikrotrofların ise süt tozu üretiminde kullanılan ısıll işlemlerle yok edildiğini bildirmişlerdir. Ayrıca araştırmacılar, toz üretimi sırasındaki iyi uygulamaların istenmeyen potansiyel patojenik mikroorganizmaları yok edebildiğini doğrulamışlardır.

Paludetti ve ark. (2019) orta ve geç laktasyon (ilkbahar ve kış) dönemlerindeki sütlerden ürettikleri düşük ısıll yağsız süt tozlarının toplam bakteri sayısını sırası ile 2.36 kob/g ve 3.56 kob/g olarak, ve psikrotrofik bakteri sayısını ise 1.21 kob/g ve 2.07 kob/g olarak tespit etmişlerdir. Ayrıca araştırmacılar laktasyon ortası sütün ve bu süttten üretilen yağsız süt tozunun mikrobiyolojik kalitesinin daha iyi olduğunu bildirmişlerdir.

Sert ve ark. (2021) yağsız süt konsantrelerine farklı sürelerde (0, 5, 15, 30 ve 60 dk) sonikasyon işlemleri uyguladıktan sonra yağsız süt tozu ürettikleri çalışmalarında, tozların toplam mezofilik aerobik bakteri sayısını 1.45-6.70 log kob/g arasında deđiştini belirlemiştirler. Sonikasyon işlemleri uygulamadıkları kontrol süt tozunun maya küf sayısının ise 4.20 log kob/g olarak belirlemiştirler.

Kontrol süt tozlarının mikrobiyolojik yoğunluğunun MF süt tozlarına göre daha yüksek olduđu bulunmuştur. Çizelge 4.2'de verilen çiğ sütlerin MFÖ ve MFS mikrobiyolojik analiz sonuçlarından da görüldüğü gibi, süt tozuna işlemeden önceki sütün bakteri yükünün, üretilen süt tozlarının bakteri içeriğini etkilediği düşünülmektedir. MF uygulanmış sütlerden elde edilen yağsız süt tozlarının mikrobiyolojik kalitesinin daha iyi olabileceği sonucuna varılmıştır.

Çizelge 4.30. 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak üretilen MF yağsız süt tozlarının mikrobiyolojik analiz sonuçları (log kob/g)¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama (gün)	Toplam bakteri	Maya küf	Lipolitik psikrotrofik bakteri	<i>Bacillus</i>	<i>Pseudomonas</i>
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	2.47±0.13	1.20±0.05	2.15±0.08	1.89±0.05	1.93±0.04
		90	1.50±0.04	0.77±0.05	1.58±0.03	0.87±0.05	0.96±0.03
		180	0.82±0.05	-	0.84±0.12	0.46±0.01	0.59±0.01
	Sağımdan sonraki	0	0.79±0.01	0.70±0.01	1.32±0.04	0.53±0.08	0.89±0.04
		90	0.39±0.02	-	0.91±0.02	-	0.55±0.01
		180	-	-	-	-	-
	Soğutulmamış il içi	0	0.90±0.04	0.31±0.01	1.07±0.01	-	0.71±0.04
		90	-	-	0.49±0.02	-	-
		180	-	-	-	-	-
	Soğutularak nakil	0	-	-	0.81±0.02	-	-
		90	-	-	-	-	-
		180	-	-	-	-	-
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	3.41±0.04	1.99±0.09	2.28±0.02	1.72±0.09	2.08±0.03
		90	2.70±0.15	1.12±0.04	1.79±0.01	1.08±0.03	1.21±0.03
		180	2.16±0.15	0.74±0.16	0.83±0.05	0.69±0.13	0.82±0.06
	Sağımdan sonraki	0	1.87±0.11	1.25±0.07	1.52±0.04	1.00±0.08	1.20±0.06
		90	1.00±0.07	0.79±0.01	1.01±0.04	0.68±0.06	0.83±0.05
		180	0.60±0.06	-	0.49±0.05	-	-
	Soğutulmamış il içi	0	1.32±0.05	1.08±0.03	1.17±0.03	0.66±0.03	0.89±0.04
		90	0.78±0.06	0.58±0.03	0.70±0.06	-	0.59±0.04
		180	-	-	-	-	-
	Soğutularak nakil	0	1.02±0.09	-	1.00±0.05	-	-
		90	0.49±0.10	-	-	-	-
		180	-	-	-	-	-

¹Sonuçlar iki tekerrürün ortalamasıdır. "-" sayılmayacak kadar az.

4.9. Yağsız Süt Tozlarının Duyusal Özelliklerine Ait Sonuçlar ve Tartışma

0.5 µm ve 0.8 µm MF uygulanan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının ve kontrol süt tozlarının depolama süresince duyusal analizleri 7 kişilik panelist grubu tarafından gerçekleştirilmiştir. Süt tozu örnekleri ambalaj, görünüm ve aroma şeklinde 3 kategoride değerlendirmeye alınmıştır. Ambalaj ve görünüm için 5 puan (çok iyi) ile 1 puan (kötü) arasında, aroma için ise 10 puan (çok iyi) ile 1 puan (kötü) arasında değerlendirme yapılmıştır. Duyusal analiz sonuçları Çizelge 4.31’de verilmiştir. Ayrıca fiziksel görünüm ve aroma sırası ile Şekil 20 ve Şekil 21’de gösterilmiştir.

Üretilen yağsız süt tozu örneklerinde MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin duyusal özellikleri üzerindeki etkisini belirlemek amacıyla yapılan varyans analizi sonuçları Çizelge 4.32’de, Tukey HSD testi sonuçları Çizelge 4.33’de verilmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre MF gözenek boyutu, çiğ süt çeşidi ve depolama süresinin tozların ambalaj puanı üzerindeki etkisi istatistikî açıdan önemsiz bulunmuş ($p>0.05$) ve tüm faktörler aynı etkiyi göstermiştir. Süt tozu örneklerinin ambalajı depolama boyunca bütün panelistler tarafından tam puan (5 puan) almıştır. Bu durum yağsız süt tozlarının depolama süresince ambalajlarının uygun olduğunu göstermektedir.

Örneklerin depolama süresince görünüm puanları incelendiğinde 4.56-4.97 arasında değiştiği belirlenmiştir. En düşük görünüm puanını 0.8 µm MF grubundaki kontrol süt tozu 180. gün depolamasında almış olup, en yüksek puan ise soğutulmuş nakil sütün 0.5 µm MF işlemi ile üretilen yağsız süt tozunun ilk iki depolama periyodunda belirlenmiştir. Çizelge 4.32’de görüldüğü gibi MF gözenek boyutu ve depolama süresinin tozların görünümü üzerine önemli bir etkisi olmazken ($p>0.05$), çiğ süt faktörünün önemli ölçüde etkilediği görülmüştür ($p<0.01$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre çiğ süt çeşidi açısından en yüksek görünüm puanları soğutulmuş nakil sütten üretilen ve soğutulmamış il içi sütten üretilen örneklerde bulunurken, en düşük puan kontrol örneğinde belirlenmiştir. Depolama periyodunda ise süt tozlarının görünüm puanlarının istatistikî açıdan benzer olduğu tespit edilmiştir ($p>0.05$).

Kontrol süt tozları görünüm puanı açısından depolama süresince MF süt tozlarından daha düşük puanlar almıştır. Bu durumun kontrol süt tozlarına kıyasla MF süt tozlarının depolama periyodunda daha akışkan, topaklanmayan ve homojen bir görüntüye sahip olmalarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bununla birlikte depolama süresince örneklerin görünüm puanlarındaki azalmada renk değişikliklerinin (Maillard reaksiyonu vb.) ve tozların nem içeriğinin artması ile birlikte az da olsa topaklanması gibi faktörlerin etkili olabileceği düşünülmektedir.

Çizelge 4.31. Yağsız süt tozlarının duysal özelliklerine ait sonuçlar¹

Gözenek boyutu	Çiğ süt	Depolama süresi (gün)	Ambalaj	Görünüm	Aroma
0.5 µm	Kontrol (MF yok)	0	5.00±0.00	4.72±0.13	9.17±0.05
		30	5.00±0.00	4.71±0.11	9.14±0.01
		60	5.00±0.00	4.71±0.02	9.02±0.15
		90	5.00±0.00	4.68±0.07	9.11±0.04
		120	5.00±0.00	4.66±0.17	8.97±0.07
		180	5.00±0.00	4.63±0.08	8.96±0.06
	Sağımdan sonraki	0	5.00±0.00	4.85±0.07	9.14±0.06
		30	5.00±0.00	4.85±0.09	9.17±0.05
		60	5.00±0.00	4.84±0.11	9.18±0.07
		90	5.00±0.00	4.83±0.04	9.17±0.21
		120	5.00±0.00	4.81±0.13	9.13±0.11
		180	5.00±0.00	4.81±0.07	9.08±0.11
	Soğutulmamış il içi	0	5.00±0.00	4.95±0.07	9.20±0.19
		30	5.00±0.00	4.95±0.03	9.21±0.29
		60	5.00±0.00	4.94±0.05	9.17±0.05
		90	5.00±0.00	4.94±0.02	9.19±0.20
		120	5.00±0.00	4.92±0.03	9.18±0.07
		180	5.00±0.00	4.91±0.08	9.14±0.01
	Soğutularak nakil	0	5.00±0.00	4.97±0.02	9.18±0.20
		30	5.00±0.00	4.97±0.02	9.17±0.24
		60	5.00±0.00	4.96±0.01	9.16±0.25
		90	5.00±0.00	4.95±0.03	9.12±0.02
		120	5.00±0.00	4.95±0.03	9.17±0.09
		180	5.00±0.00	4.96±0.03	9.02±0.16
0.8 µm	Kontrol (MF yok)	0	5.00±0.00	4.76±0.04	9.13±0.04
		30	5.00±0.00	4.74±0.07	9.10±0.14
		60	5.00±0.00	4.71±0.11	9.03±0.18
		90	5.00±0.00	4.69±0.10	9.08±0.08
		120	5.00±0.00	4.62±0.07	8.94±0.25
		180	5.00±0.00	4.56±0.02	8.90±0.21
	Sağımdan sonraki	0	5.00±0.00	4.83±0.04	9.16±0.06
		30	5.00±0.00	4.81±0.07	9.10±0.07
		60	5.00±0.00	4.81±0.03	9.11±0.13
		90	5.00±0.00	4.79±0.09	9.09±0.25
		120	5.00±0.00	4.76±0.04	9.07±0.09
		180	5.00±0.00	4.77±0.02	9.00±0.21
	Soğutulmamış il içi	0	5.00±0.00	4.92±0.03	9.18±0.14
		30	5.00±0.00	4.91±0.08	9.17±0.09
		60	5.00±0.00	4.91±0.02	9.11±0.13
		90	5.00±0.00	4.89±0.12	9.14±0.01
		120	5.00±0.00	4.90±0.06	9.12±0.01
		180	5.00±0.00	4.86±0.11	9.01±0.14
	Soğutularak nakil	0	5.00±0.00	4.96±0.03	9.17±0.09
		30	5.00±0.00	4.97±0.02	9.13±0.11
		60	5.00±0.00	4.95±0.03	9.15±0.07
		90	5.00±0.00	4.95±0.03	9.13±0.07
		120	5.00±0.00	4.94±0.05	9.13±0.03
		180	5.00±0.00	4.94±0.05	9.09±0.12

¹Sonuçlar iki tekrerrün ortalamasıdır.

Çizelge 4.32. Yağsız süt tozlarının duyuşal özelliklerine ait varyans analizi sonuçları¹

VK	SD	Ambalaj		Görünüm		Aroma	
		KO	KO	F	KO		
Gözenek boyutu (A)	1	0.00	0.00ns	0.01	2.46ns	0.03	1.77ns
Çiğ süt (B)	3	0.00	0.00ns	1.09	72.90**	0.16	2.86*
Depolama (C)	5	0.00	0.00ns	0.05	2.09ns	0.20	2.15ns
A x B	3	0.00	0.00ns	0.00	0.28ns	0.01	0.22ns
A x C	5	0.00	0.00ns	0.00	0.17ns	0.00	0.04ns
B x C	15	0.00	0.00ns	0.03	0.36ns	0.07	0.25ns
A x B x C	15	0.00	0.00ns	0.01	0.09ns	0.02	0.07ns
Hata	48	0.00		0.24		0.90	

¹* p<0.05, ** p<0.01, ns: önemsiz.

Çizelge 4.33. Yağsız süt tozlarının duyuşal özelliklerine ait Tukey HSD testi sonuçları¹

Faktör	n	Ambalaj	Görünüm	Aroma
Gözenek boyutu				
0.5 µm	48	5.00 ^a	4.85 ^a	9.13 ^a
0.8 µm	48	5.00 ^a	4.83 ^a	9.09 ^a
Çiğ süt çeşitleri				
Kontrol	24	5.00 ^a	4.68 ^c	9.04 ^b
Sağımdan sonraki	24	5.00 ^a	4.81 ^b	9.12 ^{ab}
Soğutulmamış il içi	24	5.00 ^a	4.92 ^a	9.15 ^a
Soğutularak nakil	24	5.00 ^a	4.96 ^a	9.13 ^{ab}
Depolama				
0	16	5.00 ^a	4.87 ^a	9.16 ^a
30	16	5.00 ^a	4.86 ^a	9.15 ^a
60	16	5.00 ^a	4.85 ^a	9.13 ^a
90	16	5.00 ^a	4.84 ^a	9.12 ^a
120	16	5.00 ^a	4.82 ^a	9.09 ^a
180	16	5.00 ^a	4.81 ^a	9.02 ^a

¹Aynı sütündeki farklı harfle işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak birbirinden farklıdır (p<0.05).

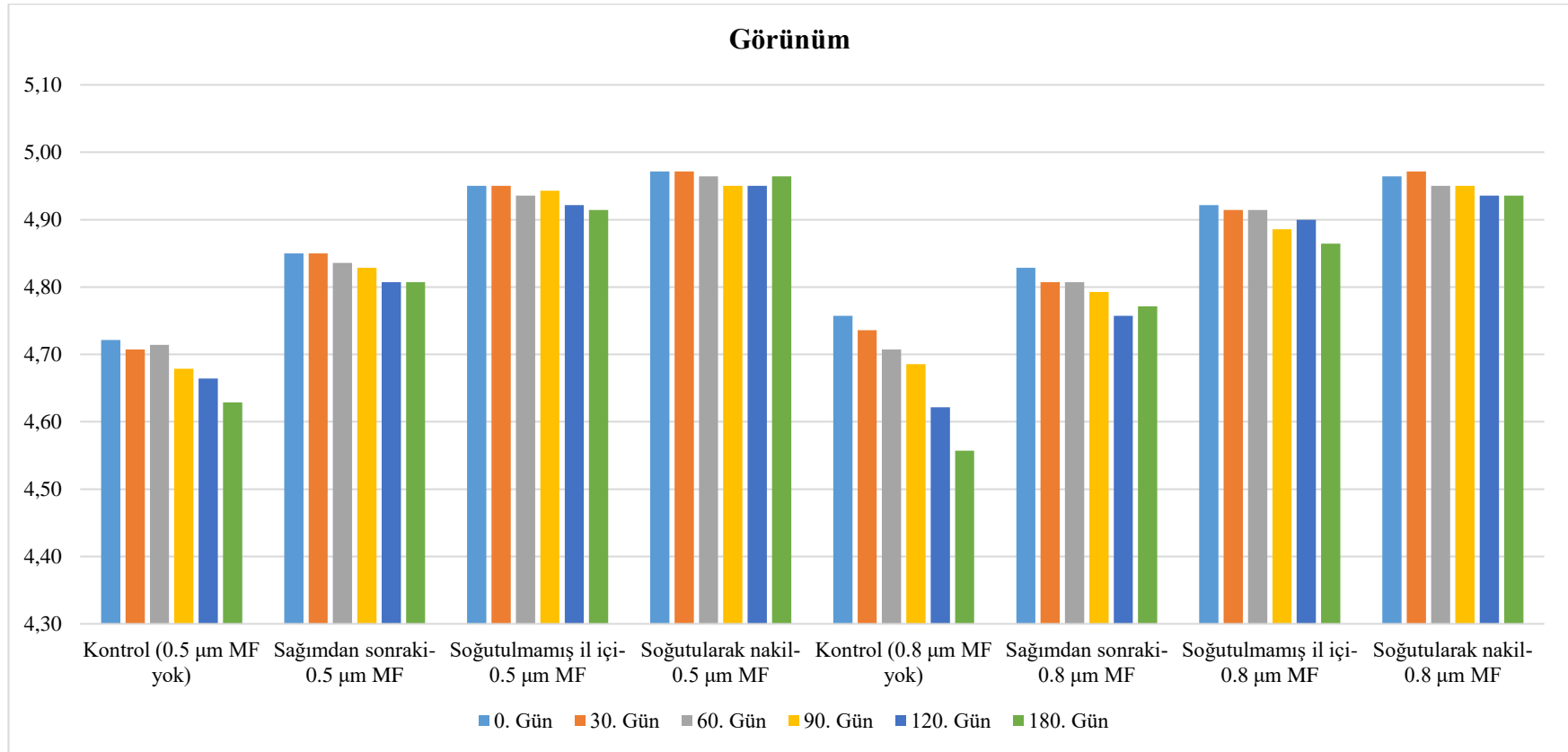
Süt tozunun depolanması sırasında laktoz ve proteinler arasındaki Maillard reaksiyonu meydana gelebilmekte ve bu reaksiyon süt tozunun rengini, aromasını ve besinsel özelliklerini değiştirebilmektedir (Li ve ark., 2019).

Süt tozu örneklerinin depolama süresince aroma puanları 8.90-9.21 arasında değişmekte olup, en yüksek puanı 0.5 µm MF ile soğutulmamış il içi süttten üretilen yağsız süt tozu depolamanın 30. gününde almıştır. Süt tozlarının aromasında görünüm parametresinde olduğu gibi gözenek boyutu ve depolama süresinin etkisi istatistiki olarak önemsiz belirlenirken ($p>0.05$), çiğ süt farklılığının etkisi önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Tukey HSD testi sonuçlarına göre 0.5 µm veya 0.8 µm gözenek boyutu kullanımının süt tozlarının aroma özelliklerinde farklılık oluşturmadığı görülmüştür. En düşük aroma puanı kontrol süt tozlarında bulunurken, en yüksek değer soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozlarında belirlenmiştir. Depolama süresince süt tozlarının aroma puanlarının benzer olduğu tespit edilmiştir ($p>0.05$).

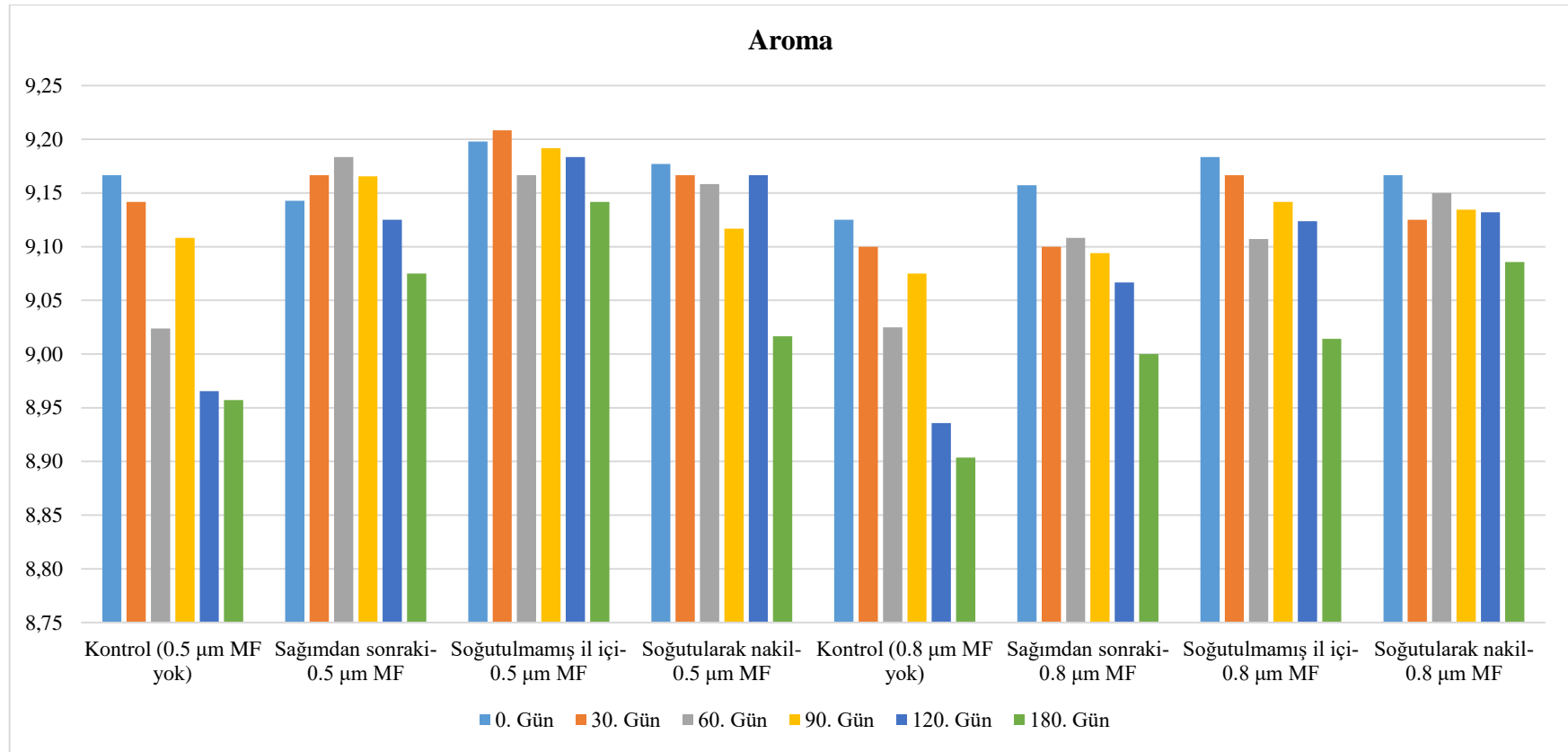
Süt tozlarının hem doğal tadı hem de depolama sırasında istenmeyen tatların gelişmesi kritik öneme sahip olmaktadır (Kelly ve ark., 2003). Yağsız süt tozunun aromasına serbest yağ asitleri, laktonlar ve maltol, furaneol ve aldehitler dahil esmerleşme/Maillard reaksiyon ürünleri birincil katkı sağlamaktadır. Ayrıca tada skatol ve ketonların da katıldığı bildirilmiştir (Karagül-Yüceer ve ark., 2001).

Karagül-Yüceer ve ark. (2001) hem tanımlayıcı duyuşal hem de enstrümantal analiz kullanarak yağsız süt tozlarının aroma-aktif bileşenlerini incelemiştir. Yağsız süt tozlarının nicel tanımlayıcı analizi, tüm aroma tanımlayıcılarının (14 panelist) 10 puanlık bir ölçekte yoğunluk olarak 0 ile 4.25 arasında değiştiğini göstermişlerdir. Bu düşük yoğunlukları, yağsız süt aromasının yumuşak doğası nedeniyle beklediklerini belirtmişlerdir. Isıyla üretilen aromaların en yoğun nitelikte olduğunu belirten araştırmacılar, ayrıca yüksek ısı işlem görmüş süt tozları, düşük veya orta ısı işlem görmüş tozlardan daha yoğun pişmiş ve karamelize tatlar sergilediğini belirtmişlerdir. Tozlarda tatlı ve buruk tatlar da duyuşal değerlendirme ile tespit edilmiştir.

Driscoll ve ark. (1985) yağsız süt tozlarına (instant veya normal), sıcaklık, paketlenme, atmosferik gazlar ve süttün formunun depolanan ürünün duyuşal kalitesi üzerindeki etkilerini belirlemek için, süt tozlarını çeşitli koşullar altında saklamışlardır. Yağsız süt tozunun, uzun süreli depolanması sırasında depolama sıcaklığından önemli ölçüde etkilendiğini bildiren araştırmacılar, numunelerin kabul edilemezliğinin oksitlenmiş/eski bir tada bağlı olduğunu belirtmişlerdir. 4 yıllık depolamadan sonra, polietilen ambalajda saklanan numunelerin, konserve kutularında saklanan numunelere göre istatistiksel olarak daha az kabul edilebilir



Şekil 4.21. Süt tozu örneklerinin görünüm değerlendirme sonuçları



Şekil 4.20. Süt tozu örneklerinin aroma değerlendirme sonuçları

olduđunu sonucuna varmıřlardır. Ayrıca sütün formunun (normal veya instant) depolama suresini etkilemediđini bildirmiřlerdir.

Süt tozu örneklerinin depolama süresince görünüm ve aroma açısından duysal deđerlendirmesinde kontrol örneklerine kıyasla MF süt tozu örneklerinin daha iyi duysal puanlar aldıđı belirlenmiřtir. MF süt tozları grubunda sođutulmamıř il içi sütlerden üretilen örneklerin daha iyi deđerlendirme puanları aldıđı görölmüřtür. Yađsız süt tozlarının depolama süresince gerçeleştirilen duysal analizlerinde önceki çalıřmalarda bildirilen belirgin olumsuz bir aroma panelistler tarafından bildirilmemiřtir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Bu çalışmada, fabrikaya gelen ve süt tozuna işlenecek olan farklı taşıma şartlarına sahip sütlerin MF tekniği ile ön işleminin süt tozuna etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla fabrikaya gelen ve süt tozu üretiminde kullanılan çiğ sütler; sağımdan sonraki süt (30-35 °C), soğutulmamış il içi süt (20-25 °C de 3 saat) ve soğutularak gelen nakil süt (4-6 °C de 12 saat) olarak belirlenmiştir. Kontrol grubu olarak da sağımı takiben hemen 4°C ye soğutulan süt kullanılmıştır. Sütlerin ön işlemleri için yağsız sütlere 0.5 µm ve 0.8 µm gözenek boyutu kullanılarak MF işlemi uygulanmıştır. Daha sonra mikrofiltre sütler püskürtülerek kurutulmuştur. Yağsız süt tozları üç kat kraft kâğıt kaplı polietilen torbalara ambalajlanarak 23 °C'de 180 gün depolanmıştır. Depolama süresinin farklı periyotlarında yağsız süt tozu örneklerinin mikrobiyolojik, fizikokimyasal, fonksiyonel, partikül boyut dağılımı ve duyu özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca örneklerin termal stabilite ve mikroyapıları da incelenmiştir. Elde edilen önemli analiz sonuçları aşağıda özetlenmiştir.

Süt tozu üretiminde kullanılan yağsız çiğ sütlerin 0.5 µm ve 0.8 µm MF işleminden geçirilmesi ile kuru madde miktarında sırası ile %0.23-0.28 ve %0.17-0.20 oranında bir azalma olduğu belirlenmiştir. Bu MF membranlarından geçemeyen kuru madde içeriğinin; mikroorganizmalar, kir, toz ve yabancı maddeler olduğu düşünülmektedir. Ayrıca membran gözenek boyutundan büyük süt bileşenleri de tutulmuş olabilir. Yağsız sütlere 0.5 µm MF uygulaması protein içeriklerinde %0.03-0.05 azalmaya, 0.8 µm MF uygulaması ise %0.02-0.03 azalmaya sebep olmuştur.

Yağsız çiğ sütlerin 0.5 µm MF işlemi ile TAMB, maya küf, lipolitik psikrotrofik bakteri, *Bacillus* ve *Pseudomonas* içeriklerinde sırası ile 2.39 log, 1.27 log, 1.58 log, 1.64 log, 1.67 log'a varan bir azalma sağlandığı belirlenmiştir. Yağsız çiğ sütlerin 0.8 µm MF işlemi ise aynı bakteri türlerinin sayımlarında sırası ile 2.31 log, 1.11 log, 1.53 log, 0.94 log, 1.34 log'a varan bir azalma sağlamıştır.

MF gözenek boyutu, çiğ süt ve depolama süresi süt tozlarının nem oranını önemli düzeyde etkilediği tespit edilmiştir ($p < 0.01$). Depolama süresindeki artışla birlikte tozların nem oranlarında da artış meydana gelmiştir. Yağsız süt tozlarında yüksek miktarda bulunan laktozun güçlü higroskopik özellikte olmasından dolayı, depolama süresince süt tozlarının nem içeriğinin artmış olabileceği tahmin edilmektedir. 0.5 µm MF kullanılan örneklerin kül oranının (%8.84), 0.8 µm kullanılanlara göre (%8.01) istatistiki

açıdan daha yüksek olduğu belirlenmiştir ($p<0.01$). En düşük kül oranlarının (%8.35) sağımdan sonraki süttten ve soğutularak nakil süttten üretilen süt tozlarında olduğu, en yüksek ise (%8.54) kontrol süt tozlarında olduğu belirlenmiştir. Yağsız süt tozlarının yağ oranlarında depolama süresince değişme meydana gelmemiştir. MF gözenek boyutunun örneklerin pH ve asitlik değerine etkisinin önemsiz düzeyde olduğu tespit edilmiştir ($p>0.05$). Depolama süresince örneklerin pH değerinde düşüş, asitlik oranlarında genellikle artış olduğu belirlenmiştir. Bu durum, süt tozlarının depolanmasında meydana gelen Maillard reaksiyonu ürünlerinin, karbonik aside yol açan CO₂'i geliştirmesinden kaynaklı olabileceği düşünülmektedir. Üretilen yağsız süt tozlarının depolama süresince protein oranının %34.25-34.88 arasında değiştiği belirlenmiştir.

Örneklerin depolamanın başındaki HMF miktarlarının 1.11-2.13 µM aralığında değiştiği belirlenirken, depolama ile örneklerin HMF içeriği de artmıştır ($p<0.01$). Bu artış yağsız süt tozunun yüksek laktoz içeriği nedeniyle daha fazla Maillard reaksiyonu meydana gelmesi ile açıklanabilir.

Süt tozunda lipaz enziminin süt yağını hidroliz ederek serbest yağ asitliğinin artmasına neden olduğu bilinmektedir. Bu çalışmada 0.8 µm MF kullanılan örneklerin TSYA miktarı (1.97 mEq/kg süt) 0.5 µm MF kullanılan örneklere (1.83 mEq/kg süt) göre daha yüksek bulunmuştur ($p<0.01$). Depolama boyunca yağsız süt tozlarının TSYA içeriğinin arttığı belirlenmiştir. En çok artışın kontrol süt tozu gruplarında olduğu tespit edilmiştir. Kontrol süt grubundan üretilen süt tozlarının mikroorganizma ve TSYA içeriği, MF işlemi uygulanmış süt tozlarından daha yüksek tespit edilmiştir. Bu durumun süt tozu üretim prosesindeki ısıl işlemlerden kurtulan termostabil mikroorganizma ve enzimlerden (lipaz) kaynaklanmış olabileceği tahmin edilmektedir. Bu bakteri ve enzimleri MF işlemi süttten uzaklaştırmış olabilir ve bundan dolayı MF süt tozlarının kontrol süt tozlarına kıyasla daha düşük TSYA içerdiği düşünülmektedir.

Yağsız süt tozlarının TBARS değeri üzerine MF gözenek boyutunun etkisi önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$). Kontrol süt tozlarına kıyasla MF süt tozlarının TBARS içeriğinin daha düşük olduğu, MF süt tozları içinden de en düşük TBARS içeriğinin soğutularak nakil süttten üretilen süt tozlarında olduğu belirlenmiştir. Depolama süresince yağsız süt tozlarının TBARS değerlerinin de arttığı görülmüştür. Bu artışa yağsız süt tozunda kalan (%0.50) yağın depolama ile oksidasyona uğramış olması neden olabilir.

Tüm gıdalarda olduğu gibi süt tozunda da ürünün rengi tüketicinin kalite algısını etkileyebilmektedir. 0.8 µm MF kullanılan süt tozlarının L^* değerinin (97.46), 0.5 µm kullanılanlara (96.96) göre daha yüksek olduğu belirlenmiştir ($p<0.01$). Kontrol süt

tozlarının en düşük L^* değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir. 180 günlük depolama süresince örneklerin a^* renk değerlerinin -4.24 ile -2.99 aralığında değiştiği belirlenmiştir. Depolama süresi sonunda süt tozlarının a^* renk değerleri düşerken, b^* renk değerlerinin artmış olduğu görülmüştür. Depolama boyunca süt tozlarının renk değerlerindeki farklılıklara esas olarak Maillard reaksiyonunun büyük etkisi olduğu düşünülmektedir. Ayrıca süt tozlarının üretiminde kullanılan çiğ sütlerin farklı yerlerden toplanmasından dolayı hayvan beslenmesinde de farklılığın olabileceği gözardı edilmemelidir. Çünkü bu değişkenler çiğ süt bileşim farklılıklarına, doğal renk pigmentlerinin yoğunluğunun değişmesine veya pigmentlerin farklılaşmasına neden olabilir ve üretilen tozların renklerini etkileyebilir.

0.5 μm ve 0.8 μm MF kullanılan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının ve kontrol süt tozlarının yabancı yanık madde diskleri A sınıfı (7.5 mg) olarak tespit edilmiş ve depolama süresince de değişim belirlenmemiştir. Yağsız süt tozlarının 180 günlük depolama süresince a_w değerinin 0.151-0.283 aralığında değiştiği belirlenmiştir. Kurutulmuş süt ürünlerinin kalitesini ve raf ömrünü önemli ölçüde etkileyen su aktivitesi değeri 0.8 μm MF kullanılanlara kıyasla, 0.5 μm MF kullanılan süt tozlarında daha düşük bulunmuştur ($p<0.01$). En düşük a_w değerleri depolamanın başında belirlenmiştir.

0.5 μm MF ile üretilen örneklerin GYY değerinin (0.500 g/cm^3), 0.8 μm MF kullanılarak üretilen örneklerden (0.479 g/cm^3) daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Çiğ süt faktörüne göre kontrol süttten ve sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozlarının GYY değerlerinin, soğutulmamış il içi süttten ve soğutularak nakil süttten üretilen süt tozlarının GYY değerlerinden daha yüksek olduğu belirlenmiştir ($p<0.01$). SYY değerine bakıldığında, en yüksek değerlerin (0.659 g/cm^3) kontrol süttten elde edilen tozlarda olduğu belirlenmiştir. Süt tozlarının bileşim özellikleri, partikül boyutundaki ve partiküller arası etkileşimlerdeki farklılıkların tozların yığın yoğunluğunu etkileyebileceği tahmin edilmektedir.

Süt tozlarının 180 günlük depolama süresince ıslanabilirlik, dağılılırlik ve çözünebilirlik oranları sırası ile 7-45 s, %77.50-97.07 ve %99.80-99.90 aralığında belirlenmiştir. Sadece soğutularak nakil süt kaynaklı süt tozlarının depolamanın sonundaki ıslanabilirlik süreleri dışında, diğer MF yağsız süt tozları depolama periyodu boyunca 15 s'den daha az ıslanabilirlik süresi göstermiştir. Süt tozları 15 s'den daha kısa sürede ıslanırsa "instant" olarak ifade edilmektedir. Kontrol tozlara kıyasla MF süt tozlarının daha iyi bir dağılılırlik sergilediği tespit edilmiştir. MF süt tozları içinden de en iyi dağılılırlik oranı sağımdan sonraki süttten üretilen süt tozlarında (%94.94)

belirlenmiştir. %99.90 çözünürlük oranları ile en iyi çözünebilirlik özelliği gösteren süt tozlarının sağımdan sonraki süttten ve soğutulmamış il içi süttten üretilen süt tozları olduđu belirlenmiştir. 0.8 µm MF kullanılarak üretilen süt tozlarının ıslanabilirliğinin, dağılılırlığının ve çözünebilirliğinin 0.5 µm MF kullanılarak üretilenlerden daha iyi olduđu tespit edilmiştir. Köpük kapasitesi ve stabilitesi açısından ise 0.5 µm MF grubunun, 0.8 µm MF grubuna kıyasla daha iyi olduđu belirlenmiştir. Örneklerin depolama ile köpük oluşturma kapasiteleri artarken, köpük stabilitelerinin ise düştüğü tespit edilmiştir ($p<0.01$).

Bu çalışmada MF gözenek boyutu, çiğ süt ve depolama süresinin süt tozlarının partikül büyüklüğünü ve boyut dağılımını etkilediği görülmektedir. 0.8 µm MF kullanılan süt tozlarının $D_{3,2}$ değerleri, 0.5 µm MF kullanılanlara kıyasla daha yüksek tespit edilmiştir ($p<0.01$). Örneklerin depolama süresince hacim ağırlıklı ortalamalarının 61.70-163.92 µm aralığında deđiştii bulunmuştur. Sağımdan sonraki süttten üretilen örneklerin toz üniformluğunun en iyi olduđu belirlenmiştir. 0.5 µm MF kullanılan tozların spesifik yüzey alanı değerleri (202.95 m²/kg), 0.8 µm kullanılanlara (185.58 m²/kg) kıyasla daha yüksek bulunmuştur ($p<0.01$). 0.8 µm MF işlemleri uygulanan süt tozlarına kıyasla 0.5 µm ile MF işlemleri uygulanan tozların daha küçük parçacık boyutlarına sahip oldukları belirlenmiştir. 0.5 µm MF grubundaki örneklerde depolama ile birlikte partikül boyutunda artış tespit edilmiştir. Bu artışın partiküller arasında meydana gelen van der Waals etkileşiminden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Süt tozlarının partikül büyüklüğünde ve boyut dağılımlarında görülen farklılıkların süt tozlarının nem içeriđi ile de ilişkili olması muhtemeldir. 0.8 µm MF grubu tozlarının 0.5 µm MF grubu tozlarına kıyasla daha yüksek nem içeriđi ve parçacık boyutuna sahip oldukları bulunmuştur. Ayrıca hammadde bileşiminin de süt tozlarının parçacık boyutuna ve dağılımına etkisi olduđu düşünülmektedir.

Bu çalışmada üretilen süt tozlarının depolamanın başında ve sonunda olmak üzere faz ve camsı geçiş sıcaklıkları belirlenmiştir. Süt tozlarının DSC diyagramlarında genellikle 3 endotermik pik oluşumu gözlenmiştir. İlk endotermik pik camsı geçiş sıcaklığını ifade etmektedir. Örneklerin depolamanın başındaki camsı geçiş sıcaklıklarının 51.22-62.02 °C arasında, depolamanın sonunda ise 46.01-59.99 °C arasında deđiştii belirlenmiştir. En düşük T_g , 0.8 µm MF ile soğutulmuş nakil süttten üretilen süt tozunda belirlenmiştir. Üretilen yağsız süt tozlarının depolama süresi arttıkça nem içeriđinde de artış meydana gelmiş ve beklendiği gibi üretilen tüm tozların camsı geçiş sıcaklığı da düşmüştür. 165 °C civarında gerçekleşen 2. endotermik pikin örnekten

ayrılan suyun buharlaşması olarak yorumlanmıştır. 3. endotermik reaksiyonun (170 °C civarında) ise laktozun erimeye başladığı sıcaklık olabileceği düşünülmektedir. Bu reaksiyonlar dışında bazı örneklerde 160 °C civarlarında bir ekzotermik pik de belirlenmiştir. Bu pikin laktoz kristalleşmesine ait bir pik olabileceği tahmin edilmektedir.

Toz morfolojilerini gösteren SEM görüntülerine göre, her iki MF grubunun (0.5 µm ve 0.8 µm) süt tozlarının partikül yüzeylerinde genellikle hafif kırışıklıklar olmasına rağmen, kırışık olmayan düzgün partiküller de belirlenmiştir. Farklı olarak, 0.8 µm MF uygulanan gurubun süt tozlarının daha heterojen parçacıklar içerdiği ve daha buruşuk "beyin tipi" bir yüzeyle karakterize edilen bir görüntüde oldukları belirlenmiştir. 180. gün depolamadaki görüntülerde ise, özellikle 0.5 µm MF uygulanan süt tozlarında parçalanmış ve içi boş partiküller açıkça görülmüştür. Depolamanın sonunda kırık gibi görünen parçalanmış parçacıklar daha fazla olduğu tespit edilmiştir. Süt tozlarının mikroyapısal özelliklerinde görülen farklılıklar hammadde bileşimleri, proses şartları gibi birçok parametreden etkilenmiş olabilir. Ayrıca depolama süresinin de örneklerin mikroyapılarını etkilediği tahmin edilmektedir.

Yağsız süt tozlarının rekonstitüe sütlerinin depolama boyunca sertlik, kıvam, yapışkanlık ve viskozite indeks değerleri sırası ile 12.99-16.13 g, 175.47-257.69 g, -8.43 g ile -7.43 g , -1.47-16.09 g.s aralığında değiştiği belirlenmiştir. Rekonstitüe sütlerinin belirlenen bu tekstürel özelliklerine, yağsız süt tozlarının fonksiyonel özelliklerinin, partikül boyut ve dağılım özelliklerinin etkisi olduğu düşünülmektedir.

Depolama süresince MF işlemi uygulanan sütlerden üretilen yağsız süt tozlarının toplam aerobik mezofilik bakteri, maya küf, lipolitik psikrotrofik bakteri, *Bacillus* ve *Pseudomonas* sayımları sırası ile 0.39-1.87 log kob/g, 0.31-1.25 log kob/g, 0.49-1.52 log kob/g, 0.53-1.00 log kob/g ve 0.55-1.20 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. MF süt tozlarının kontrol süt tozlarına kıyasla daha düşük bakteri sayısı içerdiği tespit edilmiştir. Mikrobiyolojik kalitesi en iyi tozun 0.5 µm ile soğutularak nakil süten elde edilen yağsız süt tozu olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca süt tozu üretiminde kullanılan çiğ sütün bakteri içeriğinin, nihai ürünün mikrobiyolojik kalitesini etkilediği görülmüştür. Depolama süresindeki artışla birlikte mikrobiyal popülasyonda azalma belirlenmiş olup, bu azalmanın süt tozlarının düşük su aktivitesi ile ilişkili olduğu düşünülmektedir.

Yağsız süt tozlarının depolama periyodu boyunca duyusal değerlendirmesinde görünüm ve aroma açısından kontrol örneklerine kıyasla MF süt tozu örnekleri daha iyi duyusal puanlar almıştır. Bu farklılığın, süt tozlarının depolanmasında rengini, aromasını

ve besinsel özelliklerini etkileyen Maillard reaksiyonunun etkisinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. MF süt tozları içinden de soğutulmamış il içi süttten yapılan süt tozlarının diğerlerine göre daha iyi değerlendirme puanları aldıkları belirlenmiştir.

5.2. Öneriler

Süt fabrikalarına gelen ve süt tozuna işlenecek olan sütler hem il içinden hem de il dışından farklı taşıma özellikleriyle temin edilmekte ve standart bir taşıma uygulaması pek mümkün olmamaktadır. Bu farklı nakliye özelliklerinin süttün mikrobiyolojik popülasyonu başta olmak üzere çeşitli kalite özelliklerini etkilediği görülmüştür. Standart bir ürün için hammaddenin de standart bileşim ve kalitede olması çok önemlidir. Yağsız süt tozu üretiminde, MF ön işlemleri ile süttlerin mikrobiyolojik yükünde önemli bir azalma sağlanarak süt tozuna işlenmiş ve nihai ürünün de mikrobiyolojik kalitesinin iyileştiği görülmüştür. Süt tozlarının fonksiyonel özelliklerini (ıslanabilirlik, dağılılılılık ve köpük oluşumu vs.) iyileştirmesi göz önünde bulundurulduğunda, süte uygulanan MF ön işleminin süt tozu endüstrisi için yenilikçi bir yaklaşım olabileceği düşünülmektedir. Bu sebeplerden dolayı endüstriyel yağsız süt tozunun üretiminde süttün ön işlemleri olarak 0.5 µm veya 0.8 µm MF uygulaması tavsiye edilebilir. Daha iyi bir mikrobiyal içerik için 0.5 µm gözenek boyutu tercih edilebilir nitelikte bulunmuştur. Ancak 0.5 µm'den daha küçük gözenek boyutu kullanımının süt bileşenlerinin membrandan geçişini zorlaştırabileceği ve bileşen kayıplarına sebep olabileceği düşünülmektedir. Değişen ve gelişen teknoloji ile birlikte, MF teknolojisinin süt endüstrisinde uygulama alanına sahip bir işlemleri olarak, süt tozu üretim prosesine dahil edilebileceği sonucuna varılmıştır. Böylelikle, fonksiyonel özellikleri ve mikrobiyolojik kalitesi iyileşmiş süt tozları üretilebilir.

6. KAYNAKLAR

- Abbas, K. A., Lasekan, O., and Khalil, S. K., 2010, The significance of glass transition temperature in processing of selected fried food products: A review, *Modern Applied Science*, 4(5), 3.
- ADPI, 2002, Standards for grades of dry milk, Including methods of analysis, Bulletin 916, American Dairy Products Institute, Elmhurst, IL.
- ADPI, 2020. Skim milk powder (smp) standard. Elmhurst, IL, American Dairy Products Institute.
- Akal, C., and Taban, B. M., 2020, The influence of microfiltration on raw milk quality. *Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology*, 8(9), 1935-1941.
- Al-Akoum, O., Ding, L. H., and Jaffrin, M. Y., 2002, Microfiltration and ultrafiltration of UHT skim milk with a vibrating membrane module, *Separation and Purification Technology*, 28(3), 219-234.
- AOAC, 2005, Official methods of analysis of AOAC international (18th), AOAC International, Washington, DC.
- Baruah, G. L., Nayak, A., ve Belfort, G., 2006, Scale-up from laboratory microfiltration to a ceramic pilot plant: Design and performance, *Journal of Membrane Science*, 274(1-2), 56-63.
- Belna, M., Ndiaye, A., Taillandier, F., Agabriel, L., Marie, A. L., and Gésan-Guizieu, G., (2020), Formulating multiobjective optimization of 0.1 µm microfiltration of skim milk, *Food and Bioproducts Processing*, 124, 244-257.
- Benkovic, M., and Bauman, I., 2009, Flow properties of commercial infant formula powders, *World Academy of Science, Engineering and Technology*, 54(6), 495-499.
- Brans, G. B. P. W., Schroën, C. G. P. H., Van der Sman, R. G. M., and Boom, R. M., 2004, Membrane fractionation of milk: state of the art and challenges, *Journal of Membrane Science*, 243(1-2), 263-272.
- Burgess, S. A., Lindsay, D., and Flint, S. H., 2010, Thermophilic bacilli and their importance in dairy processing. *International Journal of Food Microbiology*, 144(2), 215-225.
- Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., and Fellman, J. K., 2012, Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder, *Journal of Food Engineering*, 111(1), 135-148.
- Caplan, Z., and Barbano, D. M., 2013, Shelf life of pasteurized microfiltered milk containing 2% fat, *Journal of Dairy Science*, 96(12), 8035-8046.

- Caric, M., and Kalab, M. 1987, Effects of drying techniques on milk powders quality and microstructure: A review, *Food Structure*, 6(2), 9.
- Carter, B. P., and Schmidt, S. J., 2012, Developments in glass transition determination in foods using moisture sorption isotherms, *Food Chemistry*, 132(4), 1693-1698.
- Celestino, E. L., Iyer, M., and Roginski, H., 1997a, Reconstituted UHT-treated milk: Effects of raw milk, powder quality and storage conditions of UHT milk on its physico-chemical attributes and flavour, *International Dairy Journal*, 7(2-3), 129-140.
- Celestino, E. L., Iyer, M., and Roginski, H., 1997b, The effects of refrigerated storage of raw milk on the quality of whole milk powder stored for different periods, *International Dairy Journal*, 7(2-3), 119-127.
- Chen, L. D. R. M., Daniel, R. M., and Coolbear, T., 2003, Detection and impact of protease and lipase activities in milk and milk powders, *International Dairy Journal*, 13(4), 255-275.
- Christiansen, P., Nielsen, E. W., Vogensen, F. K., Brogren, C. H., and Ardö, Y., 2006, Heat resistance of *Lactobacillus paracasei* isolated from semi-hard cheese made of pasteurised milk, *International Dairy Journal*, 16(10), 1196-1204.
- Crowley, S. V., Kelly, A. L., Schuck, P., Jeantet, R., and O'mahony, J. A., 2016, Rehydration and solubility characteristics of high-protein dairy powders, *Advanced Dairy Chemistry*, 99-131.
- De Block, J., Merchiers, M., Mortier, L., Braekman, A., Ooghe, W., and Van Renterghem, R., 2003, Monitoring nutritional quality of milk powders: capillary electrophoresis of the whey protein fraction compared with other methods, *International Dairy Journal*, 13(2-3), 87-94.
- Debon, J., Prudêncio, E. S., and Petrus, J. C. C., 2010, Rheological and physico-chemical characterization of prebiotic microfiltered fermented milk, *Journal of Food Engineering*, 99(2), 128-135.
- Deeth, H. C., and Fitz-Gerald, C. H., Wood, A.F., 1975, A Convenient method for determining the extent of lipolysis in milk, *Australian Journal of Dairy Technology*, 30(9), 109-111.
- Deveci, O., 1999, Farklı iki teknikle üretilen sprey yağsız süttozlarının bazı nitelikleri üzerine bir araştırma, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi*, Ankara.
- Döring, S. R., (2013), *U.S. Patent application No. 13/923,520*.
- Driscoll, N. R., Brennand, C. P., and Hendricks, D. G., 1985, Sensory quality of nonfat dry milk after long-term storage, *Journal of Dairy Science*, 68(8), 1931-1935.

- El-Samragy, Y. A., Hansen, C. L., and McMahon, D. J., 1993, Production of ultrafiltered skim milk retentate powder. 1. Composition and physical properties, *Journal of Dairy Science*, 76(2), 388-392.
- Elwell, M. W., and Barbano, D. M., 2006, Use of microfiltration to improve fluid milk quality, *Journal of Dairy Science*, 89, E20-E30.
- Er, B., Sert, D., and Mercan, E., 2019, Production of skim milk powder by spray-drying from transglutaminase treated milk concentrates: Effects on physicochemical, powder flow, thermal and microstructural characteristics, *International Dairy Journal*, 99, 104544.
- Eshpari, H., 2011, Evaluation of vacuum packaging on the physical properties, solubility, and storage space of dairy powders, California Polytechnic State University, San Luis Obispo.
- Eugster, E., and Jakob, E., 2019, Pre-treatments of Milk and their Effect on the Food Safety of Cheese, *Milk Science International-Milchwissenschaft*, 72(8), 45-52.
- Farkye, N. Y., 2006, Significance of milk fat in milk powder, *In Advanced Dairy Chemistry Volume 2 Lipids* (pp. 451-465), Springer, Boston, MA.
- Fauquant, J., Beaucher, E., Sinet, C., Robert, B., and Lopez, C., 2014, Combination of homogenization and cross-flow microfiltration to remove microorganisms from industrial buttermilks with an efficient permeation of proteins and lipids, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 21, 131-141.
- Fernández García, L., Álvarez Blanco, S., and Riera Rodríguez, F. A., 2013, Microfiltration applied to dairy streams: removal of bacteria, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(2), 187-196.
- Fernández García, L., and Riera Rodríguez, F. A., 2015, Microfiltration of milk with third generation ceramic membranes. *Chemical Engineering Communications*, 202(11), 1455-1462.
- Fitzpatrick, J. J., Iqbal, T., Delaney, C., Twomey, T., and Keogh, M. K., 2004, Effect of powder properties and storage conditions on the flowability of milk powders with different fat contents, *Journal of Food Engineering*, 64(4), 435-444.
- Fonseca, C. R., Bordin, K., Fernandes, A. M., Rodrigues, C. E. C., Corassin, C. H., Cruz, A. G., and Oliveira, C. A. F., 2013, Storage of refrigerated raw goat milk affecting the quality of whole milk powder, *Journal of Dairy Science*, 96(7), 4716-4724.
- France, T. C., Kelly, A. L., Crowley, S. V., and O'Mahony, J. A., 2021, The effects of temperature and transmembrane pressure on protein, calcium and plasmin partitioning during microfiltration of skim milk, *International Dairy Journal*, 114, 104930.
- Francis, F. J., 1998, Color analysis. In: Food analysis, Eds: Nielsen S. Gaithersburg, MD: Aspen Publishers, p. 599-612.

- Fritsch, J. A. C. I. M., and Moraru, C. I., 2008, Development and optimization of a carbon dioxide-aided cold microfiltration process for the physical removal of microorganisms and somatic cells from skim milk, *Journal of Dairy Science*, 91(10), 3744-3760.
- Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M., Dumoulin, E., 2006, Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration, *J. Food Eng.*, 75, pp. 27-35.
- Fyfe, K., Kravchuk, O., Nguyen, A. V., Deeth, H., and Bhandari, B., 2011, Influence of dryer type on surface characteristics of milk powders, *Drying Technology*, 29(7), 758-769.
- Gaiani, C., Boyanova, P., Hussain, R., Pazos, I. M., Karam, M. C., Burgain, J., and Scher, J., 2011, Morphological descriptors and colour as a tool to better understand rehydration properties of dairy powders, *International Dairy Journal*, 21(7), 462-469.
- Gaiani, C., Ehrhardt, J. J., Scher, J., Hardy, J., Desobry, S., and Banon, S., 2006, Surface composition of dairy powders observed by X-ray photoelectron spectroscopy and effects on their rehydration properties, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 49(1), 71-78.
- García, L. F., and Rodríguez, F. R., 2014, Combination of microfiltration and heat treatment for ESL milk production: Impact on shelf life, *Journal of Food Engineering*, 128, 1-9.
- Garem, A., Schuck, P., and Maubois, J. L., 2000, Cheesemaking properties of a new dairy-based powder made by a combination of microfiltration and ultrafiltration, *Le Lait*, 80(1), 25-32.
- GEA, 2004, A 25 a - ash content, GEA Niro, GEA Niro Method No. A 25 a.
- GEA, 2005, A 9 b - total fat by gerber/teichert, GEA Niro, GEA Niro Method No. A 9 b.
- GEA, 2006a, A 1 b - powder moisture accurate standard method, GEA Niro, GEA Niro Method No. A 1 b.
- GEA, 2006b, A 19 a - titratable acidity, GEA Niro. GEA Niro Method No. A 19 a.
- Gésan-Guiziou, G., 2010, Removal of bacteria, spores and somatic cells from milk by centrifugation and microfiltration techniques, *In Improving the safety and quality of milk* (pp. 349-372). Woodhead Publishing.
- Gésan-Guiziou, G., 2013, Separation technologies in dairy and egg processing. *In Separation, extraction and concentration processes in the food, beverage and nutraceutical industries* (pp. 341-380), Woodhead Publishing.

- Gombas, A., Szabó-Révész, P., Kata, M., Regdon, G., and Erős, I., 2002, Quantitative determination of crystallinity of α -lactose monohydrate by DSC, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 68(2), 503-510.
- Goudédranche, H., Fauquant, J., and Maubois, J. L., 2000, Fractionation of globular milk fat by membrane microfiltration, *Le lait*, 80(1), 93-98.
- Govindasamy-Lucey, S., Jaeggi, J. J., Johnson, M. E., Wang, T., and Lucey, J. A., 2007, Use of cold microfiltration retentates produced with polymeric membranes for standardization of milks for manufacture of pizza cheese, *Journal of Dairy Science*, 90(10), 4552-4568.
- Granger-Delacroix, M., Leconte, N., Garnier-Lambrouin, F., Le Goff, F., Van Audenhaege, M., and Gésan-Guiziou, G., 2020, Transmembrane pressure and recovery of serum proteins during microfiltration of skimmed milk subjected to different storage and treatment conditions, *Foods*, 9(4), 390.
- Griep, E. R., Cheng, Y., and Moraru, C. I., 2018, Efficient removal of spores from skim milk using cold microfiltration: Spore size and surface property considerations, *Journal of Dairy Science*, 101(11), 9703-9713.
- Grigioni, G., Biolatto, A., Irurueta, M., Sancho, A. M., Páez, R., and Pensel, N., 2007, Color changes of milk powder due to heat treatments and season of manufacture cambios en el color de leche en polvo debido a tratamientos térmicos y estación de elaboración, *CYTA-Journal of Food*, 5(5), 335-339.
- Guerra, A., Jonsson, G., Rasmussen, A., Nielsen, E. W., and Edelsten, D., 1997, Low cross-flow velocity microfiltration of skim milk for removal of bacterial spores, *International Dairy Journal*, 7(12), 849-861.
- Gulati, A., Hennessy, D., O'Donovan, M., McManus, J. J., Fenelon, M. A., and Guinee, T. P., 2019, Dairy cow feeding system alters the characteristics of low-heat skim milk powder and processability of reconstituted skim milk, *Journal of Dairy Science*, 102(10), 8630-8647.
- Hansen, S. F., Hogan, S. A., Tobin, J., Rasmussen, J. T., Larsen, L. B., ve Wiking, L., 2020, Microfiltration of raw milk for production of high-purity milk fat globule membrane material, *Journal of Food Engineering*, 276, 109887.
- Hantsis-Zacharov, E., and Halpern, M., 2007, Culturable psychrotrophic bacterial communities in raw milk and their proteolytic and lipolytic traits. *Applied and environmental microbiology*, 73(22), 7162-7168.
- Haque, M. K., and Roos, Y. H., 2004, Water plasticization and crystallization of lactose in spray-dried lactose/protein mixtures, *Journal of Food Science*, 69(1), FEP23-FEP29.
- Heidebrecht, H. J., Toro-Sierra, J., and Kulozik, U., 2018, Concentration of immunoglobulins in microfiltration permeates of skim milk: Impact of

transmembrane pressure and temperature on the IgG transmission using different ceramic membrane types and pore sizes, *Foods*, 7(7), 101.

Hoffmann, W., Kiesner, C., Clawin-Rädecker, I. N. G. R. I. D., Martin, D., Einhoff, K., Lorenzen, P. C., ... and Teufel, P., 2006, Processing of extended shelf life milk using microfiltration, *International Journal of Dairy Technology*, 59(4), 229-235.

Hogan, S. A., Famelart, M. H., O'Callaghan, D. J., and Schuck, P., 2010, A novel technique for determining glass-rubber transition in dairy powders, *Journal of Food Engineering*, 99(1), 76-82.

Hu, K., and Dickson, J. (Eds.), 2015, *Membrane processing for dairy ingredient separation*, John Wiley and Sons.

ISO, E., 2004b, Microbiology of food and animal feeding stuffs—horizontal method for the enumeration of presumptive *Bacillus cereus*-Colony-count technique at 30 C, ISO 7932:2004.

ISO., 2004a, Milk and milk products. Enumeration of colony-forming units of yeasts and/or moulds, Colony-count technique at 25 degrees °C. ISO 6611: 2004, International Organisation for Standardisation, Geneva, Switzerland.

ISO., 2009, Milk and milk products. Method for the enumeration of *Pseudomonas* spp., ISO/TS 11059:2009, International Organisation for Standardisation, Geneva, Switzerland.

ISO., 2013, Microbiology of the food chain—Horizontal method for the enumeration of microorganisms—Part 1: Colony count at 30 degrees C by the pour plate technique, ISO 4833-1:2013, International Organisation for Standardisation, Geneva, Switzerland.

Ji, J., Fitzpatrick, J., Cronin, K., Crean, A., and Miao, S., 2016, Assessment of measurement characteristics for rehydration of milk protein based powders, *Food Hydrocolloids*, 54, 151-161.

Jouppila, K., and Roos, Y. H., 1994, Glass transitions and crystallization in milk powders, *Journal of Dairy Science*, 77(10), 2907-2915.

Jouppila, K., Kansikas, J. and Roos, Y. H., 1997, Glass transition, water plasticization, and lactose crystallization in skim milk powder, *Journal of Dairy Science*, 80 (12), 3152-3160.

Jukkola, A., Partanen, R., Rojas, O. J., and Heino, A., 2016, Separation of milk fat globules via microfiltration: Effect of diafiltration media and opportunities for stream valorization, *Journal of Dairy Science*, 99(11), 8644-8654.

Karagül-Yüceer, Y., Drake, M., and Cadwallader, K. R., 2001, Aroma-active components of nonfat dry milk, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49(6), 2948-2953.

- Keeney, M., Bassette R., 1959, Detection of intermediate compounds in the early stages of browning reaction in milk products¹, *Journal of Dairy Science*, 42(6), 945-960.
- Kelly, A. L., O'Connell, J. E., and Fox, P. F., 2003, Manufacture and properties of milk powders, In *Advanced Dairy Chemistry—1 Proteins* (pp. 1027-1061), Springer, Boston, MA.
- Keogh, M. K., Murray, C. A., and T O'Kennedy, B., 2003, Effects of ultrafiltration of whole milk on some properties of spray-dried milk powders, *International Dairy Journal*, 13(12), 995-1002.
- Kim, E. H. J., Chen, X. D., and Pearce, D., 2002, Surface characterization of four industrial spray-dried dairy powders in relation to chemical composition, structure and wetting property, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 26(3), 197-212.
- Kim, E. H. J., Dong Chen, X., and Pearce, D., 2003, On the mechanisms of surface formation and the surface compositions of industrial milk powders, *Drying Technology*, 21(2), 265-278.
- Kim, E. H. J., Chen, X. D., and Pearce, D., 2005, Effect of surface composition on the flowability of industrial spray-dried dairy powders, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 46(3), 182-187.
- Kim, E. H. J., Chen, X. D., and Pearce, D., 2009a, Surface composition of industrial spray-dried milk powders. 1. Development of surface composition during manufacture, *Journal of Food Engineering*, 94(2), 163-168.
- Kim, E. H. J., Chen, X. D., and Pearce, D., 2009b, Surface composition of industrial spray-dried milk powders. 3. Changes in the surface composition during long-term storage, *Journal of Food Engineering*, 94(2), 182-191.
- Kumar, P., Sharma, N., Ranjan, R., Kumar, S., Bhat, Z. F., and Jeong, D. K., 2013, Perspective of membrane technology in dairy industry: A review, *Asian-Australasian Journal of Animal Sciences*, 26(9), 1347.
- Labuza, T. P., and Dugan Jr, L. R., 1971, Kinetics of lipid oxidation in foods, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 2(3), 355-405.
- Langrish, T. A. G., Marquez, N., and Kota, K., 2006, An investigation and quantitative assessment of particle shape in milk powders from a laboratory-scale spray dryer, *Drying Technology*, 24(12), 1619-1630.
- Lapčík, L., Lapčíková, B., Otyepková, E., Otyepka, M., Vlček, J., Buňka, F., and Salek, R. N., 2015, Surface energy analysis (SEA) and rheology of powder milk dairy products, *Food Chemistry*, 174, 25-30.
- Lawrence, N. D., Kentish, S. E., O'Connor, A. J., Barber, A. R., and Stevens, G. W., 2008, Microfiltration of skim milk using polymeric membranes for casein concentrate manufacture, *Separation and Purification Technology*, 60(3), 237-244.

- Le Berre, O., and Daufin, G., 1998, Microfiltration (0.1 μm) of milk: Effect of protein size and charge, *Journal of Dairy Research*, 65(3), 443-455.
- Le, T. T., Bhandari, B., Holland, J. W., and Deeth, H. C., 2011, Maillard reaction and protein cross-linking in relation to the solubility of milk powders, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(23), 12473-12479.
- Lebrun, P., Krier, F., Mantanus, J., Grohganz, H., Yang, M., Rozet, E., ... and Hubert, P., 2012, Design space approach in the optimization of the spray-drying process. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 80(1), 226-234.
- Lee, J., Chai, C., Park, D. J., Lim, K., and Imm, J. Y., 2014, Novel convenient method to determine wettability and dispersibility of dairy powders, *Korean Journal for Food Science of Animal Resources*, 34(6), 852.
- Li, Y. H., Wang, W. J., Guo, L., Shao, Z. P., and Xu, X. J., 2019, Comparative study on the characteristics and oxidation stability of commercial milk powder during storage, *Journal of Dairy Science*, 102(10), 8785-8797.
- Lindquist, A., 1998, A method for the production of sterile skimmed milk. *Patent PCT WO*, (57549).
- Ma, Y., Ryan, C., Barbano, D. M., Galton, D. M., Rudan, M. A., and Boor, K. J., 2000, Effects of somatic cell count on quality and shelf-life of pasteurized fluid milk, *Journal of Dairy Science*, 83(2), 264-274.
- Maubois, J. L., and Schuck, P., 2005, Membrane technologies for the fractionation of dairy components, *Bulletin-International Dairy Federation*, 400, 2-7.
- Mercan, E., Sert, D., and Akın, N., 2018, Determination of powder flow properties of skim milk powder produced from high-pressure homogenization treated milk concentrates during storage, *LWT*, 97, 279-288.
- Metin, M., 2017, Süt teknolojisi, Sütün bileşimi ve işlenmesi, 15. Baskı, Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir.
- Mistry, V. V., and Maubois, J. L., 2017, Application of membrane separation technology to cheese production, *In Cheese* (pp. 677-697), Academic Press.
- Mistry, V. V., Hassan, H. N., and Robison, D. J., 1992. Effect of lactose and protein on the microstructure of dried milk. *Food Structure*, 11(1), 8.
- Morales, F. J., and Van Boekel, M. A. J. S., 1998, A study on advanced Maillard reaction in heated casein/sugar solutions: colour formation, *International Dairy Journal*, 8(10-11), 907-915.
- Morgan, F., Nouzille, C. A., Baechler, R., Vuataz, G., and Raemy, A., 2005, Lactose crystallisation and early Maillard reaction in skim milk powder and whey protein concentrates, *Le Lait*, 85(4-5), 315-323.

- Mujumdar, A. S., Huang, L. X., and Chen, X. D., 2010, An overview of the recent advances in spray-drying, *Dairy Science and Technology*, 90(2), 211-224.
- Mulder, M., 1996, Basic Principles of Membrane Technology, second edition, Kluwer Academic Publishers, pp. 288–293.
- Murrieta-Pazos, I., Gaiani, C., Galet, L., Cuq, B., Desobry, S., and Scher, J., 2011, Comparative study of particle structure evolution during water sorption: skim and whole milk powders, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 87(1), 1-10.
- Murrieta-Pazos, I., Galet, L., Rolland, C., Scher, J., and Gaiani, C., 2013, Interest of energy dispersive X-ray microanalysis to characterize the surface composition of milk powder particles, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 111, 242-251.
- Muuronen, K., Partanen, R., Heidebrecht, H. J., and Kulozik, U., 2021, Effects of conventional processing methods on whey proteins in production of native whey powder, *International Dairy Journal*, 116, 104959.
- Nanua, J. N., McGregor J. U., Godbert J. S., 2000, Influence of high-oryzanol rice bran oil on the oxidative stability of whole milk powder¹, *Journal of Dairy Science*, 83 (11), 2426-2431.
- Neocleous, M., Barbano, D. M., and Rudan, M. A. 2002, Impact of low concentration factor microfiltration on the composition and aging of Cheddar cheese, *Journal of Dairy Science*, 85(10), 2425-2437.
- Nijdam, J. J., and Langrish, T. A. G., 2006, The effect of surface composition on the functional properties of milk powders, *Journal of Food Engineering*, 77(4), 919-925.
- Nikolova, Y., Petit, J., Sanders, C., Gianfrancesco, A., Desbenoit, N., Frache, G., ... and Gaiani, C., 2014, Is it possible to modulate the structure of skim milk particle through drying process and parameters?, *Journal of Food Engineering*, 142, 179-189.
- Novak, J. S., Call, J., Tomasula, P., and Luchansky, J. B., 2005, An assessment of pasteurization treatment of water, media, and milk with respect to *Bacillus* spores, *Journal of Food Protection*, 68(4), 751-757.
- Oliveira, C. A. F. D., Mestieri, L., Santos, M. V., Moreno, J. F. G., Spers, A., and Germano, P. M. L. 2000, Effect of microbiological characteristics of raw milk on the quality of whole milk powder, *Brazilian Journal of Microbiology*, 31, 95-98.
- Ortega-Rivas, E., 2009, Bulk properties of food particulate materials: an appraisal of their characterisation and relevance in processing, *Food and Bioprocess Technology*, 2(1), 28-44.

- Ostrowska-Ligeża, E., Górska, A., Wirkowska, M., and Koczoń, P., 2012, An assessment of various powdered baby formulas by conventional methods DSC or FT-IR spectroscopy, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 110(1), 465-471.
- Ozmen, L., and Langrish, T. A. G., 2002, Comparison of glass transition temperature and sticky point temperature for skim milk powder, *Drying Technology*, 20(6), 1177-1192.
- Özer, B. H., and Robinson, R. K., 1999, The behaviour of starter cultures in concentrated yoghurt (labneh) produced by different techniques, *LWT-Food Science and Technology*, 32(7), 391-395.
- Özkan, N., Walisinghe, N., and Chen, X. D., 2002, Characterization of stickiness and cake formation in whole and skim milk powders, *Journal of Food Engineering*, 55(4), 293-303.
- Páez, R., Pensel, N., Sabbag, N., Taverna, M., Cuatrin, A., and Zalazar, C., 2006, Changes in free fatty acid composition during storage of whole milk powder. *International Journal of Dairy Technology*, 59(4), 236-241.
- Pafylas, I., Cheryan, M., Mehaia, M. A., and Saglam, N., 1996. Microfiltration of milk with ceramic membranes, *Food Research International*, 29(2), 141-146.
- Paludetti, L. F., Kelly, A. L., O'Brien, B., Jordan, K., and Gleeson, D., 2019, Microbiological quality of milk from farms to milk powder manufacture: an industrial case study, *Journal of Dairy Research*, 86(2), 242-247.
- Panopoulos, G., Moatsou, G., Psychogyiopolou, C., and Moschopoulou, E., 2020, Microfiltration of ovine and bovine milk: Effect on microbial counts and biochemical characteristics, *Foods*, 9(3), 284.
- Panthi, R. R., Bot, F., Shibu, S. N., Saladukha, D., Ochalski, T. J., and O'Mahony, J. A., 2021, Influence of pH adjustment on physicochemical properties of microfiltration retentates of skim milk and rehydration properties of resulting powders, *International Dairy Journal*, 116, 104953.
- Papadatos, A., Neocleous, M., Berger, A. M., and Barbano, D. M., 2003, Economic feasibility evaluation of microfiltration of milk prior to cheesemaking, *Journal of Dairy Science*, 86(5), 1564-1577.
- Park, Y. W., and Haenlein, G. F. (Eds.), 2013, Milk and dairy products in human nutrition: production, composition and health, John Wiley and Sons.
- Pinto, M. S., Pires, A. C., Sant'Ana, H. M., Soares, N. F., and Carvalho, A. F., 2014, Influence of multilayer packaging and microfiltration process on milk shelf life, *Food Packaging and Shelf Life*, 1(2), 151-159.
- Pisecky, J., 1997, Handbook of Milk Powder Manufacture Copenhagen Niro A, A/S.

- Pouliot, Y., 2008, Membrane processes in dairy technology—From a simple idea to worldwide panacea, *International Dairy Journal*, 18(7), 735-740.
- Pugliese, A., Cabassi, G., Chiavaro, E., Paciulli, M., Carini, E., and Mucchetti, G., 2017, Physical characterization of whole and skim dried milk powders, *Journal of Food Science and Technology*, 54(11), 3433-3442.
- Pugliese, A., Paciulli, M., Chiavaro, E., and Mucchetti, G., 2016, Characterization of commercial dried milk and some of its derivatives by differential scanning calorimetry, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 123(3), 2583-2590.
- Rahman, M. S., Al-Hakmani, H., Al-Alawi, A., and Al-Marhubi, I., 2012, Thermal characteristics of freeze-dried camel milk and its major components, *Thermochimica Acta*, 549, 116-123.
- Rankin, S., 2009, Concentrated and dried milk products, In: The sensory evaluation of dairy products, Eds: Clark S., Costello M., Drake M. A., Bodyfelt F. New York: Springer, p. 333-385.
- Robertson, G. L., 2006, Food packaging principles and practice second edition, *Food Science and Technology*-New York-Marcel Dekker-, 152.
- Roos, Y. H., 2002, Importance of glass transition and water activity to spray drying and stability of dairy powders, *Le Lait*, 82(4), 475-484.
- Rysstad, G., and Kolstad, J., 2006, Extended shelf life milk—advances in technology, *International Journal of Dairy Technology*, 59(2), 85-96.
- Saboyainsta, L. V., and Maubois, J. L., 2000, Current developments of microfiltration technology in the dairy industry, *Le Lait*, 80(6), 541-553.
- Schmidt, V. S., Kaufmann, V., Kulozik, U., Scherer, S., and Wenning, M., 2012, Microbial biodiversity, quality and shelf life of microfiltered and pasteurized extended shelf life (ESL) milk from Germany, Austria and Switzerland, *International Journal of Food Microbiology*, 154(1-2), 1-9.
- Schuck, P., Dolivet, A., Méjean, S., and Jeantet, R., 2008, Relative humidity of outlet air: the key parameter to optimize moisture content and water activity of dairy powders, *Dairy Science and Technology*, 88(1), 45-52.
- Schuck, P., Jeantet, R., and Dolivet, A., 2012, Analytical Methods for food and dairy powders, John Wiley and Sons.
- Schuck, P., Mejean, S., Dolivet, A., Jeantet, R., and Bhandari, B., 2007, Keeping quality of dairy ingredients, *Le Lait*, 87(4-5), 481-488.
- Scott, S. A., Brooks, J. D., Rakonjac, J., Walker, K. M., and Flint, S. H., 2007, The formation of thermophilic spores during the manufacture of whole milk powder, *International Journal of Dairy Technology*, 60(2), 109-117.

- Sert, D., Mercan, E., Aydemir, S., and Civelek, M., 2016, Effects of milk somatic cell counts on some physicochemical and functional characteristics of skim and whole milk powders, *Journal of Dairy Science*, 99(7), 5254-5264.
- Sert, D., Mercan, E., Dinkul, M., and Aydemir, S., 2021, Processing of skim milk powder made using sonicated milk concentrates: A study of physicochemical, functional, powder flow and microbiological characteristics, *International Dairy Journal*, 120, 105080.
- Shabbir, M. A., Ahmed, H., Maan, A. A., Rehman, A., Afraz, M. T., Iqbal, M. W., ... and Aadil, R. M., 2020, Effect of non-thermal processing techniques on pathogenic and spoilage microorganisms of milk and milk products, *Food Science and Technology*, 41, 279-294.
- Shakeel-Ur-Rehman, Farkye, N. Y., and Schaffner, A. A., 2003, The effect of multiwall Kraft paper or plastic bags on physico-chemical changes in milk powder during storage at high temperature and humidity, *International Journal of Dairy Technology*, 56(1), 12-16.
- Sharma, A., Jana, A. H., and Chavan, R. S., 2012, Functionality of milk powders and milk-based powders for end use applications—a review, *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 11(5), 518-528.
- Sharma, N., Singh, N. K., and Bhadwal, M. S., 2011, Relationship of somatic cell count and mastitis: An overview, *Asian-Australasian Journal of Animal Sciences*, 24(3), 429-438.
- Shrestha, A. K., Howes, T., Adhikari, B. P., and Bhandari, B. R., 2007, Water sorption and glass transition properties of spray dried lactose hydrolysed skim milk powder, *LWT-Food Science and Technology*, 40(9), 1593-1600.
- Shrestha, A. K., Howes, T., Adhikari, B. P., and Bhandari, B. R., 2008, Spray drying of skim milk mixed with milk permeate: effect on drying behavior, physicochemical properties, and storage stability of powder, *Drying Technology*, 26(2), 239-247.
- Silva, J. V., and O'Mahony, J. A., 2017, Flowability and wetting behaviour of milk protein ingredients as influenced by powder composition, particle size and microstructure, *International Journal of Dairy Technology*, 70(2), 277-286.
- Silva, R.C.S.N., Mileib Vasconcelos, C., Yoko Suda, J., Rodrigues Minim, V. D. P., dos Santos Pires, A. C., and Fernandes de Carvalho, A., 2012, Acceptance of microfiltered milk by consumers aged from 7 to 70 years. *Revista do Instituto Adolfo Lutz (Impresso)*, 71(3), 481-487.
- Soodam, K., and Guinee, T. P., 2018, The case for milk protein standardisation using membrane filtration for improving cheese consistency and quality, *International Journal of Dairy Technology*, 71(2), 277-291.

- Svanborg, S., Johansen, A. G., Abrahamsen, R. K., and Skeie, S. B., 2014, Initial pasteurisation effects on the protein fractionation of skimmed milk by microfiltration, *International Dairy Journal*, 37(1), 26-30.
- Tamime, A. Y. (Ed.), 2009, Dairy powders and concentrated products, John Wiley and Sons.
- Tamime, A. Y. (Ed.), 2012, Membrane processing: dairy and beverage applications, John Wiley and Sons.
- Tan, T. J., Wang, D., and Moraru, C. I., 2014, A physicochemical investigation of membrane fouling in cold microfiltration of skim milk, *Journal of Dairy Science*, 97(8), 4759-4771.
- TGK, 2005, Türk gıda kodeksi koyulaştırılmış süt ve süt tozu tebliği Ankara, 2005/18.
- Tomasula, P. M., Mukhopadhyay, S., Datta, N., Porto-Fett, A., Call, J. E., Luchansky, J. B., ... and Tunick, M., 2011, Pilot-scale crossflow-microfiltration and pasteurization to remove spores of *Bacillus anthracis* (Sterne) from milk, *Journal of Dairy Science*, 94(9), 4277-4291.
- Torlak, E., and Sert, D., 2013, Inactivation of Cronobacter by gaseous ozone in milk powders with different fat contents, *International Dairy Journal*, 32(2), 121-125.
- TÜİK, 2020, Süt ve süt ürünleri üretim miktarı ve değişim oranları, 2019, 2020 Ankara, Türkiye İstatistik Kurumu.
- Van Mıl, P. M., and Jans, J. A., 1991, Storage stability of whole milk powder: effects of process and storage conditions on product properties, *Nederlands Melk en Zuiveltijdschrift*, 45(3), 145-167.
- Vignolles, M. L., Jeantet, R., Lopez, C., and Schuck, P., 2007, Free fat, surface fat and dairy powders: interactions between process and product. A review, *Le Lait*, 87(3), 187-236.
- Vignolles, M. L., Lopez, C., Le Floch-Fouéré, C., Ehrhardt, J. J., Méjean, S., Jeantet, R., and Schuck, P., 2010, Fat supramolecular structure in fat-filled dairy powders: A tool to adjust spray-drying temperatures, *Dairy Science and Technology*, 90(2), 287-300.
- Walkling-Ribeiro, M., Rodríguez-González, O., Jayaram, S., and Griffiths, M. W., 2011, Microbial inactivation and shelf life comparison of 'cold' hurdle processing with pulsed electric fields and microfiltration, and conventional thermal pasteurisation in skim milk, *International Journal of Food Microbiology*, 144(3), 379-386.
- Wang, D., Fritsch, J., and Moraru, C. I., 2019, Shelf life and quality of skim milk processed by cold microfiltration with a 1.4- μm pore size membrane, with or without heat treatment, *Journal of Dairy Science*, 102(10), 8798-8806.

- Xia, X., Tobin, J. T., Sharma, P., Fenelon, M., McSweeney, P. L., and Sheehan, J. J., 2020, Application of a cascade membrane filtration process to standardise serum protein depleted cheese milk for cheddar cheese manufacture, *International Dairy Journal*, 110, 104796.
- Yetiřemiyen, A. P. Y., Yıldız, F. O. Y., ve etin, T. O. Y., 2006, Mikrofiltrre edilmiř stlerin rennin enzimi ile pıhtılařabilme ve teleme niteliklerinin arařtırılması, Ankara niversitesi, Bilimsel Arařtırma Projesi Kesin Raporu, Ankara.
- Yetiřemiyen, A. P. Y., Yıldız, F. O. Y., ve etin, T. O. Y., 2008, Mikrofiltrre stten iřlenmiř ime stlerinin raf mr, Ankara niversitesi, Bilimsel Arařtırma Projesi Kesin Raporu, Ankara.
- Yıldırım, N., and Gen, S., 2017, Energy and exergy analysis of a milk powder production system, *Energy Conversion and Management*, 149, 698-705.
- Zeman, L. J., and Zydney, A. L., 2017, Microfiltration and ultrafiltration: principles and applications, CRC press.
- Zhang, S., Liu, L., Pang, X., Lu, J., Kong, F., and Lv, J., 2016, Use of microfiltration to improve quality and shelf life of ultra-high temperature milk, *Journal of Food Processing and Preservation*, 40(4), 707-714.
- Zhang, W., Liu, Y., Li, Z., Xu, S., Hettinga, K., and Zhou, P., 2021, Retaining bioactive proteins and extending shelf life of skim milk by microfiltration combined with Ultraviolet-C treatment, *LWT*, 141, 110945.
- Zouari, A., Lajnaf, R., Lopez, C., Schuck, P., Attia, H., and Ayadi, M. A., 2021, Physicochemical, techno-functional, and fat melting properties of spray-dried camel and bovine milk powders, *Journal of Food Science*, 86(1), 103-111.
- Zulewska, J., Kowalik, J., and Dec, B., 2018, Flux and transmission of β -casein during cold microfiltration of skim milk subjected to different heat treatments, *Journal of Dairy Science*, 101(12), 10831-10843.