

**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

İNSTANT YOĞURT TOZU ÜRETİM KOŞULLARININ OPTİMİZASYONU

İLYAS ATALAR

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**SAMSUN
2018**

Her hakkı saklıdır.

TEZ ONAYI

İlyas ATALAR tarafından hazırlanan "İstant Yoğurt Tozu Üretim Koşullarının Optimizasyonu" adlı tez çalışması 06.04.2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **Doktora Tezi** olarak kabul edilmiştir.


Danışman Prof. Dr. Fehmi YAZICI
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Jüri Üyeleri

Başkan Prof. Dr. Zekai TARAKÇI
Ordu Üniversitesi
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı



Üye Prof. Dr. Fehmi YAZICI
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

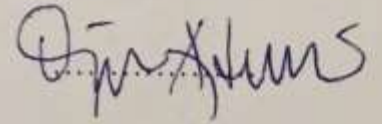


Üye Doç.Dr. Selim CEYLAN
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye Doç.Dr. Hasan TEMİZ
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı



Üye Dr. Öğr. Üyesi Oğuz AYDEMİR
Çankırı Karatekin Üniversitesi
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı



Yukarıdaki sonucu onaylarım

.....
Prof.Dr. Bahtiyar ÖZTÜRK
Enstitü Müdürü

ETİK BEYAN

Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

06/04/2018

.....

Ilyas ATALAR

ÖZET

Doktora Tezi

İNSTANT YOĞURT TOZU ÜRETİM KOŞULLARININ OPTİMİZASYONU

İlyas ATALAR

Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Fehmi YAZICI

Püskürtülerek kurutulmuş yoğurt tozları (kontrol) düşük partikül büyüklüğüne (57 µm) sahip olup partiküller arasında yüksek kohesive kuvvetler mevcuttur. Tozlar su yüzeyinde topaklar oluşturarak ıslanabilme süreleri bir saatten fazla sürmektedir. Düşük partikül büyüklüğü aynı zamanda tozların birim kütlesi başına düşen temas alanı yüksek yapışkanlığa neden olmakta ve tozların akışkanlığını kısıtlamaktadır. Çalışmada aglomerasyon işlemi uygulanarak partikül büyüklüğünde artış meydana getirilerek yoğurt tozları instant forma dönüştürülmüştür. Meydana gelen aglomeratlar düşük yığın, sıkıştırılmış yığın ve partikül yoğunluğuna sahip olup akışkanlık özellikleri geliştirilmiştir. Tezin ilk aşamasında hava giriş sıcaklığı (50-80 °C), atomizasyon basıncı (0.5-1.5 bar) ve püskürtülen bağlayıcı miktarının (50-80 g) aglomerasyon gelişimi üzerine etkisi araştırılmıştır. Yanıt yüzey metodolojisi tozların yüksek rekonstitasyon özellikleri için optimum koşulların belirlenmesinde kullanılmıştır. En uygun aglomerasyon koşulları 62.5 °C hava giriş sıcaklığı, 0.9 bar atomizasyon basıncı ve 68 g bağlayıcı miktarı olarak belirlenmiştir. Çalışmanın ikinci aşamasında aglomerasyon gelişim mekanizması, partikül morfolojisi ve kimyasal bağlar üzerine farklı bağlayıcı çözeltilerinin (saf su, iyonik su ve şeker bazlı bağlayıcılar) etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak şeker bazlı çözeltilerin su bağlayıcılarına kıyasla yüksek partikül büyüklüğü ve gözeneklilik gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca hidrofilik olan şekerler tozların ıslanma süresini kısaltmıştır. Protein yapısındaki N-H gruplarının titreşimleri suyun asitliğinden etkilenmiş ve bu durum çözeltilerin çözünürlüklerinin artmasına yol açmıştır. Partiküllerin küresellik özelliği hidrofilik şeker çözeltileri kullanımı ile artarken uzanım değerleri azalma göstermiştir.

Nisan 2018, 105 sayfa

Anahtar kelimeler: Yoğurt Tozu, Optimizasyon, Akışkan Yatak Kurutma, Aglomerasyon, Bağlayıcılar

ABSTRACT

Doctoral Dissertation

OPTIMIZATION OF INSTANT YOGHURT POWDER PRODUCTION CONDITIONS

İlyas ATALAR

Ondokuz Mayıs University
Graduate School of Sciences
Department of Food Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Fehmi YAZICI

Spray dried yoghurt powder (Control) has small particle size (57 μm) that causes high cohesiveness forces between particles. Wetting time of control yoghurt powder takes more than one hour by forming lump on the surface of water. Smaller particle size causes higher contact surface area per unit mass of powder that limits flowability of yoghurt powder. Yoghurt powder was turned into instant form due to particle size enlargement by applying agglomeration process. In addition, agglomerates showed lower bulk, tapped and particle densities and excellent flowability. Inlet air temperature (50-80 $^{\circ}\text{C}$), atomizing pressure (0.5-1.5 bars) and sprayed water amounts (50-80 g) were used as factors in this study. Response Surface Methodology was used to find the best conditions for the high quality reconstitution properties of yoghurt powder. The best process conditions were determined as 62.5 $^{\circ}\text{C}$ inlet temperature, 0.9 bar atomizing pressure and 68 g sprayed water amount.

At the second part, the influence of different binders (distile, ionic and sugar-based solutions) on agglomeration growth mechanism, particle morphology and chemical bonds were investigated. The results showed that sugar-based binders caused large particle size and porosity compared to water binders. Hydrophilic sugars also improved wettability. b^* value of powders enhanced with sugar binders. The stretching vibration of N-H groups within proteins were affected by acidity of water and resulted in an improvement of powder solubility. Circularity of particles decreased with the usage of hydrophilic sugar solutions while elongation increased.

April 2018, 105 pages

Key Words: Yoğurt Powder, Optimization, Fluid Bed Drying, Agglomeration, Binders

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Bu tezin bilimsel açıdan geliştirilerek son şeklinin verilmesiyle sunulmasında emeği geçen danışman hocam Prof. Dr. Fehmi Yazıcı'ya teşekkür ederim.

Bu tezin bilimsel açıdan gelişmesi yönünde destekleri olan tez izleme komitesi üyeleri Doç. Dr. Hasan Temiz ve Doç. Dr. Selim Ceylan'a teşekkür ederim.

Tezin bazı analiz ve değerlendirilmesi aşamalarında yardımları olan Dr. Öğr. Üyesi. Abdullah Kurt, Arş.Gör.Dr. Furkan Türker Sarıcaoğlu ve Öğr. Gör. Osman Gül'e teşekkür ederim.

Partikül şekli analizlerinin yapıldığı Yıldız Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, partikül boyutu ve SEM görüntüleme analizlerinin yapıldığı Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi görevlilerine teşekkür ederim.

Desteğini hep yanında hissettiğim ve gösterdiği fedakarlıklar neticesinde sonuçlandırdığım bu tez için aileme, eşime ve canım kızıma ayrıca teşekkür ederim.

Nisan 2018, Samsun

İlyas ATALAR

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
1.GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ.....	3
2.1. Aglomerasyon Teknolojisi.....	3
2.2.Yapışkan Partiküllerin Rastgele Çarpışmaları İle Aglomerasyon (Islatmalı Aglomerasyon).....	4
2.2.1. Püskürtmeli kurutma ile aglomerasyon.....	4
2.2.2.Buhar püskürtmeli aglomerasyon sistemleri.....	5
2.2.3. Akışkan yataklı aglomerasyon.....	6
2.2.4. Akışkan yatak kaplama.....	8
2.2.5. Panlı veya diskli aglomerasyon.....	10
2.2.6. Tamburlu aglomerasyon.....	10
2.2.7.Mikser aglomerasyon.....	11
2.3. Kuru Aglomerasyon Teknolojisi.....	12
2.3.1. Basınçlı (Sıkıştırılmalı) aglomerasyon.....	12
2.3.2. Statik basınç altında aglomerasyon.....	13
2.4. Islatmalı Aglomerasyon İşleminin Mekanizması.....	14
2.4.1. Islanma evresi.....	14
2.4.2. Çekirdeklenme evresi.....	15
2.4.3.Gelişme evresi.....	15
2.4.4. Sağlamlaşma evresi.....	16
2.4.5. Kırılma evresi.....	16
2.4.6. Kurutma ile stabilizasyon.....	16
2.5. Aglomerasyon Etkileşim Kuvvetleri.....	16
2.5.1. Katı köprüler.....	17
2.5.2. Sıvı köprüler.....	18
2.5.3. Van der Waals kuvvetleri.....	18
2.5.4. Elektrostatik kuvvetler.....	18

2.5.6. Kenetlenme kuvvetleri	19
2.6. Aglomerat Yapısı ve Toz Özellikleri.....	19
2.7. Aglomeratların Fiziksel Özellikler	20
2.7.1. Yığın yoğunluğu ve Hausner oranı	20
2.7.2. Tozların akışkanlığı	21
2.7.3. Partikül büyüklüğü ve şekli	22
2.7.4. Tozların rehidrasyon ve instant özellikleri.....	22
2.8. Akışkan Yataklı Kurutucu ile İlgili Literatür Çalışmaları.....	25
3. MATERYAL VE YÖNTEM	38
3.1. Materyal.....	38
3.2. Yöntemler	38
3.2.1. Üstten püskürtmeli akışkan yatak aglomerasyon.....	38
3.2.2. Partikül boyutu ölçümü.....	39
3.2.3. Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları	40
3.2.4. Akışkanlık ve yapışkanlık (kohezyon).....	40
3.2.5. Partikül yoğunluğu ve gözeneklilik	42
3.2.6. Su aktivitesi ve nem içeriği	42
3.2.7. Islanabilme ve çözünebilme özelliği.....	42
3.2.8. Mikroskopik analizler	42
3.2.9. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)	43
3.2.10. Partikül morfolojisi	43
3.2.11. Renk ölçümü	45
3.2.12. İstatistiksel değerlendirme	45
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	46
4.1. Akışkan Yataklı Kurutucunun İşlem Koşullarının Yanıt Yüzey Yöntemi İle Optimizasyonu.....	46
4.1.1. Aglomerasyon işlem koşullarının partikül büyüklüğüne etkisi	50
4.1.2. Aglomerasyon işlem koşullarının gevşek, sıkıştırılmış ve partikül yoğunluğuna (görünür yoğunluk) etkisi	52
4.1.3. Aglomerasyon işlem koşullarının gözeneklilik üzerine etkisi	57
4.1.4. Aglomerasyon işlem koşullarının nem içeriği ve su aktivitesi üzerine etkisi.....	59
4.1.5. Aglomerasyon işlem koşullarının yığın oluşturma açısı, Hausner oranı, Carr indeksi değerleri üzerine etkisi	62
4.1.6. Aglomerasyon işlem koşullarının ıslanabilme ve çözülebilme özellikleri üzerine etkisi.....	64
4.1.7. Aglomerasyon işlem koşullarının renk değişimi üzerine etkisi	65

4.1.8 Aglomere tozların mikroskopisi.....	65
4.1.9. Model optimizasyonu.....	67
4.2. Farklı Bağlayıcıların Aglomere Yoğurt Tozu Üzerine Etkisi	69
4.2.1. Bağlayıcı tipinin partikül büyüklüğü üzerine etkisi.....	70
4.2.2. Bağlayıcı tipinin yoğunluk (yığın, sıkıştırılmış ve partikül yoğunluğu) değerleri üzerine etkisi	72
4.2.3. Bağlayıcı tipinin gözeneklilik üzerine etkisi.....	73
4.2.4. Bağlayıcı tipinin ıslanabilme ve çözünbilme özellikleri üzerine etkisi.....	73
4.2.5. Bağlayıcı tipinin Hausner oranı (HR), Carr indeksi ve akışkanlık değerleri üzerine etkisi.....	76
4.2.6. Bağlayıcı tipinin kimyasal bağlar üzerine etkisi (FTIR).....	76
4.2.6. Bağlayıcı tipinin partikül morfolojisi üzerine etkisi	78
4.2.7. Bağlayıcı tipinin renk değerleri üzerine etkisi	83
5.SONUÇ VE ÖNERİLER	84
KAYNAKLAR.....	86
EKLER	90
ÖZGEÇMİŞ	104

SİMGELER VE KISALTMALAR

SİMGELER

$(d_{4,3})$	Hacim ağırlıklı ortalama çap
$(d_{3,2})$	Alan ağırlıklı ortalama çap
(d_{50})	Ortalama partikül büyüklüğü
h	Yığın yüksekliği
r	Yığın ortalama çapı
θ	Yığın oluşturma açısı
ε	Gözeneklilik
ρT	Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu
ρP	Partikül yoğunluğu
L^*	Aydınlık ve karanlığın ölçüsü
a^*	Kırmızılık-yeşillik skalası
b^*	Sarılık-mavilik skalası
b_0	Regresyon sabiti
b_1, b_2, b_3	Lineer katsayılar
b_{11}, b_{22}, b_{33}	Kuadratik katsayılar
b_{12}, b_{23}, b_{31}	Etkileşim katsayılar
X_1, X_2, X_3	Bağımsız değişkenler
R^2	Regrasyon katsayısı
R^2_{adj}	Düzeltilmiş regresyon katsayısı
mL	Mililitre

KISALTMALAR

CI	Carr indeks
HR	Hausner oranı
ANOVA	Varyans analizi
DE	Dekstroz Eşdeğerliği
AOR	Yığın oluşturma açısı
LOF	Model uygunsuzluğu
C.V	Varyasyon katsayı değerleri
aw	Su aktivesi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil tablosu ögesi bulunamadı.

Şekil 2.1.	Çok Aşamalı Püskürtmeli Kurutma Sistemi (a), Entegre Bantlı Kurutucu Sistemi (b).....	5
Şekil 2.2.	Üstten püskürtmeli konik akışkan yatak sistemi için termal bölgeler.....	7
Şekil.2.3.	Partikül kaplamanın prensibi.....	8
Şekil 2.4.	Akışkan kaplama sistemleri: (a) Üstten püskürtme (b) Wurster alttan püskürtme.....	9
Şekil.2.5.	Tamburlu Granülatör Dizaynı.....	10
Şekil 2.6.	Mikserli Granülatör Çalışma Prensibi.....	11
Şekil 2.7.	Basınçlı sıkıştırma işleminin partiküller üzerine etkisi.....	13
Şekil 2.8.	Aglomerasyon prosesinde değişik bağlanma mekanizmaları: (a) kısmi erime ile topaklaşma (b) kimyasal reaksiyon (c) sıvı köprüler (d) moleküler çekim kuvvetleri (e) kenetlenme (interlocking) kuvveti (f) kapiler kuvvetler.....	17
Şekil 2.9.	Soğan yapılı aglomerat (a), Sıkı üzüm yapılı aglomerat (b) yapıları.....	20
Şekil.2.10.	Soğan yapıdan gevşek üzüm yapıya geçiş sırasında meydana gelen değişimler.....	20
Şekil 2.11.	İstandizasyon sırasında gerçekleşen çözünme aşamaları.....	23
Şekil 3.1.	Akışkan Yatak Kurutucu Çalışma Dizaynı.....	39
Şekil 3.2.	Tozların akışkanlık durumlarının karşılaştırılması: Akışkanlığı iyi toz (a), Akışkanlığı kötü toz (b).....	41
Şekil.3.3.	Küresellik değerinin partikül şekli, simetrisi ve yüzey pürüzlülüğü ile ilişkisi.....	43
Şekil.3.4.	Dış bükeylik değerinin partikül şekli, simetrisi ve yüzey pürüzlülüğü ile ilişkisi.....	44
Şekil.3.5.	Gerilim değerinin partikül şekli, simetrisi ve yüzey pürüzlülüğü ile ilişkisi.....	44
Şekil 4.1.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun partikül boyutu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi.....	51
Şekil 4.2.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun yığın yoğunluğu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi.....	53
Şekil 4.3.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun sıkıştırılmış yığın yoğunluğu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi.....	54
Şekil 4.4.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun sıkıştırılmış partikül yoğunluğu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi.....	56
Şekil 4.5.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun gözenekliliği üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi.....	58
Şekil 4.6.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun nem içeriği üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi.....	60
Şekil 4.7.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun su aktivitesi üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi.....	61
Şekil 4.8.	Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun yığın oluşturma açısı üzerindeki etkisi: (a) basınç-sıcaklık, (b) sıcaklık- miktar, (c) basınç-miktar ilişkisi.....	63
Şekil 4.9.	Kontrol ve aglomere yoğurt tozlarına ait SEM görüntüleri. (a) kontrol yoğurt tozuna ait 100x büyütme SEM görüntüsü (b) kontrol yoğurt tozuna ait 500x büyütme SEM görüntüsü (c) en düşük partikül boyutlu örneğe ait 100x büyütme SEM görüntüsü (d)	

	en düşük partikül boyutlu örneğe ait 500x büyütme SEM görüntüsü (e) en yüksek partikül boyutlu örneğe ait 100x büyütme SEM görüntüsü (f) en yüksek partikül boyutlu örneğe ait 500x büyütme SEM görüntüsü.....	66
Şekil 4.10.	Farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının görünümü.....	69
Şekil 4.11.	Kontrol ve şeker bazlı bağlayıcı kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının partikül boyutu dağılımları.....	71
Şekil 4.12.	Kontrol ve farklı pH'daki sular kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının partikül boyutu dağılımları.....	71
Şekil 4.13.	Kontrol yoğurt tozu ile saf su, pH 4 ve pH 10 bağlayıcıları kullanılarak üretilmiş aglomere yoğurt tozlarına ait kimyasal bağlar.....	77
Şekil 4.14.	Kontrol yoğurt tozu ile saf su, laktoz, sükroz, maltodekstrin kullanılarak üretilmiş aglomere yoğurt tozlarına ait kimyasal bağlar.....	78
Şekil 4.15.	Kontrol ve farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen aglomere yoğurt tozlarına ait SEM görüntüleri (100-500x):(A) kontrol yoğurt tozuna ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü; (B) Laktoz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü; (C) Sükroz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü ;(D) Maltodekstrin kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü; (E) Distile su kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü	81
Şekil 4.16.	Kontrol ve farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen aglomere yoğurt tozlarına ait SEM görüntüleri (2000x): (A) kontrol yoğurt tozuna ait 2000x büyütme SEM görüntüsü; (B) Laktoz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü; (C) Sükroz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü ;(D) Maltodekstrin kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü; (E) Distile su kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü.....	82

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1.	Yanıt yüzey deneme planı.....	39
Çizelge 4.1.	Merkezi Yanıt Yöntemi deneme planı ve elde edilen ortalama deneysel sonuçlar.....	47
Çizelge 4.2.	Her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	48
Çizelge 4.3.	Aglomere yoğurt tozunun model uygunluğunu.....	49
Çizelge 4.4.	Aglomerasyon işlem koşullarının renk değerleri üzerine etkisi.....	65
Çizelge 4.5.	Optimum noktadaki tahmini değerler.....	68
Çizelge 4.6.	Optimum noktadaki deneysel değerler.....	68
Çizelge 4.7.	Farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen instant yoğurt tozlarının bazı özellikleri.....	75
Çizelge 4.8.	Farklı bağlayıcı kullanarak üretilen instant yoğurt tozlarının morfolojik özelliklerinin karşılaştırılması.....	80



1.GİRİŞ

Yoğurt tozu fermente bir ürün olan yoğurdun çeşitli kurutma yöntemleriyle kurutulup toz forma dönüştürülmesi ile elde edilen toz üründür. Yaygın olarak çeşitli gıda formülasyonlarında (kraker, cips, bazı çorba çeşitleri) kullanılmaktadır. Gıda bileşeni olarak kullanımının yanı sıra tekrar sulandırma işlemi gerçekleştirilerek direk tüketimi de söz konusudur (Chenve Özkan, 2007; Koc vd, 2014). Gıdaların toz forma dönüştürülmesi, gıdanın hacminde azalma sonucu kolay ve ekonomik taşınım ile uzun raf ömrü gibi avantajlar sağlamaktadır (Forny vd, 2011; Jinapong vd, 2008). Püskürtmeli kurutma teknolojisi gıdaların kurutulması aşamasında yaygın olarak kullanılan tekniklerin başında gelmektedir. Sıcak hava ile ürünün kısa temas süresi yüksek buharlaşma hızına neden olmakta ve tozların ısı kaynaklı kalite kayıplarını minimuma indirilmektedir. Ancak püskürtmeli kurutma işlemi instant toz üretimi üzerine tek başına çözüm olamamaktadır. Tek aşamalı püskürtmeli kurutucudan elde edilen tozların partikül büyüklükleri 50 µm'nin altında kalmakta ve partiküller arasında yüksek kohezyon kuvvetlerine yol açmasından dolayı düşük rekonstitüye özelliği göstermektedir (Chen vd, 2009b; Murrieta-Pazos vd, 2012).

Aglomerasyon (granülasyon) prosesi küçük partiküllerin büyük partiküllere dönüşümü olarak tarif edilmektedir. Literatürde üstten püskürtmeli (Barkouti vd, 2013; Chen vd, 2009a; Ji vd, 2016; Jinapong vd, 2008), alttan püskürtmeli aglomerasyon tekniği (Szulcve Lenart, 2013), yüksek hızlı karışımli granülasyon (Ji vd, 2017) teknikleri çeşitli gıdaların instant hale dönüştürülmesinde kullanılmıştır. Bu tekniklerin eczacılık ve kimya alanlarında yaygın olarak kullanılmasının yanı sıra gıda sanayisinde de kullanımlarının giderek yaygınlaşmaya başladığı bilinmektedir. Islatmalı aglomerasyon teknolojisinin gıdaların çözünme, ıslanma ve batabilme gibi instant özelliklerinin iyileştirilmesinin yanı sıra yüksek partikül büyüklüğü ve gözenekli morfoloji sağlaması, istenilen yüksek kalitede toz üretimine olanak sağlamaktadır. Instant özelliklerin geliştirilmesi tozların tüketici beğenisini arttırmakta, üretim esnasında meydana gelen kayıpları azaltmakta ve bu tozların endüstride işlenebilirliğini kolaylaştırmaktadır.

Partiküllerin aglomerasyon gelişimleri sürekli tekrar eden üç aşamadan meydana gelmektedir. Başlangıç aşamasında toz sıcak hava üzerinde akıcılık özelliği kazanmakta, bağlayıcı çözeltide tozların yüzeyine püskürtülmektedir. Bağlayıcı püskürtülmesi partikülleri nemli hale getirmektedir. Yapışkan partiküllerin birbirleriyle çarpışmalarıyla sıvı köprüler oluşmakta ve adhezyon meydana gelmektedir (Avilés-Avilés vd, 2015; Barkouti vd, 2013; Turchiuli vd,

2013). Sıcak havada kurutma işlemi ile birlikte ıslak partiküller kısmi olarak kuruyarak sağlamlanması gerçekleşmektedir. Püskürtmeli akışkan yatak aglomerasyon sistemlerinde aglomerasyon işlemi; aktif-ıslatma, izotermal ve ısı transfer bölgesi olmak üzere 3 farklı bölümde meydana gelmektedir (Jiménez vd, 2006; Turchiuli vd, 2013). Aglomerasyon işlemi aktif ıslatma bölgede meydana gelirken partiküllerin dengeye gelmesi izotermal bölgede meydana gelmektedir. Püskürtmeli aglomerasyon sisteminde aglomerasyon gelişim kinetiğini etkileyen birçok parametre mevcuttur. Hava hızı, hava giriş sıcaklığı, püskürtme hızı, bağlayıcı miktarı ve çeşidi, atomizasyon basıncı, tozların su tutma kapasiteleri, akışkanlık özellikleri ve konik hücrenin (aglomerasyon işleminin gerçekleştiği alan) büyüklüğü gibi parametreler toz yatağının çökmemesi ve aglomerasyon işleminin başarılı bir şekilde tamamlanabilmesi için optimize edilmesi gereken başlıca işlem koşullarıdır. Bu koşullar düzgün bir şekilde ayarlanmadıkça tozlar aşırı kuruma ile filtrelere ulaşabilmekte, çok fazla nemli kalması durumunda ise ısı transfer alanında yapışıp akışkanlık gösterememektedir. Eğer her iki durumda gerçekleşirse aglomerasyon işlemi başarısız kabul edilmektedir. Bu kapsamda yoğurt tozunun rekonstitüe özelliklerini geliştirmeyi amaçlayan bu tezde akışkan yataklı aglomeratör sistemi kullanılmış olup “Yanıt Yüzey Metodoloji” kullanılarak optimum aglomerasyon işlem koşullarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Tüm denemelerde püskürtülen bağlayıcı olarak distile su kullanılmış olup işlem koşulları olarak hava giriş sıcaklığı (50-80 °C), atomizasyon basıncı (0.5-1.5 bar) ve püskürtülen su miktarı (50-80 g) seçilmiştir. Üretilen tozların partikül büyüklüğü ve yoğunluğu, gözeneklilik, sıkıştırılmış ve gevşek yığın yoğunlukları, ıslanabilme, çözünebilme, akışkanlık, nem ve su aktivitesi özellikleri incelenmiştir. Gerçekleştirilen aglomerasyon işlemleri için istenirlik (desirability) fonksiyonunun sonuçlarına göre en uygun koşullar 62.5°C hava giriş sıcaklığı, 0.9 bar atomizasyon basıncı ve 68 g bağlayıcı miktarı belirlenmiştir. Yüksek partikül büyüklüklü ve gözenekli tozların ıslanabilme, akışkanlık ve çözünebilme özelliklerinde iyileştirme sağlanmıştır. Aynı zamanda aglomeratların gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri düşük bulunmuştur.

Çalışmanın birinci aşamasında optimum koşullar belirlendikten sonra ikinci aşamasında farklı bağlayıcıların yoğurt tozlarının morfolojisi ve fizikokimyasal özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Bağlayıcı çeşitleri olarak distile su (25 °C), laktoz, maltodekstrin (D.E 14) ve sükroz çözeltilerinin %15’lik konsantrasyonları ve iyonize su olarak pH 4 ve 10 tamponları kullanılmıştır. Bağlayıcı çeşitlerinden laktoz kullanımı yüksek partikül büyüklüğüne sahip gözenekli yapıyla aglomeratlar meydana getirmiş ve böylece aglomerasyon işleminin verimliliği artırılmıştır.

2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Aglomerasyon Teknolojisi

Gıdaların toz formlara dönüştürülmesi ürünün raf ömrünü uzatması, taşıma ve depolama masraflarını azaltması, farklı ürün formülasyonlarına katkıda bulunması ve ürünlerin uzak mesafelere gönderilebilmesine olanak kıldığından endüstriyel alanda önem kazanmıştır. Toz ürünlerin tüketici beğenisini kazanması açısından hızlı ve tamamıyla etkin rekonstitüye özellik göstermesi önemli bir kriterdir (Forny vd, 2011). Aglomerasyon teknolojisi bu kapsamda toz formdaki ürünlere uygulanan, ürünün su içerisinde kolay bir şekilde rekonstitüye olabilmeleri için küçük partiküllerin (primer partiküllerin) birbirlerine yapışarak büyük gözenekli aglomeratların (0.1-3 mm) meydana getirdiği işlemdir. Higroskopik olan hammaddelerin depolama boyunca kek oluşturmaları bir çeşit istenmeyen aglomerasyondur. Aglomerasyon katı partiküllerin yapışması olarak tanımlanmakta ve katı yüzeyinin kimyasal ya da fiziksel modifikasyonlarının sonucu olarak partiküller arasında azda olsa fiziksel ve kimyasal değişimlere yol açabilmektedir. Değişim, uygulanan işlem koşulları, partiküller yüzeyi üzerinde fiziksel veya kimyasal yapışmayı sağlayan maddeler (hidrofil, hidrofobik) ve bağlayıcılar ile artırılabilir (Dhanalakshmi vd, 2011). Aglomerasyon işlemi, küçük boyutlu partiküllere granül şekilli yapı ve özellik kazandırmaktadır.

Aglomerasyon teknolojisinin sanayide uygulandığı birçok alan mevcuttur. Gıda dışında seramik maddeler, silika, balık ve hayvan yemlerinde, mikrobiyal ürünlerin üretiminde (enzim, maya ve bakteri granüllerinde) ve ilaç sanayisinde kullanılmaktadır. Gıda endüstrisinde ise kolay akabilen tuz, instant süt tozları, çorba karışımları, instant çikolata karışımı, içecek tozları ve sıkıştırılmış küpler (bulyon) üretiminde kullanılmaktadır. Instant ürün eldesi kapsamında aglomerasyon aşaması, özellikle un, kakao tozu, instant kahve, süt tozu, tatlandırıcılar, meyve suyu tozları ve bitki ekstraktları gibi ürünlerin rekonstitüye özelliklerini geliştirmek amaçlı kullanılmaktadır (Dhanalakshmi vd, 2011; Turchiuli vd, 2005a).

Aglomerasyon işlemi püskürtme, buharlaşma ve kurutma gibi işlemlerin birlikte yürütüldüğü prosestir. Uygulanacak aglomerasyon işleminin seçilmesi ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerinin yanı sıra hammadde ve son ürünün ortalama partikül büyüklüğü, ısıya duyarlılığı, hızlı çözünme ve kolay akışkanlık gibi özellik gereksinimlerine bağlı olarak değişmektedir (Dhanalakshmi vd, 2011; Palzer, 2011). Bağlayıcı sıvı katılıp katılmamasına

bağlı olarak ıslak ya da kuru aglomerasyon gibi alt gruplara ayrılabilir. Islatmalı aglomerasyon işlemi için granülasyon ifadesi de kullanılmaktadır (Dhanalakshmi vd, 2011).

2.2.Yapışkan Partiküllerin Rastgele Çarpışmaları ile Aglomerasyon (Islatmalı Aglomerasyon)

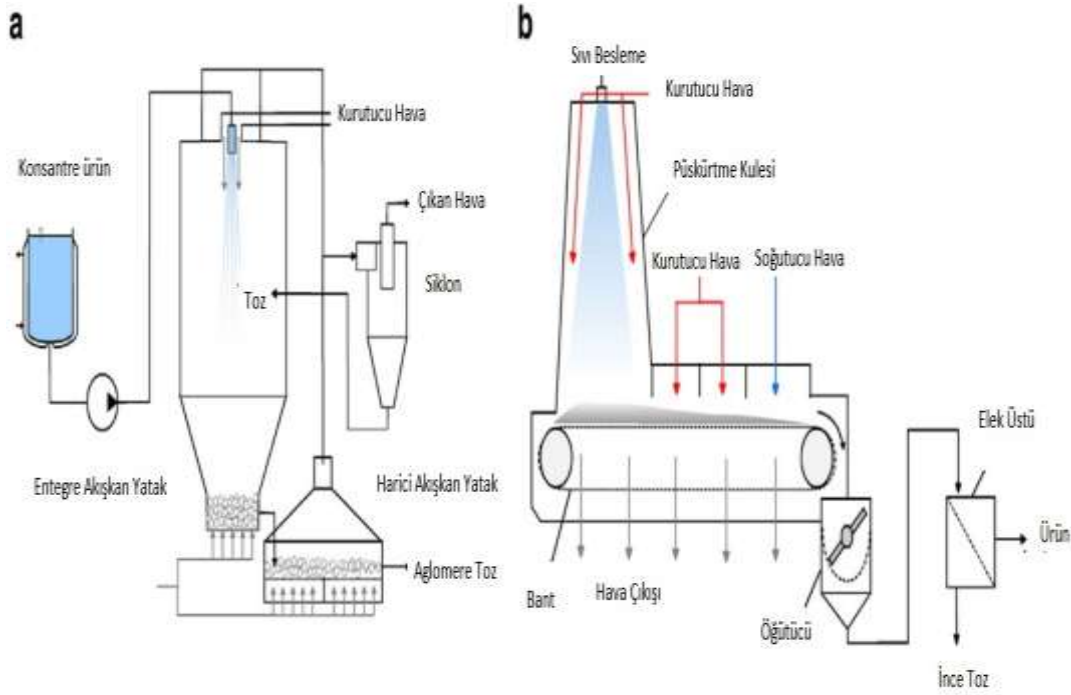
Püskürtmeli kurutma, soğutma, buhar püskürtmeli, akışkan yataklı ve karıştırmalı aglomerasyon teknolojilerinde yapışkan durumda olan partiküller birbirleriyle rastgele olarak çarpışmaktadırlar. Püskürtmeli kurutma ve soğutma teknolojilerinde sıvı formdaki çözelti toz forma dönüşmekte ve ıslak çözelti ile yapışkan hale dönmektedir. Diğer uygulamalarda ise kuru partiküller kullanılıp tekrar ıslatılmakta ya da bağlayıcı bir sıvı ile kısmi olarak kaplanmaktadır. Partiküllerin yapışma kuvvetleri yüzey viskozitelerine, sıvı ile katı kısım arasındaki temas açısına, partikül yüzeyindeki sıvının yüzey gerilimine, partiküllerin kinetik enerjilerine ve temas sürelerine bağlılık göstermektedir (Palzer, 2011).

2.2.1. Püskürtmeli kurutma ile aglomerasyon

Püskürtmeli kurutma sırasında tozların aglomerasyonu sıvı haldeki maddenin küçük partikül boyutlu kurutulmuş tozlara dönüşmesi ile başlamaktadır. Bu amaçla kurutmanın başlangıç aşamalarında ürün ince damlacıklar halinde sıcak hava akımında kurutulmaktadır. Damlacıkların ve partiküllerin ıslak olduğu bölgeye siklon seperatör vasıtasıyla toplanan kuru partiküller tekrar verilmekte ve yarı kurumuş yapışkan partiküller ile çarpışması sağlanarak aglomerasyonu gerçekleştirilmektedir (Cuq vd, 2013). Kuru küçük partiküller atomizatörün yakınından kurutucuya giriş yaparak atomize edilmiş ıslak damlacıklara çarpmakta, böylece 100-150 μ büyüklüğünde birbirine yapışmış partiküller içeren aglomeratlar oluşturulabilmektedir. Yüksek kalitede instant tam yağlı ya da yağsız tozlar için bu sistemler yeterli olabilmektedir (Skanderby vd, 2009). Bu sistemlerde elde edilmiş tozlar, amorf suda çözülebilen özellik göstermekte aynı zamanda gözenekli, düzensiz şekilli kırılgen yapıda daha gelişmiş instant özelliklere sahiptir (Palzer, 2011).

Nemli ya da yüksek yağ içeren tozların kurutma ve aglomerasyon işlemleri için püskürtmeli kurutma sistemlerinin bantlı kurutucu sistemlerle entegre edilerek kullanıldığı sistemler yaygın olarak kullanılmaktadır. Entegre bantlı kurutucu sistemlerde sıvı püskürtme kulesinin içerisine püskürtülmektedir. Yapışkan haldeki partiküller bant üzerine düşmekte kek formunda toz oluşmaktadır. Toz keki sıcak hava akımında kurutulup soğutma bölümüne

taşınmaktadır. Çok aşamalı ve entegre bantlı kurutucuları Şekil 2.1 de gösterilmiştir (Palzer, 2011).



Şekil 2.1 Çok Aşamalı Püskürtmeli Kurutma Sistemi (a), Entegre Bantlı Kurutucu Sistemi (b)

2.2.2. Buhar püskürtmeli aglomerasyon sistemleri

Buhar püskürtmeli aglomerasyon sistemi devamlı bir proses olup gıda endüstrisinde uzun süredir kullanılmaktadır (Schuchmann, 1995). Buhar püskürtmeli sistemlerde partiküllere doymuş buhar püskürtülmektedir. Yoğunlaşan buhar, partiküllerin çarpışmaları sırasında yapışma kuvvetini oluşturan bağlayıcı sıvı etkisini göstermektedir. Yaklaşık % 25-50 su içeren buharın aglomerasyon bölgesinde yoğunlaşması sonucu üründe yaklaşık % 5'lere kadar nem artışına yol açmaktadır (Palzer, 2011).

Amorf suda çözünebilir polimerlerden oluşan tozlar buharlı aglomerasyon sistemlerinde kolayca aglomere olabilmektedir. Su ile amorf madde etkileşimi ve partiküller arası köprülerin oluşturduğu yüksek viskozite sayesinde hızlı aglomerasyon gerçekleşebilmektedir. Partikül yüzeyinde kondense olan su amorf matriks içerisine göç etmekte ve partikül yüzey sıcaklığın 80-90 °C'lere yükselmesine neden olmaktadır. Sonuç olarak partikül yüzeyindeki amorf maddenin viskozitesi 10^8 Pa.s'nin aşağısına düşerken partikül içerisi kuru kalmaktadır (Palzer, 2011). Partikül merkezinin kuru kalması degradasyon reaksiyonunu da azaltmaktadır

(Hogekamp vd, 1996). Etkiden sonra çarpışan partiküllerin yüzeyleri deforme olup stabil hale gelmekte, partiküller arasında yüksek viskoz köprüler oluşmaktadır (Cuq vd, 2013).

2.2.3. Akışkan yataklı aglomerasyon

Akışkan yatak aglomerasyon teknolojisi gıda, kimya ve farmakoloji alanında yaygın kullanılan tekniklerin başında gelip tozların akışkanlık ve instant özelliklerinin iyileştirilmesini sağlamaktadır. Gıda endüstrisinde instant süt tozu, kahve kakao içecekleri, baharatlar, bebek gıdaları ve çorbalarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Turchiuli vd, 2013).

Prencip olarak toz yığının yukarı yöne doğru hava akımı ile akışkan hale getirilip hareket halindeki tozlara bağlayıcı çözeltinin püskürtülmesiyle gerçekleştirilmektedir (Cuq vd, 2013). Amorf suda çözünebilir tozlar için saf suyun bağlayıcı olarak kullanılması yeterli gelebilirken kristal yapılı suda çözünebilir partiküller için viskoz laktöz, mannitol veya hidrokolloid çözeltiler kullanılmaktadır (Palzer, 2011).

Akışkan yatak aglomerasyon işlemi sırasında ıslanma, gelişim, sağlamlaşma, kırılma ve kuruma gibi mekanizmalar kendiliğinden işlem boyunca tekrarlı olarak gerçekleşmektedir (Turchiuli vd, 2005a). Akışkan halde alttan verilen hava hem ısı hem de nem taşıyıcı olarak görev yapmaktadır. Partikül yüzeylerinde suyun buharlaşmasına bağlı olarak ısı tüketimi ürün sıcaklığını düşürücü etki yapmaktadır. Akışkan yatak ile elde edilen aglomeratlar oldukça gözenekli ve düzensiz şekil dağılımı göstermektedir. Küresel aglomeratlar elde etmek için düşük viskoziteli bağlayıcılar kullanmak ya da akışkan hava hızını ve yatak yüksekliğini arttırmak gerekmektedir (Cuq vd, 2013).

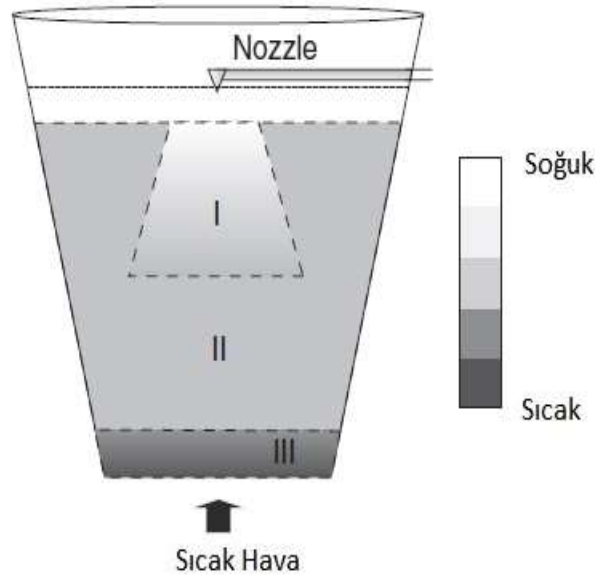
Akışkan yatak işleminde sıvı bağlayıcının püskürtülmesi partikül yüzeyini ıslatmakta ve bağlayıcının film oluşturması ya da partikül yüzey viskozitesinde modifikasyon meydana getirmesinden dolayı partikülleri yapışkan hale getirmektedir (Turchiuli vd, 2005a). Bu durum özellikle karbonhidrat içeren tozların su içeriklerinin artmasıyla camsı geçiş sıcaklıklarının düşüşüne bağlı olarak amorf bileşenlerin elastik faza geçmesiyle gözlemlenmektedir (Turchiuli, 2013). Yapışkan partiküllerin çarpışmasıyla sıvı köprüler veya topaklaşmalarla adhezyon gerçekleşmektedir. Sonrasında sıcak hava ile kurutma işlemi ile oluşan yeni yapının sağlamlaşması gerçekleşmektedir.

Akışkan yatak işlemi boyunca kuvvetli karıştırma, sıcak hava ile kurutma ve ıslatma gibi basamaklar aynı anda gerçekleşse de bu işlemlerin yoğun olduğu üç farklı bölge bulunmaktadır (Şekil 2.2) (Jiménez vd, 2006).

I. Islanma Aktif Bölge; Yatağın üst kısmı olup nozula yakın bölgedir. Yüksek nemlilik ve düşük sıcaklığın olduğu bölge olup partiküllerin ıslanmasıyla toza nemlilik ve sıcaklık geçişleri olmaktadır.

II. İzotermal Bölge; Yatak duvarlarına yakın bölge olup ısı ve kütle transferinin dengelendiği, hava sıcaklığının homojen olduğu bölgedir.

III. Isı Transfer Bölgesi; Hava dağıtıcının tam üzeridir. Bu bölgede giren havanın sıcaklığında üst bölgelerden gelen soğuk partiküllerin enerji absorbe etmesinden dolayı düşme meydana gelmektedir.



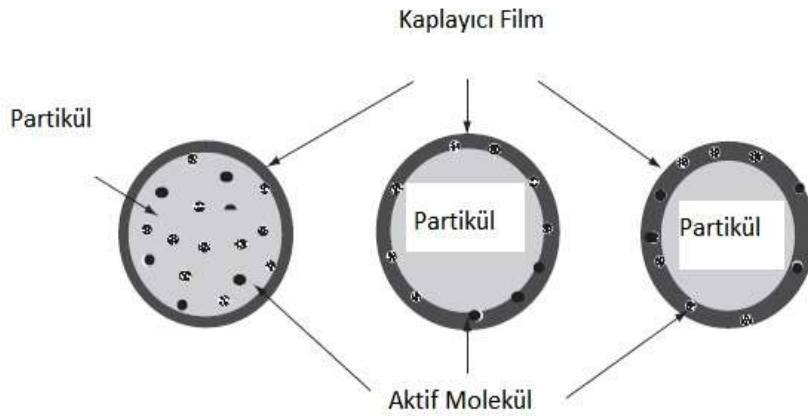
Şekil 2.2 Üstten püskürtmeli konik akışkan yatak sistemi için termal bölgeler

Partiküllerin aglomerasyonu yüzeylerinin bağlayıcı sıvıyla ıslandığı ıslanma aktif bölgede gerçekleşmektedir. Bu bölgenin büyüklüğü ve partiküllerin bu bölgede bulunma süreleri partikül gelişimi açısından oldukça önemli parametrelerdir (Turchiuli, 2013). Hava sıcaklığı ve hızı partikül gelişimi üzerine etkili olan bir diğer parametrelerdir. İyi ayarlanmadığı takdirde aglomerasyon işlemi düzgün şekilde gerçekleşmemektedir. Düşük sıcaklık ve hava hızı partiküllerin aşırı ıslanmasına yol açabilmekte ve akışkan yatakta tozların çökmesine, yatak duvarlarına yapışmasına yol açabilmektedir. Yüksek sıcaklık ve hava hızı ise aglomeratlarda aşırı kurumaya yol açıp ıslanma aşamasının etkisini azaltmakta ve sürtünmeye bağlı olarak aglomeratların dağılmasına sebep olabilmektedir. Aglomerasyon işlemi devam ettikçe polidispers partikül büyüklüğünde aglomeratlar meydana gelmektedir. Küçük ve hafif

partiküller ıslanma aktif bölgeye sıklıkla girerken ağır partiküller izotermal bölgede daha fazla süre kalmaktadır. Aglomeratlar geliştikçe gözenekli yapıda büyük partiküller meydana gelmekte ve yoğunluk azalmaktadır (Ji vd, 2015). Hava hızı sabit kalmak suretiyle aglomerasyon prosesi ilerledikçe yatak yüksekliği azalmaktadır.

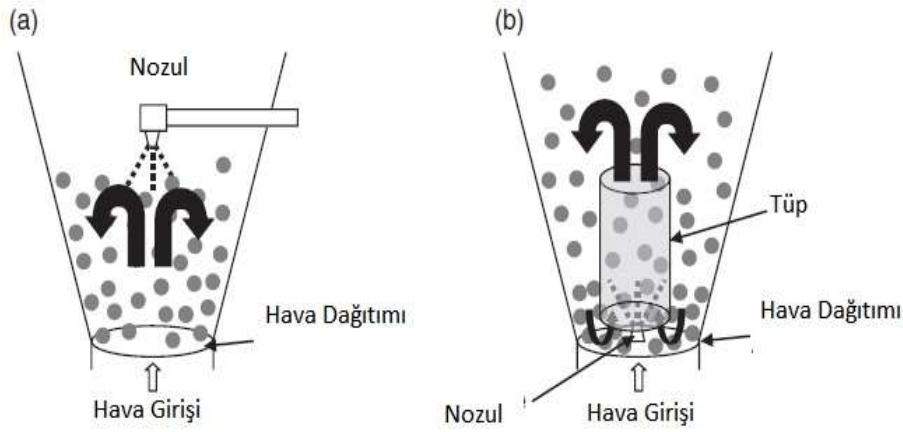
2.2.4. Akışkan yatak kaplama

İlk olarak ilaç bilimi alanında yaygın olan kaplama işlemi zamanla gıda endüstrisinde de kullanım alanı bulmaya başlamıştır. Tüm partikül yüzeyinin ince bir katı kaplama filmi ile kaplanması temeline dayanmaktadır. Kaplayıcı film aktif molekül koruduğu gibi partikül yüzeyinde birikmektedir (Turchiuli, 2013). Kaplama işlemi gıdalarda aktif bileşenlerin korunması, kontrollü salınımlarında, tat ve kokunun maskelenmesinde, partikül yüzey şeklinin ve bileşen modifikasyonlarının kontrollerinde ve erimiş ürünlerin (yağların) kaplanmasında kullanılmaktadır. Şekil 2.3’de kaplama işleminin prensibi gösterilmektedir.



Şekil.2.3.Partikül kaplamanın prensibi

Partikül kaplama işleminde emdirme, daldırma ve film kaplama gibi teknikler kullanılsa da partikül çapı 1 mm’ den az olan partiküllerin kaplanmasında akışkan yatak kullanılabilir (Turchiuli, 2013). Kaplama işlemi püskürtme yapan nozulun konumuna göre alttan ya da üstten olmak üzere iki farklı tasarımla gerçekleştirilebilir (Şekil 2.4) (Turchiuli, 2013).



Şekil 2.4. Akışkan kaplama sistemleri: (a) Üstten püskürtme (b) Wurster alttan püskürtme

Üstten püskürtmeli sistemde toz en alt kısımda bulunan kafes (elek) üzerinde bulunup sıcak hava ile püskürtme alanına kadar kalkmakta ve ıslanma işlemi gerçekleşmektedir. Üst kısımdaki nozuldan püskürtülen damlacıklar partiküllerin yüzeylerinde birikmekte ve sıcak havanın etkisiyle kurumaktadır. Kuruyan partikül tekrar püskürtme alanına girmekte ve işlem tekrar etmektedir. Bu sistemlerde büyük kapasite üretim yapmak mümkündür (1500 kg/parti) (Turchiuli, 2013). Bu sistemin dezavantajı birçok parametrenin aglomerasyon gelişimine etki edebilmesidir. Parametreler düzgün ayarlanamadığı takdirde kontrolsüz aglomerasyon gerçekleşebilmekte ve partiküller arasında aşırı ıslanmadan ötürü büyük topraklar meydana gelebilmektedir. Hava hızı, sıcaklığı, bağlayıcı püskürtme hızı ve miktarı, toz ürün miktarı, sistem genişliği, nozul ile toz arası mesafe, atomizasyon basıncı aglomerasyon işlemi etkileyen başlıca parametrelerdir.

Altan püskürtmeli sistemlerde ise nozul sistemin alt tarafında bulunmakta ve yukarı yönde püskürtme yapmaktadır. Tozla birlikte aynı yönde püskürtme gerçekleşmektedir. Bağlayıcı damlacıklarının kuruma hızı azaldığından partiküllerle hızlı bir şekilde etkileşime girebilmektedir. Partiküller arası etkileşime bağlı olarak kaplayıcı film sürtünmeye maruz kalabilmektedir. Dolayısıyla püskürtülecek sıvı hızı sistemde topaklaşma ve birikinti oluşmaması için düşük hızlarda olmak zorundadır. Wurster prosesinde hücrenin alt kısmına tüp sistemi bulunmakta olup sıvı bağlayıcının püskürtülmesi bu tüp içerisinden olmaktadır. Tozun sirkülasyonu hücrenin üst kısmından başlayıp tüp boyunca yukarı çıkan tozun ıslanma ve kuruma işlemleri bu süreçte gerçekleşmektedir. Tüp kısmının üst kısmında hava hızında azalma meydana gelmekte dolayısıyla partiküller hava tarafından taşınmayıp hücrenin dış kısmına doğru düşmeye başlamaktadır. Dış kısımda hava hızı çok düşüktür. Yoğun partiküller hücrenin

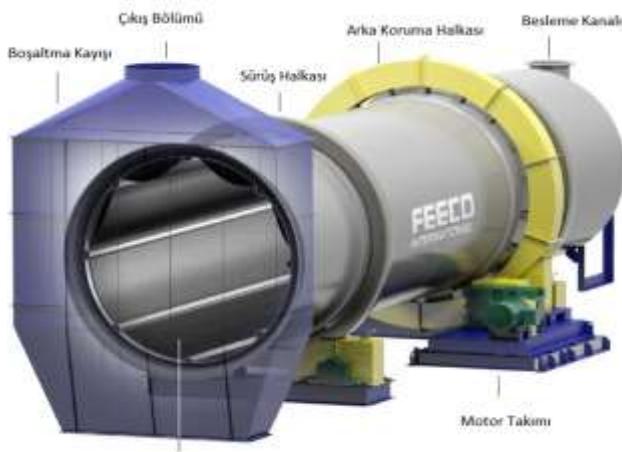
alt kısmına düşüp tüpün içerisine venturi etkisi ile girmekte ve yeni sirkülasyon gerçekleşebilmektedir. Bu sistem kullanılarak homojen ve düzgün kaplamalar meydana getirilebilmektedir (Turchiuli, 2013).

2.2.5. Panlı veya diskli aglomerasyon

Panlı veya diskli aglomeratörler toz yığının döner disk vasıtasıyla karıştırılması prensibine dayanmaktadır. Aglomerasyon dönme etkisiyle sürekli olarak devam ederken santrifüj etkisi ile ayırım sağlanabilmektedir. Partiküller eğimli döner disk üzerinde hareket ederken aynı anda üzerlerine su püskürtülmektedir. Aglomeratların yoğunluğu akışkan yataktan elde edilen aglomeratlara kıyasla daha fazladır. Pan aglomerasyon sistemleri açık sistem olduklarından gıda ve ilaçbilim endüstrisinde kullanımları hijyenik açıdan kısıtlı kalmaktadır (Palzer, 2011).

2.2.6. Tamburlu aglomerasyon

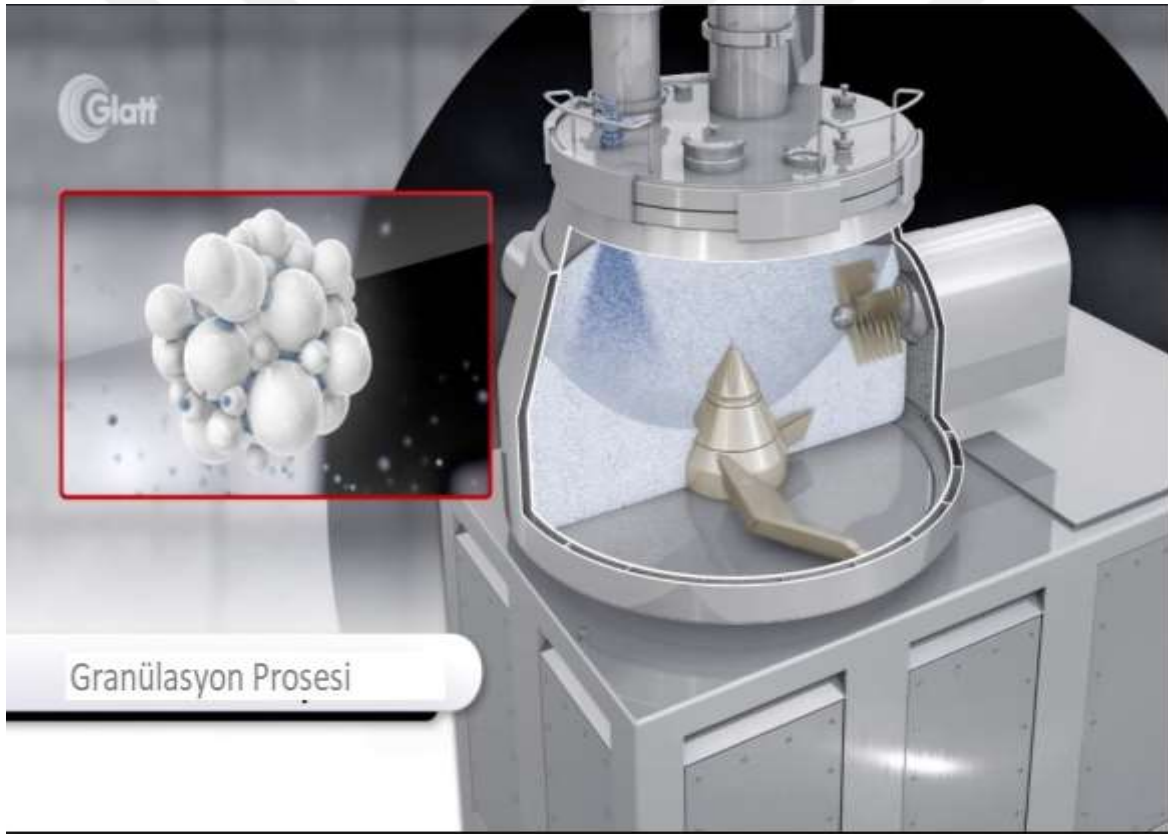
Tozların döner tambur içerisinde karıştırıldıkları sistemdir (Şekil 2.5). Toz tambur içerisinde eğimli konumda dönme etkisi altında hareket etmektedir. Su tambur üzerinden toz üzerine püskürtülmektedir. Elde edilen aglomeratlar dönme etkisinden ötürü küresel biçimde oluşmaktadır. Yüksek karıştırma hızlı mikserlerde elde edilen aglomeratlara kıyasla yoğunlukları daha düşüktür.



Şekil.2.5.Tamburlu Granülatör Dizaynı (<http://feeco.com/granulation-drum/>)

2.2.7. Mikser aglomerasyon

Bu sistemlerde çanak içerisinde bulunan bıçağın dönmesi ile beraber toz yığın karıştırmaktadır. Bıçağın pozisyonuna göre dikey, yatay ve eğik geometriler kullanılmaktadır. Düşük ve yüksek şiddette karışım gerçekleştirilmektedir. Karışım esnasında bağlayıcı direkt tozun üzerine püskürtülmektedir (Şekil 2.6). Yüksek karışimli mikserler uygulayarak elde edilen aglomeratlar yoğun ve çoğunlukla küresel şekilde meydana gelmektedir. Mikser aglomeratörler, kuskus, yemek tozları, protein tozları, nişasta, fırıncılık karışımları, un tozları gibi gıdaların aglomerasyonunda kullanılmaktadır (Ji vd, 2017; Palzer, 2011; Saad vd, 2011).



Şekil 2.6. Mikserli Granulatör Çalışma Prensibi

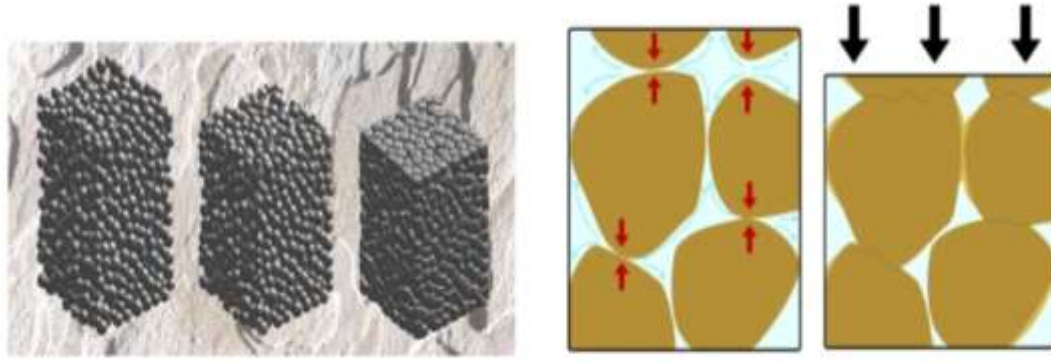
(<https://www.glatt.com/en/processes/granulation/high-shear-granulation/>)

2.3. Kuru Aglomerasyon Teknolojisi

2.3.1. Basınçlı (Sıkıştırılmalı) aglomerasyon

Bu sistemlerde sıkıştırma (Compaction) işlemiyle küçük partiküllerin birbirleriyle bağlanarak büyük yapışkan kütleler meydana gelmektedir. Partiküllerin kuru granülasyonu sıvı bağlayıcı ve kurutma gerektirmediği durumlarda kullanılmakta olup, işlem maliyetleri diğer yöntemlere kıyasla daha azdır. Proses için basit ekipmanlar yeterlidir. Basınçlı aglomerasyon işleminde sıkıştırma kuvvetleri, katı partikül kütlelerini hapsedici kuvvet olarak görev yapmaktadır.

Basınçlı aglomerasyon normal olarak iki aşamada gerçekleşmektedir. İlk aşama olarak uygulanan basınca bağlı olarak partiküllerin tekrar düzene girmesi için kuvvet uygulanmakta sonrasında dik olarak uygulanan basınçla birlikte kırılabilir partiküller kırılmakta, genişleyen partiküller plastik olarak deforme olmaktadır. Basınçlı aglomerasyon işleminin başarısı uygulanan dış kuvvetten etkili bir şekilde yararlanılmaya ve maddenin basınçla sıkıştırma boyunca partiküller arası bağ oluşturma kabiliyetine bağlıdır. Hapsedilen boşluğun geometrisi, uygulanan beslemenin şekline ve maddelerin fiziksel özelliklerine bağlıdır. Sıkıştırma ile aglomerasyon işlemlerinde piston ve kalıp pres benzeri ekipmanlar ile tablet ve döner presler kullanılmaktadır. Yüksek basınçlı aglomerasyonda yüksek derecede sıkıştırma yapmasından dolayı düşük gözenekliliğe sahip toz ürün elde edilmektedir. Düşük ve orta basınçlı aglomerasyon işlemi ile spagetti benzeri ya da silindirik şekilde uzanan üniform aglomeratlar oluşurken, yüksek basınçlı aglomerasyon ile badem benzeri şekiller oluşmaktadır. Basınçlı aglomerasyon yöntemi için en etkili bağlama mekanizması elektrostatik ve Van der Waals gibi kısa zincirli molekülerinin sebebiyet verdiği çekim kuvvetleri tarafından oluşan bağlama mekanizmasıdır. Bu kuvvetler sıvı içerisinde azalmakta ve partiküller sıvıda kolayca dağılacak şekilde ayrılmakta ve instant özellik göstermektedir (Dhanalakshmi vd, 2011). Basınçla aglomerasyon işleminde toz ya da sıvı bağlayıcılar kullanılabilir. Sıvı bağlayıcılardan suyun yanı sıra laktoz, dekstroz, jelatin, gıda gıamları, selüloz ve nişasta türevleri sıkıştırma işlemi ile işlenen tablet ve küp aglomeratlar için yaygın kullanılmaktadır (Dhanalakshmi ve Bhattacharya, 2011).



Şekil 2.7. Basıncı sıkıştırma işleminin partiküller üzerine etkisi

2.3.2. Statik basınç altında aglomerasyon

Bu sistemlerde tozlar sıkıştırma işlemi ile kompakt hale getirilebilmektedir. Statik basıncın etkisi ile küresel partiküller basınç altında deforme olabilmekte ve yüzeyler arasındaki mesafe azalır temas noktalarının artmasına yol açmaktadır. Basınçla aglomerasyon işlemi su püskürtülmeden uygulanırsa aglomerasyon yapışma (adhezyon) kuvvetleri ve Vander Waals kuvvetleri vasıtasıyla gerçekleşmektedir. Sıkıştırma işlemi ile temas noktaları daha da stabilize hale gelebilmektedir. Statik basınç altında aglomerasyon işlemi döner sıkıştırma, tabletleme ya da ekstrüzyon gibi değişik tekniklerle uygulanabilmektedir (Palzer, 2011).

Döner sıkıştırmalı aglomerasyonda ters dönen diskler kullanılır. Toz sürekli olarak ters dönüş yapan iki disk arasındaki boşluktan geçmektedir. Son öğütme aşaması ile aglomeratlara istenilen büyüklük verilmektedir. Oluşan aglomeratlar düzensiz şekilde olup çözünme özellikleri yoğunluklarından ötürü düşüktür. Döner sıkıştırma işlemi kristal sükröz, NaCl, monosodyum glutamat gibi maddelerin aglomerasyonunda kullanılır.

Tabletleme teknolojisinde ise tozlar bir kalıp içerisinde sıkıştırılarak tablet forma dönüştürülmektedir. Meydana gelen tabletin sertliği sıkıştırma işleminin kuvveti, süresi, sıcaklığı ve kullanılan maddenin özelliklerine bağlı olarak değişmektedir. Tabletleme şekerleme ürünlerinde, bulyon tablet üretiminde kullanılabilir. Tablet preslerde sıkıştırma öncesi pres odalarına üniform bir şekilde dağılım göstermesi için yüksek akışkan özellik gösteren maddeler beslenmelidir. Partikül büyüklüğünün üniformitesi, şekli, yüzeyin pürüzlüğü, bileşenin kimyasal yapısına bağlı olarak yapışkanlığı ve nem içeriği tablet preslerin akışkanlık ve dolun özelliklerine etki edebilmektedir (Dhanalakshmi vd, 2011).

Ekstrüzyon sistemlerinde ise tozlar bağlayıcı sıvı ile karışım haline getirilip bir çark içerisinde sıkıştırılmakta ve küçük çaplı delikten geçmeye zorlanmaktadır. Toz % 3-20 oranında ıslatılarak plastikliği ve adhezyon kuvvetleri artırılabilir. Islanan tozlar kalıp içerisindeki hareket halinde pistondan geçirilmektedir. Gerekli olan basınç, deliklerin açık yüzeylerinden geçen tozlar arası sürtünme kuvvetlerinden sağlanmaktadır. Deliklerden geçildikten sonra aglomeratlar bireysel olarak kesilerek silindirik aglomeratlar meydana gelmektedir. Bu teknik suda çözülebilen kristal tozlar, instant çay, aspartam, gluten ve maya ekstraktı gibi bazı gıda maddelerinde kullanılmaktadır.

2.4. Islatmalı Aglomerasyon İşleminin Mekanizması

Islatmalı aglomerasyon sürecinde kuru formda olan partiküllere suyun püskürtülmesi aglomerasyon prosesini başlatmaktadır. Aglomerasyon prosesi birbirlerinin tersi iki mekanizma içermektedir. Bunlardan ilki çekim kuvvetleri olup aglomeratların bağlanmasına yol açarken ve diğeri ise ayrılma kuvvetleri olup aglomeratların yapısını dağıtmaktadır. Aglomerasyon mekanizması altı evreden oluşmaktadır. Bunlar ıslanma, çekirdeklenme, gelişim, sağlamlaşma, kırılma ve stabilizasyon evreleridir (Cuq vd, 2013).

2.4.1. Islanma evresi

İlk aşama olan ıslanma evresi, sıvının partiküllerle teması ile tozun içerisinde homojen dağılımının gerçekleştiği aşamadır. Bağlayıcının dökme ya da damlacık şeklinde püskürtülmesi ile ıslanma evresi gerçekleşebilmektedir. Bağlayıcı dağılımında iki ölçü dikkate alınmalıdır. Partikül ölçeğinde partiküllerin ara yüzeylerinin kapiler kuvvetlerine etkili iken toz ölçeğinde ise karıştırma etkinliğine bağlıdır. Partiküllerin yüzeylerinde sıvı tabakanın varlığı fizikokimyasal reaksiyonları hızlandırmaktadır. Yüzey yapışkanlığı, plastikliği ve çözünme mekanizmalarını arttırmaktadır. Amorf polar moleküllerin su ile etkileşimi plastikliği arttırmakta ve katı yüzey tabakanın viskozitesini azaltmaktadır. Meydana gelen sıvı köprüler güçlenmektedir. Yüzey viskozite değeri 10^6 Pa.s 'nin altına düştüğünde partiküller yapışkan hale gelmektedirler (Palzer, 2011). İki yapışkan partikül çarpıştığında ise plastikleşmiş tabakalar deforme olmakta ve temas alanı artmaktadır. Amorf çözünebilen moleküllerin sıvı faz içerisinde dağılımı katı içeriğinin ve viskozitenin artmasına neden olmaktadır (Cuq vd, 2013). Islatma evresiyle kurutma evresi eşzamanlı olarak gerçekleşmektedir. Püskürtülen su miktarı yapışkanlık meydana getirebilmesi için partikül yüzeyinin temas ettiği bölgesel su miktarına denk olmalıdır (Ronsse vd, 2012). Bölgesel su içeriği zamana ve işlem koşullarına bağlı bir

parametre olup ıslatma hızı ile kurutma hızı arasında dengenin sağlanabilmesi açısından önemlidir (Cuq vd, 2013).

2.4.2. Çekirdeklenme evresi

Partiküllerin bir araya gelmesine bağlı olarak sıvı köprüler ve kapiler kuvvetle stabilize olmaktadır. Sıvı köprülerin şekil ve büyüklüğü partiküllerin yüzey karakterizasyonu (büyüklük, şekil, pürüzlülük, yüzey gözenekliliği) gibi özelliklere bağlıdır. Bağlayıcının toz yatağına düşmesiyle çekirdeklenme meydana gelmektedir. Yapışkan partiküllerin rastgele çarpışmalarının başarılı olması ile gelişme fazı başlamaktadır. Dağılma rejimi ile bağlayıcı damlacıklarının partiküllerden daha düşük olması ince sıvı tabakanın her bir partikülü bireysel olarak kaplanmasına yol açmaktadır. Çekirdeklenme-gelişim fazları sürekli tekrar eden fazlar olarak birçok ıslak partiküllerin başarılı bir şekilde çarpışmalarını kapsamaktadır. Çekirdeklenme ıslanmış olan partiküllerin karışması ile gelişmektedir. Her bir çekirdekte ıslanmış partiküller rastgele çarpışmakta ve sonrasında birleşme meydana gelmektedir. Oluşan çekirdekler gözenekli yapıya sahiptirler. Batma esnasında su damlacıkları partiküllerden daha büyüktür. Çekirdeklenme bağlayıcı ilavesinden hemen sonra gerçekleşirken her bir bağlayıcı damlacığı bir çekirdek vermektedir. Sıvı çekirdeğin iç yapısını doyurmaktadır. Partiküller arası kapiler kuvvetler sıvının viskozitesine, yüzey gerilimine ve ilave edilen su miktarına bağlılık göstermektedir. Sıvı köprünün güçlenmesi için çözünebilir moleküllerin viskozitesinin artması gerekmekte olup bunun için ise çözünme durumuna geçmesi gerekmektedir (Cuq vd, 2013).

2.4.3. Gelişme evresi

Aglomerasyon boyunca sürekli tekrar eden bu aşamada birçok yapışkan partikülün (çekirdeğin) rastgele çarpışmalarının başarılı bir şekilde devam etmesiyle büyük aglomeratlar oluşmaktadır. Gelişme mekanizması işlem koşullarına bağlıdır. Özellikle eklenen sıvının miktarı ve karışım koşulları en önemli faktörlerdir. Aynı zamanda partiküllerin yüzey yapışkanlığı ve çarpışma sırasında kırılmaya karşı göstermiş oldukları direnç gelişmeyi etkilemektedir. Gıda partiküllerinin suyu absorbe etmeleri camsı geçiş sıcaklığı üzerinde moleküler plastikleşmeye olanak sağlamaktadır. Bu durum yüksek plastisiteye ve çarpışan taneler arasında yeterli teması yol açmaktadır (Cuq vd, 2013).

Gelişme aşaması iki şekilde gerçekleşebilmektedir. Bunlar büyük aglomeratların yüzeyine küçük aglomeratların yapışmasıyla ya da aynı büyüklükte iki aglomeratın birleşmesiyle

gerçekleşmektedir. Aglomeratlar arası meydana gelen çarpışma birleşmeye yol açarken çarpışma kinetik enerjisi işlem boyunca azalmaktadır.

2.4.4. Sağlamlama evresi

Sağlamlama mekanizması aglomeratların güçlendiği aşamadır. Kısa süreli işlemler için polar amorf katılar düşük konsantrasyonlarda sıvı köprüler içerisinde bulunmaktadır. Sıvı köprüler partiküller arasında mevcut bulunan kapiler kuvvetler vasıtasıyla stabilize olmaktadır. Uzun işlem koşullarında ise sıvı fazın katı içeriği ve viskozitesi azalmaktadır. Yüksek viskozitelerde adhezyon partiküller arası topaklaşma bağları vasıtasıyla meydana gelmektedir (Palzer, 2011). Partiküllerin su absorpsiyonu partiküller arası mesafenin azalmasına ve temas oranının artmasına yol açmaktadır. Su absorpsiyonu aynı zamanda camsı geçişlilik üzerinde gıda bileşenlerinin plastikleşmesine neden olmaktadır (Cuq vd, 2013).

2.4.5. Kırılma evresi

Agglomerasyon işlemi boyunca çarpışmalar sırasında kırılma kuvvetinin iç çekim kuvvetinden yüksek olması durumunda aglomerat yapılarında kırılmalara yol açmaktadır. Tozların fizikokimyasal reaktivitesi aglomeratlar içerisinde adhezyon kuvvetleri güçlendirmekte ve kırılmaya karşı dirençlerini arttırmaktadır.

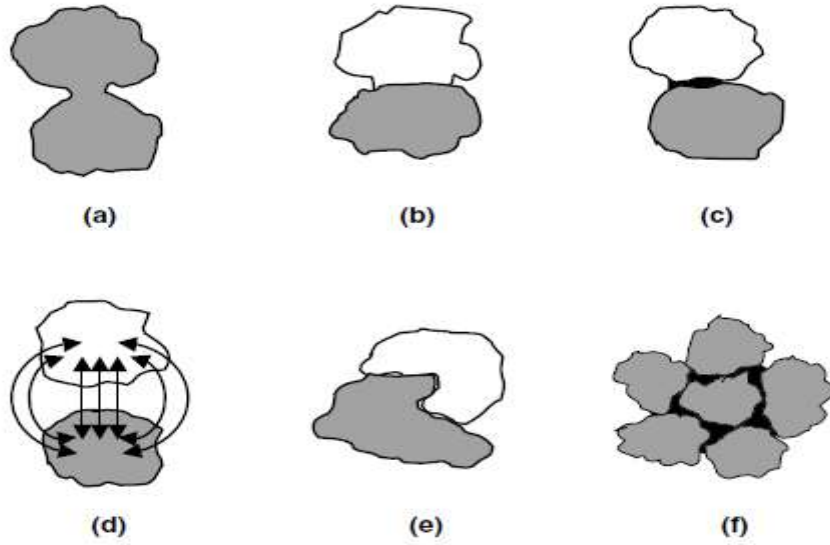
2.4.6. Kurutma ile stabilizasyon

Son kurutma aşamasında tozlarının reaktivitesi kurutma sıcaklığına ve aglomeratların su içeriklerine bağlılık göstermektedir. Akışkan yataklı agglomerasyon prosesinde kurutma işlemi partiküllerin yüzeyindeki suyu uzaklaştırabilmektedir. Su partiküllerin içerisine difüze olabilecek zamanı bulamayabilmektedir. Bu nedenle stabilizasyon aşamasından önce agglomerasyon gelişim evresinin düzgün bir şekilde gerçekleşebilmesi açısından kurutma hızı ile püskürtme hızı arasında oranının iyi bir şekilde ayarlanması gerekmektedir (Cuq vd, 2013).

2.5. Agglomerasyon Etkileşim Kuvvetleri

Çekme-itme ve yerçekimi kuvvetleri partiküller arası etkileşimi düzenleyen kuvvetlerdir. Camsı geçiş sıcaklığı üzerinde bulunan toz partiküllerindeki çekim kuvvetleri partiküllerin birbirine yapışmasını sağlamaktadır. Bağlayıcı kuvvetlere karşı en önemli ayırıcı kuvvet partikül ağırlığıdır. 10 µm'nin altındaki partiküller için doğal çekim kuvvetleri tozlarda meydana gelebilecek ayrılmaları engelleyebilecek kuvvettedir. Bu şekilde doğal agglomerasyon

meydana gelmektedir. Aglomerasyon boyunca ve sonrasında partiküller arası kuvvetler; sıvı köprüler, katı köprüler, Van der Waals kuvvetler, elektrostatik ve kenetleme kuvvetleridir (Dhanalakshmi vd, 2011; Rumph, 1962). Bu bağlar toz partiküller arasında olup partiküllerin birbirlerine yapışarak granüller meydana getirmesine neden olmaktadır. Ayrıcı üretim sonrasında yapılacak paketleme işlemlerinde meydana gelebilecek parçalanmaları engelleyebilecek kuvvette olmalıdırlar. Aglomerasyon sırasında meydana gelen bağlanma mekanizmaları Şekil 2.4’de gösterilmiştir.



Şekil 2.8. Aglomerasyon prosesinde değişik bağlanma mekanizmaları: (a) kısmi erime ile topaklaşma, (b) kimyasal reaksiyon, (c) sıvı köprüler, (d) moleküler çekim kuvvetleri, (e) kenetlenme (interlocking) kuvveti, (f) kapiler kuvvetler (Barbosa-Canovas vd, 2005).

2.5.1. Katı köprüler

Agglomer partiküller arasında madde birikimine bağlı olarak meydana gelmektedir (Dhanalakshmi vd, 2011). Katı köprüler aynı zamanda kimyasal reaksiyonlar, çözülen maddelerin kristalizasyonu ile bağlayıcıların sertleşmesi ve erimiş bileşenlerin katılaşmasıyla meydana gelmektedir (Barbosa-Canovas vd, 2005). Tozların instant hale getirilmesi ve kek oluşumu katı köprüler oluşumuna yol açmaktadır. Katı köprüler bazı durumlarda oldukça sert bir yapı kazanmakta olup meydana gelen topağın dağılması çok güç olmaktadır (Bhandari, 2013).

2.5.2. Sıvı köprüler

Sıvı köprüler ile partikülerin bağlanması sıvı/hava sistemlerinin yüzey gerilimlerinden ve kapiler basınçtan meydana gelmektedir. İnce hareketsiz adsorpsiyon tabakası oluşturmak için yeterli nem miktarının bulunması ile beraber bu tabaka ince partiküllerin bağlanmasına katkıda bulunacaktır. Yüksek viskozitedeki bağlama ortamlarının hareketsiz ince filmleri güçlü bağlar oluşturabilmekte ve oluşan hareketli sıvı tabakalar tarafından kuvvetlenebilmektedir. Hareketli sıvı tabakalar bağlayıcılar ya da sıvı içerisinde çözünen maddeler tarafından oluşan katı köprülerin oluşumu için ön koşuldur (Barbosa-Canovas vd, 2005).

Sıvı köprülerin kurutulması veya kristalizasyonu ile sıvı köprüler katı köprülere dönüşebilmektedir. Yağların oluşturmuş oldukları sıvı köprüler karbonhidratlara kıyasla daha zayıftır. Sıvı köprü oluşumu partikül büyüklüğü, ıslanabilme ve akışkanlığı etkileyebilmektedir. Sıvı köprü oluşumu akışkan yatakta kurutma işleminin yanı sıra pnömatik taşınım ve karıştırma işlemlerini zorlaştırmaktadır. Yüksek yağ içerikli tozların akışkanlık özellikleri sıvı köprü oluşumundan oldukça etkilenmektedir (Bhandari, 2013).

2.5.3. Van der Waals kuvvetleri

Partikül büyüklüğü 1 µm den az olan partiküllerin yakın mesafe çekim kuvvetlerinden sorumlu olan kuvvettir (Feng ve Hays, 2003). Bir molekülün çekirdeğindeki elektrostatik çekimin diğer molekülün elektronuyla etkileşimiyle meydana gelmektedir. Zayıf kuvvette olup hızlıca kırılabilir. Bu tip yapışkanlık çok küçük partiküller arası boşluklardan ötürü nano partiküllerde gözlemlenmektedir. İnce partiküller kurutucuların duvarlarına ve cihazın diğer kısımlarında meydana gelen yapışmalara yol açmaktadır (Bhandari, 2013).

2.5.4. Elektrostatik kuvvetler

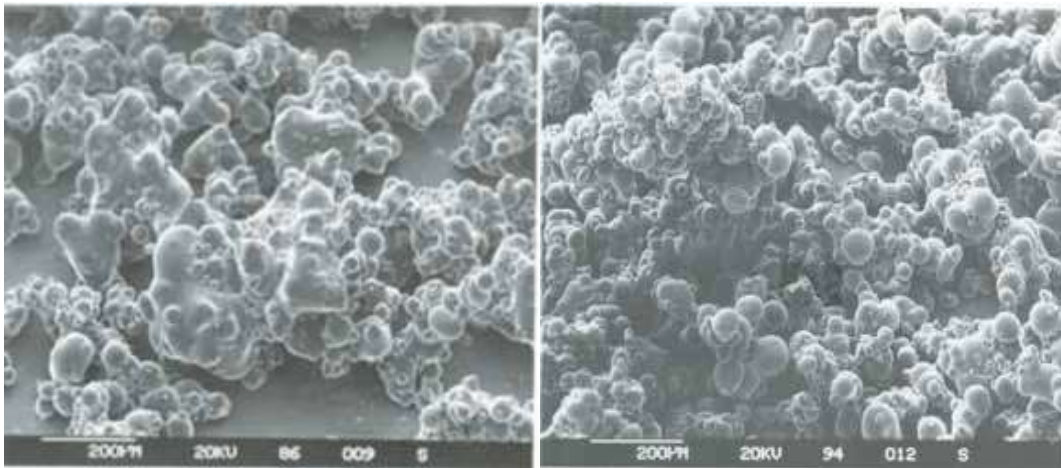
Van der Waals kuvvetleri kısa mesafede etkili iken elektrostatik kuvvetler uzun mesafede etkileşim göstermektedir. Partiküllerin yüzeylerinde meydana gelen sürtünme, yüklü partiküllerde etkileşime yol açmaktadır (Dhanalakshmi vd, 2011). Sürtünmeye bağlı aşırı elektron kazanımıyla partiküllerin yük dağılımını dengeye getirmesi sırasında yapışma meydana gelebilmektedir (Bhandari, 2013). Kurutulmuş partiküllerin yüzey enerjileri akışkan yatak içerisinde hareketleri boyunca oluşan elektrostatik enerjiden etkilenebilmektedir (Ciborowskive ve Wlodarski, 1962). Partiküllerde biriken elektrostatik kuvvetler cihaz duvarlarında yapışmaya neden olabilirler (Bhandari, 2013). Öğütme işlemi oluşan elektrostatik kuvvetlerin dağılması açısından önem taşımaktadır.

2.5.6. Kenetlenme kuvvetleri

Düzensiz ve eşit olmayan şekil ve büyüklükteki partiküller sıkışmaya yol açmaktadır. Partiküllerin sıkıştırma ya da titreşim altında yerlerinin değişmesi sıkışma işlemini arttırmaktadır (Bhandari, 2013). Bunun yanı sıra ıslatma ve kurutma işlemleri oluşan kuvvetleri sağlamlaştırmaktadır (Barbosa-Canovas vd, 2005).

2.6. Aglomerat Yapısı ve Toz Özellikleri

Sistem tasarımı ve farklı işlem koşulları bakımından farklı aglomerat yapılar meydana gelmektedir. Bu durum yığın yoğunluğu, mekanik dayanım, dağılılablme gibi toz özelliklerini etkilemektedir. İnce partiküller tamamen konsantre tarafından sarılmaktadır. Bu tür aglomeratlar soğan yapılı olarak isimlendirilmektedir. Çarpışmalar uzak mesafelerde gerçekleşiyorsa ahududu ya da üzüm benzeri yapı meydana gelmektedir. Soğan yapılı aglomeratlar yüksek mekanik dayanım ve yüksek yığın yoğunluğuna sahip olup rekonstitüye olduktan sonra yavaş bir şekilde dağılım gösteren partiküller meydana gelmektedir. Gevşek aglomerat yapıya doğru ilerledikçe yığın yoğunluğu ve mekanik dayanım yavaşça azalacak ve instant özellikleri gelişecektir. Eğer gevşek üzüm yapısı elde edilirse mekanik dayanımın yavaşlamasına bağlı olarak toz sürtünmelere maruz kalabilecek ve instant özelliklerinde azalmalar meydana gelecektir. Şekil 2.5 a ve b’de soğan yapılı ve sıkı üzüm yapılı aglomerat yapılarının SEM görüntüleri verilmiştir (Tamime, 2009).



(a)

(b)

Şekil 2.9. Soğan yapılı aglomerat (a), Sıkı üzüm yapılı aglomerat (b) yapıları

Sıkı üzüm yapısı ideal olarak görülmektedir. Elde edilen tozlar gelişmiş instant özellik gösterip taşıma ve paketlenme için gerekli mekanik güce sahiptirler. Soğan yapıdan gevşek üzüm yapıya geçiş sırasında meydana gelen değişimler Şekil 2.6. da gösterilmiştir (Tamime, 2009).



Şekil.2.10. Soğan yapıdan gevşek üzüm yapıya geçiş sırasında meydana gelen değişimler

2.7. Aglomeratların Fiziksel Özellikler

2.7.1. Yığın yoğunluğu ve Hausner oranı

Yığın yoğunluğunun ölçümü; depolama, işleme, paketlenme ve dağıtım koşullarının belirlenmesi amacıyla sanayide yaygın olarak gerçekleştirilmektedir. Tozların yığın yoğunluğu, tozun kütesinin hacmine oranı olarak hesaplanmaktadır. Tozun ne kadar sıkı yapıda oldu hakkında bilgi vermektedir. Ölçüm prensibi, ölçülü bir mezür içerisine belirli küttele toz koyularak karşılık geldiği hacmin ölçülmesidir. Herhangi bir sallanma hareketi yapılmadığı takdirde okunan hacme göre hesaplanan yığın yoğunluğu değerine gevşek yığın yoğunluğu denilmektedir. Mezür sallandığı durumda tozlarda sıkışma meydana gelmekte ve kapladığı hacim azalmaktadır. Belirli sayıda sallama işlemi bittikten sonra okunan hacme göre hesaplanan yığın yoğunluğu değerine ise sıkıştırılmış yığın yoğunluğu denir. Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerlikleri kullanılarak tozların akış indekslerini belirleyen Hausner oranı belirlenebilmektedir. Çekim kuvvetleri yüksek olan tozlar yerçekimi kuvvetinin üstesinden

gelebilmekte ve partiküller boşluk alanlarında birbirlerini destekleyebilmektedir. Bu durum yığın içerisinde büyük boşluklar oluşturmaktadır. İlk dökme işleminde fazla hacim bulunmasının sebebi boşluklardır. Sallama işlemi ile kohezyon kuvvetleri etkisi azalmakta ve partiküller boşlukların içerisinde düşmesi gerçekleşmektedir. Düşme gerçekleştikçe tozların hacminde azalmalar meydana gelmektedir. Toz ürünlerin uzun mesafelere gönderilmeleri sırasında yüksek yığın yoğunluklu ürünlerin gönderim masraflarının azlığından dolayı tercih etmektedir. Yüksek yığın yoğunluklu ürünün ambalajlama materyalinden ve depolama maliyetlerinden tasarruf sağlamaktadır. Aglomerasyon işlemi ile elde edilen tozlarda meydana gelen yüksek gözenekli yapıdan dolayı aglomere olmamış örneklere göre düşük yığın yoğunluğu elde edilmektedir (Szulcve Lenart, 2013).

2.7.2. Tozların akışkanlığı

Akışkanlık, akmaya karşı direncin üstesinden gelmek ya da partiküllerin birbirleri üzerinde hareket edilmesi olarak ifade edilmektedir. Akışkanlığın gerçekleşebilmesi için temas halindeki partiküller arasındaki gerçekleşen yüzey etkileşimlerin yenilmesi gerekmektedir. Yüzey etkileşimleri tozların akışına direnç göstermektedir. Yüzey etkileşimleri iç sürtünme ve kohezyon kuvvetlerinden oluşmaktadır. İç sürtünme Coloumb sürtünmesi olup belirli bir basınç altında bir partikülün diğer partikül üzerinde akmasını engellemektedir. Basınç yokken, partiküller arasındaki çekim kuvvetlerinin akışa karşı direnç göstermesi kohezyon kuvvetlerinden kaynaklanmaktadır. Basıncın artmasıyla kohezyon kuvvetleri daha kuvvetli hale gelmektedir. Kuru tozlar için kohezyona sebep olan kuvvetler Van der Waals, elektrostatik ve manyetik kuvvetlerdir (Fitzpatrick, 2013). Bu kuvvetler arasında en önemli kuvvetler Van der Waals kuvvetleridir. Her bir partikül yüzeyinde bulunan atomlar arasında pozitif-negatif çekimler meydana gelmektedir. Düşük partikül boyutu birim toz kütlesi başına temas eden yüzey alanı arttıracığından Van der Waals kuvvetleri de artar. Partiküller arasındaki mesafenin azalması ile Van der Waals kuvvetlerinin hızlıca artmasına partiküllerin birbirine çok sıkı sarılmasına ve sıkışmasına yol açmaktadır. Bu durumdan tabletleme teknolojisinde yararlanılmaktadır. Kohezyon kuvvetlerine katkı yapan bir diğer etken ise yüzeylerde sıvı varlığıdır. Partiküller arası sıvı köprüler meydana gelmektedir. Bu durumda yüzey geriliminin bir sonucu olarak kapiler kuvvetlerin meydana gelmesine yol açmaktadır. Sıvı varlığında Van der Waals kuvvetleri etkisini kaybedip kapiler kuvvetler daha etkin hale gelmektedir. Akış özelliği tozların fiziksel özelliği yanı sıra ortam koşullarından sıcaklık ve neme de bağlı olarak değişim gösterebilmektedir (Turchiuli vd, 2005a).

Tozların akışkanlık özelliğini etkileyen en önemli parametrelerden birisi partikül büyüklüğüdür. Partikül büyüklüğü 200 µm'den az olan tozlarda akışkanlık kötüleşmektedir. Küçük partiküllerin bulunması birim toz kütlesi başına etki yüzeyini arttıracığından dolayı akışkanlık özelliğinin de düşmesine yol açacaktır. Ortalama partikül boyutunun yanı sıra dikkat edilmesi gereken bir diğer kriter partikül dağılımı değeridir. Dağılımda ince partikül oranı çok yüksek ise tek başına ortalama partikül büyüklüğü akışkanlık hakkında net bilgi vermez. İnce partiküller akışkanlığın beklenildiğinden daha düşük olmasına yol açabilmektedir. Akışkanlığı etkileyen bir diğer parametre ise partikül şekli olup partiküller arası yüzey temasını etkilemektedir (Fitzpatrick, 2013).

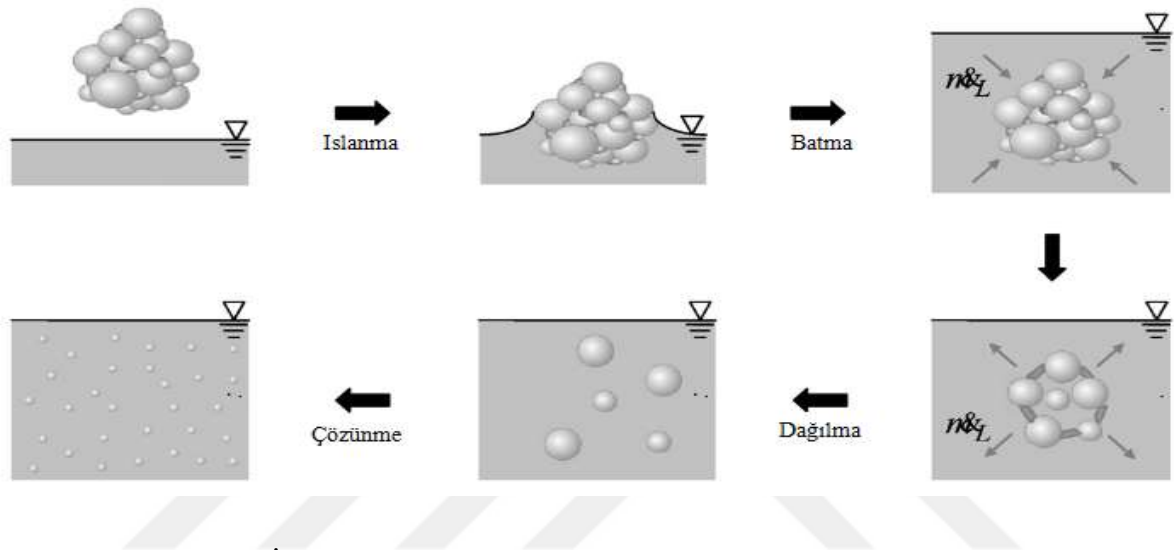
2.7.3. Partikül büyüklüğü ve şekli

Partikül büyüklüğü, partiküllerin fiziksel özellikleri hakkında fikir veren önemli özelliklerinden bir tanesidir. Küre ve silindir gibi basit şekilli partiküllerin büyüklüğü tek ya da birkaç boyut tarafından belirlenmektedir. Düzensiz şekilli olan partiküllerde büyüklük ve şeklin tanımlanmasında çok sayıda boyut bulunmaktadır. Gıda tozlarının şekillerinin tanınmasında küresellik, genişlik ve konvekslik gibi birçok şekil faktörlerinden faydalanılmaktadır (Murrieta-Pazos vd, 2012; Saad vd, 2011). Partikül şekli aglomerasyon mekanizmasını ve oluşan aglomeratların özelliklerini etkilemektedir. Partikül şekli tozların akışkanlığı, paketleme, sıvılarla etkileşim ve tozların pigmentlerle kaplanması gibi faktörleri etkilemektedir. Genel olarak partikül şekilleri iğne, açılı, kristal, dallı yapılı, lifli, pullu, granüllü, düzensiz ve küre gibi şekillerde olabilmektedir (Dhanalakshmi vd, 2011). Toz ya da partikülün büyüklük ifadesi görecelidir. Partikül büyüklüğünü belirlemede temelde geometrik boyutlarla ya da eşdeğer boyutlarla ilgili olan herhangi bir ölçülebilir fiziksel özellik kullanılabilir. Yığın yoğunluğu, sıkıştırılma ve akışkanlık büyük oranda partikül büyüklük ve dağılımına bağlıdır. Tozların büyüklüklerine göre ince ve kaba tozlar kavramları kullanılmaktadır. Önemli ölçüde gıda tozu ince partikül şeklindedir. Partikül büyüklüğünü ölçmeye yarayan yöntemler eleme, mikroskop sayım tekniği ve sedimentasyon teknikleridir.

2.7.4. Tozların rehidrasyon ve instant özellikleri

Çoğunlukla gıdaların su veya sulu sistemler içerisinde rehidrasyonları gerçekleşmektedir. İnanstant rehidrasyon özellikleri tozların topak ya da sediment oluşturmadan hızlı bir şekilde ıslanma ve dağılmalarını olarak bilinmektedir (Kyaw Hla ve Hoge Kamp, 1999). Gıda üreticileri için tozların zayıf instant özellik göstermeleri üretim süresini, maliyetini arttırırken kalite

kayıplarına yol açabilmektedir (Saggin ve Coupland, 2002). Aglomeratların instant özellikleri geliştirilmesi aglomerasyon prosesinin temel amacı olup sıvı yüzeyine aglomeratlar yayılırken dört çözülme özelliğinden faydalanılmaktadır. Bu özellikler sırasıyla kapiler harekete bağlı olarak gözenekli aglomere sistem içerisine sıvı penetrasyonu olarak bilinen ıslanabilme, sıvı yüzeyinden aglomeratların alt kısma batabilmesi, az miktarda karıştırma ile beraber aglomeratların dağılması ve sıvı içerisinde aglomeratların çözünmesi olarak bilinmektedir (Forny vd, 2011). Çözünme mekanizmaları Şekil 2.7’de gösterilmiştir.



Şekil 2.11. İnstandizasyon sırasında gerçekleşen çözünme aşamaları

Islanabilme yığın halindeki tozun kapiler kuvvetler etkisi ile suyu emme yeteneği olarak bilinmektedir. Katı yüzeyin hava ile dolu olan kısmının sıvı fazla dolmasıyla yüzey ile sıvı arasındaki geriliminin belirlenmesi prensibine bağlıdır (Selomulya ve Fang, 2013). Partiküllerin ıslanabilirliği hız kontrollü bir adım olup partikül büyüklüğü ile alakalıdır. Çoğu gıda tozlarında yaklaşık 250-300 μm aralıklarında aglomerat büyüklükleri kritik yığın gözeneklilik değerini aşmadıkça instant özellik gösterebilmektedir (Schubert vd, 2003). Yüzeyde serbest yağ bulunması hidrofobik özellik göstermesi nedeniyle suyun penetrasyonu dolayısıyla ıslanabilirliği azaltmaktadır. Lesitin gibi yüzey aktif ajan kullanımı yağ içeren kurutulmuş üründe ıslanabilirliği arttırabilmektedir. Laktoz bulunması ise camsı geçiş sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklarda kristalizasyonun meydana gelmesine yol açmakta aynı zamanda ıslanabilirliği olumsuz etkilemektedir (Thomas vd, 2004). Laktoz kristalizasyonu süt tozlarının kek oluşturmasının temel neden olup depolama ve ürün kalitelerinde kayıplara yol açmaktadır. Kristalizasyon ile birlikte serbest yağ yüzeye çıkmakta ve sıvı köprüler meydana gelmektedir (Foster vd, 2005). Toz yüzeyine gerçekleşen lipit göçü tozların ıslanabilirliği

üzerine olumsuz etki göstermektedir (Gaiani vd, 2007). Islanma, süt tozu, instant çay ve kahve gibi gıda tozlarının kalite kontrolleri için oldukça önemlidir (Ortega-Rivas vd, 2006).

Batabilme toz partiküllerinin sıvının yüzeyinden aşağıya geçmesi olarak tanımlanmaktadır. Prensipte olarak ıslanma ölçüm yöntemlerine benzer şekilde tespit edildiğinden literatürde ve endüstride birbirlerinin yerine kullanıldığı da görülmektedir. Partikül büyüklüğü ve yoğunluğa bağlı olup yoğun partiküller ince ve hafif olanlara kıyasla daha kolay batabilmektedir (Thomas vd, 2004). Partikül yoğunluğu tozlar için hem katı yoğunluğunu hem de hapsedilen hava yoğunluğunu kapsamaktadır. Katı yoğunluğu tozun bileşimine bağlılık gösterirken hapsedilmiş hava yoğunluğu işlem koşullarına bağlıdır. Örneğin düşük sıcaklıkla üretilmiş süt tozlarında proteinlerin köpük oluşturma özellikleri ile orantılı olarak yüksek oranda hapsedilmiş hava mevcuttur. Yüksek sıcaklıklarda proteinlerin denatüre olmalarından dolayı köpük oluşturma özelliklerini kaybetmekte hava miktarı düşük sıcakta üretilmiş tozlara göre daha azdır (Písecký vd, 1997). Büyük ve yoğun partiküller hızlı batma özelliği göstermiştir. Tozların aglomerasyonu yüksek aglomerat yoğunluğu meydana getirdiğinden batma özelliğini geliştirmektedir. Tozların yüzeyde şişip topak oluşturması batma olayını durdurabilmektedir.

Dağılabilme yüzey üzerinde tozların tek partiküller halinde dağılımını göstermektedir. Tozların çözelti içerisinde dağılma yeteneklerini ele almaktadır. Aglomere partiküller battıklarında yavaşça kopmalar meydana gelmekte ve tekli partiküller halinde sıvı ortam içerisinde dağılmaktadır (Selomulya ve Fang, 2013). Tozların instant olarak sınıflandırılabilmesi için iyi dağılabilme ve ıslanma özelliği göstermelidir. Dağılma partikül büyüklüğü ile artarken ince partiküller (<90µm) oranı artıkça azalmaktadır. Düşük dağılma büyük topaklar oluşumuna yol açmaktadır. Dağılabilme ölçüm testinde kısa sürede dağılmanın önemli olduğu, askıda kalan partiküllerin kalıntı madde olduğu var sayılmaktadır.

Çözünbilme gıda tozlarının birçok fonksiyonel özellikleri tamamen çözünmeleri ve homojen çözelti oluşturabilmelerine bağlıdır. Çözünmeyen bileşenler katı madde kayıplarına yol açmakta ve toz ürün işleme basamaklarında problemlere yol açmaktadır. Hızlı çözülebilme özelliği toz yüzeylerinde küçük hidrofilik moleküller varlığında gerçekleşmektedir. Proteinlerin çözülebilme yetenekleri hidrojen bağları vasıtasıyla polar kısımların su ile etkileşmelerine bağlı iken hidrofobik kısım su ile etkileşimi kısıtlamaktadır. Uzun süre depolanan süt tozlarında çapraz bağlı proteinlerin ağlarının oluşması suyun sızmasına karşı bir bariyer etki gösterebilmekte ve çözünürlüğü azaltabilmektedir (Anema vd, 2006). Lee vd (2006) yapmış oldukları çalışmada yüksek hidrostatik basınç uygulamasının peynir altı suyu proteinlerinin

çözünme özelliğini yüzeyde hidrofobiyi arttırmasından dolayı azalttığını tespit etmişleridir. Sıcaklık ve pH süt tozların çözünürlüklerini etkileyebilecek diğer parametrelerdir (Chen ve Özkan, 2007). Yüksek sıcaklarda üretilmiş tozlarda çapraz bağlı kazein miselleri ve denatüre peynir altı suyu proteinlerinin oluşması çözünmeyen madde içeriğini etkilemiştir (Fang vd, 2012).

2.8. Akışkan Yataklı Kurutucu ile İlgili Literatür Çalışmaları

Jinapong vd (2008) instant soya sütü tozunu ultrafiltrasyon, püskürtmeli kurutma ve akışkan yatak aglomerasyon aşamalarını uygulayarak üretmişlerdir. Ultrafiltrasyon aşaması ile tozların toplam katı madde içeriğinin özellikle de yağ ve protein içeriği artış göstermişken karbonhidrat ve kül içeriğinde azalma meydana gelmiştir. Bu durum püskürtmeli kurutucuda elde edilen tozların partikül büyüklüğü, ıslanabilme ve dağılabilme özelliklerinde artışa yol açmıştır. Püskürtmeli kurutucudan elde edilen tozların partikül büyüklükleri çok küçük olup (<25µm) mevcut kohezyon kuvvetleri zayıf akışkanlık özellik göstermelerine sebep olmuştur. Püskürtmeli kurutucudan elde edilen tozların maltodekstrinin sulu çözeltisinin bağlayıcı olarak kullanılmasıyla aglomerasyonu sonucunda partikül büyüklüğünde artış sağlanmış (260 µm) rekonstitüye özellikleri geliştirilmiştir. İşlem sırasında 200 gram örnek kullanılırken hava giriş sıcaklığı 50 °C olarak ayarlanmıştır. Bağlayıcı sıvı 200 mL hacminde, 11-12 mL/dk hızda sisteme verilmiştir. Nozul hava basıncı 1.5 bar olarak tüm denemelerde sabit tutulmuştur. Bağlayıcı sıvı içeriği tüketildikten sonra tozlar 50 °C'de 15 dakika kurutulmuştur. Bağlayıcı konsantrasyonun etkisinin de araştırıldığı çalışmada en yüksek partikül boyutu ve en düşük kohezyon kuvvetinin elde edildiği optimum bağlayıcı konsantrasyonu % 10 olarak tespit edilmiştir. Aglomere tozların ıslanma süreleri 42 saniyeye kadar düşürülürken dağılabilme özelliklerinin geliştirilebileceği vurgulanmıştır.

Chen vd (2009a) akışkanlık özelliklerine göre yapılan sınıflandırmada Geldart C grubu (<40 µm) tozlarından partikül büyüklüğü 15 µm olan mısır nişastası tozunu % 0.5 oranında nanopartikül boyutunda olan nanosilika ile ön kaplama yaparak aglomere etmişlerdir. Ön kaplama işlemi ile kohezyon kuvveti yüksek olan nişasta tozları akışkan yatak aglomeratör sistemi içerisinde akışkan hale gelmiş olup granülasyon işleminin gerçekleştirilmesine olanak sağlamıştır. Bağlayıcı olarak PVP (polivinilpyrolidin) sulu çözeltisi kullanılmıştır. Çalışmada bağlayıcı konsantrasyonu, bağlayıcı püskürtme hızı ve nozul basıncının toz özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. İşlem sırasında silika ile kaplanmış 150 gram nişasta örneği kullanılırken hücre sıcaklığı 31 °C'ye ulaştığı anda bağlayıcı çözelti hücreye püskürtülmeye başlanmıştır.

Bağlayıcı madde miktarı tüketildikten sonra hücre sıcaklığı 32 °C'ye ulaşıncaya kadar kurutmaya devam edilmiştir. Sonuç olarak bağlayıcı konsantrasyonu ve bağlayıcı miktarı sabit tutularak püskürtme hızının (mL/dk) artırılmasıyla daha büyük granül büyüklüğü elde edilmiştir. 0.91 mL/dk besleme hızında 81 dakika püskürtme işlemi boyunca 38.6 µm partikül boyutu elde edilmişken 2.57 mL/dk püskürtme hızında 29 dakika püskürtme süresi ile 72.7 µm ortalama partikül büyüklüğü değerine ulaşılmıştır. Ortalama partikül büyüklüğü değeri hava giriş sıcaklığından düşük hava debisine bağlı olarak etkilenmemiştir. Hava akış debisinin 3.6 m³/saat gibi düşük bir değerde ayarlanması hava giriş sıcaklığından kaynaklanacak farklılıkları gözlemleyebilmek için yeterli olamamıştır. Bağlayıcı miktarını sabit tutup bağlayıcı konsantrasyonun % 8'e çıkartılması büyük granüllerin oluşumuna yol açmıştır. Bağlayıcı konsantrasyonun % 8 değerinden fazla olması durumunda granülasyon işleminden çok kaplama işlemi gerçekleştiği tespit edilmiştir. Toplam çözelti miktarını, konsantrasyonu ayarlayarak sabit tutup bağlayıcı miktarının arttırmak granül büyüklüğünde artışa yol açmıştır.

Ji vd (2015) yapmış oldukları çalışmada süt tozlarının yoğunluk, morfoloji ve rekonstitasyon özellikleri üzerine aglomerasyon işleminin etkisini araştırmışlardır. Süt protein izolatu model sistem olarak belirlenmişken su, laktoz ve sükröz (%15) çözeltileri bağlayıcı olarak seçilmiştir. Çalışmada üstten beslemeli aglomerasyon sistemi kullanılmış olup 200 g süt protein izolatu tozu 100 gram bağlayıcı püskürtülerek 50 °C hava giriş sıcaklığında 1mL/dk bağlayıcı püskürtme hızında aglomere edilmiştir. Çalışmada akışkan yatak aglomerasyon işlemi ile tozların yapısal ve fiziksel özellikleri önemli derecede değişim gösterdiği belirlenmiştir. Aglomerasyon işlemi ile yığın yoğunluğu azalırken tozların gözenekliliği artmıştır. Aglomere partiküller düşük küresellik ve konvekslik gösterirken elongasyon özellikleri yüksek bulunmuştur. Bağlayıcı çeşidi partikül şeklini etkilemiştir. Bağlayıcı olarak su kullanımı diğer şeker bağlayıcılarından daha fazla düzensiz partikül oluşumuna yol açmıştır. Aglomerat büyüklüğü ve bağlayıcı çeşitlerinin her ikisi de ıslanabilme özelliğinin gelişmesine etki yapmıştır. Büyük partikül büyüklüğüne sahip toz fraksiyonunda laktoz çözeltisi kullanımıyla en iyi ıslanabilme özelliği elde edilmiştir. Islanmış partiküllerin çözünürlüğü ile ilgili olarak aglomerasyon işlemi ve bağlayıcı çeşidinin herhangi bir etkisi gözlemlenmemiştir. Düşük çözünürlüğün ince partiküller (primer) ile kazein miselleri arasında kuvvetli etkileşim olmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Sonuç olarak hidrofilik şekerlerin bağlayıcı olarak kullanıldığı tozlarda ıslanabilme özelliği gelişme göstermişken çözünme kinetiklerinde herhangi bir değişim gözlemlenmemiştir.

Ji vd (2016) yapmış oldukları çalışmada beş farklı yüksek protein içeriğine sahip süt tozlarının (süt proteini izolatu, sodyum kazeinat, peynir altı protein izolatu, misel kazein ve kalsiyum kazeinat) akışkan yatak granülatör kullanılarak aglomeratlarının üretimini ve rekonstitüye özelliklerinin karşılaştırılmasını çalışmışlardır. Örnek miktarı olarak tozlardan 50 g alınarak 1 mL/dk bağlayıcı akış hızında süt proteini izolatu, misel kazein ve kalsiyum kazeinatı için 25 gram bağlayıcı, peynir altı protein izolatu ve sodyum kazeinat için sırasıyla 20 ve 10 gram bağlayıcı kullanılmıştır. Bağlayıcı olarak tüm denemelerde %15 laktoz çözeltisi kullanılmıştır. Atomizasyon basıncı ise 1 bar'a ayarlanmıştır. Çalışmada yüksek protein içeriğine sahip olan tozlardan özellikle peynir altı suyu protein izolatu ve kazeinatların genel olarak düşük ıslanma özelliği gösterdiği tespit edilmiştir. Bu durum geçirgenliği düşük tabakanın meydana gelmesi sonucu su yüzeyi ve tozların ayrılmasına bağlanmıştır. Misel kazein tozlarında ise misel yapılar içerisindeki güçlü etkileşimlere bağlı olarak dağılma işlemi oldukça uzamıştır. Büyük partikül boyutlu ve gözenekli aglomeratların üretimi ile ıslanabilme özelliğinin gelişebileceği düşünülse de yüksek proteinli tozlar için aglomerasyon işlemi sadece yapısal modifikasyona sebep olmuştur. Misellar yapının partiküllerin kendilerini çevreleyen sıvı ortama salınımlarını engellediği dolayısıyla rehidrasyon süresinin uzamasına yol açtığı gözlemlenmiştir.

Jiménez vd (2006) model olarak seçtiği cam boncuklarıyla akasya gamının çözeltisini bağlayıcı olarak kullanarak aglomerasyon işlemi parametrelerini incelemiştir. Aglomerasyon gelişim mekanizmasının materyalin özelliklerinden, kurutma koşullarından ve karıştırma işleminden etkilendiğini belirlemişlerdir. Çalışmada başlangıç örnek miktarı 250, 500 ve 750 g, hava giriş sıcaklığı 60, 70 ve 80 °C, sıvı besleme hızı 2.65, 5.33 ve 7.55 mL/dk, atomizasyon basıncı ise 1, 2 ve 3 bar seçilmiştir. Sistemi ısı transfer alanı, izotermal alan ve ıslanma aktif bölgesi olmak üzere üç bölümde ele almışlardır. Düşük sıcaklığın olduğu bölgeye ıslanma aktif bölge denilmiş olup bu bölge püskürtme yapan nozulun tam alt bölgesidir. Partiküllerin en fazla ıslak oldukları bölgedir. Hava giriş sıcaklığı 60-80 °C'lere sabitlenmişken bu bölgenin sıcaklığı 40 °C'lerde ölçülmüştür. Bu bölgenin büyüklüğü ve şekli proses parametrelerinden hava giriş sıcaklığı, sıvı besleme hızı, püskürtme basıncı ve sisteme koyulan toz miktarına bağlı olduğu belirtilmiştir. Model olarak cam boncukların ve çözülebilir maltodekstrin partikülleri ile yapılan aglomerasyon denemelerinde ıslanma aktif bölgenin %18-30'lik bölgede gerçekleşmesiyle kontrollü aglomerasyon işlemi yapıldığı belirlenmiştir. Bölgenin %18'in altına düşmesiyle partikül gelişimin tabakalaşma ile gerçekleştiğini %30'un üstünde olması durumunda ise aşırı ıslanmaya bağlı olarak topaklaşma meydana geldiği tespit edilmiştir. İzotermal bölgede hava

sıcaklığı homojen bulunmuştur. Bu bölgenin ortalama sıcaklığı ortalama yatak sıcaklığı olarak kullanılmıştır. Sıcaklık proses koşullarıyla doğrudan alakalı olduğu tespit edilmiştir. Üçüncü bölge olarak belirlenen ısı transfer bölgesi sıcak havanın sisteme giriş yaptığı alt kısım olarak belirlenmiştir. Cam boncukların akasya gamı çözeltisi ile maltodekstrin partiküllerinin ise su ile aglomerasyonları sırasında gelişme kinetiği olarak üç faz tespit edilmiştir. İlk faz olan ıslanma aşamasında partikül büyüklüğünde artış gözlemlenmemiş olup partiküllerin yüzeylerinde sıvı damlacıklar birikinti oluşturmuş ve tozların yapışkan hale dönüşmelerine neden olmuştur. Bu birikintinin suda çözünebilen maltodekstrin partiküllerin aglomerasyonu aşamasında gerçekleşmediği belirtilmiştir. Aglomerasyonun gerçekleştiği ikinci evrede ise işlem koşullarına bağlı olarak önemli derecede partikül büyüklüğünün arttığı belirlenmiştir. Üçüncü evrede ise partiküllerin aglomerasyonu ve kopmaların dengeye geldiği maksimum partikül büyüklüğünün ulaşıldığı tespit edilmiştir. Yapışkan maltodekstrin partiküllerinin büyük aglomeratlar oluşturması cam boncuklara göre çok daha hızlı meydana gelmiştir.

Szulc ve Lenart (2013) yapmış oldukları çalışmada süt kaynaklı çok bileşenli tozların fiziksel ve fonksiyonel özellikleri üzerine akışkan yatak aglomerasyon ve kaplama işlemlerinin etkisini araştırmışlardır. Bağlayıcı sıvılar olarak distile su, %15'lik laktoz ve sükroz çözeltileri ve % 2'lik lesitin çözeltileri kullanılmıştır. Toz karışımı bileşenleri içerisinde % 60 laktoz, % 25 peynir altı suyu protein izolatu, % 13 pirinç nişastası, % 1.9 inulin ve % 0.1 oranında L-askorbik asit bulunmaktadır. 300 gram toz örneği sistemde aglomere edilmiştir. Hava giriş sıcaklığı 50 °C çıkış iken çıkış sıcaklığı 32 °C olarak ayarlanmıştır. Bağlayıcı miktarı tüm denemelerde 30 mL olarak kullanılmış peristatik pompa vasıtasıyla besleme hızı ise 4 mL/dk olarak uygulanmıştır. Atomizasyon hava basıncı ise tüm denemelerde 1 bar olarak sabitlenmiştir. Bağlayıcı miktarı tüketildikten sonra toz ürün 50 °C'de 15 dakika kurutulmuştur. Denemelerde elde edilen sonuçlar doğrultusunda aglomere olmamış tozun ortalama partikül büyüklüğü değeri 146 µm'lerden aglomerasyon işlemi ile 217 µm'lere artış göstermişken kaplama işlemi ile 287 µm'lere yükselmiştir. Gözeneklilik değeri ise % 57.6'dan % 69'a artmıştır. En yüksek partikül boyutu ve gözeneklilik oranı % 15 sükroz çözeltisinin bağlayıcı olarak kullanılmasıyla elde edilmiştir. Aglomere olmuş tozların gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri aglomere olmamış tozlar kıyasla önemli derecede düşük bulunmuştur. Kaplanmış partiküllerin yığın yoğunlukları kontrol örneğe yakın tespit edilmiştir. Aglomere tozların partikül yoğunluğu kontrol toz karışımına göre yüksek bulunmuştur. Sonuç olarak akışkan yatak aglomerasyon ve kaplama işleminin partiküllerin yüzeylerinde modifikasyona yol açtığı ortaya çıkartılmıştır. Tozların yüzey kompozisyonu aglomerasyon ve kaplama

işlemlerinde kullanılan bağlayıcılar ile değişikliğe uğramışlardır. Elde edilen tozlar yüksek gözenekli yapıda olup düzensiz şekilli ve düşük yığın yoğunluğuna sahiptirler. Hem aglomerasyon hem de kaplama işlemlerinde tozların ıslanabilmelerinde gelişme gözlemlenmemiştir. Bu durum tozların yüzeyinde nişasta ve protein varlığına bağlanmış olup su ile temas etmelerinde ince bir tabaka oluşturduklarından tozların tamamıyla ıslanmalarına engel olduğu belirlenmiştir.

Barkouti vd (2013) yapmış oldukları çalışmada yağlı ve yağsız süt tozlarının akışkan yatak aglomeratör vasıtasıyla aglomere gelişimlerini incelerken aynı zamanda elde edilen tozların fiziksel özelliklerini araştırmışlardır. Yağlı ve yağsız süt tozlarını 100 ve 250 µm'lik eleklerden geçirerek mono model düzeyde medyan çapları 198 ve 235 µm olan iki toz fraksiyonu elde etmişlerdir. Örnek miktarı 300 ile 400 gram aralığında seçilirken su akış oranı 4.33 ile 5.64 mL/dk, püskürtülen su miktarı 165-220 gram olarak belirlemiştir. Hava giriş sıcaklığı 50 °C olarak tüm denemelerde ayarlanmıştır. Püskürtmenin başlamasıyla yatak sıcaklığının 10-15 °C azaldığı tespit edilmiştir. Sonuç olarak akışkan yatak aglomerasyon işlemi ile süt tozlarının partikül büyüklüklerinde, toz yapılarında önemli değişimler gözlemlenirken ıslanabilme ve akışkanlık özellikleri de geliştirilmiştir. Tozların yığın kompozisyonları aglomerasyon kinetiğini etkilememiştir. Partikül yapışkanlığı partikül yüzeyinde mevcut laktoz varlığına bağlanmışken aglomere olmuş hem yağlı hem de yağsız süt tozlarında gelişme sağlanmıştır. Çalışmada partikül büyüklüğündeki artış püskürtülen su ile toz miktarı arasındaki ağırlık oranına bağlılık göstermiştir. Püskürtülen su hızı ve toz miktarı gelişim mekanizmasından çok gelişim kinetiğini etkilemişlerdir. Başlangıçtaki partiküllerin birleşmesiyle ara yapılar meydana gelirken (315-650 µm) ileri aşamalarda daha büyük aglomeratlar (700 µm) meydana gelmiştir.

Benković vd (2015) yapmış oldukları çalışmada kakao toz karışımlarının fiziksel ve kimyasal özellikleri üzerine aglomerasyon işlem parametrelerinin etkisini yapay sinir ağı (YSA) metodunu kullanarak modellemişlerdir. Kakao tozu karışımları farklı yağ içerikli kakao tozlarıyla birlikte farklı tatlandırıcılar katılıp karıştırıldıktan sonra aglomere edilmiştir. Aglomerasyon işlemi sırasında 200 gram toz örnek kullanılmış olup bağlayıcı olarak ticari adı Metarin olan suda çözünebilen lesitin çözeltisi kullanılmıştır. Aglomerasyon işleminde çalışma koşulları, çıkış sıcaklığı 48 °C, kurutma sıcaklığı 65°C, kurutma süresi 15 dakika, hava hızı 50-80 m³/saat, nozul basıncı 0.2 MPa olacak şekilde sabit tutulmuştur. YSA dizaynı için aglomerasyon koşullarından eklenen su miktarı ve aglomerasyon süresiyle karışım kompozisyonundan yağ içeriği, tatlandırıcı içeriği ve hacim arttırıcı madde miktarı bağımsız

değişkenler olarak seçilmişken fiziksel özelliklerden Sauter çapı, yığın yoğunluğu, gözeneklilik, Chroma renk değeri, ıslanabilme ve çözünebilme özelliklerinin yanı sıra kimyasal özelliklerinden toplam fenolik madde miktarı ve antioksidan içeriği yanıt olarak seçilmişlerdir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda formulasyonunda yüksek yağ içeriği olan tozlar (16-18 g/100g) yüksek Sauter çapı değeri göstermişken ıslanabilme özelliği zayıf kalmakla beraber düşük fenolik madde miktarı ve antioksidan kapasite gösterdiği belirlenmiştir. ANN modelinin beş parametre ile çıktılar üzerinde tahminleme gücü oldukça yüksek bulunmuştur (deneme $R^2=0.969$, test $R^2=0.945$; validasyon $R^2=0.934$). Aglomerasyon işlemi sırasında eklenen su içeriği aglomere kakao tozlarının karışımlarının fiziksel ve kimyasal özellikleri üzerine en etkili parametre olarak bulunmuştur.

Turchiuli vd (2005a) yapmış oldukları çalışmada mısırdan elde edilen zein protein partiküllerinin aglomerasyon işlemiyle büyüklük ve şekil gibi fiziksel özelliklerinin yanı sıra ıslanabilme, kırılabilirlik ve akışkanlık özelliklerinin değişimlerini incelemiştir. Çalışmada 100 g zein tozu kullanılmış olup tüm denemelerde hava giriş sıcaklıkları 70-90 °C arasında ayarlanarak yatak sıcaklığının 50 °C de sabit kalması sağlanmıştır. Hava hızı düzenli akış sağlanması için duruma göre artırılmıştır. Çalışmada bağlayıcı katılması iki şekilde gerçekleştirilmiştir. İlk olarak maltodekstrin çözeltisinin sulu çözeltisi direk püskürtülürken ikinci olarak maltodekstrin toz formunda zein tozları ile karıştırılmış ve su püskürtmesi yapılmıştır. Sulu fazda bağlayıcı püskürtülmesi ile elde edilen tozlar diğer yöntem ile elde edilen tozlardan daha büyük, düzgün şekilli ve kırılabilir olduğu tespit edilmiştir. Her iki durumda da zein partiküllerinin ıslanabilme özelliklerinde gelişme gözlemlenmemiştir. Sıvı bağlayıcı çözeltisinin konsantrasyonunun artması durumunda aglomerasyon işlemi çok hızlı gerçekleşmiş ve aglomerasyon yapısı sağlamlaşmamıştır. Toz formunda bağlayıcı katıldığında bağlayıcı partikül boyutunun zein partiküllerinin boyutundan düşük olması aglomeratların daha büyük, düzenli şekilli ve daha az kırılabilir olmasına yol açmıştır. Çok fazla su püskürtülmesi durumunda ise partiküller arasındaki katı köprüler çözünmekte olup daha düşük ve daha kırılabilir aglomeratlar oluşumuna yol açıldığı tespit edilmiştir.

Turchiuli vd (2013) yağsız süt tozlarının aglomerasyonunu laboratuvar ölçekli akışkan yatak cihazında bağlayıcı olarak su kullanarak gerçekleştirmişlerdir. Sistemden her beş dakikada yaklaşık 4 g örnek olarak 33 dakikalık aglomerasyon prosesi boyunca su içeriği ve partikül boyutu değerlendirilerek aglomerasyon gelişimi incelenmiştir. Çalışma sırasında süt tozlarının büyüklükleri eleklerden geçirilerek 128 µm'ye ayarlanmıştır. Tozlardan 300 gram alınarak 70 °C hava giriş sıcaklığı, 75 kg/saat hava hızında aglomerasyon işlemleri

gerçekleştirilmiştir. Bağlayıcı su 4.9 g/dk hızında püskürtülürken nozul atomizasyon basıncı tüm denemelerde 1 bar olarak sabitlenmiştir. Aglomerasyon işlemi ile başlangıç partikül büyüklüğü 128 µm olan tozların aglomere olmalarıyla birlikte büyüklükleri 618 µm'ye kadar ulaşmıştır. Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değeri kontrol örneğe göre düşüş göstermiştir. Aynı zamanda başlangıçta zayıf ıslanma özelliği gösteren tozların aglomerasyon işlemiyle birlikte ıslanma süreleri 3.4 s'lere kadar düşürülmüştür. Sonuç olarak çalışmada elde edilen bulgular doğrultusunda akışkan yatak aglomerasyon işlemiyle yağsız süt tozlarının partikül büyüklüğü ve yapısal özelliklerinde modifikasyonlar gerçekleşmiştir. Büyük, gözenekli ve düzensiz şekilli aglomeratlar iyi instant özellik göstermiştir. Periyodik olarak sistemden örnek alınması aglomerasyon gelişim süreciyle ilgili net bilgiler vermişken nem içeriği aglomerasyon cihazı içerisinde farklı bölgelerde değişmekte olduğundan dolayı sonuçlar tüm toz örneğinin değerlerini yansıtamamıştır.

Avilés-Avilés vd (2015) farklı camsı geçiş sıcaklıklarına (Tg) sahip partiküllerin akışkan yatak aglomerasyon işlemi ile meydana gelen partikül yapışkanlığını ve aglomerasyon gelişimini incelemişlerdir. Çalışmada ana materyal olarak Maltodekstrin DE (dekstroz eşdeğeri) 12 (Tg 180 °C) ve Maltodekstrin DE 21 (Tg 140° C) seçilmiştir. Aglomerasyon işlem koşulları olarak bağlayıcı püskürtme hızı ve hava giriş sıcaklığının ürün sıcaklığını değiştirerek aglomerat gelişim ve kinetiği üzerine partikül yapışkanlığının etkisi araştırılmıştır. Çalışmada pilot ölçekli granülatör kullanılmış olup örnek toz miktarı her deneme için 350 gram sabit tutulmuştur. Hava hızı 80 kg/h olarak sabitlenmiştir. Çalışmada püskürtülen su miktarı arttıkça ürün ile püskürtülen su arasında gerçekleşen sıcaklık farkından ötürü çıkış sıcaklığının hızlı bir şekilde düştüğü tespit edilmiştir. Püskürtme işleminin 12.dakikasında alınan örneklerden Maltodekstrin DE 12 için 1.7 mL/dk püskürtme hızında 260 µm partikül büyüklüğü elde edilmişken 4.9 mL/dk püskürtme hızında 720 µm büyüklüğe ulaşılmıştır. Aynı püskürtme oranlarında ise partikül büyüklüğü ve gelişim oranı DE 21 de DE 12'ye kıyasla daha az bulunmuştur. DE değeri arttıkça maltodekstrin çözeltileri daha düşük viskoz özellik göstermekte su içeriği arttıkça viskozite düşüşü daha az gözlemlenmiştir. Yüksek DE'li maltodekstrin düşük sıcaklıklarda camsı geçiş sıcaklıklarına ulaşabilmektedir. DE 21 tozlarının düşük viskoziteye sahip olmalarından ötürü püskürtme miktarının artmasıyla yeterli çarpışma meydana gelmemiştir. DE 12'de ise partikül yüzeyinde nem oranının artmasından dolayı aglomerasyon gelişimi artmış su içeriğinin artmasıyla camsı geçişlilik sıcaklığı düşmüştür. Ancak bu düşüş DE 21'e göre daha düşüktür. Hava sıcaklığının artması DE 12 için partikül boyutunu azaltmışken DE 21 için arttırmıştır. Düşük sıcaklık uygulanması tozların kurumasını

azaltmakta nem içeriğinin artmasına yol açmaktadır. Nem içeriğinin artmasıyla partikül yüzey viskozitesinde azalma meydana gelmiştir. DE 12 için kritik değer üzerinde partikül yüzeyi köprü oluşumu için yeterli viskoziteye ulaşamamaktadır. DE 21'in hızlı kuruma özelliği göstermesi düşük camısı geçiş sıcaklığının olması ve düşük viskoziteye sahip olması partiküller arasında yeterli viskoz köprüler oluşumunu durdurmuştur.

Gong vd (2007) püskürterek kurutulmuş defne yaprağı tozunun D-optimal dizaynı kullanarak en uygun aglomerasyon koşullarını tespit etmiştir. Elde ettikleri tozları aglomere ederek instant forma dönüştürmüşlerdir. Tozların aglomere olmasıyla 2 dakika süren ıslanma süresi 15 saniyeye kadar düşürülmüştür. Partikül büyüklüğü 74 μm 'den 200 μm 'ye artış göstermiştir. Yığın yoğunluğu düşüş göstermişken dağılılabılme özelliğinde önemli bir değişme gözlemlenememiştir. Tozların akışkanlık özelliklerinde az da olsa artış gözlemlenmiştir.

Turchiuli vd (2005b) yapmış oldukları çalışmada yağların enkapsülasyonu aşamasını üç evrede gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada bitkisel yağın maltodekstrin ve akasya gamı karışımları içerisinde emülsifikasyon, püskürtmeli kurutma ve akışkan yatak kurutma işlemleri vasıtasıyla enkapsülasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Çalışmada püskürterek kurutma ve akışkan yatak aglomerasyon işlemlerinin optimum koşulları belirlenmiştir. Akışkan yatak aglomerasyon işleminde püskürterek kurutulmuş 300 g toz sabit su püskürtme hızında aglomere edilmiştir. Hava hızı akışkanlığın düzenli olması için sürekli arttırılmıştır. Aglomerasyon işlemi boyunca püskürtme hızının çok yüksek olduğu koşullarda ya da püskürtülen sıvı damlacıkların büyük olması durumunda kurutma yeterince gerçekleşememiş partiküller aglomeratörün duvarına yapışarak yatak çökmüştür. Püskürtme hızının düşük olduğu durumlarda ise sıvı damlacıklar ve ıslak partiküller birbirlerine çarpmadan önce kurumaktadırlar. Böylece partiküller arası sıvı köprüler meydana gelemez partikül büyüklüğünde artış gözlemlenememiştir. Çalışmada aglomerasyon işleminin en iyi şekilde gerçekleşebilmesi için hava sıcaklığı 45 °C'de sabit tutularak püskürtülen su hızını değiştirerek işleme devam edilmesi gerektiği vurgulanmıştır. Aglomerasyon sonucunda tozların çapları yaklaşık 200 μm 'ye kadar artış göstermiştir. Aglomerasyon ile tozların akışkanlıkları geliştirilememişken ıslanma süresi püskürtülerek kurutulmuş toz için 30 dakika iken aglomere olmuş toz için 3 dakikaya kadar düşüş göstermiştir. Püskürtülerek kurutulmuş kapsüllerin rekonstitüye olmalarından sonra damla büyüklüğü 5 μm 'yi aşmazken aglomere olmuş kapsüllerde 3 μm 'ye düşüş göstermiştir.

Domian vd (2014) aglomerasyon işleminin peynir altı suyu proteini izolatu ve trehaloz ile püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilmiş yağ tozların fiziksel özellikleri ve oksidatif stabilitesi üzerine etkisini araştırmışlardır. Tozlar enkapsüle edildikten sonra trehaloz ve

polivinilpyrolidon (PVP) ile aglomere edilmiştir. Püskürtülerek kurutma ile elde edilen tozlar 10-70 µm büyüklüğünde ince partiküller şeklindedir. Tozların kohezyon kuvvetleri yüksek olup higroskopik özellik göstermekte ve kek oluşumuna oldukça müsait olduğu gözlemlenmiştir. Akışkan yatak aglomerasyon işleminde akışkanlığın düşük olmasından dolayı tozlara silika ilavesi yapılmıştır. Aglomerasyon işlemi ile son ürün partikül büyüklüğü 120-300 µm arasına çıkarılmıştır. Aglomerasyon ile partikül dağılımı (span) değeri 1.84'lerden 0.56-0.69 değerlerine düşmüştür. Aglomerasyon yağ globüllerinin büyüklüklerini etkilememişken globül büyüklüğünün bağlayıcı çeşidine bağlı olduğu tespit edilmiştir. Aglomeratlar açık yapı ve düzensiz şekilli olduklarından dolayı partiküllerin dış gözeneklilik değeri % 60-70 arası değerler göstermiştir. Aglomerasyon işlemi ile tozların partikül yoğunluğu ve iç gözeneklilik değerleri değişmemiştir. Püskürtmeli kurutma işlemi ile % 96-99 arasında olan enkapsülasyon verimliliği aglomerasyon işlemi ile birlikte % 90-96 değerlerine düşüş göstermiştir. Yağ mikrokapsüllerinin oksidatif stabiliteleri yüksek yağ içeriği ve aglomeratların gözenekleri arasındaki havadan etkilenmemiştir. Trehalozun bağlayıcı olduğu aglomeratlarda üç aylık depolama periyodu boyunca çok düşük seviyelerde yağ oksidasyonu gerçekleşmiştir. Aglomerasyonla amorf trehalozu kristal duruma geçirecek seviyede olan absorbe suyun azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca PVP ilavesi ile trehaloz kristalizasyon boyutunda azalma gerçekleşmemiştir. Sonuç olarak trehalozun yağ enkapsülasyonunda süt proteinlerine bağlanarak etkili duvar materyali olmalarının yanı sıra akışkan yatak aglomerasyon işleminde tozların kalite özelliklerini geliştirmek için partikül yapısını modifiye eden bağlayıcı olarak kullanılabileceği ortaya çıkarılmıştır. Ayrıca trehaloz kullanılması mikrokapsüle yağların oksidatif stabilitesinin yanı sıra yüksek higroskopite ve kek oluşumuna eğilimini de arttırmıştır. Trehaloz içeren bu tip örneklerin depolama boyunca ortam sıcaklığı ve nemliliğinin düşük tutulması gerektiği vurgulanmıştır.

Ronsse vd (2012) aglomerasyon işlemi boyunca gelişim kinetiği üzerine partikül yüzey nem içeriğinin etkisini araştırmışlardır. İşlem koşulları ve partikül yüzey nemi arasındaki ilişkiyi ortaya çıkarmak için ıslanma derecesi ve yüzey nem içeriğini de kapsayan termodinamik model uygulanmıştır. Gelişim kinetiğinin farklı koşullar altında belirlenmesi için cam boncuklar (100 µm) ana materyal seçilmişken bağlayıcı olarak maltodekstrin çözeltisinin sulu formu kullanılmıştır. İşlem koşullarından bağlayıcı konsantrasyonu, akışkan hava sıcaklığı, sıvı bağlayıcı besleme hızı ve sıvı bağlayıcı püskürtme basıncı parametre olarak seçilmiştir. 750 gram cam boncuk 75°C'de 48.3 ve 68.4 m³/saat hava hızında aglomere edilmiştir. Atomizasyon basıncı olarak 2.5 bar tercih edilmiştir. Çalışmanın sonucunda partikül yüzey nem içeriğinin

akışkan yatak aglomerasyonda gelişim kinetiği modellenmesinde önemli bir değişken olduğu tespit edilmiştir. Partikül yüzey nem içeriğinin aglomerasyon gelişimi üzerine etkisi partiküller arası çarpışmalar sürecinde partiküller arası köprüler meydana gelmesi için gerekli olan partikül yüzeyindeki sıvı bağlayıcı ihtiyacı ile açıklanabilmektedir. Yazarların geliştirmiş oldukları model partikül yüzeyindeki serbest halde bulunan bağlayıcı çözeltisindeki çözünen bağlayıcı konsantrasyonunu hesaba katamamıştır. Ayrıca model inert çekirdek materyallerinin bulunmasından dolayı büyük aglomeratlar içerisinde oluşan kaviteasyonların içerisinde sıvı bağlayıcı absorpsiyonunu da ihmal etmiştir. Dolayısıyla üretilen model sıvı bağlayıcı konsantrasyonun değişimi ile aglomerasyon eğiliminin tahminlenmesi için yeterli bulunamamıştır.

Anette vd (2002) akışkan yatak aglomerasyon işleminde aglomerat gelişimi üzerine damlacık büyüklüğü ve bağlayıcı çeşidinin etkisini araştırmıştır. Laktoz monohidrat, eritilmiş polietilen glikol (PEG) (Heinrich vd, 2003) veya glisöl ve gliserol polietilenin esterleriyle (Gelucire) aglomere edilmiştir. Atomizasyon basınçlarının değiştirilmesi ile damlacık büyüklükleri 40, 60 ve 80 μm 'lere kadar yükselmiştir. Her bir bağlayıcının erime noktasının altında, tam ortasında ve üstünde olacak şekilde farklı sıcaklıkların etkisi araştırılmıştır. Laktoz 1 mm'lik eleklerden elendikten sonra tüm denemelerde 500 gram örnek kullanılmıştır. Akışkan hava 60 m^3/saat hızında sisteme verilmiştir. PEG bağlayıcıların kullanılması durumunda hava giriş sıcaklığı 50, 65 ve 85 $^{\circ}\text{C}$, Gelucirine kullanılması durumunda ise hava sıcaklıkları 40 ve 53 $^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanmıştır. Bağlayıcı akış oranı ise 30 g/dk belirlenmiştir. Bağlayıcı madde tüketildiğinde Gelucirine için ürün sıcaklığı 32 $^{\circ}\text{C}$ 'ye PEG için ise 40 $^{\circ}\text{C}$ 'ye ulaşıncaya kadar işleme devam edilmiştir. Çalışma sonucunda her iki bağlayıcı içinde hava giriş sıcaklığının artması en düşük aglomerat boyutunun elde edilmesine yol açmıştır. Akışkan yatak aglomerasyonda yüzey deformasyonu kayma kuvvetleri düşük olduğundan dolayı aglomerat yüzeyindeki bağlayıcı sıvı tabakanın viskozitesine bağlı olduğu belirlenmiştir. Bağlayıcı viskozitesinin yüksek olması durumunda aglomerat gelişimi azalmıştır. En düşük ürün sıcaklığı PEG bağlayıcısının erime aralığının altı sıcaklık olduğu için işlem boyunca katılaştığı görülmüştür. Böylece çok az aglomerat gelişimi gözlemlenmiştir. Gelucire için en düşük sıcaklık erime noktasının aralığında yer aldığı için tamamıyla katılma gözlemlenmemiş ve aglomerat gelişimi PEG'e göre düşük sıcaklıkta yüksek bulunmuştur. Yüksek sıcaklık uygulamalarında düşük sıcaklık uygulamalarının aksine PEG ve Gelucirine için damlacık büyüklüğünün pek önemi bulunmamıştır. Bu farklı etki işlem boyunca bağlayıcı sıvıdan suyun buharlaşması ile açıklanmaktadır. Çok fazla buharlaşma yüksek yüzey alanı meydana

gelmesinden dolayı damlacık büyüklüğünün küçük olması durumunda gerçekleşmiştir. Bu nedenle küçük damlacık büyüklüğü ile küçük aglomeratlar oluşumu aglomeratların yüzeyindeki düşük nem içeriğine bağlı olarak gerçekleşmiştir. Sonuç olarak damlacık büyüklüğünün etkisi bağlayıcı çözeltide meydana gelen buharlaşmadan etkilendiğinden dolayı işlemler arasında farklılık gösterildiği tespit edilmiştir.

Dadkhah ve Tsotsas (2014) ana materyal olarak gözeneksiz cam, gözenekli seramik malzemelerini hidroksi propil metil selüloz (HPMC) bağlayıcısı kullanarak aglomerasyon koşullarından hava giriş sıcaklığı ve bağlayıcı konsantrasyonun, meydana gelen aglomeratlar üzerine etkisini araştırmıştır. Çalışmada farklı koşullarda aglomere edilen tozların iç yapıları X-ray tomografisi ile belirlenmiştir. Aglomerasyon işlem koşulları tozların iç morfolojisi üzerine önemli etki yaptığı tespit edilmiştir. Düşük aglomerasyon hızlarında kırılma boyutu ve ortalama koordinasyon sayısı yüksek bulunmuşken aglomeratların gözenekliliği düşük bulunmuş olup yoğun yapılar elde edilmiştir. Yüksek aglomerat hızlarında kırılma boyutu ve ortalama koordinasyon sayısı düşüken gözeneklilik ise beklenildiği gibi yüksek bulunmuştur. Çalışmada hava sıcaklığı ve bağlayıcı konsantrasyonun değiştirilmesi aglomerasyon hızına etki etmemiştir.

Chávez Montes vd (2011) süt bazlı çok bileşenli tozların üretimlerini gerçekleştirerek besinsel ve çözünme performanslarını araştırmışlardır. Üretim işlem koşullarının ve gıda bileşenlerinin tozların fiziksel özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Temel toz ürün olarak karbonhidrat, nişasta veya maltodekstrin içeren püskürtme kurutulmuş süt bazlı toz kullanılmıştır. Toz bileşimlerin formülasyon oranlarının değiştirilmesinin yanı sıra püskürtme kurutucuda hava giriş sıcaklığı, atomizasyon basıncı ve hava çıkış sıcaklıklarının etkisi de araştırılmıştır. Aglomerasyon işlemi tüm tozlar için aynı hava hızı, sıcaklık ve püskürtme hızı koşullarında yapılmıştır. Aglomerasyon işlemi ile partikül büyüklüklerinde ve tozların akışkanlıklarında artış gözlemlenmiştir. Püskürtülerek kurutulmuş 1 numaralı formülasyonun (%6 nişasta, %25 maltodekstrin) ortalama partikül büyüklüğü 392 µm iken 2 ve 3 numaralı tozların (%6, 10, 15 nişasta, %15, 25, 35 maltodekstrin ve %6, 10, 15 nişasta, %25 maltodekstrin) ise sırasıyla 198 ve 109 µm dur. Aglomerasyon işlemi ile ortalama partikül büyüklüğü 1, 2 ve 3 numaralı formülasyonlar için sırasıyla 484, 356 ve 209 µm değerine ulaşılmıştır. Partikül boyutunun büyümesi 2 ve 3 numaralı toz formülasyonlarında çözünme süresine olumlu etki yapmışken 1 numaralı toz formülasyonunda ise olumsuz etki yarattığı tespit edilmiştir. Bu durum püskürtmeli kurutma sırasında yeterli oranda aglomerasyonun gerçekleştiğini ve istenilen çözünme derecesinin bu koşullar altında elde edildiğini ek işlem

olarak aglomerasyon işlemine gerek kalmadığıyla desteklenmiştir. Çözünme süresinin optimum koşullarda gerçekleşebilmesi için gerekli olan partikül büyüklüğü aralığı 350-400 µm olarak belirlenmiştir. Küçük partiküllerin partiküller arası boşlukların az olduğu ve çekirdek kısmına optimum su penetrasyonun çok uzun sürdüğü tespit edilmiştir. Sonuç olarak formülasyonda maltodekstrin oranının %25 den daha az olması ya da nişasta miktarının %15'i aşmaması durumunda son aglomerat büyüklüğü 250-300 µm aralığında değişim gösterdiği tespit edilmiştir.

Hemati vd (2003) yapmış oldukları çalışmada katı partiküllerin polimer ve inorganik tuzlarının sulu çözeltileri vasıtasıyla kaplanması ve granüle edilmesi üzerine proses ile ilgili değişkenlerden hava hızı, atomizasyon konumu, sıvı akış hızı ve konsantrasyonu, atomize hava hızının etkisini yanı sıra fizikokimyasal özellikler ile ilgili çözeltilerin viskozitesi, katı partiküllerin yüzeyindeki sıvının ıslanabilirliği, başlangıç partikül büyüklüğü ve partiküllerin gözenekliliğin etkisini araştırmışlardır. Sıvı akış hızına bağlı olarak bağıl nemde meydana gelen artış özellikle 0.4 değerlerinden sonra olumlu bulunmuştur. Partiküllerin başlangıç büyüklüğünde artış olması durumunda özellikle 300 µm üzerindeki artış tabakalaşma mekanizmasını arttırmıştır. Çalışmada çözelti viskozitesi 16 ve 185 cP, ara yüzey gerilimi 0.072-0.033 N/m, temas açısı 38-90° değerleri araştırılmıştır. Bağlayıcı çözeltilere iyonik olmayan sörfektan ilavesi ile ara yüzey gerilimini artırılarak aglomerat gelişimi teşvik edilmiştir. Hidrofobik olmayan, kısmı hidrofobik ya da tamamıyla hidrofobik partiküller kullanılarak temas açısı değerleri incelenmiş, temas açısı değerinin düşüşü aglomerasyon gelişimini olumlu etkilediği tespit edilmiştir. Çözeltilerin viskozitesi ara yüzey parametrelerine göre daha az etkili bulunmuştur. Çalışmalar sonucunda granülasyon prosesinde temel kuvvetin kapiler kuvvetler olduğu sonucuna varılmıştır. Bu nedenle katı yüzeyi üzerindeki çözeltinin adhezyon kuvveti aglomerasyon gelişimini arttırmıştır.

Dhanalakshmi ve Bhattacharya (2011) mısır nişastasının, şeker (%0-20), jelatinize nişasta tozu (%0-20) ve bitkisel yağ (%0-5) gibi farklı bağlayıcılar kullanarak sıkıştırılmalı aglomerasyon tekniği ile aglomerasyon koşullarını araştırmışlardır. Sıkıştırılmış kütleye yoğunluk ve tekstürel analizler uygulamışlardır. Bağlayıcıların ilavesi ile tozların yoğunluk değerleri artmışken hidrasyon süreleri azalmıştır. Şeker ve nişasta tozunun konsantrasyonu arttıkça dağılma gerilimi, deformasyon modülü önemli derecede artış göstermişken yağ ilavesi tersi etki göstermiştir. Nişasta tozunun %20 konsantrasyonun kullanılmasıyla sıkı yapıda toz yapısı elde edilmiştir. Nişasta tozu ve şeker ilavesi, dağılma kuvveti ve dağılma enerjisi bakımında %85 oranında benzerlik göstermiştir.

Samborska vd (2017) tek aşamalı püskürtmeli kurutucuda üretilen bal tozları için fiziksel özelliklerini geliştirilmesinin yanı sıra taşıyıcı madde miktarının azaltılması ilgili olarak yeni metot tanımlamışlardır. Metoda göre bal çözeltilerine diafiltrasyon teknoloji uygulanarak glikoz ve früktoz çözeltilerinin kısmi ayrımı gerçekleştirilerek bal tozunun kuru madde içeriği % 75'e çıkarılmıştır. Filtrasyondan elde edilen bal çözeltisinden üretilen bal tozlarının fiziksel özellikleri filtre edilmeyenlere kıyasla daha iyi bulunmuştur. Tek aşamalı püskürtmeli kurutucularda üretilen bal tozlarının yüksek yığın yoğunluğu, yapışkanlık ve nem çekme özelliği mevcut iken ıslanabilme ve akışkanlık özellikleri zayıftır. Kurutma işlemi sırasında kullanılan taşıyıcı madde içeriği ise %50'nin üzerindedir. Tozların bu özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla aglomerasyon işlemi uygulanmıştır. Üstten püskürtmeli aglomerasyon sisteminin kullanıldığı çalışmada bal-yağsız süt oranının farklı olduğu dört farklı örnek kullanılmıştır. Bağlayıcı madde olarak % 2'lik lesitin çözeltisi kullanılmıştır. 200 gram bal tozu 1 dakika boyunca 50 °C'de hava giriş sıcaklığında akışkan hale getirildikten sonra 4 mL/dk besleme hızında 20 mL bağlayıcı çözeltisi ile aglomere edilmiştir. Aglomerasyon işlemi ile birlikte tozların nem içeriği değerinde ıslatmaya bağlı olarak artış gözlemlenmiştir. Aglomerasyon işlemi ile birlikte artış gösteren partikül büyüklüğüne bağlı olarak gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu aglomere olmamış tozlara kıyasla düşük bulunmuştur. Akışkanlık oranını ifade eden Hausner oranı aglomere olmamış örneklerde orta akışkanlık sınıfında 1.29 bulunmuşken aglomerasyon işlemi ile birlikte iyi akışkanlığı ifade eden sınıfta 1.18 olarak tespit edilmiştir. Akışkanlıkla ilgili bir diğer parametre olan yığın oluşturma açısı değeri ise aglomere bal tozlarında daha düşük bulunmuş ve bulunan değer iyi akışkanlık aralığında olduğu tespit edilmiştir. Püskürtmeli kurutucuda üretilen bal tozlarının düşük partikül büyüklüğüne sahip olması ıslanabilme süresinin 2-3 dakika aralığında olmasına sebep olurken aglomerasyon ile birlikte bu sürenin 12 saniyelere düştüğü tespit edilmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Püskürtülerek kurutulmuş yağsız yoğurt tozu yerli firmadan tedarik edilmiştir (Akova Süt ve Gıda Mamülleri San. ve Tic A.Ş, Konya, Turkey). Yoğurt tozunun bileşimi: % 34 protein, % 1 yağ, % 55 karbonhidrat ve % 4.5 kül olarak belirlenmiştir. Bağlayıcı madde olarak 25 °C’de distile su, pH 4 ve pH 10 tamponları (Merck, Darmstadt, Almanya), laktoz (Sigma, St. Louis, MO, A.B.D.), maltodekstrin (DE 14), (Sigma, St. Louis, MO, A.B.D.) ve sükroz (Sigma, St. Louis, MO, A.B.D.) kullanılmıştır.

3.2. Yöntemler

3.2.1. Üstten püskürtmeli akışkan yatak aglomerasyon

Yoğurt tozunun aglomerasyonu için laboratuvar ölçekli akışkan yatak sistemi kullanılmıştır (Mini Glatt, Almanya). Aglomerasyonda her bir denemede kullanılacak olan yoğurt tozu miktarı sisteme uygun miktar olacak şekilde 150 g olarak seçilmiştir. Bağlayıcılar peristatik pompa vasıtasıyla sisteme püskürtülmüşlerdir (Şekil 3.1). Püskürtme hızı için çeşitli hız değerleri denenmiş, dakikada 2.11 mL püskürtme hızı aglomerasyonun düzgün bir şekilde gerçekleşmesi için uygun bulunmuştur. (Data verilmemiştir). Üstten püskürtmeli sistemde işlem koşullarının tozun yapısal özellikleri ve morfolojisi üzerine etkisini araştırmak amacıyla optimizasyon çalışması yapılmıştır. Bağımsız parametreler olarak hava giriş sıcaklığı (50-80 °C), nozul hava basıncı (0.5-1.5 bar) ve püskürtülen bağlayıcı miktarı (50-80 mL) seçilmiştir. Çalışma planı Çizelge 3.1’de gösterilmiştir. Yoğurt tozlarının düşük partikül boyutu ve yüksek kohezyon özellik göstermesinden dolayı akışkanlık özellikleri zayıftır. Sistemde akışkanlığın düzgün bir şekilde gerçekleşebilmesi amacıyla % 0.5 oranında tüm denemelerde hidrofilik silikon dioksit (Sigma, St. Louis, MO, A.B.D.) takviyesi yapılmıştır. Sisteme giren hava hızı 8-9 m³/saat aralıklarında sabit tutulmuştur. Bağlayıcı püskürtmesi yapmadan önce tüm denemelerde tozlar 10 dakika boyunca işlem sıcaklığında ısıtılmıştır. Püskürtme işlemi bitirildikten sonra işlem koşullarında 5 dakika boyunca son kurutma işlemi yapılarak aglomeratların sağlamlaşması ve nem içeriklerinin azaltılması gerçekleştirilmiştir. İşlem bittikten sonra tozların mono-model partikül dağılımı gösterebilmeleri amacıyla 106 ve 212 µm eleklerden eleme işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.1. Akışkan Yatak Kurutucu Çalışma Dizaynı

Çizelge 3.1. Yanıt yüzey deneme planı

Deneme	X1 (°C)	X2 (bar)	X3 (g)
1	50 (- α)	1(0)	65(0)
2	75(+1)	1.3(+1)	55(-1)
3	55(-1)	1.3(+1)	75(+1)
4	65(0)	1(0)	65(0)
5	80(+ α)	1(0)	65(0)
6	65(0)	0.5(- α)	65(0)
7	65(0)	1(0)	65(0)
8	65(0)	1(0)	50(- α)
9	75(+1)	0.7(-1)	75(+1)
10	55(-1)	0.7(-1)	55(-1)
11	65(0)	1.5(+ α)	65(0)
12	65(0)	1(0)	65(0)
13	65(0)	1(0)	65(0)
14	65(0)	1(0)	80(+ α)
15	65(0)	1(0)	65(0)

X₁ (hava giriş sıcaklığı), X₂ (atomizasyon basıncı), X₃ (püskürtülen bağlayıcı miktarı)

3.2.2. Partikül boyutu ölçümü

Partikül boyutu ölçümü lazer difraksiyon partikül boyutu ölçüm cihazı (Mastersizer 3000; Malver Instruments Ltd., Worcestshire, İngiltere) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kuru toz

ölçüm ünitesi kullanılarak yapılan ölçümlerde 50 KPa besleme basıncı kullanılmış olup besleme hızı tozların ölçüm hücrelerinden üniform şekilde akışlarının sağlanabilmesi için manuel olarak ayarlanmıştır. Ortalama partikül büyüklüğü aynı zamanda hacim ağırlıklı ortalama çap ($d_{4,3}$) ve partikül yüzey alanı ($d_{3,2}$) değerleri kullanılarak da belirlenmiştir. Küresel olmayan ve küçük partikül büyüklüğüne sahip partiküllerin değerlendirilmesinde ($d_{3,2}$) etkiliyken büyük olanların değerlendirilmesinde ($d_{4,3}$) değeri daha etkili olduğu bilinmektedir (Bengtssonve Tornberg, 2011; Leite vd, 2014). Kümülatif yüzde değeri olan ortalama partikül boyutu değeri (d_{50}) partiküllerin %50'sinin bulunan büyüklük değerinden küçük olduğunu belirtmektedir.

$$d_{3,2} = \frac{\sum_i n_i d_i^3}{\sum_i n_i d_i^2} \quad (3.1)$$

$$d_{4,3} = \frac{\sum_i n_i d_i^4}{\sum_i n_i d_i^3} \quad (3.2)$$

3.2.3. Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları

Gevşek yığın yoğunluğu birim hacim başına düşen kütle miktarı olarak bilinmektedir. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ise belirli miktardaki tozun belirli sayıda sallama işlemi sonunda kapladığı hacmin ölçülmesi prensibine dayanmaktadır. Ölçümler için 10 mL'lik mezürler kullanılmıştır. Gevşek yığın yoğunluğu (ρ_L) tozun mezüre koyulduktan sonra kütlelerinin okunan hacmine bölünmesi ile ölçülmektedir. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (ρ_T) ise 125 kere manuel sallama hareketi yapıldıktan sonra kütlelerinin son okunan hacme bölünmesi ile belirlenmektedir.

3.2.4. Akışkanlık ve yapışkanlık (kohezyon)

Gevşek (ρ_L) ve sıkıştırılmış (ρ_T) yığın yoğunlukları kullanılarak Hausner oranı (HR) ve Carr indeksleri (CI) kullanılarak akışkanlık ve kohezyon değerleri aşağıdaki formüller kullanılarak hesaplanmıştır.

$$HR = \frac{\rho_T}{\rho_L} \quad (3.3)$$

$$Cl = \frac{(\rho_T - \rho_L)}{\rho_T} \times 100 \quad (3.4)$$

Tozların akışkanlıkları Carr indeks (Cl) değeriyle aşağıdaki aralıklara göre sınıflandırılmaktadır.

<15 çok iyi, 15-20 iyi, 20-35 orta, 35-45 kötü, >45 çok kötü (Szulc ve Lenart, 2013).

Tozların kohezyon kuvvetleri ise Hausner oranına göre (HR)

<1.2 düşük, 1.2-1.4 orta, >1.4 yüksek (Jinapong vd, 2008; Szulc ve Lenart, 2013) şeklinde sınıflandırılmaktadır (Şekil 3.2).

Tozların akışkanlıkları yığın oluşturma açısı (AOR) (angle of repose) yaklaşımıyla da belirlenebilmektedir. Yığın oluşumunu için kullanılan sistemde (Torontech, Ontario, Kanada) tozların zemine düştüğü kalibre huninin çıkışı tüm ölçümlerde 10 mm olarak sabit tutulmuştur. Yığın oluşturma açısı (θ) aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır.

$$AOR (\theta) = \arctan h/r \quad (3.5)$$

h: Yığın yüksekliği

r: Yığın ortalama çapı



(a)



(b)

Şekil 3.2. Tozların akışkanlık durumlarının karşılaştırılması: Akışkanlığı iyi toz (a), Akışkanlığı kötü toz (b)

3.2.5. Partikül yoğunluğu ve gözeneklilik

Partikül yoğunluğu gaz multipiknometre (Quantachrome Instruments, Boynton Beach, FL, ABD) cihazı kullanarak gerçekleştirilmiştir. Örnekler ölçüm hücresine koyularak Helyum gazı eşliğinde ölçüm yapılmıştır.

Gözeneklilik (ϵ) sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (ρT) ve partikül yoğunluğu (ρP) arasındaki ilişkiyi faydalanılarak aşağıdaki gibi hesaplanmıştır:

$$\epsilon = \frac{(\rho P - \rho T)}{\rho P} \cdot 100 \quad (3.6)$$

3.2.6. Su aktivitesi ve nem içeriği

Yoğurt tozlarının su aktivitesi su aktivitesi ölçüm cihazı (Aqualab dew point water activity meter 4TE, ABD) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Nem içeriği ise tozların etüv içerisinde 103 °C'de 24 saat bekletilmesi sonucu ölçülmüştür.

3.2.7. Islanabilme ve çözünbilme özelliği

Tozların ıslanabilme özelliklerinin belirlenmesi için 5 g toz tartılıp kalibre huni içerisinde (50 mm ölçüm genişliği olan) 100 mL distile su içerisinde tamamen batması için gerekli olan süre olarak hesaplanmıştır (Barkouti vd, 2013). Çözünürlük analizi için 0.1 gram yoğurt tozu 24.9 gram distile su içerisinde dağıtılmış ve su banyosunda 25 °C'de karıştırılmıştır. Karışım 4500 rpm'de 20 dakika santrifüj edildikten sonra 10 gram supernatant 105 °C'de fırın içerisinde sabit tartıma gelinceye kadar tartılmıştır.

Çözünbilme aşağıdaki gibi hesaplanmıştır: (Li vd, 2014)

$$\text{Çözünbilme}(\%) = \frac{m \times 2.5}{w} \times 100 \quad (3.7)$$

burada m kurutma işlemi sonundaki kuru madde miktarı (g), w ise başlangıç örnek miktarıdır (g).

3.2.8. Mikroskopik analizler

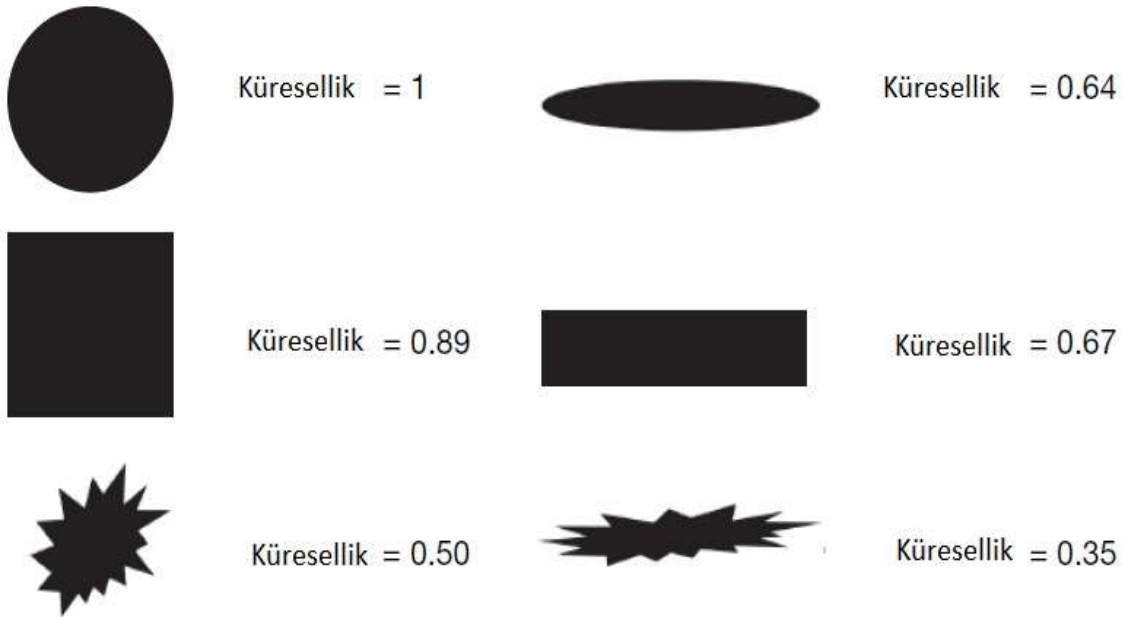
Yüzey karakteristiklerinin belirlenmesi için örneklerin SEM görüntüleri JSM-7001F Jeol (Japonya) cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Ölçüm öncesi örneklerin yüzeyi palladyum-altın ile Quorum SC7620 (İngiltere) kullanılarak kaplanmıştır. Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (KİTAM) analizler yaptırılmıştır.

3.2.9. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)

Örneklerin FTIR spektrumları Perkin Elmer, Model Spectrum Two (Ohio, ABD) ve Miracle Single-Reflection Diamond ATR ekipmanı yardımıyla belirlenmiştir. Ölçümün yapıldığı dalga boyu aralığı $4000-650 \text{ cm}^{-1}$ 'dir. Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği bölümü laboratuvarındaki cihaz kullanılmıştır.

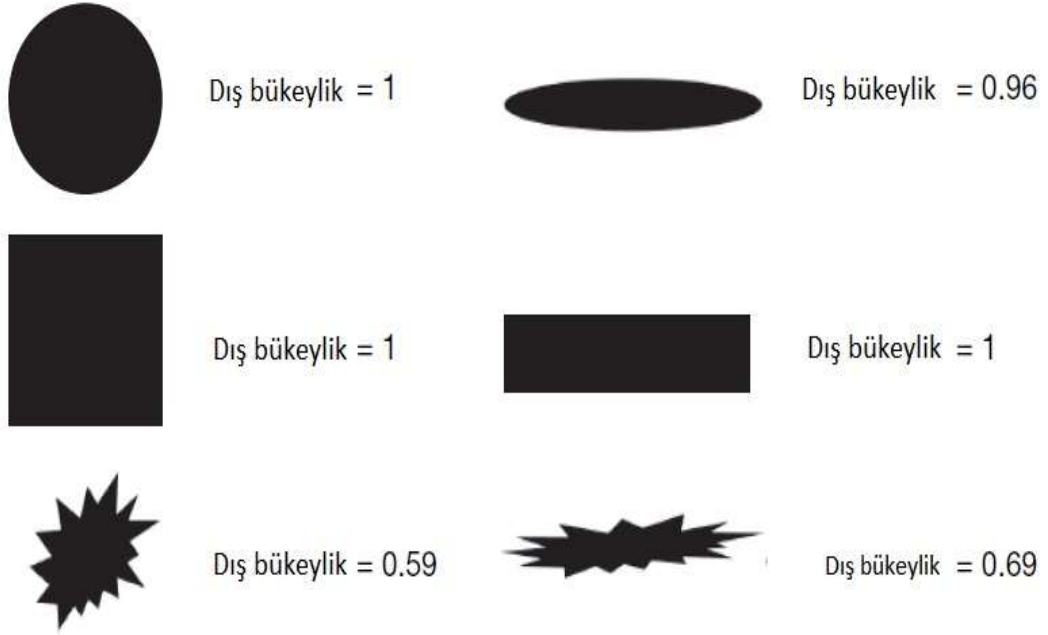
3.2.10. Partikül morfolojisi

Partikül morfolojisi analizleri Malvern Morphology G3 (Malvern Instruments Ltd, Worcestershire, İngiltere) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. 15 mm^3 hacimli örnekler dispersiyon ünitesine yerleştirilmiştir. Morfoloji özelliklerini ifade edilmesinde üç şekil parametresi kullanılmıştır. Küresellik değeri 0 ile 1 arasında değişmekte olup diskin dış çapının partikülün dış çapına oranı ile ifade edilmektedir (Şekil 3.3).



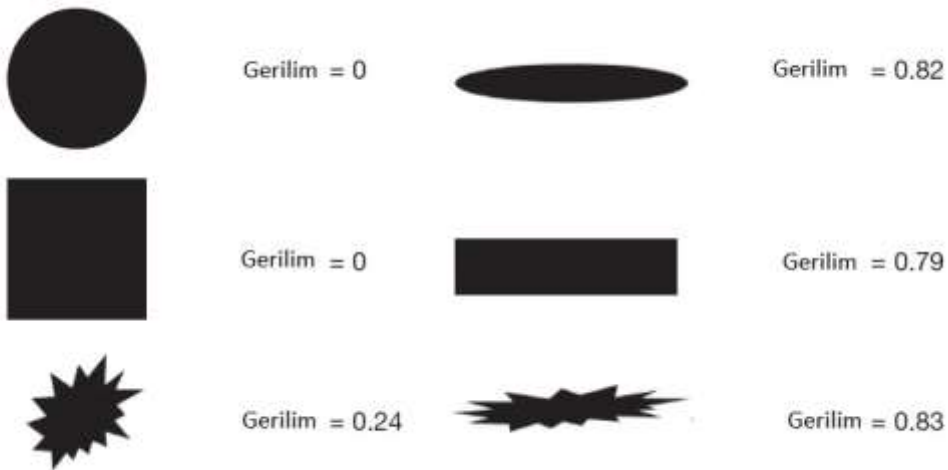
Şekil.3.3. Küresellik değerinin partikül şekli, simetrisi ve yüzey pürüzlülüğü ile ilişki

Dış büyüklük değeri ise tozların sıkışma özelliklerini ifade etmektedir. Bu değer 1'e yakın olması partikül yüzeyinin pürüzsüz olduğu anlamına gelmektedir (Şekil 3.4)



Şekil.3.4. Dış bükelyik değeryinin partikül şekli, simetrisi ve yüzey pürüzlülüğü ile ilişki

Son parametre olan gerilim ise genişlik ve uzunluk oranı hakkında bilgi vermektedir. Kare ve daire gibi tüm yönlere eşit simetride bulunan şekillerin gerilim değeryleri 0' yakınlık göstermektedir. Belirli bir yöne uzama göstermiş partiküllerin gerilim değeryleri 1'e yakınlık göstermektedir (Şekil 3.5).



Şekil.3.5. Gerilim değeryinin partikül şekli, simetrisi ve yüzey pürüzlülüğü ile ilişki

Her örnek on kez ölçülmüş olup ölçüm sonuçlarının ortalama değerleri hesaplanmıştır. Ölçümler Yıldız Teknik Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde gerçekleştirilmiştir.

3.2.11. Renk ölçümü

Toz örneklerin renk değerleri Hunter kolorimetre cihazında L^* , a^* ve b^* değerleri belirlenmiştir. L^* , 0-100 arasında aydınlık ve karanlığın bir ölçüsüdür, 0 siyaha, 100 beyaza karşılık gelmektedir. Renk ölçüm sisteminde a^* değerinin pozitif (+) değerleri kırmızılığı, negatif (-) değerleri ise yeşilliği ifade etmektedir ve b^* değerinin pozitif (+) değerleri sarılığı, negatif (-) değerleri ise maviliği ifade etmektedir.

3.2.12. İstatistiksel değerlendirme

Yoğurt tozunun optimum koşullarda aglomerasyonun gerçekleştirilebilmesi için hava giriş sıcaklığı, atomizasyon basıncı ve püskürtülen bağlayıcı miktarı bağımsız parametreler seçilerek merkezi yanıt yüzey dizaynı (Central composite rotatable design, CCRD) planlanmıştır. Dizayn, Design Expert 7.0 (Stat-Ease, Minneapolis, A.B.D) (deneme versiyonu) istatistik programı kullanılarak belirlenen çalışma denemelerin rastgele olarak yapılması ile iki tekerrürlü gerçekleştirilmiştir. Optimum koşulların belirlenmesi için istenirlik fonksiyonu kullanılmıştır. Toplam istenirlik 0 ile 1 arasında değişmekte olup yanıtların değeri kabul edilebilir değeri aşarsa d değeri 0'a yakın olurken aksi durumda istenilen değer olan 1'e yakın olmaktadır (Jeongve Kim, 2009; Wu, 2004).

Bağlayıcıların etkisinin araştırıldığı ikinci kısımda ise analizlerin ortalama ve standart sapma değerleri hesaplanmıştır. Varyans analizi (ANOVA) SPSS paket programı (SPSS 16.0) ile hesaplanmıştır. Çoklu karşılaştırma testleri ise % 95 güven aralığı baz alınarak Duncan testi ile yapılmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Akışkan Yataklı Kurutucunun İşlem Koşullarının Yanıt Yüzey Yöntemi İle Optimizasyonu

Akışkan yataklı kurutucuda distile su kullanılarak üretilen instant yoğurt tozu üretimi için optimum koşulların belirlenmesinde yanıt yüzey yöntemi kullanılmıştır. Literatür araştırmalarından yararlanılarak elde edilen bilgiler doğrultusunda (Barkouti vd, 2013; Chen vd, 2009a; Ji vd, 2015; Szulc ve Lenart, 2013; Turchiuli vd, 2013) bağımsız değişkenler olarak hava giriş sıcaklığı (50-80 °C), atomizasyon basıncı (0.5-1.5 bar) ve püskürtülen bağlayıcı miktarı (50-80 gram) seçilmiştir. Optimizasyon çalışmasıyla bağımsız değişkenlerin, yoğurt tozlarına ait nem içeriği, su aktivitesi, partikül yoğunluğu, ortalama partikül büyüklüğü değeri (d_{50}), yığın oluşturma açısı, gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, ıslanma ve çözünme özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır.

Merkezi yanıt yüzey yöntemi kullanılarak planlanan deneme planının ortalama sonuçları Çizelge 4.1’de sunulmuştur. Elde edilen sonuçlara bağlı olarak işlem değişkenlerinin her bir yanıt üzerindeki etkisi varyans analizi (ANOVA) tablosunda gösterilmiştir (Çizelge 4.2). Olasılık değeri (p) 0.05’ten büyük olan etkiler önemsiz kabul edilmiştir. Bağımsız değişkenler ile her bir yanıt arasındaki ilişkiyi ifade eden matematiksel modeller çoklu lineer regresyon analizi yapılarak oluşturulmuştur. Bunun için modellere her bir değişkenin öncelikle lineer etki terimleri, daha sonra quadratik ve interaksiyon etki terimleri sırası ile toplu halde eklenmiş ve kareler toplamındaki artış ve model uygunsuzluğu testi (lack of fit) değerleri analiz edilmiştir (Denklem 4.1).

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{11} X_1 X_1 + b_{22} X_2 X_2 + b_{33} X_3 X_3 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3 \quad (4.1)$$

b_0 regresyon sabiti, b_1 , b_2 , b_3 lineer, b_{11} , b_{22} , b_{33} quadratik, b_{12} , b_{23} , b_{23} etkileşim katsayıları ve X_1 , X_2 , X_3 bağımsız değişkenlerdir.

Çizelge 4.1. Merkezi Yanıt Yöntemi deneme planı ve elde edilen ortalama deneysel sonuçlar

Ru n	X1 (°C)	X2 (bar)	X3 (g)	Çıkış Sıcaklığı (°C)	Nem İçeriği (%)	Aw	Partikül Yoğunluğu (g/cm ³)	Partikül Büyüklüğü (D ₅₀) (µm)	Gözenek- lilik (%)	ρL (g/cm ³)	ρT (g/cm ³)	AOR (°)	Carr Index (%)	HR Index	Islanma Süresi (s)	Çözüne- bilirlik Oranı (%)
K	-	-	-	-	5.81	0.31	1.24	56.9	51.45	0.475	0.599	51.11	20.62	1.26	>1h	62.32
1	50	1	65	25	9.13	0.39	1.19	135	76.39	0.239	0.281	34.04	14.95	1.18	5.5	64.09
2	75	1.3	55	33.5	6.36	0.16	1.17	107	68.72	0.338	0.366	28.94	7.65	1.08	>1h	64.18
3	55	1.3	75	26.5	7.73	0.30	1.18	134	75.93	0.264	0.284	28.14	7.04	1.08	5	65.58
4	65	1	65	33	6.98	0.24	1.16	136	75.34	0.243	0.286	30.36	15.03	1.17	4	63.67
5	80	1	65	37.5	4.95	0.23	1.19	146.33	74.12	0.270	0.308	31.42	12.34	1.14	4.5	65.63
6	65	0.5	65	36.5	7.2	0.26	1.33	203	80.75	0.242	0.256	34.89	5.47	1.06	3.5	63.99
7	65	1	65	33	6.73	0.27	1.17	142.33	69.14	0.332	0.361	26.02	8.03	1.09	5	62.73
8	65	1	50	33.5	6.33	0.28	1.2	118	56.17	0.503	0.526	23.99	4.37	1.04	3.5	64.72
9	75	0.7	75	33	8.28	0.28	1.18	169	74.58	0.275	0.3	32.17	8.33	1.09	6	64.86
10	55	0.7	55	25.5	9.87	0.40	1.16	189	74.91	0.269	0.291	36.3	7.56	1.08	4	68.61
11	65	1.5	65	33	5.98	0.27	1.17	114	64.02	0.373	0.421	26.2	11.40	1.10	6.5	63.50
12	65	1	65	30	6.43	0.29	1.19	133.33	73.11	0.280	0.320	31.05	12.50	1.14	6.5	66.89
13	65	1	65	33.5	5.8	0.27	1.18	147.66	67.80	0.346	0.380	26.66	8.95	1.10	3.5	63.10
14	65	1	80	32	7.57	0.27	1.22	131.66	75.41	0.265	0.3	32.75	11.67	1.14	6.5	64.73
15	65	1	65	32	7	0.32	1.15	138	66.35	0.364	0.387	25.69	5.94	1.06	7.5	64.97

X1:Hava giriş sıcaklığı; X2 atomizasyon basıncı; X3 püskürtülen bağlayıcı miktarı

Çizelge 4.2. Her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu

	Nem İçeriği		Su Aktivitesi (aw)		Partikül Yoğunluğu		Partikül Büyüklüğü		Porozite		ρT		ρL		AOR	
	Katsayı	p -değeri	Katsayı	p -değeri	Katsayı	p -değeri	Katsayı	p -değeri	Katsayı	p -değeri	Katsayı	p -değeri	Katsayı	p -değeri	Katsayı	p -değeri
b_0	6.59		0.28	0.0063	1.18		138.36		70.93		0.35		0.31		28.07	
b_1	-1.48	0.007	-0.058	0.7716	0.001	1.00	4.01	0.271	-0.80	0.662	0.016	0.307	0.016	0.330	-0.92	0.411
b_2	-0.43	0.286	3.9×10^{-3}	0.8096	-0.05	0.002	-31.47	0.000	-5.91	0.015	0.058	0.028	0.046	0.063	-3.07	0.026
b_3	0.44	0.278	-3.2×10^{-3}	0.6005	7.0×10^{-3}	0.505	4.83	0.196	6.80	0.008	-0.080	0.007	-0.084	0.005	3.10	0.025
$b_{1,2}$	0.49	0.381	-0.010	0.0255	-2.0×10^{-3}	0.887	3.08	0.531	5.08	0.088	-0.062	0.076	-0.067	0.058	4.33	0.026
$b_{1,3}$	0.58	0.306	0.057	0.7564	-0.054	0.011	-2.22	0.649	-4.70	0.108	0.044	0.181	0.032	0.322	-0.23	0.883
$b_{2,3}$	-0.74	0.207	5.9×10^{-3}	0.1341	-2.3×10^{-3}	0.872	15.76	0.018	1.08	0.639					-0.092	0.952
b_1	0.49	0.113	0.016	0.6477			2.54	0.326	2.92	0.062	-0.036	0.048	-0.037	0.046	2.27	0.023
b_2			-4.4×10^{-3}	0.8286	0.037	0.005	11.46	0.004			-0.014	0.364			1.17	0.170
b_3	0.45	0.142	-2.1×10^{-3}	0.0063	0.016	0.097	-5.38	0.069	-1.82	0.177	0.023	0.171	0.028	0.105		
$b_{1,2,3}$					0.058	0.008										
Model Uygunluğu																
R^2	0.859		0.93		0.923		0.978		0.849		0.856		0.824		0.866	
p		0.040		0.0202		0.025		0.0012		0.038		0.042		0.03		0.035
LOF		0.092		0.991		0.162		0.1815		0.480		0.546		0.81		0.972

b_1 : Hava giriş sıcaklığı; b_2 atomizasyon basıncı; b_3 püskürtülen bağlayıcı miktarı

Model uygunsuzluğu değeri (LOF) p değeri > 0.05 ise önemli değildir.

Bazı yanıtların önemsiz çıkan modellerinden etkisi olmayan değişkenler çıkartılarak istatistiksel olarak ($p < 0.05$) önemli modeller elde edilmiştir (Çizelge 4.2). ANOVA tablosu sonuçlarına göre modeli önemsiz çıkan ya da model uygunsuzluğu önemli çıkan yanıtlar optimizasyona dahil edilmemiştir. Bu iki kritere uyan yanıtlardan nem içeriği, su aktivitesi, partikül yoğunluğu ve büyüklüğü, gözeneklilik, yığın oluşturma açısı, gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri quadratik modele göre değerlendirmeye alınmıştır. Modellerin R^2 değerleri 0.824 ve 0.978 arasında değişiklik göstermektedir (Çizelge 4.3).

Modelin deneysel verileri ne ölçüde karşıladığını belirlemede regresyon katsayısı (R^2), düzeltilmiş regresyon katsayısı ($R^2_{düz}$) değeri ve varyasyon katsayısı değerleri (V.K) kullanılmıştır. Modelde istatistik olarak önemsiz bulunan terimlerin R^2 'yi arttırmasından dolayı model uygunsuzluğunun değerlendirilmesinde düzeltilmiş R^2 değerinin kullanılması daha uygundur. R^2 ve düzeltilmiş R^2 değerlerinin birbirlerine yakın olması modelin istatistiksel olarak önemsiz terimler içermediği anlamına gelmektedir (Benković vd, 2015). Varyasyon katsayısı değeri ortalama değerden sapma değerini ifade ederken düşük olması (<% 10) sistemin tekrarlanabilirliği için önem taşımaktadır (Sumic vd, 2016). Küçük varyasyon katsayısı değeri verilerin ortalamaya çok yakın olduğu anlamına gelmektedir. Sıkıştırılmış ve gevşek yığın yoğunluklarının V.K değerleri (sırasıyla % 12.1 ve 13.7) hariç tüm yanıtlar için V.K değerleri 10'un altında bulunmuştur. Regresyon modelinin sonradan tahminleme modeli olarak kullanılabilmesi için yeterli tahminleme (Adequate Precision) kullanılır. Yeterli tahminleme değerinin 4'ten büyük olması gerekmektedir. Tüm yanıtlar için yeterli tahminleme değeri 4 'ten büyük olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.3. Aglomere yoğurt tozunun model uygunluğunu

	D50	Gözeneklilik	Partikül Yoğunluğu	Nem İçeriği	AOR	AW	Yığın Yoğunluğu	S.Yığın Yoğunluğu
R^2	0.98	0.88	0.92	0.86	0.87	0.93	0.82	0.86
$R^2_{düz}$	0.94	0.72	0.79	0.67	0.63	0.80	0.82	0.66
V.K	4.54	4.59	1.66	9.4	7.66	9.01	13.7	12.1
Tah.- R^2	0.05	0.19	N/A	-5.34	0.63	0.89	-0.01	-0.95
Yeterli Tahminleme	19.18	9.66	10.43	7.32	6.76	11.17	8.82	8.54

4.1.1. Aglomerasyon işlem koşullarının partikül büyüklüğüne etkisi

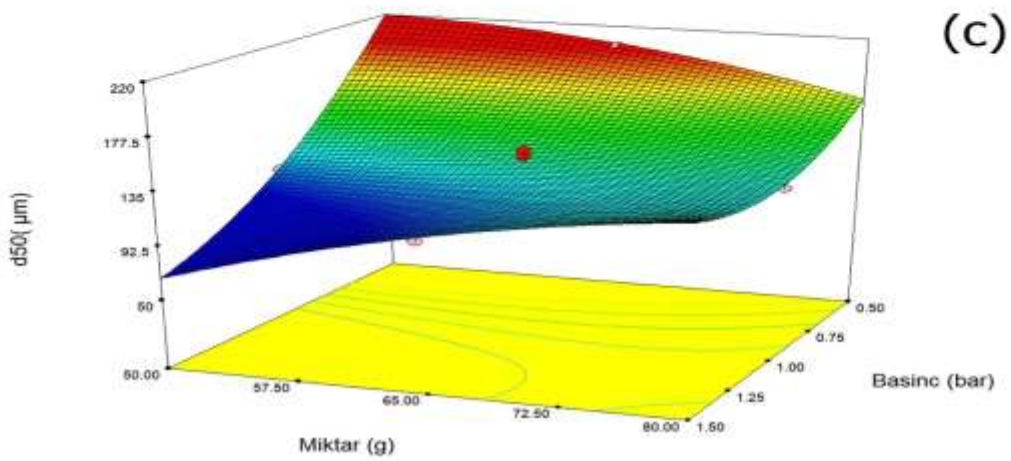
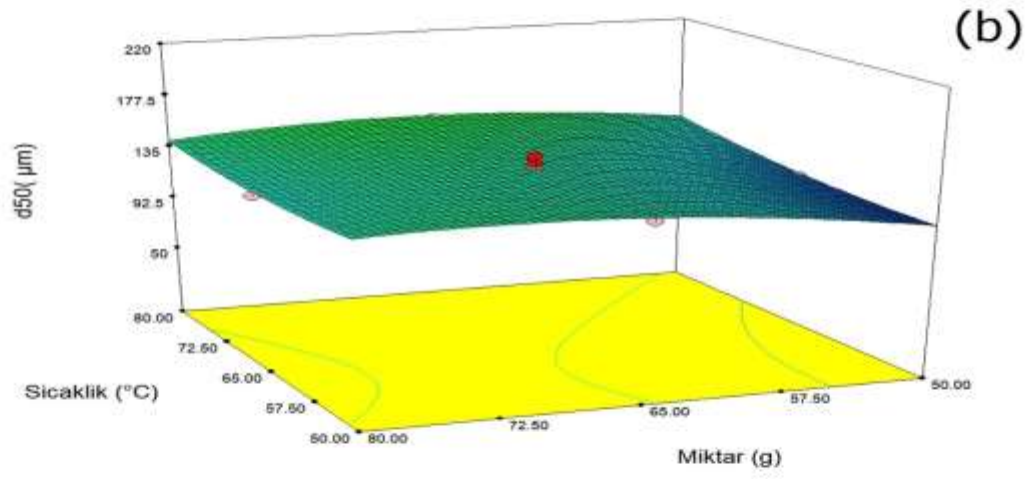
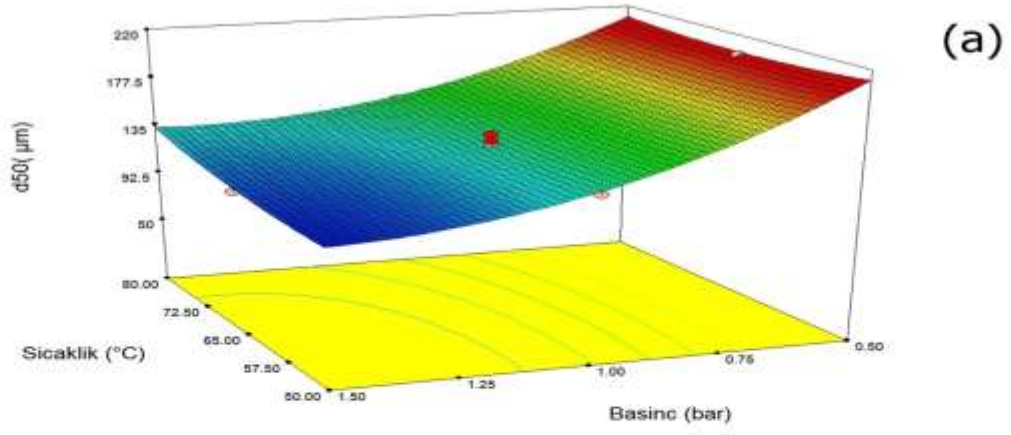
Partikül boyutu, aglomerasyon gelişimini belirleyici en önemli kriterlerin başında gelmektedir. En yüksek ortalama partikül boyut değeri (d_{50}) 203 μm olarak deneme 6'da belirlenmiştir (Çizelge 4.1). Bağımsız değişkenlerin fonksiyonu olarak yoğurt tozu örneklerinin partikül boyutunda meydana gelen değişimi ifade eden yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrileri Şekil 4.1'de gösterilmiştir.

Oluşturulan örnek model denklem;

$$\text{Ortalama partikül boyutu} = 138.36 + 4.01 * X_1 - 31.47 * X_2 + 4.83 * X_3 + 3.08 * X_1 * X_2 - 2.22 * X_1 * X_3 + 15.76 * X_2 * X_3 + 2.54 * X_1 * X_1 + 11.46 * X_2 * X_2 - 5.38 * X_3 * X_3$$

Yoğurt tozlarının partikül büyüklüğüne atomizasyon basıncının etkisi önemli bulunmuştur ($p < 0.05$). Ayrıca atomizasyon basıncı ile bağlayıcı madde miktarının interaksiyonu istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0.05$). Yoğurt tozunun partikül boyutu atomizasyon basıncının artmasıyla azalma göstermiştir. Düşük atomizasyon basıncında büyük bağlayıcı damlacıkları oluşmaktadır. Chen vd (2009a) Mini-Glatt akışkan yataklı kurutucuya farklı atomizasyon basınçlarında püskürtülen bağlayıcının damlacık boyutlarını ölçmüş, atomizasyon basıncının artmasıyla damlacık boyutunun azaldığını tespit etmiştir. Oluşan damlacıklar partiküller arasında sıvı köprü oluşumunu teşvik etmekte, dolayısıyla partikül büyüklüğünde artışa yol açmaktadır. Akışkan yatak kurutucuya giren havanın giriş sıcaklığının artırılması tozların aşırı kurummasına neden olabilmekte, partiküller yeterince ıslanamamakta ve aglomerasyon gelişimi yavaşlamaktadır. Hava giriş sıcaklığının azalması ise partiküllerin yeterince kuruyamamasına, aşırı ıslanmalarına, kontrolsüz aglomerasyon gelişimine ve toz yatağın çökmesine yol açmaktadır (Jiménez vd, 2006). Hava sıcaklığı, cihaza giren havanın düşük akış debisinden dolayı partikül boyutunu etkilememiştir (Chen vd, 2009a).

Hava akış debisi hücre sıcaklığını ve toz ürünün çıkış sıcaklığını etkileyen önemli bir parametredir. Hava debisinin artması hücre sıcaklığını önemli ölçüde artırırken, tozların aglomerasyon bölgesinden uzaklaşıp filtrelere ulaşmasına yol açabilmektedir. Yüksek hava debisi aglomeratlarda kopmalar meydana getirmekte ve partikül boyutlarında azalmalara yol açabilmektedir. Tozlara uygulanan hava debisi, kontrollü aglomerasyon gerçekleşebilmesi amacıyla ön denemelerde belirlenen ve cihazın ısıtma fonksiyonun devreye girebilmesi için gerekli olan minimum debi olan 8-9 m^3/saat aralığında sabit tutulmuştur.

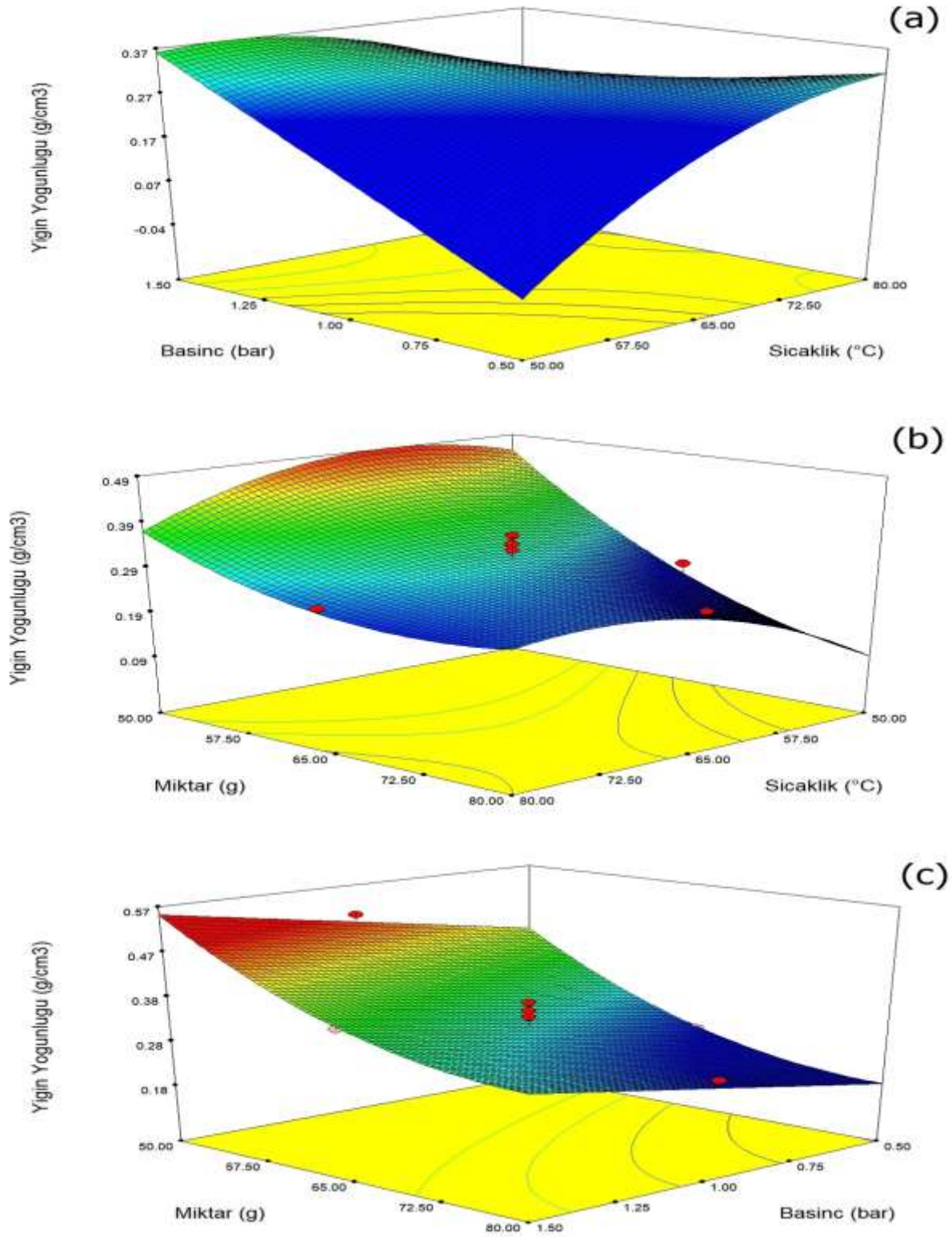


Şekil 4.1. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun partikül boyutu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basıncı, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi

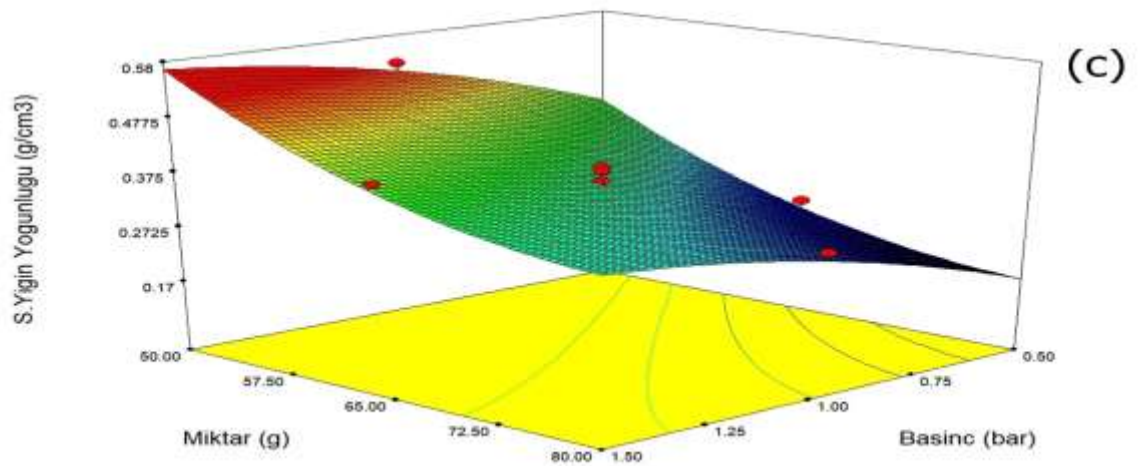
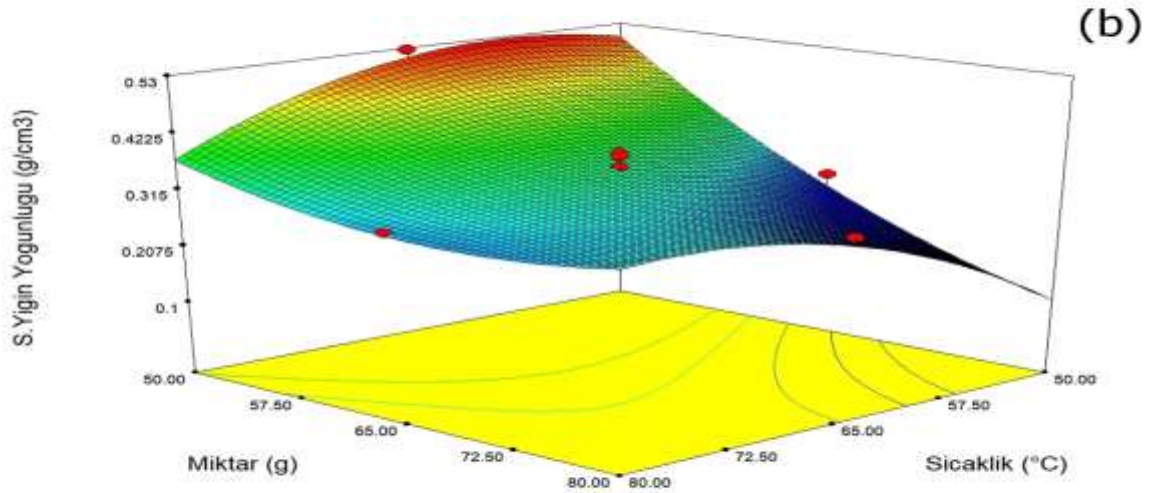
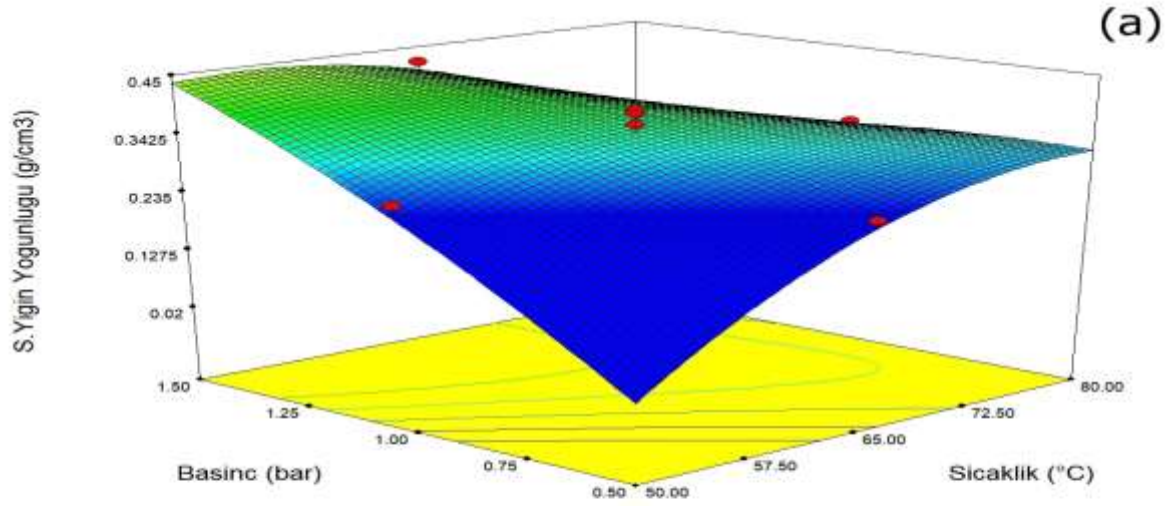
4.1.2. Aglomerasyon işlem koşullarının gevşek, sıkıştırılmış ve partikül yoğunluğuna (görünür yoğunluk) etkisi

Toz ürünlerine ait yoğunluk parametreleri ekonomik açıdan (depolama, taşıma maliyetleri) önem taşımaktadır. Yoğurt tozlarında en düşük yoğunluk değerleri deneme 6'da belirlenmiştir. Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri kontrol örneği için sırasıyla 0.475 ile 0.599 g/cm³ bulunmuşken 6. deneme için sırasıyla 0.242 ile 0.256 g/cm³ bulunmuştur. Deneme 6, en yüksek gözeneklilik ve partikül büyüklüğüne sahip yoğurt tozu olup gözenekli yapıda olmaları kontrol yoğurt tozuna kıyasla yoğunluk değerlerinin düşük bulunmasının temel nedenidir. Aglomerasyon işlemi ile birlikte kontrol örneğe kıyasla düşük gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğunun meydana geldiği çeşitli çalışmalarda gözlemlenmiştir. Süt protein izolatının aglomerasyonun yapıldığı çalışmada kontrol örneği için gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.298 ve 0.356 g/cm³ bulunmuştur. Aglomerasyon işlemi ile küçük çaplı elekten elenmiş tozlarda ($d_{50}=106 \mu\text{m}$) gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.206 ve 0.262 g/cm³, büyük çaplı elekten elenmiş tozlarda ise ($d_{50}=199 \mu\text{m}$) 0.184 ve 0.198 g/cm³ olarak tespit edilmiştir. Partikül büyüklüğünün artması yoğunluk değerlerinde azalmaya yol açmıştır (Ji vd, 2015). Süt tozlarının karışımlarıyla elde edilen bebek maması tozunun aglomerasyonu çalışmasında d_{50} değeri 146 μm olan kontrol tozun gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.484 ve 0.563 g/cm³ iken aglomerasyon işlemi ile 187 μm çapında toz elde edilmiştir. Aglomere tozun yoğunluk değerleri 0.355 ve 0.447 g/cm³ olarak tespit edilmiştir (Szulc ve Lenart, 2013). Benzer sonuç mısır nişastasının aglomerasyonu çalışmasında gözlemlenmiştir. Partikül boyutu 16.4 μm olan tozların gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.48 ve 0.75 g/cm³ iken aglomerasyonla birlikte 82 μm partikül büyüklüğünde, 0.32 ile 0.44 g/cm³ yoğunluk değerleri elde edilmiştir (Chen vd, 2009a). Bal tozlarının aglomerasyonu ile gevşek ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinde kontrol örneğe kıyasla partikül büyüklüğündeki artışa bağlı olarak önemli ölçüde düşüş gözlemlenmiştir (Samborska vd, 2017).

Partikül boyutu ve gözenekliliğin artışına bağlı olarak yoğunluk değerlerinde meydana gelen azalma durumunun tersi soya sütünün aglomerasyonu çalışmasında tespit edilmiştir. Püskürtülerek kurutulmuş tozlarda gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.21 ve 0.35 g/cm³ bulunmuşken aglomerasyon işlemiyle 0.31 ve 0.38 g/cm³ değerlerine artış gözlemlenmiştir (Jinapong vd, 2008).



Şekil 4.2. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun yığın yoğunluğu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi



Şekil 4.3. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun sıkıştırılmış yığın yoğunluğu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi

Hem gevşek hem de sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri için işlem koşullarından atomizasyon basıncı ve püskürtülen bağlayıcı miktarı istatistiksel olarak etkili bulunan parametrelerdir ($p < 0.05$) (Şekil 4.2, 4.3). Atomizasyon basıncı ve bağlayıcı miktarının artması yoğunluk değeriyle pozitif etkileşim göstermiştir.

Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu için oluşturulan örnek model denklem model için önemsiz terimler çıkarıldığında performans katsayıları, tahmin etme kapasiteleri daha yüksek olan modeller oluşturulmuştur.

$$\text{Gevşek Yığın Yoğunluğu} = 0.31 + 0.016 * X_1 + 0.046 * X_2 - 0.084 X_3 - 0.067 * X_1 * X_2 + 0.032 * X_1 * X_3 - 0.037 * X_1 * X_1 + 0.028 * X_3 * X_3$$

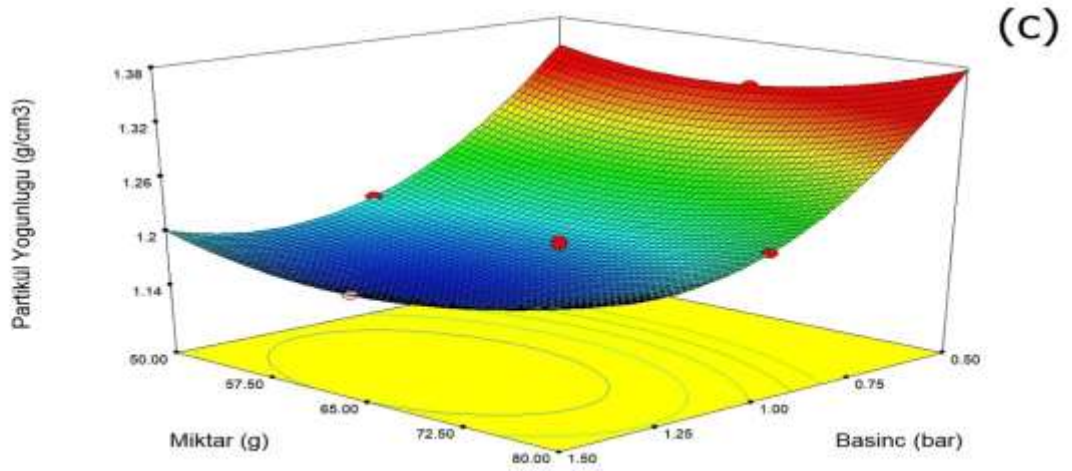
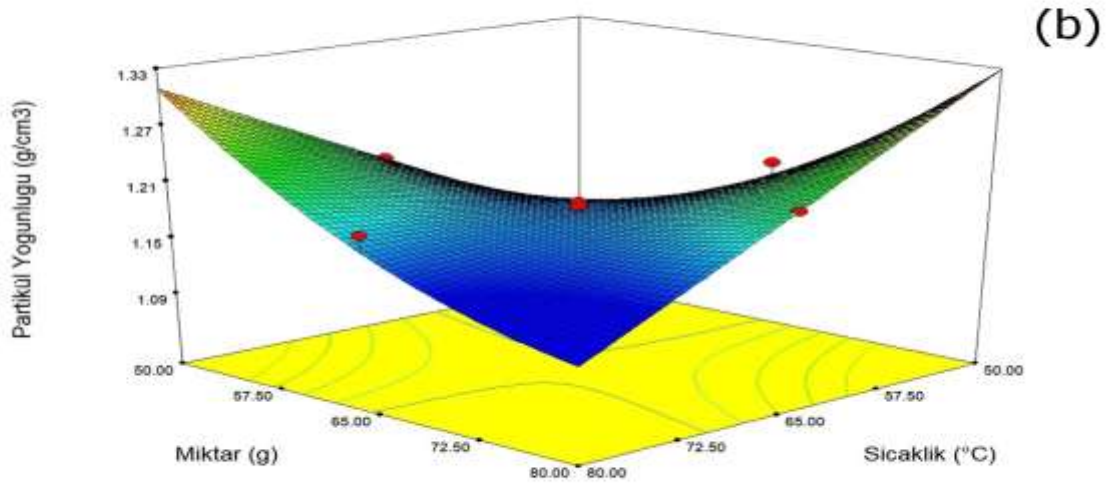
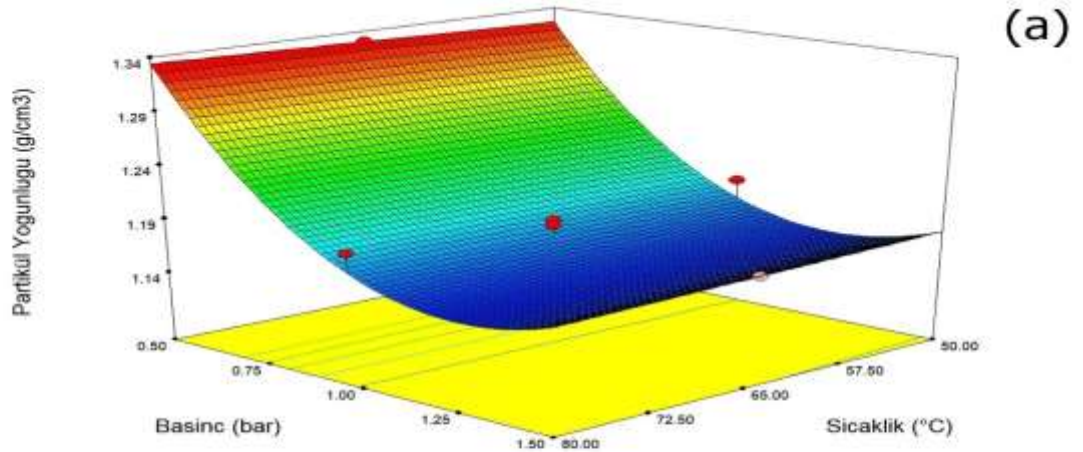
$$\text{Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu} = 0.35 + 0.016 * X_1 + 0.058 * X_2 - 0.080 X_3 - 0.062 * X_1 * X_2 + 0.044 * X_1 * X_3 - 0.036 * X_1 * X_1 - 0.014 * X_2 * X_2 + 0.023 * X_3 * X_3$$

Partikül yoğunluğu, 1 cm³ hacme karşılık gelen partikül kütlelerinin ölçümüdür. Gaz multi-piknometresi ile yapılan ölçümler sonucunda en yüksek yoğunluk 1.33 g/cm³ olarak deneme 6 için tespit edilmişken en düşük değer kontrol yoğurt tozunda 1.24 g/cm³ olarak belirlenmiştir. Bebek mamasının aglomerasyonu çalışmada kontrol örneğinin partikül yoğunluğu 1.33 g/cm³ olarak bulunmuşken aglomerasyon işlemi ile birlikte 1.44 g/cm³ değerine artış sağlanmıştır (Szulc ve Lenart, 2013).

Partikül yoğunluğu için oluşturulan örnek model denklem;

$$\text{Partikül Yoğunluğu} = -0.819 + 0.032 * X_1 - 0.078 * X_2 + 0.033 * X_3 - 0.0055 * X_1 * X_2 - 0.00484 * X_1 * X_3 - 0.00062 * X_2 * X_3$$

Atomizasyon basıncı, partikül yoğunluğuna negatif olarak etki eden parametre olarak tespit edilmiştir ($p < 0.05$). Ayrıca hava giriş sıcaklığı ve püskürtülen bağlayıcı miktarı interaksiyonu partikül yoğunluğunu negatif olarak etkilediği tespit edilmiştir (Şekil 4.4).



Şekil 4.4. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun sıkıştırılmış partikül yoğunluğu üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi

4.1.3. Aglomerasyon işlem koşullarının gözeneklilik üzerine etkisi

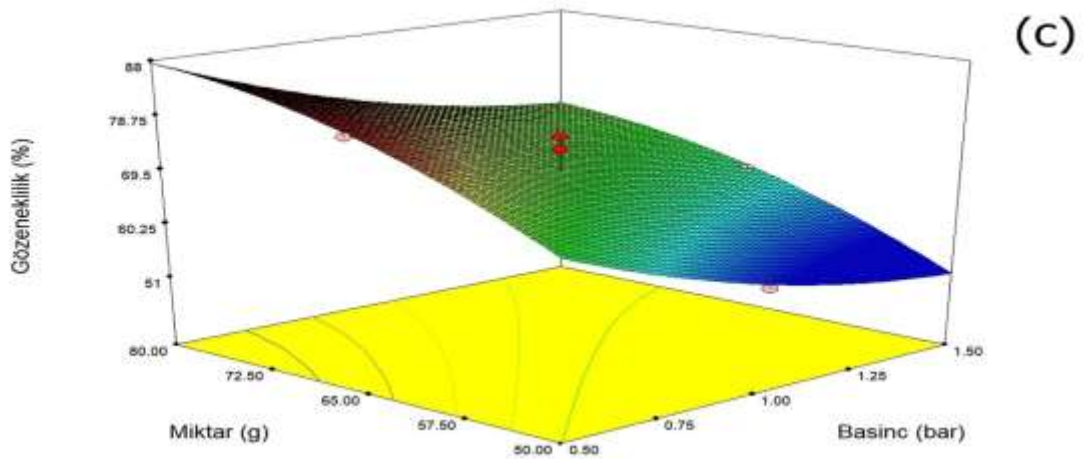
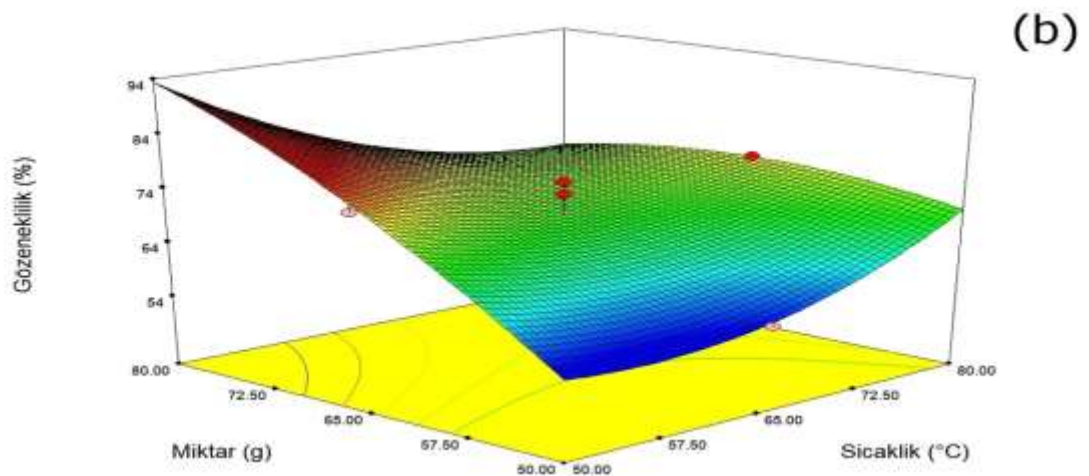
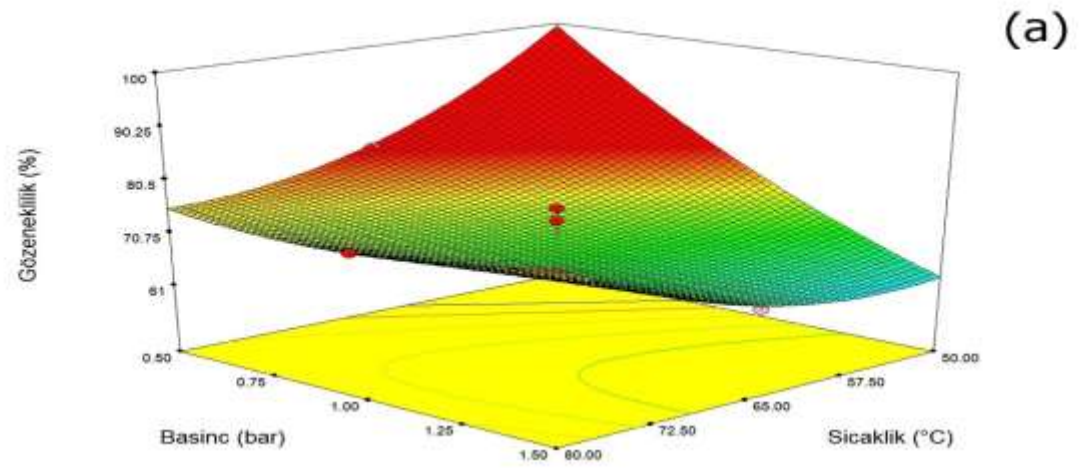
Gözeneklilik değeri partikül boyutu değeri gibi aglomerasyon gelişimini belirleyici önemli bir parametredir. Eğer gözenekler birbirine bağlı yapıdalar ise devamlı gözeneklilik, gözenekler yüzeyde ise açık gözeneklilik diğer durumlarda ise kapalı gözeneklilik olarak tanımlanmaktadır (Cuq vd, 2013). Yoğurt örneklerinin gözeneklilik değeri aglomerasyon işlemi ile % 51'den % 80.75 değerine kadar artmıştır. Pilot ölçekli üretilen yoğurt tozlarının gözeneklilik değeri % 36. 54 olarak belirlenmiştir (Koc vd, 2014). Endüstriyel geri beslemeli püskürtmeli kurutucularda üretilen yoğurt tozlarının gözeneklilik değerlerinin tek aşamalı pilot ölçekli kurutucudan elde edilen tozlara kıyasla yüksek bulunduğu tespit edilmiştir.

Yığın yoğunluklarının en düşük olduğu, partikül yoğunluğu ve büyüklüğünün en yüksek olduğu deneme 6 örneğinde en yüksek gözenekli yapı (% 80.75) tespit edilmiştir. İşlem koşullarından yoğurt tozu gözenekliliği üzerine atomizasyon basıncının ve püskürtülen bağlayıcı miktarının etkili olduğu tespit edilmiştir ($p < 0.05$) (Şekil 4.4). Basıncın artması gözenekliliği negatif olarak etkilerken bağlayıcı miktarındaki artış pozitif etkilemiştir. Gözenekli yapının oluşması tozların yüksek partikül büyüklüğüne sahip olmasına neden olmuştur. Gözenekli yapı aynı zamanda instant özelliklerin özellikle de ıslanabilme özelliğinin iyileştirilmesine olumlu etkide bulunmuştur. Gözenekli yapı sayesinde bağlayıcıların partiküller arasında penetrasyonu kolaylaşmakta ve tozlar kolay bir şekilde ıslanıp dağılabilmektedir. Gözenekli yapının meydana gelmesiyle birlikte tozların yığın yoğunluğu değerinde azalma meydana gelmiştir.

Gözeneklilik için oluşturulan örnek model denklem;

$$\text{Gözeneklilik} = 70.05 - 1.34 * X_1 - 5.91 X_2 + 6.80 X_3 + 5.08 * X_1 * X_2 - 4.7 * X_1 * X_3 + 2.97 * X_1 * X_2 + 1.54 * X_2 * X_3 - 1.76 * X_3 * X_3$$

Agglomerasyon işleminin değişik tozlara uygulandığı başka çalışmalarda süt protein izolatu tozlarında gözeneklilik % 72 den % 80 değerine artarken (Ji vd, 2015) bebek maması karışım tozu için % 57.6' den % 69.2 değerlerine (Szulcve Lenart, 2013), yağsız süt tozunda ise %62'den %86 değerine artış sağlanmıştır (Turchiuli vd, 2013).



Şekil 4.5. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun gözenekliliği üzerindeki etkisi: (a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi

4.1.4. Aglomerasyon işlem koşullarının nem içeriği ve su aktivitesi üzerine etkisi

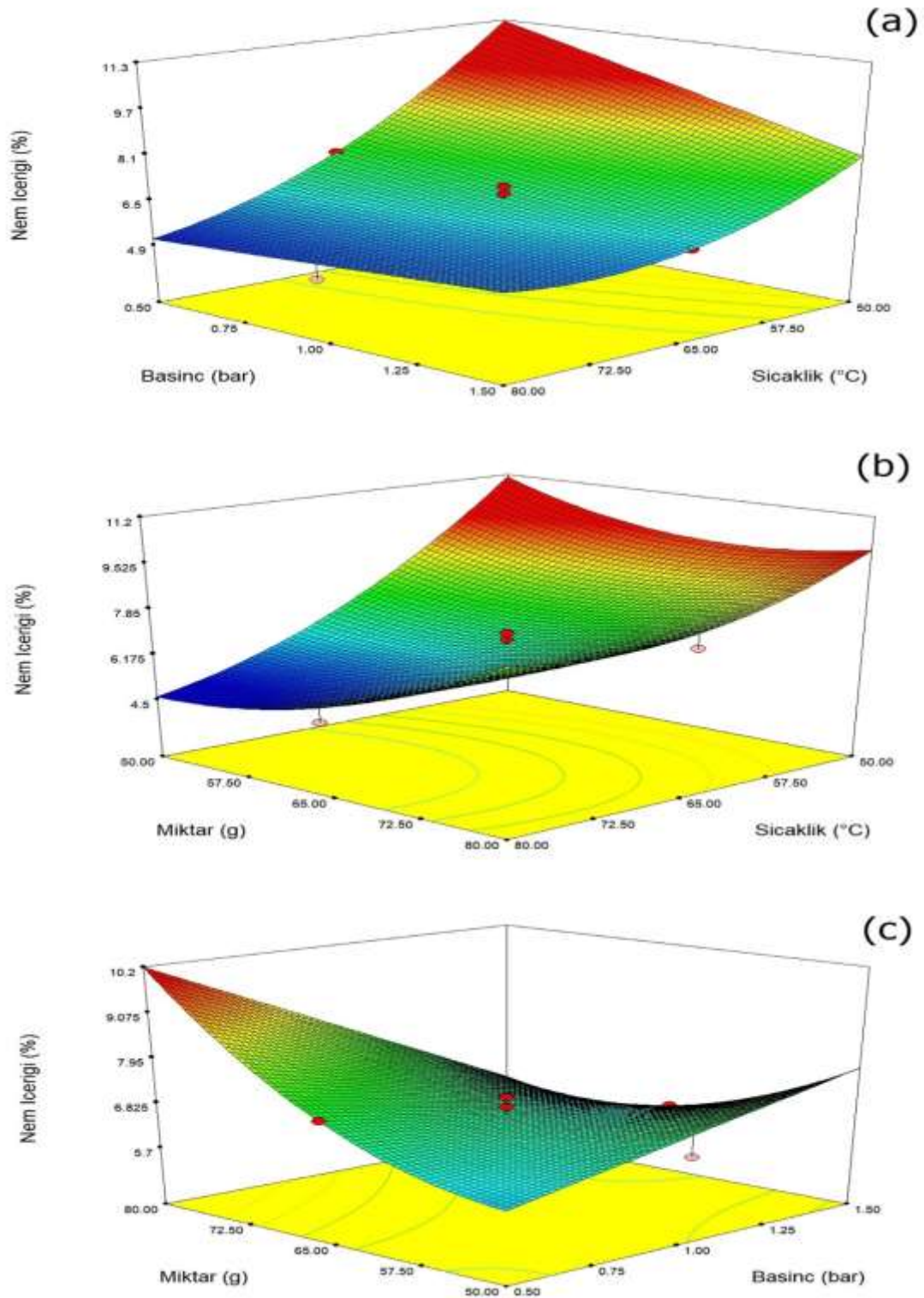
Gıda tozlarının nem içeriği ve su aktivitesi değerleri toz ürünlerin raf ömrünü ve depolama koşullarını belirleyici en önemli parametrelerin başında gelmektedir (Atalar ve Dervisoglu, 2015). Yüksek nem içeriği depolama boyunca kek oluşumu, yapışkanlık gibi problemlere yol açabilmektedir. Aglomerasyon işlemi süresince bağlayıcı madde püskürtülmesi tozları yapışkan hale getirebilmektedir (Samborska vd, 2017). Püskürtme yapmadan son kurutma işlemi son üründe nem içeriğinin azaltılması açısından önem taşımaktadır. Benzer çalışmalarda bazı yazarlar son kurutma için 15 dakikayı yeterli görürken (Jinapong vd, 2008; Szulc ve Lenart, 2013) bazı yazarlarda aglomeratların sürtünmeden dolayı kopmaların meydana gelmemesi için kurutma işlemini gerçekleştirmemiştir (Barkouti vd, 2013). Çalışmada tüm denemeler için püskürtülecek sıvı miktarı harcadıktan sonra son kurutma işlemi için 5 dakika kurutma işlemi uygulanmıştır. İşlem koşullarından hava giriş sıcaklığı nem içeriği üzerine etkili bulunmuştur ($p<0.05$). En düşük nem içeriği hava giriş sıcaklığının 80 °C olduğu 5. denemede belirlenmiştir. Nem içeriğini etkileyen bir diğer parametre ise bağlayıcı püskürtme hızıdır. Püskürtme hızı arttıkça hücre sıcaklığı azalmakta toz ürünlerde yüksek nem içeriği meydana gelebilmektedir. Yüksek hava hızı aynı zamanda ıslanma aktif bölgenin büyüklüğünü arttırmakta ve tozların aşırı ıslanarak hücreye yapışmalarına yol açmaktadır (Heinrich vd, 2003). Toz ürünlerin her birinin farklı su bağlama kapasiteleri mevcuttur. Ön denemelerde yoğurt tozu için en uygun püskürtme oranı olarak 2.11 mL/dk seçilmiştir. Bu oranın üstünde toz aşırı nemlendiğinden hücreye yapışmaya başlamakta ve akışkan yatağın çökmesinden dolayı işlem durmaktadır. Bu nedenden ötürü bağlayıcı püskürtme hızı tüm denemelerde sabit tutulmuştur.

Yoğurt tozlarının su aktivitesi değeri üzerine hava giriş sıcaklığı ve atomizasyon basıncı etkileşimi önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Tüm denemeler için elde edilen yoğurt tozlarının su aktivitesi değerleri 0.4'ün altında belirlenmiştir.

Nem içeriği ve su aktivitesi için oluşturulan örnek model denklem;

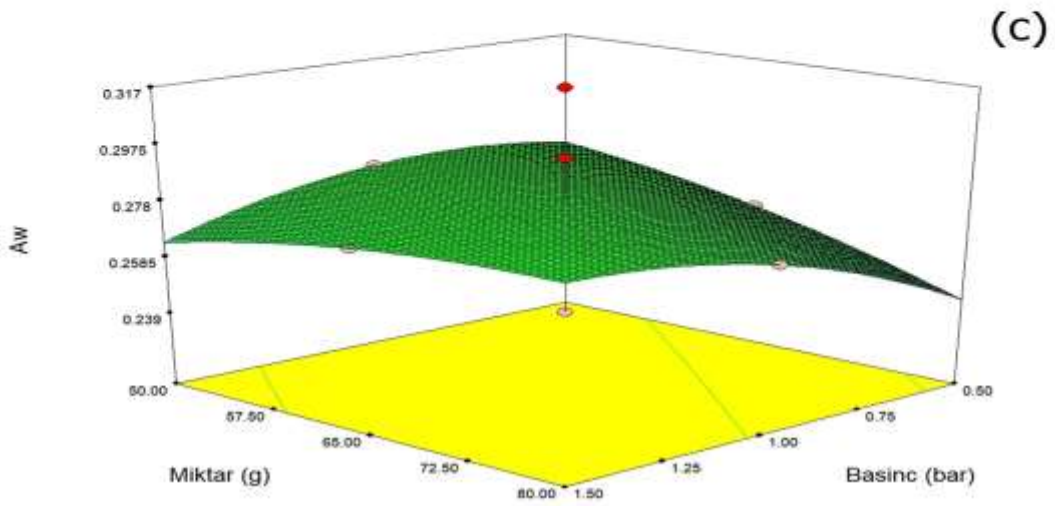
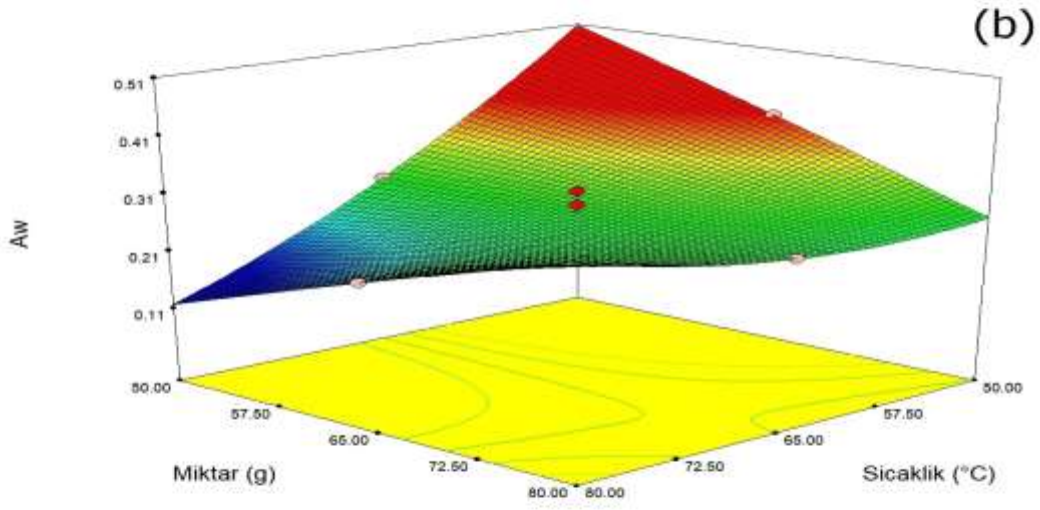
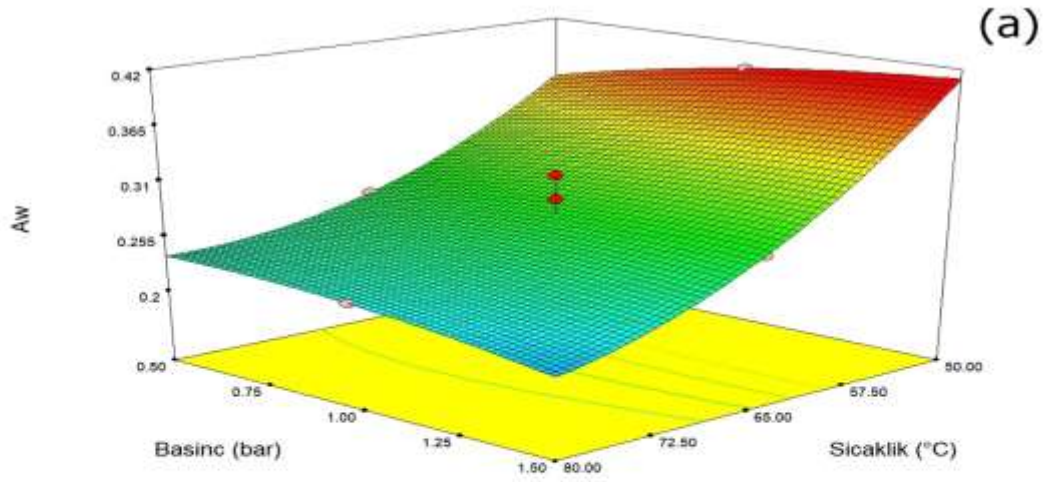
$$\text{Nem içeriği} = 6.59 - 1.48 * X_1 - 0.43 X_2 + 0.44 X_3 + 0.49 * X_1 * X_2 + 0.58 * X_1 * X_3 - 0.74 * X_2 * X_3 + 0.49 * X_1 * X_1 + 0.45 * X_3 * X_3$$

$$\text{Suaktivitesi} = 0.28 - 0.058 * X_1 + 0.00392 * X_2 - 0.00325 * X_3 - 0.01 * X_1 * X_2 + 0.057 * X_1 * X_3 + 0.00593 * X_2 * X_3 + 0.016 * X_1 * X_1 - 0.0047 * X_2 * X_2 + 0.0021 * X_3 * X_3$$



Şekil 4.6. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun nem içeriği üzerindeki etkisi:

(a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi



Şekil 4.7. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun su aktivitesi üzerindeki etkisi:

(a) sıcaklık-basınç, (b) sıcaklık-miktar, (c) basınç- miktar ilişkisi

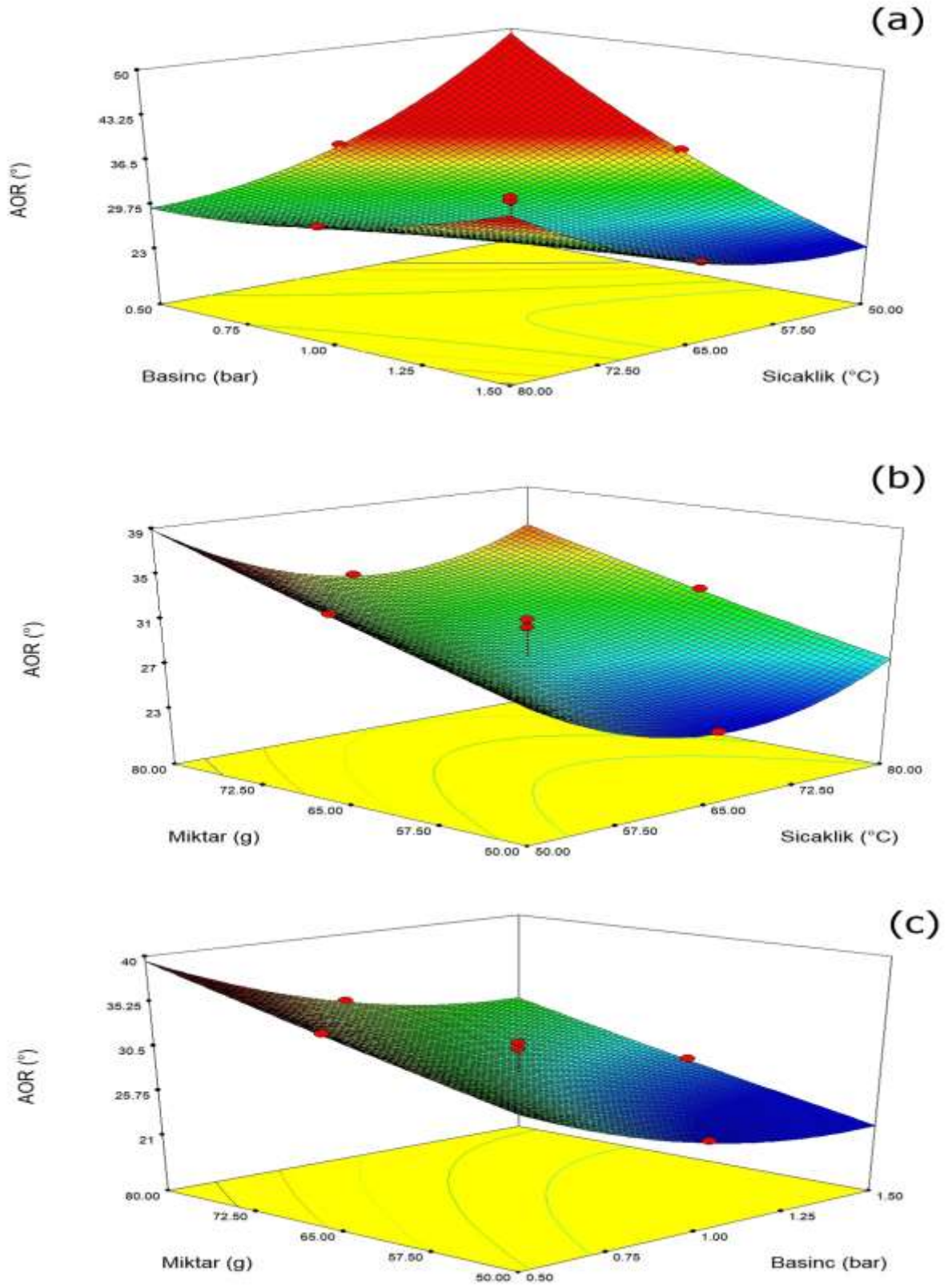
4.1.5. Aglomerasyon işlem koşullarının yığın oluşturma açısı, Hausner oranı, Carr indeksi değerleri üzerine etkisi

Akışkanlık, partiküllerin yüzey etkileşimleri tarafından oluşturduğu akmaya karşı gösterdikleri direncin üstesinden gelmesini ifade eden kavramdır. Kuru tozlar için Van der Waals, elektrostatik ve manyetik kuvvetler gibi kohezyon kuvvetleri akışa karşı direnç oluşturmada önemli rol oynamaktadır (Fitzpatrick, 2013). Küçük partikül boyutu tozun birim kütlesi başına yüksek temas alanı oluşturduğundan Van der Waals kuvvetlerinin etkisini arttırmaktadır. Bu durumu ortadan kaldırmak için az miktarda olsa katkı maddelerinin ilavesi partiküllerin yüzeylerinin kaplanmasına ve partiküller arası sürtünmenin azalmasına yol açmaktadır (Bhandari, 2013).

Nem içeriği akışkanlığı etkileyen bir diğer önemli parametredir. Belirli bir seviye üzerinde partiküller arasında sıvı köprüleri meydana gelmekte ve partiküllerin temas noktalarında kapiler kuvvetlerin oluşmasına sebep olmaktadır. Oluşan kapiler kuvvetler partikülleri bağlayarak hareketlerini kısıtlamaktadır (Fitzpatrick, 2013). Carr ve Hausner indeks değerleri sonuçlarına göre tüm denemelerdeki aglomere yoğurt tozlarında çok iyi akışkanlık (% 4.7–15.03) ve düşük yapışkanlık (1.06–1.18) tespit edilmiştir. Silika eklenmemiş kontrol yoğurt tozlarında küçük partikül boyutlu partiküller arasındaki yüksek yapışma kuvvetlerinden dolayı akma özelliği gözlemlenmemiştir. Silika eklenmesi tozların akma özelliğinin gelişmesine direkt etki etmiştir. Aglomerasyon işlemi silika ekli kontrol yoğurt tozunun yapışkanlık ve akma özelliklerini sırasıyla ortadan düşüğe, iyiden çok iyi sınıfına taşımıştır. Akışkanlığın geliştirilmesi yığın oluşturma açısı sonuçlarıyla da desteklenmiştir. Silika ilaveli kontrol yoğurt tozunun yığın oluşturma açısı 51.11° olup orta sınıfta yer alırken aglomere yoğurt tozlarının yığın oluşturma açıları 26.02 – 34.89° arasında değişmiştir. Elde edilen değerler ile aglomere yoğurt tozları için çok iyi akış gösteren tozlar sınıfında yer aldığını söylenebilmektedir. İşlem parametrelerinden atomizasyon basıncı ve püskürtülen su içeriği miktarının yığın oluşturma açısı üzerinde istatistiksel olarak etkili olduğu tespit edilmiştir (p<0.05).

Yığın oluşturma açısı için oluşturulan örnek model denklem;

$$\text{Yığın oluşturma açısı} = 28.02 - 0.92 * X_1 - 3.07 * X_2 + 3.10 * X_3 + 4.33 * X_1 * X_2 - 0.23 * X_1 * X_3 - 0.092 * X_2 * X_3 + 2.27 * X_1 * X_1 + 1.18 * X_2 * X_2 + 0.089 * X_3 * X_3$$



Şekil 4.8. Aglomerasyon işlem parametrelerinin yoğurt tozunun yığın oluşturma açısı üzerindeki etkisi: (a) basınç-sıcaklık, (b) sıcaklık- miktar, (c) basınç-miktar ilişkisi

4.1.6. Aglomerasyon işlem koşullarının ıslanabilme ve çözülebilme özellikleri üzerine etkisi

Tozların ıslanabilme özelliği katı ile sıvı ara yüzeyindeki yüzey gerilimin üstesinden gelme anlamına gelmekte olup tozun tamamen batması için gerekli olan sürenin ölçülmesiyle hesaplanmaktadır (Selomulyave Fang, 2013). Tozların fiziksel özelliklerinden partikül büyüklüğü, yoğunluğu, morfolojisi ve gözenekliliği ıslanma davranışı üzerine etkili olan parametrelerdir. Partikül büyüklüğünün büyük olması suyun partiküller arasında penetrasyonunu kolaylaştırır. Aglomerasyon işlemi tozların ıslanabilme özelliklerinin iyileştirilmesinde kullanılabilen önemli bir prosestir. Kontrol yoğurt tozlarının ıslanma süreleri bir saatten fazla sürmüştür. Benzer sonuç püskürtülerek kurutulmuş yoğurt tozlarının optimizasyonu çalışmasında tespit edilmiş olup elde edilen tozların zayıf ıslanma özelliği göstermeleri sıcaklıkla denatüre olan proteinlerin çözülebilmelerinde meydana gelen azalmaya bağlanmıştır (Fang vd, 2007; Koc vd, 2014). Kontrol yoğurt örneğine silika ilavesi ıslanma süresine etki etmemiştir. Beş dakikadan fazla ıslanma süresi olan tozlar ıslanmamış olarak adlandırılmaktadır. Tozların iyi instant özellik gösterebilmeleri için birkaç saniye içerisinde ıslanmaları gerekmektedir (Turchiuli vd, 2005a). Aglomerasyon işleminin uygulanması yoğurt tozların ıslanma sürelerini deneme 2 hariç 3.5- 7 saniye aralığına düşürmüştür. İkinci denemede en düşük ortalama partikül büyüklüğünü gözlemlenmiş olduğu işlem koşulları olup aglomerasyon işleminin yeterince gerçekleşmediği anlaşılmaktadır. Aglomerasyon işlemi sayesinde zayıf ıslanma özelliği gösteren yoğurt tozları instant forma dönüşmüştür. Bu durum partikül boyutunda ve gözeneklilik miktarında artışa bağlanabilmektedir. Benzer sonuç yağsız süt tozunun aglomerasyon çalışmasında gözlemlenmiş olup bir saatten fazla süren ıslanma süresi aglomerasyon işlemi ile 3-5 saniyelere kadar düşürülmüştür (Barkouti vd, 2013). Püskürtülerek kurutulmuş bal tozlarının ıslanabilme süreleri 180 s'den fazla iken aglomerasyon işlemi ile birlikte 15 saniyenin aşağısına düşerek instant forma dönüşmüştür (Samborska vd, 2017).

Agglomer olmuş yoğurt tozlarının çözülebilme değerleri kontrol yoğurt örneğine göre azda olsa bir artış göstermiştir (Çizelge 4.1). Tozların çözülebilmeleri proteinlerin durumlarından, rekonstitüye olmuş toz çözeltinin pH ve sıcaklığından etkilenmektedir (Chenve Özkan, 2007). Yoğurt tozlarının çözülebilme oranları % 62-68 oranlarında tespit edilmiştir. Koc vd (2014) optimum koşullar için üretmiş oldukları püskürtülerek kurutulmuş yoğurt tozlarının çözünürlük değerini % 68 olarak belirlemiş, tozlarda çözülemeyen madde artışını işlem koşullardan kurutma sıcaklığına bağlamışlardır.

4.1.7. Aglomerasyon işlem koşullarının renk değişimi üzerine etkisi

Aglomerasyon işleminde sıcak havanın kullanılması tozların beyazlık indeksinde (L^*) ve kırmızılık indeksi (a^*) azda olsa azalma meydana getirmiştir. Sarılık indeksi (b^*) değerleri ise aglomerasyon işlemi ile birlikte tüm örneklerde artış göstermiştir (Çizelge 4.4). Kontrole yakın en yüksek beyazlık indeksi deneme 8 için elde edilmişken en düşük değer hava giriş sıcaklığın 75 ve 80 °C'de olduğu denemelerde tespit edilmiştir. Renk değerlerinin modelleri istatistiksel olarak önemli bulunmadığından dolayı modele ilave edilmemiştir.

Çizelge 4.4. Aglomerasyon işlem koşullarının renk değerleri üzerine etkisi

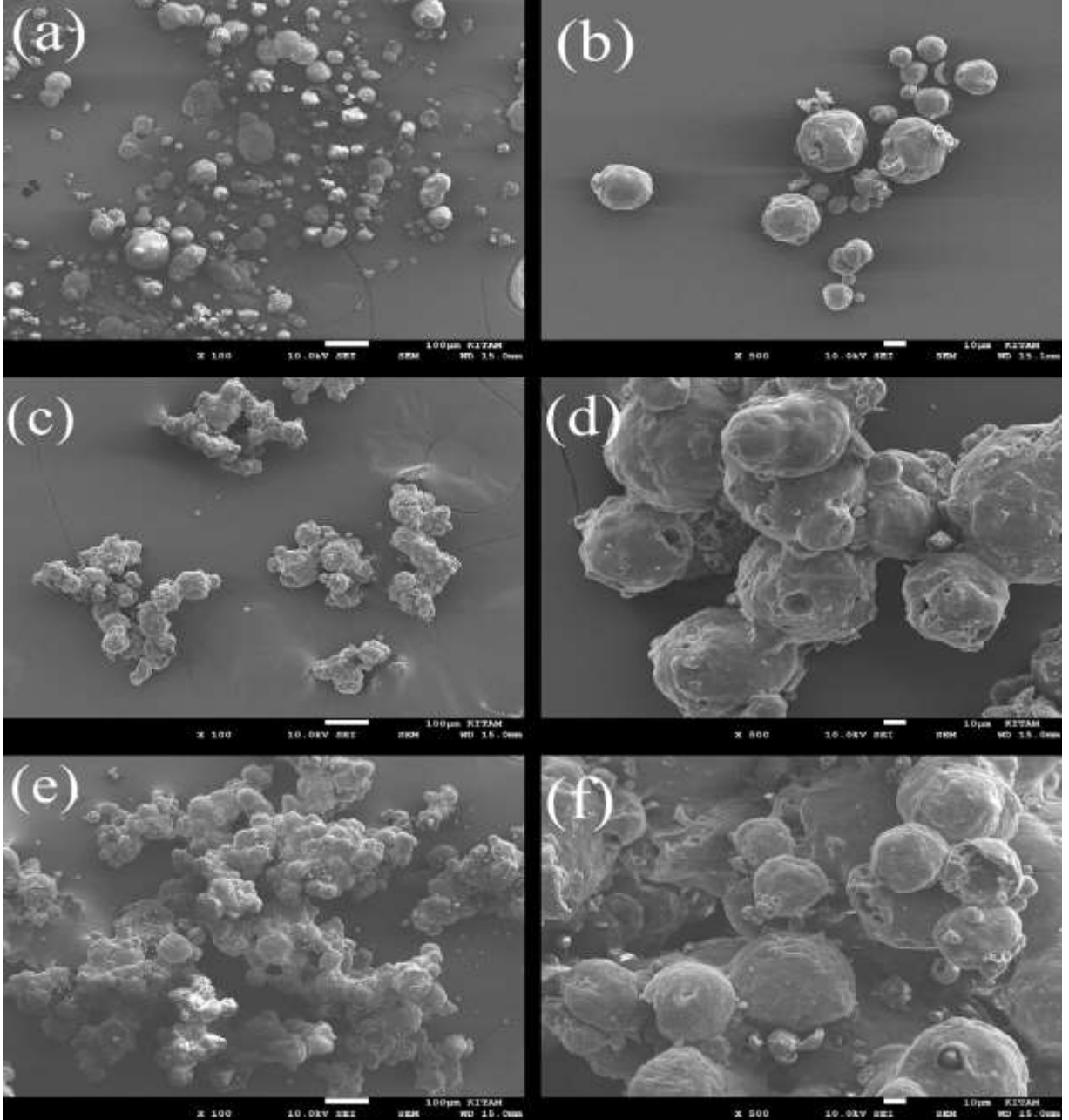
Deneme	X1 (°C)	X2 (bar)	X3 (g)	L^*	a^*	b^*
K				93.07	-1,04	15.93
1	50	1	65	90.33	-0.73	20.74
2	75	1.3	55	89.61	-0.55	17.61
3	55	1.3	75	90.25	-0.57	20.42
4	65	1	65	90.19	-0.34	19.3
5	80	1	65	90	-0.2	19.74
6	65	0.5	65	88.55	-0.4	22.37
7	65	1	65	90.72	-0.03	16.77
8	65	1	50	91.58	-0.69	18.01
9	75	0.7	75	89.9	-0.58	21.15
10	55	0.7	55	90.26	-0.73	20.82
11	65	1.5	65	91.26	-0.59	18.95
12	65	1	65	90.69	-0.11	17.15
13	65	1	65	90.87	-0.22	17.96
14	65	1	80	90.54	-0.71	20.66
15	65	1	65	90.99	-0.71	19.85

X1:Hava giriş sıcaklığı; X2 atomizasyon basıncı; X3 püskürtülen bağlayıcı miktarı

4.1.8 Aglomere tozların mikroskopisi

Yoğurt tozlarına ait SEM görüntüleri Şekil 4.9'da gösterilmiştir. Şekilde küçük doğal partiküllerin pürüzsüz yüzeyleri mevcut olup tekli partikülleri bağlayacak bağ yapısının olmadığı gözlemlenmektedir (Şekil 4.9 a-b). Şekil 4.9 (c-f) en küçük ve en büyük partikül boyutuna sahip örneklerin sırasıyla 100-500x büyüklüğündeki SEM görüntüleridir.

Partikül boyutunun ve gözenekliliğin artmasının üzüm benzeri aglomerat yapı meydana getirdiği gözlemlenmektedir. Oluşan bu yapı iyi rekonstitüye özelliği gösteren tozlarda istenen yapı olduğu bilinmektedir (Skanderby vd, 2009).



Şekil 4.9. Kontrol ve aglomere yoğurt tozlarına ait SEM görüntüler.

(a) kontrol yoğurt tozuna ait 100x büyütme SEM görüntüsü (b) kontrol yoğurt tozuna ait 500x büyütme SEM görüntüsü (c) en düşük partikül boyutlu örneğe ait 100x büyütme SEM görüntüsü (d) en düşük partikül boyutlu örneğe ait 500x büyütme SEM görüntüsü (e) en yüksek partikül boyutlu örneğe ait 100x büyütme SEM görüntüsü (f) en yüksek partikül boyutlu örneğe ait 500x büyütme SEM görüntüsü

4.1.9. Model optimizasyonu

Çoklu kritere göre optimizasyon işlemi istenirlik fonksiyonu vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. Her bir yanıtta göre istekler minimum ve maksimum olarak tercih edilmiştir. Ortalama partikül boyutu ve gözeneklilik için hedeflenen değer maksimum seçilirken nem içeriği, su aktivitesi, yığın yoğunlukları, partikül yoğunluğu, yığın oluşturma açısı minimum seçilmiştir. Çıkış sıcaklığı 30-35°C aralığında tercih edilmiştir. Bu parametreler doğrultusunda optimum işlem koşulları 62.5 °C hava giriş sıcaklığı, 0.9 bar atomizasyon basıncı ve 68 gram püskürtülen bağlayıcı su miktarı olarak belirlenmiştir. Optimum koşullarda elde edilen tahmini değerler ile deneysel sonuçlar sırasıyla Çizelge 4.5 ve 4.6'da gösterilmiştir. Elde edilen değerlerin tahmini değerlere yakın bulunması modelin gerçekleştirilebilirliği ve tahminlemenin iyi olduğu anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.5. Optimum noktadaki tahmini değerler

X1 (°C)	X2 (bar)	X3 (g)	Nem İçeriği (%)	Aw	Partikül Yoğunluğu (g/cm ³)	(D ₅₀) (µm)	Gözeneklilik (%)	Yığın Yoğunluğu (g/cm ³)	Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu (g/cm ³)	Çıkış Sıcaklığı (°C)	AOR (θ)	İstenirlik
62.56	0.9	68.48	7.32	0.284	1.204	146.86	76.39	0.262	0.299	32	30.62	0.636
62.59	0.91	68.57	7.31	0.284	1.204	146.65	68.72	0.262	0.299	32	30.62	0.636
62.54	0.9	68.42	7.32	0.285	1.204	147.03	75.93	0.262	0.299	32	30.63	0.636

X₁(hava giriş sıcaklığı), X₂(atomizasyon basıncı), X₃(püskürtülen bağlayıcı miktarı)

Çizelge 4.6. Optimum noktadaki deneysel değerler

X1 (°C)	X2 (bar)	X3 (g)	Nem İçeriği (%)	Aw	Partikül Yoğunluğu (g/cm ³)	(D ₅₀) (µm)	Gözeneklilik (%)	Yığın Yoğunluğu (g/cm ³)	Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu (g/cm ³)	Çıkış Sıcaklığı (°C)	AOR (θ)
62.56	0.9	68.48	6.76	0.285	1.083	143.33	71.19	0.272	0.312	33	29.33
62.59	0.91	68.57	6.84	0.279	1.113	140.65	71.16	0.286	0.321	33	28.64
62.54	0.9	68.42	6.93	0.281	1.115	139.03	71.84	0.298	0.314	33.5	29.01

X₁(hava giriş sıcaklığı), X₂(atomizasyon basıncı), X₃(püskürtülen bağlayıcı miktarı)

4.2. Farklı Bağlayıcıların Aglomere Yoğurt Tozu Üzerine Etkisi

Tezin ikinci aşamasında belirlenen optimum koşullar olan 62 °C hava giriş sıcaklığı, 0.9 bar atomizasyon basıncı ve 68 g bağlayıcı miktarı kullanılarak farklı bağlayıcıların yoğurt tozlarının fiziksel, fizikokimyasal ve morfolojik özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Bağlayıcı çeşitleri olarak distile suyun yanı sıra laktoz, sükroz ve maltodekstrin şekerlerinin % 15'lik sulu çözeltileri ve pH 4 ve 10 tamponları kullanılmıştır. pH 4 çözeltisi 0.1 N NaOH ilavesi ile hazırlanırken pH 10 çözeltisinin hazırlanmasında 0.1 N HCl kullanılmıştır.

Püskürtme hızı 2.11 dk/mL, hava akış oranı 8-9 m³/saat, son kurutma süresi 5 dakika olarak sabitlenmiş, optimum noktadaki işlem parametreleri tüm bağlayıcı çeşitlerinde sabit tutulmuştur. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.6'da verilmişken tozların görünüşleri Şekil 4.10'da gösterilmiştir.



Şekil 4.10. Farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının görünümü

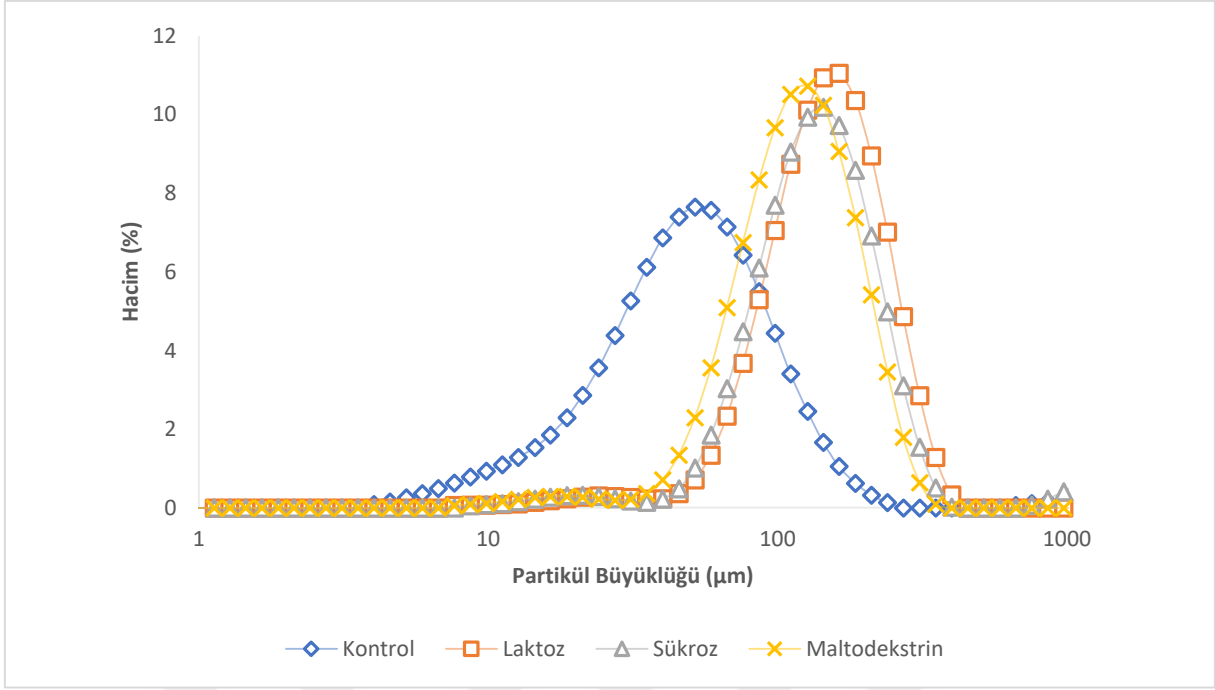
Kullanılan bağlayıcı çözeltisinin konsantrasyonu ve viskozitesi partikül yüzeyinin etkin şekilde kaplanabilmesi açısından önem taşımaktadır. Yüksek konsantrasyon ve viskozite bağlayıcının partikül yüzeyinde çok katmanlı tabaka oluşumuna yol açmakta ve partiküller bağlayıcıların meydana getirdiği köprüler ile birbirine bağlanamamaktadır (Tüske vd, 2005). Yüksek viskozite aynı zamanda sıvı bağlayıcının hareketliliğini azaltmakta ve bağlayıcının dağılımını engellemektedir. Çekirdeklenme aşamasının gelişimi yüksek viskoziteden ötürü değişebilmekte ve topaklaşma artabilmektedir. Yüksek viskozite kaba yapıda büyük topaklara yol açabilmektedir. Çalışmada laktoz, sükroz ve maltodekstrin %15'lik çözeltilerinin 10 s^{-1} kayma gerilimine karşı viskoziteleri sırasıyla 14.69, 9.4 ve 28.39 cP bulunmuştur. Şeker çözeltilerinin %15 konsantrasyonları düşük viskozite gösterdiğinden dolayı viskozitenin etkisi çalışmada ihmal edilmiştir.

4.2.1. Bağlayıcı tipinin partikül büyüklüğü üzerine etkisi

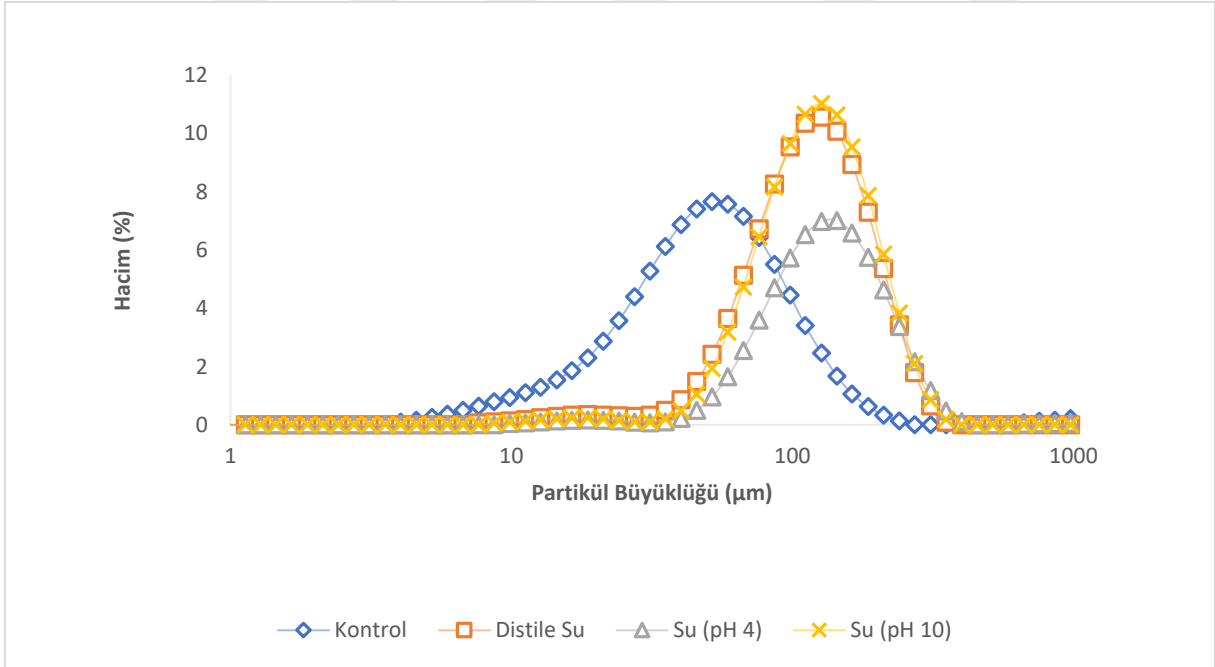
Partikül boyutunun değerlendirilmesinde ortalama (d_{50}), hacim bazlı ($d_{4,3}$) ve alan bazlı ($d_{3,2}$) büyüklük değerleri yorumlanmıştır. Aglomerasyon işlemi ile başlangıç partikül büyüklüğü (d_{50}) değeri yaklaşık 52 μm olan yoğurt tozunun farklı bağlayıcılar kullanarak instant hale dönüştürülmesi ile 122.5-156 μm büyüklüğünde örnekler elde edilmiştir. Farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının partikül boyutu dağılımı Şekil 4.11 ve Şekil 4.12'de gösterilmiştir. Şekillere göre tüm tozların mono-model dağılım gösterdiği anlaşılmaktadır.

Şeker çözeltili bağlayıcılar kullanılması suya kıyasla aglomerat yapısını geliştirmiştir. Örneklerin ortalama partikül büyüklüğüne bakıldığında en yüksek laktoz bağlayıcı kullanımında belirlenirken en düşük distile su ve iyonik su bağlayıcıları kullanımında tespit edilmiştir.

Agglomerasyon işlemi sona ermesiyle meydana gelen aglomeratların sağlamlaştırılması amacıyla yapılan püskürtmesiz son kurutma işlemiyle oluşan sıvı köprüler katı köprülere dönüşebilmektedir. Partiküller arasında oluşan bu köprünün dar yapılı olması kolay kırılabilmesine yol açmaktadır (Bhandari, 2013). Yağların oluşturmuş olduğu katı köprüler karbonhidratların oluşturmuş olduğu köprülerden daha zayıftır. Bağlayıcı olarak şeker içerikli çözelti kullanımı partiküller arasındaki bu tip kuvvetli köprü oluşumunu teşvik edeceği için partikül büyüklüğünün su bağlayıcılarına göre yüksek bulunmasını desteklemektedir.



Şekil 4.11. Kontrol ve şeker bazlı bağlayıcı kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının partikül boyutu dağılımları



Şekil 4.12. Kontrol ve farklı pH'daki sular kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının partikül boyutu dağılımları

Hacim bazında en yüksek partikül büyüklüğü sükroz, alan bazında ise laktoz bağlayıcıları kullanılmasıyla belirlenmiştir ($p < 0.05$). Bağlayıcı etkisinin partikül büyüklüğüne etkisi ile ilgili

olarak yapılan çalışmalarda Szulc ve Lenart (2013) bebek mamalarında su, laktoz ve sükröz çözeltilerinin (% 15'lik) aglomerasyon etkilerini araştırmıştır. Çalışmada sükröz ve laktoz çözeltileri distile suya göre daha yüksek partikül boyutuna neden olduğu tespit edilmiştir. Jinapong vd (2008) instant soya sütü üretiminde bağlayıcı (maltodekstrin) konsantrasyonunun etkisini % 0-10 konsantrasyon aralığında olumlu, % 15-30 aralığında ise olumsuz bulmuştur. Benzer şekilde maltodekstrinin bağlayıcı olarak kullanıldığı mısırdan elde edilen Zein tozlarının aglomerasyonu çalışmasında % 14 bağlayıcı konsantrasyonun % 28'lik konsantrasyona göre aglomerasyon gelişimini olumlu etkilediği tespit edilmiştir. Bağlayıcı konsantrasyonun artması aglomerasyon işlemini hızlandırdığı ancak aglomerat yapısını sağlamlaştıramadığı belirlenmiştir (Turchiuli vd, 2005a).

4.2.2. Bağlayıcı tipinin yoğunluk (yığın, sıkıştırılmış ve partikül yoğunluğu) değerleri üzerine etkisi

Aglomerasyon işlemiyle birlikte gözenekli yapı oluşmakta, tozların kapladığı hacimde artış meydana gelmekte ve yoğunluk değerleri azalış göstermektedir. Kontrol yoğurt tozunun yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.50 ve 0.71 g/cm³ olup aglomere olmuş tüm yoğurt tozlarından büyük bulunmuştur (p<0.05). Farklı bağlayıcılar ile aglomere olmuş yoğurt tozlarının yığın yoğunluğu değerleri en düşük 0.25 g/cm³ olarak distile su ve laktoz bağlayıcılarında tespit edilirken en yüksek ise 0.28 g/cm³ olarak sükröz çözeltilerinde tespit edilmiştir. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu için en düşük değer 0.29 g/cm³ ile distile suda bulunurken en yüksek değer 0.34 g/cm³ ile sükröz çözeltilerinin kullanıldığı yoğurt tozlarında belirlenmiştir. Partikül boyutu büyük olan laktozun yoğunluk değerlerinin en düşük bulunması aglomerasyon işleminin yoğunluk üzerine negatif etkisini ortaya koymaktadır. Yoğunluk üzerine bağlayıcı çeşitlerinin önemli bir etkisi bulunmamıştır (p>0.05). Benzer sonuç Ji vd (2015) tarafından tespit edilmiş olup aynı elek boyutundan elenmiş tozlarda bağlayıcı çeşidinin yoğunluk üzerine etkisi gözlemlenmemiştir. İnanstant soya tozunda benzer bir şekilde su ile % 15 maltodekstrin kullanımı sonucu tozlarda yoğunluk değerlerinde fark gözlemlenmemiştir (Jinapong vd, 2008).

Partikül yoğunluğu değerleri için en yüksek değer 1.31 g/cm³ ile aglomere olmamış kontrol yoğurt örneğine ait olup aglomerasyon işlemi ile tüm yoğurt örneklerinde istatistiksel olarak düşüş gözlemlenmiştir (p<0.05). Bağlayıcılardan en düşük yoğunluk 1.18 g/cm³ ile maltodekstrin bağlayıcısında gözlemlenirken kontrol yoğurt tozuna en yakın değer distile su ve laktoz bağlayıcıları kullanılmış yoğurt tozlarında 1.26 g/cm³ olarak belirlenmiştir. Süt proteini

izolatı tozlarının partikül yoğunluğu değerleri laktoz ve süktroz çözeltilerinin % 15'lik konsantrasyonlarında bağlayıcı olarak kullanılmaları durumunda 1.3 g/cm^3 değerinden düşük belirlenmiştir (Ji vd, 2015). Bebek mamalarının aglomerasyonu işleminde bağlayıcı çeşidinin partikül yoğunluğunu etkileyen önemli bir parametre olduğu belirlenmiştir (Szulc ve Lenart, 2013).

4.2.3. Bağlayıcı tipinin gözeneklilik üzerine etkisi

Toplam hacim ile partikül hacmi arasındaki farkın oranını ifade eden gözeneklilik değeri kontrol yoğurt örneğinde % 47 iken aglomerasyon işlemi ile birlikte % 72-77'lere ulaştığı gözlemlenmiştir. Bağlayıcı çeşitlerinden laktoz çözeltisi ile elde edilen yoğurt tozlarında en yüksek gözenekli yapı tespit edilmiştir. Laktoz çözeltileri ile elde edilen tozlarda aynı zamanda en büyük ortalama partikül büyüklüğü değerlerine sahip olduğu bilinmektedir. Aglomerasyon işlemi ile boyut büyüklüğünün artması ile birlikte gözenekliliğin de arttığı bilinmektedir (Werner vd, 2007). Elde edilen gözeneklilik değeri süt proteini izolatlarında elde edilen değerlerden az da olsa düşük bulunmuşken (Ji vd, 2015) bebek maması çalışmasında elde edilen tozlardan yüksek bulunmuştur (Szulc ve Lenart, 2013). Soya sütünde ise bağlayıcı olarak maltodekstrin (% 15) kullanımı bu çalışmada elde edilen sonuçlarla benzer bir şekilde distile suya göre gözenekliliği azalttığı tespit edilmiştir (Jinapong vd, 2008).

4.2.4. Bağlayıcı tipinin ıslanabilme ve çözünebilme özellikleri üzerine etkisi

Islanabilme toz partiküllerinin bir sıvı içerisinde batabilme yeteneği olup kapiler kuvvetlere bağlı olarak yüzey gerilimi yenmesi olarak bilinmektedir (Ji vd, 2015). Aglomerasyon işlemi ile tamamıyla ıslanabilmesi 2 saatten fazla süren yoğurt tozlarının ıslanma süreleri 3-8 s'lere kadar düşüş göstermiştir. Böylece elde edilen tüm tozlar instant forma dönüşmüştür. En kısa ıslanma süreleri distile su, laktoz ve süktroz çözeltileri ile elde edilen tozlarda tespit edilmiştir. İyonize su (pH 4 ve 10) kullanımı distile su kullanımına göre ıslanma süresini azda olsa arttırmıştır. Bunun nedeni partiküller arası etkili çekim kuvvetlerin yüzey elektron dağılımının azda olsa değişebilmesi ve bu değişime bağlı olarak çekim kuvvetlerinin artmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Hidrofilik olan laktoz ve süktroz çözeltilerin toz yüzeylerinde hidrofilik köprüler oluşturması tozların ıslanabilmesini kolaylaştırmaktadır (Ji vd, 2015). Islanma özelliğinin gelişmesi aynı zamanda büyük partiküllerin varlığında daha net gözlemlenebilmektedir. Büyük partiküller büyük gözenekli yapıya yol açmakta ve suyun bu yapıdan penetrasyonu kolaylaşabilmektedir (Chávez Montes

vd, 2011). Bağlayıcı çeşitlerinden en büyük partikül boyutunun elde edildiği laktoz ve sükroz çözeltilerinden elde edilen yoğurt tozlarının en düşük ıslanma sürelerine sahip olması bu durumu desteklemektedir. Soya sütü tozunda bağlayıcı olarak kullanılan maltodekstrin çözeltisinin konsantrasyonunun ıslanma süresi üzerine oldukça etkili olduğunu tespit etmiştir. Çalışmada farklı konsantrasyonlardan % 10'luk maltodekstrin çözeltisi kullanımı en kısa ıslanma süresinin (42 s) elde edilmesini sağlamıştır (Jinapong vd, 2008).

Çözünbilme değerlerine bakıldığında en düşük değerler kontrol örneği ile birlikte distile su ile aglomere olmuş yoğurt tozlarında %55 olarak tespit edilmiştir. Bağlayıcı çeşitlerinden şeker örnekleri arasında en yüksek değer laktoz çözeltisinde elde edilirken en düşük değer sükroz için elde edilmiştir. Distile su yerine asidik su kullanımı tozların çözünürlük değerlerini kontrol ve distile su örneklerine kıyasla istatistiksel olarak olumlu etkilemiştir ($p < 0.05$). Distile suda %55 olan çözünürlük oranı asidik suyla birlikte % 64'lere çıkmıştır. Asitliğin etkisi ile çözünme özelliğinde artışın meydana gelmesi proteinler üzerine asidin etkisinden kaynaklanabileceği ve bu değişimin çözünürlük değerinde artış meydana getirebileceği düşünülmektedir. Asidik su kullanımı aynı zamanda tozlara ait protein ve N-H bantlarında artışa yol açtığını desteklemektedir (Şekil 4.13).

Çizelge 4.7. Farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen instant yoğurt tozlarının bazı özellikleri

	Kontrol	Laktoz (%15)	Sükroz (%15)	Maltodekstrin (%15)	Distile Su	pH 4 tampon	pH 10 tampon
Su İçeriği (%)	93.77±0.04 ^a	90.79±0.18 ^b	89.7±0.20 ^d	90.56±0.03 ^{bc}	90.65±0.18 ^{bc}	90.34±0.25 ^c	90.64±0.08 ^{bc}
d ₅₀ (µm)	51.97±0.06 ^f	156.13±1.73 ^a	149.6±1.52 ^b	141±1.41 ^c	122.5±1.51 ^e	124.8±1.09 ^e	129.14±0.69 ^d
D [4,3]	59.9±0.1 ^c	166.38±1.85 ^b	243±1.63 ^a	156.67±9.81 ^b	131.17±1.83 ^b	134±1.41 ^b	138.71±0.76 ^b
D [3,2]	37.03±0.15 ^f	125.63±1.77 ^a	119.67±1.71 ^b	116±0.82 ^c	95.65±1.47 ^e	98.94±0.86 ^e	106.57±0.98 ^d
Gözeneklilik (%)	47.34±1.03 ^d	75.89±1.50 ^a	72.46±1.41 ^b	73.13±0.9 ^b	71.92±0.82 ^c	72.41±1.74 ^{bc}	72.88±0.64 ^b
Partikül Yoğunluğu (g/cm ³)	1.31±0.04 ^a	1.26±0.03 ^b	1.25±0.01 ^b	1.18±0.02 ^c	1.14±0.02 ^d	1.16±0.01 ^{cd}	1.18±0.01 ^c
Yığın Yoğunluğu (g/cm ³)	0.50±0.01 ^a	0.26±0.01 ^{bc}	0.28±0.01 ^{bc}	0.27±0.01 ^{bc}	0.25±0.02 ^c	0.28±0.01 ^b	0.28±0.06 ^{bc}
Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu (g/cm ³)	0.71±0.01 ^a	0.30±0.02 ^{cd}	0.34±0.02 ^b	0.33±0.01 ^{bc}	0.32±0.01 ^{bc}	0.32±0.02 ^{bc}	0.32±0.01 ^{bc}
Hausner Oranı	1.42±0.03 ^a	1.18±0.06 ^{bcd}	1.20±0.01 ^b	1.13±0.04 ^{cd}	1.14±0.05 ^{bcd}	1.18±0.07 ^{bc}	1.18±0.05 ^{bcd}
Carr İndeksi (%)	29.5±1.94 ^a	14.71±1.35 ^{bc}	16.81±1.01 ^b	11.35±2.32 ^c	12.43±1.92 ^{bc}	15.20±2.03 ^{bc}	15.09±1.61 ^{bc}
Islanma Süresi (s)	>1h	3.17±0.29 ^c	4.17±0.29 ^{bc}	8±2.83 ^a	4.33±0.58 ^{bc}	6.5±0.71 ^{ab}	7±1.41 ^a
Çözünebilirlik (%)	54.21±0.12 ^e	61.31±1.54 ^b	56.99±0.18 ^{cd}	59.04±0.89 ^{bc}	54.97±1.52 ^{de}	64.02±0.03 ^a	61.11±1.25 ^b
Yığın oluşturma açısı (°)		26.28±0.97 ^b	25.41±0.89 ^{bc}	22.78±0.84 ^d	27.75±1.09 ^a	26.07±0.25 ^b	24.46±0.09 ^c
L*	95.27±0.24 ^a	91.99±0.44 ^b	92.32±0.4 ^b	91.86±0.59 ^b	91.78±0.21 ^b	92.40±0.26 ^b	92.22±0.59 ^b
a*	-2.37±0.02 ^a	-2.13±0.2 ^a	-2.24±0.07 ^a	-2.22±0.09 ^a	-2.27±0.29 ^a	-2.15±0.01 ^a	-2.53±0.08 ^a
b*	17.78±0.40 ^d	21.04±0.06 ^{abc}	21.52±0.49 ^a	21.59±0.63 ^a	20.96±0.56 ^{bc}	20.71±0.08 ^{bc}	20.2±0.22 ^c

Satır içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05).

4.2.5. Bağlayıcı tipinin Hausner oranı (HR), Carr indeksi ve akışkanlık değerleri üzerine etkisi

Hausner oranı tozların göstermiş olduğu kohezyon kuvveti hakkında bilgi ermektedir. Yüksek HR oranı moleküler arası çekim kuvvetlerini arttırmaktadır (Domian vd, 2014). Aglomere olmamış yoğurt tozlarının HR oranı 1.42 olarak belirlenmiş ve kohezyon kuvvetlerinin yüksek olduğu tespit edilmiştir. Aglomerasyon işlemi ile birlikte farklı bağlayıcılar ile üretilmiş yoğurt tozlarının kohezyon kuvvetleri 1.2'nin altında bulunmuştur. Bağlayıcılar arasında en yüksek kohezyon kuvveti sükröz ile üretilmiş tozlarda tespit edilmişken en düşük kohezyon kuvveti ise maltodekstrinin kullanıldığı tozlarda tespit edilmiştir. Jinapong vd (2008) soya sütü tozunun HR oranı aglomerasyon işlemi ile 1.67'den 1.23 değerlerine indirebilmişken bağlayıcı çeşitlerinden maltodekstin çözeltisi distile su çözeltisine göre daha düşük kohezyon kuvvetine yol açmıştır.

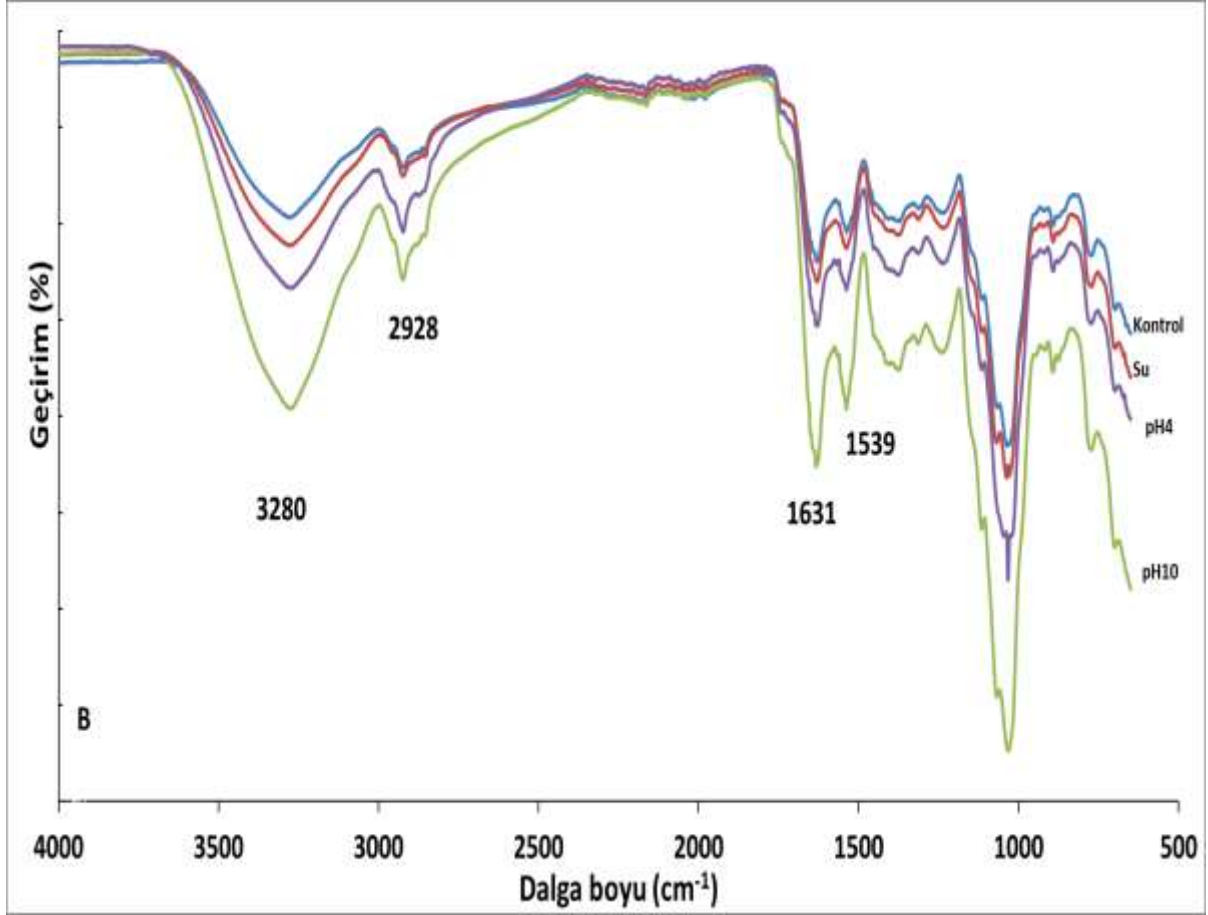
Carr İndeksi tozların akıcılığı hakkında bilgi vermektedir. Carr İndeks sınıflandırmasında orta derecede yer alan kontrol yoğurt tozu distile su, laktoz ve maltodekstin çözeltileri ile aglomere olmaları durumunda çok iyi akışkanlık gösterdiği belirlenmiştir. İyonize sular ve sükröz ile üretilen tozların ise akıcılığı iyi sınıfta yer almıştır.

Tozların akışkanlıklarını belirlemede kullanılan bir diğer ölçüt yığın oluşturma açısıdır. Kontrol yoğurt tozu örneğinin düşük partikül boyutuna bağlı olarak partikülleri arasında yüksek kohezyon kuvveti göstermelerinden dolayı kalibre huni içerisinden akışı gerçekleşemediği için değeri okunamamıştır. Yığın oluşturma açısının sınıflandırma aralıklarına göre farklı bağlayıcılar ile elde edilen tozların tümünde 25-30° değerleri arasında açı tespit edilmiş olup tüm tozlar çok iyi akış gösteren sınıflandırma aralığına girmiştir.

4.2.6. Bağlayıcı tipinin kimyasal bağlar üzerine etkisi (FTIR)

FTIR analizi aglomerasyon prosesinin farklı bağlayıcı çeşitlerine bağlı olarak kimyasal bağlardaki değişimleri gözlemek amacıyla yapılmıştır. Bu amaçla bağlayıcı olarak pH 4 ve pH 10 tampon çözeltileri (Şekil 4.13) ile saf su, laktoz, sükröz ve maltodekstrin çözeltilerinin etkileri (Şekil 4.14) araştırılmıştır. Genel olarak şeker çözeltilerinin özellikle de asit ve baz ortamlarının karakteristik pikler üzerine bir etkisi gözlenmemiştir. Bu sonuç temel kimyasal yapının korunmuş olması açısından önemlidir. Şeker çözeltileri ve pH spektrumları arasındaki en belirgin fark 3280 cm⁻¹'de görülen geniş piktir. Bu pik nem ve şeker halkalarından

kaynaklanan –OH gruplarının varlığını göstermektedir (Ahmed vd, 2013). Bu pik molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağlarına göre değişiklik göstermektedir.



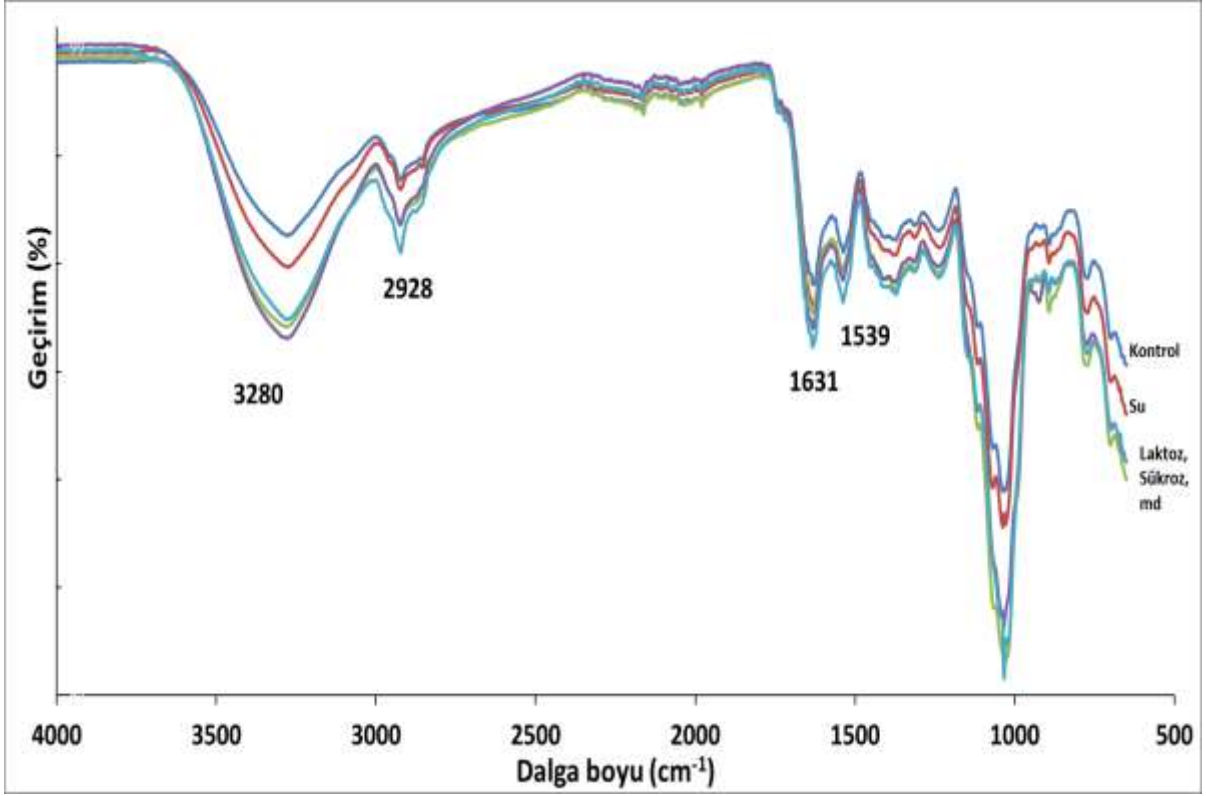
Şekil 4.13. Kontrol yoğurt tozu ile saf su, pH 4 ve pH 10 bağlayıcıları kullanılarak üretilmiş aglomere yoğurt tozlarına ait kimyasal bağlar

Kontrol örneğine göre kıyaslandığında, bağlayıcı kullanımı ile pik şiddetinde artış beklenildiği üzere yapıdaki su seviyesindeki artış nedeniyle gözlenmiştir. Aglomere tozların nem içerikleri birbirlerine yakınlık göstermektedir (Çizelge 4.7). Şeker örnekleri arasında önemli bir fark gözlenmemiştir. 2928 cm^{-1} 'de gözlenen pik şeker zincirindeki C-H titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. Şeker ve pH değişimi bu pikte artışa neden olmuştur. Bu pik için şeker örnekleri arasında belirgin bir fark olmazken pH 10 örneği pH 4 'e daha fazla bir artış göstermiştir.

1630 cm^{-1} 'de gözlenen pik protein varlığını gösterirken 1530 cm^{-1} 'de gözlenen pik N-H titreşimlerini göstermektedir (Sun vd, 2016). Bu iki pik şeker ortamlarında değişmez iken pH

ortamlarına göre görülen farklılıklar elektrostatik farklılıklardan kaynaklandığı düşünülmektedir. İyonik su bağlayıcıların çözünürlük değerlerinin diğer bağlayıcılara kıyasla yükselmesi protein yapısında meydana gelen değişimlerden kaynaklanabilmektedir.

1000-1200 cm^{-1} aralığındaki pik yapıdaki karbonhidrat varlığını göstermekte (Ahmed vd, 2013) olup şeker varlığında pikin daha geniş bir spektrum gösterdiği görülmektedir.



Şekil 4.14. Kontrol yoğurt tozu ile saf su, laktoz, sükroz, maltodekstrin kullanılarak üretilmiş aglomere yoğurt tozlarına ait kimyasal bağlar

4.2.6. Bağlayıcı tipinin partikül morfolojisi üzerine etkisi

Partikül şekli son ürünün akışkanlık, aşınma etkinliği, biyo-yararlığı gibi performans parametrelerini etkileyici faktörlerdir.

Dairesellik (circularity), dış bükeylik (convexity) ve gerilim (elongation) partikül şekil faktörleridir. Küresellik değeri toz partiküllerin küreselliğe ne derece yakın olduğunu ifade eden parametredir. Dairenin çevre alanı ile aynı alana denk gelen partikülün çevrel uzunluğuna bölümü ile hesaplanmaktadır. Küresellik değerinin doğruluk derecesinin artması için yüksek hassasiyette küresellik değeri hesaplanmaktadır.

$$Y. H \text{ Küresellik} = 4\pi A/P^2$$

Denklemden A partikül alanı olup P çevresel uzunluktur. Dairesellik değeri 0-1 arasında değişim göstermektedir. Tam küresel partiküller 1'e yakın iken düzensiz şekilli partiküller ise 0'a yakındır. Küresellik değeri toplam şeklin yanı sıra yüzey pürüzlülüğüne de duyarlıdır. Dış bükeylik partikülün köşe pürüzlülüğünü ölçüsüdür. Gerçek partikül dış çapının dışbükey kabuk çapına bölümü ile ölçülmektedir. Pürüzsüz yüzeylerde dışbükeylik değeri 1 iken partikül şekilsiz ise bu değer 0'a yaklaşmaktadır.

Gerilim 0-1 arasında değişmekte olup tüm yönlerde simetrik olan partiküller örneğin küre ve kare şekline sahip olanlar 0'a yakın iken farklı oranlara sahip olan partiküller 1'e yakındır.

$$Gerilim = 1 - \frac{Genişlik}{Uzunluk}$$

Kontrol ve farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen aglomere yoğurt tozlarına ait SEM görüntüleri 100-500 kat büyütülerek Şekil 4.15'de sunulmuştur. 2000 kat büyütülmüş görüntüleri ise Şekil 4.16'da gösterilmiştir.

SEM görüntülerine bakıldığında aglomere olmamış kontrol örneğinin küçük birbirlerinden bağımsız partiküllerinin bulunduğu ve partikül yüzeylerinin pürüzsüz olduğu gözlemlenmektedir (Şekil 4.15a ve Şekil 4.16a). Aglomerasyon işlemi ile birlikte partikül büyüklüğündeki artış ve gözenekli yapının meydana gelmesi üzüm salkımı yapının oluşmasına yol açmıştır (Şekil 4.15 b-e).

Farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilmiş yoğurt tozlarına ait morfoloji değerleri Çizelge 4.8'de verilmiştir. Dairesellik değeri aglomere olmamış yoğurt tozu 0.952 olarak en yüksek bulunmuştur. Aglomerasyon işlemi ile birlikte pH 10 bağlayıcısı hariç diğer bağlayıcıların dairesellik değerlerinde azalma gözlemlenmiştir (Şekil 6a-e). En düşük küresellik 0.854 olarak sükroz bağlayıcısı kullanılan yoğurt tozlarında gözlemlenmiştir (Şekil 6c). Bağlayıcı olarak sükroz çözeltisinin kullanılması iyi bağlama özelliği gösterirken sert ve kırılğan köprüler oluşumuna yol açmaktadır (Dhanalakshmi ve Bhattacharya, 2011). Şekil 6c ve 6e sükroz ve distile su kullanılan yoğurt tozlarındaki çatlakları göstermektedir. Çatlaklar oluşumu su ve sükroz çözeltisinin düşük viskozitesine bağlanabilir. Yüksek bağlayıcı viskozitesi kaplama performansı iyi film oluşturarak çatlaklı yapı oluşumunu azaltabilmektedir (Chen vd, 2009a). En yüksek dairesellik değerleri kontrol ve pH 10 bağlayıcı için sırasıyla 0.952 ve 0.954 olarak

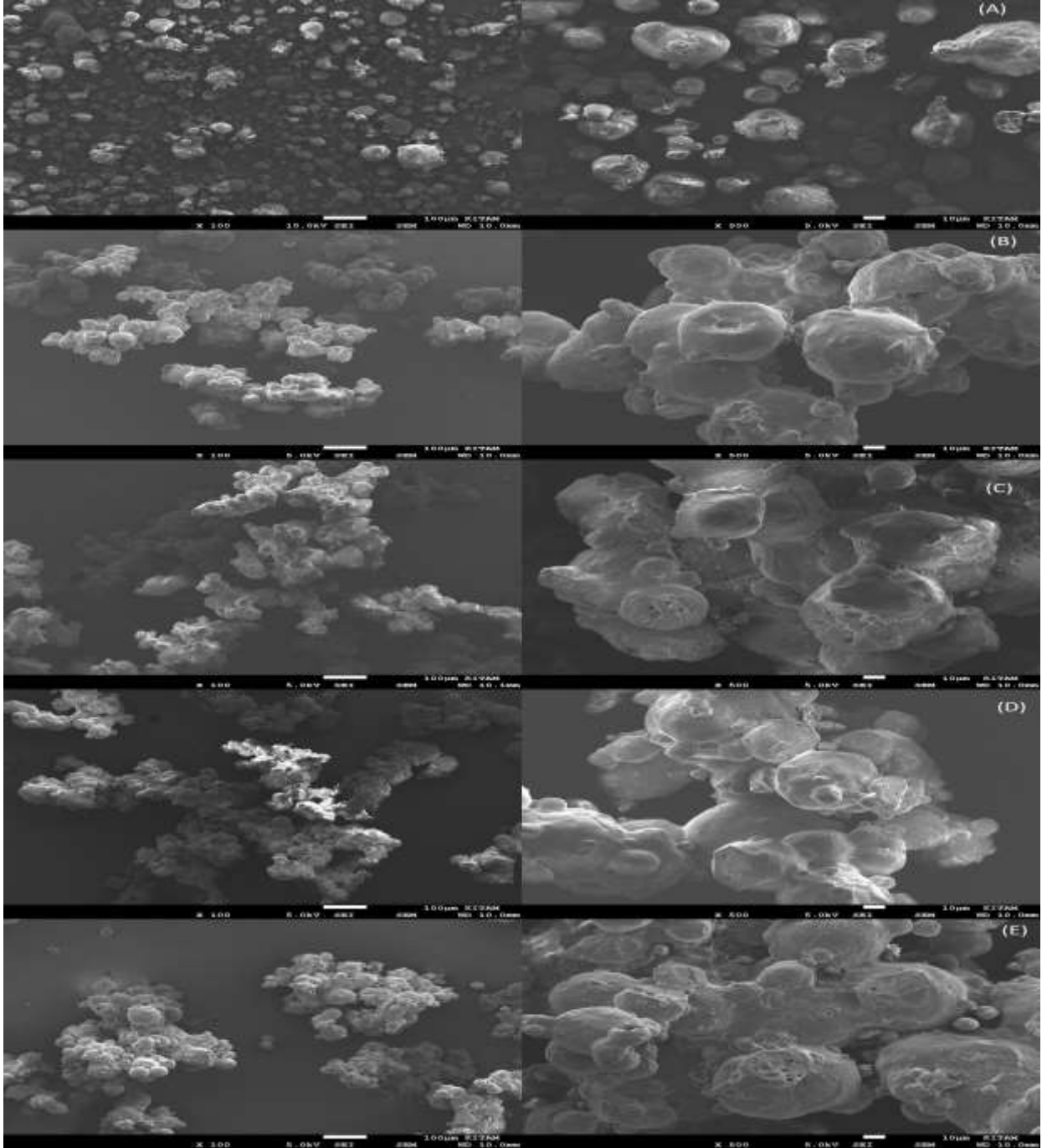
tespit edilmiştir. Ji vd (2015) süt protein izolatu tozlarının aglomere edilmesi ile kontrol örneğine kıyasla dairesellik ve dış bükeylik değerlerinde azalma meydana geldiğini buna karşın gerilim değerinde artışın meydana geldiğini belirlemiştir. Dış bükeylik değeri laktoz ve sükroz bağlayıcıların kullanıldığı örneklerde su bağlayıcılarına kıyasla azda olsa bir düşüş göstermiştir.

Gerilim değerleri tüm aglomere olmuş tozlarda kontrol toza kıyasla artış göstermiştir. En düşük gerilim 0.171 olarak kontrol örneğinde gözlemlenmişken en yüksek değer 0.293 olarak sükroz çözeltisinde tespit edilmiştir. Gerilim değerlerinde meydana gelen artış partiküllerin genişlik/uzunluk oranında artış meydana geldiğinin göstergesidir. Şeker bazlı çözeltiler su bağlayıcılarına kıyasla gerilim değerinde daha fazla artışa sebep olmuştur.

Çizelge 4.8. Farklı bağlayıcı kullanarak üretilen instant yoğurt tozlarının morfolojik özelliklerinin karşılaştırılması

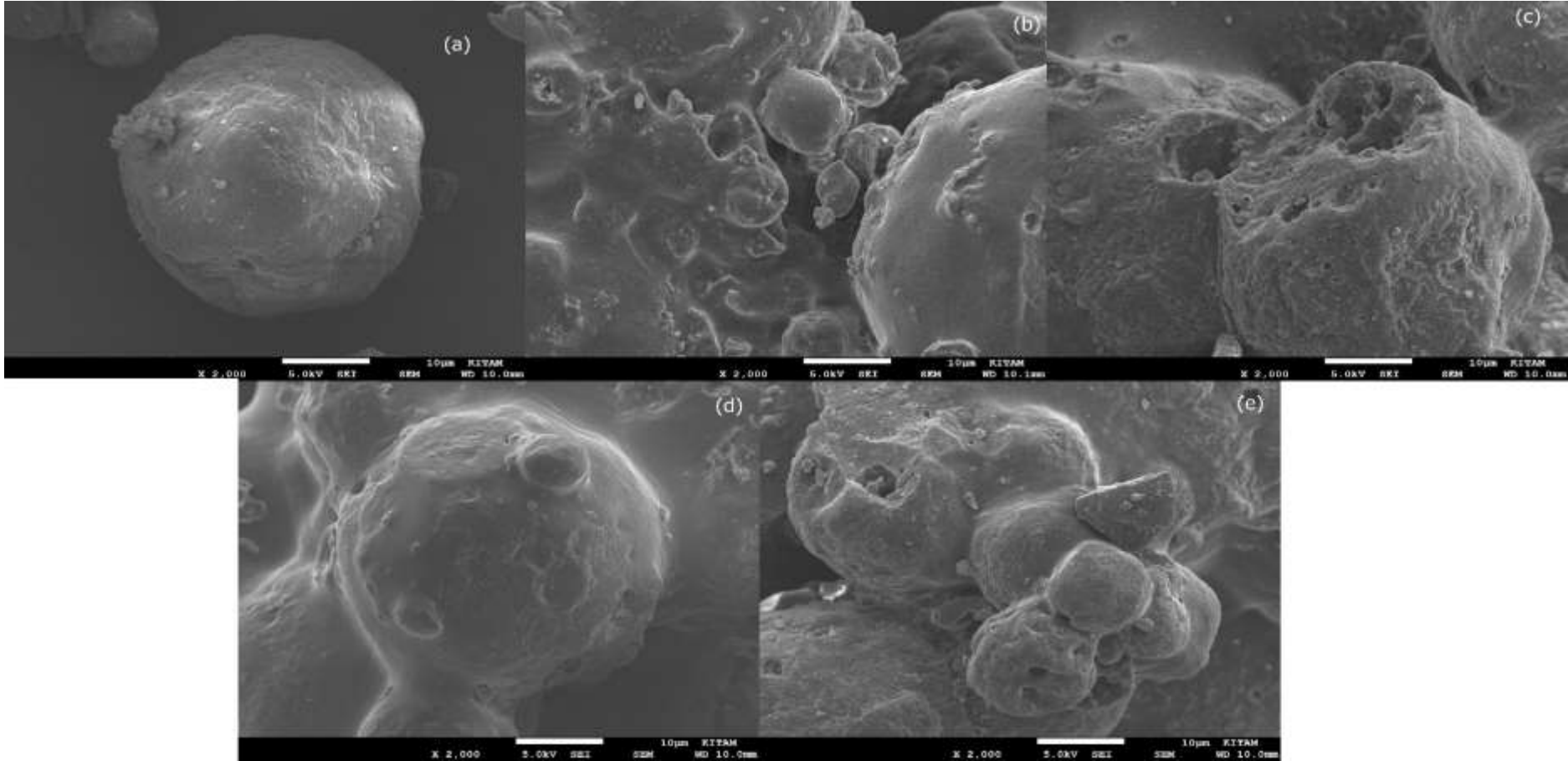
Örnek	Küresellik $d_{(0.5)}$	Dış bükeylik $d_{(0.5)}$	Gerilim $d_{(0.5)}$
Kontrol	0.952±0.11 ^a	0.994±0.05 ^b	0.171±0.16 ^d
Laktoz	0.924±0.18 ^a	0.995±0.07 ^b	0.247±0.21 ^b
Sükroz	0.854±0.18 ^b	0.995±0.07 ^b	0.293±0.16 ^a
Maltodekstrin	0.934±0.11 ^a	0.999±0.04 ^a	0.24±0.16 ^{bc}
Distile Su	0.934±0.15 ^a	0.999±0.06 ^a	0.218±0.14 ^{bc}
Ph 4	0.941±0.13 ^a	0.999±0.05 ^a	0.224±0.18 ^{bc}
Ph10	0.954±0.06 ^a	0.999±0.02 ^a	0.208±0.14 ^c

Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p>0.05$). n=3.



Şekil 4.15. Kontrol ve farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen aglomere yoğurt tozlarına ait SEM görüntüleri (100-500x):

(A) kontrol yoğurt tozuna ait 100 -500 x büyütme SEM görüntüsü; (B) Laktoz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü; (C) Sükroz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü ;(D) Maltodekstrin kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü; (E) Distile su kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 100-500 x büyütme SEM görüntüsü



Şekil 4.16. Kontrol ve farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen aglomere yoğurt tozlarına ait SEM görüntüleri (2000x)

(A) kontrol yoğurt tozuna ait 2000x büyütme SEM görüntüsü; (B) Laktoz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü; (C) Sükroz kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü ;(D) Maltodekstrin kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü; (E) Distile su kullanılarak üretilen yoğurt tozlarına ait 2000 x büyütme SEM görüntüsü

4.2.7. Baęlayıcı tipinin renk deęerleri üzerine etkisi

Farklı baęlayıcıların yoęurt tozunun renk deęerleri üzerine etkisi Tablo 4.7'de gösterilmiřtir. Aglomerasyon iřlemi ile yoęurt tozlarının beyazlık indeksi (L^*) deęeri ısıtma ařamasından dolayı kontrol örneęine göre azalma göstermiřtir ($p<0.05$). Farklı baęlayıcı tiplerinin kullanılması beyazlık indeksi üzerine etki göstermemiřtir ($p>0.05$). Kırmızı- yeřillik indeksi (a^*) deęeri aglomerasyon iřlemi ile deęiřim göstermezken sarılık indeksi (b^*) deęeri kontrol örneęine kıyasla artıř göstermiřtir. Baęlayıcı çeřitlerinin arasından sarılık indeksini en çok arttıran řeker çeřitleri olmuřtur. Sarılıktaki bu artıř řekerlerin aglomerat yüzeyinde ufakta olsa karamelize olabilme ihtimalinden kaynaklandıęı düşünölmektedir. Ayrıca partiköl büyüklüğünde meydana gelen artıřın ışığın kırılmasına ve yansımaya etki yapabileceęinden renk deęerlerinde deęiřime yol açabileceęi varsayılmaktadır.

5.SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, üstten püskürtmeli akışkan yatak aglomeratör kullanılarak püskürtülerek kurutulmuş partikül yoğurt tozlarının partikül büyüklüğü artırılarak tüketicilerin beğenebileceği formda hızlı ıslanabilen, dağılırken topak oluşturmayan gözenekli instant toz üretimi optimize edilmiştir. Aglomerasyon işlem koşullarının optimizasyonuna dair literatürde mevcut çalışmanın olmayışı tezin ilk aşamasının işlem parametrelerinin optimizasyonu olarak planlanmasına yönelmiştir. Optimizasyon çalışmasında Yanıt Yüzey Metodoloji kullanılarak, hava giriş sıcaklığı, atomizasyon basıncı ve bağlayıcı miktarları bağımsız değişken olarak seçilmiştir. Merkezi yanıt dizaynı kullanılarak 15 adet deneme planlanmıştır. Bu denemelerin hepsinde genel olarak aglomerasyon işlemi ile partikül boyutunun ve gözenekliliğin arttığı yoğunluk değerlerinin azaldığı tespit edilmiştir. Partikül büyüklüğünün artmasıyla tozların ıslanabilme süreleri kısalarak instant forma döndükleri tespit edilmiştir. Partikül büyüklüğünde artışa bağlı olarak küçük partiküller arasında mevcut olan Vander Waals ve elektrostatik çekim kuvvetleri azalmış ve akıcılık özelliği de geliştirilmiştir. Optimum noktaların belirlenmesi amacıyla İstenirlik fonksiyonu uygulanmıştır. Ortalama partikül boyutu ve gözeneklilik için hedeflenen değer maksimum seçilirken nem içeriği, su aktivitesi, yığın yoğunlukları, partikül yoğunluğu, yığın oluşturma açısı minimum seçilmiştir. Belirlenen hedefler doğrultusunda optimum işlem koşulları 62.5 °C hava giriş sıcaklığı, 0.9 bar atomizasyon basıncı ve 68 gram püskürtülen bağlayıcı su miktarı olarak belirlenmiştir. Optimum koşullarda elde edilen tahmini değerler ile deneysel sonuçlar kıyaslanmış ve birbirlerine yakın sonuçlar elde edilmiştir.

Tezin ikinci aşamasında farklı bağlayıcı kullanımının tozların fiziksel, kimyasal ve morfolojik özellikleri üzerine etkilerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda distile suyun yanı sıra farklı asitlikteki sular (pH 4,10) ve şeker-bazlı bağlayıcılardan laktoz, sükroz ve maltodekstrinin %15'lik çözeltileri kullanılmıştır. İşlem koşulları olarak tezin birinci aşamasında belirlenen tüm koşullar bağlayıcıların hepsi için sabit tutulmuştur. Farklı tip bağlayıcı çeşidi kullanmak aglomerasyon gelişimini etkilerken partiküller arasında meydana gelen bağların farklılaşmasına neden olmuştur. Şeker bazlı bağlayıcıların kullanılması suya göre daha büyük aglomeratlar ve gözenekli yapının meydana gelmesine neden olmuştur. Bağlayıcı çeşitleri arasından en yüksek partikül büyüklüğü ve gözeneklilik laktoz kullanımında tespit edilmiştir. Tozların gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri bağlayıcı çeşitleri için farklılık göstermemiştir. Kullanılan şeker bağlayıcıların hidrofilik özellik göstermeleri ve

partiküllerin yüzelelerinde bulunmaları ıslanma sürelerini su bağlayıcılarına kıyasla düşürmüştür. Asidik su bağlayıcısının kullanımı çözünme özelliğini tüm tozlara kıyasla arttırmıştır. Şeker çözeltileri kullanımıyla tozlarının beyazlık indekslerinde azalma gözlemlenmişken sarılık indeksi artmıştır. Şeker bazlı bağlayıcıların kullanılması aglomeratlar arasında karbonhidrat ve C-H bağlarıyla ilgili piklerin artmasına farklı asitlikte suların kullanılması ise protein ve N-H gruplarında değişime yol açmıştır. Asitlikle bu pikte meydana gelen değişimin çözünmede meydana gelen artış ile örtüştüğü tespit edilmiştir.

Agglomerasyon işlemi tozların morfolojik özelliklerine olumsuz etki etmiştir. Morfolojik indikatörler olan dairesellik, konvekslik ve gerilim değerlerine bakıldığında kontrol yoğurt tozuna kıyasla dairesellik değerinde düşüş meydana gelirken, konvekslikte önemli bir değişim meydana gelmemiş uzanım değerlerinde ise artış gözlemlenmiştir. En düşük dairesellik ve en yüksek gerilim sükröz bağlayıcılarında belirlenmişken SEM görüntüleri ile meydana gelen morfolojik değişimler desteklenmiştir.

Elde edilen bulgular doğrultusunda aşağıdaki öneriler yapılabilir;

- a) Yoğurt tozlarının çözünme özellikleri iyileştirilmiş olup mikroorganizma canlılığı bu tezde ele alınmamıştır. Yoğurt tozlarının partikül boyutlarının büyümesi mikroorganizmalar için koruyucu ortam oluşturup oluşturamayacağı araştırılabilir.
- b) Farklı bağlayıcılar kullanılarak üretilen yoğurt tozlarının depolama boyunca nem sorpsiyon özellikleri araştırılabilir.
- c) Yoğurt tozlarının granülasyonun yanı sıra Wurster prosesi uygulanarak kaplanması üzerine çalışmalar yapılabilir.

KAYNAKLAR

- Ahmed Z, Wang Y, Anjum N, Ahmad H, Ahmad A and Raza M. 2013. Characterization of new exopolysaccharides produced by coculturing of *L. kefirianofaciens* with yoghurt strains. *Int J Biol Macromol*, 59: 377-383. doi:10.1016/j.ijbiomac.2013.04.075
- Anema S G, Pinder D N, Hunter R J and Hemar Y. 2006. Effects of storage temperature on the solubility of milk protein concentrate (MPC85). *Food Hydrocolloids*, 20(2-3): 386-393. doi:10.1016/j.foodhyd.2005.03.015
- Anette S, Holm P and Schaefer T 2002. Effects of droplet size and type of binder on the agglomerate growth mechanisms by melt agglomeration in a fluidised bed. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 16: 95-105
- Atalar I and Dervisoglu M. 2015. Optimization of spray drying process parameters for kefir powder using response surface methodology. *LWT - Food Science and Technology*, 60(2): 751-757. doi:10.1016/j.lwt.2014.10.023
- Avilés-Avilés C, Dumoulin E and Turchiuli C. 2015. Fluidised bed agglomeration of particles with different glass transition temperatures. *Powder Technology*, 270: 445-452. doi:10.1016/j.powtec.2014.03.026
- Barbosa-Canovas G V, Ortega-Rivas E, P J and Hong Y. 2005. *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*. Springer US, 175-198, Boston, MA.
- Barkouti A, Turchiuli C, Carcel J A and Dumoulin E. 2013. Milk powder agglomerate growth and properties in fluidized bed agglomeration. *Dairy Science and Technology*, 93(4-5): 523-535. doi:10.1007/s13594-013-0132-7
- Bengtsson H and Tornberg E V A. 2011. Physicochemical Characterization of Fruit and Vegetable Fiber Suspensions. I: Effect of Homogenization. *Journal of Texture Studies*, 42(4): 268-280. doi:10.1111/j.1745-4603.2010.00275.x
- Benković M, Tušek A J, Belščak-Cvitanović A, Lenart A, Domian E, Komes D and Bauman I. 2015. Artificial neural network modelling of changes in physical and chemical properties of cocoa powder mixtures during agglomeration. *LWT - Food Science and Technology*, 64(1): 140-148. doi:10.1016/j.lwt.2015.05.028
- Bhandari B. 2013. Introduction to food powders. *Handbook of Food Powders: Processes and Properties*(255): 1-25. doi:10.1533/9780857098672.1
- Chávez Montes E, Dogan N, Nelissen R, Marabi A, Ducasse L and Ricard G. 2011. Effects of Drying and Agglomeration on the Dissolution of Multi-Component Food Powders. *Chemical Engineering & Technology*, 34(7): 1159-1163. doi:10.1002/ceat.201100090
- Chen X D and Özkan N. 2007. Stickiness, Functionality, and Microstructure of Food Powders. *Drying Technology*, 25(6): 959-969. doi:10.1080/07373930701397400
- Chen Y, Yang J, Dave R N and Pfeffer R. 2009a. Granulation of cohesive Geldart group C powders in a Mini-Glatt fluidized bed by pre-coating with nanoparticles. *Powder Technology*, 191(1-2): 206-217. doi:10.1016/j.powtec.2008.10.010
- Chen Y H, Yang J, Dave R N and Pfeffer R. 2009b. Granulation of cohesive Geldart group C powders in a Mini-Glatt fluidized bed by pre-coating with nanoparticles. *Powder Technology*, 191(1-2): 206-217. doi:10.1016/j.powtec.2008.10.010
- Ciborowski J S and Wlodarski A. 1962. On electrostatic effects in fluidized beds. *Chem. Eng. Sci*, 17: 23-32
- Cuq B, Mandato S, Jeantet R, Saleh K and Ruiz T. 2013. Agglomeration/granulation in food powder production. *Handbook of Food Powders: Processes and Properties*(255): 150-177. doi:10.1533/9780857098672.1.150
- Dadkhah M and Tsotsas E. 2014. Influence of process variables on internal particle structure in spray fluidized bed agglomeration. *Powder Technology*, 258: 165-173. doi:10.1016/j.powtec.2014.03.005

- Dhanalakshmi K and Bhattacharya S. 2011. Compaction agglomeration of corn starch in presence of different binders. *Journal of Food Engineering*, 104(3): 348-355. doi:10.1016/j.jfoodeng.2010.12.027
- Dhanalakshmi K, Ghosal S and Bhattacharya S. 2011. Agglomeration of food powder and applications. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 51(5): 432-441. doi:10.1080/10408391003646270
- Domian E, Sułek A, Cenquier J and Kerschke A. 2014. Influence of agglomeration on physical characteristics and oxidative stability of spray-dried oil powder with milk protein and trehalose wall material. *Journal of Food Engineering*, 125: 34-43. doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.10.017
- Fang Y, Rogers S, Selomulya C and Chen X D. 2012. Functionality of milk protein concentrate: Effect of spray drying temperature. *Biochemical Engineering Journal*, 62: 101-105. doi:10.1016/j.bej.2011.05.007
- Fang Y, Selomulya C and Chen X D. 2007. On Measurement of Food Powder Reconstitution Properties. *Drying Technology*, 26(1): 3-14. doi:10.1080/07373930701780928
- Feng J Q and Hays D A. 2003. Relative importance of electrostatic forces on powder particles. *Powder Technology*, 135-136: 65-75. doi:10.1016/j.powtec.2003.08.005
- Fitzpatrick J. 2013. Powder properties in food production systems. *Handbook of Food Powders: Processes and Properties*(255): 285-308. doi:10.1533/9780857098672.2.285
- Forny L, Marabi A and Palzer S. 2011. Wetting, disintegration and dissolution of agglomerated water soluble powders. *Powder Technology*, 206(1-2): 72-78. doi:10.1016/j.powtec.2010.07.022
- Foster K D, Bronlund J E and Paterson A H J. 2005. The contribution of milk fat towards the caking of dairy powders. *International Dairy Journal*, 15(1): 85-91. doi:10.1016/j.idairyj.2004.05.005
- Gaiani C, Scher J, Ehrhardt J J, Linder M, Schuck P, Desobry S and Banon S. 2007. Relationships between Dairy Powder Surface Composition and Wetting Properties during Storage: Importance of Residual Lipids. *J. Agric. Food Chem*, 55: 6561-656
- Gong Z, Zhang M, Mujumdar A S and Sun J. 2007. Spray Drying and Agglomeration of Instant Bayberry Powder. *Drying Technology*, 26(1): 116-121. doi:10.1080/07373930701781751
- Heinrich S, Blumschein J, Henneberg M, Ihlow M, Peglow M and Mörl L. 2003. Study of dynamic multi-dimensional temperature and concentration distributions in liquid-sprayed fluidized beds. *Chemical Engineering Science*, 58(23-24): 5135-5160. doi:10.1016/j.ces.2003.08.010
- Hemati M, Cherif R, Saleh K and Pont V. 2003. Fluidized bed coating and granulation: influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics. *Powder Technology*, 130(1-3): 18-34. doi:10.1016/s0032-5910(02)00221-8
- Hogekamp S, Schubert H and Wolf S. 1996. Steam het agglomeration of water soluble material. *Powder Technol.*, 117: 3-39
- Jeong I-J and Kim K-J. 2009. An interactive desirability function method to multiresponse optimization. *European Journal of Operational Research*, 195(2): 412-426. doi:10.1016/j.ejor.2008.02.018
- Ji J, Cronin K, Fitzpatrick J, Fenelon M and Miao S. 2015. Effects of fluid bed agglomeration on the structure modification and reconstitution behaviour of milk protein isolate powders. *Journal of Food Engineering*, 167: 175-182. doi:10.1016/j.jfoodeng.2015.01.012
- Ji J, Fitzpatrick J, Cronin K, Fenelon M A and Miao S. 2017. The effects of fluidised bed and high shear mixer granulation processes on water adsorption and flow properties of milk protein isolate powder. *Journal of Food Engineering*, 192: 19-27. doi:10.1016/j.jfoodeng.2016.07.018
- Ji J, Fitzpatrick J, Cronin K, Maguire P, Zhang H and Miao S. 2016. Rehydration behaviours of high protein dairy powders: The influence of agglomeration on wettability, dispersibility and solubility. *Food Hydrocolloids*, 58: 194-203. doi:10.1016/j.foodhyd.2016.02.030
- Jiménez T, Turchiuli C and Dumoulin E. 2006. Particles agglomeration in a conical fluidized bed in relation with air temperature profiles. *Chemical Engineering Science*, 61(18): 5954-5961. doi:10.1016/j.ces.2006.05.007

- Jinapong N, Suphantharika M and Jamnong P. 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84(2): 194-205. doi:10.1016/j.jfoodeng.2007.04.032
- Koc B, Sakin-Yilmazer M, Kaymak-Ertekin F and Balkir P. 2014. Physical properties of yoghurt powder produced by spray drying. *J Food Sci Technol*, 51(7): 1377-1383. doi:10.1007/s13197-012-0653-8
- Kyaw Hla P and Hoge Kamp S. 1999. Wetting behaviour of instantized cocoa beverage powders. *International Journal of Food Science and Technology*, 34: 335-342
- Lee K T, Farid M and Nguang S K. 2006. The mathematical modelling of the rehydration characteristics of fruits. *Journal of Food Engineering*, 72(1): 16-23. doi:10.1016/j.jfoodeng.2004.11.014
- Leite T S, Augusto P E D and Cristianini M. 2014. The use of high pressure homogenization (HPH) to reduce consistency of concentrated orange juice (COJ). *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 26: 124-133. doi:10.1016/j.ifset.2014.08.005
- Li J, Ye T, Wu X, Chen J, Wang S, Lin L and Li B. 2014. Preparation and characterization of heterogeneous deacetylated konjac glucomannan. *Food Hydrocolloids*, 40: 9-15. doi:10.1016/j.foodhyd.2014.02.001
- Murrieta-Pazos I, Gaiani C, Galet L and Scher J. 2012. Composition gradient from surface to core in dairy powders: Agglomeration effect. *Food Hydrocolloids*, 26(1): 149-158. doi:10.1016/j.foodhyd.2011.05.003
- Ortega-Rivas E, Juliano P and Yan H. 2006. *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*. Springer US,
- Palzer S. 2011. Agglomeration of pharmaceutical, detergent, chemical and food powders — Similarities and differences of materials and processes. *Powder Technology*, 206(1-2): 2-17. doi:10.1016/j.powtec.2010.05.006
- Písecký J, Westergaard V and Refstrup E. 1997. *Handbook of Milk Powder Manufacture*. GEA Niro,
- Ronsse F, Depelchin J and Pieters J G. 2012. Particle surface moisture content estimation using population balance modelling in fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 109(3): 347-357. doi:10.1016/j.jfoodeng.2011.11.023
- Rumph H. 1962. *The strength of granules and agglomerates*. Wiley-Interscience, 379–418, New York.
- Saad M M, Barkouti A, Rondet E, Ruiz T and Cuq B. 2011. Study of agglomeration mechanisms of food powders: Application to durum wheat semolina. *Powder Technology*, 208(2): 399-408. doi:10.1016/j.powtec.2010.08.035
- Saggin R and Coupland J N. 2002. Ultrasonic Monitoring of Powder Dissolution. *Food Engineering and Physical Properties*, 67(4)
- Samborska K, Sokołowska P and Szulc K. 2017. Diafiltration and agglomeration as methods to improve the properties of honey powder obtained by spray drying. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 39: 33-41. doi:10.1016/j.ifset.2016.10.002
- Schubert H, Ax K and Behrend O. 2003. Product engineering of dispersed systems. *Trends in Food Science & Technology*, 14(1-2): 9-16. doi:10.1016/s0924-2244(02)00245-5
- Schuchmann H. 1995. Production of instant foods by jet agglomeraton. *Food Control*, 6: 95-100
- Selomulya C and Fang Y. 2013. Food powder rehydration. *Handbook of Food Powders: Processes and Properties*(255): 379-408. doi:10.1533/9780857098672.2.379
- Skanderby M, Westergaard V, Partridge A and Muir D. 2009. *Dairy Powders and Concentrated Products*. Wiley-Blackwell, 180-234.
- Sumic Z, Vakula A, Tepic A, Cakarevic J, Vitas J and Pavlic B. 2016. Modeling and optimization of red currants vacuum drying process by response surface methodology (RSM). *Food Chem*, 203: 465-475. doi:10.1016/j.foodchem.2016.02.109
- Sun N-x, Liang Y, Yu B, Tan C-p and Cui B. 2016. Interaction of starch and casein. *Food Hydrocolloids*, 60: 572-579. doi:10.1016/j.foodhyd.2016.04.029
- Szulc K and Lenart A. 2013. Surface modification of dairy powders: Effects of fluid-bed agglomeration and coating. *International Dairy Journal*, 33(1): 55-61. doi:10.1016/j.idairyj.2013.05.021
- Tamime A Y. 2009. *Dairy Powders and Concentrated Products*. Wiley,

- Thomas M E, Scher J, Desobry-Banon S and Desobry S. 2004. Milk powders ageing: effect on physical and functional properties. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 44(5): 297-322. doi:10.1080/10408690490464041
- Turchiuli C. (2013). *Handbook of Food Powders*. Woodhead Publishing, 178-199.
- Turchiuli C, Eloualia Z, El Mansouri N and Dumoulin E. 2005a. Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties. *Powder Technology*, 157(1-3): 168-175. doi:10.1016/j.powtec.2005.05.024
- Turchiuli C, Fuchs M, Bohin M, Cuvelier M E, Ordonnaud C, Peyrat-Maillard M N and Dumoulin E. 2005b. Oil encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6(1): 29-35. doi:10.1016/j.ifset.2004.11.005
- Turchiuli C, Smail R and Dumoulin E. 2013. Fluidized bed agglomeration of skim milk powder: Analysis of sampling for the follow-up of agglomerate growth. *Powder Technology*, 238: 161-168. doi:10.1016/j.powtec.2012.02.030
- Tüske Z, Regdon G, Erős I, Srčič S and Pintye-Hódi K. 2005. The role of the surface free energy in the selection of a suitable excipient in the course of a wet-granulation method. *Powder Technology*, 155(2): 139-144. doi:10.1016/j.powtec.2005.05.058
- Werner S R L, Jones J R, Paterson A H J, Archer R H and Pearce D L. 2007. Air-suspension particle coating in the food industry: Part I — state of the art. *Powder Technology*, 171(1): 25-33. doi:10.1016/j.powtec.2006.08.014
- Wu F-C. 2004. Optimization of Correlated Multiple Quality Characteristics Using Desirability Function. *Quality Engineering*, 17(1): 119-126. doi:10.1081/qen-200028725

EKLER

Ek 1. Aglomere Yoğurt Tozunun Nem İçeriği için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.2. Aglomere Yoğurt Tozunun Nem İçeriği için Model Uygunsuzluğu Testleri

Ek 3. Aglomere Yoğurt Tozunun Su Aktivitesi Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.4. Aglomere Yoğurt Tozunun Su Aktivitesi Değeri için Model Uygunsuzluğu Testleri

Ek 5. Aglomere Yoğurt Tozunun Partikül Yoğunluğu Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.6. Aglomere Yoğurt Tozunun Partikül Yoğunluğu Değeri için Model Uygunsuzluğu Testleri

Ek 7. Aglomere Yoğurt Tozunun Ortalama Partikül Büyüklüğü Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.8. Aglomere Yoğurt Tozunun Ortalama Partikül Büyüklüğü Değeri için Model Uygunsuzluğu Testleri

Ek. 9 Aglomere Yoğurt Tozunun Gözeneklilik Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.10. Aglomere Yoğurt Tozunun Gözeneklilik Değeri için Model Uygunsuzluğu Testleri

Ek. 11 Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Oluşturma Açısı Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.12. Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Oluşturma Açısı için Model Uygunsuzluğu Testleri

Ek. 13 Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Yoğunluğu Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.14. Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Yoğunluğu için Model Uygunsuzluğu Testleri

Ek. 15 Aglomere Yoğurt Tozunun Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Ek.16. Aglomere Yoğurt Tozunun Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu için Model Uygunsuzluğu Testler

Ek 17. Aglomere Yoğurt Tozunun Nem İçeriği için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler

Ek 18. Aglomere Yoğurt Tozunun Su Aktivitesi Değerleri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler

Ek 19. Aglomere Yoğurt Tozunun Partikül Yoğunluğu için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler

Ek 20. Aglomere Yoğurt Tozunun Ortalama Partikül Büyüklüğü için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler

Ek 21. Aglomere Yoğurt Tozunun Gözeneklilik Değeri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler

Ek 22. Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Yoğunluğu Değeri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler

Ek 23. Aglomere Yoğurt Tozunun Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu Değeri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler

Ek 1. Aglomere Yoğurt Tozunun Nem İçeriği için Ardışık Model Kareler Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	754.11	1	754.11		
Lineer	14.32	3	4.77	5.95	0.0116
2 FI	2.26	3	0.75	0.91	0.4759
Quadratik	3.90	3	1.30	2.44	0.1802
Kübik	1.68	1	1.68	6.80	0.0596
Kalıntı	0.99	4	0.25		
Toplam	777.26	15	51.82		
Modifiye Quadratik	19.89	8	2.49	4.57	0.0402

Ek.2. Aglomere Yoğurt Tozunun Nem İçeriği için Model Uygunsuzluğu Testleri

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	7.84	7	1.12	4.53	0.0815
2FI	5.58	4	1.40	5.65	0.0611
Quadratik	1.68	1	1.68	6.80	0.0596
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	0.99	4	0.25		0.2230
Modifiye Quadratik	2.27	2	1.14	4.60	0.0919

Ek 3. Aglomere Yoğurt Tozunun Su Aktivitesi Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	1.21	1	1.21		
Lineer	0.034	3	0.011	10.20	0.0017
2 FI	6.770E-003	3	2.257E-003	3.21	0.0830
Quadratik	2.340E-003	3	7.801E-004	1.19	0.4025
Kübik	9.823E-008	1	9.823E-008	1.198E-004	0.9918
Kalıntı	3.279E-003	4	8.198E-004		
Toplam	1.26	15	0.084		
Modifiye Quadratik	0.044	9	4.842E-003	7.38	0.0202

Ek.4. Aglomere Yoğurt Tozunun Su Aktivitesi Değeri için Model Uygunluğuna Testleri

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	9.111E-003	7	1.302E-003	1.59	0.3432
2FI	2.340E-003	4	5.851E-004	0.71	0.6241
Quadratik	9.823E-008	1	9.823E-008	1.198E-004	0.9918
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	3.279E-003	4	8.198E-004		
Modifiye Quadratik	9.823E-008	1	9.823E-008	1.198E-004	0.9918

Ek 5. Aglomere Yoğurt Tozunun Partikül Yoğunluğu Değeri için Ardışık Model Kareler

Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	0.018	7	2.506E-003	8.95	0.0256
2FI	0.012	4	2.898E-003	10.35	0.0219
Quadratik	7.280E-003	1	7.280E-003	26.00	0.0070
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	1.120E-003	4	2.800E-004		
Modifiye Quadratik	9418.18	9	1046.46	24.90	0.0012

Ek.6. Aglomere Yoğurt Tozunun Partikül Yoğunluğu Değeri için Model Uygunsuzluğu Testleri

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	21.27	1	21.27		
Lineer	6.621E-003	3	2.207E-003	1.30	0.3231
2 FI	5.949E-003	3	1.983E-003	1.25	0.3550
Qudratik	4.313E-003	3	1.438E-003	0.86	0.5209
Kübik	7.280E-003	1	7.280E-003	26.00	0.0070
Kalıntı	1.120E-003	4	2.800E-004		
Toplam	21.30	15	1.42		
Modifiye Quadratik	0.023	9	2.593E-003	6.67	0.0251

Ek 7. Aglomere Yoğurt Tozunun Ortalama Partikül Büyüklüğü Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	3.065E+005	1	3.065E+005		
Lineer	7579.45	3	2526.48	13.56	0.0005
2 FI	525.28	3	175.09	0.92	0.4740
Quadratik	1313.45	3	437.82	10.42	0.0137
Kübik	82.99	1	82.99	2.61	0.1815
Kalıntı	127.16	4	31.79		
Toplam	3.162E+005	15	21077.73		
Modifiye Quadratik	82.99	1	82.99	2.61	0.1815

Ek.8. Aglomere Yoğurt Tozunun Ortalama Partikül Büyüklüğü Değeri için Model Uygunsuzluğu Testleri

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	1921.72	7	274.53	8.64	0.0273
2FI	1396.44	4	349.11	10.98	0.0197
Quadratik	82.99	1	82.99	2.61	0.1815
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	127.16	4	31.79		
Modifiye Quadratik	8.229E-004	1	8.229E-004	2.94	0.1616

Ek. 9 Aglomere Yoğurt Tozunun Gözeneklilik Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	76718.07	1	76718.07		
Lineer	261.24	3	87.08	3.51	0.0528
2 FI	98.28	3	32.76	1.50	0.2868
Quadratik	112.28	3	37.43	3.00	0.1338
Kübik	5.89	1	5.89	0.42	0.5536
Kalıntı	56.48	4	14.12		
Toplam	77252.24	15	5150.15		
Modifiye Quadratik	469.45	8	58.68	5.44	0.0268

Ek.10. Aglomere Yoğurt Tozunun Gözeneklilik Değeri için Model Uygunsuzluğu Testleri

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	216.45	7	30.92	2.19	0.2341
2FI	118.17	4	29.54	2.09	0.2461
Quadratik	5.89	1	5.89	0.42	0.5536
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	56.48	4	14.12		
Modifiye Quadratik	8.23	2	4.12	0.29	0.7617

Ek. 11 Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Oluşturma Açısı Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	13417.14	1	13417.14		
Lineer	83.24	3	27.75	2.70	0.0965
2 FI	37.61	3	12.54	1.33	0.3301
Quadratik	49.01	3	16.34	3.11	0.1265
Kübik	0.31	1	0.31	0.048	0.8373
Kalıntı	25.92	4	6.48		
Toplam	13613.22	15	907.55		
Modifiye Quadratik	169.86	9	18.87	3.60	0.0861

Ek.12. Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Oluşturma Açısı için Model Uygunsuzluğu Testleri

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	86.93	7	12.42	1.92	0.2763
2FI	49.32	4	12.33	1.90	0.2742
Quadratik	0.31	1	0.31	0.048	0.8373
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	25.92	4	6.48		
Modifiye Quadratik	0.31	1	0.31	0.048	0.8373

Ek. 13 Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Yoğunluğu Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	1.41	1	1.41		
Lineer	0.030	3	9.981E-003	2.71	0.0961
2 FI	0.011	3	3.739E-003	1.02	0.4328
Quadratik	0.018	3	5.987E-003	2.64	0.1609
Kübik	1.304E-003	1	1.304E-003	0.52	0.5106
Kalıntı	0.010	4	2.505E-003		
Toplam	1.48	15	0.099		
Modifiye Quadratik	0.058	7	8.295E-003	4.69	0.0294

Ek.14. Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Yoğunluğu için Model Uygunsuzluğu Testleri

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	0.030	7	4.354E-003	1.74	0.3100
2FI	0.019	4	4.816E-003	1.92	0.2711
Quadratik	1.304E-003	1	1.304E-003	0.52	0.5106
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	0.010	4	2.505E-003		
Modifiye Quadratik	2.361E-003	3	7.870E-004	0.31	0.8156

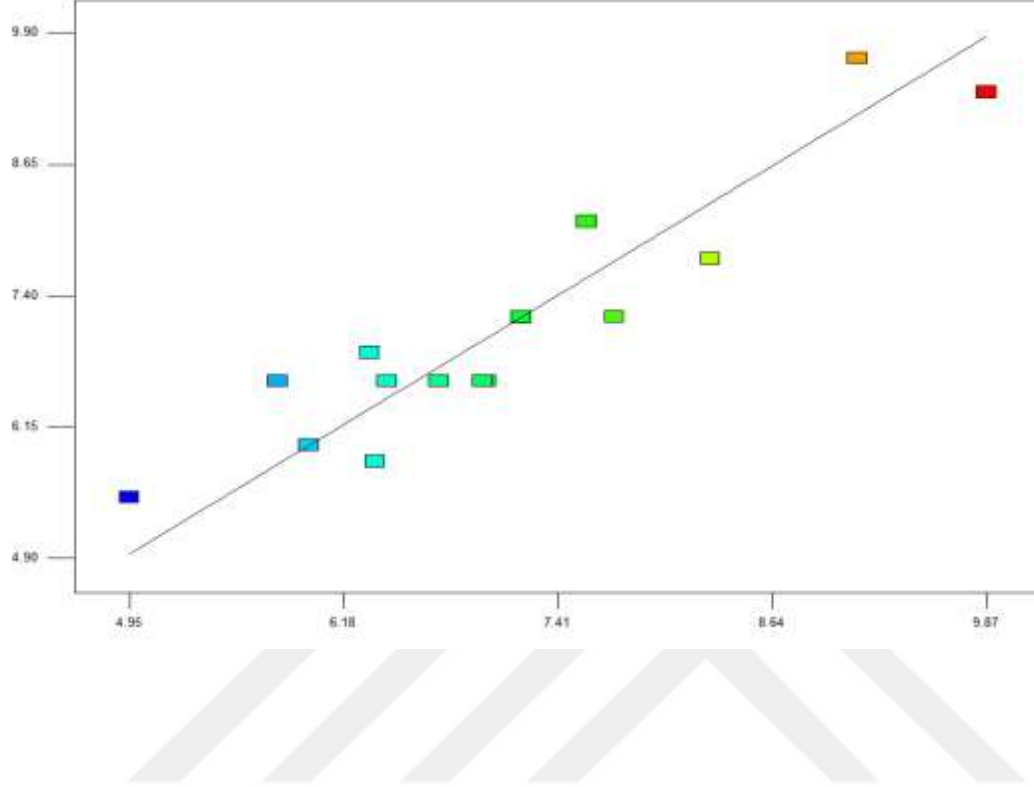
Ek. 15 Aglomere Yoğurt Tozunun Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu Değeri için Ardışık Model Kareler Toplamı

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Ortalama	1.71	1	1.71		
Lineer	0.032	3	0.011	3.12	0.0705
2 FI	0.012	3	3.929E-003	1.21	0.3656
Quadatik	0.016	3	5.403E-003	2.79	0.1489
Kübik	2.277E-003	1	2.277E-003	1.23	0.3296
Kalıntı	7.405E-003	4	1.851E-003		
Toplam	1.78	15	0.12		
Modifiye Quadatik	0.060	8	7.458E-003	4.47	0.0423

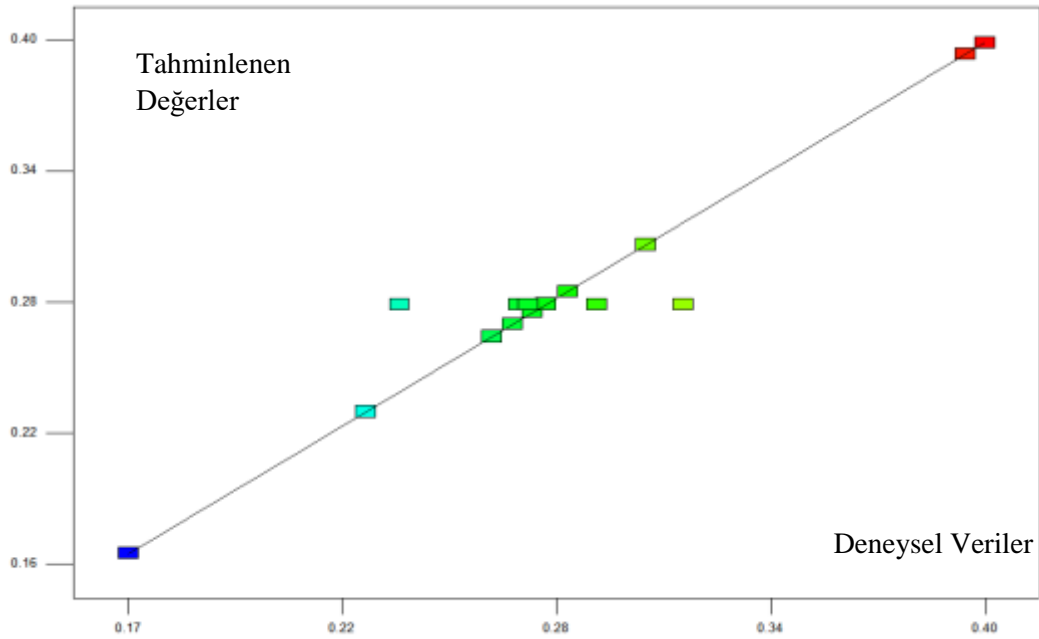
Ek.16. Aglomere Yoğurt Tozunun Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu için Model Uygunsuzluğu Testler

Varyans Kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler Ortalaması	F değeri	P değeri
Lineer	0.030	7	4.324E-003	2.34	0.2153
2FI	0.018	4	4.621E-003	2.50	0.1986
Quadatik	2.277E-003	1	2.277E-003	1.23	0.3296
Kubik	0.000	0			
Saf Hata	7.405E-003	4	1.851E-003		
Modifiye Quadatik	2.613E-003	2	1.306E-003	0.71	0.5464

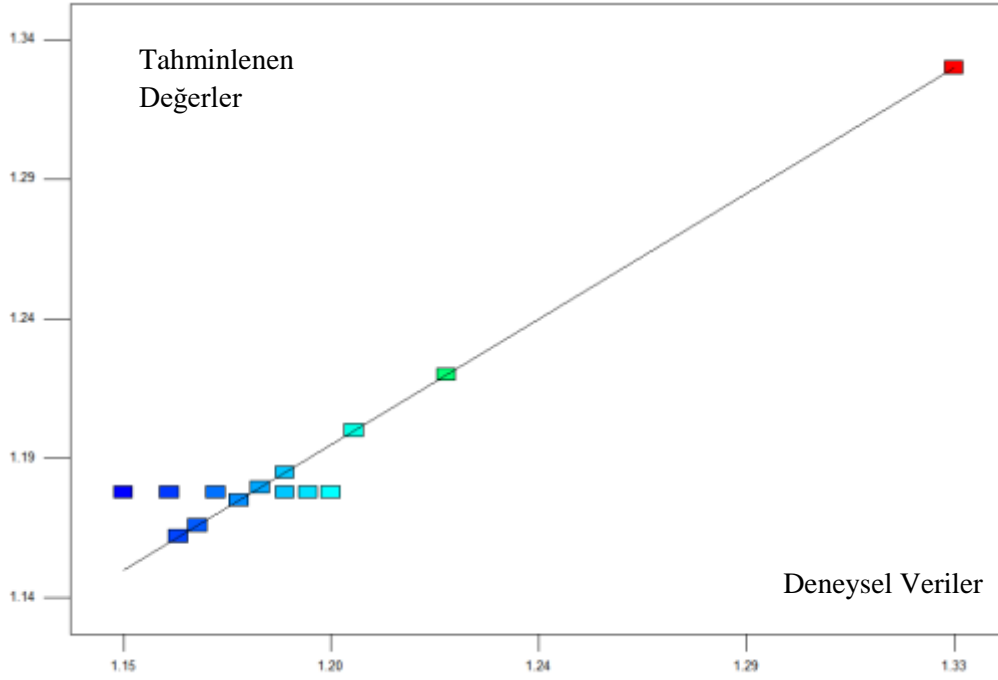
Ek 17. Aglomere Yoğurt Tozunun Nem İçeriği için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler



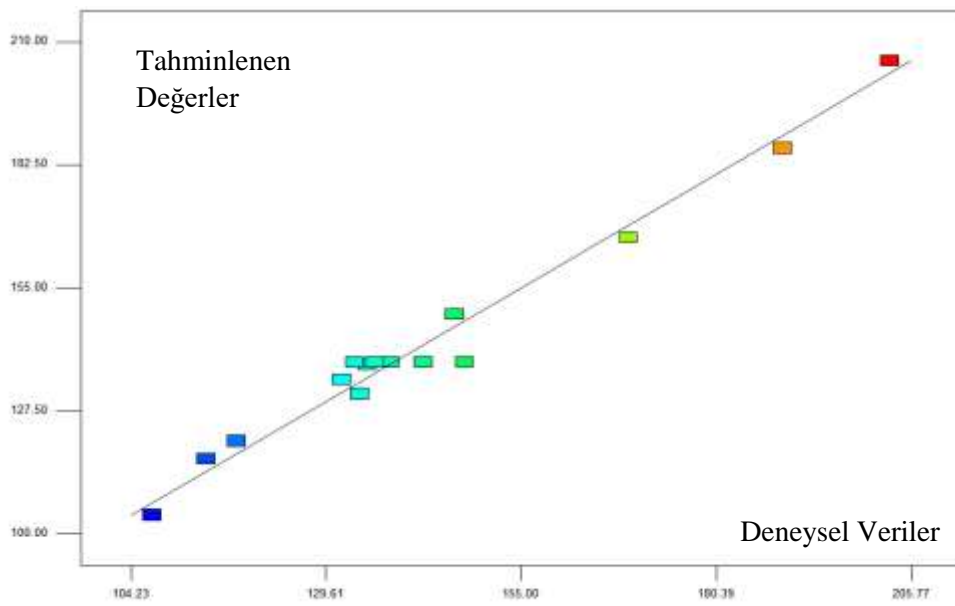
Ek 18. Aglomere Yoğurt Tozunun Su Aktivitesi Değerleri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler



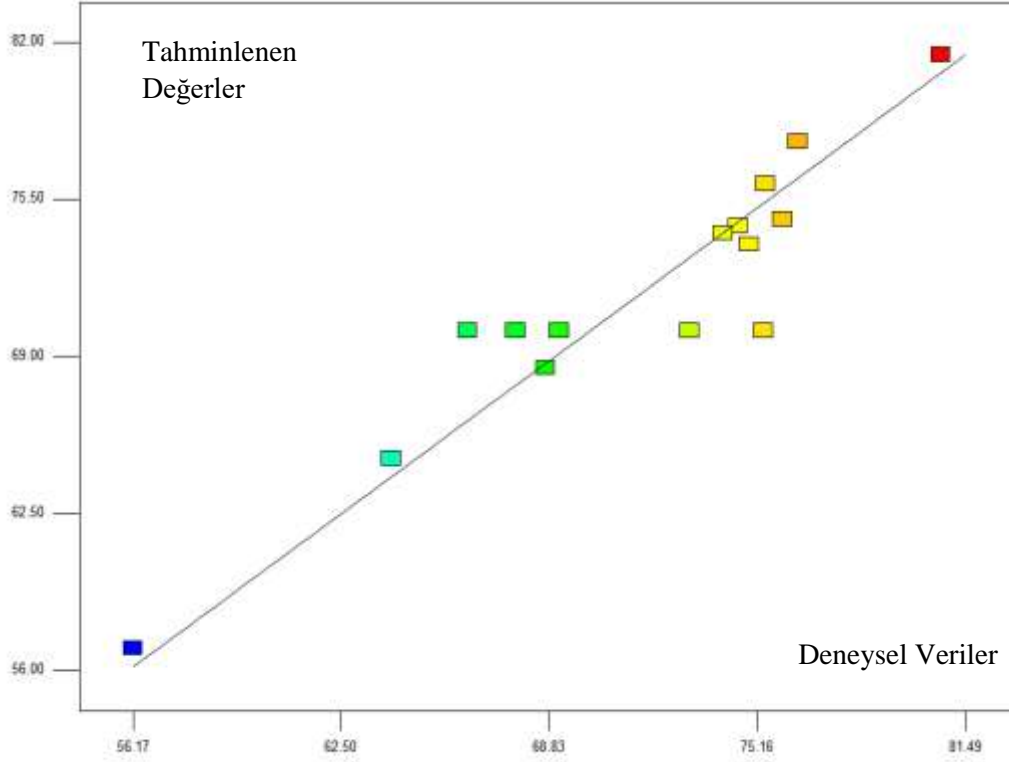
Ek 19. Aglomere Yoğurt Tozunun Partikül Yoğunluğu için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler



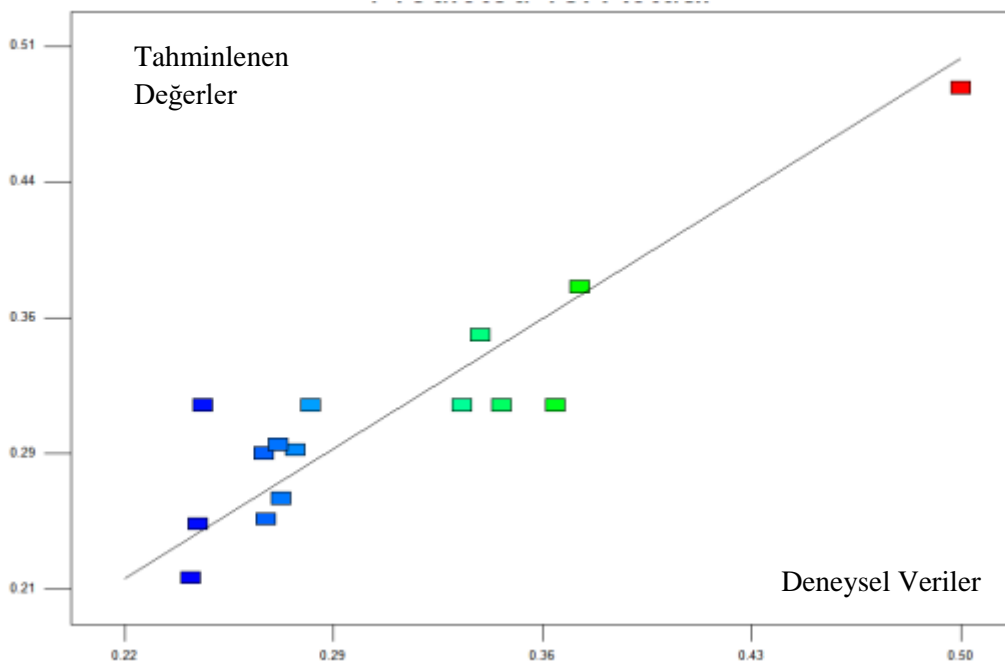
Ek 20. Aglomere Yoğurt Tozunun Ortalama Partikül Büyüklüğü için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler



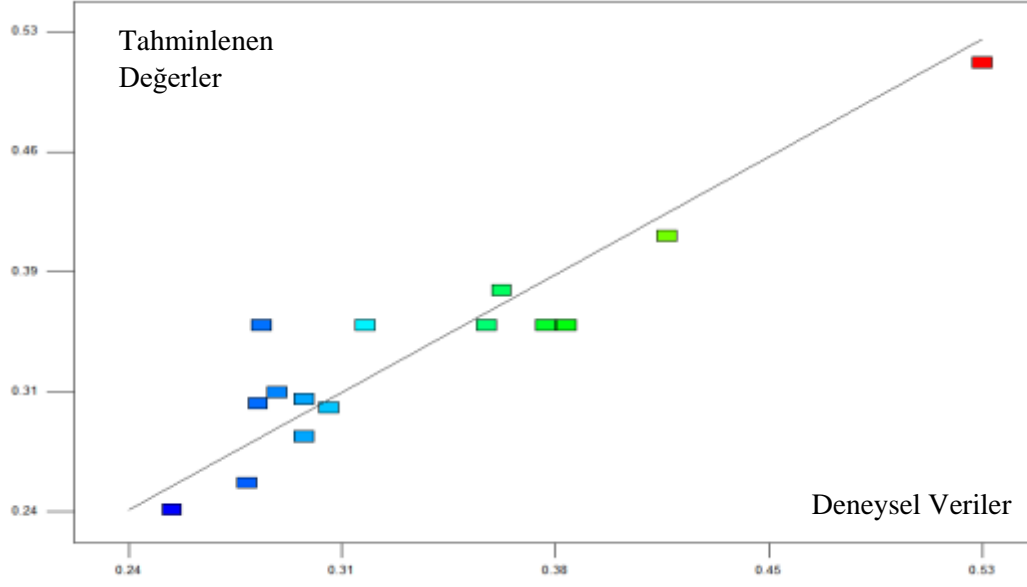
Ek 21. Aglomere Yoğurt Tozunun Gözeneklilik Değeri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler



Ek 22. Aglomere Yoğurt Tozunun Yığın Yoğunluğu Değeri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler



Ek 23. Aglomere Yoğurt Tozunun Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu Değeri için Tahminlenen (Predicted) Değerlere Karşı Gerçek (Actual) Değerler



ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı: İlyas ATALAR

Doğum Yeri: SAMSUN

Doğum Tarihi: 05.05.1986

Yabancı Dili: İngilizce

Eğitim Durumu

Lise: Tülay Başaran Anadolu Lisesi (2004)

Lisans: Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü (2009)

Yüksek Lisans: Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı (Eylül 2009 – Temmuz 2012)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

Araştırma Görevlisi: Bayburt Üniversitesi 2010 (10 Ay)

Araştırma Görevlisi: Ondokuz Mayıs Üniversitesi 2010- 2018



Tezden Çıkan Yayınlar

Atalar I, Yazici F. Influence of top spray fluidized bed agglomeration conditions on the reconstitution property and structure modification of skim yoghurt powder. J Food Process Preserv. 2018;42:e13414. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13414>.