

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**DONMA HIZININ KIRMIZI ET KALİTESİ ÜZERİNDEKİ ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Aylin MET**

Anabilim Dalı : Gıda Mühendisliği

Programı : Gıda Mühendisliği

OCAK 2010

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**DONMA HIZININ KIRMIZI ET KALİTESİ ÜZERİNDEKİ ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Aylin MET
(506071503)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 25 Aralık 2009
Tezin Savunulduğu Tarih : 27 Ocak 2010

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Y. Onur DEVRES (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Doç. Dr. Ahmet SİRKECİOĞLU (İTÜ)
Yrd. Doç. Dr. Filiz LOKUMCU ALTAY (İTÜ)

OCAK 2010

ÖNSÖZ

Gelişen yenilikçi teknolojilere paralel, tüketicilerin üreticilerden beklentileri ve ihtiyaçlarını karşılamaları bir zorunluluk haline gelmektedir. Dolayısıyla yeni ve mevcut teknolojilerin geliştirilmesi amacıyla basit incelemelerden daha çok spesifik olarak bileşenlerin tanımlanması ve analiz edilmesi gerekmektedir. Sanayi destekli bu tez çalışmasının da, buzdolaplarında donmuş et kalitesini etkileyen bileşenlerin test edilmesi ve elde edilen kalitenin iyileşme derecesine bakılarak buzdolabı derin dondurucu bölmesinde yeni tasarımların ve teknolojilerin geliştirilmesinde rol oynayacağı tahmin edilmektedir.

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesi sürecinde, saygı değer birçok kişinin emeği geçmiştir. Böyle bir çalışmaya beni yönlendiren, değerli bilgileri ve fikirleri ile desteğini hissettiğim danışmanım Sayın Prof. Dr. Y. Onur DEVRES'e teşekkürü bir borç bilirim.

Arçelik A.Ş. Ar-Ge laboratuvarlarının teknik tüm olanaklarını sunmalarının ve finans desteğinin yanında farklı bakış açılarıyla çalışmanın tamamlanmasında önemli katkıları olan değerli yöneticilerimizden Ar-Ge Direktörü Sayın Dr. Cemil İNAN'a, Mekanik Teknolojiler-1 Yöneticisi Sayın Fatih ÖZKADI'ya, Malzeme Teknolojileri Aile Lideri Sayın Sibel ODABAŞ'a ve Ar-Ge Uzmanı Sayın Dr. Alper SOYSAL'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Numunelerin sağlanması sırasındaki yardımlarından ve ilgilerinden dolayı Maret A.Ş. Kalite Güvence Yöneticisi Sayın Atilla KANTARCI ve Kalite Güvence Sorumlusu Sayın Seher GÜLERMAN'a teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalar sırasındaki büyük yardımlarından ve fikir paylaşımlarından dolayı Makina Müh. Yavuz Can ÖZKAPTAN'a, tezin yazımı sırasında desteklerini esirgemeyen Ar-Ge Mühendisi Sayın Nursel KARAKAYA'ya ve Kimya Müh. Eren DALGAKIRAN'a teşekkür ederim.

Karşılaştığım her türlü zorluk ve sevincimde, aldığım kararlarda, sevgisini ve desteğini hep yanımda hissettiğim canım aileme şükranlarımı sunarım.

Bu yüksek lisans tezinde bulunan tüm teknik çalışmalar, Arçelik A.Ş. laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Tez kapsamında yer alan bilgiler Arçelik A.Ş.'nin izni olmadan kullanılamaz.

Aralık 2009

Aylin MET
Gıda Müh.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
SEMBOL LİSTESİ	xiii
ÖZET.....	xv
SUMMARY	xvii
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ	5
2.1 Taze Kırmızı Et Kalite Karakteristikleri	5
2.1.1 Renk Kalitesi.....	5
2.1.2 Aroma Kalitesi	7
2.1.3 Doku (Tekstür) Kalitesi.....	7
2.2 Dondurma İşlemi.....	9
2.2.1 Donma	9
2.2.2 Donma Prosesi ve Aşamaları	10
2.2.2.1 Kristalizasyon.....	11
2.2.2.2 Çekirdeklenme	11
2.2.2.3 Kristal büyümesi	12
2.2.3 Donma Noktası	13
2.2.4 Donma Süresi	14
2.2.5 Donma Hızı	14
2.3 Dondurucu ortam sıcaklığının ve ısı transfer katsayısının donma süresine ve hızına etkisi.....	15
2.4 Donma hızı ile hücre içi ve hücre dışı buz kristal oluşumu arasındaki ilişki....	17
2.5 Donma ve donma hızının et kalitesi üzerindeki etkileri	19
2.5.1 Mekaniksel Hasar.....	20
2.5.2 Ağırlık Kayıpları	21
2.5.3 Protein Denatürasyonu	25
2.5.4 Lipit oksidasyonu.....	31
2.5.5 Rekristalizasyon	33
2.5.6 Tekstür	34
2.5.7 Renk	35
2.6 Ev tipi buzdolapları	37
2.6.1 Soğutma Sistemleri	37
2.6.2 Soğutucular	37
2.6.2.1 Tek kapılı soğutucular.....	38
2.6.2.2 Çift kapılı soğutucular.....	38
2.6.2.3 “Side-by-Side” kombinasyonu.....	38
3. MATERYAL METOD	41

3.1 Materyal	41
3.1.1 Taze kırmızı et.....	41
3.1.2 Test Paketleri.....	41
3.1.3 Dondurucu Ortamlar	42
3.2 Metod	44
3.2.1 Numune Hazırlama	44
3.2.2 Deneysel Tasarım.....	45
3.2.3 Dondurma ve çözündürme prosesi.....	46
3.2.4 Analizler	47
3.2.4.1 Dondurucu ortama ait bazı termodinamiksel koşulların belirlenmesi	48
3.2.4.2 Ağırlık kayıplarının ölçümü	50
3.2.4.3 pH ölçümü	50
3.2.4.4 DSC ile protein denatürasyonunun tespiti.....	50
3.2.4.5 Doku (sertlik) analizi.....	51
3.2.4.5 Renk analizi.....	52
3.2.4.6 HS (Headspace; Sıvı Enjeksiyon Sistemi Gaz Fazına Ayırma Bloğu)- GC (Gaz Kromatografisi) ile oksidasyon derecesinin tespiti.....	52
3.2.5 İstatistiksel Analizler.....	56
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	57
4.1 Dondurucu ortamın farklı şartlardaki taşınım ısı transfer katsayısı (h) ve paketlerin teorik ve deneysel donma süreleri	57
4.2 Sıcaklık Etkisinin İncelenmesi	60
4.2.1 Ağırlık Kaybı.....	60
4.2.2 Protein Denatürasyonu	61
4.2.3 Sertlik	62
4.2.4 pH Değeri	63
4.2.5 Renk değişimi.....	64
4.2.6 Lipit Oksidasyonu	65
4.3 Salınım Etkisinin İncelenmesi.....	66
4.3.1 Ağırlık kayıpları	66
4.3.2 Protein Denatürasyonu	67
4.3.3 pH.....	68
4.3.4 Sertlik	69
4.3.5 Renk	70
4.3.6 Lipit Oksidasyonu	70
4.4 Taşınım Etkisinin İncelenmesi.....	71
4.4.1 Ağırlık Kayıpları	71
4.4.2 Protein Denatürasyonu	72
4.4.3 pH.....	73
4.4.4 Sertlik	74
4.4.5 Renk	75
4.4.6 Lipid oksidasyonu	75
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	77
KAYNAKLAR.....	80
EKLER.....	87
ÖZGEÇMİŞ.....	105

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1	: Bazı gıdaların nem içerikleri ve donma sıcaklıkları.....	13
Çizelge 2.2	: Bazı buzdolaplarında farklı ısı transfer katsayısı ve ortam sıcaklığının 2.54 cm kalınlıktaki hamburger köftesini 5°C'den -1.1°C'ye düşürmek için geçen donma süresine etkisi.....	17
Çizelge 2.3	: Donma sırasında etten gerçekleşen donma kaybı.....	24
Çizelge 2.4	: Farklı donma hızları ile dondurma sonrası et proteinlerindeki entalpi değişimleri.....	30
Çizelge 2.5	: Donma hızının sığır et gevrekliği üzerindeki etkisi	35
Çizelge 3.1	: Sıcaklık etkisinin incelenmesinde kullanılan deney planı.....	46
Çizelge 3.2	: Salınım etkisinin incelenmesinde kullanılan deney planı	46
Çizelge 3.3	: Taşınım etkisinin incelenmesinde kullanılan deney planı.....	46
Çizelge 3.4	: Yapılan kalite deneyleri ve etkilenen parametreler.....	48
Çizelge 4.1	: Farklı ortam koşullarının taşınım ısı transfer katsayısı, test paketlerinin teorik ve deneysel donma süreleri.....	58
Çizelge 4.2	: Farklı sıcaklık koşulları altında dondurulan etlerin donma ve çözünme kayıpları	60
Çizelge 4.3	: Farklı sıcaklık koşullarının etin sertliği üzerindeki etkisi	63
Çizelge 4.4	: Farklı sıcaklık koşullarının etin pH değeri üzerindeki etkisi	64
Çizelge 4.5	: Farklı sıcaklık koşullarının etin renk değerleri üzerindeki etkisi.....	65
Çizelge 4.6	: Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerin ağırlık kayıpları.....	66
Çizelge 4.7	: Ortalama -18°C sıcaklığında stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerin çözünme sonrası pH değerleri.....	69
Çizelge 4.8	: Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınım ortamda donmuş etlerin kesme kuvveti değerleri	69
Çizelge 4.9	: Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerin çözünme sonrası renk değerlerindeki değişimler.....	70
Çizelge 4.10	: Stabil -25°C'de farklı hava hızları altında dondurulan etlerin donma ve çözünme kayıpları	71
Çizelge 4.11	: Stabil -25°C'de farklı hava üfleme hızları altında dondurulan etlerin sertlik değerleri.....	75
Çizelge 4.12	: Stabil -25°C'de farklı hava üfleme hızları altında dondurulan etlerin renk değerlerindeki değişim.....	75

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1	: Myoglobin pigmentli et.....	6
Şekil 2.2	: Oksimiyoglobilin pigmentli et.....	6
Şekil 2.3	: Metmyoglobin pigmentli et.....	6
Şekil 2.4	: Gıdaların donma süreci	10
Şekil 2.5	: Çekirdeklenme ve kristal büyüme hızının sıcaklığa bağlı değişimi.....	12
Şekil 2.6	: Hızlı dondurma ve yavaş dondurma arasındaki fark.....	15
Şekil 2.7	: Yavaş donma sırasında (a) ve hızlı donma sırasında (b) dokularda buz kristal oluşumu.....	19
Şekil 2.8	: (a) Kas paketlerini oluşturan bir kas lifi, (b) Myofibriler yapıyı oluşturan en küçük birim olan sarkomer yapısı	21
Şekil 2.9	: Sığır kasına ait örnek bir DSC termogramı	27
Şekil 2.10	: Donma kaynaklı dehidrasyon ile hidrofilik etkileşimlerin kaybolması .	28
Şekil 2.11	: Fiziksel ve kimyasal faktörlerin proteinlerin konformasyonu üzerine etkisi	28
Şekil 2.12	: Farklı donma hızlarında dondurulmuş olan etlere ait DSC termogramı	30
Şekil 2.13	: Ev Tipi Buzdolapları (a) Tek kapılı soğutucular, (b) Çift kapılı soğutucular, (c) “Side-by-Side” kombinasyonu.....	39
Şekil 3.1	: Kırmızı et ve test paketlerinin donma profilleri	42
Şekil 3.2	: Standart No-Frost derin dondurucu (referans)	43
Şekil 3.3	: Prototip derin dondurucu.....	43
Şekil 3.4	: Dondurucu bölmelerin sıcaklık salınımları ve sıcaklık dağılımları	44
Şekil 3.5	: Bonfilenin kas yapısı ve kas liflerinin yönü.....	45
Şekil 3.6	: Et kasına ait DSC termogram örneği.....	51
Şekil 3.8	: Et numunesine ait bir kromatogramdaki MDA-TCPH piki	56
Şekil 4.1	: Farklı sıcaklık koşullarının protein denatürasyonu üzerindeki etkisi.....	62
Şekil 4.2	: Farklı sıcaklık koşullarının etteki malonaldehit konsantrasyonu (ppm) üzerindeki etkisi	65
Şekil 4.3	: Ortalama -18°C sıcaklığında salınımlı ve stabil ortamda donmuş etlerde meydana gelen protein denatürasyonu	68
Şekil 4.4	: Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerdeki çözünme sonrası malonaldehit konsantrasyonu	71
Şekil 4.5	: Stabil -25°C’de farklı hava hızları altında dondurulan etlerin protein denatürasyon derecesi	73
Şekil 4.6	: Stabil -25°C’de farklı hava hızları altında dondurulan etlerin pH değerleri.....	74
Şekil 4.7	: Stabil -25°C’de farklı hava hızları altında dondurulan etlerdeki malonaldehit konsantrasyonu	76

SEMBOL LİSTESİ

$Q_{\text{toplam}} \text{ (J)}$: Soğuma ve donma süresince sistemden uzaklaştırılan ısı miktarı
$Q_{\text{soğ}} \text{ (J)}$: Soğuma süresince sistemden uzaklaştırılan ısı miktarı
$Q_{\text{donma}} \text{ (J)}$: Donma süresince sistemden uzaklaştırılan ısı miktarı
Δt	: Etin ilk sıcaklığından başlangıç donma noktasına (-1°C) ulaşmaya kadar geçen soğuma süresi
ΔT	: Etin ilk sıcaklığı ile başlangıç donma noktası (-1°C) arasındaki farkı
ΔT^1	: Etin başlangıç donma noktası (-1°C) ile donma fazının sonlandığı sıcaklık (-7°C) arasındaki fark
$m_{\text{paket}} \text{ (kg)}$: Test paketlerinin kütlesi
$c_{p,\text{paket}} \text{ (J/kg}\cdot^{\circ}\text{C)}$: Test paketlerinin ısı kapasitesi
$\lambda_{\text{latent,paket}} \text{ (J/kg)}$: Test paketlerinin gizli ısısı
m_{wc}	: Test paketlerinin su fraksiyonu (0.68)
$A \text{ (m}^2\text{)}$: Yüzey alanı
$q_{\text{cond}} \text{ (W)}$: İletim ile meydana gelen ısı akış hızı
$q_{\text{conv}} \text{ (W)}$: Taşınım ile meydana gelen ısı akış hızı
$t_t \text{ (dk.)}$: Teorik donma süresi
$t_a \text{ (dk.)}$: Deneysel donma süresi ($-1/-7^{\circ}\text{C}$ geçiş bölgesi için)
$\rho \text{ (kg/ m}^3\text{)}$: Ürün yoğunluğu
$\Delta H \text{ (J/kg)}$: Entalpi farkı
$h \text{ (W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C)}$: Ortamın ısı transfer katsayısı
$k_{\text{frozen}} \text{ (W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C)}$: Donmuş etin ısı iletkenlik katsayısı
$k_{\text{unfrozen}} \text{ (W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C)}$: Donmamış etin ısı iletkenlik katsayısı
$x \text{ (m)}$: Belirtilen nokta ile ortam arasındaki mesafe
$T \text{ (}^{\circ}\text{C)}$: x mesafedeki sıcaklık
P	: 1/2 (sonsuz levha için)
R	: 1/8 (sonsuz levha için)
$a \text{ (m)}$: Kalınlık
$T_f \text{ (}^{\circ}\text{C)}$: Başlangıç donma noktası
$T_1 \text{ (}^{\circ}\text{C)}$: Ortam sıcaklığı
$T_s \text{ (}^{\circ}\text{C)}$: Et yüzey sıcaklığı
a^*	: Kırmızılık değeri
b^*	: Sarılık değeri
L^*	: Parlaklık değeri
ΔE	: Toplam renk değişimi
Δa	: Kırmızılık değerinin başlangıca göre değişimi
Δb	: Sarılık değerinin başlangıca göre değişimi
ΔL	: Parlaklık değerinin başlangıca göre değişimi

DONMA HIZININ KIRMIZI ET KALİTESİ ÜZERİNDEKİ ETKİSİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Dondurma işlemi, etin kalitesinin uzun süre korunması amacıyla kullanılan en etkili tekniklerden bir tanesidir. Dondurma işleminin hangi koşullarda gerçekleştirildiği, donmuş etin çözüldükten sonraki kalitesinin başlangıç kalitesini koruması açısından oldukça önemlidir. Örneğin donma hızı, etin son kalitesi üzerinde önemli etkilere sahip olabilmektedir.

Bu çalışmada, farklı sıcaklık şartlarına ve hava üfleme hızlarına ayarlanabilir olarak tasarlanan prototip bir buzdolabı ile, konvansiyonel bir buzdolabı derin dondurucu bölmesinde dondurulan kırmızı etin, donma sonrası kalitelerinin karşılaştırılmasına yer verilmiştir. Test edilen farklı koşulların etkileri; ağırlık kayıpları, protein denatürasyon derecesi, sertlik, renk değişimi, oksidasyon derecesi ve pH takip edilerek karşılaştırılmıştır. Dondurucu ortam koşullarının temel olarak kıyaslanması, donma süresi veya hızı ile bağlantılı olarak gerçekleştirilmiştir.

Et ile ilgili incelenen birçok özelliğin donma hızından etkilendiği gözlemlenmiştir. Donma ve çözünme kayıplarında belirgin şekilde bir azalma, donma hızının yaklaşık %50 oranında arttırılması ile sağlanabilmiştir. Ortalama -18°C 'de salınım yapan ortamın, aynı ortalama sıcaklıkta stabil duruma getirilmesi ağırlık kayıplarının azalması için yeterli olmamıştır. Temel sebebi stabil koşulda da donma süresinin yaklaşık 2 saat kadar uzun bir süreyi bulmasıdır. Tüm kalite kriterleri göz önünde bulundurulduğunda, en iyi sonuçlar sıcaklığın stabil -25°C ve -35°C 'ye düşürülmesi ile elde edilmiştir. Bununla birlikte, sıcaklığı -35°C 'den -25°C 'ye düşürmenin belirgin herhangi bir iyileştirmeye sebep olmadığı tespit edilmiştir. Genel olarak donma hızı azaldıkça protein denatürasyonunda artışlar meydana gelmiştir. Sıcaklık salınımı, dehidrasyonu etkilememiş, fakat rekristalizasyon sırasında iyonların proteinler etrafında tekrar konumlanması nedeniyle proteinlerde denatürasyon meydana gelmiştir. pH değerleri, test edilen koşullardan etkilenmemiştir. Etin kesme kuvveti üzerinde temel olarak dehidrasyon ve protein denatürasyonunun etkin olduğu belirlenmiştir. Dehidrasyonun ve denatürasyonun arttığı durumlarda sertlikte de artış meydana gelmiştir. Donma sırasındaki salınımın sertlik üzerinde etkili olmadığı tespit edilmiştir. Oksidasyon hızı, ortam sıcaklığından etkilenmiştir. Hem salınımlı hem de stabil -18°C 'deki ortam, stabil -25°C koşuluna oranla oksidasyonu arttırmıştır. Aynı sıcaklıkta taşınımın arttırılması ile malonaldehit konsantrasyonunda bir değişiklik meydana gelmemiştir. L değerlerinin çözünme kaybından etkilendiği tespit edilmiştir. Çok yavaş donma hızlarında (-18°C stabil ve salınımlı ortamda) yüzeye hareket eden süzüntü ile ürün yüzeyinin daha parlak görüldüğü belirlenmiştir. Taşınımlı duruma getirilmiş -25°C 'deki ortam, çözünme sırasında durgun ortama oranla daha fazla dehidrasyona neden olduğu için etin daha parlak görünmesini sağlamıştır.

INVESTIGATION OF FREEZING RATE EFFECT ON FRESH RED MEAT QUALITY

SUMMARY

Freezing process is one of the methods that are used for maintaining the meat quality longer time. In which conditions, the freezing process is achieved, is important for the case of preserving the initial quality of frozen meat after thawing. For instance, freezing rate may have considerable effects on the final quality.

In this study, the comparison of a designed prototype of household refrigerator which is adjustable to different temperatures and air blowing velocity with conventional No-Frost freezer was given place. The effects of different conditions on meat were compared with each other by the following of weight loss, protein denaturation degree, hardness, color change and lipid oxidation degree. Comparison of freezer conditions was based on the term of freezing time and rate.

It has been observed that many properties that are related with red meat was effected from freezing rate. Reduction of weight loss by freezing and thawing was achieved by increasing the freezing rate by 50 %. Stabilizing of the temperature fluctuation (average temp. -18°C) of conventional system even was not effective method for decreasing losses after freezing and thawing stages. From the stand point of all quality criteria, the best results were obtained by decreasing the temperature to stable -25°C . Addition to this, it was determined that excessive reduction of temperature from this point is not necessary. Generally, protein denaturation degree rised with declining of freezing rate. Dehydration was not effected by temperature fluctuation during freezing but relocation of ions at around of proteins during recrystallization caused denaturation of proteins. pH value was not effected with the change of conditions. Basically, it has been seen that dehydration and protein denaturation has an effect on shear force value of cooked meat. More increasing the dehydration and denaturation, more increasing the shear force value. Fluctuations during freezing had no effect on shear force. Oxidation rate was effected by freezer temperature.

Both fluctuating and stable medium at average -18°C increased oxidation degree in comparison with the other stable conditions. There was no increasing in malonaldehyde concentration by increasing convection effect at the same temperature. It was realized that L value was effected by thawing loss. At very slow freezing rates (stable and fluctuated medium at av. -18°C), incresing in lightness of surface with migration of drip to surface was defined. Convective medium at -25°C provide meat surface to be seen as brightly than still air condition at -25°C due to the causing more dehydration.

1. GİRİŞ

Et kalitesi birçok şekilde tanımlanabilir, ancak genel olarak etin kalitesini belirleyen üç ana faktör bulunmaktadır: mikrobiyolojik güvenlik, besinsel kalite ve lezzet. Kesim öncesi ve sonrası uygulamalar ve teknolojiler bu faktörlerin üçünü de etkilemektedir. Lezzet ve toplam yeme kalitesi; gevreklik, sululuk, renk ve aromanın bileşimi ile ortaya çıkmaktadır.

Kırmızı et, beyaz et ve balık eti gibi temel gıda maddeleri, nötr pH değerleri, yüksek orandaki protein içeriği ve yüksek su aktivitesi nedeniyle mikrobiyolojik bozulmalara eğilim gösterirler. Yine içeriğindeki yüksek yağ içeriği nedeniyle de oksidasyon reaksiyonlarını kontrol altına almak oldukça zordur.

Dondurma işlemi, uygulanan en eski ve en yaygın olarak kullanılan bir koruma yöntemidir. Et ve et ürünleri dondurulduklarında mikrobiyolojik gelişme, kimyasal ve enzimatik reaksiyonlar yavaşlatılır ve kontrol altına alınır.

Donmuş kırmızı etin kalitesini belirleyen bazı ölçütler mevcuttur. Kırmızı etin donma ve donmuş depolama sonrasındaki dokusu, rengi ve lezzeti duyuşal değerlendirme dışında analitik olarak řu ölçütlerdeki deęişimler ile değerlendirilebilmektedir: ağırlık kaybı, pH, protein denatürasyon (termogramdaki entalpi deęişimi) derecesi, lipit oksidasyon derecesi (malonaldehit konsantrasyonu), kesme kuvveti (N) ve L, a* ve b* deęerlerindeki deęişim.

Donmuş gıdalarda kalite kayıpları, evlerde depolama sırasında soęuk zincirin kırılması ile gerçekteşmektedir. Ev tipi dondurucularda defrost ve sıcaklık kontrol sistemlerinin tasarımı ve tüketicilerin kullanım şekilleri nedeniyle birçok donmuş ürün sıcaklık yükselişine maruz kalmaktadır. Evaporatörün defrost işlemine geçmesi, donmuş ürünlerin kısmi olarak çözünmesine neden olabilmektedir. Bu sıcaklık yükselmeleri önemli olup donmuş ürünün raf ömründeki azalmalarda dikkate alınması gerekmektedir. Bu tür sıcaklık yükselmeleri nedeniyle, en iyi dondurma teknolojisi kullanılsa bile donmuş ürünlerde kalite kayıpları engellenemeyecektir (Estrada-Flores, 2002). Ev tipi buzdolaplarının derin dondurucu bölümünde depolanan ürünlerin kalitesinin korunması amacıyla donma işlemi sırasında

termodinamiksel birtakım parametrelerin (özellikle ortam sıcaklığı ve hava hızı) numerik olarak optimum değerinin belirlenmesi ve sürekli kontrol altına alınması gerekmektedir.

Donma sırasında, su moleküllerinin buz kristali formuna dönüşmesi sırasında hacimsel olarak bir artış ve hücre yapısında osmotik bir fark oluşumu söz konusudur. Bu osmotik fark ve mekaniksel hasar nedeniyle etin dokusunda geri dönüşümsüz birtakım değişiklikler ile kalite kayıpları meydana gelmektedir. Dolayısıyla, donma sürecini meydana getiren soğuma, kristalizasyon ve ileri soğuma aşamalarından kristalizasyon aşaması oldukça kritik bir öneme sahip olup, bu aşamanın hangi hızla geçildiği büyük önem taşımaktadır.

Donma hızının et kalitesi üzerinde önemli etkilere sahip olduğu birçok çalışma ve kaynak ile bildirilmektedir. Donma hızı 5 cm/h'in üzerinde ise hızlı donma, 1 cm/h'den az ise yavaş donma olarak nitelendirilmektedir (Petrovic ve diğ.,1993; Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2004). Donma hızı arttıkça, ette daha küçük boyutlu ve hücre içinde homojen olarak dağılmış buz kristalleri oluşmaktadır. Dolayısıyla buz kristalleri hücre içinde oluşmuş olduğundan, hücrelere verilen mekaniksel hasar daha az olmakla birlikte çözünme sırasında hücre dehidrasyonu daha azdır. Nitekim birçok çalışma (Petrovic ve diğ., 1993; Grujic ve diğ., 1993; Sakata ve diğ., 1995; Ngapo ve diğ., 1999; Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2004) ile de bu durum desteklenmiştir. Dehidrasyon ve mekanik hasar daha az olduğu için de protein denatürasyon derecesi daha düşük olmakta, daha gevrek bir et elde edilmesini sağlayabilmektedir. Wagner ve Anon (1985) ve Petrovic ve diğ. (1993) yaptıkları çalışmada, donma hızı düştükçe protein denatürasyonunda artış, çözünürlüklerinde ise azalmalar olduğunu tespit ederlerken, Ngapo ve diğ. (1999), donma hızının etkisinin olmadığını savunmaktadır. Yine yapılan çalışmalara göre (Petrovic ve diğ., 1993; DuBois ve diğ., 1940; Jakobsson ve Bengtsson, 1973), genel olarak donma hızının düşmesi ile etin sertliğinde artma olduğu bildirilmektedir. Donma hızı, hem donmuş etin hem de donma sonrası çözünmüş etin rengini etkilemektedir. Hızlı dondurma ile donmuş etin rengi küçük kristal oluşumu nedeniyle daha soluk görünmektedir (Perez-Alvarez ve diğ., 2004; Hansen ve diğ., 2003). Çözünmüş olan ette ise merkezden yüzeye doğru olan dehidrasyon daha az olduğu için daha az parlak ve daha az kırmızı bir görüntü elde edilmektedir (Young

ve West, 2001; Farouk, 2003). Ayrıca, yavaş donma ile proteinlerin çökmesine bağlı olarak etin kırmızı rengi maskelenmektedir (Joo ve diğ., 1999).

Aynı sıcaklık koşullarında, ürün üzerine üflenen hava hızı da ürün kalitesi açısından kritiktir.

Dondurucu ortam için donma hızını etkileyen en önemli işlem parametreleri ortam sıcaklığı, evaporatörden üflenen hava hızı, ürün ile onu çevreleyen ortam arasındaki toplam ısı transfer katsayısı'dır. Donma hızının kalite üzerindeki etkilerinin çalışıldığı birçok çalışmada, etkin parametre olarak donma süresi ele alınmaktadır. Fakat donma süresi üzerinde etkili bileşenlerin kendi içerisinde değerlendirilmesinde bir yetersizlik söz konusudur. Bu açıdan sıcaklık derecesi ve hava üfleme hızlarının kendi içindeki etkilerinin de tartışılması gerekmektedir. Bu çalışmada, farklı sıcaklıkların, taşınımın ve standart bir buzdolabının derin dondurucu bölümündeki sıcaklık salınımının donma sırasındaki kırmızı et kalitesi üzerindeki etkileri ayrı başlıklar altında incelenmiştir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1 Taze Kırmızı Et Kalite Karakteristikleri

Et kalitesi terimi farklı birçok özelliği kapsamaktadır. Bu özellikler üretici, işleyici ve tüketici tarafından hazırlama sırasında oldukça değişim göstermektedir. Et kalitesinin artırılması ve bunun stabilitesinin uzun süre korunması et endüstrisi açısından başarıyı getiren önemli bir anahtar niteliğindedir.

Et kalitesi şu kavramları içerisinde bulundurmaktadır (Xiong ve diğ., 1999):

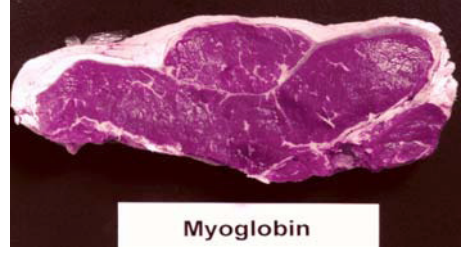
- Yeme kalitesi
- Besinsel kalite
- Hijyenik kalite
- İşleme kalitesi

Yeme kalitesi, etin hem çiğ olarak hem de pişmiş halindeki koku, aroma, gevreklik, sululuk özelliklerini kapsamaktadır. Bu özellikler tüketici açısından önemli olduğu için kalite karakteristiklerini oluşturmaktadır (Xiong ve diğ., 1999).

2.1.1 Renk Kalitesi

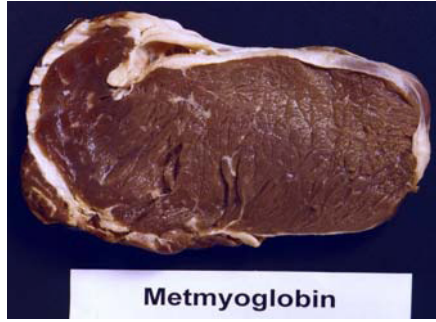
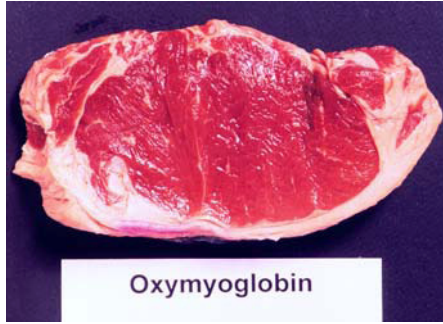
Tüketici eti satın alırken çoğunlukla etin rengine bakarak karar verir. Çünkü tüketiciler etin tazeliğinin ve bütünlüğünün göstergesi olarak etin rengini belirleyici unsur olarak seçmiştir. Dolayısıyla etin renk kalitesi oldukça önemlidir. Genellikle, parlak kırmızı et rengi tercih edilen ve aranan rengi oluşturmaktadır (Boles ve Pegg, n.a; Mancini ve Hunt, 2005).

Myoglobin, ete rengini veren en önemli pigment maddesidir. Myoglobinin seviyesi, miyoglobindeki “hem” grubunun oksidatif durumu, etin rengini büyük oranda etkiler. Myoglobin seviyesi tür, yaş ve kas tipine göre farklılık gösterir. Myoglobin içeriği arttığı zaman, etin renk yoğunluğu beyaz veya pembeden koyu kırmızı renge doğru artış gösterir. Sığırlarda rengin kırmızılığının artması yüksek myoglobin içeriğinden kaynaklanmaktadır (James ve James, 2002).



Şekil 2.1 : Myoglobin pigmentli et

Kesim sonrası etin ilk rengi koyu morumsu kırmızı bir renktir (Şekil 2.1). Et, oksijenli ortama yani havaya maruz bırakıldığı zaman etin yüzeyinden oksijen absorplanarak “hem” grubunda (myoglobinin merkezinde bulunan ve oksijenin bağlandığı grup) bulunan demire bağlanır. Etin yüzeyi daha doğrusu myoglobin yüzeyi oksijenlenir. Oksijenasyona maruz kalmış pigmente oksimyoglobin adı verilir ve ete parlak vişne kırmızısı bir renk verir (Şekil 2.2). Bu renk tüketicinin tazelik ile ilişkilendirdiği arzu edilen renktir (Boles ve Pegg, n.a).



Şekil 2.2 : Oksimyoglobilin pigmentli et

Şekil 2.3 : Metmyoglobin pigmentli et

Myoglobin ve oxymyoglobinin elektron kaybetme yani oksidasyon yetenekleri bulunmaktadır. Bu pigmentlerin oksidasyonu düşük oksijen basınçlarında gerçekleşir. Bu durumda, oksidasyon sonucu pigment kahverengi bir görünüm alır (Boles ve Pegg, n.a). Bu pigmentte de metmyoglobin adı verilir (Şekil 2.3).

Renk ölçümü

Renk gibi kalite özellikleri eğitilmiş değerlendiriciler tarafından öznel olarak belirlenebilmektedir. Et ve yağ rengi aletsel ölçüm yapılarak “parlaklık”, “kırmızılık”, “sarılık” olarak sayısal değerlere dönüştürüldüğünde nesnel olarak da tanımlanabilmektedir (Conforth, 1999).

Et renginin ölçümü için birçok alternatif metot bulunmaktadır. Bunlar içinde doğruluğu ve kesinliği en yüksek olanlar spektrofotometreler ve kolorimetrelerdir (Mancini ve Hunt, 2005). Hunter tarafından icat edilen trikromatik kolorimetrelerin; stabil bir ışık kaynağı ve kırmızı, yeşil, mavi bandlar halinde filtreleri bulunmaktadır. Bu tristimulus değerleri; insan gözünün algıladığı değerleri taklit edebilen Hunter L (parlaklık), a* (kırmızılık), b* (sarılık) değerlerine çevrilmektedir (Macdougall, 1999).

2.1.2 Aroma Kalitesi

Aroma etin lezzetini etkileyen en önemli kalite özelliklerinden birisidir. Etin tadı hem etteki su hem de dokulardaki yağın yapısıyla ilişkili olabilmektedir. Etteki yağ içeriği arttıkça tat da artar. Lipitler yağda çözünebilen aroma maddelerini içerdikleri için, ete özel aroma kazandırır. Etin aromasını ve lezzetini etkileyen oldukça fazla bileşik bulunmaktadır. Bunların birçoğu etin pişirilmesi ve depolanması ile değişim gösterir. Et, hidrokarbonlar, aldehitler, ketonlar, alkoller, furanlar, tripenler, piroller, pridinler, pirazinler, oksazollar, tiazollar, sülfürlü bileşikler ve daha birçok lezzet ve aroma maddesini içerisinde bulundurur. Et proteinleri et aromasına küçük oranda katkıda bulunabilir (Calkins ve Hodgen, 2007).

Pişirme sırasında birçok uçucu aroma ön maddesi, ette karakteristik tat ve aroma oluşturmak için reaksiyona girerler. Bu aroma bileşikleri, maillard (şeker ve amino asit arasında meydana gelen enzimatik olmayan reaksiyonlar temel et aromasını oluşturmada önemli rol oynarlar), lipid oksidasyonu ve tiamin degradasyonu gibi birçok reaksiyon sonucu ortaya çıkar (Bett ve Grimm, 1999).

Aroma değişimleri; duyuşal olarak farklılık testleri ile ölçülebilmektedir. Bu testler eğitimli olmayan panelistler ile de gerçekleştirilebilirler. Aroma değişimi enstrümantal olarak da ölçülebilmektedir. Bu amaçla genellikle gaz kromatografisi (GC) kullanılır. Analiz öncesi aroma maddeleri örnekten ekstrakte edilir. Saflaştırma işlemlerinden sonra elde edilen saf aroma bileşikleri, sıcaklık-zaman programı yapılmış olan GC kolonuna verilir (Bett ve Grimm, 1999).

2.1.3 Doku (Tekstür) Kalitesi

Etin tekstürel özelliği etin yapısının duyuşal göstergesi olarak tanımlanabilir. Bu yapı etin ısırılması sırasında uygulanan kuvvetle ortaya çıkar ve yeme sırasında belirli

duyuların uyarılması sağlanır. Böylece etin ağızda çiğnenmesi ve yer değiştirmesi sırasında tat algılanmış olur (Campo, 1999).

Tat, aroma, sululuk, gevreklik gibi etin duyusal özellikleri kolay tanımlanabilen nesnel ölçütler değildir. Eğitilmiş ya da eğitilmemiş panelistlerin yer aldığı lezzet panelleri bilimsel çalışmalarda yaygın kullanılan bir değerlendirme yöntemidir. Lezzet panellerinde et standart pişirme koşulları altında hazırlanır ve panelistler doku, gevreklik, sululuk, çiğnenebilirlik, aroma-tat ve kabul edilebilirlik olarak tanımlanan ölçütler üzerinden aritmetik notlar verirler. Özellikle eğitilmemiş panelistlerin yer aldığı panellerde başka bir ifadeyle tüketici panellerinde panelistlerin kültürel yapıları ve deneyimleri panel değerlendirme sonuçlarını etkileyebilmektedir (Lawrie, 1977).

Gevreklik

Herhangi bir şekilde işlem görmemiş olan et oldukça sıkı ve ısırılmaya karşı oldukça yüksek bir dirence sahip olmalıdır. Pişirilmiş et, yeterince gevrek olmalıdır fakat çok fazla da yumuşak olmamalıdır (Kerr, 2004).

Etin sertliği büyük oranda bağ doku proteinlerinin özelliklerine bağlıdır. Örneğin hayvanlarda yaşın ilerlemesiyle meydana gelen kollajen doku çapraz bağlanması, etin daha sert bir yapı kazanmasına neden olmaktadır (Kerr, 2004).

Gevrekliği etkileyen birçok faktör bulunmaktadır. Etin gevrekliği üzerinde myofibriller (kas lifi) yapı ve bağ doku (kollajen) olmak üzere iki temel yapı etkin rol oynar. Kas liflerinin büyüklüğü yaşla birlikte artmakta ve sertleşmektedir. Kollajen lifler bağ dokunun en önemli unsurlarıdır. Hayvan yaşlandıkça, mevcut bağ doku miktarındaki artıştan çok, ısıya dayanıklı bağ doku çapraz bağlarında artış ve eriyebilir bağ doku miktarında da azalma gerçekleşmektedir. Bu durumda daha sert bir et elde edilir (Dutson ve diğ., 1983).

Gevreklik aletsel olarak ölçülebilmektedir. Aletsel ölçümlerde standart pişirme koşulları altında pişirilen ve yine standart geometrik ölçülerde dilimlenen et parçalarının gevrekliği tekstür ölçer olarak adlandırılan aletlere takılan kesme bıçağıyla kesilerek belirlenir. Kesme sırasında uygulanan kuvvet etin sertliği olarak kaydedilir (Campo ve diğ., 1999).

Sululuk

Sululuk, yeme kalitesine katkıda bulunan en önemli kalite özelliklerinden biridir. Sululuk kavramının, tarif edilmesi ve kantitatif olarak belirlenmesi oldukça zordur. Sululuk iki şekilde ifade edilebilmektedir. Birincisi, et ilk çığnendiğinde sızan su tarafından oluşan nemi ifade eder. İkincisi kalıcı sululuktur ki bu yağın uyarması ile tükürük salgısının artmasına bağlı olarak dil, diş ve ağzın farklı kısımlarına yağın kaplanması sırasında ortaya çıkar. Tekstür kalitesi üzerine %10-40 arasında bir katkı sağlar. Süzüntü kayıpları, sululuk üzerinde oldukça olumsuz etkilere sahiptir (Lawrie ve diğ., 1977).

2.2 Dondurma İşlemi

Dondurma işlemi hızlı bozulan gıdaların uzun süre korunması amacıyla kullanılan en başarılı ve eski yöntemlerden bir tanesidir. Dondurma, kimyasal reaksiyonları yavaşlattığı gibi dokulardaki mikrobiyal aktiviteyi de azaltır. Bunun sonucunda gıdanın raf ömrü artmaktadır. Donmuş gıdaların görünümü, doku, aroma ve besin değeri taze gıdaya yakın olduğu için dondurma işlemi tüketiciler tarafından tercih edilmektedir (Venugopal, 2006).

2.2.1 Donma

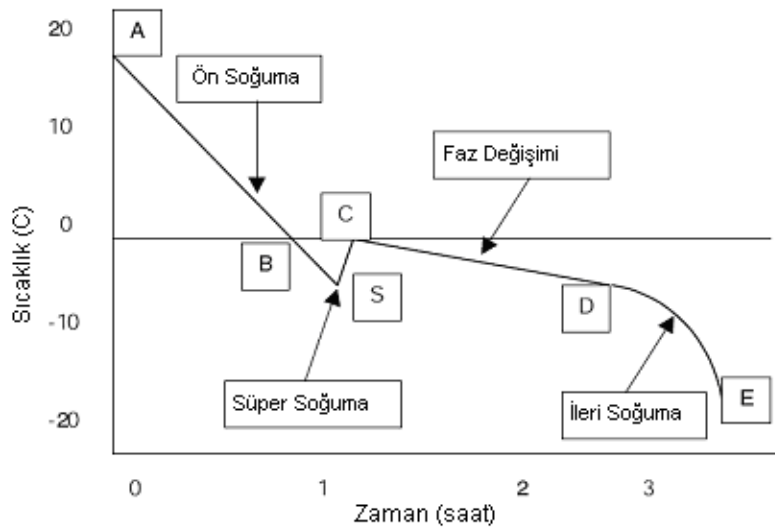
Donma, birbirine bağlı olan iki süreci içerisine almaktadır: sıcaklığın düşmesi ve suyun sıvı formdan katı forma dönüşümüdür. İki işlem de fiziksel ve kimyasal değişimlerin hızının azaltılmasına ve böylece ürünlerin raf ömürlerinin artmasına yardımcı olmaktadır (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2004).

Gıdaların donma süreçleri, suyun donma sürecinden daha da karmaşıktır. Buzun ayırımı ile ortamda kalan donmamış su, maddelerin süper doymun olmasını sağlamaktadır. Gıda ürünlerindeki suyun büyük bir bölümü buza dönüştürüldüğü takdirde donma işleminin tamamlanmış olduğu düşünülmektedir (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2004). Dondurma, gıda uygulamaları düşünüldüğünde buzdolabı sıcaklığındaki maddenin donma noktası altına soğutulması işlemi olarak tanımlanabilir (Venugopal, 2006). Gıdanın sıcaklığı -7°C 'nin altında iken toplam suyun %80'i buza dönüşmektedir. Sıcaklık düştükçe hem çözülmüş madde konsantrasyonunun artması hem de sıcaklığın düşmesi ile birlikte dokular arasında bulunan sıvının viskozitesi hızlı bir şekilde artmaya başlar. Viskozite 10^{10} - 10^{14}

Pa.s'ye ulaştığında katılaşma meydana gelmektedir (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2004).

2.2.2 Donma Prosesi ve Aşamaları

Donma işleminin başlaması için ürün sıcaklığının donma noktası seviyelerine düşürülmesi gerekmektedir. Donma işlemi boyunca Şekil 2.4'de de görüldüğü üzere üç ayrı bölge söz konusudur: ön soğuma periyodu (AB), faz değişim periyodu (CD), ve ileri soğuma periyodu (EF). Başlangıç donma noktasına ulaşıldıktan sonra ürün sıcaklığı; serbest suyun faz değişimi boyunca, gizli ısı bırakıldığı sürece kararlı bir şekilde sabit kalır. Gıda ürünleri için, sabit bir sıcaklık gözlenmemektedir. Suyun büyük bir bölümü buza dönüşene kadar ürün sıcaklığı yavaş bir şekilde düşer. Bu evre, iyi kalitede donmuş gıda elde edilebilmek için en önemli aşamadır. Bu sebepten dolayı bu aşamanın hızla geçilmesi gerektiği öne sürülmektedir. Enerjinin %50'den fazlası ikinci kısımda sarf edilir. Faz değişimi sonlandıktan sonra sıcaklık hızlı bir şekilde ortam sıcaklığına doğru düşmeye devam eder (Ramaswamy ve Marcotte, 2006; Venugopal, 2006).



Şekil 2.4 : Gıdaların donma süreci

Kontrollü koşullar altında, ürün sıcaklığı faz değişimi olmadan ilk donma noktasının altına düşebilmektedir (BS) (Ramaswamy ve Marcotte, 2006). Başlangıç donma noktasında meydana gelecek olan kristalizasyondan önce, önemli bir enerji bariyerinin baskılanması gerekmektedir. Bu enerji bariyeri, faz değişimi olmaksızın 0°C'nin altında hissedilir ısının bırakılması ile izlenebilmektedir (Venugopal, 2006). Bu davranış süper-soğuma (S) olarak adlandırılmaktadır. Süper soğumuş durum

altında, su sıvı durumunda bulunur. Bunu takiben sıcaklık başlangıç donma noktasına ulaşır ve konvansiyonel donma devam eder (Ramaswamy ve Marcotte, 2006). Süper-soğuma, termodinamiksel olarak stabil olmayan bir durumdur ve sıvı-katı dönüşümü için gerekli olan çekirdek için sub-mikroskopik suyun kümeler oluşturmasını başlatmaktadır (Venugopal, 2006).

2.2.2.1 Kristalizasyon

Kristalizasyon işlemi iki farklı süreci içine alır: (1) çekirdeklenme ve (2) kristal büyümesi. Bazı durumlarda hem çekirdeklenme hem de kristal büyümesi aynı anda meydana gelebilmektedir. Fakat her zaman ilk olarak çekirdeklenme işleminin başlaması gerekmektedir (Ramaswamy ve Marcotte, 2006).

Çekirdeklenme hızı, kristal büyüme hızı ve kristal boyutunun dağılımından soğuma hızı sorumludur (Karel ve Lund, 2003):

1. Düşük soğuma hızlarında (yavaş dondurma) az sayıda çekirdeklenme bölgesi bulunmaktadır ve bunlar büyük buz kristallerinin büyümesi için çekirdek oluşumunu sağlarlar.
2. Yüksek soğuma hızlarında (hızlı dondurma) birçok sayıda çekirdeklenme bölgesi bulunmaktadır ve her biri su moleküllerinin eklenmesi için gerekli bir bölge olmak için yarışır.

2.2.2.2 Çekirdeklenme

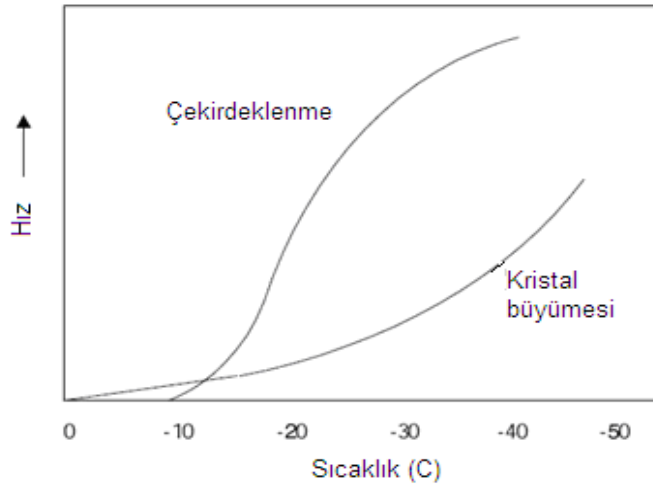
Çekirdeklenme, su moleküllerinin çok ufak yapılar (çekirdek) oluşturmak için bir araya geldiği aşamadır. Buz çekirdeklenmesi, gıdanın sıcaklığı başlangıç donma noktasına düştüğü zaman meydana gelmektedir. Oluşan çekirdek yapı, çevresindeki su ile denge halinde olan ufak bir kristaldir ve bu ince partikül yapılar kristallerin büyümesi için aktif bölge olarak rol oynamaktadır (Ramaswamy ve Marcotte, 2006; Zaritsky ve diğ., 2006).

Buz çekirdeklenmesi kompleks bir süreçtir (Venugopal, 2006). Buz çekirdeklenmesi suyun saflığına göre iki tipte meydana gelebilmektedir: homojen ve heterojen çekirdeklenme. Homojen olan tip, sadece yüksek saflıkta suda meydana gelmektedir. Buz çekirdeği, su moleküllerinin rasgele oryantasyonu ve kombinasyonu ile meydana gelir (Zaritsky ve diğ., 2006). Heterojen çekirdeklenme, gıdaların donma prosesleri için daha önemlidir. Bu çekirdeklenme tipinde, su kümeleri bazı

çözünmeyen çekirdeklenme ajanları (et partikülleri gibi) üzerinde birleşir (Venugopal, 2006).

2.2.2.3 Kristal büyümesi

Kristal büyüme aşamasında, çekirdeklenme sırasında oluşan bu çekirdek yapılar daha fazla su molekülü eklenmektedir. Heterojen materyaller etrafında oluşan az sayıdaki ince çekirdek yapılar bu koşullar altında büyümeye başlar. Aynı zamanda sıcaklık düşürüldükçe kristal büyüme hızı arttırılmış olmaktadır. Fakat daha düşük sıcaklıklarda çekirdeklenme işlemi kristal büyüme işlemine göre daha da hızlı meydana gelir (Şekil 2.5). Bu durumda çekirdek sayısının artmış olması nedeniyle daha küçük buz kristalleri meydana gelmektedir (Ramaswamy ve Marcotte, 2006).



Şekil 2.5 : Çekirdeklenme ve kristal büyüme hızının sıcaklığa bağlı değişimi

Isının uzaklaştırılması ne kadar verimli ise çekirdeklenme hızı o kadar yüksektir. Bu nedenle hızlı donmuş ürün küçük ve fazla sayıda buz kristalleri içermektedirler (Zaritsky ve diğ., 2006).

Kristal büyüme hızı, ısı ve kütle aktarımı ile kontrol edilir. Isı aktarımı ile kristal büyüme bölgelerinden erime ısısı uzaklaştırılır. Kütle transferi ile su molekülleri kristal sınır bölgelerine, çözünür maddeler de bu bölgelerden uzağa transfer olur. Hem ısı aktarımı hem de kütle transferi; sıcaklıkların arttırılması, sürücü kuvvetin arttırılması (kristal yüzeyi ile soğutucu ortam arasındaki sıcaklık farkı) ve direncin azaltılması (kütle transferi için vizkozitenin azaltılması) ile meydana getirilir (Karel ve Lund, 2003).

2.2.3 Donma Noktası

Saf suyun donma noktası normal koşullar altında 0°C'dir. Gıdalarda suyun yanında farklı miktarlarda birçok bileşen daha bulunmaktadır. Bu nedenle, gıdalar hiçbir zaman saf su gibi 0°C'de donmaz. Bunun yanında hiçbir zaman tek bir donma noktaları da yoktur. Gıdanın yapısına ve kompozisyonuna bağlı olarak bir başlangıç donma noktası sıcaklığı vardır (Çizelge 2.1). Gıdanın sıcaklığı bu noktaya düşürüldüğünde ve su donmaya başladığında, kalan donmamış su fraksiyonundaki çözülmüş madde konsantrasyonu artmaya başlar, bu durumda kalan su fraksiyonu için donma noktası düşüşe geçer. Buna karşın gıda bileşenlerine sıkıca bağlı olan ve donmayan bir su fraksiyonu her zaman bulunmaktadır. Bu su fraksiyonuna "bağlı su" ya da "donmayan su" adı verilir. Genel olarak kristalizasyon işleminin büyük bir bölümü -1(-5)°C sıcaklık aralığında meydana geldiği kabul edilmektedir. Bu sıcaklık bölgesine "*maksimum buz kristal oluşum bölgesi*" adı verilmektedir (Ramaswamy ve Marcotte, 2006).

Çizelge 2.1 : Bazı gıdaların su içerikleri ve başlangıç donma noktaları (Silva, n.a).

Gıda	Su içeriği (%)	Donma noktası (°C)
Sebze	78-92	(-0,8)-(-2,8)
Meyve	87-95	(-0,9)-(-2,7)
Et	55-70	(-1,7)-(-2,2)
Balık	65-81	(-0,6)-(-2,0)
Süt	87	(-0,5)
Yumurta	74	(-0,5)

Yağsız kırmızı etin donma noktası, kompozisyona bağlı olmak üzere yaklaşık olarak -1,5°C'dir. Sıcaklık değeri, -7°C'nin altına düşürüldüğünde suyun %80'i donar. İlk olarak kasların dışındaki su donar. Daha sonra hücre içi su, lifler arasından osmotik etki ile süzülür ve hücre içi çözülmüş madde konsantrasyonu artar. Bu konsantrasyon artışı sonucu meydana gelen değişiklikler (osmotik basınçtaki değişiklikler, pH, iyonik kuvvet, vikoze vb.), kas proteinlerinin (myofibriller ve sarkoplazmik) denatürasyonuna ve hasarlanmasına neden olur. Proteinlerin

fonksiyonel özelliklerindeki bu değişiklikler tekstür, renk ve aromadaki değişikliklerden sorumlu olabilmektedir (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2004).

2.2.4 Donma Süresi

Teorik dondurma süresinin hesaplanmasında Plank eşitliği (2.1) (Geankoplis, 2003) sıkça kullanım alanı bulmaktadır. Bu eşitlikte, gıdanın başlangıç sıcaklığının faz değişim sıcaklığında olduğu, faz değişiminin sabit sıcaklıkta meydana geldiği ve bütün termo-fiziksel özelliklerin ve ısı transfer katsayılarının sabit kaldığı farz edilmektedir. Bu eşitlik daha sonraki araştırmacılar tarafından sıkça modifiye edilmiştir (Bail, 2004).

$$t = \frac{\lambda\rho}{T_f - T_1} \left(\frac{Pa}{h} + \frac{Ra^2}{k_{frozen}} \right) \quad (2.1)$$

DeneySEL donma süresi ise farklı birçok şekilde tarif edilmektedir (Ramaswamy ve Marcotte, 2006):

1. Dondurma işleminin başlangıcından bitişine kadar olan toplam süre olarak tanımlanabilmektedir. Dolayısıyla donma süresi donmamış ürünün ilk sıcaklığına ve donmuş ürünün son sıcaklığına bağlıdır.
2. Gıdanın ilk sıcaklığından -10°C veya -18°C hedef sıcaklığa ulaşana kadar geçen süre olarak da tarif edilmektedir. Burada donma süresi ilk sıcaklığa bağlıdır.
3. Diğer bir tarifte ise; merkez sıcaklığın 0°C'den -18°C'ye ulaşana kadar geçen süredir.
4. Başka bir tanıma göre de; maksimum buz kristal oluşum bölgesini (-1/-5°C) geçmesi için alınan zamandır.

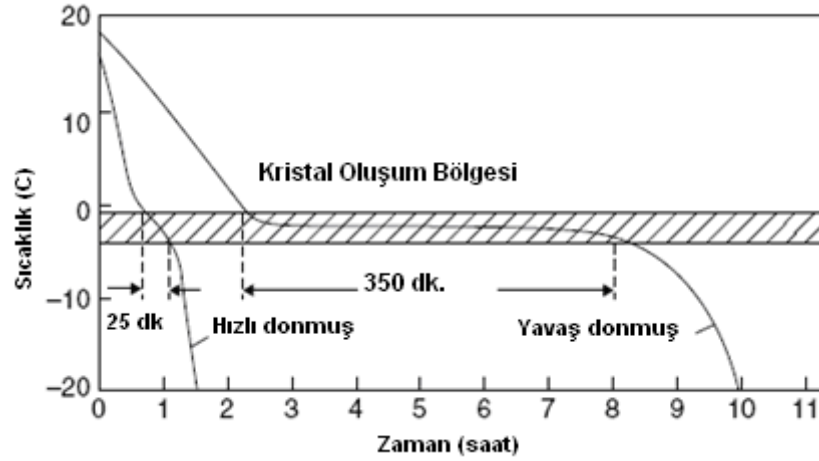
2.2.5 Donma Hızı

Donma hızı da birçok şekilde tanımlanmaktadır (Ramaswamy ve Marcotte, 2006):

1. Eğer donma süresi ile gıdanın kalınlığı biliniyor ve ısı transferi iki yönlü meydana geliyor ise donma hızı, karakteristik yarı kalınlığın donma süresine bölünmesi ile elde edilebilmektedir. Eğer dondurma işlemi tek yönden meydana geliyor ise tüm kalınlığın donma süresine bölünmesi ile saptanmaktadır. Eğer donma hızı;

- <1 cm/h ise yavaş,
- 1-5 cm/h arasında ise orta,
- >5 cm/h ise hızlı olarak sınıflandırılmaktadır.

2. Donma işleminin önemli bir kısmı -1-(-5)°C sıcaklık aralığında tamamlandığı için bu bölgeyi geçmek için gerekli süre donma hızını işaret etmektedir (Şekil 2.6). Eğer bu süre 30 dk. ve altında ise donma işlemi hızlı olarak kabul edilmektedir. Diğer türlü ise yavaş dondurmadır



Şekil 2.6 : Hızlı dondurma ve yavaş dondurma arasındaki fark (Venugopal, 2006).

2.3 Dondurucu ortam sıcaklığının ve ısı transfer katsayısının donma süresine ve hızına etkisi

Donma süresi/hızı üzerinde önemli etkisi olan parametrelerden iki tanesi; ortamın sıcaklığı ve ürün çevresindeki ortamın ısı transfer katsayısı (h)'dır. Plank eşitliğine bakıldığında bu görülebilmektedir. Donma sırasında ısı transferi, taşınım yolu ile yüzeyden dondurma ortamına doğru ve iletim yolu ile gıdanın merkezinden yüzeye gerçekleşir (Sun ve Zheng, 2006).

Taşınım için, birim alanda gerçekleşen ısı transfer hızı eşitlik (2.2) ile hesaplanmaktadır (Geankoplis, 2003; Sun ve Zheng, 2006):

$$\frac{q}{A} = h(T_s - T_1) \quad (2.2)$$

İletim ile ısı aktarımı için, birim alan başına ısı transfer hızı aşağıdaki denklem (2.3) ile verilmiştir (Geankoplis, 2003; Sun ve Zheng, 2006).

$$\frac{q}{A} = k \frac{(T - T_s)}{X} \quad (2.3)$$

1. Gıda ile dondurucu ortam arasındaki sıcaklık farkı

Gıdadan ısının uzaklaştırılması için gıda ile ortam arasındaki sıcaklık farkı etkili kuvvettir. Dondurucu ortamın sıcaklığı düşürüldüğünde, donma hızında artış meydana gelmektedir (Geankoplis, 2003; Sun ve Zheng, 2006). Bu sebeple sıcaklığın düşürülmesi dondurma işleminin hızlandırılması için bir yöntemdir. Fakat soğutucuya bağlı olarak düşülebilecek minimum sıcaklık sınırı da bulunmaktadır (Sun ve Zheng, 2006).

2. Yüzey ısı transfer katsayısı

Isı transfer katsayısı ne kadar yüksek ise ısı transfer hızı da o kadar yüksektir. h değeri; dondurucu ortamın sıcaklığı, hava hızı, temas tipi (doğal ya da zorlamalı konveksiyon), ürünün boyutu ve ambalajlamaya bağlıdır. Yüksek ısı transfer katsayılarının elde edilebilmesi için, yüksek hava hızları veya türbülanslı bir akış istenmektedir (Geankoplis, 2003; Sun ve Zheng, 2006).

Matematiksel model yardımıyla, ısı transfer katsayısı ve ortam sıcaklığının donma süresi üzerindeki etkileri tespit edilebilmektedir. Piyasada satılan bazı buzdolapları üzerinde yapılan birtakım testler ile ısı transfer katsayısının donma süresini düşürmede ortamın sıcaklığından daha önemli olduğu bildirilmiştir (Çizelge 2.2). Bu nedenle, üreticilerin donma süresini azaltacak hızlı dondurma bölmelerinde hava sirkülasyonlarını arttırmalarının daha etkili olacağı belirtilmektedir (Anderson ve diğ., 2004).

Çizelge 2.2 : Bazı buzdolaplarında farklı ısı transfer katsayısı ve ortam sıcaklığının 2.54 cm kalınlıktaki hamburger köftesini 5°C'den -1.1°C'ye düşürmek için geçen süreye etkisi (Anderson ve diğ., 2004).

Buzdolabı Modeli	T _{ort.} (°C)	Ortalama ısı transfer katsayısı (Wm ⁻² K ⁻¹)	Ortalama donma süresi (dk.)	Standart sapma (dk.)
Model A	-26,31	14.8	119.4	8.0
Model A		8.2	183.1	10.6
Model E	-21,14	14.8	134.5	2.3
Model E		8.2	213.9	1.5

2.4 Donma hızı ile hücre içi ve hücre dışı buz kristal oluşumu arasındaki ilişki

Donma işleminin kontrol edilmesi, yüksek kaliteli ürünlerin elde edilebilmesi için oldukça önemlidir. Dondurulacak olan gıdalar için en önemli faktörlerden bir tanesi donma hızıdır. Genel olarak, nedeni daha tam olarak anlayamamış olsa da hızlı dondurma yavaş dondurmaya oranla daha iyi kalitede ürün elde edilmesini sağlamaktadır. Ürünün son kalitesi (sızıntı, doku, renk) büyük oranda oluşan buz kristallerinin boyutuna ve yerleşimine bağlıdır (Rahman, 2007; Fernandez ve diğ., 2008; Ramaswamy ve Marcotte, 2006). Donma hızı; kristal boyutu, konumu (hücre içi ve hücre dışı) ve morfolojisi üzerinde önemli etkilere sahip olduğu belirtilmektedir (Rahman ve Velez-Ruiz, 2007). Buz kristallerinin boyutu, şekli, dağılımı ve yerleşimi de donma işleminin ilk aşamalarında oluşan buz çekirdeğinin sayısına ve daha sonraki kristal büyüme hızına bağlıdır. Kristal oluşum hızı yüksek olduğunda hücre içi ve hücre dışı donma eş zamanlarda meydana gelir. Kristal boyutu da direkt olarak çekirdek sayısı ile ilişkilidir (Fernandez ve diğ., 2008).

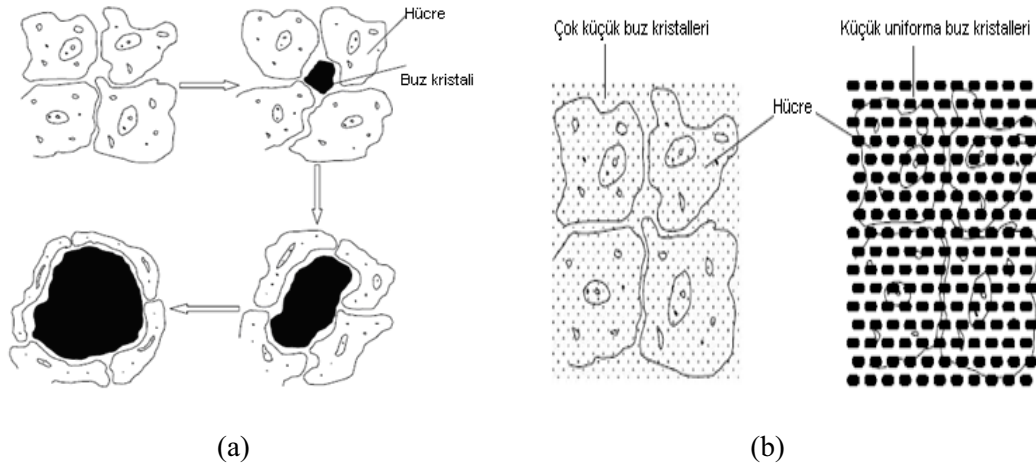
Birçok araştırmacıya göre; donma ve depolama sırasında oluşan kristallerin yeri ve boyutunun; donma sonrası liflerin parçalanması, hücrelerin dehidrasyonu ve hücrelerin yüksek elektrolit konsantrasyonuna maruz kalması nedeniyle etin kalitesinde kayıplara neden olduğu hakkında hemfikir oldukları belirtiliyor (Ngapo ve diğ., 1999).

Hayvansal dokularda, hücre dışı bölgeye göre hücre içindeki tuz konsantrasyonu daha yüksektir. Dolayısıyla, donma işlemi hücrelerdeki çözünür madde

konsantrasyonunun sebep olduđu donma noktası düşmesi nedeniyle hücre dışında daha önce başlar. Buz oluşumu başlar başlamaz, çözünür madde konsantrasyonu artar. Belli bir noktada, kimyasal potansiyeli dengelemek için osmotik basınç farkı hücre içindeki suyun hücre dışı boşluđa, yarı geçirgen hücrelerden akışına neden olur. Hücrenin bu dehidrasyonu, hücrenin büzüşmesine sebebiyet verir (Zaritsky, 2006).

Etteki bu dehidrasyon olayı ile protein denatürasyonuna bađlı olarak su tutma kapasitesi azalır ve çözünme sırasındaki süzüntü kayıpları artar. Bu durum yavaş donma hızlarında meydana gelmektedir (Şekil 2.7a). Kristalizasyon ne kadar hızlı ise buz kristalleri o kadar küçük, homojen ve donmuş konsantrasyon nedeniyle oluşan hasar da o kadar az olur. Hızlı dondurma daha az hücre dehidrasyonu (suyun hücre dışına nüfuzu için yeterli süre olmaması nedeniyle), hücre duvarlarının daha az kırılması ve daha az dokusal hasar sağlar (Şekil 2.7b) (Grujic ve diğ., 1993; Ramaswamy ve Marcotte, 2006; Rahman ve Velez-Ruiz, 2007; James ve James, 2002a). Hızlı sođutma sırasında, hücreler hücre dışı buz oluşumu için eksozmoz'a cevap verememektedir. Bu durum, süper sođumuş olan suyun hücreler içerisinde tutulmasına ve hücre içi buz çekirdeklenme olasılıđının artmasına neden olmaktadır (Acker ve Croteau, 2004).

Yavaş dondurmada, genellikle hücre dışı buz kristalleri oluşmaktadır. Hücre dışı sıvıdaki suyun buza dönüşümü sırasında, hücre içi sıvı süper sođumuş bir koşulda kalmaktadır. Dolayısıyla, liflerin içindeki sıvının buhar basıncı, lifler arasındaki sıvıdan ve buz kristallerinden daha yüksektir. Bu basınç ve konsantrasyon farklılıđı, suyun liflerden hücre dışı boşluklara nüfuz etmesine ve hücre dışında oluşmuş buz kristalleri üzerinde birikmesine neden olmakta ve kristal boyutunun daha da büyümesine neden olmaktadır (Grujic ve diğ., 1993; Sun ve Zheng, 2006; Zaritsky, 2006; Fernandez ve diğ., 2008). Oluşan bu büyük kristaller liflere zarar verir. Liflerden ayrılan su çözünme sırasında tekrar geri dönüp proteinlere bağlanamaz (Petrovic ve diğ., 2003; Fernandez ve diğ., 2008).



Şekil 2.7 : Yavaş donma sırasında **(a)** ve hızlı donma sırasında **(b)** dokularda buz kystal oluşumu (Sun ve Zheng, 2006).

Donma hızının derecesi, hücreler içinde ve arasında oluşmuş olan buz kristallerinin neden olduğu boşluk hacmi ölçümü ile de değerlendirilebilmektedir. Donmuş örneklerdeki boşluk çapı ölçümünde hava (-25°C) ve kriyojenik ortamda (-70°C) donmuş olan örnekler karşılaştırılmıştır. Hava ortamında donmuş örneklerin ortalama olarak en büyük boşluk çapına (39.7±5 mm) sahip olduğu tespit edilmiştir. Kriyojenik sıvıda donmuş örneklerde ise boşluk çapı 31.3±4.7 mm olarak ölçülmüştür (Hansen ve diğ., 2003).

2.5 Donma ve donma hızının et kalitesi üzerindeki etkileri

Donma hasarı, donma prosesi nedeniyle dokudaki geri dönüşümsüz değişimler demektir. Bu hasar, çözünme sonrası daha da belirgin hale gelmektedir. Donma sırasında birçok kimyasal reaksiyon meydana gelmektedir. Bunlar: 1) Pigmentlerin degradasyonu, 2) Vitaminlerin degradasyonu, 3) Proteinlerin destabilizasyonu, 4) Lipitlerin oksidasyonu. Bunlara ek olarak ağırlık kayıpları, dokusal ve renksel değişimler gibi bazı fiziksel değişimler de meydana gelmektedir (Ramaswamy ve Marcotte, 2006).

Donmuş gıdalarda farklı tiplerde su bulunabilmektedir. Bunlar, donmuş ve dondurulamayan su olarak kategorize edilebilir. Donmuş matrikteki donmamış su, ürün degradasyonunun en önemli sebeplerinden biridir. Çünkü donmayan su depolama boyunca reaktiftir ve ürünü zararlı ve enzimatik reaksiyonlara maruz bırakarak raf ömrünü kısaltır (Rahman ve Velez-Ruiz, 2007).

2.5.1 Mekaniksel Hasar

Buzun bulunduğu bölgelerde esnek hücre komponentlerinin ve kırılğan hücresel yapıların hacim artışı nedeniyle strese ve basınca maruz kalmasıyla mekaniksel hasar ortaya çıkmaktadır ve yapının tekrar orijinal konumuna geri dönmesini engellemektedir (Ramaswamy ve Marcotte, 2006).

Donma hızındaki değişiklikler, buz kristallerin konumu ve boyutundaki değişikliklerden sorumludur. Donma hızı ile yapısal değişimler arasındaki ilişkinin incelendiği birkaç çalışma mevcuttur. Literatürde donma hızlarının karşılaştırılması ile ilgili farklı görüşler ve fikirler bulunmaktadır.

Bazı çalışmalar hızlı donmuş ve donmamış arasında fark gözlemlenirken, bazıları ise, hızlı dondurmada yavaş dondurmaya göre daha fazla hasar tespit etmişlerdir (Grujic ve diğ., 1993).

Grujic ve diğ. (1993)'nin farklı donma hızlarının yapısal özellikler üzerindeki etkilerini inceledikleri bir çalışmada, en yavaş dondurma prosedüründe (0.22 cm/h), buz kristalleri lifler arasında oluşmuştur. Donmuş örnekler düzensiz şekillerde büyük çaplı buz kristallerine sahiptir. Bu buz kristalleri, kas liflerini gruplara ayırarak dokuyu deforme etmiştir. Bu hızlarda, protein zinciri üzerinde bulunan hidrasyon bölgelerinden suyun hareketi ve kaybolması ile çapraz bağlanmalar ve myosin denatürasyonu, yarıklar ve çatlaklar meydana gelmiştir. 3.33 cm/h donma hızlarında ise kristalizasyon hücre içinde meydana gelmiştir. 5.66 cm/h donma hızlarında lifler yan yana ve paraleldir. Her bir lifin içinde çok fazla sayıda ufak buz kristalleri mevcuttur.

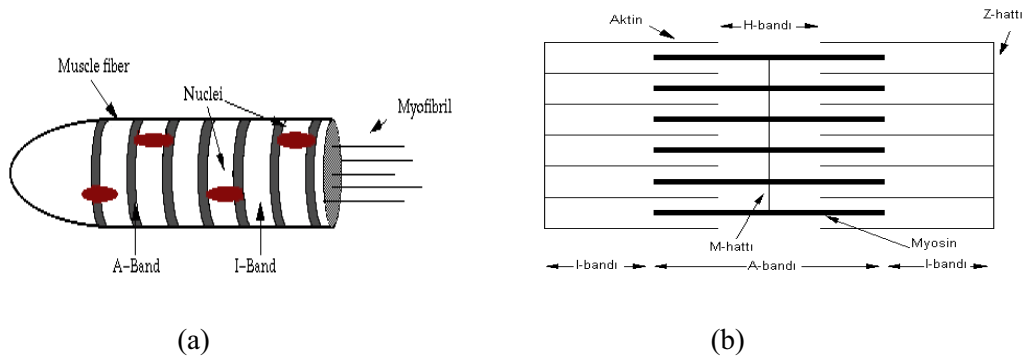
Yavaş dondurma hızının hızlı dondurmaya oranla daha büyük değişikliklere neden olduğu kabul edilmektedir. Fakat Rahelic ve diğ. (1985b)'nin yayınlanan çalışmasında, Kurasova ve Stepin'in, -23°C'nin -12°C'ye oranla kas liflerinde daha fazla yırtılmalara neden olduğunu tespit ettikleri belirtilmektedir.

Rahelic ve Puac (1985a)'in yaptıkları çalışmada yavaş dondurma sonucunda hızlı dondurulmuşu oranla yapı daha fazla hasar görmüştür. Kas lifleri, -10°C'de gruplar halinde büyük hücre dışı buz kristalleri vasıtasıyla ayrılmışlardır. Sıcaklığın -22°C olması durumunda ise lif grupları daha azdır ve daha ufak boşluklar ile birbirinden ayrılmış durumdadır. Bunun yanında liflerin içinde buz kristalleri küçük boşluklar oluşturmuştur. Sıcaklığın -33°C'ye düşmesinde ise lifler birbirinden eşit

boşluklar ile ayrılmıştır. Bununla birlikte liflerin içinde boşluklar görülmemiştir. Lifler, -10 ve -22°C'ye oranla daha az hasar görmüştür. Sıcaklığın -78°C olması durumunda, temel olarak hücre içi boşluklar oluşmuştur ve kas hasarı azdır. Buz kristallerinin sadece lif içinde oluştuğu sıcaklık, -115°C olarak tespit edilmiştir.

2.5.2 Ağırlık Kayıpları

Dondurma öncesinde kas dokularında, toplam suyun %5-12'si lifler (Şekil 2.8a) arası boşlukta ve %88-95'i lifler içinde yer almaktadır. Lifler içindeki suyun, %22-24'ü myofibriller arasında, %66-71'i myofibriller içinde, aktin ve myosin arasındaki boşlukta yer alır (Şekil 2.8b) (Pham ve Mawson, 1997).



Şekil 2.8 : (a) Kas paketlerini oluşturan bir kas lifi, (b) Myofibriller yapıyı oluşturan en küçük birim olan sarkomer yapı

Dondurma, depolama ve çözündürme sırasında etten farklı şekilde sıvı kayıpları gerçekleşir. Süzüntü kayıplarının gıda üreticileri açısından negatif bir parasal etkisi mevcuttur. Aynı zamanda görsel olarak daha az çekicidir ve çözünmüş besin ögesi kaybı yüksektir (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2006).

Süzüntü kaybının, hücre duvarlarına maksimal şekilde zarar veren büyük ve hücreler arası oluşan buz kristalleri ile ilgili olduğu bilinmektedir (Pham ve Mawson, 1997). Daha önce de bahsedildiği üzere büyük ve hücre dışı kristallerin neden olduğu hücre hasar süzüntü kaybı ile ilişkilendirilmektedir. Bu büyük kristaller yavaş ve orta hızlı donma ile meydana gelmektedir. Bunun dışında hücre dışında oluşan kristallerin oluşturduğu suyun çözünme sırasında tekrar absorblanamadığı gözlemlenmiştir. Bu da süzüntü kaybı olarak ortaya çıkmaktadır. Süzüntü kaybı üzerindeki etkiler göz önünde bulundurulduğunda birçok araştırmacı 2-5 cm/h arasındaki donma hızlarını önermektedirler (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2006).

Birtakım bilimsel çalışmalar ile donma hızının süzüntü üzerindeki etkileri incelenme fırsatı bulmuştur. Petrovic ve diğ. (1993), porsiyon etlerin dondurulması için optimal koşulların -1(-7)°C aralığı için 2-5 cm/h arasındaki donma hızları ile elde edildiğini tespit etmişlerdir.

Grujic ve diğ. (1993) ise 3.33-3.95 cm/h ile daha dar limitler belirlemiştir. 0.22, 0.39, 3.33, 3.95, 4.92 ve 5.55 cm/h donma hızlarında yapılan bu çalışmanın sonucuna göre; donma ve çözünme sonrasında, donma hızı arttıkça ağırlık kayıplarında bir azalma sağladığı tespit edilmiştir. Bu çalışmada 0.39 cm/h'e kadar olan yavaş dondurma işlemlerinde myofibriler proteinlerin çözünürlüklerinin azaldığı, dondurma, çözüldürme ve pişirme sırasında kütle kayıplarının arttığı tespit edilmiş ve daha düşük su tutma kapasitesine sahip olan sert bir pişmiş et elde edilmiştir.

Çok hızlı dondurmada (>4.9cm/h) de etlerin myofibriler protein çözünürlükleri azalmıştır. Daha düşük su tutma kapasitesinde, daha sert ve kuru et elde edilmiştir.

Sıcaklığı -20°C ve -30°C olan ortamların karşılaştırıldığı bir çalışmada ise, Grujic ve diğ. (1993)'nin çalışması ile uyumluluk tespit edilmiştir. Sıcaklığın -80°C (%3.7) olduğu durumda süzüntü kayıpları -20°C (%5.2)'ye göre daha düşük kaydedilmiştir (Sakata ve diğ., 1995).

Ngapo ve diğ. (1999)'nin altı farklı dondurma hızının domuz etindeki süzüntü kayıpları üzerindeki etkilerinin incelendiği çalışmasında, taze ile donmuş olan örneklerde süzüntü kayıpları açısından farklılıklar olup donma hızının süzüntü miktarı üzerinde önemli bir etkisi olmadığı tespit edilmiştir. Donma süresi 12 (%7.74 kayıp), 30, 60 ve 120 dk. olan örneklerin süzüntü değerleri taze örneğe en yakın iken 900 dk. (%11.5 kayıp) ve üzeri sürede donmuş olan örneklere göre süzüntü kayıpları önemli oranda daha azdır. Bu çalışmada görüldüğü üzere önemli bir farkın elde edilebilmesi için çok yüksek donma hızlarının uygulanması gerektiği tespit edilmiştir.

Gerçekleştirilen bir çalışma ile; 1.88 mm/h, 7.8 mm/h, 49.8 mm/h olmak üzere 3 farklı donma hızı karşılaştırılmıştır. Yavaş olarak dondurulmuş ve çözüldürülmüş sığır etinde hızlı donmuş olana oranla daha yüksek oranda çözünme kaybı meydana geldiği tespit edilmiştir. Bu durum yine yavaş dondurma sonucu oluşan büyük ve hücre dışı kristallerin oluşması sırasında yapılara verdiği dokusal zararlanmadan kaynaklanmaktadır. Buna ek olarak yüksek ve salınımlı sıcaklıklar, uzun süreli

depolama büyük buz kristali oluşumunu tetiklemektedir. Böylece süzüntü kayıpları artmaktadır (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2006).

Hava ortamında dondurma (-25°C) ve kriyojenik dondurma (-70°C)'nin kullanıldığı başka bir çalışmanın sonuçlarına göre ise çözünme sonrasındaki süzüntü kayıpları açısından iki ortam arasında önemli bir farklılık gözlenmemiştir (Hansen ve diğ., 2003).

Sıcaklık dalgalanmaları (ısınma-soğuma çevrimleri) nemin en iç bölgeden gıda yüzeyine transferine neden olmaktadır. Sıcaklık artınca küçük kristaller, büyük kristallere göre daha çabuk erir. Tekrar sıcaklık düşünce eriyen buz büyük kristallerin etrafında tekrar donar ve daha büyük kristaller oluşmasına neden olur. Büyük kristaller donma hasarlarını artırır ve depolama stabilitesini azaltır (Jiang ve Lee, 2004; Zaritsky, 2006). Dalgalanmalar nem göçüne neden olur, bu durum da donma yanığına sebebiyet verir (Giannakourou ve diğ, 2005). Nem göçü, ufak sıcaklık dalgalanmaları sağlanarak minimize edilebilmektedir. Ürün içi sıcaklık farklarının minimize edilmesi gerekmektedir (Zaritsky, 2006).

Paketsiz ürünler, donma sürecinin ilk aşamasında yani daha soğuma aşamasında, yüzey sıcaklığı donma noktasından daha yüksek olduğu için buharlaşma ile su kaybeder. İkinci olarak su kaybı, donma devam ederken donmuş yüzeyden suyun ayrılması ile de gerçekleşmektedir. Sonuç olarak, dehidre olmuş bir yüzey meydana gelir. Yüzeyin kuruması, önemli kalite ve ekonomik kayıpları beraberinde getirmektedir (Campanone ve diğ., 2005). Dehidre olmuş yüzeyin görünüm, renk, tat ve dokusunda değişimler meydana gelir (Campanone ve diğ, 2001).

Donma süreci boyunca, gıdanın yüzey sıcaklığı sirküle edilen havaninkinden daha yüksektir. Dolayısıyla, yüzey su buharı basıncı da havaninkinden daha yüksektir. Donma hızı ne kadar düşük ise, yüzey sıcaklığındaki azalma da o kadar yavaş olmaktadır. Bu da gıda ile hava arasındaki su buharı basıncı farkını meydana getirmektedir. Ayrıca donma işlemi de uzun olacaktır. Bu iki faktör de, ağırlık kaybını arttırmaktadır. Sonuç olarak, soğutma hızı ne kadar yüksek ise kayıplar o kadar düşüktür (Campanone ve diğ, 2001, Url-1).

Buharlaşma kayıpları, donma koşullarına (bağıl nem ve sıcaklık), etin karakteristiklerine (boyut, alan/hacim oranı, yağ miktarı) ve ambalaj varlığına bağlıdır. Dondurma sırasında ambalajsız etlerde buharlaşma ile gerçekleşen nem

kayıpları toplam ağırlığın %0.5-1.2'si aralığındadır (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2006).

Donmuş yüzeyde meydana gelen ağırlık kaybı hızı, nemli bir yüzeyden gerçekleşen buharlaşma hızından daha yavaş meydana gelmektedir. Havanın 0°C'nin altında suyu tutma yeteneği hızlıca düşer. Çizelge 2.3'de farklı hava hızlarında ve sıcaklıklarda donma sırasında meydana gelen kayıplar gösterilmektedir (Malton, 1984). Düşük hava hızında ortam sıcaklığında artış oldukça kayıplar artmaktadır. Benzer sıcaklıklarda (-30°C ve -28°C) ise hava hızının arttırılması donma kaybında önemli bir değişiklik yaratmadığı tespit edilmiştir. Çizelge 2.3'den, kayıpların hava hızlarından çok ortam sıcaklığına bağlı olduğu ortaya çıkmaktadır.

Çizelge 2.3 : Donma sırasında etten gerçekleşen donma kaybı (Malton, 1984).

Dondurma koşulları		Donma Kaybı (%)
Hız (m/s)	Sıcaklık (°C)	
0.3	-30	0.7-1.2
	-20	1.4-1.6
	-12	1.2-2.6
1.5	-28	0.6

Campañone ve diğ. (2001)'nin yaptıkları çalışmada, et örneklerinde aynı sıcaklıkta hava sirkülasyon hızı ile birlikte ağırlık kayıplarının arttığı tespit edilmiştir. Bunun sebebinin ise yüksek Reynold sayısının kütle transfer katsayında artışa neden olduğu belirtilmektedir. Bunun yanında, alınan sonuçlar, hava sıcaklığındaki artışın ağırlık kaybını da arttırdığını göstermektedir.

İki farklı dondurucu ortam şartının karşılaştırıldığı bir çalışmada, hava üfleli dondurucuda donmuş olan ürünlerin donma hızı 6.8–7.4 cm/h iken kriyojenik dondurma ile donma hızı ise 11.8–21.9 cm/h'dir. Hava üfleli dondurucuda üç farklı hava hızı, kriyojenik sıvıda ise 4 farklı ortam sıcaklığı incelenmiştir. Hava üfleli dondurucuda 4 ve 6 m/s hızla dondurulan örneklerde donma kaybı 8 m/s hızla dondurulan örneklere göre önemli oranda azdır. Bunun nedeni yüksek hava hızlarının örneklerde sıvı kaybını arttırarak aşırı kurumaya sebep olmasıdır.

Kriyojenik dondurucuda ise, tüm sıcaklıkların benzer miktarda donma kaybına neden olduğu tespit edilmiştir (Boonsumrej ve diğ., 2007).

2.5.3 Protein Denatürasyonu

Proteinler, 20 farklı L-alfa-amino asitten oluşmuş lineer polimerlerdir. Çoğu protein katlanarak kendine has üç boyutlu bir yapıyla şekil alır. Proteinin doğal olarak katlanıp oluşturduğu şekle onun doğal hali denir (Li, 2008; Url-2).

Proteinin doğal yapısı, çeşitli şartlara gösterdiği tepkiler nedeniyle biçimsel değişimlere maruz kalabilmektedir. Örneğin gıda işleme sırasında et proteinleri ısı, pH değişimi, dehidrasyon ve iyonik kuvvet gibi olaylara maruz kalarak denatüre olabilmektedir (Li, 2008). Proteinlerdeki konformasyonel değişimler çeşitli gıdaların dokusal karakteristiklerini ve fiziksel durumunu etkilemektedir. Proteinin yapısı onun fonksiyonunu belirler, proteinler denatüre olduklarında normal fonksiyonlarını gösteremezler. Bu nedenle proteinlerde meydana gelen en önemli değişim *denatürasyondur* (Roos, 1995; Url-3).

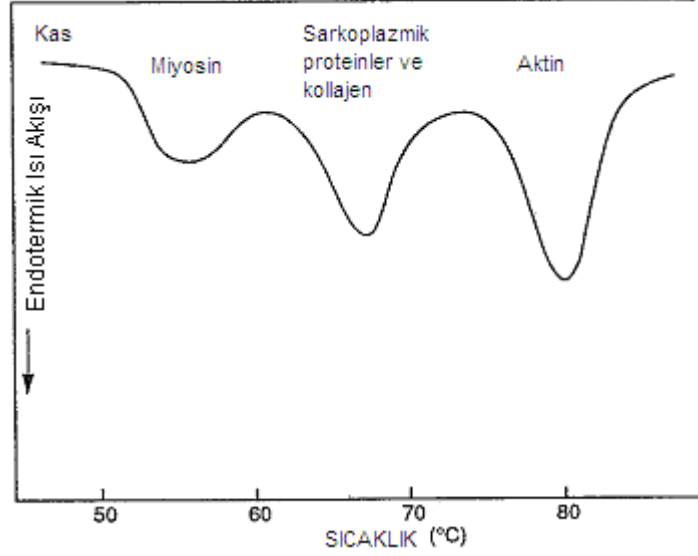
Denatürasyon işlemi, konformasyonda (ikincil, tersiyer, quaterner) meydana gelen herhangi bir modifikasyon olarak tanımlanmaktadır, peptid bağlarında kopma demek değildir (Schubring, 1999; Sikorski, 1978).

Gıda bilimcileri için denatürasyon önemlidir çünkü denatüre olmuş proteinler; çözünürlüğün kaybolması, kümeleşme gibi birçok karakteristiğe sahiptir. Kümeleşme, hidrofobik proteinlerin birbirine yaklaşarak birbirleri arasında bağ yapması sonucu meydana gelir. Denatürasyon ile etteki myofibriler fraksiyonun çözünürlüğü ve ekstrakte edilebilirliği azalır (Li, 2008; Sikorski, 1978).

Denatürasyona en fazla hassasiyet gösteren myofibriler proteinler aktin ve myosindir. Sarkoplazmik proteinler donma işleminden çok fazla etkilenmezler (Lim ve diğ., 2004; Rahman ve Velez-Ruiz, 2007). Proteinlerdeki değişiklikler ile kas yapısındaki gıdaların yeme kalitesi ve fonksiyonel özellikleri arasındaki ilişki henüz iyi bir şekilde anlaşılamamıştır. Daha çok araştırma yapılmasında fayda olduğu belirtilmektedir (Sikorski, 1978). Balık etinde, protein çözünürlüğündeki azalma ile birlikte pişmiş etin tekstüründe bir takım olumsuz değişiklikler (sertlik, çignenebilirlik, kayışimsı, ipliğimsi doku) ve görünüm açısından da istenmeyen durumların meydana geldiği belirtilmektedir (Sikorski, 1978).

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), gıdanın ısıl geçişlerinin çalışılması için kullanılan tekniklerden bir tanesidir. Bu teknikte, ilgili madde ve inert bir referans madde programlanmış bir oranda ısıtılır. Örnekte meydana gelen termal kaynaklı herhangi bir değişiklik diferansiyel bir ısı akışı olarak kaydedilir. Bir proteinin doğal yapıdan denatüre olmuş şekline dönüşümü, ısının yardımı ile gerçekleşen bir durumdur ve önemli sayılabilecek bir ısı alımı ile meydana gelir (Schubring, 1999). Kaslardaki suyun büyük bir bölümü myofibriller tarafından kapiler kuvvetler ile tutulmaktadır. Kas ısıtıldığı zaman proteinler denatüre olur, kısalır ve içeride tutulan suyu dışarı doğru iter (Bircan ve Barringer, 2002). Bu ısı alımı DSC grafiğinde endotermik pik olarak görülmektedir (Schubring, 1999). Teorik olarak, denatürasyon ile ilişkilendirilen entalpi değişimi (ΔH), DSC geçiş eğrisi altında kalan alanın ölçülmesi ile hesaplanabilmektedir (Ngapo ve diğ., 1999). Entalpi değeri, bir proteinin ikincil yapısının net içeriği ile korelasyon göstermektedir (Schubring, 1999). DSC termogramına göre birçok protein 50-80°C aralığında denatüre olmaktadır (Roos, 1995).

Kas proteinleri; myosin, sarkoplazmik proteinler, kollajen ve aktin'den meydana gelir. Bu nedenle, spesifik bir gıda maddesinin termogramları birçok denatürasyon endoterm'i içerebilmektedir. Et ürünleri, en az üç ayrı endoterm içerirler (Şekil 2.9). Tek bir protein için DSC termogramı, T_d sıcaklığında keskin bir endoterm vermektedir (Roos, 1995). Myofibriler proteinler, 30-40°C'de koagüle olmaya ve çözünürlüklerini yitirmeye başlarlar. Koagülasyonu 55°C civarında bitirirler (Zayas, 1997; Roos, 1995). Kas proteinlerinin denatüre olma sıcaklıkları farklılık gösterebilmektedir. Sığır eti için; myosin proteini 54-59°C, kollajen 65-71°C, aktin ise 71-83°C aralığında denatüre olmaktadır (Bircan ve Barringer, 2002).

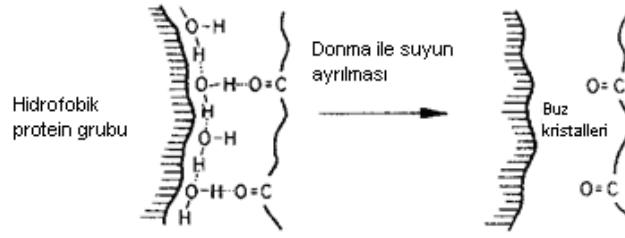


Şekil 2.9 : Sığır kasına ait örnek bir DSC termogramı

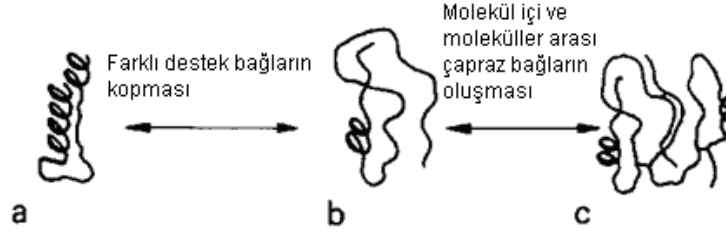
Donma sıcaklıklarında proteinlerdeki su miktarında azalma (dehidrasyon), buz kristali oluşumu ile çeşitli kas yapılarına mekaniksel hasarın verilmesi, doku tuzlarının konsantrasyonundaki artış, donmuş gıdalarda protein denatürasyonunun en önemli nedenleri olarak görülmektedir (Xiong, 1997; Zaritzky, 2006; Sikorski, 1978). Proteinlerde değişikliklere neden olan faktörler aşağıda daha detaylı olarak incelenmiştir:

a) Kısmi dehidrasyon ve inorganik tuzlar

Buz oluşumu nedeniyle çözünme sonrasında meydana gelen dehidrasyon, protein denatürasyonuna sebep olabilir. Biyolojik dokularda, sulu bir ortamda bulunan proteinler, hidrofobik bir iç bölüm ile polar yüzeyden meydana gelmektedir. Bu yapısal toplanma, proteinlerin hidrojen bağları yardımıyla su molekülleri ile etkileşimi sayesinde hidrasyonu sağlanmaktadır, böylece sistemin toplam serbest enerjisi düşürülmektedir. Fakat dehidre olmuş durumda, protein-çözücü etkileşimleri bozulur ve protein molekülleri zorunlu olarak sudan daha az polar bir çevreye maruz kalır (Şekil 2.10). Dolayısıyla protein yapıları arasında hidrofobik etkileşimler meydana gelir (Petrovic ve diğ., 1993; Wagner ve Anon, 1985; Xiong, 1997). Suyun buz kristali oluşturmak için migrasyonu sırasında mümkün olan en az serbest enerjiyi sağlamak için hidrofobik ve iyonik kuvvetler yolu ile protein-protein etkileşiminde artışlar meydana gelir. Bu durum, proteinlerin denatürasyonu ve protein kümelerinin oluşumunu hızlandırmaktadır (Şekil 2.11) (Wagner ve Anon, 1985; Xiong, 1997; Lim ve diğ. 2004; Zaritsky, 2006).



Şekil 2.10 : Donma kaynaklı dehidrasyon ile hidrofilik etkileşimlerin kaybolması (Sikorski, 1978).



Şekil 2.11 : Fiziksel ve kimyasal faktörlerin proteinlerin konformasyonu üzerine etkisi (**a-doğal konformasyon**; hidrofobik yapışmalar, pro-heliks enerji, yan zincir H bağı, iyonik bağlar, kovalent bağlar, **b-dekonformasyonun farklı aşamaları**, **c-kümelenmiş protein**; reaktif çözünür maddeler ile maruz kalan gruplar arasındaki etkileşim nedeniyle farklı tiplerde yeni bağlar) (Sikorski, 1978).

Dondurma sonucu bazı proteinlerde denatürasyon ve çözünürlüklerinde değişimlerin olduğu bilinmektedir, fakat bu değişimlerin pratik açıdan önemi tam olarak bilinmemektedir (Rahman ve Velez-Ruiz, 2007; Lim ve diğ., 2004). Donma hızının protein denatürasyonu ile ilişkisini açıklayan ve donma hasarını azaltmak için uygulanacak yöntemler ve optimum dondurma koşulları hakkında oldukça az sayıda sistematik çalışma vardır (Cao ve diğ., 2003).

b) Mekaniksel Hasar

Kristallerin büyümesi nedeniyle hücre membranları ve proteinler hasar görür, parçalanır. Buna karşın yüksek donma hızlarında, hücre içindeki su çok hızlı bir şekilde soğutulur. Böylece kenarları mızrak benzeri daha düzenli ve çapı daha küçük olmak üzere, bu kristaller hücre içinde oluşur. Dolayısıyla, proteinlere daha az mekanik hasar verilir ve buna bağlı olarak daha az dehidrasyon vardır (Xiong, 1997).

c) İyonik kuvvet

Donma sırasında donmamış kısımda çözünür madde konsantrasyonundaki artış ile birlikte iyonik konsantrasyonda ve iyonik kuvvette artış meydana gelir. Bu durum proteinlerin stabilitesinde önemli oranda hasara sebep olmaktadır. Kümelenme ve çökme aynı zamanda meydana gelebilir. Bu reaksiyonların birçoğu geri dönüşümsüz

olup, gıdanın karakteristikleri kalıcı şekilde deęişir (Ramaswamy ve Marcotte, 2006). Bununla birlikte yüksek protein derişiminin artması proteinler arasında apraz baęlar oluřturur. Et rnlerinde bu durum tavlama sırasındaki damlama kaybını arttıran bir nedendir (Venugopal, 2006).

Donma iřlemi srerken, proteinler srekli artan bir tuz konsantrasyonuna maruz kalırlar. Elektrostatik etkileřimler, proteinlerin tersiyer ve quaterner yapılarının saęlanması iin nemli srkleyici kuvvetlerden birisi olması nedeniyle, donmamıř fazda iyonik kuvvette veya tuz konsantrasyonunda meydana gelen ani bir ykseliř, mevcut bulunan elektrostatik baęlar ile rekabete neden olabilmektedir (Xiong, 1997). Tuz konsantrasyonu 0.1 M'ın zerinde olduęunda proteinlerin znrlę azalmaktadır. Su moleklleri tuza gl bir şekilde baęlanır ve su moleklleri iin tuz iyonları ile protein moleklleri arasında bir yarıř olur (Zayas, 1997). Bu rekabet sonucunda, proteinlerin doęal yapılarında byk aplı bir deęiřim meydana gelmektedir. Doęal protein konformasyonunda meydana gelebilecek herhangi bir bozulma denatrasyona, alt birimlerin ayrılmasına ve denatre olmuř proteinlerin kmeleřmesine neden olabilmektedir (Xiong, 1997).

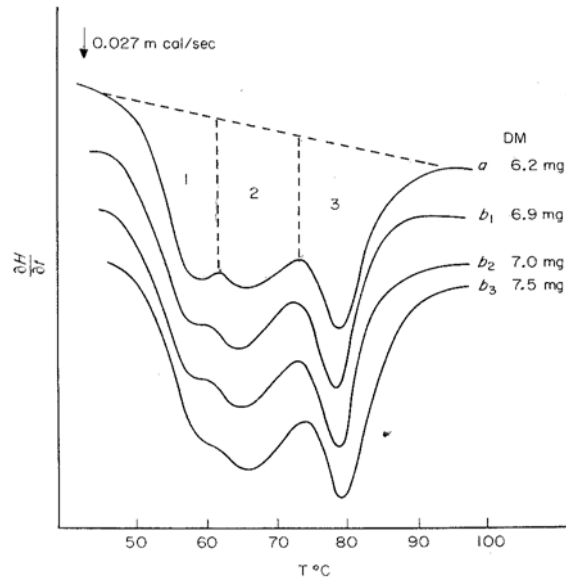
d) Oksidasyon

Oksidasyon prosesleri de protein denatrasyonuna katkıda bulunmaktadır. Okside edici bir ortama maruz bırakılan proteinler; amino asit yıkımı, peptit baęların kopması ve protein-lipit kompleksinin oluřması gibi modifikasyonlara ok duyarlıdır. eřitli okside edici ajanlar arasında bulunan enzimler, “Hem” grupları ve geiř metalleri donma sırasında hcresel organellerde bırakılabilmektedir. Bu ajanlar protein moleklleri ile reaksiyona girebilmekte ve proteinlerde kimyasal ve fiziksel modifikasyonlara zarar vermektedir. Malonaldehit gibi birok lipit bozulma rnlerinin polipeptitlerde apraz baęlanmaya neden olma yetenekleri bulunmaktadır. Bu sebeple, znmeyen protein kmelerinin oluřumundan sorumludur (Xiong, 1997).

Protein denatrasyonunun kinetięi sıcaklıktan etkilenmektedir. Depolama sıcaklıęının dřrlmesi genel olarak protein denatrasyon derecesini de dřrmektedir. Protein stabilitesi aynı zamanda donma hızından da etkilenmektedir. Genel olarak, donma hızı ne kadar yksek ise daha kk buz kristalleri oluřtuęu iin o kadar az hasar meydana gelmektedir. Fakat depolama sırasında salınan sıcaklıklar buz kristallerinin bymesine ve hızlı dondurmanın avantajını ortadan

kaldırılmasına neden olmaktadır. Bu nedenle sıcaklık salınımları donma hızı kadar kritik bir faktör olarak kabul edilmektedir (Lim ve diğ., 2004).

Donma hızının denatürasyon üzerinde etkili olduğunu belirten birkaç çalışma (Petrovic ve diğ., 1993; Wagner ve Anon, 1985; Zayas, 1997) mevcuttur. Farklı hızlarda dondurulmuş olan dana etleri için elde edilen DSC termogramına ait bir çalışmanın grafiği Şekil 2.12 olarak gösterilmektedir. Termogramdaki birinci pik myosin proteinine, ikinci pik aktin, üçüncü ise sarkoplazmik proteinler ve bağ doku proteinlerinin denatürasyonuna aittir. Temel farklılıklar birinci pikte görülmektedir. Entalpi değerleri, yavaş dondurma sonrasında fark edilir bir şekilde düşmüştür (Çizelge 2.4). Fakat hızlı dondurma sonrasında ise bu düşüş ufak çaplı olmuştur (Wagner ve Anon, 1985).



Şekil 2.12 : Farklı donma hızlarında dondurulmuş olan etlere ait DSC termogramı (Wagner ve Anon, 1985).

Çizelge 2.4 : Farklı donma hızları ile dondurma sonrası et proteinlerindeki entalpi değişimleri (Wagner ve Anon, 1985).

Donma süresi (dk.)	Entalpi (cal/gr kuru ağırlık)	% kayıp
Taze	5.51	
Yüksek (t<5)	5.33	3.27
Orta (t = 20-25)	5.06	8.17
Düşük (t>60)	5.01	9.07

Bu sonuçlara karşılık olarak Ngapo ve diğ. (1999)'nin DSC ile yaptığı çalışmada, dondurma sonrasında et proteinlerinde herhangi bir denatürasyon tespit edilmemiştir. DSC profiline göre elde edilen pikler 53, 59 ve 74°C'dedir.

Protein denatürasyonu sonrasında meydana gelen önemli problemlerden birisi de çözünürlüğün azalmasıdır. Bu nedenle çözünürlük dereceleri de takip edilerek protein denatürasyonu hakkında fikir sahibi olunabilmektedir. Protein çözünürlüklerinin incelendiği bir çalışmaya göre ise, en az protein çözünürlüğü 0.22, ve 5.66 cm/h donma hızlarında elde edilmiştir. Diğer ara değerlerde çözünürlük, donma hızı azaldıkça azalma göstermiştir (Petrovic ve diğ., 1993).

Donmuş etteki proteinin fonksiyonelliği, hızlı dondurma ile daha iyi korunmaktadır. Hızlı donmuş etten hazırlanan köfteler, daha ufak buz kristalleri ve daha az protein denatürasyonu nedeniyle daha sulu ve gevrekli (Zayas, 1997).

Myofibriller proteinlerin çözünürlüklerindeki azalma, yüksek depolama sıcaklıklarında daha fazladır. Wagner ve Anon (1986)'nin çalışmalarına göre; -5°C'de proteinlerin çözünürlüğü ilk haftadan azalmaya başlamıştır. Sıcaklık -10°C iken çözünürlük 6 hafta sonra azalırken, -20°C'de ise 13 hafta boyunca az oranlarda artmış daha sonra yavaşça azalmaya başlamıştır (Zayas, 1997).

2.5.4 Lipit oksidasyonu

Lipit oksidasyonu, donmuş etlerde kalitenin azalmasından önemli oranda sorumlu olan reaksiyonlardan bir tanesidir. Et okside olurken, aroma, renk ve hatta besin değerinde istenilmeyen değişiklikler meydana gelir. Oksidasyon sonucu kötü koku ve acılaşma meydana gelmektedir. Malonaldehit, gıdalardaki çoklu doymamış lipitlerin oto-oksidasyonu sonucu meydana gelen bozulma ürünlerinden bir tanesidir. Suda çözünebilir bir bozunma ürünü olan malonaldehit (MAL), oksidatif bozulmanın bir indeksi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Tomas ve Anon, 1990; Rahman ve Velez-Ruiz, 2007).

Lipit oksidasyonu serbest radikaller üzerinden işleyen karmaşık bir süreçtir. Başlangıç aşamasında, yağ asidinden hidrojen atomu ayrılır. Yağ asidi alkil radikali oksijen varlığında yağ asidi peroksil radikale dönüştürülmektedir. Daha sonraki aşamada, peroksit radikali yakınındaki bir yağ asidinden hidrojen atomunu çıkararak hidroperoksit molekülü ve yeni bir yağ asidi alkil radikali oluşturur. Hidroperoksitin yıkımı serbest radikal prosesinin daha da ilerlemesinden sorumludur. Yağ asidi

hidroperoksitlerinin aldehitlere ve ketonlara parçalanması karakteristik tat ve aromalardan sorumludur (Zaristky, 2006).

Kas lipitlerinin oksidasyona karşı duyarlılığı, doymamış yağ asitlerinin içeriğine ve doymamışlık derecesine bağlıdır. Yine Fe^{+3} , Cu^{+2} ve Co^{+2} varlığında da yağların oksidasyona olan duyarlılığı artmaktadır (Gray ve diğ., 1999).

Dondurma işlemi ile çözünür madde konsantrasyonu dolayısıyla iyon konsantrasyonları artış göstermektedir. Bu da oksidatif reaksiyonların katalizlenmesine, hücre membranlarının dehidrasyonuna, membran fosfolipidlerinin oksidasyona maruz kalmasına neden olmaktadır. Membran fosfolipidleri yüksek oranda doymamış olmakla birlikte kas dokularında oksidasyonun başlangıç noktası olarak kabul edilmektedir. Oksijenin mevcut hazır durumda bulunması ve doku kompozisyonu lipit oksidasyonunun hızlanması için önemli role sahiptirler (Zaristky, 2006).

Malonaldehit myosin proteini ile reaksiyona girebilmektedir. Malonaldehit ve myosinin amino grupları arasında gerçekleşen bir reaksiyondur (Zaristky, 2006). Malonaldehitin myosin ile olan reaksiyon hızının, sıcaklığın $-24^{\circ}C$ 'ye düşmesi ile arttığı fakat $-40^{\circ}C$ gibi daha düşük sıcaklıkta ise azalma olduğu açıklanmaktadır (Farouk, 2003).

İnorganik iyonların artması spesifik etkiler gösterebilmekte ve yakın peptid zincirleri arasında çapraz bağlanma köprüleri kurabilmektedir. Bu iyonlar, lipit-protein komplekslerinin oluşmasına yardımcı olmakla birlikte lipit oksidasyonunu da hızlandırabilmektedir (Sikorski, 1978).

Bazı çalışmalar donma hızının oksidasyon üzerinde etkisinin olabileceğini göstermiştir. Sıvı azot içerisinde hızlı dondurulmuş tavuk eti, hava üfleli bir dondurucuda dondurulmuş olandan daha fazla acılaşıma derecesine sebep olmuştur. Aynı sonuçlar domuz etinden üretilmiş sosislerde de gözlemlenmiştir (Lim ve diğ., 2004).

Somon balığı ve tavuk etinin farklı donma hızlarında dondurulması ile okside olma dereceleri arasında bağlantı analiz edilmeye çalışılmıştır. Somon balığındaki çalışmalara göre; hızlı donmuş olan örneklerin donmanın hemen ardından (0,38 mg MAL/kg et) yavaş hızda donmuş olana oranla (0,24 mg MAL/kg et) TBA değerinde

artış görülmüştür. Çoklu doymamış yağ asidini oldukça az içerdikleri için tavuk etlerinde TBA değerleri daha düşük olmuştur. (Tomas ve Anon, 1990).

İki farklı dondurucu sıcaklıklarının denendiği bir çalışma ile alınan sonuçlar şu şekilde olmuştur: TBA değerlerine bakıldığında -20°C 'de donmuş ürünlerin, -80°C 'de donmuş olan ürünlere göre daha fazla oksidasyona maruz kalmıştır (Sakata ve diğ., 1995).

2.5.5 Rekrizalizasyon

Kristal boyutu ve dağılımı donma işleminin bitiminden sonra bile stabil olarak kalamamaktadır. Kristallerin sayı, boyut, şekil ve oryantasyonunun donma ve donma sonrası depolama sırasında değişmesi rekrizalizasyon olarak bilinmektedir. Buzun yapısındaki değişimler, gıda kalitesini değiştiren ve raf ömrünü kısaltan fizikokimyasal değişikliklere neden olmaktadır. Rekrizalizasyon için sürükleyici kuvvet, tüm sistemin kendi serbest enerjisini minimize etme eğiliminde olmasıdır. Buz kristalizasyonunda bu eğilim, kristal boyutunun artması ve kristal boyutu dağılımında genişlemedir. Rekrizallenme ile küçük buz kristalleri kaybolarak büyük boyutlu kristallerin daha da büyümesi söz konusudur. Böylece toplam buz kristal sayısında azalma, ortalama kristal çapında ise büyüme meydana gelir (Zaristky, 2006; Tomas ve Anon, 1990).

Gıda hızlı bir şekilde dondurulmuş olsa bile hızlı dondurmanın avantajı bu şekilde kaybedilmiş olur. Küçük buz kristalleri ortadan kaybolarak daha büyük kristaller oluşur ve böylece dondurma sırasında daha fazla fiziksel hasar verilir (Zaristky, 2006; Tomas ve Anon, 1990).

Her bir kristal belli bir dağılımı olan bir miktar tuz konsantrasyonu ile çevrilir. Bu tuz konsantrasyonu rekrizalizasyon işlemi sürerken dağılımını değiştirir ve lifler etrafındaki iyonların tekrar-konumlanmasına neden olur. Protein yapısı ve tuz çözeltisi arasındaki bu etkileşim protein denatürasyonuna katkıda bulunmaktadır (Tomas ve Anon, 1990).

Gerçekleştirilen bir çalışma ile aynı hızlarda dondurulmuş olan örnekler farklı depolama sıcaklık ve sürelerinde (-5°C 'de 95, -10°C 'de 105, -15°C 'de 120 ve -20°C 'de 130 gün süre ile) depolanmıştır. Kas örneklerinden elde edilen mikrograflar ve kristal dağılımları, ortalama kristal çapında artış olduğunu göstermiştir (Tomas ve Anon, 1990).

Sıcaklık yükselmesi küçük kristalleri erittiğinden, sıcaklık düştüğünde daha büyük buz kristalleri meydana gelmektedir ve denge tekrar oluşmaktadır (Fernandez ve diğ., 2008). Dolayısıyla, donmuş gıdaların kalitelerinin korunması ve raf ömrünün arttırılması için izotermal koşulların sağlanması zorunludur. Fakat izotermal koşullarda (donmuş ürünlerdeki toplam buz kristal sayısının sabit kaldığı koşullar) bile buz-sıvı su ara yüzeyi minimize olma eğiliminde olduğundan orijinal olarak oluşmuş olan kristallerin dağılımı stabil değildir (Fernandez ve diğ., 2008).

Sıcaklığın -18°C olduğu soğuk depolamada ürün sıcaklığında $2^{\circ}\text{C}-3^{\circ}\text{C}$ 'lik dalgalanmalar, fark edilebilir hasarlara neden olabilmektedir. Büyük dalgalanmalar buz kristallerinin olgunlaşmasına veya büyümesine, birleşmesine ve ürün yüzeyine hareket etmesine sebep olmaktadır. Eğer ürün yüzeyi de açık ise nem kaybı kaçınılmazdır. Nemin kaybolması ile hayvansal dokularda sertleşme ve oksijene büyük oranda maruz kalma durumu vardır (Rahman ve Velez-Ruiz, 2007).

2.5.6 Tekstür

Gevreklik, etin lezzetinin en kolay ölçülebilen faktörüdür. Ölçüm için iki temel metot bulunmaktadır: 1) Warner-Bratzler kesme kuvveti (WBSF), 2) Duyusal analiz

Warner-Bratzler kesme kuvveti kas liflerini kesmek için gerekli pik kuvvetinin objektif bir ölçümüdür. Duyusal analiz, genellikle gevrekliğin bir ölçümü olarak kullanılır, hem eğitilmiş panelistler hem de tüketiciler ile gerçekleştirilmektedir (Montgomery ve Leheska, n.a).

Donmuş gıdanın yapısı ve bütünlüğü hızlı dondurma ile en iyi şekilde korunsun da, optimal doku orijinal yapının bozulması ve modifiye edilmesi ile de elde ediliyor olabilir. Etkiler komplekstir ve donma-çözünme çevrimleri, dehidrasyon protein sistemlerde çapraz bağlanma ve kümeleşmeye neden olarak gıdaların daha da sert olmasına ya da sertlik üzerinde katkısı olan yapısal elementlerin parçalanmasını sağlayarak daha da gevrek olmasına neden olabilmektedir (Karel ve Lund, 2003).

Warner-Bratzler kesme kuvvetinin karşılaştırıldığı bir çalışmada, en düşük hız ile donmuş numuneler daha sert olduğu tespit edilmiştir. Yavaş donmuş örnekler için daha fazla kuvvet uygulanmıştır. Bunun nedeni ise yapıyı daha az gevrek hale getiren yüksek oranda protein denatürasyonu ve sıvı kayıpları olarak gösterilmiştir (Petrovic ve diğ., 1993).

6 m/s hava hızı altında donmuş olan örnekler taze ete en yakın değeri vermiştir. 4 m/s hava hızı ile dondurulan örneklerde kesme kuvveti taze örneklere göre daha düşük iken, 8 m/s hava hızı altında dondurulan örneklerin kesme kuvveti daha fazla olmuştur. Bunun nedeninin yüksek hava hızlarında yüzeyde yüksek oranda suyun ayrılması olarak gösterilmektedir (Boonsumrej ve diğ., 2007).

DuBois et al. (1940), 1.4 kg et için, 0-(-10°C) arasındaki sıcaklığı geçme süresi 8 h'den uzun sürdüğünde etin sertleştiğini tespit etmişlerdir. Buna karşın 1 saat ve altındaki dondurma sürelerinde ise gevrekliğinde gelişmelere neden oldukları tespit edilmiştir.

Bazı çalışmalar da, yavaş ve hızlı olarak donmuş sığır etlerinin lezzetleri arasında farklılıklar tespit edememiştir (James ve James, 2002b).

Çizelge 2.5 : Donma hızının sığır eti gevrekliği üzerindeki etkisi (Jakobsson ve Bengtsson, 1973).

Uygulama	Gevreklik skorları*	
Donma hızı (cm/h)	Çözünme sonrası pişirme	Donma sonrası pişirme
13	6.0	6.0
2	6.0	6.2
0.04	5.6	5.8

*-20°C'de dondurulmuş olan kasların gevreklik puanları. 1, oldukça sert, 9, oldukça gevrek

0.04, 2 ve 13 cm/h'de dondurulmuş olan sığır eti dilimleri için duyuşal değerlendirme yapılmıştır. Çizelge 2.5'den görüldüğü üzere Jakobsson ve Bengtsson (1973), yaptıkları duyuşal değerlendirme ile çözünme sonrası pişirilmiş olan etlerin gevreklik puanlarını tespit etmeye çalışmıştır. Sonuçlar, yüksek donma hızlarının düşük donma hızlarına göre daha gevrek etler sağladığı tespit edilmiştir.

2.5.7 Renk

Dondurma-çözündürme süreci, kaslı gıdaların fizikokimyasal ve fiziksel özellikleri için çok önemlidir. Protein denatürasyonu, süzüntü kaybı, lipit ve pigment oksidasyonu rengi etkilemektedir.

Etin rengi üzerinde, et proteinlerinde meydana gelen değişimlerin de etkisi çoktur. Denatüre olmuş proteinlerin çözünürlükleri, çözünmeyen topakların oluşması nedeniyle azalmaktadır. Kas proteinlerinde meydana gelen varyasyonlar, ışık yansımaları veya ışık saçılımını ve pigment içeriğinde herhangi bir değişikliğe neden olmadan rengi etkilemektedir. Çökelmiş olan proteinler sarkoplazmanın kırmızı rengini maskeler ve kasın daha soluk görünmesine neden olur (Joo ve diğ., 1999).

Et donduğu zaman, üründeki buz oluşumu ürünün optik özelliklerini değiştirmektedir. Et daha az yansıtıcı özellik kazanır, dolayısıyla donmuş et daha koyu görünür. Buz kristalleri oluşumu ile kas hücrelerinde yapısal hasarlar meydana gelir. Membranlar parçalanır ve normalde ayrı olarak bulunan hücresel bileşenler birbirine karışır (Young ve West, 2001). Et renginde geri dönüşümsüz farklılıklara neden olmaktadır.

Donma sonrasında donmayan fazdaki tuz konsantrasyonu artmış olduğundan iyonik kuvvette artış meydana gelir. Oksijen varlığında da serbest radikal bileşiklerin oluşumu söz konusudur. Bu bileşiklerin oluşumu ile oksidasyon hızlanmaktadır. Bu olay, renkteki bozulmanın sebeplerinden biri olarak gösterilmektedirler (Young ve West, 2001).

Donmuş etin rengi donma hızından etkilenmektedir. Hızlı dondurma, ışığı daha fazla yansıtan küçük kristallerin oluşmasına neden olduğu için daha opak ve soluktur. Yavaş dondurma ile donmuş olan etler ise yarı saydam ve koyudur (Perez-Alvarez ve diğ., 2004).

Young ve West (2001)'nin çalışmasında yavaş olarak donmuş ve çözünmüş olan sığır etinin hızlı donmuş olana göre daha açık renkli (Hunter L* değerleri daha yüksek) olduğu tespit edilmiştir. Yavaş donmuş ve çözünmüş örnekte, daha yüksek oranlardaki süzüntü kayıpları nedeniyle ışığın daha fazla yansıtıldığı ve hızlı donmuş olana oranla daha açık renkte görüldüğü bildirilmektedir (Farouk, 2003).

Sakata ve diğ. (1995)'nin yaptıkları çalışmada hem hızlı hem de yavaş donmuş ve ardından çözünmüş ürünün kontrole göre L değerlerinde 2 birimlik azalma meydana gelmiştir. Diğer skalalar için de önemli farklılıkların görüldüğü söylenememektedir.

Başka bir çalışma ile kriyojenik ortamda (-70°C) donmuş olan etlerin L değeri daha yüksek diğer bir anlamda daha soluk olduğu tespit bildirilmiştir. Kırmızılık değerine

bakıldığında ise örnekler arasında önemli farklılıklar gözlenmemiştir (Hansen ve diğ., 2003).

2.6 Ev tipi buzdolapları

Evlerde kullanılan buzdolapları ve dondurucular küçük hacimlerdeki gıdaları ve içecekleri düşük sıcaklıklarda depolamak amacıyla kullanılmaktadır. Bu gıdaların her biri farklı depolama sıcaklık ve bağıl nem değerlerine ihtiyaç duyarlar. Bu ihtiyaçları karşılamak için çok farklı özelliklerde buzdolapları geliştirilmiş ve geliştirilmeye de devam edilmektedir.

2.6.1 Soğutma Sistemleri

Soğutma döngüsünün ana bileşenleri kompresör, kondenser, kapiler boru ve buharlaştırıcıdır. Ev amaçlı buzdolaplarında bütün bu sistemler hermetik olup soğutmanın tekrar doldurulmasına gerek yoktur. Duvarlar, kapılar, contalar ve diğer birimlerden olan ısı transferi enerji tüketimini ve verimi etkilemektedir.

Buzdolaplarında kullanılan kompresör ve motor birlikte hermetik olarak takılmaktadır. Kondenser ise alınan ısının ortamdaki uzaklaştırılmasını sağlamaktadır. Kapiler tüp kondenser çıkışını evaporatör girişine bağlamaktadır. Bu tüp, evaporatöre doğru olan akışı ve sıvı durumunu düzenlemekle beraber, kondenserin performansını da düzenler. Buzdolaplarında üç tip evaporatör kullanılmaktadır: manuel defrost, döngülü defrost (“cycle defrost”) ve “no-frost” sistemi yeni buzdolaplarında artık kullanım alanı bulmamaktadır. No-frost evaporatörlerde zorlanmış hava-kanatçık ve boru düzeni kullanılmakta olup bu durum buz birikmesini azaltmaktadır (Mascheroni ve Salvadori, 2006).

2.6.2 Soğutucular

Ev tipi buzdolaplarının ana amacı, farklı nem ve sıcaklık şartlarına ihtiyaç duyan farklı çeşitteki gıdaların kalitelerinin korunabilmesi için uygun şartları kısa süre içerisinde sağlamaktır. Ev tipi buzdolapları üç geniş kategori altında sınıflandırılabilir: tek kapılı buzdolapları, çift kapılı buzdolapları ve side-by-side kombinasyonu (Şekil 2.13).

2.6.2.1 Tek kapılı soğutucular

Donmuş gıda bölmesi dondurma kapasitesini sağlamak için yeterince soğuk değildir. Donmuş ürünlerin sadece kısa bir süre ile saklanması için iyi sayılmaktadır. Bu kompartımandaki sıcaklık -6°C ve -12°C aralığında değişmektedir. Evaporatör, en üstteki donmuş gıda depolama hacmine yerleştirilmiştir. İzole bir perde bu bölmeyi soğutma bölgesinden ayırmakta fakat buna karşın soğutma bölgesinde düşük sıcaklıkların yeterince sağlanabilmesi için doğal konveksiyon ile gerekli havanın buraya geçmesine izin vermektedir. Bazı daha modern modellerde otomatik defrostlama olmasına karşın buzdolapların birçoğu manuel defrost tipidir (Mascheroni ve Salvadori, 2006).

2.6.2.2 Çift kapılı soğutucular

Soğutucu ve dondurucunun ayrı kompartımanlarda bazen ayrı kompresörler ile olmak üzere kombinasyonu ile oluşmaktadır. Dondurucu kısmı genellikle soğutucunun üstünde yer almaktadır. Farklı modellerin dondurucu bölmede farklı sıcaklıklara sahip olmaktadır. Dondurucu bölmeler de performanslarına göre sınıflandırılabilir.

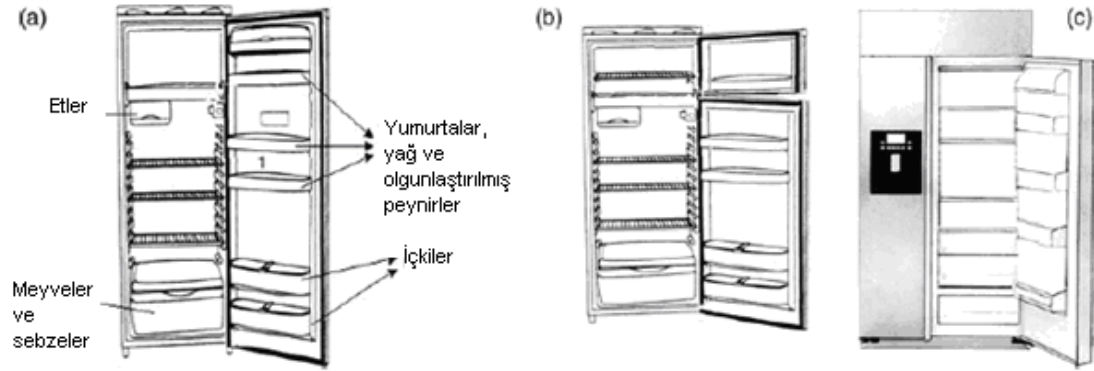
Bu kombinasyonların birçoğu no-frost sistemi kullanmaktadır. Gizli bir evaporatör üzerine hava üfleyen bir fan ile donatılmıştır. Bu nedenle evaporatör neredeyse tüm buzu toplamakta ve tasarıma uygun şekilde otomatik olarak elektrikli bir ısıtıcı yardımıyla veya sıcak bir gaz yardımıyla defrost işlemi yapılmaktadır (Mascheroni ve Salvadori, 2006).

Donmuş gıda üzerinde veya dondurucu bölmenin duvarlarında çok az oranda buz oluşur. Sirküle eden hava soğumuş bölgede suyun evaporasyonunu arttırmaktadır. Bu nedenle, gıdaların paketlenerek veya kapalı bir kap içerisinde saklanması önerilmektedir (Mascheroni ve Salvadori, 2006).

2.6.2.3 “Side-by-Side” kombinasyonu

Bu tip buzdolaplarında iki adet dikey ve birbirinden bağımsız bölmeler mevcuttur (1 soğutucu ve 1 dondurucu) ve bunlar birbirinden bir duvar ile ayrılmıştır. Her bir taraf kendi içinde tam bir sistemdir. Hepsi “no-frost” tiptir. Bazı modeller mikroişlemci bazlı kontrol sisteme, dolayısıyla daha uyarlanabilir bir defrost’a sahiptirler. Bazı parametreler monitörize edilmekte ve kontrol yazılımı defrostlama zamanını

ayarlayabilmektedir. Uyarlamalı defrostlama ile enerji verimi ve daha iyi kalitede depolanmış gıdalar sağlamaktadır (Mascheroni ve Salvadori, 2006).



Şekil 2.13 : Ev Tipi Buzdolapları (a) Tek kapılı soğutucular, (b) Çift kapılı soğutucular, (c) “Side-by-Side” kombinasyonu (Mascheroni ve Salvadori, 2006).

3. MATERYAL METOD

3.1 Materyal

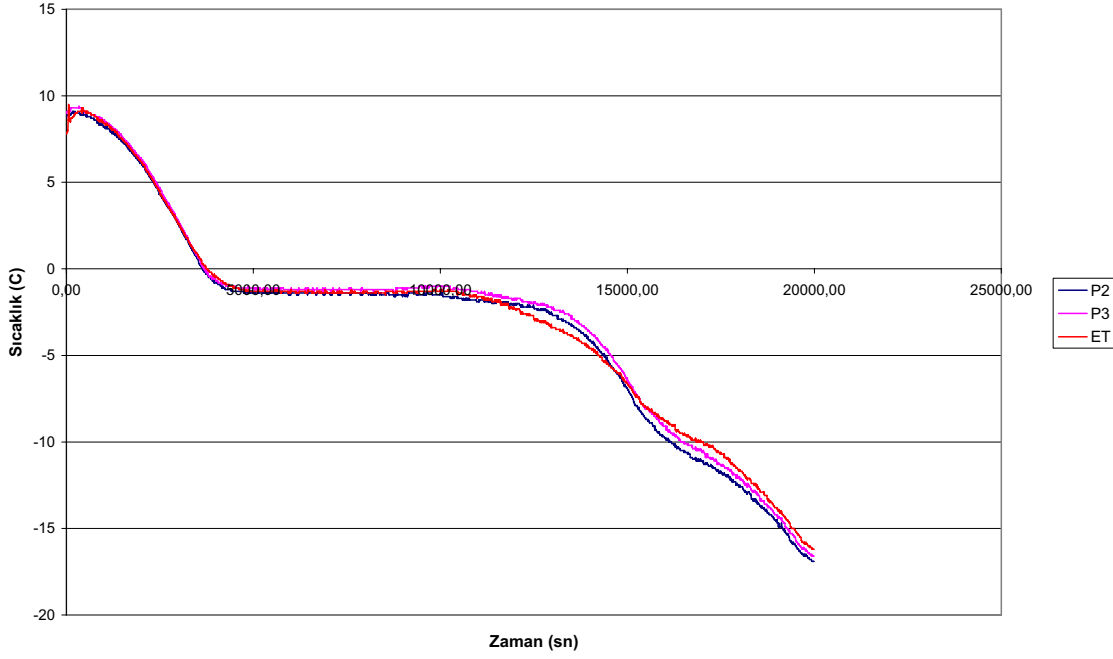
3.1.1 Taze kırmızı et

Kırmızı etin kompleks bileşimi ve bileşimi oluşturan besin öğelerinin homojen bir şekilde dağılmamış olması, et kitlesi aynı hayvanın aynı bölgesinden alınmış olsa dahi sonuçları etkileyebilmektedir. Örnekleme kritik bir süreçtir. Yağ ve bağ doku (kolajen) oranı, bağlı ve serbest su oranı, çözünür madde konsantrasyonu, pH gibi pek çok parametrenin sürekli olarak değişim göstermesi nedeniyle alınan örneklerin mümkün olduğunca standartlaştırılması gerekmektedir.

Deneysel çalışma sürecinde arzu edilen maksimum homojenliğin sağlanabilmesi için veteriner hekimlerin ve gıda mühendislerinin danışmanlığında en az kolajen miktarına ve homojen dağılmış bir yağ dokuya sahip, su oranı tekdüze dağılmış olan dana bonfile tercih edilmiştir. Bonfileler Maret A.Ş. (Tepeören-Tuzla, İstanbul) tarafından karşılanmıştır. Maret A.Ş.'nin Harranova'dan sağladığı hayvanların büyük bir kısmı montafon ırkı olmak üzere Holstein ve Simmental ırklarından oluşmaktadır. Genellikle kesim yaşı 18 ile 24 ay arasında değişmektedir. Karkaslar, kesim sonrası +1-(+4)°C arası sıcaklıklara sahip soğuk depolarda bir gün dinlendirildikten sonra frigo firik kapalı kasa araçlarla yine +1-(+4)°C arası sıcaklıklarda sevk edilmektedir.

3.1.2 Test Paketleri

Isı aktarımı ile ilgili deney parametrelerinin (teorik ve deneysel donma süreleri, h katsayısı, sistemin toplam soğutma yükü) sağlıklı belirlenebilmesi için homojen yapıya ve düzgün şekle sahip olmasının yanında donma sırasındaki davranışı, etin gösterdiği davranış ve profile benzer olan test paketleri (MADI Type 1250, Milano, İtalya) kullanılmıştır (Şekil 3.1). Paket ölçüleri 10cmx10cmx2.5cm, paket ağırlığı ise 250 g'dır.



Şekil 3.1 : Kırmızı et ve test paketlerinin donma profilleri

3.1.3 Dondurucu Ortamlar

Derin dondurucu bölmesinde, düşülecek minimum sıcaklığa ayarlanabilen, düşük sıcaklık salınımlarına sahip bir ortam oluşturabilmek için standart bir derin dondurucu bölmesinde (Şekil 3.2) çeşitli modifikasyonlar gerçekleştirilerek prototip bir buzdolabı (Şekil 3.3) yapılmıştır.

Yapılacak deneylerin $-35^{\circ}\text{C}/-25^{\circ}\text{C}$ gibi düşük sıcaklık değerlerinde gerçekleştirilecek olması nedeniyle buzdolabının %100 RT (“run time”)’de çalışması gerektiği belirlenmiştir. Bu işlevi gerçekleştirebilmek için, buzdolabı sensörü buzdolabı dışına alınmıştır. Böylelikle sensör yanıltılarak, buzdolabının çok düşük sıcaklıklara (-40°C) ulaşabilmesi sağlanmıştır. Ancak deneylerde çalışılması gereken sıcaklıklar çok düşük salınımlarda mümkünse aynı ortam (derin dondurucu) şartında olması gerekmektedir. Bu nedenle buzdolabı defrost ısıtıcısının kontrolü, buzdolabı ana kartından bağımsız hale getirilmiştir. Defrost ısıtıcısı, sıcaklık değerini derin dondurucu haznesinden okuyan bir kontrol ünitesi ile devreye alınmaktadır. İç sıcaklıkların defrost ısıtıcısı ile ayarlanabilmesi için ise sisteme varyak bağlanmıştır. Varyaktan daha önceden belirlenen ayarlar sağlandığında buzdolabı derin dondurucu içerisinde istenilen stabil sıcaklıklar sağlanmaktadır.

Ancak sistemden başka diđer bir sorun da buzdolabı kapısının açıldıđında iđerideki havanın hemen ısınması ve buzdolabı ięp sıcaklıklarının 6-10°C arasında yükselmesidir. Bu yükselmenin engellenebilmesi için buzdolabı derin dondurucu haznesinin önüne arka tarafı yalıtımlı ve ufak giriş açıklıklarına sahip ikinci bir kapak yerleştirilmiştir. Bu kapak sayesinde, derin dondurucu kapı açıldıktan sonra belli bir süre iđeriyeye hava girişı ve iđerinin ısınması engellenmiştir. Böylece gıda yerleştirileceđi sırada ięp havanın ısınması engellenmiş olmaktadır.

Prototip buzdolabına ait dondurucu bölmesi ile iki farklı sıcaklık ayarlanarak çalışılmıştır. Bu sıcaklıklar; -25°C ve -35°C'dir. Referans olarak kabul edilen buzdolabına ait derin dondurucu bölümünde ise ortalama sıcaklık -18-(-20)°C aralıđındadır.

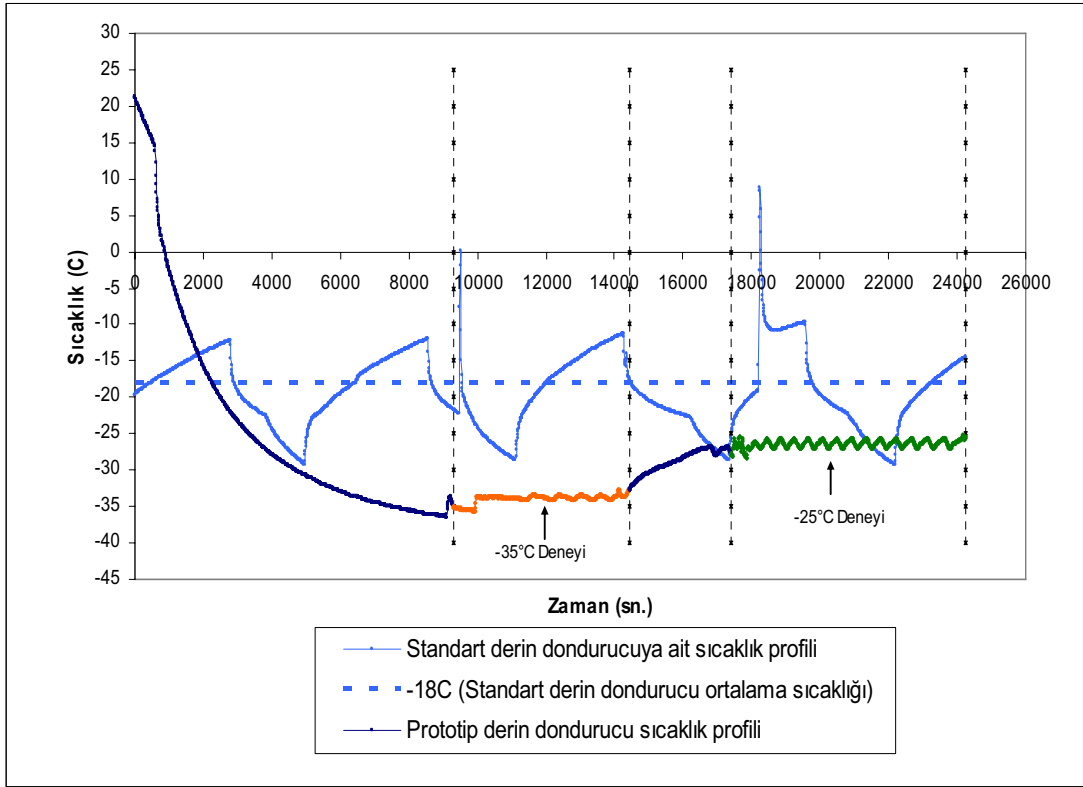
Dondurucu bölmelere ait sıcaklık dağılımı ve salınımı Şekil 3.4'de gösterilmektedir. Şekil 3.4'den görüldüğü üzere prototip buzdolabındaki sıcaklık salınımları oldukça azaltılmış durumdadır (0.3-0.5°C). Standart buzdolabında ise 10-15°C gibi yüksek sıcaklık salınımları göze çarpmaktadır.



Şekil 3.2 : Standart No-Frost derin dondurucu (referans)



Şekil 3.3 : Prototip derin dondurucu



Şekil 3.4 : Dondurucu bölmelerin sıcaklık salınımları ve sıcaklık dağılımları

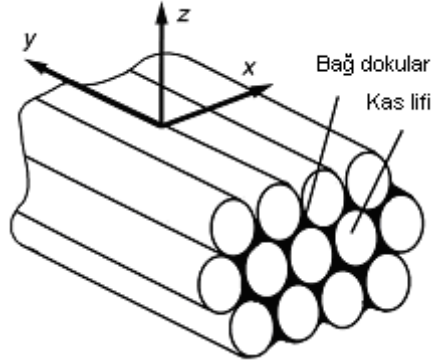
Sıcaklık etkisinin araştırılması için tasarlanan prototip, numunelerin konulduğu dikdörtgen bölmenin arka tavanına fan takılarak modifiye edilmiştir. Fanın dönüş hızı, hava hızları 2 ve 5 m/s olacak şekilde ayarlanmıştır. Fanın dönüş hızı, güç kaynağı ile kontrol edilmektedir. 2 m/s hava hızı için 6V, 5 m/s için ise 12V'luk akım verilmiştir. Durgun hava için güç kaynağı çalıştırılmamıştır. Hava hızları anemometre ile ölçülmüştür.

3.2 Metod

3.2.1 Numune Hazırlama

Numunelerin hazırlanması (dilimleme, vakum paketlenme) Maret A.Ş. Üretim Tesislerinde gerçekleştirilmiştir ve Arçelik A.Ş. Ar-Ge/Malzeme Teknolojileri Laboratuvarına +4°C'de taşınabilir bir buzluk içinde getirilmiştir. Etler getirildikten sonra, sıcaklık açısından bir süre (yaklaşık 24 saat) dengeye gelmesi için buzdolaplarının taze gıda saklama bölümünde (4-6°C) bekletilmiştir.

Numune alımı sırasında kas liflerinin yönü oldukça önemlidir. Bonfile şekli ve kas liflerinin yönü Şekil 3.5’de gösterildiği gibidir. İşlem kas lifi paketlerine zarar verilmeden gerçekleştirilmeye çalışılmıştır.



Şekil 3.5 : Bonfilenin kas yapısı ve kas liflerinin yönü (Ishiguro ve Horimizu, 2008).

Dondurulacak olan numuneler, et kitlesinden dilim ağırlıkları 70–90 g aralıktaki ağırlıklarda olmak üzere dilimlenerek alınmıştır. Doku analizleri için dilim kalınlıkları 3 cm, diğer analizler için ise 2 cm kalınlığında olmak üzere dilimleme gerçekleştirilmiştir. Kesim işlemleri kas liflerinin yönüne dik olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Numune alımı simetrik farklı noktalardan alınmıştır.

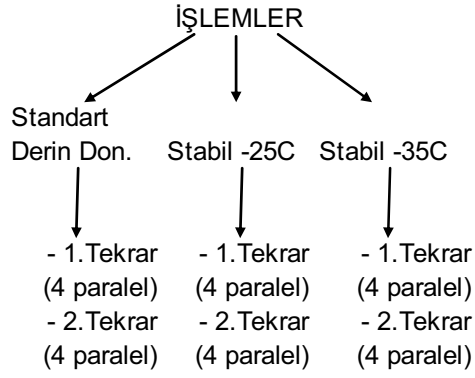
3.2.2 Deneysel Tasarım

Donma hızının etkisinin incelenmesi kapsamında, donma hızını etkileyen başlıca üç faktör olan sıcaklık, sıcaklık salınımı ve taşınımın (hava üfleme) kalite üzerindeki etkisi ayrı ayrı çalışılmıştır. Çalışmanın ilk basamağında sıcaklık etkisi incelenmiştir. Çalışma için 3 farklı ortam denenmiştir. Durgun hava altında -25°C ve -35°C stabil sıcaklıktaki ortamlar ile -18°C ortalama sıcaklığa sahip olan standart bir No-Frost derin dondurucu karşılaştırılmıştır (Çizelge 3.1).

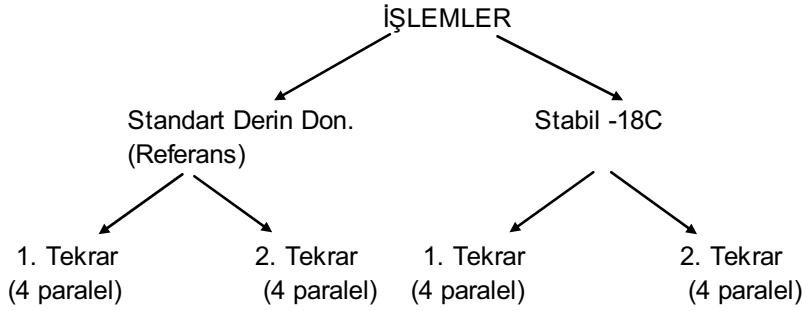
Çalışmanın ikinci basamağında, standart bir No-Frost derin dondurucudaki 9- 10°C 'lik salınımın herhangi bir etkisinin olup olmadığının test edilmesi amacıyla, sıcaklığı stabil duruma getirilmiş -18°C ortam ile karşılaştırma yapılmıştır (Çizelge 3.2).

Çalışmanın üçüncü basamağında ise hava hızı (taşınım) etkisi çalışılmıştır. Hava hızı etkisi incelenirken ortam sıcaklığı -25°C 'de sabit tutulmuş, 5 m/s, 2 m/s ve 0 m/s (durgun hava) olmak üzere üç farklı ortam denenmiştir (Çizelge 3.3).

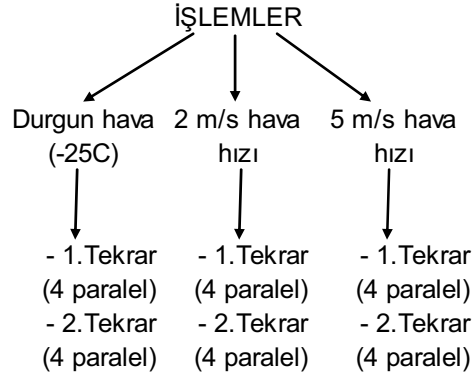
Çizelge 3.1 : Sıcaklık etkisinin incelenmesinde kullanılan deney planı¹



Çizelge 3.2 : Salınım etkisinin incelenmesinde kullanılan deney planı¹



Çizelge 3.3 : Taşınım etkisinin incelenmesinde kullanılan deney planı¹



¹Tekrar ve Paralel sayısı analize göre değişkenlik gösterebilmektedir.

3.2.3 Dondurma ve çözündürme işlemi

Numuneler, buzdolaplarının taze gıda bölümünde 24 saat süre ile bekletilmiştir. Ardından test edilecek ortam koşullarına yerleştirilerek dondurma işlemi yapılmıştır. Numunelerin merkez noktalarına ıslı çiftler batırılarak sıcaklıkları işlem boyunca takip edilmiştir. Ortamın sıcaklık ve nem takibi UDAQ yazılım programı (Arçelik A.Ş., Çayırova, İstanbul), numunelerin sıcaklıkları ise veri toplayıcı (Grant Instruments, Cambridge, England) yardımı ile gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin merkez noktaları -20°C 'ye ulaşana kadar dondurma işlemine devam edilmiştir. İstenilen sıcaklığa ulaşıldıktan sonra, numuneler tekrar buzdolabının taze gıda saklama bölümüne (ort. 4°C) alınarak çözündürme işlemine geçilmiştir. Çözündürme işlemi, 24 saat boyunca sürdürülmüştür. Çözündürme sırasında buharlaşma ile gerçekleşecek ağırlık kayıplarını minimize etmek için numuneler PE poşetler içerisinde saklanmıştır (Şekil 3.6).

3.2.4 Analizler

Her bir faktör (sıcaklık, sıcaklık salınımı ve taşınım) için kalite analizleri gerçekleştirilmiş, karakteristik donma süreleri ve donma hızları hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, buzdolabı derin dondurucusu için donma hızı üzerinde en etkili faktör belirlenmiş olup, her bir faktörün donma sonrası kalite üzerindeki etkisi ayrıca incelenmiştir.

Dondurucu ortamda, donma süresini etkileyen önemli parametrelerden olan ısı transfer katsayısı (h) ve ortamın sıcaklığına bağlı olarak, test paketlerinin teorik ve deneysel donma süreleri karşılaştırılmıştır. Isı aktarımı ile ilgili parametreler; taşınımlı/taşınımsız olmak üzere stabil -35°C , -25°C ve -18°C sıcaklıklarda ve standart derin dondurucu için hesaplanmıştır.

Donma hızının ölçümü yanında işlem etkinliğinin gözlemlenmesi amacıyla altı farklı fiziksel, kimyasal ve termal analiz gerçekleştirilmiştir. Fiziksel testler grubunda; ağırlık kaybı, doku (sertlik) analizi, renk değişimi incelenmiştir. Kimyasal analiz grubunda oksidasyon derecesi ve pH tespit edilmeye çalışılmıştır. Termal analiz adı altında da DSC ile protein denatürasyon derecesi tespit edilmiştir. Kontrol parametreleri, etkilerini ve kaynaklarını içeren özet açıklamalar Çizelge 3.4'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.4 : Yapılan deneyler ve etkilenen parametreler

Deney	Kontrol Parametresi	Et Kalitesine Etki	Analiz Metodu
Ağırlık Kaybı	Donma ve çözünme sonrasındaki ağırlık azalması	-Görünüm -Et sertliği	Petrovic, L. ve diğ. (1993)
Protein Denatürasyonu	Myosinin denatürasyon entalpisi değerindeki değişim	-Süzüntü Kaybı -Oksidasyon Reaksiyonları - Ette şertleşme	Wagner ve Anon (1985)
Oksidasyon Derecesi	GC kromatogramında elde edilen malonaldehit konsantrasyonu (ppm)	-Tatta acılaşıma -Renkte kararırma -Denatürasyonu hızlandırıcı	Stalikas ve Konidari (2000)
Tekstür	1,27 cm çapında 3 cm uzunluğundaki numuneleri kesmek için uygulanan mak. kuvvet (N)	-Et sertliği	Wheeler, T. L. ve diğ. (2005)
pH	pH skalası (1-14)	-Etteki kimyasal değişimlerin göstergesi	Farag ve Korashy (2006)
Renk	Başlangıç koşullarına göre parlaklık ve kırmızılık değişimi	-Genel görünüm	Honikel (1998)

3.2.4.1 Dondurucu ortama ait ısı aktarımı ile ilgili bazı koşulların belirlenmesi

Isı transfer katsayılarının belirlenmesi

Tüm koşullar için sistemin hem soğuma hem de donma fazı sırasındaki soğutma yükleri Eşitlik 3.1 ve Eşitlik 3.2 ile hesaplanmıştır.

$$Q_{soğ} = m_{paket} \cdot c_{p,paket} \cdot \Delta T \quad (3.1)$$

$$Q_{donma} = H_{latent,paket} \cdot \Delta T \quad (3.2)$$

$$Q_{toplam} = Q_{soğ} + Q_{donma} \quad (3.3)$$

$$H_{latent,paket} = 334 \cdot m_{wc} \quad (3.4)$$

Dondurma işlemi boyunca paketlerin yüzey ve merkez sıcaklıkları kaydedilmiştir. Eşitlik 3.5 ve 3.6 kullanılarak h katsayısı, Eşitlik 2.1 kullanılarak teorik donma süreleri hesaplanmaya çalışılmıştır. Tüm hesaplamalar paketin merkez sıcaklığının başlangıç donma noktası sıcaklığına ulaştığı an için gerçekleştirilmiştir. Başlangıç donma noktasına ulaşana kadarki soğutma yükünün ($Q_{soğ}$), başlangıç donma noktasına ulaşana kadar geçen süreye (Δt) bölünmesi ile toplam ısı akışı hesaplanmıştır. Aktarılan ısı miktarı bulunduktan sonra konveksiyon ile soğuma denkleminde (3.6), h katsayısı hesaplanmıştır.

$$q_{toplam} = Q_{soğ} / \Delta t \quad (3.5)$$

$$\frac{q_{conv}}{A} = h(T_s - T_1) \quad (3.6)$$

Test paketleri için teorik ve deneysel donma süresi ve hızının hesaplanması

Ortam koşulları için ağırlıklı olarak hangi parametrenin donma süresi üzerinde etkili olduğunu tespit edebilmek için et muadili olarak kullanılan test paketlerinin teorik ve deneysel donma süreleri de hesaplanmıştır.

Teorik donma süreleri Plank eşitliğine (2.1) göre hesaplanmıştır.

Deneysel donma süreleri (t_a), karakteristik donma süresi olarak verilmiş olup merkez noktanın -1 - $(-7)^\circ\text{C}$ aralığını geçtiği süredir ve dakika olarak hesaplanmıştır. Donma hızı aşağıda belirtildiği gibi hesaplanmıştır (Ramaswamy ve Marcotte, 2006).

Donma hızı (cm/h) = Karakteristik yarı kalınlık (yüzey ile paketin termal merkezi arasındaki en kısa mesafe, cm) / t_a (h)

3.2.4.2 Ağırlık kayıplarının ölçümü

Ağırlık kaybı, birkaç şekilde gerçekleşebilmektedir (Pérez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2006; Campanone ve diğ., 2005): buharlaşma (donma öncesi), donma kaybı (donma sırasında) ve çözünme kayıpları. Ağırlık kayıplarının hesaplanmasında donma kaybı ve çözünme kaybı ayrı ayrı hesaplanmıştır. Dondurma öncesi, dondurma sonrası ve çözündürme sonrasında numunelerin ağırlıkları hassas terazi ile kaydedilerek aradaki ağırlık farkı yüzdesel olarak ifade edilmiştir.

Donma kaybı (%) = $[Dondurma \text{ öncesi ağırlık (g)} - Dondurma \text{ sonrası ağırlık (g)}] * 100 / Dondurma \text{ öncesi ağırlık (g)}$

Çözünme kaybı (%) = $[Dondurma \text{ sonrası ağırlık (g)} - Çözündürme \text{ sonrası ağırlık (g)}] * 100 / Dondurma \text{ sonrası ağırlık (g)}$

3.2.4.3 pH ölçümü

Dilim et numunesi laboratuvar tipi bir blender (Waring Commercial, Torrington, CT, Amerika) yardımı ile parçalandıktan sonra, öğütülmüş olan bu numuneden analiz için 10 g'lık parça alınmış ve 100 ml saf su ile yine aynı blender kullanılarak homojenizasyon işlemi yapılarak karışım bir beher içerisine aktarılmıştır. pH metre (WTW Inolab marka Terminal 740 model, WTW Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH, Weilheim, Germany) elektrodu, ucu tamamen kapanacak bir şekilde homojenat içerisine daldırılıp ölçüm yapılmıştır. Elektrot ucunun mümkün olduğunca yağ doku ile temasından kaçınılmıştır. Ölçümler öncesi pH metrenin kalibrasyonu pH 4.0 ve pH 7.0 tampon çözeltiler ile yapılmıştır.

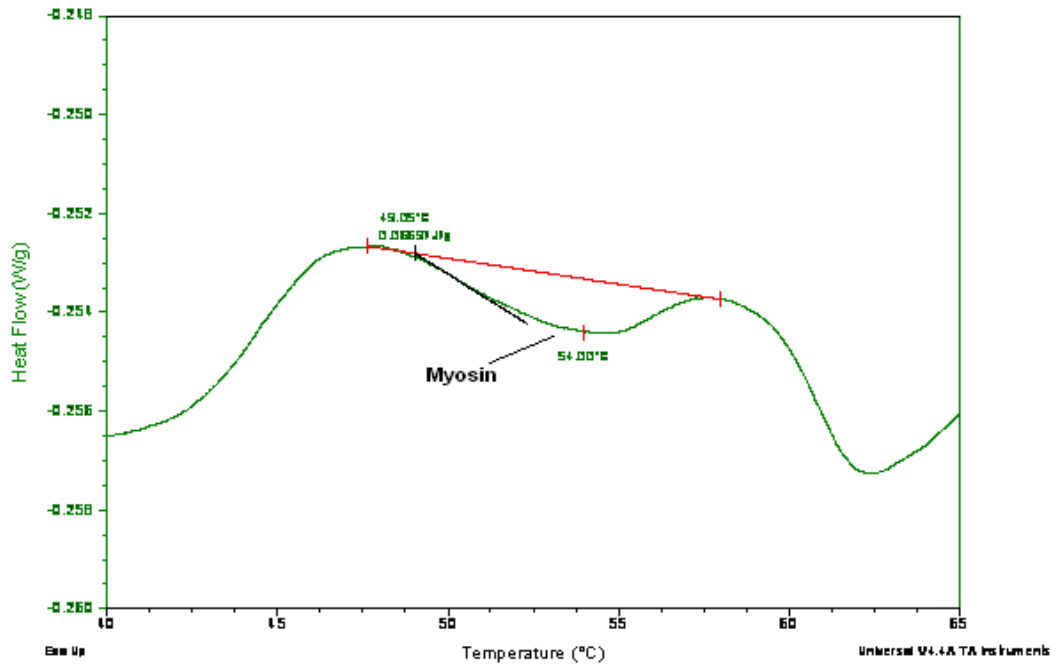
3.2.4.4 DSC ile protein denatürasyonunun tespiti

Proteinlerde donma sonrası gerçekleşen denatürasyon derecesinin tespiti için DSC (TA Instruments Q200, İngiltere) kullanılmıştır. Farklı şartlarda donmuş ve çözündürülmüş tüm etlerin 4 farklı noktasından temsili numuneler alınarak analiz edilmiştir. Numune ağırlığı yaklaşık 10 mg'dır. Referans madde olarak 10 ml saf su kullanılmıştır. Numuneler ve referans, Al kaplar (TA Tzero Pan, TA Instruments, İngiltere) içerisine konulmuş ve hava geçirmez bir şekilde kapakları (TA Tzero Hermetic Lid, TA Instruments, İngiltere) kapatılarak DSC örnek haznesine yerleştirilmiştir.

Analiz koşulları; 20°C denge sıcaklığından 90°C'ye 5°C/dk.'lık bir ısıtma hızı ile çıkacak şekilde ayarlanmıştır.

DSC'den elde edilen termogramda (Şekil 3.6); dondurma işleminden en çok etkilenen myosin proteininin ısı ile endotermik denatürasyonu sonucu ortaya çıkan entalpi (J/g) değeri göz önüne alınmıştır.

Dondurulmamış olan kontrol örnekler ile karşılaştırıldığında, entalpi değerlerinde ne kadar azalma var ise protein yapılarının o derece denatüre olduğu bilinmektedir.



Şekil 3.6 : Et kasına ait DSC termogram örneği

3.2.4.5 Doku (sertlik) analizi

Etlerin sertlik değeri, tekstür analiz cihazı (Texture Analyzer Model TA Plus, Lloyd Instruments Ltd., Hampshire, İngiltere) ve Nexygen™ (NexyGen Plus, Lloyd Instruments Ltd., Hampshire, İngiltere) yazılımı kullanılarak ölçülmüştür. Ölçüm başlığı olarak Warner-Bratzler V-şekil kesme bıçağı kullanılarak kesme kuvveti ölçülmüştür. Kuvvet değeri N'dur. Ölçüm sistemindeki yük hücre (XLC-0500 A1) kapasitesi 0.5 kN, hassasiyeti %0.5'dir. Test başlığının kesme hızı 50 mm/dk., tetik kuvveti ise 0,005 N'dur.

Yağ ve bağ dokunun sertlik değerleri üzerindeki etkilerinin minimize edilmesi amacıyla etlere standart bir pişirme ön işlemi uygulanmıştır. Numuneler 24 saat süre ile 4°C'de çözündürüldükten sonra önceden 150°C'ye ayarlanmış turbo fırında

ızgara tepsi üzerinde merkez sıcaklığı 40°C'ye ulaştıktan sonra diğer tarafı çevrilerek merkez noktası 71°C'ye gelene kadar pişirme işlemine devam edilmiştir. Numuneler pişirildikten sonra oda sıcaklığına kadar soğutulmuşlardır ve ardından 4°C'de 24 saat bekletilmişlerdir. Buradaki 24 saat soğuk ortamda bekletilmesinin amacı, örneklerin kitleden daha çabuk ve daha hasarsız bir şekilde alınmasını sağlamaktır.

Pişmiş ve soğutulmuş olan bu ana kütlelerden sonda benzeri bir alet ile 1.27 cm çapında ve 3 cm uzunluğunda silindirik şekillerde örnekleme yapılmıştır. Kesme işlemi, kas liflerine dik olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Ölçümler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Gözle görünür yağ ve bağ dokular et üzerinden uzaklaştırılmıştır. Kesim sırasında kesme bıçağının yağ veya bağ dokuya denk gelmesi durumunda elde edilen sonuçlar değerlendirmeye alınmamıştır.

3.2.4.6 Renk analizi

Etin yüzey rengi ölçülmüştür. Ölçüm, Konica Minolta CR-300 kolorimetre ile gerçekleştirilmiştir. Işık kaynağı olarak D65 kullanılmıştır. Gözlem açısı 10°'dir. Renk skalası L*a*b*'dir. Numune kalınlığı 2 cm'dir. Numunelerin opaklığından emin olmak için siyah bir plaka üzerine yerleştirilmiş petri kapları içerisinde ölçümler gerçekleştirilmiştir. Cihazın kalibrasyonu da beyaz seramik (Konica Minolta White Calibration Plate) ile yapılmıştır. Başlangıç taze et rengi hedef ölçüm olarak kaydedilmiştir. Dondurulmuş ve ardından çözündürülmüş olan et dilimleri üzerinden, farklı bölgelerde olmak üzere 6 ölçüm alınmıştır. Ölçüm sistemi, farklı noktalardan alınan ölçümlerin otomatik olarak ortalamasını alarak hedefe göre değişimini vermektedir. Her bir işleme ait 2 dilim et (tekrar) için toplamda 12 ölçüm alınmıştır. Yazılım programında ölçümlerin direkt ortalaması alınıp hedef ölçüm ile karşılaştırılmıştır ve hedef ölçüme göre skalalardaki değişim oranları (Δa ve ΔL) gözlemlenmiştir.

3.2.4.7 HS (Headspace; Sıvı Enjeksiyon Sistemi Gaz Fazına Ayırma Bloğu)-GC (Gaz Kromatografisi) ile oksidasyon derecesinin tespiti

Numunelerde oksidasyon ürünü olan malonaldehit bileşiği aranarak, etin oksidasyon derecesi tespit edilmiştir. Malonaldehitler, yarı uçucu bileşikler olduklarından HS-GC ile tespit edilmiştir.

Kromatogramdan malonaldehit pikinin ve konsantrasyonunun tespit edilmesi için farklı konsantrasyonlarda standart enjeksiyonu yapılmış ve kalibrasyon eğrisi hazırlanmıştır.

a) Kullanılan kimyasallar

Lipit oksidasyonu analizi için kullanılan kimyasallar aşağıda verilmiştir:

2,4,6-triklorofenilhidrazine (TCPH) (Kristalize, Sigma-Aldrich, Amerika)

0,1 N ve 0.5 M HCl (Merck, Almanya) çözeltileri

0,5 M NaOH (Merck, Almanya) çözeltisi

%99 1,1,3,3-Tetraetoksipropan (TEP) (Sigma-Aldrich, Amerika)

%5 Trikloroasetik asit (TCA) (Sigma-Aldrich, Amerika) çözeltisi

Asetonitril (Merck, Almanya)

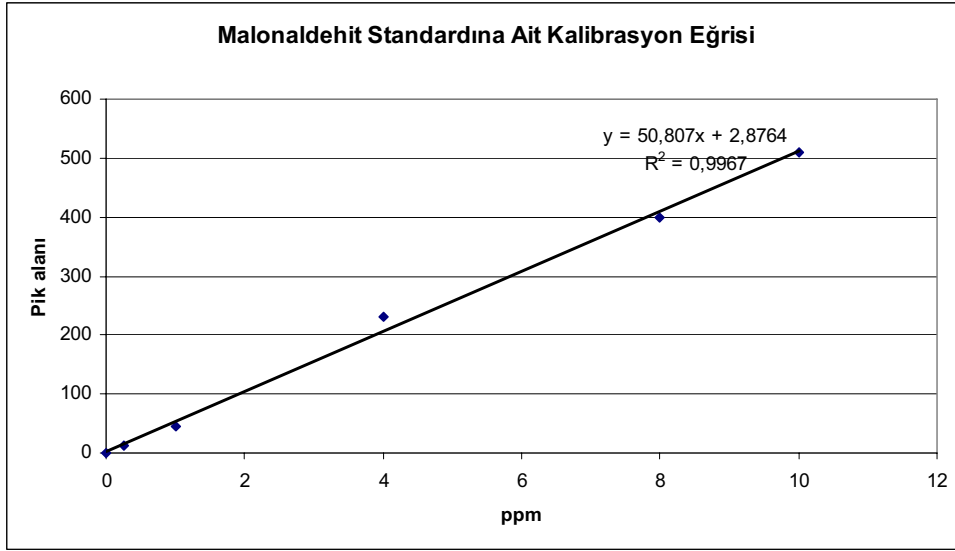
2,6-di-tert-butil-4-metilfenol (BHT) (Merck, Almanya)

HPLC-grade saf su (Merck, Almanya)

b) Malonaldehit Standartlarının Hazırlanması

TEP solüsyonundan 0.2 ml, 100 ml hacimdeki balon jøjeye aktararak 90 ml distile su eklenir. Bu solüsyon üzerine 0.1 ml 1 M'lık HCl çözeltisinden ilave edilir ve hacim 100 ml'ye tamamlanır. Ardından, kaynar su banyosunda 10 dakika bekletilir. Sonuç olarak stok MDA standardı (1×10^{-2} M) elde edilir. Bu stok çözelti farklı oranlarda su ile seyreltilerek kalibrasyon için standart çözeltiler hazırlanır. Stok çözelti +4°C'de haftalarca depolanabilmektedir.

Standart kalibrasyon eğrisi hazırlamak için stok çözeltilerden 10, 8, 4, 1, 0.25 ppm ve kör çözelti (0 ppm) ile standartlar hazırlanmıştır. Standartlara ait kalibrasyon eğrisi Şekil 3.7'de gösterilmektedir.



Şekil 3.7 : Malonaldehit standardına ait kalibrasyon grafiği

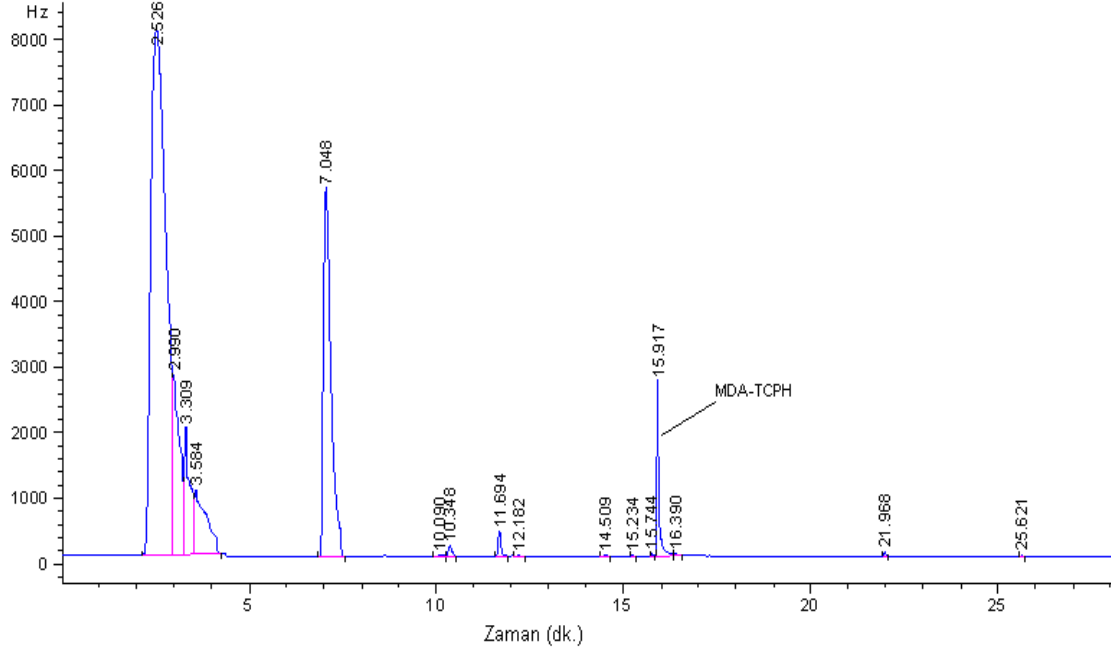
c) Türevlendirme

MDA bileşiği, kararsız bir bileşiktir ve GC’de analizi için stabil hale getirilmektedir. Bu amaçla, türevlendirici ajan olarak TCPH kullanılmaktadır. Yine, TCPH bileşiğindeki Cl atomları sayesinde çok düşük konsantrasyonlardaki MDA miktarlarının ECD (elektron yakalama dedektörü)’de görülebilmesi sağlanmaktadır.

TCPH toz halinde alınarak asetonitril içerisinde iki kere kristalizasyon işlemine tabi tutulur. Elde edilen toz üründen 3 mg/ml (asetonitril içerisinde) konsantrasyonda çözelti hazırlanır.

Türevlendirme basamağında, standartlardan 1.6 ml hacimde, ufak headspace şişelerine alınır ve üzerine 0.4 ml TCPH çözeltisinden ilave edilir, pH değeri 2.5’a ayarlanır ve ortam koşullarında 1 saat süre ile bekletilir.

Türevlendirme işlemlerinin ardından şişeler otomatik headspace örnekleyici içerisinde yerleştirilerek kromatografik analize başlanır. MDA bileşiğine ait alıkonma zamanı 15.9 dakikadır (Şekil 3.7 ve Şekil 3.8).



Şekil 3.7 : TCPH ile türevlendirilmiş MDA standardına ait bir kromatogram

d) Örnek hazırlama-MDA ekstraksiyonu

Ekstraksiyon işlemi Ulu (2004)'nın %5 TCA ile ekstraksiyon metoduna göre gerçekleştirilmiştir.

10 g parçalanmış et örneği 35 ml soğuk (4°C) %5 Trikloroasetik asit (TCA) ekstraksiyon çözeltisi ile 1 ml BHT varlığında laboratuvar tipi blender (Waring Commercial, Torrington, CT, Amerika) ile 1 dakika süre ile homojenize edilir. Hazırlanan karışım, mavi band (Macharey-Nagel, Almanya) filtre kağıdından geçirilerek 50 ml'lik balonjoje içerisine süzülür ve ardından 5 ml distile su ile daha yıkanır. Elde edilen filtrat, 50 ml'ye %5'lik TCA ile tamamlanır.

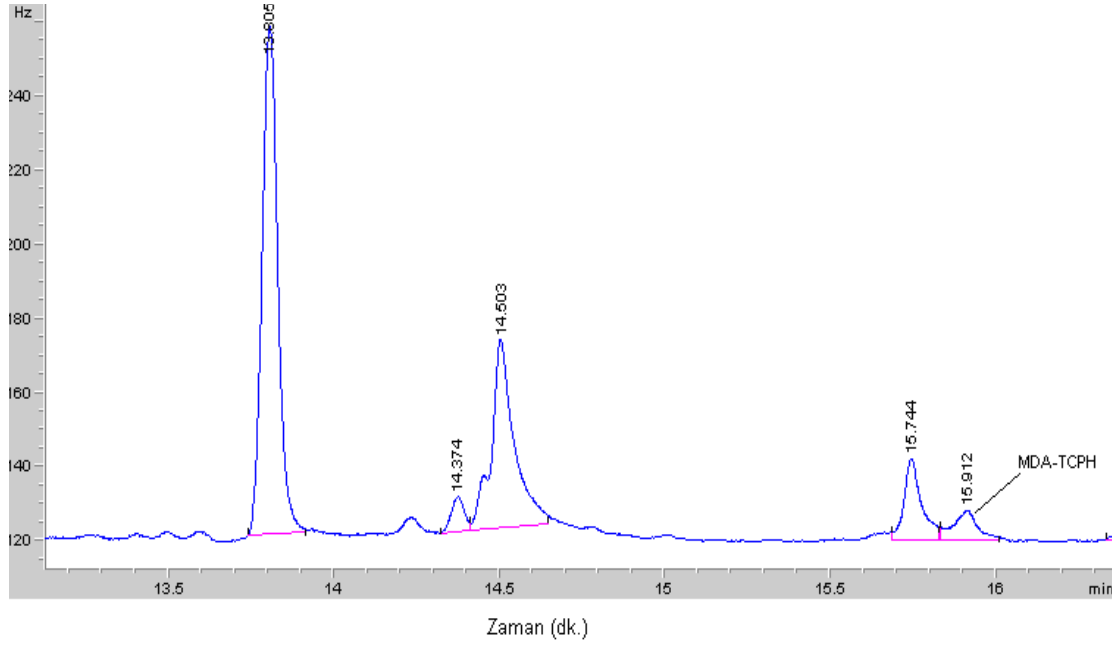
Ektrakt örnekler de, standart örneklerle uygulanan türevlendirme basamaklarından geçirilerek GC analizine hazır hale getirilmektedir.

e) Gaz kromatografisi analiz koşulları

Otomatik Headspace Örnekleyicisi (Agilent 7694E, Agilent Technologies, CA, USA) kullanılmıştır. Headspace işlem koşulları; vial sıcaklığı: 50°C, loop sıcaklığı: 90°C, transfer hattı sıcaklığı: 120°C, dengelenme süresi: 60 dakika. Bu süre sonunda GC'ye enjeksiyon başlamıştır.

Kromatografik analiz için Agilent 7890A Gaz Kromatografisi (Agilent Technologies, CA, USA) sistemi kullanılmıştır. Analiz sırasında fırın ön sıcaklığı 75°C'den 250°C'ye 7°C/dk. ile çıkarak bu sıcaklıkta izotermal olarak 5 dk. süre ile bekler.

Splitless back inlet sıcaklığı 220°C, basınç 8,363 kPa'dır. Kapiler kolonun uzunluğu 30 m, iç çapı 320 µm'dir. Taşıyıcı gaz olarak He kullanılmıştır. Kolondaki akış hızı 1.5 ml/dk., kolon sıcaklığı 260°C, Dedektör sıcaklığı ise 280°C'dir. Analiz süresi 30 dk.'dır.



Şekil 3.8 : Et numunesine ait bir kromatogramdaki MDA-TCPH piki

3.2.5 İstatistiksel Analizler

Farklı sıcaklıkların, hava hızlarının ve salınım etkisinin incelendiği çalışmalarda, etkinin önemli olup olmadığının tespit edilmesi amacıyla analiz sonuçları varyans analizine (ANOVA) tabi tutulmuştur. Varyans analizi sonucu ortaya çıkan farklılıkların hangi düzeyler arasında önemli olup olmadığı tespit etmek için ise Tukey testi uygulanmıştır. Varyans analizi yapılmadan önce verilerin normal dağılım gösterip göstermediğine bakılmıştır. Tüm istatistiksel analizler Minitab (Minitab 15[®] Statistical Software for Windows[®], Minitab Inc., Pennsylvania, USA) yazılım programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Dondurucu ortamın farklı şartlardaki taşınım ısı transfer katsayısı (h) ve paketlerin teorik ve deneysel donma süreleri

Deneysel tasarım bölümünde (Bölüm 3.2.2) belirtildiği üzere, test edilen tüm koşullar için test paketleri kullanılarak hesaplanan taşınım ısı transfer katsayısı (h) ile teorik ve deneysel donma süreleri Çizelge 4.1’de gösterilmiştir. Hesaplanan değerler üç farklı ölçümün ortalamasını göstermektedir.

Plank eşitliği (2.1) kullanılarak hesaplanan teorik donma süreleri ve $-1(-7)^{\circ}\text{C}$ aralığını geçtiği süre olarak hesaplanan deneysel donma süreleri birbiri ile uyumlu sonuçlar vermiştir. Deneysel donma hızlarına bakıldığında, -35°C durgun hava ve taşınım altında donmuş numuneler ile -25°C ’de 2 ve 5 m/s hava hızı altında donmuş numuneler orta hızda ($1<\text{orta donma hızı}<5$ cm/h) (Ramaswamy ve Marcotte, 2006) dondurulmuşlardır. Diğer koşullar altında donmuş olan numuneler ise yavaş donma oranı (Ramaswamy ve Marcotte, 2006) ile dondurulmuşlardır. Sıcaklığın düşürülmesi ve hava hızının artırılması ile donma süreleri önemli oranda azalmıştır.

Anderson ve diğ. (2004)’nin buzdolaplarında yaptığı çalışmada, taşınım ısı transfer katsayısının, donma süresi üzerindeki etkisinin sıcaklığa göre daha büyük olduğunu bildirmişlerdir. Buna karşın bu çalışma ile donma süresi üzerinde hem sıcaklığın hem de hava hızının önemli etkileri olduğu tespit edilmiştir. Hava hızının artırılması ile h katsayısındaki artış oldukça önemlidir.

Donma süresi açısından standart dondurucu ile stabil sıcaklıklar arasındaki büyük farkın nedeni de, ortam sıcaklığının düşük olmasının yanında, belli aralıklarda kompresörün devreye girmesi ve çıkması sonucu büyük sıcaklık salınımlarının olmasıdır. Ortam sıcaklığının salınım yapması, buz kristallerinin eriyerek tekrar buz haline gelmesine neden olmakta ve donma süresini de doğal olarak uzatmaktadır.

Çizelge 4.1 : Farklı ortam koşullarının taşınım ısı transfer katsayısı, test paketlerinin teorik ve deneysel donma süreleri

Kontrol Parametreleri	Sıcaklık (°C)	Hava Hızları		
		Durgun hava	2 m/s	5 m/s
h (W/°C.m ²)	Standart derin don. (-18°C)	20,29		
	-18°C stabil	24,58	28,87	31,77
	-25°C stabil	22,19	30,43	34,51
	-35°C stabil	23,58	28,35	36,33
Teorik donma süresi (dk.)	Standart derin don. (-18°C)	152,5		
	-18°C stabil	131,7	118,9	113
	-25°C stabil	102,4	81,1	72
	-35°C stabil	77,1	59,3	52,9
Deneysel donma süresi (dk.)	Standart derin don. (-18°C)	159		
	-18°C stabil	123	108	101
	-25°C stabil	88	70	65
	-35°C stabil	73	54	48
Donma hızı (cm/h)	Standart derin don. (-18°C)	0,47		
	-18°C stabil	0,61	0,69	0,74
	-25°C stabil	0,85	1,07	1,15
	-35°C stabil	1,03	1,38	1,56

Literatüre göre etin dondurulması için 2-5 cm/h donma hızı aralığı ideal gösterilmektedir (Petrovic ve diğ., 1993; Grujic ve diğ, 1993). Bu ideal aralık göz önüne alındığında uygulanan koşulların yeterli olmadığı ortaya çıkmaktadır.

Boonsumrej ve diğ. (2007)'nin yaptıkları çalışmada hava hızının farklı kademelere arttırılması ile donma sürelerinde önemli azalmalar bildirilmiştir. Burada, yüksek hacimli sanayi tipi bir dondurucunun kullanılması ile hava hızının etkin olması sağlanmaktadır. Bu tez çalışması için tasarlanan prototipte ise, sisteme entegre edilen fan ile donma süreleri taşınımsız ortama göre önemli oranda azaltılmıştır. Bununla birlikte hava hızı 2 m/s'den, 5 m/s'ye yükseltildiğinde donma süresinde meydana gelen azalma beklenilenin altında gerçekleşmiştir. Yapılan bu fanlı tünelde, başlangıçta fan çıkışında basınç farkı yüksek iken tünel ağzı kapalı ve küçük hacimde olduğundan dolayı, kısa süre sonra fanın arka ve önündeki basınç farkı azalmaya başlamaktadır. Dolayısıyla hem 6V hem de 12V'a ayarlanmış olan fan, belli bir süre sonra et üzerine birbirine yakın hızda hava üfleemektedir. Bu nedenle iki farklı hız arasında donma süreleri açısından meydana gelen fark beklenildiği gibi belirgin olmamıştır. Sonuç olarak tasarlanan bölme ile fan hızında çok yüksek değerlere çıkılmasının bir etkisi olmamakta, daha yüksek hızlara ulaşabilmek için ise tasarımda modifikasyonların yapılması gereklidir.

4.2 Sıcaklık Etkisinin İncelenmesi

4.2.1 Ağırlık Kaybı

Ağırlık kaybı, donma ve çözünme kaybı olmak üzere iki şekilde incelenmiştir:

Donma Kaybı

Dondurma işlemi süresince gerçekleşen ağırlık kaybı değerleri Çizelge 4.2’de gösterilmiştir. Ortamın sıcaklığı arttırıldıkça donma kayıplarında artış meydana gelmektedir. Stabil -25°C’de donmuş örneklerde, stabil -35°C’de donmuş olanlara oranla %20 daha fazla donma kaybı tespit edilmiştir. Standart derin dondurucu ile karşılaştırıldığında, -35°C’de donma kaybı %28 azalmıştır.

Malton ve James (1984), Campanone ve diğ. (2001)’nin belirttiği gibi sıcaklık düştükçe, etin yüzey sıcaklığındaki düşüş de hızlanmaktadır. Yüzey sıcaklığı ne kadar hızlı düşerse, yüzey ile ortam arasındaki su buharı kısmi basınçları farkı da o hızla azalmaya başlar. Dolayısıyla konsantrasyon farkının azalması ile ortama doğru gerçekleşen su kaybı da engellenmiş olmaktadır. Ortam sıcaklığı yüksek ise bu farkın azalması uzun sürer ve donma süresince ağırlık kayıpları artar.

Sıcaklık düştükçe donma süresi de kısılacığından, ürünlerin donma sürelerine bakarak kayıplar üzerinde bir bağlantı saptanabilmektedir. Bu çalışmada da, yapılan bildirimlere uygun sonuçlar elde edildiği görülmektedir. Sıcaklık derecesi düştükçe donma kayıpları da azalmıştır.

Çizelge 4.2 : Farklı sıcaklık koşulları altında dondurulan etlerin donma ve çözünme kayıpları¹

Sıcaklık (°C)	Donma kaybı (%)	Çözünme Kaybı (%)	T. Kayıp (%)
-35°C	1,48±0,01 ^a	1,34±0,01 ^a	2,82
-25°C	1,85±0,07 ^b	1,36±0,03 ^a	3,21
-18°C Std. Dond.	2,07±0,07 ^c	1,99±0,03 ^b	4,06

¹Ortalama±standart sapma (n=3). Aynı sütunda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

Çözünme Kaybı

Stabil sıcaklıklar (-25°C ve -35°C) arasında, çözünme kaybına etkileri açısından önemli bir farklılık tespit edilmemiştir (P>0.05) (Çizelge 4.2). Donma sürelerindeki

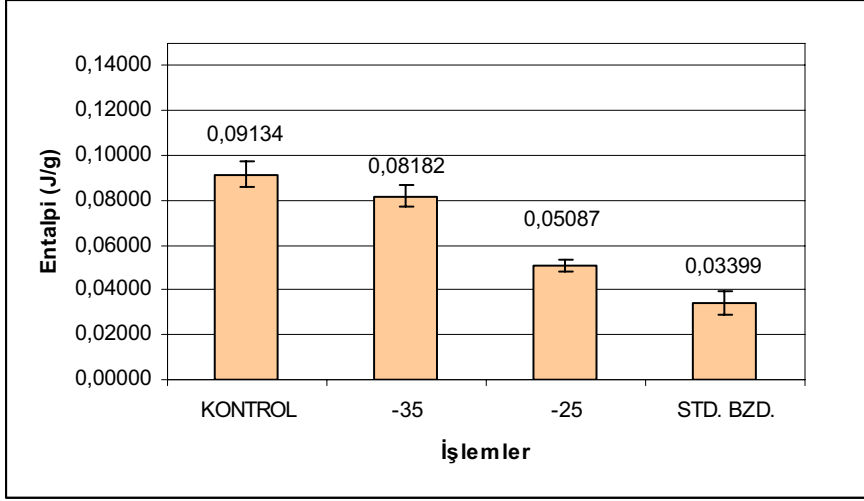
yaklaşık 15 dakikalık farklılığın kristal boyutunu, konumunu dolayısıyla çözünme sırasındaki kayıplar üzerinde etkili olmadığı söylenebilmektedir. Buna karşın standart derin dondurucu ile stabil sıcaklıklar altında donmuş ürünlerin donma süreleri arasında büyük bir fark olduğu görülebilmektedir. Dolayısıyla, çözünme kayıpları standart derin dondurucuda donmuş üründe önemli oranda yüksektir ($P<0.05$). Birçok kaynakta (Grujic ve diğ., 1993; Sun ve Zheng, 2006; Zaritsky, 2006; Fernandez ve diğ., 2008; Ramaswamy ve Marcotte, 2006; Acker ve Croteau, 2004; James ve James, 2002a) da belirtildiği üzere, bu durumun çok düşük donma hızlarında daha büyük boyutlu ve liflerin dışında oluşmuş olan buz kristallerinden kaynaklandığı bilinmektedir.

Elde edilen bu sonuçların, donma hızının etkisinin incelendiği birçok çalışma (Petrovic ve diğ., 1993; Grujic ve diğ., 1993; Sakata ve diğ., 1995; Ngapo ve diğ., 1999; Perez-Chabela ve Mateo-Oyagüe, 2006) ile uyumluluk gösterdiği tespit edilmiştir.

4.2.2 Protein Denatürasyonu

Donma hızının, myosin proteininin denatürasyonu üzerinde etkili olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.1). Stabil sıcaklıklar ve standart dondurucuda donmuş ürünlerde, donmamış ürüne göre önemli entalpi değişimi tespit edilmiştir ($P<0.05$). Donma hızı azaldıkça, denatürasyon ile kas proteinlerinin entalpilerinde azalma meydana gelmiştir. Başlangıç (kontrol) duruma en yakın değer, -35°C 'de dondurulmuş olan numunelerde tespit edilmiştir. Standart buzdolabında donmuş ürünlerin entalpi değerlerinde ise %62 oranında bir azalma meydana gelmiştir.

Farklı donma hızlarının myofibriler proteinler üzerindeki etkisini inceleyen Wagner ve Anon (1985), donma hızı düştükçe proteinlerin entalpi değerlerinde bir azalma olduğunu bildirmiştir. Çözünürlüğün azalması ile denatürasyonun izlenebildiği de bilinmektedir. Petrovic ve diğ. (1993)'nin yaptığı çalışmada ise, düşük donma hızlarında protein çözünürlüğünün daha çok azaldığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.1 : Farklı sıcaklık koşullarının protein denatürasyonu üzerindeki etkisi

Düşük donma hızlarında daha büyük kristallerin oluşmasına bağlı olarak meydana gelen dehidrasyon (sıvı kaybı) nedeniyle hidrofobik etkileşimlerin gerçekleşmesi, denatürasyona sebep olan temel faktör olarak bildirilmektedir (Lim ve diğ., 2004; Petrovic ve diğ., 1993; Wagner ve Anon, 1985; Zaritsky, 2006; Xiong, 1997). Elde edilen sonuçların da temel olarak bu neden ile ortaya çıktığı tahmin edilmektedir. Denatüre olmuş olan proteinler normal fonksiyonlarını yerine getiremezler. Örnek olarak su tutma kapasitelerinde azalma meydana gelmektedir (Li, 2008; Sikorski, 1978).

Stabil prototip ve standart ortam arasında, ağırlık kaybı açısından kaydedilen görünür farkın denatürasyona aynı derecede yansıdığı görülebilmektedir.

Stabil olarak sağlanan -25°C ve -35°C arasında temelde çözünme kayıpları açısından fark önemli görünmezken entalpi değerleri arasındaki farkın önemli olduğu ortaya çıkmıştır. Buna karşın donma kaybının -25°C 'de daha yüksek olması sebebiyle daha yüksek denatürasyon derecesine sahip olduğu tahmin edilmektedir. Toplam dehidrasyon miktarı -25°C 'de -35°C 'ye oranla daha yüksektir.

4.2.3 Sertlik

Stabil sıcaklıklar altında dondurulmuş olan numuneler başlangıç değerlerini hemen hemen korumuştur. Fakat standart dondurucuda donmuş olan numunelerin kesme kuvvetlerinde artış, dolayısıyla sertleşme görülmüştür (Çizelge 4.3). Bu artış istatistikî olarak önemli kaydedilmiştir ($P<0.05$).

Jakobsson ve Bengtsson (1973), yaptıkları duyusal arařtırmalarda donma hızı arttıkça etin gevrekliğini koruduğunu bildirmişlerdir. Petrovic ve diğ. (1993)'in yaptıkları çalışmanın sonuçlarına göre de, düşük donma hızlarında kesme kuvveti daha yüksek elde edilmiştir. Bunun nedeni olarak da protein denatürasyonu gösterilmiştir. DuBois ve diğ. (1940)'da 1,4 kg et için 8 saat süre ile donma sonrasında etin sertleştiğini, 1 saatten az süren donma sonrası ise etin gevrekleştiğini belirtmektedirler.

Sertlik kavramı üzerinde proteinlerin ve sıvı kaybının etkili olduğu ve bu iki kriterin de donma hızı ile deęişim gösterdiği bilinmektedir (Zaritsky, 2006). Standart buzdolabının soğutma kapasitesi, dondurma hızı diğeri iki ortama göre oldukça düşük olduğundan daha sert et elde edilmesine neden olduğu düşünülmektedir. Bu koşulun hem ağırlık kaybı hem de protein denatürasyonu açısından önemli kayıplara sebep olduğu hatırlandığında, sertlikteki bu artış beklenen bir sonuç olarak karşımıza çıkmaktadır. Stabil sıcaklıkların kendi arasındaki ağırlık kaybı farkı, standart ile stabil sıcaklıklar arasındaki farktan oldukça azdır. Bu nedenle sertlik deęerindeki artış önemli görülmemiştir.

Çizelge 4.3 : Farklı sıcaklık koşullarının etin sertliği üzerindeki etkisi¹

Kontrol parametresi	ORTAM ŞARTLARI			
	Donmamış et (Kontrol)	-35°C	-25°C	-18°C Std. Dondurucu
Kesme Kuvveti (N)	22,65±1,12 ^a	23,49±1,75 ^a	23,20±1,59 ^a	29,64±1,15 ^b

¹Ortalama±standart sapma (n=10). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

4.2.4 pH Deęeri

İstatistik analizlerine göre, -25°C ve kontrol arasında önemli bir farklılık tespit edilmesine rağmen (Çizelge 4.4), R deęeri %43 olarak bulunmuştur. Bu durum, kurulan model ile deęişkenliğin %43'ünün açıklanabildiği anlamına gelmektedir.

pH deęerleri incelendiğinde, bilimsel açıdan da ortalamalar arasında önemli bir fark olmadığı gözlenmektedir. Literatürde konuyla ilgili yapılmış herhangi bir çalışmaya

rastlanmamıştır. Bunun yanı sıra, buradaki sonuçlara göre proteinlerdeki değişim ile pH değerleri arasında ilişki kurulmaya çalışılmıştır ancak ilişki saptanamamıştır.

Çizelge 4.4 : Farklı sıcaklık koşullarının etin pH değeri üzerindeki etkisi¹

Kontrol parametresi	ORTAM ŞARTLARI			
	Donmamış et (Kontrol)	-35°C	-25°C	-18°C Std. Dondurucu
pH değeri	5,68±0.02 ^a	5,68±0.01 ^a	5,64±0.01 ^b	5,66±0.02 ^a

¹Ortalama±standart sapma (n=10). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

Donma hızının pH üzerindeki etkisi net olarak bilinmemekle beraber bu ilişkinin tespit edilmeye çalışılmasının nedeni, donma sırasında artan iyonik kuvvete bağlı olarak pH'nın azaldığının bildirilmiş olmasıdır (Ramaswamy ve Marcotte, 2006). Bu azalma ile protein yapılarında herhangi bir etkiye sahip olabileceği ihtimalinin araştırılmasına gerek duyulmuştur. Dehidrasyon etkisi dışında, yüksek iyonik kuvvete uzun süre maruz kalmasının da etkili olduğu tespit edilmeye çalışılmıştır.

4.2.5 Renk değişimi

Çizelge 4.5'deki ortalama değerlere bakıldığında, stabil sıcaklık koşullarına göre standart derin dondurucuda donmuş numunelerin L değerinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir ve istatistiki açıdan önemli görülmüştür. Stabil koşulların kendi arasında bir fark tespit edilmemiştir.

Donma hızının L değeri üzerinde bir etkisi olduğu belirtilmektedir. Yavaş donmuş etlerin L değerlerinin hızlı donmuş olanlara oranla daha yüksek olduğu bildirilmiştir. Yavaş donmuş etlerde L değerinin artmasının nedeni, yüzeye taşınan suyun daha fazla olmasına bağlı olarak ışığı daha fazla yansıtmasıdır (Farouk, 2003).

Proteinlerde meydana gelen değişimlerin, etin optik özelliklerinde (ışık yansımaları vb.) değişiklikler meydana getirebileceği bildirilmektedir (Joo ve diğ., 1999). Yine büyük buz kristallerinin membran yapıya vereceği hasar ile optik özelliklerin değişmiş olabileceği de belirtilmektedir (Young ve West, 2001).

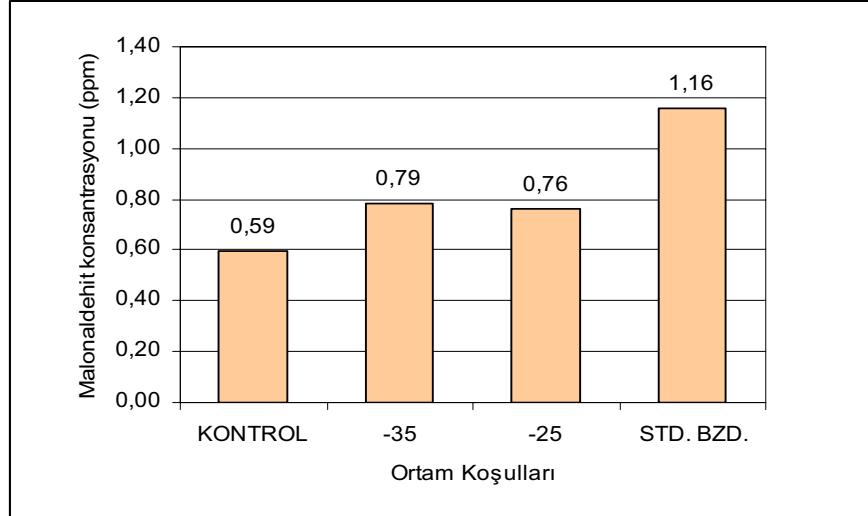
Çizelge 4.5 : Farklı sıcaklık koşullarının etin renk değerleri üzerindeki etkisi¹

Kontrol parametresi	ORTAM ŞARTLARI		
	-35°C	-25°C	-18°C Std. Dondurucu
ΔL	-4,08±0,03 ^a	-3,56±0,17 ^{ab}	-2,74±0,45 ^{bc}
Δa	-1,70±0,57 ^a	-2,42±0,72 ^a	-1,98±0,98 ^a

¹Ortalama±standart sapma (n=2). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

4.2.6 Lipit Oksidasyonu

Donma hızının oksidasyon üzerindeki etkilerini inceleyen çalışmalar arasında farklı görüşler mevcuttur. Bazı çalışmalara göre (Tomas ve Anon, 1990) donma hızının etkisinin olmadığı tespit edilmişken, bazı çalışmalar (Lim ve diğ., 2004; Sakata ve diğ., 1995) ise bunun aksini iddia etmektedirler. Sonuç olarak, literatürde kabul gören kesin bir sonuç bulunmamaktadır.



Şekil 4.2 : Farklı sıcaklık koşullarının etteki malonaldehit konsantrasyonu (ppm) üzerindeki etkisi

Standart buzdolabında donmuş olan numunelerde malonaldehit konsantrasyonu başlangıca göre iki kata yakın artma gösterirken, -35°C ve -25°C stabil ortamda dondurulan numunelerde konsantrasyon sadece yaklaşık %34 oranında artmıştır (Şekil 4.2). Varyans analizine göre standart buzdolabı ile stabil sıcaklıklar arasındaki bu fark önemli görülmüştür (P<0.05).

Lipit oksidasyon reaksiyonları üzerinde sıcaklığın önemli etkileri mevcuttur. Sakata ve diğ. (2004), -20°C’de donmuş etlerin -80°C’de donmuş olanlardan daha fazla oksidasyona uğradığını tespit etmişlerdir. Sıcaklık düştükçe oksidasyon hızı da düşmüştür.

Bu çalışmada da, -18°C standart buzdolabında donmuş olan numunelerin oksidasyon derecelerinde belirgin bir artış tespit edilmiştir. Sıcaklığın -25°C ve -35°C’ye düşmesi ile reaksiyon hızı azalmıştır.

Yüksek iyonik konsantrasyon, oksidasyonu hızlandırıcı etkiye sahiptir. Donma süresinin uzun olması, yağ dokunun yüksek iyonik konsantrasyona uzun süre maruz kalmasına neden olmaktadır (Zaristky, 2006). Standart dondurucuda donmuş ürünlerin donma sürelerinin stabil sıcaklıklarda donmuş ürünlere oranla daha yüksek olması nedeniyle yüksek iyonik konsantrasyona maruz kalmaktadırlar. Bu etkinin de lipit oksidasyonunu arttırdığı düşünülmektedir.

4.3 Salınım Etkisinin İncelenmesi

4.3.1 Ağırlık kayıpları

Ağırlık kaybı, donma ve çözünme kaybı olmak üzere iki şekilde incelenmiştir:

Donma kaybı

Çizelge 4.6’da gösterildiği üzere stabil ve salınımlı ortama maruz bırakılmış olan numunelerde donma kaybı açısından önemli bir farklılık görülmemiştir ($P>0.05$). Donma sırasındaki sıcaklık dalgalanmaları sonucu meydana gelen sıcaklık artışı ve rekristalizasyon olayının, donma kayıpları üzerinde önemli bir etkisi olmadığı söylenebilmektedir. Donma kaybının donma süresi ile pozitif korelasyon gösterdiği daha önce de belirtilmişti. Buna karşın burada, stabil ortam ile donma süresinin bir miktar daha kısaltılması herhangi bir avantaj teşkil etmemiştir. Çünkü ortam sıcaklığı stabil olmasına rağmen, donma yine de uzun bir sürede (123 dk.) tamamlanmıştır.

Çizelge 4.6 : Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerin ağırlık kayıpları¹

Sıcaklık (°C)	Donma kaybı (%)	Çözünme Kaybı (%)	Toplam kayıp (%)
-18°C Stabil	2,17±0,06 ^a	1,94±0,06 ^a	4,11
-18°C Std. Dond. (salınımlı)	2,07±0,07 ^a	1,99±0,03 ^a	4,06

¹Ortalama±standart sapma (n=3). Aynı sütunda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

Birçok kaynak (Zaritsky, 2006; Tomas ve Anon, 1990), salınımlı ortamda depolama sırasında meydana gelen rekristalizasyonun, oldukça belirgin etkilere neden olabileceğini bildirmektedir. Büyük dalgalanmalar buz kristallerinin olgunlaşmasına veya büyümesine, birleşmesine ve ürün yüzeyine hareket etmesine sebep olmaktadır. Eğer ürün yüzeyi de açık ise ağırlık kayıpları kaçınılmazdır (Rahman ve Velez-Ruiz, 2007). Ancak bu olayın genellikle depolama sırasında kümülatif olarak olumsuz etkisini gösterdiği belirtilmektedir. Donma sırasındaki değişimleri içeren bir araştırmaya rastlanmamıştır. Depolama yapılacağı takdirde etkinin oldukça belirgin olacağı tahmin edilmektedir.

Çözünme Kaybı

Çözünme kayıpları açısından da iki koşul arasında önemli bir farklılık tespit edilmemiştir (P>0.05). Donma süreleri arasındaki fark, kayıplar üzerinde etki göstermemiştir. Salınım etkisi burada da gözlenememiştir.

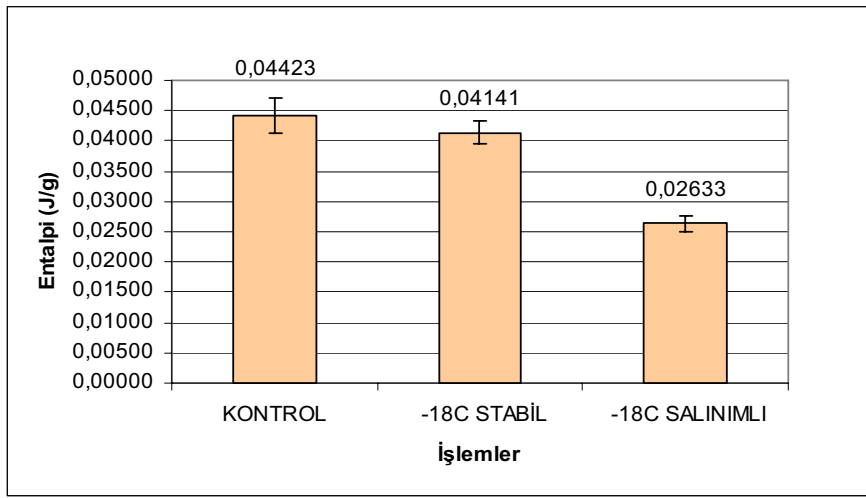
Çizelge 4.1'e bakıldığında donma süreleri her iki ortamda da oldukça uzundur. Dolayısıyla -18°C stabil koşulun, standarda göre etkili bir iyileştirme sağlaması oldukça zor görünmektedir. Hem donma kaybı hem de çözünme kaybı ele alındığında da herhangi bir farkın meydana gelmediği görülebilmektedir. Depolama ile etkinin takip edilmesi gerekmektedir.

4.3.2 Protein Denatürasyonu

İki ortam arasında, bu kriter açısından önemli farklılıklar tespit edilmiştir (P<0.05). Stabil koşulda dondurulmuş olan numuneler, başlangıç durumuna en yakın değere sahip olmuşlardır (Şekil 4.3).

Protein denatürasyonuna neden olan tek faktör dehidrasyon değildir. Dehidrasyon dışında donma süresinin uzun sürmesi proteinlerin iyonik kuvvete daha çok maruz kalmasına neden olduğu bilinmektedir (Venugopal, 2006; Zayas, 1997; Xiong, 1997). Yine Tomas ve Anon (1990)'un belirttiği üzere, rekristalizasyon sırasında lifler etrafındaki iyonların tekrar konumlanması ile meydana gelen etkileşim, protein denatürasyonuna katkıda bulunabilmektedir.

Salınlı ortam ile stabil ortamların protein denatürasyonu açısından incelendiği bir çalışmanın bulunmaması nedeniyle elde edilen bilgilerin doğrulanması amacıyla farklı çalışmaların yürütülmesinde fayda olacağı düşünülmektedir.



Şekil 4.3 : Ortalama -18°C sıcaklığında salınlı ve stabil ortamda donmuş etlerde meydana gelen protein denatürasyonu

4.3.3 pH Değeri

Varyans analizine göre, salınlı ortamda donmuş numunelerin pH değerleri ile kontrol ve stabil ortamda depolanmış numuneler arasında önemli bir fark tespit edilmesine rağmen (Çizelge 4.7), kullanılan model, farklılığın sadece %45'lik bir kısmını açıklayabilmiştir. Sıcaklık etkisinin incelendiği bölüm 4.2.4'deki benzer durum burada da ortaya çıkmıştır.

pH değerlerindeki 0,07-0,08 birimlik bir farklılık, bilimsel etkileri düşünüldüğünde önemli sayılmamaktadır. Bölüm 4.2.4'de de belirtildiği üzere bu sonuçlar ile iyonik kuvvete ve proteinlerde meydana gelen değişikliklerin pH'yı etkilemediği söylenebilmektedir.

Çizelge 4.7 : Ortalama -18°C sıcaklığında stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerin çözünme sonrası pH değerleri¹

Kontrol parametresi	ORTAM ŞARTLARI		
	Donmamış et (Kontrol)	-18°C Stabil (Prototip Buzdolabı)	-18°C Salınımlı ortam (Std. Buzdolabı)
pH değeri	6,06±0,06 ^a	6,07±0,05 ^a	6,15±0,01 ^b

¹Ortalama±standart sapma (n=10). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

4.3.4 Sertlik

Dondurulmuş olan etlerin sertlik değerlerinde, başlangıç durumu ile karşılaştırıldığında bir miktar artış olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte, dondurulmuş olan numuneler arasında bir farklılık tespit edilmemiştir (P>0.05) (Çizelge 4.9).

Salınım nedeniyle meydana gelen ağırlık kaybı artışı etin daha da sertleşmesine neden olabilmektedir (Rahman ve Velez-Ruiz, 2007). Buna karşın bu çalışmada, sertlik üzerinde en etkili faktörlerin başında gelen ağırlık kayıpları açısından iki koşul arasında önemli farklılıkların meydana gelmemesi, beklenildiği üzere sertlik değerlerinde de önemli bir farklılık oluşturmamıştır. Et proteinlerinin entalpilerindeki farklılık, sertlikte herhangi bir etkiye neden olmamıştır. Kesme kuvvetinin temel olarak sıvı kaybindan etkilendiği tespit edilmiştir.

Çizelge 4.8 : Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınım ortamda donmuş etlerin kesme kuvveti değerleri¹

Kontrol parametresi	ORTAM ŞARTLARI		
	Donmamış et (Kontrol)	Stabil -18°C	Salınımlı -18°C
Kesme Kuvveti (N)	16,02±0,68 ^a	18,92±0,44 ^b	18,85±0,60 ^b

¹Ortalama±standart sapma (n=10). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

4.3.5 Renk Değişimi

Başlangıç koşullarına göre, L değeri değişimi açısından iki ortam arasında önemli farklılıklar tespit edilmemiştir ($P>0.05$). a^* değerlerine bakıldığında da önemli bir farklılığın olmadığı görülmektedir (Çizelge 4.9).

Sıvı kayıpları ile renk değişimleri birbiri ile ilişkilendirilen iki kriterdir. Sıvı kaybı merkezden yüzeye doğru gerçekleştiği için çözünme sırasında etin parlaklığını ve rengini etkilemektedir. Sıvı kaybı fazla olduğunda yüzeyde daha fazla çözünmüş halde sıvı kalacağından, ışık daha fazla yansıtacak ve daha parlak bir görünüm alacaktır (Farouk, 2003; Young ve West, 2001).

Burada sıvı kayıpları arasında bir farklılık olmaması nedeniyle parlaklık ve kırmızılık değerleri arasında da önemli bir farklılık tespit edilmemiştir.

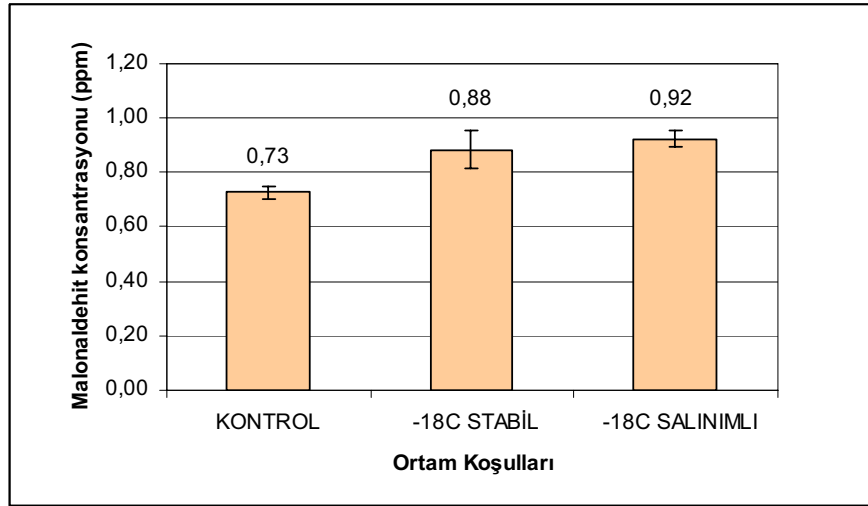
Çizelge 4.9 : Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerin çözünme sonrası renk değerlerindeki değişimler¹

Kontrol parametreleri	ORTAM ŞARTLARI	
	-18°C Stabil Ortam	-18°C Salınımlı Ortam (Std. Dond.)
ΔL	$-0,37\pm 0,08^a$	$-0,45\pm 0,04^a$
Δa	$-0,63\pm 0,08^a$	$-0,42\pm 0,06^a$

¹Ortalama±standart sapma (n=2). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır ($P<0.05$).

4.3.6 Lipit Oksidasyonu

Şekil 4.4'e göre stabil ve salınımlı koşullar altında donmuş numuneler başlangıca göre okside olmuştur. Başlangıca (kontrol) göre malonaldehit konsantrasyonundaki bu artışın, ANOVA ile önemli bir fark olduğu tespit edilmiştir ($P<0.05$). Bu sonuçlar ile dondurma sırasında salınımın oksidasyon üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı, sıcaklık etkisi altında incelenen sonuçlar da düşünüldüğünde oksidasyon hızı üzerinde ortalama sıcaklık derecesinin sıcaklık salınımindan daha etkili olduğu tespit edilmiştir. Literatürde bu tür bir çalışmanın eksikliği nedeniyle, sonuçların başka bir çalışma ile desteklenmesinin faydalı olacağı düşünülmektedir.



Şekil 4.4 : Ortalama -18°C sıcaklığındaki stabil ve salınımlı ortamda donmuş etlerdeki çözünme sonrası malonaldehit konsantrasyonu

4.4 Taşınım Etkisinin İncelenmesi

4.4.1 Ağırlık Kayıpları

Ağırlık kaybı, donma ve çözünme kaybı olmak üzere iki şekilde incelenmiştir:

Donma kaybı

Çizelge 4.9’da görüldüğü üzere, durgun hava altında donmuş olan numunelerde, donma süresince meydana gelen kayıplar daha fazladır. Ortam taşınımlı duruma getirildiğinde ise donma kaybı azalmıştır.

Çizelge 4.10 : Stabil -25°C’de farklı hava hızları altında dondurulan etlerin donma ve çözünme kayıpları¹

Hava hızı (m/s)	Donma kaybı (%)	Çözünme Kaybı (%)	Toplam kayıp (%)
0 (Durgun hava)	1,89±0,03 ^a	1,31±0,02 ^a	3,20
2	1,72±0,03 ^b	0,97±0,02 ^b	2,69
5	1,76±0,03 ^b	0,91±0,03 ^b	2,67

¹Ortalama±standart sapma (n=3). Aynı sütunda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

Hızlı soğutma ile ürünün sıcaklığı hızlıca düşürüldüğünde, soğuma ve donma sırasındaki dehidrasyonun hızı minimize edilmektedir (Url-1, Campañone ve diğ., 2001). Diğer taraftan donma fazına girildiğinde, hava hızının arttırılmasına bağlı

olarak kütle transfer katsayısının da yükselmesi ile kayıpların artması söz konusudur (Campañone ve diğ., 2001). Buna karşın, donma fazında meydana gelen kaybın soğuma sırasındaki buharlaşma kaybına göre daha yavaş gerçekleşmesi, bu kayıpların toplam ağırlık kaybı üzerindeki payını azaltmaktadır (James ve James, 2002a). Bu çalışmada, sıcaklık etkisinde de incelendiği üzere, soğuma hızını arttıracak operasyonların (sıcaklığın düşürülmesi, hava hızının arttırılması) donma kaybını azalttığı tespit edilmiştir.

Malton ve James (2004)'in yaptıkları çalışma ile bu çalışmada elde edilen sonuçlar uyumluluk göstermiştir. Çalışmada, benzer sıcaklıklarda hava hızının arttırılması ile kayıplarda önemli bir değişikliğin meydana gelmediği, sıcaklık düştükçe kayıpların da azaldığı bildirilmektedir. Buna karşın; Campañone ve diğ. (2001), Boonsumrej ve diğ. (2007), yaptıkları çalışmada ise hava hızı arttıkça donma kaybının arttığını tespit etmiştir. Buradaki asıl etkinin ise hava hızı ile birlikte artan kütle transfer katsayısının artması olarak bildirilmiştir.

2 ve 5 m/s hava hızları arasında, meydana gelen kayıplar açısından önemli farklılığın ortaya çıkmamasının nedeninin, daha önce belirtilmiş olduğu üzere donma süreleri arasında önemli bir farklılığın olmaması olarak düşünülmektedir.

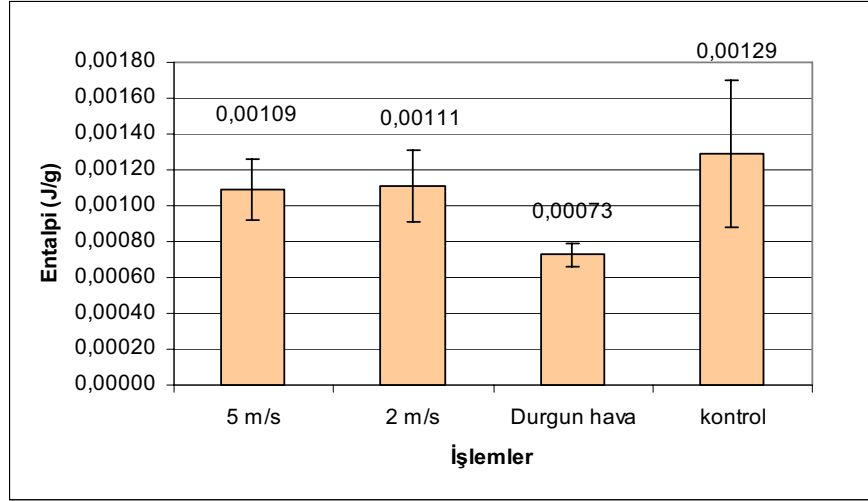
Çözünme kaybı

Çizelge 4.9'de gösterildiği üzere taşınımlı ve taşınımsız koşullar arasında önemli farklılıklar tespit edilmiştir. Çözünme kayıpları üzerinde donma hızının etkili olduğu bilinmektedir. Durgun havada dondurulan ürün, iki taşınımlı ortama göre belirgin oranda yavaş hızla donmuş olduğundan çözünme kayıpları daha fazla gerçekleşmiştir.

Taşınım farklı hızlara ayarlandığı halde donma süreleri birbirine yakın olduğu için, 2 ve 5 m/s için ağırlık kayıpları arasında istatistiksel açıdan farklılık kayda değer bulunmamıştır.

4.4.2 Protein Denatürasyonu

Varyans analizi sonuçlarına göre durgun hava altında dondurulmuş olan numuneler ile donmamış ve taşınım altında dondurulmuş olan numunelerin myosin proteinine ait entalpi değerleri arasında farklılıklar tespit edilmiştir ($P < 0.05$) (Şekil 4.5).



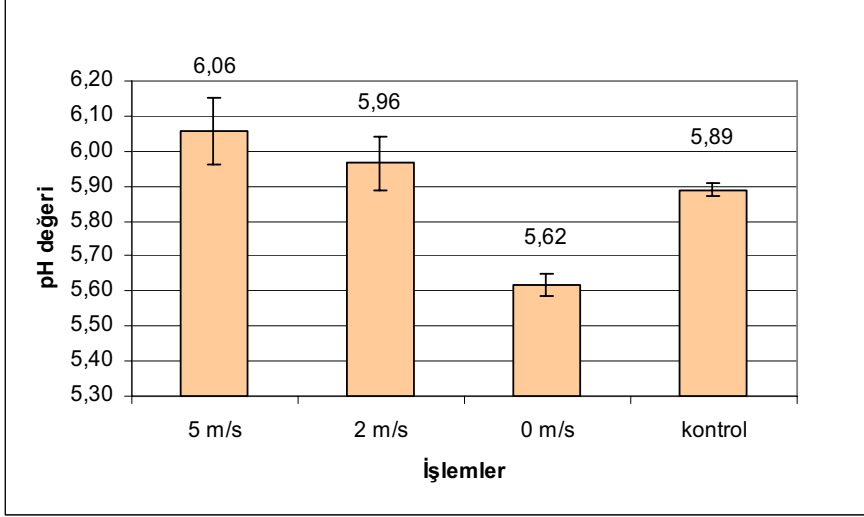
Şekil 4.5 : Stabil -25°C’de farklı hava hızları altında dondurulan etlerin protein denatürasyon derecesi

Taşınımlı ortamlarda hem su kaybı hem de donma hızı açısından bir avantaj sağlandığı için önemli oranda denatürasyon meydana gelmemiştir. Donma süresi uzadıkça ve su kaybı arttıkça denatürasyonun arttığı daha önce de belirtilmişti. Durgun hava altında donmuş ürünlerde su kaybının daha yüksek olması ile iyonik kuvvet ve mekanik etkilere maruz kalma süresinin uzamasının, denatürasyonda artışa neden olduğu düşünülmektedir. Sıcaklık etkisinin incelendiği kısımda da bahsedildiği üzere, donma hızının etkili bir faktör olduğu bu sonuç ile de doğrulanmıştır.

Taşınımın denatürasyon üzerindeki etkisini inceleyen bir çalışma literatürde henüz bulunmamaktadır.

4.4.3 pH Değeri

Proteinlerdeki değişikliklerin takip edilmesi amacıyla incelenen pH değerleri, durgun hava altında donmuş olan numunelerde başlangıca göre düşmüştür (Şekil 4.6). Varyans analizi ile bu düşüş önemli görülmüştür ($P < 0.05$). Durgun hava altında donmuş numunelerde protein denatürasyonu daha yüksek gerçekleşirken, Şekil 4.6’de gözlemlendiği üzere pH düşüşü de en fazla bu numunelerde tespit edilmiştir. Buna karşın sıcaklık ve salınım etkisinin incelendiği kısımda pH ile denatürasyon arasında herhangi bir ilişki tespit edilmemiştir. Dolayısıyla pH değeri üzerinde etkili olan etmenin detaylı başka çalışmalar ile belirlenmesi gerekmektedir.



Şekil 4.6 : Stabil -25°C’de farklı hava hızları altında dondurulan etlerin pH değerleri

4.4.4 Sertlik

Başlangıç durumuna göre tüm koşulların etin sertliğinde önemli bir değişikliğe neden olmadığı tespit edilmiştir. Beklenildiği üzere taşınım etkisi burada da görülmemiştir. Durgun hava ortamının neden olduğu ağırlık kayıplar (~%3) etin sertliğinde bir değişiklik meydana getirmemiştir. Sıcaklık etkisinde incelendiği üzere, -25°C durgun havada donmuş numunelerin kesme kuvvetlerinde de başlangıca göre bir değişiklik meydana gelmediği belirtilmişti (Çizelge 4.11). Dolayısıyla, burada da sertliğin değişmemesi beklenen bir durum olarak karşımıza çıkmaktadır.

Boonsumrej ve diğ. (2007) çalışmalarında, hava hızının artması ile etin sertliğinde artış olduğunu ve bunun nedeninin de yüksek hava hızlarında meydana gelen dehidrasyon olduğunu bildirmişlerdir. Fakat bu çalışmada hava hızının artması ile dehidrasyonun artması söz konusu olmadığı için sertlik değerlerinde de bir değişiklik meydana gelmemiştir.

Görüldüğü üzere etin sertliğinde meydana gelen önemli değişiklikler üzerinde ağırlık kaybının etkili olduğu, bu kaybın en fazla standart buzdolabı ve -18°C stabil sıcaklıkta donma sonucu gerçekleştiği tespit edilmiştir.

Çizelge 4.11 : Stabil -25°C’de farklı hava üfleme hızları altında dondurulan etlerin sertlik değerleri

Kontrol parametresi	HAVA HIZLARI			
	Donmamış et (Kontrol)	5 m/s	2 m/s	0 m/s (durgun hava)
Kesme Kuvveti (N)	25,98±1,52 ^a	24,74±1,40 ^a	25,43±2,26 ^a	25,16±1,76 ^a

¹Ortalama±standart sapma (n=10). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

4.4.5 Renk Değişimi

Çözünme sonrası parlaklık değerlerine bakıldığında tüm numunelerin L ve a* değerlerinde azalma olurken, azalma miktarı en fazla taşınımlı ortamlarda dondurulmuş olan numunelerde gözlenmiştir (Çizelge 4.12).

Çizelge 4.12 : Stabil -25°C’de farklı hava üfleme hızları altında dondurulan etlerin renk değerlerindeki değişim

Renk Skalası	HAVA HIZLARI		
	5 m/s	2 m/s	0 m/s
ΔL	-0,71 ^a	-0,94 ^a	-0,25 ^b
Δa	-0,66 ^a	-0,71 ^a	-0,45 ^b

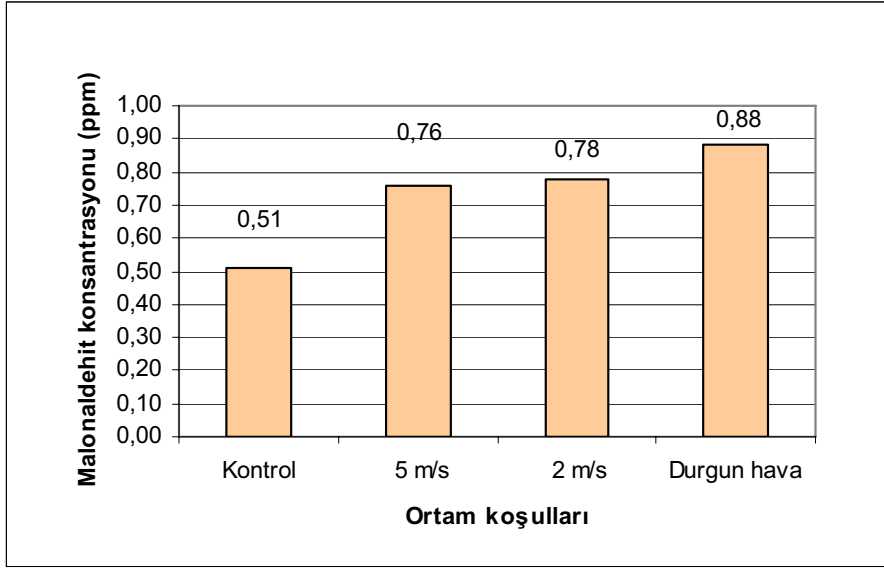
¹Ortalama±standart sapma (n=2). Aynı satırda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar farklıdır (P<0.05).

Durgun hava koşulunda donmuş numunelerde çözünme kayıplarının daha yüksek olması nedeniyle, yüzeyde daha fazla suyun mevcut olması L ve a* değerinin diğerlerine göre daha az oranda düşmesine neden olmuştur.

4.4.6 Lipid oksidasyonu

Uygulanan tüm koşullar sonunda, başlangıca göre malonaldehit konsantrasyonunda önemli bir artış meydana gelmiştir (P<0.05). Buna karşın uygulanan işlemlerin kendi aralarında önemli bir farklılık yaratmadığı tespit edilmiştir (Şekil 4.7).

Diğer sonuçlar da göz önünde bulundurulduğunda, lipit oksidasyonu üzerinde donma süresinin değil, ortam sıcaklığının etkili olduğu bu sonuçlar ile de ortaya konulmaktadır. Lipit oksidasyonu üzerine hava hızının etkisi üzerine herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır.



Şekil 4.7 : Stabil -25°C’de farklı hava hızları altında dondurulan etlerdeki malonaldehit konsantrasyonu

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, farklı dondurucu ortam koşulları yaratmak amacıyla geliştirilen prototip ev tipi bir buzdolabının derin dondurucu bölmesinde dondurulan kırmızı etlerin, bazı kalite özellikleri incelenmiştir. Çalışmada donma hızına etki eden önemli bileşenlerden sıcaklık, sıcaklık salınımı ve hava hızı etkisi incelenmiştir. Farklı stabil sıcaklıklar (-18°C, -25°C ve -35°C) ve hava hızları (durgun hava, 2 m/s ve 5 m/s) çalışılarak standart “No-Frost” derin dondurucu ile karşılaştırma yapılmıştır. Donma hızının birçok kalite özelliğini etkilediği tespit edilmiştir. Donma hızının artması ile, donma sırasında meydana gelen kayıplarda azalma sağlanmıştır. Çözünme kayıplarında önemli azalmaların sağlanması için ise donma hızları açısından önemli farklılıkların meydana getirilmesi gerektiği ortaya çıkmıştır. Örnek olarak, 0.85 ve 1.03 cm/h donma hızları arasında çözünme kayıpları açısından önemli bir fark görünmezken, donma hızı 0.47 ve 0.61 cm/h'ye düştüğünde kayıplar önemli oranda artmıştır. Aynı ortalama sıcaklığa sahip stabil ve salınımlı ortamda donmuş numunelerde, her iki ortamdaki donma süreleri de dehidrasyona sebep verecek derecede uzun olduğu için kayıplar açısından fark görülmemiştir. Donma hızı azaldıkça protein denatürasyonunda da artışlar gözlenmiştir. Protein denatürasyonunda elde edilen sonuçların dehidrasyon ile ilişkili olduğu sonucuna varılmıştır. Dehidrasyon arttıkça, denatürasyon da artmıştır. Donma sırasındaki sıcaklık salınımı, ağırlık kaybını etkilememesine rağmen, rekristalizasyon sırasında iyonların proteinler etrafında tekrar konumlanması nedeniyle denatürasyon derecesinde artış meydana gelmiştir. Proteinlerde meydana gelen değişimlerin, pH ile takip ve tespit edilebilirliğini araştırmak amacıyla arada bir ilişki saptanmaya çalışılmış, fakat bir bağlantı tespit edilememiştir. Farklı koşullar altında pH değerlerinde önemli değişimler saptanmamıştır. Etin sertliğinin en başta dehidrasyon olmak üzere protein denatürasyonundan dolayısıyla donma hızından etkilendiği tespit edilmiştir. Donma hızı azaldıkça et sertliğinde artış gözlenmiştir. Donma sırasındaki salınımın sertlik üzerinde etkili olmadığı tespit edilmiştir. Stabil -25°C ortam sıcaklığında hem durgun hava hem de taşınımlı hale getirilmiş sistemin

dehidrasyon üzerinde olumsuz etkisinin olmaması, etin sertliğinde de bir değişim meydana getirmemiştir. Sıcaklığı -18°C olan hem stabil hem de salınımlı (standart derin dondurucu) ortamların, -25°C ve -35°C gibi daha düşük sıcaklıklara oranla önemli derecede oksidasyonu arttırdığı saptanmıştır. Yine, -25°C 'de ortamın taşınımlı hale getirilmesi, oksidasyonu olumlu veya olumsuz yönde etkilememiştir. Sonuç olarak, oksidasyon üzerinde donma hızı değil sıcaklığın mertebesi etkili olmuştur. Donma hızlarında yaratılan büyük farklar, parlaklık (L) değerleri üzerinde bir etkiye neden olmaktadır. L değerinin, özellikle çözünme kayıpları ile ilişkili olduğu tespit edilmiştir. Çok düşük donma hızlarında (-18°C stabil ve salınımlı ortamda) yüzeye taşınan süzüntünün miktarının daha yüksek olması, ürün yüzeyinin daha parlak görünmesine neden olmuştur. Stabil -25°C ve -35°C sıcaklıklarda çözünme kayıpları açısından önemli bir farkın meydana gelmemesi nedeniyle parlaklık değerlerinde de bir fark tespit edilmemiştir. Taşınımlı sistemde de çözünme kaybı en yüksek durgun havada meydana geldiği için parlaklık değerinde en az azalma bu işlemde elde edilmiştir. Ete rengini veren pigmentlerin süzüntü ile yüzeye taşınması nedeniyle, genel olarak önemli bir fark görülmesi de kırmızılık değerleri daha yüksek tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, kalite parametreleri üzerinde büyük farkların gerçekleştirilmesi için hem sıcaklık derecesi hem de donma hızları bakımından büyük farkların oluşturulması gerekmektedir. Genel olarak, -25°C ve -35°C 'nin etkileri arasında önemli bir farklılık gözlenmezken, hem salınımlı hem stabil -18°C sıcaklık değerinin kalite üzerinde belirgin olumsuz etkilere neden olduğu saptanmıştır. Bu durumda, kırmızı et kalitesi açısından buzdolabı derin dondurucu ortamı için yapılacak bir iyileştirme durumunda, sıcaklığı -25°C 'ye düşürmenin yeterli görüldüğü, daha düşük sıcaklıklara (-35°C) inilmesinin enerji verimliliği açısından gerekli olmadığı söylenebilmektedir. Yine ortamın taşınımlı hale getirilmesi ile donma süresi, ağırlık kayıpları ve denatürasyon açısından bir avantaj sağlamaktadır. Bununla birlikte, birçok kalite üzerinde donma hızının etkisi düşünüldüğünde, prototip üzerinde sıcaklığın düşürülmesinden ziyade hava hızının artırılması daha kolay uygulanabilir bir iyileştirme olarak karşımıza çıkmaktadır.

Ev tipi buzdolapları üzerinde, donma sonrasındaki kalitenin incelenmesini içeren herhangi bir araştırmaya rastlanmaması nedeniyle yapılan bu çalışma ile literatüre önemli katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Donma sırasında meydana gelen

değişimlerin depolama sürecini ne şekilde etkileyeceğini tespit etmek amacıyla başka bir çalışma ile depolama etkisinin incelenmesinin faydalı olacağı tahmin edilmektedir.

KAYNAKLAR

- Acker, J.P. and Croteau, I.M.**, 2004. Pre- and post-thaw assessment of intracellular ice formation, *Journal of Microscopy*, **215**, 131–138.
- Anderson, B.A., Sun, S., Erdogdu, F. and Singh, R.P.**, 2004. Thawing and freezing of selected meat products in household refrigerators, *International Journal of Refrigeration*, **27**, 63–72.
- Bail, L.B.**, 2004. Freezing processes: physical aspects, in *Handbook of Frozen Foods*. Eds. Hui, Y.H. ve diğ., Marcel Dekker Inc, USA
- Bett, K.L. and Grimm, C.C.**, 1999. Flavor and Aroma-Its Measurement, in *Quality Attributes and Their Measurement in Meat, Poultry and Fish Products*, Chapter 8, pp 202-221, Eds. Pearson, A.M. and Dutson, T.R., Aspen Publication, Maryland.
- Bircan, C. and Barringer, S.A.**, 2002. Determination of Protein Denaturation of muscle foods using dielectric properties, *Journal of Food Science*, **67**, 202-205.
- Boles, J.A. and Pegg, R.**, n.a., Meat Color, Montana State University and Saskatchewan Food Product Innovation Program, University of Saskatchewan, Canada.
- Boonsumrej, S., Chaiwanichsiri, S., Tantratian, S., Suzuki, T. and Takai, R.**, 2007. Effects of freezing and thawing on the quality changes of tiger shrimp (*Penaeus monodon*) frozen by air-blast and cryogenic freezing, *Journal of Food Engineering*, **80**, 292-299.
- Calkins, C.R. and Hodgen, J.M.**, 2007. A fresh look at meat flavor, *Meat Science*, **77**, 63–80.
- Campañone, L.A., Salvadori, V.O. and Mascheroni, R.H.**, 2005. Food freezing with simultaneous surface dehydration: approximate prediction of freezing time, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, **48**, 1205–1213.
- Campañone, L.A., Salvadori, V.O. and Mascheroni, R.H.**, 2001. Weight loss during freezing and storage of unpackaged foods, *Journal of Food Engineering*, **47**, 69-79.
- Campo, M.M.**, 1999. Influencia de la raza sobre la textura y las características sensoriales de la carne bovina a lo largo de la maduración, Doctorate Tesis. University of Zaragoza, Spain.
- Cao, E., Chen, Y., Cui, Z. and Foster, P.R.**, 2003. Effect of Freezing and Thawing Rates on Denaturation of Proteins in Aqueous Solutions, *Biotechnology and Bioengineering*, **82**, 684-690.

- Conforth, D.**, 1999. Color - its basis and importance, in *Quality Attributes and Their Measurement in Meat, Poultry and Fish Products*, Chapter 2, pp 34-68, Eds. Pearson, A.M. and Dutson, T.R., Aspen Publication, Maryland.
- Dubois C.W., Tressler D. K. and Fenton, F.**, 1940. Influence of rate of freezing and temperature of storage on quality of frozen meat, *Proceedings of Industrial Food Technology*, **167**.
- Estrada-Flores, S.**, 2002. Novel Cryogenic Technologies for The Freezing of Food Products, in *The Official Journal of AIRAH*, Australian Institute of Refrigeration Air Conditioning & Heating.
- Farouk, M.M., Wieliczko, K.J. and Merts, I.**, 2003. Ultra-fast freezing and low storage temperatures are not necessary to maintain the functional properties of manufacturing beef, *Meat Science*, **66**, 171–179.
- Fernandez, P.P., Otero, L., Martino, M.M., Molina-Garcia, A.D. and Sanz, P.D.**, 2008. High-pressure shift freezing: recrystallization during storage, *Eur Food Res Technol*, **227**, 1367–1377.
- Geankoplis, C.J.**, 2003. Principles of Unsteady-State Heat Transfer, in *Transport Processes and Separation Processes Principles*, Eds. Geankoplis, C.J., Chapter 5., Page 357-399, Prentice Hall, NJ, USA.
- Giannakourou, M.C., Taoukis, P.S. and Nychas, G.J.E.**, 2005. Monitoring and control of the cold chain, in *Handbook of Frozen Food Processing and Packaging*. Chapter 14, Eds. Sun, D.W. CRC Press, Boca Raton, USA.
- Gray, J.I., Pearson, A.M. and Monahan, F.J.**, 1999. Flavor and Aroma Problems and Their Measurement in Meat, Poultry and Fish Products, in *Quality Attributes and Their Measurement in Meat, Poultry and Fish Products*, Chapter 10, pp 250-278, Eds. Pearson, A.M. and Dutson, T.R., Aspen Publication, Maryland.
- Grujic, R., Petrovic, L., Pikula, B. and Amidzic, L.**, 1993. Definition of the Optimum Freezing Rate-1. Investigation of Structure and Ultrastructure of Beef *M. longissimus dorsi* Frozen at Different Freezing Rates, *Meat Science*, **33**, 301-318.
- Hansen, E., Trinderup, R.A., Hviid, M., Darr, M., and Skibsted, L.H.**, 2003. Thaw drip loss and protein characterization of drip from air-frozen, cryogen-frozen, and pressure-shift-frozen pork longissimus dorsi in relation to ice crystal size, *Eur Food Res Technol*, **218**, 2–6.
- Farag, H. and Korashy, N.**, 2006, Lactic Acid and pH as Indication for Bacterial Spoilage of Meat and Some Meat Products, *Journal of Applied Sciences Research*, **8**, 522-528.
- Honikel, K.O.**, 1998. Reference Methods for the Assessment of Physical Characteristics of Meat, *Meat Science*, **49**, 447-457.
- Ishiguro, H., and Horimizu, T.**, 2008. Three-dimensional microscopic freezing and thawing behavior of biological tissues revealed by real-time imaging using confocal laser scanning microscopy, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, **51**, 5642–5649.

- Jiang, S.T. and Lee, T.C.**, 2004. Freezing seafood and seafood products: principles and applications, in *Handbook of Frozen Foods*. Chapter 16, Eds. Hui ve diğ., Marcel Dekker Inc, USA.
- Jakobsson, B. and Bengtsson, N.**, 1973. Freezing of Raw Beef: Influence of Aging, Freezing rate and Cooking Method on Quality and Yield, *Journal of Food Science*, **38**, 560-565.
- James, S. J. and James, C.**, 2002a. Drip Production in Meat Refrigeration, in *Meat Refrigeration*, Chapter 2, pp 21-41, Eds., James, S.J., James, C., Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England.
- James, S.J. and James, C.**, 2002b. Effect of Refrigeration on Texture of Meat, in *Meat Refrigeration*, Chapter 3, Eds James, S.J. and James, C., Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England.
- Joo, S.T., Kauffman, R.G., Kim, B.C. and Park, G.B.**, 1999. The relationship of sarcoplasmic and myofibrillar protein solubility to colour and water holding capacity in porcine longissimus muscle, *Meat Science*, **52**, 291-297.
- Karel, M. and Lund, D.**, 2003. Freezing, in *Physical Principles of Food Preservation*, Second Edition, Chapter 8, pp 276-327 , Eds. Karel, M. and Lund, D., Marcel Dekker, Inc., New York, USA.
- Kerr, W.L.**, 2004. Texture in frozen foods, in *Handbook of Frozen Foods*, Chapter 8, Eds. Hui, Y.H. ve diğ. Marcel Dekker, Inc., New York, USA.
- Lawrie, R.A.**, 1977. Ciencia de la carne. 2a Edición Española, Traducción por los profesores doctores A. Marcos Barrado y M. Asunción Esteban Quílez. Capitulo:10. Calidad organoléptica de la carne. Editorial Acribia, Zaragoza, España, pp. 325-399.
- Li, X.**, 2008. Effects of Protein Modification on Textural Properties and Water Holding Capacity of Heat Induced Turkey Breast Meat Gels, Master Thesis, University of Saskatchewan, Canada.
- Lim, M.H., McFetridge, J.E. and Liesebach, J.**, 2004. Frozen Food Components and Chemical Reactions, in *Handbook of Frozen Foods*, Chapter 5, pp 67-83, Eds. Hui, Y.H. et All, Marcel Dekker, Inc., New York, USA.
- Montgomery, T. and Leheska, J.**, n.a., Effects of Various Management Practices on Beef-Eating quality.
- Mascheroni, R.H. and Salvadori, V.O.**, 2006. Household Refrigerators and Freezers, in *Handbook of Frozen Food Processing and Packaging*. Ed. Sun, D W., Chapter 13, pp 260-277, CRC Press, USA.
- Macdougall, D.B.**, 1999. Colour of Meat, in *Quality Attributes and Their Measurement in Meat, Poultry and Fish Products*, Chapter 3, pp 79-92, Eds. Pearson, A.M. and Dutson, T.R., Aspen Publication, Maryland.
- Malton, R. and James, S. J.**, 1984. Using refrigeration to reduce weight loss from meat, *Proc. Symp. Profitability of Food Processing – 1984 Onwards – The Chemical Engineers Contribution*, Pub Ichem E, 207–217.

- Mancini, R.A. and Hunt, M.C.**, 2005. Current research in meat color, *Meat Science*, **71**,100–121.
- Ngapo, T.M., Babare, I.H., Reynolds, J. and Mawson, R.F.**, 1999a. A preliminary investigation of the effects of frozen storage on samples of pork, *Meat Science*, **53**, 169-177.
- Ngapo, T.M., Babare, I.H., Reynolds, J. and Mawson, R.F.**, 1999b. Freezing and Thawing Rate Effects on Drip Loss from Samples of Pork, *Meat Science*, **53**, 149-158.
- Perez-Alvarez, J.A., Fernandez-Lopez, J. and Rosmini, M.R.**, 2004. Chemical and Physical Aspects of Color in Frozen Muscle-Based Foods, in *Handbook of Frozen Foods*, Chapter 13, Ed. Hui, Y.H. ve diğ., Marcel Dekker, Inc., New York, USA.
- Pérez-Chabela, M.L. and Mateo-Oyagüe, J.**, 2004. Frozen Meat: Quality and Shelf Life, in *Handbook of Frozen Foods* Eds. Hui, Y.H. ve diğ., Chapter 12, Marcel Dekker, Inc., New York, USA.
- Petrovic, L., Grujic, R. and Petrovic, M.**, 1993. Definition of the Optimum Freezing Rate-2. Investigatioén of the Physico-Chemical Properties of Beef *M. longissimus dorsi* Frozen at Different Freezing Rates, *Meat Science*, **33**, 319-331.
- Pham, Q.T. and Mawson, R.K.**, 1997. Moisture Migration and Ice Recrystallization in Frozen Foods, in *Quality in Frozen Food*, Eds. Erickson, M.C., Hung, Y.C., Chapter 5, pp 67-87, Chapman & Hall, New York.
- Rahelic, S. and Puac, S.**, 1985a. Structure of Beef *Longissimus dorsi* Muscle Frozen at Various Temperature: Part 1- Histological Changes in Muscle Frozen at -10, -22, -33, -78, -115 and -196°C, *Meat Science*, **14**, 63-72.
- Rahelic, S., Gawwad, A. H. and Puac, S.**, 1985b. Structure of Beef *Longissimus dorsi* Muscle Frozen at Various Temperature: Part 2- Ultrastructure of Muscles Frozen at -10, -22, -33, -78 and -115°C, *Meat Science*, **14**, 73-81.
- Rahman, M.S. and Velez-Ruiz, J.F.**, 2007. Food Preservation by Freezing, in *Handbook of Food Preservation*, 2007, Chapter 26, pp 636-656, Ed. Rahman, M.S., CRC Press Taylor & Francis Group, USA.
- Ramaswamy, H. and Marcotte, M.**, 2006. Low Temperature Preservation, in *Food Processing: Principles and Applications*, Chapter 4, pp 169-230, Eds. Ramaswamy, H. and Marcotte, M., CRC Press Taylor & Francis Group, USA.
- Roos, Y.H.**, 1995. Food Components and Polymers, in *Phase Transitions in Foods*, Chapter 5, pp 133-136, Eds. Roos, Y.H., Academic Pres, San Diego.
- Sakata, R, Oshida, T., Morita, H. and Nagata, Y.**, 1995. Physico-Chemical and Processing Quality of Porcine *M. Longissimus dorsi* Frozen at Different Temperatures, *Meat Science*, **39**, 277-284.
- Sebranek, J.G., Sang, P.N., Topel, D.G. and Rust, R.E.**, 1979. Effects of Freezing Methods and Frozen Storage on Chemical Characteristics of Ground Beef Patties, *Journal of Animal Science*, **48**, 1101-1108.

- Schubring, R.**, 1999. DSC studies on deep frozen fishery products, *Thermochimica Acta*, **337**, 89-95.
- Sikorski, Z.E.**, 1978. Protein Changes in Muscle Foods due to Freezing and Frozen Storage, *International Journal of Refrigeration*, **3**, 173-180.
- Silva, J.L. and Stojanovic, J.**, n.a., Freezing, Department of Food Science, Nutrition and Health Promotion, Mississippi State University, www.msstate.edu/org/silvalab/FREEZING%20.pdf, 5 Temmuz 2007.
- Stalikas, C.D. and Konidari, C.N.**, 2001. Analysis of Malondialdehyde in Biological Matrices by Capillary Gas Chromatography with Electron-Capture Detection and Mass Spectrometry, *Analytical Biochemistry*, **290**, 108–115.
- Sun, D.W. and Zheng, L.**, 2006. Innovations in Freezing Process, in *Handbook of Frozen Food Processing and Packaging*, Chapter 8, pp 175-192, Eds. Sun, D.W., CRC Press Taylor & Francis Group, USA.
- Tomas, M.C. and Anon, M.C.**, 1990. Study on the Influence of Freezing Rate on Lipid Oxidation in Fish (Salmon) and Chicken Breast Muscles, *International Journal of Food Science and Technology*, **25**, 718-721.
- Ulu, H.**, 2004. Evaluation of three 2-thiobarbituric acid methods for the measurement of lipid oxidation in various meats and meat products, *Meat Science*, **67**, 683–687.
- Url-1**<http://www.unido.org/fileadmin/import/32111_18FreezingMethods.10.pdf>, alındığı tarih : 22.10.2009
- Url-2**<<http://tr.wikipedia.org/wiki/Protein>>, alındığı tarih : 06.04.2009
- Url-3**<http://en.wikipedia.org/wiki/Protein_denaturation>, alındığı tarih: 30.03.2009
- Venugopal, V.**, 2006. Quick Freezing and Individually Quick Frozen Products, in *Seafood Processing: Adding Value Through Quick Freezing, Retortable Packaging and Cook-Chilling*, Chapter 4, pp 95-139, Ed. Venugopal, V., CRC Press Taylor & Francis Group, USA
- Wagner, J.R. and Anon, M.C.**, 1985. Effect of freezing rate on the denaturation of myofibrillar proteins, *Journal of Food Technology*, **20**, 735-744.
- Wheeler, T.L., Shackelford, S.D. and Koochmaraie, M.**, 2005. Shear Force Procedures for Meat Tenderness Measurement, Roman L. Hruska U. S. Meat Animal Research Center, USA.
- Xiong, Y.L.**, 1997. Protein Denaturation and Functionality Losses, in *Quality in Frozen Food*, Eds. Erickson, M.C. and Hung, Y.C., Chapter 8, pp 111-140, Chapman & Hall, New York.
- Xiong, Y.L., Ho, C.T. and Shahidi, F.**, 1999. Quality characteristics of muscle foods, in *Quality attributes of muscle foods*. Chapter 1, Eds. Xiong ve diğ., Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, USA.
- Young, O.A. and West, J.**, 2001. Meat Color, in *Meat Science and Application*, Chapter 3, pp 39-71, Eds. Hui, Y.H. ve diğ., Marcel Dekker, Inc., New York, USA.

- Zaritzky, N.**, 2006. Physical–Chemical Principles in Freezing, in *Handbook of Frozen Food Processing and Packaging*, Chapter 1, pp 4-27, Eds. Sun, D.W., CRC Press Taylor & Francis Group, USA
- Zayas, J. F.**, 1997. Solubility of Proteins, in *Functionality of Proteins in Food*, Chapter 1, pp 6-67, Eds. Zayas, J. F., Springer-Verlag, Berlin, Germany.

EKLER

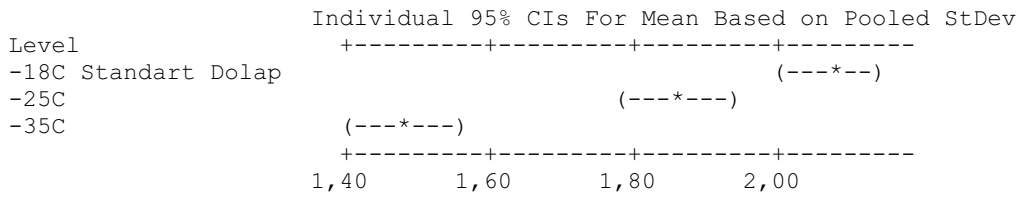
EK-1A. Sıcaklık Etkisi İstatistiksel Analiz Sonuçları

One-way ANOVA: Donma Kaybı versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEM_3	2	0,53409	0,26704	87,66	0,000
Error	6	0,01828	0,00305		
Total	8	0,55237			

S = 0,05520 R-Sq = 96,69% R-Sq(adj) = 95,59%

Level	N	Mean	StDev
-18C Standart Dolap	3	2,0703	0,0663
-25C	3	1,8539	0,0683
-35C	3	1,4805	0,0085



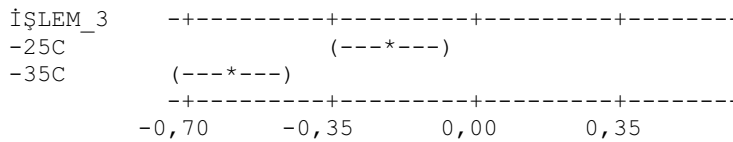
Pooled StDev = 0,0552

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEM_3

Individual confidence level = 97,80%

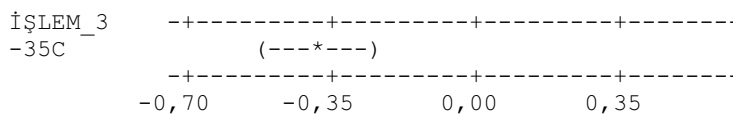
İŞLEM_3 = -18C Standart Dolap subtracted from:

İŞLEM_3	Lower	Center	Upper
-25C	-0,35471	-0,21641	-0,07810
-35C	-0,72809	-0,58978	-0,45148



İŞLEM_3 = -25C subtracted from:

İŞLEM_3	Lower	Center	Upper
-35C	-0,51168	-0,37338	-0,23507



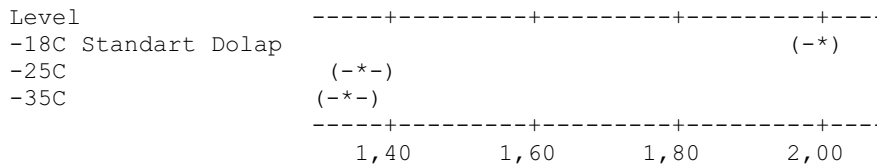
One-way ANOVA: Çözünme Kaybı versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEM_3	2	0,820722	0,410361	546,17	0,000
Error	6	0,004508	0,000751		
Total	8	0,825231			

S = 0,02741 R-Sq = 99,45% R-Sq(adj) = 99,27%

Level	N	Mean	StDev
-18C Standart Dolap	3	1,9900	0,0300
-25C	3	1,3586	0,0356
-35C	3	1,3406	0,0094

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev



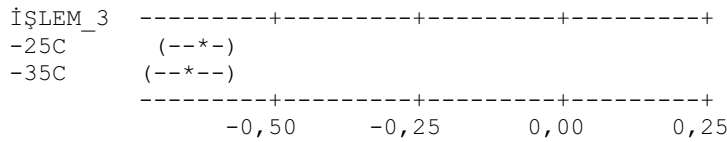
Pooled StDev = 0,0274

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 97,80%

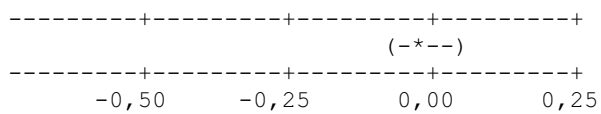
İŞLEM_3 = -18C Standart Dolap subtracted from:

İŞLEM_3	Lower	Center	Upper
-25C	-0,70004	-0,63136	-0,56268
-35C	-0,71813	-0,64944	-0,58076



İŞLEM_3 = -25C subtracted from:

İŞLEM_3	Lower	Center	Upper
-35C	-0,08677	-0,01808	0,05060

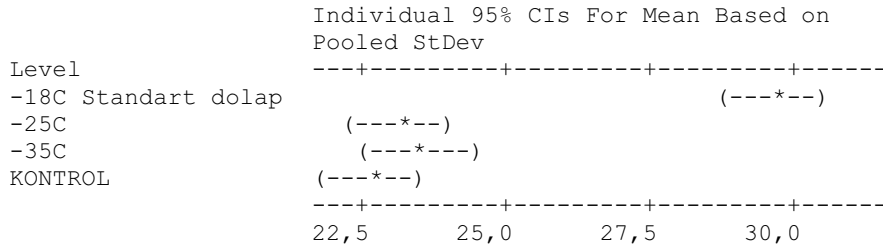


One-way ANOVA: SERTLİK versus İŞLEM

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEM	3	322,31	107,44	52,71	0,000
Error	36	73,38	2,04		
Total	39	395,69			

S = 1,428 R-Sq = 81,46% R-Sq(adj) = 79,91%

Level	N	Mean	StDev
-18C Standart dolap	10	29,635	1,152
-25C	10	23,202	1,590
-35C	10	23,497	1,748
KONTROL	10	22,652	1,116

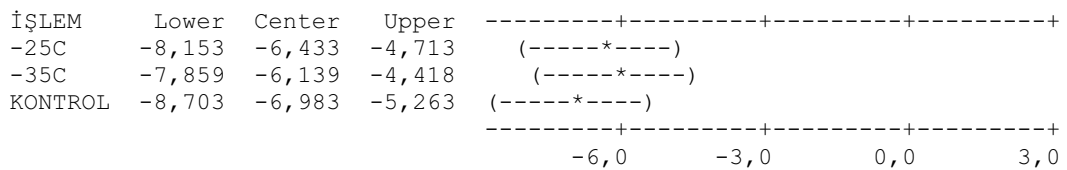


Pooled StDev = 1,428

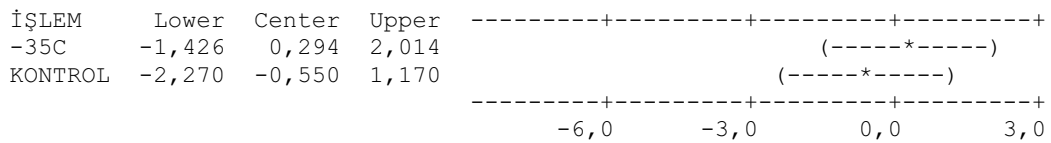
Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEM

Individual confidence level = 98,93%

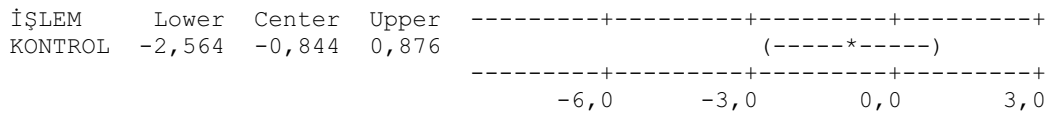
İŞLEM = -18C Standart dolap subtracted from:



İŞLEM = -25C subtracted from:



İŞLEM = -35C subtracted from:

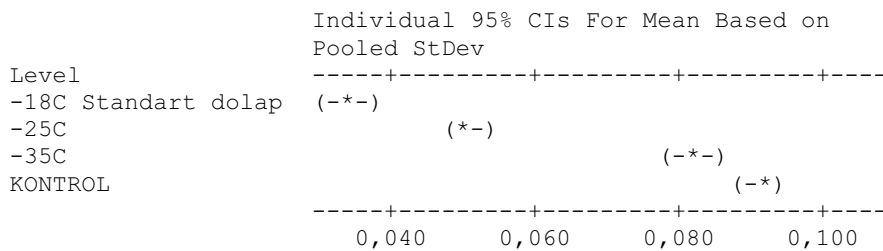


One-way ANOVA: PROTEİN DENATÜRASYONU versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEM_2	3	0,0170978	0,0056993	261,14	0,000
Error	28	0,0006111	0,0000218		
Total	31	0,0177088			

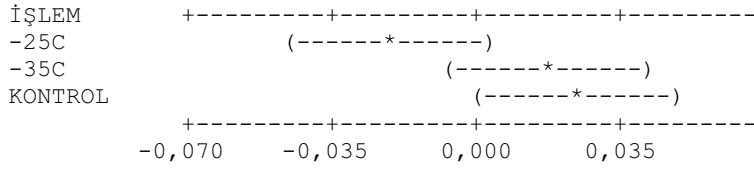
S = 0,004672 R-Sq = 96,55% R-Sq(adj) = 96,18%

Level	N	Mean	StDev
-18C Standart dolap	8	0,033987	0,005151
-25C	8	0,050869	0,002436
-35C	8	0,081815	0,004808
KONTROL	8	0,091344	0,005632



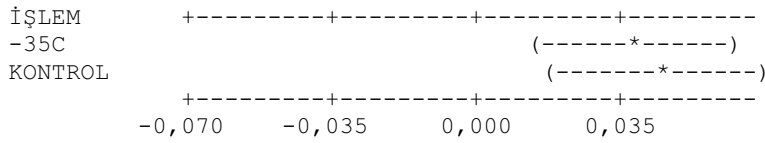
Pooled StDev = 0,004672

İŞLEM	Lower	Center	Upper
-25C	-0,04558	-0,02060	0,00438
-35C	-0,00718	0,01780	0,04278
KONTROL	-0,00158	0,02340	0,04838



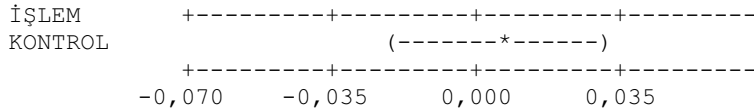
İŞLEM = -25C subtracted from:

İŞLEM	Lower	Center	Upper
-35C	0,01342	0,03840	0,06338
KONTROL	0,01902	0,04400	0,06898



İŞLEM = -35C subtracted from:

İŞLEM	Lower	Center	Upper
KONTROL	-0,01938	0,00560	0,03058

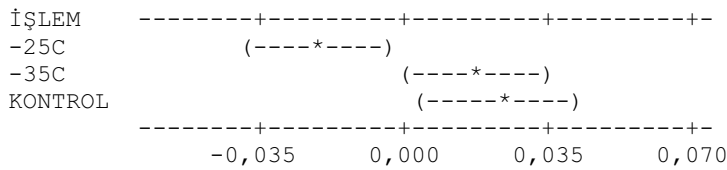


Fisher 95% Individual Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEM

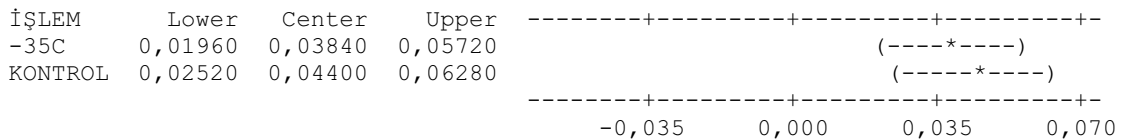
Simultaneous confidence level = 80,32%

İŞLEM = -18C Standart dolap subtracted from:

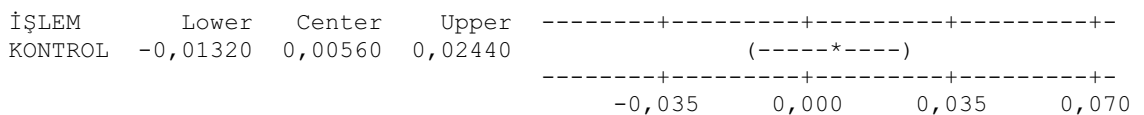
İŞLEM	Lower	Center	Upper
-25C	-0,03940	-0,02060	-0,00180
-35C	-0,00100	0,01780	0,03660
KONTROL	0,00460	0,02340	0,04220



İŞLEM = -25C subtracted from:



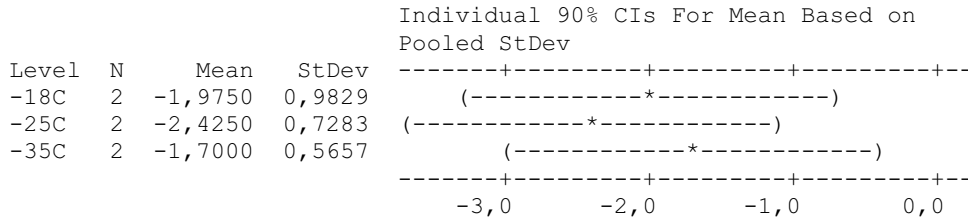
İŞLEM = -35C subtracted from:



One-way ANOVA: a değeri versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
işlemler	2	0,536	0,268	0,44	0,679
Error	3	1,816	0,605		
Total	5	2,352			

S = 0,7781 R-Sq = 22,78% R-Sq(adj) = 0,00%

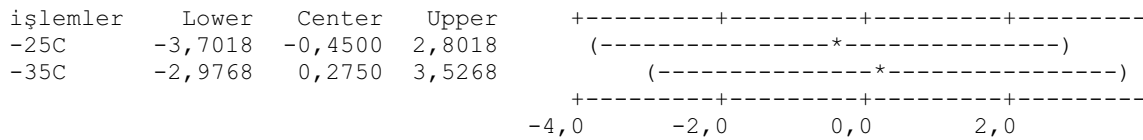


Pooled StDev = 0,7781

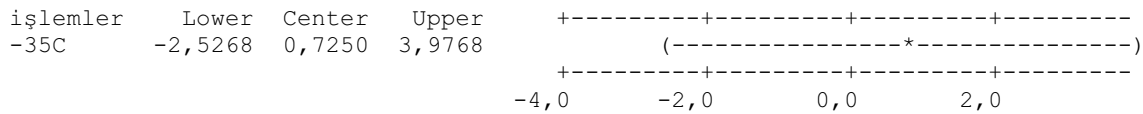
Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of işlemler

Individual confidence level = 97,50%

işlemler = -18C subtracted from:



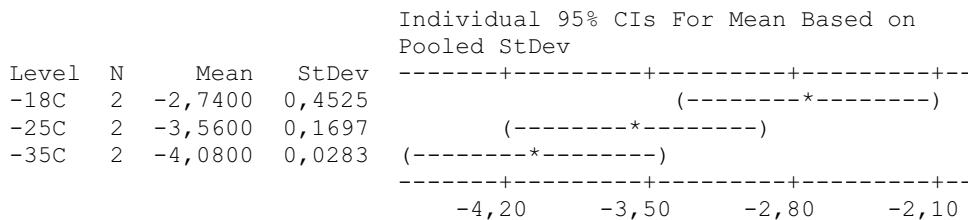
işlemler = -25C subtracted from:



One-way ANOVA: L değeri versus işlemler

Source	DF	SS	MS	F	P
işlemler	2	1,8256	0,9128	11,68	0,038
Error	3	0,2344	0,0781		
Total	5	2,0600			

S = 0,2795 R-Sq = 88,62% R-Sq(adj) = 81,04%

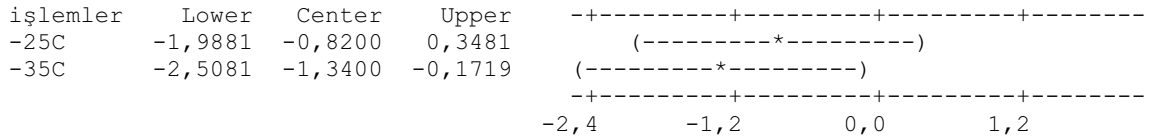


Pooled StDev = 0,2795

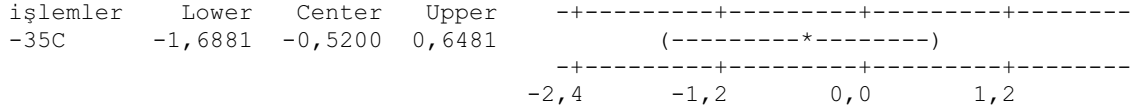
Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of işlemler

Individual confidence level = 97,50%

işlemler = -18C subtracted from:



işlemler = -25C subtracted from:

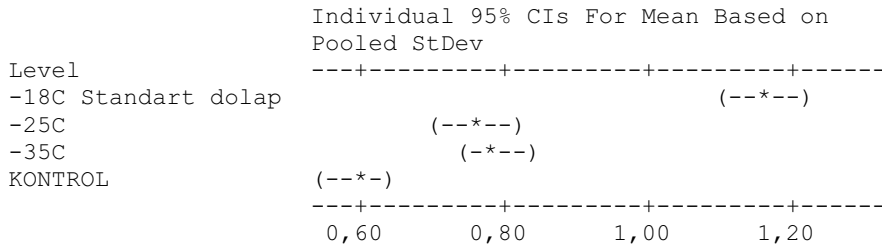


One-way ANOVA: OKSİDASYON versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEM_2	3	1,35350	0,45117	79,92	0,000
Error	28	0,15806	0,00564		
Total	31	1,51156			

S = 0,07513 R-Sq = 89,54% R-Sq(adj) = 88,42%

Level	N	Mean	StDev
-18C Standart dolap	8	1,1568	0,1224
-25C	8	0,7635	0,0580
-35C	8	0,7863	0,0485
KONTROL	8	0,5930	0,0435

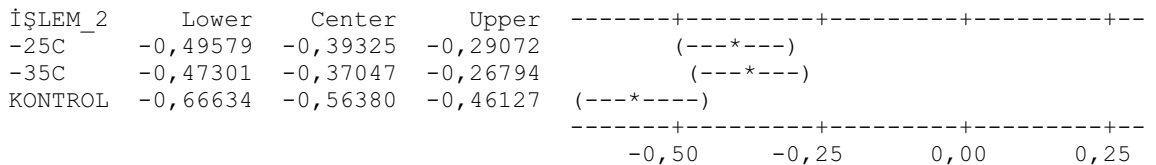


Pooled StDev = 0,0751

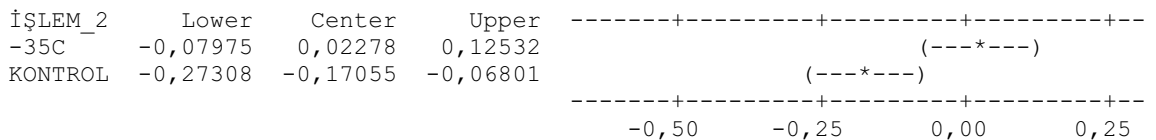
Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 98,92%

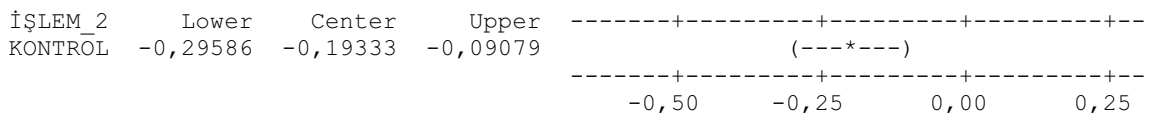
İŞLEM_2 = -18C Standart dolap subtracted from:



İŞLEM_2 = -25C subtracted from:



İŞLEM_2 = -35C subtracted from:



EK-1B. Salınım etkisinin sonuçlarına ait istatistiksel analizler

One-way ANOVA: Donma Kaybı versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER1	1	0,01652	0,01652	4,20	0,110
Error	4	0,01573	0,00393		
Total	5	0,03225			

S = 0,06272 R-Sq = 51,22% R-Sq(adj) = 39,02%

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev

Level	N	Mean	StDev
-18C SALINIMLI	3	2,0703	0,0663
-18C STABİL	3	2,1752	0,0589

2,000 2,080 2,160 2,240

Pooled StDev = 0,0627

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 95,00%

İŞLEMLER1 = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER1	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,03723	0,10494	0,24712

İŞLEMLER1	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,10	0,00	0,10

0,20

One-way ANOVA: Çözünme Kaybı versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER1	1	0,00327	0,00327	1,27	0,322
Error	4	0,01027	0,00257		
Total	5	0,01353			

S = 0,05066 R-Sq = 24,14% R-Sq(adj) = 5,17%

Level	N	Mean	StDev
-18C SALINIMLI	3	1,9900	0,0300
-18C STABİL	3	1,9433	0,0651

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev

Level	Lower	Center	Upper
-18C SALINIMLI	1,860	1,920	1,980
-18C STABİL	1,860	1,920	1,980

2,040

Pooled StDev = 0,0507

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER1

Individual confidence level = 95,00%

İŞLEMLER1 = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER1	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,16152	-0,04667	0,06818

İŞLEMLER1	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,140	-0,070	0,000
			0,070

One-way ANOVA: pH versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER	2	0,04508	0,02254	11,05	0,000
Error	27	0,05509	0,00204		
Total	29	0,10017			

S = 0,04517 R-Sq = 45,00% R-Sq(adj) = 40,93%

Level	N	Mean	StDev	Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev			
-18C SALINIMLI	10	6,1451	0,0100	(-----*-----)			
-18C STABİL	10	6,0741	0,0454	(------*-----)			
KONTROL	10	6,0550	0,0630	(------*-----)			

Pooled StDev = 0,0452

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 98,04%

İŞLEMLER = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,12114	-0,07100	-0,02086
KONTROL	-0,14024	-0,09010	-0,03996

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,120	-0,060	0,000
KONTROL			0,060

İŞLEMLER = -18C STABİL subtracted from:

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
KONTROL	-0,06924	-0,01910	0,03104

One-way ANOVA: PROTEİN DENATÜRASYONU versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER	2	0,0018535	0,0009268	172,66	0,000
Error	27	0,0001449	0,0000054		
Total	29	0,0019985			

S = 0,002317 R-Sq = 92,75% R-Sq(adj) = 92,21%

Level	N	Mean	StDev
-18C SALINIMLI	10	0,026327	0,001487
-18C STABİL	10	0,041412	0,002117
KONTROL	10	0,044231	0,003068

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev

```

Level          -----+-----+-----+-----+-----+
-18C SALINIMLI (-*-)
-18C STABİL          (-*--)
KONTROL          (---*-)
Level          -----+-----+-----+-----+
                0,0300  0,0360  0,0420  0,0480

```

Pooled StDev = 0,002317

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 98,04%

İŞLEMLER = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	0,012513	0,015085	0,017657
KONTROL	0,015332	0,017904	0,020476

```

İŞLEMLER          -----+-----+-----+-----+
-18C STABİL          (---*---)
KONTROL          (---*---)
Level          -----+-----+-----+-----+
                0,0000  0,0070  0,0140  0,0210

```

İŞLEMLER = -18C STABİL subtracted from:

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
KONTROL	0,000247	0,002819	0,005391

```

İŞLEMLER          -----+-----+-----+-----+
KONTROL          (---*---)
Level          -----+-----+-----+-----+
                0,0000  0,0070  0,0140  0,0210

```

One-way ANOVA: SERTLİK versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER	2	54,821	27,411	80,87	0,000
Error	27	9,152	0,339		
Total	29	63,973			

S = 0,5822 R-Sq = 85,69% R-Sq(adj) = 84,63%

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev

Level	N	Mean	StDev
-18C SALINIMLI	10	18,845	0,600
-18C STABİL	10	18,924	0,441
KONTROL	10	16,017	0,680

```

Level          -----+-----+-----+-----+
-18C SALINIMLI          (---*---)
-18C STABİL          (---*---)
KONTROL          (---*---)
Level          -----+-----+-----+-----+
                16,0      17,0      18,0      19,0

```

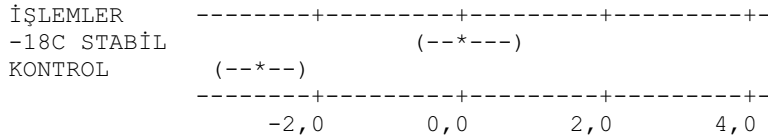
Pooled StDev = 0,582

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

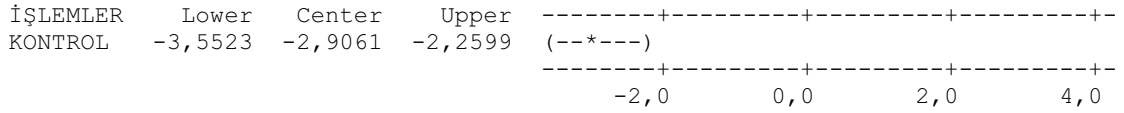
Individual confidence level = 98,04%

İŞLEMLER = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,5676	0,0786	0,7248
KONTROL	-3,4737	-2,8275	-2,1813



İŞLEMLER = -18C STABİL subtracted from:



One-way ANOVA: a değeri versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER1_1	1	0,04410	0,04410	8,48	0,100
Error	2	0,01040	0,00520		
Total	3	0,05450			

S = 0,07211 R-Sq = 80,92% R-Sq(adj) = 71,38%

Level	N	Mean	StDev	Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev
-18C SALINIMLI	2	-0,42000	0,05657	(-----*-----)
-18C STABİL	2	-0,63000	0,08485	(-----*-----)

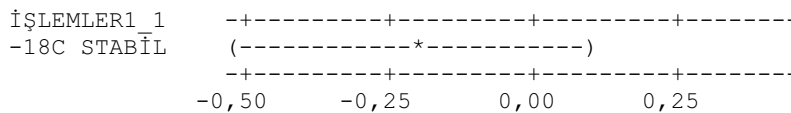
Pooled StDev = 0,07211

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 95,00%

İŞLEMLER1_1 = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER1_1	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,52027	-0,21000	0,10027



One-way ANOVA: L değeri versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER1_1	1	0,00640	0,00640	1,42	0,355
Error	2	0,00900	0,00450		
Total	3	0,01540			

S = 0,06708 R-Sq = 41,56% R-Sq(adj) = 12,34%

Level	N	Mean	StDev	Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev
-18C SALINIMLI	2	-0,45000	0,04243	(-----*-----)
-18C STABİL	2	-0,37000	0,08485	(-----*-----)

Pooled StDev = 0,06708

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
 All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 95,00%

İŞLEMLER1_1 = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER1_1	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,20863	0,08000	0,36863

```

İŞLEMLER1_1  +-----+-----+-----+-----+-----+
-18C STABİL  (-----*-----)
              +-----+-----+-----+-----+
              -0,20      0,00      0,20      0,40
  
```

One-way ANOVA: OKSİDASYON versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEMLER	2	0,21750	0,10875	52,09	0,000
Error	27	0,05637	0,00209		
Total	29	0,27387			

S = 0,04569 R-Sq = 79,42% R-Sq(adj) = 77,89%

Level	N	Mean	StDev
-18C SALINIMLI	10	0,92410	0,02998
-18C STABİL	10	0,88420	0,06868
KONTROL	10	0,72686	0,02545

```

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev
Level
-18C SALINIMLI  +-----+-----+-----+-----+
-18C STABİL    (---*---)
KONTROL        (---*---)
              +-----+-----+-----+-----+
              0,700      0,770      0,840      0,910
  
```

Pooled StDev = 0,04569

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
 All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 98,04%

İŞLEMLER = -18C SALINIMLI subtracted from:

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
-18C STABİL	-0,09061	-0,03990	0,01082
KONTROL	-0,24795	-0,19724	-0,14652

```

İŞLEMLER  +-----+-----+-----+-----+
-18C STABİL  (----*----)
KONTROL     (----*----)
            +-----+-----+-----+-----+
            -0,24      -0,12      0,00      0,12
  
```

İŞLEMLER = -18C STABİL subtracted from:

İŞLEMLER	Lower	Center	Upper
KONTROL	-0,20806	-0,15734	-0,10662

```

İŞLEMLER  +-----+-----+-----+-----+
KONTROL    (---*---)
            +-----+-----+-----+-----+
            -0,24      -0,12      0,00      0,12
  
```

EK-2C. Taşınım etkisinin sonuçlarına ait istatistiksel analizler

One-way ANOVA: Donma Kaybı versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İşlem3	2	0,051489	0,025744	28,60	0,001
Error	6	0,005400	0,000900		
Total	8	0,056889			

S = 0,03 R-Sq = 90,51% R-Sq(adj) = 87,34%

Individual 95% CIs For Mean Based on

Level	N	Mean	StDev	Pooled StDev
2 m/s	3	1,7167	0,0252	(-----*-----)
5 m/s	3	1,7567	0,0321	(-----*-----)
Durgun hava	3	1,8933	0,0321	(-----*-----)

1,680 1,750 1,820 1,890

Pooled StDev = 0,0300

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals

All Pairwise Comparisons among Levels of İşlemler

Individual confidence level = 97,80%

İşlem3 = 2 m/s subtracted from:

İşlem3	Lower	Center	Upper
5 m/s	-0,03517	0,04000	0,11517
Durgun hava	0,10150	0,17667	0,25184

İşlem3	Lower	Center	Upper
5 m/s	(-----*-----)		
Durgun hava	(-----*-----)		

-0,12 0,00 0,12 0,24

İşlem3 = 5 m/s subtracted from:

İşlem3	Lower	Center	Upper
Durgun hava	0,06150	0,13667	0,21184

İşlem3	Lower	Center	Upper
Durgun hava	(-----*-----)		

-0,12 0,00 0,12 0,24

One-way ANOVA: Çözünme kaybı versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İşlem3	2	0,274289	0,137144	324,82	0,000
Error	6	0,002533	0,000422		
Total	8	0,276822			

S = 0,02055 R-Sq = 99,08% R-Sq(adj) = 98,78%

				Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev			
Level	N	Mean	StDev	-----+-----+-----+-----+-----			
2 m/s	3	0,9733	0,0153	(---)			
5 m/s	3	0,9133	0,0252	(---)			
Durgun hava	3	1,3100	0,0200	(---)			
				0,96	1,08	1,20	1,32

Pooled StDev = 0,0205

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İşlem3

Individual confidence level = 97,80%

İşlem3 = 2 m/s subtracted from:

İşlem3	Lower	Center	Upper
5 m/s	-0,11149	-0,06000	-0,00851
Durgun hava	0,28518	0,33667	0,38815

İşlem3	-----+-----+-----+-----+-----			
5 m/s	(---)			
Durgun hava	(---)			
-----+-----+-----+-----+-----				
	-0,25	0,00	0,25	0,50

İşlem3 = 5 m/s subtracted from:

İşlem3	Lower	Center	Upper
Durgun hava	0,34518	0,39667	0,44815

İşlem3	-----+-----+-----+-----+-----			
Durgun hava	(---)			
-----+-----+-----+-----+-----				
	-0,25	0,00	0,25	0,50

One-way ANOVA: SERTLİK versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEM_1	3	7,99	2,66	0,85	0,474
Error	36	112,35	3,12		
Total	39	120,33			

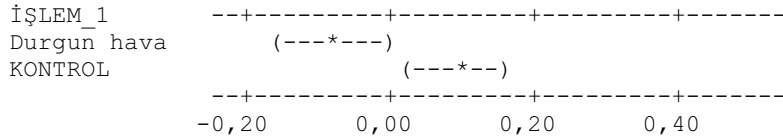
S = 1,767 R-Sq = 6,64% R-Sq(adj) = 0,00%

				Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev			
Level	N	Mean	StDev	-----+-----+-----+-----+-----			
2 m/s	10	25,427	2,260	(-----*-----)			
5 m/s	10	24,743	1,405	(-----*-----)			
Durgun hava	10	25,164	1,755	(-----*-----)			
KONTROL	10	25,976	1,523	(-----*-----)			
				24,0	25,0	26,0	27,0

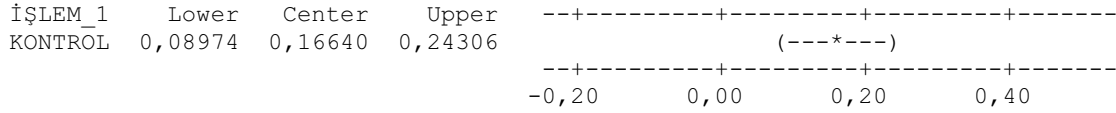
Pooled StDev = 1,767

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 98,93%



İŞLEM = Durgun hava subtracted from:

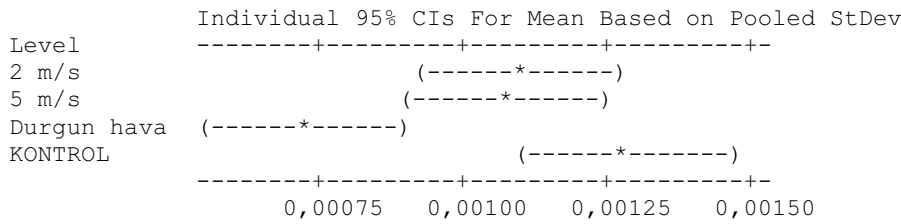


One-way ANOVA: PROTEİN DENATÜRASYONU versus İŞLEMLER

Source	DF	SS	MS	F	P
İŞLEM_2	3	0,0000013	0,0000004	7,42	0,001
Error	28	0,0000017	0,0000001		
Total	31	0,0000030			

S = 0,0002437 R-Sq = 44,30% R-Sq(adj) = 38,33%

Level	N	Mean	StDev
2 m/s	8	0,0011083	0,0001975
5 m/s	8	0,0010859	0,0001709
Durgun hava	8	0,0007270	0,0000442
KONTROL	8	0,0012874	0,0004092



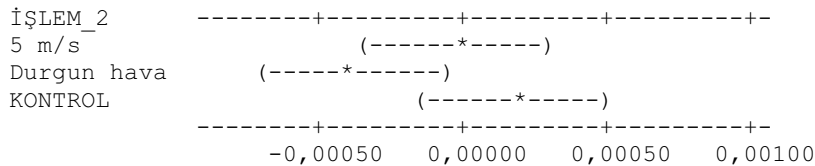
Pooled StDev = 0,0002437

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals
All Pairwise Comparisons among Levels of İŞLEMLER

Individual confidence level = 98,92%

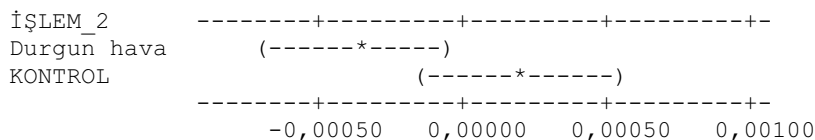
İŞLEM = 2 m/s subtracted from:

İŞLEM_2	Lower	Center	Upper
5 m/s	-0,0003549	-0,0000224	0,0003102
Durgun hava	-0,0007139	-0,0003813	-0,0000487
KONTROL	-0,0001535	0,0001791	0,0005117



İŞLEM = 5 m/s subtracted from:

İŞLEM_2	Lower	Center	Upper
Durgun hava	-0,0006915	-0,0003589	-0,0000263
KONTROL	-0,0001311	0,0002015	0,0005340



ÖZGEÇMİŞ

Ad ve Soyad : Aylin MET

Doğum Yeri ve Tarihi : Erzincan, 27.03.1985

Adres: Değirmenyolu Caddesi Deniz Apart. 49/5 Bostancı-Kadıköy/İSTANBUL

Lisans Üniversite : Ege Üniversitesi / Gıda Mühendisliği Bölümü (2002-2007)