



**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

ENKAPSÜLE AĞIZ SÜTÜ (KOLOSTRUM) TOZU ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Yüksek Lisans Tezi

Gül EFE

Danışman
Prof. Dr. Fehmi YAZICI

SAMSUN
2023

**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**



**ENKAPSÜLE AĞIZ SÜTÜ (KOLOSTRUM) TOZU ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU**

Yüksek Lisans Tezi

Gül EFE

Danışman

Prof. Dr. Fehmi YAZICI

Bu çalışma Ondokuz Mayıs Üniversitesi tarafından PYO.MUH.1904.22.018 proje numarası ile desteklenmiştir.

SAMSUN
2023

TEZ KABUL VE ONAYI

Gül EFE tarafından, **Prof. Dr. Fehmi YAZICI** danışmanlığında hazırlanan “**ENKAPSÜLE AĞIZ SÜTÜ (KOLOSTRUM) TOZU ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**” başlıklı bu çalışma, jürimiz tarafından 6.2.2023 tarihinde yapılan sınav sonucunda oy birliği ile başarılı bulunarak Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

	Unvanı Adı Soyadı Üniversitesi Ana Bilim/Ana Sanat Dalı	Sonuç
Başkan	Prof. Dr. Hasan TEMİZ Ondokuz Mayıs Üniversitesi Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı	☒ Kabul ☐ Ret
Üye	Prof. Dr. Fehmi YAZICI Ondokuz Mayıs Üniversitesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı	☒ Kabul ☐ Ret
Üye	Doç. Dr. İlyas ATALAR Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı	☒ Kabul ☐ Ret

Bu tez, Enstitü Yönetim Kurulunca belirlenen ve yukarıda adları yazılı jüri üyeleri tarafından uygun görülmüştür.

Prof. Dr. Ahmet TABAK
Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI

Hazırladığım Yüksek Lisans tezinin bütün aşamalarında bilimsel etiğe ve akademik kurallara riayet ettiğimi, çalışmada doğrudan veya dolaylı olarak kullandığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin Kaynaklar'da gösterilenlerden oluştuğunu, her unsurun enstitü yazım kılavuzuna uygun yazıldığını ve TÜBİTAK Araştırma ve Yayın Etiği Kurulu Yönetmeliği'nin 3. bölüm 9. maddesinde belirtilen durumlara aykırı davranılmadığını taahhüt ve beyan ederim.

Etik Kurul Gerekli mi ?

Evet ☐ (Gerekli ise ekler kısmına ekleyiniz)

Hayır ☒

06 /02/ 2023

Gül EFE

TEZ ÇALIŞMASI ÖZGÜNLÜK RAPORU BEYANI

Tez Başlığı : ENKAPSÜLE AĞIZ SÜTÜ (KOLOSTRUM) TOZU ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU

Yukarıda başlığı belirtilen tez çalışması için şahsım tarafından 04.01.2023 tarihinde intihal tespit programından alınmış olan özgünlük raporu sonucunda;

Benzerlik oranı : % 11

Tek kaynak oranı : % 3 çıkmıştır.

06 /02 / 2023

Prof. Dr. Fehmi YAZICI

ÖZET

ENKAPSÜLE AĞIZ SÜTÜ (KOLOSTRUM) TOZU ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Gül EFE
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı
Yüksek Lisans, Şubat/2023
Danışman: Prof. Dr. Fehmi YAZICI

Kolostruma olan ilgi her geçen gün artmakta ve insanlar için fonksiyonel bir gıda alternatifi olarak dikkat çekmektedir. Tez çalışması kapsamında sığır kolostrumu, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma kullanılarak toz haline getirilmiş ve dondurarak kurutma ile elde edilen toz kolostrum, akışkan yatakta enkapsüle edilmiştir. Farklı kurutma işlemlerinin ve enkapsülasyon işleminin, kolostrumun immunoglobulin içeriği ve toz özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır.

Dondurarak kurutma ile elde edilen toz kolostrum örneklerinin immunoglobulin içeriği, püskürtmeli kurutmaya kıyasla daha iyi korunmuştur. Püskürtülerek kurutulan örneklerin düşük partikül boyutu ve yüksek nem içeriği, toz örneklerin “çok çok” zayıf akışkanlık özelliği göstermesine, ıslanabilirlik ve çözünabilirlik özelliklerinin oldukça düşük olmasına neden olmuştur. Dondurularak kurutulan örneklerin ise yığın yoğunlukları, akışkanlık, ıslanabilirlik, çözünabilirlik özellikleri ve partikül boyutu püskürtmeli kurutmaya kıyasla önemli ölçüde ($p<0.05$) daha yüksek çıkmış ve renk özellikleri daha iyi korunmuştur. Dondurularak kurutulan örneğin gözeneklilik değeri ise püskürtmeli kurutmaya kıyasla istatistiksel olarak önemli ölçüde ($p<0.05$) daha düşük çıkmıştır.

Dondurularak kurutulan toz kolostrum örnekleri, akışkan yatak kullanılarak enkapsüle edildiğinde, nem içeriği, su aktivitesi ve partikül boyutu önemli ölçüde ($p<0.05$) artmıştır. Gevşek yığın yoğunluğu önemli ölçüde ($p<0.05$) azalmış, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ve partikül yoğunluğu değerlerinde istatistiksel olarak önemli ölçüde ($p>0.05$) bir değişiklik olmamıştır. Enkapsülasyon ile kolostrum tozunun akışkanlık özelliği gelişmiştir, buna rağmen enkapsüle edilen toz kolostrum örnekleri, akışkanlığı zayıf tozlar sınıfında yer almıştır. Dondurularak kurutulan örneklerin ıslanabilirlik ve çözünabilirlik özellikleri istatistiksel olarak önemli ölçüde ($p<0.05$) iyileştirilmiştir. Enkapsülasyon işleminin toz kolostrum örneklerinin renk değerleri üzerine ise istatistiksel olarak önemli bir etkisinin ($p>0.05$) bulunmadığı gözlenmiştir.

Çalışmada, dondurarak kurutma ile, püskürtmeli kurutmaya kıyasla, daha iyi toz özelliklere ve daha yüksek immunoglobulin içeriğine sahip kolostrum tozları elde edilmiştir. Enkapsülasyon işlemi ise toz özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmiş ancak instant toz kolostrum eldesi için yeterli gelmemiştir.

Anahtar Sözcükler: Kolostrum, Akışkan yatak sistemi, Enkapsülasyon, Püskürtmeli kurutma, Dondurarak kurutma

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ENCAPSULATED COLOSTRUM POWDER

Gül EFE

Ondokuz Mayıs University

Institute of Graduate Studies

Department of Food Engineering

Master, February/2023

Supervisor: Prof. Dr. Fehmi YAZICI

The interest in colostrum is increasing day by day and it attract attention as a functional food. In this study, bovine colostrum was dried using spray drying and freeze drying, and powdered colostrum obtained by freeze drying was encapsulated in a fluidized bed. The effects of different drying processes and encapsulation processes on the immunoglobulin content and powder properties of colostrum were investigated.

The immunoglobulin content of powder colostrum samples obtained by freeze drying was preserved better than spray drying. The small particle size and high moisture content of the spray-dried samples caused high cohesiveness and low wettability and solubility properties. On the other hand, the bulk densities, flowability, wettability, solubility properties and particle size of the freeze-dried samples were significantly ($p<0.05$) higher compared to spray drying, and the color properties were better preserved. The porosity value of the freeze dried sample was significantly ($p<0.05$) lower compared to spray drying.

When freeze-dried powder colostrum samples were encapsulated using fluidized bed, moisture content, water activity and particle size increased significantly. The loose bulk density decreased significantly ($p<0.05$), and tapped bulk density and particle density values didn't statistically change ($p>0.05$). The fluidity of colostrum powder has improved with encapsulation, however, the encapsulated powder colostrum samples are in the class of powders with poor fluidity. The wettability and solubility properties of freeze-dried samples were statistically significantly improved ($p<0.05$). It was observed that the encapsulation process didn't have a significant effect on the color values of powder colostrum samples ($p>0.05$).

This results show that colostrum powders with better powder properties and higher immunoglobulin content were obtained by freeze drying rather than spray drying. The encapsulation process significantly improved the powder properties, but was not sufficient to obtain instant powder colostrum.

Keywords: Colostrum, Fluidized bed system, Encapsulation, Spray drying, Freeze drying

ÖN SÖZ VE TEŞEKKÜR

Yüksek lisans sürecimde bana yol gösteren ve desteklerini esirgemeyen değerli danışman hocam Prof. Dr. Fehmi YAZICI'ya,

Eğitim-öğretim sürecim boyunca üzerimde birçok emeği bulunan, bilgi ve deneyimlerini esirgemeyen değerli hocam Prof. Dr. Arzu BAŞMAN'a

Bu süreçte desteklerini esirgemeyen, bu yola beraber çıktığımız ve beraber yol katettiğimiz canım arkadaşım Melis AKDENİZ'e,

Hayatım boyunca her zaman bana destek olan, beni bugünlere getiren ve hep yanımda hissettiğim canım annem Mukaddes ÜNLÜ, canım babam Güngör ÜNLÜ, canım ablam Büşra KILIÇKAYA ve canım kardeşim İbrahim Kaan ÜNLÜ'ye,

Ve bu süreçte her zaman yanımda olan, benden hiç bir fedakârlığı esirgemeyen, beni hep cesaretlendiren canım eşim Emre EFE'ye çok teşekkür ederim.

Gül EFE

İÇİNDEKİLER

TEZ KABUL VE ONAYI	i
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI	ii
TEZ ÇALIŞMASI ÖZGÜNLÜK RAPORU BEYANI	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
ÖN SÖZ VE TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
TABLolar DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ.....	4
2.1. Kolostrum	4
2.2. Sığır Kolostrumunun Bileşimi	5
2.3. Sığır Kolostrumunda Bulunan Biyoaktif Bileşenler	7
2.3.1. İmmunoglobulin.....	7
2.3.2. Laktoferrin	9
2.3.3. Lizozim	9
2.3.4. Laktoperoksidaz	9
2.3.5. Büyüme Faktörleri	10
2.4. Kolostrumun İnsan Sağlığına Faydaları ve Kullanım Alanları.....	10
2.5. Kolostrumun İşlenmesi ve Muhafazası.....	12
2.5.1. Soğutma ve Dondurma	12
2.5.2. Kimyasal Muhafaza	13
2.5.3. Isıl İşlem Uygulamaları.....	13
2.5.4. Kurutma Yöntemleri	14
2.5.4.1. Püskürtmeli Kurutma	14
2.5.4.2. Dondurarak Kurutma	16
2.6. Kolostrum Kurutulması İle İlgili Yapılan Çalışmalar.....	17
2.7. Enkapsülasyon	21
2.7.1. Enkapsülasyonun Avantajları	22
2.7.2. Enkapsülasyon Yöntemleri	23
2.7.2.1. Püskürtmeli Kurutma	23
2.7.2.2. Püskürtmeli Soğutma ve Dondurma	25
2.7.2.3. Dondurarak Kurutma	25
2.7.2.4. Koaservasyon.....	25
2.7.2.5. Ekstrüzyon	26
2.7.2.6. Süperkritik Akışkan Teknolojisi	26
2.7.2.7. Lipozom	26
2.7.2.8. Moleküler Haspsetme	26
2.7.2.9. İyonik Jelleşme	27
2.7.2.10. Çözücünün Uzaklaştırılması	28
2.8. Akışkan Yatak Uygulamaları.....	28
2.8.1. Akışkan Yataklı Kurutma	28
2.8.2. Akışkan Yataklı Aglomerasyon	29
2.8.3. Akışkan Yataklı Kaplama	30
2.9. Akışkan Yataklı Kaplama Sistemleri.....	32
2.9.1. Üstten Püskürtmeli Kaplama	32
2.9.2. Açılal Püskürtmeli Kaplama.....	32
2.9.3. Alttan Püskürtmeli (Wurster) Kaplama	33
2.10. Akışkan Yatak Sistemine Etki Eden Parametreler.....	33
2.10.1. Sistem Tasarımı	34
2.10.1.1. Nozul Seçimi.....	34

2.10.1.2. Wurster Tüpünün Yüksekliği.....	34
2.10.2. Çalışma Parametreleri	35
2.10.2.1. Hava Giriş Sıcaklığı ve Nemi	35
2.10.2.2. Hava Akış Hızı.....	36
2.10.2.3. Atomizasyon Hava Basıncı.....	36
2.10.2.4. Püskürtme Hızı.....	37
2.10.3. Materyal Özellikleri	37
2.10.3.1. Katı Partikül Özellikleri	37
2.10.3.2. Kaplama Materyali.....	37
2.11. Enkapsülasyonda Kullanılan Kaplama Materyalleri.....	38
2.11.1. Biyopolimerler	38
2.11.1.1. Karbonhidratlar	38
2.11.1.2. Proteinler.....	39
2.11.1.3. Lipitler	39
2.11.2. Sentetik Polimerler.....	40
2.12. Akışkan Yatak ile Yapılan Enkapsülasyon Çalışmaları.....	40
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	43
3.1. Materyal	43
3.2. Yöntem.....	43
3.2.1. Sığır Kolostrum Örneklerinin Karakterizasyonu.....	43
3.2.1.1. Kuru madde Tayini	43
3.2.1.2. Protein Tayini.....	43
3.2.1.3. Yağ Tayini	44
3.2.1.4. Kül Analizi.....	44
3.2.2. Sığır Kolostrum Tozu Üretimi	44
3.2.2.1. Ön Denemeler	44
3.2.2.2. Kolostrum Örneklerinin Hazırlanması.....	45
3.2.2.3. Püskürtmeli Kurutma	45
3.2.2.4. Dondurarak kurutma	46
3.2.3. Toz Kolostrumun Akışkan Yatak ile Enkapsülasyonu	47
3.2.4. Toz Sığır Kolostrumunun Karakterizasyonu	49
3.2.4.1. Toplam İmmunoglobulin İçeriğinin Belirlenmesi	49
3.2.4.2. Gevşek ve Yığın Yoğunlukları.....	50
3.2.4.3. Akışkanlık ve Yapışkanlık	51
3.2.4.4. Islanabilirlik ve Çözünabilirlik Özelliği	52
3.2.4.5. Partikül Yoğunluğu ve Gözeneklilik.....	53
3.2.4.6. Partikül Boyutu Ölçümü	53
3.2.4.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	53
3.2.4.8. Su Aktivitesi ve Nem İçeriği.....	53
3.2.4.9. Renk Analizi	53
3.2.4.10. İstatistiksel Değerlendirme	54
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	55
4.1. Sığır Kolostrumunun Kimyasal Bileşimi	55
4.2. Toz Sığır Kolostrumunun Karakterizasyonu	56
4.2.1. Toz Kolostrum Örneklerinin Nem İçerikleri, Su Aktivitesi ve Renk Değerleri ..	57
4.2.2. Kolostrum Örneklerinin Toplam İmmunoglobulin İçerikleri	61
4.2.3. Toz Kolostrum Örneklerinin Gevşek ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunlukları	65
4.2.4. Toz Kolostrum Örneklerinin Hausner Oranı, Carr İndeksi ve Yığın Oluşturma Açısı	688
4.2.5. Toz Kolostrum Örneklerinin Partikül Yoğunluğu ve Gözeneklilik Değerleri ...	711
4.2.6. Toz Kolostrum Örneklerinin Islanabilirlik ve Çözünürlük Özellikleri.....	722
4.2.7. Toz Kolostrum Örneklerinin Partikül Boyutu.....	755
4.2.8. Toz Kolostrum Örneklerine Ait SEM Görüntüleri	788
5. SONUÇ.....	82
KAYNAKLAR	855

ÖZ GEÇMİŞ.....	93
-----------------------	-----------



SİMGELER VE KISALTMALAR

ALPE	: Alüminyum lamine polietilen
ANOVA	: Varyans analizi
AOAC	: Association of official analytical chemists
AOR	: Yığın oluşturma açısı
aw	: Su aktivesi
BHAE	: Bütilendirilmiş hidroksianisol eşdeğeri
Cl	: Carr indeks
DE	: Dekstrozu eşdeğeri
DPPH	: 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil
EGF	: Epidermal büyüme faktörü
ELISA	: Enzime bağlı immunosorbent analizi
FGF	: Fibroblast büyüme faktörü
GAE	: Gallik Asit Eşdeğeri
h	: Yığın yüksekliği
HR	: Hausner oranı
Ig	: İmmunoglobulin
IGF	: İnsülin benzeri büyüme faktörü
kDa	: Kilodalton
km	: Kurumadde
PET	: Polietilen tereftalat
r	: Yığın ortalama çapı
SEM	: Taramalı elektron mikroskopu
TGF	: Dönüştürücü büyüme faktörü
OD	: Optik yoğunluk
ε	: Gözeneklilik
θ	: Yığın oluşturma açısı
ρ_T	: Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu
ρ_L	: Gevşek yığın yoğunluğu
ρ_P	: Partikül yoğunluğu

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Sığır kolostrumunda bulunan bileşenler	4
Şekil 2.2. İmmunoglobulinlerin temel yapısı	8
Şekil 2.3. Püskürtmeli kurutma sistemi	15
Şekil 2.4. Kapsül yapısı	21
Şekil 2.5. Farklı mikroenkapsülasyon yöntemleri	27
Şekil 2.6. Akışkan yatak sisteminin tasarımı	28
Şekil 2.7. Akışkan yataklı kurutucu	29
Şekil 2.8. Akışkan yatakta aglomerasyon oluşumu	30
Şekil 2.9. Akışkan yatakta kaplama	31
Şekil 2.10. Akışkan yataklı kaplama sistemleri	33
Şekil 3.1. Püskürtmeli kurutucuda kolostrum tozu eldesi	46
Şekil 3.2. Çalışmada kullanılan laboratuvar ölçekli akışkan yatak sistemi	47
Şekil 3.3. Akışkan yataklı enkapsülasyonun işlem aşamaları	48
Şekil 3.4. ELISA standart eğrisi	50
Şekil 3.5. Yığın oluşturma açısı	52
Şekil 4.1. Tez çalışması kapsamında elde edilen toz kolostrum örnekleri	57
Şekil 4.2. Toz kolostrum örneklerine asit SEM görüntüleri (1000x-3000x)	79

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 2.1. Sığır kolostrumu ve sütün kimyasal bileşimi	6
Tablo 2.2. Doğum sonrası kolostrumun bileşimi.....	7
Tablo 2.3. Enkapsülasyon yöntemleri ve uygulama alanları	24
Tablo 3.1. Enkapsüle kolostrum tozu elde etmek için uygulanan çalışma parametreleri.....	49
Tablo 3.2. Hausner oranı ve Carr indeks değerlerinin akışkanlık ile ilişkisi.....	51
Tablo 4.1. Çalışmada kullanılan sığır kolostrumun kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri	55
Tablo 4.2. Toz kolostrum örneklerinin nem içeriği, su aktivitesi ve L*, a*, b değerleri	58
Tablo 4.3. Kolostrum ve kolostrum tozu örneklerinin toplam immunoglobulin içerikleri	62
Tablo 4.4. Kolostrum tozu örneklerinin yoğunluk değerleri, Hausner oranı, Carr indeks ve gözeneklilik değerleri	66
Tablo 4.5. Toz kolostrum örneklerinin ıslanabilirlik ve çözünmezlik indeksi özellikleri ve çözünürlük süreleri	72
Tablo 4.6. Toz kolostrum örneklerinin partikül boyutları.....	76

1. GİRİŞ

Son yıllarda tüketiciler gıda kalitesi ve sağlık sorunları ile daha fazla ilgilenmektedir. Hem ilaç hem de gıda endüstrisi için oldukça önem taşıyan, hastalıkları önlemek ve sağlığı geliştirmek için kullanılan nutrasötikler ve fonksiyonel gıdalar günümüzde önemli bir role sahiptir (Ciucan vd., 2021; Reque ve Brandelli, 2021). Kolostrum, yenidoğanlara pasif bağışıklık sağlayan, doğal olarak oluşan nutrasötik olarak kabul edilmektedir (Borad vd., 2021). Geleneksel ilaç tedavisine alternatif olarak fonksiyonel gıdalara ve diyet takviyelerine olan talebin artması nedeniyle kolostrum ürünlerinin kullanımı artmaktadır (Sotudeh vd., 2018).

Kolostrum, doğumdan sonraki ilk birkaç gün içinde salgılanan anne sütüdür ve yüksek miktarda immünoglobulin, antimikrobiyal peptit ve büyüme faktörleri içerir. Yoğun, viskoz, yapışkan bir kıvamda olup genellikle sarıdan turuncuya kadar değişebilen bir renktedir. Protein, yağ, vitamin ve mineral gibi besinler açısından olgun süte kıyasla son derece zengindir. Aynı zamanda içerdiği immünoglobulinler gibi doğal kaynaklı antikorlar ve antimikrobiyal bileşenler patojen mikroorganizmaları inhibe ederek yenidoğanın pasif bağışıklık kazanmasını sağlar (Borad ve Singh, 2018; Puppel vd., 2019; Ciucan vd, 2021; Playford ve Weiser, 2021). Sığır kolostrumu içerdiği biyoaktif bileşenler sayesinde insanlara da pasif bağışıklık sağlamakta ve birçok hastalığa karşı etkili olduğuna dair çalışmalar bulunmaktadır (Hurley ve Theil, 2011; Kaplan vd, 2022).

Sığır kolostrumu yüzlerce yıldır çok çeşitli rahatsızlıklar için geleneksel tedavide, alternatif tıp tedavisinde ve veterinerlik uygulamalarında kullanılmaktadır (Playford ve Weiser, 2021). Dünyada büyük ölçekli süt üretiminin önemli ve değerli bir yan ürünü olarak bilinmektedir. Sığır kolostrumu, buzağının ihtiyaç duyduğundan çok daha fazla miktarda salgılanır. Kolostrumun immünoterapötik özelliklerinden insanların da faydalanabilmesi için ihtiyaç fazlası kolostrumun işlenmesi, uygun şartlarda muhafaza edilmesi ve insan kullanıma sunulması gerekir. Bu nedenle kolostrum çeşitli endüstriyel ölçekli uygulamalarda kullanım için yüksek bir potansiyele sahiptir (Abd El Fettah, 2014; Borad ve Singh, 2018; Sotudeh vd., 2018; Kaplan vd., 2022).

Kolostrum, yurt dışında çeşitli nutrasötik endüstriler tarafından kapsül, tablet ve toz formunda ticari olarak üretilmekte ve gıda takviyesi olarak pazarlanmaktadır

(Karlidag, 2020; Kaplan vd., 2022). Ancak, tutarsız mevcudiyet, ısı duyarlılığı ve uygun muhafaza teknolojisinin eksikliği gibi çeşitli teknolojik sorunlar ve etik sorunlar nedeniyle ticari olarak işlenmesi sınırlıdır (Borad vd., 2018). Ülkemizde ise buzağılara içirip geri kalanı ya değerlendirilmemekte ya da geleneksel ürün olarak tüketilmektedir.

Kolostrumun raf ömrü oldukça sınırlıdır, bu nedenle muhafazası için farklı yöntemler önerilmiştir. Kolostrumun hijyenik kalitesini ve immunoglobülin seviyesini düşürmeden uygun şekilde muhafazası için pastörizasyon, soğutma, dondurma, kimyasal muhafaza, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma gibi bazı işlemlerin uygulanması gerekmektedir. Ticari olarak temin edilebilen kolostrum tozlarının çoğu, püskürtmeli kurutma ya da dondurarak kurutma uygulanarak hazırlanmaktadır (Sotudeh vd, 2018; Borad vd, 2021).

Püskürtmeli kurutma, süt endüstrisinde düşük maliyeti ve geniş ekipman mevcudiyeti nedeniyle süt tozu ve bazı bileşenlerin üretiminde en çok kullanılan tekniktir. Bir çözelti veya süspansiyon olabilen besleme, atomizer ile sıcak ortama püskürtülür. Ürün sıcak ortam ile temas ettiğinde içerisindeki nem buharlaşır ve damlalar kuru partiküllere dönüşür. Püskürtmeli kurutmanın üretim hızı oldukça yüksektir. Dondurarak kurutma ise ürünün dondurulmasını, basıncın düşürülmesini ve süblimasyonla ürün içindeki donmuş suyun çıkarılması adımlarını içeren bir kurutma işlemidir. Dondurularak kurutulmuş ürünler orijinal şekillerini ve dokularını korurlar ve besin kaybı çok azdır. Bu nedenle ısıya duyarlı biyolojik materyaller için en çok tercih edilen kurutma tekniğidir ancak yüksek enerji tüketimi nedeniyle pahalı bir işlem olup gıda endüstrisinden uygulaması sınırlıdır (Castro-Albarrán vd., 2016; Kaplan vd., 2022).

Gıda endüstrisinde, akışkan yataklı enkapsülasyon yönteminin uygulanması giderek artmaktadır (Palanamit vd., 2013). Akışkan yataklı kaplama işlemi, biyoaktif bileşenleri oksijen, ışık, pH, nem, ısı ve diğer zorlu koşullara karşı stabilitesini arttırmak ve fonksiyonel özelliklerini iyileştirmek için yaygın olarak kullanılan bir enkapsülasyon tekniğidir ve özellikle katı parçacıklar için kullanılan bir yöntemdir (Pellicer vd., 2019; Bellumori vd., 2021; Lin vd., 2022; Zhang vd., 2022). Bu yöntem, kokuyu veya kötü tadı maskeleyerek ve tozların akışkanlığını iyileştirmek için de kullanılmaktadır (Chen vd., 2009).

Akışkan yataklı enkapsülasyon işleminde, bir kaplama odasında kaplanacak partiküller sıcak hava kullanılarak akışkanlaştırılır. Akışkan yatakta hareket halinde tutulan parçacıkların yüzeyine nozul yardımıyla kaplama çözeltisi püskürtülür ve kurutulur, böylece çok katmanlı bir yapı oluşturulur. Kaplama materyali olarak genellikle maltodekstrin, siklodekstrin, selüloz, jelatin, peynir altı suyu proteini, gamlar ve lipitler kullanılmaktadır (Lin vd., 2022; Zhang vd., 2022). Akışkan yataklı enkapsülasyon işleminde, kaplama kayıplarını en aza indirmek, kaplama verimi ve kalitesini artırmak için sistem tasarımı ve giriş hava sıcaklığı ve nemi, hava akış hızı, besleme miktarı, püskürtme hızı, nozulun konumu ve tipi, atomizasyon hava basıncı, kaplama materyalinin giriş sıcaklığı, kaplama materyalinin bileşimi ve konsantrasyonu gibi çalışma parametreleri ayarlanmalıdır. Bu çalışma parametreleri aynı zamanda son ürünün yoğunluk, akışkanlık, ıslanabilirlik, çözünürlük gibi toz özelliklerini de etkilemektedir (Guignon vd., 2002; Coronel-Aguilera ve Martín-Gonzalez, 2015; Benelli ve Oliveira, 2019; Kolář vd., 2021).

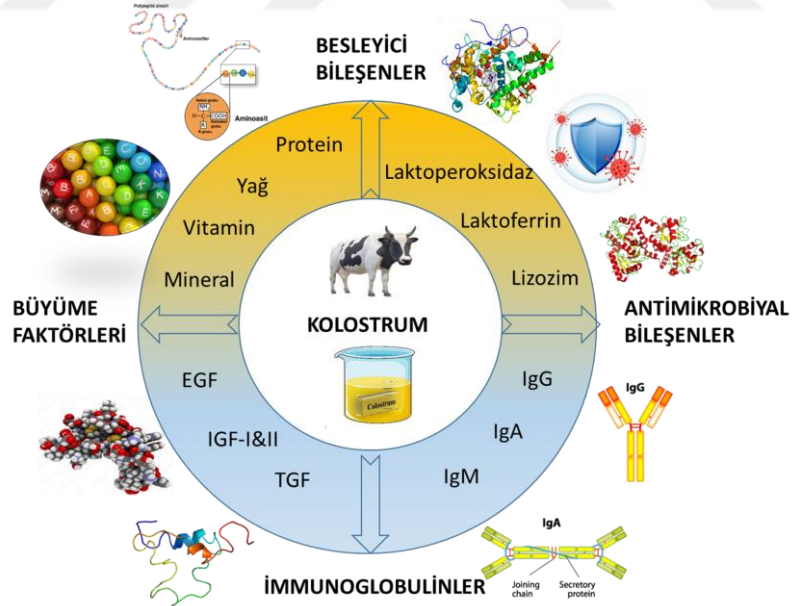
Bu tez çalışmasının ilk aşamasında yağsız sığır kolostrum örneklerinin raf ömrünü artırmak için, besinsel içeriğinin en az değişikliğe uğrayacağı şekilde ve kolostrumda bulunan immünoglobulinlerin yapısına zarar vermemeye çalışarak püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işlemleri uygulanmış ve toz haline getirilmiştir. Farklı kurutma işlemlerinin, kolostrum tozu örneklerinin immünoglobülin içerikleri ve çeşitli toz özellikleri (akışkanlık-yapışkanlık, gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları, partikül yoğunluğu, gözeneklilik, ıslanabilirlik-çözünebilirlik, partikül boyutu, renk vb.) üzerine etkisi belirlenmiştir. İkinci aşamasında ise dondurularak kurutulan kolostrum tozu örneği akışkan yatak kullanılarak enkapsüle edilmiş ve enkapsülasyon işleminin immünoglobulin içeriği ve toz özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Literatürde akışkan yatak sistemi de dahil olmak üzere herhangi bir yöntem ile kolostrumun enkapsülasyonu çalışmasına rastlanmamıştır. Bu çalışmada ilk defa uygulanan enkapsülasyon işlemi ile elde edilen bilgiler literatüre katkı sağlayacaktır. Aynı zamanda kolostrum tozu üretimi ve enkapsülasyonunun ticarileşmesi ile çok değerli bir ürün olan kolostrum insan tüketimine sunulabilecek ve ülke ekonomisine katkı sağlanabilecektir.

2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Kolostrum

Kolostrum (ağız sütü), doğumdan sonraki ilk 48 saat içinde salgılanan anne sütüdür. Yenidoğanlar için hayati besinlerin ilk tedarikini sağlar ve yenidoğanın beslenmesi, korunması, gelişmesi, immünolojik savunması ve sağlıklı yaşamı için gerekli olan besin, antikor ve büyüme faktörlerini yüksek miktarda içerir (Borad ve Singh, 2018; Ciucan vd., 2021; Kaplan vd., 2022).

Kolostrum yoğun, viskoz, yapışkan bir kıvamda, hafif asidik (pH 6.4) bir sıvı olup genellikle sarıdan turuncuya kadar değişebilen bir renktedir. Kimyasal bileşimi farklı hayvan türlerine göre değişmektedir (Puppel vd., 2019). Protein, yağ, vitamin ve mineral gibi besinler açısından son derece zengindir ve içerdiği immüoglobulinler gibi doğal kaynaklı antikorlar ve lizozim, laktoferrin ve laktoperoksidaz gibi antimikrobiyal bileşenler *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis*, *Bacillus stearothermophilus* ve *Listeria monocytogens* gibi patojen mikroorganizmaları inhibe ederek yenidoğanın pasif bağışıklık kazanmasını sağlar (Tripathi ve Vashishtha, 2006; Sotudeh vd., 2018; Ciucan vd., 2021; Playford ve Weiser, 2021) (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Sığır kolostrumunda bulunan bileşenler

2.2. Sığır Kolostrumunun Bileşimi

Sığır kolostrumunun makro besin, immünoglobulin ve diğer immün faktör içerikleri süte göre önemli ölçüde değişmekle beraber bileşimi sütün bileşimine benzerdir. Sığır kolostrumunun ve sütün kimyasal bileşimi Tablo 2.1’de gösterilmektedir (Playford ve Weiser, 2021).

Sığır kolostrumunun toplam protein içeriği, süttten daha fazla miktarda immünoglobulin ve kazein içerdiğinden dolayı yüksektir. Sığır kolostrumunun birinci gününde toplam protein miktarı yaklaşık olarak %15 iken, sütte yaklaşık %3 oranındadır. Süt proteinlerinden olan kazein, enerji kaynağı olmasının yanısıra bağışıklık düzenleyici, antibakteriyel ve antienflamatuar özelliklere sahiptir. İmmünoglobulinler ise koruyucu biyoaktivite sergileyen bir grup proteinli bileşiklerdir. Kolostrum ayrıca düşük molekül ağırlığına sahip ağırlıklı prolin açısından zengin colostrinin adı verilen polipeptidleri de içerir (Borad ve Singh, 2018; Playford ve Weiser, 2021).

Sığır kolostrumunda karbonhidrat olarak laktoz, oligosakkarit, glukolipid, glukoprotein ve nükleotit şeker bulunmaktadır. Laktoz, kolostrumdaki baskın karbonhidrattır ve yaklaşık %2.5 oranında bulunur. Kolostrumdaki laktoz içeriği, sığır ve insan sütünde bulunan laktoz içeriğinden daha düşüktür ancak 1 g/L besinsel oligosakkarit içermektedir ve bu değer yaklaşık olarak sütteki miktarın iki katıdır. Besinsel oligosakkaritler bağırsakta sindirilemediği için prebiyotik olarak görev almaktadırlar. Sığır kolostrumu ağırlıklı olarak süt yağı globüllerinden oluşan yaklaşık olarak %7 oranında yağ içermektedir ve bu sütteki yağ içeriğinin yaklaşık iki katıdır. Kolostrumda bulunan çoğu vitamin, özellikle B₂, B₁₂, E ve D vitaminleri ve kalsiyum, bakır, demir, çinko, magnezyum, manganez ve fosfor dahil olmak üzere birçok temel mineral, süt ile karşılaştırıldığında daha fazla miktarda bulunmaktadır (Borad ve Singh, 2018; Playford ve Weiser, 2021; Abdelsattar vd., 2022).

Tablo 2.1. Sığır kolostrumu ve sütün kimyasal bileşimi (Playford ve Weiser, 2021)

Bileşen	Sığır Kolostrumu	Süt
Toplam kurumadde (%)	24–28	12.9
Yağ (%)	6–7	3.6–4.0
Protein (%)	14–16	3.1–3.2
Kazein (%)	4.8	2.5–2.6
Albümin (%)	6.0	0.4–0.5
Toplam İmmunoglobulin (mg/mL)	42–90	0.4–0.9
Laktoz (%)	2–3	4.7–5.0
Mineral		
Kalsiyum (g/kg)	2.6–4.7	1.2–1.3
Fosfor (g/kg)	4.5	0.9–1.2
Potasyum (g/kg)	1.4–2.8	1.5–1.7
Sodyum (g/kg)	0.7–1.1	0.4
Magnezyum (g/kg)	0.4–0.7	0.1
Çinko (mg/kg)	11.6–38.1	3.0–6.0
Vitamin		
Tiamin (B1) (µg/mL)	0.58–0.90	0.4–0.5
Riboflavin (B2) (µg/mL)	4.55–4.83	1.5–1.7
Niasin (B3) (µg/mL)	0.34–0.96	0.8–0.9
Kobalamin (B12) (µg/mL)	0.05–0.60	0.004–0.006
A vitamini (µg/ 100 mL)	25	34
D vitamini (IU/ g yağ)	0.89–1.81	0.42
Tokoferol (E) (µg/g)	2.92–5.63	0.06
İmmunoglobülin		
IgG1 (g/L)	34.0–87.0	0.31–0.40
IgG2 (g/L)	1.6–6.0	0.03–0.08
IgA (g/L)	3.2–6.2	0.04–0.06
IgM (g/L)	3.7–6.1	0.03–0.06
Antimikrobiyal		
Laktoferrin (g/L)	1.5–5	0.02–0.75
Laktoperoksidaz (mg/L)	11–45	13–30
Lizozim (mg/L)	0.14–0.7	0.07–0.6

Buzağılamadan sonra kolostrumun bileşimi büyük ölçüde değişir (Tablo 2.2). Bu nedenle buzağı doğar doğmaz (0.5-1 saat) kolostrum ile beslenmesi oldukça önemlidir. Maksimum biyoaktif bileşen konsantrasyonunu içeren en kaliteli kolostrum, hayvanın doğumdan sonra 6 saat içinde sağılmasıyla elde edilen kolostrumdur (Borad ve Singh, 2018; Puppel vd., 2019; Hesami vd., 2021).

Tablo 2.2. Doğum sonrası kolostrumun bileşimi (%) (Puppel vd., 2019)

Saat	Protein (%)	Kazein (%)	Albümin ve Globülin (%)	Yağ (%)	Laktoz (%)
0	16.8	4.1	12.7	6.7	2.9
6	11.7	3.5	8.0	6.1	3.5
12	6.3	3.1	3.2	4.4	3.9
24	5.5	2.9	2.6	4.1	4.1
48	4.8	2.8	2.0	3.9	4.2
120	3.6	2.7	0.9	0.8	4.5
Süt	3.2	2.6	0.6	3.8	4.6

2.3. Sığır Kolostrumunda Bulunan Biyoaktif Bileşenler

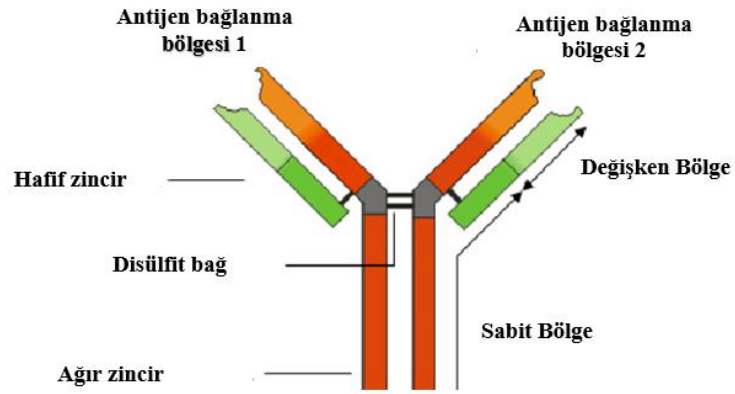
Kolostrum, yenidoğanın büyümesini, gelişmesini ve bağışıklık fonksiyonunu etkileyen immünoglobulin, laktoferrin ve lizozim gibi biyoaktif bileşenleri yüksek miktarlarda içerir (Borad ve Singh, 2018; Kaplan vd., 2022).

Kolostrumda bulunan biyoaktif bileşenlerin çoğu kararsızdır. İşleme, depolama veya tüketim sırasında ısıya, ışığa, oksijene veya diğer çevresel faktörlere maruz kaldığı zaman denatürasyona, oksidasyona veya enzimatik bozulmaya uğrayabilirler ve biyoaktif özelliklerini yitirebilirler (Lin vd., 2022).

2.3.1. İmmünoglobulin

İmmünoglobulin (Ig), koruyucu biyoaktivite sergileyen bir grup proteinli bileşiktir. Memelilerde, anneden yavruya pasif bağışıklığın geçmesinde immünoglobulinlerin rolü oldukça önemlidir. Patojenlerin konakçı hücrelere bağlanmasını ve mikrobiyal enfeksiyonları önler. İmmünoglobülinler, insanlarda plasental bariyerinden geçebilirken, ineklerde plasenta yolu ile buzağıya taşınmaz. Bu nedenle buzağının tek doğal immünoglobulin kaynağı kolostrumdur (Borad ve Singh, 2018; Ahmann vd., 2021; Playford ve Weiser, 2021).

İmmünoglobulinler iki ağır ve iki hafif zincirden oluşur. Her bir ağır ve hafif zincir ayrıca sabit ve değişken bölgelere ayrılabilir. Antijen bağlanma bölgelerinin sayısı ise iki (ör. IgA, IgD, IgE ve IgG), dört (ör: Salgısal IgA) veya on (ör. IgM) olabilir. Hem ağır hem de hafif zincirlerin amino terminalleri değişkendir ve antijen bağlanmasından sorumludur. Zincirlerin geri kalanı ise sabit bölgedir. İmmünoglobulinin temel yapısı Şekil 2.2’de gösterilmektedir (Ahmed vd., 2009).



Şekil 2.2. İmmunoglobulinlerin temel yapısı (Ahmed vd., 2009)

Memeli salgısında, yapılarına ve biyolojik aktivitelerine göre 5 farklı Ig vardır; IgG, IgA, IgM, IgD ve IgE. Sığır kolostrumunda bulunan ana immünoglobulin, IgG'dir ve 30-87 g/L konsantrasyonunda bulunmaktadır ve toplam Ig'lerin yaklaşık %80'ini oluşturmaktadır. IgA ve IgM bileşenleri toplam Ig'lerin %10-15'ine katkıda bulunurken, IgE ve IgD iz miktarda bulunmaktadır (Borad ve Singh, 2018; Playford ve Weiser, 2021; Mehra vd., 2022). Ig içeriği doğum sonrası ilk sağım ile elde edilen kolostrumda en yüksek miktarda olup sonrasında hızla azalmaktadır (Abd El Fettah vd., 2014). Kolostrumda bulunan IgG içeriği [$\text{IgG} \geq 50 \text{ g/L}$] ve mikrobiyal kontaminasyon sığır kolostrumunun kalitesini etkileyen iki önemli faktördür (Hesami vd., 2021).

IgG yenidoğan buzağının vücut bağışıklığını artırırken, IgG1 çok çeşitli bakteriyel toksinlere karşı koruma sağlar. İnsanlarda koronavirüs hastalığı (COVID-19) olarak adlandırılan ciddi bir solunum yolu hastalığına neden olan şiddetli akut solunum sendromu ile ilgili olarak, kolostrumdaki IgG'nin bu virüse karşı özgülüğü ineklerin aşılama ile artabileceği ve insanların bu kolostrumu tükettiğinde kısa vadede korunabileceği belirtilmektedir (Borad ve Singh, 2018; Kaplan vd., 2022).

Oral olarak verilen sığır kolostrumu, insanlara da pasif bağışıklık sağlayabilmektedir. Bazı çalışmalar, immünoglobulin açısından zengin bağışıklık sütü preparatlarının rotavirüs (ishal), *Escherichia coli* (ishal), *Candida albicans* (kandidiyaz), *Clostridium difficile* (kolit, ateş), *Shigella flexneri* (shigelloz), *Streptococcus mutans* (diş çürüğü), *Cryptosporidium parvum* (ishal) ve *Helicobacter pylori* (peptik ülser) vb. etkenleri ve bunların neden olduğu insan ve hayvan hastalıklarını önleyebileceğini ortaya koymuştur. Bununla birlikte, bu

preparasyonların terapötik etkinliğinin oldukça sınırlı olduğu bildirilmiştir (Hurley ve Theil, 2011; Borad ve Singh, 2018).

İmmunoglobulinlerin 72°C'de denatüre olmaya başladığı ve 89°C'de tamamen denatüre olduğu bilinmektedir. Ancak bazı araştırmacılar, Ig'lerin denatürasyon sıcaklığının ortamın pH'ına bağlı olarak 62.6-67.6°C aralığında olduğunu bildirmiştir (Borad ve Singh, 2018).

2.3.2. Laktoferrin

Laktoferrin, tek bir polipeptit zincirine sahip küresel bir glukoproteindir. Molekül ağırlığı 80 kDa olup nispeten yüksek bir molekül ağırlığına sahiptir. Transferrin ailesinden olup kolostrum, süt, seminal sıvılar, rahim salgıları, gözyaşı ve tükürük gibi birçok biyolojik sıvıda bulunabilir. Laktoferrinin, demirin bağlanması ve taşınmasını, insan vücudunda demir emilimini ve hücre büyümesini teşvik etme ve serbest radikalleri detoksifiye etme gibi biyolojik işlevleri bulunmaktadır. İn vivo ve in vitro koşullarda antimikrobiyal, antioksidatif, antiinflamatuvar, antikanser ve immün düzenleyici gibi çeşitli biyolojik aktiviteler sergilemektedir. Fe⁺² ve Fe⁺³ iyonlarını kelatlar, böylece insan bağırsağında biyoyararlılığını artırır. En yüksek laktoferrin içeriği insan kolostrumunda olup 5 g/L laktoferrin içerirken, olgun insan sütü 2-3 g/L laktoferrin içerir. Sığır kolostrumunda ise yaklaşık 0.8–1.5 g/L laktoferrin bulunurken olgun sığır sütünde yalnızca 0.1–0.5 g/L laktoferrin bulunur. Laktoferrinin insan sütünde 691 amino asit ve sığır sütünde 696 amino asit içerdiği bildirilmiştir. (Borad ve Singh, 2018; Lin vd., 2022).

2.3.3. Lizozim

Lizozim, bakteri hücre duvarının peptidoglukan tabakasındaki β-1,4-glikozidik bağı parçalayarak bakteri hücre duvarlarına zarar veren ve mikroorganizmaların ölümüne yol açan bir enzimdir. Tükürük, gözyaşı, insan sütü vb. gibi vücut salgılarında bol miktarda bulunur. Aktivitesi immünoglobulinlerin varlığında artar. Sindirim proteazlarına karşı bağışıklığı sayesinde ince bağırsaktan geçerken aktif kalabilir. Aynı zamanda doğuştan gelen bağışıklık sisteminin önemli bir bileşenidir (Borad ve Singh, 2018; Puppel vd., 2019).

2.3.4. Laktoperoksidaz

Hem-peroksidaz enzimlerinin bir üyesi olan laktoperoksidaz, kolostrum, süt ve diğer birçok insan ve hayvan salgısında doğal olarak bulunan bir glukoproteindir. Sütte

en fazla bulunan enzimdir ve sığır sütünde yaklaşık 10-60 mg/L laktoperoksidaz bulunur. Hidrojen peroksit varlığında tiyosiyanat ile reaksiyona girer ve antimikrobiyal bileşikler oluşturur. Bu nedenle memelilerde doğal konak savunma sisteminin önemli bir parçası olarak kabul edilir. In vitro çalışmalarda, bakteri, virüs, mantar ve protozoa dahil olmak üzere çok çeşitli mikroorganizmalara karşı aktif olduğu belirlenmiştir (Davidson ve Zivanovic, 2003; Borad ve Singh, 2018).

2.3.5. Büyüme Faktörleri

Büyüme faktörleri, 6-30 kDa aralığında molekül ağırlığına sahip polipeptitlerdir. Epidermal büyüme faktörü (EGF), fibroblast büyüme faktörleri (FGF1 ve FGF2), insülin benzeri büyüme faktörleri (IGF-I ve IGF-II) ve dönüştürücü büyüme faktörleri (TGF- β 1 ve TGF- β 2) sığır meme salgısında tanımlanan çeşitli büyüme faktörlerinden bazılarıdır. Kolostrumda bulunan büyüme faktörlerinin konsantrasyonları buzağılamadan sonraki ilk saatlerde en yüksek seviyeye çıkar, daha sonra önemli ölçüde azalır. Sığır kolostrumunda bulunan en baskın büyüme faktörleri EGF, IGF ve TGF'dir (Borad ve Singh, 2018).

2.4. Kolostrumun İnsan Sağlığına Faydaları ve Kullanım Alanları

Yenidoğan buzağların kendilerine ait aktif bir adaptif bağışıklık sistemi olmadığından, kolostrumdaki yüksek konsantrasyondaki antikorlar ve immünoglobulinler, buzağının bağışıklık sisteminin hazırlanmasında büyük bir etkiye sahiptir. Sığır kolostrumunun buzağı sağlığı üzerindeki faydalarına ek olarak, içerdiği biyoaktif bileşenler sayesinde insanlara da pasif bağışıklık sağlamakta ve mide-bağırsak sağlığını iyileştirmektedir (Hurley ve Theil, 2011; Borad ve Singh, 2018; Kaplan vd., 2022; Mehra vd., 2022). Aynı zamanda ishali önleme, bağışıklık sistemi fonksiyonunu iyileştirme, kolesterol düşürme, gastrointestinal mukozal bütünlüğünü koruma ve doku onarımında etkili olduğuna dair çalışmalar bulunmaktadır (Kaplan vd., 2022). Kelly (2003), kolostrumun tıbbi özelliklerinden yararlanmak için doğumdan sonraki ilk 24 saat içinde sağılan ve en az %80 protein (km üzerinden) ve %40 Ig (km üzerinden) içeren kolostrumun kullanılması gerektiğini bildirmiştir.

Kolostrum, yurt dışında çeşitli nutrasötik endüstriler tarafından kapsül, tablet ve toz formunda ticari olarak üretilmektedir ve gıda takviyesi olarak pazarlanmaktadır (Karlıdag, 2020; Kaplan vd., 2022). Bebek formüllerinde, sağlıklı içeceklerde, özel diyet takviyelerinde ve yenilikçi fonksiyonel gıdalarda kullanım potansiyeline sahip

olup, anne sütünün yokluğunda veya sınırlı mevcudiyetinde, bebekler için alternatif bir kaynak olarak kullanılmaktadır. Gelişmekte olan ülkelerde bebek ölüm oranı, kolostrum tozu ile zenginleştirilmiş takviyeler ile beslenerek azaltılabileceği bildirilmiştir (Borad ve Singh, 2018; Borad vd., 2021).

Kolostrumun besin değeri yüksek olduğu için sporcular tarafından da sıklıkla tercih edilmektedir. Kolostrum takviyelerinin, sporcuların performansına etkileri üzerine yapılan çalışmalara göre sporcularda kolostrum kullanımının kas kuvvetinde artış ve vücut yağında azalmada etkili olduğunu göstermiştir. Kolostrum, yüksek yoğunluklu egzersizler sırasında tampon kapasitesini artırarak egzersiz süresinin uzamasına katkıda bulunmaktadır. Aynı zamanda koşu hızını artırdığı ve yarışma streslerine karşı bağışıklık geliştirerek performansı iyileştirdiği bildirilmiştir. Ticari konsantre sığır kolostrum tozunun 8 ay boyunca 60 g olarak tüketilmesi ile atletik performansın arttırılabileceği sonucuna varılmıştır (Borad ve Singh, 2018; Borad vd., 2021; Kaplan vd., 2022).

Kolostrum bazı gıda takviyeleri pazarı, yüksek potansiyel ve düşük finansal risk segmentli pazar olarak tanımlanmıştır. Aynı zamanda kolostrumun biyoaktif maddeler bakımından zengin olması bu tür pazarlar için uygun bir ürün olduğunu göstermektedir ancak kolostrumun temin edilebilirliği, ısı duyarlılığı, uygun muhafaza şartlarının sağlanamaması gibi çeşitli teknolojik ve etik sorunlar nedeniyle ticari olarak işlenip pazarlanması sınırlı kalmıştır (Borad ve Singh, 2018).

Sığır kolostrumu, yıllık sığır süt üretiminin yalnızca %0.5'ini oluşturur, ancak bu miktar buzağının ihtiyaç duyduğundan çok daha fazladır. Pasif bağışıklık için bir buzağının vücut ağırlığının sadece %7-10'u kadar kolostruma ihtiyacı vardır. Kolostrumun immünoterapötik özelliklerinden insanların da yararlanması için fazla kolostrumun işlenmesi, uygun şartlarda muhafazası ve kullanıma sunulması gerekir. Böylece bu ürünler hem doğumdan hemen sonra kendi anneleri tarafından beslenemeyen yeni doğan buzağılar için takviye olarak kullanılabilecek hem de insanlarda enfeksiyon hastalıklarına karşı etkin koruma sağlamak için kolostrum ürünleri hazırlanabilecektir. Bu nedenle, fazla kolostrum, çeşitli endüstriyel ölçekli uygulamalarda kullanım için yüksek bir potansiyele sahiptir (Abd El Fettah, 2014; Borad ve Singh, 2018; Sotudeh vd, 2018; Kaplan vd., 2022).

2.5. Kolostrumun İşlenmesi ve Muhafazası

Gıda işlemede gıdanın besinsel içeriğini değiştirmeden gıda güvenliğini sağlamak, kalitesini artırmak ve raf ömrünü uzatmak amaçlanır. Uygulanan işlem ile bozulmaya neden olan mikroorganizmaların mümkün olduğunca azaltılması ve patojenik mikroorganizmaların tamamen yok edilmesi, doğal enzimlerin inaktif hale getirilmesi, bozulma hızının yavaşlatılması ve doğal gıda unsurlarının korunması hedeflenir. Kolostrumun işlenmesi ve muhafazası, doğumdan hemen sonra anneleri tarafından beslenemeyen yeni doğan buzağılar için kolostrum bankası oluşturulmasında oldukça önemlidir. Son zamanlarda kolostrumun insan sağlığı ve beslenmesinde kullanım amaçlı işlenmesi ve muhafazası konusunda değişik çalışmalar başlatılmıştır (Borad ve Singh, 2018).

Kolostrum, yenidoğan geviş getirenlerde çeşitli enterik hastalıklara karşı etkili koruma sağlamak için gıda takviyesi olarak kullanılmaktadır. Doğum sonrası elde edilen fazla kolostrum, yenidoğan buzağılara pasif bağışıklık sağlamak için kolostrum miktarının yetersiz olduğu durumlarda veya kaliteli kolostrum eksikliğinde devreye sokulabilir ancak sıvı kolostrumun raf ömrü oldukça sınırlıdır (Salar vd., 2021; Abdelsattar vd., 2022).

Sığır kolostrumunun hijyenik kalitesini ve immunoglobülin seviyesini düşürmeden raf ömrünü uzatmak için soğutma, dondurma, kimyasal muhafaza, dondurarak kurutma, püskürtmeli kurutma ve pastörizasyon gibi bazı muhafaza yöntemlerinin uygulanması gerekmektedir. Kolostrum için kullanılan en yaygın muhafaza yöntemleri pastörizasyon ve kurutmadır (Abd El Fettah vd., 2014; Sotudeh vd., 2018; Abdelsattar vd., 2022).

2.5.1. Soğutma ve Dondurma

Soğutma, mikroorganizmaların çoğalmasını engelleyerek gıdaların bozulmasını yavaşlatır ve raf ömrünü uzatır. Dondurma işlemi ise immunoglobülini maksimum seviyede korumada en etkili yöntemdir. Bu yöntem kolostrum bileşenlerinde önemli bir azalma yapmadan kolostrumu korumak için başarılı bir uygulamadır. Yapılan bir çalışmada, kolostrumun 4°C'ye soğutulması ile IgG içeriği 32.98 g/L'den 25.11 g/L'e az miktarda fakat kademeli bir azalma gözlenmiştir. Kolostrumun bir defa dondurulması ve çözülmesinin IgG üzerinde önemli bir etkisi görülmemiştir (Borad ve Singh, 2018).

2.5.2. Kimyasal Muhafaza

Koruyucular, mikroorganizmaların büyümesini engelleyen, geciktiren veya durduran maddeler olarak tanımlanmaktadır. Gıda koruyucuları, gıda ürünlerinin raf ömrünü uzatır, rengini, dokusunu ve lezzetini korur. Yapılan bir çalışmada, kolostrumun muhafazası için sodyum benzoat, sodyum propionat, sodyum asetat, benzoik asit, sorbitol ve bunların kombinasyonlarından oluşan kimyasal koruyucular kullanılmış ve etkinlikleri değerlendirilmiştir. Sodyum benzoat ve benzoik asit, diğer koruyucular ve kontrol ile karşılaştırıldığında, maya ve küflere karşı en etkili kimyasal koruyucular oldukları ve 21 gün boyunca orijinal pH'yı korudukları belirlenmiştir. Bununla birlikte, kimyasal koruyucular, kolostrumun fizikokimyasal özelliklerini değiştirmiş ve bağışıklık sistemi bileşenlerini yok etmiştir (Amit vd., 2017; Borad ve Singh, 2018).

2.5.3. Isıl İşlem Uygulamaları

Isıl işlem, gıda ve süt endüstrilerinde yaygın olarak kullanılan bir işlemdir. Mikrobiyolojik olarak güvenli ürünler sunmasına rağmen, süt ürünlerinin besleyici, fizikokimyasal ve reolojik özelliklerinde istenmeyen değişikliklere neden olabilir (Borad ve Singh, 2018).

Mikrobiyal kontamine olmayan yüksek kaliteli kolostrumun uzun süreli muhafazası, insan tüketimi için kolostrum bazlı ürünler üretmede ana zorluklarından biridir. Kolostrumun kontamine olduğu birkaç patojen vardır, ancak kontaminasyona esas olarak *Mycobacterium avium* ssp. *Paratuberculosis*, *Mycoplasma* spp., *Escherichia coli* ve *Salmonella* spp. neden olur. Patojenik bakteriler kolostrum yoluyla yenidoğanlara bulaşabilmektedir. Bu patojenler genellikle sağım sırasında kolostruma geçer ve depolama sırasında gelişerek son ürün için potansiyel risk oluşturur. Bu nedenle, patojenlerin etkin bir şekilde yok edilmesi ve yüksek kaliteli kolostrum elde etmek için pastörizasyon ve sterilizasyon gibi ısıl işlemlerin uygulanması gerekir (Abd El Fettah vd., 2014; Kaplan vd., 2022).

Pastörizasyon işlemi, *Mycobacterium avium*, küf ve maya, *Salmonella* spp. ve diğer patojenlerin azaltılmasını veya tamamen yok edilmesini sağlar. Ancak pastörizasyon ısısı, kolostrumdaki proteinlerin denatürasyonuna neden olabilir ve son ürünün kalitesini düşürür. Yapılan çalışmalarda HTST pastörizasyonundan sonra IgG konsantrasyonunda yaklaşık %25'lik bir azalma olduğu, sığır kolostrumunun

kalitesinde kayda değer düşüşler gözlemlendiği ve proses sırasında ve sonrasında kolostrum viskozitesinde önemli derecede artış gözlemlendiği belirlenmiştir. Öte yandan, UHT işlemi ile (138°C- 4 s) hemen hemen tüm immunoglobulinler denatüre olmaktadır (Borad ve Singh, 2018; Sotudeh vd., 2018; Kaplan vd., 2022).

2.5.4. Kurutma Yöntemleri

Gıdaların kurutulması, en kolay, en eski ve en yaygın gıda koruma yöntemi olup oldukça önemlidir. Gıda endüstrisinde büyük miktarlarda enerji tüketen önemli bir işlemdir ve son ürünün kalitesini belirlemede oldukça etkilidir. Kurutulmuş gıdalar ortam koşullarında stabildir, uzun raf ömrüne sahiptir ve kullanımı kolay olup gıda formülasyonlarına kolayca dahil edilebilirler. Aynı zamanda kurutma işlemleri ile son ürünün hem ağırlığı hem de hacmi azaltılarak paketleme, nakliye ve depolama işlemleri kolaylaştırılıp, maliyeti düşürülmektedir. Kurutma ile gıda ürünlerinin su aktivitesi 0.2'nin altına düşer, böylece mikrobiyolojik, kimyasal ve enzimatik aktivite durdurulabilir veya minimuma indirilebilir (Ahmed vd., 2013; Borad ve Singh, 2018; Senapati vd., 2021).

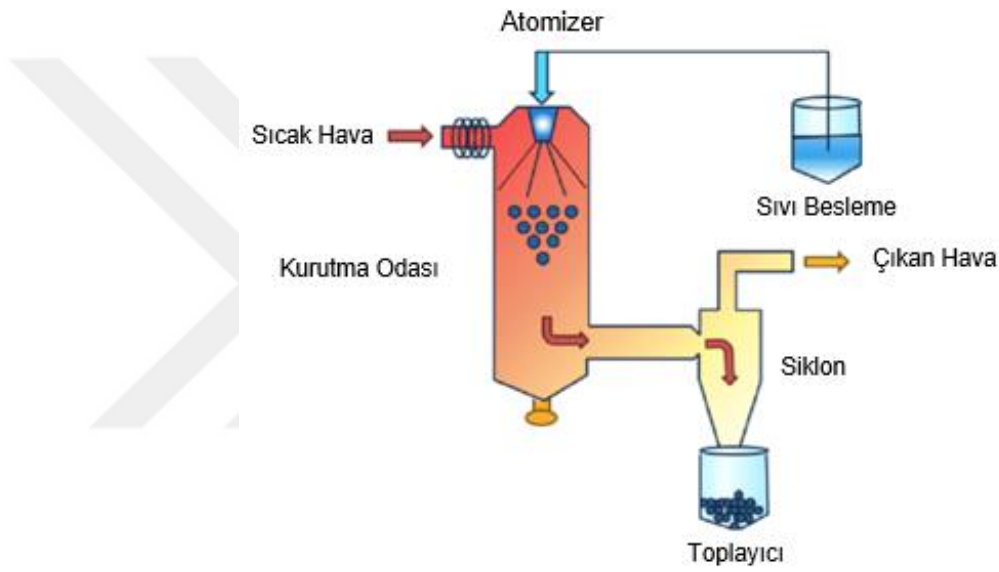
Ticari olarak piyasada bulunan kolostrum tozlarının çoğu, dondurarak kurutma yada püskürtmeli kurutma yöntemi kullanılarak üretilmektedir (Yu vd, 2015; Salar vd., 2021). Dondurarak kurutma, aktif Ig'lerin büyük bir bölümünü korurken; kontrollü koşullarda uygulanan püskürterek kurutma ile daha makul seviyelerde Ig'ler korunabilmektedir. Kurutma yöntemi söz konusu olduğunda, kolostrum tozu sıcaklığının 50-55°C'yi geçmemesi gerekir. Bu nedenle kolostrumun uygun koşullarda muhafaza edilmesi gerekir. Kolostrum tozunun oda sıcaklığında saklanması tavsiye edilir ve piyasada bulunan tozların çoğu, bazı durumlarda daha uzun olmak üzere en az bir yıllık raf ömrüne sahiptir (Borad ve Singh, 2018; Playford ve Weiser, 2021).

2.5.4.1. Püskürtmeli Kurutma

Püskürtmeli kurutma, ürünlerin sıvı halden toz hale dönüştürülmesi için kullanılan bir kurutma tekniğidir. Gıda, kimya, ilaç ve kozmetik endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Eijkelboom vd., 2023). Püskürtmeli kurutma işleminde bir çözelti veya süspansiyon halindeki hammadde atomizer ile sıcak ortama püskürtülür. Ürün sıcak ortam ile temas ettiğinde içerisindeki nem hızla buharlaşır ve damlacıklar kuru partiküllere dönüşür ve bu işlemin süresi sadece birkaç saniyedir (Alhajj vd.,

2021; Kaplan vd., 2022). Kurutulacak sıvı sisteme verilmeden önce konsantre edilerek enerjiden tasarruf sağlanır (Samborska vd., 2022).

Püskürtmeli kurutma sistemi; atomizer, kurutma odası ve toplayıcı olmak üzere üç ana bileşenden oluşur (Şekil 2.3). Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen toz partiküllerin özellikleri, püskürtmeli kurutma koşullarına ve ekipmanın konfigürasyonuna bağlıdır. Atomizer, kurutulacak olan sıvıyı püskürtme odası içerisine püskürten ana bileşendir. Atomizer tipine göre atomize edilen damlacıkların boyutu ve özellikleri de değişmektedir. Bu nedenle püskürtmeli kurutucuda atomizer seçimi oldukça önemlidir (Alhajj vd., 2021).



Şekil 2.3. Püskürtmeli kurutma sistemi (Kim vd., 2019)

Püskürtmeli kurutma işlemi, düşük maliyeti, hızlı olması ve geniş ekipman mevcudiyeti gibi nedenlerden dolayı yaygın olarak kullanılan bir tekniktir (Salar vd., 2021). Kurutulacak ürün ile sıcak kurutma ortamının temas süresi çok az olduğundan özellikle ısıya duyarlı hassas bileşenlerin kurutulması ve enkapsülasyonu için tavsiye edilmektedir. Gıda endüstrisinde püskürtmeli kurutma ile gıdaların raf ömrü uzatılmakta, depolama ve nakliye işlemleri kolaylaştırılmaktadır. Püskürtmeli kurutma, dondurarak kurutmaya kıyasla 4-5 kat daha ekonomiktir. Ancak sıcak hava, püskürtülen sıvı ile temas etmeden büyük hacimli kurutma odasında dolaştığı için termal etkinliği %25-60 civarına olup oldukça düşüktür. Pilot ölçekli püskürtmeli kurutma sistemlerinde ise %10'un altındadır (Samborska vd., 2022; Eijkelboom vd., 2023). Püskürtmeli kurutmanın diğer kurutma tekniklerine kıyasla en büyük

avantajlarından biri ise iyi fonksiyonel özelliklere sahip aglomere tozlar üretilmesidir. Beslenecek olan sıvının bileşimi ve uygulanacak püskürtmeli kurutma koşulları, elde edilecek kuru partiküllerin boyutunu, yüzey bileşimini, morfolojisini ve aglomerasyon seviyesini belirlemektedir. Püskürterek kurutma işlemi, belirli bir parçacık boyutu dağılımına sahip küresel şekilli parçacıklar üretebilir ve bu tozlar serbest akış özelliği göstermektedirler. Düzensiz şekle sahip partiküllerden oluşan tozlar ise daha düşük akışkanlık özelliği gösterirler. Aynı zamanda püskürtmeli kurutmada akışkanlığı olumsuz etkileyen çok sayıda küçük partiküller (<100 µm) oluşabilmektedir. Laboratuvar ölçekli püskürtmeli kurutucuda üretilen tozlar genellikle zayıf akışkanlık göstermektedir (Kaplan vd., 2022; Eijkelboom vd., 2023).

Geleneksel püskürtmeli kurutucularda giriş havası sıcaklığı 150 ile 220°C arasında değişirken, gıda uygulamalarında kurutulmuş ürünün sıcaklığı 70–90 °C'ye ulaşabilmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıklarda likopen, β-karoten, antosiyanin, C vitamini gibi bazı aşırı hassas bileşiklerin zarar görmesine neden olmakta ve şeker içeriği yüksek gıdalar kurutulurken bazı problemler gözlemlenmektedir (Samborska vd., 2022).

Püskürtmeli kurutma, nispeten daha ucuz ve daha hızlı olmasına rağmen, süt ürünlerinin kurutulmasında gözlenen morfoloji ve partikül boyutundaki değişiklikler, aroma kaybı ve termal bozunma bu yöntemin başlıca dezavantajlarıdır ve özellikle kolostrum proteinleri ısıya karşı hassas olduğu için püskürtmeli kurutma ile kolostrum tozu üretilmesi sınırlı düzeyde kalmıştır. Kolostrumun termo-labil doğası gereği, püskürterek kurutmadan önce kolostrumun pastörizasyon işlemi basamağının atlanmasını gerekmektedir. Ancak kurutulmuş toz ürün, patojenler ve bozulmaya neden olan mikroorganizmaları içerebilir. Amerika'da satılan nutrasötik kolostrum tozunda potansiyel olarak zararlı *Bacillus* türleri tespit edilmiştir. Bu nedenle, mikrobiyal güvenliği sağlamak için püskürterek kurutma koşullarının optimize edilmesi ve termal koruma etkinliğinin değerlendirilmesi gerekmektedir (Borad ve Singh, 2018; Kaplan vd., 2022; Eijkelboom vd., 2023).

2.5.4.2. Dondurarak Kurutma

Dondurarak kurutma, liyofilizasyon olarak da bilinen bir kurutma yöntemidir. Bu yöntemle en yüksek kalitede tozlar üretilmektedir. Yöntem, ürünün dondurulması, basıncın düşürülmesi ve ürün içindeki donmuş suyun süblimasyon yoluyla uzaklaştırılması adımlarını içerir (Castro-Albarrán vd., 2016; Jia vd., 2021).

Dondurarak kurutma, biyoteknoloji sektöründe sıklıkla tercih edilmekte ve dondurularak kurutulan ürünler biyolojik özelliklerini kaybetmeden bir yıldan fazla saklanabilmektedir. Aynı zamanda dondurularak kurutulmuş ürünler orijinal şekillerini ve dokularını muhafaza ederler ve besin kaybı da çok az olmaktadır. Bu nedenle ısıya duyarlı biyolojik materyaller için en çok tercih edilen kurutma tekniğidir (Kaplan vd, 2022). Tüm bu avantajlarının yanı sıra bu yöntem, uzun zaman vakum altında çalıştığı için enerji tüketimi nedeniyle pahalı bir işlemdir ve bu nedenle gıda endüstrisinde uygulaması sınırlı kalmıştır (Castro-Albarrán vd., 2016).

Anne sütünün muhafazası için dondurularak kurutulma iyi bir alternatif yöntem olarak önerilmektedir. Dondurularak kurutulmuş anne sütü, -20°C’de donmuş süt ile karşılaştırıldığında C ve E vitamin içeriğinin ve antioksidan kapasitenin daha iyi korunduğu gözlenmiştir (Castro-Albarrán vd., 2016).

2.6. Kolostrum Kurutulması İle İlgili Yapılan Çalışmalar

Sotudeh vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada doğum sonrası ilk sağımlı sığırların kolostrum örneklerine püskürtmeli kurutma, dondurarak kurutma ve pastörizasyon (60 °C’de 30 dk ve 55 °C’de 60 dk) işlemleri uygulanmış ve IgG içeriği üzerine etkileri incelenmiştir. Sığırların kolostrum örneklerinin ortalama IgG içeriklerine bakıldığında en yüksek IgG içeriği (60.35 mg/mL) kontrol örneğinde, dondurularak kurutulmuş örnekte 36.97±6.79 mg/mL; püskürtmeli kurutma işlemi uygulanmış örnekte ise 30.65±6.95 mg/mL olarak bulunmuştur. Pastörizasyon işlemleri uygulanan örneklerin IgG içerikleri 55°C/60 dk pastörizasyon için 34.97±9.80 mg/mL iken 60 °C’de 30 dk pastörizasyon için 28.12±6.53 mg/mL olarak bulunmuştur. Farklı yöntemler ile kurutulan örnekler arasında önemli bir farklılık olmamasına rağmen dondurularak kurutulmuş örneklerin IgG içeriklerinde daha az bir kayıp gözlenmiştir. Bu sonuçlar, dondurarak kurutma ve püskürtmeli kurutma işlemlerinin sığırların kolostrumunun raf ömrünü ve kalitesini muhafazada daha etkili olduğunu göstermiştir.

Borad vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada, püskürtmeli kurutma koşullarını optimize etmek amacıyla retentate yağsız seyreltilmiş kolostrum (RYK) ve retentate kolostrum peynir altı suyu (RKP) örneklerine farklı koşullarda püskürtmeli kurutma uygulanmıştır. Kontrol örneği olarak ise dondurularak kurutulan örnekler kullanılmış ve elde edilen tüm örneklerin fiziksel ve kimyasal analizleri yapılmıştır. Kolostrum örneklerinin püskürtmeli kurutulması işleminde üç farklı giriş hava sıcaklığı (150, 165 ve 180°C) uygulanmış ve besleme hızı (20-70 mL/dk) kontrol edilerek çıkış hava

sıcaklığı 68-72°C aralığında tutulmuştur. Kolostrum örneklerinin püskürtmeli kurutulmasından önce, nem buharlaşmasını kolaylaştırmak için 55°C'ye ısıtılmasıyla, kolostrum örneği pıhtılaşmış, jel haline gelmiş ve nozulda tıkanmalara neden olmuştur. Bu nedenle besleme sıcaklığı 20°C olarak ayarlanmıştır. Püskürtmeli kurutma işleminde giriş hava sıcaklığındaki artış ile birlikte, tozun nem içeriği ve su aktivitesi önemli ölçüde azalmıştır. Kurutulmuş tozlarda en yüksek IgG (%67.10±2.88), IgA (%3.31±0.4) ve IgM (%6.59±0.78) içerikleri dondurularak kurutulmuş RKP örneğinde elde edilmiştir. Püskürtülerek kurutulan örneklerin Ig içerikleri ise kontrol örneklerine kıyasla daha düşük bulunmuş ve farklı giriş hava sıcaklıklarının Ig içeriği üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Dondurularak kurutulmuş RYK ve RKP örneklerinin gevşek yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.32 g/cm³ ve 0.24 g/cm³ iken püskürtülerek kurutulan örnekler için sırasıyla 0.25 g/cm³ ve 0.23-0.24 g/cm³ olarak tespit edilmiştir. Dondurularak kurutulmuş örneklerin gevşek yığın yoğunluğu püskürtülerek kurutulan örneklerden daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Örneklerin akışkanlık özelliklerine bakıldığında ise en yüksek akışkanlık değeri dondurularak kurutulmuş RYK örneğinde (41.63) elde edilirken püskürterek kurutulan örneklerin yapışkan özellikte olduğu görülmüş ve analiz sırasında akışkanlık özellik göstermemiştir. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklerin (>15 dk), dondurularak kurutulmuş (58.33 s ve 25.33 s) örneklere kıyasla çok daha uzun ıslanabilirlik süresine sahip olduğu ve püskürtmeli kurutmanın, dondurarak kurutmaya kıyasla çözünürlüğü önemli ölçüde olumsuz etkilediği gözlenmiştir.

Borad vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada ultrafiltrasyon uygulanan seyreltilmiş yağsız kolostrum ve kolostrum peynir altı suyu örnekleri püskürtmeli kurutucuda (besleme sıcaklığı 20°C, giriş hava sıcaklığı 180°C, çıkış hava sıcaklığı 68-72°C, besleme hızı 20-70 mL/dk) kurutulmuştur. Depolama koşullarının etkisini gözlemlemek için kurutulan kolostrum örnekleri, farklı kaplarda (HDPE kabı ve polyester laminasyon poşeti) 4 ve 25°C'de 6 ay depolamaya bırakılmış ve fiziko-kimyasal özellikleri incelenmiştir. Retentate yağsız kolostrumdan (RYK) ve retentate kolostrum peynir altı suyundan (RKP) elde edilen tozlar sırasıyla yaklaşık %86 ve %94 protein içererek , protein açısından zengin toz olarak adlandırılmıştır. RYK tozunun IgG, IgA ve IgM içerikleri sırasıyla %43.35, %1.99 ve %4.38 iken RKP tozunun %61.50, %2.69 ve %6.09 olarak bulunmuştur. Depolama sıcaklık ve

süresinin, toz örneklerin Ig içeriklerini önemli ölçüde ($p<0.05$) etkilediği gözlenmiştir. RYK tozunun başlangıç IgG seviyesi %43.35 iken; HDPE numune kabında 4 ve 25°C'de 6 ay depolanması ile sırasıyla %34.68 ve %31.81'e düşmüştür. RKP tozunun başlangıç IgG içeriği ise %61.50 iken, polyester laminasyon poşetinde 4 ve 25 °C'de 6 aylık depolanması sonucunda sırasıyla %43.48 ve %41.92'ye düşmüştür. Tüm koşullarda RKP tozunda IgG aktivitesinin kaybı, RYK tozundan önemli ölçüde fazla olduğu görülmüştür.

Yu vd. (2015) tarafından yapılan çalışmada püskürtmeli kurutma (besleme sıcaklığı $32\pm1^{\circ}\text{C}$, giriş hava sıcaklığı $125\pm1^{\circ}\text{C}$, çıkış hava sıcaklığı $48.9\pm1.3^{\circ}\text{C}$, hava akış hızı $0.78\pm0.01 \text{ m}^3/\text{dk}$) uygulanarak hazırlanan sığır kolostrum tozları farklı ambalaj malzemelerinde (alüminyum lamine polietilen (ALPE) ve polietilen tereftalat (PET)) ve farklı depolama koşulları altında 90 gün boyunca depolanmış ve tozların raf ömrü ve depolama stabilitesi değerlendirilmiştir. Püskürtülerek kurutulmuş sığır kolostrum tozlarının tahmini raf ömrü, 25°C'de ve %50 RH'de ALPE ve PET torbalarda depolanırlarad sırasıyla 425.5 ve 86.5 gün olmuştur. Uygulanan tüm depolama koşullarında depolama süresi arttıkça püskürülerek kurutulmuş kolostrum tozlarının nem ve HMF içeriği kademeli olarak artmış, IgG içeriği ilk 30 gün boyunca ciddi bir azalma göstermiş, depolama süresi boyunca da kademeli olarak düşmüştür. Sonuç olarak, püskürtülerek kurutulmuş kolostrumların muhafazasının ALPE torbalarda, 4°C ve %40-70 RH ortamda daha uygun olduğu gözlenmiştir.

Abd El Fettah vd. (2014) tarafından yapılan çalışmada sığır ve manda kolostrum örneklerine farklı koşullarda pastörizasyon, dondurarak kurutma ve dondurma (-20°C) işlemleri uygulanmıştır. Kontrol örneği olarak ise hiçbir ısı işlem uygulanmamış taze kolostrum kullanılmıştır. Sığır kolostrumunun toplam kuru madde, protein, yağ, laktoz ve kül içerikleri sırasıyla % 24.2, %13.4, %8.0, %1.7 ve %1.0 iken, manda kolostrumunun %26.7, %13.5, %9.9, %2.4 ve %1.3 olarak belirlenmiştir. En yüksek IgG içeriği manda kolostrumunun kontrol örneğinde ($31.5 \pm 2.5 \text{ mg/mL}$) elde edilmiştir. Pastörize edildikten sonra -20°C 'de dondurulan kolostrumun ($29.5 \pm 2.1 \text{ mg/mL}$) ve dondurularak kurutulan kolostrumun ($29.8 \pm 2.0 \text{ mg/mL}$) IgG ve laktoferrin içeriklerinde önemli bir farklılık gözlenmemiştir. Hem sığır hem de manda kolostrumu, IgG ve IgM içerikleri etkilenmeden en az 3 ay boyunca -20°C 'de dondurularak saklanabilmektedir ancak kolostrum örneklerinin -20°C 'de dondurulması, IgM ve IGF-1 içeriğinde azalmalara neden olmuştur. Dondurarak

kurutma işleminin ise kolostrumdaki biyoaktif bileşenlerin konsantrasyonu üzerinde olumsuz hiçbir etkisinin olmadığı gözlenmiştir.

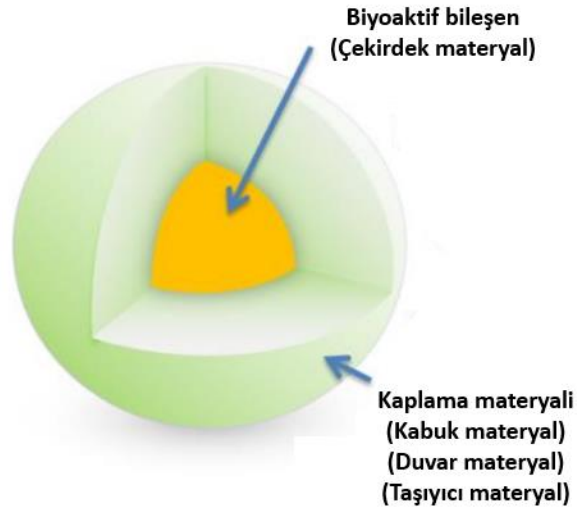
Sharma vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada, dondurarak kurutmanın (-40°C), sığır kolostrumun immünoglobulin ve toplam antioksidan içeriklerine etkileri araştırılmıştır. Sonuçlara bakıldığında dondurarak kurutma işleminin, DPPH radikal süpürme aktivitesinde ve IgG içeriğinde bir düşüşe neden olduğu gözlenmiştir. Taze ve dondurularak kurutulmuş kolostrumun ortalama IgG içerikleri sırasıyla 782.8 mg/dL (72.28 mg/mL) ve 578.9 mg/dL (57.89 mg/mL)'dir. Dondurarak kurutma işlemi IgG içeriğinde ortalama %26.05 düşüşe neden olmuştur. Sığır kolostrumunun ortalama radikal süpürme aktivitesi %50.46 iken, dondurularak kurutulmuş örneklerin %32.75 olarak bulunmuştur. Örneklerin toplam antioksidan aktivitelerine bakıldığında ise taze kolostrumun ortalama değeri 876.83 $\mu\text{M/mL}$ Fe(II) iken dondurarak kurutulmuş kolostrumun 745.87 $\mu\text{M/mL}$ Fe(II)'dir ve dondurarak kurutma işlemi sonucunda antioksidan aktivite değerinde yaklaşık %14.96 azalma gözlenmiştir.

Salar vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada sığır ve manda kolostrum örneklerine uygulanan farklı kurutma yöntemlerinin (püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma) ve farklı pastörizasyon koşullarının ($57-60-63^{\circ}\text{C}$ ve 30-45-60 dk,) biyoaktif protein içeriklerine (IgG ve laktoferrin) ve antioksidan aktivitesine etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla, sığır ve manda kolostrum örnekleri pastörize edildikten sonra bir kısmına püskürtmeli kurutma (besleme sıcaklığı $54 \pm 3^{\circ}\text{C}$, giriş hava sıcaklığı $123 \pm 2^{\circ}\text{C}$, çıkış hava sıcaklığı $48 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ve besleme hızı 160 mL/saat) uygulanmış, diğer kısmı ise dondurarak kurutulmuştur (-50°C). Sonuçlara bakıldığında, sığır kolostrumunun, protein içeriğinin ($\%12.91 \pm 3.75$) manda kolostrumunun protein içeriğinden ($\% 7.97 \pm 0.76$) fazla olduğu ancak yağ içeriğinin ($\%6.11 \pm 0.78$), manda kolostrumu yağ içeriğinden ($\%10.81 \pm 0.50$) daha düşük olduğu görülmüştür. Örneklerin toplam kurumadde ve kül içerikleri arasında ise anlamlı bir fark olmamıştır. Kurutma yöntemlerinin kolostrumun biyoaktif proteinleri üzerindeki etkisine bakıldığında, her iki kurutma prosesinde de hafif bir protein denatürasyonu gerçekleşmiş ancak laktoferrinin kurutma işlemlerine karşı stabilitesi IgG'den daha yüksek olduğu görülmüştür. Kurutma yönteminin antioksidan aktiviteye etkisine bakıldığında ise püskürtülerek kurutulan ve dondurularak kurutulan örneklerin, radikal süpürme aktiviteleri arasında önemli bir fark olmamasına rağmen, dondurarak kurutma işleminde, püskürtmeli kurutmaya kıyasla daha az bir düşüş olmuştur ve

dondurarak kurutmanın kolostrumun antioksidan aktivitesi üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir.

2.7. Enkapsülasyon

Enkapsülasyon, katı, sıvı veya gaz halde olabilen aktif bir bileşenin (çekirdek materyal) başka bir madde (duvar materyali /taşıyıcı materyal) ile kaplanması işlemidir. Enkapsülasyonun temel amaçlarından biri, biyoaktif fonksiyonel bileşenleri veya mikroorganizmaları vb. olumsuz ortam koşullarından (ışık, sıcaklık, nem veya oksijen) korumaktır. Gıda endüstrisinde yenilikçi ve fonksiyonel ürünlerin geliştirilmesine ilişkin büyük bir potansiyele sahiptir. Enkapsülasyon işlemi genellikle üç aşamada gerçekleştirilir. İlk aşamada, biyoaktif bileşen, katı veya sıvı olan bir matrikse dahil edilir. İkinci aşamada, matriksin katı olması durumunda sıvı matrikse dağıtılır veya püskürtülür. Üçüncü aşama ise fiziksel, kimyasal veya fiziko-kimyasal işlemler yoluyla sistemin stabilizasyonu sağlanır. Elde edilen parçacıklar (kapsüller, küreler veya emülsiyonlar), farklı boyutlara, bileşimlere, morfolojilere ve işlevlere sahip olabilir (Şekil 2.4) (Tavares vd., 2014; Mazumder ve Ranganathan, 2020; Reque ve Brandelli, 2021; Ribeiro vd., 2021).



Şekil 2.4. Kapsül yapısı (Trojanowska vd., 2017)

Enkapsülasyon teknolojisi, parçacık boyutuna göre, mikroenkapsülasyon (3-800 µm arası) veya nanoenkapsülasyon (10- 1000 nm arası) olarak adlandırılır (Reque ve Brandelli, 2021). Mikro veya nanoenkapsülasyon, biyoaktif bileşenleri korumak için fiziksel bir bariyer veya kaplama oluşturur. Böylece, enkapsüle edilen biyoaktif materyal korunur ve ürünün işlevselliği ve raf ömrü artar. Enkapsülasyon yöntemleri

genellikle istenmeyen tatları, kokuları ve renkleri maskelemek, biyoaktif bileşenlerin kimyasal ve fiziksel stabilitelerini geliştirmek, biyoyararlanımlarını arttırmak ve çeşitli formülasyonlara dahil edilmelerini sağlamak için ve aktif bileşen ile diğer bileşenler arasındaki etkileşimleri ve istenmeyen reaksiyonları önlemek için kullanılmaktadır (Tavares vd., 2014; Ribeiro vd., 2021; Lin vd., 2022).

2.7.1. Enkapsülasyonun Avantajları

Enkapsülasyon teknolojisi, mikro besinler, polifenoller ve enzimler gibi biyoaktif molekülleri oksijen, ışık, pH, nem, ısı ve diğer zorlu koşullara karşı korumak için ilaç ve gıda sektörlerinde kullanılmaktadır. Bu yöntem, belirli hedef bileşenleri korurken, kullanılan duvar materyali ile istenmeyen tat veya kokuları maskeleyerek doğal antioksidanlar ve antimikrobiyaller içeren son ürünlerin oluşturulmasını sağlar (Zhang vd., 2022).

Enkapsülasyon işleminin birçok avantajı bulunmaktadır. Enkapsülasyon işlemi ile biyoaktif bileşenler, istenmeyen ortam koşullarından korunarak doğrudan hedef bölgeye taşınmaktadır. Böylece biyoaktif bileşenin raf ömrü artar. Aynı zamanda enkapsülasyon işlemi biyoaktif bileşenlerin çözünürlüklerini, biyoyararlanımlarını ve stabilitelerini artırarak veya salınımlarını kontrol ederek biyoaktif bileşenlerin verimliliklerini artırmaktadır. Biyoaktif bileşenlerin enkapsülasyonu ile depolama boyunca aktiviteleri korurken aynı zamanda gastrointestinal sistemden geçişi sırasında stabiliteleri de artırılır (Reque ve Brandelli, 2021; Zhang vd., 2022).

Gıda sistemlerine biyoaktif bileşenin eklenmesi, fizyolojik faydalar sağlayabilecek veya hastalık riskini azaltabilecek fonksiyonel gıdaların geliştirilmesini sağlayabilir. Ancak biyoaktif bileşenlerin ilavesi, gıdalarda istenmeyen tat ve kokuya neden olmamalıdır. Enkapsülasyon işlemi, hoş olmayan tat ve kokuları maskeler ve lezzet kusurları olmayan ürünlerin geliştirilmesi imkanını sunmaktadır (Tavares vd., 2014). Bununla birlikte, enkapsülasyon yöntemlerinin uygulanması, özellikle endüstriyel ölçekte uygulandığında, yüksek maliyetlere ve düşük enkapsülasyon verimliliğine neden olmaktadır. Aynı zamanda enkapsüle edilmek istenen biyoaktif bileşen ile kaplama materyali arasında bazı istenmeyen reaksiyonlar meydana gelebilir. Bu nedenle, parçacıkların nihai amacına göre, en uygun formülasyonu elde etmek için enkapsülasyon işlemi parametrelerinin dikkatli bir şekilde seçilmesi gerekmektedir (Ribeiro vd., 2021).

2.7.2. Enkapsülasyon Yöntemleri

Literatürde birçok enkapsülasyon yöntemi vardır ancak hiçbirisi tüm biyoaktif bileşenlere uygulanamaz. Enkapsülasyon yönteminin seçimi, kaplama materyalinin fiziksel özellikleri, biyoaktif materyalin çözünürlüğü üretilecek olan partikülün boyutu ve morfolojisi gibi özelliklere bağlıdır. Aynı zamanda yöntemin maliyeti ve enkapsülasyon verimliliği de dikkate alınmalıdır. Kullanılan yöntem, son ürünün özelliklerini belirlemektedir. Enkapsülasyon fiziksel, kimyasal veya fizikokimyasal yöntemler ile yapılmaktadır. Bu yöntemlerden bazıları, püskürtmeli kurutma, dondurarak kurutma, akışkan yatak, koaservasyon, ekstrüzyon, moleküler hapsetme, polimerik miseller, süper kritik akışkanlar, solvent buharlaştırma veya nano yapıli lipid matrisleridir (Tavares vd., 2014; Reis vd., 2022; Zhang vd., 2022).

Tablo 2.3'de gıda endüstrisinde uygulanan bazı enkapsülasyon yöntemleri ve uygulandığı bileşenler gösterilmektedir. Gıda endüstrisinde kullanılan geleneksel mikroenkapsülasyon teknolojileri ise püskürtmeli kurutma, ekstrüzyon, koaservasyon, lipozom ve emülsiyondur (Reque ve Brandelli, 2021).

2.7.2.1. Püskürtmeli Kurutma

Püskürtmeli kurutma, gıda endüstrisinde biyoaktif bileşenlerin mikroenkapsülasyonu için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir (Şekil 2.5). Biyoaktif peptitler, enzimler ve moleküller, mikroorganizmalar ve probiyotikler, fenolik bileşikler, omega-3 yağ asitleri, mineraller, vitaminler, doğal gıda renklendiricileri, uçucu yağlar, aromalar dahil olmak üzere hemen hemen her gıda bileşenin enkapsülasyonu için kullanılmaktadır. Biyoaktif bileşen ve kaplama materyali ile sulu bir emülsiyon hazırlanmasının ardından homojenizasyon, kurutma odasında atomizasyon ve partiküllerin dehidrasyonu aşamalarından oluşmaktadır. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin boyutları işlem koşullarına, konsantrasyona ve kullanılan materyale bağlı olarak 10-400 µm arasında değişir (Lin vd., 2022; Reis vd., 2022; Zhang vd., 2022).

Püskürtmeli kurutma nispeten düşük maliyetli ve kısa süreli, basit bir işlemdir. Aynı zamanda püskürtmeli kurutmanın kullanılması, depolama hacmini, ambalajlama ve nakliye maliyetlerini azaltır ve enkapsüle bileşiklerin stabilitesini artırır. Ancak işlem sırasındaki yüksek sıcaklık, ısıya duyarlı bileşenlerin fonksiyonel özelliklerine zarar verebilmektedir (Lin vd., 2022; Reis vd., 2022).

Püskürtmeli kurutmada kullanılan kaplama materyali, suda iyi çözünmelidir. Düşük higroskopik, düşük viskozite ve film oluşturma yeteneğine sahip olmalı, maksimum koruma sunmalı ve tadı ve kokusu olmamalıdır (Zhang vd., 2022). Yaygın olarak kullanılan kaplama materyalleri, gıamlar ve maltodekstrin gibi polisakkaritler, peynir altı suyu proteinleri, soya proteinleri, sodyum kazeinat, modifiye nişasta, jelatin ve kitosandır (Reis vd., 2022).

Tablo 2.3. Enkapsülasyon yöntemleri ve uygulama alanları (Tavares vd., 2014)

YÖNTEM	AÇIKLAMA	UYGULAMA ALANI
Püskürtmeli kurutma	Kaplama materyalinde dağılmış enkapsüle materyalin kurutulması. Kaplama materyalleri olarak nişasta, polisakkaritler, maltodekstrinler ve/veya proteinler kullanılmaktadır. Bu yöntem ile 10-100 mm arasında partiküller üretilmektedir.	Aroma bileşenlerinin, polifenollerin ve vitaminlerin enkapsülasyonu
Püskürtmeli soğutma ve dondurma	Çekirdek materyalin sıcak ve sıvılaştırılmış kaplama materyaline (genellikle bitkisel yağlar) dahil edilmesi. Nispeten düşük maliyetli enkapsülasyon yöntemidir. Ürün atomizasyonu ve soğutma yoluyla mikrokapsüller oluşur.	Tat bileşenlerinin, minerallerin, vitaminlerin ve probiyotiklerin enkapsülasyonu
Dondurarak kurutma	Bir homojenizasyon işleminden sonra çekirdek ve kaplama materyalinin birlikte liyofilize edilmesi. Tekdüze olmayan partiküller üretilir.	Tat bileşenlerinin, yağ asitlerinin ve probiyotiklerin enkapsülasyonu
Ekstrüzyon	Kaplama materyali ile bir sertleştirme banyosuna daldırıldıktan sonra mikro partikül haline gelen çekirdek materyal damlacıklarının oluşumu. Kaplama materyali camsı bir karbonhidrat matrisidir. Enkapsülasyon verimi düşüktür. Üretilen partiküller yüksek stabilite ve uzun bir raf ömrüne sahiptir.	Tat bileşenlerinin, vitaminlerin ve gıda bileşenlerinin enkapsülasyonu
Süper kritik akışkan ekstraksiyonu	Bu yöntem, kaplama materyali ve çekirdek materyalin bir süper kritik akışkan içinde çözündürülmesi/dağıtılması dışında püskürtmeli kurutmaya benzer.	Vitaminler ve polifenoller gibi ısıya duyarlı maddelerin enkapsülasyonu
Akışkan yatak	Bu yöntem, katı partiküllerin (100 µm ila birkaç mm) enkapsülasyonu için uygulanır. Kaplama materyali, yukarı doğru bir hava akımı ile akışkanlaştırılan çekirdek materyal üzerine atomize edilir.	Vitaminlerin ve hücrelerin enkapsülasyonu
Koaservasyon	Bir veya daha fazla polielektrolitin bir çözeltiden faz ayrılması ve aynı reaksiyon ortamında süspanse edilmiş veya emülsiyon haline getirilmiş aktif bileşen etrafında koloidal parçacıkların birikmesi.	Yağ asitleri ve flavonoidlerin enkapsülasyonu
Lipozomlar	Bir veya daha fazla eş merkezli çift lipid tabakası (genellikle fosfolipitler) tarafından oluşturulan küresel partiküllerdir. Suda çözünen, yağda çözünen ve amfifilik materyallerin tutulmasında, taşınmasında ve salınmasında kullanılabilirler.	Vitaminlerin, enzimlerin ve peptitlerin enkapsülasyonu

2.7.2.2. Püskürtmeli Soğutma ve Dondurma

Püskürtmeli soğutma ve püskürtmeli dondurma işlemi biyoaktif çekirdek materyalden oluşan sıvı bazlı bileşenleri, soğuk hava veya sıvı nitrojen yoluyla 2-20 µm arasında değişen katı parçacıklara atomize eder. Düşük maliyetli bir enkapsülasyon tekniğidir ancak enkapsülasyon verimliliği oldukça düşüktür. Çalışma sıcaklığı püskürtmeli soğutma için 45-122°C ve püskürtmeli dondurma için 32-42°C'dir. Kaplama materyalleri genellikle yüksek erime sıcaklığına sahip lipofilik maddelerdir (Lin vd., 2022).

2.7.2.3. Dondurarak Kurutma

Dondurarak kurutma, doğal yağlar, aroma ve aroma bileşikleri ve farmasötikler gibi hassas bileşiklerin enkapsülasyonu için uygun bir yöntemdir. Gıdaların besinsel, duyu ve fonksiyonel özelliklerini korurken, doğal renk ve lezzetlerini koruyarak oksidasyon veya kimyasal modifikasyon nedeniyle bozulmayı önleyen termal olmayan bir işlemdir. Dondurarak kurutma ile enkapsülasyon işlemi sırasıyla bu aşamaları içerir: Biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonu, uygun kaplama materyalinin seçilmesi, sıvı dispersiyon ortamının hazırlanması, dondurma, süblimasyon, birincil kurutma ve ikincil kurutmadır (Reis vd., 2022; Zhang vd., 2022).

2.7.2.4. Koaservasyon

Koaservasyon, lipofilik materyallerin enkapsülasyonu için gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan bir enkapsülasyon yöntem olup karışım çözeltisinden faz ayırma işlemidir. Bu yöntem üç adımda gerçekleşmektedir. Birincisi, çekirdek molekül ve kaplama materyalinden oluşan bir karışım çözeltisinin hazırlanması ve sıcaklık, pH veya iyonik güç gibi çözelti parametrelerinin ayarlanmasıyla indüklenen çözücü faz ayırımıdır. İkinci adım, sıcaklığı ayarlayarak veya çapraz bağlayıcılar ekleyerek polimer açısından zengin sıvı fazın çöktürülmesidir. Üçüncü adım ise dondurarak kurutma veya buharlaştırma yöntemi kullanılarak kaplama tabakasının katılaştırılmasıdır (Şekil 2.5). Bu yöntem, gerçek bir mikroenkapsülasyon tekniği olarak kabul edilir çünkü biyoaktif çekirdek, kaplama materyalleri tarafından tamamen tutulabilir (Lin vd., 2022; Reis vd., 2022).

Koaservasyon, yüksek taşıma yükü, yüksek enkapsülasyon verimliliği, nispeten düşük işleme maliyeti ve ortam sıcaklığında sentez yapabilme yeteneği sayesinde gıda endüstrisi için uygun bir enkapsülasyon yöntemidir. İyi bir enkapsülasyon kapasitesine

ve mikroküre içeriğinin kontrollü salınımına sahip olup mekanik stres, sıcaklık ve pH değişikliklerine karşı direnç sağlar. Koaservasyon işlemi sıklıkla enzimlerin, aroma bileşenlerinin ve mikrobiyal hücrelerin enkapsülasyonu için kullanılmaktadır. Kaplama materyali olarak ise jelatin, aljinat, modifiye nişasta, gamlar ve proteinler gibi çok sayıda materyal kullanılabilir (Reque ve Brandelli, 2021; Reis vd., 2022).

2.7.2.5. Ekstrüzyon

Ekstrüzyon, çoğunlukla esansiyel yağlar gibi uçucu, kararsız ve organik bileşiklerin enkapsülasyonu için kullanılır. Gıda alanının yanı sıra, ilaç ve kozmetik endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Lin, 2022; Reis vd., 2022). Ekstrüzyon işleminde, çekirdek materyal ve kaplama materyali birbiriyle karışmamalı ve kaplama materyali, çekirdeği çevreleyecek şekilde eşmerkezli nozullardan geçirilmelidir. Böylece duvar materyali ile çevrili olan ve çekirdeği içeren damlacıklar oluşur (Şekil 2.5). Oluşturulan kapsüllerin boyutları, diğer yöntemlere kıyasla daha büyüktür. Ekstrüzyon işleminde kullanılacak kaplama materyallerinin sınırlı olması ise yöntemin dezavantajlarından biridir (Choudhury vd., 2021).

2.7.2.6. Süperkritik Akışkan Teknolojisi

Süper kritik akışkan yönteminde, süper kritik durumdaki CO₂, yüksek basınçlı bir kolona enjekte edilir, ardından biyoaktif bileşen, kaplama materyali ve organik bir çözücü içeren emülsiyonun enjeksiyonu yapılır. Organik çözücü, CO₂ aracılığı ile emülsiyondan ekstrakte edilir (Reis vd., 2022).

2.7.2.7. Lipozom

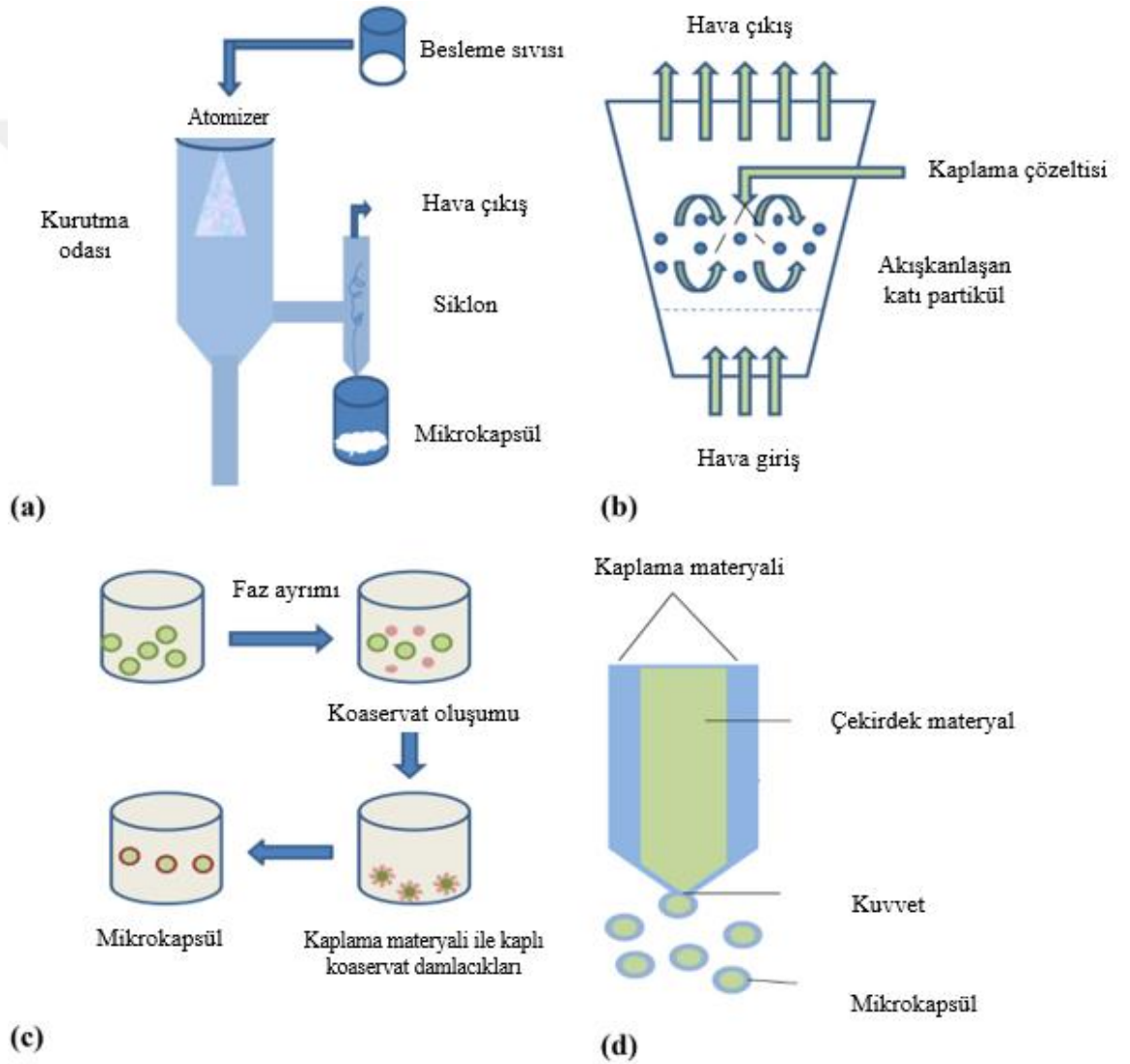
Lipozom mikroküreleri, bir veya daha fazla fosfolipid çift tabakası ile çevrelenmiş sulu faza sahiptir. Uçucu yağ, amino asit, vitamin, mineral, enzim, mikroorganizma ve yağ asitlerinin enkapsülasyonu için yüksek bir potansiyele sahip olup gıda uygulamalarında kullanımı tavsiye edilmektedir (Reis vd., 2022).

2.7.2.8. Moleküler Haspsetme

Moleküler haspsetme, moleküler düzeyde gerçekleşen bir enkapsülasyon tekniğidir. Enkapsülasyon ortamı olarak genellikle siklodekstrin kullanılır. Siklodekstrinin dış grupları hidrofilik, iç grupları ise hidrofobiktir (Lin vd., 2022).

2.7.2.9. İyonik Jelleşme

İyonik jelleşme ile enkapsülasyon yöntemi, bir polimerin çok değerlikli katyonların varlığında iyonik çapraz bağlanması işlemi ile gerçekleşir. Bu işlemde, hidrofobik yapıdaki aktif bileşene sahip polimerik veya hidrokolloid çözelti, sürekli karıştırma altında iyonik bir çözeltiye damlatılır. İyonik jelleşme, gıdalarda, ilaçlarda, kozmetiklerde ve probiyotiklerde, biyoaktif bileşiklerin enkapsülasyonu için uygulanabilir. Kullanılan başlıca kaplama materyalleri aljinat ve kitosandır (Reis vd., 2022).



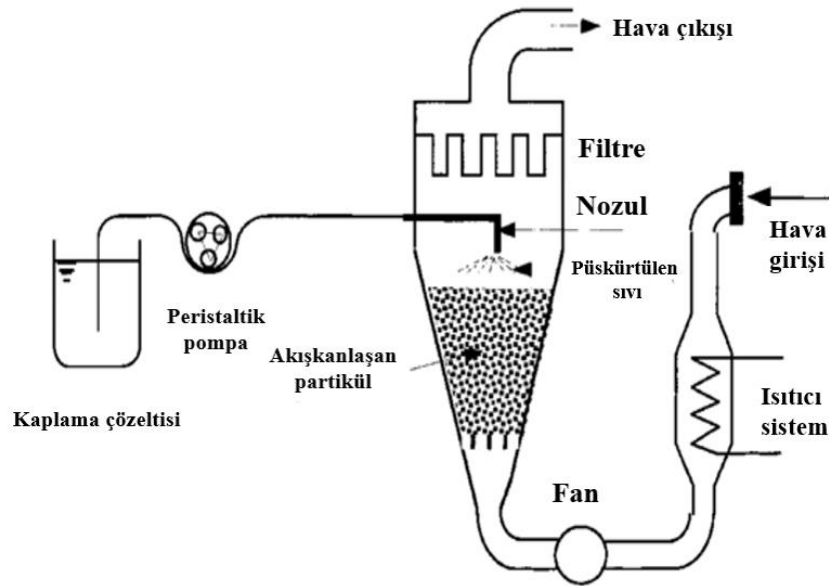
Şekil 2.5. Farklı mikroenkapsülasyon yöntemleri: (a) Püskürtmeli kurutma; (b) akışkan yataklı kaplama; (c) koaservasyon; (d) ekstrüzyon (Choudhury vd., 2021)

2.7.2.10. Çözücünün Uzaklaştırılması

Çözücü buharlaştırma tekniği, bir bileşiğin ve kaplama materyalinin uygun bir çözücüde çözülmesi işlemine dayanır. Çözelti emülsifiye edilir ve enkapsüle materyal erime noktasından daha yüksek bir sıcaklığa ısıtılır. Çoğu uygulamada, kaplama materyali olarak doğal mumlar gibi düşük erime noktasına sahip lipitler kullanılır. Bu işlem, proteinlerin ve peptitlerin enkapsülasyonunda sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Mikroküre oluşumu, çözücünün doğası, hacmi, türü ve konsantrasyonu gibi birçok parametreden etkilenir (Reis vd., 2022).

2.8. Akışkan Yatak Uygulamaları

Akışkan yatak teknolojisi gıda, ilaç ve kimya sektörlerinde kurutma, granülasyon, aglomerasyon ve enkapsülasyon gibi uygulamalarda yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir (Benelli ve Oliveira, 2019). Akışkan yatak sisteminin genel olarak tasarımı Şekil 2.6'daki gibidir.



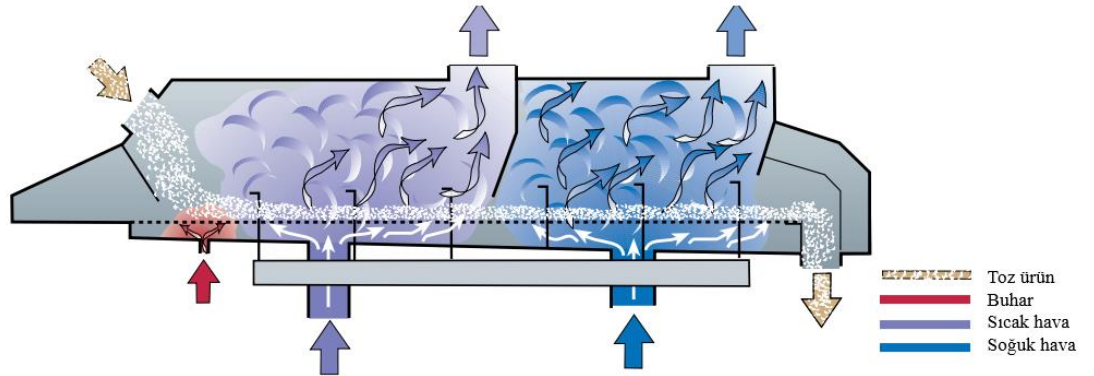
Şekil 2.6. Akışkan yatak sisteminin tasarımı (Teunou ve Poncelet, 2002)

2.8.1. Akışkan Yataklı Kurutma

Akışkan yataklı kurutma, gıdaların kurutulmasında yaygın olarak kullanılan teknolojilerden biridir. Hassas ve homojen bir kurutma yöntemi olarak kabul edilmiştir ve partiküller yüksek derecede verimlilikle çok düşük nem içeriğine kadar kurutulabilir. Akışkan yataklı kurutucular, yapışkan olmayan ve küçük boyutlu dağılmış parçacıkların işlenmesinde diğer geleneksel kurutuculardan daha üstün kabul

edilir. Geleneksel kurutma yöntemlerine kıyasla daha yüksek ısı ve kütle transfer hızına ve kısa kurutma süresi sahip olup mükemmel bir ısı kontrol kapasitesine sahiptir. Bu nedenle özellikle katı gıdaların kurutulmasında yaygın olarak kullanılmaktadır Aynı zamanda, kurutma işlemi sırasında ürün, sürekli karıştırma işlemine maruz kaldığı için ürünün aşırı ısınması önlenir bu nedenle ısıya duyarlı gıdaların kurutulması için de çok uygun bir yöntemdir. Bu yöntemin diğer avantajları, nispeten yüksek partikül besleme miktarına sahip olması ve basit bir işlem olmasıdır (Senapati vd., 2021; Ribeiro vd., 2022).

Akışkan yataklı kurutma, kesikli ya da sürekli bir işlem olarak gerçekleştirilebilir. Akışkan yataklı kurutucuda, hava, akışkanlaştırılmak istenen katı parçacığın çökme hızından daha yüksek bir hıza sahip iken katı parçacık uçurulur ve havada asılı kalır. Bu duruma akışkan hal denir. Akışkan yatakta sıcak hava kullanılması gıdanın kuruma hızını artırır. Akışkan yatak, çıkarılabilir delikli tabana sahip paslanmaz çelik bir hazne içerir. Kurutulacak ürün bu hazneye yerleştirilir ve altından hava verilir ve ısıtıcılar ile istenen sıcaklığa ısıtılır. Akışkan yataklı kurutucunun tasarımı Şekil 2.7’de gösterilmektedir. Günümüzde bu yöntem, ilaç endüstrisindeki uygulamaların yanı sıra, gıda alanında da için yaygın olarak kullanılmaktadır (Senapati vd., 2021; Ribeiro vd., 2022).



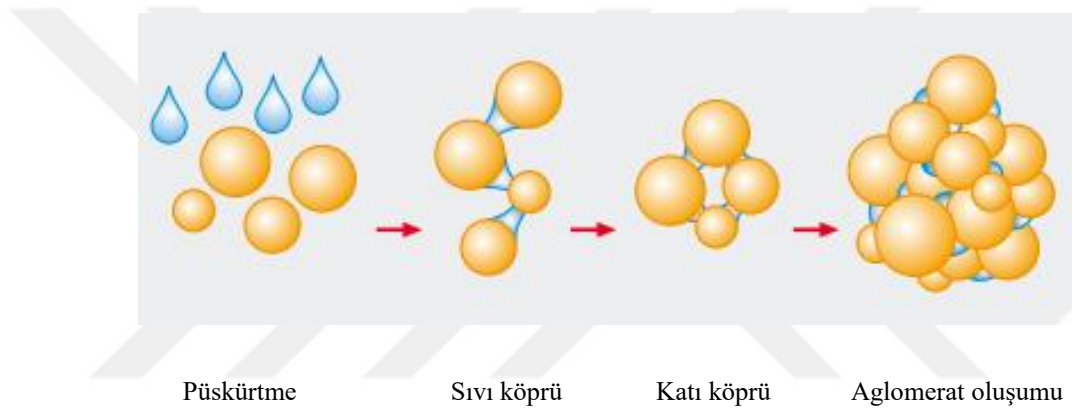
Şekil 2.7. Akışkan yataklı kurutucu (Bylund, 2003)

2.8.2. Akışkan Yataklı Aglomerasyon

Püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlar, çok küçük parçacık boyutlarına ve düşük yoğunluklara sahiptir, bu da tozların zayıf akışkanlık göstermesine ve zayıf rekonstitüsyon, (çözünürlük, ıslanabilirlik, dağılabilirlik vb.) özelliklerine neden olur. Bu durumda püskürtmeli kurutma sonrası toz partiküllerinin akışkanlığını ve diğer

özelliklerini iyileştirmek için aglomerasyon işleminin uygulanması gerekmektedir (Benelli ve Oliveira, 2019; Bozkurt vd., 2020).

Aglomerasyon, parçacıkların kontrollü bir şekilde bağlanmasına ve daha büyük agregalar oluşturmaya teşvik eder ve partikül özelliklerini iyileştirmeye katkıda bulunur. Endüstride aglomerasyon için kullanılan en yaygın yöntem akışkan yataklı aglomerasyon işlemidir. Bu işlem iki mekanizma yolu ile oluşur: 1) bağlayıcı çözeltinin püskürtülmesiyle partiküllerin birleşmesi, 2) sıcak hava ile tozun akışkanlaştırılması ve daha kararlı ve kuru aglomere parçacıkların oluşması (Cardona vd., 2022). Akışkan yataklı aglomerasyonun oluşum aşamaları Şekil 2.8’de gösterilmektedir.



Şekil 2.8. Akışkan yataklı aglomerasyonun oluşumu (Makovskaya vd., 2010)

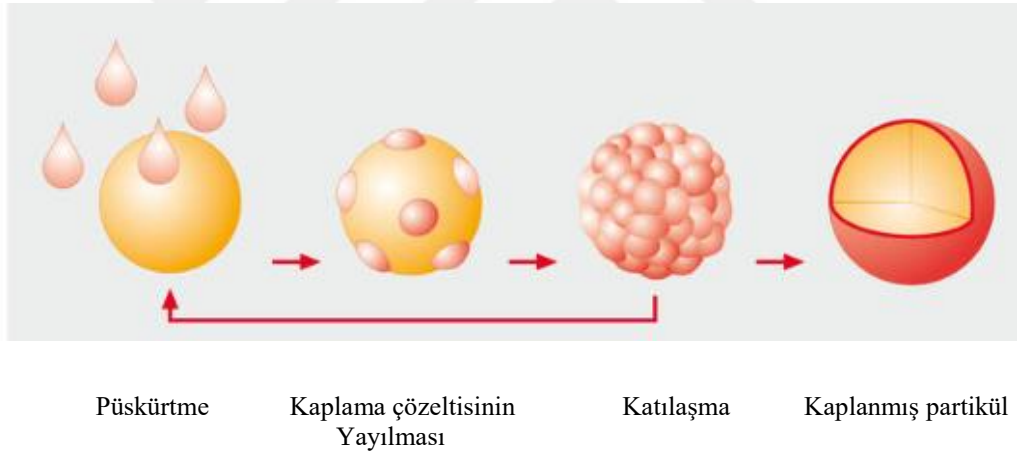
2.8.3. Akışkan Yataklı Kaplama

Kaplama, katı parçacıkların yüzeyinin katı bir tabaka ile kaplanması işlemidir. Kabuk benzeri bu yapı, parçacığa, yüzeyine veya katmanın kendisine dahil edilebilen aktif bir bileşeni korumak için kullanılır. 0.1–10 mm'lik parçacıklar için, tabaka genellikle yaklaşık 10 mm kalınlığında bir polimerdir. Katı parçacıkların kaplanması, parçacıkların yüzeyinde bulunan aktif bir ambalaj olarak düşünülebilir. Katı partiküllerin kaplanması, gıda endüstrisinin yanı sıra, tarım, ilaç, kimya ve kozmetik endüstrilerinde de uygulanmaktadır (Guignon vd., 2002). Kaplama işlemi, ilaç formülasyonu tasarımında yeni olanaklar sağlayarak oluşan katmanlar ile uzun süreli ilaç salınımını desteklemekte ve biyoyararlanımını artırmaktadır (Kolář vd., 2021).

Akışkan yataklı kaplama işlemi, kararsız moleküllerin stabilitesini arttırmak ve genel olarak biyoaktif moleküllerin fonksiyonel özelliklerini iyileştirmek için yaygın olarak kullanılan bir enkapsülasyon tekniğidir (Bellumori vd., 2021). Özellikle katı

parçacıkların enkapsülasyonu için uygun bir yöntemdir (Pellicer vd., 2019; Lin vd., 2022). Gıda endüstrisinde, akışkan yataklı enkapsülasyon yönteminin uygulanması giderek artmaktadır (Palanamit vd., 2013). Bu yöntem, kokuyu veya kötü tadı maskelemek, aktif bileşenleri oksijen, ışık ve nem gibi ortam koşullarına karşı korumak ve tozların akışkanlığını iyileştirmek için kullanılmıştır (Chen vd., 2009).

Akışkan yataklı enkapsülasyon işleminde, kaplanacak partiküller, bir kaplama odasında sıcak hava kullanılarak akışkanlaştırılır. Akışkan yatakta hareket halinde tutulan parçacıkların yüzeyine nozul yardımıyla kaplama çözeltisinin püskürtülmesi ve kurutulmasıyla çok katmanlı bir yapı oluşturulur (Şekil 2.9). Kaplama materyali, konsantre bir çözelti, dispersiyon veya bir emülsiyon olabilir. Genel olarak boyutları 5 ile 5000 µm arasında olan partiküller üretilir. Bu yöntem, farmasötik uygulamalar için geliştirilmiştir ancak gıda endüstrisinde de fonksiyonel katkı maddesi bileşenlerinde uygulanmıştır (Coronel-Aguilera ve Martín-Gonzalez, 2015; Razola-Díaz vd., 2021; Lin vd., 2022; Ribeireo vd., 2022).



Şekil 2.9. Akışkan yataklı kaplama (Thoreton vd., 2017)

Akışkan yataklı enkapsülasyon yönteminin avantajlarından bazıları, tekrar üretilbilirlik kapasitesinin yüksek ve işlem süresinin kısa olmasıdır. Aynı zamanda işlem sırasında kaplama materyali, partikül yüzeyi üzerinde birikmektedir, böylece enkapsüle partiküllerin bariyer özellikleri artmakta, hassas bileşenler korunmakta ve partiküllerin etrafında verimli bir şekilde tek tip bir tabaka oluşmaktadır. Bununla birlikte, bu yöntemde biyoaktif bileşenlerin sıcak havaya doğrudan maruz kalması, sıcaklığa hassas bileşikler için uygulanmasını sınırlandıran dezavantajlarından biridir. Bir diğer dezavantajı ise, kaplanacak olan katı partikülün boyutları eşit olmalıdır, bu

nedenle yalnızca öğütme işleminden sonra elde edilen parçacıklar kullanılmaktadır (Coronel-Aguilera ve Martín-Gonzalez, 2015; Razola-Díaz vd., 2021; Premjit vd., 2022).

Akışkan yataklı bir enkapsülasyon işleminde, sistem tasarımı, çalışma parametreleri ve enkapsüle edilecek olan toz partikülün özellikleri gibi çeşitli proses değişkenleri yöntem verimini, kaplamanın kalitesini ve son ürünün özelliklerini etkilemektedir (Chen vd., 2009; Benelli ve Oliveira, 2019).

2.9. Akışkan Yataklı Kaplama Sistemleri

Akışkan yatak sisteminin tasarımında alttan püskürtmeli, üstten püskürtmeli ve açısız püskürtmeli olmak üzere üç farklı konfigürasyon vardır (Lin vd., 2022). Nozul konumuna bağlı olarak değişen bu konfigürasyonlar Şekil 2.10'da gösterilmektedir.

2.9.1. Üstten Püskürtmeli Kaplama

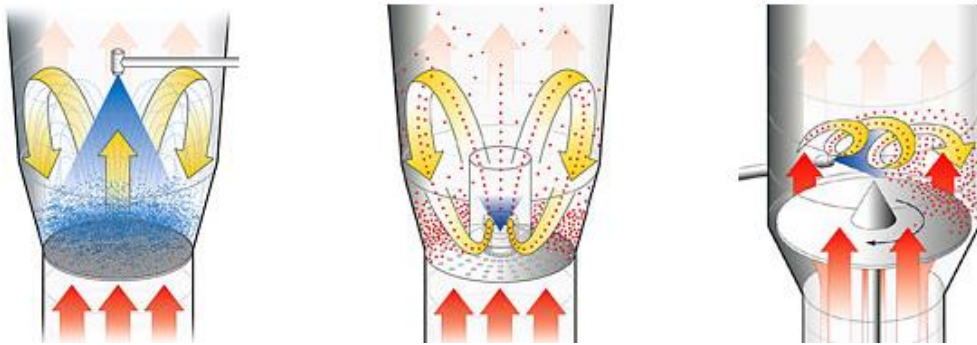
Üstten püskürtmeli akışkan yataklı enkapsülasyon ile kaplama çözeltisi, yatağın üzerine yerleştirilebilen nozzle ile parçacıkların yüzeyine püskürtülür. Partikül yüzeyine yapışan kaplama çözeltisi, sıcak hava yardımıyla kurutulur. Bu enkapsülasyon yönteminin avantajlarından biri kaplama ve kurutma işlemlerinin aynı anda ve tek bir üniteye gerçekleşmesidir. Boyutu 0,1 mm ile birkaç milimetre arasında değişen katı partikülleri kaplamak için kullanılabilir. Ancak kaplama kalitesi açısından verimlilik oldukça düşüktür ve küçük parçacıkların (0,1 mm) aglomerasyonuna neden olabilir. Kaplama çözeltisi damlacıkları, parçacıklara ulaşmadan önce kuruyabilir ve bu da materyal kaybına neden olur. Bu nedenle kaplama için tercih edilmemektedir (Guignon vd., 2002; Atak vd., 2017; Palanamit vd., 2013).

2.9.2. Açısız Püskürtmeli Kaplama

Açısız kaplama işleminde, püskürtme, dönen bir disk tarafından hareket ettirilen parçacıkların hareketine teğet olmaktadır. Parçacıklar katmanlaşma yoluyla büyür. Endüstriyel ekipmanlarda, 500 kg kaplanacak katı partikül için 2-6 adet nozul kullanılabilir. Kaplamanın kalitesi, alttan püskürtme (Wurster) sistemi ile benzerlik göstermektedir. Sistemde sürekli bir karıştırma olduğu için ufalanabilir veya kırılğan maddelerin kaplanması uygulanamamaktadır (Guignon vd., 2002; Atak vd., 2017).

2.9.3. Alttan Püskürtmeli (Wurster) Kaplama

Altan püskürtmeli (Wurster) kaplama işlemi, küçük parçacıkların kaplaması için en çok kullanılan akışkan yatak sistemidir. Altan püskürtmeli kaplama işleminde, geleneksel akışkan yataklı kaplamanın aksine, kaplama çözeltisi, silindirik bir tüpün (Wurster tüpü) ortasına ve aşağıya yerleştirilmiş bir nozuldan püskürtülür. Kaplanacak olan katı parçacıklar Wurster tüpünden geçer ve kaplama çözeltisinin küçük damlacıklarıyla çarpışarak püskürtme bölgesi boyunca hareket eder. Parçacıkların bu şekilde sirkülasyonu ile iyi karışma ve parçacıkların hareketinin kontrolü sağlanır. Altan püskürtmeli kaplama işleminin diğer kaplama yöntemlerine kıyasla ana dezavantajı, kurulumunun ve proses optimizasyon işleminin zor olmasıdır. Diğer dezavantajları ise akışkanlaştırma davranışının bozulması ve durgun bölgelerin oluşumu, parçacıkların aglomere olması ve parçacıklar arası kaplama değişkenliğidir. Parçacıklar arası kaplama değişkenliğinin azaltılması için işlem süresi uzun tutulmalıdır. Ancak çok uzun işlem süreleri topaklanmaya sebep olur ve verim azalır (Pellicer vd., 2019; Kolář vd., 2021).



(a) üstten püskürtmeli (b) alttan püskürtmeli (Wurster) (c) açısısal püskürtmeli

Şekil 2.10. Akışkan yataklı kaplama sistemleri (Pawar vd., 2020)

2.10. Akışkan Yatak Sistemine Etki Eden Parametreler

Akışkan yataklı kaplama çok yönlü enkapsülasyon yöntemlerinden biridir. Kaplama verimi ve kalitesini artırmak, kaplama kayıplarını en aza indirmek ve istenen özellikte son ürün elde etmek için sistem tasarımı ve çalışma parametreleri ayarlanmalı ve çok fazla değişken dikkate alınmalıdır. Bu değişkenlerden bazıları, giriş hava sıcaklığı ve nemi, hava akış hızı, hava dağıtıcısı, besleme miktarı, püskürtme hızı, nozulun konumu ve tipi, atomizasyon hava basıncı, kaplama materyalinin giriş

sıcaklığı, kaplama materyalinin bileşimi ve konsantrasyonu gibi değişkenlerdir (Guignon vd., 2002; Coronel-Aguilera ve Martín-Gonzalez, 2015; Benelli ve Oliveira, 2019; Kolář vd., 2021).

Kaplanacak toz partikülün özellikleri ve işlem parametreleri kontrollü bir şekilde yapıldığında topaklanma veya kaplama materyali kaybı oluşmaz. Ancak akışkan yataklı kaplama sırasında aglomerasyondan ve sıcak hava nedeniyle kaplama materyalinin püskürtülerek kurutulmasında kaçınmak oldukça zordur. Püskürtmeli kurutma, kaplama çözeltisinin damlacıkları partikül yüzeyine temas etmeden önce kurduğunda, kaplama çözeltisinin hızlı buharlaşmasından kaynaklanır. Püskürtülerek kurutulan kaplama materyali ya akışkan yatakta kalır ya da akışkan yataklı sistemin tepesindeki egzoz filtreleri tarafından yakalanır. Aglomerasyon ise partikül yüzeyi aşırı ıslandığında meydana gelir (Chen vd., 2009).

2.10.1. Sistem Tasarımı

2.10.1.1. Nozul Seçimi

Nozul seçiminde, çapı daha küçük olan nozullar daha tutarlı püskürtme sağlayacaktır. Wurster kaplamada aglomerasyonu önlemek için kaplama çözeltisi, daha küçük damlacıklar olarak atomize edilmelidir. Kullanılan nozul, püskürtme hızı arttığında bile kaplama çözeltisini atomize edilebilmelidir. Düşük performanslı nozul tarafından üretilen büyük kaplama çözeltisi damlacıkları, kaplanacak parçacığın üzerine eşit olarak dağılmaz ve küçük damlacıklar kadar çabuk kurumaz. Püskürtme hızı nozul kapasitesini aştığında büyük damlacıklar oluşur. Büyük damlacıklar ise aglomeraların oluşmasına neden olur. Aglomerasyonu önlemek için çoklu ünite nozulu kullanılmalıdır. Nozul seçimi kadar nozulun konumu da oldukça önemlidir. Nozulun konumuna bağlı olarak alttan püskürtmeli, üstten püskürtmeli ve açısız püskürtmeli olmak üzere üç farklı konfigürasyon vardır (Şekil 2.10) (Mohanty ve Rkhan, 2020; Lin vd., 2022).

2.10.1.2. Wurster Tüpünün Yüksekliği

Akışkan yataklı kaplama için kullanılan reaktörler konik veya silindirik bir şekle sahiptir. Hava, yeterli bölme ve delik boyutuna sahip bir alt ızgaradan dağıtılır. Altan püskürtmeli kaplama işleminde parçacıkların düzenli hareketini sağlamak için Wurster tüpü adı verilen bir iç tüp kullanılabilir. Wurster tüpü kullanıldığında, hava hızı azalır ve parçacıklar halka şeklindeki dış kısımda düşer. Tüp yüksekliği ve uygun boşluğun

ayarlanması, püskürtme bölgesi boyunca katı parçacıkların sirkülasyonunu sağlar (Guignon vd., 2002; Mohanty ve Rkhan, 2020).

Tüp yüksekliği, kaplanacak olan katı parçacığın boyutu, şekli ve yoğunluğu gibi parametrelere bağlı olarak değişmektedir. Wurster tüpünün kullanımı, katı partikülün tüpün içine çekilmesine ve partiküllerin püskürtme bölgesindeki kaplama çözeltisi damlacıklarına temasına neden olarak etkin bir kaplama yapılmasını sağlar. Tüp yüksekliğinin çok fazla olması ve parçacıkların tüpe çekilmesi için yetersiz basınç farkının oluşması, parçacıkların tüpün içine çekilmesi yavaşlatır ve bu da aglomerasyonda artışa neden olur. Yükseklik çok az olduğunda ise, kolona daha az parçacık çekilir ve kaplama materyali kaybı ve aşırı ıslanma olasılığı artar. Wurster kaplama için önerilen tüp yüksekliği 4-5 cm'dir (Mohanty ve Rkhan, 2020).

2.10.2. Çalışma Parametreleri

2.10.2.1. Hava Giriş Sıcaklığı ve Nemi

Hareket halindeki parçacıkların yüzeyine püskürtülen kaplama çözeltisini kurutmak için sıcak hava kullanılır. Hava giriş sıcaklığı, kaplanacak materyalin olası ısı hassasiyetine göre seçilmelidir. Akışkan yataklı kaplama işleminde kullanılan hava giriş sıcaklığı 30- 80°C arasında değişir. Kuruma hızı, havanın sıcaklığına, bağlı nemine, hava hızına ve partikül büyüklüğü dağılımına bağlıdır. Reaktördeki sıcaklık çok düşükse, kuruma hızı düşüktür ve parçacıklar birbirine veya duvarlara yapışabilir. Reaktördeki sıcaklık yüksekse, parçacıkların aglomerasyon olasılığı daha düşüktür. Eğer sıcaklık çok yüksek olursa kaplama materyali parçacıklara ulaşmadan önce kurur ve böylece sadece kaplama materyalinden oluşan küçük parçacıklar oluşur. Wurster tüpü kullanılarak bu durum en aza indirgenir. Optimum sıcaklık ve nem, aglomeratlar oluşmadan yüksek verimle kaplama yapılması açısından oldukça önemlidir. Aşırı kuruma veya düşük hava nemi kuru parçacıkların elektrostatik yükler oluşturmalarına ve dolayısıyla birbirine yapışmasına neden olabilir. Topaklanmayı önlemek için parçacıkların ıslaklığını optimum aralıkta tutmak gerekmektedir (Guignon vd., 2002; Kolář vd., 2021).

Küçük boyuttaki parçacıkların (<0.1 mm) kaplanması, endüstriyel ölçekli akışkan yatak sisteminde bazı problemlere neden olur. Parçacıkların yüzeyi ıslak olduğunda birbirleriyle yapışma riskleri oldukça yüksektir. Bu nedenle partiküllerin ve havanın nemi kontrol edilmelidir. Çözücü olarak genellikle su kullanılır ve kuruma

sırasında çözücü buharlaşır. Yüzeyde kalan kurumuş katı madde ise kaplamayı oluşturur (Guignon vd., 2002).

2.10.2.2. Hava Akış Hızı

Katı parçacıkların hareketini sağlamak ve parçacık yüzeyine püskürtülen kaplama çözeltisini kurutmak için gaz (örneğin hava) kullanılır. Homojen bir akışkanlık elde etmek için hava akış hızı, parçacıkların başlangıç boyutu ve yoğunluğuna göre belirlenmelidir. Parçacıklar ne kadar büyük ve yoğun olursa, hava akış hızı o kadar yüksek olmalıdır. Hava akış hızı, parçacıkların hareketi, damlaların kuruması ve adhezyonu için ana parametredir. Yetersiz hava akış hızı, kaplama sırasında püskürtülen damlacıklardan nemi uzaklaştırmak için yeterli kurutma sağlamaz ve parçacıkların aşırı ıslanmasına yol açar. Bu durumda kaplama çözeltisi, bağlayıcı görevi görür ve aglomerasyona neden olur. Aşırı yüksek hava akış hızı ise, parçacıkların aşınmasına veya yıpranmasına ve kaplama çözeltisi damlacıklarının partikülle çarpışmadan tek başına kurumasına neden olur (Guignon vd., 2002; Mohanty ve Rkhan, 2020; Kolář vd., 2021).

2.10.2.3. Atomizasyon Hava Basıncı

Pnömatik nozullar, kaplama malzemelerinin püskürtülmesi için yaygın olarak kullanılır. Bu nozullar, kaplama malzemelerini atomize damlacıklar halinde oluşturmak için hava basıncından yararlanırlar. Akışkan yatak sisteminde hava basıncı, genellikle 0,5- 3,5 bar arasında değişir ve hava basıncı arttıkça, hava akış hızı artar. Yüksek atomizasyon hava basınçları, daha küçük damlacıkların oluşumuna neden olur ve özellikle daha küçük partiküllerin kaplanması, aglomerasyonun önlenmesi için oldukça önemlidir. Hava basıncı ne kadar yüksek olursa, jet açısı o kadar küçük olur, bu da daha küçük damlacıkların oluşmasına ve yüksek penetrasyon derinliğine yol açar. Püskürtme basıncı çok yüksek olduğunda ise damlacıklar çok hızlı bir şekilde uzaklaştırılır ve damlacık ile partikülün teması azalır ve aynı zamanda katı partikülün yıpranmasına neden olur. Düşük atomizasyon hava basıncı ise, yavaş kuruyan ve partiküller arasında sıvı köprü oluşumunu teşvik eden büyük damlacıkların oluşumuna neden olarak olur ve aglomerasyon artar (Guignon vd., 2002; Mohanty ve Rkhan, 2020).

2.10.2.4. Püskürtme Hızı

Nozzle tarafından üretilen kaplama çözeltisi damlacıkları, püskürtme bölgesindeki akışkanlaştırılmış parçacıklarla çarpışır ve akışkanlaştırılmış tozların kaplanmasıyla sonuçlanır Püskürtme hızı, katı partikülün ve kaplama çözeltisinin özelliklerine bağlıdır. Küçük parçacıkların kaplanmasında, atomizasyon basıncını artırarak veya püskürtme hızını azaltarak damlacık boyutunu küçük tutmalı ve topaklanma önlenmelidir. Püskürtülen kaplama çözeltisi damlacıklarının boyutu, parçacıkların boyutundan daha küçük olmalıdır. Damlacıklar çok büyük olduğu takdirde parçacıklar zor kurur ve bu da yapışmalarına neden olur. Çok küçük olduğu zaman ise damlacık partiküle yapışmadan kurur. Dar bir boyut dağılımına sahip küçük damlacıklar homojen kaplama oluşturur. Püskürtülen damlaların parçacık yüzeyiyle karşılaşması ve ona yapışması gerekir. Sıvı damlaların yayılması, ıslanması ve parçacığa yapışması ardından hızlı bir şekilde kuruma aşaması gerçekleşir. (Guignon vd., 2002; Chen vd., 2009; Mohanty ve Rkhan, 2020).

Kaplama işlemine başlarken, kaplama materyali çözeltisinin başka bir tabakaya sızmasını önlemek için püskürtme hızı düşük tutulmalıdır. İlk bariyer oluştuktan sonra, püskürtme hızı optimum seviyeye yükseltilebilir. Püskürtme hızının artırılması ile ıslanma süresi kısalır ancak daha uzun bir kurutma işlemine ihtiyaç duyulur ve aglomerasyon oranı ve hızı artar (Guignon vd., 2002; Mohanty ve Rkhan, 2020).

2.10.3. Materyal Özellikleri

2.10.3.1. Katı Partikül Özellikleri

Genel olarak, akışkan yatakta kaplanan partiküllerin boyutu 100 µm'den büyüktür, çünkü daha küçük boyutlu tozlar ya akışkan yatakta stabil bir akışkanlaşma gösteremezler ya da homojen bir kaplama elde edilemez ve aşırı aglomeralar oluşur (Chen vd., 2009).

2.10.3.2. Kaplama Materyali

Kaplama materyali, kaplamanın amacına göre seçilmelidir. Kaplama çözeltisi, parçacıkların yüzeyine bir nozul ile püskürtülür. Çözelti, viskoziteyi azaltmak ve parçacık yüzeyine yayılmasını ve yapışmasını iyileştirmek için genellikle oda sıcaklığındadır ancak bazı kaplama çözeltilerinde viskoziteyi azaltmak için ön ısıtma gerekli olabilir. Kaplama çözeltisinde, çözücünün buharlaşması ve kaplama materyalinin, kaplanacak olan katı parçacıkların yüzeyinde bir tabaka oluşturabilmesi

gerekmektedir. Kuruduktan ve katılaştıktan sonra ise kaplama materyali yapışmalı ve sürekli bir tabakaya yol açmalıdırlar. Gıdalar için olağan çözücü sudur (Guignon vd., 2002).

2.11. Enkapsülasyonda Kullanılan Kaplama Materyalleri

Kaplama materyali, aktif bileşen ile çevre arasında bir bariyer görevi görmektedir. Bu nedenle kaplama materyalinin seçimi, enkapsülasyon işleminin stabilitesinin sağlanması için oldukça kritik bir rol oynamaktadır. Kullanılan kaplama materyali, insan sağlığı için güvenilir olmalı, biyoaktif bileşeni bozulmadan koruyabilmeli, mekanik olarak yeterince güçlü olmalı, gıda ürünü için uygun olmalı, kontrollü salınım sağlamalı ve ürün için uygun termal özelliklere sahip olmalıdır. Aynı zamanda, iyi reolojik özelliklere ve kolay işlenebilirliğe sahip olmalı, ucuz ve yasal olarak onaylanmış olmalı ve sabit kalitede büyük miktarlarda bulunabilmelidir. Bu nedenle, son üründe istenen özelliklere bağlı olarak, her biri belirli avantajlara ve dezavantajlara sahip olan çok çeşitli kaplama materyalleri seçilebilir (Mazumder ve Ranganathan, 2020; Lin vd., 2022; Ribeiro vd., 2022; Zhang vd., 2022).

Kaplama materyalleri, doğal veya sentetik polimerlerden oluşabilir. Kaplama materyali olarak karbonhidratlar (ör. nişasta, modifiye nişasta, kitosan, maltodekstrin, dekstran, siklodekstrin), selüloz (ör. metil selüloz, karboksimetil selüloz, etil selüloz), proteinler (ör. gluten, albümin, kazein, jelatin, peynir altı suyu proteini, peptitler, soya proteini), gamlar (ör. agar, sodyum aljinat, arap gamı, karragenan, akasya gamı) ve lipidler (ör. balmumu, wax, parafin) kullanılmaktadır (Lin vd., 2022; Zhang vd., 2022).

2.11.1. Biyopolimerler

Doğal polimerler, doğada büyük miktarlarda bulunan, yenilenebilir kaynaklardan oluşturulan ve ekstrakte edilen materyallerdir. En büyük avantajlarından biri, kolay işlenebilir olmalarıdır. Sentetik polimerlerin aşırı kullanımından kaynaklanan çevresel problemler, biyopolimerlerin yaygın bir şekilde uygulanmasına yol açmaktadır. Enkapsülasyon alanında en çok kullanılan doğal polimerler karbonhidratlar, lipidler ve proteinler olarak sınıflandırılabilir (Ribeiro vd., 2022).

2.11.1.1. Karbonhidratlar

Karbonhidratlar, monosakkaritler olarak adlandırılan şeker monomerlerinin oluşturduğu biyopolimerlerdir. Amorf camsı katılar oluşturma yetenekleri, çeşitlilikleri ve düşük maliyetleri nedeniyle çeşitli aktif bileşenlerin enkapsülasyonu

için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte, çoğu karbonhidrat, yüzey aktif değildir bu nedenle zayıf emülsifiye etme kapasitesine sahiptir. Bu dezavantajın üstesinden gelmek için karbonhidratlar, iyi emülsifiye edici özelliklere sahip diğer bileşenlerle (örneğin proteinler) birlikte kullanılabilir veya hidrofobik gruplarla kimyasal olarak modifiye edilebilir. Enkapsülasyon materyali olarak kullanılan karbonhidratlardan en yaygın olanları, maltodekstrin, nişasta, modifiye nişasta, kitosan, ve siklodekstrindir (Rashidinejad vd., 2022).

Maltodekstrin, glikozidik bağlarla (1→4) bağlanan β -D-glikoz birimlerinden oluşur ve genellikle dekstroza eşdeğerine (DE) göre sınıflandırılır. Bir maltodekstrinin DE'si, onun indirgeme kapasitesini belirler ve ortalama molekül ağırlığı ile ters orantılıdır (Righetto ve Netto, 2005). Maltodekstrin, yüksek konsantrasyonlarda bile düşük viskoziteye ve suda iyi çözünürlüğe sahiptir. Aynı zamanda düşük maliyetli olup bu özellikler maltodekstrini gıda endüstrisinde kaplama materyali olarak çekici hale getirir. Maltodekstrinler, emülsifiye edici ve yüzey aktif madde özelliklerinden yoksundur. Bu nedenle maltodekstrin, stabil kapsüller oluşturmak için diğer kaplama materyalleri ile kombine olarak kullanılabilir (Parikh vd., 2014; Coronel-Aguilera ve Martín-Gonzalez, 2015; Mazumder ve Ranganathan, 2020).

2.11.1.2. Proteinler

Proteinler, amino asitlerden oluşan doğal polimerlerdir. Hayvansal kaynaklardan (ör. kollajen, kazein, jelatin, albümin, elastin, peynir altı suyu proteinleri) veya bitkisel kaynaklardan (ör. gliadin, tahıl proteinleri, soya proteinleri, mısır proteinleri) elde edilir. Bu moleküller, mükemmel emülsifikasyon yeteneklerinin yanı sıra iyi film oluşturma özelliklerine sahiptir. Suda çözünürlüklerinin zayıf olması nedeniyle proteinlerin kaplama materyali olarak kullanımı maliyetlidir. Proteinler, farklı prebiyotiklerin ve probiyotiklerin birlikte kapsüllenmesi için yaygın olarak kullanılmaktadır (Rashidinejad vd., 2022; Ribeiro vd., 2022).

2.11.1.3. Lipitler

Lipitler, yağ asitleri monomerlerinden oluşan suda çözünmeyen moleküllerdir. Biyoaktif bileşenlerin enkapsülasyonu için balmumu, wax, parafin gibi lipitler kullanılmaktadır. Fosfolipitler, emülsifiye edici özelliklere sahiptir, bu da onları biyoaktiflerin enkapsülasyonu için uygun aday haline getirir (Rashidinejad vd., 2022; Ribeiro vd., 2022).

2.11.2. Sentetik Polimerler

Sentetik polimerler, doğal polimerlere göre çeşitli avantajlar sunan, yenilenemeyen petrol kaynaklarından üretilir. Bu materyaller, doğal polimerlere göre büyük miktarlarda ve daha kolay sentezlenebilir. Aynı zamanda sentetik polimerler ile son ürünün istenen özellikleri ayarlanabilir. Ancak sentetik polimerlerin çoğu, yüksek çevresel etkilere sahip olmasının yanı sıra insanlar için toksik çözücüler ile birlikte kullanılması gerekmektedir. Sentetik materyaller arasında bulunan polietilenler (örneğin, polietilen oksit reçinesi) ve polyesterler (örneğin, polikaprolakton, polilaktik asit) bazı biyoaktif bileşenlerin enkapsülasyonu için başarıyla kullanılmıştır (Ribeiro vd., 2022).

2.12. Akışkan Yatak ile Yapılan Enkapsülasyon Çalışmaları

Palanamit vd. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada, beyaz pirinç, üstten püskürtmeli akışkan yataklı enkapsülasyon yöntemi kullanılarak zerdeçal ekstraktı çözeltisi ile enkapsüle edilmiş ve enkapsülasyon yönteminde kullanılan çalışma parametrelerinin, enkapsüle pirincin kalite özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Enkapsülasyon işlemi, giriş hava sıcaklığı 50, 55 ve 60°C, giriş hava hızı 3 m/s, atomizasyon hava basıncı 1.5 bar, kaplama çözeltisi püskürtme hızı 34, 40 ve 46 mL/dk ve püskürtme süresi 12 dk olacak şekilde uygulanmıştır. Hem giriş hava sıcaklığı hem de kaplama çözeltisinin püskürtme hızı, enkapsüle pirincin nem içeriği üzerinde oldukça etkili olmuştur. En yüksek nem içeriği (%12.80) 50°C giriş hava sıcaklığı ve 46 mL/dk püskürtme hızı uygulandığında elde edilmiştir. Kapsama çözeltisi püskürtme hızındaki artış ile daha düşük L^* değeri ve daha yüksek a^* değerine sahip enkapsüle pirinçler elde edilmiştir, bunun nedeni püskürtme hızı arttıkça beyaz pirinç tanesinin yüzeyine daha fazla miktarda zerdeçal ekstraktının yapışmasıdır.

Ji vd. (2017) tarafından yapılan çalışmada peynir altı suyu protein izolat (WPI) tozunun bir kısmı enkapsüle, diğer kısmı ise aglomere edilmiş ve toz özellikleri incelenmiştir. Enkapsülasyon işlemi, farklı konsantrasyonlarda lesitin çözeltisi kullanılarak, hava giriş sıcaklığı 50°C, hava akış hızı 40 L/dk, hava basıncı 1 bar, besleme miktarı 100 g, çözelti püskürtme hızı 1 mL/dk olacak şekilde Wurster tüpü kullanılarak alttan püskürtmeli akışkan yatak sistemi ile yapılmıştır. Aglomerasyon işlemi ise üstten püskürtmeli akışkan yatak sistemi ile yapılmış olup enkapsülasyonda kullanılan parametrelerden farklı olarak hava akış hızı 70 mL/dk olacak şekilde

ayarlanmıştır. Kontrol örneğinin partikül boyutu, yaklaşık 55 µm olup aglomerasyon işlemi ile partikül boyutu artmıştır. Gevşek yığın ve sıkıştırılmış yığın yoğunluklarına bakıldığında, aglomerasyon işlemi uygulanan tozlarda kontrol örneğine ve enkapsüle edilmiş örneklerle kıyasla daha düşük çıkmıştır. Partikül yoğunluğu ise tüm örneklerde hemen hemen aynı değerde olup yaklaşık 1.05 g/cm³'tür. Aglomere WPI tozunun gözeneklilik değeri %80'den fazla olup kontrol örneğine (%67.9 ± 0.9) ve enkapsüle örneklerine kıyasla fazladır. WPI tozlarının ıslanabilirliğine bakıldığında, kontrol örneğinin (>20 dk) ıslanabilirliğinin oldukça düşük olduğu, aglomerasyon ile ıslanabilirlik özelliğinin geliştiği ancak enkapsülasyon işleminin ıslanma süresinin azaltılmasında önemli bir faydasının olmadığı gözlenmiştir.

Kim vd. (2019) tarafından yapılan çalışmada, nane aroması üç farklı yöntem (akışkan yatak, püskürtmeli kurutma ve ekstrüzyon) ile enkapsüle edilmiştir. Püskürtmeli kurutma ile partikül boyutu küçük tozlar (<100 µm) elde edilirken; akışkan yatak ile iki farklı boyutta (800–1000 µm ve < 100 µm) toz elde edilmiştir. Ekstrüzyon ile ise hem taşıyıcı karbonhidrattan oluşan hem de yağda çözünen küçük aroma damlacıklarından (1-5 µm) oluşan büyük partiküller (800-1000 µm) elde edilmiştir. Farklı yöntemlerle üretilen enkapsüle aromaların tümünde kontrollü salınım sağlanmıştır ancak aromaların lezzeti, enkapsülasyon yöntemlerinden ve parçacık boyutlarından önemli ölçüde etkilenmiştir. Daha gözenekli partikül yapısına ve daha küçük partikül boyutuna sahip olan püskürtmeli kurutma ile elde edilen enkapsüle aromalar, tükürük sıvısında daha fazla çözünürlük göstermiş ve tüketim sırasında daha güçlü lezzet sağlamıştır. Ekstrüzyon ve akışkan yataklı kurutma ile elde edilen enkapsüle aromalar ise daha uzun süre kalıcı lezzet sağlamıştır.

Pellicer vd. (2019) tarafından yapılan çalışmada çilek aroması, farklı enkapsülasyon yöntemleri (akışkan yatak, püskürtmeli kurutucu ve dondurarak kurutma) ve farklı kaplama materyalleri (maltodekstrin, siklodekstrin ve modifiye nişasta) kullanılarak enkapsüle edilmiş ve toz özellikleri ve stabiliteleri incelenmiştir. Akışkan yatak ile enkapsülasyon, hava akış hızı 15 m³/h, hava giriş sıcaklığı 45°C ve nozul basıncı 15 psi işlem parametrelerinde ve Wurster kaplama ile yapılmıştır. Dondurarak kurutma ile enkapsülasyonda (%12-13) oluşan verim kaybı, püskürtmeli kurutma (%38) ve akışkan yatak (%68) yöntemlerine göre oldukça düşüktür. Akışkan yatak ile enkapsülasyon işleminin verim açısından en kötü yöntem olduğu gözlenmiştir. Püskürtmeli kurutma ile %1.9- %2.3, dondurarak kurutma ile %3.9-

%4.1 ve akışkan yatak ile %3.8-%4.6 nem içeriğine sahip mikropartiküller elde edilmiştir. En düşük partikül boyutu ($D_{[4:3]} = 8.76 \mu\text{m}$) püskürtmeli kurutma ile enkapsülasyon uygulandığında elde edilirken; dondurarak kurutma ile elde edilen mikropartiküllerin $D_{[4:3]}$ değeri $637 \mu\text{m}$ ve akışkan yatak ile elde edilenlerin ise $462 \mu\text{m}$ 'dir. Elde edilen tozların SEM görüntüleri incelendiğinde; farklı enkapsülasyon yöntemleri ile farklı parçacık morfolojilerine sahip tozlar elde edildiği gözlenmiştir. Püskürtmeli kurutma ile düzgün küresel parçacıklar oluşurken, dondurarak kurutma ile amorf cam benzeri bir yapı oluşmuştur. Akışkan yatak ile elde edilen partiküller ise amorf ve düzensiz yapıdadır. Farklı kurutma yöntemleriyle elde edilen tozlar farklı sıcaklık ve sürelerde depolandığında ve depolama sıcaklığının ve süresinin uçucu bileşenlerin stabilitesi üzerindeki etkisi incelendiğinde, akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi ile uçucu bileşenlerin, hem sıcaklık hem de depolama süresi ile önemli ölçüde azaldığı ve diğer yöntemlere kıyasla koruyucu etkinliğinin en az olduğu gözlenmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Çalışmada materyal olarak, Samsun ilindeki bir süt çiftliğinden yeni doğum yapmış sığırın ilk sağımdan elde edilen kolostrumu kullanılmıştır. Çalışmada kullanılacak olan kolostrumu belirlemek için farklı zamanlarda birçok kez kolostrum alınmış ve ön denemeleri yapılmıştır. Ön denemeler sonucu kullanılacak olan kolostruma karar verilmiştir. Sağımı yapılan sığır kolostrum örneği, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Süt Teknolojisi Laboratuvarı'na getirilerek analiz edilene dek -20°C'de muhafaza edilmiştir. Kaplama materyali olarak maltodekstrin (Sigma-Aldrich, DE 4-7) kullanılmıştır. Sığır kolostrum örneklerinde toplam immunoglobulin analizi için ticari ELISA kit (Bovine Total Ig ELISA Kit, NE0102063, NEPENTHE) kullanılmıştır.

3.2. Yöntem

3.2.1. Sığır Kolostrum Örneklerinin Karakterizasyonu

Ham madde olarak kullanılan sığır kolostrum örneğinde kurumadde, protein, yağ, kül ve immunoglobulin analizleri yapılmıştır.

3.2.1.1. Kuru madde Tayini

Sığır kolostrum örneklerinin kurumadde içeriği, örneklerin 102±2°C'de sabit tartıma gelinceye kadar kurutulmasıyla gravimetrik olarak belirlenmiştir (AOAC, 1990).

3.2.1.2. Protein Tayini

Sığır kolostrum örneklerinin protein içeriği, Kjeldahl yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Örneklerin toplam azotlu madde içeriği belirlenerek elde edilen değerin 6.38 faktörü ile çarpılmasıyla % protein içeriği hesaplanmıştır. % Protein içeriği aşağıdaki denklemler kullanılarak hesaplanmıştır (AOAC, 1990).

$$\%Azot = \frac{(V1 - V0) \times N \times 0.014}{m} \times 100$$

$$\%Protein = \%Azot \times F$$

V0 = Kör deneme titrasyonunda harcanan HCl çözeltisi miktarı (mL)

V1= Titrasyonda harcanan HCl çözeltisi miktarı (mL)

N = Titrasyonda kullanılan HCl çözeltisinin normalitesi (0.1 N)

0.014 = Azotun mili ekivalen ağırlığı

m = Alınan örnek miktarı (g veya mL)

F = Faktör (6.38)

3.2.1.3. Yağ Tayini

Sığır kolostrum örneklerinin yağ tayini Gerber metodu kullanılarak belirlenmiştir. Analiz için bütirometreye 10 mL sülfürik asit (H₂SO₄, d= 1.816), 11 mL 1:1 oranında saf su ile seyreltilmiş kolostrum örneği ve 1 mL amil alkol eklenerek lastik tıkaç sıkıca kapatılmıştır. Bütirometreler alt üst edildikten sonra santrifüje yerleştirilmiş ve 5 dk Gerber cihazında santrifüj edilmiştir. Ardından 65°C sıcaklıktaki su banyosunda 5 dk bekletildikten sonra okuma yapılmıştır ve skaladan okunan değer iki ile çarpılarak % yağ miktarı hesaplanmıştır (AOAC, 1990).

3.2.1.4. Kül Analizi

Sığır kolostrum örneklerinin kül içeriğini belirlemek için sabit tartıma getirilen krozelere 10 mL kolostrum örneği konularak önce 105°C’de 2 saat etüvde kurutulmuş daha sonra kül fırınında 550°C’de bir gece boyunca yakılmıştır. Sonuçlar aşağıdaki denkeleme göre hesaplanmıştır:

$$\text{Kül içeriği (\%)} = \frac{W_2 - W_1}{W_3} \times 100$$

W1:krozenin darası (g)

W2:örnek yakıldıktan sonra alınan dara + kül ağırlığı (g)

W3: örnek miktarı (g) (AOAC, 1990).

3.2.2. Sığır Kolostrum Tozu Üretimi

3.2.2.1. Ön Denemeler

Tez çalışması kapsamında, sığır kolostrum örneklerinin püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile toz haline getirilmesi ve toz haline getirilen kolostrum örneklerinin akışkan yataklı kurutucuda enkapsüle edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla yapılan ön denemelerde püskürtmeli kurutma cihazına beslenen kolostrum örnekleri oldukça viskoz bir yapıda olduğu için nozulda tıkanmalara neden olmuştur. Bu nedenle püskürtmeli kurutma uygulanmadan önce örnekler 1:1 oranında saf su ile seyreltilmiştir.

Toz kolostrum örneklerinin akışkan yatakta enkapsülasyonu için yapılan ön denemeler sonucunda ise kolostrum örnekleri püskürtmeli ve dondurularak

kurutulduğunda akışkanlığının oldukça düşük olduğu gözlenmiştir. Düşük akışkanlığın nedeni, düşük yağ içeriğine sahip tozlarda bile yağın toz yüzeyinde toplandığı ve yüzeydeki yağın, parçacıklar arasında bir köprü görevi görerek akışkanlığı azaltması olarak açıklanmıştır (Kim vd., 2009) . Bu nedenle çalışmada kullanılacak toz örneklerin akışkanlığını artırmak için, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma işleminden önce kolostrumun yağı (%7.5) uzaklaştırılarak yağsız kolostrum (%0.6) elde edilmiş ve kurutma örneklerinde kullanılmıştır.

Enkapsülasyon işlemi ile kolostrumda bulunan immunoglobulinlerin korunması hedeflenmiştir. Bu nedenle immunoglobulinlerin, kolostrumun püskürtmeli kurutucuda toz haline getirilmesi işleminde, yüksek sıcaklıklara maruz kalmaması ve denatüre olmaması için ön denemeler yapılmıştır. Kolostrum örnekleri püskürtmeli kurutucuda giriş hava sıcaklığı 160°C olacak şekilde kurutulduğunda, çıkış hava sıcaklığı 75-80°C olmuş ve ELISA immunoglobulin sonucuna göre örneklerde hiç immunoglobulin kalmadığı tespit edilmiştir. Literatürde (Borad and Singh, 2018), immunoglobulinlerin 72°C'de denatüre olmaya başladığı ve 89°C'de tamamen denatüre olduğu belirtilmiştir. Kolostrum tozunun püskürtmeli kurutucuda kurutulmasında hava çıkış sıcaklığı denatürasyon sıcaklığının altında tutulmuş ve kullanılan proses koşulları özellikle immunoglobulin miktarını maksimum seviyede tutacak şekilde seçilmeye çalışılmıştır.

3.2.2.2. Kolostrum Örneklerinin Hazırlanması

Tez çalışması kapsamında kullanılacak olan sığır kolostrum örnekleri dondurucuda (-20°C) muhafaza edilmiştir. Toz haline getirilmeden önce oda sıcaklığında çözündürülerek su banyosunda 30°C'ye ısıtılmış ve yağı (%7.5) uzaklaştırmak için krema seperatöründen (Kurtsan Paslanmaz Çelik, Türkiye) iki kez geçirilmiştir. Yağı uzaklaştırılmış kolostrum örneklerinin yağ miktarı %0.6 olduğu tespit edilmiştir.

3.2.2.3. Püskürtmeli Kurutma

Yağsız kolostrum örneklerinden püskürtmeli kurutma ile kolostrum tozu eldesi, laboratuvar ölçekli püskürtmeli kurutma cihazı (Buchi® Mini Spray Dryer B-290, İsviçre) kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.1). Püskürtmeli kurutma işlemine ait değişkenler denenerek en uygun parametreler belirlenmiştir. Püskürtmeli kurutma

işlemi uygulanmadan önce kolostrum örnekleri saf su ile 1:1 oranında seyreltmiş ve cihaza verilmiştir.

Püskürtmeli kurutma işlemi, besleme sıcaklığı $23\pm 2^{\circ}\text{C}$, hava giriş sıcaklığı $123\pm 2^{\circ}\text{C}$, çıkış hava sıcaklığı $60-65^{\circ}\text{C}$, besleme hızı 9.2 mL/dk, hava akış hızı 40-50 mL/dk, aspirasyon oranı %100 olacak şekilde yapılmıştır. Kurutma işlemi sonunda sadece örnek kabında toplanan toz örnekler kullanılmıştır. Toz haline getirilen örnekler analiz edilinceye kadar buzdolabında ($+4^{\circ}\text{C}$) polipropilen numune kaplarında muhafaza edilmiştir.



Şekil 11 Püskürtmeli kurutucuda kolostrum tozu eldesi

3.2.2.4. Dondurarak kurutma

Dondurularak kurutulmuş yağsız sığır kolostrum tozu üretimi için laboratuvar ölçekli liyofilizatör (Labconco FreeZone ® Plus, 12 L) kullanılmıştır. Bu işlem için 9 cm çapında petri kaplarının her birine yaklaşık 25 mL yağsız kolostrum konularak dondurucuda (-80°C) ön dondurma işlemi uygulanmış ve daha sonra -85°C sıcaklıkta, 0.021 mbar basınçta, 48 saat boyunca kurutulmuştur. Kurutulan örnekler öğütücüde (Kiwi, KSPG-4812) öğütülmüş ve analiz edilinceye kadar buzdolabında ($+4^{\circ}\text{C}$) polipropilen numune kaplarında muhafaza edilmiştir.

3.2.3. Toz Kolostrumun Akışkan Yatak ile Enkapsülasyonu

Hem püskürtülerek hem de dondurularak kurutulmuş kolostrum tozlarının enkapsülasyonu için laboratuvar ölçekli akışkan yatak sistem (Mini Glatt, Almanya) (Şekil 3.2) kullanılmıştır ancak püskürtmeli kurutma uygulanarak üretilen kolostrum tozlarının partikül boyutunun düşük ve kohezyon özelliğinin yüksek olmasından dolayı akışkanlık özellikleri oldukça zayıf olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle püskürtmeli kurutma uygulanmış yağsız kolostrum tozunun akışkanlığının düşük olması ve bu nedenle akışkan yatak oluşturmaması sonucu akışkan yataklı kurutma sisteminde enkapsülasyon işlemi düzgün bir şekilde yapılamamıştır. Püskürtmeli kurutma örnekleri devre dışı bırakılarak enkapsülasyon işlemi için dondurularak kurutulmuş yağsız kolostrum örnekleri kullanılmıştır (Şekil 3.3).

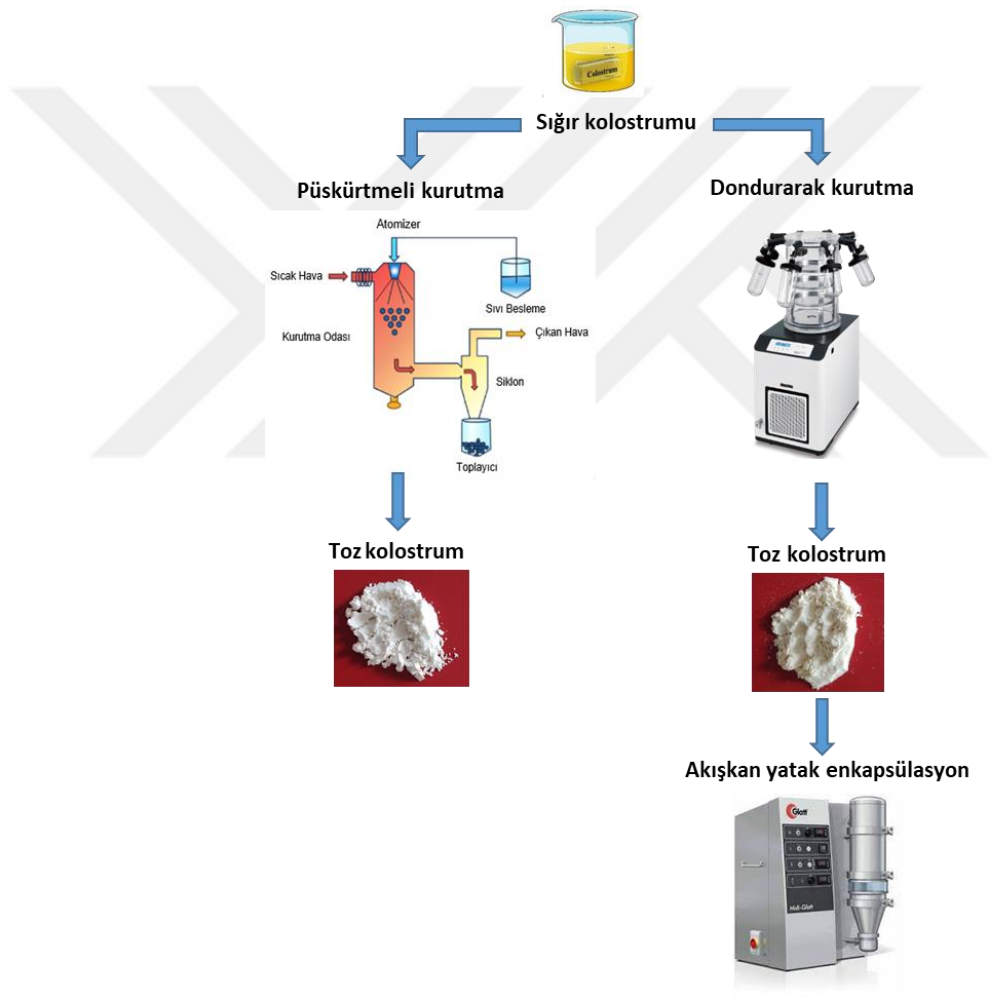


Şekil 3.12. Çalışmada kullanılan laboratuvar ölçekli akışkan yatak sistemi

Dondurularak kurutulmuş örnekler kullanılarak akışkan yataklı sistemde enkapsülasyon işlemi alttan püskürtme (Wurster) yolu ile başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Enkapsülasyon işleminin etkinlik ve verimini etkileyen parametrelerin belirlenmesi için çeşitli ön denemeler yapılmıştır. Ön denemeler sonucu elde edilen enkapsüle kolostrum tozu örneklerinin gevşek yığın ve sıkıştırılmış yığın yoğunluk analizleri gerçekleştirilmiş ve sonuçlar enkapsüle edilmemiş kolostrum tozu örnekleri ile kıyaslanarak uygulanacak parametreler belirlenmiştir.

Dondurularak kurutulmuş yağsız kolostrum örneklerinin enkapsülasyon işlemi için her bir denemede kullanılacak olan kolostrum tozu miktarı 75 g olarak seçilmiştir.

Kolostrum tozu örnekleri elendikten sonra akışkanlığını artırmak ve sistemde düzgün bir şekilde enkapsülasyon yapabilmek için (düzgün bir akışkan yatak oluşturabilmek için) % 0.5 oranında hidrofilik silikon dioksit (Sigma, St. Louis, MO, A.B.D.) ilave edilmiştir. Kaplama materyali olarak 30 mL % 10'luk maltodekstrin çözeltisi (w/v) kullanılmış ve peristatik pompa vasıtasıyla sisteme püskürtülmüştür. Kaplama materyali püskürtülmeden önce toz örnekler 10 dk boyunca işlem sıcaklığında ısıtılmıştır. Hava giriş sıcaklığı 60°C, kaplama çözeltisi püskürtme hızı 1.3 mL/dk olacak şekilde ayarlanmıştır. Bu değerler sabit tutularak ön denemeler yapılmış ve hava akış hızı, atomizasyon hava basıncı ve Wurster tüpü yükseliği belirlenmiştir.



Şekil 13. Akışkan yataklı enkapsülasyonun işlem aşamaları

Akışkan yataklı sistemde enkapsülasyon işlemini etkileyen en önemli parametrelerden biri hava akış hızıdır. Yapılan ön denemeler sonucu, hava akış hızının artması ile gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri, enkapsüle olmamış kontrol örneği değerlerine yakın olduğu için aglomerasyonun azaldığı ve böylece daha

etkin bir enkapsülasyon işlemi yapıldığı gözlenmiştir ancak 12 m³/h'den yüksek hava basıncı uygulandığında toz ürünler, akışkan yataklı sistemin tepesindeki egzoz filtrelerine yapışmış ve ürün kaybı oluşmuştur. Bu nedenle hava akış hızı 11-12 m³/h olarak belirlenmiştir. Atomizasyon hava basıncı, püskürtülen kaplama çözeltisi damlacıklarının boyutunu etkilemektedir. Ön denemelerde 0.8 bardan düşük basınç kullanıldığında kaplama çözeltisi damla halinde akmış ve tozların üzerine yapışarak topak oluşturmuştur. Diğer parametreler sabit tutulup 0.8, 1.0 ve 1.5 bar hava basıncı uygulandığında 1.5 bar basınç uygulanan örneklerin gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu diğerlerine kıyasla daha yüksek olduğu için aglomerasyon oranının daha düşük olduğu gözlenmiştir ve asıl çalışmalarda 1.5 bar basınç uygulanmıştır.

Uygulanacak enkapsülasyon işleminde Wurster tüpünün yüksekliğinin belirlenmesi için yapılan ön denemelerde yükseklik 4.5 cm'den daha fazla olduğunda toz partikülleri, sistemdeki egzoz filtrelerine yapışmış ve düzgün bir akışkanlık elde edilememiştir. 3 cm'den daha az olduğunda ise parçaçıklar tüp içerisine çekilememiş ve daha fazla ıslanarak topak oluşumu gözlenmiştir. Ön denemeler sonucu Wurster tüpünün yüksekliğinin 4 cm olmasına karar verilmiştir.

Dondurularak kurutulmuş kolostrum tozunun akışkan yatak sistemde enkapsülasyon işlemi için uygulanacak parametre koşulları Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1. Enkapsüle kolostrum tozu elde etmek için uygulanan çalışma parametreleri

Parametre	Uygulanan işlem koşulları
Giriş hava sıcaklığı	60 °C
Ürün sıcaklığı	30-33 °C
Sisteme yüklenen örnek miktarı	75 g
Kaplama materyali ve oranı	%10 (w/v) maltodekstrin çözeltisi
Kaplama çözeltisi püskürtme hızı	1.3 mL/dk
Hava akış hızı	11-12 m ³ /h
Atomizasyon hava basıncı	1.5 bar
Wurster tüpü yüksekliği	4 cm

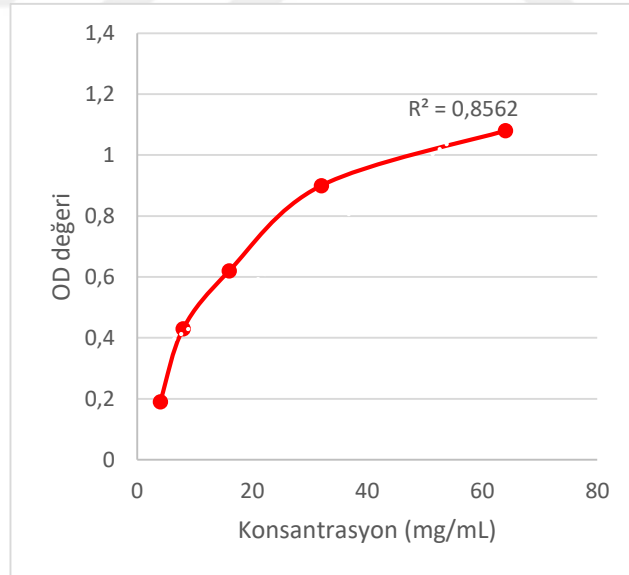
3.2.4. Toz Sığır Kolostrumunun Karakterizasyonu

3.2.4.1. Toplam İmmunoglobulin İçeriğinin Belirlenmesi

Sıvı sığır kolostrum örneğinin, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen kolostrum tozu örneklerinin ve enkapsüle kolostrum tozu örneklerinin toplam immünoglobülin içerikleri, enzime bağlı immünosorbent (ELISA) yöntemi ile

belirlenmiştir. Analiz için ticari ELISA kiti (Bovine Total Ig ELISA Kit, NE0102063, NEPENTHE) kullanılmıştır. Toz kolostrum örneklerinin toplam Ig içerikleri belirlenmeden önce toz örnekler başlangıç nem içeriğine getirilmiştir. Analiz, üretici firmanın uygulama talimatına uygun bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Analiz için kit içerisinde bulunan tüm reaktifler oda sıcaklığına getirilmiştir. Standartlar 4 µg/mL -64 µg/mL aralığında 5 farklı konsantrasyonda hazırlanmıştır ve standartlara ait eğri Şekil 3.4’de verilmiştir.

Pleytin 4 kuyucuğu standart olarak kullanılırken, bir kuyucuk kör olarak hazırlanmıştır. Örneklerden 40’ar µl alınarak kuyucuklara eklenmiş ve üzerine 10 µl anti-TIG antikor eklenmiştir. Kör kuyucuğu hariç tüm kuyulara 50 µl streptavidin-HRP ilave edilmiştir ve 37°C’de 60 dk inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyondan sonra pleyt, 5 defa wash buffer ile yıkanmıştır. Pleytteki tüm kuyulara 50 µl A solüsyonu ve üzerine 50 µl B solüsyonu eklenerek 37°C’de 10 dk ışık almayacak şekilde inkübe edilmiştir. Süre sonunda kuyulara 50 µl stop solüsyonu eklenerek ELISA reader cihazında 450 nm’de okuma gerçekleştirilmiştir. Elde edilen değerler, standartlar ile kıyaslanarak örneklerde bulunan toplam Ig miktarı (mg/mL) hesaplanmıştır.



Şekil 14. ELISA standart eğrisi

3.2.4.2. Gevşek ve Sıkıştırılmış Yıgın Yoğunlukları

Sığır kolostrum tozunun ve enkapsüle edilmiş sığır kolostrum tozunun gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları Sahana vd. (2018) tarafından verilen yöntem

modifiye edilerek belirlenmiştir. Gevşek yığın yoğunluğu (ρ_L , kg/m³), birim hacim başına düşen kütledir. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (ρ_T , kg/m³) ise toz örneğin belirli sayıda sallanması sonucu kapladığı hacmin ölçülmesi ve kütlenin hacime oranının hesaplanması prensibine dayanmaktadır. Gevşek yığın yoğunluğu için toz kolostrum örnekleri 50 mL hacme sahip mezür içerisine sıkıştırılmadan serbest bir şekilde konulduktan sonra örneğin kütlesi okunmuştur. Aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\rho_L \text{ (g / mL)} = \text{toz ağırlığı (g)} / \text{toz hacmi (mL)}$$

Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ise, toz kolostrum örneklerinin 50 mL hacme sahip mezür içerisine konulduktan sonra 125 kez düz bir zemine vurulması ile okunan kütlenin hacime oranından hesaplanmıştır:

$$\rho_T \text{ (g / mL)} = \text{toz ağırlığı (g)} / \text{sıkıştırılmış toz hacmi (mL)}$$

3.2.4.3. Akışkanlık ve Yapışkanlık

Toz kolostrum örneklerinin akışkanlık ve yapışkanlık değerleri, Hausner oranı (HR) ve Carr indekslerinden (CI) yararlanılarak gevşek (ρ_L) ve sıkıştırılmış (ρ_T) yığın yoğunluk değerleri kullanılarak hesaplanmıştır. Hausner oranı, örneklerin sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerinin gevşek yığın yoğunluğuna oranı ile belirlenmiştir. Carr İndeks ise aşağıdaki denkleme göre belirlenmiştir (Atalar ve Yazici, 2018).

$$\text{Hausner oranı (HR)} = \rho_T / \rho_L$$

$$\text{Carr indeksi (CI)} = [\rho_T - \rho_L / \rho_T] \times 100$$

Hausner oranı ve Carr indeksi değerleri, toz örneklerin akışkanlık özelliği hakkında bilgi vermektedir (Tablo 3.2).

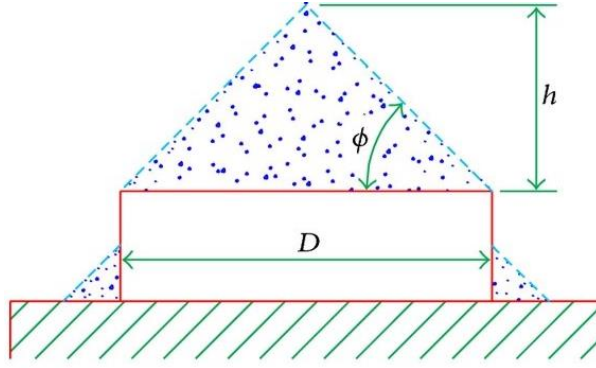
Tablo 3.2. Hausner oranı ve Carr indeks değerlerinin akışkanlık ile ilişkisi (Pugliese vd., 2017)

Akışkanlık	Carr İndeks (%)	Hausner Oranı
Mükemmel	0-10	1.00-1.11
İyi	11-15	1.12-1.18
Orta	16-20	1.19-1.25
Geçerli	21-25	1.26-1.34
Zayıf	26-31	1.35-1.45
Çok Zayıf	32-37	1.46-1.59
Çok kötü	>38	>1.60

Kolostrum tozu örneklerinin akışkanlıkları, yığın oluşturma açısı (AOR) (angle of repose) hesaplanarak da belirlenmiştir. Yığın oluşumu için kullanılan sistemde

(Manual Powder Flow Tester, Electrolab) huninin çıkış çapı 3 cm olarak sabit tutulmuştur. Yığın oluşturma açısı (θ) (Şekil 3.5) aşağıdaki denklem kullanarak hesaplanmıştır.

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



Şekil 15. Yığın oluşturma açısı

3.2.4.4. Islanabilirlik ve Çözünabilirlik Özelliği

Sığır kolostrum tozu örneklerinin ve enkapsüle edilen kolostrum tozunun ıslanabilme özelliği Cardona vd. (2022) tarafından yapılan yöntem modifiye edilerek belirlenmiştir. Örneklerin ıslanabilirlik analizi için 0.1 g yağsız toz kolostrum örnekleri ve enkapsüle kolostrum örneği tartılmış ve 50 mL distile su (25°C) içerisine huni aracılığı ile boşaltılmıştır. Örneklerin suda tamamen batması için gerekli olan süre hesaplanmıştır.

Çözünmezlik indeksi analizi Borad vd. (2021) tarafından yapılan yöntem modifiye edilerek uygulanmıştır. Yağsız kolostrum tozu (1 g) tartılmış ve üzerine 10 mL distile su (25°C) eklenmiştir. Manyetik karıştırıcıda (Stuart SA8, İngiltere) 90 saniye boyunca 2000 rpm'de karıştırılmıştır. Daha sonra 5000 rpm'de 5 dk (20°C) santrifüj edilmiş ve süre sonunda süpernatant dökülerek dipte kalan tortunun üzerine 10 ml saf su eklenmiştir. Tekrar 5000 rpm'de 5 dk (20°C) santrifüj edilmiş ve süpernatant dökülerek dipte kalan tortu mL cinsinden okunarak gerekli hesaplamalar yapılmış ve çözünmezlik indeksi olarak ifade edilmiştir.

Kolostrum tozlarının çözünürlük süresi, Mazumder ve Ranganathan (2020) tarafından yapılan yöntemin modifiye edilmesi ile belirlenmiştir. 100 mL distile su (25°C) üzerine 1 g yağsız kolostrum tozu eklenmiş ve manyetik karıştırıcıda belirli hızda karıştırılarak toz örneğin tamamen çözünmesi için gerekli süre belirlenmiştir.

3.2.4.5. Partikül Yoğunluğu ve Gözeneklilik

Toz kolostrum örneklerinin partikül yoğunluğu, gaz multipiknometre cihazı (Quantachrome Instruments, Boynton Beach, FL, ABD) kullanarak, helyum gazı eşliğinde gerçekleştirilmiştir. Gözeneklilik (ϵ) ise toz kolostrum örneklerinin partikül yoğunluğu (ρ_P) ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (ρ_T) değerleri kullanılarak aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır (Szulc ve Lenart, 2016).

$$\epsilon (\%) = \left(1 - \frac{\rho_T}{\rho_P}\right) \times 100$$

3.2.4.6. Partikül Boyutu Ölçümü

Dondurularak ve püskürtmeli kurutucu ile elde edilen toz kolostrum örneklerinin ve akışkan yatak ile enkapsüle edilmiş kolostrum tozu örneğinin partikül boyutunun ölçümü lazer difraksiyon partikül boyutu ölçüm cihazında (Mastersizer 3000; Malvern Instruments Ltd., Worcestshire, İngiltere) distile suda dispersiyon yöntemi kullanılarak KİTAM laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Her bir örnek için 3 paralel ile çalışılmıştır.

3.2.4.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Toz kolostrum örneklerinin enkapsüle olup olmadığını incelemek için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi, JSM-7001F Jeol (Japonya) cihazı kullanılarak yapılmıştır. Ölçüm öncesi örneklerin yüzeyi palladyum-altın ile Quorum SC7620 (İngiltere) kullanılarak kaplanmıştır. Ondokuz Mayıs Üniversitesi KİTAM Laboratuvarı'ndan hizmet alımı ile gerçekleştirilmiştir.

3.2.4.8. Su Aktivitesi ve Nem İçeriği

Kolostrum tozlarının su aktivitesi, 25°C sıcaklıkta, 0,001 hassasiyete sahip Aqualab Dew Point Water Activity Meter 4TE (ABD) su aktivitesi ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Nem içeriklerini belirlemek için ise 2-3 g toz örnek 105±2°C etüvde sabit tartıma gelene dek kurutulmuştur (AOAC, 2006).

3.2.4.9. Renk Analizi

Kolostrum örneklerinin rengi CR-400 renk cihazı kullanılarak belirlenmiştir. L^* , a^* , b^* renk değerleri $L^*= 0$ siyah, $L^*=100$ beyaz; yüksek pozitif a^* kırmızı, yüksek

negatif a^* yeşil ve yüksek pozitif b^* sarı ve yüksek negatif b^* mavi olarak değerlendirilmiştir. Analiz sonucu 3 paralelin ortalaması olarak verilmiştir.

3.2.4.10. İstatistiksel Değerlendirme

Veriler varyans analizi kullanılarak test edilmiştir. Örnekler arası farkın önemli olduğu durumlarda ortalamalar arası farkı belirlemek için Tek Yönlü Varyans Analizi (One Way Anova), farklı etkide bulunan ortalamayı belirlemek amacıyla ise Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi uygulanmıştır. Analizler için SPSS istatistiksel paket programı kullanılmış ve karşılaştırmalar % 95 güven aralığında yapılmıştır ($\alpha=0.05$).



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Sığır Kolostrumunun Kimyasal Bileşimi

Çalışmada hammadde olarak, yeni doğum yapmış sığırın ilk sağımından elde edilen kolostrum sütü kullanılmıştır. Kullanılan sığır kolostrumunun kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri Tablo 4.1’de gösterilmektedir.

Tablo 4.1. Çalışmada kullanılan sığır kolostrumunun kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri

Kolostrum özelliği	Değer
Kurumadde miktarı (%)	30.58±0.19
Protein miktarı (%)	16.46 ±0.55
Yağ miktarı (%)	7.50±0.10
Kül miktarı (%)	1.028±0.070
pH	6.04±0.02
Su aktivitesi	0.996±0.009

Sığır kolostrumunun kurumadde içeriği, protein içeriği ve yağ içeriği sırasıyla %30.58±0.19, %16.46±0.55 ve %7.50±0.10 olarak tespit edilmiş ve beklendiği gibi normal süte kıyasla oldukça yüksek olduğu gözlenmiştir. Abdelsattar vd. (2022), sığır kolostrumunun kurumadde içeriğinin %18.3 ile %43.3, protein içeriğinin %7.1 ile %22.6, yağ içeriğinin ise %2.9 ile %8.8 arasında değişebileceğini, Playford ve Weiser (2021) ise sığır kolostrumunun kurumadde içeriğinin %24-28, protein içeriğinin %14-16 ve yağ içeriğinin %6-7 arasında değiştiğini belirtmiştir. Puppel vd. (2019) tarafından yapılan çalışmada doğum sonrası ilk sağımdan elde edilen sığır kolostrumunun protein içeriği %16.8 ve yağ içeriği %6.7 olarak belirlenmiştir. Glagoleva vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada kolostrumun kimyasal bileşimine bakıldığında kurumadde içeriği %37.8, protein içeriği %22.8 ve yağ içeriği %15 olarak tespit edilmiştir.

Tez çalışması kapsamında kullanılan kolostrumun kurumadde, protein ve yağ içeriği doğumdan sonra ilk sağılan örneklerin literatür ile uyumlu olduğu gözlenmiştir. Sığır kolostrumunun kimyasal bileşimi buzağılamadan sonra her saat büyük ölçüde değişmekte ve zaman ilerledikçe sağılan sütlerin biyolojik ve besinsel değeri azalmaktadır (Puppel vd., 2019). Çalışmamızda elde ettiğimiz değerlerin bazı literatür verilerinden yüksek olması kullandığımız kolostrumun ilk sağımdan elde edilmesi ile ilgili olabilir. Aynı şekilde kolostrumun bileşimi ve kalitesi, hayvanın türü, cinsi, yaşı,

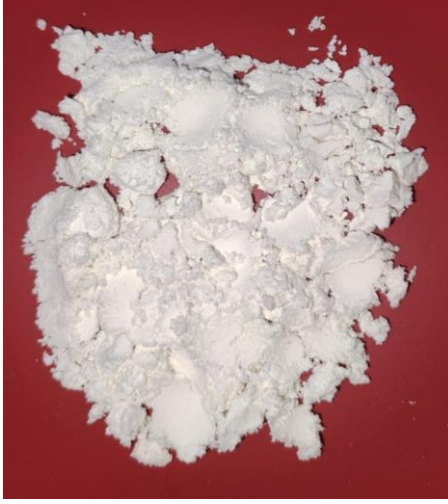
beslenme durumu, mevsim, erken doğum gibi faktörlerden de etkilenmektedir (Abd El Fattah vd., 2014; Puppel vd., 2019). Sobczuk-Szul vd. (2013) tarafından yapılan çalışmada iki farklı ırka (Jersey ve Holstein) ait sığırların ilk sağımdan elde edilen kolostrumlarının kurumadde, protein ve yağ içerikleri arasında farklılıklar gözlenmiştir.

Çalışma kapsamında kullanılan sığır kolostrumunun kül içeriği 1.028 ± 0.070 ve pH değeri 6.04 ± 0.02 olarak belirlenmiştir. Gomes vd. (2021), kolostrumun kül içeriğini 1.11 olduğunu belirtmiştir. McIntyre vd. (1952) tarafından yapılan çalışmada ise 57 farklı sığırdan elde edilen ilk sağım kolostrumların pH değerleri 6.00 ile 6.61 arasında değişmiş ve ortalama pH değerleri 6.28 olarak belirlenmiştir. Benzer şekilde Borad ve Singh (2018) ilk sağım sığır kolostrumunun pH değerinin 6.17 ve ikinci sağım ile birlikte bu değerin 6.28 'e yükseldiği ve son olarak sütün pH değerinin 6.5 olduğunu belirtmiştir. Kolostrumun pH değeri normal sütün pH değerinden daha düşüktür (Sobczuk-Szul vd., 2013). Bu durumun kolostrumda bulunan protein içeriğinin ve dihidrojen fosfat, sitrat ve karbondioksit konsantrasyonlarının yüksek olmasından kaynaklanabileceği belirtilmiştir (Mcgrath vd., 2016).

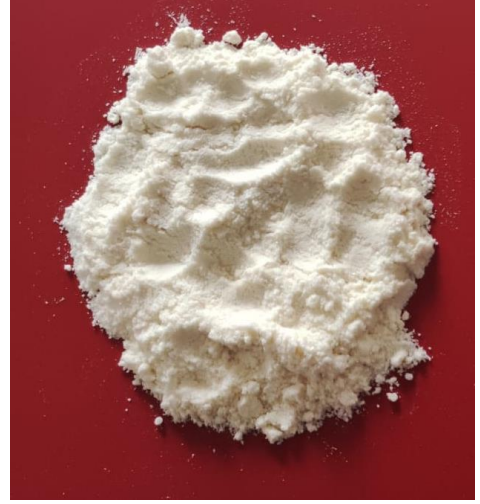
Tez çalışması kapsamında hammadde olarak kullanılan kolostrum örneğinin su aktivitesi 0.996 ± 0.009 'dır. Literatüre göre sütün su aktivitesi $0.993-0.995$ arasında değişmektedir (Chawla, 2018). Yüksek su aktiviteli gıdalarda bozulmaya yol açan bakteriler gelişmekte ve enzimatik faaliyetler artmaktadır. Bu nedenle kolostrum gibi süt ve süt ürünleri kısa sürede mikrobiyel bozulmaya uğrayarak bozulmakta ve dolayısı ile raf ömrü oldukça kısa olmaktadır. Kolostrumun raf ömrünü artırmak için en etkili yöntemlerde biri suyunu uzaklaştırarak su aktivitesini düşürmektir.

4.2. Toz Sığır Kolostrumunun Karakterizasyonu

Yağsız kolostrum örnekleri, püskürtülerek (Şekil 4.1a) ve dondurularak kurutulduğunda (Şekil 4.1b) ve dondurularak kurutulan örneğe akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi uygulandığında (Şekil 4.1c) elde edilen toz kolostrum örnekleri Şekil 4.1'de gösterilmektedir.



**Püskürtmeli Kurutma ile Elde Edilen
Yağsız Kolostrum Tozu (a)**



**Dondurarak Kurutma ile Elde Edilen
Yağsız Kolostrum Tozu (b)**



Enkapsüle Toz Kolostrum (c)

Şekil 4.16. Tez çalışması kapsamında elde edilen toz kolostrum örnekleri

4.2.1. Toz Kolostrum Örneklerinin Nem İçerikleri, Su Aktivitesi ve Renk Değerleri

Yağsız kolostrum örnekleri püskürtülerek ve dondurularak kurutulduğunda ve dondurularak kurutulan örnek, akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde elde edilen yağsız toz kolostrum örneklerinin nem içeriği, su aktivitesi ve renk değerleri (L^* , a^* ve b^*) Tablo 4.2’de gösterilmektedir.

Tablo 4.2. Toz kolostrum örneklerinin nem içeriği, su aktivitesi ve L^* , a^* , b^* değerleri*

Örnek kodu	Nem (%)	Su aktivitesi	Renk değerleri		
			L^*	a^*	b^*
PK	8.14±0.01 ^a	0.49±0.01 ^a	86.52±0.11 ^a	-5.33±0.01 ^a	0.66±0.05 ^b
DK	4.65±0.18 ^c	0.20±0.03 ^c	86.45±0.01 ^a	-5.52± 0.01 ^{ab}	0.97±0.01 ^a
EN	6.41±0.03 ^b	0.28±0.01 ^b	86.48±0.01 ^a	-5.51±0.01 ^b	0.98±0.02 ^a

*Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olarak verilmiştir. $\pm$ ortalamanın standart sapmasını göstermektedir. Aynı üssel harf ile gösterilen değerler arasında Duncan çoklu karşılaştırma testine göre istatistiksel olarak önemli bir fark yoktur ($\alpha=0.05$). PK: püskürtmeli kurutma ile elde edilen örnek, DK: dondurarak kurutma ile elde edilen örnek, EN: enkapsüle edilen örnek

Püskürtülerek kurutulan toz kolostrum örneklerinin nem içeriği %8.14±0.01 ve dondurularak kurutulan örneklerin nem içeriği %4.65±0.18 olarak bulunmuştur. Dondurularak kurutulan örnekler, akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde ise nem içeriği istatistiksel olarak önemli ölçüde ($p<0.05$) artmış ve %6.41±0.03 olarak bulunmuştur. Dondurularak kurutulan örneklerin nem içeriği, püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklerle kıyasla daha düşük bulunmuştur ($p<0.05$). Püskürtmeli kurutma işlemi sırasında uygulanan sıcaklık arttıkça beklendiği gibi nem içeriği azalmıştır.

Tez çalışması kapsamında, yağsız kolostrum tozu örneklerine püskürtmeli kurutma uygulanırken kolostrumda bulunan biyoaktif bileşenlerin özellikle immunoglobulinlerin zarar görmesini en aza indirmek için çıkış sıcaklığı düşük tutulmaya çalışılmıştır. Bu nedenle düşük hava giriş sıcaklığı ve yüksek püskürtme hızı uygulanmıştır. Böylece cihaza beslenen kolostrum örneği, daha kısa sürede daha az sıcaklığa maruz bırakılmıştır. Bu nedenle püskürtmeli kurutma işlemi uygulanan örneklerin nem içeriği dondurularak kurutulan örneklerle kıyasla daha yüksek çıkmıştır.

Garimano vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada, kolostrum örneklerinin püskürtülerek kurutulması işleminde uygulanacak çalışma parametreleri denenmiştir. Püskürtmeli kurutma işleminde giriş sıcaklığı 110°C olarak uygulandığında elde edilen toz örneklerin nem içeriği, giriş hava sıcaklığı 120°C olarak uygulandığında elde edilen toz örneklerle kıyasla istatistiksel olarak önemli ölçüde daha yüksek çıkmıştır.

Kim vd. (2010) tarafından yapılan çalışmada ise püskürtmeli kurutma ile elde edilen süt tozunun nem içeriği (%3.31) ile dondurarak kurutma ile elde edilen süt tozunun nem içeriği (%3.41) arasında istatistiksel olarak önemli bir fark gözlenmemiştir.

Dondurularak kurutulan yağsız kolostrum örneği akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde nem içeriği önemli ölçüde artmıştır ($p<0.05$). Akışkan yatakta uygulanan hava giriş sıcaklığı, besleme hızı gibi enkapsülasyon parametreleri son ürünün nem içeriğini etkilemiştir. Hava giriş sıcaklığı azaldıkça ve püskürtme hızı arttıkça, nem içeriği artmaktadır (Palanamit vd., 2013)

Palanamit vd. (2013) tarafından yapılan çalışmada beyaz pirinç, üstten püskürtmeli akışkan yataklı enkapsülasyon yöntemi kullanılarak zerdeçal ekstraktı çözeltisi ile enkapsüle edilmiş ve enkapsülasyon yönteminde kullanılan çalışma parametrelerinin son ürün üzerine etkisi incelenmiştir. Hem giriş hava sıcaklığı hem de kaplama çözeltisinin püskürtme hızı, enkapsüle pirincin nem içeriği üzerinde oldukça etkili olmuştur. En yüksek nem içeriği (%12.80) 50°C giriş hava sıcaklığı ve 46 mL/dk püskürtme hızı uygulandığında elde edilmiştir.

Coronel-Aguilera ve Martín-Gonzalez (2015) tarafından yapılan çalışmada, β -karoten emülsiyonu püskürtmeli kurutucuda kurutulduktan sonra farklı çalışma parametreleri kullanılarak akışkan yatakta Wurster tüpü kullanılarak enkapsüle edilmiş ve çalışma parametrelerinin enkapsüle örnek üzerine etkisi incelenmiştir. Enkapsüle edilmiş β -karoten örneklerinin nem içerikleri %1.70-8.53 g/100 g arasında değişmiştir ve kontrol örneğine (%1.69) kıyasla enkapsüle örneklerin nem içeriği artmıştır. Benzer şekilde örneklerin su aktiviteleri de enkapsülasyon işlemi ile azalmıştır. Enkapsüle örneklerin nem içeriği ve su aktivitesi, hava giriş sıcaklığı arttıkça, azalmış, püskürtme hızı arttıkça ise artmıştır.

Su aktivitesi, toz gıdaların depolanmasını etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Yüksek su aktivitesine sahip toz gıdalar, fazla miktarda serbest su içerdiklerinden daha kısa raf ömrüne sahiptir (Kha vd., 2010). Tez çalışması kapsamında elde edilen yağsız kolostrum tozlarının su aktiviteleri, püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozu için 0.49 ± 0.01 , dondurularak kurutulan kolostrum tozu için 0.20 ± 0.03 ve enkapsüle kolostrum tozu için 0.28 ± 0.01 olarak bulunmuştur. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozunun nem içeriğinin fazla olması ile doğru orantılı olarak su aktivitesi de en yüksek çıkmıştır. Dondurularak kurutulan örneklerin akışkan yatakta enkapsülasyonu ile su aktivitesi artmıştır. Bunun nedeni akışkan yatakta enkapsülasyon işleminde kaplama materyali olarak maltodekstrin çözeltisinin püskürtülmesi sonrası sistem sıcaklığı düşük olduğu (60°C) için tam olarak kuruyamaması ve tozun nemi bünyesinde muhafaza etmesinden

kaynaklanabilir. Su aktivitesi 0.6'dan düşük olan kurutulmuş tozlar güvenli bir şekilde depolanabilir (Kha vd., 2010). Bu nedenle çalışmada elde edilen tüm yağsız kolostrum tozlarının depolanması için elverişli su aktivitesine sahip olduğu söylenebilir.

Sahana vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada, doğum sonrası ilk gün ve ikinci gün elde edilen sığır kolostrumu, püskürtmeli kurutucuda (hava giriş sıcaklığı 160°C; hava çıkış sıcaklığı 80°C) kurutulduğunda su aktivitesi değerleri 0.550-0.557 aralığında bulunmuştur. Wei (2020) tarafından yapılan çalışmada ise tam yağlı süt tozunun su aktivitesi 0.175 ± 0.001 iken yağsız süt tozunun su aktivitesi 0.158 ± 0.002 olarak bulunmuştur.

Renk, süt ürünlerini karakterize etme açısından önemli bir fiziksel parametredir (Singh ve Sharma, 2011). Gıdanın rengi, tüketiciler tarafından genel olarak kabul edilebilirliği ile doğrudan ilişkilidir (Oussaief vd., 2020). Renk değerleri, kurutma sırasında nemin uzaklaştırılmasıyla birlikte parçacık boyutunun, pigmentlerin ve parçacıkların konsantrasyonunun değişmesi ve ısıtma işlemi sırasında Maillard reaksiyonları ile kahverengimsi pigmentlerin oluşması gibi birçok parametreden etkilenmektedir. Aynı zamanda süt tozunun rengi, üretim sırasında kullanılan sıcaklık gibi çalışma parametrelerinden de etkilenmektedir (Pugliese vd., 2017).

Toz kolostrum örneklerinin L^* (beyazlık indeksi), a^* (kırmızılık) ve b^* (sarılık) değerleri Tablo 4.2'de gösterilmektedir. Toz kolostrum örneklerinin L^* değeri 86.45-86.52 arasında değişmiş ve örnekler arasında istatistiksel olarak herhangi bir fark bulunmamıştır ($p>0.05$). a^* ve b^* değerleri ise püskürtmeli kurutma ile elde edilen örnekler için sırasıyla -5.33 ± 0.01 ve 0.66 ± 0.05 , dondurarak kurutma ile elde edilen örnekler için -5.52 ± 0.01 ve 0.97 ± 0.01 ve enkapsüle örnekler için ise -0.51 ± 0.01 ve 0.98 ± 0.02 şeklindedir. Farklı kurutma işlemlerinin, sarılık (b^*) değeri üzerine istatistiksel olarak önemli etkisi bulunmuştur ($p<0.05$). Ancak enkapsülasyon işleminin sarılık (b^*) değeri üzerine herhangi bir etkisi olmamıştır ($p>0.05$).

Kolostrumun rengi süttten daha sarıdır. Dondurarak kurutma ile elde edilen örneklerin sarılık (a^*) değerleri, püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklere kıyasla daha yüksek çıkmıştır. Gıdaların işlenmesi ve depolanması sırasında kimyasal bileşiklerin oluşumu ile renk değerlerinde değişiklikler gözlenir (Singh ve Sharma, 2011). Dondurarak kurutma işlemi ile ürünlerin renk değerlerinde çok az bir değişim gerçekleşir (Erbay vd., 2009). Püskürtmeli kurutma işleminde ise yüksek

sıcaklıklardan dolayı renk bileşenleri zarar görebilir. Bu nedenle dondurularak kurutulan örneklerde daha yüksek sarılıkta değerlerinin elde edilmesi normal olabilir.

Kolostrum tozu ve süt tozunun kimyasal bileşimi, rengi büyük ölçüde etkilemektedir (Oussaief vd., 2020). Örneklerin renk değeri yağ içeriğine bağlı olarak değişmektedir. Pugliese vd. (2017) tarafından yapılan çalışmada yağsız süt tozunun L^* değeri tam yağlı süt tozundan daha yüksek çıkmıştır. Aynı zamanda yağ içerikleri nedeniyle, yağlı süt tozu, yağsız süt tozundan daha yüksek b^* değerine sahiptir ve daha sarıdır. Kazein içeriği de renk değerleri üzerine etkilidir. Süt, kazein açısından daha zengindir, bundan dolayı süt tozu, kolostrum tozuna kıyasla daha yüksek beyazlığa (L^* değeri) sahiptir (Oussaief vd., 2020).

Kim vd. (2010) tarafından yapılan çalışmada püskürtmeli kurutma ile edilen süt tozlarının L^* , a^* ve b^* değerleri sırasıyla 70.12, -3.01 ve 3.48 ve dondurarak kurutma ile elde edilenlerin ise 70.56, -3.18 ve 3.85 şeklinde elde edilmiştir. Süt tozu üretiminde kullanılan kurutma işleminin, renk değerleri üzerine istatistiksel olarak önemli bir etkisinin bulunmadığı belirtilmiştir.

Oussaief vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada, deve kolostrumu ve deve sütü örnekleri dondurarak kurutulmuş (-80°C 'de 24 saat) ve renk değerleri karşılaştırılmıştır. Kolostrum ve süt tozunun L^* değerleri sırasıyla 97.17 ± 0.80 ve 97.21 ± 0.23 olarak belirlenmiş ve aralarında istatistiksel olarak önemli bir fark bulunmamıştır. Deve sütü tozunun b^* değeri 1.67 ± 0.11 iken kolostrum tozunun ki -5.25 ± 0.19 olarak belirlenmiştir.

4.2.2. Kolostrum Örneklerinin Toplam İmmunoglobulin İçerikleri

Sığır kolostrum örneklerinin (yağlı ve yağsız), dondurularak kurutulan yağsız kolostrum tozunun ve farklı giriş sıcaklıkları uygulanarak püskürtmeli kurutulan yağsız kolostrum tozlarının toplam immunoglobulin içerikleri Tablo 4.3' de gösterilmiştir.

Tez çalışması kapsamında hammadde olarak kullanılan, ilk sağımdan elde edilen sığır kolostrum örneklerinin toplam immunoglobulin içeriği 26.37 mg/mL olarak belirlenmiştir.

Tablo 4.3. Kolostrum ve kolostrum tozu örneklerinin toplam immunoglobulin içerikleri

Örnek	Toplam Ig Konsantrasyonu (mg/mL)
Yağlı Kolostrum sütü	26.37
Yağsız Kolostrum sütü	57.40
Dondurularak Kurutulan Yağsız Kolostrum Tozu	55.16
Püskürtülerek Kurutulan (125°C) Yağsız Kolostrum Tozu	34.34
Püskürtülerek Kurutulan (160°C) Yağsız Kolostrum Tozu	-
Enkapsüle Edilen Kolostrum Tozu	30.31

Borad ve Singh (2018) sığır kolostrumlarının toplam Ig içeriğinin 20-200 mg/mL, sütün toplam Ig içeriğinin ise 0.15-0.8 arasında değiştiğini rapor etmiştir. Kolostrumda bulunan yüksek IgG içeriği, süt ve kolostrum arasındaki en önemli farklardan biri olup doğumdan sonraki ilk günlerde 50-100 mg/mL ulaşmaktadır (Arslan vd., 2021) ve sonrasında hızla azalmaktadır (Abd El Fettah vd., 2014). Yüksek kaliteli bir kolostrum için IgG içeriği en az 50 mg/mL olmalıdır (Abdelsattar vd., 2022). Literatürde verilen Ig miktarlarının çok geniş aralıklarda değiştiği görülmektedir. Bunun nedeni kolostrumun elde edildiği sığırın yaşı, doğum sayısı, hayvanın sağlık durumu, doğum ile kolostrumun toplanması arasındaki süre gibi pek çok faktörün etkili olmasıdır (Verweij vd., 2014). Yağı alınmış kolostrumda Ig içeriği 57.40 mg/mL olarak bulunmuştur. İmmunoglobülin analizi yaparken yağı alınmış örnekteki Ig oranı, yağlı örneğe kıyasla daha fazla olduğu için Ig içeriği daha yüksek çıkmıştır.

Dondurularak kurutulan yağsız sığır kolostrum örneğinin toplam Ig içeriği 55.16 mg/mL olarak belirlenmiş ve yağsız sığır kolostrum örneğine kıyasla (57.40 mg/mL) yaklaşık olarak sadece %4'lük azalma gözlenmiştir. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozlarında ise hava giriş sıcaklığı 160°C olduğunda toplam Ig içeriği tespit edilebilir seviyenin altında kalmıştır. Hava giriş sıcaklığı 125°C olarak uygulandığında ise toplam Ig içeriği 34.34 mg/mL olarak tespit edilmiş ve yaklaşık olarak %40 azalma gözlenmiştir.

Literatürde immunoglobulinlerin 72°C'de denatüre olmaya başladığı ve 89°C'de tamamen denatüre olduğu belirtilmektedir. Bazı araştırmacılar ise Ig'lerin denatürasyon sıcaklığının ortamın pH'sına bağlı olarak 62.6-67.6°C aralığında olduğunu belirtmiştir (Borad ve Singh, 2018). Püskürtmeli kurutmada hava giriş sıcaklığı arttıkça, hava çıkış sıcaklığı artmaktadır. Giriş hava sıcaklığı 123±2°C olduğunda, çıkış hava sıcaklığı 60-65°C iken; 160±2°C olduğunda çıkış hava sıcaklığı

78-84°C'dir. Bu nedenle hava giriş sıcaklığı 125°C olarak ayarlandığında kolostrum tozu örneklerinin toplam Ig içeriklerinde daha az bir kayıp gözlenmiştir.

Dondurarak kurutma ile elde edilen örneklerin toplam Ig içeriklerinde püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklerle kıyasla çok daha az bir düşüş gözlenmiştir. Bunun nedeni, dondurarak kurutma yönteminde düşük işlem sıcaklıkları kullanıldığı için, ısıya duyarlı kolostrum biyolojik bileşenlerinin daha iyi korunmasıdır (Sotudeh vd., 2018). Literatürde buna benzer sonuçlar elde edilmiştir (Sotudeh vd., 2018; Borad vd., 2021).

Borad ve Singh (2018), dondurarak kurutmanın aktif Ig'lerin büyük bir bölümünü koruduğunu; kontrollü koşullarda uygulanan püskürterek kurutma ile daha yüksek seviyelerde Ig'lerin korunabileceğini belirtmiştir. Borad vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada dondurularak kurutulmuş sığır kolostrum örneklerinin IgG içeriği, püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklerle kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Abdelsattar vd. (2022) ise dondurarak kurutma yöntemi kullanılarak kolostrumun kurutulması ile immünoglobulin konsantrasyonunun korunduğunu bildirmiştir. Abd El Fattah vd. (2014) tarafından yapılan çalışmada hem sığır hem de manda kolostrumunun dondurularak kurutulması ile IgG ve IgM içerikleri kontrole kıyasla önemli ölçüde korunmuştur.

Sharma vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada ise dondurarak kurutmanın (-40°C), sığır kolostrumunun immünoglobulin içeriğine etkisi araştırılmıştır. Sonuçlara göre, dondurarak kurutma işleminin, IgG içeriğinde bir düşüşe neden olduğu gözlenmiştir. Taze ve dondurularak kurutulmuş kolostrumun ortalama IgG içerikleri sırasıyla 72.28 mg/mL ve 57.89 mg/mL'dir. Dondurarak kurutma işlemi IgG içeriğinde ortalama %26.05 düşüşe neden olmuştur.

Sotudeh vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada, doğum sonrası ilk sağım sığır kolostrum örneklerine püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma uygulanmış, en yüksek IgG içeriği (60.35 mg/mL) kontrol örneğinde, dondurularak kurutulmuş örnekte 36,97±6,79 mg/mL; püskürtmeli kurutma işlemi uygulanmış örnekte ise 30,65±6,95 mg/mL olarak bulunmuştur. Farklı yöntemler ile kurutulan örnekler arasında önemli bir farklılık olmamasına rağmen dondurularak kurutulmuş örneklerin IgG içeriklerinde daha az bir kayıp gözlenmiştir.

Salar vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada sığır ve manda kolostrum örneklerine püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma uygulandığında her iki kurutma yönteminde de yalnızca çok az bir protein denatürasyonu gerçekleşmiş ve iki yöntem arasında IgG içeriklerinde önemli bir farklılık gözlemlenmemiştir ($p > 0.05$).

Ticari olarak piyasada bulunan kolostrum tozlarının çoğu, dondurarak kurutma yada püskürtmeli kurutma yöntemi kullanılarak üretilmektedir (Yu vd., 2015; Salar vd., 2021). Ancak kolostrum proteinleri ısıya karşı hassas olduğu için püskürtmeli kurutma ile kolostrum tozu üretilmesi sınırlı düzeyde kalmıştır (Playford ve Weiser, 2021). Aynı zamanda sığır kolostrum ürünlerinde immünoglobulin fonksiyonunu korumak için püskürtmeli kurutmada aşırı sıcaklıklardan kaçınılsa da, bu durum patojenlerin ve mikroorganizmaların çoğalmasına neden olabilmektedir (Kaplan vd., 2022). Dondurarak kurutma, maksimum biyoaktif bileşen stabilitesine sahip kolostrum tozu üretmek için iyi bir yöntemdir. Ancak bu yöntemin de yüksek üretim maliyeti ve uzun işlem süresi gibi bazı dezavantajları bulunmaktadır (Salar vd., 2021).

Dondurularak kurutulan örnek akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde, immünoglobulin içeriği 55.16 mg/mL'den 30.31 mg/mL'ye düşmüştür. Akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi ile biyoaktif bileşenlerin sıcaklık, oksijen ve ışık gibi çevresel koşullardan korunması ve raf ömrünün artırılması amaçlanmaktadır. Dondurularak kurutulmuş yağsız kolostrum tozu, akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde immünoglobulin seviyesinde %45 kayıp meydana gelmiştir.

Bellumori vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada zeytinyağı dondurularak kurutulmuş, toz haline getirilmiş ve akışkan yatakta enkapsüle (besleme miktarı 100 g, kaplama çözeltisi miktarı 100 mL, sıcaklık 40°C, akış hızı 15 m³/h) edilmiştir. Enkapsülasyon işleminin, depolama süresi boyunca fenolik bileşenler üzerine etkisine bakılmıştır. Enkapsüle edilen örneklerin depolama süresi boyunca fenolik bileşen içeriğinde istatistiksel olarak önemli ölçüde bir azalma gözlenmemiştir. Akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi ile fenolik bileşenlerin standart koşullar altında depolama süresi boyunca stabilitelerinin arttığı ifade edilmiştir.

4.2.3. Toz Kolostrum Örneklerinin Gevşek ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunlukları

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen yağsız toz kolostrum örneklerinin ve enkapsüle edilen kolostrum tozu örneklerinin gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları Tablo 4.4’de gösterilmektedir.

En düşük gevşek yığın yoğunluk ve sıkıştırılmış yığın yoğunluk değerleri püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozunda (sırasıyla $0.16 \pm 0.11 \text{ g/cm}^3$ ve $0.35 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$) elde edilmiştir. Dondurarak kurutma ile elde edilen kolostrum tozunun ise gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu sırasıyla $0.35 \pm 0.11 \text{ g/cm}^3$ ve $0.63 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ iken, akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde sırasıyla $0.45 \pm 0.11 \text{ g/cm}^3$ ve $0.65 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ olarak bulunmuştur.

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozu örneklerinde gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri arasında istatistiksel olarak birbirinden önemli ölçüde farklar vardır ($p < 0.05$). Dondurularak kurutulan örneklerin yığın yoğunlukları püskürtülerek kurutulan örneklerden daha yüksektir. Benzer şekilde Borad vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada, dondurularak kurutulmuş retentate yağsız kolostrum örneklerinin gevşek yığın yoğunluğunun, püskürtülerek kurutulan örneklerden daha yüksek olduğu belirtilmiştir.

Literatüre göre (Goksel Sarac vd. (2021), yağsız süt tozlarının ortalama yığın yoğunluğu 0.40 ile 0.45 g/cm^3 arasında değişmektedir. Sahana vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada ise doğum sonrası ilk gün ve ikinci gün elde edilen sığır ve manda kolostrumları püskürtmeli kurutucuda (hava giriş sıcaklığı 160°C ; hava çıkış sıcaklığı 80°C) kurutulmuş ve toz özellikleri incelenmiştir. Kolostrum tozu örneklerinin gevşek yığın yoğunluklarına bakıldığında, ilk gün ve ikinci güne ait sığır kolostrum tozlarının gevşek yığın yoğunlukları sırasıyla $0.425 \pm 0.001 \text{ g/cm}^3$ ve $0.421 \pm 0.001 \text{ g/cm}^3$ iken; manda kolostrum tozu örneklerinin sırasıyla $0.454 \pm 0.002 \text{ g/cm}^3$ ve $0.450 \pm 0.001 \text{ g/cm}^3$ olarak tespit edilmiştir.

Tablo 4.4. Kolostrum tozu örneklerinin yoğunluk değerleri, Hausner oranı, Carr indeks ve gözeneklilik değerleri*

Örnek kodu	Gevşek yığın yoğunluğu (g/cm ³)	Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (g/cm ³)	Hausner Oranı	Carr İndeks (%)	Yığın oluşturma açısı (θ)	Partikül yoğunluğu (g/cm ³)	Gözeneklilik (%)
PK	0.16±0.11 ^c	0.35±0.01 ^b	2.29±0.10 ^a	56.32±1.94 ^a	-	1.32±0.003 ^b	73.22±0.72 ^a
DK	0.35±0.11 ^b	0.63±0.01 ^a	1.84±0.05 ^b	45.66±1.53 ^b	-	1.37±0.003 ^a	53.82±0.65 ^b
EN	0.45±0.01 ^a	0.65±0.01 ^a	1.43±0.20 ^c	29.81±1.01 ^c	53.27±2.76	1.37±0.007 ^a	52.79±0.92 ^b

*Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olarak verilmiştir. ± ortalamanın standart sapmasını göstermektedir. Aynı üssel harf ile gösterilen değerler arasında Duncan çoklu karşılaştırma testine göre istatistiksel olarak önemli bir fark yoktur ($\alpha=0.05$). PK: püskürtmeli kurutma ile elde edilen örnek, DK: dondurarak kurutma ile elde edilen örnek, EN: enkapsüle edilen örnek.

Pugliese vd. (2017) tarafından yapılan çalışmada püskürtmeli kurutma ile elde edilen tam yağlı ve yağsız süt tozlarının gevşek yığın yoğunluğu değerleri 0.407-0.666 g/cm³ arasındadır. Yağsız süt tozlarının gevşek yığın yoğunluğu (0.541 g/cm³), tam yağlı süt tozununkinden (0.449 g/cm³) önemli ölçüde yüksek bulunmuştur. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri ise gevşek yığın yoğunluğunun yaklaşık 1.4 katı olup yağsız süt tozu için 0.736 g/cm³ ve tam yağlı süt tozu için 0.625 g/cm³ tür.

Yığın yoğunluğu, birim hacim başına düşen tozun ağırlığını temsil eder ve genellikle kg/m³ veya g/cm³ olarak ifade edilir. Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, toz davranışının tanımlamasında kullanılan en temel terimlerdir. İstant tam yağlı süt tozu için oldukça önemli parametrelerdir. Süt tozunun paketlenmesi, taşınması ve işlenmesini etkiler ve yüksek yığın yoğunluğu nakliye ve paketleme maliyetini azaltmaktadır (Ding vd., 2020).

Tez çalışması kapsamında, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozlarının gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları literatürdeki verilere göre düşük çıkmıştır. Yığın yoğunluğu değerlerini etkileyen en önemli parametre tozların bileşimi ve yapısıdır. Aynı zamanda bağıl nem, kurutma sıcaklığı, aglomerasyon işlemi ve partiküllerin küreselliği gibi birçok faktör de yığın yoğunluklarını belirleyen parametrelerdendir (Ding vd., 2020). Tekdüze ve pürüzsüz bir toz yapısı, gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğunu artırırken, gözeneklilik, yığın yoğunluğunu azaltmaktadır (Goksel Sarac vd., 2021). Kolostrumun bileşimi, tozların nem içeriği, püskürtmeli kurutmada ve dondurarak kurutma uygulanan işlem sıcaklıkları ve örneklerin gözenekliliğinin yüksek olması, gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluklarının düşük çıkmasının sebebi olabilir.

Aglomerasyon işlemi ile toz partikülün boyutu arttığı için, yığın yoğunluğu önemli ölçüde azalmaktadır (Ding vd., 2020). Bu nedenle özellikle sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, aglomerasyonun bir göstergesidir. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğunun artması ile aglomerasyonun azaldığı, azalması ile de aglomerasyonun arttığı gözlenmektedir. Ding vd. (2020), instant tam yağlı süt tozunun yığın yoğunluğunun, normal tam yağlı süt tozunun yığın yoğunluğundan daha düşük olduğunu belirtmiştir (Ding vd., 2020). Benzer şekilde Atalar ve Yazıcı (2021), aglomerasyon işleminin tozların gözenekliliğini artırırken, yığın yoğunluğunu azalttığını belirtmiştir. Akışkan

yatakta enkapsülasyon işleminde aglomerasyon istenmeyen bir durumdur. Aglomerasyonun artması ile birlikte enkapsülasyon verimi azalmaktadır.

Tez çalışması kapsamında, dondurularak kurutulan örneklerin akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi için yapılan ön denemelerde, bazı çalışma parametreleri (atomizasyon hava basıncı, Wurster tüpünün uzunluğu ve hava akış hızı) denenmiş ve elde edilen kolostrum tozlarının gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerlerine bakılmıştır. Enkapsüle edilmemiş kolostrum tozunun yoğunluk değerleri ile enkapsüle edilen toz örneklerin yoğunluk değerleri kıyaslanarak uygulanacak parametreler belirlenmiştir. Akışkan yatak ile enkapsülasyon işleminde tozların akışkanlığını artırmak ve düzgün bir akışkan yatak oluşturabilmek için %0.5 hidrofilik silikon dioksit ilave edilmiştir. Tozların akışkanlığının artması ile gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri artmaktadır. Bu nedenle enkapsüle örneklerin enkapsüle edilmemiş örnekler ile kıyaslanmasında silikondioksit ilave edilen dondurularak kurutulmuş örnek kullanılmıştır. Dondurularak kurutulmuş örneğe silikondioksit ilave edildiğinde gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 0.39 ± 0.001 ve 0.60 ± 0.005 şeklinde olmuştur.

Tablo 4.4 incelendiğinde dondurularak kurutulan yağsız kolostrum tozu, enkapsüle edildiğinde gevşek yığın yoğunluğu değeri artmıştır ve iki örnek arasında istatistiksel olarak fark bulunmuştur ($p < 0.05$), sıkıştırılmış yığın yoğunluğunda ise daha az bir artış gözlenmiş ancak iki örnek arasında istatistiksel olarak bir fark gözlenmemiştir ($p > 0.05$). Literatürdeki bilgilerden de yola çıkarak bu tez çalışması kapsamında akışkan yatakta enkapsülasyon işleminde aglomerasyon riskinin en az olduğu çalışma parametreleri ile kolostrum tozu elde edildiği söylenebilir.

4.2.4. Toz Kolostrum Örneklerinin Hausner Oranı, Carr İndeksi ve Yığın Oluşturma Açısı

Gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluk değerleri kullanılarak Hausner oranı ve Carr indeks değeri bulunmaktadır. Hausner oranı, parçacıkların boyutuyla ters orantılı olup süt tozu parçacıklarının kohezyonunun bir göstergesidir. Carr indeksi ise sıkıştırma işlemi ile tozun hacmini azaltma yeteneğini ölçmektedir (Pugliese vd., 2017). Her iki terimde toz örneklerin akışkanlık özelliği hakkında bilgi vermektedir (Choudhury vd., 2021).

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozlarının ve enkapsüle kolostrum tozunun Hausner oranı ve Carr indeksi, gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri kullanılarak hesaplanmış, yığın oluşturma açısı belirlenmiş ve bu değerler Tablo 4.4’de gösterilmiştir.

En yüksek Hausner oranı (2.29 ± 0.10) ve Carr indeksi ($\%56.32 \pm 1.94$) püskürtmeli kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozunda elde edilirken; dondurarak kurutulmuş kolostrum örneğinin Hausner oranı ve Carr indeksi sırasıyla 1.84 ± 0.05 ve $\%45.66 \pm 1.53$, akışkan yatakta enkapsülasyonu ile sırasıyla 1.43 ± 0.20 ve 29.81 ± 1.01 olarak elde edilmiştir. Tüm örnekler arasında istatistiksel olarak önemli farklılıklar ($p < 0.05$) gözlenmiştir.

Hausner oranı 1.60 ve Carr indeksi $\%38$ ’den büyük olan tozların, akışkanlığı çok çok zayıf tozlar olarak sınıflandırılmaktadır (Pugliese vd., 2017). Çalışma kapsamında püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozunun hem Hausner oranı hem de Carr indeksi, dondurarak kurutma ile elde edilen kolostrum tozuna kıyasla daha yüksektir. Her iki örnek de akışkanlığı “çok çok” zayıf tozlar, bir başka deyişle yapışkan tozlar sınıfına girmektedir. Bu nedenle akışkan yatak ile enkapsülasyon işleminde her iki örnek de akışkanlaşmamış ve düzgün bir akışkan yatak oluşturmamıştır.

Benzer şekilde Borad vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada, dondurularak kurutulmuş retentate yağsız kolostrum örneklerinin Carr indeksi $\%41.63$ iken; püskürtülerek kurutulan örneklerin yapışkan özellikte olduğu görülmüş ve analiz sırasında akışkanlık özelliği göstermemiştir. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozu örneklerinin zayıf akışkanlığı, püskürtmeli kurutma sırasında toz partikülü üzerinde oluşan yükten ya da aşırı düşük laktoz içeriğinden kaynaklanabileceği bildirilmiştir.

Tozların akışkanlık özelliğinin iyi olması, büyük aglomeratların bulunması ve küçük partikül boyutuna sahip tozların az miktarda olmasına bağlıdır. Bunun sebebi, daha büyük bir boyutun, daha az sürtünme ve zayıf Van der Waals kuvvetleri nedeniyle daha düşük kohezyona neden olmasıdır (Pugliese vd., 2017). Aynı zamanda örneklerin nem içeriği de akışkanlığı etkileyen önemli parametrelerden biridir (Atalar, 2018). Bu nedenlerden dolayı, püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozlarının akışkanlığı, dondurularak kurutulan örneklerden daha düşük çıkmıştır. Bu nedenle çalışmada kullanılacak toz örneklerin akışkanlığını artırmak için, püskürtmeli kurutma

ve dondurarak kurutma işleminden önce kolostrumun yağı (%7.5) uzaklaştırılarak yağsız kolostrum (%0.6) kullanılmıştır.

Süt tozlarının akışkanlığı, tozun yüzey bileşiminden de etkilenmektedir. Yüzeydeki yağ, parçacıklar arasında bir köprü görevi görerek akışkanlığı azaltır ve oksidasyona duyarlı hale getirerek acılaşmaya neden olur. Yapılan bir çalışmada çok düşük yağ içeriğine sahip tozlarda bile yağın toz yüzeyinde toplandığı görülmüştür. Tozun yağ içeriği arttıkça, yüzeyde yağın birikmesinde oldukça fazla bir artış olmuş ve yağın tüm toz partikülünü tamamen kapladığı görülmüştür (Kim vd., 2009).

Kim vd. (2009) tarafından yapılan bir çalışmada, tam yağlı süt tozu üretiminde püskürtmeli kurutmadan hemen sonra yüzey büyük bir oranda (>%95) yağ ile kaplandığı bildirilmiştir.

Silikon dioksit ilavesi, tozların akışkanlığını artırır. Bu nedenle hem tozların akışkanlığını artırmak hem de düzgün bir akışkan yatak oluşturabilmek için örneklerle silikon dioksit ilave edilmiştir. Ancak püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneğe silikon dioksit ilavesinin akışkanlık üzerine bir etkisi olmamıştır ($p>0.05$). Dondurularak kurutulan örneğe ise %0.5 oranında silikon dioksit ilave edildiğinde düzgün bir akışkan yatak elde edilmiştir. Silikon dioksit ilavesi ile dondurularak kurutulan tozların akışkanlık özelliği “çok çok” zayıftan, çok zayıf sınıfına geçmiştir ve Hausner oranı ve Carr indeksi sırasıyla 1.55 ± 0.01 ve $\%35.67\pm0.58$ olup istatistiksel olarak silikon dioksit ilave edilmemiş dondurularak kurutulan örnekten önemli ölçüde ($p<0.05$) farklı bulunmuştur.

Akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi, silikon dioksit ilave edilmiş dondurularak kurutulan örneklerin akışkanlık özelliğini geliştirmiştir, buna rağmen enkapsüle edilen yağsız toz kolostrum örnekler, akışkanlığı zayıf tozlar sınıfında kalmıştır.

Toz kolostrum örneklerinin akışkanlıkları, yığın oluşturma açısı (AOR) (angle of repose) kullanılarak da belirlenmiştir. Yığın oluşturma açısına bakıldığında (Tablo 4.4), püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozu örnekleri akışkanlık özelliği göstermedikleri için yığın oluşturma açısı hesaplanamamıştır. Aynı şekilde silikon dioksit ilave edilen dondurularak kurutulan örnekte de akışkanlık gözlenmemiştir. Enkapsüle örnekte ise yığın oluşturma açısı $53.27\pm2.76^\circ$ olarak hesaplanmış ve bu değer enkapsüle örnekleri zayıf akışkan tozlar sınıfına sokmuştur. Akışkan yatakta enkapsülasyon işleminin yapılması yağsız

kolostrum tozunun akışkanlığının gelişmesine neden olmuştur. Bu sonuç, Hausner oranı ve Carr indeks değerlerinden bulunan akışkanlık sonucunu desteklemektedir.

4.2.5. Toz Kolostrum Örneklerinin Partikül Yoğunluğu ve Gözeneklilik Değerleri

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozlarının ve enkapsüle kolostrum tozunun partikül yoğunluğu ve gözeneklilik değerleri Tablo 4.4’de gösterilmiştir.

Toz kolostrum örneklerinden en düşük partikül yoğunluğuna ($1.32 \pm 0.003 \text{ g/cm}^3$) sahip örnek, püskürtmeli kurutma ile elde edilen örnektir. Dondurularak kurutulan örneklerin partikül yoğunluğu $1.37 \pm 0.003 \text{ g/cm}^3$ iken, enkapsüle şekli $1.37 \pm 0.007 \text{ g/cm}^3$ olarak tespit edilmiştir ve aralarında istatistiksel olarak bir fark gözlenmemiştir. Bir başka deyişle akışkan yatakta enkapsülasyon işleminin partikül yoğunluğuna istatistiksel olarak önemli bir etkisi ($p > 0.05$) olmamıştır.

Ji vd. (2017) tarafından yapılan çalışmada, peynir altı suyu protein izolat tozunun bir kısmına akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi uygulanmış, diğer kısmı ise aglomere edilmiştir. Kontrol örneği olarak ise hiçbir işlem uygulanmamış toz kullanılmıştır. Örneklerin tümünün partikül yoğunluğu yaklaşık 1.05 g/cm^3 olarak belirlenmiş ve enkapsülasyon ve aglomerasyon işleminin partikül yoğunluğu üzerine istatistiksel olarak önemli bir etkisinin olmadığı belirtilmiştir.

Toz kolostrum örneklerinin gözenekliliklerine bakıldığında, en yüksek gözenekliliğe ($\%73.22 \pm 0.72$) sahip toz kolostrum, püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz kolostrumdur. Dondurularak kurutulan örnek ise $\%53.82 \pm 0.65$ gözenekliliğe sahip iken akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde örneklerin gözeneklilik değerinde istatistiksel olarak bir fark gözlenmemiş ($p > 0.05$) ve $\%52.79 \pm 0.92$ olarak belirlenmiştir.

Toz yapıda tutunan havayı artıran gözeneklilik, yığın yoğunluğunu azaltmaktadır (Goksel Sarac vd., 2021). Püskürtmeli kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum örneğinin gözeneklilik değeri en yüksek iken, gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları ise en yüksek değere sahiptir.

Dondurarak kurutma ile elde edilen tozlar genellikle düşük kütle yoğunlukları, yüksek gözeneklilikleri ve iyi aroma ve tat tutma özellikleri ile karakterize edilmektedir (Pellicer vd., 2019). Kurutma sıcaklığı gibi işlem parametreleri süt tozunun gözenekliliğini etkilemektedir. Düşük sıcaklıklarda kurutulan süt tozlarının

çok gözenekli olmadığı ancak yüksek sıcaklıklarda kurutulan tozların çok gözenekli olduğu belirtilmiştir (Nijdam ve Langrish, 2005). Bu nedenle tez çalışması kapsamında püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz kolostrum örneklerinin gözenekliliği, dondurularak kurutulmuş örneklerle kıyasla daha fazladır.

Süt tozunun gözenekliliğini etkileyen faktörlerden biri de yağ içeriğidir. Nijdam ve Langrish (2005) tarafından yapılan çalışmada, püskürtmeli kurutma ile elde edilen tam yağlı süt tozunun gözenekliliğinin, yağsız süt tozuna kıyasla önemli ölçüde daha yüksek olduğu görülmüştür. Püskürtmeli kurutma işlemi sırasında yağın, parçacığın başka bir yerine dağılabileceği veya hareket edebileceği, böylece duvarlar içinde boşluklar oluşturabileceği belirtilmiştir. SEM ile bakıldığında, çapı 4 µm'ye kadar olan yağ küreciklerinin varlığından kaynaklanan boşluklar olduğu görülmüştür.

Wurster kaplama işlemi, aglomerasyondan farklı bir işlemdir. Wurster kaplama işleminde, aglomerasyonun aksine kaplama materyali çözeltisinin damlacıkları, parçacıkların yüzeyinde tek tek katmanlama yoluyla düzgün bir şekilde dağılır. Bu nedenle, kontrol örneğine kıyasla, kaplanmış parçacıkların gözeneklilik değerlerinde önemli bir fark olmamaktadır (Ji vd., 2017). Bu nedenle dondurularak kurutulmuş yağsız toz kolostrum örneği akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde istatistiksel olarak önemli bir fark gözlenmemiştir ($p>0.05$).

4.2.6. Toz Kolostrum Örneklerinin İslanabilirlik ve Çözünürlük Özellikleri

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen yağsız toz kolostrum örneklerinin ve enkapsüle kolostrum tozlarının ıslanabilirlik süresi, çözünmezlik indeksi ve çözünürlük süresi Tablo 4.5' de gösterilmiştir.

Tablo 4.5. Toz kolostrum örneklerinin ıslanabilirlik ve çözünmezlik indeksi özellikleri ve çözünürlük süreleri*

Örnek kodu	İslanabilirlik (s)	Çözünmezlik indeksi (mL)	Çözünürlük süresi (s)
PK	>1h	5.66±0.58 ^a	943.5±51.61 ^a
DK	719.3±82.5 ^a	3.66±0.58 ^b	475±42.42 ^b
EN	431.6±10.4 ^b	1.66±0.29 ^c	296.0±5.65 ^c

*Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olarak verilmiştir. ± ortalamanın standart sapmasını göstermektedir. Aynı üssel harf ile gösterilen değerler arasında Duncan çoklu karşılaştırma testine göre istatistiksel olarak önemli bir fark yoktur ($\alpha=0.05$). PK: püskürtmeli kurutma ile elde edilen örnek, DK: dondurarak kurutma ile elde edilen örnek, EN: enkapsüle edilen örnek

Püskürtülerek kurutulan yağsız kolostrum tozu örneklerinin ıslanabilirlik süresi bir saatten fazla olup çok uzun bulunmuştur. Dondurularak kurutulan örneklerin

ıslanabilirlik süresi 719.3 ± 82.5 s, enkapsüle edildiğinde ise ıslanabilirlik süresi kısmen geliştirilmiş ve 431.6 ± 10.4 s olarak belirlenmiştir.

Islanabilirlik, bir tozun yüzeyindeki suyu emme, ıslanma ve durgun suyun yüzeyine nüfuz etme yeteneğinin bir ölçüsüdür (Umar vd., 2022). Dondurularak kurutulan yağsız kolostrum tozunun ıslanabilirliği, püskürtmeli kurutma ile elde edilen yağsız kolostrum tozuna kıyasla oldukça iyidir. Ancak buna rağmen tüm örneklerin ıslanabilirlik süreleri yüksek bulunmuştur. Dondurarak kurutma ile elde edilen örneklerin ıslanabilirlik süresi Umar vd. (2022) tarafından yapılan çalışmadaki verilere benzerdir.

Umar vd. (2022) farklı günlerde sağılarak elde edilen yağsız kolostrum örneklerini dondurarak kurutmuş ve tozların özelliklerini incelemiştir. İlk gün sağım ile elde edilen kolostrum tozu için ıslanabilirlik süresinin 12.36 ± 1.07 dk (yaklaşık 740 s) olduğu ve bu değer beşinci gün elde edilen kolostrum örneğinde önemli ölçüde ($p < 0.05$) azaldığı ve 8.0 ± 0.22 dakikaya (yaklaşık 480 s) düştüğü gözlenmiştir. Islanabilirlik süresindeki bu düşüşün nedeni, peynir altı suyu proteinlerinin (özellikle globular proteinler) konsantrasyonundaki azalma olarak gösterilmiştir. Doğum sonrası gün geçtikçe kolostrumdaki kazein içeriği artmakta ve kazein, globüler proteinlerin etkileşimlerini önleyerek, toz ürünün ıslanabilirliğini arttığı belirtilmiştir.

Püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlar, çok küçük parçacık boyutlarına ve düşük yoğunluklara sahiptir. Bundan dolayı tozlar zayıf akışkanlık, çözünürlük ve ıslanabilirlik özelliklerine sahiptir (Benelli ve Oliveira, 2019). Borad vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada kolostrum örneklerine püskürtmeli kurutma uygulanmış, kontrol örneği olarak ise dondurularak kurutulan örnek kullanılmıştır. Islanabilirlik süreleri kıyaslandığında püskürterek kurutulmuş kolostrum tozu örnekleri (>15 dk), dondurularak kurutulmuş kolostrum tozu örneklerine (25.33-58.33 s) kıyasla önemli ölçüde daha uzun ıslanabilirlik süresine sahip olduğu görülmüştür.

Kim vd. (2010) tarafından yapılan çalışmada, pastörize sütün bir kısmı püskürtülerek kurutulmuş, diğer kısmı ise dondurarak kurutulmuştur. Islanabilirlik özellikleri incelendiğinde, dondurularak kurutulan süt tozunun ıslanma süresi (31 s), püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneğe (35 s) kıyasla daha düşük çıkmıştır ve örnekler arasında istatistiksel olarak fark gözlenmiştir ($p < 0.05$).

Bir tozun ıslanabilirliği, yüzey yükü, partikül boyutu, yoğunluk, gözeneklilik ve tozda amfifilik bileşenlerin varlığı gibi birçok faktöre bağlıdır (Ermis ve Karasu, 2020; Borad vd., 2021). Toz yüzeyinde yağın varlığı, yüzeyi hidrofobik hale getirerek, ıslanabilirlik, akışkanlık gibi özellikleri olumsuz etkilemektedir (Kim vd., 2009). Bu nedenle bu çalışmada kolostrum tozu elde etmeden önce örneklerin yağı uzaklaştırılmıştır Buna rağmen elde edilen toz örneklerin ıslanabilirlik süresi yüksek bulunmuştur.

Ermis ve Karasu (2020) ise, yüksek protein içeriğine sahip tozların zayıf ıslanabilirlik özelliklerine sahip olduğunu belirtmiştir. Aynı şekilde Borad ve Singh (2021) kolostrum tozlarının son derece düşük laktoz içeriğine ve yüksek oranda immunoglobulin moleküllerine sahip olmasından dolayı düşük ıslanabilirliğe sahip olduğunu bildirmiştir. Protein içeriğinin fazla olması, proteinler arasındaki etkileşimleri destekler ve ıslanabilirliği azaltır. Çalışmamızda kolostrum tozu örneklerinin protein içeriği oldukça yüksektir. Bu nedenle toz kolostrum örneklerinin ıslanabilirlik süresi yüksek çıkmış olabilir.

Tez çalışması kapsamında dondurularak kurutulan yağsız kolostrum örnekleri, akışkan yatak ile enkapsüle edildiğinde, ıslanabilirlik süresi azalmış ve örnekler arasında istatistiksel olarak önemli ölçüde ($p<0.05$) farklar bulunmuştur. Ji vd. (2017) tarafından yapılan çalışmada, peynir altı suyu protein izolat tozları akışkan yatakta enkapsüle ve aglomere edildiğinde, kontrol örneğinin (>20 dk) ıslanabilirliğinin oldukça düşük olduğu, aglomerasyon ile ıslanabilirlik özelliğinin geliştiği ancak enkapsülasyon işleminin ıslanma süresinin azaltılmasında önemli bir faydasının olmadığı gözlenmiştir.

Toz kolostrum örneklerinin çözünürlüğü, çözünmezlik indeksi ve çözünürlük süresi ile belirlenmiştir. Çözünürlük, toz gıdaların sulu bir çözelti içindeki davranışını belirlemede önemli bir faktördür ve ürün kalitesini etkilemektedir (Yu vd., 2011; Umar vd., 2022). Tozların çözünürlüğü; toz gıdanın bileşimine, çözünmeyen bileşenlerin sayısına ve partikül morfolojisine bağlı olarak değişmektedir. Aynı zamanda pH, tuz konsantrasyonu ve iyonlar gibi diğer parametreler de süt proteinlerinin stabilitesini ve dolayısıyla çözünürlüğü etkilemektedir (Shah vd., 2022). Genel olarak düşük çözünürlüğe sahip kolostrum tozları ürünün kalitesini düşürür ve müşteriler tarafından beğenilmez (Yu vd., 2011).

Püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklerin çözünmezlik indeksi ve çözünürlük süresi sırasıyla 5.66 ± 0.58 mL ve 943.5 ± 51.61 s iken, dondurularak kurutulan toz kolostrum örneğinin 3.66 ± 0.58 mL ve 475 ± 42.42 s 'dir. Dondurularak kurutulan toz kolostrum örneği, akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde çözünmezlik indeksi ve çözünürlük süresi azalmış ve sırasıyla 1.66 ± 0.29 ve 296.0 ± 5.65 olarak belirlenmiştir (Tablo 4.5).

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen toz kolostrum örneklerinin çözünmezlik indeksleri ve çözünürlük süreleri istatistiksel olarak önemli ölçüde farklıdır ($p < 0.05$). Püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozunun çözünmezlik indeksi yüksektir, dolayısıyla çözünürlüğü düşüktür. Umar vd. (2022), dondurularak kurutulan örneklerin, yüksek çözünürlüğe (%90' dan fazla) sahip olduğunu, ısıtma işlemi uygulanan örneklerde ise proteinin (β -laktoglobulin) 3 boyutlu yapısı açıldığı için çözünürlüğün azaldığını belirtmiştir.

Sahana vd. (2018), püskürtmeli kurutma ile elde edilen sığır ve mandanın kolostrum tozlarının çözünmezlik indeksleri sırasıyla 0.10 ± 0.013 mL ve 0.15 ± 0.013 mL olarak belirlemiştir.

Borad vd. (2021) tarafından yapılan çalışmada, dondurarak kurutma ile elde edilen kolostrum protein konsantre tozunun çözünmezlik indeksi %2.83 iken, püskürtmeli kurutma ile elde edildiğinde çözünmezlik indeksi artmıştır ve %2.99-3.04 arasında belirlenmiştir. Benzer şekilde kolostrum peynir altı suyu protein konsantresi tozları da dondurarak kurutulduğunda, püskürtmeli kurutmaya kıyasla daha düşük çözünmezlik indeksine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Protein içeriği arttıkça, oda sıcaklığında depolama sırasında çözünürlük azalmakta ve toz parçacıklarının yüzeyinde bulunan ve çözünmeyen protein-protein hidrofobik etkileşimlerine bağlı olarak çözünürlük değişmektedir (Shah vd., 2022). Yağsız toz kolostrum örneklerinin çözünürlüklerinin düşük olmasının sebebi, kolostrumun yüksek protein içeriği, kazein miktarının düşüklüğü ve püskürtmeli kurutma işlemi sırasında uygulanan yüksek ısıtma işlemi gibi faktörlerdir.

4.2.7. Toz Kolostrum Örneklerinin Partikül Boyutu

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen toz kolostrum örneklerinin ve dondurularak kurutulan toz kolostrumun akışkan yatakta

enkapsülasyonu ile elde edilen enkapsüle toz kolostrumun partikül boyutu değerleri (D_{10} , D_{50} ve D_{90}) Tablo 4.6’da gösterilmiştir.

Tablo 4.6. Toz kolostrum örneklerinin partikül boyutları*

Örnek kodu	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
PK	0.046 ± 0.004^a	2.40 ± 0.23^c	17.30 ± 1.05^c
DK	0.048 ± 0.006^a	5.83 ± 1.14^b	144.33 ± 2.99^b
EN	0.047 ± 0.009^a	29.07 ± 1.05^a	298.33 ± 11.93^a

*Sonnklar 3 paralelin ortalaması olarak verilmiştir. $\pm$ ortalamasının standart sapmasını göstermektedir. Aynı üssel harf ile gösterilen değerler arasında Duncan çoklu karşılaştırma testine göre istatistiksel olarak önemli bir fark yoktur ($\alpha=0.05$). PK: püskürtmeli kurutma ile elde edilen örnek, DK: dondurarak kurutma ile elde edilen örnek, EN: enkapsüle edilen örnek

Partikül boyutu değerlerinden olan D_{50} değeri toz partiküllerinin %50’sinin hangi boyut altında olduğunu diğer %50’sinin ise hangi boyutun üstünde olduğunu temsil eden bir değerdir. D_{10} değeri ise, toz partiküllerinin %10’unun hangi boyutun altında olduğunu gösterirken, D_{90} değeri toz partiküllerinin %10’unun hangi boyutun üstünde olduğunu göstermektedir (Ward vd., 2023).

Toz kolostrum örnekleri arasında en düşük partikül boyutuna püskürtmeli kurutma ile elde edilen örnek sahip olup D_{50} değeri $2.40 \pm 0.23 \mu\text{m}$ ’dir. Dondurarak kurutulan örneklerin ise partikül boyutu, püskürtmeli kurutmaya kıyasla daha yüksektir ve D_{50} değeri $5.83 \pm 1.14 \mu\text{m}$ ’dir. Dondurularak kurutulan örnek akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde ise partikül boyutunun arttığı ve D_{50} değerinin $29.07 \pm 1.05 \mu\text{m}$ olduğu gözlenmiştir.

Püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlar, çok küçük parçacık boyutlarına ve düşük yoğunluklara sahiptir, bu da tozların zayıf akışkanlık ve rekonstitüsyon (çözünürlük, ıslanabilirlik, dağılılabilirlik vb.) özelliklerine neden olur. Bu durumda püskürtmeli kurutma sonrası toz partiküllerinin akışkanlığını ve diğer özelliklerini iyileştirmek için aglomerasyon işleminin uygulanması gerekmektedir (Benelli ve Oliveira, 2019). Dondurularak kurutulmuş tozların partikül boyutu ise, düşük işlem sıcaklığı uygulandığı için ve donmuş damlacıkların kurutma sırasında yüzey değiştirememesinden dolayı nispeten daha büyük partikül boyuna sahiptir (Pellicer vd., 2019). Bu nedenle püskürtülerek kurutulan kolostrum tozlarının partikül boyutu, dondurularak kurutulan örneklerle kıyasla daha düşük çıkmıştır. Bu da püskürtülerek kurutulan toz örneklerin zayıf akışkanlık özelliği göstermesine neden olmuştur ve akışkan yatak sisteminde enkapsüle edilememiştir. Aynı zamanda püskürtmeli kurutma işleminde uygulanan giriş hava sıcaklığı, püskürtme hızı ve hava akış hızı

gibi parametreler tozların ürün kalitesini belirtmektedir (Yu vd., 2011) . Bu nedenle partikül boyutu da işlem parametrelerinden etkilenmektedir.

Çalışma kapsamında püskürtülerek kurutulan kolostrum tozlarının partikül boyutu, dondurularak kurutulan örneklerle kıyasla daha düşük çıkmıştır. Bu da püskürtülerek kurutulan toz örneklerin zayıf akışkanlık özelliği göstermesine neden olmuştur ve akışkan yatak sisteminde enkapsüle edilememiştir. Püskürtmeli kurutma işleminde uygulanan parametreler de tozların partikül boyutunu etkilemiş olabilir.

Enkapsülasyon teknolojisi, partikül boyutuna göre mikroenkapsülasyon (3- 800 μm) veya nanoenkapsülasyon (10-1000 nm) olarak adlandırılmaktadır (Reque ve Brandelli, 2021). Çalışma kapsamında elde edilen enkapsüle örneğin partikül boyutu $29.07 \pm 1.05 \mu\text{m}$ olup akışkan yatakta mikrokapsül elde edilmiştir. Enkapsüle edilen partiküllerin parçacık boyutu, farklı enkapsülasyon yöntemlerine bağlı olarak değişmektedir. Akışkan yatakta enkapsülasyon yöntemi ile elde edilen partiküllerin boyutu 5-5000 μm arasında değişmektedir (Lin vd., 2022). Akışkan yatakta enkapsülasyon işleminde uygulanan hava akış hızı ve püskürtme hızı gibi faktörler partikül boyutunu etkilemektedir (Srivastava ve Mishra, 2010). Tez çalışması kapsamında dondurularak kurutulan toz kolostrum, akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde partikül dağılımı (span) değeri yaklaşık 24.75'ten 10.26'ya düşmüştür.

Kim vd. (2019) tarafından yapılan çalışmada, nane aroması akışkan yatak, püskürtmeli kurutma ve ekstrüzyon ile enkapsüle edilmiştir. Püskürtmeli kurutma ile partikül boyutu küçük tozlar ($< 100 \mu\text{m}$) elde edilirken; akışkan yatak ile iki farklı boyutta (800–1000 μm ve $< 100 \mu\text{m}$) toz elde edilmiştir.

Ji vd. (2017) tarafından yapılan çalışmada, peynir altı suyu protein izolat tozuna akışkan yatakta enkapsülasyon ve aglomerasyon işlemi uygulanmıştır. Enkapsüle elde edilen toz örneğin partikül boyutunun (D_{50}) (103.0-118.0 μm), kontrol örneğine ($54.5 \pm 1.8 \mu\text{m}$) kıyasla önemli ölçüde yüksek olduğu ve bunun nedeninin partikül morfolojisinin daha düşük daireselliğe ve dışbükeyliğe sahip olması ile ilgili olduğu bulunmuştur. Hem aglomerasyon hem de enkapsülasyon işlemlerinde kullanılan yüksek konsantrasyonlu çözelti, daha küresel ve pürüzsüz parçacıklar üretmiştir.

Pellicer vd. (2019) tarafından yapılan çalışmada çilek aroması, akışkan yatak, püskürtmeli kurutucu ve dondurarak kurutma kullanılarak enkapsüle edildiğinde; en düşük partikül boyutu ($D_{[4:3]} = 8.76 \mu\text{m}$) püskürtmeli kurutma ile enkapsülasyon

uygulandığında elde edilirken; dondurarak kurutma ile elde edilen mikropartiküllerin $D_{[4;3]}$ değeri $637 \mu\text{m}$ ve akışkan yatak ile elde edilenlerin ise $462 \mu\text{m}$ 'dir.

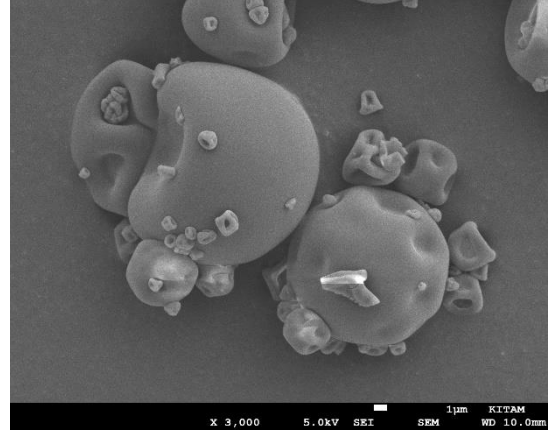
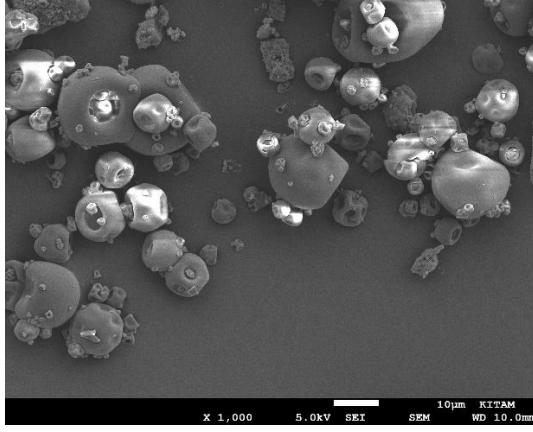
Coronel-Aguilera ve Martín-Gonzalez (2015), β -karoten emülsiyonunu püskürtmeli kurutucuda kuruttuktan sonra farklı çalışma parametreleri kullanılarak akışkan yatakta Wurster tüpü kullanılarak enkapsüle etmiştir. Enkapsüle edilmemiş kontrol örneğinin partikül boyutu ($d_{[4,3]}$) $53.0 \pm 3.0 \mu\text{m}$ iken, enkapsüle örneklerin partikül boyutu ise akışkan yatakta kullanılan parametrelere bağlı olarak 48,6- 69,5 μm arasında değişmektedir.

Szulc ve Lenart (2013) tarafından yapılan çalışmada, beş farklı gıda tozu karıştırılarak çok bileşenli gıda tozu elde edilmiştir. Örneklerin bir kısmına farklı çözeltiler kullanılarak akışkan yatakta aglomerasyon işlemi uygulanmış, bir kısmına ise aglomerasyondan sonra enkapsülasyon uygulanmıştır. Kontrol örneği olarak ise hiçbir işlem uygulanmamış örnek kullanılmıştır. En düşük partikül boyutuna sahip örnek kontrol örneği ($d_{50} = 146 \pm 3 \mu\text{m}$) iken, aglomere edilmiş tozların partikül boyutu 187- 217 μm arasında değişmiştir. Enkapsüle toz örneklerin partikül boyutu ise 268- 287 μm arasında değişmiş, kontrol ve aglomere örneğe kıyasla daha yüksek partikül boyutuna sahip olduğu tespit edilmiştir.

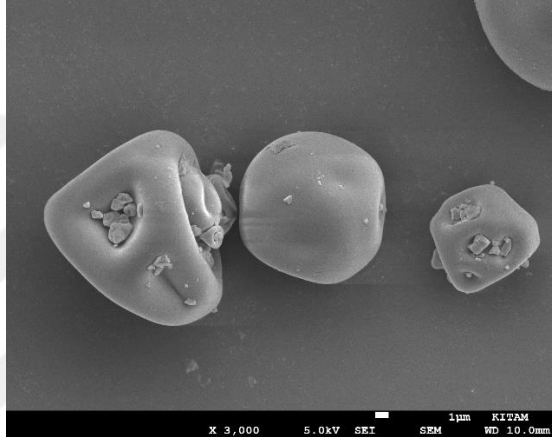
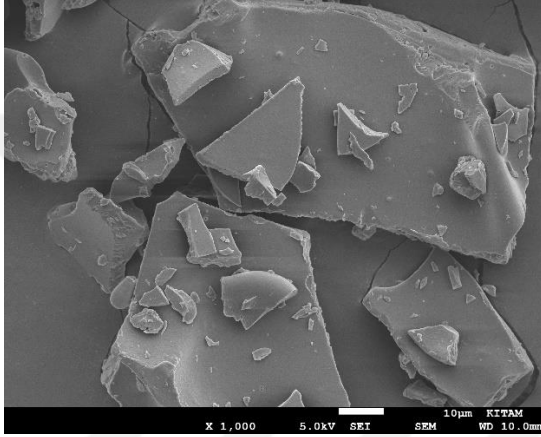
4.2.8. Toz Kolostrum Örneklerine Ait SEM Görüntüleri

Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen kolostrum tozlarına ve dondurularak kurutulan toz kolostrum örneğinin akışkan yatakta enkapsüle edilmesiyle elde edilen kolostrum tozuna ait 1000 ve 3000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri Şekil 4.2' de verilmiştir.

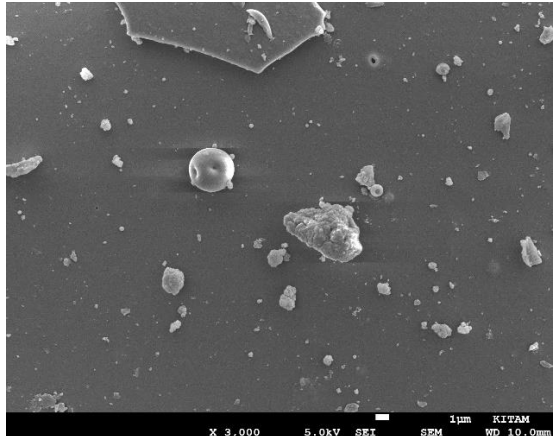
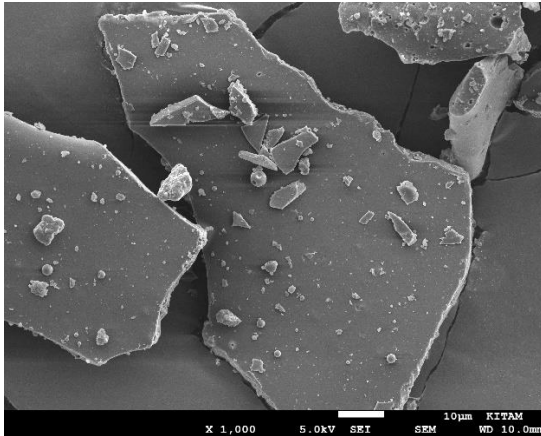
SEM görüntülerine bakıldığında püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneğin küresel partiküllerden oluştuğu (Şekil 4.2a), dondurarak kurutulan örneğin ise kırık ve katmanlı yapıda olduğu ve mikroküre oluşumunun gerçekleşmediği (Şekil 4.2b) gözlenmiştir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 4.2. Toz kolostrum örneklerine ait SEM görüntüleri (1000x-3000 x)

(a) Püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz kolostrum örneği (1000x- 3000x); (b) Dondurarak kurutma ile elde edilen toz kolostrum örneği (1000x- 3000x); (c) Dondurularak kurutulan örneğin akışkan yatakta enkapsülasyonu ile elde edilen enkapsüle toz kolostrum örneği (1000x- 3000x)

Dondurarak kurutma işleminde, düşük işlem sıcaklığı uygulandığı için ve donmuş su damlacıkları kuruma işlemi esnasında yer değiştiremediğinden dolayı

nispeten daha büyük partikül boyuna sahip ve köşeli ve plaka şeklinde bir yüzey yapısı elde edilebilmektedir. Püskürtmeli kurutma işleminde ise kurutma sıcaklığı yüksek olduğunda, nem çok hızlı bir şekilde buharlaşır, parçacık yüzeyi kurur ve sertleşir, böylece partikül, kurutucunun soğuk bölgelerine hareket ederken, buhar yoğunlaştığında içi boş partikül sönemez. Bununla birlikte, kurutma sıcaklığı daha düşük olduğunda, partikül yüzeyi daha uzun süre nemli ve esnek kalır, böylece içi boş parçacık soğudukça söner ve büzülebilir (Nijdam ve Langrish, 2005).

Deshwal vd. (2020), dondurularak kurutulmuş deve sütü tozunun gözenekli tabaka veya pul benzeri bir yapıya sahip olduğunu ve püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozun ise tek tek küresel parçacıklardan oluştuğunu belirtmiştir.

Wang vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada ise soya fasülyesi hidrolizatları püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile kurutulmuş ve SEM görüntülerine bakıldığında püskürtülerek kurutulan örneklerin, küresel ve pürüzsüz yüzeylere sahip olduğu ve yüzeyde düzensiz, içbükey ve buruşuk parçacıkların gözlemlendiği belirtilmiştir. Dondurarak kurutma ile elde edilen toz örnekler ise mikro küre oluşumuna katkıda bulunmadığını gösteren kırık katmanlı bir yapı göstermiştir.

Tam yağlı süttten elde edilen toz üründe, yağ partikülleri gözenekleri ve boşlukları doldurur ve toz yüzeyini kaplar böylece daha pürüzsüz bir yapı oluşur (Deshwal vd., 2020). Nijdam ve Langrish (2005) tarafından yapılan çalışmada 200°C'de kurutulan süt tozu numunelerinin SEM görüntülerine bakıldığında, püskürtmeli kurutma ile elde edilen yağlı ve yağsız süt tozu parçacıklarının içinin boş olduğu ve yağsız süt tozu parçacıklarının boyut olarak küçüldüğü görülmüştür. Kuruma sıcaklığı ise düştükçe daha az küresel ve daha buruşuk parçacıklar oluşmuştur.

Püskürtülerek kurutulan tozların parçacık şekli, düz yüzeyli bir daireye benzemektedir. Aglomerasyon işleminde bağlayıcı materyal, sıvı köprü görevi görerek partikülleri bir arada tutar ve gözenekli "ahududu" benzeri yapılar oluşur. Akışkan yatakta enkapsülasyon işleminde ise kaplama materyali toz yüzey üzerinde düzgün bir şekilde katmanlaşmaktadır (Ji vd., 2017).

Tez çalışması kapsamında dondurularak kurutulan kolostrum tozu örneği kaplama materyali olarak maltodekstrin (%10 w/v) kullanılarak akışkan yatakta enkapsüle edilen toza ait SEM görüntüsü Şekil 4.2c'de verilmiştir. Dondurularak kurutulan kolostrum tozu ve enkapsüle edilen kolostrum tozu görüntüleri

karşılaştırıldığında, dondurularak kurutulan örneğin yüzeyi pürüzsüz iken, enkapsüle kolostrum tozunda püskürtülen maltodekstrin çözeltisi yüzeyde dağılmıştır.

Pellicer vd. (2019) tarafından yapılan çalışmada çilek aroması, farklı enkapsülasyon yöntemleri (akışkan yatak, püskürtmeli kurutucu ve dondurarak kurutma) ile enkapsüle edilmiştir. Elde edilen tozların SEM görüntüleri incelendiğinde; farklı enkapsülasyon yöntemleri ile farklı parçacık morfolojilerine sahip tozlar elde edildiği gözlenmiştir. Püskürtmeli kurutma ile düzgün küresel parçacıklar oluşurken, dondurarak kurutma ile amorf cam benzeri bir yapı oluşmuştur. Akışkan yatak ile elde edilen partiküller ise amorf ve düzensiz yapıdadır.



5. SONUÇ

Tez çalışması kapsamında tek bir sığırın ilk sağımından elde edilen kolostrum örnekleri püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma kullanılarak toz haline getirilmiştir. Toz haline getirilen kolostrumların akışkan yatak sisteminde enkapsülasyonu denenmiş ve püskürtmeli kurutma ile elde edilen toz kolostrumun akışkanlığı çok çok zayıf olduğu için akışkan yatak sisteminde akışkanlaşmamış ve enkapsüle edilememiştir. Dondurularak kurutulan kolostrum örneği maltodekstrin çözeltisi kullanılarak enkapsüle edilmiştir. Farklı kurutma yöntemlerinin ve akışkan yatakta enkapsülasyonun kolostrumun immunoglobulin içeriğine ve toz özelliklerine etkisi incelenmiştir.

Püskürtmeli kurutma ile edilen kolostrum tozlarının nem içeriği ve su aktivitesi dondurularak kurutulan örneğe kıyasla daha yüksek ($p<0.05$) bulunmuştur. Püskürtmeli kurutma işlemi sırasında uygulanan sıcaklık arttıkça nem içeriği azalmaktadır. Çalışma kapsamında püskürtmeli kurutma sırasında kolostrumda bulunan immunoglobulin içeriğini korumak için giriş sıcaklığı düşük tutulmuştur, bu nedenle nem içeriği yüksek çıkmıştır. Püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile elde edilen örneklerin L^* değerleri arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olmamasına rağmen ($p>0.05$), dondurularak kurutulan örneğin sarılık değeri (b^*) oldukça yüksek ($p<0.05$) çıkmıştır. Bunun nedeni püskürtmeli kurutma işleminde, yüksek sıcaklıklardan dolayı renk bileşenlerinin zarar görmesi ve dondurarak kurutmada ise rengin korunmasıdır.

Farklı kurutma işlemlerinin kolostrum tozunda bulunan immunoglobulin içeriğine etkisine bakıldığında, dondurarak kurutma ile elde edilen örneklerin toplam immunoglobulin içeriklerinde püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneklere kıyasla çok daha az bir düşüş gözlenmiştir. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozlarının gevşek ve sıkıştırılmış yığın yoğunlukları ve partikül yoğunlukları, dondurarak kurutma işlemi ile elde edilen kolostrum tozlarına kıyasla daha düşük bulunurken; Hausner oranı ve Carr indeksi daha yüksek ve istatistiksel olarak birbirinden önemli ölçüde farklı bulunmuştur ($p<0.05$). Ancak hem püskürtülerek kurutulan hem de dondurularak kurutulan kolostrum tozlarının akışkanlığı çok çok zayıftır ve yığın oluşturma açısının belirlenmesi analizinde akışkanlık özelliği göstermemiştir. En yüksek gözenekliliğe sahip toz kolostrum, püskürtmeli kurutma ile

elde edilen toz kolostrumdur. Dondurularak kurutulan örnek ise püskürtülerek kurutulan örneğe kıyasla daha düşük gözenekliliğe sahiptir.

Toz kolostrum örneklerinin ıslanabilirlik ve çözünabilirlik özelliklerine bakıldığında, püskürtmeli kurutma ile elde edilen kolostrum tozunun ıslanabilirlik ve çözünabilirlik süresi ve çözünmezlik indeksi dondurularak kurutulan örneğe kıyasla oldukça yüksek olduğu ($p<0.05$) gözlenmiştir. Dondurularak kurutulan örnek, püskürtülerek kurutulan örneğe kıyasla daha iyi ıslanabilirlik ve çözünabilirlik özelliklerine sahip olmasına rağmen oldukça düşüktür.

Püskürtülerek kurutulan kolostrum tozlarının partikül boyutu, dondurularak kurutulan örneklerle kıyasla daha düşük ($p<0.05$) çıkmıştır. SEM görüntülerine bakıldığında ise püskürtmeli kurutma ile elde edilen örneğin küresel partiküllerden oluştuğu dondurularak kurutulan örneğin ise kırık ve katmanlı yapıda olduğu ve mikroküre oluşumunun gerçekleşmediği gözlenmiştir.

Akışkan yatakta enkapsülasyon işleminin dondurularak kurutma ile elde edilen toz kolostrum örneklerinin immunoglobulin içerikleri ve toz özellikleri üzerine etkisi incelendiğinde ise dondurularak kurutulan örnek akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde, nem içeriği ve su aktivitesi enkapsüle edilmemiş örneğe kıyasla önemli ölçüde daha yüksek çıkmıştır. Enkapsülasyon işleminin toz kolostrum örneklerinin renk değerleri üzerine istatistiksel olarak önemli bir etkisi bulunmadığı gözlenmiştir ($p>0.05$).

Akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi ile biyoaktif bileşenlerin sıcaklık, oksijen ve ışık gibi çevresel koşullardan korunması ve raf ömrünün artırılması amaçlanmaktadır. Dondurularak kurutulmuş kolostrum tozu, akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde toplam immunoglobulin içeriği 55.16 mg/mL'den 30.31 mg/mL'ye düşmüştür.

Akışkan yatakta enkapsülasyon işlemi, gevşek yığın yoğunluğunu önemli ölçüde ($p<0.05$) azaltırken, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ve partikül yoğunluğunu istatistiksel olarak önemli ölçüde etkilememiştir ($p>0.05$). Dondurularak kurutulmuş kolostrum tozu enkapsüle edildiğinde Hausner oranı ve Carr indeksi azalmıştır. Enkapsülasyon ile akışkanlık özelliği gelişmiştir, buna rağmen enkapsüle edilen toz kolostrum örnekleri, akışkanlığı zayıf tozlar sınıfında yer almıştır. Gözeneklilik değerlerine

bakıldığında ise, enkapsülasyon işleminin toz kolostrum örneklerinin gözeneklilik değerlerine istatistiksel olarak önemli bir etkisi gözlenmemiştir ($p>0.05$).

Dondurularak kurutulan örneklerin ıslanabilirlik ve çözünürlük süresi, enkapsüle edildiğinde istatistiksel olarak önemli ölçüde ($p<0.05$) azalmış, çözünmezlik indeksi ise artmıştır. Bir başka deyişle enkapsülasyon ile ıslanabilirlik ve çözünürlük özellikleri geliştirilmiştir. Ancak bu toz özellikleri enkapsülasyon ile yeterince gelişmemiş ve instant özellikte bir ürün elde edilememiştir.

Dondurularak kurutulan örnek akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde, enkapsüle edilmemiş örneğe kıyasla partikül boyutu önemli ölçüde ($p<0.05$) artmıştır. Dondurularak kurutulan örneğin kırık ve katmanlı yapısının yüzeyi, pürüzsüz iken, dondurularak kurutulan kolostrum tozu örneği kaplama materyali olarak maltodekstrin çözeltisi (%10 w/v) kullanılarak akışkan yatakta enkapsüle edildiğinde, püskürtülen maltodekstrin çözeltisi, toz partikülü yüzeyinde dağılmış ve pürüzlü bir yüzey oluşturmuştur.

Çalışmada, kolostrum örneklerinin püskürtmeli kurutmaya kıyasla, dondurularak kurutulması ile toz özellikleri daha iyi olan ve daha yüksek immunoglobulin içeriğine sahip kolostrum tozlarının elde edildiği sonucuna varılmıştır. Enkapsülasyon işlemi ise toz özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmiş ancak instant toz kolostrum eldesi için yeterli gelmemiştir.

Elde edilen sonuçlar doğrultusunda;

a) Enkapsüle kolostrum tozlarının ıslanabilirlik, çözünebilirlik gibi toz özelliklerini daha fazla geliştirip, instant ürün elde etmek için akışkan yatakta enkapsülasyon işleminden sonra akışkan yatakta aglomerasyon işlemi uygulanabilir.

b) Farklı enkapsülasyon parametrelerinin ve kaplama materyallerinin, enkapsüle kolostrum tozlarının biyoaktif bileşen ve toz özellikleri üzerine etkisi incelenebilir.

c) Farklı depolama sıcaklıkları ve sürelerinin enkapsüle edilen kolostrum tozundaki immunoglobulin içeriği üzerine etkisi incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Abd El-Fattah, A.M., Rabo, F.H.R., El-Dieb, S.M. and El-Kashef, H.A.S. (2014). Preservation Methods of Buffalo and Bovine Colostrum As A Source of Bioactive Components. *International Dairy Journal*, Vol. 39, 24-27.
- Abdelsattar , M.M. Rashwan, A. K., Younes, H. A., Abdel-Hamid, M., Romeih, E., Mehanni, A., E., Einar Vargas-Bello, P., Wei, C. and Zhang, N. (2022). An Updated and Comprehensive Review on The Composition and Preservation Strategies of Bovine Colostrum and Its Contributions To Animal Health, *Animal Feed Science and Technology*, 291, 115379. doi: <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2022.115379>
- Ahmann, J., Steinhoff-Wagner, J. and Büscher, W. (2021). Determining Immunoglobulin Content of Bovine Colostrum and Factors Affecting The Outcome: A Review. *Animals*, 11, 3587.
- Ahmed, A., Saha, B., Patwardhan, A., Shivprasad, S. and Nandi, D. (2009). The Major Players in Adaptive Immunity, *Resonance*, 455-471.
- Ahmed, N., Singh, J., Chauhan, H., Anjum, P. G. A. and Kour, H. (2013). Different Drying Methods: Their Applications and Recent Advances, *International Journal of Food Nutrition and Safety*, 4(1): 34-42.
- Alhadj, N., O'Reilly N. and Cathcart, H. (2021). Designing Enhanced Spray Dried Particles for Inhalation: A Review of The Impact of Excipients and Processing Parameters on Particle Properties. *Powder Technology*, 384, 313–331. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.02.031>.
- Amit, S. K., Uddin, M. M., Rahman, R., Rezwanul Islam, S. M., and Khan, M. S. (2017). A Review on Mechanisms and Commercial Aspects of Food Preservation and Processing, *Agriculture & Food Security*, 6:51.
- AOAC. (1990). Official Methods of Analysis. 15th Edition, Association of Official Analytical Chemist, Washington DC.
- AOAC. (2006). Official Methods of Analysis. 18th Edition, Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburgs, MD.
- Arslan, A., Kaplan, M., Duman, H., Bayraktar, A., Ertürk, M., Henrick, B. M., Frese, S. A. and Karav, S. (2021). Bovine Colostrum and Its Potential for Human Health and Nutrition. *Frontiers in Nutrition*, 8:651721. doi: <https://doi.org/10.3389/fnut.2021.651721>.
- Atak, Z., Koç, M. ve Kaymak-Ertekin F. (2017). Akışkan Yatak Kaplama ve Gıda Uygulamaları, *Türk Tarım – Gıda Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 5(12): 1550-1557.
- Atalar, I. (2018). İstant Yoğurt Tozu Üretim Koşullarının Optimizasyonu, Doktora Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Samsun.
- Atalar, I. and Yazici, F. (2018). Influence Of Top Spray Fluidized Bed Agglomeration Conditions on The Reconstitution Property and Structure Modification of Skim Yoghurt Powder. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42:e13414. doi: <https://doi.org/10.1111/jfpp.13414>

- Atalar, I. and Yazici, F. (2021). Top-Spray Agglomeration Process Applications in Food Powders: A Review of Recent Research Advances. *European Food Science and Engineering* 2 (1), 18-25.
- Bellumori, M., Marchi, L. D., Mainente, F., Zaroni, F., Cecchi, L., Innocenti, M., Mulinacci, N. and Zoccatelli, G. (2021). A By-Product From Virgin Olive Oil Production (Pâté) Encapsulated By Fluid Bed Coating: Evaluation of The Phenolic Profile After Shelf-Life Test and in Vitro Gastrointestinal Digestion. *International Journal of Food Science and Technology*, 56, 3773–3783. doi: <https://doi.org/10.1111/ijfs.15068>.
- Benelli, L. and Oliveira, W. P. (2019). Fluidized Bed Coating of Inert Cores with A Lipid-Based System Loaded with A Polyphenol-Rich *Rosmarinus Officinalis* Extract. *Food and Bioproducts Processing* 114, 216–226.
- Borad, S.G. and Singh, A.K. (2018). Colostrum Immunoglobulins: Processing, Preservation and Application Aspects. *International Dairy Journal*, 201-210.
- Borad, S.G., Singh, A.K., Meena, G.S. and Raghub, H.V. (2020). Storage Related Changes in Spray Dried Colostrum Preparations. *LWT- Food Science and Technology*, 118, 108719. doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108719>.
- Borad, S.G., Singh, A.K., Meena, G.S., Arora, S., Raju, P.N. and Sabikhi, L. (2021). Optimization of Spray Drying of Colostrum Protein Ingredients -A Rheological Approach. *Journal of Food Engineering*, 288, 110247. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.110247>.
- Bozkurt, S., Altay, O., Koç, M. and Kaymak-Ertekin, F. (2020). Fluidized Bed Applications in Powder Food Processes. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 8(4): 818-825, 202.
- Bylund, G. (2003). *Dairy Processing Handbook*, Tetra Pak Processing Systems AB S-221 86 Lund, Sweden.
- Cardona, L. M., Cortés-Rodríguez, M. and Galeano, F. J. C. (2022). Optimization of Fluidized Bed Agglomeration Process of A Pineapple Powder Mixture Using A Binder Solution of Ginger Extract and Vitamin C. *LWT - Food Science and Technology*, 171, 114075.
- Castro-Albarrán, J., Aguilar-Uscanga, B.R., Calon, F., St-Amour, I., Solís-Pacheco, J., Saucier, L. and Ratti, C. (2016). Spray and Freeze Drying of Human Milk on The Retention of Immunoglobulins (IgA, IgG, IgM). *Drying Technology*, Vol. 34, No. 15, 1801–1809.
- Chawla, S. (2018). Role of Water Activity in Dairy Industry, *International Journal of Trend in Research and Development*, Volume 5 (2), ISSN: 2394-9333.
- Chen, Y., Yang, J., Mujumdar, A. and Dave, R. (2009). Fluidized Bed Film Coating of Cohesive Geldart Group C Powders. *Powder Technology* 189, 466–480. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2008.08.002>
- Choudhury, N., Meghwal, M. and Das, K. (2021). Microencapsulation: An Overview on Concepts, Methods, Properties and Applications in Foods, *Food Frontiers*, 2:426–442.
- Ciucan, T.C., Oancea, A. and Matei F. (2021). Health Benefits of Fermented Colostrum- A Review, *Scientific Bulletin, Series F. Biotechnologies*, Vol. XXV, No. 2.

- Coronel-Aguilera, C. P. and Martín-Gonzalez, M. F. S. (2015). Encapsulation of Spray Dried β -Carotene Emulsion By Fluidized Bed Coating Technology. *LWT - Food Science and Technology* 62, 187-193.
- Davidson, P.M. and Zivanovic, S. (2003). The use of natural antimicrobials, Food preservation techniques. *Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition*, eds Zeuthen P. and Bøgh-Sørensen L., Pages 5-30. <https://doi.org/10.1533/9781855737143.1.5>
- Ding, H., Li, B., Boiarkina, I., Wilson, D. I., Yu, W. and Young, B. R. (2020). Effects of Morphology on the Bulk Density of Instant Whole Milk Powder. *Foods* 9, 1024.
- Deshwal, G. K., Singh, A. K., Kumar, D. and Sharma, H. (2020). Effect of Spray and Freeze Drying on Physico-Chemical, Functional, Moisture Sorption and Morphological Characteristics of Camel Milk Powder. *LWT*, Volume 134, 110117.
- Eijkelboom, N.M, P. Van Boven, A., Siemons, I., Wilms, P.F.C., Boom, R.M., Kohlus, R. and Schutyser, M.A.I. (2023). Particle Structure Development During Spray Drying From A Single Droplet To Pilot-Scale Perspective. *Journal of Food Engineering*, 337, 111222.
- Erbay, B., Kivrak, E., Orhan, H. ve Küçüköner, E. (2009). Dondurarak Kurutulmuş Havuç Dilimlerinin Renk, Rehidrasyon Özellikleri ve Bazı Duyusal Özellikleri Üzerine Farklı Antioksidan Çözeltilerin Etkisi. *Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 13-3, 229-236 .
- Ermis, E. and Karasu, E. N. (2020). Spray Drying of De-Oiled Sunflower Protein Extracts: Functional Properties and Characterization of The Powder. *Gıda*, 45 (1): 39-49. Doi: <https://doi.org/10.15237/gida.GD19096>
- Garimano, N., Vergara, L. I. D., Kim, A. D., Badin, E. E. Sodero, S., Bernal, A. M., Gonzalez, D. D., Amaral, M. M., . Lespinard, A. R., Porporatto, C., Montenegro, M. A., Palermo, M. S., Larzabal, M., Cataldi, A. A., Ibarra, C. and Sacerdoti, F. (2020). Preservation of Protective Capacity of Hyperimmune Anti-Stx2 Bovine Colostrum Against Enterohemorrhagic *Escherichia Coli* O157:H7 Pathogenicity After Pasteurization and Spray-Drying Processes. *J. Dairy Sci.* 104:5229–5238. <https://doi.org/10.3168/jds.2020-19709>
- Glagoleva, L. E., Zatsepilina, N. P., Kozyrenko, E. V. and Rodionov, S. O. (2020). Colostrum Research and Application in The Functional Food Products Technology. *Earth and Environmental Science* 640, 032048.
- Goksel Sarac, M., Aslan Türker, D. ve Doğan M. (2021). Ticari Öneme Sahip Toz Süt Ürünlerinin Morfolojik Yapısı ve Toz Akış Özelliklerinin Belirlenmesi. *Gıda* 46(1) 119-133. Doi: <https://doi.org/10.15237/gida.GD20108>
- Gomes, R. D. S., Anaya, K., Galdino, A. B. S., Oliveira, J. P. F., Gama, M. A. S., Medeiros, C. A. C. X., Gavioli, E. C., Porto, A. L. F. and Rangel, A. H. N. (2021). Bovine Colostrum: A Source of Bioactive Compounds For Prevention and Treatment of Gastrointestinal Disorders. *NFS Journal* 25, 1–11.
- Guignon, B., Duquenoy, A. and Dumoulin, E. D. (2002). Fluid Bed Encapsulation of Particles: Principles and Practice. *Drying Technology*, 20(2), 419–447.

- Hesami, S., Shahraki, A.D.F., Zakian, A. and Ghalamkari, G. (2021). The Effect of Various Heat-Treatment Methods on Colostrum Quality, Health and Performance of Dairy Calves. *Acta Sci. Anim. Sci.*, 43.
- Hurley, W.L. and Theil, P.K. (2011). Perspectives on Immunoglobulins in Colostrum and Milk. *Nutrients*, 3, 442-474.
- Ji, J., Cronin, K., Fitzpatrick, J. and Miao, S. (2017). Enhanced Wetting Behaviours of Whey Protein Isolate Powder: The Different Effects of Lecithin Addition By Fluidised Bed Agglomeration and Coating Processes. *Food Hydrocolloids* 71, 94-101. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.05.005>.
- Jia, L., Jiang, Q., He, Z. and Wang, Y. (2021). Characterization Techniques: The Stepping Stone To Liposome Lyophilized Product Development. *International Journal of Pharmaceutics*, 601, 120519.
- Kaplan M., Arslan, A., Duman, H., Karyelioğlu, M., Baydemir, B., Günar, B. B., Alkan, M., Bayraktar, A., Ertürk, M., Duar, M. R., Henrick B. M., Frese, S. A. and Karav, S. (2022). Production of Bovine Colostrum for Human Consumption to Improve Health. *Frontiers in Pharmacology*, Vol. 2, 796824.
- Karlidağ, M. (2020). Kolostrum: Farmakolojik, Nutrasötikal ve Fonksiyonel Özellikleri. Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Tekirdağ, Türkiye.
- Kelly, G.S. (2003). Bovine Colostrums: A Review of Clinical Uses. *Alternative Medicine Review*, 8, 378-395.
- Kha, C., Nguyen, M. H. and Roach, P. D. (2010). Effects of Spray Drying Conditions on The Physicochemical and Antioxidant Properties of The Gac (*Momordica Cochinchinensis*) Fruit Aril Powder Tuyen. *Journal of Food Engineering* 98, 385–392.
- Kim, B.K., Jang, H.W, Choi, G.H. and Moon, Y. (2019). Application of Dairy Food Processing Technology Supplemented with Enriched-Nutrients for The Elderly: II. The Applicable Technology of Carefoods for The Elderly. *Journal of Milk Science and Biotechnology*, 37(4): 213-222. doi: <https://doi.org/10.22424/jmsb.2019.37.4.213>.
- Kim, E. H. J., Chen, X., D. and Pearce, D. (2009). Surface Composition of Industrial Spray-Dried Milk Powders. 1. Development of Surface Composition During Manufacture. *Journal of Food Engineering* 94, 163–168.
- Kim, E. H. J., Paredes, D., Motoi, L., Eckert, M., Wadamori, Y., Tartaglia, J., Green, C., Hedderley, D. I. and Morgenstern, M. P. (2019). Dynamic Flavor Perception of Encapsulated Flavors in A Soft Chewable Matrix. *Food Research International* 123, 241-250. doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.04.038>.
- Kim, S.-H., Chang, Y. H. and Kwak, H.-S. (2010). Physicochemical Properties of Reconstituted Milk Made from Freeze-Dried Milk Powder or Spray-Dried Milk Powder. *Korean J. Food Sci. Ani. Resour.* Vol. 30, No. 1, pp. 28-35.
- Kolář, J., Kovačik, P., Choděrová, T., Grof, Z. and Štěpánek, F. (2021). Optimization of Wurster Fluid Bed Coating: Mathematical Model Validated Against Pharmaceutical Production Data. *Powder Technology* 386, 505–518.

- Lin, T., Meletharayil, G., Kapoor R. and Abbaspourrad, A. (2022). Bioactives in Bovine Milk: Chemistry, Technology, and Applications. *Nutrition Reviews*, Vol. 79(S2):48–69.
- Makovskaya, Y., Gordienko, M. and Menshutina, N. (2010). Influence of Starch Type and Method of Binder Input on Granulation Quality. 17th International Drying Symposium, Magdeburg, Germany, 3-6.
- Mazumder, A. R. and Ranganathan, T. V. (2020). Encapsulation of isoflavone with milk, maltodextrin and gum acacia improves its stability. *Current Research in Food Science* 2, 77-83.
- Mcgrath, B. A., Fox, P. F., Mcsweeney, P. L. H. and Kelly, A. L. (2016). Composition and Properties of Bovine Colostrum: A Review. *Dairy Sci. & Technol.* (2016) 96:133–158. doi: <https://doi.org/10.1007/s13594-015-0258-x>.
- Mcintyre, R. T., Parrish, D. and Fountaine, F. C. (1952). Properties of the Colostrum of the Dairy Cow. VII. pH, Buffer Capacity and Osmotic Pressure. *Chemistry Journal of Dairy Science*, Volume 35, Issue 4, Pages 356-362. doi: [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(52\)93714-4](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(52)93714-4).
- Mehra, R., Garhwal, R., Sangwan, K., Guiné, R. P. F., Lemos, E. T., Buttar, H. S., Visen, P. K. S., Kumar, N., Bhardwaj, A. and Kumar, H. (2022). Insights into the Research Trends on Bovine Colostrum: Beneficial Health Perspectives with Special Reference to Manufacturing of Functional Foods and Feed Supplements. *Nutrients* 14, 659. doi: <https://doi.org/10.3390/nu14030659>.
- Mohanty, R. and Rkhan, A. (2020). Challenges During Scale-Up in Wurster Coating. *International Journal of Creative Research Thoughts*, Volume 8, Issue 8, ISSN: 2320-2882.
- Nijdam, J. J. and Langrish, T.A.G. (2005). An Investigation of Milk Powders Produced by a Laboratory-Scale Spray Dryer. *Drying Technology*, 23: 1043–1056, 2005. doi: <https://doi.org/10.1081/DRT-200060208>.
- Palamanit, A., Soponronnarit, S., Prachayawarakorn, S. and Tungtrakul, P. (2013). Effects of Inlet Air Temperature and Spray Rate of Coating Solution on Quality Attributes of Turmeric Extract Coated Rice Using Top-Spray Fluidized Bed Coating Technique. *Journal of Food Engineering* 114, 132–138.
- Parikh, A., Agarwal, S. and Raut, K. (2014). A Review on Applications of Maltodextrin in Pharmaceutical Industry. *International Journal of Pharmacy and Biological Sciences*, Volume 4, Issue 4, 67-74.
- Pawar, D. S., Surwase, R. K., Bhamare, S. and Pagar, S. P. (2020). Fluidized Bed Granulation: A Promising Technique. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research* 64(2), Article No. 22, Pages: 133-140. doi: <http://dx.doi.org/10.47583/ijpsrr.2020.v64i02.022>.
- Pellicer, J. A., Fortea, M. I., Trabal, J., Rodríguez-López M. I., Carazo-Díaz, C., Gabaldón, J. A. and Núñez-Delicado, E. (2018). Optimization of The Microencapsulation of Synthetic Strawberry Flavour with Different Blends of Encapsulating Agents Using Spray Drying. *Powder Technology* 338, 591–598.
- Playford, R.J. and Weiser, M.J. (2021). Bovine Colostrum: Its Constituents and Uses, *Nutrients* 13, 265. doi: <https://doi.org/10.3390/nu13010265>.

- Premjit, Y., Pandhi, S., Kumar, A., Rai, D. C., Duary, R. K. and Mahato, D. K. (2022). Current Trends in Flavor Encapsulation: A Comprehensive Review of Emerging Encapsulation Techniques, Flavour Release, and Mathematical Modelling. *Food Research International* 151, 110879.
- Puppel, K., Gołębiewski, M., Grodkowski, G., Slószarz, J., Kunowska-Slósarz, M., Solarczyk, P., Łukasiewicz, M., Balcerak, M. and Przysucha, T. (2019). Composition and Factors Affecting Quality of Bovine Colostrum: A Review. *Animals*, 9, 1070.
- Pugliese, A., Cabassi, G., Chiavaro, E., Paciulli, M., Carini, E. and Mucchetti, G. (2017). Physical Characterization of Whole and Skim Dried Milk Powders. *J Food Sci Technol* 54(11):3433–3442.
- Rashidinejad, A., Bahrami, A., Rehman, A., Rezaei, A., Babazadeh, A., Singh, H. and Jafari, S. M. (2022). Co-Encapsulation of Probiotics with Prebiotics and Their Application in Functional/ Synbiotic Dairy Products. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 62:9, 2470-2494.
- Razola-Díaz, M. C., Guerra-Hernandez, E. J., García-Villanova, B. and Verardo, V. (2021). Recent Developments in Extraction and Encapsulation Techniques of Orange Essential Oil. *Food Chemistry* 354, 129575.
- Reis, D. R., Ambrosi, A. and Luccio, M. D. (2022). Encapsulated Essential Oils: A Perspective in Food Preservation. *Future Foods* 5, 100126. doi: <https://doi.org/10.1016/j.fufo.2022.100126>.
- Reque, P.M. and Brandelli, A. (2021). Encapsulation of Probiotics and Nutraceuticals: Applications in Functional Food Industry. *Trends in Food Science & Technology*, Vol. 114, 1-10.
- Ribeiro, A. M., Estevinho, B. N. and Rocha, F. (2021). The Progress and Application of Vitamin E Encapsulation - A review. *Food Hydrocolloids* 121, 106998.
- Righetto A. M. and Netto, F. M. (2005). Effect of Encapsulating Materials on Water Sorption, Glass Transition and Stability of Juice From Immature Acerola. *International Journal of Food Properties*, 8: 337–346.
- Salar, S., Jafarian, S., Mortazavi, A. and Nasiraie, L.R. (2021). Effect of Hurdle Technology of Gentle Pasteurisation and Drying Process on Bioactive Proteins, Antioxidant Activity and Microbial Quality of Cow and Buffalo Colostrum. *International Dairy Journal*, Vol. 121, 105138. doi: <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2021.105138>.
- Sahana, N. Ramasamy, D., Pugazhenth, T. R. and Manikkavasagan, I. (2018). Studies on Physical and Microbial Parameters of Bovine Colostrum Powder. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences* ISSN: 2319-7706 Volume 7, Number 08.
- Samborska, K., Poozesh, S., Baranska, A., Sobulska, M., Jedlinska, A., Arpagaus, C., Malekjani, N. and Jafari, S.M. (2022). Innovations in Spray Drying Process for Food and Pharma Industries. *Journal of Food Engineering* 321, 110960.
- Senapati, A. K., Varshney, A. K., Sharma, V.K. and Patel, S. (2021). Fluidized Bed Drying of Food: A Review. *e-planet* 19 (1): 25-30.

- Shah, K., Salunke, P. and Metzger, L. (2022). Effect of Storage of Skim Milk Powder, Nonfat Dry Milk and Milk Protein Concentrate on Functional Properties. *Dairy* 3, 565–576. doi: <https://doi.org/10.3390/dairy3030040>
- Sharma, D.K., Mondal, D., Raguvanan, R., Das, A.K. and Yadav, N. (2020). Effects of Freeze Drying on Antioxidants and Immunoglobulins Level of Zebu Bovine Colostrum. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, Volume 9, Number 8.
- Singh, R. R. B. and Sharma, P. (2011). Physical Characterization of Dairy Foods with Reference to Viscosity, Colour and Water Activity. *Chemical Analysis of Value Added Dairy Products and Their Quality Assurance*, Sharma, R. and Mann, B., India.
- Sobczuk-Szul, M., Wielgosz-Groth, Z., Wroński, M. and Rzemieniewski, A. (2013). Changes in The Bioactive Protein Concentrations in The Bovine Colostrum of Jersey and Polish Holstein–Friesian Cows. *Turkish Journal of Veterinary and Animal Sciences*, 37: 43-49. doi: <http://dx.doi.org/10.3906/vet-1107-42>.
- Sotudeh, S.H., Khorasgani, M.R., Etemadifar, Z. and Zarkesh-Esfahani, S.H. (2018). Effects of Spray-Drying, Freeze-Drying and Pasteurization on Microbiological Quality and IgG Level of Bovine Colostrum. *Journal of Food, Quality and Hazards Control* 5, 54-60.
- Srivastava, S. and Mishra, G. (2010). Fluid Bed Technology: Overview and Parameters for Process Selection. *IJPSDR*, Vol 2, Issue 4 (236-246).
- Szulc, K. and Lenart, A. (2016). Effect of Composition on Physical Properties of Food Powders. *International Agrophysics* 30, 237-243.
- Tavares, G. M., Croguenneca, T., Carvalhoc, A. F. and Bouhallab S. (2014). Milk Proteins As Encapsulation Devices and Delivery Vehicles: Applications and Trends. *Trends in Food Science & Technology* 37, 5-20.
- Teunou, E. and Poncelet, D. (2002). Batch and Continuous Fluid Bed Coating- Review and State of The Art. *Journal of Food Engineering* 53 (2002) 325–340.
- Thoréton, V., Darell, O., Spjelkavik, A. I., Sunding, M. F., Mokkelbost, T., Pishahang, M., Wiik, K. and Larring, Y. (2017). Manufacturing of Perovskite Oxygen Carriers by Spray Granulation for Chemical Looping Combustion. *Energy Technology*, 5, 1 – 10.
- Tripathi, V. and Vashishtha, B. (2006). Bioactive Compounds of Colostrum and Its Application. *Food Reviews International*, 22:225 -244.
- Trojanowska, A., Giamberini, M., Tsibranska, I., Nowak, M., Marciniak, Ł., Jatrzab and R., Tylko, B. (2017). Microencapsulation in Food Chemistry. *Journal of Membrane Science and Research* 3, 265-271.
- Umar, M., Ruktanonchai U. and Anal, A. K. (2022). Compositional and Functional Analysis of Freeze-Dried Bovine Skim Colostrum Powders. Available at SSRN: <https://ssrn.com/abstract=4226729>. doi: <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4226729>.
- Verweij, J. J., Koets, A.P. and Eisenberg S. W. F. (2014). Effect of Continuous Milking on Immunoglobulin Concentrations in Bovine Colostrum. *Veterinary Immunology and Immunopathology* 160, 225–229.

- Wang, H., Tong, X., Yuan, Y., Peng, X., Zhang, Q., Zhang, S., Xie, C., Zhang, X., Yan, S., Xu, J., Jiang, L. and Qi, B. (2020). Effect of Spray-Drying and Freeze-Drying on the Properties of Soybean Hydrolysates. *Journal of Chemistry*, Volume 2020, Article ID 9201457, 8 pages. doi: <https://doi.org/10.1155/2020/9201457>
- Ward, B.J., Nguyen, M.T., Sam, S.B., Korir, N., Niwagaba, C.B., Morgenroth, E. and Strande, L. (2023). Particle Size as a Driver of Dewatering Performance and its Relationship to Stabilization in Fecal Sludge. *Journal of Environmental Management*, Volume 326, Part B, 116801. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.116801>.
- Wei, X., Lau, S. K., Chaves B. D., Danao, M.-G. C., Agarwal, S. and Subbiah, J. (2020). Effect of Water Activity on The Thermal Inactivation Kinetics of Salmonella in Milk Powders. *J. Dairy Sci.* 103:6904–6917. doi: <https://doi.org/10.3168/jds.2020-18298>.
- Yu, H., Zheng Y. and Li, Y. (2015). Shelf Life and Storage Stability of Spray-Dried Bovine Colostrum Powders Under Different Storage Conditions. *Journal of Food Science and Technology*, Vol. 52, 944–951.
- Yu, H., Li, Y., Ardil, A. and Long, W. (2011). Effects of Low Temperature Spray Drying Conditions on Physical Properties of Bovine Colostrum Powders. *ASABE Annual International Meeting Sponsored by ASABE*, Kentucky. doi: <https://doi.org/10.13031/2013.37355>.
- Zhang, D., Ivane, N. M. A., Haruna, S. A., Zekrumah, M., Elys'e, F. K. R., Tahir, H. E., Wang, G. and Zou, X. (2022). Recent Trends in The Micro-Encapsulation of Plant-Derived Compounds and Their Specific Application in Meat as Antioxidants and Antimicrobials. *Meat Science* 191, 108842.

ÖZ GEÇMİŞ

Gül EFE, Ankara Süleyman Demirel Anadolu Lisesi’ni bitirdikten sonra Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği bölümünden 24.06.2019 tarihinde mezun oldu. 2020 yılında Hacettepe Üniversitesi Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans programına başladı. 2022 yılında yatay geçiş ile Ondokuz Mayıs Üniversitesi Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı’nda Yüksek Lisans eğitimine devam etti.

İletişim Bilgileri

ORCID ID : 0000-0002-8192-3215

Yayınlar:

1. Efe, G., Yazıcı, F. (2022). Sığır Kolostrumu ve Kolostrum Tozu Üretimi. Türkiye 14. Gıda Kongresi, 19-21 Ekim, Tam Metin Bildiriler ve Bildiri Özetleri Kitabı, Türkiye.

Projeler:

1. 06.06.2022 tarihinde kabul edilen PYO.MUH.1904.22.018 kodlu “İstant ve Enkapsüle Ağız Sütü (Kolostrum) Tozu Üretimi ve Karakterizasyonu” konulu BAP projesinde araştırmacı.