

## Liyofilizasyonun Karadut (*Morus nigra*) Kurutmadaki Potansiyelinin Belirlenmesi

Hatice Doboğlu<sup>1</sup>, İnci Çınar<sup>2</sup><sup>1</sup>Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyomühendislik ve Bilimleri Anabilim Dalı, Kahramanmaraş<sup>2</sup>Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş

Geliş Tarihi (Received): 01.06.2012, Kabul Tarihi (Accepted): 20.07.2012

✉ Yazışmalardan Sorumlu Yazar (Corresponding author): [icinar@ksu.edu.tr](mailto:icinar@ksu.edu.tr) (İ. Çınar)

☎ 0 344 219 15 78 📠 0 344 219 15 26

### ÖZET

Liyofilizasyonun kurutmadaki potansiyeli konveksiyonel ve vakumlu kurutma teknikleriyle kıyaslanarak araştırıldı. Nem içerikleri,  $a_w$ , toplam antosiyanin içeriği CIE  $L^*$ ,  $a^*$  değerleri ve yığın yoğunluğu taze örneklerde sırasıyla %83.69, 0.92, 342 mg/L, 8.8, 9.66, 0.95 g/mL iken 24 saatlik kurutma sonunda liyofilize örneklerde %5.97, 0.29, 230 mg/L, 5.65, 6.51, 0.092 g/mL, vakumlu kurutulan örneklerde %8.78, 0.39, 74 mg/L, 3.87, 2.5, 0.368 g/mL, konveksiyonel kurutulan örneklerde %9.79, 0.44, 67 mg/L, 3.98, 2.0, 1.109 g/mL olarak saptandı. Sistemler arasında farklılık bakımından yapılan tek yönlü varyans analizine göre nem miktarları ve  $L^*$  değerleri arasındaki fark önemli ( $p < 0.05$ ), antosiyanin miktarı ve  $a^*$  değerleri farkları konveksiyonel ve vakumlu kurutmada önemsiz ( $p > 0.05$ ), liyofilizasyonda önemli ( $p < 0.05$ ) bulundu. Rehidrasyon kapasiteleri liyofilize, vakumlu ve konveksiyonel kurutulan örneklerde sırasıyla 0.15, 0.12 ve 0.04 olup bu farklılık istatistiksel olarak önemli bulundu ( $p < 0.05$ ). Kurutma sırasında nem içeriğinin zamana göre değişimi lineer ve polinomal ampirik modellerle başarıyla ifade edildi ( $R^2 > 0.95$ ).

**Anahtar Kelimeler:** Karadut (*Morus nigra*), Liyofilizasyon, Konveksiyonel kurutma, Vakumlu kurutma

### Potential of Lyophilization for Black Mulberry (*Morus nigra*) Drying

#### ABSTRACT

Potential of lyophilization for black mulberry drying in comparison to convectional and vacuum drying was investigated. Water content,  $a_w$ , total anthocyanins,  $L^*$  and  $a^*$  values and bulk density of fresh berry were 1.109 g/mL whereas %5.97, 0.29, 230 mg/L, 5.65, 6.51, 0.092 g/mL in lyophilized, %8.78, 0.39, 74 mg/L, 3.87, 2.5, 0.368 g/mL vacuum dried and %9.79, 0.44, 67 mg/L, 3.98, 2.0, 1.109 g/mL convectional dried samples after 24h drying period respectively. One way ANOVA indicated that the difference in water content and  $L^*$  values were significant ( $p < 0.05$ ) while differences anthocyanin content and  $a^*$  values was not significant between convectional and vacuum drying ( $p > 0.05$ ) but significant in lyophilization ( $p < 0.05$ ). Rehydration capacities of lyophilized, vacuum and convectional dried samples 0.15, 0.12 and 0.04 and differences were significant ( $p < 0.05$ ). Linear and polinomial models of change in water content depending to drying time were acceptable ( $R^2 > 0.95$ ).

**Key Words:** Black mulberry (*Morus nigra*), Lyophilization, Convectional drying, Vacuum drying

## GİRİŞ

Kimyasal, mikrobiyolojik ve enzimatik olarak bozulan gıdaların uzun süreli muhafazası pek çok araştırmaya konu olmuştur. Gıda muhafaza teknikleri, proses koşulları ve yeni teknolojilere bağlı olarak sürekli değişim göstermektedir. Gıdaların muhafazasında kullanılan başlıca yöntemlerin temelini düşük veya yüksek sıcaklık ve/veya basınç uygulamaları oluşturmaktadır [1]. Meyve ve sebzelerin kurutulmuş muhafazası birçok avantajına rağmen, işlemin gerçekleşmesini sağlayan ısı ve kütle transferi mekanizmaları iyi anlaşılmasa üründe istenmeyen bazı fiziksel ve kimyasal değişimlere sebep olarak son ürün kalitesini düşürebilmektedir.

Konveksiyonel kurutma geleneksel bir teknik olarak yaygın kullanılmakla beraber ürün üzerine sıcak hava akımı uygulandığından özellikle renk ve besinsel içerikte kayıplara sebep olabilmektedir. Bu olumsuzluklar daha düşük sıcaklıklarda ve vakum altında kurutma ile kontrol altına alınabilmektedir. Vakumlu kurutma bu açıdan alternatif bir kurutma metodu olup maliyet sebebiyle özellikle ısıya duyarlı meyvelerin kurutulmasında önemli bir yöntemdir. Yapılan çalışmalar bu metodun kuruma süresini kısalttığını göstermiştir [2]. Ayrıca suyun uzaklaştırılması esnasında ortamda hava bulunmadığı için oksidasyon reaksiyonlarını azaltmaktadır. Liyofilizasyon (dondurarak kurutma) tekniğinde ise dondurulmuş ürünün süblimasyonla kurutulması hedeflenmekte ve kurutma çok düşük sıcaklık ve basınçlarda gerçekleşmektedir. Liyofilizasyon diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında ürünün fiziksel ve kimyasal özellikleri ile besinsel içeriğini daha iyi koruması, yüksek rehidrasyon yeteneği ve orijinal şekline daha yakın ürünler oluşturması açısından avantajlıdır [3].

Anavatanı Türkistan olan karadut (*Morus nigra*) ülkemizde çok bilinen ve hemen her yerde yetişen bir meyvedir. Halk arasında "urmu dutu" olarak adlandırılan karadut hem sofralık olarak tüketilmekte hem de sanayide reçel, meyve suyu, konsantre ve özellikle dondurmaya işlenmekte ayrıca ilaç yapımında kullanılmaktadır. Karadutlu dondurma hem renk hem de aroma yönünden tercih edilen ürünler arasında yer almaktadır. Karadut suyu ise özellikle güney illerimizde geleneksel olarak tüketilen içecekler arasında yer almaktadır. *Morus* cinsine ait türler flavonoidler açısından zengin olup antioksidan kapasiteleri yüksektir. Karaduttaki güçlü antioksidanlar serbest radikalleri etkisiz hale getirerek bağışıklık sistemini güçlendirirken flavonoidler kalbi korur ve yaşlanmayı geciktirici etkiye sahiptir. Bu fitokimyasallar sebebiyle karadut, gıda endüstrisinde işleme açısından çok büyük önem kazanmıştır.

Literatürde karadut üzerine yapılan önceki çalışmalar daha çok kimyasal bileşim [4, 5, 6, 7, 8, 9,10], antioksidan ve antikandidal kapasitesi [11, 12, 13], antikanserijen etkisi [14], anti enflamatuvar etkisi [15] ve antiviral etkisi [16, 17] üzerinde yoğunlaşmıştır. Meyve hasat dönemi çok sınırlı olduğu için karadutun katma değerli ve uzun raf ömürlü ürünlere işlenmesiyle ilgili

çalışmaların yapılması önem taşımaktadır. Karadutun kurutulması üzerine çalışmalar oldukça sınırlıdır. Ergüneş ve ark. [18] yaptıkları bir çalışmada beyaz dutun Tokat şartlarında kurutulmasında 3 farklı tipte (sera tipi güneşli kurutucu, sera içi havasının kullanıldığı fanlı kurutucu, kontrol amacıyla dış ortamda güneşe serilerek geleneksel kurutma) kurutma tekniği kullanılmıştır. Kurutulan meyve örnekleri bazı kalite kriterleri dikkate alınarak değerlendirilmiştir. Özellikle güneşe maruz kalan örneklerde %70'lere varan esmerleşmeler görülürken, en iyi sonucu sera içi havasının kullanıldığı ortamda yapılan uygulama vermiştir. Kwok ve ark. [19] saskatoon berry meyvesini dondurarak kurutma (DK), vakumlu mikrodalga kurutma (VMK), hava ile kurutma (AK) ve AK ve VMK'nin kombinasyonu ile kurutmuşlardır. Kurutma yöntemleri karşılaştırıldığında, dondurarak kurutma dışındaki yöntemlerde toplam fenolik madde, antosiyanin içeriği ve antioksidan aktivitesi azalmıştır. Ratti ve ark. [20] tarafından yapılan çalışmada dondurarak kurutma ve sıcak hava ile kurutma yöntemi uygulanan çileklerde son üründe hacim azalması karşılaştırmış, dondurarak kurutma sırasında büzüşmenin asgari düzeyde (%5-15) gerçekleştiği, hava ile kurutma sırasında ise büzüşmenin yüksek düzeyde (%80 civarında) olduğu görülmüştür.

Bu çalışmada antosiyanin açısından zengin karadut meyvesi fiziksel ve kimyasal kalite kriterleri dikkate alınarak uzun süre muhafaza edilebilmesi amacıyla liyofilizasyon yöntemiyle kurutulmuştur. İşlem sonucunda elde edilen veriler konveksiyonel ve vakumlu kurutma yöntemleri ile elde edilen verilerle kıyaslanmıştır. Kurutma yöntemlerinin başarılarının kıyaslanmasında kurutulan örneklerde nem içeriği, su aktivitesi, toplam antosiyanin miktarı, renk, rehidrasyon kapasitesi ve yığın yoğunluğu değerleri kullanılmıştır.

## MATERYAL ve METOT

### Materyal

Denemelerde hammadde olarak kullanılan karadutlar hasat mevsiminde Kahramanmaraş yöresinde aynı ağaçtan toplanarak temin edildi. Karadutların çürük ve bozuk olanları ayıklanarak boyutları birbirine yakın olanlar gruplara ayrıldı. Liyofilizasyon işlemi uygulanacak olan örnekler -40°C'de derin dondurucuda, konveksiyonel ve vakumlu kurutulacak örnekler ise +4°C'de işlem zamanına kadar buzdolabında muhafaza edildi.

### Kurutma Denemeleri

Karadut örnekleri liyofilizasyon, konveksiyonel ve vakumlu kurutma teknikleriyle kurutuldu. Liyofilizasyon için Christ Alpha marka LD 2-4 model liyofilizatör kullanıldı. Kurutma işleminde kondenser sıcaklığı -55°C'ye ve basınç 0,02atm'e ayarlandı. Konveksiyonel kurutma denemeleri için 70°C'deki Med Center marka Ecocell model etüv kullanılırken, vakumlu kurutma Med Center marka Vacucell model vakumlu etüvde 70°C ve 0.2 atm'de gerçekleştirildi. Kurutma süresince örneklerin ağırlık değişimleri birer saat aralıklarla ölçülerek

kaydedildi ve ölçümler arasındaki fark %1'den daha az olana kadar kurutma işlemine devam edildi.

### Nem İçeriğinin Belirlenmesi

Çalışmada 3 farklı kurutma yöntemiyle 5 paralelli kurutulan örneklerin kurutma süresinde zamana bağlı değişen %nem içerikleri TSE 485'e göre belirlendi.

### Su Aktivitesinin Belirlenmesi

Farklı kurutma tekniklerinin kurutma başarısı açısından kıyaslanması için nem içeriği yanında su aktivitesi değerleri de büyük önem taşımaktadır. Bu açıdan taze ve kurutulmuş örneklerin su aktiviteleri AQUA LAB marka su aktivitesi ölçer ile belirlendi. Cihazın LCD ekranından 22°C'deki su aktivitesi değerleri doğrudan kaydedildi. Her kurutma yöntemi için örnekler 5 paralelli olarak çalışılarak ortalamaları oluşturuldu.

### Toplam Antosiyenin İçeriğinin Belirlenmesi

Örneklerin toplam antosiyenin miktarları Shimadzu marka UV1800 model spektrofotometre ile belirlendi. Metodun ilkesi, ortam pH 1.0 (renkli oksonyum formu) ve pH 4.5'ta (renksiz hemiketal formu) olduğunda ölçülen absorpsiyon değerleri farkının, doğrudan antosiyenin konsantrasyonu ile oranına dayanmaktadır [21]. Üründeki toplam toplam antosiyenin Eşitlik (1) ve (2)'ye göre hesaplandı:

$$(A) \times (MW) \times (Sf) \times 1000 \quad (1)$$

$$A = (A_{\text{vis-max}} - A_{700})_{\text{pH1.0}} - (A_{\text{vis-max}} - A_{700})_{\text{pH4.5}} \quad (2)$$

Eşitlikte A: 450nm'de ölçülen absorpsiyon, MW: Baz alınacak antosiyenin molekül ağırlığını (siyanidin-3-glukozid için 449.2), Sf: Seyreltme faktörünü, β: Molar absorptiviteyi (siyanidin-3-glukozid için 26 900), α: Spektrofotometrik kuvvet ışık yolu kalınlığını (1) ifade etmektedir.

### Renk Ölçümü

Farklı kurutma proseslerinin örneklerin renk değerleri üzerindeki etkileri belirlendi. Çalışmada farklı yöntemlerle kurutulan örneklerden belirli zaman aralıklarında alınan numunelerin renk ölçümleri Hunter Lab marka Color Flex model renk ölçerde L\*(aydınlık/karanlık), a\*(kırmızı/yeşil) ve b\* (sarı/mavi) değerleri olarak kaydedildi [22].

### Yığın Yoğunluğunun Belirlenmesi

Yığın yoğunluğu kütle hacme oranı olup farklı kurutma prosesleri sırasında hacimde meydana gelen değişimleri ve buna bağlı olarak üründeki büzüşme düzeyini ifade etmektedir. Başarılı bir kurutmada büzüşmelerin kabul edilebilir seviyelerde olması beklenir. 5 paralelli çalışılan taze ve kurutulmuş örneklerin kütlesi analitik terazilerle hacimleri ise belli ağırlıktaki örneklerin, içi su dolu silindir içine batırılarak taşınan su miktarının ölçülmesiyle belirlendi. Bu verilerle yığın yoğunluğu (gr/mL) Eşitlik (3)'e göre hesaplandı [1]:

$$d = m / v \quad (3)$$

Eşitlikte d: Yoğunluğu (gr/mL), m: Örneklerin kütlesini (gr), v: Örnek hacmi (mL)'ni ifade etmektedir.

### Rehidrasyon Kapasitesinin Belirlenmesi

İyi nitelikte kurutulmuş bir ürünün tekrar su alabilme yeteneği olan rehidrasyon kapasitesinin yüksek olması beklenmektedir. Bu amaçla çalışmalar 5 paralelli olarak ve her bir ölçüm için bir adet karadut örneği tartılarak 50 mL sıvı içeren beherlere yerleştirilmek suretiyle toplam 5 dakika rehidre edildi. 1'er dakika aralıklarla alınan süzülerek ağırlıkları kaydedildi [21]. Elde edilen verilerle rehidrasyon kapasitesi Eşitlik (4)'e göre hesaplandı:

$$RK = M3 / M_{1-M2} \quad (4)$$

Eşitlikte RK: Rehidrasyon kapasitesini, M<sub>1</sub>: Taze örneklerin nem içeriğini, gr, M<sub>2</sub>: Kurutulmuş örneklerin nem içeriğini, gr, M<sub>3</sub>: Rehidrasyonda kazanılan su miktarını, gr ifade etmektedir.

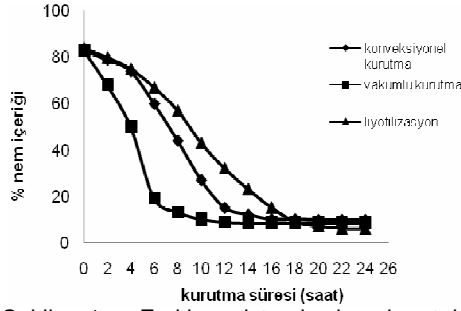
### Deneysel Dizayn ve İstatistiksel Analiz

Liyofilizasyonun konveksiyonel ve vakumlu kurutma ile kıyaslanmasında SPSS Production Facility programı kullanılarak %95 güven aralığında varyans analizi ve Duncan çoklu karşılaştırma testi uygulanarak değerlendirildi.

### BULGULAR ve TARTIŞMA

Liyofilizasyon tekniğinin karadut kurutmadaki potansiyelini konveksiyonel ve vakumlu kurutma ile kıyaslamalı olarak değerlendirilmesinde en önemli kriterlerden biri nem içeriğidir. Taze örneklerin nem içeriği yapılan denemelerde ortalama %83 olarak hesaplanmıştır. Farklı tekniklerle kurutulan örneklerin zamana bağlı %nem içerikleri 24 saatlik toplam kuruma süresi boyunca belirlenerek Şekil 1'de verilmiştir. Görüldüğü üzere, konveksiyonel ve liyofilizasyon kuruma eğrileri arasında çok belirgin bir fark olmazken, vakumlu kurutulan örnekler daha hızlı bir şekilde nem kaybederek kurumuştur. Nem içeriğinin kritik nem değeri olan %20'ye inmesi için gereken kurutma süresi liyofilizasyonda 16 saat iken konveksiyonel ve vakumlu kurutmada sırasıyla 12 ve 7 saat olarak belirlenmiştir. Literatürde belirtildiği üzere liyofilizasyon tekniğinde örneğin nem kaybı, kurutmanın ilk aşamasında daha yavaş gerçekleşmekte ve bu durum buharlaşan nemden geriye kalan kapiler çapının küçük olmasından kaynaklanmaktadır [23, 24].

Özellikle taze karadutun bireysel hızlı dondurulmasıyla (IQF, -40°C) çok sayıda ve küçük buz kristalleri oluşturulmuş ve buharlaşma sonrası kalan küçük boyutlu gözenekler ısı transferine, dolayısıyla kurumaya direnç göstermiş ve kuruma bu nedenle liyofilizasyonda daha uzun sürmüştür.



Şekil 1. Farklı sistemlerde kurutulan örneklerin zamana bağlı %nem içerikleri.

Yine toplam kuruma süresi ve %nem içerikleri değerlendirildiğinde kurumanın konveksiyonel kurutma ve liyofilizasyon için 24 saat süreyle devam ettiği konveksiyonel kurutmanın yaklaşık 20 saatte sonlandığı

Tablo 1. Farklı sistemlerde kurutulan örneklerin %nem içeriğinin zamana bağlı ampirik modelleri.

Kurutma yöntemleri	Lineer model		Polinomal model	
	% nem içeriği	R <sup>2</sup>	% nem içeriği	R <sup>2</sup>
Liyofilizasyon	-3.8162t + 84.548	0.9533	0.085t <sup>2</sup> -5.8563t+92.029	0.9741
Konveksiyonel kurutma	-3.5069t + 76.167	0.8431	0.1667t <sup>2</sup> -8.2286t+93.48	0.9598
Vakumlu kurutma	-2.6225t + 54.709	0.6165	0.2827t <sup>2</sup> -9.3838t+79.5	0.9295

t=kurutma süresi (saat)

Tablo 1'de görüldüğü üzere lineer modellerde en iyi uyum liyofilizasyonda (R<sup>2</sup>=0.9533) iken bunu sırasıyla konveksiyonel (R<sup>2</sup>=0.8431) ve vakumlu kurutma (R<sup>2</sup>=0.6165) izlemiştir. Liyofilizasyonda nem içeriğinde zamanda bağlı azalmanın doğrusal olarak kabul edilebileceği ancak konveksiyonel ve vakumlu kurutmada daha uyumlu modellerin oluşturulabileceği görülmektedir. Bu amaçla polinomal model eşitlikleri oluşturulmuştur. Buna göre en iyi uyum liyofilizasyonda (R<sup>2</sup>=0.9741) olup bunu konveksiyonel (R<sup>2</sup>=0.9598) ve vakumlu kurutma (R<sup>2</sup>=0.9295) izlemiştir. Ampirik modellerden anlaşılacağı üzere liyofilizasyonun lineer modelle başarıyla ifade edebilmesinin muhtemelen düzenli ve daha yavaş kurumaya bağlı olduğu söylenebilir. Konveksiyonel ve vakumlu kurutmada ise hızlı gerçekleşen kuruma dönemi daha belirgin olduğundan polinomal modeller kuruma davranışını daha iyi ifade etmektedir.

Örneklerin kurutma süresince %nem içeriklerinin zamana göre değişimi istatistiksel olarak ta kıyaslanmıştır. Duncan çoklu karşılaştırma testine göre sırasıyla vakumlu kurutmada 10. saatten, konveksiyonel kurutmada 17. saatten ve liyofilizasyonda 23. saatten sonra örneklerin nem içeriklerindeki farklar istatistiksel olarak önemli bulunmamıştır. Yine kurutma yöntemlerinin kıyaslanmasında birim zamanda (1 saat) %nem içeriğindeki değişimler istatistiksel olarak önemli bulunmuştur (p<0.05). Toplamda 24 saat kurutma süresi sonunda konveksiyonel kurutulan örneklerin nem içeriklerinin liyofilizasyon ve vakumlu kurutma sistemiyle elde edilen örneklerle göre yüksek olduğu görülmüştür. Ölçülen nem miktarları taze örneklerde %83.69 iken 24saatlik kurutma süresi sonunda liyofilize örneklerde ortalama %5.97, vakumlu kurutulan örneklerde %8.78, konveksiyonel kurutulan örneklerde ise %9.79 olarak saptanmıştır. Kurutma sistemleri arasında farklılık

görülmektedir. Vakumlu kurutmada ise kurutmanın büyük oranda ilk 6 saatte gerçekleştiği ve toplam 12 saat sonunda sonuna örneklerin %nem içeriğinde değişimin çok sınırlı olduğu görülmektedir. Ganjyal ve ark. [25] çalışmalarında ilk nem içeriği %72-78 olan tropikal meyvelerden sapota'nın kuruma sonunda nem içeriğinin vakumlu kurutulan örneklerde konveksiyonel kurutulan örneklere göre daha düşük olduğunu saptamışlardır. Ayrıca kurutma boyunca geçen süre, konveksiyonel kurutmada, vakumlu kurutmaya göre 3 ile 5 saat daha uzun sürede gerçekleştiğini belirlemişlerdir. Bu sonuçlar çalışmamızla uyum içindedir.

Liyofilizasyon, konveksiyonel ve vakumlu kurutmada örneklerdeki nem içeriğinin zamana göre değişimi lineer ve polinomal olmak üzere 2 ampirik modelle ifade edilmiş ve model eşitlikleri Tablo 1'de verilmiştir.

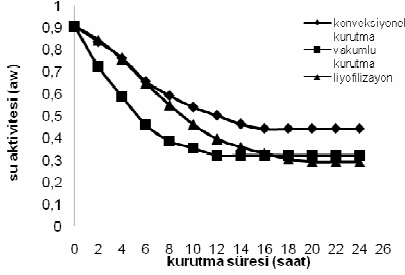
bakımından yapılan tek yönlü varyans analizi sonuçlarına göre nem miktarları arasındaki fark önemli bulunmuştur (p <0.05).

Litvin ve ark. [26] çalışmalarında havuç dilimlerini sadece liyofilizasyonda 9.5 saatte kuruturken; konveksiyonel, vakumlu ve liyofilizasyon tekniklerinin birleştirilmesiyle toplam 7.25 – 7.50 saatte kuruduklarını saptamışlardır. Yurdakul [27] liyofilizasyon sisteminde konveksiyonel kurutma sisteminde göre daha düşük nem seviyelerine inildiğini çalışmalarında saptamıştır. Bu sonuçlar çalışmamız ile uyum içindedir. Bulgulara göre düşük basıncın ve yüksek sıcaklığın kurumayı hızlandırdığı ve ayrıca düşük basıncın ürün nemini düşürmede etkili olduğu sonucu çıkarılabilmektedir. Vakumlu kurutmada nemin gıdadan uzaklaşma süresi hızlı olsa da son ürünlerde nem oranları kıyaslandığında bir kalite kriteri olarak en düşük nem seviyesi liyofilizasyon sistemiyle kurutulmuş örneklerde görülmüştür.

Liyofilizasyon, konveksiyonel ve vakumlu kurutulan karadut örneklerinin su aktivitelerinde zamana bağlı değişimler 24 saatlik kuruma süresince kaydedilerek Şekil 2'de verilmiştir. Kurutma süresi sonunda karadut örneklerinin son su aktivitesi değerleri liyofilizasyonda 0.29, vakumlu kurutmada 0.39 ve konveksiyonel kurutmada 0.44 olarak ölçülmüştür.

Kurutma sistemleri arasındaki fark tek yönlü varyans analizi sonuçlarına göre istatistiksel olarak önemli bulunmuştur (p<0.05). Şekil 2'de görüldüğü üzere vakumlu kurutma sistemiyle kurutulan örneklerin su aktivitesinde kurumanın 12 saatinden sonra belirgin bir değişim gözlenmezken bu süre liyofilizasyon ve konveksiyonel kurutmada 16 saattir. Kurutmanın son 6 saatinde liyofilize örneklerin su aktivitesi değerleri

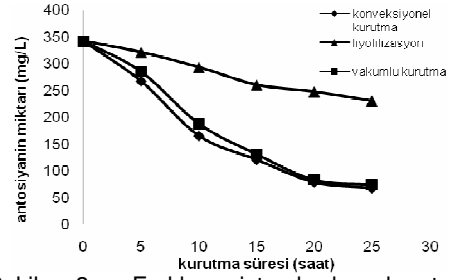
konveksiyonel ve vakumlu kurutulmuş örneklerin altında seyretmiştir.  $a_w < 0.6$ 'de mikrobiyolojik faaliyetlerin durmakta, esmerleşme reaksiyonları ise  $a_w = 0.2$ 'de yavaşlamaktadır.  $a_w > 0.3$  ise enzimatik aktivitenin artmaktadır. Bu nedenle çalışmamız sonucunda konveksiyonel ve vakumlu kurutmaya göre daha düşük su aktivitesine sahip liyofilize örneklerin daha kaliteli ve dayanıklı kuru ürünler olduğu görülmektedir.



Şekil 2. Farklı sistemlerde kurutulmuş karadut örneklerinin su aktivitesinin zamana bağlı değişimi.

Kurutma sistemlerinin kuruma davranışı üzerine etkisinin incelenmesinde su aktivitesi ve nem içeriğinin birbiriyle bağlantılı olduğu düşünülürse örnekler kuru gıdaların stabilitesini sağlayacak kritik nem değeri olan %20 nem içeriğinde liyofilize vakumlu ve konveksiyonel kurutulmuş örneklerin  $a_w$  değerleri sırasıyla 0.3-0.4, 0.4-0.5 ve 0.5-0.6 arasında olduğu saptanmıştır. Kurutma prosesi %20 nem içeriğinde sonlandırıldığında liyofilize örnekler en düşük su aktivitesine sahip olduğundan en stabil ürünü oluşturacaklardır.

Kurutma sırasında uygulanan farklı sıcaklık ve basınçlı kurutmada antosiyanin pigmentinin kaybı üzerine etkisini incelenmesi amacıyla toplam antosiyanin miktarları belirlenmiştir. Taze örneklerdeki antosiyanin miktarı yapılan 3 tekrarlı denemelerde ortalama 342 mg/L olarak saptanmıştır. Kuruma süresi boyunca 5'er saat aralıklarla ölçülmüş olan örneklerdeki toplam antosiyanin içeriği, siyanidin 3-glukozid (CGE) cinsinden ifade edilerek Şekil 3'te verilmiştir.



Şekil 3. Farklı sistemlerde kurutulmuş karadut örneklerindeki toplam antosiyanin miktarlarının zamana bağlı değişimi.

Şekil 3'te görüldüğü üzere kurutma yöntemlerinin farklılığı, örneklerdeki toplam antosiyanin miktarlarında önemli düzeyde farklılıklara neden olmuştur. Taze numunede 342 mg/L olan antosiyanin içeriği, 24 saat kurutulmuş karadut örneklerinde sırasıyla 230 mg/L, 67 mg/L ve 74 mg/L olarak belirlenmiştir. Yapılan tek yönlü varyans analizi sonuçlarına örnekler arasındaki toplam antosiyanin miktarı farkları konveksiyonel ve vakumlu kurutmada önemsiz ( $p > 0.05$ ) iken liyofilizasyon farkı istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $p < 0.05$ ). Karadutun toplam antosiyanin içeriğini üzerine yapılan bazı çalışmalarda taze karadutun toplam antosiyanin içeriği 367.7 mg/mL [7],  $367.7 \pm 4$  mg/L, 227.0 mg/100g [8], 311.9 mg/100g [29] olarak saptanmıştır. Liu ve ark. [30] farklı dut çeşitlerinde toplam antosiyanin miktarının 147.68-2725.46 mg/L arasında olduğunu tespit etmişlerdir. Antosiyaninler fenolik madde grubunda yer aldıklarından toplam antosiyanin miktarına paralel olarak fenolik madde miktarlarının da değişim gösterdiği belirtilmektedir [31, 32].

İşlenmiş ürünlerin tüketici algısını oluşturan renk aynı zamanda ürünün raf ömrü ve besinsel içeriğinin de bir göstergesidir. Çalışmada konveksiyonel kurutma, vakumlu kurutma ve liyofilizasyon yöntemleriyle kurutulmuş karadut örneklerinin renk değerleri 5'er saatlik aralıklarla ölçülerek ısı işlemlerinin renk değişimleri üzerine etkisi ve dolayısıyla tekniklerin kurutmadaki başarısı incelenmiştir. Örneklerin kurutma süresi boyunca belirli zaman aralıklarında ölçülmüş  $L^*$ ,  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Farklı sistemlerde kurutulmuş karadut örneklerinin kurutma süresince kaydedilen renk ölçüm değerleri

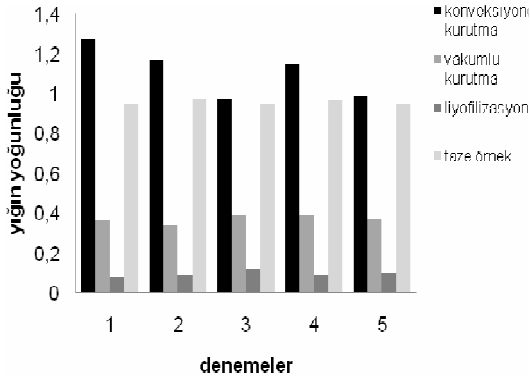
Kurutma Yöntemleri	Renk Değerleri	Kurutma süresi (saat)					
		0	5	10	15	20	25
Konveksiyonel kurutma	$L^*$	8.8	6.4	5.33	4.72	4.2	3.98
	$a^*$	9.66	7.56	4.66	3.4	2.36	2.03
	$b^*$	3.63	4.69	3.09	1.67	1.9	1.2
Vakumlu kurutma	$L^*$	8.8	6.59	5.5	4.6	4.12	3.87
	$a^*$	9.66	7.81	4.96	3.72	2.8	2.5
	$b^*$	3.63	3.63	5.15	4.48	5.31	4.65
Liyofilizasyon	$L^*$	8.8	7.11	6.94	6.43	5.87	5.65
	$a^*$	9.66	9.03	8.52	7.25	6.85	6.51
	$b^*$	3.63	2.12	2.56	2.09	2.54	3.01

Yüksek sıcaklık uygulamasına paralel olarak  $a^*$  (kırmızılık) değeri ve  $L^*$  (parlaklık) değerinde düşüş görülmüştür. Düşük  $L$  değerleri koyu, yüksek  $L$  değerleri de açık rengi ifade etmektedir. Yapılan çalışmalarda

karadut örneklerinin başlangıç  $L^*$  değeri 8.81 iken kurutma sonunda liyofilize örneklerde 5.65; konveksiyonel kurutulmuş karadutlarda 3.98 ve vakumlu kurutulmuş karadutlarda 3.87 olarak ölçülmüştür. Tek yönlü

varyans analizi sonuçlarına göre  $L^*$  değeri açısından her üç kurutma yöntemi arasındaki farklar istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $p < 0.05$ ). Kurutulan örneklerin başlangıç  $a^*$  (kırmızılık) değeri 9.66 iken kuruma sonunda liyofilize örneklerde 6.51, vakumlu kurutulanlarda 2.5, konveksiyonel kurutulanlarda 2.03 olarak ölçülmüştür. Tek yönlü varyans analizi sonuçlarına göre farklı kurutma tekniklerinin  $a^*$  değeri açısından kıyaslanmasında konveksiyonel ve vakumlu kurutmadaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunurken ( $p > 0.05$ ) bu iki yöntemle liyofilizasyon arasındaki fark önemli bulunmuştur ( $p < 0,05$ ). Farklı kurutma sistemleri  $b^*$  değeri açısından kıyaslandığında antosiyaninlerdeki düşüş sebebiyle  $a^*$  değerindeki düşüşü bağlı olarak konveksiyonel kurutmada kurutmanın 5. saatinde artış göstermiş daha sonra düşmüştür. Vakumlu kurutmada da benzer şekilde 10. saatte artış göstererek daha sonra azalmıştır. Liyofilizasyonda ise  $b^*$  değerleri stabil şekilde azalarak kurutmanın son saatinde yine  $a^*$  değerine bağlı olarak artış göstermiştir.

Şekil 4'te taze ve kurutulmuş örneklerdeki yığın yoğunluğu değerleri verilmiştir. Taze karadut, konveksiyonel, vakumlu ve liyofilize kurutulan örneklerinin yığın yoğunluğu sırasıyla 0.95 g/mL, 1.109 g/mL, 0.368 g/mL, 0.092 g/mL olarak bulunmuştur. Konveksiyonel kurutulan örneklerin yığın yoğunluğu taze örneklerin yığın yoğunluğundan yüksek iken, liyofilizasyonla ve vakumla kurutulan örneklerin yığın yoğunlukları taze örneklerden düşük bulunmuştur. Kurutma sistemlerinin yığın yoğunluğu üzerine etkisi yapılan tek yönlü varyans analizi sonuçlarına göre istatistiksel olarak çok önemli bulunmuştur ( $p < 0.01$ ).

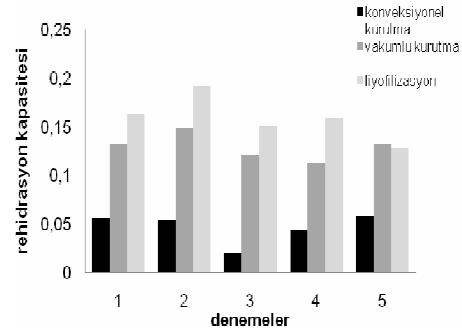


Şekil 4. Taze ve farklı sistemlerde kurutulmuş örneklerde yığın yoğunluğu değerleri.

Liyofilizasyon yönteminde ise örneğin hacmi ağırlığına oranla çok az miktarda azalma gösterdiğinden örneklerin yığın yoğunlukları nem içeriğinin azalmasıyla azalma göstermiştir. Liyofilizasyon ve vakumlu kurutma yöntemlerinde uygulanan düşük basıncın büzüşme oranını düşürerek ürün hacmini koruduğu görülmüştür. Ratti [21] yaptığı bir çalışmada liyofilizasyon ve konveksiyonel kurutma yöntemi uygulanan çileklerde son üründe hacim azalmasını karşılaştığında, liyofilizasyon sırasında büzüşmenin %5-15, konveksiyonel kurutma sırasında ise %80 olduğunu saptamıştır. Karadutun üzümü meyvelerden olması

sebebiyle çalışmamız literatürle uyum içindedir.

Rehidrasyon kurutulmuş ürünün tekrar kullanılmadan veya tüketilmeden önce kurutma sırasında kaybettiği suyu tekrar kazanmasını sağlamayı amaçlayan bir işlem olup genellikle kurutulmuş ürünün suya daldırılıp belirli bir süre bekletilmesiyle uygulanır. Böylece kuruma sırasında kaybedilen suyun bir miktarı ürüne rehidrasyonla kazandırılır. Kazanılan suyun miktarı ile ürünün orijinal tekstürüne ve su içeriğine ulaşması aynı seviyede gerçekleşir. Bu nedenlerle kuru üründe yüksek rehidrasyon kapasitesi aranan bir kalite kriteridir. Bu anlamda rehidrasyon kapasitesi kurutma sistemlerinin başarılarının kıyaslanmasında kullanılabilen bir diğer kriterdir. Son üründe rehidrasyon kapasitesinin belirlenmesi için kurutulmuş örneklerden belirli ağırlıklarda tartılarak rehidrasyon kapasiteleri hesaplanmıştır. Her kurutma yöntemi için 5 paralelli çalışılan örneklerin rehidrasyon kapasiteleri Şekil 5'te verilmiştir.



Şekil 5. Farklı sistemlerde kurutulan örneklerin rehidrasyon kapasiteleri.

Şekil 5'te görüldüğü gibi en yüksek rehidrasyon kapasitesi liyofilize örneklerde görülürken konveksiyonel kurutulmuş örneklerin rehidrasyon kapasitesi en düşük olmuştur. Ortalama rehidrasyon kapasiteleri liyofilize örneklerde 0.15, vakumlu kurutulan örneklerde 0.12, konveksiyonel kurutulan örneklerde ise 0.04 olarak hesaplandı. Tek yönlü varyans analizi sonuçlarına göre rehidrasyon kapasitesi açısından kurutma teknikleri arasındaki farklılık istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $p < 0.05$ ).

## SONUÇ

Karadut meyvesi sağlık bilinci giderek artan tüketiciler için önemi giderek artan ürünler arasındadır. Meyvenin sofralık olarak tüketilmesinde hem sınırlı hasat mevsimi hem de meyvenin bozulmaya oldukça hassas olması açısından sıkıntılar yaşandığından işlenmiş ürün olarak değerlendirilmesi gerekmektedir. Kurutma bu anlamda geleneksel bir muhafaza yöntemidir. Yüksek sıcaklık ve basınç uygulamaları ile kurutma ürünün fiziksel ve kimyasal yapısında olumsuz değişimlere neden olabilmektedir. Bu sebeple çalışmamızda alternatif bir teknik olarak liyofilizasyonun karadut kurutmadaki potansiyeli konveksiyonel ve vakumlu kurutma teknikleriyle kıyaslamalı olarak belirlenmiştir. Bulgulara göre liyofilizasyon tekniği kurutma sırasında

konveksiyonel ve vakumlu kurutmaya oranla daha yüksek nem içeriğine sahip olsa da su aktivitesi değerleri daha düşük, renk ve toplam antosiyanin içerikleri ise daha yüksektir. Yine liyofilizasyonda, kurutma sırasında gerçekleşen büzüşmeler daha sınırlı ve yığın yoğunluğu taze örneklerden düşük ve rehidrasyon kapasitesi yüksektir. Bu açıdan liyofilizasyon tekniği karadut kurutmada konveksiyonel ve vakumlu kurutma tekniklerine iyi bir alternatif olarak düşünülebilir.

## KAYNAKLAR

- [1] Kırmacı, V., 2008. Dondurarak Kurutma Sisteminin Tasarımı, İmalatı ve Performans Deneylerinin Yapılması, G.Ü. Doktora Tezi, Ankara, s.151.
- [2] Zhong, T., LIMA, M., 2003. The effect of ohmic heating on vacuum drying rate of sweet potato tissue. *Bioresource Technology* 87: 215–220.
- [3] Liyofilizasyon ve Kullanım Alanları, Vegapaks Medikal ve Analitik Cihazlar, Kimyasallar ve Gıda Ltd. Şti. web yayını, [http://www.vegapaks.com/morbuttonsdosyaları/dondurarak\\_kurutabileceklekiniz.html](http://www.vegapaks.com/morbuttonsdosyaları/dondurarak_kurutabileceklekiniz.html). (Erişim Tarihi: 20.05.2012)
- [4] Sohn, H.Y., Son, K.H., Kwon, C.S., Kwon, G.S., Kong, S.S., 2004. Antimicrobial and cytotoxic activity of 18 prenylated flavonoids isolated from medicinal plants: *Morus alba* L., *Morus mongolica* Schneider, *Broussonetia papyrifera* (L) Vent, *Saphora flavescens* Ait and *Echinosophora koreensis* Nakai. *Phytomedicine*, 11: 666-672.
- [5] Kırca, A., Özkan, M., Cemeröğlu, B., 2005. Stability of black carrot anthocyanins in various fruit juices and nectars. *Food Chemistry* 97: 598-605.
- [6] Özen, G., Akbulut, M., 2008. Dut suyu antosiyaninlerinin yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) ile belirlenmesi. *Türkiye 10. Gıda Kongresi*. Erzurum, 191-194.
- [7] Ercisli, S., Orhan, E., 2007. Chemical composition of white (*Morus alba*), red (*Morus rubra*) and black (*Morus nigra*) mulberry fruits. *Food Chemistry* 103(4): 1380-1384.
- [8] Ercisli, S., Orhan, E., 2008. Some physico-chemical characteristics of black mulberry (*Morus nigra* L.) genotypes from Northeast Anatolia region of Turkey. *Horticulturae* 116(1): 41-46.
- [9] Fazaeli, M., Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z., 2011. Investigation on the effects of microwave and conventional heating methods on the phytochemicals of pomegranate (*Punica granatum* L.) and black mulberry juices. *Food Research International* in press, corrected proof available online 25 March 2011.
- [10] Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Ashtari, A.K., Omid, M., 2012. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and Bioproducts Processing* in press, corrected proof, available online 24 April 2012.
- [11] Yiğit, N., Yiğit, D., Özgen, U., Aktaş, A.E., 2007. Kara dut (*Morus nigra* L.)'un antikandidal aktivitesi. *Türk Mikrobiyal Cem. Dergisi* 37: 169-173.
- [12] Aramwit P., Bang N., Srichana T. 2010. The properties and stability of anthocyanins in mulberry fruits. *Food Research International* 43(4): 1093-1097.
- [13] Pérez-Gregorio, M.R., Regueiro J., Alonso-González E., Pastrana-Castro, L.M., Simal-Gándara J. 2011. Influence of alcoholic fermentation process on antioxidant activity and phenolic levels from mulberries (*Morus nigra* L.). *LWT-Food Science and Technology* 1793-1801.
- [14] Chen, P.N., Chu, S.C., Chiou, H.L., Kuo, W.H., Chiong, C.L., Hsieh, Y.S., 2005. Mulberry anthocyanins, cyanidin 3-rutinoside and cyanidin 3-glucoside, exhibited an inhibitory effect on the migration and of a human long cancer cell line. *Cancer Letters* 1-12.
- [15] Fang, S.H, Hou, Y.C, Chao, P.D., 2005. Pharmacokinetic and Pharmacodynamic Interactions of Morin and Cyclosporin. *Toxicol. Appl. Pharmacol.* 15: 205; 65-70.
- [16] Du, J., He, Z-D., Jang, R-W., Ye, W-C., Xu, H-X., But, P-P-H., 2003. Antiviral flavonoids from root bark of *Morus alba* L. *Phytochemistry* 1235-1238.
- [17] Ma, S.C., Du J, But P.P.H., Deng, X.L., Zhang, Y.W., Doi, V.E.C., Xu, H.X, Lee S.H.S., Lee, S.F., 2002. Antiviral Chinese medicinal herbs against respiratory syncytical virus. *J. Ethnopharm* 79: 205-211.
- [18] Ergüneş, G., Güneş, M., Çekiş, Ç., 2004. Dut meyvesinde değişik kurutma tekniklerinin kuru ürün kalitesi üzerine etkisi. *Ulusal Kivi ve Üzümsü Meyveler Sempozyumu*, 442-447.
- [19] Kwok, B.H.L., Hu, C., Durance, T., Kitts, D.D., 2004. Dehydration techniques affect phytochemical contents and free radical scavenging activities of Saskatoon berries (*Amelanchier alnifolia* Nutt.). *Journal of Food Science* 69:122-126.
- [20] Ratti, C., Makhlouf, J., Shishegharha, F., 2002. Freeze drying characteristics of strawberries. *Drying Technology* 20: 131-145.
- [21] Cemeröğlu, B., 2010. Gıda Analizleri. Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları, s:109.
- [22] Rattanathanalerk, M., Chiewchan, N., Scichumpoung, W., 2005. Effect of thermal processing on the quality loss of pineapple juice. *Journal of Food Engineering* 66: 259-265.
- [23] Giesseler, H., 2004. Product Morphology and Drying Behavior Delineated by a New Freeze-Drying Microbalanc, PhD Thesis, Department of Pharmaceutical Technology, University of Nuremberg-Erlangen, Erlangen, Germany
- [24] Sadıkoğlu, H., Özdemir, M., 2003. Dondurarak kurutma teknolojisi ve evreleri. *Gıda* 28(6): 643-649.
- [25] Ganjyal, G.M., Hanna, M.A, Devadattam, D.S.K., 2003. Processing of Sapota (Sapodilla): Drying. *Journal of Food Science* 68(2):517-520.
- [26] Litvin, S., Mannheim, C.H., Miltz, J., 1998. Dehydration of carrots by a combination of freeze drying, microwave heating and air or vacuum drying. *Journal of Food Engineering* 36:103-111.
- [27] Yurdakul, E., 2008. Kahvaltılık Gevrekleri Zenginleştirmek Amacıyla Üretilen Dondurarak Kurutulmuş Kestanenin Kalite Kriterlerinin

- Değerlendirilmesi. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir, 189s
- [28] Özen, G., Akbulut, M., 2008. Dut Suyu Antosiyaninlerinin Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC) ile Belirlenmesi. *Türkiye 10. Gıda Kongresi, Erzurum* 191-194.
- [29] Kafkas E., Bozdoğan, A., Turgut, A., Türemiş, N., Kargı, S., Cabarođlu, T., 2008. Bazı üzümü meyvelerde toplam fenol ve antosiyanin içerikleri. *II. Ulusal Üzümü Meyveler Sempozyumu* (14-16 Eylül 2006).
- [30] Liu, X., Xiao, G., Chen, W., Xu, Y., Wu, J., 2004. Quantification and purification of mulberry anthocyanins with macropodus resins. *J. Biomed. and Biotech.* 5: 326–331.
- [31] Oki, T., Kobayashi, Nakamura, T., Okuyama, A., Masuda, M., Shiratsuchi, H. ve Suda, I., 2006. Changes in radical-scavenging activity and components of mulberry fruit during maturation. *Journal of Food Science* 71:18-22.
- [32] Tsai, P.J., Delva, L., Yu, T.Y., Dufosse, L., 2005. Effect of sucrose on the anthocyanin and antioxidant capacity of mulberry extract during high temperature heating. *Food Research International* 38: 1059-1060.
-