

# BONDURARAK KURUTMANIN TANIMI, TEKNIĐI ve KULLANMA ALANLARI

Dr. Osman CABI

Gıda Analizleri ve Teknolojisi  
Bölümü Öğretim Görevlisi  
Hacettepe Üniversitesi

## Giriş (Dondurarak Kurulma, Freeze drying, Lyophilisation)

Dondurarak kurutma, genellikle bozulmaya karşı hassas ve çoğunlukla biyolojik orijinli sıvı veya fazla miktarda su ihtiva eden katı maddelerin uzun süre dış ve iç etmenlerden en az zarar görecektir şekilde muhafaza edilmelerinde kullanılan bir tekniktir.

Metodun uygulandığı maddeler olarak; serumlar, kan plazması ve türevleri, hormon, vitamin, enzim gibi fizyolojik açıdan aktif maddeler, çeşitli ilen ve kimyasal maddeler, bazı dokular, nükleer artıklar ve nihayet gıda maddeleri sayılabilir.

Dondurarak ve kurutarak muhafaza tekniklerinin her ikisinin avantajlı yönlerini bünyesinde toplayan dondurarak kurutma tekniđi yukarıda sıralanan madde gruplarına uygulanmasının yanı sıra;

- Fizikte, ultrastrüktür ve eriyiklerin moleküler analizlerinde,
- Kimyada, kataliz ve radyoaktivite dallarında,
- Biyokimyada, absorpsiyon olaylarının incelenmesinde,
- Biyolojide, canlı dokuların muhafaza edilmelerinde,

çok önemli bir araştırma tekniđi olarak ta kullanılmaktadır.

Gıda teknolojisi alanında bu tekniđin uygulanmaya başlaması; gıda maddelerinin muhafaza edilmeleri için gereksinme duyulan düşük sıcaklık derecelerine olan ihtiyacı ortadan

kaldırıldığı gibi, gerçekleştirilen ileri derecedeki bir kurutma sayesinde onların çok uzun süreler zarfında bozulmadan saklanabilmelerini de mümkün hale getirmiştir.

## 1. Dondurarak Kurutmanın Tanımı ve Tekniđi

### 2.1. Tanımı

Genel bir tanımlama yapmak gerektiğinde dondurarak kurutma'yı; numunelerin dondurulduktan sonra düşük basınç altında (vakumda) ve erime noktalarının altındaki sıcaklık derecelerinde, içerisindeki suyun (buz halinde) büyük bir kısmının «süblimasyon» ve kalan kısmının da, belli bir noktaya kadar, daha yüksek sıcaklık derecelerinde «desorpsiyon» yolu ile alınması şeklinde ifadelendirebiliriz.

Çok çeşitli tekniklerin ve fiziko - kimyasal reaksiyonların oluşturduğu (numunelerin hazırlanması, dondurulması, kurutulması, ambalajlanması) teknikleri ile bu etaplardaki ısı ve madde transferleri, hal deđiştirme olayları gibi) bu denli kompleks bir tekniđi daha iyi anlayabilmek için, başından itibaren bütün safhalarını kısaca gözden geçirmekte yarar vardır.

### 2.2. Gıda Maddelerinin Dondurularak Kurutulması Tekniđi

Gıda maddelerine uygulandığında dondurarak kurutma tekniđinin safhalarını aşağıdaki şekilde sıralayabiliriz;

#### 2.2.1. Gıda Maddesinin Hazırlanması

#### 2.2.2. Gıda Maddesinin Dondurulması

## 2.2.3. Gıda Maddesinin Kurutulması

- a) I. Kurutma Safhası (süblimasyon)
- b) II. Kurutma Safhası (desorpsiyon)

## 2.2.4. Ambalajlama ve Depolama

## 2.2.5. Rehidratasyon veya rekonstitüsyon (alınan miktarda suyun geri verilmesi safhası)

Yukarıda sıralanan safhalar şematik olarak, dondurarak kurutma grafiği ile birlikte, Şekil 1 de görülmektedir.

## 2.2.1. Gıda Maddesinin Hazırlanması Safhası

Dondurarak kurutma tekniğinin başarıyla uygulanabilmesi için gıda maddelerinin mümkün olduğu kadar geniş bir yüzeye ve az bir kalınlığa sahip olacak şekilde hazırlanması gerekmektedir. Bu amaçla gıda maddeleri çeşitli mekanik ve fiziki yöntemlerin uygulanması suretiyle kendilerine özgü form ve şekiller halinde hazırlanırlar. Bu ameliye sonunda gıda maddeleri;

- Küçük veya büyük ebatlarda plâkalar halinde,

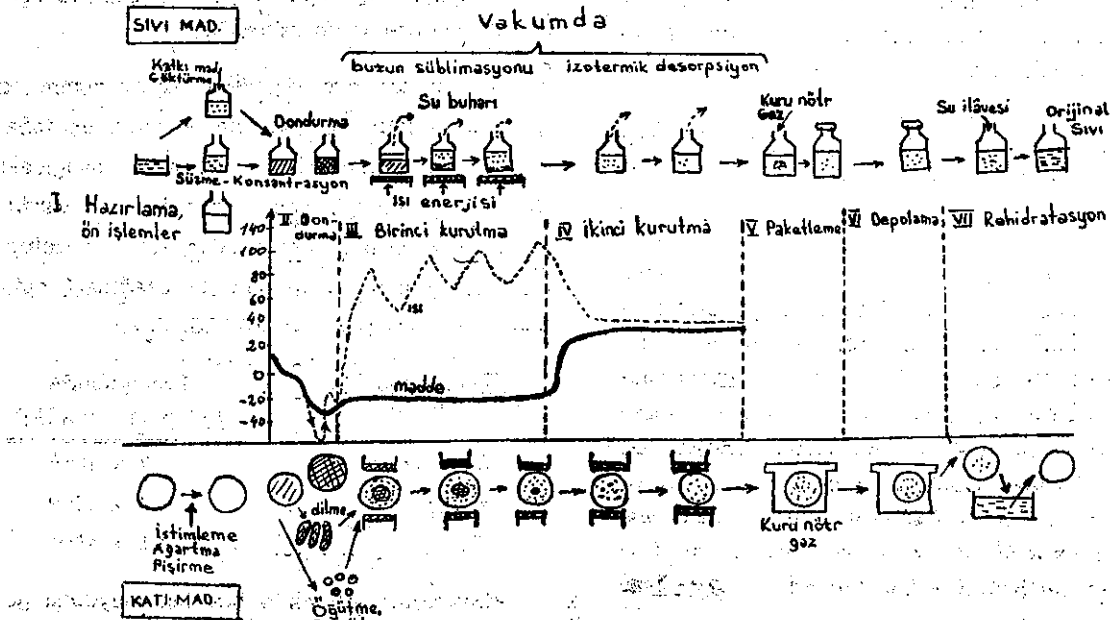
- Tabletler halinde,
  - Püre halinde,
  - Bütün halde (bazı gıda maddeleri),
  - Sulandırılmış veya konsantre edilmiş halde,
  - Homojenize edilmiş halde,
- dondurulma safhası için hazırlanırlar.

Bazı et'ler ve sebzeler enzimlerin aktivitesini durdurmak ve soğğun iç kısımlara daha iyi ve sürekli olarak iletilmesini sağlamak amacıyla «ağartma» işlemine tabi tutulurlar. Ayrıca, sıvı halde bulunan gıda maddelerindeki hormon, vitamin, antibiyotik gibi unsurların tahrip olmalarını önlemek amacıyla dondurularak kurutulacak numunelere jelatin ve laktöz gibi koruyucu maddeler katılabilmektedir.

## 2.2.2. Gıda Maddelerinin Dondurulması Safhası

Bu safhanın gerçekleştirilmesi esnasında aşağıdaki iki hususun büyük önemi vardır;

- a) Erişilmesi gerekli en düşük sıcaklık derecesinin tesbiti. Bu derece o gıda maddesinin donma noktasıdır. Yani numune tamamen katı hale geçmiş ola-



Şekil 1. Dondurarak Kurutma Operasyonunun Safhaları

Kaynak: L. REY

caktır. Bu derecenin daha altlarına inilmesi işlemin emniyeti bakımından gereklidir. Donma noktası her gıda maddesi için ayrı ayrı önceden tesbit edilmiş olmalıdır.

- b) Dondurma işleminin hızı, yani gıda maddesinin hızlı veya yavaş olarak mı dondurulacağına tesbit edilmesi gereklidir.

Dondurma işleminde uygulanacak hızın seçiminde, gıda maddesinin cinsi, şekli, yapısı ve ilerideki kullanılma amacı gibi faktörler rol oynar. Nitekim, çeşitli dondurma hızlarının uygulanmasına göre;

- 1° Gıda maddesinin besin değerinde değişimler olabilir (proteinlerin denatüre olma ihtimalleri yavaş dondurma tekniğinde daha fazladır).
- 2° Rehidratasyon özellikleri değişir (tekrar su alma kapasiteleri ve bunun için geçecek süre),
- 3° Dondurma işleminden sonra teşekkül edecek strüktür (iç yapı) değişik olur.

Bilhassa strüktürün değişik olarak teşekkül etmesi özelliği, dondurarak kurutma tekniğinin sonraki safhaları esnasında çok önemli bir rol oynar. Şöyleki; yavaş bir dondurma sonucunda gıda maddesi içerisinde teşekkül eden buz kristallerinin büyüklükleri, hızlı bir dondurma sonucunda meydana gelenlerden çok daha fazladır. Teşekkül eden buz kristallerinin büyük veya küçük oluşu, süblimasyon safhasında gıda maddesinin kuruyan tabakalarının su buharına karşı geçirgenlik değeri (gıda maddesinin donmuş haldeki tabakalarından ayrılacak olan su buharının bu kuru tabakadan az veya çok miktarda geçmesi) üzerinde büyük rol oynar. Geçirgenlik değerinin büyük veya küçük olması ise operasyonun hızlı veya yavaş cereyan etmesine, dolayısıyla enerji ve zaman sarfiyatı üzerine etki eder.

Bu noktayı kısaca açıklamakta yarar vardır. Yavaş dondurma tekniği ile dondurulmuş olan bir numuneye dondurarak kurutma işlemini tatbik ettiğimizde; süblimasyon safhasının

başlangıcında öncelikle numunenin yüzeysel bölgelerindeki bu kristalleri buhar halinde numuneden ayrılırlar. Buz kristalinin buhar halinde tamamen ayrılmasından sonra, işgal ettiği yerde bir boşluk (gözenek) oluşacaktır. İşte tatbik edilen dondurma tekniğine bağlı olarak bu boşluk veya gözeneklerin büyüklükleri farklı olacaktır. Yavaş dondurma tekniğinin uygulandığı bir numunede oluşacak bu gözenekler, hızlı olarak dondurulmuş bir numunelerdekilerden daha büyük ebatlarda olacaktır.

Neticede, operasyonun ilerlemesiyle iç kısımlardan gelecek olan su buharının kurumuş olan üst tabakalardaki boşluk ve gözeneklerin büyük olması halinde daha kısa bir zamanda kolaylıkla ve daha fazla miktarlarda numuneden ayrılması mümkün olacaktır.

Yukarıdaki noktalardan hareketle her maddenin, su buharına karşı geçirgenlik değeri (permeabilite) tayin edilip, birimlerle ifade edilmektedir. Geçirgenlik değeri su buharına, herhangi bir diğer gazı veya sıvıya karşı tayin edilebilir, dondurarak kurutma tekniğinde söz konusu olan su buharına karşı geçirgenlik değeridir.

Geçirgenlik değeri veya permeabilite aşağıdaki şekilde ifade edilebilir;

$g / sn. cm. mm. Hg.$  veya  $kg / h.m.mm Hg$   
Dondurma işleminin hızı ile, kurutulmuş tabakaların permeabilite'leri arasında, aşağıdaki örnekte görüldüğü gibi önemli ilişki vardır. % 20 kuru madde ihtiva eden kahve çözeltisi üzerinde yapılan denemelerde aşağıdaki neticeler bulunmuştur. (SİMATOS, D.).

Dondurma Hızı	Permeabilite (g/sn. cm. mm Hg)
Çok Yavaş .....	$7 \times 10^{-5}$
Yavaş .....	$4 \times 10^{-5}$
Hızlı .....	$1,5 \times 10^{-5}$

Dondurma işleminin hızı ile, meydana gelecek buz kristallerinin (dolayısıyla boşluk veya gözeneklerin) büyüklükleri arasında ilgi ise, aşağıda hindi etleri üzerinde yapılan araştırmadaki gibidir. (SİMATOS, D.).

Dondurma İşleminin Yapıldığı Sıcaklık Derecesi °C	Dondurma Hızı cm/dak.	Buz Kristallerinin Büyüklüğü
— 10	0,06	42
— 25	0,12	11
— 42	0,13	14
— 196	0,95	1,7

4° Gıda maddesinin rengi değişebilir, örneğin hızlı dondurma tekniğiyle dondurulan kahve çözeltilerinin renkleri çok açılmakta; adeta beyaza yaklaşmaktadır.

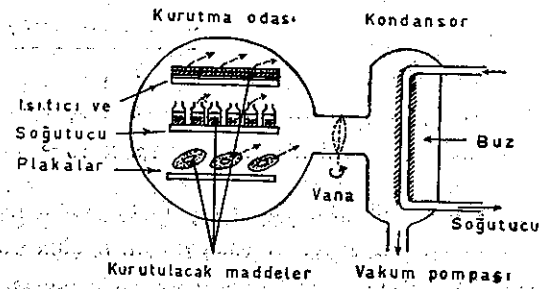
5° Gıda maddesinin aroması değişebilir, yapılan araştırmalar yavaş dondurma tekniğinin aroma maddelerinin muhafaza edilmeleri yönünden daha elverişli olduğunu göstermektedir.

### 2.2.3. Gıda Maddesinin Kurutulması Safhası

Önceden dondurulmuş olan gıda maddesi kurutma odasına yerleştirilir. Kurutma odası veya bölümü olarak adlandırabileceğimiz bu kısım etanş olup ısıtma, soğutma sistemlerini ve diğer gerekli unsurları ihtiva eder. Bazı modellerde dondurma ve kurutma işlemlerinin her ikisi de bu bölmede yapılır.

Kurutma odasının genel görünümü Şekil 2 de görülmektedir.

Kurutma odası bir bölme ile kondansöre ve hava boşaltma pompasına bağlıdır, bazı modellerde kondansör kurutma odasının içine yerleştirilmektedir. Gıda maddesinden buhar (gaz) halinde ayrılacak olan suyun ortamdaki alınması aşağıdaki yollardan biriyle olur;



Kaynak: L. Rey

Şekil: 2

— Kondansör üzerinde yoğunlaşarak buz haline geçer ve orada toplanır,

- Kimyasal yolla ayrılır (bir madde tarafından absorbe edilmek suretiyle),
- Vakum pompası vasıtasıyla dışarı atılır.

### 1. Kurutma Safhası (Süblimasyon)

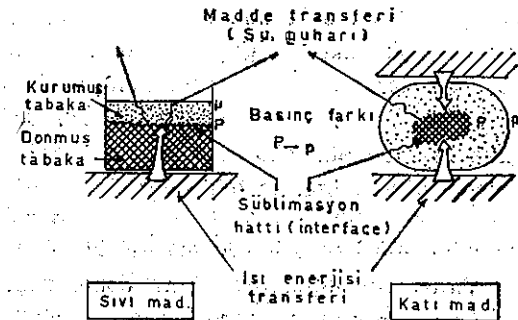
Kurutma odasına yerleştirilen gıda maddesinin içerisinde buz halinde bulunan bütün suyun süblimasyon yoluyla alındığı safhadır. Gıda maddesinin yerleştirilmesinden sonra kurutma odasının havası boşaltılarak vakum meydana getirilir. Süblimasyon endotermik bir reaksiyon olduğu için, buz halindeki suya gerekli ısı enerjisi (670 Kcal/kg) verildiği andan itibaren süblimasyon olayı başlar ve buhar halinde gıda maddesinden ayrılan su, yukarıda belirtilen yollardan birisiyle ortamdaki ayrılır.

Dondurarak kurutma tekniğinin bu safhasında dikkat edilmesi gereken önemli noktalar şunlardır :

a) Süblimasyon için verilen gerekli ısı enerjisi devamlı surette kontrol altında tutulmalıdır. Gıda maddesinin sıcaklık derecesi hiç bir zaman erime noktasının üzerine çıkmamalıdır. Verilen ısı enerjisi ile süblimasyon esnasında meydana gelen soğuma arasındaki denge bozulmayacak şekilde ayarlanmalıdır.

b) Süblimasyon hattı veya sınırı (süblimasyon interface) nümunesinin iç kısımlarına doğru indikçe, su buharının gıda maddesinden ayrılması güçleşir. Zira serbest hale geçen su buharının numunedeki ayrılabilmesi için kurumuş tabakaları geçmesi gerekmektedir.

1. Kurutma safhası esnasında cereyan eden ısı ve madde transferleri şematik olarak Şekil 3 te görülmektedir.



Kaynak: L. Rey

Şekil: 3

Bu safhada, kurumuş tabakanın permeabilitesi, numunenin özelliği ve dondurulma tekniğinin yanı sıra, süblimasyon sınırı ile gıda maddesinin yüzeyi arasındaki basınç farkından da önemli derecede etkilenmektedir. Bu iki noktadaki basınçlar arasındaki farkın fazla olması permeabiliteyi, dolayısıyla kurumuş bölgeyi geçen su buharı miktarını artırmaktadır.

c) Süblimasyon olayının gerçekleşmesi için verilen gerekli ısı enerjisinin, numunenin yüzeysel kısımlarını aşırı derecede kurutmasına veya yakmamasına dikkat edilmelidir (şayet numuneye ısı nakli kurutulmuş bölge tarafından yapılıyorsa). Eğer numuneye ısı enerjisi donmuş kısımlardan veriliyorsa bu durumdan sıcaklığın erime noktasının üzerine çıkmasına dikkat edilmelidir.

## II. Kurutma Safhası (Desorpsiyon)

Kurutmaya arzedilmiş numuneler içerisindeki buz halindeki suyun, buhar şeklinde ortamdan alınmasının tamamlanmasıyla kurutmanın birinci safhası sona ermiş olur. Birinci kurutma safhasının sonunda numune içerisinde pratik olarak buz kalmamış, büyük ölçüde kurutulmuş hale gelen numunenin sıcaklığı da sıfır ve üstündeki derecelere yükselmiş olacaktır.

Bu andan itibaren II. kurutma safhası başlamaktadır. Süblimasyon safhasında buhar haline geçen su (buz) ortamdan ayrılmak için çok sayıda gözenekli ve büyük bir yüzeye sahip olan numunenin kurutulmuş tabakalarından geçmek zorunda idi. Bu geçiş esnasında su buharının bir kısmı bu geniş yüzeyler tarafından adsorbe olmakta ve kurutulmuş yüzeyleri ince bir tabaka halinde örtmektedir. Son radan çeşitli tipteki bozulmaların nedeni olabilecek olan bu suyun numuneden alınması II. kurutma safhasında (desorpsiyon safhası) olmaktadır.

Bu safha, numune içerisinde bulunan uçucu tat ve koku maddelerinin kaybını önlemek için çok alçak basınç altında oda sıcaklığına yakın derecelerde gerçekleştirilir. Tatbik edilecek sıcaklık derecesi gıda maddesinin cinsine, yapısına ve ısıya karşı dayanıklılığına göre değişmekle beraber, genel olarak + 30 °C ilâ + 50 °C arasındadır. İkinci kurutma safhasında vakumun 0,010 mm Hg civarında ol-

ması gerekir; bu seviyelerdeki basınç altında su muntazam bir şekilde ortamdaki ayrılmaktadır.

Bu safhada gerçekleştirilen diğer bir önemli iş, numunenin içerisinde bulunabilecek oksijenin de ortamdaki alınmasıdır.

Numuneler içerisindeki suyun tamamını almak mümkün değildir, zira belirli bir sürenin sonunda gıda maddesinde kalacak su buharı basıncı ile onu çevreleyen ortamdaki su buharı basıncı arasında bir denge oluşacaktır. Dondurarak kurutma'dan beklenen amaca uygun olarak kurutma işlemine II. kurutma safhasının belli bir devresinde son verilir.

Dondurularak kurutulmuş numunelerin dayanıklılıkları ve saklanma sürelerinin uzunluğu içlerinde kalan su miktarına bağlıdır. Bu nedenle her madde için ayrı ayrı en elverişli nihai su miktarlarının önceden yapılacak denemelerle saptanmış olmasında yarar vardır.

Örneğin; biyolojik ilaçlar, antibiyotikler ve bazı dokular % 0,1-1 arasında su ihtiva edecek derecede kurutulduklarında 10 yıl kadar bir süre muhafaza edilebilmektedirler.

Bakteri ve virüsleri canlılıklarını kaybettirmeden saklamak için şekerli tamponlarda % 1-3 arasında su ihtiva edinceye kadar kurutulmalıdır.

Gıda maddeleri ise organoleptik ve ekonomik nedenlerden dolayı % 2-10 arasında su ihtiva edecek şekilde kurutulurlar. Tüketiciye kısa zamanda intikal ettirilecek olan gıda maddelerinin aşırı derecede kurutulmaları zaten pek gerekli değildir.

### 2.2.4. Ambalajlama ve depolama safhası

İkinci kurutma safhasının sonunda elde edilen çok gözenekli ve geniş bir yüzeye sahip olan numune aşırı derecede nem çekici (higroskopik) bir maddedir. Eğer, operasyonun sonunda kurutma odasındaki vakum normal havayla kırılacak veya bozulacak olursa, havada mevcut olan su buharı derhal bu geniş ve higroskopik yüzeyler tarafından adsorbe edilecek, oksijen ise bu gözenekli yapının içlerine kadar tekrar nüfuz edecektir. Yani o ana kadar yapılan işlerin, gösterilen ihtimam ve çabanın

büyük bir kısmı boşa gitmiş olacaktır. Bu nedenle vakumun kırılmasında zararsız gazların (nötr veya inert gazlar) kullanılması faydalı ve zorunludur. Bu tip gazlardan en çok kullanılanları azot, argon ve karbon dioksittir. Bunlar numunenin gözenekli yapısının içlerine kadar nüfuz edip, oraları doldurmak suretiyle oksijen ve su buharının buralara kadar girmelerini önlerler.

Kurutmadan sonra çok kısa bir zaman için bu suretle korunan numuneler bekletilmeden, su buharına ve oksijene karşı geçirmez olan cam, alüminyum, plastik, silikon ve polietilen gibi maddelerden yapılan kaplarda ambalajlanır.

Ambalajlama işlemini gerektiği şekilde yapıldığı takdirde, dondurularak kurutulmuş gıda maddeleri normal sıcaklık ve rutubet derecelerinde depolanabilir ve nakledilebilirler.

#### 2.2.5. Rehidratasyon veya rekonstitüsyon safhası

Dondurarak kurutma tekniğinin son safhası, kullanıma zamani geldiğinde kurutulmuş maddeye su ilave edilmesiyle gerçekleştirilen numunelerin tekrar kullanılmaya hazır duruma getirildikleri rehidratasyon veya rekonstitüsyon da denilen sulandırma veya su ilavesi safhasıdır. Kuru numuneler yapılarının özel durumu sayesinde çok kısa bir zaman içerisinde önceden vermiş oldukları su'yu tekrar alabilmektedirler.

Su ilavesi için, numunelerin özelliklerine göre, çeşitli teknikler uygulanabilmektedir.

Bunlardan en çok kullanılanlarını aşağıdaki şekilde sıralayabiliriz :

- ilaçlar için; kurutma esnasında alınmış olan miktardaki su doğrudan doğruya numune üzerine konur, çalkalamak veya karıştırmak suretiyle eski haline dönüştürülür.
- Arter, deri, kornea gibi çeşitli dokular bazı tuzlar içerisinde sulandırılmak suretiyle eski hallerine dönüştürülür.
- Gıda maddelerinin eski hallerine dönmeleri birkaç dakika içerisinde tamamlanır. Önceden pişirilerek hazırlanmış olan gıda maddeleri sıcak su içerisinde rehidrate edilebilirler.

Örneğin; dondurularak kurutulmuş et parçaları, önce miktarı belli su içerisinde konur ve daha sonra pişirilirler. Izgara yapılacak bir et, eğer kurutma işlemi gerektiği gibi yapılmışsa kolayca pişmeli ve ızgarada büzüşme göstermemelidir.

Toz ve granüle halindeki gıda maddeleri direkt olarak su ilavesiyle kullanıma durumuna getirilirler. Bu arada o gıda maddesini istenilen konsantrasyonda hazırlamak imkanı da ortaya çıkmaktadır.

Bazı özel durumlarda, koleksiyonlar, sergiler veya müzeler için dondurularak kurutulmuş çiçek, bitki ve hayvanlar orijinal şekil ve renkleriyle hava geçirmez ambalajlar içerisinde 4-5 yıl kadar süreyle muhafaza edilmektedirler.

#### YARARLANILAN KAYNAKLAR

- DESROSIER, N.W. 1970. The Technology of Food Preservation, The AVI Publ. Co. Inc., Westport, Connecticut.
- CABI, O. 1973. Contribution à l'étude des Transferts de Chaleur et de Masse dans la Lyophilisation du Jus d'Orange. Thèse de Doctorat, Université de Dijon - France.
- REY, L. 1964 Aspect Théoriques et Industriels de la Lyophilisation, Ed. Hermann, Paris.
- REY, L. 1959, Conversation de la Vie par le Froid, Ed. Hermann, Paris.
- SIMATOS, D. 1971. Cours de Technologie Alimentaire, Université de Dijon - France.