

SÜT ve ÜRÜNLERİ ANALİZLERİ

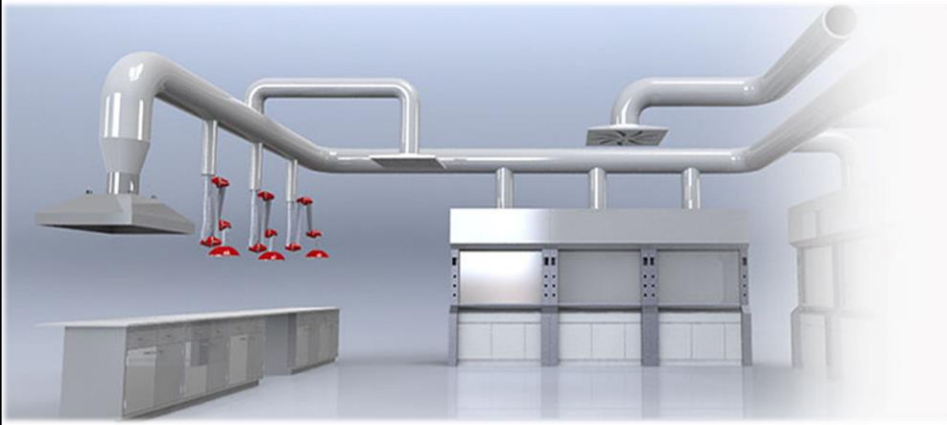


HAZIRLAYAN;
Öğr.Gör. Şevki ÇETİNER (Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Çine Meslek Yüksekokulu)

Süt Laboratuvarında Aranan Genel Özellikler



- Süt laboratuvarının aydınlık, kolay havalanabilir ve bir aspiratörle donatılmış olması gerekir. İyi aydınlatılmış olması kadar direkt güneş ışığından korunmuş olması da önemlidir.



- Kimyasal maddeler ve cam malzemelerin depolanması ve kullanımı için yeterli miktarda dolap, masa ve raflara sahip olması gerekir. Zehirli kimyasal maddeler kilitli bir dolapta bulundurulmalıdır.



- Yeterli sayıda çöp kutusu masa yanında veya masa altında hazır olmalıdır. Cam kırıklarının normal çöp kutusuna atılması kazalara neden olabilir. Kırılan cam malzemelerin atılacağı özel bir kutunun da bulunması yararlı olur.



- Kullanılan malzemelerin temizlenmesi ve kurutulması için; eviye, soğuk su, sıcak su, ve damlalık bulunmalıdır.



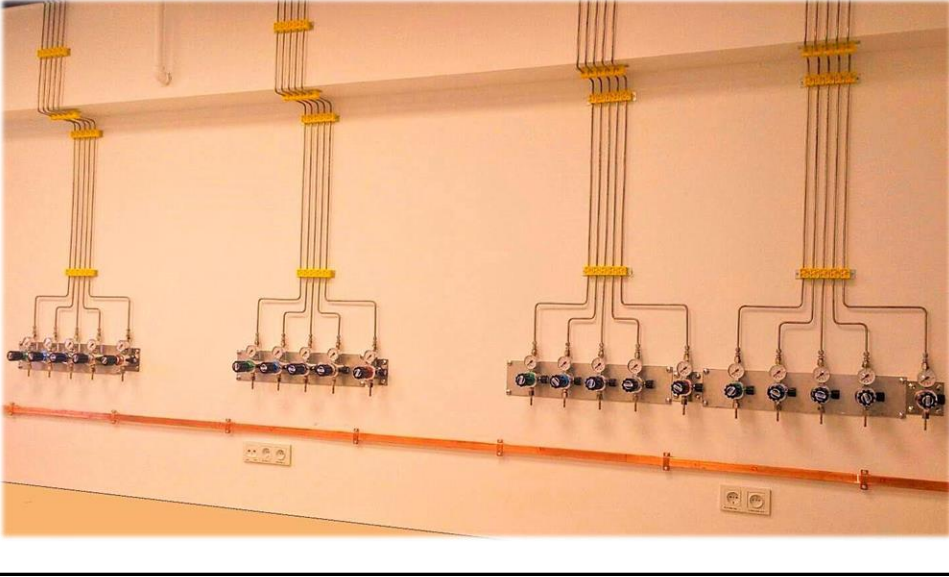
- Hassas terazi; fazla toz tutmayan, sıcaklığı olanaklar ölçüsünde düşük tutulan ayrı bir bölmeye (tartım odası) konulmalıdır. Sarsılmaya karşı önlem alınmış özel bir masa üzerine konmalıdır.



- Yanıcı maddelerin buharlaştırılması, damıtılması yada kül tayininde olduğu gibi yakma işlemlerinin yapılması yada protein tayininde olduğu gibi asit ve diğer korrosif maddelerin kaynatılması, kimyasal çözeltilerin hazırlanması işlemleri sırasında kullanılmak üzere iyi çeken ve yeterli büyüklükte bir çeker ocak bulunması gerekir.



- Laboratuvar içindeki soğuk su, sıcak su, buhar ve gaz borularının tanınacak şekilde işaretlenmesi gerekir.



- Laboratuvarlarda yangın söndürme cihazı bulundurulmalı ve belli periyotlarda çalışır durumda olduğu kontrol edilmelidir.



- Laboratuarda meydana gelebilen kazalarda yada rahatsızlıklarda kullanılmak üzere bir ilk yardım dolabının bulunması son derece yararlı olur.



- Laboratuvar girişinin üzerinde bir duş bulunması, asit veya kalevi (alkali) ile meydana gelen yanıklara ilk müdahale açısından büyük önem taşır.



Süt Laboratuvarında Bulunması Gerekli Bazı Malzeme ve Ekipmanlar



Süt ve ürünleri ile ilgili analizlerde gerekli özel araç-gereç ve yardımcı maddeler ile çözeltiler ilgili analizlerde verilmiştir.

Bunların dışında bir süt laboratuvarında bulunması gerekli bazı genel malzeme ve ekipmanlar vardır. Bunlardan en önemli olanlar aşağıya çıkartılmıştır.

Ölçülü balon (balon joje): 50-2000 ml arasında değişik hacimlerde



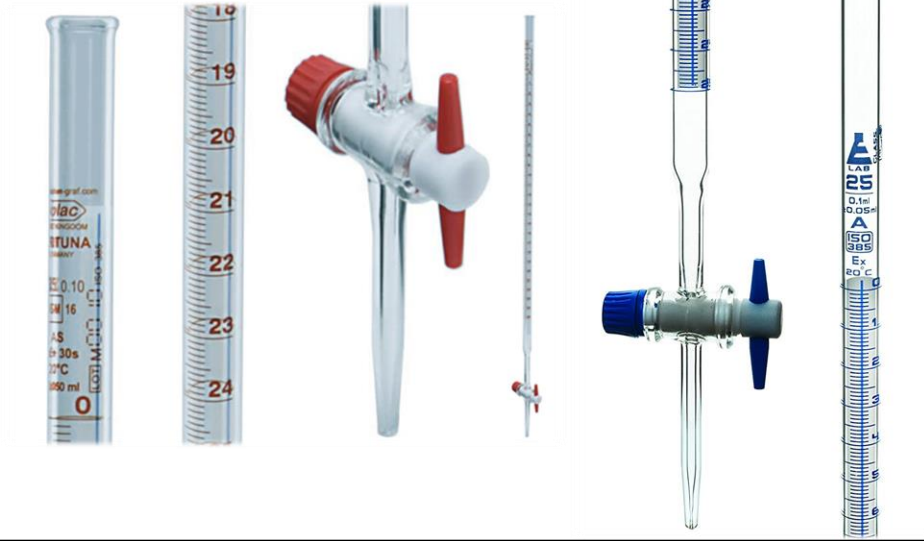
Ölçü silindiri (mezür): 10-1000 ml arasında değişik hacimlerde



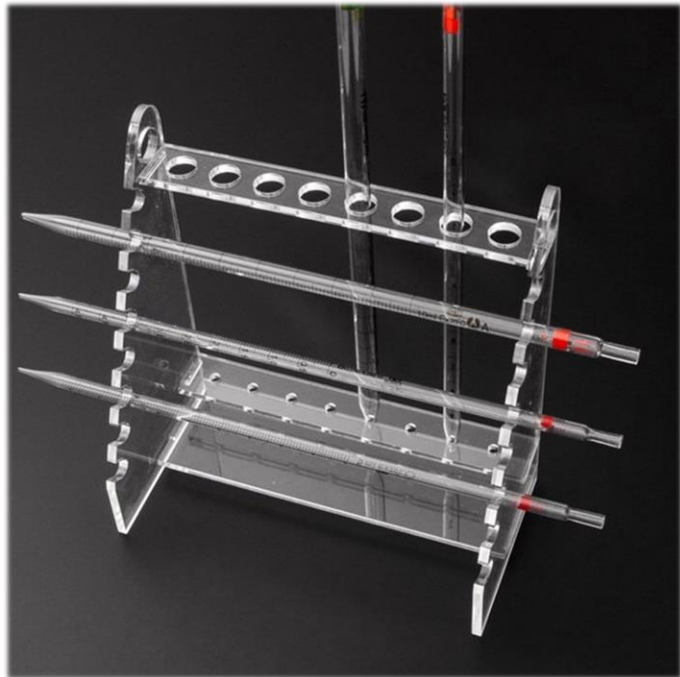
Ölçü pipet: 1-100 ml arasında değişik hacimlerde



Ölçü büret: 1 ml bölüntülü, değişik hacimlerde



Pipet stantları



Şilifli silindir: 100-1000 ml arasında
değişik hacimlerde



Cam petri kapları



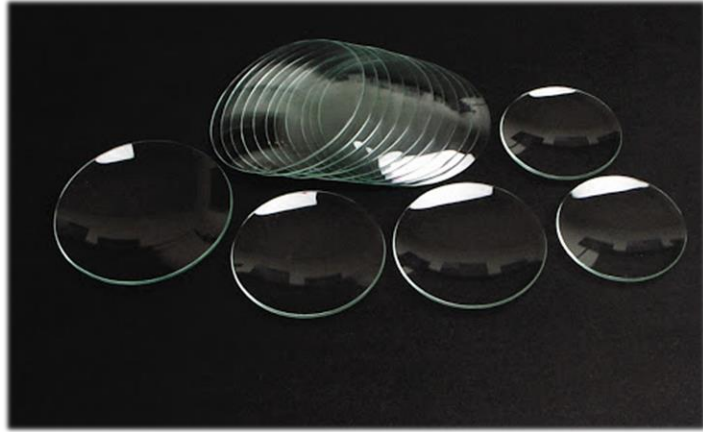
Termometreler



Beyaz ve kahverengi yedek boş şişeler



Saat camları



Erlen: Dar veya geniş ağızlı, 50-3000 ml arasında değişik hacimlerde



Balon: 100-1000 ml arasında deęişik hacimlerde



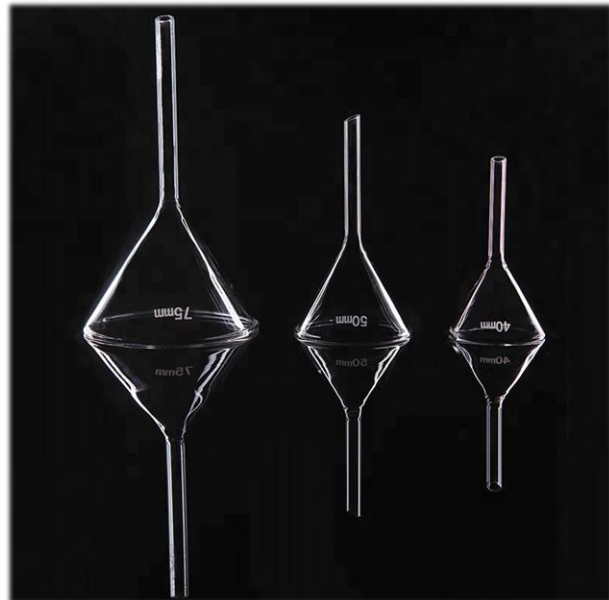
Laboratuar gözlüęü



Deney tüpü: Değişik boyutlarda



Cam huni: 35-200 mm arasında değişik çaplarda



Filtre kağıdı



Piset



Porselen havan



Bunzen bek



Su damıtma cihazı



Desikatör



Vakum pompası



Su banyosu



Etüv



Normal ve analitik terazi

*analitik terazi*

Sütten örnek alma ve Duyusal özelliklerin tespiti



Numune Alma Araç ve Gereçlerin Genel Özellikleri

1. Numune almada kullanılan tüm araç ve gereçler cam, paslanmaz çelik yada üründen etkilenmeyecek uygun bir materyalden yapılmış olmalıdır. Bütün yüzeyler düz, çatlaksız, köşeler yuvarlak, hafif ve özellikle numune alınacak ürüne uygun olmalı ve 180°C'de sterilizasyon sıcaklığına dayanıklı olmalıdır.
2. Kimyasal analiz amacıyla numune alımında kullanılacak araç ve gereçler kuru ve temiz olmalı, numuneye herhangi yabancı koku ve tat geçirmemelidir.
Duyusal ve mikrobiyolojik amaçlı numune alımında kullanılacak malzemeler temiz ve steril olmalı, ürünün tat ve kokusunu etkilememelidir. Söz konusu araç ve gereçlerin mikroorganizmalardan arındırılabilmesi için aşağıda belirtilen yöntemlerden birisinden yararlanılabilir.
 - 170-175°C'de en az 2 saat süreyle kuru (sıcak havada sterilizasyon)
 - 121°C'de 20 dakika süreyle otoklavda kızgın buharda sterilizasyon

Bu iki yoldan biriyle sterilize edilmiş malzeme steril koşullarda uzun süre saklanabilir. Sterilizasyon işlemi için yukarıdaki yöntemler en uygun yöntemlerdir. Ancak bunların uygulanması mümkün değilse aşağıdaki yollardan birisi de izlenebilir.

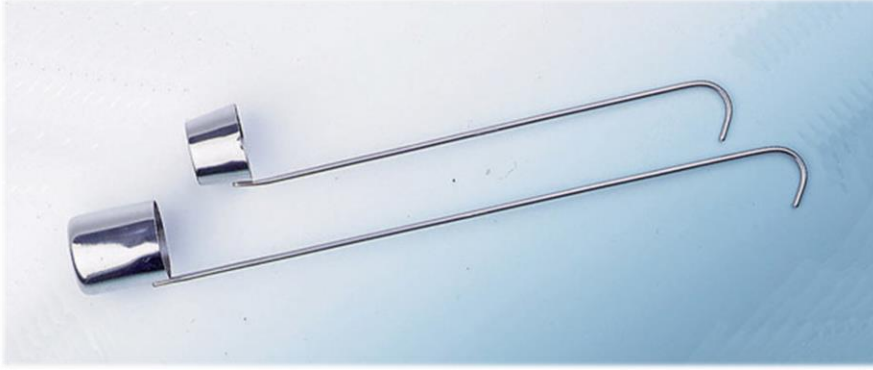
- Numune alma araç-gereçlerinin tüm yüzeyine temas etmek koşulu ile uygun bir alev ile sterilize edilebilir.
- En az 1 dakika süre ile kaynayan suyun içinde tutulabilir.
- %70'lik alkole daldırılır ve kullanılmadan önce alevden geçirilir.

Ancak bu durumlarda sterilize edilen malzeme hemen kullanılmalıdır. Bir süre saklayarak sonradan kullanmak söz konusu değildir. Kullanılacak malzemenin sterilize edilmesinde bu yöntemlerden hangisinin seçileceği yararlanılan araç ve gereçlerin çeşidine, şekline ve büyüklüğüne bağlıdır.

Yapılan analizlerin doğru sonuç vermesi, öncelikle uygun şekilde numune alınması ile yakından ilgilidir. Kalite kontrolü ve kalite sağlamaya yönelik alınan süt örnekleri alındığı bütünü ne denli iyi temsil ederse analiz sonuçları da o denli gerçek değer taşır.



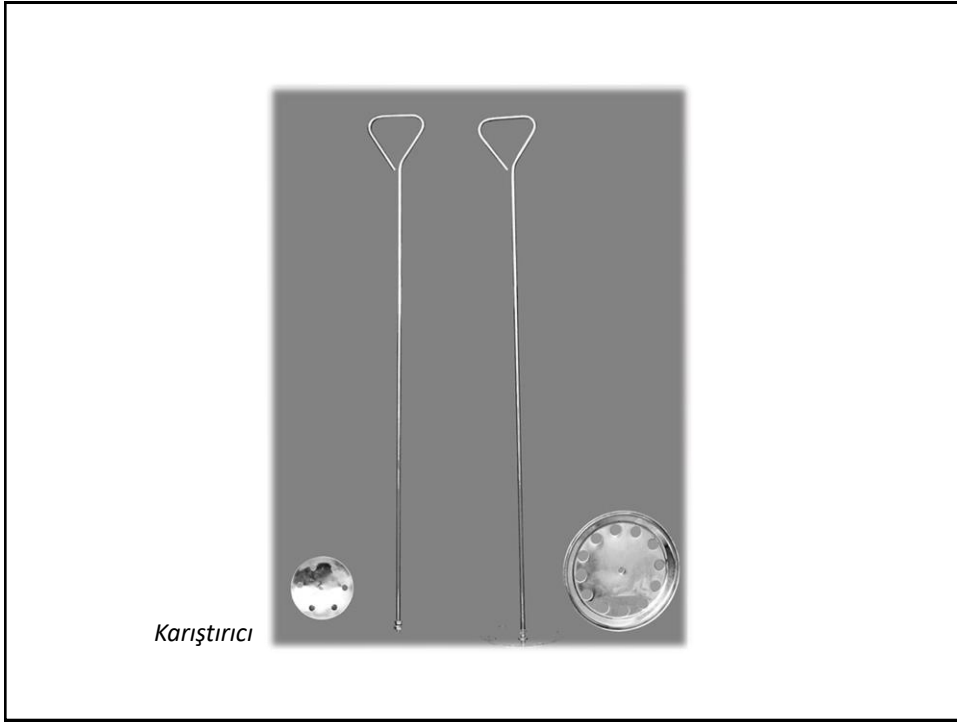
Elde edilen sonuçlar örneğin alındığı tüm partiyi ilgilendirdiği için örnek alma mutlaka o partiyi temsil edecek sayıda ve homojen yapıda olmalıdır.



Örnek alma kepçesi

Karıştırma çubuğu: Aşağıdaki şekilde de görüldüğü gibi, ucunda delikli bir disk bulunan ürünün bulunduğu kabın tamamına kadar ulaşabilecek yeterli uzunlukta paslanmaz çelikten yapılmış bir çubuktur. Karıştırma çubuğu, ürünün homojen bir şekilde karışmasını sağlayabilecek yeterli büyüklükte bir yüzeye sahip olmalı ve fazla ağır olmamalıdır. Eğer ürün büyük hacimli kaplarda, örneğin tanklarda bulunuyorsa, etkin bir karıştırma için mekanik karıştırıcılar veya basınçlı hava kullanılır.





Örnek alma kepçesi: Paslanmaz çelikten yapılmıř olması tercih nedenidir. Alüminyumdan veya süt ürünleri ile tepkimeye girmeyecek bir malzemeden yapılmıř olmalıdır. Numune alma kepçesi, mikrobiyolojik incelemeler amacıyla örnek alınacađı zaman önceden belirtilen sterilizasyon yöntemlerinden birisi ile sterilize edilerek mikroorganizmalarından arındırılmalıdır.



Numune alma kepçesi

Numune Alma Kapları:

Sıvı st rnleri iin kullanılacak numune kapları ve kapakları rneęi koruyacak ve analiz sonucunu etkileyecek deęişiklikler yapmayacak materyalden yapılmıř olmalıdır. Bu amala cam, paslanmaz elik gibi materyaller yada polipropilen gibi bazı plastik kaplar kullanılabilir. Kaplar opak olmalıdır. Iřıęı geiren bir malzeme ise rnekler karanlık bir yerde muhafaza edilmelidir. Bu kapların řekil ve boyutları numune alınacak rne uygun olmalıdır.

Kaplar ve kapaklar kesinlikle temiz ve kuru olmalı sterilize edilmiř veya sterilizasyona uygun olmalıdır. Kapak contaları znr olmamalı, rn emmemeli, yaę geirmemeli, rnn koku, tat ve bileřimini bozmayacak zellikte olmalıdır.

Not: Kk ambalajlar ierisindeki rnler kendi orijinal ambalajları ile birlikte numune olarak alınırlar.



Numune alma kabı

Katı ve yarı katı st rnleri iin geniř aēızlı, sıkı kapatılabilen, hava geirmeyen, sterilize edilebilir, temiz, kuru, gereken miktarda numuneyi alacak byklkte, silindirik, cam veya paslanmaz metalden kaplar kullanılmalıdır. Kk ambalajlar ierisindeki rnler kendi orjinal ambalajları ile birlikte numune olarak alınırlar.

Numune kaplarının temizlenmesinde st sanayinde kullanılan deterjanlar, bulunmadıēı durumlarda sodalı, sabunlu sıcak su kullanılır. Temizleme iřleminden sonra ok iyi bir durulama yapılarak temizlik maddelerinin yzeyden tamamen uzaklařtırılması saēlanır. Sonra kurutulur ve temiz bir yerde muhafaza edilir.

Kk kaplardan rnek alınması: Kk kaplardaki stler byk bir kaba bořaltılır, iyice karıřtırılır ve rnek alınır. Eēer aynı partideki stler bir kapta toplanamayacak kadar fazla ise kapların ayrı ayrı hacimleri ile orantılı olarak rnek alınır, bunlar bir kap ierisinde karıřtırılarak rnek bu karıřıma alınır.

Soēutmalı iftlik tanklarından rnek alınması: Kitlede homojenliēin saēlanması amacıyla mekanik karıřtırıcı ile en az 5 dakika karıřtırılır ve sonra rnek alınır.

Tankerden rnek alınması: Uzun saplı mekanik bir karıřtırıcı tankerin rnek gzne daldırılarak tank iyice karıřtırılır ve uzun saplı rnek alma kepesi ile deēiřik derinliklerden rnek alınarak rnek kabına toplanır.

Kaymak bağlamış veya donmuş sütte örnek alınması:

Karıştırılmakla çözünemeyecek kadar kaymak bağlayan veya donmuş sütlerden örnek almadan önce süt kaplarının en fazla 55°C olan sıcak su banyosunda çözününceye kadar bekletilmesi gerekir. Daha sonra 2 dakika karıştırılarak veya en az 10 kez kaptan kaba aktararak homojen hale getirildikten sonra örnek alınır.

<https://www.youtube.com/watch?v=vwCIIpJYR8I&t=10s>

https://www.youtube.com/watch?v=kG_lwnXD6pU



Su banyosu

DUYUSAL TESTLER

Duyusal testler yapılırken normal bileşimdeki ve sağlıklı bir hayvandan elde edilen çiğ sütün nitelikleri esas alınır. Renk, tat, koku ve viskozite açısından birbirinden farklı olduğu için, sütün hangi tür hayvana ait olduğunun baştan bilinmesi gerekir.



Duyusal testler: Sütün rengine, tat ve kokusuna, yapı ve görünüşüne bakılarak yapılır. Çiğ sütlerde duyu testleri sağımdan sonra en geç 24 saat içerisinde yapılmalıdır. Tat kontrolü yapılmadan önce, herhangi bir enfeksiyonu önlemek amacıyla örnek 70°C'de 30 dakika ısıtılmalı ve sonra soğutulmalıdır.

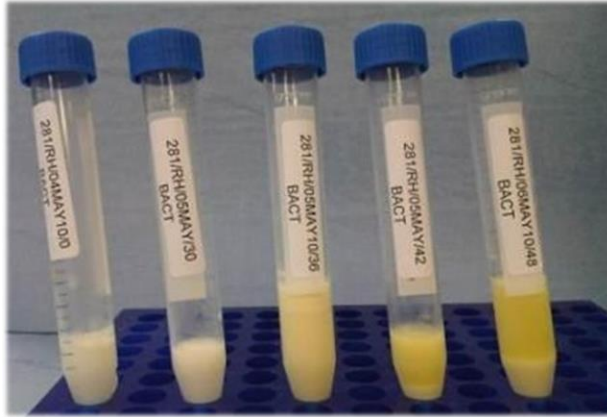


Örneğin hazırlanması:

- Duyusal analize başlamadan önce; örneğin ön kontrolden geçirilmesi gerekir. Bu amaçla; içerisinde analize alınan çiğ süt örneği bulunan kapalı durumdaki örnek şişesi, 70-80°C'lik bir su banyosunda 30 dakika ısıtılır ve sonra kapağı açılır. İlk anda algılanan koku, oda sıcaklığında soğutulduktan sonra tat ve görünüş belirlenir.
- Koku testinin daha belirgin bir şekilde yapılabilmesi için; 10ml kadar çiğ süt, örnek şişesine konur, her biri yaklaşık 0,5 gram ağırlığında 2 parça potasyum hidroksit eklenir ve şişenin ağzı kapatılır. Şişe kapalı şekilde 1 saat süreyle oda sıcaklığında bekletilir. Kapak açıldığı zaman algılanan ilk koku balıgımsı bir koku ise, sütün kötü kaliteli olduğu sonucuna varılır. Bu durumda sütün sağıldıktan sonra soğutulmadığı anlamına gelir.

Duyusal testin yapılışı:**Renk**

Sütün renginde görülen değişiklikler; sütün kalitesi hakkında bazı şüphelere yol açar. Yağı alınmış, içerisine hile amacıyla su katılmış ve kurumaddesi az olan sütün rengi mavimsidir. Bazı mikroorganizmalar ve bunların neden olduğu hastalıklar sütün rengini bozabilirler. Özellikle sarılık, mastitis, şap ve antraks gibi hastalıklar sütün anormal şekilde sarı olmasına sebep olurken, meme kanamaları veya bazı bakterilerin etkisi ile normal kabul edilmeyen kırmızımsı, mavimsi veya kahverengi gibi anormal renkler görülebilir. Bu gibi sütün kullanılması sakıncalıdır.

*mastitis*

Tat ve Koku

Süt; hayvanın yediği yemlerden, verilen ilaçlardan, mikroorganizma ve enzim faaliyetleri ile çevre koşullarından etkilenecek pis, kokmuş veya acı tat ve kokuya sahip olabilir. Ahır kokusu ile soğan, sarımsak, lahana, pırasa gibi kötü tat ve kokulu yemler sütün tat ve kokusunu bozar ve bu durum sütte bir kusur olarak kabul edilir. Bazen sütün tadı tuzlumsu olabilir. Tuzlumsu tat, laktoz klorür miktarları arasındaki dengenin bozukluğunun işaretidir. Klorür miktarı laktasyon sonlarına doğru ve özellikle meme enfeksiyonunda (mastitis) artış gösterir. Sütün tat ve kokusundaki değişiklikler, sütün bozulmaya başladığının veya yabancı madde bulaştığının bir belirtisi olarak kabul edilir.

Yapı ve görünüş

Hayvanın hasta olması, sağım sırasında ve sağımdan sonra mikroorganizma bulaşması sonucu süt kirlenir ve yapısında ve dolayısıyla görünüşünde bozulmalar meydana gelebilir. Örneğin; bakteri faaliyeti sonucu sütün taneli, sulu, yapışkan bir hal alması; meme çatlaklarından sızan kan nedeni ile süte kan karışması; meme iltihabı olan hayvanların sütlerine irin karışması gibi. Görünüş bozukluğunun diğer bir nedeni ahır ve çevreden, hayvandan, hayvan altlığından, sağım kaplarından kaynaklanan yabancı katı maddelerdir. Örneğin; kıl, saman, gübre, bitki artıkları, sinek, böcek, toz ve benzeri gözle görülebilen maddeler.

Sütte Asitlik Tayini

Sütün asitlik derecesi onun taze ve normal olup olmadığını, **işleme sırasında sıcaklığa dayanıp dayanmayacağını** anlaşılmasına yardım eder.

SÜTÜN ASİTLİĞİ

Süt sağıldığı zaman, hafif asidik bir reaksiyon gösterir.

Sütün doğal asitliği olarak nitelendirilen bu asitlik, birinci derecede bileşimindeki kazein, fosfat ve sitratlardan; ikinci derecede albümin, globülin ve karbondioksitten ileri gelir. Sütün doğal asitliği, bileşimindeki maddelerle ilgili olduğu için farklı bileşimdeki sütlerin asitlik dereceleri de farklı olacaktır.

Örneğin; protein miktarı fazla olan koyun ve manda sütünün asitlik derecesi inek sütünün asitlik derecesinden daha yüksektir.

Başta laktik asit bakterileri olmak üzere bazı asit üreten bakteriler süt şekerini laktik aside parçalayarak asitliğin artmasına neden olurlar.



ALKOL TESTİ

1ml süt, 1ml %68'lik etil alkol ile karıştırılır. eğer sütte pıhtılaşma olursa pastörizasyona gönderilmez.



<https://www.youtube.com/watch?v=jHUa3znff6E>



KAYNATMA TESTİ

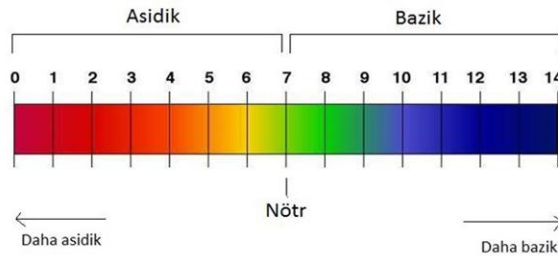
Taze ve normal stler kaynatılınca kesilmezler. Stte asitliđin artması, sıcaklıđın ykselmesi ile st kazeinine daha fazla etki yaparak onu pıhtılařtırır. Bu nedenle kk stlk tesislerinde st kaynatılarak onun pıhtılařma durumu, dolayısıyla asitliđin geliřme durumu incelenir. Prova denilen bu olay iři ncelikle yođurt yapan iřletmelerde ok uygulanır.

TURNUSOL TESTİ

Normal ve taze bir süt turnusol kağıdına karşı amfoter bir reaksiyon gösterir. Yani mavi turnusolu kırmızıya, kırmızı turnusolu da maviye boyar. Renk değişikliğinin çok bariz olması mesela kırmızı turnusolun barizce mavileşmesi çeşitli sebeplerle o sütteki asitliğin normalden az olduğunu, mavi turnusolun da barizce kızarması asitliğin ilerlediğini gösterir.



https://www.youtube.com/watch?v=-lbh5_1xxtI
<https://www.youtube.com/watch?v=yp4x1SOGyLA>



Soxhlet-Henkel (°SH) Yöntemi

Titrasyon yöntemiyle yapılan asitlik tayininde, sütün doğal asitliği ve gelişen asitliği birlikte tespit edilmektedir.

Bu asitliğe “toplam asitlik”, “Titrasyon asitliği” veya “potansiyel asitlik” denilmektedir.

Taze süt	7-8	7-11	8,5	8,6

https://www.youtube.com/watch?v=3NTeT_HKpIY

Soxhlet-Henkel (°SH): 100 ml sütün, fenolftalein belirteci (indikatör) eşliğinde standart bir renk tonuna (açık pembe) titrasyonunda tüketilen N/4'lük NaOH (sodyum hidroksit) çözeltisinin mililitre olarak miktarına Soxhlet-Henkel (°SH) cinsinden asitlik derecesidir.

Yöntemin İlkesi: Sütü, ayarlı sodyum hidroksit ile titre etmek ve tüketilen alkali miktarından, sütteki asitlik miktarını hesaplamaktır. Sodyum hidroksit ile titrasyonda hem süt asidi (laktik asit) gibi serbest asitler hem de asit tuzları ve proteinin asit grupları tespit edilmektedir.

$^{\circ}\text{SH}$ derecesinin 5'in altında olması normal kabul edilmez bu durumlarda meme hastalıklarından, yemleme hatalarından veya negatif bir mikrobiyel faaliyetten şüphelenmek gerekir. Diğer bir olasılık ise süte nötralize edici maddeler ilave edilmiş olmasıdır.

$^{\circ}\text{SH}$ derecesinin 8 ve 9 olması hızlı bir asit yükselmesini, 10'nun üzerine çıkması durumunda ise süt ısıtılmaya başladığı anda pıhtılaşmanın olacağını gösterir.



Asitliđi yükselen inek sütleri, işlenmesi sırasında ve özellikle de ısıtma işleminde problem yarattığından, süt işletmelerinde 8.0 °SH derecesi üzerindeki sütler çođu zaman kabul edilmez.

Ancak yüksek °SH derecesi her zaman yüksek asitliđi göstermeyebilir. Bazı hallerde yetiştirmenin veya beslenmenin etkisi ile asitlik yüksek çıkabilir ve işleme sırasında hiçbir sorun yaratmaz.

Bu gibi durumlarda asitlik hakkında kesin bir bilgi sahibi olmak için pH değerin tespit edilmesi gerekir.



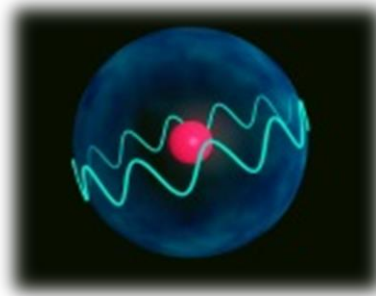
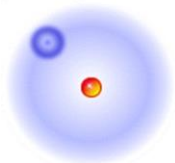
pH Yöntemi

Süt teknolojisinde pH ölçümü asitliđin gelişebileceđi her durumda tespit edilmelidir.

Çünkü pH değeri ürünün kalitesi ve randımanı hakkında çok değeri veriri.

Yeni sađılmış sađlıklı inek sütünün pH değeri 6.6- 6.8 arasındadır.

Hydrogen Atom



Her ne kadar arada 0.2 gibi küçük bir fark görünse de hidrojen iyonlarının aktivitesi açısından bu fark çok önemlidir. Yeni sağılan sütün pH değeri 6.8'in üzerinde ise, mastitis hastalığına veya nötralize edici madde katıldığından şüphelenmek gerekir.

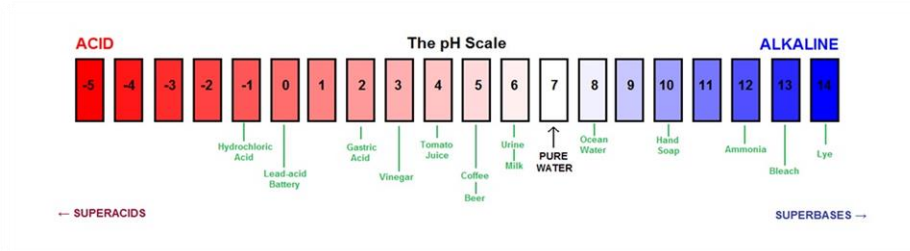


Sodyum bi karbonat



kostik

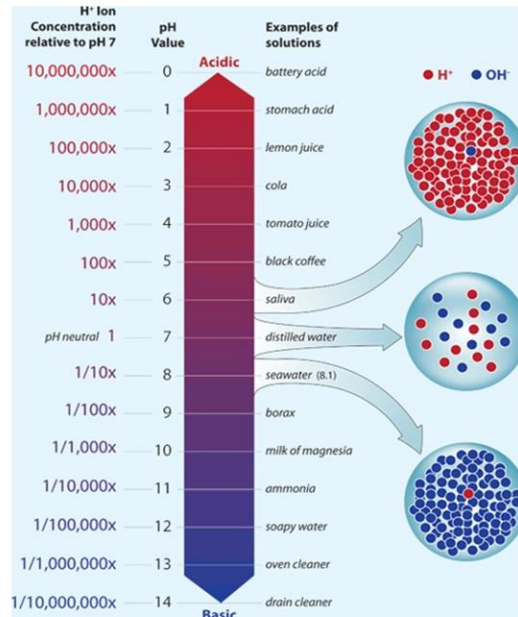
Eğer pH değeri 6.5'den küçükse ağız sütü olduğundan şüphe edilir veya aşırı derecede asitlik artışı olmuştur ve işletmede sorun yaratacak demektir.



https://www.youtube.com/watch?v=0TDBBZ4d__c&t=8s

<https://www.youtube.com/watch?v=P1wRXTI2L3I>

<https://www.youtube.com/watch?v=u33-uMC5CzQ>





Sütte Toplam Kurumadde Tayini



ETÜVDE KURUMADDE TAYİNİ

ALET ve EKİPMAN

- Hassas terazi (0,001g)
- Desikatör, mavi silikajel bulunan
- Kurutma dolabı (etüv) $105 \pm 2^\circ\text{C}$
- Metal kurutma kapları (nikel kap), çapı 6-8 cm, yüksekliği 2cm kapaklı
- Su banyosu
- Tahta maşa





YAPILIŐI

Kurutulmuő metal kapları kapakları ile birlikte desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulur ve tartılır (G_1 (dara))

Pipetle 3ml süt , metal kaplara alınır. Kapağı kapatılır ve birlikte tartılır (G_2 (süt+dara))

Kaplar önce 30 dakika su banyosunda tutulur ve sonra 2-3 saat kurutma dolabında tutulur ($105\pm 2^\circ\text{C}$). Bu arada kapak kurutma dolabının yanına konulur.

Kapağı kapalı vaziyette desikatöre alınır, soğutulur ve tartılır (G_3 (son tartım))

Kurutmaya tekrar bir saat devam edilir. Son iki tartım arasındaki fark 0,5mg (0,05 gram)'dan fazla değilse hesaplama yapılır.

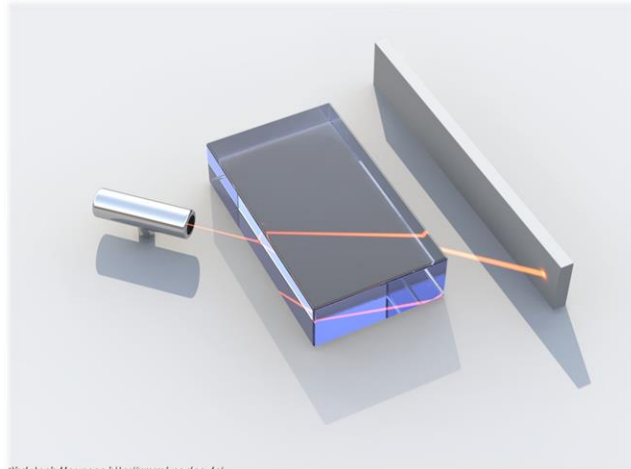
$$\text{Kurumadde \%} = \frac{(G_3 - G_1)}{(G_2 - G_1)} \times 100$$

<https://www.youtube.com/watch?v=Lt9cY0KLW1Y>

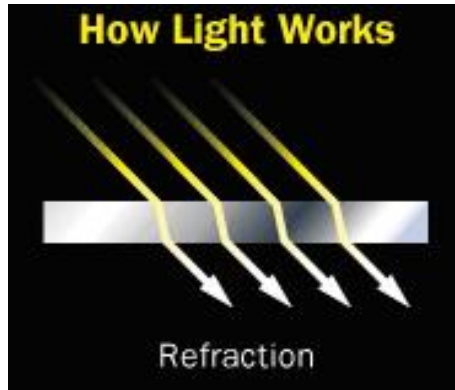
<https://www.youtube.com/watch?v=DtSH8n1jbyM&t=380s>

REFRAKTOMETRE İLE KURUMADDE TAYİNİ

Bir ışık huzmesi belirli bir açı ile optik yoğunluğu zayıf olan bir ortamdan optik yoğunluğu fazla olan bir ortama geçtiğinde tam sınırdaki kırılır.



©Bilimsel Yorumlar İhtisaslı Bilimsel Araştırma



Refraktometre indisi, belirli bir sıcaklık derecesinde ve belirli bir dalga boyunda çözeltilerin ışık kırma gücünü belirten bir değer olup sodyum ışık doğrultusunun giriş ve kırılış açılarının sinüslerinin oranıdır.

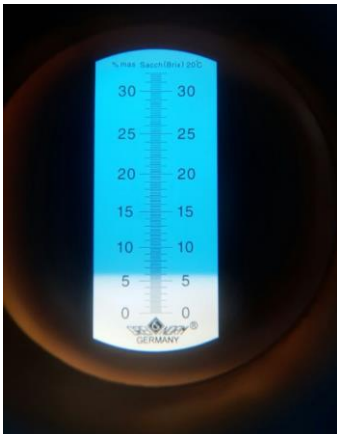
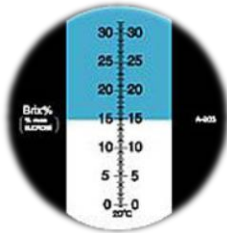
Süt, bileşimindeki yağ ve protein nedeniyle ışığı geçirmez. Yağ globülleri ışığı büyük ölçüde geri yansıtır.

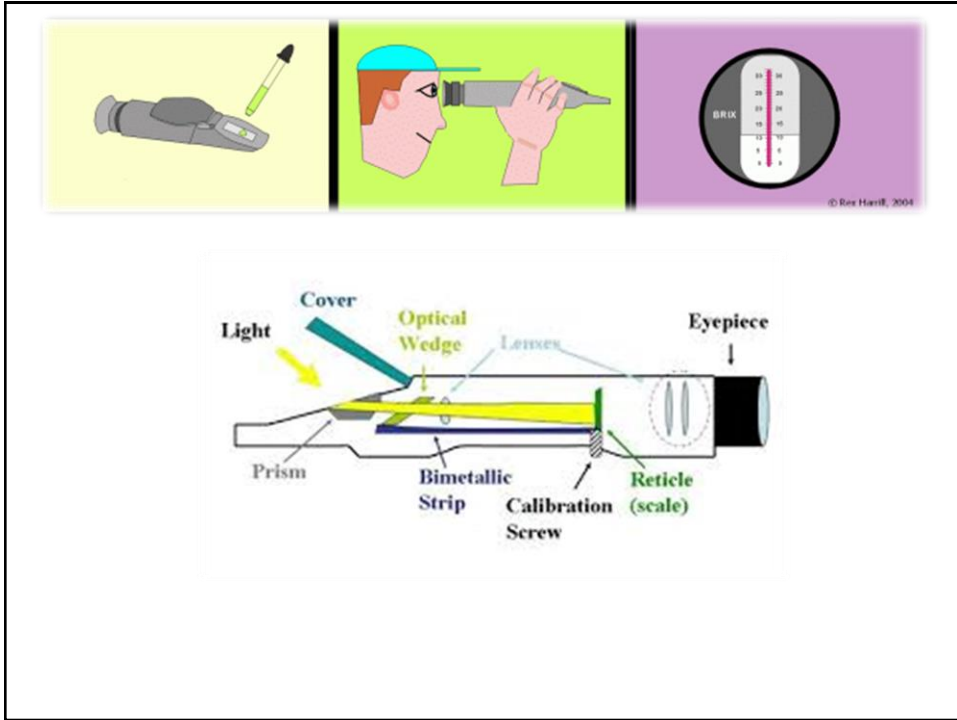
Bu nedenle refraktometre indisi ölçülmeden önce yağın alınması gerekir. Yağı alınmış yani yağsız sütün refraktometrik indisi 1.3440-1.3480 arasında değişir.

Refraktometre indisinden faydalanarak;

- Süte katılan su miktarı
- Yağsız sütün kurumaddesi
- Süt serumunun laktoz miktarı
- Süt yağının kırılma indisi ve
- İyot sayısı belirlenebilir.

Sütün refraktometre indisi skalası %1-40 arası kuru maddeyi gösteren el refraktometresi ile ölçülebilir. Burada görülen kurumadde yağsız kuru maddedir ve homojenize edilmiş sütte ölçüm yapılır ise yanlış sonuç gösterir.





DONMA NOKTASI TAYİNİ İLE KURUMADDE TAYİNİ

Donma ve kaynama noktası, sütün en sabit fiziko-kimyasal özelliklerindendir.

Bu değerleri, sütün içerisinde gerçek bir çözelti durumunda alan laktoz ve sütün tuzları etkiler.

Çeşitli hayvan ırkları söz konusu edildiğinde sütün donma noktası -0.530°C ile -0.550°C arasında değişir.

Normal bir inek sütünün donma noktası -0.540°C olarak kabul edilir.



Sütün donma noktası, sütteki gerçek çözelti halindeki laktoz ve süt tuzlarının konsantrasyonuna bağlı olduğundan, bu konsantrasyonun değişip değişmediği donma noktası tayini ile tespit edilebilir. Laktoz ve süt tuzları konsantrasyonu;

- a) Süte su katıldığı zaman,
- b) Süte nötralize edici maddeler ilave edildiği takdirde,
- c) Biyokimyasal yollarla laktozun parçalanması durumunda değişir.



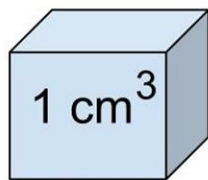
İlave edilen maddelerin sütün donma noktasına etkisi aşağıdaki tabloda görülmektedir.

DONMA NOKTASI		
0,00°C	Suyun donma noktası	
-0,480°C	Hile yapılmış süt	Sulandırılmış süt
-0,540°C	Sütün donma noktası	Herhangi bir katkı yok
-0,630°C	Hile yapılmış süt	Süte yapancı tuzlar katılmış Örn. nötralize edici madde

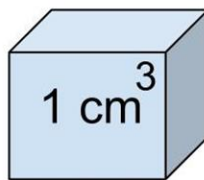
YOĞUNLUK ANALİZİ İLE KURUMADDE TAYİNİ

Yoğunluk; belirli bir hacmin ağırlık olarak ifadesidir.

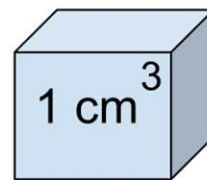
Değişik maddelerin karşılaştırılması veya herhangi bir maddede farklı koşullarda meydana gelen değişikliği belirlemek amacıyla kullanılır.



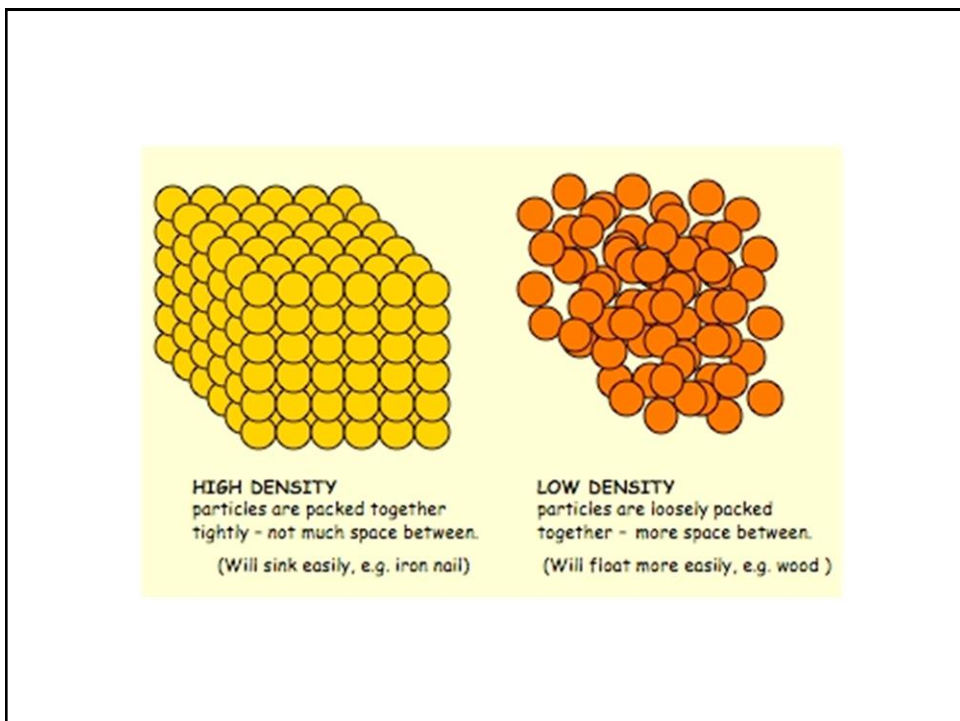
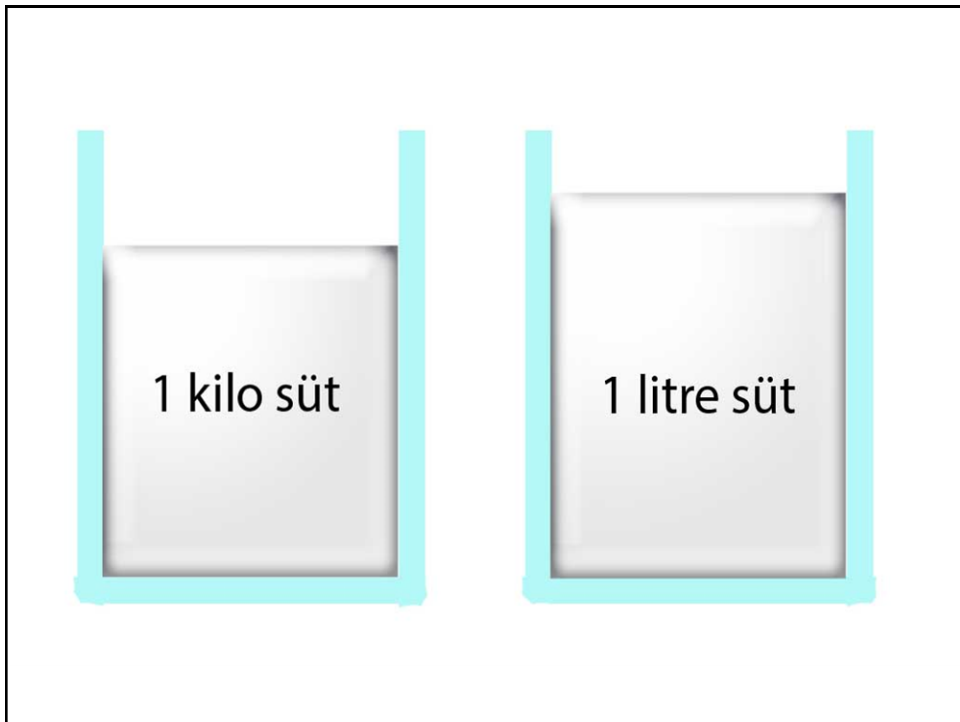
Foam
0.03g



Diamond
3.5g



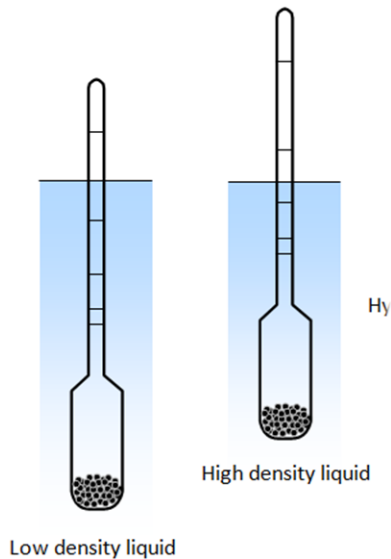
Iron
7.8g



Sıvıların hacimleri, sıcaklık değişimlerinden etkilendikleri için yoğunluk tayini genellikle 20°C veya 15.6°C'de yapılır.

Sütün yoğunluğu, bileşiminde yer alan tüm maddelerin etkisi ile değişiklik gösterir. Bu nedenle yoğunluk oldukça değişkendir. Sütün yoğunluğu, bileşimine bağlı olarak (20°C de) 1.027 g/ml ile 1.035 g/ml arasında değişir.

Yağ miktarının artması ile yoğunluk düşer, azalması ile yükselir. Sütte protein, laktoz ve mineral madde miktarının artması ile yoğunluk artar. sıcaklık artışı da yoğunluğun düşmesine neden olur.



Süt için öngörülen laktodansimetrelerde 1.020-1.045 g/ml yoğunluk aralığı mevcut olup, pratik olması için baştaki 1.0 atılmıştır.



Örneğin; laktodansimetre 29.5 değerini gösterdiğinde, bu sütün yoğunluğu $\rho=1.0295 \text{ g/ml}$ demektir.



Normal olarak ölçümün 20°C de yapılması gerekir.
Ancak bunun en fazla 5°C altında veya üstünde bir derecede ölçüm yapılabilir.

Bu taktirde bir düzeltme yapılması gerekir.

Sıcaklık yüksek olduğunda her 1°C için 0.2 LD ilave edilir.

Düşük olduğu durumda her 1°C için 0.2 LD çıkartılır.

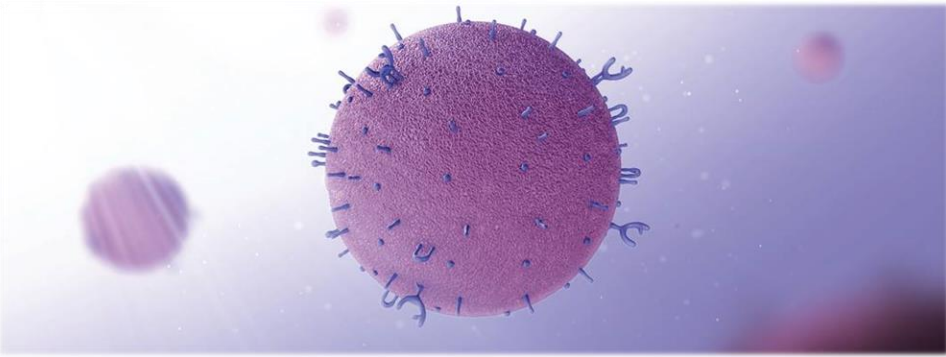
Örneğin;

Okunan LD	=	32.0	
Sütün sıcaklığı	=	18°C	
Öngörülen sıcaklık	=	20°C	
Fark	=	-2°C	
Düzeltilme Faktörü	=	-2 x 0.2	= -0.4
Düzeltilmiş LD	=	32.0 - 0.4	= 31.6





Sütte Yağ Tayini

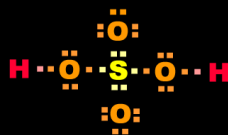


GEREKLİ KİMYASALLAR

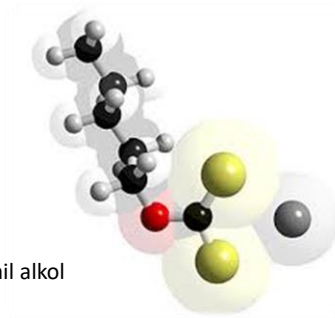
- Ticari H_2SO_4 (sülfirik asit) ($d=1,816 \text{ gr/ml}$)
- Amil alkol ($d=0,811 \text{ gr/ml}$)



Sulfuric Acid Molecule: H_2SO_4



Amil alkol





YAPILIŞI

Bütirometre içerisine sırasıyla 10ml H_2SO_4 , 11ml süt ve 1ml amil alkol konur (süt ölçümünden önce $40^{\circ}C$ 'ye kadar ısıtılıp dikkatlice karıştırılır) tıpası kapatılır .



Bütirometre



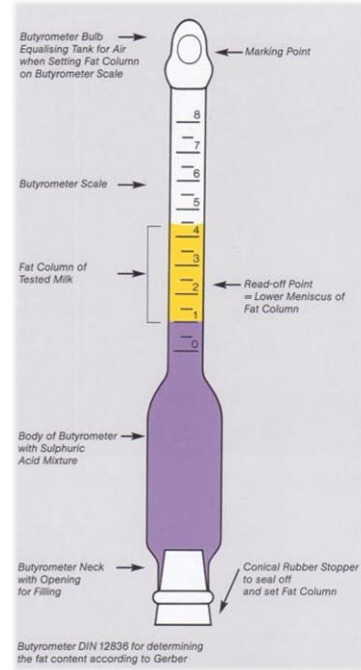
Asit, bütirometrenin dar kısmında kaldığından bütirometre alt üst edilerek asidin sütü yakması sağlanır. Bu işleme sütün rengi tamamen kahverengiye dönene kadar devam edilir. Böylece yağ serbest hale geçer.



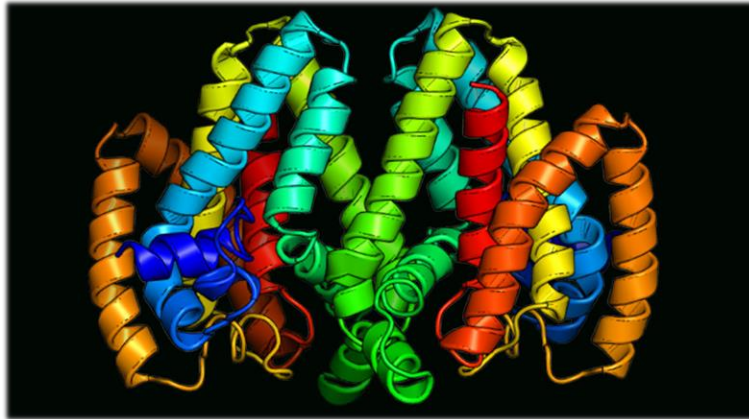
Bütirometre 1200 devir/dakika hızla çalışan santrifüjde 5 dakika santrifüj edilir



Okuma yapmadan önce su
banyosunda 65-70°C'de bekletilir.
Sonra okuma yapılır.

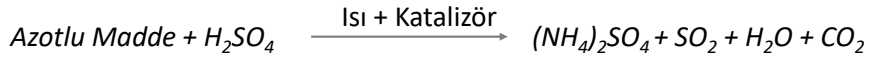


Sütte Azotlu Maddeler Miktarı Tayini



KJELDAHL YÖNTEMİYLE TOPLAM PROTEİN MİKTARI TAYİNİ

Yöntemin İlkesi: Sütün bileşimindeki azot, katalizör ve sülfürik asit varlığında amonyağa dönüştürülür ve amonyak, amonyum sülfat olarak tutulur.



Tüpe ilave edilen NaOH amonyağı, amonyum sülfattan ayırır ve destilasyon yardımıyla ayrılan amonyak, borik asitle amonyum borat olarak tutulur.



Sonuçta; amonyum borat hidroklorik asitle titre edilerek, azot ve buradan örnekteki protein miktarı hesaplanır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Genel laboratuvar araç ve gereçleri
- Analitik terazi 0,1 mg duyarlılıkta
- Büret
- Pipet
- Erlen
- Kjeltex Protein tayin cihazı: Yakma ünitesi, destilasyon ünitesi, tüpleri ve tüm diğer parçaları ile birlikte



Kjeltex Protein tayin cihazı

Ayıraç ve çözeltiler

- Derişik Sülfürik Asit (H_2SO_4): Azotsuz %98'lik
- Katalizör:
 - 1 kg susuz Na_2SO_4
 - 30 g $Cu_2SO_4 \cdot 5H_2O$
 - 15 g saf selen (azotsuz)
- %40'lık NaOH Çözeltisi:
 - 1 litre damıtık suya 400 g NaOH hesabıyla arzu edilen miktarda hazırlanır.
- Borik asit çözeltisi (%4'lük):
 - 2 litre damıtık su behere konur ve bek alevinde kaynatılır.
 - 80 g borik asit tartılır ve 2 litrelik balon jojeye konur, üzerine kaynamış sudan, henüz sıcak olarak ilave edilerek çözünmesi sağlanır. Yaklaşık 1,5 litre su ile çözünmelidir.
 - İyice çözüldükten sonra 200 ml daha sıcak su ilave edilir ve iyice karıştırılır. Soğumaya bırakılır.

- Oda sıcaklığına gediği zaman, üzerine 20 ml %0,1'lik brom kresol yeşil çözeltisi ve 14 ml %0,1'lik metil kırmızısı çözeltisi ilave edilir ve karıştırılır.
- Balon joje damıtık su ile 2 litreye tamamlanır.
- Faktörlü 0,1 N HCl Çözeltisi

Örneğin Hazırlanması

- Analize başlamadan önce süt numunesi $20 \pm 2^\circ C$ 'ye ısıtılır ve özenle karıştırılır.
- Eğer yağ yeksenak bir dağılım göstermiyorsa, numune yavaş yavaş $40^\circ C$ 'ye ısıtılır, karıştırılır ve sonra $20 \pm 2^\circ C$ 'ye soğutulur.

Yakma İşlemi

- Yakma tüpü içerisine 5 gram civarında (1 gram duyarlıkta tam olarak tartılmalı) süt tartılır. Yakma tüpünün kuru ve temiz olmasına dikkat edilmelidir.
- Örnek konmuş her tüp içerisine 10 gram (yaklaşık 2 spatül) katalizör ve yaklaşık 13 ml derişik H_2SO_4 ilave edilir ve dikkatlice karıştırılır.
- Tüpler yakma cihazına yerleştirilir. Egsoz başlığı üzerlerine kapatılır ve cihaz açılır. Bu arada, çeker ocak altında, musluğa bağlı su trompu açılarak gazların ortamdan uzaklaşması sağlanır. Örnek sıvı olduğu için; $430^{\circ}C$ maksimum sıcaklığa kademeli olarak yükseltilir. Yakma işlemine berrak yeşil bir renk oluşuncaya kadar devam edilir. Berrak renk meydana geldikten sonra yaklaşık 30 dakika kadar daha yakma işlemine devam edilmelidir.



Yakma ünitesi

Distilasyon İşlemi

Distilasyon ünitesi 3 kısımdan oluşmuştur:

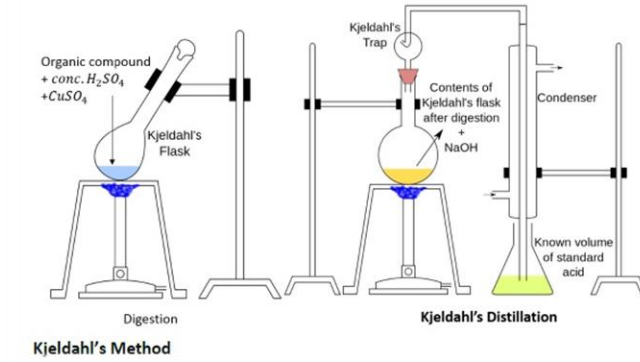
1. Buhar jeneratörü
 2. Buhar jeneratörünü besleyen su besleyicisi ve
 3. Soğutucu
- Yakma tüpündeki örnek yeterince soğutulduktan sonra, üzerine 50 ml damıtık su konur. Örnek tüpü distilasyon ünitesine alınarak, bunların geldiği sol tarafa yerleştirilir.
 - Distilasyon ünitesinin sağ tarafına, yani distilatın toplanacağı tarafa, içine 25 ml borik asit çözeltisi konmuş 250 ml'lik erlen yerleştirilir.
 - Distilasyon ünitesi açılır. Buhar hazır hale geldikten sonra, distilasyon işlemine başlanır. Bu arada cihaz, otomatik olarak yaklaşık 50 ml %40'lık sodyum hidroksiti tüp içerisine pompalar.
 - Titrasyon için yeterli miktarda distilat toplanması amacıyla, cihaz önceden 300-350 saniye ayarlanır.



Destilasyon cihazı ve yakma ünitesi

Titrasyonun Yapılması

- Toplanan destilat, faktörü belirlenen 0,1 N HCl ile titre edilir.
- Titrasyon bitiş noktası 2 aşamada belirlenir. Birinci aşamada, renk yeşilden gri-mora döner. Daha sonra birkaç damla daha HCl ilave edilerek borik asidin tipik gri-leylak rengi görülünceye kadar titrasyona dikkatli bir şekilde devam edilir ve harcanan miktar belirlenir.



Tanık Deney

Süt örneği konulmadan, azot analizinde kullanılan tüm çözeltiler ile bir tanık deney yapılarak, titrasyonda harcanan miktar kaydedilir.



Sonucun Hesaplanması

1 ml 0,1 N HCl 1,4008 mg (~0,0014 gram) azota karşılık geldiğine göre, azot miktarının hesaplanması için aşağıdaki eşitlik kullanılabilir:

$$\% \text{ Azot} = \frac{(S - S_{\text{tanık}}) \times F \times 0,0014 \times 100}{\text{Örnek Miktarı (gram)}}$$

Burada;

S = Titrasyonda harcanan 0,1N HCl miktarı (ml)

F = HCl çözeltisinin faktörü

Bulunan değer 6,38 faktörü ile çarpılırsa sütün protein oranı belirlenmiş olur. Ancak daha sağlıklı saptamalar söz konusu olduğunda, sütün protein niteliğinde olmayan azotlu maddelerinin de belirlenmesi gerekir. Bu durumda hesaplama aşağıdaki gibidir.

Toplam protein % = 6,38 x (% azot miktarı - % protein olmayan azot)

Sonucun Duyarlılığı

Paralel tayinler arasındaki en yüksek sapma %0,005 azottan veya %0,04 proteinden daha büyük olmamalıdır.

**FORMAL TİTRASYON YÖNTEMİYLE TOPLAM PROTEİN MİKTARI TAYİNİ****Yöntemin Amacı**

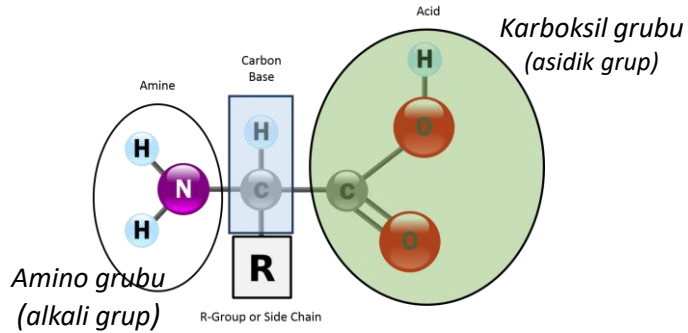
Kjeldahl yöntemi ile protein tayini uzun süre aldığı için daha kısa sürede protein miktarını belirlemek amacıyla kullanılır.

Kullanım Alanı

Genellikle peynir üretimi sırasında protein miktarının belirlenmesinde çabuk sonuç verdiği için yararlanılan bir yöntemdir. Harmanlanmış tank sütlerinde iyi sonuç verir.

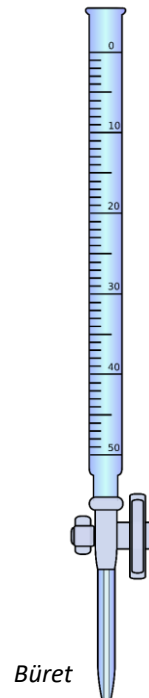
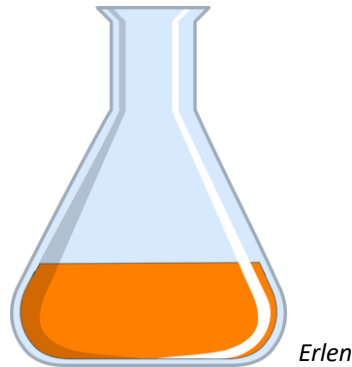
Yöntemin İlkesi:

Süte formalin ilave edildiği zaman, formalin süt proteininin serbest amino gruplarını bağlar, böylece protein yan gruplarının asit kalıntıları yani karboksil grupları serbest hale geçer. Eğer daha önce taze sütün asitliği tam olarak nötralize edilmiş ise formalin ilavesiyle tespit edilen asitlik artışı, sütün protein miktarı hakkında bir ölçü olarak kabul edilir. Bu asit N/7'lik NaOH (0,143N) ile titre edilerek, protein miktarı yüzde olarak belirlenir.



Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Büret : 0,143N NaOH için
- Beher: 250 ml'lik
- Pipet: 1 ve 25 ml'lik
- Erlen



Ayıraç ve çözeltiler

- Potasyum Oksalat ($K_2C_2O_4 \cdot H_2O$) Çözeltisi: 28 gram nötral potasyum oksalat bir miktar damıtık su içerisinde çözündürüldükten sonra 100 ml'ye tamamlanır.
- Fenolftalein Çözeltisi: Alkolde hazırlanan %2'lik
- 0,143 N Sodyum Hidroksit Çözeltisi: 400 ml N/4'lük sodyum hidroksit çözeltisi damıtık su ile 700 ml'ye tamamlanır.
- Formaldehit (CH_2O) Çözeltisi: %35-40'luk fenolftalein indikatörü ile tam olarak nötralize edilmelidir.
- Formaldehit Çözeltisinin Nötürlenmesi: Bir erlenmayere konulan bir miktar formalin fenolftalein indikatörü yardımıyla, hafif pembe renk oluşuncaya kadar sodyum hidroksit çözeltisi ile titre edilir. 100 ml formalin çözeltisi için 0,5 ml fenolftalein hesaplanmalıdır.

Örneğin Hazırlanması

- Analize başlamadan önce süt numunesi $20 \pm 2^\circ C$ 'ye ısıtılır ve özenle karıştırılır.
- Eğer yağ homojen bir dağılım göstermiyorsa, numune yavaş yavaş $40^\circ C$ 'ye ısıtılır, karıştırılır ve sonra $20 \pm 2^\circ C$ 'ye soğutulur.

İşlem

- Standart renk çözeltisi (Karşılaştırma Çözeltisi): Bir erlen içerisinde 25 ml süt örneği, üzerine 1 ml potasyum oksalat ve 0,5 ml kobalt sülfat ilave edilir ve iyice karıştırılır (No:1). Potasyum oksalat, kalsiyumun, kalsiyum oksalat halinde çökmesini sağlar. Böylece renk dönüm noktasını belirlemek daha kolay olur. 1 nolu erlen, renk karşılaştırma çözeltisi olarak kullanılır ve 3 saatte bir yenilenmelidir.
- Bir erlen içerisinde bir pipet yardımıyla 25 ml süt örneğinden konulur (No:2)
- Üzerine 1 ml potasyum oksalat çözeltisinden ve 0,25 ml fenolftalein ilave edilir ve iyice karıştırılır.
- Erlenindeki süt örneği sodyum hidroksit ile renk tonu standart renk çözeltisi esas alınarak titre edilir. Titrasyon işleminin 15-40 saniye içerisinde tamamlanması gerekir. Yapılan birinci titrasyon ile örneğin asitliği giderilmiş olur.
- Daha önce nötralize edilen formaldehit çözeltisinden bir pipet yardımıyla 5 ml erlen içerisinde ilave edilir ve karıştırılır.
- Örnek bekletilmeden 0,143 N NaOH ile standart renk çözeltisinin renk tonuna kadar titre edilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

- Yapılan birinci titrasyon değeri sütün tazeliği hakkında bilgi verir. Sonucun 1,70'in üzerinde çıkması sütün asitliğinin artmış olduğunu gösterir.
- İkinci titrasyonla protein oranı belirlenmiş olur. Sarf edilen miktar ml olarak büretten okunur. Okunan değer doğrudan protein miktarını yüzde olarak verir.

Sonucun Duyarlılığı

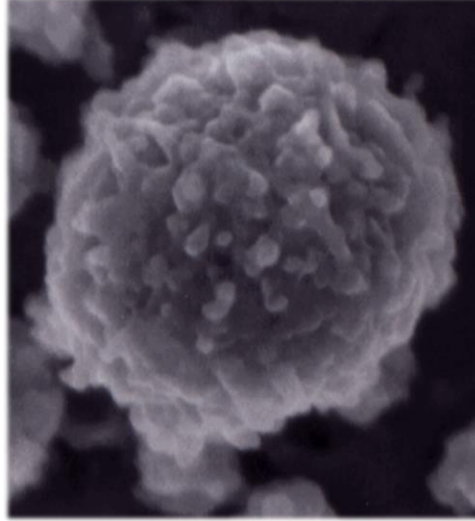
Bu yöntem taze sütte uygulandığı zaman doğruya yakın sonuç alınmasına karşın asitliği artmış sütlerde yapıldığı takdirde normalden daha yüksek bir sonuç vermektedir. Ayrıca bu yöntemle elde edilen sonuca göre biraz daha düşük çıkmaktadır. Çünkü Kjeldahl yöntemi ile azot miktarı belirlenirken protein olmayan azotlu maddelerdeki azot (NPN) birlikte tespit edilmektedir.

Formol titrasyon yöntemi ile belirlenen protein değeriyle Kjeldahl yöntemi sonucu elde edilen değer arasındaki fark, laktasyonun başında ve sonunda daha fazla olur. Kolostrumda formal titrasyon yöntemiyle daha yüksek bir değer elde edilmektedir.

Öneriler

Formalinle konserve edilen süt örneklerinde formal titrasyon yöntemi uygulanamaz. Potasyum kromat kullanılan örneklerde de reaksiyon etkilenebilir.

Sütte Kazein Miktarı Tayini



Tanım: Kazein miktarı; sütün toplam proteininin pH 4,6'da çöken kısmının ağırlık olarak yüzdesidir.

Kullanım Alanı: Bu yöntem normal bileşimdeki taze sütte ve formaldehit ile konserve edilen sütlerde kullanılabilir.

Yöntemin İlkesi: Analizi istenen süt örneğinde toplam azot, Kjeldahl yöntemi ile tayin edilir. Aynı süt örneğinde kazein, asetik asit-asetat çözeltisi yardımıyla çöktürülür ve filtre edilerek, filtratta azot tayini yapılır. Kazein miktarı her iki azotlu maddeler farkından yararlanılarak hesaplanır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Pipet; 0,5 ml, 1 ml, 10 ml
- Mezur; 100 ml
- Balon joje; 100 ml
- Katlı filtre kağıdı; 11-12,5 cm çapında
- Huni

**Ayırarç ve çözeltiler**

- Asetik asit çözeltisi; %10'luk
- Sodyum asetat çözeltisi; 1 N

Örneğin Hazırlanması

- Analize başlamadan önce süt numunesi $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ısıtılır ve özenle karıştırılır.
- Eğer yağ homojen bir dağılım göstermiyorsa numune yavaş yavaş 40°C 'ye ısıtılır, karıştırılır ve sonra $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulur.

İşlem

- Daha önce belirtildiği şekilde Kjeldahl yöntemi ile örnekteki toplam azot (TN) miktarı belirlenir.
- 10 ml süt alınarak 100 ml'lik balon jojeye tam olarak tartılır.

Kazeinin Çöktürülmesi

- Balon içerisine mezür ile 75 ml 40°C'ye ayarlanmış damıtık su ve 1 ml asetik asit çözeltisi ilave edilir ve iyice karıştırılır.
- 10 dakika sonra balona 1 ml sodyum asetat çözeltisi ilave edilir ve tekrar karıştırılır.
- Balon içeriği 20°C'ye soğutulur, damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanır ve iyice karıştırılır.
- Çözelti dibe oturduktan sonra, kuru katlı bir filtre kağıdından kuru bir balona süzülür ve berrak filtrattan 50 ml alınarak, Kjeldahl yöntemine göre kazein olmayan azot (NCN) miktarı tayin edilir.

**Tanık Deney**

Toplam azot tayini sırasında yapılan tanık deneye ilave olarak bir tanık deney daha yapılması gerekir.

Kazein tayininde; 50 ml damıtık su, 0,5 ml asetik asit çözeltisi ve 0,5 ml sodyum asetat çözeltisi ile bir tanık deney yapılır.

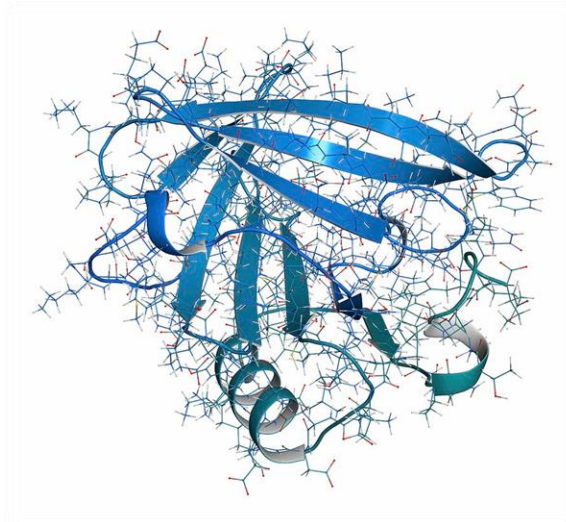


Sonucun Hesaplanması

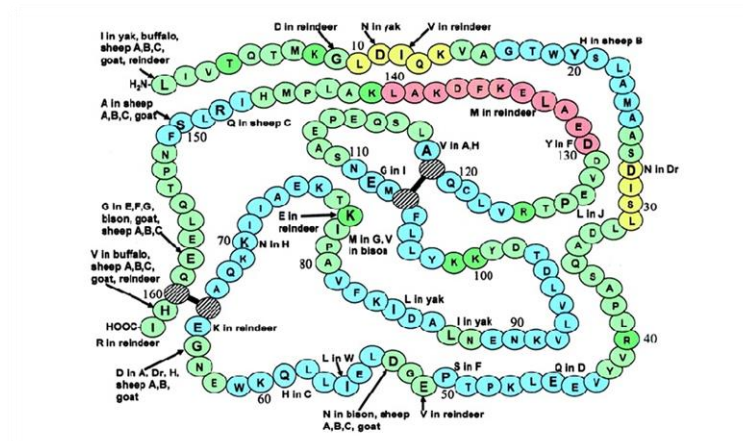
Sütte belirlenen toplam azot miktarı ile filtratta belirlenen kazein olmayan azot (NCN) miktarı, virgülden sonra üçüncü basamağa kadar ağırlık yüzdesi olarak hesaplanır. Yağlı sütlerin kazein olmayan azot (NCN) değeri, çözelti hacminden dolayı 0,994 faktörü ile çarpılır. Elde edilen sonuç toplam azot (TN) miktarından çıkarılır ve 6,38 faktörü ile çarpılarak kazein miktarı hesaplanır.

$$\text{Kazein (\%)} = 6,38 (TN - NCN)$$

Paraleller arasındaki fark en fazla %0,04 olabilir.

**Sütte Serum Proteinleri
Miktarı Tayini**

Kullanım Alanı: Kazein tayininde elde edilen filtratta yapılır. Peynir üretiminde (*Yüksek ısıl işlem görmemiş sütten yapılan peynirler*) arta kalan peynir suyu filtre edilip peynir parçaları ayrıldıktan sonraki peynir suyunda da yapılabilir.



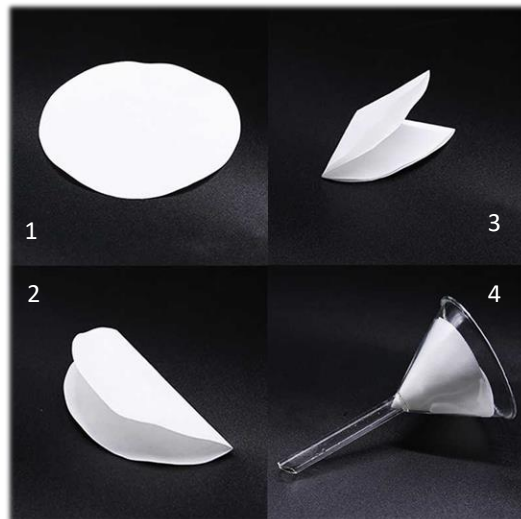
β -Laktoglobulin

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Erlen
- Pipet
- Katlı filtre kağıdı (azotsuz)

Ayıraç ve çözeltiler

- Trikloroasetikası; %48'lik



Filtre kağıdı ve katlanma sırası

İşlem

- Örnek (kazein tayininden elde edilen filtrat veya peynir üretiminden arta kalan peynir suyundan 10 ml alınır) yaklaşık 30°C'ye getirildikten sonra %48'lik trikloroasetik asit damlatılarak ve ardından dikkatlice karıştırılarak serum proteinlerinin çökmesi sağlanır.
- Daha fazla pıhtılaşmanın olmadığı anlaşıncaya çökeltinin dibine çökmesi için bir süre beklenir.
- Serum proteinlerinin tamamen çöküp çökmediğini kontrol etmek amacıyla birkaç damla daha trikloroasetik asit damlatılır ve durum izlenir.
- Serum proteinlerinin tamamının çöktüğü anlaşıldıktan sonra erlen içeriği su ile ıslatılmış ve azottan arındırılmış katlı filtre kağıdından bir erlene süzülür.
- Akan filtrat asitten arınana kadar damıtık su ile yıkanır (pH≈6,5)
- Filtre kağıdı üzerinde kalan çökelti filtre kağıdı ile birlikte Kjeldahl yakma tüpüne konarak Kjeldahl yöntemi ile azot tayini yapılır.

Sonucun Hesaplanması

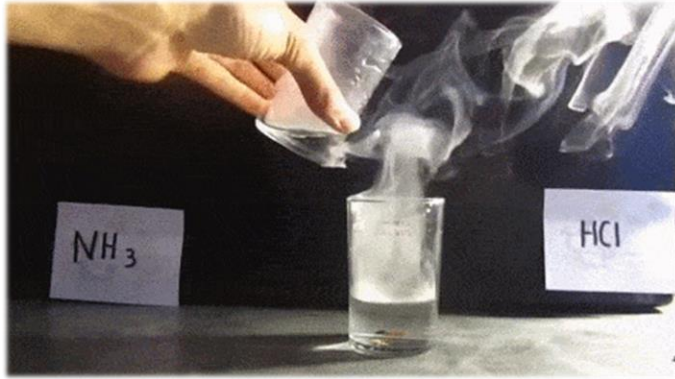
Hesaplanan azot miktarı 6,38 faktörü ile çarpılarak örnekte serum proteinleri miktarı bulunur. Analizde kullanılan miktar göz önünde tutularak serum proteinleri miktarı % olarak hesaplanır.

Albümin (%14,3)

Globülin (%1,9)

Proteoz (%2,8)

Sütte Protein Olmayan Azotlu Maddeler (NPN) Miktarı Tayini



Amonyak (NH₃)

Tanım: Sütün kazeine ve serum proteinlerine bağlı azotun toplam azottan çıkarılması sonucu geriye kalan azot miktarıdır.

SÜTTEKİ PROTEİN OLMAYAN AZOTLU MADDELER (%0,03)

Amonyak

Nitrat

Üre

Serbest aminoasitler

Kreatin

Kolin

Ürik asit

Fosfatitler

İşlem

- Süt örneğinin kazein azotu ve serum proteinleri ve serum proteinleri azotu belirlenmiş ise bunların toplamı, toplam azot miktarından çıkarılarak protein olmayan azot miktarı yüzde olarak hesaplanır. Eğer bu tayinler daha önce yapılmadı ise, aşağıda belirtilen yöntemle protein olmayan azot miktarı tayin edilir.
- 100 ml'lik balon jojeye 25 ml süt örneği tam olarak tartılarak konur.
- Süt örneği 50 ml damıtık su ile seyreltilir.
- «Serum Proteinleri Miktarı Tayini» Yönteminde belirtildiği şekilde %48'lik triklorasetik asit ile proteinler çöktürülür.
- Balon 100 ml'ye tamamlanır ve katlı filtre kağıdından süzülür.
- Filtrattan 25 ml alınarak Kjeldahl yöntemi ile azot miktarı belirlenir.

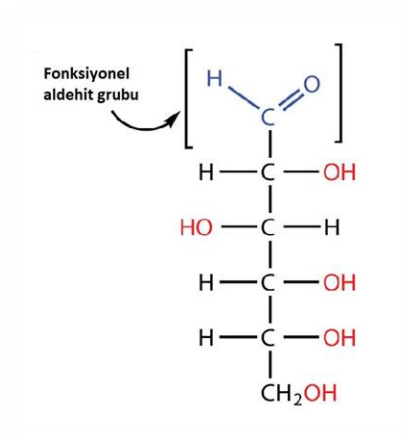
Sonucun Hesaplanması

Normal bileşimde ve yeni sağılmış bir sütün protein olmayan azot (NPN) miktarı yaklaşık %0,03 kadardır.

Sütte Laktoz Miktarı Tayini



Yöntemin İlkesi: Laktoz molekülünün aldehit grubu, alkali bakır-II kompleks çözeltisindeki bakır II iyonlarını bakır-I iyonlarına indirgeme özelliğine sahiptir. Meydana gelen kırmızı-kahverengi bakır-I-oksit (Cu_2O) çökeltisi filtre edilerek ayrılır. Çökelti kurutulur tartılır ve buna karşılık gelen laktoz miktarı çizelgelerden yararlanılarak belirlenir.



Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Porselen filtre (Goch krozesi): (Schot 15 a G4)
- Beher
- Pipet; 2 ve 25 ml
- Ölçülü balon; 100 ml'lik
- Etüv; 105°C'ye ayarlanabilen
- Desikatör
- Hassas terazi
- Katlı filtre kağıdı
- Huni



Goch krozesi

Ayıraç ve çözeltiler

- Carrez I Çözeltisi; 150 gram potasyum ferrosiyanür, yani potasyum hekza siyanoferrat (II) $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ damıtık suda çözülerek litreye tamamlanır.
- Carrez II çözeltisi; 300 gram çinkosülfat ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) damıtık suda çözülerek litreye tamamlanır.
- Sodyum Hidroksit çözeltisi; 0,25 Normal
- Fenolftalein çözeltisi; 2 gram fenolftalein %95'lik 100 ml etil alkolde çözülür.
- Fehling-I çözeltisi; 69,278 gram bakır sülfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) tartılır ve damıtık suda çözündürüldükten sonra litreye tamamlanır. Çözelti katlı bir filtreden süzülerek sıkıca kapanan bir şişede muhafaza edilir.
- Fehling-II çözeltisi; 346 gram sodyum-potasyum tartarat ($C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$) ve 103,2 gram sodyum hidroksit ayrı ayrı tartılıp damıtık suda çözündürüldükten sonra birleştirilip litreye tamamlanır. İki gün kendi halinde bırakıldıktan sonra filtre edilir ve bir şişede muhafaza edilir. Sodyum-potasyum tartarat çoğu zaman «Seignet tuzu» yada «Rohelle tuzu» olarak anılır.
- Etil alkol; %96'lık
- Dietil eter

Not:

- *Hazırlanan Fehling-I ve Fehling-II çözeltileri ayrı ayrı muhafaza edilir. Titrasyondan hemen önce ihtiyaç kadar eşit oranda karıştırılır ve kullanılır.*
- *Fehling-I çok dayanıklı bir çözeltilidir. Ancak Fehling-II sadece 1-2 ay muhafaza edilebilir. Yenilenmelidir. Aksi halde analizde düşük sonuç alınır.*



Örneğin Hazırlanması

- Analize başlamadan önce süt numunesi $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ısıtılır ve özenle karıştırılır.
- Eğer yağ yeksenak bir dağılım göstermiyorsa numune yavaş yavaş 40°C 'ye ısıtılır, karıştırılır ve sonra $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulur.

Porselen filtrenin hazırlanması

- Porselen filtre yarı yarıya seyreltilmiş nitrik asitle (HNO_3) temizlenir, önce su ile ve sonra az miktarda alkol ile iyice yıkanır.
- 105°C 'ye ayarlanmış etüvde 20 dakika süreyle kurutulur.
- Desikatörde soğutulduktan sonra tam olarak darası alınır.
- Porselen filtre Cu_2O 'in hızlı filtrasyonu için vakum pompasına veya su trompuna bağlanarak hazır hale getirilir.

İşlem**Örneğin Durultulması**

- Yaklaşık 10 gram süt 100 ml'lik bir balon jøjeye tam olarak tartılır.
- 50 ml kadar damıtık su ile seyreltilir.
- Üzerine 2 ml Carrez-I ve 2 ml Carrez-II çözeltisi ilave edilir.
- Balon içeriğinin çok iyi karıştırılması gerekir.
- Fenolftalein indikatöründen 0,5 ml ilave edilir ve 0,25 N NaOH ile nötrlenir.
- Balon çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanır ve kuru bir filtre kağıdından süzülerek durultma işlemi tamamlanır.

Cu₂O'in Çökeltilmesi İşlemi

- 250 ml'lik beher içerisine 25 ml Fehling-I ve 25 ml Fehling-II çözeltisi ile 60 ml damıtık su konur.
- Isıtıcı üzerinde kaynamaya kadar sabit sıcaklıkta ısıtılır.
- Durultularak hazırlanan filtrattan bir pipet yardımıyla 40 ml kaynayan sıvı üzerine ilave edilir.
- Yeniden kaynamaya başladığı an tespit edilerek 6 dakika süreyle kaynaması devam ettirilir.
- Beher ısıtıcı üzerinden alınır ve çöken Cu₂O daha sıcak iken daha önce hazırlanan ve darası alınan porselen filtreden vakum pompa veya su trompu yardımıyla hızlı bir şekilde süzülerek ayrılır.
- Özellikle vakum pompası kullanılarak yapılan filtrasyonda porselende tutulan Cu₂O'in uzun süre kuru emici hava ile temas etmemesine dikkat edilmelidir.
- Porselen filtrede tutulan kısım, filtre edilen sıvı hacmi kadar damıtık su ile en az 5 kez iyice yıkanarak bütün kimyasal kalıntıların uzaklaştırılması sağlanır. Kimyasal kalıntılar tam olarak uzaklaştırılmadığı takdirde kurutmadan sonra birlikte tartılacağı için yanlış sonuç alınmasına neden olur.

- Daha sonra porselen filtredeki çökelti 10 ml etil alkol ve 10 ml dietil eter ile son kez yıkanır.
- Porselen filtre 105°C'lik etüvde 20 dakika süreyle kurutulur.
- Porselen filtre desikatörde tartım odası sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra tam olarak tartılarak kaydedilir.
- Son tartım ile baştaki boş tartım arasındaki fark örnekteki Cu₂O'in miktarını verir. Bu miktara karşılık gelen laktoz miktarı çizelgeden yararlanılarak belirlenir.

Sonucun Hesaplanması

Bulunan laktoz miktarı, 40 ml fitrata ait olduğu için 2,5 ile çarpılarak tartılan örnekteki laktoz miktarı bulunur ve aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak 100 gram sütteki laktoz miktarı mg olarak hesaplanır.

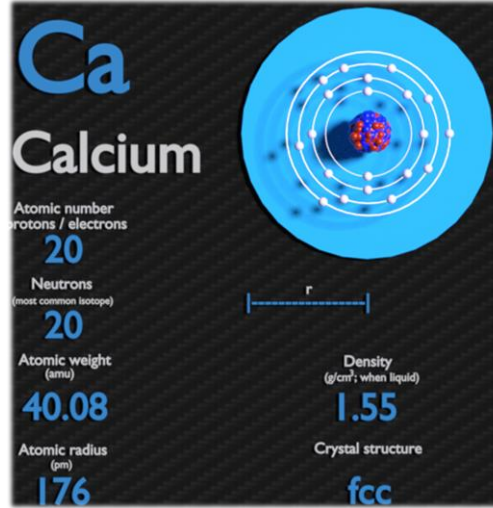
$$\text{Laktoz (mg/100gram)} = \frac{\text{Örnekteki laktoz miktarı (mg)} \times 100}{\text{Tartılan örnek miktarı (gram)}}$$

Elde edilen sonuç, proteinin çöktürülmesi nedeni ile 0,99 faktörü ile çarpılmalıdır.

Tartılan Cu₂O'e Karşılık Laktoz Miktarı Çizelgesinin bir kısmı

Cu ₂ O (mg)	Sakkaroz (mg)	Laktoz (mg)	Cu ₂ O (mg)	Sakkaroz (mg)	Laktoz (mg)	Cu ₂ O (mg)	Sakkaroz (mg)	Laktoz (mg)
10	4,4	5,1	17	7,4	9,7	24	10,5	14,2
11	4,8	5,8	18	7,9	10,3	25	10,9	14,8
12	5,3	6,4	19	8,3	11,0	26	11,3	15,5
13	5,7	7,1	20	8,7	11,6	27	11,8	16,2
14	6,1	7,7	21	9,1	12,3	-----	-----	-----
15	6,6	8,4	22	9,5	12,9	449	212,9	305,2
16	6,9	9,0	23	10,0	13,6	450	213,5	306,0

Sütte Kalsiyum Tayini (Titrimetrik Yöntem)



Yöntemin Amacı: Sütteki kalsiyum miktarını titrimetrik yöntemle belirlemek ve ağırlığın yüzdesi olarak ifade etmektedir.

Kullanım Alanı: Çeşitli tür sütlerin ve süt tozundan elde edilen sütlerin kalsiyum miktarını tayinde kullanılır.

Yöntemin İlkesi: Analize alınan örnekteki proteinli maddeler, trikloroasetik asit ile çöktürülür ve süzdürülür. Filtrat içerisinde kalan kalsiyum, kalsiyum oksalat olarak çöktürülür ve santrifüj yardımıyla ayrılır. Yıkanan ve çözündürülen çökelti, potasyum permanganat ile titre edilerek sonuca ulaşılır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

Genel laboratuvar ekipmanı kullanılmaktadır.

- Büret; 50 ml'lik
- Analitik terazi
- Balon joje; 50 ml
- Santrifüj; 1400 gram radyal ivmeye sahip
- Santrifüj Tüpleri; Altı bombeli silindirik, 20 ml'de çizgisi olan 30 ml kapasiteli
- Pipetler; 2, 5 ve 10 ml'lik
- Kapiler tüplü çekme pipeti
- Kaynayan su banyosu
- Süzgeç kağıdı; Yavaş süzülme için gerekli külsüz kağıt

Ayıraç ve çözeltiler

- Trikloroasetik asit çözeltisi I; 200 gram/litre
- Trikloroasetik asit çözeltisi II; 120 gram/litre
- Amonyum oksalat; Soğuk doymuş çözeltisi
- Asetik asit ; %20'lik (v/v) çözeltisi
- Amonyak çözeltisi I; Eşit hacimde %25'lik (m/m) amonyak çözeltisi su ile karıştırılır.
- Amonyak çözeltisi II; 2 ml %25'lik (m/m) amonyak çözeltisi su ile karıştırılır.
- Sülfürik asit çözeltisi; 20 ml %98'lik (m/m) sülfürik asit çözeltisi 80 ml su ile karıştırılır.

Örneğin Hazırlanması

- Analize başlamadan önce süt veya rekonstitüe süt numunesi $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ısıtılır ve özenle karıştırılır.
- Eğer yağ homojen bir dağılım göstermiyorsa numune yavaş yavaş 40°C 'ye ısıtılır, karıştırılır ve sonra $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulur.

İşlem

- Pipet ile 20 gram test örneği 10 mg hassasiyetle balonjojeye tartılır.

Proteinli maddelerin presipitasyonu:

- 50 ml hacme kadar %20'lik trikloroasetik asit çözeltisi yavaş yavaş eklenir ve balon joje karıştırılır. Birkaç saniye hızla çalkalanır ve 30 dakika beklemeye bırakılır.
- Külden arındırılmış süzgeç kağıdından süzülür, süzüntünün berrak olmasına dikkat edilmelidir.

Kalsiyumun kalsiyum oksalat olarak çöktürülmesi ve oksalatın ayrılması

- Santrifüj tüpüne 5 ml berrak süzüntüden konur, üzerine 5 ml %12'lik 20'lik trikloroasetik asit çözeltisi II, 2 ml amonyum oksalat çözeltisi, 2 damla metil kırmızısının alkoldeki çözeltisi ve 2 damla %20'lik asetik asit çözeltisi eklenir ve karıştırılır.
- Amonyak çözeltisi açık sarı renge kadar yavaş yavaş eklenir.
- Daha sonra pembe renk elde edilinceye kadar birkaç damla %20'lik asetik asit çözeltisi eklenir.
- 4 saat oda sıcaklığında bekletilir.
- Su ile 20 ml'ye tamamlanır ve 1400 g'de 10 dakika santrifüj edilir.
- Üstteki berrak sıvı faz atılır.
- Kalsiyum oksalat çökeleşine zarar vermeden santrifüj tüpünün duvarları 5 ml amonyak II çözeltisi ile yıkanır.
- 1400 g'de 5 dakika santrifüj edilir ve berrak sıvı faz atılır.
- Bu yıkama işlemi iki kere daha tekrar edilir.

Titrasyon

- Kalsiyum oksalat çöktisine 2 ml sülfürik asit çözeltisi ve 5 ml damıtık su eklenir.
- Santrifüj tüpü kaynayan su banyosuna konur.
- Kalsiyum oksalat çökeleği tamamen çözününce, 0,02N potasyum permanganat ile kalıcı pembe renge kadar titre edilir.
- Titrasyon sırasında çökeltilerin sıcaklığının 60°C'in üzerinde olmasına dikkat edilmelidir.
- Kullanılan potasyum permanganat çözeltisinin harcanan miktarı 0,01 ml duyarlılıkta kaydedilir.

Tanık Deney

Örnek yerine 20 ml su kullanılarak işlemler tekrar edilir. Kullanılan potasyum permanganat çözeltisinin harcanan miktarı 0,1 ml duyarlılıkta kaydedilir.



Potasyum permanganat



Potasyum permanganat çözeltisi

Sonucun Değerlendirilmesi

100 gram örnekteki kalsiyum miktarı gram olarak aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanır:

$$\text{Kalsiyum(g/100g)} = 0,0004 \times (V - V_0) \times \frac{1000}{m} \times f$$

$$\text{Kalsiyum(g/100g)} = 0,4 \times (V - V_0) \times \frac{f}{m}$$

Burada;

V = Titrasyonda kullanılan potasyum permanganat çözeltisinin ml cinsinden miktarı

V_0 = Kör denemede kullanılan potasyum permanganat çözeltisinin ml cinsinden miktarı

m = Denemede kullanılan örneğin gram cinsinden miktarı

f = Trikloroasetik asit presipitasyonundan kaynaklanan presipitat hacmi için düzeltme faktörü ve aşağıdaki gibidir.

Sütün Yağ Oranı (%) (m/m)	f
3,5-4,5	0,972
3	0,976
2	0,980
1	0,985
< 0,1	0,989

Sonuçlar 0,001 gram duyarlılıkta ifade edilir.

Sütte antibiyotik ve inhibitör madde aranması



Laktik asit bakterilerinin faaliyeti durmuşsa (süt yoğurt olmuyorsa, peynir için mayalanan süt pıhtılaşmıyorsa) sütte antiseptikler (borik asit, boraks, benzoik asit, salisilik asit, salisilatlar formalin hidrojen peroksit) yada antibiyotiklerin (penisilin, auromisin vb) mevcut olduğu anlaşılır. Sütteki bu maddeleri teşhis edebilmek için laboratuvarında her biri için pratik testlerin yapılması gerekir.



Bu test için, içerisinde antibiyotik artığı şüphesi olan süt örneği ile içerisinde antibiyotik bulunmadığı bilinen ikinci bir süt örneğinden 10'ar mililitre test tüplerine alınıp, 90-95°C'de 15 dakika pastörize edilir.



90-95°C'de
15 dakika



Yaklaşık 45°C'ye soğutulduktan sonra her bir örneğe 0,5ml yoğurt kültürü veya taze yoğurt aşılanır. Sıcak suda kaynatılmış tıplar ile tüpler kapatılır, çalkalanır ve 42-43°C'de 2-3 saat bekletilir.



42-43°C'de 2-3 saat



Örneklerden birinde pıhtılaşma görülürse her iki örneğin asitliğine bakılır. Eğer şüpheli sütün titrasyon asitliği, kontrol sütünün titrasyon asitliğinden çok düşükse asit üreten bakterilerin gelişmesini önleyen maddeler var demektir.



Süte Karıştırılan Bazı Yabancı Maddelerin Tespiti



KARBONAT (SODA) TESTİ**GEREKLİ KİMYASALLAR**

- %96'lık etil alkolde %1'lik rozalik asit çözeltisi

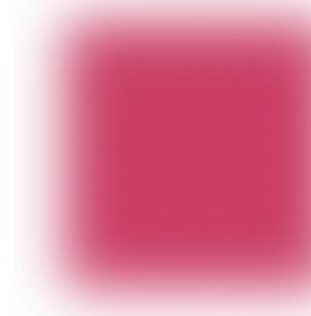
**YAPILIŞI**

5ml süte %96'lık 5ml etil alkol ilave edilir ve karıştırılır. 2-3 damla %1'lik rozalik asit çözeltisi ilave edilir ve karıştırılır.



SONUÇ

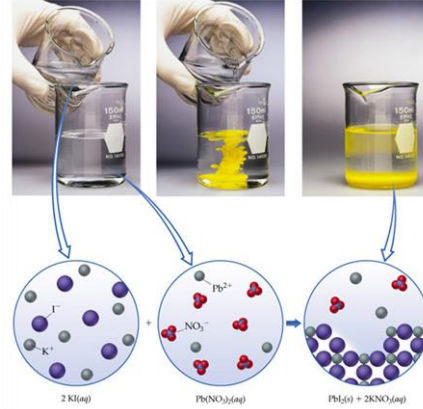
Gül pembesi renk oluşmuşsa, süte karbonat veya bikarbonat katıldığına hükmedilir. Sarı-kahverengi bir renk oluşmuşsa, süt normaldir. Bu deneme alkol ilave etmeden, aynı miktarda süt içerisinde %0,2'lik rozalik asit ilave edilerek de yapılabilir.

**yok****var**

Kloridler, hidrojen peroksit ve diğer okside edici maddelerin tespiti (Wodes Testi)

GEREKLİ KİMYASALLAR

- %5'lik potasyum iyodat çözeltisi (yeni hazırlanmış)
- Konsantre HCl
- %2'lik nişasta çözeltisi



YAPILIŞI

10ml süt bir deney tüpüne konur, üzerine 1ml %5'lik potasyum iyodat çözeltisi ve 19 ml %2'lik nişasta çözeltisi ilave edilir. Karıştırmadan sonra kloridsiz 10ml saf HCl ilave edilir, tüpün ağzı kapatılır ve tüp ters çevrilir. HCl ilavesinden sonra 3 dakika içerisinde örneğin mavimsi siyaha dönerse klorid var demektir. Kontrol testinde kloridsiz süt kullanılmalıdır. Bu durumda HCl ilavesinden 15-20 dakika donuk leylak rengi görülecektir.

SONUÇ

Eğer okside edici maddeler varsa sütün rengi koyu maviye döner.

***Kolloidal demir çözeltisi yardımı ile sodyum hidroksit (kostik) aranması*****Yöntemin ilkesi**

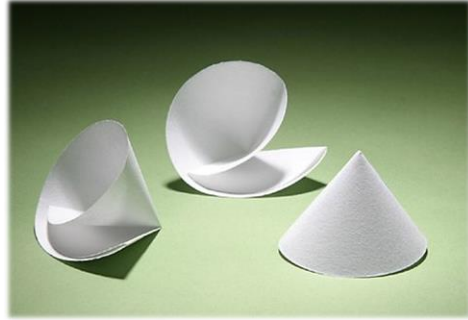
Süt serumunda laktik asit miktarının aşamalı olarak belirlenmesi ilkesine dayanır.

Kullanım alanı

Çiğ sütün fazla asitliğini nötralize etmek amacıyla katılan sodyum hidroksiti belirlemede kullanılır.

Gerekli araç gereçler

- Erlen: 250ml'lik
- Pipet: 50ml'lik
- Büret: 50ml'lik
- Renksiz tüp: 2,5cm çapında, 13cm yüksekliğinde
- Filtre kağıdı

**Gerekli kimyasallar**

- NaOH çözeltisi: 0,1N ve 0,25N
- HCl çözeltisi: 0,1N
- Fenolftalein çözeltisi: 2,0 gram fenolftalein %95'lik 100ml etil alkolde çözündürülür.
- Dimetilgelb çözeltisi: 1gram dimetilgelb %90'lık etil alkol ile 1000ml'ye tamamlanır.
- Tampon çözelti: 21,008 gram sitrik asit ve 200ml 1N NaOH damıtık suda çözülerek 1000ml'ye tamamlanır. Bu çözeltinin 43ml'si 57ml 0,1N HCl ile tampon çözeltiyi oluşturur. pH'nın 3,2'ye ayarlanması gerekir.
- Kolloidal demir çözeltisi

YAPILIŞI

- 50ml süte 2ml fenolftalein çözeltisi ilave edilir ve titrasyon yöntemi ile 0,25N (N/4) NaOH ile asitlik derecesi tayin edilir.
- Üzerine 38ml koloidal demir çözeltisi ilave edilir, iyice karıştırılır ve katlı filtre kağıdından filtre edilir.
- Tüp veya bir silindir içerisine berrak serumdan 20ml konur, pembe renk görülünceye kadar 0,1N NaOH damlatılır. Sonra 1 damla daha fazladan fenolftalein ilave edilir.
- İkinci bir tüp veya silindir içerisine 20ml tampon çözeltisi (pH=3,2) konur.
- Her iki çözeltiye 0,3ml dimetilgelb çözeltisi ilave edilir ve iyice karıştırılır.
- Birinci tüpteki serum, 0,1N HCl ile tampon çözeltisinin rengine kadar titre edilir. Kullanılan miktardan 0,17 çıkarılır ve bütün ilave edilen dikkate alınarak 100ml süt için kullanılan 0,1N HCl miktarı (T) aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır.

SONUCUN HESAPLANMASI ve DEĞERLENDİRİLMESİ

$$T = \frac{(V-0,17) (50+2+38+a)}{10}$$

T= 100ml süt için titrasyonda harcanan 0,1N HCl miktarı (ml)

V= 20ml serum için titrasyonda harcanan 0,1N HCl miktarı (ml)

a= Asitlik derecesi titrasyonunda kullanılan 0,25N NaOH miktarı (ml)

T değerine karşılık gelen asitlik derecesi aşağıdaki çizelgeden okunur. Çizelgeden okunan değer, Soxhlet-Henkel yöntemi ile belirlenen asitlik derecesinden 1°SH aşağıda ya da yukarıda olması durumunda nötrleyici madde kullanılmadığı sonucuna varılır. Bunun üzerinde bir farklılık görülürse nötrleyici madde katılmış demektir. Yöntem; kolostrum ve hasta hayvanlarda elde edilen ve yüksek asitliğe sahip sütlerde de aynı duyarlılıkla sonuç verir.



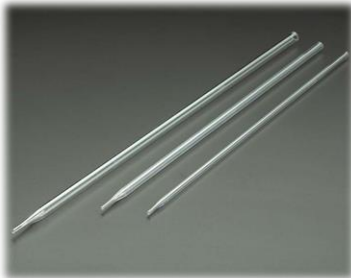
Harcanan 0,1 N HCl (ml)	Asitlik Derecesi ($^{\circ}\text{SH}$)	Harcanan 0,1 N HCl (ml)	Asitlik Derecesi ($^{\circ}\text{SH}$)	Harcanan 0,1 N HCl (ml)	Asitlik Derecesi ($^{\circ}\text{SH}$)
5,0	6,0	13,5	9,1	22,0	12,7
5,5	6,3	14,0	9,3	22,5	13,0
6,0	6,5	14,5	9,5	23,0	13,2
6,5	6,7	15,0	9,6	23,5	13,4
7,0	6,9	15,5	9,8	24,0	13,7
7,5	7,0	16,0	10,0	24,5	13,9
8,0	7,2	16,5	10,2	25,0	14,1
8,5	7,4	17,0	10,4	25,5	14,5
9,0	7,6	17,5	10,7	26,0	14,8
9,5	7,8	18,0	10,9	26,5	15,1
10,0	8,0	18,5	11,1	27,0	15,4
10,5	8,2	19,0	11,4	27,5	15,8
11,0	8,35	19,5	11,6	28,0	16,1
11,5	8,5	20,0	11,8	28,5	16,5
12,0	8,7	20,5	12,1	29,0	16,8
12,5	8,8	21,0	12,3	29,5	17,0
13,0	9,0	21,5	12,5	30,0	17,4

Sütteki bakteri yoğunluğunu yaklaşık olarak ölçmek için yapılan metilen mavisi analizi



GEREKLİ KİMYASALLAR ve CAM MALZELELER

- Lastik tıpalı test tüpleri
- 1 ml.lik pipetler
- 10 ml.lik pipetler
- Metilen mavisi tabletleri



Boya çözeltilisinin hazırlanması : 1 adet metilen mavisi tablet (içerdiği saf metilen mavisi 19 mg.) 200 ml steril distile su içinde eritilir. Sonra hacim 800 ml.ye yine distile suyla tamamlanır. Boya çözeltisi hazırlandıktan sonra renkli steril şişeden (güneş ışığından zarar görür.) buzdolabında 2 ay bozulmadan saklanabilir. Her gün kullanılacak miktar çözelti ufak bir steril kaba alınarak, stok çözeltinin bozulmasını önlemek gerekir.



YAPILIŞI

Test yapılacak süt numunesinden 10 ml. steril test tüp içine alınır. Üzerine steril pipetle 1 ml. metilen mavisi çözeltisinden eklenir. Lastik tıpası kapanıp 2-3 defa alt üst edilir ve 37°C lik su banyosuna konulur. Her yarım saatte tüpler 2-3 defa alt üst edilir (sallanmaz) ve rengin beyaza döndüğü an kaydedilir. Sütün en üstünde 5 mm. bir kalınlığın beyaza dönmesi göz önüne alınmamalıdır.



DEĞERLENDİRME

Sütün İndirgenme Süresi Sütün Kalitesi Yaklaşık Bakteri Sayısı

1. 5.5 saat ve daha fazla İyi 0.5 milyondan daha az
2. 2 – 5.5 saat Orta 0.5 – 4 milyon
3. 0.5 – 2 saat Fena 4 – 20 milyon
4. 0.5 saatten az Çok fena 20 milyondan daha fazla.

**Sütte Kirlilik Testi**

Tanım: Kirlilik derecesi; 100 ml sütteki kirin (yabancı katı maddeler) kurutulmuş haldeki ağırlığının mg olarak belirtilmesi veya belli bir miktar sütteki kirin «Özel pamuk disklerde» bıraktığı kirin konsantrasyonudur. Bu konsantrasyonun derecesi, standart tortu konsantrasyonu çizelgeleri ile karşılaştırılarak belirlenir. Kirlilik testi, bazı kaynaklarda «Sedimentasyon testi» olarak da geçmektedir.

Yöntemin Amacı: Sütün kalitesi üzerinde etkili olan etmenlerden biri de «kirlilik derecesi»dir. Herhangi bir nedenle süte karışan yabancı maddelerin çoğu yalnız mikroorganizma sayısını arttırmakla kalmaz aynı zamanda görünüşünü bozar ve işlenmesini güçleştirir. Bu nedenle işletmelere alınan sütlerin sık sık kirlilik derecelerinin kontrol edilmesi gerekir.

Yöntemin İlkesi: Belirli miktar süt örneğini standart pamuk filtrelerden süzmek ve filtre üzerinde toplanan kir ve pisliklerin miktarını tartarak belirlemek veya standart tortu konsantrasyonu çizelgeleri ile karşılaştırmaktır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Süzme aygıtları; 30 mm çapında pamuk filtreler içeren özel aygıtlar geliştirilmiştir. Süzgeç yüzeyleri her 100 ml süt için 1 cm²'dir. Analizde 125 veya 250 ml süt kullanılırsa etkili süzgeç alanının çapı 12,5 mm; 500 ml süt kullanılırsa 18 veya 22 mm'dir. Bu amaçla kullanılan değişik tipte aygıtlara örnek olarak «Van Doorn Pompa Sistemi», «Presto-Silesia Sistemi» ve «Presto-Elektra Sediment Düzeneği» gösterilebilir.
- Desikatör
- Etüv; 102±2°C'e ayarlanabilir
- Hassas terazi; 0,001 gram duyarlılıkta
- Standart pamuk diskler
- Standart tortu konsantrasyonları



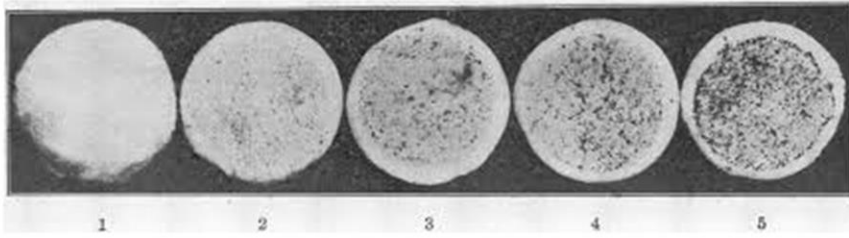
Van Doorn Pompa Sistemi



Presto-Silesia Sistemi



Presto-Elektra Sediment Düzeneği



Standart tortu konsantrasyonları

1. Temiz sütün geişinden sonraki pamuk filtreyi temsil eder
2. Olduka temiz sütün gelen tortuyu temsil eder
3. Orta derecede temiz sütün gelen tortuyu temsil eder
4. Kirli sütün gelen tortuyu temsil eder
5. Aşırı kirli sütün kaynaklanan tortuyu temsil eder

Gravimetrik Yöntem

- Standart pamuk diskler 1 saat süreyle $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'lik etüvde kurutulur, desikatörde soğutulmuş standart pamuk disk, 0,001 gram duyarlılıkta tartılarak süzme (sediment) düzenine yerleştirilir.
- Yaklaşık 25°C sıcaklıkta iyice karıştırılmış 200 ml süt pamuk diskten süzülür.
- Pamuk disk çıkartılır ve 100°C 'deki etüvde değişmez ağırlığa gelinceye kadar kurutulur.
- Desikatörde soğutulur ve 0,001 gram duyarlılıkta tartılır.

Sonucun Hesaplanması

Kirlilik derecesi aşağıdaki denklikten yararlanılarak 100 ml sütte miligram (mg) olarak hesaplanır.

$$K = \frac{m_2 - m_1}{2} \times 1000$$

K = Kirlilik derecesi, yabancı katımadde miktarını, mg olarak

m_1 = Deneyden önce pamuk diskin ağırlığını, gram olarak

m_2 = Deneyden sonra kurutulmuş pamuk diskin ağırlığını, g olarak simgelemektedir.

Standart Tortu Konsantrasyonları Yöntemi

- «Pompa Sistemi» kullanılıyorsa; güğümdeki süt iyice karıştırılır. Aygıtı pamuk disk yerleştirilir ve süt emilir. Pamuk disk çıkartılır ve süt güğüme geri boşaltılır.
- «Akış Sistemi» kullanılıyorsa; süt su banyosunda 20-30°C'ye kadar ısıtılır ve pamuk diskten geçirilir. Aygıtın boşaltma borusu, akışı hızlandırıcı etki yapar. Basıncı hava veya vakum pompası ile de akışı hızlandırmak olanaklıdır.
- Süzme işlemi tamamlanınca pamuk disk bir pens yardımıyla alınır ve beyaz bir karton parçasının üzerine konulup kurutulur.
- İşlem sonrası aygıt su ile çalkalanıp durulanır.

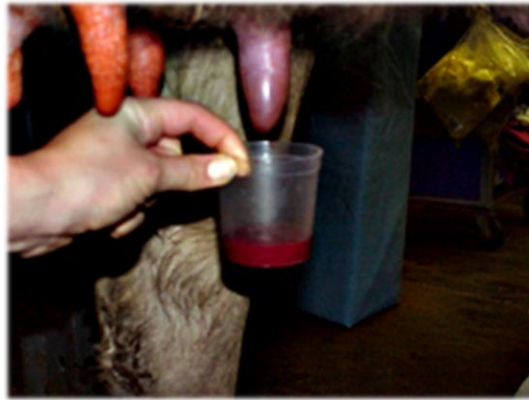
Sonucun Değerlendirilmesi

Kurutulan pamuk diskler en geç 48 saat içerisinde incelenmelidir. Değerlendirmede iki noktaya dikkat edilmesi gerekir;

- a. Tortunun miktarı,
- b. Tortunun niteliği.

Tortunun az veya çok olduğu gün ışığında gözle belirlenebilir ve süt «Çok Temiz», «Temiz», «Temizce», «Kirli» ve «Çok kirli» şeklinde yada 1'den 10'a kadar puanlanarak değerlendirilebilir. En iyisi tortu konsantrasyonunu gösteren standart çizgilerden yararlanmaktır. Tortunun niteliği incelenirken, içerdikleri maddelerin durumu ve oranı gözle önünde tutulmalıdır. Gübre, kıl, sinek ve benzeri gibi kirlerin sütün temizlik derecesi üzerindeki olumsuz etkisi; taş, kum ve benzeri anorganik tortulardan çok daha fazladır.

Hastalıklı Memeden Elde Edilen Sütlerin Belirlenmesi



Hastalıklı memeden elde edilen sütün belirlenmesi için genellikle 3 ayrı yoldan hareket edilebilir.

- a) Patolojik nedenlerle meydana gelen meme hastalıkları sütün bileşimini dolayısıyla kalitesini olumsuz yönde etkiler. Bu hastalıklar içerisinde özellikle mastitis (meme iltihabı) büyük önem taşır. Mastitis; süt şekeri, süt yağı ve kazein miktarında azalmalara, klorür miktarında ise artmaya neden olur. Bu nedenle laktoz miktarı ile klorür miktarı arasındaki ilişkiden yani «Koestler Değeri»nden yararlanılarak mastitis teşhisi yapılabilir.

- b) Sağlıklı bir sütün 1 mililitresinde 500.000 adet somatik hücre normal olarak kabul edilir. Meme hastalıkları sırasında sütün hücre sayısında artış meydana gelir. Bu nedenle hücre sayısını belirlemek suretiyle de mastitis kontrolü yapılabilir. Ancak fizyolojik faktörlerin ve çevre koşullarının etkisiyle de hücre sayısında artış olduğundan sadece hücre sayısı tayini yanlış sonuca götürebilir.
- c) Mastitisli sütlerde pH değerinin yükselmesi dolayısıyla titrasyon asitliğinin düşmesi de hastalığın teşhisinde dikkate alınması gerekli değişikliklerdir.

Klorür Testi

Yöntemin Amacı: Mastitis hastalığı sonucunda sütteki klorür miktarı arttığı için; mastitisi teşhis amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı: Hastalıklı memeden elde edilen sütleri belirlemede kullanılır.

Yöntemin İlkesi: Sütün nitrik asit ile asitlendirilmesinden sonra gümüş nitrat ilave ederek klorürün çökmesi sağlanır. Gümüş nitratın fazlası amonyum rodanür ile geri titre edilerek bağlanan gümüş klorür miktarı belirlenir ve buradan da klorür miktarı hesaplanır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Erlen; 100 ml'lik
- Pipet; 10 ml emniyetli, 10 ml bullu
- Büret; 25 ml, 0,1 ml duyarlı
- Ölçü silindiri

Ayıraç ve çözeltiler

- 0,1 N amonyum rodanür çözeltisi
- 0,1 N gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi
- %25'lik nitrik asit
- Amonyum demir (III) sülfat çözeltisi; Soğuk suda doymuş
- Martius-Lüttke çözeltisi;
 - 16,986 gram gümüş nitrat az miktarda damıtık suda çözünür.
 - 400 ml %25'lik HNO_3 ve 250 ml soğuk suda doymuş amonyum demir (III) sülfat çözeltisi ilave edilir.
 - Damıtık su ile litreye tamamlanır. Bulanıklık varsa asbestten süzülür.
 - Çözelti tam 0,1 N olmalıdır. Gerekirse 0,1 N amonyum rodanür çözeltisi ile faktörlenir.

İşlem

- Pipet yardımıyla 10 ml analiz edilecek süt örneği erlen içersine alınır.
- Üzerine 5 ml %25'lik nitrik asit ve 1 ml amonyum demir (III) sülfat çözeltisi ilave edilir ve karıştırılır.
- 5 ml 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi eklenir ve tekrar karıştırılır ve amonyum rodanür ile geri titre edilir. Kalıcı kırmızımsı kahverengi oluştuğunda titrasyona son verilir.
- Analiz Martius-Lüttke çözeltisi ile yapıldığı taktirde; 10 ml süt üzerine 10 ml damıtık su ve 5 ml Martius-Lüttke çözeltisi ilave edildikten sonra hızlıca 0,1 N amonyum rodanür ile kalıcı kırmızımsı kahverenge kadar titre edilir.

Sonucun Hesaplanması

100 ml sütteki klorür miktarı aşağıdaki formülle mg cinsinden hesaplanır:

$$\text{Klorür Miktarı (\% mg)} = (V_1 - V_2) \times 35,5$$

Burada;

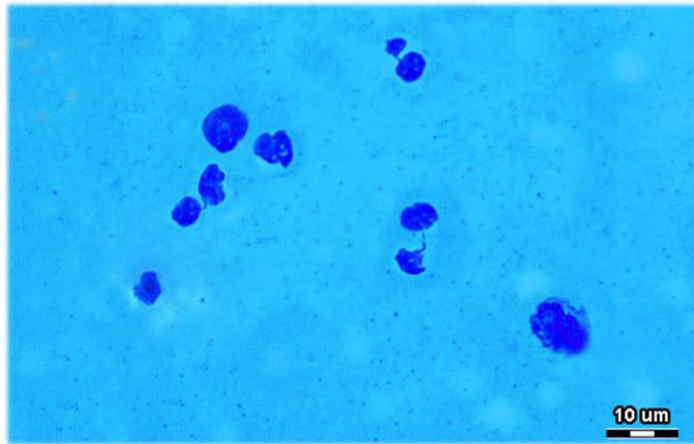
V_1 = İlave edilen 0,1 N AgNO_3 veya Martius-Lüttke çözeltisi miktarı, ml olarak.

V_2 = Titrasyonda harcanan 0,1 N amonyum rodanür çözeltisi miktarını ml olarak simgelenmektedir.

Analizde 10 ml süt ve 5 ml 0,1 N gümüş nitrat kullanılmış ise harcanan amonyum rodanür miktarına göre «Harcanan Amonyum Rodanüre Karşılık Klorür Miktarı» çizelgesinden doğruca klorür miktarı belirlenir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Normal inek sütünün 100 ml'sindeki klor miktarı 119 mg'dır. Mastitisli sütlerde bu miktar 120 mg'ın üzerindedir.



Somatik hücrelerin mikroskopta görünümü

Alkali Testi

Tanım: Son derece basit ve oldukça güvenilir bir yöntemdir. Bazı kaynaklarda «Whiteside Testi» olarak ifade edilmektedir.

Kullanım Alanı: Mastitisli sütleri belirlemek amacıyla kullanılır. İsviçre ve diğer bazı ülkelerde bu test sonucuna göre kalite belirlemesi yapılarak süt fiyatlandırılır.

Yöntemin İlkesi: Hücre sayısına bağlı olarak sütün NaOH ile gösterdiği tepkimeye dayanır.

İşlem

- Siyah bir zemin üzerine konulan petri kutusu veya bir cam üzerine 5 damla taze süt örneğinden damlatılır.
- Süt üzerine 1 damla 1 N NaOH ilave edilir.
- Bir cam baget yardımı ile 15 saniye kadar karıştırılarak 2-3 cm büyüklüğünde bir alana yayılır ve durum incelenir. NaOH ilavesinden karıştırma işleminin başlamasına kadar olan süre 30 saniyeyi aşmamalıdır.

Sonucun Duyarlılığı

Sonuç oldukça hassastır. Hatta az miktardaki hastalıklı süt ilave edilen tank sütlerinde bile sonuç almak mümkündür.

Sonucun Değerlendirilmesi

- a) Karıştırma sonunda hiçbir değişiklik olmadığı takdirde test sonucu «negatif» olarak nitelenir yani sütün sağlıklı bir hayvandan alındığı kabul edilir.
- b) Çok hafif pıhtıçıkların oluşması durumunda süte «şüpheli» bakılır.
- c) Sütün pıhtılaşması, küçük pıhtı parçalarının ve partiküllerin görülmesi durumunda test sonucu «pozitif» olarak nitelenir yani sütün Mastitisli bir hayvandan alındığı sonucuna varılır.
- d) Pıhtı oluşumunun çok güçlü olması jelatimsi, viskoz bir hal alması, beyaz parçacıkların çok belirgin olması enfeksiyonun «çok ağır» olduğunu gösterir. Pıhtılaşma ne kadar kuvvetli ise hastalığın derecesi de o kadar şiddetli demektir.

Özel test plakları kullanılması durumunda karşılaştırma çizelgelerine bakılarak değerlendirme yapılır.

Öneriler

Buzdolabında bekletilen örneklerde test yapılmadan önce sütün normal oda sıcaklığına gelmesi beklenmelidir.

Lökosit Tayini

Yöntemin Amacı: Hastalıklı hayvandan alınan sütün belirlenmesi

Kullanım Alanı: Hastalıklı hayvandan alınan sütün belirlenmesi ve/veya karışık sütlerde hastalıklı hayvanın sütünün karışıp karışmadığını belirlemek amacıyla kullanılır.

Yöntemin İlkesi: Gerber santrifüjü yardımıyla sütte bulunan lökositlerin süt içerisindeki yabancı madde ve iltihap kısmı ile birlikte dip kısma çöktürülerek miktarının ve özelliklerinin saptanması ilkesine dayanır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- «Skar» tüpleri: Konik uçlu veya kapılar borulu «Trommsdorf» tüpleri ve lastik tıpaları
- Metal Statif; Su banyosuna girecek ölçülerde
- Pipet; 10 ml'lik
- Santrifüj; Dakikada ki devir sayısı 2000 ile 3000 arası
- Su banyosu; 65°C'ye ayarlanabilen



Örneğin Hazırlanması

Oda sıcaklığına ayarlanmış örnek iyice karıştırılarak analize hazır hale getirilir.

İşlem

- 10 ml süt örneği tüp içerisine konur.
- Tüpün ağzı kapatıldıktan sonra 65°C'lik su banyosunda 10 dakika süreyle tutulur.
- Tüp, dakikada devri 2000 ile 3000 olan santrifüje, devir sayısı maksimuma eriştikten sonra 10 dakika süreyle tutulur ve sonra dereceli olan dip kısımdan sediment rengi belirlenir ve sediment miktarı hacim olarak okunarak kaydedilir.

Sonucun Duyarlılığı

Sonuç yaklaşık bir bilgi verir. Sediment miktarı fazla ve renkli ise mikroskopik kontrollerin yapılması gerekir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Sediment miktar ve renk açısından değerlendirilir.

- Sediment miktarı %0,001 veya daha az ve rengi beyaz ise sütün Mastitisli bir hayvandan alınmadığı sonucuna varılır.
- Sediment miktarı %0,002'den fazla ve rengi sarımsı ise sütün Mastitisli bir hayvandan alındığı sonucuna varılır.
- Sedimentin kırmızı ve koyu renkte olması, kan sızıntısı olduğunu ve dolayısıyla hastalıklı bir hayvandan alındığını gösterir.

Öneriler

Gerber santrifüjü kullanıldığı takdirde dakikadaki devir sayısı düşük olduğu için (ortalama 1100 devir/dakika) daha uzun süre santrifüj etmek gerekir.

İÇME SÜTÜ ANALİZLERİ



Pastörizasyon, UHT veya sterilizasyon işlemlerden biriyle ısıl işlem görmüş, paketlenmiş ve tüketime sunulan süte «içme sütü» denir. Türkiye’de klasik sterilizasyon yöntemiyle süt üretilmediği için genellikle UHT sterilizasyon yöntemiyle işlenen süte «sterilize süt» veya «uzun ömürlü süt» denilmektedir. Pastörizasyon yöntemiyle üretilen sütlere «pastörize süt» veya «günlük süt» denilmektedir.



Bu sütlere işlenmesi sırasında Gıda Katkı Maddeleri Yönetmeliği’nde izin verilen aroma maddelerinin ilavesi ve gerektiğinde sakkaroz eklenerek üretilen içme sütlerine «aromalı sütler» denir. Kaynatma veya termizasyon işlemine tabi tutulmuş süt, içme sütü olarak kabul edilemez.



Pastörize süt; Kaliteli çiğ sütün özel tesis ve ekipmanlarda standardize ve homojenize edilmesi 63°C'de 30 dakika veya 72°C'de 15 saniye ısıtılmasından geçirilerek patojen mikroorganizmaların vejetatif formlarının tamamından ve diğer mikroorganizmaların büyük bir kısmından arındırılarak kısa sürede +4°C'ye soğutulan işlenmiş süte denir.



Pastörize sütün fiziksel, kimyasal ve duyuşsal özelliklerinde çok az değişme olur. Pastörize süt ambalajlanarak «pastörize içme sütü» olarak kullanıldığı gibi dökme olarak diğer süt ürünlerinin üretiminde veya süt esaslı gıdaların üretiminde kullanılır. Bu durumda standardize ve homojenize edilmeyebilirler. Yağsız kurumaddesi en az %8,5 olması gereken pastörize sütler, içerdikleri yağ oranına göre 4 tipe ayrılır. En az %3,5 yağ içerenlere «tam yağlı», en az %3 yağ içerenlere «yağlı», en az %1,5 yağ içerenlere «yarım yağlı» ve en fazla %0,15 yağ içerenlere «yağsız» pastörize süt denir.



Uzun ömürlü süt; Kaliteli çiğ sütün özel tesis ve ekipmanlarda standardize ve homojenize edilmesi 135-150°C'de 2-6 saniye ısıtıl işleminden geçirilerek normal depolama koşullarında bozulmaya neden olacak tüm mikroorganizmalardan ve sporlarından arındırılması aseptik koşullarda özel opak ambalajlarına doldurulması suretiyle elde edilen işlenmiş süte denir.



Yağsız kurumaddesi en az %8,5 ve asitliği en fazla 7,0°SH derecesi olması gereken uzun ömürlü sütler, içerdikleri yağ oranına göre 4 tipe ayrılır. En az %3,5 yağ içerenlere «tam yağlı», en az %3 yağ içerenlere «yağlı», en az %1,5 yağ içerenlere «yarım yağlı» ve en fazla %0,15 yağ içerenlere «yağsız» pastörize süt denir.



Aromalı süt; Kaliteli çiğ süte Gıda Katkı Maddeleri Yönetmeliği'nde izin verilen katkı maddeleri ve gerekirse sakkaroz ilave edilerek elde edilen süt esaslı karışımın özel tesis ve ekipmanlarda standardize ve homojenize edilmesi pastörizasyon ve UHT işlemine tabi tutularak elde edilmiş işlenmiş süte denir. Aromalı sütler içerdiği etken aroma maddesinin ismiyle anılırlar. Uygulanan ısı işlem pastörizasyon ise «aromalı pastörize süt», UHT işlemi ise «aromalı UHT süt» veya «aromalı uzun ömürlü süt» olarak isimlendirilir.

Yağsız kurumaddesi en az %8,5 olması gereken aromalı sütler, içerdikleri yağ oranına göre 4 tipe ayrılır. En az %3,5 yağ içerenlere «tam yağlı», en az %3 yağ içerenlere «yağlı», en az %1,5 yağ içerenlere «yarım yağlı» ve en fazla %0,15 yağ içerenlere «yağsız» pastörize süt denir.



Numune Alma

Ambalajı, ambalaj büyüklüğü, sınıfı, tipi, çeşidi, imal tarihi ve seri/kod numarası aynı olan bir seferde muayeneye sunulan içme sütleri bir parti olarak kabul edilir.



Pastörizasyon Kontrolü

Alkali Fosfataz Tayini

Tanım

Alkali fosfataz testi, ısıya en dayanıklı *Coxiella burnetti* isimli patojen mikroorganizmanın öldüğü sıcaklıkta (62,8°C'de 30 dakika veya 72°C'de en az 15 saniye) inaktif hale gelen alkali fosfataz enziminin varlığının tayini işlemidir.



Yöntemin Amacı

Pastörize süt içerisinde patojen mikroorganizmaların bulunmaması gerekir. Patojen mikroorganizma varlığının olup olmadığını tespit amacıyla pastörizasyon sırasında alkali fosfataz enziminin inaktif hale geçip geçmediği kontrol edilir. Alkali fosfataz deneyi; pastörize sütün yeterince ısıl işleme tabi tutulup tutulmadığını, pastörizasyon sırasında çapraz kontaminasyon sonucu çiğ süt karışıp karışmadığını yada pastörize süt içerisine çiğ süt ilave edilip edilmediğini tespit amacıyla yapılan bir deneydir. Çiğ süt içerisinde doğal olarak alkali fosfataz enzimi bulunduğu için çiğ ve pastörize sütü ayırt etmek amacıyla yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir.



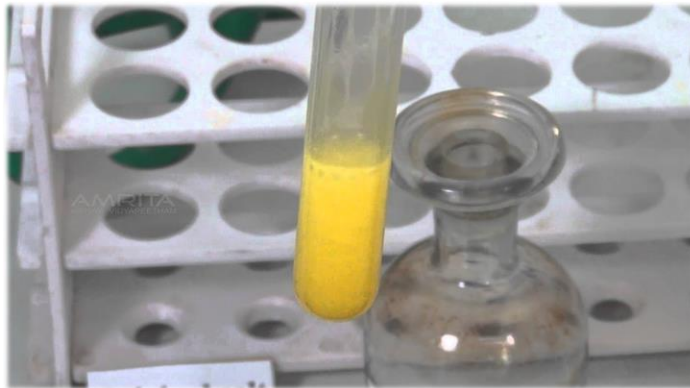
Kullanım Alanı

Düşük sıcaklıkta uzun süre pastörizasyon (LTLT) yöntemiyle yani 63°C'de 30 dakika ısıtılma tabii tutulmuş sütlerle yüksek sıcaklıkta kısa süre pastörizasyon (HTST) yöntemiyle yani 72°C'de 15 saniye ısıtılma tabii tutulmuş içme sütlerinde kullanılır. Bu yöntemle elde edilmiş pastörize sütlerde alkali fosfataz aktivitesi görülmesi ya patojen mikroorganizmaların yok edilmesi için yeterli derecede ve sürede ısıtılma uygulanmadığını ya da uygun koşullarda pastörize edilen pastörize süte çiğ süt karıştığını gösterir.



Aschaffenburg ve Mullen Yöntemi ile Alkali Fosfataz Tayini Yöntemin İlkesi

Alkali fosfataz enzimi; pH değeri 9-10 olan alkali tampon çözelti içerisinde p-nitrofenil fosfat gibi fosforik asit esterlerini, p-nitrofenol ve fosfata parçalar. Serbest haldeki p-nitrofenol, 5 pH değerinde renksiz olduğu halde alkali tampon çözelti içerisinde sarı bir renk verir. Sarı rengin oluşması ortamda alkali fosfataz enziminin varlığını gösterir.



Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Deney tüpleri: Kapakları ile birlikte
- Su banyosu: $37 \pm 0,5^\circ\text{C}$ 'ye ayarlanabilen
- Pipet: 1 ve 10 ml'lik

Not:

- Cam malzemeler kullanılmadan önce temizlenmeli, deneyle ilgili bir madde içermemelidir*
- Deneyde kullanılan cam malzemeler başka deneyde kullanılmamalıdır.*
- Her süt örneği için değişik pipet kullanılmalıdır.*
- Tüpler kullanıldıktan sonra hemen boşaltılır, önce su ile sonra sodalı sıcak su ile yıkanır. Ilık su ile çalkalandıktan sonra damıtık sudan geçirilir ve kurutulur.*
- Eğer tüpler temiz görünmüyorsa %50'lik ticari HCl içinde bir süre bekletilir sonra ılık su ile durulanır, damıtık sudan geçirilir ve kurutulur.*



Ayırar ve Çözeltiler

- Kloroform: Analitik saflıkta
- Disodyum-p-nitrofenil fosfat-tampon çözeltisi: 0,3 gram sodyum hidrojen karbonat +0,3 gram disodyum-p-nitrofenil fosfat +0,7 gram sodyum karbonat 200 ml damıtık su içerisinde çözülür. Sarı renkli bu çözelti içine 1 dolu çay kaşığı hayvansal kömür ilave edilir ve iyice karıştırılır. Filtre edildikten sonra berrak filtrat üzerine 0,2 ml kloroform ilave edilerek bozulması önlenir. Çözeltinin kahverengi şişede ve buzdolabında muhafaza edilmesi gerekir.

Not: Yeterli olduğu takdirde 100 ml hazırlanır.



İşlem

- Deney tüpüne 10 ml disodyum-p-nitrofenil fosfat-tampon çözeltisi konulur ve üzerine 1 ml örnek süt ilave edilerek iyice karıştırılır.
- Kontrol numunesi olarak 80°C'de ısıtılmış süttten de bir örnek hazırlanır.
- Tüp içerisine birkaç damla kloroform ilave edilerek istenmeyen bakterilerin faaliyeti engellenir.
- Örnekler en az 2 saat süreyle 37°C'de inkübasyona terk edilir.
- Inkübasyon sonunda sarı rengin oluşması durumunda kontrolle karşılaştırılır. Eğer kontrol örneğine göre daha sarı ise fosfataz enzim aktivitesinin olduğu sonucuna varılır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Sarı rengin oluşması süttün uygun koşullarda pastörize edilmediğini yada pastörize süt içerisine çiğ süttün karıştırıldığını gösterir.

Sonucun Duyarlılığı

- % 0,5 oranına kadar çiğ süt katılan örneklerde sonuç verir.
- Isıl işlem normunun 1-2°C altına düştüğü durumlarda da analiz sonuç verir.

GILEREAS Yöntemi ile Alkali Fosfataz Tayini

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Deney tüpleri: Kapaklı 2x16 cm boyutunda
- Su banyosu: 37-39°C'ye ayarlanabilen ve kaynayan
- Pipet: Ölçülü 1 ve 10 ml'lik
- Mikropipet
- Balon joje: 1 ve 1,5 litrelik
- Geri soğutucu
- Süzgeç kağıdı: 11 cm çapındaki Whatman No:4 süzgeç kağıdı veya buna eşdeğer bir süzgeç kağıdı kullanılmalıdır.



Not: Fosfataz analizinde kullanılacak bütün alet ve malzemenin, eseri miktarda da olsa fosfataz enzimi, fenol, dezenfektan veya konserve edici madde içermemesi fenol açığa çıkaran lastik tıkaçların kullanılmaması, malzemenin çok temiz olması, analizden önce en az 82°C'deki su banyosunda 10 dakika süreyle tutulması önerilir.

Ayırarç ve Çözeltiler

- Tampon çözeltisi:
 - Kloroformla doyumlanmış damıtık su içerisinde 1,09 gram disodyum-fenil-fosfat ve 11,54 gram sodyum veronal çözülür.
 - Çözelti damıtık su ile litreye tamamlanır ve üzerine 10 ml kloroform eklenir.
 - Ağzı sıkıca kapanan bir şişeye konularak buzdolabında muhafaza edilir.
 - Çözelti kullanılacağı zaman pH'sının 9,6-9,8 olması gerekir.
- Fenol ayırıcı (folin ciocalteau):
 - Ağzı traşlı 1,5 litrelik bir balonda 100 gram sodyum tungstat ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ve 25 gram sodyum molibdat ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 700 ml damıtık su ile çözünür.
 - Üzerine 50 ml %85'lik fosforik asit (H_3PO_4) ve 100 ml derişik hidroklorik asit (HCl) eklenir.
 - Geri soğutucu altında 10 saat süreyle yavaş yavaş kaynatılır ve sonra soğutulur.

- 150 gram lityum sülfat ($\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 50 ml damıtık su ve 4-5 damla sıvı brom eklenir.
- Bromun fazlasını uzaklaştırmak için çözelti kaynatılır ve soğutulur.
- Litrelik ölçülü balona alınır ve işaretime kadar damıtık su ilave edilir. Sonra süzülür.
- Süzüntü altın sarısı renginde olur. Bu çözelti buzdolabında muhafaza edilir ve kullanılacağı zaman 1 hacim çözelti 2 hacim damıtık su ile seyreltilir.

Not: Bromla çalışmanın tehlikeleri dikkate alınmalıdır.

- Sodyum karbonat çözeltisi (NaCO_3): Damıtık su ile %14'lük (m/v) çözelti hazırlanır ve oda sıcaklığında muhafaza edilir.
- Standart renk belirteçleri:
 - Mavi renk belirtgeci: 300 gram bakır sülfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) damıtık suda çözünür, litrelik balona alınır. Üzerine 20 ml derişik sülfürik asit ilave edilir ve damıtık su ile litreye tamamlanır.

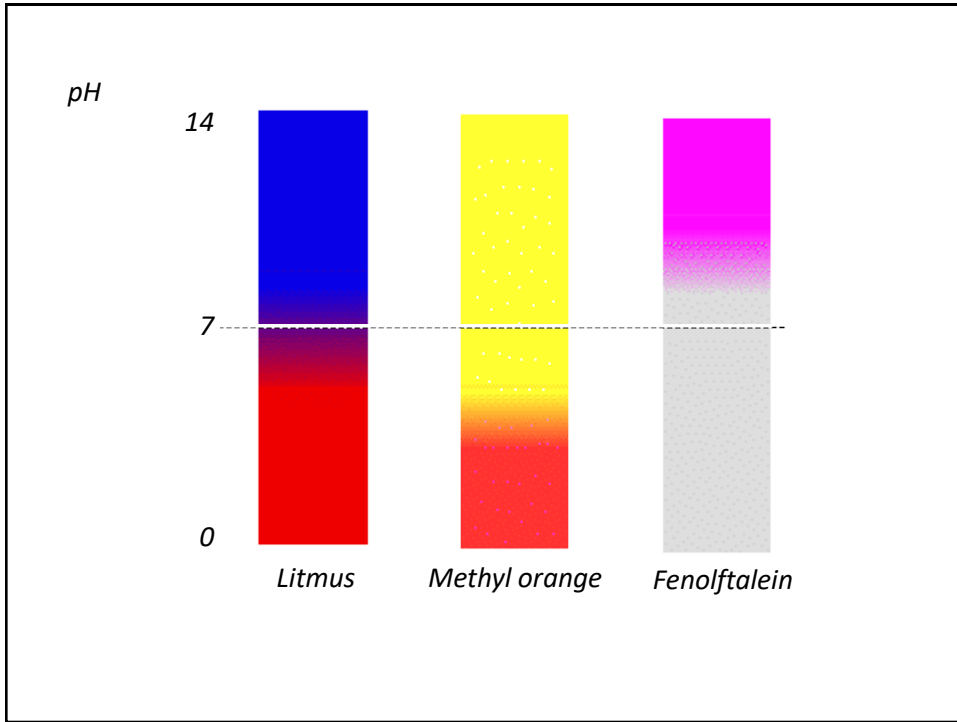
- Gri renk belirteci: 450 ml'lik bir erlene 31,9 gram kobalt klorür ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 67,5 gram bakır sülfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ve 75 gram nikel sülfat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) tartılır ve damıtık suda çözülür. 32 ml derişik hidroklorik asit ve 45 ml derişik sülfürik asit ilave edilir ve çözelti 500 ml'lik ölçülü balona alınır. Damıtık su ile çizgisine kadar tamamlanır.
- Kırmızı renk belirteci: 476 gram kobalt klorür ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) damıtık suda çözülür ve litrelik bir balona süzülür. Üzerine 100 ml derişik hidroklorik asit eklenir ve damıtık su ile litreye tamamlanır.

Bu renk belirteçleri aşağıda görülen çizelgede belirtilen miktarda birbiriyle karıştırılarak 10 ml damıtık su ile seyreltilirler. Böylece örneğin fenol değerine ait standart renk skalası hazırlanmış olur.

Alkali fosfataz analizinde kullanılacak standart renk karşılığı fenol değerleri

Fenol Değeri (0,5 ml'de) (mg)	Renk Belirteçleri		
	Gri (ml)	Kırmızı (ml)	Mavi (ml)
0,01	0,30	0,106	0,96
0,02	0,40	0,140	1,16
0,03	0,55	0,180	1,65
0,04	0,65	0,216	2,10
0,05	0,78	0,251	2,55
0,06	0,92	0,286	3,00
0,09	1,30	0,326	4,40
0,12	1,70	0,360	5,70
0,15	2,50	0,396	7,10

Not: Renk karşılığı fenol değerleri gün ışığında belirlenmelidir.



İşlem

- 2x16 cm boyutundaki deney tüpüne 10 ml tampon çözeltisi ve 0,5 ml süt örneğinden konur.
Not: Süt numunesi donmayacak şekilde soğukta muhafaza edilmelidir. İçinde konserve edici (koruyucu) madde bulundurmamalıdır. Ancak uzun süre beklemesi gereken numunelerin 10 ml'sine 2 damla olacak şekilde kloroform eklenebilir.
- Tüp içerisine birkaç damla kloroform eklenir ve avuç içerisinde çevrilmek suretiyle karışması sağlanır.
- Su banyosuna alınır. Kontrol tüpündeki termometre 37°C'yi gösterinceye kadar beklenir. Bu arada tüpün üzeri bir kağıtla örtülerek toz girmesi engellenir.
- Deney tüpü su banyosuna 18-24 saat arası tutulur. Bu süre içerisinde su banyosu sıcaklığının 34-37°C arasında olması gerekir.
- Süre sonunda su banyosundan alınan deney tüpü 5 dakika süreyle oda sıcaklığında bekletilir.
- Seyreltilmiş fenol ayırıcından 4,5 ml tüpe konur, karıştırılır ve 3 dakika kendi halinde bırakılır.

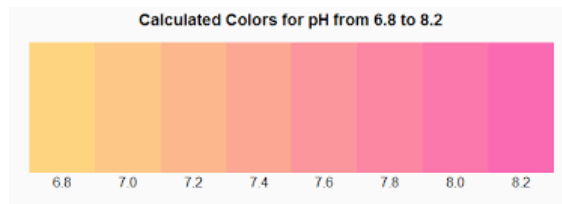
- Tüp içeriği süzülür ve 1,3 cm çapındaki tüpe süzüntüden 5 ml konur.
- Üzerine 1 ml sodyum karbonat çözeltisi ilave edilir ve karıştırılır.
- Kaynayan su banyosunda 5 dakika süreyle tutulur. Sonra tekrar süzülür ve soğutulur.
- Süzüntünün rengi yukarıdaki çizelgede oluşturulan renklerle gün ışığında karşılaştırılır ve fenol değeri belirlenir.



Tanık Deney

Doğru sonuç alınabilmesi için tanık deney yapılması gerekir. Bu amaçla;

- 10 ml tampon çözeltisi, 4,5 ml süt numunesi ile iyice karıştırılır ve 3 dakika bekletildikten sonra süzülür.
- Süzüntüye 1 ml sodyum karbonat çözeltisi katılır ve iyice karıştırılır.
- 5 dakika kaynar su banyosunda bekletilir. Tekrar süzülür, soğutulur ve süzüntünün rengi standart renk karşılığı fenol değeri ile karşılaştırılır.
- Sonuç 0,02 mg fenol değeri gösterirse bulunan rakam esas deneyde bulunan fenol değerinden çıkarılarak gerekli düzeltme yapılır.



Sonucun Değerlendirilmesi

Belirlenen fenol değerine göre aşağıda görülen değerlendirme yapılır:

- Fenol değeri (mg/0,5 ml'de) 0,05'ten az ise pastörizasyonun tam olduğunu,
- Fenol değeri (mg/0,5 ml'de) 0,05-0,14 arasında ise pastörizasyonun şüpheli olduğunu veya bir miktar çiğ süt katıldığını,
- Fenol değeri (mg/0,5 ml'de) 0,15'ten yüksek ise pastörizasyonun yetersiz olduğunu veya fazla miktarda çiğ süt katıldığını gösterir.



Peroksidaz Tayini

Tanım

Peroksidaz testi her çiğ sütte bulunan ve yüksek pastörizasyon (ultra pastörizasyon) sıcaklığında inaktif hale gelen peroksidaz enziminin varlığının tayini işlemidir.

Yöntemin Amacı

Sütte doğal olarak albümin ile birlikte bulunan peroksidaz enzimi 70°C'de 15 dakikada, 74°C'de 6 dakikada, 78°C'de 18 saniyede ve 85°C'de 8 saniyede inaktif hale gelir.

Dolayısıyla HTST (yüksek sıcaklıkta kısa süre pastörizasyon) yöntemiyle pastörizasyonda inaktif hale gelmeyen peroksidaz enzimi ancak ultra pastörizasyon yöntemiyle inaktif hale gelir.



Kullanım Alanı

Peroksidaz Testi; yüksek sıcaklıkta pastörizasyon (Ultra-pastörizasyon) yöntemiyle yani 85°C'de kısa süre ısıtılma tabi tutulmuş içme sütlerinde kullanılır. Ultra-pastörizasyon yöntemiyle elde edilmiş pastörize sütlerde peroksidaz aktivitesi görülmesi; yüksek sıcaklıkta pastörize edilen pastörize süte herhangi bir şekilde çiğ süt karıştığını gösterir.



Yüksek sıcaklıkta kısa süre pastörizasyon (HTST) yöntemiyle elde edilen sütlerde Ultra-pastörizasyon yöntemiyle elde edilen sütleri ayırt etmek amacıyla da bu yöntemden yararlanılır. Diğer bir ifadesi ile HTST yönteminde gereğinden fazla yüksek sıcaklık uygulamaları peroksidaz testi ile tespit edilebilir. Peroksidaz testi negatif tepkime veren içme sütlerin etiketinde «yüksek sıcaklıkta pastörize edilmiştir» ifadesi yer almalıdır.



Yöntemin İlkesi

Peroksidaz enzimi, hidrojen peroksidi parçalayarak aktif oksijenin açığa çıkmasına neden olur. Aktif oksijen atomu serbest halde kalamayıp kolayca okside olabilen maddelere bağlanarak oksitlenmeyi sağlar. Meydana gelen oksidasyon renk değişimi ile kendini gösterdiği için bu özelliğinden yararlanılarak süt ve süt ürünlerinde uygulanan pastörizasyon dereceleri çabuk ve basit bir şekilde belirlenmiş olur.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Deney tüpleri
- Pipet

Ayırar ve Çözeltiler

- Hidrojen peroksit çözeltisi: %0,2'lik
- Parafenilen diamin çözeltisi: Suda çözündürülmüş %2'lik



İşlem

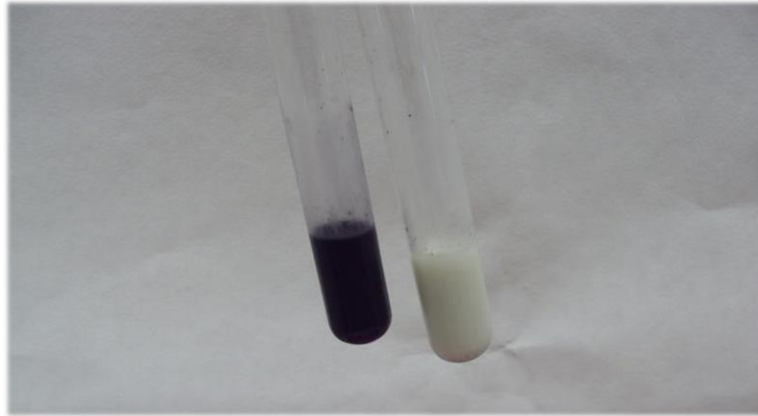
- Bir deney tüpü içerisine 18°C'de 10 ml süt örneği konur ve üzerine 2 damla %0,2'lik hidrojen peroksit çözeltisi ilave edilerek iyice karıştırılır.
- Tüp içerisine yeni hazırlanmış parafenilen diamin çözeltisinden 2 damla eklenerek yeniden çalkalanır ve oluşan renk izlenir.



Sonucun Değerlendirilmesi

Mavi renk meydana geldiği takdirde peroksidaz enzim aktivitesinin var olduğuna karar verilir.

Örnek üzerine hidrojen peroksit ilave edilmeden sütün parafenilen diamin çözeltisi ile mavi renk vermesi durumunda sütü muhafaza amacıyla hidrojen peroksit katıldığı sonucuna varılır.

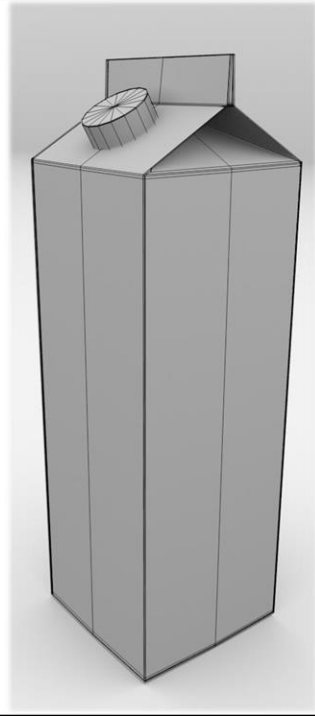


Sterilizasyon Kontrolü

Yöntemin Amacı ve Kullanım Alanı
UHT içme sütünde yeterli bir sterilizasyonun yapıp yapılmadığını tespit amacıyla uygulanan bir yöntemdir.

Yöntemin İlkesi

Orijinal ambalajı içerisindeki UHT süt örneklerinin, mikrobiyolojik analize alınmadan önceki durumunun tespit edilmesi; sonra 30°C'de 15 gün veya 55°C'de 7 gün tutulduktan sonraki durumunun tespit edilmesi; sütün besiyerine ekim yapılarak inkübasyon sonucu mezofilik aerobik ve anaerobik bakteriler ile termofilik aerob ve anaerobik bakterilerin gelişip gelişmediğinin tespit edilmesi ilkesine dayanır.



Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Genel laboratuvar araç ve gereçleri
- İnkübatör: 30±2°C ve 55±2°C'ye ayarlanabilen
- Pipet: 1, 2 ve 25 ml'lik
- pH metre
- Pens
- Bistüri ve makas



Pens

işlem

Sterilizasyon kontrolü 3 aşamada yapılır:

- İnkübasyondan önce yapılan işlemler
- İnkübasyon işlemi
- İnkübasyondan sonra yapılan işlemler (bakteriyolojik analizler)

İnkübasyondan önce yapılan işlemler

- UHT süt örnekleri önce dış kontrolden geçirilir. Karton süt ambalajı temiz ve kuru olmalı, delik ve çatlak bulundurmamalıdır.
- En iyisi karton kutular 80°C'deki su banyosuna batırılarak hava kabarcığının çıkıp çıkmadığı kontrol edilebilir.
- Kutu deformasyonu, kapama hataları ve sızıntılı kutular kusurlu kabul edilir ve kontrol dışında tutulur. Kusursuz olan kutular alt üst edilerek iyice karışması sağlanır.
- Bir pH metre yardımıyla kutu içeriğinin pH değeri belirlenir.
- Kutu içeriğinden mikroskopik inceleme için preparat hazırlanır.
- Analizlerin iki numune ile paralel olarak yapılması gerekir.

İnkübasyondan önce yapılan işlemler (2. kısım)

- Açılmamış kutuların ikisi 30±2°C'de 14 gün ve diğer ikisi ise 55±2°C'de 7 gün süreyle inkübasyona bırakılır.
- İnkübasyon süresince örnekler kontrol edilir. Kutuların dış görünüşünde patlama, bombaj, kapak açılma benzeri değişiklikler görülürse veya İnkübasyon süresini tamamlayan örneklerde 80°C'deki su banyosunda hava kabarcıkları görülürse sterilizasyonun kusurlu olduğuna karar verilir ve analize devam edilmez. Eğer hava kabarcığı görülmez ise bakteriyolojik analizler yapılır.



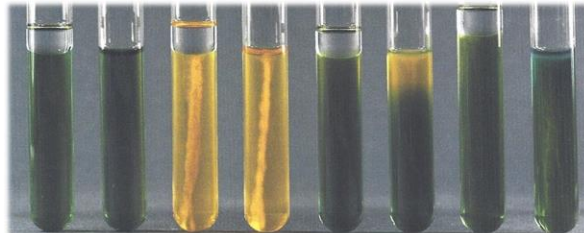
İnkübasyondan sonra yapılan işlemler

- Süt kutusu birkaç kez alt üst edildikten sonra alevde sterilize edilmiş ve soğutulmuş bir makas ile karton kutu bir ucundan kesilir ve steril pipet ile numune alınır.
- Mezofilik aerobik ve termofilik aerobik bakterilerin tespiti için, brom krezol moru ilave edilmiş Glukoz tripton sıvı besiyeri bulunan 4 tüpe numuneden 2-4 ml ekim yapılır. Ekim yapılan tüplerden iki tanesi 30°C'de 96-120 saat, diğer ikisi ise 55°C'de 24-72 saat inkübasyona bırakılır.

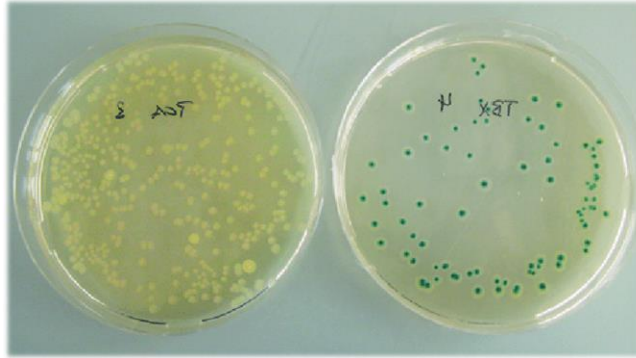


- Mezofilik anaerobik ve termofilik anaerobik bakterilerin tespiti için, henüz rejenere edilmiş (kaynar suda 10 dakika tutulmuş ve 40-45°C'ye soğutulmuş) karaciğerli sıvı besiyeri veya sığır kalbi infüzyon besiyeri bulunan 4 tüpe ve sülfid agar besiyeri bulunan 4 tüpe numuneden 2-4 ml ekim yapılır. Besiyerinin üzerine anaerob koşulları sağlamak amacıyla erimiş ve 40-45°C'ye soğutulmuş vaspar, 2-3 cm kalınlıkta olacak şekilde ilave edilir. Ekim yapılan tüplerin iki adedi 30°C'de 96-120 saat, diğer ikisi ise 55°C'de 24-42 saat inkübasyona bırakılır.

Not: Vasparın Hazırlanması: Vazelin ve parafin 1:1 oranında eritilerek karıştırılır ve tüplere konularak 121°C'de 15 dakika süreyle sterilize edilir. Kullanılmadan önce yeniden eritilir.



- Hidrojen sülfür meydana getiren termofilik anaerop bakterilerin tespitinde içinde sülfid agar bulunan 2 tüpe numuneden 2 ml ekim yapılır ve üzerine anaerop koşulları sağlamak amacıyla 2-3 cm kalınlığında erimiş ve 45°C'ye soğutulmuş vaspar ilave edilir. Sonra tüpler 55°C'de 120 saat inkübasyona bırakılır.
- Bir pH metre yardımıyla kutu içeriğinin pH değeri belirlenir.
- Kutu içeriğinin mikroskopik muayenesi için besiyerine ekim yapılan kutulardan preparat hazırlanır.



Sonucun Değerlendirilmesi

Süt kutusu içerisinde yapılan mikrobiyolojik muayene sonucuna aşağıda belirtilen hususlardan birini veya bir kaçını gösteren numunelerin mikrobiyolojik açıdan bozulduğu sonucuna varılır:

- İnkübasyon Öncesi ve Sonrası Kutu İçeriğinin Görünüş ve Kokusunun İncelenmesi: Kutuların sızıntılı veya patlamış olması yada şişkin olması, kutu içeriğinde köpük görülmesi, parçalanmış yada pıhtılaşmış yapı, ekşi peynir kokusu, ekşimiş koku, butirik asit kokusu, hidrojen sülfür kokusu gibi normal olmayan koku ve görünüşte olması.
- İnkübasyon Öncesi ve Sonrası Kutu İçeriğinin Mikroskopik Muayenesi: Kutu içeriğinin mikroskopik muayenesinde mikroorganizmanın görülmesi
- İnkübasyon Öncesi ve Sonrası pH Kontrolü: İnkübasyondan önceki pH değeri ile İnkübasyondan sonraki pH değeri arasındaki farkın 0,5'ten fazla olması

d. Ekim Yapılmış Besiyerlerinde İnkübasyondan Sonraki Üretimin Belirlenmesi:

- Brom krezol moru ilave edilmiş Glukoz tripton sıvı besiyerinin renginin mordan sarıya dönmesi
- Besiyerinin yüzeyinde zar oluşumu
- Sıvı besiyerinin bulanık ve tortulu olması
- Anaerop koşullarda inkübe edilen besiyerinde vaspar kapak altında gaz oluşumu (vaspar kapağın yukarı doğru çıkmış olması)
- Sülfid agarda siyah koloni ve besiyerinde siyahlık görülmesi
- Malt ekstraktı agar veya patates dekstroza agarda küf veya maya gelişmesinin görülmesi

Not: Bombaj, normal olmayan görünüş ve koku, ambalaj hataları tek başına değerlendirmeye alınmaz.

Homojenizasyon Kontrolü

Tanım

Sütün homojenizasyonu; kuvvetli bir basınç altında yağ globüllerinin çapının küçültülmesi işlemidir.

Yöntemin Amacı

Homojenizasyon kontrolü ile homojenizasyon işleminin yeterli şekilde yapıp yapılmadığı kontrol edilir.

Kullanım Alanı

Homojenize edilen içme sütlerinde kullanılır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Ölçülü silindir: 100 ve 1000 ml'lik
- Buzdolabı
- Sütte yağ tayininde kullanılan araç ve gereçler

Ayırarç ve Çözeltiler

Sütte yağ tayini için gerekli olan çözeltiler



İşlem

- 1000 ml'lik silindir içerisine 1000 ml süt konulur ve buzdolabında 48 saat hiç çalkalanmadan bekletilir.
- Bekletilme süresi tamamlandıktan sonra şekilde görüldüğü gibi sütün üst yüzeyinden yavaşça 100 ml süt alınır ve iyice karıştırılır.
- Alınan 100 ml'lik sütte (a) ve silindirde kalan 900 ml sütün taban kısmından alınan örnekte (b) yağ tayini yapılır.
- Bu iki yağ miktarı değerinden yararlanılarak homojenizasyon derecesi hesaplanır.



Sonucun Hesaplanması

$$\text{Homojenizasyon derecesi} = \frac{a - b}{b} \times 100$$

Burada;

a = 100 ml sütün %yağ derecesi

b = 900 ml sütün %yağ derecesini simgelemektedir.

Örneğin;

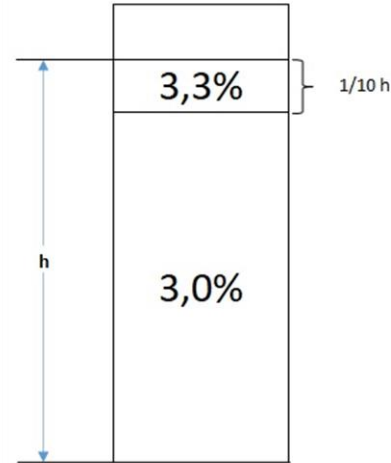
Üst kısımdan alınan 100 ml sütün (a) oranı %3,3 ve alt kısımdan alınan sütün (b) yağ oranı %3,0 olsun. Bu durumda

$$\text{Homojenizasyon derecesi} = \frac{3,3 - 3,0}{3,0} \times 100 = 9 \text{ olur}$$

Sonucun değerlendirilmesi

İyi bir homojenizasyonda; homojenizasyon derecesinin %10'dan daha küçük olması gerekir.

Not: Şekilde görüldüğü gibi; üst taraftaki kısım ile alt taraftaki kısmın yağ dereceleri arasındaki fark %10'u geçmediği sürece homojenizasyonun yeterli yapıldığı sonucuna varılır.



Homojenize Edilmiş İçme Sütlerinde Gerber Yöntemiyle Yağ Tayini

«Çiğ Süt ve ısıtılmış İçme Sütleri Tebliği»ne göre yağ miktarı; 100 ml'de tam yağlı içme sütünde en az %3,5, yağlı içme sütünde en az %3, yarım yağlı içme sütünde en az %1,5 ve yağsız içme sütünde en çok %0,15 olmalıdır.

Homojenize edilmiş içme sütünde yağ tayininde, çiğ süt analizlerinde verilen Gerber Yöntemi kullanılabilir. Ancak homojenize edilen yağın ayrılması zor olduğu için santrifüjleme işlemine iki okuma arasındaki fark 0,05'den az oluncaya kadar devam edilir ve her seferinde 5 dakika süreyle tekrarlanması zorunludur. Aynı zamanda her santrifüjleme işlemi arasında bütirometreler birkaç kez alt üst edilmeli, 1. ve 2. kez santrifüjlemeden sonra 68°C'lik su banyosunda 5'er dakika süreyle bekletilmelidir.

İçme Sütlerinde Yağsız Kurumadde Tayini

«Çiğ Süt ve Isıl İşlem Görmüş İçme Sütleri Tebliği»ne göre yağsız kurumadde miktarı en az %5,5 olmalıdır.
Çiğ sütte olduğu şekilde yapılır.

Aromalı sütlerde süt esaslı yağsız kurumadde tayini: Kurumadde tayin edildikten sonra aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak süt esaslı yağsız kurumadde (SEYKM) miktarı % gram olarak hesaplanır.

$$SEYKM = KM - (YM + S)$$

Burada;

KM = % kurumadde miktarı «gram» olarak

YM = % yağ miktarını «gram» olarak (m/m)

S = % sakkaroz miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

İçme Sütlerinde Yoğunluk Tayini

«Çiğ Süt ve Isıl İşlem Görmüş İçme Sütleri Tebliği»ne göre yoğunluk en az 1,028 g/ml olmalıdır.
Çiğ sütte olduğu şekilde yapılır.

İçme Sütlerinde Kirlilik Tayini

Çiğ sütte olduğu şekilde yapılır.

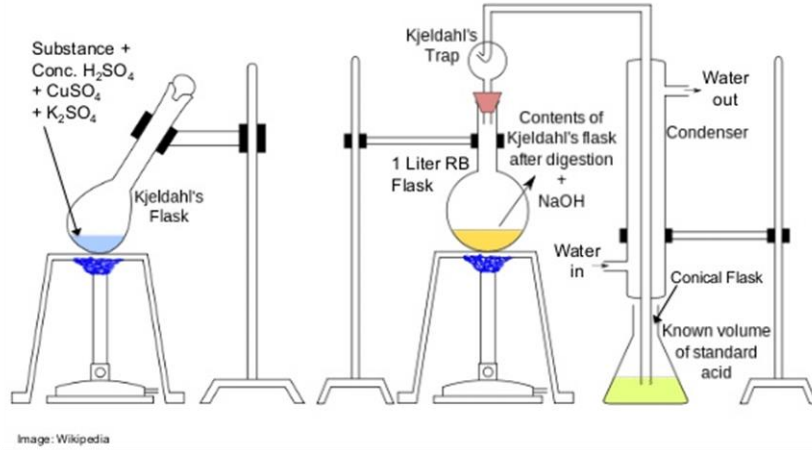
İçme Sütlerinde Asitlik Tayini

«Çiğ Süt ve Isıl İşlem Görmüş İçme Sütleri Tebliği»ne göre asitlik %süt asidi cinsinden 0,135-0,2 (m/v) olmalıdır.
Çiğ sütte olduğu şekilde yapılır.

İçme Sütlerinde Toplam Protein Tayini

«Çiğ Süt ve Isıl İşlem Görmüş İçme Sütleri Tebliği»ne göre protein miktarı en az %2,8 olmalıdır.

Çiğ sütte olduğu şekilde yapılır.



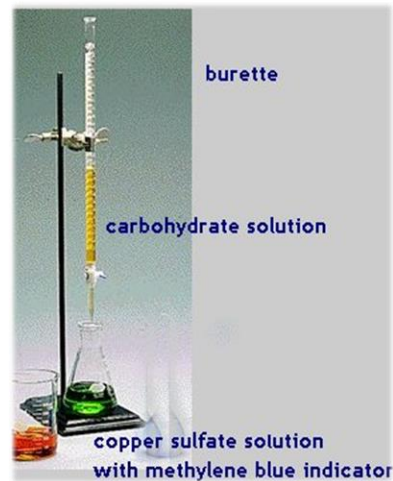
Aromalı Sütte Sakkaroz Tayini (Lane-Eynon Yöntemi)

Kullanım Alanı

Şeker ilave edilmiş aromalı sütlerde kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Disakkaritlerin hidroliz edilmesi ve aldozların iyotla oksitlendirilmesinden sonra yalnızca sakarozdan açığa çıkan früktozun (levülozun) indirgeme özelliğine dayanır.



Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta
- Balon joje: 200 ve 1000 ml'lik
- Pipet: 5 ml'lik ölçülü, 20 ml'lik tek işaretli
- Erlen: 250 ve 400 ml'lik
- Büret: 0,1 ml taksimatlı
- Bunzen beki:
- Filtreli huni (süzgeç): Göz açıklığı 5-15µ olan
- Cam bilye
- Genel laboratuvar malzemeleri



Cam bilye



Bunzen bek

Ayraç ve Çözeltiler

- Potasyum demir (III) siyanür $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ çözeltisi: Suda %15'lik (m/v)
- Çinko asetat çözeltisi $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$: Suda %30'luk (m/v)
- Sülfürik asit çözeltisi: 5N ayarlı
- İyot Çözeltisi: 1N, ayarlı
- Sodyum Karbonat ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) çözeltisi (5N): 572 gram sodyum karbonat, 40 gram sodyum hidroksit bir miktar suda çözülür ve 1000 ml'ye tamamlanır.
- Sodyum sülfid (Na_2SO_3) nötral çözeltileri: Suda %20'lik ve %1'lik (m/v)
- Bakır sülfat çözeltisi (Fehling A): 34,639 gram bakır sülfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 500 ml suda çözülür, filtreli huniden süzülür.
- Sodyum tartarat çözeltisi (Fehling B): 175 gram Seignette tuzu ve 50 gram sodyum hidroksit, 500 ml suda çözülür, iki gün kapalı olarak dinlendirildikten sonra filtreli huniden süzülür.

- İnvirt şeker çözeltisi: 9,5 gram sakkaroz 100 ml'lik balonda 50 ml kadar suda çözülür; 1,19 g/ml derişimindeki hidroklorik asitten (HCl) 5 ml ilave edilir ve 100 ml'ye damıtık su ile tamamlanır. 12-15°C'de 7 gün 20-25°C'de 3 gün dinlenmeye bırakılır. Bu süre sonunda yeniden 1000 ml'ye tamamlanan çözelti %1 oranında invirt şeker içerir ve birkaç ay kararlıdır. Kullanılmadan önce sodyum hidroksit çözeltisi yardımıyla nötralize edilmeli ve sulandırılmak suretiyle arzulanan konsantrasyona ayarlanmalıdır. (Bu konsantrasyona giren miktar 5 ml bakır sülfat çözeltisindeki bütün bakırı indirgemek için 15 ml'den az 50 ml'den çok olmamalı, laktoz tayini için kullanılacağı zaman 5 katı sulandırılmalıdır).
- Metilen mavisi çözeltisi: Suda %1'lik (m/v)

İşlem

- Bir pipet yardımıyla Fehling A ve Fehling B çözeltisinden 5'er ml, 300 veya 400 ml'lik bir erlene konur.
- Erlen içine bir adet cam bilye ve yeterli miktarda önceden seyreltilmiş invirt şeker çözeltisi konur. Şeker konsantrasyonu bilinmiyorsa bu miktar bir ön deneme ile belirlenir. Bu miktar bütün bakırı indirgeyip titrasyonu tamamlayacak miktardan 0,5-1 ml kadar eksik olmalıdır. (Buruda; 5 kat seyreltilmiş invirt şeker çözeltisi miktarı 10 ml kadardır).
- Erlen içeriği elektrik tabanlı bir ısıtıcıda veya alevi ayarlanabilen Bunzen bekinde (asbest kullanılmalıdır) 2 dakika süreyle kaynatılır.
- Üzerine 4 damla metilen mavisi çözeltisi ilave edilir. Daha önce seyreltik invirt şeker çözeltisiyle indikatörün rengi kayboluncaya kadar titre edilir.
- Titrasyonla birlikte kaynama süresi en fazla 3 dakika olmalıdır.

- Harcanan invert şeker çözeltisi miktarından Fehling çözeltisinin düzeltme faktörü aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır:

$$F = \frac{m \times n}{f}$$

Burada;

F = Düzeltme faktörü

m = 1 ml çözeltinin içerdiği invert şeker miktarını «mg» olarak (burada 2 mg)

n = Titrasyonda harcanan invert şeker çözeltisini «ml» olarak

f = Lane-Eynon çizelgesinden (aşağıdaki çizelge) titrasyonda harcanan çözelti miktarına karşılık gelen invert şeker miktarını, «mg» olarak simgelemektedir.

<i>Lane-Eynon Çizelgesi</i>			
Titrasyonda harcanan çözelti (ml)	Tanık Titrasyondaki Şeker (ml)		
15	50,5	30	51,5
16	50,6	31	51,6
17	50,7	32	51,6
18	50,8	33	51,7
19	50,8	34	51,7
20	50,9	35	51,8
21	51,0	36	51,8
22	51,0	37	51,9
23	51,1	38	51,9
24	51,2	39	52,0
25	51,2	40	52,0
26	51,3	41	52,1
27	51,4	42	52,1
28	51,4	43	52,2
29	51,5	44	52,2
		45	52,3
		46	52,3

Örnek

- 200 ml'lik balon jojeye 20 ml süt numunesi konulur, üzerine 2 ml potasyum demir (III) siyanür çözeltisi ilave edilerek karıştırılır.
- Üzerine 2 ml çinko asetat çözeltisi konur, tekrar karıştırılır ve balon arada bir karıştırılmak suretiyle damıtık su ile işaret çizgisine kadar tamamlanır.
- Çöken kısmın hacmini karşılayacak şekilde 2 ml damıtık su ilave edilir ve yeniden karıştırılır.
- 10-15 dakika süreyle dinlenmeye bırakılır ve sonra süzülür. Süzüntünün berrak olmaması durumunda süzme işlemi tekrarlanır.
- Elde edilen süzüntüden 250 ml'lik erlene 10 ml alınır, 0,5 ml 5N sülfürik asit çözeltisi ilave edildikten sonra kaynayan su banyosunda 10 dakika süreyle tutulur ve sonra soğutulur.
- Üzerine 3'er ml 1N iyot ve 5N sodyum karbonat çözeltilerinden ilave edilir, karıştırılır ve 15 dakika dinlenmeye bırakılır.
- İyodun fazlasını gidermek amacıyla 5N sülfürik asit ve %20'lik sodyum sülfid çözeltisinden damla damla ilave edilir.

- Serbest iyodun giderilmesi durumunda ortamın berrak esmer renkte olması gerekir. Yeniden bir damla 5N sülfürik asit ilave edilerek serbest iyot varlığı araştırılır.
- Serbest iyot varsa aynı işlem tekrarlanılarak %20'lik sodyum sülfid ile berrak esmer renk sağlanır.
- Fazla iyodun giderilmesinden sonra ortamdaki esmer rengi yok etmek amacıyla %1'lik sodyum sülfitten yeter miktarda damlatılır.
- Birkaç damla 5N sodyum karbonat çözeltisinden ilave etmek suretiyle nötralize edilir.
- Bu işleme balon karıştırıldığında görülen gaz çıkışı duruncaya kadar devam edilir. İşlem sonunda ortam renksiz ve berrak olmalıdır.
- İnvert şeker çözeltisindeki işlem aşamaları aynen uygulanarak elde edilen berrak süt çözeltisinin titrasyonu da aynı şekilde yapılır. Harcanan çözelti miktarından sütteki sakkaroz (S) miktarı, gram/litre (g/l) olarak aşağıda görülen eşitlik yardımıyla hesaplanır.

Sonucun Hesaplanması

$$S = F \times 1,9V$$

Burada;

F = Düzeltme faktörünü

V = Titrasyonda harcanan süt çözeltisi miktarını «ml» olarak simgelemektedir

PEYNİR ANALİZLERİ



Numune Alma**Uygulama Alanı**

Sert, yarı-sert, yarı-yumuşak, yumuşak, taze peynirler, laktik peynirler, salamuralı peynirler, ön paketlenmiş peynirler, eritme peynirleri, eritme peyniri preperasyonları ve peynir ürünleri için uygulanan numune alma teknikleridir.

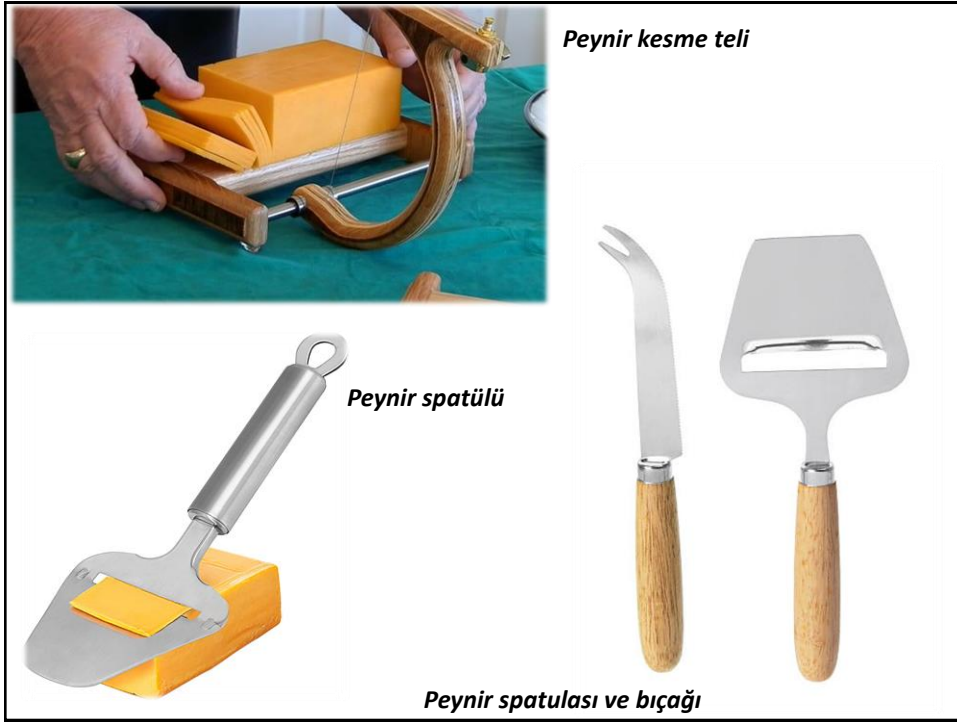
**Numune Almada Kullanılan Araç ve Gereçler**

- Peynir sondaları: Alınacak peynir örneğine uygun şekil ve boyutlara sahip.
- Bıçak: Keskin uçlu ve düzgün yüzeyli
- Spatül
- Kesme Teli: Yeterli derecede keskin ve uygun boyutlarda
- Örnek kapları
- Etanol: %70'lik (v/v)



Peynir el sondası





Taze Peynir ve Salamura İçindeki Tuzlu Peynir Dışında Diğer Peynirlerden Numune Alınması

- Mikrobiyolojik analiz yapılacaksa önce aseptik teknikle örnek alınır daha sonra mümkünse aynı peynirden kimyasal ve fiziksel analizler ile duyu testler için örnek alınır.
- Peynirlerden numune alırken peynirin tipine, şekline ve ağırlığına bağlı olarak; peynirin tamamı ambalajlanmış olarak, ön paketlenmiş porsiyonlar halinde, bir bölümü dilimlerle alınabilir veya kabuk kısmı ile birlikte alınabilir.



A) Peynirin Tamamından veya Paketlenmiş Peynirlerden Örnek Alınması

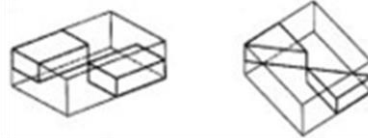
- Bu yöntem genellikle küçük kalıp halindeki peynirlere, küçük peynir porsiyonlarına veya paketlenmiş peynirlere uygulanır.
- Peynir paketlerinden veya porsiyonlarından 100 gramdan az olmayacak şekilde numune alınır.
- Numune kabına örnekler orijinal ambalajlı olarak yerleştirilir.



B) Dilimler, Bölümler veya Rulolar Şeklinde Peynirden Örnek Alınması

- Peynirin dış ambalajı çıkartılır ancak mum veya plastik film gibi iç ambalaj maddesi çıkarılmamalıdır.
 - Dilim ve Bölüm Keserek Örnek Alınması
- Uygun boyutlarda bıçak veya kesme teli kullanılır. Kesilen dilimler yeterli kalınlıkta olmalıdır.

Kare ve dikdörtgen blok şeklindeki peynirlerden dilim şeklinde numune alma



Teker şeklindeki peynirlerden bıçakla bir ve/veya iki dilim numune alma



Silindirik şeklindeki peynirlerden bıçakla numune alma



➤ Rulolar Halinde Örnek Alınması

a) Mikrobiyolojik Analizler İçin Örnek Alınması;

Önce aseptik teknikle örnek alınır daha sonra mümkünse aynı peynirden kimyasal, fiziksel analizler ve duyuşal muayene için örnek alınır.

Yüzeyden alınacak örnek miktarı 100 gramdan az olabilir.

Örneklemede kullanılan alet ve ekipmanlar steril olmalıdır.

Peynir yüzeyinin örnek alınacak bölümü etil alkol ile temizlenir.

Sonra 25 mm derine batırılarak peynir içinde döndürülür ve kabuk kısmı ile birlikte örnek alınır. Bu kabuk kısmı daha sonra üzerinde delik açılmış kitleyi kapatmak amacıyla kullanılır. Ancak kabuk kısmında analiz yapılacaksa hemen örnek kabı içerisinde konup saklanır.

Daha küçük bir sonda ile yine aynı kitleden örnek alınır ve kabuk kısmı bir bıçak ile ayrılarak örnek kabına konur.

Bu işlem 100 gram örnek toplanıncaya dek tekrar tekrar uygulanır.

Kitlede açılan delik, kabuk analize alınacaksa uygun bir ambalajlama maddesi ile kapatılır.

b) Kimyasal ve Fiziksel Analizler ile Duyusal Test İçin Örnek Alınması;

Yeterli uzunlukta sonda bir kez döndürülerek kabuk ile birlikte rulo şeklinde örnek alınır.

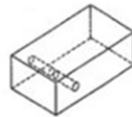
Oluşan delik dış kabuk ile (yaklaşık 10-20 mm kalınlıkta) kapatılır ancak dış kabuk örnek olarak kullanılacaksa kapatmak amacıyla uygun bir ambalajlama maddesi kullanılır.

Örnek hemen analize alınmayacaksa numune ruloları alüminyum folyoya sarılarak örnek kabına yerleştirilir.

Silindir ve blok şeklindeki peynirlerden sondayla numune alma



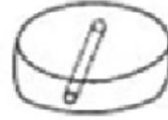
Blok şeklindeki peynirlerden sondayla iki taraflı numune alma



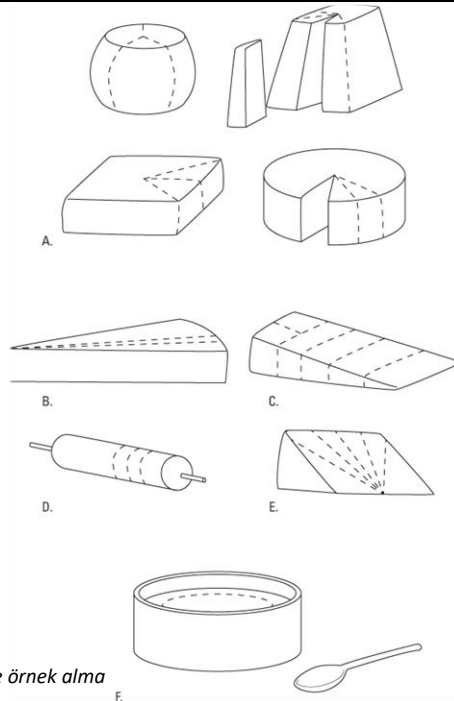
Kalın ve ince teker şeklindeki peynirden sonda yardımıyla dik numune alma



Teker şeklindeki peynirlerden sondayla yatay numune alma



- Küçük tekerlekler, diskler, piramitler veya kareler: Bıçağın peynirin ortasına yerleştirilmesi, eşit ve kama benzeri dilimler halinde kesilmesi
- Yumuşak ila yarı yumuşak peynir dilimleri: Bu peynirleri peynirin bulunduğu yerden başlayarak ince dilimler halinde kesilmesi
- Yarı sert ve sert peynir dilimleri: Kamayla uzunlamasına ikiye kesilir ve ardından her dilimi çapraz bölümlere ayrılması
- Silindir: Eşit enine kesitler halinde dilimleyin
- Mavi Peynirler (küfle olgunlaştırılanlar): Kamayı ince kenarın merkezinden kalın kenar boyunca eşit aralıklı noktalara dilimlenmesi
- Kutuda gelen peynirler (Epoisses gibi): Peynirin üstündeki kapağı açın ve kapağı bir kenara koyun. Ardından içindekileri bir kaşıkla alın.



Farklı peynir stilleri ve örnek alma yöntemleri



© Associated Press Photo

Peynir sondası ile örnek alınması



Peynir sondası ile örnek alınması

Taze Peynirlerden Numune Alınması

- Taze peynirlerden numune alınırken; örnek kaplarının sağlam ve açılmamış olması gerekmektedir. Analize alınıncaya kadar kaplar açılmaz. Alınacak örnek miktarı 100 gramdan az olmamalıdır.

**Salamura Peynirlerden Numune Alınması**

- Örnekler salamura içermeyecek şekilde ve her biri en az 100 gram olacak şekilde parçalar halinde alınır.



Salamurayla tuzlanan beyaz peynir



Salamura beyaz peynirden numune alma

- Salamurada saklama sürecinde sıcaklık ve süreye bağlı olarak peynirin bileşiminde bazı değişimler meydana gelir. Analiz yapılacak laboratuvar tarafından numunenin salamura ile birlikte alınıp alınmayacağına bildirilmesi gerekir.
- Salamuradan örnek alınacaksa peynir tamamen kaplamaya yetecek kadar örnek alınmalıdır. Salamuradan örnek alınmayacaksa peynir örneği süzgeç kağıdında süzülerek örnek kabına konur.
- Örneğin saklanacağı ve/veya nakledileceği sıcaklık, peynirin özelliğine göre laboratuvar yetkilileri tarafından belirlenir.

Not: *Numune alma raporunda örneğin salamura vb. ile alınıp alınmadığı belirtilmelidir.*

Örneklerin Depolanması

Taze peynirler, eritme peynirleri ve diğer tüm peynir çeşitlerinde koruyucu kullanımına izin verilmez. Peynir örnekleri alındıktan kısa bir süre sonunda depolama sıcaklığına (0-4°C) soğutulmalıdır. Numunelerin taşınma ve depolanma süresi olabildiğince kısa tutulmalıdır.

Duyusal Analizler ve Ürün Örneklenmesi

Peynirlerden örnek alınırken sınıf, tip, ambalaj, imalat ve seri numaraları aynı olan peynirler bir parti sayılırlar. Her peynir partisinden alınacak örnek sayıları farklıdır ve ilgili standartlarla belirtilmiştir.

Peynirlerin çeşidine, şekline ve büyüklüğüne göre numune alma sondaları ve bıçakları mevcuttur.

Süt ürünleri içerisinde peynirin oldukça fazla çeşidine sahip olması duysal niteliklerinin standartlaştırılıp belli bir kalıba sokulmasını güçleştirir. Her tip peynir için kendi niteliklerinin göz önüne alınarak kalite kontrol yapılması zorunlu olur.

Duyusal Analizler

Süt ürünlerinin çeşidine göre duyuşal muayene yapılış amacı farklılıklar göstermektedir. Duyusal muayenenin sağladığı yararlar;

- Ham madde kaynağını saptamak (inek sütü, koyun sütü, vb.)
- Anormal sütü normal süttten ayırmak,
- Üretim tekniğine bağılı istenmeyen değışiklikleri tespit etmek,
- Ürünün kalitesi hakkında fikir edinmek ve mevcut ürünü iyileştirmek,
- Ürünün piyasada kalma süresini tespit etmek,
- Fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik analizler için ön bilgi elde etmek veya neticeleri birlikte değerlendirmek,
- Tüketici isteklerini saptamak,
- Yeni bir ürünü tanıtmak,
- Standarda ve tüzüğe uygunluğunu tespit etmektir.

Bu analizin amacı peynir çeşitlerine uygun olarak duyuşal değerlendirmeye tabi tutmaktır. Peynirin duyuşal değerlendirmesi, peynirin çeşidine, tipine bağılı olarak belirlenen kalite özelliklerine göre bakılarak, koklanarak, tadılarak ve dokunularak yapılır. Duyusal test sırasında peynir örneklerinin 14°C±4°C olması gerekir.

Ambalaj Kontrolü: Ambalaj materyali, gıda sanayinde kullanılmaya uygun plastik, laklı teneke veya su geçirmeyen özel kartondan yapılmış kaplar olmalıdır. Ambalajda herhangi bir delik, çatlak, bombaj veya benzer bir boşluk olup olmadığı kontrol edilir.

Renk Kontrolü: Peynirin rengi; kullanılan hammaddeye, kullanılan teknolojiye, olgunlaşma süresine bağlı olarak değişiklik gösterir. Renk tüm kitlede homojen bir dağılım göstermeli, alacalı, mat küflü veya kirli olmamalıdır.

Görünüş Kontrolü: Bu işlemde numune iç ve dış görünüş olmak üzere iki şekilde incelenir. Dış görünüşte genellikle peynirin şekli, kabuk durumu ve yüzey özellikleri üzerinde durulur. İç görünüşte ise gözlenebilir gözenek ve renk durumu incelenir.

Doku (tekstür) Kontrolü: Doku denildiğinde; gözler, parmaklar ve çiğneme sırasında ağız vasıtasıyla algılanabilen tüm fiziksel özellikler anlaşılır. Burada peynirimizde görülebilecek çok sert, çok yumuşak ufalanan, kolay kırılan, gevrek hamurumsu, sulu zayıf ya da puding benzeri doku, kusur olarak sayılır. Ayrıca gözenekli peynirlerde deliklerin büyüklüğü ve konsantrasyonu çok önemlidir.

Lezzet (tat ve koku) Kontrolü: Koku kontrolü için, bir miktar peynir kesilir veya sonda ile örnek alınır ve koklanır. Tat testi için ise kesilen parça çiğnenir ve algılanan tat kaydedilir. Ekşi tat, pişmiş tat, yanık tat, okside tat, bozuk tat, yavan tat, ransit tat gibi yabancı tatlar değerlendirmede dikkate alınması gereken kusurlardır.

Duyusal özelliklerin puanla değerlendirilmesi

Nitelik	Puan
Çok iyi: Önceden belirlenen duyuusal standartla çok uyumlu olan	5
İyi: Önceden belirlenen duyuusal standartla uyumlu olan	4
Az kusurlu: Önceden belirlenmiş duyuusal standarda göre az kusurlu olan	3
Kusurlu: Önceden belirlenen duyuusal standarda göre belirgin derecede kusurlu olan	2
Çok kusurlu: Önceden belirlenen duyuusal standarda göre çok kusurlu olan	1

Peynir için genel puanlama cetveli su şekilde olabilir.

Dış görünüm	5 puan
İç görünüm	5 puan
Yapı	5 puan
Koku	5 puan
Tad	5 puan

Asitlik Tayini

Titre Edilebilir Asitlik Tayini

Yöntemin Amacı ve Kullanım Alanı

Peynir örneğinin kalitesi ve standartlara uygunluğunu saptamak ve olgunlaşma gelişimi hakkında fikir edinmektir.

Yöntemin İlkesi

100 gram peynirin titre edilebilir asitliğinin laktik asit cinsinden ifade edilmesi amacıyla; belli bir miktar peynirin damıtık su ile hazırlanan çözeltisinin 0,1 N NaOH ile fenolftalein indikatörlüğünde titrasyonu esasına dayanır.

Deney Numunesinin Kimyasal Analiz için Hazırlanması

Analize alınmadan önce numune 0-4°C arasındaki sıcaklıkta bekletilir. Numune salamura içinde ise süzgeç kağıdı ile nemi alınır. Peynir üzerindeki kabuk, örtü tabakası ve küflü yüzey kısmı uygun bir bıçak yardımı ile uzaklaştırılarak normal tüketildiği duruma getirilinceye kadar temizlenir. Numune öğütücüden geçirilerek karıştırılır. Gerekirse öğütücüden bir kez daha geçirilir ve yine karıştırılır. Her öğütme işleminden sonra öğütme aleti iyice temizlenmelidir. Numune öğütülemeyecek durumda ise yoğrulmak suretiyle iyice karışması sağlanır ve hemen analize alınır. Eğer hemen analize alınmayacaksa karıştırılan numune, ağzı sıkı kapanan ve hava geçirmeyen bir kap içerisinde muhafaza edilir. Analizin aynı gün yapılması gerekir. Analiz aynı gün yapılmayacaksa numunenin en iyi şekilde korunması ve kabın iç yüzeyinde nem birikmemesi için önlem alınmalıdır. Hazırlanan numune 10-12°C arasında bir sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.



Peynir öğütücü

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlıkta
- Erlen: 250 ml hacimde
- Elektrikli ısıtıcı
- Beher: 250 ml hacimde
- Termometre
- Cam huni
- Baget
- Süzgeç Kağıdı
- Büret: 0,1 ml hassasiyette
- Mezür: 120 ml'lik
- Pipet: 25 ml ve 1 ml'lik

Ayraç ve Çözeltiler

- NaOH çözeltisi: 0,1 N
- Fenolftalein belirteç çözeltisi: %95'lik nötr etil alkolde %1'lik çözelti



Cam baget

İşlem

- Daha önceden havanda ezilerek veya uygun bir makinadan geçirilerek ufalanmış ve iyice karıştırılmış peynir örneğinden erlen içerisine 10 gr tartılır.
- 40°C'de 105 ml damıtık su azar azar ilave edilerek peynir bir baget yardımıyla ezilir ve 2 dakika kuvvetlice çalkalanır.
- Bir filtre kağıdından süzülür ve süzüntüden 25 ml bir erlen içerisine alınır.
- 2-3 damla %1'lik fenolftalein indikatörü eklenir.
- 0,1 N NaOH ile en az 30 saniye kalıcı açık pembe renk oluşana dek titre edilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Peynir örneğinin titre edilebilir asitlik derecesi % laktik asit cinsinden aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\% \text{ laktik asit} = \frac{V \times 0,009 \times F}{m} \times 100$$

V = Titrasyonda harcanan 0,1 N NaOH miktarı (ml)

m = Titrasyona alınan peynir örneği miktarı (g)

F = NaOH'in faktörü

Not 1: Örneğin; başlangıçta 10,0 gram peynir tartılmış ise titre edilen peynir miktarı 2,5 gramdır.

Not 2: 1 ml 0,1 N NaOH, 0,009 gram laktik aside eşdeğer olduğu için formülde sabit sayı olarak 0,009 kullanılır.

pH Tayini

Peynir örneğinde pH değerinin saptanması 2 farklı şekilde yapılabilir.

1.Yöntem

pH metrenin elektrotu peynir örneği içerisinde batırılarak ölçüm yapılır. Bu yöntemde önemli olan; elektrot başlığının peynir kitlesi ile tamamen temas etmesi zorunluluğudur. Aksi halde yapılan ölçüm hatalı sonuç verecektir. Özellikle sert ve homojen yapıda olmayan peynirlerde bahsedilen sorun yaşanacağı için 2. yöntem tercih edilebilir.



2.Yöntem

Peynir örneği; belli oranda damıtık su ile karıştırılarak pH tayin edilebilir. Bu amaçla; farklı araştırmacılar tarafından önerilen pH tayin yöntemleri aşağıya sıralanmıştır.

Burada önemli olan daima aynı sulandırma ve homojen hale getirme tekniğinin uygulanması ve bunun da belirtilerek değerlendirme yapılmasıdır. Çünkü peynire ilave edilen su oranına bağlı olarak pH gerçek değerinden biraz farklı okunacaktır.

20 ml damıtık su ile 10 gram peynir ya da 1:1 oranında peynir ve su karıştırılır, Stomacher 400'de homojenize edilir ve pH ölçülür.

Not: pH metrenin en az her gün bir kere kalibre edilmesi zorunludur.

Asitlik Tayini Başka Yöntem (SH)

- 10 gr peynir numunesi tartılır.
- Porselen havana konur.
- İyice ezilir.
- Üzerine 1 ml %1'lik fenolftalein indikatörü eklenir.
- 0,25 N NaOH ile açık pembe renge kadar titre edilir.
- Harcanan NaOH miktarı 10 ile çarpılarak sonuç tespit edilir.

Toplam Kurumadde Tayini**Yöntemin Amacı ve Kullanım Alanı**

Bütün peynir çeşitlerinde kullanılabilir. Farklı tipteki peynirlerin toplam kurumadde miktarlarının standartlara uygunluğunun saptanması, kalite değerlendirilmesinin yapılması ve kalite kusurlarının kurumadde içeriği ile ilgisi olup olmadığının belirlenmesidir.

Yöntemin İlkesi

Kum ile karıştırılmış belirli bir miktar peynir örneğindeki suyun peynir çeşidine bağlı olarak belirli sıcaklıkta buharlaştırılması ve kalan kurumaddenin tartılarak tespit edilmesi esasına dayanır.

Deney Numunesinin Kimyasal Analiz için Hazırlanması

Analize alınmadan önce numune 0-4°C arasındaki sıcaklıkta bekletilir. Numune salamura içinde ise süzgeç kağıdı ile nemi alınır. Peynir üzerindeki kabuk, örtü tabakası ve küflü yüzey kısmı uygun bir bıçak yardımı ile uzaklaştırılarak normal tüketildiği duruma getirilinceye kadar temizlenir. Numune öğütücüden geçirilerek karıştırılır. Gerekirse öğütücüden bir kez daha geçirilir ve yine karıştırılır. Her öğütme işleminden sonra öğütme aleti iyice temizlenmelidir. Numune öğütülemeyecek durumda ise yoğrulmak suretiyle iyice karışması sağlanır ve hemen analize alınır. Eğer hemen analize alınmayacaksa karıştırılan numune ağzı sıkı kapanan ve hava geçirmeyen bir kap içerisinde muhafaza edilir. Analizin aynı gün yapılması gerekir. Analiz aynı gün yapılmayacaksa numunenin en iyi şekilde korunması ve kabın iç yüzeyinde nem birikmemesi için önlem alınmalıdır. Hazırlanan numune 10-12°C arasında bir sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlıkta
- Desikatör: Higrometrik olarak taze kurutulmuş silika gel veya kalsiyum klorür içerir.
- Kurutma dolabı (etüv): 110°C'ye kadar seçilen sabit sıcaklıkta kalabilen termostatik kontrollü ve havalandırmalı
- Kurutma kabı: Paslanmaz çelik, nikel veya alüminyumdan yapılmış 2-2,5 cm yükseklikte ve 6-8 cm çapında
- Kısa cam karıştırma çubuğu (cam baget): Uçları düzeltilmiş ve kurutma kabına uygun büyüklükte
- Kaba öğütülmüş kuartz kumu veya deniz kumu: 500 µm'lik elekten geçecek ve 180 µm'lik elekten geçemeyecek büyüklükte olmalıdır. Deneyde kullanılacak olan kumun hazırlanması aşağıda açıklanmıştır.

%25 (m/m)'lik hidroklorik asitte kullanılacak kum 3 gün bekletilir. Sık sık karıştırılır. Daha sonra üstte kalan çözelti mümkün olduğunca uzaklaştırılır. Kalan kum damıtık su ile yıkanır ve yıkama işlemi asit reaksiyon gözlenmeyinceye dek sürdürülür. Yıkaması tamamlanan kum yaklaşık 160°C'de en az 4 saat süreyle kurutulur.

İşlem

- Kurutma kabı içine yaklaşık 20 gram kum ve cam çubuk konur ve kapağı açık bir şekilde 105°C sıcaklıktaki etüvde sabit ağırlığa gelinceye yaklaşık 1 saat tutulur. Sonra desikatöre alınır ve en az 45 dakika oda sıcaklığında soğuması için beklenir ve tartılır.
- Tekrar etüve alınarak bir süre daha bekletilir, desikatöre alınır ve soğuduktan sonra tartılır. Tartımlar arasındaki fark 0,1 mg'a yakın olduğunda kurutma kabı içeriği sabit tartıma gelmiş demektir. Kabın darası saptanır ve not edilir.
- Sabit tartıma gelmiş kurutma kabına hızlı bir şekilde yaklaşık 3 gram peynir örneği analitik terazide tam olarak tartılır.
- Cam çubuk yardımı ile kum ve peynir iyice ve dikkatlice karıştırılır. Sert tipte peynir örneği analiz ediliyorsa yaklaşık 3 ml damıtık su eklenerek kum ile peynir karıştırılır.
- Daha sonra kurutma kabı kapağı açık olacak şekilde 105°C'deki etüve alınır ve 4 saat süreyle kurumaya bırakılır.
- Bu süre sonunda desikatöre alınır ve soğuduktan sonra tartılır. Tekrar kurutma dolabına konur ve 30 dakikalık aralıklarla kurutulup tartılarak sabit tartıma gelmesi beklenir.
- Son iki tartım arasındaki fark 0,5 mg'dan fazla olmamalıdır. En düşük tartım kaydedilerek hesaplamada kullanılır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Peynir örneğinin toplam kurumadde oranı (%) olarak aşağıdaki eşitlikle hesaplanır:

$$KM (\%) = \frac{(M_2 - M_0)}{(M_1 - M_0)} \times 100$$

KM = Toplam kurumadde içeriğini, % olarak (m/m)

M₀ = Kurutma kabının sabit darasını gram olarak

M₁ = Peynir örneği ilavesinden sonraki miktarını gram olarak

M₂ = Kurutma işlemi sonundaki miktarını gram olarak simgelemektedir.

Deneye alınan paralel örneklerin toplam kurumadde içerikleri arasındaki fark %0,1'i aşmamalıdır.

Not : *Peynir suyu peynirlerinde (örn. Lor peyniri) kurumadde tayini yapılıyorsa kurutma sıcaklığı olarak 88±2°C seçilmelidir. Diğer işlem parametreleri ve hesaplama yöntemi ile değerlendirmede farklılık yoktur.*

Yağ Tayini

Peynirde yağ miktarının tayininde kullanılan yöntemler;

- I. Butirometrik yöntem: Van Gulik yöntemi
- II. Gravimetrik yöntemler:
 - Weibull-Berntrop
 - Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (SBR) yöntemi
 - Röse-Gottlieb (RG) yöntemi

Bu yöntemlerden sadece Van Gulik yöntemi peynir çeşitleri için pratik olmasına rağmen hassas bir yöntem değildir. Bunun nedenleri yöntemin açıklandığı kısımda anlatılmıştır. Diğer üç yöntem ise referans yöntem olarak kullanılmaktadır.

Butirometrik Yöntemle Yağ Tayini (Van Gulik Yöntemi)

Yöntemin Amacı ve Kullanım Alanı

Peynirde butirometrik yöntemle yağ miktarının hızlı ve kolay bir şekilde saptanmasıdır. Ancak bu yöntemin aşağıda maddeler halinde sıralanan peynirlerde kullanılması önerilmemektedir.

- a) Mavi küflü peynirler
- b) Uzun süre olgunlaştırılan peynirler (lipoliz trigliseritlerin kompozisyonunu değiştirir ve bu da elde edilen yağ içeriği sonucunu etkiler)
- c) Homojenize sütlerden yapılan peynirler (elde edilen sonuçlar çok düşük olmaktadır)
- d) Düşük ve yüksek yağ içerikli peynirler (sonuçlar SBR referans yöntemi ile elde edilenlere daima uygunluk göstermez)
- e) Katkı maddesi içeren peynirler (bu maddeler butirometre kolonunun altına yapışabilir veya ters etki gösterebilir, Weibull-Berntrop referans yöntemi ile karşılaştırınca sonuç ya çok yüksek yada çok düşük çıkar)
- f) İnek sütünden farklı sütlerle yapılan peynirlerde (süt yağı kompozisyonu farklıdır bu yüzden butirometrik saptama değişik değerlerde yanlış olan sonuçlar üretir).

Yöntemin İlkesi

Peynirde bulunan yağ dışındaki bileşenlerin derişik H_2SO_4 ile yakılması ve amil alkol eşliğinde ayrılan yağın % oranının (100 gram peynirde gram yağ olarak) özel Van Gulik peynir bütirometresi vasıtasıyla saptanmasıdır.



Peynir butirometresi



Deney Numunesinin Hazırlanması

Analize alınmadan önce numune 0-4°C arasındaki sıcaklıkta bekletilir. Numune salamura içinde ise süzgeç kağıdı ile nemi alınır. Peynir üzerindeki kabuk, örtü tabakası ve küflü yüzey kısmı uygun bir bıçak yardımı ile uzaklaştırılarak normal tüketildiği duruma getirilinceye kadar temizlenir. Numune öğütücüden geçirilerek karıştırılır. Gerekirse öğütücüden bir kez daha geçirilir ve yine karıştırılır. Her öğütme işleminden sonra öğütme aleti iyice temizlenmelidir. Numune öğütülemeyecek durumda ise yoğrulmak suretiyle iyice karışması sağlanır ve hemen analize alınır. Eğer hemen analize alınmayacaksa karıştırılan numune ağzı sıkı kapanan ve hava geçirmeyen bir kap içerisinde muhafaza edilir. Analizin aynı gün yapılması gerekir. Analiz aynı gün yapılmayacaksa numunenin en iyi şekilde korunması ve kabın iç yüzeyinde nem birikmemesi için önlem alınmalıdır. Hazırlanan numune 10-12°C arasında bir sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: En az 0,1 mg duyarlıkta
- Gerber santrifüjü: 1200 devir/dakika hızında ve ısıtıcılı
- Su banyosu: 65-70°C'ye ayarlanabilen
- Van Gulik peynir bütirometresi ve beherciği: Özel tıkaçları ile birlikte
- Pipet ve büret: 1 ml ve 10 ml bölüntülü

Ayraç ve Çözeltiler

- Sülfürik asit: 20°C'de $1,522 \pm 0,005$ g/ml yoğunluğunda renksiz veya uçuk amber renginden daha koyu olmamalı, yabancı madde içermemeli
- Amil alkol: En az %80'i primer alkollerden 3-metilpropan-1-ol ve 2-metilbutan-1-ol'dan oluşmalı, berrak ve renksiz olmalı, 20°C'de 0,808-0,818 g/ml yoğunluğunda olmalı

Uçuk amber rengi



İşlem

- Butirometre beherciğine peynir örneğinden 0,005 gram duyarlılıkta 3 gram tartılır ve bütirometrenin alt kısmına sıkıca yerleştirilir.
- Butirometrenin üst kısmından 10 ml H_2SO_4 konur ve üstteki ağız özel tıkaç ile kapatılır. Butirometre yaklaşık 65-70°C'lik su banyosunda ara sıra alt üst edilerek peynirin tamamen erimesi beklenir.
- Peynirin tamamen erimesi tamamlandıktan sonra üst tıkaç çıkarılır ve 1 ml amil alkol eklenir, hafifçe çalkalanır. Daha sonra bütirometrenin boynundaki skalada 35 çizgisine dek H_2SO_4 ilave edilir. Butirometrenin üstteki ağız kısmı ufak bir kurutma kağıdı ile kurutulup tekrar tıpa ile kapatılır. Alt üst edilerek iyice çalkalanır.
- Butirometre yaklaşık 5 dakika 65-70°C'lik su banyosunda bekletilir.
- Santrifüje bütirometreler karşılıklı gelecek şekilde yerleştirilir ve 10 dakika 1000-1200 devir/dakika santrifüj edilir. Butirometreler 4-5 dakika 65-70°C'deki su banyosunda tutulur. İşlem sonunda bütirometre skalasından direkt olarak % yağ oranı okunur. Okuma yapılırken bütirometre dik tutulmalı ve okunan nokta ile gözün aynı seviyede olmasına dikkat edilmelidir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Elde edilen sonuç peynirin 100 gramında bulunan (%) yağ oranını vermektedir.



Kurumaddede Yağ Miktarının Hesaplanması

Genel olarak peynirde yağ miktarı, kurumaddede olarak ifade edilir. Kurumadde ve yağ miktarı belirlendikten sonra aşağıda görülen eşitlikten yararlanılarak peynirin kurumaddesindeki yağ oranı hesaplanabilir.

$$\text{Kurumaddede Yağ oranı (\%)} = \frac{\text{Peynirin yağ oranı (\%)} \times 100}{\text{Kurumadde}}$$

Örneğin; Peynir %40 su içeriyor ve yağ oranı %16 ise bu peynir örneğinin kurumaddedeki yağ oranı

$$\text{Kurumaddede Yağ oranı (\%)} = \frac{16 \times 100}{100 - 40} = 27$$

Yağsız Peynirde Su Miktarının Hesaplanması

Peynirler yapılarına göre sert peynir, yarı sert peynir, yumuşak peynir gibi gruplara ayrılır. Bu gruplandırma yağsız peynirdeki su miktarına göre yapılır. Bu konuda değişik değerlendirmeler olmakla birlikte genellikle aşağıdaki çizelgede görüldüğü gibi bir değerlendirme yapılır.

Yağsız peynirdeki su oranına göre peynir tipleri

Peynir Tipi	Yağsız Peynirde Su (%)
Çok sert peynir	< 47
Sert peynir	47-55
55-62Yarı sert peynir	55-62
Yarı yumuşak peynir	62-68
Yumuşak peynir	68-73
Sürülebilir peynir	73-82

Yağ miktarı ve kurumadde miktarı tespit edildikten sonra, yağsız peynirdeki su miktarı aşağıda görülen eşitlikten yararlanılarak hesaplanır.

$$\text{Yağsız Peynirde Su (\%)} = \frac{\text{Peynirde su (\%)}}{100 - \text{Peynirde yağ (\%)}} \times 100$$

Örneğin; Peynir %40 su içeriyor ve yağ oranı %16 ise yağsız peynirin su miktarı aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\text{Yağsız Peynirde Su (\%)} = \frac{40 \times 100}{100 - 16} = 48$$

Olgunlaşma İndeksi Tayini

Yöntemin Amacı ve Kullanım Alanı

Peynirlerin olgunluk derecelerini saptamak amacıyla olgunlaşma indeksi (veya olgunlaşma derecesi) hesaplanır.

Olgunlaşma indeksi; suda çözünür azot fraksiyonunun, TCA çözünür azot fraksiyonunun, pH 4,4'te çözünür azot fraksiyonunun veya PTA çözünür azot fraksiyonunun toplam azot miktarına oranı ile ifade edilir.

Peynir olgunlaşması sırasında proteinin parçalanması (proteoliz) sonucu, peynirin tekstürü oluşurken, lezzet maddeleri de meydana gelir. Sonuçta her peynir çeşidi kendine özgü karakteristik özelliklere sahip olurlar. Bu nedenle proteolizin kontrolü peynirin olgunlaşma düzeyinin belirlenmesi açısından büyük önem taşır. Bu parçalanmayı izlemenin en bilinen yolu peynirdeki azotlu madde fraksiyonlarının belirlenmesidir.

Azotlu maddelerin birbirinden ayrılması için, fraksiyonların çözündüğü bazı maddelerden yararlanılır. Bu amaçla aşağıdaki çizelgede görüldüğü gibi suda çözünen azotlu maddeler, pH 4,4'te çözünen azotlu maddeler, %12'lik trikloroasetik asitte (TCA) çözünen azotlu maddeler ve fosfotungustik asitte (PTA) çözünen azotlu maddeler tespit edilerek olgunlaşmanın düzeyi hakkında bir fikir sahibi olmak mümkündür.

Peynirdeki azotlu madde fraksiyonlarını ayırma yöntemleri

Ayrırmada Kullanılan Bileşik	Çözünen Maddeler
Su	Proteinler (çoğu kazeinler hariç) tüm peptitler, aminoasitler ve aminler, üre ve amonyak gibi daha küçük azotlu bileşikler
Asit (pH 4,4-4,6)	Proteinler (tüm kazeinler hariç) tüm peptitler, aminoasitler ve aminler, üre ve amonyak gibi daha küçük azotlu bileşikler
%12'lik TCA (trikloroasetik asit)	Orta-küçük peptitler, aminoasitler ve aminler üre ve amonyak gibi daha küçük azotlu bileşikler
PTA (fosfotungustik asit)	Çok küçük peptitler, aminoasitler, dibazik aminoasitler ve amonyak haricindeki daha küçük azotlu bileşikler

Peynirde proteolizin saptanmasında kullanılan bu yöntemlerin temelinde Kjeldahl yöntemi kullanılır.

a) Suda çözünür azotlu maddelere göre olgunlaşma derecesi

$$\text{Olgunlaşma İndeksi} = \frac{\text{Suda çözünür azot miktarı}}{\text{Toplam azot miktarı}} \times 100$$

b) Trikloroasetik asitte çözünür azotlu maddelere göre olgunlaşma derecesi

$$\text{Olgunlaşma İndeksi} = \frac{\text{TCA'da çözünür azot miktarı}}{\text{Toplam azot miktarı}} \times 100$$

c) pH 4,4'te çözünür azotlu maddelere göre olgunlaşma derecesi

$$\text{Olgunlaşma İndeksi} = \frac{\text{pH4,4'de çözünür azot miktarı}}{\text{Toplam azot miktarı}} \times 100$$

d) Fosfotungustik asitte çözünür azotlu maddelere göre olgunlaşma derecesi

$$\text{Olgunlaşma İndeksi} = \frac{\text{PTA'da çözünür azot miktarı}}{\text{Toplam azot miktarı}} \times 100$$

Tuz Tayini

Referans Yöntem

Yöntemin Amacı ve Kullanım Alanı

Peynirin tuz içeriğinin peynirde bulunan sodyum klorürün ağırlığı olarak (% cinsinden) ifade edilmesidir. Bu referans yöntem tüm peynir çeşitleri için uygulanabilir.

Yöntemin İlkesi

Peynirin organik maddelerinin, potasyum permanganat ve nitrik asit etkisi ile parçalanması sonucu sodyum klorür serbest kalır. Klorür iyonları, nitrik asitli ortamda amonyum tiyosiyonat eşliğinde 0,1 N AgNO₃ (gümüş nitrat) çözeltisi ile titre edilerek klorür miktarı tespit edilir.

Deney Numunesinin Hazırlanması

Analize alınmadan önce numune 0-4°C arasındaki sıcaklıkta bekletilir. Numune salamura içinde ise süzgeç kağıdı ile nemi alınır. Peynir üzerindeki kabuk, örtü tabakası ve küflü yüzey kısmı uygun bir bıçak yardımı ile uzaklaştırılarak normal tüketildiği duruma getirilinceye kadar temizlenir. Numune öğütücüden geçirilerek karıştırılır. Gerekirse öğütücüden bir kez daha geçirilir ve yine karıştırılır. Her öğütme işleminden sonra öğütme aleti iyice temizlenmelidir. Numune öğütülemeyecek durumda ise yoğrulmak suretiyle iyice karışması sağlanır ve hemen analize alınır. Eğer hemen analize alınmayacaksa karıştırılan numune ağzı sıkı kapanan ve hava geçirmeyen bir kap içerisinde muhafaza edilir. Analizin aynı gün yapılması gerekir. Analiz aynı gün yapılmayacaksa numunenin en iyi şekilde korunması ve kabın iç yüzeyinde nem birikmemesi için önlem alınmalıdır. Hazırlanan numune 10-12°C arasında bir sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: En az 0,1 mg duyarlıkta
- Erlen: 300 ml'lik
- Pipetler: 5, 10 ve 25 ml'lik
- Mezür: 25 ve 100 ml'lik
- Büret: 25 ml kapasiteli ve 1/10 ml dereceli
- Silindir
- Öğütme-rendeleme aleti
- Peynir örneği için ağzı sıkı kapanan şişe



Öğütme-rendeleme aleti

Ayırgeç ve Çözeltiler

- Nitrik asit: Konsantre (yoğunluk 1,40)
- Potasyum permanganat çözeltisi: %7,5'luk
- Doymuş demir amonyum sülfat çözeltisi
- Gümüş nitrat çözeltisi: 0,1 N
- Amonyum tiyosiyonat çözeltisi: 0,1 N

Not: Tüm kimyasal maddeler analitik saflıkta olmalıdır



0,1 N Gümüş nitrat çözeltisi

İşlem

- Erlen içerisine yaklaşık 2 gram peynir örneği 0,001 gram duyarlılıkta tartılır.
- 25 ml 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ilave edilir, çalkalanır ve bir silindir yardımıyla 25 ml konsantre nitrik asit eklenir, çalkalanır.
- Kaynama noktasına dek ısıtılır ve sonra 10 ml permanganat çözeltisi ilave edilir ve karışım yavaşça kaynatılarak reaksiyon oluşumu sağlanır.
- Karışımı renksizleştirmek için daha sonra bir miktar daha permanganat çözeltisi eklenir (normal olarak 5-10 ml ilave yeterlidir) eğer çok fazla permanganat eklenirse (kahverengi renk kaybolmayacaktır) küçük bir miktar oksalik asit veya glukoz ilave edilir.
- 100 ml soğuk su eklenir ve 5 ml Fe-amonyum sülfat çözeltisi ilave edilir ve iyice karıştırılır.
- Ortamdaki fazla gümüş nitrat 0,1 N tiyosiyonat çözeltisi ile titre edilir. Titrasyon, kırmızı-kahverengi renk yaklaşık 30 saniye kalıcı olana denk sürdürülür.

Tanık Deney

2 gram peynir yerine 2 ml damıtık su kullanılarak tanık deney yapılır.

Sonucun Değerlendirilmesi

$$Tuz \text{ içeriği (\%)} = \frac{0,585 \times (V_1 - V_2)}{m}$$

Burada;

V1 = Tanık deneyde kullanılan amonyum tiyosiyanat çözeltisinin miktarını «ml» olarak.

V2 = Deneyde kullanılan numune miktarı için kullanılan 0,1 N amonyum tiyosiyanat çözeltisinin miktarını «ml» olarak

m = Analize alınan peynir miktarını «gram» olarak simgelemektedir. Paralel analiz sonuçları arasındaki fark %0,06'yı aşmamalıdır.

Mohr Yöntemi

Yöntemin Amacı ve Kullanım Alanı

Peynirin tuz içeriğinin peynirde bulunan sodyum klorürün ağırlığı olarak (% cinsinden) ifade edilmesidir.

Yöntemin İlkesi

Analize alınan peynir örneğinde bulunan tuzun ılık su ile ezilmesi sonucu suya geçmesi ve klorür iyonunun nötr ortamda K_2CrO_4 (potasyum kromat) indikatörü eşliğinde 0,1 N $AgNO_3$ (gümüş nitrat) çözeltisi ile titre edilerek saptanmasıdır.

Deney Numunesinin Hazırlanması

Analize alınmadan önce numune 0-4°C arasındaki sıcaklıkta bekletilir. Numune salamura içinde ise süzgeç kağıdı ile nemi alınır. Peynir üzerindeki kabuk, örtü tabakası ve küflü yüzey kısmı uygun bir bıçak yardımı ile uzaklaştırılarak normal tüketildiği duruma getirilinceye kadar temizlenir. Numune öğütücüden geçirilerek karıştırılır. Gerekirse öğütücüden bir kez daha geçirilir ve yine karıştırılır. Her öğütme işleminden sonra öğütme aleti iyice temizlenmelidir. Numune öğütülemeyecek durumda ise yoğrulmak suretiyle iyice karışması sağlanır ve hemen analize alınır. Eğer hemen analize alınmayacaksa karıştırılan numune ağzı sıkı kapanan ve hava geçirmeyen bir kap içerisinde muhafaza edilir. Analizin aynı gün yapılması gerekir. Analiz aynı gün yapılmayacaksa numunenin en iyi şekilde korunması ve kabın iç yüzeyinde nem birikmemesi için önlem alınmalıdır. Hazırlanan numune 10-12°C arasında bir sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: En az 0,1 mg duyarlıkta
- Erlen: 250 ml'lik
- Balon joje: 500 ml'lik
- Pipetler: 1 ve 25 ml'lik
- Büret
- Süzgeç kağıdı
- Porselen havan
- Peynir örneği için ağzı sıkıca kapanan şişe



Süzgeç kağıdı

Ayraç ve Çözeltiler

- Potasyum kromat çözeltisi: %5'lik
- Sodyum hidroksit çözeltisi: 0,1 N
- Fenolftalein çözeltisi
- Gümüş nitrat çözeltisi (0,1 N): 16,989 gram gümüş nitrat damıtık suda çözülerek litreye tamamlanır. Hazırlanan çözeltinin ayarlanması amacıyla tartımdan önce etüvde tutularak 105°C'de kurutulmuş olan saf NaCl'de 5,844 gram tartılır ve 1 litrelik balonda damıtık su ile çözünür ve çizgisine kadar tamamlanır. Bu çözeltiden 10 ml alınır, aşağıda açıklanan titrasyon işleminde olduğu gibi 0,1 N AgNO₃ çözeltisi ile titre edilir. Aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak 0,1N AgNO₃ çözeltisinin faktörü (F) hesaplanır.

Not: Tüm kimyasal maddeler analitik saflıkta olmalıdır

$$F = \frac{10}{v}$$

Burada «v» titrasyonda harcanan 0,1 N AgNO₃ çözeltisinin ml olarak miktarını simgelemektedir.

İşlem

- 5 gram örnek 60-70°C'deki sıcak su yardımı ile havanda iyice ezilir ve sulu kısım balon-jojeye aktarılır. Aynı işlem 5-6 kez tekrarlanır ve her defasında sulu kısım balon-jojeye alınır. Bu şekilde peynirdeki tuzun hemen hemen tamamının suya geçmesi sağlandıktan sonra balon-joje içeriğinin soğuması için bir süre beklenir ve daha sonra balon içeriği damıtık su ile 500 ml çizgisine dek tamamlanır.
- Balon içeriği süzgeç kağıdından süzülür ve süzüntüden 25 ml bir erlene alınır. 0,1 N NaOH ile nötralize edilir. Nötralizasyonda son nokta ya pH metre aracılığı ile veya birkaç damla fenolftalein indikatörü eşliğinde hafif pembe renge kadar titre edilerek belirlenir.
- Nötralize edilen örnek üzerine 0,5 ml %5'lik potasyum kromat indikatör çözeltisi ilave edilir ve 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile kiremit kırmızı renk oluşuncaya kadar titre edilir.

Tanık Deney

25 ml damıtık su aynı şekilde potasyum kromat indikatörü eşliğinde gümüş nitrat çözeltisi ile titre edilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

$$\text{Tuz içeriği (\%)} = \frac{F \times (V_1 - V_2)}{m} \times 0,585$$

Burada;

V_1 = Peynir örneği için yapılan titrasyonda harcanan gümüş nitrat çözeltisini «ml» olarak

V_2 = Tanık çözelti için harcanan harcanan gümüş nitrat çözeltisini «ml» olarak miktarını

F = AgNO_3 çözeltisinin faktörünü

m = Titre edilen peynir miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Not: Başlangıçta 5,0 gram peynir tartılmışsa « m » değeri 0,25 gramdır

Potansiyometrik Titrasyon Yöntemi**Tanım**

Peynir veya eritme peynirlerinde klorür miktarı; aşağıda açıklanan potansiyometrik titrasyon yöntemiyle belirlenen klorür iyonlarının veya sodyum klorür veya diğer bir klorürün kütle olarak yüzdesini ifade eder.

Kullanım Alanı

En az %0,5 (m/m) klorür içeren peynir ve eritme peynirlerinde kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Peynirin sudaki süspansiyonuna, nitrik asit ve potasyum permanganat ilave edilip, organik maddeler parçalanarak klor iyonunun serbest hale geçmesi sağlanır. Serbest hale gelen klor iyonları miktarı, ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile potansiyometrik titrasyon yardımıyla tespit edilir.

Deney Numunesinin Hazırlanması

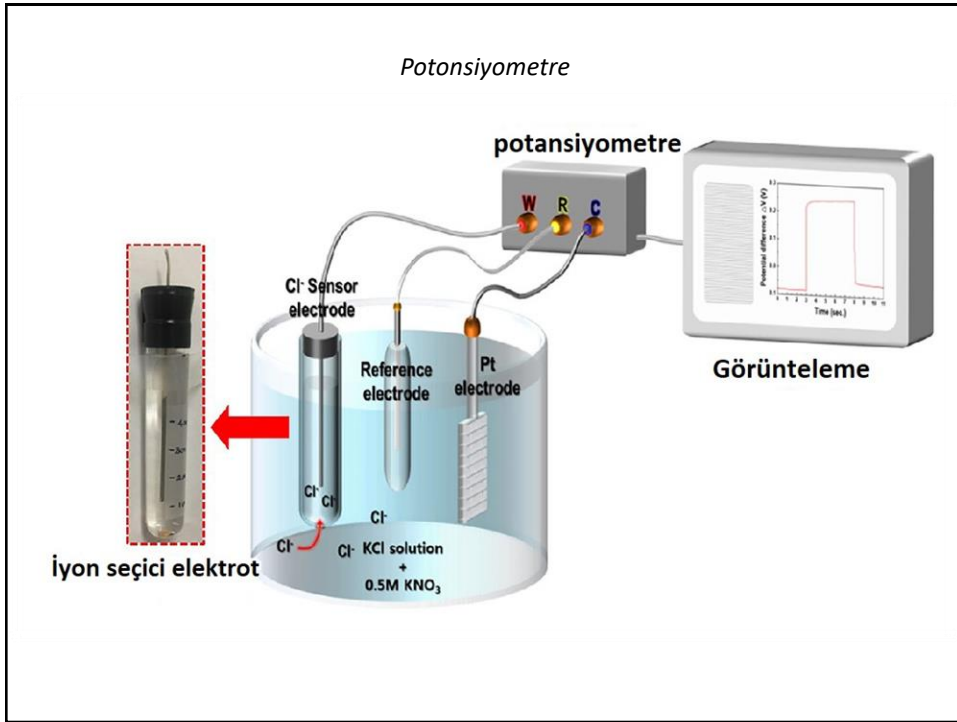
Analize alınmadan önce numune 0-4°C arasındaki sıcaklıkta bekletilir. Numune salamura içinde ise süzgeç kağıdı ile nemi alınır. Peynir üzerindeki kabuk, örtü tabakası ve küflü yüzey kısmı uygun bir bıçak yardımı ile uzaklaştırılarak normal tüketildiği duruma getirilinceye kadar temizlenir. Numune öğütücüden geçirilerek karıştırılır. Gerekirse öğütücüden bir kez daha geçirilir ve yine karıştırılır. Her öğütme işleminden sonra öğütme aleti iyice temizlenmelidir. Numune öğütülemeyecek durumda ise yoğrulmak suretiyle iyice karışması sağlanır ve hemen analize alınır. Eğer hemen analize alınmayacaksa karıştırılan numune ağzı sıkı kapanan ve hava geçirmeyen bir kap içerisinde muhafaza edilir. Analizin aynı gün yapılması gerekir. Analiz aynı gün yapılmayacaksa numunenin en iyi şekilde korunması ve kabın iç yüzeyinde nem birikmemesi için önlem alınmalıdır. Hazırlanan numune 10-12°C arasında bir sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: En az 0,1 mg duyarlıkta
- Blender
- Potansiyometre: Klor iyonu tayini için uygun gümüş ölçme elektrotlu ve referans elektrotlu (örneğin; cıva (1) sülfat elektrodu)
- Erlen: 250 ml'lik
- Pipetler: 1 ve 25 ml'lik
- Büret: 0,1 ml taksimatlı, 50 ml kapasiteli
- Mezür: 10 ve 50 ml'lik
- Balon-joje: 1 litrelik
- Manyetik karıştırıcı



Laboratuar blenderi



Ayraç ve Çözeltiler

- Sodyum klorür (NaCl)
- Nitrik asit (HNO₃) çözeltisi (yaklaşık 4 N): 100 ml'lik balona 40-50 ml damıtık su konur ve üzerine 27,7 ml nitrik asit (yaklaşık 1,40 g/ml yoğunluğunda, %65'lik (m/m) ilave edilerek karıştırılır ve çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanır. Çözelti güneş ışığından korunarak muhafaza edilmelidir.
- Gümüş nitrat çözeltisi : Yaklaşık 0,08-0,12 N: 13,6 g-20,4 gram arasında gümüş nitrat tartılır. Bir litrelik ölçülü balonda karbondioksitsiz damıtık suda çözülür ve litreye tamamlanır. Hazırlanan çözeltinin NaCl ile ayarlanması amacıyla; tartımdan önce etüvde tutularak 300°C'de kurutulmuş olan saf NaCl'den hazırlanan gümüş nitrat normalitesinde çözelti, virgülden sonra 4 hane duyarlılıkta hazırlanır. Bu çözeltiden 10 ml alınır, aşağıda açıklanan titrasyon işleminde olduğu gibi AgNO₃ çözeltisi ile titre edilir ve eşitlikten yararlanılarak 0,1N AgNO₃ çözeltisinin faktörü (F) hesaplanır.

$$F = \frac{10}{v}$$

Burada «v» titrasyonda harcanan 0,1 N AgNO₃ çözeltisinin ml olarak miktarını simgelemektedir.

Not:

- *Tüm kimyasal maddeler analitik saflıkta olmalıdır.*
- *Çözeltilerin hazırlanmasında ve analizde kullanılacak damıtık suyun 10 dakika kaynatılarak karbon dioksit uzaklaştırıldıktan sonra kullanılmalıdır.*

İşlem

- Analiz için hazırlanan örnekten bir erlene 2-5 gram arasında 0,001 gram duyarlılıkta tartılır.
- Üzerine 55°C'deki damıtık sudan 30 ml ilave edilir ve blendere aktarılır.
- Karışım blender içerisinde homojen hale getirilir ve yeniden erlene aktarılır. Blender yaklaşık 10 ml damıtık su ile yıkanarak erlen içine kantitatif olarak aktarılır.
- Erlen manyetik karıştırıcı üzerine konulduktan sonra üzerine 2-3 ml nitrik asit çözeltisi eklenir.
- Ölçme elektrotu ve referans elektrot erlendeki süspansiyon içerisine daldırılır.
- Süspansiyon devamlı olarak manyetik karıştırıcı ile karıştırılırken büretteki 0,1 N ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile titrasyon sonuna yaklaşmaya kadar titre edilir.
- Analiz numunesi çözeltisi, gümüş nitrat çözeltisinin art arda iki eşit ilavesi (yaklaşık 0,05 ml) arasında maksimum potansiyel farkının gözlenmesine kadar dikkatlice titre edilir.

Tanık Deney

Deney numunesi konulmadan diğer bir erlene konulan damıtık su ile aynı işlem yapılır.

Sonucun Değerlendirilmesi

$$NaCl \text{ içeriği (\%)} = \frac{N \times (V_1 - V_0)}{m} \times 5,84$$

Burada;

V_1 = Peynir örneği için yapılan titrasyonda harcanan gümüş nitrat çözeltisini «ml» olarak

V_0 = Tanık deney için harcanan gümüş nitrat çözeltisinin «ml» olarak miktarını

F = $AgNO_3$ çözeltisinin gerçek normalitesini

m = Titre edilen peynir miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Not: «5,84» faktörü yerine «3,55» faktörü kullanıldığı taktirde %klor iyonu (Cl^-) olarak; «7,46» faktörü kullanıldığı taktirde %KCl olarak hesaplanır.

Sonuç; İki ayrı analizde elde edilen değerlerin aritmetik ortalaması olarak virgülden sonra en yakın iki basamaklı değere tamamlanarak verilir.

Aynı numunede aynı şahıs tarafından ve aynı zamanda yapılan iki deney sonuçları arasında 100 gram peynirde en fazla 0,04 gram klor iyonu olabilir.

Peynir Mayasında Kuvvet Tayini

Önemi

Peynir üretiminde kullanılan en yaygın enzim, süt emme çağındaki geviş getiren hayvanların, özellikle buzağların şirdenlerinden elde edilen kimozen (rennin) enzimi olup genellikle «peynir mayası» olarak anılır. Süt emme dönemindeki peynir mayasının yaklaşık %95'i kimozen ve %5'i pepsinden oluşur. Yavru, süttten başka gıdalarla beslenmeye başlarsa pepsin oranı giderek artar. Yetişkin buzağların şirdenlerinden elde edilen peynir mayasının %70-90'ı pepsinden geri kalanı kimozen oluşur. Pepsinin yüksek proteolitik aktivitesi nedeni ile pepsin oranı yüksek mayalarla işlenen peynirlerde olgunlaşma sonunda acı bir tat meydana gelir. Ancak son yıllarda küf orijinli mikrobiyal enzimler de peynir üretiminde kullanılmaktadır. En yaygın olarak kullanılan enzimler; *Mucor miehei*, *Mucor pusillus* ve *Endothia parasitica* tarafından üretilen enzimlerdir.

Peynir mayasının sütü pıhtılaştırma aktivitesi değişik faktörlerin etkisiyle farklıdır ve zaman içerisinde muhafaza koşullarına bağlı olarak aktivitede kayıplar meydana gelir. Teknolojik ve ekonomik nedenlerle peynir üretiminde maya kuvvetinin tayin edilmesi sık uygulanan bir işlemdir.

Tanım

Maya Kuvveti; 1 ml veya 1 gram peynir mayasının sabit koşullarda pıhtılaştırdığı rekonstitüe sütün «ml» hacmine oranı olarak ifade edilir. Sabit koşullar olarak sıcaklık ve süre söz konusudur. Bu durumda tanımlama şu şekilde yapılabilir: *1 gram mayanın 40 dakika (2400 saniye) içerisinde, 35°C sıcaklıkta pıhtılaştırabileceği sütün «ml» olarak ifadesidir.*

Örneğin; 1/12.000 kuvvetindeki bir mayanın 1 gramı 35°C'de 12.000 ml (12 litre) sütü pıhtılaştıracak güçte demektir.

Yöntemin Kapsamı

Bu yöntem peynir mayasının pH 6,5'da toplam süt pıhtılaştırma aktivitesini kapsar.

Yöntemin İlkesi

Mayalanan sütün, gözle görülebilir şekilde pıhtılaşması için geçen sürenin belirlenmesi ilkesine dayanır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: En az 0,1 mg duyarlıkta
- Su banyosu: $35 \pm 0,2^\circ\text{C}$ 'ye ayarlanabilen
- Mikropipet: $0,5 \pm 0,001$ ml
- Pipetler: 1 ml, 1,5 ml 3 ml, 4 ml, 5 ml ve 25 ml'lik
- Kronometre
- Termometre: $20-45^\circ\text{C}$ arasında $0,1^\circ\text{C}$ okumaya uygun
- Cam tüpler veya beher: Pıhtılaşmayı gözlemlemek için
- Manyetik karıştırıcı
- Ölçülü balon
- Mezür
- Aydınlatma lambası: Pıhtılaşma alanını net olarak görebilmek için



Manyetik Karıştırıcı

Ayır ve Çözeltiler

- Kalsiyum klorür çözeltisi, 0,5 g/l: $1,35 \pm 0,01$ gram kalsiyum klorür, 250 ml damıtık su içerisinde çözülür, oda sıcaklığına ($18-22^\circ\text{C}$) geldikten sonra 1000 ml damıtık su ile seyreltilir. Bu çözelti kullanılacağı gün taze hazırlanmalıdır.
- Yardımcı maddeler: Bakteriyolojik kalitesi iyi olan ve düşük sıcaklık derecesinde püskürtme yöntemiyle elde edilmiş yağsız süttozu.



Yağsız süttozu

Deney Numunesinin Hazırlanması

Sıvı Maya: Dikkatlice karıştırılır. Köpük oluşması engellenir.

Toz Maya: Homojen oluncaya kadar tamamı karıştırılır.

- 100 ml'lik bir balon joje; 100 ml'ye tamamlandığı zaman çözeltinin kuvveti, beyan edilen değerin yaklaşık 1/1000 düzeyinde olacak şekilde peynir mayasının toz, tablet veya sıvı olmasına bağlı olarak gram veya mililitre olarak belirlenen miktar alınır.
- Üzerine 50 ml damıtık su ilave edilir ve iyice karıştırılır. Toz veya tablet mayanın tamamen çözünmesi sağlanır.
- Balon joje çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanır ve karıştırılır. Böylece maya çözeltisi hazırlanmış olur.

Not: Hazırlanan maya çözeltisi substrat hazırlanırken oda sıcaklığında (18-22°C) bekletilir.

İşlem

Substratın Hazırlanması

- $12 \pm 0,1$ gram süt tozu 250 ml'lik bir erlen içerisine tartılır. Bir mezür içerisine 100 ± 1 ml kalsiyum klorür çözeltisi alınır, bunun 10 ml'si beher içerisindeki süt tozu üzerine akıtılır. Manyetik karıştırıcı yardımıyla süt tozu çözündürülür. Bu arada mezürdeki arta kalan kalsiyum klorür çözeltisinden azar azar ilave edilir. Köpük oluşumu engellenir. Bu işlem 30 dakika içerisinde gerçekleştirilir. Hazırlanan substrat 30 dakika süreyle karanlık bir yerde, oda sıcaklığında bekletilir. Substratın pH değeri yaklaşık 6,50 olacaktır. Bu değerin ayarlanmaması gerekir.
- Hazırlanan maya çözeltisi ve substrat su banyosuna alınarak $35 \pm 0,2^\circ\text{C}$ 'ye gelmeleri sağlanır.
- Deney tüpüne veya erlene mikropipet yardımı ile 0,5 ml maya (enzim) çözeltisi ve üzerine $10 \pm 0,1$ ml substrat konur. Aynı anda kronometre çalıştırılır.
- Maya çözeltisi ve substrat iyice karıştırılır ve sonra su banyosunda

- Maya çözeltisi ve substrat iyice karıştırılır ve sonra su banyosunda dairesel hareketle döndürülerek pıhtılaşmanın başlama aşaması gözlenir. Pıhtılaşmanın iyi görünebilmesi için bir aydınlatma lambasından yararlanılabilir.
- İlk pıhtı görüldüğü an kronometre durdurulur ve pıhtılaşmanın başladığı ana kadar geçen süre saniye olarak not edilir.
- Pıhtılaşma işlemi en az 3 kere tekrar edilir. Deneyler arasındaki farkın ± 2 saniyeden fazla olmaması durumunda ortalama pıhtılaşma süresi hesaplanır.

Sonucun Hesaplanması

Maya kuvveti (MK) aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır.

$$MK = 1 / \frac{2400 \times S}{Z \times M}$$

Burada;

S = Supstratın miktarını «ml» olarak (10 ml)

Z = Pıhtılaşma süresini saniye olarak

M = 0,5 ml maya çözeltisi içindeki maya miktarını simgelemektedir.

Süte Katılacak Peynir Mayası Miktarının Hesaplanması

Peynir üretimi sırasında süte katılacak maya miktarının hesaplanması elde edilecek ürün kalitesi açısından büyük önem taşır. Her peynirin sahip olduğu özellikleri nedeniyle süten pıhtılaşma süresi farklıdır. Diğer taraftan maya kuvveti zaman içinde değişiklik gösterir. Önemli etkenlerden bir diğeri ise süten bileşimi özellikle kalsiyum içeriği ve asitlik düzeyidir. Mayalama sıcaklığı da pıhtılaşmayı etkileyen başka bir faktördür. Bu nedenle maya kuvveti peynir üretimi sırasında mayalanmaya hazır hale gelmiş sütte belirlenebilir.

Bu amaçla işlenmeye hazır hale getirilen süttten 250 ml alınır, 1/10 oranında sulandırılan sıvı maya çözeltisinden 10 ml (1 ml maya demektir) ilave edilir ve kronometre ile gözle görülebilir. Örneğin; pıhtılaşma süresinin 50 saniye olduğu varsayıldığında daha önce verilen eşitliğe göre;

$$MK = 1 / \frac{2400 \times S}{Z \times M} \quad \begin{matrix} S = 250 \text{ ml} \\ Z = 50 \text{ saniye} \\ M = 1 \text{ ml} \end{matrix} \quad MK = 1 / \frac{2400 \times 250}{1 \times 50} = 12.000$$

Maya kuvveti 1 / 12.000 şeklinde ifade edilir.

Bundan sonraki işlem işlenecek süte katılacak maya miktarının hesaplanmasıdır. Bu amaçla da aynı eşitlikten yararlanılır. Ancak burada dikkat edilmesi gerekli önemli bir nokta bulunmaktadır. Süten pıhtılaşmaya başladığı süre ile (pıhtı oluşma süresi), pıhtının kesilebilir duruma gelmesi için gereken süre farklıdır. Pıhtı oluşuktan sonra, pıhtının kesilir hale gelmesi için bir sürenin daha geçmesi gerekir. Bu süreye pıhtının sıkılaşma süresi denir.

$$\text{Kesilebilir pıhtı oluşumu için gerekli süre} = (\text{pıhtı oluşma süresi}) + (\text{pıhtının sıkılaşma süresi})$$

Bu iki süre arasında kesin bir oran yoktur. Genellikle 1/2 ile 1/3 arasında değişir. Yani pıhtı oluşma süresi 30 dakika ise pıhtının sıkılaşma süresi; pıhtı oluşma süresinin (30) 2 veya 3 katıdır (60 veya 90 dakika). Söz konusu süreler, kullanılan çiğ süten koyun, inek, keçi sütü olmasına göre değiştiği gibi pıhtılaşma süresince sıcaklığın sabit tutulup tutulmaması pıhtılaşma süresinin uzun veya kısa olması ve mayanın etkisiyle de değişebilir. En iyisi her işletme, her peynir yapım yöntemi için kendi koşullarına göre yaklaşık bir oranı belirlemelidir.

Katılacak maya miktarını hesaplamak için aşağıda bir örnek verilmiştir.

Katılacak maya miktarını hesaplamak için aşağıda bir örnek verilmiştir.
Örnek: peynire işlenecek süt 1000 litre, kullanılacak mayanın kuvveti 1/12.000 olsun. Peynir yapım yöntemine göre pıhtılaşma süresi olarak 60 dakika verilmiş olsun. Sıkılaşma süresinin pıhtı oluşma süresinin 2 katı olduğunu varsayalım. Bu durumda pıhtılaşma süresi olan 60 dakikanın yarısı yani 30 dakika pıhtı oluşma süresi olarak kabul edilir. Bu değerler maya kuvveti tayin yöntemindeki eşitliğe konulduğu taktirde;
 Not: 60 dakikanın 1/2'si 30 dakika olup, $30 \times 60 = 1800$ saniye eder.
 1.000 litre = 1.000.000 ml eder.

$$MK = \frac{2400 \times S}{Z \times M}$$

$$12.000 = \frac{2400 \times 1000000}{v \times 1800}$$

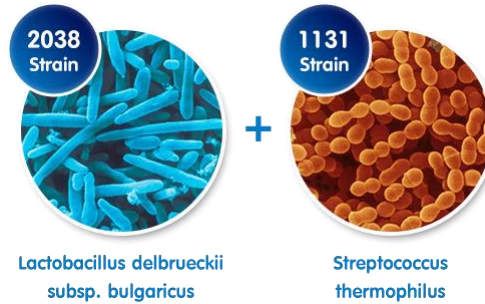
$$v = \frac{2400 \times 1000000}{12000 \times 1800} = 111 \text{ ml}$$

Gerekli maya miktarı 111 ml'dir. O halde bu sütün 60 dakikada kesilebilir pıhtı haline gelebilmesi için 1/12000 kuvvetindeki mayadan 111 ml ilave edilmesi gerekir.

YOĞURT ANALİZLERİ



Ekstra veya 1. sınıf inek sütü, koyun sütü, keçi sütü ve manda sütlerinden biri veya birkaçının karışımının homojenize edilip veya edilmeden *Lactobacillus bulgaricus* ve *Streptococcus thermophilus* etkisiyle laktik asit fermentasyonuna tabi tutularak yoğurt yapım kurallarına göre elde edilen, yoğurt kültürlerini canlı olarak bulunduran fermente süt ürünlerine «yoğurt» denir. Yoğurtlar duysal, kimyasal ve mikrobiyolojik özellikler ile ambalaj durumlarına göre analize tabi tutulur.



Numune Alma

Aynı tip ve aynı üretim tarihini taşıyan yoğurtlar bir parti sayılır ve aşağıdaki çizelgede görüldüğü gibi partideki yoğurtları temsil edecek sayıda numune alındı.

500 gram ve daha küçük ambalajda bulunan yoğurtlar açılmadan olduğu gibi alınır. Duyusal testler yapıldıktan sonra kimyasal analizler için tartım işlemine (özellikle serumu ayrılan yoğurtlar) homojen hale getirildikten sonra seçilir. 500 gramdan büyük olan ambalajlardan örnek alınırken önce homojen hale getirilir, sonra en az 200 gram analiz için örnek ayrılır. Kaymaklı yoğurtlardan örnek alınırken yoğurdun kaymak tabakasından tabana kadar olan kısmından en az 200 gram olacak şekilde örnekler alınır, sonra karıştırılır ve analiz için bu karışımdan tartım yapılır.

Numuneler alındıktan sonra 4-8°C arasındaki sıcaklıkta (en uygunu 4°C±1°C) taşınmalı ve muhafaza edilmelidir. Laboratuara gelen yoğurt örneklerinde öncelikle duysal testler ve asitlik tayini yapılmalıdır.

Ambalajlanmış Yoğurtlardan Alınacak Numune sayısı ve Kabul edilebilir Numune sayısı	(Net ağırlık 1 kg veya daha az)		
	Parti Büyüklüğü (N)	Numune Sayısı (n)	Kabul Edilebilirlik (c)
	100 veya daha az	2	-
	101-400	3	1
	401-1600	5	2
	1601-2400	6	3
	2401-15000	13	4
	15001-24000	21	5
	24001-42000	29	6
	(Net ağırlığı 1 kg'dan fazla)		
	100 ve daha az	2	-
	101-200	3	1
	201-450	5	2
	451-600	6	3
	601-2000	13	4
	2001-7200	21	5
	7201-15000	29	6

Duyusal özellikler

Set tipi normal bir yoğurdun sahip olması gerekli duysal özellikler aşağıda görülmektedir.

- Gözle görülebilir kirlilik ve renk değişikliği olmamalı
- Homojene edilmemiş yoğurtlar süt yağından kaynaklanan açık sarımsı, homojenize yoğurtlar porselen beyaz renkte bir görünüme sahip olmalı
- Serum ayrılması (su salma) olmamalı, çatlak ve gaz kabarcığı bulunmamalıdır.
- Kaşıkla alınan kesitte dolgun kıvamda, düzgün yapıda, homojen, karıştırıldıktan sonra koyu bir akıcılık, serumu hemen ayrılmayan bir kıvamda olması gerekir.
- Ağza alındığında dille damak arasında kolay dağılmayan dolgun yapıda ve homojen olmalı
- Kendine has hoş kokuda ve hafif ekşimsi tatta olmalıdır.

Yoğurtta sıkça görülen duysal kusurlar; yoğurdun üst kısmında oluşan sarı-yeşil renkteki serum ayrılması ile yüzeyde oluşan çatlaklar ve gaz kabarcıklarıdır.

Amacı

Kullanılan hammadde, üretim tekniği ve muhafaza sırasında yapılan hatalar sonucu, yoğurdun duysal özelliklerinde bazı bozulmalar meydana gelebilir. Duyusal testinin yapılmasının birinci amacı; bu kusurları tespit ederek hata kaynaklarını bulup gidermek, ikinci amacı ise yoğurt kalitesini tespit ederek tüketici isteklerine cevap verip vermediğini tespit etmektir.

Numunenin test için hazırlanması

Örneğin taşınması aşamasında yapısında bozulma gerçekleşmesi durumunda örnek değerlendirmeye alınmaz. Özellikle karton veya plastik ambalajlarda olan örneklerin taşınması ve muhafazası sırasında daha dikkatli davranılması gerekir. Cam ambalajlar taşınma sırasında buz ile soğutulabilir. Ancak karton ve plastik ambalajlar buzdan zarar göreceği için mutlaka soğutmalı kaplara ihtiyaç vardır. Örnekler değerlendirme öncesi 4-8°C arasında bir sıcaklıkta muhafaza edilir. Duyusal değerlendirmeye alınacakları gün örnekler 18±2°C'ye getirilir. Homojenize edilmeyen yoğurt örnekleri yüzeydeki kaymak tabakası ile birlikte değerlendirilir.

İşlem

Duyusal testler; bakılarak, koklanarak ve tadılarak yapılır. Ambalaj kontrolü; Önce örneğin ambalajı kontrol edilir. Ambalaj materyali cam, gıda sanayide kullanılmaya uygun plastik, paslanmaz çelik veya iç yüzeyi eloksal olan alüminyum kaplar veya su geçirmeyen özel karton kaplar olmalıdır. Kapların kapatılmasında kullanılan kapakların yoğurttan etkilenmeyen ve yoğurdu herhangi bir şekilde etkilemeyen alüminyum folyo, plastik veya benzer malzemeden yapılması gerekir. Ambalajda herhangi bir delik, çatlak, bombaj veya benzer bir bozukluk olup olmadığı kontrol edilir. Yoğurтта duyuşal testler aşığıdaki çizelgelere göre yapılır.

Set Tipi Yoğurtların Puanla Duyusal Değerlendirilmesi

Özellik	Nitelik	Puan
GÖRÜNÜŞ	Çok İyi..... • Temiz, parlak, süt renginde, serum ayrılması yok, homojen, çatlak ve gaz kabarcığı bulunmayan	5
	İyi..... • Temiz, süt renginde, serum ayrılması yok, çatlak ve gaz kabarcığı bulunmayan	4
	Az Kusurlu..... • Temiz, mat, az sayıda çatlak ve az miktarda serum ayrılması	3
	Kusurlu..... • Süt renginden farklı bir renk, çok sayıda çatlak, gaz kabarcığı, serum ayrılmış ve yabancı madde içeren	1-2

Set Tipi Yoğurtların Puanla Duyusal Değerlendirilmesi		
Özellik	Nitelik	Puan
KAŞIKLA KIVAM	Çok İyi..... Kaşıkla alınan kesitte dolgun kıvamda, düzgün yapıda • Homojen, karıştırıldıktan sonra koyu bir akıcılık gösteren, serumu ayırmayan	5
	İyi..... • Alınan kesitte dolgun kıvamda, düzgün yapıda • Homojen, karıştırıldıktan sonra koyu bir akıcılık gösteren ve serumu az ayrılan	4
	Az Kusurlu..... • Alınan kesitte akıcılığı az, hafif pütürlü yapıda, karıştırıldıktan sonra akıcı ve serumu ayrılan	3
	Kusurlu..... • Alınan kesitte çok akıcı, homojen olmayan ve pütürlü, dipte tortu bulunduran, karıştırıldıktan sonra çok akıcı ve serumu ayrılan	1-2
AĞIZDA KIVAM	Çok İyi..... • Dille damak arasında kolay dağılmayan dolgun yapıda ve homojen	5
	İyi..... • Dille damak arasında az dağılan, dolgun yapıda ve homojen	4
	Az Kusurlu..... • Ağıza alındığında dağılan, hafif pütürlü	3
	Kusurlu..... • Dille damak arasında tutulamayan, akıcı, homojen olmayan, pütürlü yapıda	1-2

Set Tipi Yoğurtların Puanla Duyusal Değerlendirilmesi		
Özellik	Nitelik	Puan
KOKU	Çok İyi..... • Kendine özgü hoş kokulu	4-5
	Az Kusurlu..... • Kendine özgü olmayan ve yabancı koku içeren	3
	Kusurlu..... • Kendine özgü olmayan, alkolümsü, yanık veya yabancı koku içeren	1-2
TAT	Çok İyi..... • Kendine özgü hafif ekşimsi tat	5
	İyi..... • Hafif ekşimsi veya hafif tatlımsı	4
	Az Kusurlu..... • Ekşimsi, hafif acımsı, hafif sabunumsu, hafif küfümsü, hafif yanık tatta olan veya yabancı tat içeren	3
	Kusurlu..... • İleri derecede ekşimiş, küfümsü, acımsı, sabunumsu, yanık tatta olan	1-2

Sonucunun deęerlendirilmesi

Bir yoęurt örneęinin kaliteli olarak nitelendirilmesi için; duyuşal deęerlendirmede her özellik için en az 4 puan almalı ve toplam puan en az 20 olmalıdır.

Asitlik Tayini

Titrasyon Yöntemiyle Asitlik Tayini

Yoęurtlarda kimyasal analizlerden titre edilebilir asitlięin öncelikle yapılması gerekir.

Tanım

Asitlik derecesi: 100 gram yoęurdun asitlięini nötralize etmek için harcanan N/4'lük alkalinin ml olarak miktarıdır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Büret: 0,1 ml bölüntülü
- Pipet: 1 ml ve 10 ml'lik
- Erlen: 250 ml hacimli geniş ağızlı
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta
- Cam baget

Ayıraç ve çözeltiler

- NaOH çözeltisi: 0,25N
- Fenolftalein belirteç çözeltisi: %95'lik nötr etil alkolde %1'lik çözelti

Örneğin Hazırlanması

Kimyasal analizlere başlamadan önce homojenize edilmemiş yoğurtlar süt yağının iyice dağılması için yeterli süre ve şekilde karıştırılarak homojen hale getirilir. Homojenize yoğurtlarda herhangi bir hazırlığa gerek yoktur.

İş

- Erlen içerisine 10 gram örnek tartılır.
- Örnek üzerine önce kaynatılmış sonra 40°C'ye soğutulmuş damıtık sudan 10 ml ilave edilir ve cam bagetle iyice karıştırılır.
- 0,5 ml fenolftalein belirteç çözeltisi eklenir ve N/4'lük NaOH çözeltisi ile en az 30 saniye kalıcı pembe renk elde edilinceye kadar titre edilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Harcanan alkali miktarı 10 ile çarpıldığı takdirde 100 gram yoğurdun SH° olarak titre edilir asitlik derecesi bulunmuş olur.

Titrasyonda 0,1N NaOH kullanıldığı ve sonucun süt asidi olarak ifade edilmek istendiği zaman aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak yoğurdun kütlece yüzde süt asidi cinsinden asitliği tespit edilmiş olur.

$$A = \frac{S \times f \times 0,009}{m} \times 100$$

Burada;

A = Titre edilebilir asitliği süt asidi cinsinden kütlece yüzde olarak,
S = Titrasyonda harcan 0,1N NaOH çözeltisinin miktarını «ml» olarak,
m = Titrasyonda kullanılan deney numunesi miktarını «g» olarak
f = NaOH çözeltisinin faktörünü simgelemektedir.

Taze yoğurtta titre edilebilir asitlik, laktik asit cinsinden kütlece en az %0,80 ve en çok %1,60 olmalıdır. Fermente Sütler Tebliğine göre; yoğurtlarda laktik asit cinsinden kütlece asitlik en az %0,6 olmalıdır.

Potansiyometrik Yöntemle Asitlik Tayini

Tanım

Yoğurdun titre edilebilir asitliği; belirli miktarda yoğurdu, SH 8,30'a kadar titre etmek için gerekli 0,1N NaOH'in ml'sidir.

% laktik asit; 100 gram yoğurttaki laktik asidin «gram» olarak ifadesidir.

Kullanım Alanı

Normal yoğurt, aromalı yoğurt, tatlı yoğurt ve meyveli yoğurtların titre edilebilir asitliğini belirlemede kullanılır.

Yöntemin Önemi

Titrasyon yöntemiyle asitlik tayininde titrasyonun bitiş noktası kalıcı pembe rengin oluşmasıyla anlaşılır. Ancak meyveli yoğurtlarda bu rengin oluşması veya algılanması mümkün olmadığı için yanlış sonuç alınır. Bu nedenle özellikle aromalı ve meyveli yoğurtlarda asitlik tayini potansiyometrik yöntemle yapılmalıdır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Genel laboratuvar araç-gereçleri
- Analitik terazi: 0,1 miligram duyarlılıkta
- pH metre
- Spatül
- Beher: 50 ml'lik

Ayraç ve Çözeltiler

- NaOH çözeltisi: Standart volümetrik çözelti, karbonatlardan arındırılmış 0,1N (karbondioksit absorpsiyonuna karşı korunmalı)
- Damıtık veya deiyonize su: Kullanılmadan önce karbondioksidi uzaklaştırmak amacıyla 10 dakika süreyle kaynatılır.

Örneğin Hazırlanması

Normal yoğurt, aromalı yoğurt, tatlı yoğurt: Örnek 20-25°C'ye getirilir ve bir spatül veya kaşık yardımıyla alt ve üst kısmı alt üst edilerek iyice karıştırılır.

Meyveli yoğurt: Örnek 20-25°C'ye getirilir ve meyvenin iyice dağılması ve parçalanması için uygun bir ekipmanla homojen hale getirilir.

İşlem

- 50 ml'lik bir behere 10 gram örnek 10 mg duyarlılıkla tartılır.
- Yaklaşık 10 ml damıtık su ilave edilir ve iyice karıştırılır.
- pH elektrotlarının karışım içine düzgün bir şekilde dalması sağlanır.
- Beher içeriği karıştırılarak 0,1N NaOH ile pH 8,30'a kadar titre edilir. Titrasyonda harcanan NaOH'ın hacmi 0,05 ml duyarlılıkta saptanmalıdır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Titre edilebilir asitlik 100 gram üründe gram olarak laktik asit miktarı (A) aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanır.

$$A = \frac{V \times 0,009}{m} \times 100$$

Burada;

V = Titrasyonda kullanılan 0,1N NaOH'in miktarını «ml» olarak

m = Örnek miktarını «gram» olarak

0,009 = Laktik asit için çevirme katsayısını simgelemektedir.

Not: Paraleller arasındaki fark, 100 gram örnek için 0,05 gram laktik asidi aşmamalıdır.

Toplam Kurumadde Tayini

Tanım

Belirli miktar yoğurdun suyunun sıcaklık etkisiyle uçurulması ve kalan kurumaddenin tartılması sonucu 100 gram yoğurtta hesaplanan kütlece miktarıdır.

Amacı

Mevzuatta öngörülen kurumadde miktarına ve/veya işletme kalitesine uygun olup olmadığını belirlemek amacıyla yapılır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Desikatör: Uygun nem çekici içeren
- Etüv: 103±2°C'ye ayarlanabilen ve sabit sıcaklıkta tutulabilen
- Kurutma kapları: Kapaklı, nikel, alüminyum, paslanmaz çelik veya camdan yapılmış 7-9 cm çapında, 2 cm yüksekliğinde
- Kuvars veya deniz kumu: İrice taneli, hidroklorik asitte yıkanmış damıtık su ile asit reaksiyonu vermeyinceye kadar yıkanmış ve kurutulmuş.
- Cam baget: Ucu kütleştirilmiş 6-6,5 cm uzunluğunda
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta



Nikel kap



Desikatör



Hassaz terazi



Etüv



Halojenli nem tayin cihazı

İşlem

- Kapakları yarı açık durumda ve içerisinde bir miktar deniz kumu (hidroklorik asitte temizlenmiş, yıkanmış ve iyice kurutulmuş) ve cam baget bulunan kurutma kapları, $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanmış etüve konarak sabit ağırlığa gelmesi sağlanır.
- Kurutma kapları desikatörde soğutulduktan sonra daraları belirlenir.
- Homojen hale getirilen yoğurt örneğinden kurutma kabına 0,1 mg hassayitle 5 gram numune tartılır, cam baget yardımıyla kumla iyice karıştırılarak kabın dibine yayılır.
- Numuneyi içeren kaplar $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanmış etüve kapakları açık durumda konarak yaklaşık 1,5-2 saat süreyle kurutulur. Bu sırada sıcaklığın yükselmemesine özellikle süt şekerinin karamelleşmemesine dikkat edilir.
- Kapaklar kapatıldıktan sonra desikatöre alınarak soğumaları beklenir ve tam olarak tartılır.
- Etüve ikinci kez konur ve bu defa 30 dakika aynı sıcaklıkta bekletilir, desikatörde soğutulur ve tartılır.
- Tartımlar arasındaki fark 0,5 mg'dan (0,05gram) fazla olduğu takdirde kurutmaya devam edilir. İki tartım arasındaki fark 0,5 mg'dan az ise son tartım dikkate alınarak denemeye alınan numune miktarı ve kabın darasına göre örneğin kurumadde miktarı hesaplanır.

Sonucun Hesaplanması

Deney paralel yürütülür ve hesaplamada paralellerin ortalaması alınarak yüzde kurumadde miktarı aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır:

$$\%KM = \frac{m_1 - m}{m_2 - m} \times 100$$

Burada;

KM = Toplam kurumadde miktarını kütlece yüzde olarak

m = Kap, kum ve cam bagetin birlikte kütlesini «gram» olarak

m_1 = Kap, kum ve cam baget ve deney numunesinin kurutma sonrası kalıntısını «gram» olarak.

m_2 = Kap, kum ve cam baget ve deney numunesinin kütlesini «gram» olarak simgelemektedir.

Süt Yağı Miktarı Tayini

Tanım

Yoğurt içeriği yağ miktarına göre tiplere ayrılır. 100 gram yoğurt içerisinde bulunan süt yağı miktarını kütlece veren bu deneyle yoğurdun tipi tayin edilir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Gerber bütirometresi: Özel yoğurt bütirometresi (tıkacıları ile birlikte) veya standart süt bütirometresi
- Su banyosu: 65°C'ye ayarlanabilen
- Dayanak: Bütirometreler için
- Gerber santrifüjü: Dakika devri 1000-1200 ve ısıtılmalı santrifüj
- Pipet: 11 ml'lik, 10 ml'lik ve 1 ml'lik

Ayırarç ve Çözeltiler

- Sülfürik asit (%90-91'lik): $d_{20} = 1,820-1,825$ g/ml. Eğer mümkünse en iyisi; $d_{20} = 1,818 \pm 0,003$ g/ml, N_2O_3 miktarı en fazla 50 mg/100 ml olan.
- Amil alkol: $d_{20} = 0,811 \pm 0,002$ g/ml, kaynama noktası 128°C derece olacak

Numunenin Hazırlanması

Analize başlamadan önce homojen hale getirilen yoğurt örneğinin sıcaklığı yaklaşık 20°C'ye getirilir, yeniden iyice karıştırılır. Bu işlemin sonucunda özellikle homojenize edilmeyen yoğurtlarda yağın örnek içerisinde yeksenak bir şekilde dağılmadığı izlenimi olursa örneğin yavaş yavaş 40°C'ye ısıtılması, karıştırılması ve yeniden 20°C'ye soğutulması gerekir. Örneğin hazırlanması son derece önemlidir. Yağ homojen bir şekilde dağıtılamazsa alınan sonuç yanlış olur ve paralel analizler birbirini tutmaz. Standart süt bütirometresi kullanıldığı zaman yoğurt örneği 1:1 oranında damıtık su ile sulandırılır.

İşlem

- Süt bütirometrelerin ağızları yukarıya gelecek şekilde özel dayanaklarına yerleştirilir.
- Sonra sırasıyla ve dikkatlice bütirometrelerin içine; önce 10 ml sülfürik asit, sonra 20°C'ye ayarlanmış 11 ml sulandırılmış yoğurt ve son olarak da 1 ml amil alkol boşaltılır. Gerekirse damıtık su ile seviye tamamlaması yapılır.
- Gerek asit, gerekse örnek ve amil alkolün konulmasında bütirometrenin ağzının ıslatılmamasına ve bu özdeklerin yoğunluklarına göre birer katman oluşturacak şekilde sıralanmaları için de süt ve amil alkolün son derece yavaş bir şekilde bütirometrenin kenarından sızdırılarak konulmasına özen gösterilmelidir.
- Bütirometre doldurulduktan sonra ağzı kuru ve sağlam bir lastik tıkaç ile sıkıca kapatılır. İki ucu konik olan tıkaçların en kalın bölümüne kadar sıkıştırılır. Ayarlama pimli özel tıkaç kullanılıyorsa bunun metal bileziğinin bütirometrenin boğazına sıkıca yerleşmesi sağlanmalıdır.

- Oluşan pıhtı tamamen çözününceye ve ortamda hiçbir beyazlık kalmayınca kadar, bütirometre yavaş yavaş çalkalanır ve alt üst edilir. Bu işlem yapılırken koruyucu gözlük kullanılmalıdır. Pıhtının çözündürülmesi sırasında bütirometre ısınır. Bu nedenle gerek sıcaklığa ve gerekse bütirometrenin muhtemel bir kırılma tehlikesine karşı korunmak için bir eldivenden veya bir bezden veya çalkalama köprülü dayanaklardan yada bir çalkalama makinasından yararlanılabilir.
- Yağ dışı unsurlar tamamen çözününce bütirometreler sıcaksa hemen, değilse 65°C'lik bir su banyosunda bölüntülü boyun kısmı yukarıya gelecek şekilde yerleştirilir ve 5 dakika beklenir. Kullanılan santrifüj ısıtma düzenini içeriyorsa ve deneyden önce gerekli sıcaklığa ayarlanmışsa su banyosunda bekletme işlemine gerek yoktur.
- Sonra bütirometreler tıkaçlar dış tarafa gelecek şekilde ve dengenin sağlanması için karşılıklı olarak santrifüj tablasına yerleştirilir. Yoğurt örneği tek olsa bile karşı tarafa aynı şekilde başka bir yoğurtla hazırlanmış bütirometre yerleştirilerek denge sağlanmalıdır.

- Belirtilen şekilde yerleştirilen bütirometreler en az 5 dakika süre ile santrifüj edilir. Santrifüj sırasında santrifüj tam devrine ulaştıktan sonra en az 4 dakika bu devirde dönmesine dikkat edilmelidir.
- Daha sonra bütirometreler bölüntülü kısım üste gelecek şekilde santrifüjden çıkarılır ve 65°C'lik su banyosunda 5 dakika kadar bırakılır. Isıtmalı santrifüj kullanılıyorsa su banyosuna gerek yoktur. Santrifüj işlemi tamamlanır tamamlanmaz okuma işlemi yapılmalıdır.
- Okuma sırasında; tıkaç yavaşça itilip çekilmek suretiyle yağ sütununun içbükey alt sınırı «0» veya herhangi bir bölüntü çizgisi üzerine teğet getirilir. Yağ kitlesinin üstteki içbükey kenarının en alt teğet noktası ile alt sınır arasındaki sütun okunur ve kaydedilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Bütirometre skalasından okunan sonuç 2 ile çarpılarak yoğurdun yağ miktarı yüzde olarak belirlenir. Fermente Sütler Tebliğine göre yoğurt içerdikleri yağ miktarında göre 4 tipe ayrılır. Değerlendirme aşağıdaki şekilde yapılır:

Tipi	Süt yağı % (m/m)
Tam yağlı	En az 3,8
Yağlı	En az 3,0
Yarım yağlı	En az 1,5
Yağsız (yavan)	1,5'dan az

Yağsız Kurumadde Tayini

Toplam kurumadde miktarından yağ miktarının çıkarılması suretiyle yağsız kurumadde miktarı hesaplanır.

Mevzuatta öngörülen yağsız kurumadde miktarına sahip olup olmadığını belirlemek amacıyla yapılır.

Yoğurtta yağsız kurumadde miktarı Fermente Sütler Tebliğine göre kütlege en az %12 olmalıdır.

Protein Miktarı Tayini

Tanım

Yoğurdun bileşimindeki protein miktarının % olarak ifadesidir.

Yöntemin İlkesi

Sütün bileşimindeki azot, katalizör ve sülfürik asit varlığında amonyakla dönüştürülür ve amonyak, amonyak sülfat olarak tutulur.

Tüpe ilave edilen NaOH amonyak amonyum sülfattan ayırır ve destilasyon yardımıyla ayrılan amonyak, borik asitle amonyum borat olarak tutulur. Sonuçta; amonyum borat hidroklorik asitle titre edilerek azot ve buradan örnekteki protein miktarı hesaplanır.

Örneğin Hazırlanması

Normal yoğurt, aromalı yoğurt, tatlı yoğurt: Örnek 20-25°C'ye getirilir ve bir spatül veya kaşık yardımıyla alt ve üst kısmı alt üst edilerek iyice karıştırılır. Homojenize edilmemiş yoğurtlar yeterli süre ve şekilde karıştırılarak homojen hale getirilir.

Meyveli yoğurt: Örnek 20-25°C'ye getirilir ve meyvenin iyice dağılması ve parçalanması için uygun bir ekipmanla homojen hale getirilir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

«Kjeldahl Yöntemiyle Toplam Protein Miktarı Tayini» yönteminde verilen araç ve gereçler.

Ayıraç ve çözeltiler

«Kjeldahl Yöntemiyle Toplam Protein Miktarı Tayini» yönteminde verilen ayıraç ve çözeltiler.

İşlem

Yakma tüpü içerisine 1 mg duyarlıkta tam olarak 5 gram civarında yoğurt tartılır. Yakma tüpünün kuru ve temiz olmasına dikkat edilmelidir.

Bundan sonraki işlemler, «Kjeldahl Yöntemiyle Toplam Protein Miktarı Tayini» yönteminde belirtilen şekilde yapılır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Kjeldahl Yöntemiyle Toplam Protein Miktarı Tayini» yönteminde belirtilen şekilde yapılır.

Fermente Sütler Tebliği'ne göre; yoğurtlarda protein miktarı en az %4,0 olmalıdır.

Isıl İşlem Kontrolü (Peroksidaz Deneyi)

Tanım

Ortamda peroksidaz enziminin varlığını gösteren bir deneydir. Peroksidaz enzimi süt içerisinde doğal olarak bulunur ve ısıtma işlemine karşı oldukça dirençli bir enzimdir. Genellikle sütün 85°C ve üzerinde ısıtılıp ısıtılmadığının bir göstergesi olarak peroksidaz testi uygulanır. Bu yöntem genellikle «Storch Deneyi» olarak bilinir.

Amacı

Yoğurda işlenen süte yeterince ısıtma işlemi uygulanıp uygulanmadığını gösterir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Genel laboratuvar araçları
- Beher
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta

Ayırar ve çözeltiler

- Hidrojen peroksit çözeltisi (%0,2'lik): %30'luk H_2O_2 'den 1 kısım alınır ve 149 kısım damıtık su ile seyreltilir. Üzerine hacim olarak %0,1 oranında derişik sülfürik asit ilave edilerek asitlendirilir.
- Parafenilen diamin hidroklorür çözeltisi (%2'lik): Sıcak damıtık su içerisinde iyice çözündürüldükten sonra süzölerek hesaplanır. Çözeltinin 48 saat içerisinde kullanılması gerekir.

İşlem

- Homojen hale getirilen yoğurt numunesinden 10 gram bir beher içerisine tartılır.
- Hidrojen peroksit çözeltisinden 2 damla ilave edilerek karıştırılır
- Sonra parafenilen diamin hidroklorür çözeltisinden de 2 damla ilave edilir ve yeniden karıştırılır
- Mavi renk meydana gelirse «peroksidaz pozitif» renk değişimi olmazsa «peroksit negatif» demektir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Yeterince ısıl işlem görmüş veya kaynatılmış sütlerden yapılan yoğurtlarda peroksidaz deneyi «peroksit negatif» verirken yeterli derecede ısıtılmamış veya çiğ süttten elde edilen yoğurtlarda deney sonucu «peroksidaz pozitif» olarak elde edilir.

Yoğurtta Yapılan Hilelerin Tespiti

Fermente Sütler Tebliği'ne göre; sade yoğurtlarda yoğurt yapılan sütün içerisine sütün doğal yapısında bulunan maddelerden başka bir madde katılması yasaklanmıştır. Ancak bazı işletmelerde yoğurda daha fazla kıvam vermek amacıyla izin verilmediği halde başta nişasta, jelatin ve karboksi metil seliloz (CMC) olmak üzere bazı stabilize edici maddeler ilave edilmektedir.

Jelatin Aranması

Amacı

Yoğurda kıvam vermek amacıyla üretim sırasında süte jelatin katılıp katılmadığını belirlemek amacıyla yapılır.

Araç-gereç ve Yardımcı Maddeler

- Erlen: (100 ml'lik)
- Deney tüpleri: 16 mm çapında ve 160 mm uzunluğunda
- Kauçuk tıkaçlar: Erlen ve tüpler için
- Süzgeç kağıdı
- Pipet: 10 ml'lik
- Cam huni

Ayıraç ve Çözeltiler

- Asit $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisi: Ağırlıkça bir kısım Hg, ağırlıkça iki kısım HNO_3 içerisinde çözülür. Çeker ocakta saf su katılarak karışım hacmi 25 katına çıkarılır.
- Suda doymuş pikrik asit çözeltisi 100 ml sıcak saf suda 2 gram pikrik asit çözülerek hazırlanır.

İşlem

- Erlen içerisine 10ml yoğurt örneği alınır, üzerine 10 ml $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisi ilave edilir.
- Tıkaç kapatıldıktan sonra iyice çalkalanır ve 20 ml saf su katılarak iyice karışması sağlanır.
- Yaklaşık 5 dakika kendi haline bırakılır ve sonra süzgeç kağıdından süzülür. Yoğurt içerisinde fazla miktarda jelatin varsa filtrat berrak olmayıp bulanık bir görünümde dir.
- Süzüntüden 5 ml alınır ve deney tüpüne aktarılır. Üzerine 5 ml doymuş pikrik asit çözeltisi ilave edilir ve iyice karıştırılır.
- Deney tüpündeki renk ve görünüm durumu belirlenerek kaydedilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

- Sarı bir çökelek meydana geldiği takdirde %1 civarında jelatin olduğu kabul edilir.
- Daha az miktarda jelatin ilave edilmesi durumunda deney tüpünde bulanık bir renk oluşur.
- Jelatin oranı %0,1'in altında ise jelatinle pikrik asidin oluşturduğu çökelek uzun süre süspansiyon (asılı) halinde kalır. Bir gece bekletildiğinde karakteristik yapışkan çökelek tüpün iç kenarına ve dip kısmına yapışır.
- Karşılaştırma yapmak amacıyla jelatinsiz olduğu bilinen bir yoğurt örneği de paralel olarak analiz edilir.

Nişasta Aranması

Amacı

Yoğurda kıvam vermek ve kötü kaliteyi maskelemek amacıyla üretim sırasında süte nişasta katılıp katılmadığını belirlemek amacıyla yapılır.

Prensibi

Nişastanın iyot ile mavi renk oluşturması ve bu yolla yoğurt içerisinde nişasta varlığının ortaya çıkarılması prensibine dayanır.

Araç-gereç ve Yardımcı Maddeler

- Mezur pipet: 5 ml'lik
- Deney tüpleri: 16 mm çapında ve 160 mm uzunluğunda
- Tüp tıkaçları: Kauçuk ve mantardan

Ayıraç ve Çözeltiler

- Lugol çözeltisi: 1 gram iyot, 2 gram potasyum iyodür, 300 ml damıtık su içerisinde çözündürülür.

İşlem

- Homojen hale getirilen yoğurt örneğinden 2-3 ml bir deney tüpü içerisine alınır ve üzerine 2-3 ml damıtık su ilave edilerek iyice karıştırılır.
- Homojen hale getirilen karışım üzerine 2-3 damla lugol çözeltisi eklenir, karıştırılır ve sonuç görünüm kaydedilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

- Mavi renk oluştuğu takdirde nişasta ilave edildiği sonucuna varılır.
- Nişasta ilave edilmeyen örneklerde sarı renk meydana gelir.

DONDURMA ANALİZLERİ



Süt esaslı dondurma; süt veya diğer uygun süt ürünleri, içme suyu, şeker ve izin verilen katkı maddelerinin belirli oranlarda karıştırılması; arzu edildiği takdirde salep, yumurta ve değişik çeşni maddelerinin ilavesi ile hazırlanan miksin pastörize edildikten sonra tekniğine uygun olarak dondurulmasıyla elde edilen bir süt ürünüdür.



Numune Alma

Dondurma, az miktardaki sıcaklık değişimleri karşısında özelliklerini kaybeden bir ürün olduğu için numunenin alınması, muhafazası ve taşınması sırasında daha dikkatli davranılması gerekir. Alınacak numune miktarı; temsil ettiği kitleye, yapılacak olan analizlere göre değişik olabilir. Tüm analizlerin yapılması durumunda en az 250-300 gram numune alınması gerekir.

Duyusal test yapılacak numunelerin konulacağı kapların sterilize edilmesi ve numune konulmadan önce kaplarının soğutulması gerekir.

Fiziksel analizler için sadece orijinal ambalajlar numune olarak alınır.

Dökme Dondurmadan Numune Alma
Numune alınmadan önce numune kapları ve numune alma ekipmanları soğutularak dondurma ile aynı sıcaklıkta olması sağlanır. Dökme veya 1 kg'dan daha büyük kaplardan dondurma örneği; tereyağında kullanılan sondalar, bıçak ve geniş ağızlı spatula veya gerekirse bir kaşık yardımıyla alınır.



Dondurma kitlesine uygun uzunluktaki sonda, dip taraftaki yüzeyi sıyırmayacak şekilde ve diyagonal olarak dondurma içerisine sokulur, yarım döndürülür ve numune ile birlikte geri çekilir. Numunenin üst kısmındaki 2,5 cm'lik kısmı spatula yardımıyla alınır ve geri kalan kısım numune kabına aktarılır. Yumuşak dondurma olarak isimlendirilen dondurmadan numune perakende satış koşullarında dondurma makinasından veya soğutucudan doğrudan alınarak laboratuvara ulaştırılır.

Tüm analizlerin yapılacağı durumlarda numune miktarı en az 250 gram olmalıdır.



Küçük Paketlerden Numune Alma

1 litre ve daha küçük paketler içindeki dondurmalar açılmadan, bozulmadan olduğu gibi orijinal kaplarında numune olarak alınır. Analiz edilene kadar derin dondurulmuş vaziyette kalmaları sağlanır.

Numunelerin Taşınması

Dondurma numunelerinin taşınması sırasında numunenin özelliklerinde olumsuz bir değişiklik meydana gelmeyecek şekilde önlemlerin alınması gerekir. Dondurma numunesinin erimesine engel olmak için yalıtılmış özel termoslarda veya kuru buz içerisinde veya buzlar arasında -18°C'de süratle laboratuara taşınması gerekir. Taşınma sırasında belli aralarla sıcaklığın kontrol edilmesi ve kaydedilmesi yararlı olur.

Duyusal Testler**Kullanım alanı**

Süt esaslı dondurmalarda kullanılır. Yenilebilir tip buz ürünleri, diyabetik veya diyetetik amaçlarla hazırlanan dondurmalarda kullanılmaz.

Amacı

Normal bir dondurmanın kalitesi ile duyuşal nitelikleri arasında yakın bir ilişki bulunur. Duyusal testlerin yapılmasındaki amaç; dondurmanın tat ve kokusunun, renk ve görünüşünün, yapı ve kıvamının, erime özelliğinin normal olup olmadığının kontrol edilmesidir. Eğer normal olmayan özellikler varsa mevcut kusurlar belirlenir.

Dondurmanın duyuşal özellikleri

Normal bir dondurmanın taşıması gereken özellikler aşağıda sıralanmıştır:

- Uygun bir dondurma paketi; temiz ve parçalanmamış olmalı, ürünü koruyucu nitelikte ve çekici olmalıdır.
- Dondurmanın rengi; doğal, homojen ve canlı olmalı, göze hoş görünmeli, ilave edilen çeşni maddesi ile uyumlu olmalıdır. Gözle görülür yabancı madde içermemelidir.
- Dondurmanın Yapısı; bir miktar direnç gösteren, sıkı, ağıza alındığında aşırı soğukluk hissi oluşturmeyen, dille damak arasında kolay dağılan, dolgun yapıda ve homojen özellikte olmalıdır.
- Dokusu ise; pürüzsüz, sıkı ve homojen olmalı, yağlılık hissi dondurmanın tamamında hissedilmelidir. Hava kabarcığı içermemeli, yapışkan, çamurumsu ve ıslak olmamalıdır. Kristalleşme oluşması önemli bir kusur olarak kabul edilir.
- Dondurma; herkes tarafından beğenilen hoş a giden yoğun bir lezzete sahiptir. Çeşnili dondurmalarda tadın ve kokunun çeşni maddesi ile uyumlu olması gerekir. Şeker oranının ne fazla ne de az olmaması gerekir. Aşırı şeker dondurmanın gerçek tadının algılanmasını engeller.

- Dondurmanın yoğun tatlılığı kusur olarak kabul edilen koku ve tatların algılanmasını engelleyebilir. Bu nedenle duyuşal testler sırasında çok dikkatli davranılması gerekir. Acı, yanığımsı, maltımsı, mayamsı tatlar, süttten gelen yem kokusu bir kusur olarak kabul edilir. Yüksek asitlik arzulanmaz
- Erime özelliğı; kaliteli bir dondurma, oda sıcaklığında 10-15 dakika sürede erimeden kalabilmelidir. Eridikten sonra ise; homojen, pürüzsüz bir görünümde olmalıdır.



Deney numunesinin duyuşal testler için hazırlanması
Örneğın taşıınması aşamasında yapı bozulduğı takdirde örnek deęerlendirmeye alınmaz. Özellikle karton veya plastik ambalajlarda olan örneklerin taşıınması ve muhafazası sırasında daha dikkatli davranılması gerekir. Ancak karton ve plastik ambalajlar için mutlaka soęutmalı özel kaplara ihtiyaç vardır.
Örnekler deęerlendirme öncesi derin dondurucudan alındıktan sonra birkaç saat bekletilerek sıcaklıęın -15°C ile -18°C arasına getirilmesi gerekir. Oda sıcaklıęında dondurmanın dıř kısımları eriyeceęi için deęerlendirmede hatalar meydana gelebilir.
Örnekler yeterli miktarda, aynı řekilde ve aynı kıvamda olmalıdır. Örneklerin konuđu kapların da aynı renk ve aynı büyüklükte olmasına dikkat edilmelidir. Gerek tabaklar ve gerekse kařıklar temiz olmalı, herhangi bir tat ve koku içermemelidir.

İřlem

- Dondurmanın puanla duyuşal deęerlendirilmesi ařağıda görülen çizelgelere göre yapılır ve bu özelliklerden en az 4'er puan alması öngörölmüřtür.
- Ambalaj kontrolü; Önce örneğın ambalajı kontrol edilir. Ambalaj materyali gıda sanayiinde kullanılmaya uygun plastik veya su geçirmeyen özel kartondan yapılmıř kaplar olmalıdır. Kapların kapatılmasında kullanılan kapakların dondurmada etkilenmeyen ve dondurmayı herhangi bir řekilde etkilemeyen plastik veya benzer malzemeden yapılması gerekir. Ambalajda herhangi bir delik, çatlak, bombaj veya benzeri bir bozukluk olup olmadıęı kontrol edilir.

Dondurmada Renk ve Görünüş Değerlendirilmesi

Nitelik	Puan
ÇOK İYİ.....	5
• Belirlenen renk ve görünüş özelliklerine çok uyumlu	
İYİ.....	4
• Net olmayan renk	
• Görünümü biraz bozuk	
AZ KUSURLU.....	3
• Doğal olmayan renk	
KUSURLU.....	2
• Görünümü çok bozuk	

Renk kontrolü

Dondurmanın rengi, kullanılan çeşni malzemesinin doğal renginde olmalı, çekici ve hoşta gitmelidir. Tüm kitlede homojen bir dağılım göstermelidir.

Dondurmada Yapı ve Doku Değerlendirilmesi

Nitelik	Puan
ÇOK İYİ.....	5
• Belirlenen yapı ve doku özelliklerine çok uyumlu	
İYİ.....	4
• Sert ve sıkı	
AZ KUSURLU.....	3
• Delikli, hava kabarcıklı	
• Yapışkan	
• Gevşek dağılım	
• Çamurumsu, ıslak	
KUSURLU.....	2
• Kristalleşme	

Yapı ve Doku kontrolü

Bir kaşık yardımı ile dondurmadan bir parça kopartılarak; yapışkan bir yapı gösterip göstermediği, buzlu yada ağır yapıda olup olmadığı kontrol edilir.

İyi bir yapı; bir miktar direnç gösteren, sıkı, kaşık daldırıldığında tepki veren ve ağza alındığında aşırı soğukluk hissi yaratmayan bir nitelik göstermelidir. Ufalan, kolay kırılan, gevrek, hamurumsu, sulu, zayıf yada puding benzeri yapı kusur olarak kabul edilir. Tereyağı kıvamında olması arzulanan dondurmanın buzlu, kumlu, gevrek, süngerimsi yada kar benzeri kıvamda olması kusur olarak kabul edilir.

Dondurmada Tat ve Koku Değerlendirilmesi

Nitelik	Puan
ÇOK İYİ.....	5
• Belirlenen lezzet özellikleri ile çok uyumu	
İYİ.....	4
• Düşük asitlik	
• Şeker azlığı (çeşidine göre)	
• Şeker fazlalığı (çeşidine göre)	
AZ KUSURLU.....	3
• Acı, yanığımsı, maltımsı	
• Sütten gelebilecek yem kokusu	
• Lezzet eksikliği	
• Lezzet fazlalığı	
• Pişmiş tat	
• Yüksek asitlik	
KUSURLU.....	2
• Küf tadı	
• Ekşimsi	
• Mayamsı	
• Acı ve sabunumsu	

Tat ve Koku kontrolü

Dondurma yoğun bir lezzete sahip olduğu ve soğuk olarak tüketildiği için tat ve kokunun kontrol edilmesi son derece zordur. Lezzet testi yapılacağı zaman dondurmanın tüketim sıcaklığında olmasına dikkat edilmelidir. Aroma maddelerinin aşırı hissedilmesi veya zayıf algılanması yada doğal olmaması kusur olarak kabul edilir. Aşırı tatlılık kadar tat eksikliği de arzulanmaz. Ekşi tat, pişmiş tat, bayat tat, okside tat, ransit tat gibi yabancı tatlar değerlendirmede dikkate alınması gereken hususlardır. Dondurma ağza alındığı zaman, düşük sıcaklıkta olması nedeniyle duyuusal sinir merkezinde bir uyuşma olur. Dondurmanın ısısı vücut sıcaklığına yaklaştıkça tat özelliğinin belirlenmesi kolaylaşır. Bu amaçla örnek ağza alındıktan sonra dil, dil ve damak arasında ezilir. Dondurmanın vücut sıcaklığına yaklaşması beklenir ve algılanan tat not edilir. Bu arada varsa kumlu yapı veya buz kristali olup olmadığı da kontrol edilir. Duyusal testlerde ilk önce tuzlu tat algılanır, bunu tatlı, ekşi ve acı tatlar izler. Örnek ağızda ısınırken önce tatlılık ve sonra uçucu aroma bileşikleri algılanır. Tatlılığın niteliği belirlenirken aynı zamanda diğer tatlar ve tat kusurları da belirlenmelidir.

Sonucun değerlendirilmesi

Bir dondurma örneğinin kaliteli olarak nitelendirilmesi için; duyuusal değerlendirmede her özellik için en az 4 puan almalı ve toplam puan en az 12 olmalıdır.



Toplam Kurumadde Miktarı Tayini

Tanımı

Belirli miktarda dondurma örneğinde bulunan suyun uçurulması sonrasında kalan kurumaddenin miktarının % olarak ifadesidir.

Yöntemin Amacı

Dondurmanın toplam kurumaddesinin belirlenmesi ve yağsız kurumaddesinin hesaplanması amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı

Sade ve çeşnili dondurmalarda kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Belirli miktarda dondurma örneğinin damıtık su ile seyreltildikten ve kumla karıştırıldıktan sonra $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de kütlesi sabit oluncaya kadar kurutulması ve tartılarak kurumadde miktarının hesaplanması ilkesine dayanır.

Kullanılan cihaz ve malzemeler

- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlıkta
- Etüv: $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlı
- Desikatör,
- Kurutma kapları: 7-8 cm çapında, 2,5 cm derinliğinde, kapaklı, paslanmaz çelik, alüminyum veya Nikelden yapılmış
- Kum: Hidroklorik asitle temizlenmiş, damıtık su ile yıkanmış, iyice kurutulmuş,
- Su banyosu: $45\pm 1^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanabilen
- Cam baget: 6-6,5 cm uzunlukta



Deney Numunesinin Kimyasal Analizler İçin Hazırlanması

Alınan numune muhafaza edildikleri kaplar içerisinde kimyasal analize alınmadan önce oda sıcaklığında kendi halinde yumuşamaya bırakılmalıdır. *Yumuşatma işlemi sıcak su içerisinde konulmak yada alevde tutulmak suretiyle yapılmamalıdır.*

- Örnek yumuşadıktan sonra bir kaşık veya yumurta çırpıcısı yardımıyla homojen bir şekilde iyice karıştırılır.
- Çözünmeyen kuruyemiş gibi parçalar içeren dondurma örnekleri önce 37°C'deki bir etüv içerisinde kapalı kaplarda eritilir.
- Çözünmeyen parçalar parçalayıcı bir mikserde homojen bir kitle haline gelinceye kadar iyice karıştırılır.
- Meyveli dondurmalar homojen bir yapı sağlanması amacıyla 7 dakika süreyle mikserde çırpılır.
- Çözünmeyen parçaların parçalama işlemi mikser bulunmadığı durumlarda porselen veya cam bir havan içerisinde de yapılabilir.
- Bu işlemler sonucunda dondurma içindeki havanın da çıkması sağlanır. Böylece yağ tayininde; bütirometrelerde patlamalar meydana gelmesi engellenir.

İşlem

- Kurutma kapları, yarı açık durumda ve içerisinde cam baget ve 25 g kadar kum ile birlikte 102±2°C'lik etüve konarak 1 saat süreyle, değişmez kütleye kadar kurutulur.
- Etüvden alınan kaplar, kapağı ve cam baget ile birlikte desikatörde soğutulur ve sonra tartılarak darası alınır.
- Kaplar yana hareket ettirilerek, kumun bir tarafta toplanması sağlanır. Sonra homojen hale getirilen dondurma örneğinden kurutma kabının kumsuz kısmına 0,1 mg duyarlıkta olmak üzere 3-4 gram tartılır.
- Analiz numunesi üzerine 3 ml damıtık su ilave edilir ve cam bagetin düz ucu ile karıştırılır. Daha sonra baget yardımıyla örnek kumla iyice karıştırılır ve kabın tabanına yayılır.
- Cam bagetin düz ucu karışım içerisinde ve diğer uç kabın kenarında dayalı durumda kaynar su banyosunda 30 dakika süreyle tutulur. Bu işlemin başlangıcında, karışımın kalıplaşmadan kurutulması amacıyla, karışım cam bagetle dikkatlice içine hava girecek şekilde karıştırılır.

- Cam baget kurutma kabı içerisinde düz olarak yatırılır.
- Etüve 102±2°C'de kurutma kabı ve kapağa yan tarafta olacak şekilde 2 saat süreyle kurutulur.
- Kapak kapatılır, desikatöre alınır ve soğuyuncaya kadar beklenir ve sonra 0,1mg hassasiyetle tartılır.
- Tekrar etüve konur ve 1 saat daha kurutmaya devam edilir.
- Yeniden desikatöre alınır, soğutulur ve tartılır.
- Son iki tartım arasındaki fark 1 miligramdan fazla olursa kurutma ve tartım işlemlerine devam edilir.
- Son iki tartım arasındaki fark 1mg ve daha az olduğu zaman son tartımdaki değer kaydedilerek hesaplamaya geçilir.

Not: Sabit tartıma ulaşıldıktan sonra, ortamdan alınacak rutubet nedeniyle son tartımda artış görülebilir. Bu durumda elde edilen en düşük ağırlık esas alınır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Dondurma örneğinin % olarak toplam kuru maddesi aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır;

$$\% \text{ Toplam KM} = \frac{M_1 - M_0}{M - M_0} \times 100$$

M_0 = Kabın (kap, kapak, cam baget ve kum) gram olarak kütlesi

M = Kurutmadan önceki örnek ile birlikte kabın gram olarak kütlesi

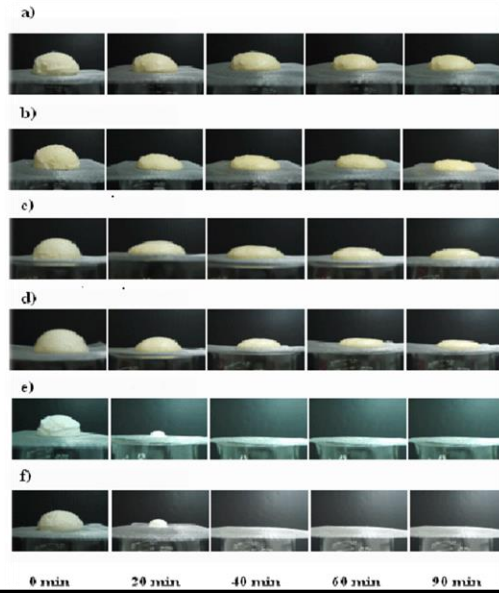
M_1 = Kurutmadan sonraki örnek ile kabın kütlesini gram olarak simgelenmektedir.

Toplam kuru maddenin tam yağlı dondurmada en az % 40 (m/m), yağlı dondurmada en az %36 (m/m) ve yarım yağlı dondurmada en az %31 (m/m) olması gerekir.

Yağsız Kurumadde Miktarı Tayini

Yağsız kurumadde miktarı; toplam kurumadde miktarından süt yağı miktarı çıkarılmak suretiyle hesaplanır.

Yağsız kurumaddenin tam yağlı, yağlı ve yarım yağlı dondurmada en az %28 (m/m) olması gerekir.



Süt Yağı Miktarı Tayini

Yöntemin Amacı

Dondurma içerdiği yağ miktarına göre tam yağlı, yağlı ve yarım yağlı olarak 3 tipe ayrıldığı için, dondurmanın tipini tayini amacıyla süt yağı miktarı tayin edilir. Kullanım Alanı: Sade ve çeşnili dondurmalarda kullanılır.

Kullanım Alanı

Sade ve çeşnili dondurmalarda kullanılır

Yöntemin İlkesi

Dondurmanın bileşimindeki yağ dışındaki unsurlar, derişik sülfürik asit aracılığıyla yakılarak, kalan yağ miktarı özel Gerber bütirometresi ile % gram olarak belirlenir.

Gerber Yöntemi ile Süt Yağı Miktarı Tayini

Yöntemin İlkesi

Dondurmanın bileşimindeki yağ dışındaki unsurlar, derişik sülfürik asit aracılığıyla yakılarak, kalan yağ miktarı özel Gerber bütirometresi ile % gram olarak belirlenir.

Kullanılan araç gereç ve çözeltiler

- Gerber dondurma bütirometresi: Krema bütirometreside kullanılabilir
- Beher: 50-100 ml'lik
- Pipet: 1 ml, 5 ml ve 10 ml'lik
- Gerber santrifüj: 1200 devir/dakika
- Su banyosu: 60-70°C'ye ayarlanabilen
- Sülfürik asit: 1,816±0,003 g/ml
- İzoamil alkol: 0,811±0,002 g/ml

İşlem

- Krema bütirometresine sırası ile 10 ml sülfürik asit ve 5 ml erimiş haldeki dondurma karışımından, 5 ml sıcak su ve 1ml amil alkol konur.
- Bütirometrenin ağzı lastik tıkaçıyla dikkatlice ve sıkıca kapanır.
- Lastik tıkaç yukarıya gelecek şekilde 30 saniye süreyle bütirometreler kuvvetlice çalkalanır sonra 10 kez alt üst edilerek bütirometre içindekilerin tamamıyla karışması sağlanır.
- Bütirometre çifti karşılıklı olarak santrifüje yerleştirilir ve 10-15 dakika süreyle santrifüj edilir.
- Santrifüj işleminden sonra, bütirometreler 65°C'lik su banyosunda 5 dakika tutulur.
- Su banyosundan alınan bütirometrelerin tıkaçı yukarı itilmek veya aşağı çekilmek suretiyle yağ sütununun alt sınırı bölüntü çizgisine getirilir ve okuma yapılır.

Not: Santrifüj işlemi hemen yapılmayacaksa hazırlanan bütirometreler 20°C'lik su banyosunda bekletilir. Santrifüj işleminden önce bütirometreler 65°C'lik su banyosunda ısıtıldıktan sonra santrifüj edilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

- İki bütirometre değerinin ortalaması alınır.
- Tam yağlı dondurmada en az %8-12 (m/m), yağlı dondurmada en az %8 (m/m) ve yarım yağlı dondurmada en az %3 (m/m) süt yağı olması gerekir.
- Yağın süt yağı olup olmadığını kontrol etmek amacıyla Reichert-Meissel sayısı tayin edilerek sonuç değerlendirilir.

Sonucun Duyarlılığı

Dondurmanın kurumaddesi ve dolayısıyla yoğunluğu yüksek olduğunda yağ yüzdesi biraz yüksek olarak tayin edilir. Bu durumda aşağıda görülen düzeltmenin yapılması gerekir.

Okunan Değer	Gerçek Yağ Yüzdesi
4,3	4,0
6,4	6,0
8,5	8,0
10,6	10,0
12,7	12,0
14,8	14,0
16,9	16,0
19,0	18,0
21,1	20,0

Modifiye Gerber Yöntemi ile Süt Yağı Miktarı Tayini

Kullanılan araç gereç ve yardımcı maddeler

- Gerber dondurma bütirometresi: %0-20 bölüntülü veya Gerber peynir bütirometresi
- Beher: 50-100 ml'lik
- Pipet: 10 ml'lik
- Santrifüj: 1200 devir/dakika
- Su banyosu: 65°C'ye ayarlanabilen

Ayıraç ve çözeltiler

- Neusal çözeltisi:
 - 100 gram sodyum salisilat ($C_7H_5NaO_3$) ve 100 gram trisodyum sitrat ($Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$) damıtık suda çözülür. Çözünmede zorluk olursa dikkatlice ısıtılır ve çözülme tamamlanınca soğutulur.
 - 172 ml izobütalin alkol ilave edilir.
 - Çözeltiyi 1500 ml'ye tamamlamak üzere içerisine 0,1-0,2 gram metilen mavisi bulunan yaklaşık 750 ml damıtık su eklenir.
 - Gerekirse cam yününden süzülür. Kullanılmadan önce karıştırılır.

İşlem

- Dondurma bütirometresine 4,42 gram veya peynir bütirometresine 2,65 gram homojen hale getirilen örnekten tartılır.
- Üzerine 12 ml Neusal çözeltisi eklenir.
- Bölüntülü kısımda uygun bir yükseklik sağlamak için bütirometreye yeterince damıtık su eklenir.
- Bütirometre sıkıca kapatıldıktan sonra çalkalanır ve 65°C'lik su banyosunda 2 dakika süreyle bekletilir.
- Bütirometre içeriği iyice karıştırıldıktan sonra 3 dakika süreyle santrifüj edilir ve sonuç okunarak kaydedilir.

Referans Yöntemle Süt Yağı Miktarı Tayini

Yöntemin İlkesi

Dondurmanın amonyak ve etil alkol ile hazırlanan çözeltisinden dietil eter ve petrol eter vasıtasıyla yağın ekstraksiyonu ve çözücülerin uçurulmasından sonra geri kalan kısmın tartılmasıyla yağ miktarının belirlenmesi ilkesine dayanır.



Araç-gereç ve yardımcı maddeler

- Analitik terazi
- Ekstraksiyon tüpü: Tıraşlı cam kapakları iyi kalitede mantar tıkaçları veya kullanılan çözücünden etkilenmeyen maddeden yapılmış kapakları bulunan bir aygıt. (mantar tıkaçlar kullanılmadan önce petrol eteri ve dietil eter ile sırasıyla ekstrakte edilir, sonra doymuş hale gelmeleri için en az 20 dakika 60°C'de yada daha yüksek sıcaklıkta su içerisinde bırakılır. Kullanılmadan hemen önce soğutulurlar).
- Cam boncuk: Yağsız, gözeneksiz, kullanılırken dağılıp ufalanmayan maddelerden yapılmış (Silisyum karpid parçaları da olabilir).
- Santrifüj: Ekstraksiyon tüpünü 500 devir/dakika santrifüj edebilecek kapasitede
- Etüv: 102±2°C'ye ayarlanabilen, iyi hava akımlı.

Ayıraç ve Çözeltiler

- Amonyak çözeltisi: $d_{20} =$ yaklaşık 0,91 g/ml (yaklaşık ağırlıkça %25 veya konsantrasyonu bilinen daha kuvvetli bir çözelti)
- Etil alkol: Hacimce %94-97'lik (yoksa metil alkol, etilmetil keton, benzen veya petrol eteri ile denatüre edilmiş etil alkol kullanılabilir).
- Dietil eter: Peroksitsiz
- Petrol eteri: Kaynama noktası 30-60°C arasında olan eteri
- Çözücü karışım: Dietil eter ve petrol eteri kullanılmadan hemen önce eşit oranlarda karıştırılarak hazırlanır. Bu çözücüler tek olarak da kullanılabilir
- Sodyum Klorür çözeltisi: 5 gram sodyum klorür 1 litre su içerisinde çözülür.

Not 1 (peroksit kontrolü): Ağzı cam kapaklı küçük bir ölçülü balon eter ile çalkalandıktan sonra 10 ml eter konur, taze hazırlanmış %10'luk potasyum iyodür çözeltisinden 1 ml eklenir ve 1 dakika beklenir. Her iki tabakada da sarı renk görülmediği takdirde peroksitlerin bulunmadığı sonucuna varılır.

Not 2 (peroksitlerden arındırma): *Dietil eter, daha önce hafif asidik bakır sülfat çözeltisi içinde 1 dakika tutulur ve su ile yıkanmış ıslak çinko tabaka kullanılarak peroksitlerden arıtılır. Eterin her litresi için 80 cm² çinko tabaka kullanılmalıdır.*

Not 3: *Deneyde damıtık su yada buna eşdeğer saflıkta su kullanılır.*

İşlem

- Homojen hale getirilen numuneden, ekstraksiyon tüpüne 0,001 gram duyarlılıkta dondurmanın yağ miktarına bağlı olarak ekstrakte edildiğinde 0,3-0,6 gram yağ verecek miktarda numune tartılır.
- Numune üzerine 8 ml sodyum klorür çözeltisi ilave edilir, dikkatlice karıştırılır.
- Tüp içerisine 1,5 ml amonyak çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır. Sonra 10 ml etil alkol ilave edilir, ağzı açık olarak yavaşça karıştırılır.

Ekstraksiyon İşlemi

- Tüplere 25 ml dietil eter eklendikten sonra tüpün ağzı ıslak bir tıkaçla kapatılarak şiddetli bir şekilde çalkalanır. Sonra bir dakika süre ile devamlı olarak alt üst edilir.
- Tüp soğutulur, tıkaç dikkatlice çıkartılır, 25 ml petrol eteri ile tıkaç ve tüpün boğaz kısmı yıkanır. Yıkama sırasında petrol eterin tüp dışına akmaması gerekir.
- Tüpün ağzı yeniden aynı tıkaçla kapatılır, çalkalanır ve 30 saniye süreyle alt üst edilir (santrifüj kullanılmayacak ise çok şiddetli çalkalanmaz)
- Tüp içeriğindeki üst sıvı tabakası berraklaşınca ve alttaki sulu tabakadan tamamen ayrılınca kadar beklenir (ayırma işlemi uygun bir santrifüj yardımıyla da yapılabilir).
- Tıkaç dikkatlice çıkartılır, birkaç ml petrol eteri ile tıkaç ve tüpün boğaz kısmı yıkanır. Yıkama sırasında petrol eterin tüp dışına akmaması gerekir.

- Tartım balonu, çözücünün uçurulması sırasında muntazam kaynamayı sağlamak amacıyla cam boncuk yada silisyum karpid parçaları ile birlikte $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'lik etüv içerisinde 30-60 dakika süreyle bekletilerek kurutulur. Balon oda sıcaklığına soğutulur ve 0,001 gram duyarlılıkta tartılarak darası alınır.
- Ekstraksiyon tüpünün üst kısmındaki tabakanın önemli miktarı, dökülerek yada en iyisi sifon yapılarak darası alınan balon içerisine boşaltılır. Boşaltma işlemi dökülerek yapılıyor ise; iki tabakayı birbirinden ayırmak ve boşaltmayı kolaylaştırmak amacıyla bir miktar su ilave edilir.
- Balonun boğazının içi ve dışı veya sifonun ucu ve dışı, birkaç ml çözücü karışım ile yıkanır. Yıkama sırasında petrol eterin dış kısmına akmaması sağlanır.
- Ekstraksiyon tüpüne bu defa 15 ml petrol eter ve 15 ml dietil eter ilave edilerek ekstraksiyon işlemi tekrarlanır.
- Gerekli görülürse son yıkamalar hariç üçüncü bir ekstraksiyon işlemi daha yapılır. Burada amaç numunedeki yağın tamamen çözünmüş ve balona aktarılmış olmasıdır.

Yağın Tartılması

- Etil alkol dahil, çözücüler mümkün olduğunca uçurulur veya damıtılır. Eğer tartım balonunun hacmi yetersiz kalırsa; her ekstraksiyondan sonra çözücünün bir kısmı bu yöntemle uçurulabilir.
- Herhangi bir çözücü kokusu kalmayınca balon yan yatırılarak etüvde $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de 1 saat süreyle ısıtılır.
- Balonun oda sıcaklığına kadar soğuması beklenir ve 0,001 gram duyarlılıkla tartılır.
- Isıtma (30-60 dakika kadar), soğutma ve tartma işlemleri ağırlıktaki azalma sabit hale gelinceye kadar sürdürülür.
- Ekstrakte edilen kısmın tamamının çözünür nitelikte olup olmadığını anlamak için balon içerisine 15-25 ml petrol eteri ilave edilir. Hafifçe ısıtılır ve yağın tamamı çözününceye kadar döndürülerek karıştırılır.
- Ekstrakte edilen maddenin tamamı petrol eteri içinde çözünürse ekstrakte içeren balonun ağırlığı çıkarılarak yağın ağırlığı hesaplanır.

- Eğer ekstrakte edilen madde petrol eter içerisinde tamamen çözünmüyorsa balondaki yağlılık petrol eteri ile birkaç kez yıkanarak ekstrakte edilir. Her boşaltma işleminden önce çözünmeyen maddelerin çökmesi beklenir.
- Balonun boyun kısmı dış taraftan 3 kez yıkanır sonra balon yan yatırılarak etüvde 1 saat süreyle kurutulur.
- Oda sıcaklığına soğuması beklenir ve 0,001 gram duyarlıkta tartılır.
- Yağın ağırlığı toplam ekstraktı içeren balonun ağırlığından balonun son tartımdaki ağırlığının çıkarılması ile bulunur.
- Hazırlanmış olan numuneden iki paralel tayin yapılır. Paraleleler arasındaki farkın 0,2 gram veya daha az olması gerekir.

Tanık Deney

- Numunede yağ tayini yapılırken aynı anda 10 ml damıtık su kullanılarak aynı ekstraksiyon tüpü ayıraçlar ve işlemler uygulanarak bir tanık deney yapılır. Tanık deneyin sonucu 0,005 gramdan fazla çıkarsa ayıraçlar kontrol edilir ve saf olmayan ayıraçlar değiştirilir.



Sonucun Değerlendirilmesi

Dondurma örneğinin % süt yağı miktarı aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır;

Not: Dondurmadaki yağın ekstraksiyonunda kullanılan balon «A» ile tanık deneyde kullanılan balon «B» ifade edilmiştir.

$$\% \text{ Yağ} = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

m_0 = Deney numunesinin gram olarak kütlesi

m_1 = A balonu ve yağın sabit ağırlığa gelinceye kadar ısıtıldıktan sonraki ağırlığını «g» olarak

m_2 = A balonunun ilk ısıtmadan sonraki ağırlığı veya çözünmeyen madde varsa son tartım ağırlığı «g» olarak

m_3 = B balonunun sabit ağırlığı kadar ısıtıldıktan sonraki ağırlığını «g» olarak

m_4 = B balonunun ilk ısıtmadan sonraki veya çözünmeyen madde varsa son ısıtmadan sonraki ağırlığını «g» olarak simgelemektedir.

Toplam Şeker Miktarı Tayini

Yöntemin Amacı

Süt esaslı dondurmalarda süttten gelen indirgen şeker miktarı ile sonradan ilave edilen sakaroz miktarını belirlemek amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı

Sade ve çeşnili dondurmalarda kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Glukoz ve fruktozun indirgen özelliğinden yararlanılarak; alkali tartaratlı Cu^{++} çözeltisinin Cu^{++} 'e indirgemesi yoluyla glukoz ve fruktoz miktarının bulunması ilkesine dayanır.

Araç-gereç ve yardımcı maddeler

- Isıtıcı: 75 ml damıtık su ve 3-5 adet cam boncuk bulunan balonu 3 dakika $\pm$ 5 saniyede oda sıcaklığında kaynama noktasına getirecek kapasitede
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta
- Balon: Dibi yuvarlak ateşe dayanıklı 400 ml hacimli
- Ölçülü balonlar: 100 ml, 200 ml ve 1000 ml hacimli
- Aydınlatma düzeneği: Titrasyonun son noktasını tespit etmeye yardımcı olacak bir düzenek
- Kronometre
- Su banyosu: Termostatlı 60 $\pm$ 1°C'ye ayarlanabilen
- Büret: 50 ml hacimli 0,1 ml taksimatlı

Ayıraç ve Çözeltiler

- Fehling I çözeltisi (Bakır sülfat çözeltisi): 69,28 gram bakır sülfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) yeterli miktarda damıtık su içerisinde çözülür, süzülür ve sonra 20°C'de litreye tamamlanır. Bu çözelti renkli bir şişe içerisinde uzun süre saklanabilir.
- Fehling II çözeltisi (Alkali tartarat çözeltisi): 346,09 gram potasyum-sodyum tartarat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ve 100 gram sodyum hidroksit ayrı ayrı damıtık suda çözülür. Soğutulduktan sonra her iki çözelti birlikte litreye tamamlanır. 2 gün kendi halinde bekletildikten sonra süzülür ve şişe içerisinde saklanır. Bu çözelti 1-2 ay kullanılabilir.
- Hidroklorik asit çözeltisi (0,5N): Derişik hidroklorik asitten ($d=1,18$ g/ml) 3,9 ml alınarak litreye tamamlanır.
- Hidroklorik asit çözeltisi (6,34N): Derişik hidroklorik asitten ($d=1,18$ g/ml) eşit hacimde damıtık su ile seyreltilir. Yoğunluğu $d=1,1029$ g/ml olmalıdır.
- Sodyum hidroksit çözeltisi (2N): 8 gram sodyum hidroksit 50 ml damıtık suda çözülür ve soğutulduktan sonra 100 ml'ye tamamlanır

- Sodyum hidroksit çözeltisi (1N): 4 gram sodyum hidroksit 50 ml damıtık suda çözülür ve soğutulduktan sonra 100 ml'ye tamamlanır
- Karez-I (Carrez) çözeltisi (Durultma çözeltisi): 21,9 gram çinko asetat dihidrat $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$, 100 ml'lik ölçülü bir balona tartılır, damıtık su ile çözülür, üzerine 3 ml asetik asit ilave edilir ve damıtık su ile çizgisine kadar tamamlanır.
- Karez-II (Carrez) çözeltisi: 10,6 gram potasyum demir-2 siyanür trihidrat, 100 ml'lik ölçülü bir balona tartılır, damıtık su ile çözülür ve damıtık su ile çizgisine kadar tamamlanır.
- Stok İnvert Şeker Çözeltisi (%1'lik):
 - 9,5 gram saf sakaroz hassas olarak tartılarak litrelik ölçülü balonda 100 ± 5 ml damıtık su ile çözülür.
 - Balon döndürülerek karıştırılmak suretiyle çözelti üzerine 5 ml derişik HCl ($d=1,18$ g/ml) ilave edilir.
 - $20-25^\circ C$ 'de 3 gün yada $12-15^\circ C$ sıcaklıkta 8 gün bekletilerek inversiyona tabi tutulur.
 - Damıtık su ile yaklaşık 800 ml'ye seyreltilir.
 - 2 gram benzoik asit 75 ml sıcak suda çözülerek ilave edilir.
 - $20^\circ C$ 'de litreye tamamlanır, çalkalanır karıştırılır. Bu çözelti ağzı kapalı olarak uzun süre kullanılabilir.

- Metilen mavisi çözeltisi: 0,2 gram veya 1 gram metilen mavisi damıtık suda çözülerek %0,2'lik veya %1'lik çözelti hazırlanır.
- Fenolftalein çözeltisi (%1'lik): 1 gram fenolftalein %96'lık etil alkolde çözülerek hazırlanır.
- Standart İnvert Şeker çözeltisi (%0,25'lik): 9,5 gram saf sakaroz hassas olarak tartılarak litrelik ölçülü balonda 100 ± 5 ml damıtık su ile çözülür.
 - 200 ml'lik ölçü balonuna %1'lik invert şeker çözeltisinden 50 ml alınır.
 - 2 damla fenlftalein damlatılarak soluk pembe renge kadar 1 N NaOH ile (yaklaşık 2,6 ml) nötrlenir. Sodyum hidroksit ilavesi sırasında çözelti hafifçe çalkalanarak karıştırılır.
 - 1-2 damla 0,5 N HCl ilave edilerek pembe renk giderilir.
 - $20^\circ C$ 'de 200 ml'ye tamamlanır.

Not: Bu çözeltinin 1 ml'si 2,5 mg invert şeker içerir.

Fehling Çözeltilisinin Ayarlanması

- Isıtıcı 5 dakika önceden çalıştırılarak ısıtılır.
- 50 ml'lik bürete %0,25'lik standart invert şeker çözeltisi doldurulur.
- Diğer bir 50 ml'lik bürete damıtık su konur.
- Temiz ve ağzı kapaklı bir erlene sırasıyla 50 ml Fehling-II ve 50 ml Fehling-I çözeltisi konur, iyice karıştırılır (Fazla sayıda analiz yapılacaksa miktar ona göre belirlenir).
- Ateşe dayanıklı 400 ml'lik balona 20 ml Fehling çözeltisi karışımından alınır.
- Büretten 15 ml damıtık su ve 39 ml standart invert çözeltisi ilave edilir. Böylece toplam hacim 74 ml'ye ulaşır.
- Balona içine 3-5 adet cam boncuk konur ve balon hafifçe döndürülerek içindekiler karıştırılır.
- Balon ısıtıcıya yerleştirilir ve kaynama durumuna gelmesi için beklenir (2,5 dakika $\pm$ 5 saniye). Kaynama noktası olarak buhar habbeciklerinin yüzeye düzenli şekilde çıktığı nokta alınır.
- Tam olarak 2 dakika kaynatılır. 2 dakikanın sonunda 4 damla metilen mavisi çözeltisi damlatılır.

- Kaynayan çözeltinin rengi, mavi olarak kalırsa büretten invert çözeltisi ilave edilerek titrasyona devam edilir. Her ilave arasında 3-4 saniye beklenir. İntert şeker çözeltisi ilavesine 0,2 ml ile başlanır, 0,1 ml'ye düşürülür ve tek damlalarla titrasyon tamamlanır. Harcanan toplam miktar kaydedilir. Aynı numune ile birbirine paralel iki tayin yapılır.
- Metilen mavisi çözeltisi ilave edildikten sonra titrasyon 1 dakika $\pm$ 5 saniyede tamamlanmalıdır. Böylece toplam kaynama süresi 3,0 dakika $\pm$ 5 saniye olur. Bu süre içinde balon ısıtıcıdan uzaklaştırılmamalı ve kaynama devam etmelidir.
- Metilen mavisi çözeltisi ilave edildikten sonra kaynayan çözeltide mavi rengin gitmesi Fehling çözeltisinin içerdiği bakır miktarının yeterli olmadığını gösterir. Bu durumda ikinci bir test uygulanarak 38 ml invert şeker çözeltisi ve 16 ml su ile başlanır ve Fehling çözeltisinin içerdiği gerçek bakır miktarı tespit edilir.
- Fehling çözeltisinin içerdiği bakır miktarı için 20 ml çözeltiye 40 ml %0,25'lik invert şeker çözeltisi harcanması gerekir. Toplam titrasyon hacmi de 75 ml olur.

- Harcanan miktar 40 ml'den düşük olduğu takdirde bakır miktarı az demektir. 40 ml'nin üzerindeki değerler bakır miktarının çok olduğunu gösterir. Her iki durumda da bakır sülfat veya su ilavesi ile konsantrasyon ayarlaması gerekir.

Örnek 1:

Harcanan invert şeker çözeltisi 39,5 ml ise bakır çözeltisinin içerdiği bakır miktarı 69,28 yerine;

$$\frac{39,5}{40,0} \times 69,28 = 68,41 \text{ g/l'dir}$$

Kalan 950 ml bakır sülfat çözeltisi

$$\frac{68,41 \times 950}{1000} = 64,99 \text{ gram bakır sülfat içerir.}$$

Çözeltiye $69,28 - 64,99 = 4,29$ gram bakır sülfat ilave edilerek çözüldükten sonra litreye tamamlamak gerekir. Kullanılan $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 'nun içerdiği bakır miktarının düşük olduğu düşünülerek;

$$4,29 \times \frac{39,5}{40,0} = 4,34 \text{ gram ilave edilmesi gerekir}$$

Örnek 2:

Harcanan miktar 40,5 ml ise kalan 950 ml'nin

$$950 \times \frac{40,5}{40,0} = 961,9 \text{ ml olması gerektiği düşünülerek.}$$

Yaklaşık 12,0 ml damıtık su ilave edilir ve çalkalanarak iyice karıştırılır. Bu ilavelerden sonra Fehling çözeltisinin ayarı yeniden kontrol edilmelidir. Fehling çözeltisinin içerdiği bakır miktarının 20 ml için 40,0 ml invert şeker çözeltisi harcayacak şekilde ayarlanması ideal durum ise de pratikte uygulaması zordur. 3990 ml-40,10 ml arası bir değere ulaşmak yeterlidir.

İşlem

Örneğin Durultulması:

- Homojen hale getirilen numuneden analitik terazide 0,0001 gram duyarlılıkta olmak üzere 10 gram tartılır ve 500 ml'lik ölçülü balona aktarılır. Toplam hacim 100 ml oluncaya kadar damıtık su ilave edilir.
- Balon içine önce 5 ml Karez-I çözeltisi ilave edilir ve 5 dakika karıştırılır. Sonra 5 ml Karez-II çözeltisi ilave edilir ve yine 5 dakika karıştırılır.
- 500 ml'lik ölçülü balon damıtık su ile çizgisine kadar tamamlanır, iyice karıştırılır ve süzülür (Çözelti A). Bu yolla durultma ile hemen hiç şeker kaybı olmaz.

Berrak filtratın İnversiyonu

- Çözelti A'dan 50 ml alınır ve 200 ml'lik ölçülü balona konur.
- Filtrat üzerine 5 ml 6,34 N ($d=1,1029$ g/ml) HCl ilave edilir ve karıştırılır.
- Balon $60\pm 1^\circ\text{C}$ 'ye ayarlanabilen su banyosu üzerinde 3 dakika kuvvetle döndürülerek çalkalanır ve çözeltinin sıcaklığının 60°C 'ye çıkması sağlanır. Bu sıcaklıkta 12 dakika beklenir (toplam 15 dakika)
- Su banyosundan çıkarılır, soğuk su altında hızlıca soğutulur.
- 1 N NaOH çözeltisi ile nötrlenir.
- 20°C 'de damıtık su ile 200 ml'ye tamamlanır.

Titrasyonun yapılması

- %0,25'lik inversiyona uğratılmış deney çözeltisi bürete doldurulur.
 - Ateşe dayanıklı 400 ml'lik balona ayarı kontrol edilmiş Fehling çözeltisinden 20 ml alınır.
 - Üzerine titrasyonun sonuna en çok 1 ml kalacak şekilde % 0,25'lik invert çözeltisinden ve toplam hacim 75 ml oluncaya kadar damıtık su ilave edilir.
- Not: Esas titrasyondan önce bir titrasyon yapılarak yaklaşık olarak harcanacak miktar belirlenir, sonra esas titrasyona geçirilir.*
- Balonun içine 3-5 adet cam boncuk atılır.
 - Titrasyon bitiminde toplam hacim 75 ml olmalıdır. 20 ml Fehling çözeltisine ilave edilecek damıtık su miktarı ön titrasyon sırasında belirlenir.
 - Titrasyona «Fehling Çözeltisinin Ayarlanması» bölümünde anlatıldığı şekilde devam edilir.
 - Harcanan %0,25'lik inversiyona uğratılmış deney çözeltisi miktarı kaydedilir.
 - Aynı numunede birbirine paralel en az 2 deney yapılmalıdır.

Sonucun Değerlendirilmesi

a) İnvvert şeker cinsinden, yüzde toplam şeker tayini için aşağıdaki eşitlik kullanılır:

$$\text{Toplam İnvvert şeker} = \frac{\%0,25 \text{ standart invert şeker çözeltisi (ml)}}{\%0,25 \text{ deney çözeltisi (ml)}} \times 100$$

b) Sakkaroz cinsinden, yüzde toplam şeker tayini için aşağıdaki eşitlik kullanılır:

$$\text{Toplam sakkaroz} = \frac{\%0,25 \text{ standart invert şeker çözeltisi (ml)}}{\%0,25 \text{ deney çözeltisi (ml)}} \times 0,95 \times 100$$

c) Örnekteki doğal indirgen şeker tayini aşağıdaki şekilde tayin edilir:

- Durultulmuş ve süzölmüş deney çözeltisinden (Çözelti A) 200 ml'lik ölçülü balona 100 ml aktarılır.
- İşaret çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanır, alt üst edilerek karıştırılır. Böylece %0,5'lik çözelti hazırlanmış olur.
- Bu çözelti bürete doldurulur.
- İnversiyon yapılmamış bu çözeltide toplam şeker tayinindeki inversiyon işlemi dışında bütün işlemler aynen yapılarak titrasyon gerçekleştirilir.
- Aşağıda eşitlik kullanılarak hesaplanır:

$$\%İnvvert \text{ Şeker} = \frac{\%0,25 \text{ standart invert şeker çözeltisi (ml)}}{\%0,25 \text{ deney çözeltisi (ml)}} \times 100/2$$

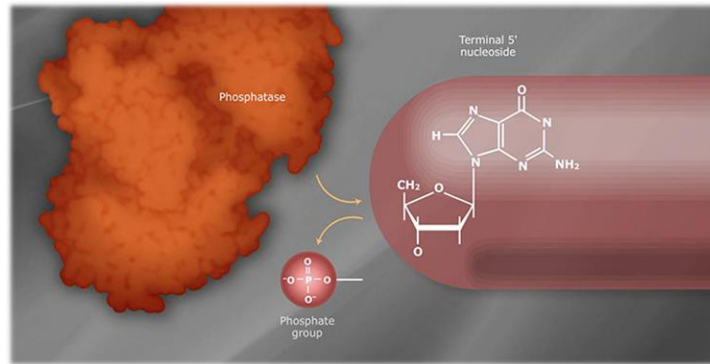
Pastörizasyon Kontrolü (Fosfataz Aktivitesi Tayini)

Yöntemin Amacı

Dondurma miksinin yeterli düzeyde pastörize edilip edilmediğini yada pastörize edilmemiş ürünlerle bulaşmış olup olmadığını belirlemek amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı

Süt esaslı dondurmalarda kullanılır.



Araç-gereç ve yardımcı maddeler

- Deney tüpleri
- Tüp tıkaçları: Fenol içermemeli
- Su banyosu: Termostatlı 40±1°C'ye ayarlanabilen, termostatlı
- Termometre: 0-110°C aralıklı
- Pipetler: 5 ml'lik 0,1 ml taksimatlı
- Mekanik karıştırıcı veya el homojenizatörü
- Damlalıklı şişeler: 10 ml kapasiteli, renkli ve 1 ml CQC çözeltisini 50 damlada verebilecek nitelikte
- Işık kaynağı ve filtre: Yaklaşık 20 watt gücündeki florasen lambanın aydınlatığı plastik veya camdan yapılmış bir filtreden oluşan 100 mm yüksekliğinde ve 30 mm genişliğinde ışıklı bir kutu.

Ayıraç ve Çözeltiler

- Tampon çözeltisi: 37,17 gram sodyum bikarbonat ile 46,89 gram sodyum karbonat bir miktar damıtık suda çözülür ve 1 litreye tamamlanır.
- Tampon kontrol çözeltisi: Tampon çözeltiden 25 ml alınarak damıtık su ile 500 ml'ye seyreltilir.
- Tampon substrat çözeltisi: Sodyum fenil fosfat kristalinden 0,5 gram tartılır ve damıtık suda çözünür. Üzerine 25 ml tampon çözeltisi eklenir ve damıtık su ile 500 ml'ye seyreltilir.
- CQC çözeltisi (2,6=*diklorkinonklorimit*=2,6 *Diklor-p-benzequinon-4-kloromine*): 10 ml metil veya etil alkolde 30 mg CQC kristalleri çözülür. Buzdolabı içerisinde ağzı cam kapakla sıkıca kapanan bir kapta muhafaza edilir.
Not: *Çözeltinin rengi kahverengiye dönmeye başladığı anda veya bir haftadan sonra kullanılmamalıdır.*
- Katalizör: 200 mg bakır sülfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 100 ml damıtık su içerisinde çözünür.

- %7,5'lik n-butil alkol: 7,5 ml nötrale edilmiş n-butil alkol damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanır.
n-butil alkolün nötrale edilmesi: Alkolün içindeki serbest asitleri nötrale etmek amacıyla; az bir bölümü bromtimol mavisi kontrol edildiğinde yeşil veya mavi renk verecek miktarda 0,1N NaOH ilave edilir.
- Stok fenol çözeltisi: 1 gram susuz fenol 0,001 duyarlı terazide tartılır ve 1 litrelik ölçülü balona konulur. Balon çizgisine kadar 0,1N HCl çözeltisi ile tamamlanır ve karıştırılır. Bu çözeltinin 1 ml'si 1 mg fenol içerir.
- Seyreltik fenol çözeltisi: Stok fenol çözeltisinden 10 ml alınır ve damıtık su ile litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 1 ml'si 10 mikrogram fenol içerir. Çözelti kullanılacağı zaman hazırlanmalıdır.

- Fenol standart çözeltisi: Bir seri deney tüplerinden her birine aşağıda belirtilen miktarlarda seyreltik fenol çözeltisi ve su konulur. Tüplere 0,5 ml tampon çözeltisi eklenerek karıştırılır. Üzerine 2 damla katalizör ile 6 damla CQC çözeltisi ilave edilir. Hemen karıştırılır ve 40°C'lik su banyosunda 5 dakika süre ile bekletilir.

Fenol Konsantrasyonu (µg/5 ml)	Seyreltik Fenol Çözeltisi (ml)	Su (ml)
0,0	-	5,0
1,0	0,50	4,5
2,0	1,0	4,0
5,0	2,5	2,5
10,0	5,0	0,0
15,0	1,5	3,5
20,0	2,0	3,0
25,0	2,5	2,5

- Butil alkolle ekstrakte edilmiş standartlar: Hazırlanan fenol standartlarının her birine 3 ml butil alkol eklenir ve ekstraksiyon tamamlandıktan sonra butil alkol ekstraktı geri alınır. Sonra alınan hacim kadar butil alkol katılır.

Önemli not: Ekstrakte edilmiş fakat seyreltilmemiş dondurma numuneleri, ekstrakte edilmiş ve seyreltilmiş standartlarla karşılaştırılmalıdır.

Çözeltilerin Kontrolü

Yapılan işlemlerin doğru olup olmadığını hata kaynaklarını ve hazırlanan çözeltilerin fonksiyonlarını yerine getirip getirmediğini belirlemek amacıyla negatif ve pozitif kontroller yapılır.

Negatif Kontrol

- 5 ml dondurma örneği bir deney tüpüne alınır, 90°C'de 1 dakika süreyle ısıtılır ve aniden soğutulur. Örnekteki alkali fosfatazın tamamen inaktif hale dönüşmesi için ısıtma sırasında tüp içeriğinin karıştırılması gerekir.

- Bu şekilde hazırlanan örneğe fosfataz tayinindeki işlem basamakları uygulanır.
- Negatif kontrol sonucunda mavi rengin oluşmaması gerekir.
- Kontrol sonunda herhangi bir rengin oluşması çözeltideki kontaminasyondan ve/veya renk verici maddelerden kaynaklanan hatalardan ileri gelebilir.

Pozitif Kontrol

- 100 ml çiğ süt alınır ve 90°C'de 1 dakika süreyle ısıtılır ve aniden oda sıcaklığına soğutulur.
- Bu sütün içerisine 1 ml çiğ süt ilave edilir.
- Bu şekilde hazırlanan örneğe, fosfataz tayinindeki işlem basamakları uygulanır.
- Pozitif kontrol sonucunda mavi rengin oluşması yani sonucun pozitif olması gerekir.

İşlem

- Dondurma numunesinden bir pipetle 0,5 ml örnek alınır ve bir deney tüpü içerisine konur.
- Tüp içerisine 5,0 ml tampon substrat çözeltisi ilave edilir. Doğru sonuç alınabilmesi için pH 9,5-10 olmalıdır. Gerekirse pH tampon çözeltiyle ayarlanmalıdır.
- Tüpün ağzı tıpa ile kapatılır ve alt üst edilerek karıştırılır.
- Tüpler su banyosuna konulur ve su banyosu ısıtmaya başlanır.
- Sıcaklık 40±1°C'ye ulaştığında tüpler 15 dakika süreyle inkübe edilir.
- Bu süre sonunda tüpler su banyosundan alınır ve her tüpe 6 damla CQC çözeltisinden ilave edilir.
- Her tüp içerisine 2'şer damla katalizör ilave edilerek ağızları kapatılır ve karıştırılır.
- Tüpler tekrar su banyosuna konulur ve 5 dakika süreyle 40±1°C'de bekletilir.
- Tüpler su banyosundan alınır ve buzlu suda soğutulur. Üzerine 3 ml nötrale edilmiş soğuk n-butil alkol eklenir.

- Tüpün ağzı yeniden tıpa ile kapatılır ve tüp yavaş yavaş dört kez yarım daire çizilmek suretiyle döndürülerek indofenol mavisi ekstrakte edilir. Her döndürme 1 saniye sürmeli ve her döndürme arasından 1 saniye beklenilmelidir.
- Sonra tüpler düz bir yüzey üzerinde yatırırlı, butil alkolün ayrılmasını gözlemek amacıyla 2 dakika kadar beklenir.
- Tekrar yatırılıp bekleme işi yinelenir. Bu işlem butil alkol tam olarak emülsifiye durumuna geçinceye ve butil alkol gözlenemez bir duruma gelinceye kadar sürdürülür.
- Tüpler 6 dakika süreyle santrifüj edilir.
- Sehpalara dizilen tüplerde butil alkol fazında oluşan renkler, standart renk çizelgesiyle karşılaştırılır.

Sonucun Değerlendirilmesi

- Analiz için 0,5 ml dondurma numunesi alınmıştı. Normal olarak sonuç 1 ml numunedeki fenolü mg olarak göstereceğinden standart çözeltiler de 1:1 oranında seyreltildiğinden elde edilen değer 2 ile çarpılır.
- Sonuç: 1 ml dondurma numunesinin fenol değeri 10 mg veya daha fazla olduğu zaman pastörizasyonun yetersiz olduğu ya da pastörize edilmemiş ürünlerle bulaştığı anlaşılır.

Yanılıgılı Analiz Sonularının Kontrolü

- Dondurmada vanilya ve diğ er fenolik yapıda bileşiklerin bulunması durumunda yanılıtıcı pozitif değ erler elde edilebilir. Bu nedenle pozitif değ erler elde edildiğ inde deneyin tekrarlanması gerekir.
- Kontrol deneyinde aynı miktarda numuneler ve tampon ç  zeltiler alınır. Ancak tampon ç  zeltisi disodyum fenol fosfat i ermemelidir.
- Fenol fosfatın bulunmamasına rağ men oluřan herhangi mavi bir rengin nedeni fosfataz olamaz. Bu durumun bileřimindeki vanilya ve diğ er unsurlardan olduėu anlařılır.
- Normal deney sonucu elde edilen fenol değ eri, kontrol deneyinde elde edilen fenol değ erinden b y kse bu durumda yetersiz past r zasyon veya hammaddenin neden olduėu bir bulařmadan s z edilebilir.

Hacim Geniřlemesi (OVERRUN) Tayini

Y ntemin Amacı

Belirli hacimdeki paketlenmiř dondurmanın k tlesinin belirleyerek miksın dondurulması sonucu meydana gelen hacim geniřlemesi oranının tespiti amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı

S t esaslı dondurmada kullanılır.

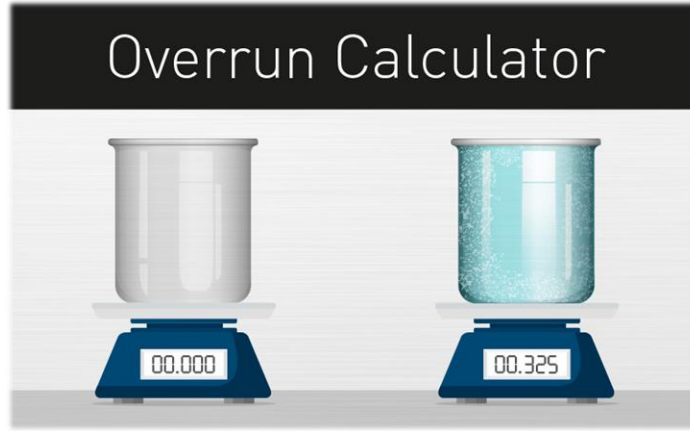
Y ntemin İlkesi

Belli hacimdeki dondurmanın k tlesi ile aynı hacimdeki fakat eritilmiř dondurma karıřımının k tlesi tespit edilerek, eritilmiř dondurma karıřımı k tlesindeki dondurma k tlesinin oranının y zde olarak ifade edilmesi esasına dayanır.

 rneğın Hazırlanması

Derin dondurucuda muhafaza edilen, yaklaşık 500 ml kadar iyice sertleşmiř dondurma numunesi, denemenin başlayacağı ana kadar derin dondurucuda bekletilir. Eėer numune uzak mesafeden getirilecek ise; derin dondurucudan alınan numune, katı CO₂ i eren yalıtılmıř bir kaba konarak laboratuara getirilir.

Overrun, miksin dondurulması sırasında içerisine belirli bir miktarda hava verilmesinden kaynaklanan hacim artışıdır. Dondurmanın yapı ve lezzetini önemli ölçüde etkileyen bu durum çok hava verilmesi durumunda dondurmanın karlı köpüğümsü lezzetsiz sert yada ıslağımsı bir yapı almasına neden olur.



1. Yöntem

Kullanılan cihaz ve malzemeler

- Analitik terazi: 0,1 mg hassasiyette
- Ölçü silindir: 250 ml 0,1 taksimatlı
- Su banyosu: 50-80°C arasında ayarlanabilen
- Beher: 500 ml
- Cam baget: 25 cm uzunluğunda, 0,5 kalınlığında

İşlem

- Darası belirlenmiş ölçülü silindir içerisine belli hacme kadar dondurma, boşluk kalmayacak şekilde doldurulur ve analitik terazide tartılır.
- Aynı dondurma numunesi bir beher içerisine konularak su banyosunda eritilir.
- Eriyen karışım temizlenmiş ölçülü silindire aynı hacme kadar aktarılır ve tartılır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Yüzde olarak hacim genişlemesi (%H) aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanır;

$$\%H = \frac{KA-DA}{DA} \times 100$$

Burada;

DA = Dondurma kütleini «gram» olarak, (ölçülü silindiri kütle + dondurma kütle) – (Ölçülü silindir kütle)

KA = Eritilmiş dondurma karışımının kütleini «gram» olarak (ölçülü silindiri kütle + eritilmiş karışımın kütle) – (Ölçülü silindir kütle) simgelemektedir.

Hacim genişlemesinin en çok %100 olması gerekir.

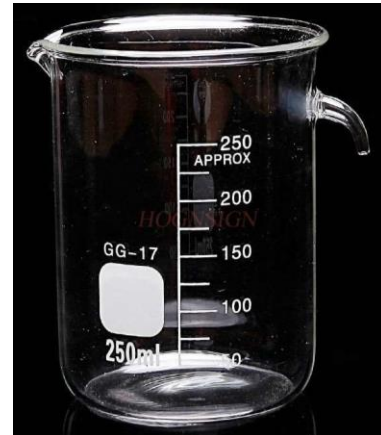
2. Yöntem

Kullanılan cihaz ve malzemeler

- Terazî: 1 kg kapasiteli 1 gram duyarlıkta
- Taşma kabı: Yaklaşık 4 litre hacimli metalden yapılmış üstü açık ve taşma borusuna sahip özel bir kap
- Beher: 500-1000 ml'lik, ölçülü.



Taşma kabı



İşlem

- Taşma kabı ve 4 litre damıtık su, 1-4°C'lik buz dolabında soğutulur.
- Soğutulan taşma kabı akış fazlası lavaboya akacak şekilde düz bir zemine konur ve taşma borusundan taşıncaya kadar soğuk su ile doldurulur.
- Taşma durduktan sonra taşma borusunun altına darası alınmış boş beher yerleştirilir.
- Derin dondurucuda bekletilen dondurma örneği alınarak, seri olarak karton ambalajından çıkarılır ve 1-2 gram duyarlıkta tartılır.
- Sertleştirilmiş dondurma taşma kabı içerisindeki su içerisine dikkatlice konur ve ince bir tel yada bir spatül yardımıyla itilerek tüm kitlenin su içerisine girmesi sağlanır.
- İşleme, taşma borusundan akan su kesilinceye kadar devam edilir ve sonra beher su ile birlikte 1-2 gram duyarlılıkta tartılır.
- Son tartımdan beherin darası çıkarılarak taşan suyun kütlesi gram olarak ve dolayısıyla «ml» olarak hacmi belirlenmiş olur.

Sonucun Değerlendirilmesi

Hacim artış indeksi (HAI) aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanır.

$$HAI = \frac{\text{Taşan suyun hacmi (ml)}}{\text{Dondurma (örnek) kütlesi (g)}}$$

KREMA ANALİZLERİ



Sütün ısıtılması veya santrifüj edilmesi veya bir süre kendi haline bırakılmasıyla elde edilen ve bileşiminde en az %18 süt yağı bulunduran ısıl işlem görmüş veya görmemiş koyu kıvamlı süt ürününe krema denir.

Süt yağı oranı %18-25 arasında olan kremalara «az yağlı»; %26-40 arasında oranlara «orta yağlı» ve % 41'den daha çok olanlara «çok yağlı» krema denir.

Kremalar asitlik derecelerine göre de iki gruba ayrılır. Asitlik derecesi laktik asit cinsinden %0,225'den az olanlara «tatlı krema» ve %0,225-0,670 arasında olanlara «ekşi krema» denir.



Ülkemizde krema; %50-65 yağlı olarak tereyağı hammaddesi olarak işlem görmektedir ve ayrıca aseptik ambalajlarda, %35-38 yağlı «UHT Krema» olarak üretilmektedir. Süt esaslı olarak pasta kreması, kahve kreması, pastörize krema gibi ürünler üretilmektedir.



Numune Alma

UHT kremadan alınması gereken örnek miktarı en az 200 gram olacak şekilde numune alma planına uygun olmalıdır. Güğüm, teneke, bidon gibi büyük kaplarda bulunan kremadan ve tereyağı hammaddesi olarak kullanılacak kremadan numune almada kullanılacak ekipman ve kaplar; kremanın rengini, tadını, kokusunu ve bileşimi etkilemeyen materyalden yapılmış olmalıdır. Numune kaplarının; tercihen cam yada paslanmaz çelik veya özel plastik gibi yağ veya su geçirmeyen malzemeden yapılmış olması gerekir. Numune alma gereçlerinin ve numune kaplarının temiz ve kuru olmasına dikkat edilmelidir.

Numune Alma Gereçleri

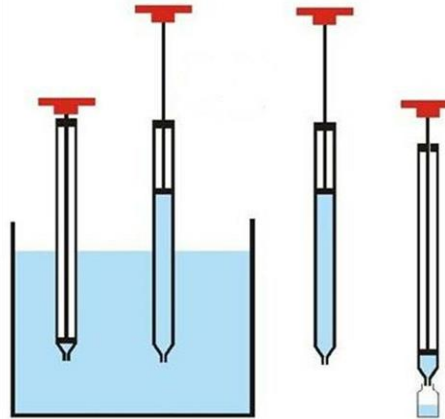
Kremanın içinde bulunduğu kabın şekline ve büyüklüğüne uygun olarak paslanmaz çelikten yapılmış krema sonda boruları, boru içerisine boşaltmaya elverişli piston çubukları veya numune kepçeleri olarak sıralanabilir.

Alınan numunenin kitlenin tümünü temsil edebilmesi için kremanın önce homojen hale getirilmesi gerekir. Bu amaçla büyük hacimli kremalar için mekanik karıştırıcılar, küçük hacimli kremalar için tabanı daire şeklinde ve delikli karıştırma çubukları kullanılır. İyi bir karıştırmanın olması için karıştırıcıların yüzeyi ve şekilleri iyi seçilmelidir.

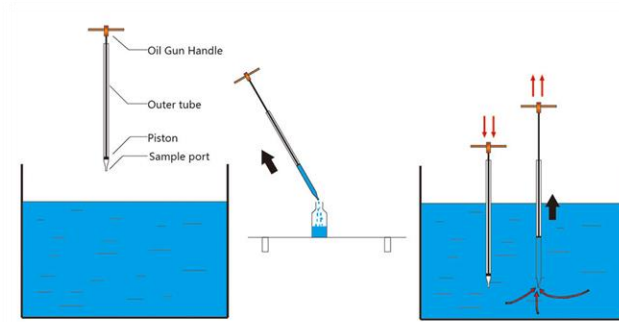
Rahat hareket edilebilmesi için hafif olmaları da önemlidir. Homojen hale getirilen kremadan numune alma araç ve gereçleri yardımıyla yeterli miktarda örnek alınır.



Krema akıcı kıvamda ise; büyük kaplardaki krema köpürme, kabarma ve tereyağı oluşmayacak şekilde karıştırma diski ile iyice karıştırılır ve sonra kepçe ile en az 200 gram numune alınır. Küçük kaplardaki akıcı krema kaptan kaba en az 5 kez boşaltılarak iyice karışması sağlandıktan sonra kepçe ile en az 200 gram numune alınır.



Krema koyu kıvamda ve soğuk hava deposunda ise; kremadan numune almadan önce kabın dip kısmındaki tabakada bulunan krema ile üst kısımdaki tabakada bulunan kremanın iyice karıştırılarak homojen hale getirilmesi büyük önem taşır. Eğer krema kitlesi çok katı ve homojen hale getirilecek durumda değilse; kremanın değişik yerlerinden krema sondası ile alınan örnekler karıştırılarak homojen hale getirilir ve sonra numune alınır. Numune miktarı 200 gramdan az olmamalıdır.



Not: Homojen hale getirilmek amacıyla karıştırılırken ve numune alınırken kremanın köpürmemesine, çalkalanmamasına, krema içine hava girmemesine ve kremanın dövülmemesine dikkat edilmelidir. Bu amaçla karıştırma çubuğu diskinin karıştırma sırasında krema yüzeyinin üzerine çıkmaması gerekir. Alınan numuneler 24 saat içerisinde analize alınmalıdır. Numunelerin taşınması ve muhafazası sırasında sıcaklığın 4°C olmasına karanlık yerde muhafaza edilmesine numune kabının ağzının kapalı olmasına dikkat edilmelidir.



Duyusal Testler

Kremanın kendine özgü hoş a giden tadı ve kokusu vardır. Rengi açık kremimsi renkte, akıcı ve homojen görünümde dir. Yabancı tat veya koku, homojen olmayan renk ve görünüş bir kusur olarak kabul edilir. Kremada görülen belli başlı görünüş kusurları topaklanma, pıhtılaşma veya tereyağlaşma; belli başlı lezzet kusurları ise pişmiş, fermente, mayamsı, acı, yanık, yemimsi çürük, metalik, ekşi, ransit ve maltımsı tat ve kokudur.

Süt yağı çevredeki kokuları absorbe etme özelliğine sahip oldu ğu için, özellikle süt ve kremanın depolandığı yerlerde kremanın kokusunu etkileyecek kötü veya yabancı kokulu maddeler bulunmamalıdır.

Duyusal test için bir miktar krema yaklaşık 30°C'ye ısıtılır ve sonra görünüş ve koku kontrolü yapılır. Tat kontrolü yapılmadan önce krema oda sıcaklığına (20°C'ye) soğutulur.

Kremada kirlilik testi de yapılarak du yusal değ erlendirme ile desteklenebilir.

Yabancı Madde (Sediment) Tayini

Tanım:

100 gram kremada bulunan yabancı katı maddelerin kurutulmuş haldeki miktarının mg olarak belirlenmesidir.

Uygulama Alanı:

Ekşi ve tatlı kremlarda uygulanabilir.

Analiz Örneğinin Hazırlanması:

Tatlı Krema; 100 gram kremaya 80°C'ye ısıtılmış 300 ml damıtık su eklenerek iyice karıştırılır ve homojen bir karışım elde edilir.

Ekşi Krema; 100 gram kremaya 80°C'ye ısıtılmış sodyum bikarbonat çözeltisi eklenerek iyice karıştırılır ve homojen bir karışım elde edilir.

Not: Sodyum bikarbonat çözeltisi: 20-30 gram sodyum bikarbonat 1000 ml damıtık suda çözündürüldükten sonra pamuktan süzülerek hazırlanır.

Gravimetrik Yöntem

- Standart pamuk diskler 1 saat süreyle 102±2°C'lik etüvde kurutulur, desikatörde soğutulmuş standart pamuk disk, 0,001 gram duyarlılıkta tartılarak süzme (sediment) düzenine yerleştirilir.
- Yaklaşık 25°C sıcaklıkta iyice karıştırılmış 200 ml süt pamuk diskten süzülür.
- Pamuk disk çıkartılır ve 100°C'deki etüvde değişmez ağırlığa gelinceye kadar kurutulur.
- Desikatörde soğutulur ve 0,001 gram duyarlılıkta tartılır.

Sonucun Hesaplanması

Kirlilik derecesi aşağıdaki denklikten yararlanılarak 100 ml sütte miligram (mg) olarak hesaplanır.

$$K = \frac{m_2 - m_1}{2} \times 1000$$

K = Kirlilik derecesi, yabancı katımadde miktarını, mg olarak

m_1 = Deneyden önce pamuk diskin ağırlığını, gram olarak

m_2 = Deneyden sonra kurutulmuş pamuk diskin ağırlığını, g olarak simgelemektedir.

Asitlik Tayini

Numunenin Kimyasal Analiz İçin Hazırlanması

Numune sıcak su banyosunda 35-40°C sıcaklığına dikkatlice ısıtılır.

Krema, köpüklenmeye veya yayıklanmaya neden olmayacak şekilde iyice karıştırılır. Sonra 20-25°C'ye hemen soğutulur. Karıştırma sırasında suyun buharlaşmasını en aza indirmek için kabın olabildiğince kısa süre kapağı açık kalmasına özen gösterilir.

Not: Numune yeterince karıştırılmadığı takdirde veya yayıklanma veya normal olmayan diğer bir belirti olursa yanlış sonuç alınabilir.

Araç ve Gereçler

- Erlen: 100 veya 250 ml'lik
- Pipet: 1 ve 25 ml'lik
- Büret: 0-25 veya 0-50 ml'lik

Ayırarç ve Çözeltiler

Sodyum Hidroksit Çözeltisi: N/10'luk

Fenolftalein Çözeltisi: %1'lik

Damıtık Su: 40-50°C sıcaklığında

İşlem

- Analiz için hazırlanan krema örneğinden 25 ml erlen içine alınır.
- Pipette kalan krema kalıntılarını temizlemek amacıyla 40-50°C'lik damıtık sudan da 25 ml alınıp erlene ilave edilir.
- %1'lik fenolftalein çözeltisinden 1 ml ilave edildikten sonra N/10'luk NaOH ile 30 saniye içinde kaybolmayan hafif pembe renge kadar titre edilir. Titrasyonda sarf edilen miktar ml olarak kaydedilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Kremanın asitlik derecesi °SH ve % süt asidi olarak aşağıdaki eşitliklerden yararlanılarak hesap edilir:

$$^{\circ}SH = \frac{(4 \times a)}{2,5}$$

$$\% \text{ Süt asidi} = \frac{a \times 0,009}{V} \times 100$$

Burada;

a = 0,1 N NaOH'dan harcanan miktarı «ml» olarak

V = Analiz edilen krema miktarı «ml» olarak

4 = 25 ml örnek miktarını 100 ml'ye tamamlamak için kullanılan faktörü

2,5 = 100 ml örnek için 0,1 N NaOH'ten harcanan miktarın 0,25 N NaOH'e karşılık gelen miktarı belirlemek için kullanılan faktörü simgelemektedir.

Toplam Kurumadde Tayini

Amaç

Kremanın kütlice kurumadmesini tespit amacıyla yapılır.

Yöntemin İlkesi

Kaynar su banyosunda ön kurutmaya tabi tutulan örneğin 102±2°C sıcaklıktaki etüvde kalan suyun uçurulması ve geride kalan katı maddenin tespitine dayanır.

Araç ve Gereçler

- Kaynar su banyosu
- Kurutma kapları: Nikel, aliminyum veya paslanmaz çelikten kapları ile birlikte
- Cam baget
- Etüv
- Desikatör
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlı

Numunenin Hazırlanması

Numune sıcak su banyosunda 35-40°C sıcaklığına dikkatlice ısıtılır. Krema, köpüklenmeye veya yayıklanmaya neden olmayacak şekilde iyice karıştırılır. Sonra 20-25°C'ye hemen soğutulur. Karıştırma sırasında suyun buharlaşmasını en aza indirmek için kabın olabildiğince kısa süre kapağı açık kalmasına özen gösterilir.

Not: Numune yeterince karıştırılmadığı takdirde veya yayıklanma veya normal olmayan diğer bir belirti olursa yanlış sonuç alınabilir.

İşlem

- Kurutma kapları, kapakları yanlarında olmak üzere 102±2°C'deki etüvde sabit ağırlığa kadar kurutulur. Kapakları kapatıldıktan sonra desikatöre alınır ve oda soğuması için en az 30 dakika beklenir. Sonra 0,1 mg duyarlılıkta daraları alınır.
- Analiz için hazırlanan krema örneğinden 5 gram kadar alınarak kurutma kaplarına konur ve 0,1 mg duyarlılıkta tartılır. Kremanın kurutma kabının tabanına iyice yayılması sağlanır.
- Kurutma kapları, kapakları açık durumda kaynayan su banyosunda tabanı buharla direkt temasa gelecek şekilde 30 dakika beklenir.
- Su banyosundan alınan kaplar, kapakları yanlarında olmak üzere 102±2°C'deki etüvde 2 saat süreyle kurutulur. Kapakları kapatıldıktan sonra desikatöre alınır.
- Oda sıcaklığına kadar soğutulmak üzere en az 30 dakika desikatörde tutulur ve 0,1 mg duyarlılıkta tartılır.
- Kurutma kapları tekrar etüve konur, kapakları yanlarında olmak üzere 1 saat daha bekletilir.
- Kapakları kapatılan kaplar, desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulur ve 0,1 mg duyarlılıkta yeniden tartılır.
- İki tartım arasındaki fark 1 mg'dan az oluncaya kadar işlem tekrarlanır ve hesaplamalarda en düşük değer dikkate alınır.

Sonucun Hesaplanması

Toplam kurumadde miktarı % olarak aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır:

$$\text{Toplam Kurumadde (\%)} = \frac{(M_2 - M_0)}{(M_1 - M_0)} \times 100$$

Burada;

M_0 = Kurutma kabı + kapak darası «gram» olarak

M_1 = Kurutma kabı + kapak + örnek miktarı «gram» olarak

M_2 = Kurutma kabı + kapak + kurutma işleminden sonra kapta kalan örnek miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Elde edilen sonuç, %0,01 (m/m) duyarlıkta yuvarlanır.

Yağ Tayini

Amaç

Krema tereyağı hammaddesi olarak işlem görürken içerdiği süt yağı oranına göre fiyatlandırılır. Ayrıca tereyağına işlenirken, mutlaka süt yağı oranının ayarlanması gerekir. Bu tayin krema içerisinde bulunan süt yağının % olarak oranını verir.

Uygulama Alanı

%70'e kadar süt yağı içeren kremalarda kullanılır.

Örneğin Hazırlanması

Analize başlanmadan önce örneğin homojen ve akıcı duruma getirilmesi gerekir. Bu amaçla; krema örneği çok koyu ise bir su banyosu yardımıyla 30-35°C'ye, eğer örnek içerisinde tereyağı granülleri görülürse 39°C'ye getirildikten sonra çok koyu değilse oda sıcaklığında kuru ve temiz bir cam çubuk ile karıştırılır veya kavanoz çalkalanır veya başka bir kavanoza birkaç kez boşaltılır. Karıştırma sırasında suyun buharlaşmasını en az indirmek için kabın kapağının olabildiğince kısa süre açık kalmasına özen gösterilir. Sonra 20-25°C'ye hemen soğutulur.

Not: Numune yeterince karıştırılmadığı takdirde veya yayıklaşma veya normal olmayan diğer bir belirti olursa yanlış sonuç alınabilir.

Gerber Yöntemiyle Yağ Tayini

Araç ve Gereçler

- Su banyosu: 65°C'lik
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta, 2 kefli bütirometreler için
- Krema bütirometresi, tıkaçları ve behercikleri: %0-40'lık, %0-20-50'lik, %0-20-70'lik, ve %0-70'lik
- Pipet veya enjektör: 1 ve 5 ml'lik



Beherciksiz krema bütirometresi

Ayraç ve Çözeltiler

- Damıtık su: 40-50°C sıcaklığında
- Sülfürik asit: 1,82 g/ml yoğunluğunda (15°C'de)
- Amilalkol: 0,812-0,818 g/ml yoğunluğunda (15°C'de)



İşlem

A) Behercikli Bütirometre İle Yağ Tayini

- Bütirometrenin içindeki behercik tıkacı ile birlikte çıkarılır ve darası alınır
- Bütirometrenin beherciğine daha önce hazırlanan homojen krema örneğinden 5 gram tam olarak tartılır. Her numune için iki bütirometre ile paralel çalışılır.
- Behercik tıkacı ile birlikte bütirometreye yerleştirildikten sonra beherciğin üst seviyesine kadar yoğunluğu 1,82 g/ml olan H_2SO_4 ilave edilir.
- Krema tamamen çözününceye kadar bütirometre 65°C'lik su banyosunda bekletilir ve ara sıra çalkalanır.
- Krema tamamen çözündükten sonra bütirometreye yoğunluğu 0,812-0,818 g/ml olan amil alkolden 1 ml ve üst skalasına kadar yukarıda belirtilen sülfürik asitten ilave edilir ve bütirometrenin tıkacı sıkıca kapatılır.
- Bütirometreler dakikadaki devri 1000-1200 olan santrifüje dengeli olarak yerleştirilir ve 10 dakika süreyle santrifüj edilir.
- Bütirometreler santrifüjden çıkartılır, bölüntüler yukarı gelecek şekilde 65°C'lik su banyosuna dik olarak yerleştirilir ve 3-5 dakika bekletilir.
- Bütirometrenin alt tıkacı ile oynamak suretiyle erimiş yağ sütununun en alt noktası bütirometrenin «0» çizgisine getirilir ve yağ oranı skaladan okunur.

B) Beherciksiz Bütirometre İle Yağ Tayini

Eğer behercikli bütirometre mevcut değilse işlem, bir pipet yardımıyla aşağıda belirtilen şekilde yapılır.

- Yoğunluğu 1,82 g/ml olan H_2SO_4 'den 10 ml krema bütirometresine konur.
- Asitin üzerine analiz edilecek krema örneğinden 5 ml dikkatlice ilave edilir.
- Pipette kalan kremayı almak amacıyla 40-50°C'lik damıtık sudan da 5 ml alınır ve bütirometreye ilave edilir.
- Yoğunluğu 0,812-0,818 g/ml olan amil alkolden 1 ml bütirometreye ilave edilir ve bütirometrenin tıkaçı sıkıca kapatılır.
- Krema tamamen çözününceye kadar bütirometre alt üst edilir.
- Tamamen çözündükten sonra da dakikadaki devri 1000-1200 olan santrifüje dengeli olarak yerleştirilir ve 10 dakika süreyle santrifüj edilir.
- Bütirometre santrifüjen çıkartılır, 65°C'lik su banyosuna dik olarak yerleştirilir ve 3-5 dakika bekletildikten sonra yağ oranı skaladan okunur.

Paralel bütirometrelerde okunan değerlerin ortalaması kremanın yağ oranını % olarak gösterir

Referans Yöntemle Yağ Tayini (Röse-Gottlieb Yöntemi)

Tanım

Gravimetrik yöntemle kremada belirlenen yağ miktarıdır.

Uygulama Alanı

Çiğ kremada olgunlaştırılmış kremada ve UHT kremada kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Kremanın amonyak ve etil alkol ile çözeltisi hazırlanır. Bu çözeltiden dietil eter ve petrol eteri aracılığı ile yağın ekstraksiyonu sağlanır. Ekstraksiyon içerisindeki çözücüler uzaklaştırıldıktan sonra geride kalan kısım tartılarak yağ miktarı belirlenir.

Araç ve Gereçler

- Genel laboratuvar araç ve gereçleri
 - Analitik terazi: en az 0,1 mg duyarlılıkta
 - Santrifüj: Erlen veya tüplerin en dıştaki noktasında 80-90 °'lik yerçekimi ivmesi oluşturmak için 500-600 devir/dakika dönüş hızında olmalıdır (santrifüj kullanımı isteğe bağlıdır. Santrifüj kullanılmadan da deney yapılabilir)
 - Balonlar: İnce cidarlı, düz tabanlı 150 ve 250 ml'lik.
 - Etüv: 102±2°C sıcaklıkta sabit kalabilen ve havalandırma kanalları tamamen açık olan (Etüvde uygun bir termometre bulunmalıdır) veya vakumlu kurutma dolabı; sıcaklığı 70-75°C, basıncı 50 mm Hg (66 mbar)'dan düşük tutulabilen
 - Ekstraksiyon aygıtı: Tıraşlı cam kapakları, iyi kalitede mantar tıkaçları yada kullanılan çözücünden etkilenmeyen maddelerden yapılmış kapakları ile birlikte.
- Not:** Mantar tıkaçlar kullanılmadan önce petrol eteri ve dietil eterle ekstrakte edilir. Sonra tıkaçlar 20 dakika süreyle 60°C'deki veya daha sıcak su içinde bırakılır. Kullanılacakları zaman oymuş halde olmaları için soğuk su içerisinde bekletilir.
- Yıkama Şişesi: Karışık çözenlerle kullanıma uygun olmalıdır. Plastik yıkama şişesi kullanılmamalıdır.
 - Kaynama Taşı: Yağ içermeyen, pürüzsüz porselen veya silisyum karbürden veya cam boncuklardan (metal kaplar kullanıldığında tercihe bağlı)

Ayraç ve Çözeltiler

- Etanol: Hacimce %94-97'lik (v/v)
- Not:** Metanol, etilmetil keton, benzen veya petrol eteri ile denatüre edilmiş etanol kullanılabilir.
- Dietil eter: Peroksit içermeyen
- Not 1:** Peroksit kontrolü: Ağzı cam kapaklı küçük ölçülü bir balon eter ile çalkalandıktan sonra 10 ml eter konur. Taze hazırlanmış %10'luk potasyum iyodür çözeltisinden 1 ml eklenir, çalkalanır ve 1 dakika beklenir. Her iki tabakada da sarı rengin görülmemesi, eterin peroksit içermediğini gösterir.
- Not 2:** Peroksitlerden arındırma: Dietil eter daha önce hafif asidik bakır sülfat çözeltisi içinde bir dakika tutulur ve su ile yıkanmış ıslak çinko tabaka kullanılarak peroksitlerden arındırılır. Bu durumda da muhafaza edilir. Eterin her litresi için 80 cm² çinko tabaka kullanılmalıdır. Tabaka, eter kabının en az yarısına kadar erişebilecek şeritler halinde kesilir.
- Petrol eteri: 30-60oC arasında herhangi bir kaynama aralığına sahip
 - Amonyak Çözeltisi: Yaklaşık olarak ağırlıkça %25'lik (d₂₀=yaklaşık 0,91 g/ml) veya konsantrasyonu bilinen daha kuvvetli bir çözelti.
 - Çözücü Karışım: Kullanılmadan hemen önce; eşit hacimde dietil eter ve petrol eteri karıştırılarak hazırlanır.
 - Sodyum Klorür Çözeltisi: 5 gram NaCl, 1000 ml damıtık suda çözündürülerek hazırlanır.
- Not:**
- Kullanılan çözeltilerin hepsi analitik saflıkta olmalıdır.
 - Tanık deneyde izin verilenden fazla artık madde bırakmamalıdır.
 - Deneylerde damıtık su kullanılmalıdır.

Numunenin Analiz için Hazırlanması

- Analiz alınacak krema Sonra 20°C sıcaklığa getirilir.
- Köpüklenmeye veya yayık etkisi doğuracak kadar şiddetli olamayan bir biçimde iyice karıştırılır.
- Eğer krema çok kıvamlı ise karıştırmayı sağlamak için 30-40°C'ye kadar ısıtılır ve sonra hızla oda sıcaklığına soğutulur.
- Karıştırma sırasında suyun buharlaşmasına engel olmak amacıyla kabın ağzı mümkün olduğunca kısa bir süre açık tutulur.
- Krema iyice karıştırılıp homojen hale getirilmediği veya numunede yayıklanma belirtileri görüldüğü veya benzeri istenmeyen bir durum görüldüğü takdirde analiz sonuçları güvenilir olmaz.

Tanık Deney

Numunede yağ tayini yapılırken aynı anda 10 ml damıtık su kullanılarak aynı araç-gereç ve çözeltiler kullanılmak üzere işlem bölümündeki işlemler aynı anda yapılır. Tanık deneyin sonucu 0,0005 gramdan fazla çıktığı zaman ayırıcılar kontrol edilmelidir. Saf olmayan ayıraç ve çözeltiler yeniden hazırlanır.

Tartım Balonunun Hazırlanması

125 veya 250 ml kapasiteli ve düz tabanlı kaynama balonu, (çözücünün uçurulması sırasında muntazam kaynamayı sağlamak amacıyla kaynama taşı ilave edildikten sonra) etüvde 30-60 dakika süreyle kurutulur. Tartım odası sıcaklığına soğutulur ve sonra 0,0001 gram duyarlılıkta darası belirlenir.

Not: Desikatörde soğutma yapılmamalıdır, ancak desikatör dışında soğutulurken tozdan korunmalıdır.



Kaynama taşı

İşlem

Örneğin Parçalanması İşlemi

1. Daha önce hazırlanan krema örneği bir kez daha karıştırıldıktan sonra ekstraksiyon aygıtı içerisine bir miktar krema 0,0001 gram duyarlılıkla tartılır. Tartılan miktar sonunda 0,3-0,6 gram ekstrakte edilmiş yağ verecek miktarda olmalıdır. Bu miktar kremanın yağ miktarına bağlı olarak değişir.
2. Ekstraksiyon aygıtına 8 ml sodyum klorür eklenir ve dikkatlice karıştırılır. Üzerine 1,5 ml amonyak çözeltisi ilave edilir ve iyice karıştırılır. 10 ml etil alkol eklenir ve sıvılar ağzı açık aygıt içinde yavaş yavaş fakat iyice karıştırılır.

Ekstraksiyon İşlemi

3. 25 ml dietil eter eklenir, aygıtın ağzı nemli bir tıkaçla kapatılır ve alt üst edilerek 1 dakikayı geçmeyecek şekilde (yoksa kalıcı emülsiyon oluşur) kuvvetle çalkalanır. Gerekirse balon çeşme suyu altında soğutulur. Sonra tıkaç dikkatlice çıkarılır, 25 ml petrol eteriyle tıkaç ve aygıtın boğaz kısmı yıkanır. Yıkama sırasında petrol eterin dışarı akmasına dikkat edilir.

Aygıtın ağzı tekrar aynı tıkaçla kapatılır, çalkalanır ve 30 saniye süreyle alt üst edilerek karıştırılır. Eğer santrifüj kullanılmayacak ise çok şiddetli çalkalanmaktan kaçınılır. Aygıt üst sıvı tabakası berraklaşınca ve alttaki sulu tabakadan tamamen ayrılınca kadar beklenir.

Ayırma işlemi 500-600 dv/dakikalık bir santrifüjde 1-5 dakika süreyle tutularak da yağın çözündüğü kısmın berrak olarak ayrılması sağlanabilir.

4. Tıkaç dikkatlice çıkarılır, tıkaçın çevresi ve balonun boyun kısmı birkaç ml çözgen karışımı ile dışarıya taşırmadan yıkanır. Üst kısımdaki fazın mümkün olduğunca çok kısmı dökülerek veya sifon yapılarak balonun içine boşaltılır. Eğer boşaltma dökerek yapılıyorsa boşaltmayı kolaylaştırmak amacıyla iki tabakayı ayırmak için balonun kenarından dikkatlice bir miktar su eklenerek seviye yükseltilir ve çözgeninin uzaklaştırılması kolaylaştırılır. Aygıtın boğazının içi ve dışı eğer sifon kullanıldı ise sifonun ucu ve dış kısmı birkaç ml çözücü karışım ile yıkanır. Aygıtın dışını yıkayan çözücünün balonun içine aygıtın içini veya sifonu yıkayan çözücünün ekstraksiyon aygıtının içine akması sağlanır.

Not: Sifon tüpleri kullanıldığı takdirde üst kısımdaki sıvı çalkalanmaya gerek kalmadan boşaltılır. Yıkama ve boşaltma işlemi tekrarlanabilir.

5. Madde 3 ve Madde 4'te belirtilen işlem yıkamalar dahil tekrarlanmak suretiyle ikinci bir ekstraksiyon işlemi yapılır. Ancak bu defa 15 ml dietil eter ve 15 ml petrol eteri kullanılır.
6. Madde 5'de verilen ikinci ekstraksiyon işlemi tekrar edilerek üçüncü ekstraksiyon işlemi yapılır. Ancak bu defa son yıkamalar yapılmaz.

Ayrırma işlemi (dekantasyon)

7. Eti alkol dahil olmak üzere çözücüler mümkün olduğu kadar uçurulur veya damıtılır. Eğer balonun hacmi küçük ise her ekstraksiyonun sonunda çözücülerin bir kısmı bu şekilde uçurulur. Herhangi bir çözücü kokusu alınmadığı zaman balon yan yatırılarak etüvde 1 saat süreyle bekletilir. Balonun tartım odası sıcaklığına gelmesi beklenir ve 0,0001 gram duyarlıkta tartılır. Etüvde ısıtma (30 ve 60 dakika), soğutma ve tartma işlemleri ağırlıktaki azalma sona erinceye kadar devam edilir.

Kontrol

8. Ekstrakte edilen kısmın tamamını çözebilir olup olmadığını kontrol amacıyla 15-25 ml petrol eteri ilave edilir. Hafifçe ısıtılır ve yağın tamamı çözününceye kadar döndürülerek karıştırılır. Eğer ekstrakte edilen madde petrol eteri içinde tamamen çözünüyorsa ekstraktı içeren balonun ağırlığından balonun ağırlığı çıkarılarak tartılan kremadaki yağın ağırlığı belirlenir. Eğer ekstrakte edilen madde petrol eteri içinde tamamen çözünmüyorsa veya şüpheli bir durum oluşursa balondaki yağlılık petrol eteri ile birkaç kere yıkanarak ekstrakte edilir. Her boşaltma işleminden önce çözünmeyen maddelerin çökmesi için beklenir. Balonun boyun kısmının dışı üç defa yıkanır. Balon yan yatırılarak etüvde 1 saat süreyle ısıtılır. Balonun tartım odası sıcaklığına gelmesi beklenir ve 0,0001 gram duyarlılıkla tartılır. Yağın ağırlığı toplam ekstraktı içeren balonun ağırlığından balonun son tartımdaki ağırlığının çıkartılması ile belirlenir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Hazırlanmış numuneden iki paralel yapılarak hesaplamada bu sonuçların ortalaması kullanılır.

Yüzde ağırlık olarak yağ miktarı (%Y) aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır.

$$\%Yağ = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

Burada;

m_0 Örneğin gram cinsinden ağırlığını

m_1 Deney numunesinin bulunduğu balonun ve ekstrakte edilen maddenin ısıtıldıktan sonraki toplam ağırlığını gram olarak

m_2 Deney numunesinin bulunduğu balonun ilk ısıtmadan sonraki ağırlığını veya çözünmeyen madde varsa son tartım ağırlığı gram olarak

m_3 Tanık denemede kullanılan balonun sabit ağırlığa kadar ısıtıldıktan sonraki ağırlığı gram olarak

m_4 Tanık denemede kullanılan balonun ilk ısıtmadan sonraki veya eğer çözünmeyen madde varsa son ısıtmadan sonraki ağırlığı gram olarak simgelemektedir.

Sonuçlar %0,01 (m/m) duyarlıkta kaydedilir. Aynı örnek ile yapılan iki ayrı denemeden elde edilen sonuçlar arasındaki fark 100 gramda 0,2 gram yağı içermemelidir. Farklı yerlerde farklı örnekler ile yapılan iki bağımsız denemeden elde edilen sonuçlar arasındaki fark ise 100 gramda 0,3 gram yağ geçmemelidir.

Yağsız Kurumadde Tayini

Kremanın yağsız kurumadde miktarı, hesaplama yolu ile belirlenir.

$$\% \text{ Yağsız Kurumadde} = \% \text{ Toplam kurumadde} - \% \text{ yağ}$$

SÜTTOZU ANALİZLERİ



Süttozu; ekstra veya 1. sınıf çiğ sütlerin, uygun teknolojik yöntemlerle suyunun uçurulması sonucu elde edilen, içinde herhangi yabancı bir madde içermeyen toz halindeki süt ürünüdür.

Süttozları içerdikleri yağ oranına göre 3 tipte üretilirler. %26 yağ içeren 'yağlı', %1,5-26 arası yağ içerenler 'yarım yağlı' ve %1,5'dan az yağ içerenler 'az yağlı yada yağsız' olarak isimlendirilirler.

TS 1329 nolu 'Süttozu Standardı'na göre; süt tozlarının asitlik derecesi laktik asit cinsinden en çok %0,17 olabilir. Çözünme yeteneği %98 ve daha fazla olanlar 'A sınıfı', en az %80 oranında çözünenler de 'B Sınıfı' olarak nitelendirilmektedir. Nem olarak en çok %5'e izin verilmiştir.

Numune Alma ve Hazırlama**Uygulama Alanı**

Farklı yağ içerikli süttozlarında, peyniraltı suyu tozunda, süt protein ürünlerinde ve türevlerinde uygulanır.

Numune Alma Sondaları

Ürünün bulunduğu kabın dip kısmına ulaşacak uzunlukta, paslanmaz çelikten yapılmış sondalar kullanılır. Sondaların ucu ve ayırıcı kenarı yeterince keskin olmalıdır. Böylece kabın içinde kazıyıcı gibi hizmet görebilir ve yeterli miktarda numune alınabilir.

**Numune Kapları**

Rutubet kaybının olmaması için, numune kaplarının ağzı sıkıca kapatılabilir özellikte olmalıdır. Fiziksel ve kimyasal analizler ile duyusal analizler için numune alınırken, numune alma ekipmanları ve numune kapları, belirli durumlarda sterilize edilir. Numune kaplarının paslanmaz çelik, cam veya polipropilen gibi uygun plastikten yapılmış olması gerekir. Örnek kabı en fazla dörtte üçü oranında doldurulmalıdır. Daha fazla dolu olması halinde deney öncesinde sallayarak uygun şekilde karıştırmak mümkün olmayacaktır.

Numunenin Alınması

Kuru ve temiz sonda ürün ierisinden geirilir. Sonra kabın dip kısmına ulařınca 180° dndrlerek numunenin sonda ierisine girmesi saėlanır. Sonra geri ekilir ve numune kabına bořaltılır. Numune miktarı en az 100 gram olacak řekilde numune alınır. Numune alındıktan sonra, numune kabının kapaėı hemen kapatılmalıdır. Numuneler oda sıcaklıėında (en ok 30°C) depolanmalıdır.



Numune Sayısı

Aılmamıř ve bozulmamıř parekende kaplar ierisinde satıřa sunulan st tozlarından alınacak numune sayısı ařaėıda aıklanmıřtır.

Analiz edilecek sttozu ambalaj byklėne gre belirlenecek řekilde rneklenir. 2 kg veya daha az miktardaki sttozları (kk ambalajdakiler) ile 2kg'dan daha byk miktarlardaki sttozlarından (byk ambalajdakiler) farklı miktar ve sayıda rnek alınır. Alınacak rnek miktarı ve sayısı ařaėıda gsterilmiřtir.

- a) Küçük ambalajdaki süttozlarından numune alma: Aşağıdaki çizelgede yer aldığı şekilde ambalajlar rastgele numune olarak ayrılır. Bunlardan yaklaşık 500 gram numune olacak şekilde süttozu alınır ve 4 takım örnek hazırlanır.

Partideki Ambalaj Sayısı	Alınacak Ambalaj Sayısı
500'e kadar	4
501-1000	6
1001-2000	8
2001-10000	10
10000'den çok	12

- b) Büyük ambalajdaki süttozlarından numune alma: Aşağıdaki çizelgede yer aldığı şekilde ambalajlar rastgele numune olarak ayrılır. Bunlardan yaklaşık 500 gram numune olacak şekilde süttozu alınır ve 4 takım örnek hazırlanır.

Partideki Ambalaj Sayısı	Alınacak Ambalaj Sayısı
100'e kadar	2
101-300	3
301-500	4
500'den çok	6

- c) Fiziksel ve kimyasal analizler için numunenin hazırlanması:
 Örneklerin önce homojen hale getirilmesi gerekir. Bu amaçla kapaklar açılmadan alt üst edilerek iyice karışması sağlanır. Örnek içerisinde topakçıklar varsa, uygun gözenekli bir elek üzerine konularak, topakçıklar bir havaneli ile ezilerek elekten geçirilir. Elekten en az 2 kez geçirildikten sonra numune analize hazır hale gelir.



Duyusal Testler

Süttozlarında duyuşal testler, toz şeklinde ve suda çözüldükten sonra rekonstitüe süt şeklinde yapılır. Duyusal analizler daha çok lezzet, görünüş ve ambalaj özelliklerine bakılmak suretiyle gerçekleştirilir. Süttozu hiçbir yabancı madde içermemeli, süt haline dönüştürüldüğünde, çiğ sütün özelliklerini taşımalıdır. Renk, tat ve kokuda çiğ süte oranla bir farklılık, kusur olarak kabul edilir.

Kullanım alanı

Değişik tipteki süttozlarında ve peynir suyu tozunda kullanılır.

Amacı

Normal bir süttozunun kalitesi ile duyuşal nitelikleri arasında yakın bir ilişki bulunur. Duyusal testlerin yapılmasındaki amaç; süttozunun tat ve kokusunun (lezzet), renk ve görünüşünün, ambalaj durumunun normal olup olmadığının kontrol edilmesidir.

Ambalaj kontrolü: Örnek hazırlanmadan önce yapılır. Ambalajın yırtık veya delinmiş olmaması gerekir. Paketin dış yüzeyi temiz olmalı, süttozu veya başka bir madde artıkları bulunmamalıdır. Süttozunun tipi ve sınıfı da belirtilmiş olmalıdır. Süttozları birçok gıdanın üretiminde kullanıldığı için, ambalaj açıldığı anda ilk algılanan kokunun belirlenmesi gerekir. Kendine özgü hoş giden bir kokuya sahip olmalı, herhangi bir yabancı koku algılanmamalıdır. Ayrıca gözle görülebilir yabancı madde veya yanmış partiküller içermemelidir.

Örneğin Hazırlanması

Süttozunun duysal değerlendirilmesi, genellikle uygun şekilde süt haline dönüştürüldükten sonra (rekonstitüsyon işlemi) yapılır. Ancak paket açılırken dikkat edilmesi gereken hususlar da vardır.

Rekonstitüsyon işlemi: İstenen miktarda rekonstitüe süt elde etmek için aşağıda görülen eşitlikten elde edilen miktar kadar süttozu tartılarak 90 ml su içerisinde çözündürülür.

$$\text{Süttozu miktarı (gr)} = \frac{1000}{100 - F}$$

F= Süttozunun yağ miktarını gram olarak simgelemektedir.

Kullanılan su; renksiz, kokusuz ve mikrobiyolojik açıdan güvenli olmalıdır. Süttozu bir mikser yardımı ile çözündürülür. Suyun sıcaklığının yağsız süttozunda 25°C, yağlı süttozunda 40°C olması gerekir. Çözünme tam olarak gerçekleştikten sonra yaklaşık bir saat oda sıcaklığında bekletilir, sonra yeniden yavaşça karıştırılır. Depolama sırasında ışıktan korunmalıdır. Duyusal değerlendirme için hazırlanan süt renksiz, kuru ve temiz bardaklara konularak panelistlere verilmelidir.

Not: Musluk suyunun asitliği ve tadı, duyusal test sonuçlarını etkileyebilir. Bu nedenle rekonstitüsyon işleminde musluk suyu kullanılmamalıdır.

İşlem

Süttozlarında duyusal test 25°C'de yapılır. Bu sıcaklığın en fazla $\pm 2^\circ\text{C}$ sapmasına izin verilir. Normal bir süttozunun taşınması gerekli özellikler, ait olduğu türün çiğ süt özellikleri ile aynı olmalıdır. Duyusal testler çiğ sütlerde olduğu gibi yapılır.

Süttozlarının puanla duyusal değerlendirilmesi aşağıda görülen çizelge ile yapılır.

Süttozlarında Görünüş ve Yapının Puanla Duyusal Değerlendirilmesi

Özellik	Nitelik	Puan
GÖRÜNÜŞ ve YAPI	Çok İyi..... • Önceden belirlenen standartlarla çok uyumlu	5
	İyi..... • Kusursuz renk, görünümü biraz bozuk	4
	Az Kusurlu..... • Doğal olmayan renk (toz üründe) • Kekleşme (toz üründe) • Az sayıda koyu partiküller (toz üründe) • Doğal olmayan renk (rekonstitüe süt) • Ayrılmış partiküller (rekonstitüe süt) • Az sayıda koyu partiküller (rekonstitüe süt)	3
	Kusurlu..... • Görünüm çok bozuk (toz üründe) • Topaklaşma (toz üründe) • Çok sayıda koyu partiküller (toz üründe) • Taneli görünüm (rekonstitüe süt) • Çözünmeyen topakçıklar (rekonstitüe süt)	0-2

Görünüş ve Yapı kusurları sonucunun değerlendirilmesi

- Laktozun kristalizasyonu sonucu oluşan kekimsi yapı ve görünüş
- Kurutmanın iyi yapılmaması nedeniyle rutubet oranının yüksek olması veya süttozunun rutubet çekmesi sonucu oluşan topaklaşma
- Bazı renk maddelerinin ilavesi veya laktozun karamelizasyonu sonucu oluşan koyu krem, kahverengi donuk veya gri renk gibi doğal olmayan renklerin oluşumu
- Süttozu partiküllerinin yanması sonucu yada dışarıdan bulaşan yabancı maddelerin neden olduğu koyu partiküllerin görülmesidir.

Süttozlarında Tat ve Kokunun Puanla Duyusal Değerlendirilmesi

Özellik	Nitelik	Puan
TAT ve KOKU	Çok İyi.....	5
	• Önceden belirlenen standartlarla çok uyumlu	
	İyi.....	4
	• Hafif buruk • Hafif pişmiş • Az yavan	
	Az Kusurlu.....	3
	• Zayıf asitli • Fermente tat, ransit tat, tuzlu tat, yem tadı • Depo kokusu	
	Kusurlu.....	0-2
	• Yabancı tat ve koku • Nötürleyici madde tadı, belirgin yabancı ot tadı • Küf tadı, ekşimsi, mayamsı, okside tat • Acı ve sabunumsu tat	

Lezzet kusurları sonucunun değerlendirilmesi

- Aşırı laktik asit fermentasyonu sonucu oluşan asit tat ve kokusu
- Lipolitik ve proteolitik mikroorganizmaların neden olduğu buruk ve acı tat
- Süt tadının yeterince algılanamaması sonucu tebeşirimsi tat
- Uygulanan aşırı ısı işlem sonucu oluşan pişmiş yada yanık tat ve koku
- Yonca, şeker pancarı ve silaj gibi yemlerle beslenen hayvanların sütünden geçen yem tadı ve kokusu
- Aroma maddelerinin zayıf olması durumunda yavan tat
- Ham maddeden kaynaklanan yabancı tat ve koku yada metalik tat
- Asitliği nötralize etmek amacıyla kullanılan kalevilerin neden olduğu nötralize tat
- Süt yağının oksidasyonu sonucu oluşan okside tat
- Ham maddeden kaynaklanan tuzlumsu tat
- Yem olarak tüketilen yabancı otlardan kaynaklanan yabancı tat ve kokular

Süttozlarında Ambalajın Puanla Duyusal Değerlendirilmesi

Özellik	Nitelik	Puan
AMBALAJ	Çok İyi.....	4-5
	• Önceden belirlenen standartlarla çok uyumlu	
	Az Kusurlu.....	3
	• Kirli ambalaj • Gözle görülür mekanik zarar görme	
	Kusurlu.....	0-2
	• Delik, lekeli-kirli, kapatılmamış ambalaj	

Ambalaj kusurları sonucunun değerlendirilmesi

- Nakliye veya depolama sırasında ambalajda meydana gelen yırtılma veya delinme gibi mekaniksel açılmalar
- Ambalajlama veya depolama sırasında, paketin dış yüzeyine yapışan süttozu veya yabancı kirler

Tanımlanmış Dil ve Referans Malzemelerinin Hazırlanması

Tanımlayıcı	Referans	Referans hazırlama
Pişmiş / süflürlü	• Pişirilmiş süt	• 85°C'de 45 dakika pastörize edilmiş yağsız süt
Karamelize / karamela	• Otoklavlanmış süt • Karamel şurubu	• Otoklavda 121°C'de 30 dakika ısıtma işlemi görmüş tam yağlı süt • 400 ml yağsız sütte bir çorba kaşığı seyreltilmiş karamel şurubu
Tatlı aromatik / kek karışımı	• Pillsbury-Beyaz kek karışımı • Vanilin	• Yağsız sütte seyreltilmiş 5 mg vanilin
Tahıl / ot benzeri	• Kahvaltılık tahıllar (mısır gevreği, yulaf ve buğdaylar)	• Bir fincan mısır gevreğini içinde süt olan üç fincana 30 dakika süre ile daldırıp filtre edilir
Ahırımı	• p-cresol	• Yağsız sütte 20 ppm p-cresol çözeltisi
Et suyu, balık suyu/ patates benzeri	• Kroger-Konserve beyaz patates dilimleri • Methional	• Dilimlenmiş patatesleri et suyundan çıkarın • Koklama kavanozlarına metanol içinde 20 ppm metrik birkaç damla ekleyin
Hayvanimsi/ jelatimsi	• Knox-tatlandırılmamış jelatin	• Bir torba jelatin (28 g) iki bardak damıtılmış su içinde çözülür.
Süt yağı/ lakton	• Yoğun krema /Delta Dodecalactone	• Filtre kağıdı üzerinde 40 ppm
Kızarmış yağlı/ acılı	• (E.E.) -2,4-dekadienal	• Yağsız sütte 2 ppb 2,4-dekadienal
Balık kokusu	• Konserve ton balığı suyu	

Tanımlanmış Dil ve Referans Malzemelerinin Hazırlanması

Tanımlayıcı	Referans	Referans hazırlama
Mantarimsı / metalik	• Taze mantar	• Taze mantar dilimleri yağsız sütte 30 dakika tutulur ve filtre edilir
Kağıtımsı/ Kartonumsu	• Karton kağıt	• Karton kağıt parçaları gece boyunca süt yağında bekletilir
Yanık/ kömürümsü	• Kızarmış ekmek dilimi	
Vitaminimsi / kauçuğuumsu	• Enfamil • Sıvı polivisol vitaminleri diasetil	• Filtre kağıdı üzerindeki 20 ppm diasetil
Toprağımsı/ küflü	• Sakı toprağı, bodrum katı nemi anımsatan koku	
Tatlı tat	• Sakkaroz	• %5'lik sakkaroz çözeltisi
Tuzlu	• NaCl (sodyum klorür)	• %2'lik sodyum klorür çözeltisi
Ekşi	• Sitrik asit	• %1'lik sitrik asit çözeltisi
Acı	• Kafein	• %0,5'lik kafein çözeltisi
Umami	• Mono sodyum glutamat	• %1'lik MSG çözeltisi
Büzücü	• Çay	• 10 dakika boyunca 6 çay poşetini suda bekletin

Titre Edilebilir Asitlik Tayini**Yöntemin Amacı**

Çeşitli tipteki süttozlarının titre edilebilir asitlik değerlerinin saptanarak standartlara uygunluğunun belirlenmesi ve kalitesi hakkında bilgi edinilmesidir.

Tanım

Süttozunun titre edilebilir asitliği; 10 gram yağsız süt kurumadmesine karşılık gelecek miktarda süttozu örneğinden hazırlanan rekonstitüe sütü fenolftalein indikatörü eşliğinde pembe renge kadar titre etmek için harcanan 0,1 N sodyum hidroksitin ml değeridir.

Yöntemin İlkesi

Tam olarak 5 gram yağsız kurumaddeye karşılık gelen süttozuna su ilave edilerek hazırlanan rekonstitüe sütün 0,1 N sodyum hidroksit çözeltisi ile fenolftalein indikatörü eşliğinde ve kobalt (II) sülfat referans renk çözeltisi eşliğinde titrasyonu prensibine dayanır. Titrasyon sonunda saptanan ml değeri 2 ile çarpılarak 10 gram kurumadde için harcanması gereken değer belirlenir.

Araç ve Gereçler

- Analitik terazi
- Büret: 0,1 ml taksimatlı ve 0,05 ml duyarlıkta
- Pipetler: 2 ml'lik
- Ölçülü silindir: 50 ml kapasite
- Erlen: 100 ml veya 150 ml hacminde boyun kısmı traşlı ve cam kapaklı

Ayırarç ve Çözeltiler

Sodyum Hidroksit Çözeltisi: 0,1 N (hazırlanan çözelti karbondioksit penetrasyonuna karşı korunmalıdır.

Fenolftalein Çözeltisi: 2 gram fenolftalein 75 ml %95'lik (v/v) etanol ve 20 ml suda çözünür. Üzerine soluk pembe oluşuncaya kadar sodyum hidroksit çözeltisinden damlatılır ve sonra damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanır

Referans renk çözeltisi: 3 gram kobalt (II) sülfat heptahydrate ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) suda çözülür ve 100 ml'ye tamamlanır.

Not: Kullanılan tüm kimyasal maddeler analitik kalitede olmalıdır.

Kullanılan su ise kullanmadan 10 dakika önce kaynatılarak karbondioksiti uzaklaştırılmış damıtık veya deiyonize su olmalıdır.

İşlem

a) Analiz Örneğinin Hazırlanması

Örnek hacminin yaklaşık iki katı kapasitede temiz, kuru ve ağzısıklı kapanan kap içerisine aktarılır. Numune kabının ağzı kapatıldıktan sonra örnek iyice çalkalanarak karıştırılır. Bu işlem sırasında örneğin hava ile teması mümkün olduğunca kesilerek nem çekmesi önlenmelidir.

b) Analiz edilecek Örnek Miktarının saptanması

Analize alınacak örnek miktarı süttozunun nem ve yağ miktarına göre belirlenmelidir.

Erlen içine tartılacak örnek miktarı; $500/a \pm 0,01$ gram formülü ile hesaplanır. Burada «a» simgesi örneğin kütlece % olarak yağsız yağsız süt kurumaddesini ifade etmektedir.

- Analiz için hazırlanan krema örneğinden 25 ml erlen içine alınır.
- Pipette kalan krema kalıntılarını temizlemek amacıyla 40-50°C'lik damıtık sudan da 25 ml alınıp erlene ilave edilir.
- %1'lik fenolftalein çözeltisinden 1 ml ilave edildikten sonra N/10'luk NaOH ile 30 saniye içinde kaybolmayan hafif pembe renge kadar titre edilir. Titrasyonda sarf edilen miktar ml olarak kaydedilir.

c) Titrasyon

katı kapasitede temiz, kuru ve ağzısıklı Analiz için hazırlanan krema örneğinden 25 ml erlen içine alınır.

- Ölçülü silindir ile yaklaşık 20°C'de 50 ml su alınır, erlen içinde tartılan deney numunesi ile karıştırılarak rekonstitüe süt hazırlanır ve yaklaşık 20 dakika bekletilir.
- Başka bir erlen içerisine daha önceden hazırlanmış referans renk çözeltisinden 2 ml alınır ve yavaşça döndürülerek karıştırılır. Bu örnek en fazla 2 saatten uzun süren seri analizlerde yeni bir erlene 2 ml referans renk çözeltisi alınmalıdır.
- Rekonstitüe süt örneğinin bulunduğu erlene 2 ml fenolftalein indikatörü ilave edilir ve yavaşça karıştırılır. Bürete konan sodyum hidroksit çözeltisi ile referans renk çözeltisi kıstas alınarak soluk pembe renge kadar titre edilir. Soluk pembe rengin 5 saniye sürece kalıcı olması yeterlidir. Ayrıca deneyin doğru olabilmesi için titrasyon işlemi 45 saniye içinde tamamlanmalıdır.

Analizde harcanan NaOH çözeltisi ml olarak 0,05 ml duyarlılıkta saptanmalıdır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Hesaplama

Süttozu örneğinin titre edilebilir asitlik değeri, $A = 2 \times V$ formülü ile hesaplanır.

Burada;

V = Titrasyonda harcanan 0,1 N NaOH'in «m»l olarak miktarını simgelemektedir.

Sonucun Laktik Aside Dönüştürülmesi

Bulunan ortalama değer virgülden sonra en yakın bir ondalıklı değere tamamlanarak süttozunda kütlece % *laktik asit* cinsinden asidite (A_L) $A_L = A \times 0,009$ formülü ile hesaplanır. Burada;

A = Örneğin titre edilebilir asitlik değerini «ml» olarak

$0,009 = 0,1$ N sodyum hidroksit çözeltisinin 1 ml'sine eşdeğer laktik asit miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Tekrarlanabilirlik

Analizi yapan aynı kişi tarafından aynı zamanda veya kısa bir süre içinde aynı örneğe ait yapılan analiz sonuçları arasındaki farklılık 10 gram yağsız kurumadde için 0,4 ml'den fazla olmamalıdır.

Nem Tayini**Yöntemin Amacı**

Süttozu örneklerinin nem içeriğinin belirlenmesi ve standartlar uygunluğunun saptanması, kalite değerlendirmesinin yapılması ve kalite kusurlarının nem içeriği ile ilgisi olup olmadığının belirlenmesidir.

Kullanım Alanı

Bu yöntemle değişik tipteki süttozlarında peynir suyu tozunda ve krema tozunda nem tayini yapılır.

Araç –Gereçler ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta
- Desikatör: Higrometrik indikatör olarak taze kurutulmuş silika gel veya kalsiyum klorür içermelidir.
- Etüv: $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de sabit sıcaklıkta kalabilen termostatik kontrollü ve havalandırmalı
- Kurutma kabı: Paslanmaz çelik, nikel veya alüminyumdan yapılmış 25 mm yükseklikte yaklaşık 50 mm çapında
- Örnek şişeleri: Laboratuar örneğini iyice karıştırmak için ağzı sıkıca kapatılabilen tipte olmalıdır.

İşlem

- Kurutma kabı, kapakları yanlarında olmak üzere $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki etüvde sabit ağırlığa gelmesi için 1 saat tutulduktan sonra desikatöre alınır ve en az 45 dakika oda soğuması için beklenir ve tartılır. Tekrar kurutma dolabına alınarak bir süre daha beklenir, desikatöre alınır ve soğuduktan sonra tartılır Tartımlar arasındaki fark $0,1 \text{ mg}$ 'a yakın olduğunda kurutma kabı içeriği sabit tartıma gelmiş demektir. Kabin darası saptanır.
- Sabit tartıma gelmiş kurutma kabına hızlı bir şekilde test örneğinden yaklaşık 1-3 gram $0,1 \text{ mg}$ duyarlılıkla tartılır.
- Daha sonra kurutma kabı kapağı açık olacak şekilde $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki etüve alınır ve 2 saat süreyle kurumaya bırakılır.
- Bu süre sonunda desikatöre alınır ve soğuduktan sonra tartılır. Tekrar etüve konur 1 saat daha etüvde tutulur ve desikatörde soğutulduktan sonra tartılır. Son iki tartım arasındaki fark $0,5 \text{ mg}$ olana kadar aralıklarla kurutulup tartılarak sabit tartıma gelmesi beklenir.

Sonucun Hesaplanması

Test örneğinin nem oranı % olarak aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır:

$$Nem(\%) = \frac{(M_1 - M_2)}{(M_1 - M_0)} \times 100$$

Burada;

NEM = Toplam nem içeriği % olarak

M_0 = Kurutma kabı sabit darası «gram» olarak

M_1 = Test örneği ilavesinden sonraki kap ve örneğin toplam miktarı «gram» olarak

M_2 = Kurutma işlemi sonundaki son miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Deneye alınan paralel örneklerin toplam kurumadde içerikleri arasındaki fark $0,01 \text{ gram}/100 \text{ gram}$ ı aşmamalıdır.

Yağ Tayini

Gerber Yöntemi

Yöntemin Amacı

Test edilen süttozunun yağ içeriğinin belirlenip tipini saptamak amacıyla yapılır.

Yöntemin İlkesi

Gerber yönteminde prensip diğer süt ürünlerinde olduğu gibi yağ dışındaki bileşenlerin derişik sülfürik asit ile yakılması ve amil alkol eşliğinde ayrılan yağın % oranının bütirometre aracılığı ile belirlenmesidir.

Araç –Gereçler ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: En az 1 mg duyarlılıkta
- Gerber santrifüjü : 1200 devir/dakika hızında ve ısıtıcılı
- Gerber süt bütirometresi
- Pipet ve büret: 1 ml ve 10 ml bölüntülü

Ayıraç ve Çözeltiler

- Sülfürik asit: 1,82 g/ml yoğunluğunda (15°C'de)
- Amil alkol

İşlem

- Bütirometreye 10 ml H_2SO_4 konur ve üzerine yavaşça 3 ml damıtık su ve 1,69 gram süttozu ilave edilir
- 1 ml amil alkol eklenir
- Gerekliyorsa birkaç damla daha damıtık su eklenir. Burada amaç deney sonunda yağ sütununun bütirometrenin dereceli boyun kısmında olmasını sağlamaktır.
- Bütirometre ağzı kurulandıktan sonra tıpa ile kapatılır ve alt üst edilerek bütirometre içeriği karıştırılır.
- Bütirometre içinde parçalanma tamamlandıktan sonra 5 dakika 1200 devir/dakika santrifüj edilir. Bütirometreler 4-5 dakika 65-70°C'deki su banyosunda tutulur ve tekrar 5 dakika santrifüj edilir. İşlem sonunda bütirometre skalasından yağ içeriği kaydedilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Süttozunun yağ miktarı % olarak aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\% \text{ Yağ oranı} = BD \times 6,67$$

Burada;

BD = Bütirometre skalasından okunan değeri simgelemektedir.

Gerber /Teichert Yöntemi**Yöntemin Amacı**

Test edilen süttozunun yağ içeriğinin özel gerber süttozu bütrometresi kullanılarak saptanması ve tip özelliklerinin belirlenmesidir.

Yöntemin İlkesi

Gerber yönteminde prensip diğer süt ürünlerinde olduğu gibi yağ dışındaki bileşenlerin derişik sülfirik asit ile yakılması ve amil alkol eşliğinde ayrılan yağın % oranının bütrometre aracılığı ile belirlenmesidir.

Araç –Gereçler ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: En az 1 mg duyarlılıkta
- Gerber santrifüjü : 1200 devir/dakika hızında ve ısıtıcılı
- Gerber süt bütrometresi
- Pipet ve büret: 1 ml ve 10 ml bölüntülü

Ayıraç ve Çözeltiler

- Sülfirik asit: 1,82 g/ml yoğunluğunda (15°C'de)
- Amil alkol

İşlem

- Bütirometreye 10 ml H_2SO_4 konur ve üzerine yavaşça 8 ml damıtık su ve 2,5 gram süttozu ilave edilir
- 1 ml amil alkol eklenir
- Gerekiyorsa birkaç damla daha damıtık su eklenir. Burada amaç deney sonunda yağ sütununun bütirometrenin dereceli boyun kısmında olmasını sağlamaktır.
- Bütirometre ağzı kurulandıktan sonra tıpa ile kapatılır, 5 dakika yoğun bir şekilde karıştırılır ve sonra 2-4 kez alt üst edilir.
- $65^{\circ}C$ 'de 5 dakika 1200 devir/dakika santrifüj edilir.
- Yağ sütununun bütirometre skalasından okunup okunmadığı kontrol edilir. Gerekiyorsa tıpa yardımıyla ve damıtık su ilavesi ile ayarlama yapılır. Son olarak 5 dakika daha santrifüje tabi tutulur.
- Santrifüj sonunda bütirometre skalasından yağ oranı okunur.

Sonucun Değerlendirilmesi

Okunan değer süttozunda direkt (%) yağ oranını verir.

Çözünebilme Oranı

Yöntemin Amacı

Süttozunun su ile karıştırıldığında yeniden süt yapısını alabilmesi istenen durumdur. Süttozunun elde edilış yöntemi ve üretimde kullanılan hammadde kalitesi, bu özellik üzerinde etkilidir. Bu nedenle çözünebilme oranı önemli bir ticari nitelik olarak kabul edilmektedir. Dolayısıyla çözünebilme oranının tespiti ile süttozu örneğinin kalitesi hakkında bilgi edinilmeye çalışılmaktadır.

Yöntemin İlkesi

Süttozunun $25^{\circ}C$ sıcaklıkta damıtık su ile karıştırılıp rekonstitüe hale getirilip santrifüj edildikten sonra santrifüj tüpü dibinde kalan çökelti miktarının saptanarak çözünürlük oranının hesaplanmasıdır.

Araç –Gereçler ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi
- Santrifüj : 700-1100 devir/dakika hızında

Not: Deney sırasında uygulanacak devir sayısı karşılıklı olarak yerleştirilen tüplerin tabanları arasındaki açıklığa bağlı olarak saptanır. Bu değerler aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tabanlar arası açıklık (mm)	Santrifüj devir sayısı (devir/dakika)
254	1075
305	980
356	909
406	848
457	800
508	759
559	724
610	695

- Konik santrifüj tüpleri: 50 ml hacimli, taban kısmı dereceli
 - 0-0,1 ml arası 0,05
 - 0,1-1 ml arası 0,1 ml
 - 1,0-2,0 ml arası 0,2 ml
 - 2,0-10,0 ml arası 0,5 ml
 - 10,0-20,0 ml arası 1,0 ml bölüntülü olmalıdır.
- Numune karıştırma kabı ve karıştırıcı (elektrikli mikser)
- Sifon tüpü: camdan yapılmış

Ayıraç ve çözeltiler

- Diglikol laurate



konik santrifüj tüpleri

Numunenin Hazırlanması

Analize başlamadan önce laboratuvar örneğinin 20-25°C sıcaklıkta en az 48 saat bekletilmesi gereklidir. Çünkü süttozunun çözünürlüğü üzerine yağın fiziksel durumunun etkisi önemlidir.

Analize alınacak örnek instant süttozu ise analizden önce partikül boyutunun değişmemesi (küçülmemesi) için çok yavaş ve nazik bir şekilde karıştırılmalı ve örneklenmelidir.

İşlem

- Yağsız süttozundan 9 gram, yarım yağlı süttozundan 11 gram ve yağlı süttozundan ise 13 gram tartılır ve 100 ml damıtık su içinde çözülür. Damıtık suyun sıcaklığı, yağsız süttozunda 25°C, yağlı süttozunda 40°C olmalıdır.
- Karıştırma kabı içine köpürmeyi önlemek için 3 damla diglikol laurat ilave edilir.
- Çözündürme işlemi karıştırıcı kullanılarak 90 saniyede gerçekleştirilir.
- Hazırlanan rekonstitüe süt örneği, köpük kayboluncaya kadar bekletilir. Ancak bu süre 15 dakikayı geçmemelidir. Eğer kaybolmamış köpük var ise bir spatül yada kaşık yardımıyla alınarak uzaklaştırılır.
- Daha sonra spatül ile 5 saniye kadar karıştırılır ve santrifüj tüpüne 50 ml çizgisine kadar doldurulur ve 5 dakika süreyle santrifüj edilir.
- Çökelti kısmına zarar vermeden çökelti yüzeyine 5 cm kalana kadar üst kısmındaki sıvı bir sifon yardımı ile boşaltılır.

- Tüp içerisine 25°C'lik damıtık sudan 25 ml ilave edilir ve çökeltinin su ile karışması için çalkalanır. Gerekirse bir tel yardımıyla karıştırılır.
- Karıştırma işlemi tamamlandıktan sonra 25°C'lik damıtık su ile 50 ml işaretine kadar tamamlanır.
- Tüp birkaç kez alt üst edildikten sonra tekrar 5 dakika süreyle santrifüj edilir.
- Santrifüj tamamlandıktan sonra tüpler dikkatlice alınır ve dik tutularak çökeltinin üst seviyesi hizasındaki değer okunur ve çözünürlük oranı hesaplanır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Süttozunun % çözülebilirlik oranı $\% \text{Çözünebilirlik oranı} = 100 - 2\text{Ç}$ formülü ile hesaplanır.

Burada;

Ç = Tüpte okunan çökelti miktarını (ml olarak) ifade simgelemektedir.

Yabancı Madde ve Yanmış Partikül Tayini

Yöntemin Amacı

Süttozunun üretimi sırasında oluşan yanmış partiküllerin ve dışarıdan bulaşmış suda çözünmeyen madde miktarını saptamak ve böylece süttozunun kalitesini belirlemek amacıyla yapılır.

Tanım

Süttozu üretimi sırasında aşırı ısınmış yanmış parçalar açık kahverengiden siyaha kadar değişen renklerde partiküller halinde süttozunda bulunabilirler. Bu durum daha çok üretim hatalarından kaynaklanır. Yanmış partikül oluşmasına neden olan başlıca üretim hataları şunlardır:

- a) Püskürtme sonucunda tam olarak kurumayan tozlar cihaz cidarına yapışır ve kurutma odasının sıcak duvarlarında yanar. Yanan parçalar süttozu içerisine karışırlar.
- b) Ünitenin düzensiz çalışması sonucu yada durdurulması sonucu tozlar sıcak hava giriş kanalına çekilir, cidara yapışır ve yanar.

- c) Süttozunun soğutulması sırasında sıcak hava kurutma odasına girerse yanmış partiküller oluşur.
- d) Filtre kullanılmadığı veya iyi filtre edilmediği takdirde pek çok yabancı madde hava akımıyla birlikte içeri girer ve ısının etkisiyle yanar.
- e) Bazı tip kurutucularda bir kısım toz partikülleri zamanında kurutma odasından uzaklaştırılmaz, böylece sıcak havayla fazla temas ederek yanarlar.
- f) Süttozu üretiminde kullanılan sütün asitliğinin yüksek olması da yanmış partikül miktarının artmasına neden olur.

Uygulama Alanı

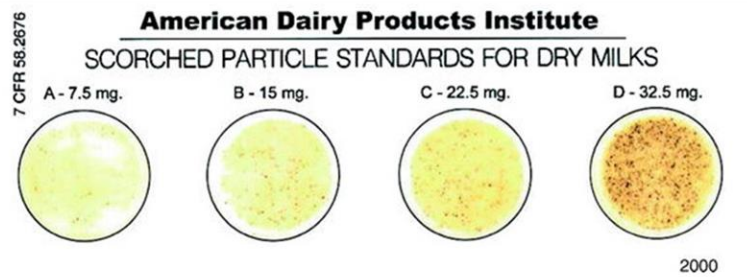
Püskürtme yöntemiyle üretilmiş değişik tip süttozlarında peynir suyu tozunda kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Süttozu rekonstitüe hale dönüştürüldükten sonra özel filtreden süzülme ve kurutulmak suretiyle filtre üzerinde biriken kirin, standart test diski ile karşılaştırılması ilkesine dayanır.

Araç –Gereçler ve Yardımcı Maddeler

- «Süttozu için yanmış partikül standart test disk» ADMI (American Dry Milk Institute) tarafından hazırlanan
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta
- Blender
- Standart filtre kağıdı (pamuk disk): 32 mm çapında



Süttozu için yanmış partikül standart test disk

Ayıraç ve Çözeltiler

- Amil alkol veya diglikol laurate: köpük giderici
- Damıtık su: Çöküntü içermeyen

İşlem

- Blender kavanozuna 250 ml sediment içermeyen damıtık su konur ve mikser çalıştırılır.
- Yağsız sütte tozundan 25 gram (sütte tozu yağlı ise 32,5 gram; peynir suyu tozu ise 15 gram) tartılır, üzerine yaklaşık 0,5 ml amil alkol veya diglikol laurate ilave edilir ve 60 saniye süreyle karıştırılır.
- Hazırlanan rekonstitüe süt basınçlı hava veya vakum kullanılarak standart pamuk diskten süzülür. Eğer hemen süzülmeceyse bekletilirken çevreden tozun bulaşmaması için ağzı kapatılır ve süzülmeden hemen önce çalkalanır.
- Karışım kavanozuna 50 ml damıtık su konarak kavanoz çalkalanır ve aynı pamuk diskten süzülür.
- Pamuk disk toz bulunmayan bir ortamda 35-40°C sıcaklıkta kurutulur.

Sonucun Değerlendirilmesi

- Kurutulan pamuk disk, ADMI tarafından hazırlanan «Sütte tozu için yanmış partikül standart test diski» ile indirekt ve uniform ışık altında karşılaştırılarak kirlilik durumu tespit edilir. Eğer pamuk diskteki kirlilik oranı standarttaki iki disk arasında ise bir yüksek değerdeki disk kabul edilir.
- Pamuk disk duyarlı bir şekilde tartılmak suretiyle de sonuç değerlendirilebilir. Yağsız süt tozlarında yanmış partikül ve suda çözünmeyen yabancı madde miktarı 15 mg veya daha az ise sütte tozu «ekstra kalite» olarak, 15-22,5 mg arası ise «standart kalite» olarak nitelendirilir.

TEREYAĞI ANALİZLERİ



Tereyağı; sütte elde edilen kremanın tekniğine uygun yöntem ve aletlerle işlenmesi sonucunda elde edilen gerektiği durumlarda Gıda Katkı Maddeleri Yönetmeliği'nde izin verilen katkı maddelerinin de ilave edildiği kendine özgü lezzet ve kıvamdaki bir süt ürünüdür. Tereyağları kalite niteliklerine göre; «I.sınıf», «II.sınıf» ve «III.sınıf» olmak üzere sınıflara ve kullanıldıkları yere göre de; «kahvaltılık tereyağı», «mutfak tereyağı» ve «eritilmiş tereyağı» sadeyağ olmak üzere tiplere ayrılır. Ayrıca mutfak tereyağlarının tuz içeriklerine göre; «tuzsuz mutfak tereyağı» ve «tuzlu mutfak tereyağı» diye 2 çeşidi bulunmaktadır.

Kahvaltılık Tereyağı; Pastörize edilmiş kremadan tekniğine uygun olarak üretilmiş tereyağı kültürü ilave edilerek özel lezzet kazandırılmış ve en az %82 süt yağı içeren tereyağlarına denir. Mutfak Tereyağı; Tekniğine uygun olarak kremadan üretilmiş, gerektiğinde tereyağı kültürü ilave edilerek özel lezzet kazandırılmış tuzsuzlarda en az %82 ve tuzlularda en az %80 süt yağı içeren tereyağlarına denir. Eritilmiş Tereyağ (Sadeyağ); Tereyağın 60°C'yi geçmeyen bir sıcaklıkta eritildikten sonra köpük, tortu ve suyundan mümkün olduğunca ayrılmış ve en az %99 süt yağı içeren tereyağına denir.

Numune Alma

Duyusal testler ve kimyasal analizler için numune almada kullanılacak kaplar, numune alma araç ve gereçlerinin genel özellikleri daha önce Çiğ süt Analizleri dersinde verilmiştir. Numune alma kaplarının ağzının geniş olmasına, su, hava, ışık geçirmeyen ve yağ emmeyen materyalden yapılmış olmasına özellikle dikkat edilmelidir. Numune kaplarının kapakları da aynı özellikte olmalıdır. Bu amaçlarla özellikle duyusal testler yapılacağı durumlarda numune alınacağı zaman, gerektiğinde numune kapları ve numune alma ekipmanları sterilize edilir. Alınacak numune miktarı en az 200 gram olmalıdır.

Büyük Paketlerden veya Dökme Tereyağından Numune Alma
Numune alınmadan önce oda sıcaklığının, numune kaplarının ve numune alma ekipmanlarının tereyağı ile aynı sıcaklıkta olması sağlanmalıdır. 1 kg'dan daha büyük paketlerden veya dökme tereyağlarından da sondalar, bıçak ve geniş ağızlı spatula yardımıyla numune alınır. Tereyağın kitlesine uygun uzunluktaki tereyağı sondası, dip taraftaki yüzeyi sıyırmayacak şekilde ve diyagonal (bir köşeden çapraz köşeye doğru) tereyağı içine sokulur, yarım döndürülür ve numune ile birlikte geri çekilir. Numunenin üst kısmındaki 2,5 cm'lik kısmı spatula yardımı ile alınır ve geri kalan kısım numune kabına aktarılır.

Derin dondurucuda muhafaza edilen tereyağlarından numune almak özel bilgi ve beceri gerektirir. Sondanın girmesini engelleyecek kadar dondurulmuş tereyağlarından numune almadan 24 saat önce, tereyağı 10°C'lik bir ortama alınır ve numune alma işlemi bu koşullarda yapılır.

Küçük Paketlerden Numune Alma

1 kg ve daha küçük ambalajlar açılmadan, bozulmadan olduğu gibi numune olarak alınır. 50 gramdan küçük ambalajlardan en az 50 gram olacak sayıda numune alınır.

Numunelerin Taşınması

Tereyağı numunelerinin taşınması sırasında numunenin özelliklerinde olumsuz bir değişiklik meydana gelmeyecek şekilde önlemler alınması gerekir. Numuneler kağıt veya yağ absorbe eden yüzeylere temas etmemelidir. Numune kapları ağızları hava almayacak şekilde sıkıca kapatılır, gün ışığından, kötü kokulardan korunarak 0-4°C arasında taşınır ve muhafaza edilir. Numunelerin buz kutusu içerisinde taşınması daha doğru olur. Numune alındıktan en geç 24 saat sonra analizlere başlanmalıdır.

Duyusal Analizler

Kullanım alanı

Kahvaltılık tereyağında, mutfak tereyağında ve eritilmiş tereyağında (sadeyağda) kullanılır.

Amacı

Kullanılan hammadde, üretim tekniği ve muhafaza sırasında yapılan hatalar sonucu, tereyağını duyuşal özelliklerinde bazı bozulmalar meydana gelebilir. Duyusal testinin yapılmasının birinci amacı; bu kusurları tespit ederek hata kaynaklarını bulup gidermek, ikinci amacı ise tereyağı kalitesini tespit ederek tüketici isteklerine cevap verip vermediğini tespit etmektir. Ayrıca tereyağına yapılan hileler hakkında da duyuşal testler değerli ipuçları verebilir.

İşlem

Tereyağında duyuşal testler; çeşidine ve tipine bağılı olarak belirlenen kalite özelliklerine göre lezzetine (tat ve koku), görünüşüne, rengine ve yapısına (sertlik durumuna) bakılarak, koklanarak, tadılarak ve sürülerek yapılır.

Numunenin test için hazırlanması

Eğer tereyağı dökme ise duyuşal test için 2kg'lık bir blok, eğer paket halinde ise panelist sayısı dikkate alınarak yeterli miktarda numune alınmalıdır.

Duyusal testten önce tereyağı örneklerinin sabit bir sıcaklığa gelmesi amacıyla en az 1 gün önceden, belirli bir sıcaklıkta depolanması gerekir. Gerek yapının test edilmesi ve gerekse lezzet değerlendirilmesinin iyi yapılabilmesi için $14\pm1^{\circ}\text{C}$ 'de depolanması önerilir.

Tereyağının duyuşal özellikleri

Tereyağının duyuşal özellikleri birinci derecede hammaddeye (kremaya), ikinci derecede üretim yöntemine bağılı olarak değışir.

Normal bir tereyağının;

- Paketi; temiz ve parçalanmamış olmalı, ürünü koruyucu nitelikte ve çekici olmalıdır.
- Görünüşü; tereyağının rengini, görünür temizliğini, yapısını, su dağılım durumunu ve küf gelişimini kapsar. Tereyağın rengi doğal, homojen ve canlı olmalı, göze hoş görünmeli, krem veya açık sarı olmalı, gözle görülür yabancı madde, kirlilik ve renk değışikliği olmamalı, kesit alındığında renk homojen olmalıdır.
- Yapısı (konsistens); tereyağının sürülebilme yeteneğini ve direncini gösterir. Tereyağı bir miktar direnç gösteren, sıkı, dille damak arasında kolay dağılan, dolgun yapıda ve homojen özellikte olmalıdır. Su damlacıkları, çatlak ve gaz kabarcığı bulunmamalıdır. Bıçakla alınan kesitte dolgun kıvamda, düzgün yapıda ve homojen olmalı, sürülebilme yeteneğı iyi (belirli bir sıcaklıkta) olmalıdır.

- Lezzet; tereyağının kokusunu ve tadını kapsar. Tereyağını; herkes tarafından beğenilen, kendine özgü hoş giden yoğun bir lezzete (belirli bir sıcaklıkta) sahiptir. Herhangi yabancı bir tat ve koku algılanmamalıdır. Acı, yanığımsı, maltımsı, mayamsı tatlar, süttten gelen yem kokusu bir kusur olarak kabul edilir.
- Mutfak tereyağlarında tuz tadı hafif algılanmalıdır. Tuzun fazla olması tereyağın hoş aromasını maskeler.

Tereyağı, duyuşal özellikleri açısından aşığıda görülen çizelgelere göre puanla değerdendirilir. Kaliteli bir tereyağın bu özellikleri en az 4'er puan alması ön görölür.

Tereyağında Renk ve Görünüş Değerdendirilmesi

Nitelik	Puan
ÇOK İYİ	5
• Önceden belirlenen duyuşal standartlara çok uyumlu olan	
İYİ	4
• Kaliteli, hafif su salma, önceden belirlenen duyuşal standartlara uyumlu olan	
AZ KUSURLU	3
• Hafif su salma, alacalı renk, yapışkan, lekeli, fazla boyanmış, hafif yağ salma, hava kabarcığı olan	
KUSURLU	2
• Hafif su salma, alacalı renk, yapışkan, lekeli, fazla boyanmış, hafif yağ salma, yabancı madde, hava kabarcığı olan, küflü, erimemiş tuz bulunan	
ÇOK KUSURLU	1
• Su salma, yapışkan, lekeli, fazla boyanmış, yağ salma, yabancı madde, kumumsu, hava kabarcığı olan, küflü, erimemiş tuz bulunan	

Renk ve Görünüş sonucunun değerdendirilmesi

Tereyağın görünüşü, kalite hakkında kıymetli ipuçları verebilir. Küflerin gelişmesi, sıcaklığın ve ışığın etkisi, paketlemedeki hatalar tereyağın görünüşünü ve dolayısıyla kalitesini bozarlar. Tereyağın rengi; büyük ölçüde hayvanın yediğı yeşil yemlere ve yemde bulunan karotenin miktarına göre oluşur. Yeşil yemler tereyağının daha sarı olmasını sağlar. Bu nedenle yaz ve kış tereyağlarının rengi arasında fark vardır. Üretim sırasında tereyağın fazla yıkanması rengin daha sarı olmasına, içinde hava kalması ise rengin açılmasına neden olur. Tereyağın tüketiciye her zaman aynı renkte sunulması için, kışın üretilen tereyağlarına Gıda Katkı Maddeleri Yönetmeliğinde izin verilen boya maddeleri kullanılır. Rengin tüm kitlede homojen olması gerekir.

Tereyağında Konsistens (yapı) Değerlendirilmesi

Nitelik	Puan
ÇOK İYİ.....	5
• Önceden belirlenen duyuşal standartlara çok uyumlu olan, çok kaliteli	
İYİ.....	4
• Hafif sertçe veya hafif yumuşak	
AZ KUSURLU.....	3
• Kremimsi, yapışkan, hamurumsu, sert, yumuşak	
KUSURLU.....	2
• Önceden belirlenen duyuşal standartlara göre belirli derecede kusurlu olan	
ÇOK KUSURLU.....	1
• Önceden belirlenen duyuşal standartlara göre çok kusurlu olan	

Konsistens (yapısı) sonucunun duyuşal değerlendirilmesi
Tereyağı bıçakla kesilmek istendiğinde hafif direnç gösterecek sertliktedir. Tereyağı çoğu zaman ekmeğe sürülerek tüketildiği için, tereyağın sürülebilme yeteneği bir kalite kriteri olarak kabul edilir. Ancak bu özellik sıcaklığa bağlı olarak değişir. Sürülebilme yeteneği için en uygun sıcaklık olarak 15°C kabul edilir. Buzdolabından alınan tereyağı sert olduğundan, sürülebilme yeteneği iyi değildir. Oda sıcaklığında veya daha yüksek sıcaklıklarda ise tereyağı çok yumuşak olduğundan erimeye başlar ve sürülme yeteneğinde bozulmalar olur. Üretim sırasında tekniğine uygun şekilde bünyede bir miktar hava tutulduğu takdirde, buzdolabı koşullarında (5-10°C) sürülebilir tereyağı elde edilebilir.

Tereyağında Tat ve Koku (Lezzet) Değerlendirilmesi

Nitelik	Puan
ÇOK İYİ.....	5
• Yüksek kaliteli, kendine özgü lezzette, saf	
İYİ.....	4
• Zayıf aroma, pişmiş tat, yem tadı, ekşimsi	
AZ KUSURLU.....	3
• Temiz olmayan, yabancı tat, pişmiş tat, yem tadı, ekşimsi, yanık tat, yem tadı, acı, tuzlu	
KUSURLU.....	2
• Temiz olmayan, yabancı tat, bayat tat, okside tat, pişmiş tat, ekşimsi, yanık tat, yem tadı, acı, tuzlu, kokmuş, maya tadı, kimyasal madde tadı	
ÇOK KUSURLU.....	1
• Temiz olmayan, peynirimsi tat, maya tadı, küf tadı, okside tat, pişmiş tat, balıgımsı tat, ekşimsi, yanık tat, yem tadı, acı, tuzlu, kokmuş, maya tadı, kimyasal madde tadı	

Lezzet sonucunun duyuşal değerlendirilmesi

Tereyağın lezzeti, süt yağının bileşiminden kaynaklanır. Kremanın taze olup olmaması, depolama koşulları, krema tereyağına işlenirken olgunlaştırılıp olgunlaştırılmadığında lezzet üzerinde etkili olur. Mutfak tereyağlarına eklenen tuz, ölçülü kullanıldığı takdirde, (en fazla %5 oranında kullanılmasına izin verilmiştir) lezzet üzerinde olumlu etkide bulunur. Ancak fazla kullanıldığında lezzet kusurlarının ortaya çıkmasına ve tereyağın hoşça giden tadının maskelenmesine neden olur.

Tereyağında tanımlayıcı duyuşsal analiz için kullanılan duyuşsal dil

Terim	Tanım	Referans
Diasetil/kültürlü	Birincil kaynağı diasetil olan fermente süt ürünlerinin tatlı aromatik özelliği	Diasetil, 20 mg/kg
Süt yağı/lakton	Süt yağının, laktonlar ve hindistancevizinin aromatik özellikleri	Yoğun krema
Pişmiş/ceviz yüzeyi	Pişmiş süt ve konserve mısır ile ilişkili aromatik özellikler	% 1 yağlı sütün 8 dakika mikrodalgada ısıtılmış hali
Soğuk/bayat	Buzdolabında uzun süre bekletilmiş gıda özellikleri	8 ay boyunca buzdolabında saklanan tereyağı parçaları (çubukları)
Boyalı	Yüzey boyası ve oksitlenmiş yağlarla ilişkili aromatikler	Keten tohumu yağı
Tuzlu	NaCl tarafından ortaya çıkarılan tat	Sodyum klorür çözümü (%5, %7, %9)
Sarı renk yoğunluğu	Sarı renk yoğunluğu	Sarı renk skalası (3A)
Sürülebilirlik	Tuzsuz krakerde üç seferde geriye, ileriye ve geriye doğru yaymak için gerekli kuvvet. (bıçağın yarım inç ucu ile); 0 = Sürülemeyen 10 = Çok rahat sürülebilir	Land O'lakes sürülebilir tereyağı Crisco bitkisel yağ çubukları 19°C'de 1,5 saat bekletilmiş tereyağı
Sıklık	Damakta deforme etmek için gerekli kuvvet 0 = Çok zayıf sıklık 10 = Yüksek sıklık	19°C'de 1,5 saat bekletilmiş Land O'lakes tereyağı

Tereyağında Asitlik Tayini

Tanım

Tereyağında asitlik; 100 gram tereyağının asitliğini nötralize etmek için harcanan normal kalevinin (alkalinin) ml cinsinden miktarıdır.

Kullanım Alanı

Tereyağında asitlik; sınıf, tip ve çeşit özellikleri açısından önem taşıyor ve kalitesi hakkında önemli bir faktördür. Bu nedenle kahvaltılık ve mutfak tereyağları ile sade yağda uygulanan bir tayin yöntemidir.

Kimyasal Analizler İçin Örneğin Hazırlanması

- Ağzı kapalı bir kap içerisinde bulunan örnek, emülsiyonu bozulmayacak şekilde yeterli yumuşaklığa kavuşuncaya kadar 39°C'yi geçmeyen bir sıcaklıktaki su banyosunda yumuşatılır.
- Temiz ve kuru bir cam çubuk yardımıyla karıştırılarak homojen hale getirilir.
- Sonra su banyosundan alınarak örneğin oda sıcaklığına soğuması beklenir. Soğuma sırasında dikkatlice çalkalanır.
- Soğuduktan sonra kabın kapağı sıkıca kapanır.
- Kimyasal analizler için örnek hazırlanmıştır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Büret: 0,1 ml bölüntülü
- Erlen: 250 ml'lik şilifli
- Pipet: 1 ml'lik
- Spatül

Ayırarç ve Çözeltiler

- Petroleter-alkol karışımı: Eşit hacimde karıştırılmış ve nötralize edilmiş
- Sodyum hidroksit çözeltisi: N/10'luk
- Fenolftalein indikatör çözeltisi: Alkolde %2'lik

işlem

- Karıştırılarak homojen hale getirilen örnekten 5 gram erlene tartılır.
- Örnek üzerine 30-40 ml petrol eter-alkol karışımı eklenir ve erlenin kapağı kapatılır.
- Yağın çözünmesi için dikkatlice karıştırılır. Ara sıra kapak açılarak oluşan gazın çıkması sağlanır.
- Birkaç damla fenolftalein çözeltisi ilave edilerek N/10'luk sodyum hidroksit ile kalıcı pembe renk oluşuncaya kadar titre edilir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Harcanan kalevinin (alkalinin) ml miktarı 2 ile çarpılırsa tereyağının asitlik derecesi bulunmuş olur. Taze tereyağlarında bu değer 1-5 arasında değişir.

Tereyağın asitliği % süt asidi olarak aşağıdaki eşitliklerden yararlanılarak hesaplanır:

$$\% \text{ Süt asiti} = \frac{a \times 0,009}{V} \times 100$$

Burada;

a = 0,1 N NaOH'ten harcanan miktarı «ml» olarak

V = Analiz edilen tereyağı miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Tereyağı-Süt Yağı Asit Değeri Tayini**Tanım**

Tereyağındaki süt yağının asit değeri veya asit sayısı; 1 gram saf yağdaki serbest yağ asitlerini nötralize etmek için harcanan potasyum hidroksitin miligram olarak miktarıdır.

Yöntemin İlkesi

Tereyağı eritilerek süt yağı ayrılır, ayrılan yağ etanol ve dietil eterde çözündürülür ve serbest yağ asitleri, potasyum hidroksitin alkoldeki çözeltisi ile titre edilir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Genel laboratuvar araç-gereçleri
- Analitik terazi: 0,1 mg duyarlılıkta
- Büret: 0,1 ml bölüntülü
- Erlen: 300 ml'lik

Ayıraç ve Çözeltiler

- Dietileter-alkol karışımı: Eşit hacimde (v/v) dietileter ve %95-96'lık etanol veya metanolde denatüre etanol karıştırılır. Karışım kullanılmadan önce her 100 ml'si için 0,3 ml fenolftalein katılmış potasyum hidroksitin alkoldeki çözeltisi ile dikkatlice nötralize edilir.
- Potasyum hidroksit çözeltisi: Etanol veya metanoldeki yaklaşık 0,1 N çözeltisi hazırlanır. Kullanılacağı zaman normalitesi tam olarak ölçülür.
- Fenolftalein indikatör çözeltisi: 100 ml %95-96'lık etanolde 1 gram fenolftalein çözündürülerek hazırlanır.

işlem

- Tereyağı örneği, 50-60°C 'de 2-3 saat süreyle bekletilerek süt yağının ayrılması sağlanır.
- Berrak bölüm başka bir kaba aktarılır ve kuru süzgeç kağıdından süzülür.
- Süzüntü berrak değilse süzme işlemi tekrarlanır ve berrak kısım iyice karıştırıldıktan sonra analiz için kullanılır.
- Erlene hazırlanan berrak yağdan 5-10 gram kadar, 0,01 gram duyarlılıkla tam olarak tartılır.
- Erlene 50-100 ml kadar etanol ve dietileter karışımı eklenir ve süt yağı çözündürülür.
- Üzerine 0,1 ml fenolftalein indikatör çözeltisi ilave edilir.
- En az 10 saniye kalabilen solgun pembe renk oluşuncaya kadar potasyum hidroksit ile titre edilir.

Not: Aynı numuneden 2 tayin yapılarak ortalaması alınır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Süt yağının asit değeri aşağıda görülen eşitlikten yararlanılarak hesaplanır:

$$\text{Asit değeri} = \frac{V \times T \times 56,1}{m}$$

Burada;

V = Kullanılan potasyum hidroksit çözeltisinin miktarını «ml» olarak

T = Potasyum hidroksit çözeltisinin tam olarak normalitesini

m = Deney numunesinin miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Tereyağında Yağ Asitliği Tayini**Tanım**

Tereyağında yağ asitliği; 100 gram yağdaki serbest yağ asitlerini nötralize etmek için harcanan alkalinin milimol olarak ifadesidir.

- a) «Tereyağında asitlik»,
- b) «Süt yağı asit değeri»
- c) 100 gram yağdaki asitliğin oleik asit cinsinden gram olarak ifadesi olan «% olarak serbest yağ asitleri miktarı» son zamanlarda pek önerilmemektedir.

Tereyağında yağ asitliği değerinden yararlanılmak suretiyle;

- «Süt yağı asit değeri» ve
- «% olarak serbest yağ asitleri miktarı»da hesaplanabilir.

Kullanım Alanı

Süt yağı ürünlerinde ve tereyağlarında kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Tereyağı önce eritilip sonra santrifüj edilir ve elde edilen saf yağ bir etüv içerisinde süzgeç kağıdından süzülür. Süzüntü, 2-propanol ve petrol eteri karışımında çözülür ve timol mavisi indikatör çözeltisi eşliğinde ayarlı tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisi ile titrasyon ilkesine dayanır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Genel laboratuvar araç-gereçleri
- Analitik terazi: 5 mg duyarlılıkta
- Santrifüj: En az 350 *g* radyal ivmelenme meydana getiren (örn. Gerber santrifüjü)
- Santrifüj tüpleri
- Etüv: 50±2°C sıcaklığa ayarlanabilen
- Büret: 0,02 ml bölüntülü
- Erlen: 100 ve 200 ml'lik
- Pipetler veya şırıngalar: 5 ml, 10 ml ve 50 ml hacminde
- Cam huni ve süzgeç kağıdı: Orta gözenekli

Ayıraç ve Çözeltiler

- Tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisi ($C_{16}H_{37}NO$): 2-propanol/metanol 3+1 (v/v) karışımında 0,1 mol/l tetra-n-butil amonyum hidroksitin standart volümetrik çözeltisi
Not: Ayarlı tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisinin konsantrasyonu depolama sırasında ve bürete alındığında değişebilir. Bu nedenle kullanılmadan hemen önce indikatör olarak timol mavisi kullanılarak ayarlı potasyum hidrojen fitalat ($KHC_8H_4O_4$) çözeltisine karşı titre edilerek çözeltinin o andaki konsantrasyonu dördüncü ondalık haneye kadar okunur. Eğer büret karbondioksitin girmesine imkan vermeyecek şekilde ise tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisinin konsantrasyonu uzun süre sabit kalabilir. Bu durumda çözeltinin analizin yapılacağı sıradaki konsantrasyonundaki, sadece her bir tayin serisinde referans yağ kullanılarak yapılan kontrol deneyleri ile kontrol edilmesi gerekir.
- Timol mavisi ($C_{27}H_{30}O_5S$) indikatör çözeltisi (0,1 g/l'lik): 100 ml 2-propanol'de 0,1 gram timol mavisi sodyum tuzu çözülerek stok çözelti hazırlanır. Kullanılmadan önce stok-çözeltinin 1 hacmi, 9 kısım 2-propanol ile karıştırılarak seyreltilir.

- Azot gazı: Karbondioksit içermeyen
- Yağ çözücü: Bir hacim timol mavisi indikatör çözeltisi, dört hacim petrol eteri (kaynama noktası 60-80°C arasında) ile karıştırılarak hazırlanır. Bu karışım karanlıkta 1 ay muhafaza edilebilir.
Tanık deneylerin yüksek sonuç vermesi durumunda yağ çözücü ayarlı tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisi ile hafif yeşilimsi renk oluşuncaya kadar nötralize edilir.
- Referans Yağ: Bütün titrasyon işlemlerinde periyodik kontrol için kullanılır. Referans yağın hazırlanması anlatılmadan önce «yıkamış süt yağı» ve «Palmitik asidin uygun konsantrasyonu» kavramlarının açıklanması gerekir.
Yıkamış süt yağı: İyi kaliteli süt yağı, önce potasyum hidroksit çözeltisi (0,1 mlo/l) ile sonra su ile yıkanır, santrifüj edilir ve süzgeç kağıdından süzülür.
Palmitik asidin uygun konsantrasyonu: 100 gram yağdaki palmitik asit 0,5 mmol ile 2,0 mmol arasında olmalıdır.

Referans yağın hazırlanışı: Belirli miktarda palmitik asit ($C_{16}H_{32}O_2$), 100 gramında 0,01 mmol'dan az yağ asidi içeren yıkamış süt yağında çözünür.

Referans yağ örneklerinin yağ asitliği, süt yağının kütlesi başına, ilave edilen palmitik asidin milimolu olarak hesaplanır ve 100 gram yağda milimol olarak ifade edilir (hesaplanan bu değer, referans değer olarak kabul edilir).

Referans yağın depolanması: Referans yağ numune kaplarına konur ve hava geçirmeyecek şekilde kapatılır. Referans yağ 4 hafta içerisinde kullanılacak ise; karanlıkta ve 4°C'de muhafaza edilir. Daha uzun süre depolanacak ise; dondurulduktan sonra karanlıkta muhafaza edilmelidir.

Analiz Numunesinin Hazırlanması

Yeterli miktarda numune $50 \pm 2^\circ\text{C}$ sıcaklığa ayarlanan etüvde eritilir. Radyal ivmesi en az 350 g (g kuvveti, bir kütleye belirli bir durumda etki eden hızlanma) olan santrifüj ile 5 dakika süreyle santrifüj edilir ve yağ fazı ayrılır. Ayrılan yağ, etüv içinde sıcaklığı muhafaza edilerek katlanmış kuru süzgeç kağıdından süzülür. Süzülen yağ berrak olmalı, görülebilir su ve yağdan başka bileşikler bulunmamalıdır.

İşlem

Tanık Deney

Deney numunesi kullanılmadan aynı çözeltiler aynı işlemler uygulanarak ve aynı zamanda tanık deney yapılır.

Tanık deneyde elde edilen değer, deney numunesi için elde edilen en düşük titrasyon değerinin %5'inden daha az olmamalıdır. Daha yüksek tanık değer elde edildiğinde çözücü kullanmadan önce nötralize edilmelidir.

Kontrol Deneyi

Bir seri deneye başlarken deney numunesi yerine referans yağ kullanılarak aynı çözeltilerle aynı işlemler uygulanarak bir kontrol deneyi yapılır. Kontrol deneyinde bir referans yağ için en az iki tayin yapılır. Sonuçların tekrarlanabilirliği için gerekenleri karşılayıp karşılamadığı kontrol edilmelidir. Eğer karşılıyorsa alınan sonuçların aritmetik ortalaması kesin sonuç olarak alınır. Kesin sonuç ayrıca 100 gram yağ için en çok 0,05 mmol olmak üzere «referans yağ numunesinin» hazırlanmasında hesaplanan değerden %5 daha az farklı olabilir. Sonuç açıklandığı şekilde elde edilemiyorsa çözeltiler, araç ve gereçler, işlemlerin tek tek kontrol edilmesi gerekir.

Esas İşlem

- Hazırlanan analiz numunesinden pipet veya şırınga yardımıyla titrasyon kabı içerisine 5-10 gram kadar yağ 0,01 gram duyarlıkta tartılır.
- Deney numunesi üzerine 50 ml yağ çözücü ilave edilir ve karıştırılarak yağın çözünmesi sağlanır.
- Çözünen yağ ayarlı tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisi ile azot atmosferinde sarıdan hafif yeşilimsi rengin oluşumuna kadar titre edilir. Rengin en az 5 saniye sabit kalması gerekir.
- Kullanılan çözeltinin hacmi, 0,01 ml duyarlıkta belirlenir.

Önemli Not: Sonucun kesinliği açısından; titrasyon işlemi sırasında titrasyonun yapıldığı erlenin karbondioksitle teması önlenmelidir. Bunu sağlamak için ya titrasyonun azot atmosferi altında yapılması veya titrasyon işleminin otomatik titrasyon cihazında ve titrasyonun dönüm noktasının kolorimetrik olarak tayin edilmesi gerekir.

Sonucun Hesaplanması

Deney numunesinin yağ asitliği (W_a), 100 gram yağ için milimol olarak aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesap edilir:

$$W_a = \frac{(V_1 - V_2) \times c}{m} \times 100$$

Burada;

V_1 = Deney numunesinin titrasyonda kullanılan ayarlı tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisinin hacmini «ml» olarak

V_2 = Tanık deneyde kullanılan ayarlı tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisinin hacmini «ml» olarak

c = Ayarlı tetra-n-butil amonyum hidroksit çözeltisinin konsantrasyonu «mol/l» olarak

m = Deney numunesinin kütlesini «gram» olarak simgelemektedir.

Kesinlik için; Numunenin yağ asitliği 100 gram yağ için 0,20 mmol ile 2,00 mmol arasında olmalıdır.

Not: Aynı analiz numunesinde, aynı laboratuarda, aynı kişi tarafından, aynı işlem uygulanarak, aynı araç-gereç ve malzemeler kullanılarak kısa zaman aralığında yapılan iki deney arasındaki farkın 100 gram yağ için 0,05 mmol'den fazla olmaması gerekir.

Deney numunesinin asit değeri (W_{ar}), gramda miligram olarak aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır.

$$W_{ar} = \frac{(m_1 - Wa)}{100}$$

Burada;

W_a = Deney numunesinin yağ asitliğini 100 gram yağda «milimol» olarak

m_1 = Potasyum hidroksidin mol kütleini ($m_1=56,1$) simgelemektedir.

Deney numunesinin serbest yağ asidi miktarı (W_{fa}), 100 gram yağda oleik asit cinsinden gram olarak aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak hesaplanır:

$$W_{fa} = \frac{(m_2 - Wa)}{1000}$$

Burada;

W_a = Deney numunesinin yağ asitliğini 100 gram yağda «milimol» olarak

m_2 Oleik asidin mol kütleini ($m_2=282$) simgelemektedir.

Tereyağında Su Tayini

Gravimetrik Yöntem

Tanım

Tereyağının bileşiminde bulunan su miktarının gravimetrik olarak belirlenmesidir.

Yöntemin Amacı

Tereyağın yürürlükteki mevzuata uygun olup olmadığını belirlemek, tereyağın dayanma süresini etkileyen su miktarını ayarlamak, tereyağında fazla miktarda su bırakmak suretiyle yapılan hileleri tespit amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı

Kahvaltılık tereyağı, mutfak tereyağı ve sade yağlarda kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Belirli miktarda alınan tereyağı örneğindeki suyun etüvde uçurulması ve uçurulan bu suyun miktarından yararlanılarak tereyağındaki % su miktarının hesaplanmasıdır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi: 1 mg duyarlılıkta
- Etüv: $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanabilir
- Desikatör: Silika jelle kurutulan
- Porselen veya aşınmayan metal kaplar: 2 cm yüksekliğinde ve 6-8 cm çapında
- Parçalanmış sünger taşı veya kum



Laboratuvar kumu

işlem

- Kurutma kabı içerisine 12-15 gram sünger taşı veya kum konulur ve $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki etüvde sabit ağırlığa kadar bekletilir. Desikatörde soğutulur ve tartılır.
- Tartımı yapılan kurutma kabı içerisine tam olarak 5 gram tereyağı numunesi tartılır ve $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki etüvde 2 saat süreyle bekletilir.
- Desikatörde soğutulur ve tartılır. Kurutma işlemine ağırlık değişmeyinceye kadar 30 dakikalık devreler halinde devam edilir (3-6 mg fark kabul edilebilir)

Sonucun Değerlendirilmesi

Paralel numuneler arasındaki farkın %0,1'den büyük olmaması gerekir. Sonuç aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır:

$$\% Su miktarı = \frac{(M - M_1) \times c}{M} \times 100$$

Burada;

M = Kurutmadan önceki tereyağı örneği miktarını «gram»

M_1 = Kurutmadan sonraki süt yağı miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Paraleller arasındaki fark, %0,1'i geçmemelidir.

FUCOMA Terazisi ile Su Tayini

Yöntemin Amacı

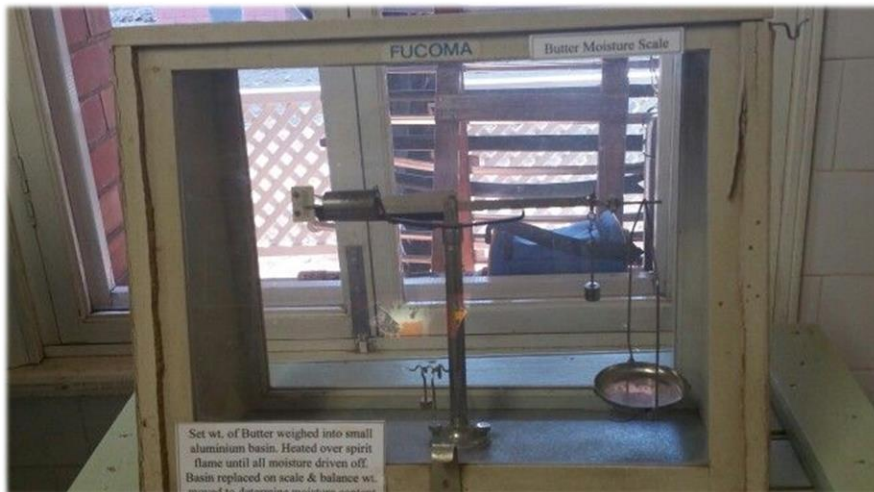
Tereyağın yürürlükteki mevzuata uygun olup olmadığını belirlemek, tereyağın dayanma süresini etkileyen su miktarını ayarlamak, tereyağında fazla miktarda su bırakmak suretiyle yapılan hileleri tespit amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı

Tereyağı ve sade yağda doğrudan su miktarını seri olarak tayinde kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Fucoma terazisinin kefesinde tartılan 10 gram numunenin suyu uçurulur ve terazide bozulan denge terazi koluna asılan ağırlıklarla sağlanarak su miktarı % olarak belirlenir.



Fucoma Terazisi

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Fucoma terazisi
- İspirto ocağı
- Desikatör



Fucoma terazisi

işlem

- Su tayini için önce Fucoma terazisinin dengesi 10 gramlık ağırlıklarla sağlanır.
- Ağırlıklar teraziden alınarak, denge yeniden sağlanıncaya kadar örnek tartılır.
- İspirto ocağı alevine örnekteki su uçurulur ve desikatörde soğutulur ve kefe terazideki yerine konur.
- Bozulan denge, terazi koluna asılan çengellerle yeniden sağlanır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Terazi kolundaki çengellerin bulunduğu noktalardan doğrudan tereyağındaki su miktarı % olarak okunur.

İnfared Isıtıcılı Teraziler ile Su Tayini

Su tayini için şekilde görülen otomatik cihazlar da geliştirilmiştir. Bu cihazla diğer süt ürünlerinde olduğu gibi tereyağında da hızlı bir şekilde su tayini yapılabilir. Bu cihaza yerleştirilen infrared lamba ile ısıtılan numuneden su buharlaştırılarak uzaklaşmakta ve uzaklaşan su miktarı cihazın göstergesinden doğrudan % su miktarı olarak okunabilmektedir.



Halojenli nem tayin cihazı

Tereyağında Yağ Tayini

Tereyağında yağ tayini değişik yöntemlerle belirlenebilir. Burada iki yöntem verilmiştir.

- a) Roeder yöntemi
- b) Hesaplama yöntemi

Roeder Yöntemi ile Yağ Tayini

Yöntemin Amacı

Tereyağı bileşimindeki süt yağı miktarının bütirometre ile belirlenmesidir. Üretim sırasında tereyağın yağ oranını ayarlamak ve son ürünün standart ve kodekse uygun olup olmadığını belirlemek amacıyla kullanılır.

Kullanım Alanı

Kahvaltılık, mutfak tereyağları ve sade yağda kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Tereyağındaki yağ dışı unsurlar sülfürik asit yardımıyla yakılarak süt yağı miktarı yüzde olarak belirlenir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Roeder yağ bütirometresi
- Santrifüj
- Su banyosu
- Pipetler: 65°C'ye ayarlanabilen

Ayıraç ve Çözeltiler

- Sülfürik asit: 20°C'de $d = 1,522 \pm 0,005$ g/ml yoğunluğunda
- Amil alkol: 20°C'de $d = 0,815$ g/ml yoğunluğunda

*Roeder yağ bütirometresi
(tereyağı bütirometresi)*



işlem

- Bütirometrenin cam beherciği lastik tıpası ile birlikte teraziye yerleştirilir ve 5 gram tereyağı numunesi tartılır ve behercik bütirometreye yerleştirilir.
- Bütirometre açık kısmı üste gelecek şekilde statife yerleştirilir ve tartılan örnek üzerine, üstteki açık kısımdan 17,5 ml H_2SO_4 konup bütirometrenin üst tıpası da kapatılır.
- Bütirometreler 65°C'lik su banyosuna yerleştirilir. Bütirometreler ara sıra çalkalanarak tereyağı parçacıklarının tamamen çözünmesi sağlanır. Sulu faz berraklaşınca 1 ml amil alkol ilave edilir ve çalkalanır.
- Sıvı düzeyinin 70 bölüntüsünde olup olmadığı kontrol edilir. Eğer düzey düşük ise sıcak su ile düzey ayarlanır. Böylece yağ sütununun her zaman skalada kalması sağlanır.
- Özel Gerber santrifüjüne bütirometrenin üst tıpası içte kalacak şekilde yerleştirilir ve 10 dakika süreyle santrifüj edilir.
- Sonucun okunması için 65°C'lik su banyosunda 10 dakika süreyle bekletilir ve yağ sütununun alt seviyesi dikkate alınarak % gram olarak yağ oranı okunur. İkinci kez su banyosunda bekletilir ve yeniden okuma yapılır. Gerekirse santrifüjleme işlemi de tekrarlanabilir.

Hesaplama Yoluyla Yağ Tayini

Tereyağının yağ miktarı, su ve yağsız kurumadde miktarından hesaplama yoluyla da tespit edilebilir.

$$\% Yağ miktarı = 100 - (\% Su + \% Yağsız kurumadde)$$

Yağsız Kurumadde Miktarı Tayini

Kullanım Alanı

Su miktarı belli olduğu taktirde tereyağının yağ miktarını hesaplamada kullanılır. Ayrıca tereyağın yağsız kurumadde miktarı sınırlandırıldığı için kontrol amacıyla yapılır.

Yöntemin İlkesi

Belirli miktarda alınan tereyağı örneğindeki suyun etüvde uçurulması ve yağın petrol eter ile uzaklaştırılmasından sonra kalan sedimentin etüvde kurutulup soğutulduktan sonra tartılarak % yağsız kuru maddenin hesaplanması ilkesine dayanır.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Etüv: $102 \pm 2^\circ\text{C}$ 'ye ayarlanabilen
- Elektrik ocağı ve bunzen beki
- Metal ve cam beherler: 250 ml'lik 60 mm-70 mm çap ve 60 mm-80 mm yükseklikte
- Desikatör
- Filtreli Gooch Krozesi: G 3 tipi, vakum şişeli
- Analitik terazi: 1 mg duyarlılıkta

Ayıraç ve Çözeltiler

- Petrol eteri: Kaynama noktası $40-60^\circ\text{C}$ (susuz Na_2SO_4 ile kurutulmuş)



Filtreli Gooch Krozesi

işlem

- Beher ve krozeler $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki etüvde ağırlık sabit oluncaya kadar kurutulur, desikatörde soğutulur ve analitik terazide tam olarak darası alınır.
- Kurutulan ve tartılan beher içine 10 gram tereyağı numunesi tam olarak tartılır.
- Bunzen beki üzerinde yavaş yavaş ısıtılarak eritilir. Fazla sıcaktan kaçınmak gerekir. Isıtma işlemine köpürme sona erinceye kadar devam edilir.
- Beher soğutulur, üzerine 20-25 ml petrol eteri ilave edilir ve yavaş yavaş çevrilerek yağın çözünmesi sağlanır.
- Çözelti ve sediment krozeye aktarılır.
- Petrol eteri ile yapılan işlem ve sonraki işlemler 5 kez tekrar edilir. Kroze $102\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki etüvde 2 saat kurutulur.
- Kurutulan krozeler desikatöre alınır ve soğuması beklenir ve tartılır. Ağırlık değişmeyinceye kadar yarım saat aralarla kurutma, soğutma ve tartma işlemleri tekrarlanır.

Sonucun Değerlendirilmesi

Tereyağın yağsız kurumadde miktarı kütlece % olarak aşağıda görülen eşitlikten hesaplanır:

$$\% \text{ Yağsız kurumadde miktarı} = 100 \times \frac{A-B}{C}$$

Burada;

A = Süzüldükten ve kurutulduktan sonraki krozenin ağırlığını «gram» olarak

B = Krozenin ilk ağırlığını «gram» olarak

C = Alınan tereyağı numunesinin miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Tereyağında Tuz Tayini (Mohr Yöntemi)

Tanımı

Tuzlu tereyağlarında bulunan klorürün sodyum klorür olarak kütlece % miktarını ifade eder.

Yöntemin Amacı

Tereyağına öngörülenden fazla tuz ilavesi genellikle hile amacıyla yapılır. Ayrıca aşırı tuz tereyağın lezzetini maskeler. Bu nedenlerle tereyağında tuz tayini yapılır.

Yöntemin Alanı

Tuz miktarı %0,1'in üzerinde olan tüm tereyağlarında kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Tereyağına kaynar su ilave edilerek, içerdiği klorür ekstrakte edilir. Ekstrakte edilen çözeltideki klorürün potasyum kromat belirtecinden yararlanılarak gümüş nitrat çözeltisi ile titre edilmesi ilkesine dayanır.

Tepkime 2 aşamada gerçekleşir;



Birinci aşamada; gümüş nitrat tuz çözeltisindeki sodyum klorür ile birleşerek beyaz tortulu gümüş klorür oluşur.

İkinci aşamada; Aşağıdaki eşitlikte de görüldüğü gibi ortamdaki sodyum klorürün tamamı tepkimeye girdikten sonra potasyum kromat ile gümüş nitrat birleşerek turuncu-kahverengi görünümündeki gümüş kromat oluşur. Beyaz rengin turuncu-kahverengine dönüşmesi ortamdaki tuzun tamamının bağlandığının göstergesidir.



Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Analitik terazi
- Titrasyon kabı
- Silindir: 100 ml hacminde ve taksimatlı
- Pipet: 2,0 ml'lik
- Büret: 50 ml hacimli

Ayıraç ve Çözeltiler

- Gümüş nitrat çözeltisi (AgNO_3): 0,08-0,10 mol/l konsantrasyonda (eğer çözelti litrede 14,53 gram 80,0885 mol/l) AgNO_3 içerecek şekilde hazırlanır 1 ml çözelti 5 mg sodyum klorüre eşdeğerdir. Böylece tereyağının tuz miktarının hesaplanması daha kolay olur)
- Potasyum kromat indikatör çözeltisi %5'lik (K_2CrO_4): 50 gram K_2CrO_4 1000 ml su içerisinde çözündürülerek hazırlanır.

Örneğin Hazırlanması

- Analiz edilecek tereyağı numunesi ağzı kapalı bir kaba konur ve 39°C 'yi geçmeyen su banyosunda tercihen $23-28^\circ\text{C}$ arasında sık sık çalkalanmak suretiyle homojen hale getirilir.
(Not: Sıcaklık fazla olursa yağın emülsiyon durumunun bozulma tehlikesi vardır).
- Numune kabı su banyosundan çıkarılır ve soğumaya terk edilir. Örnek koyu krema kıvamında görününceye kadar soğutulur. Bu arada kısa aralarla fakat kuvvetlice çalkalanır. Bu amaçla mekanik bir karıştırıcıdan da yararlanılabilir.

İşlem

- Hazırlanan örnekten doğrudan titrasyon kabına $5 \pm 0,01$ gram duyarlılıkta tartılır.
- Örnek üzerine ya 100 ml kaynamış damıtık su dökülür yada 100 ml damıtık su ilave edildikten sonra kaynama noktasına kadar ısıtılır.
- Arada sırada çevirmek suretiyle 10 dakika süre içerisinde titrasyon sıcaklığı olan $50-55^{\circ}\text{C}$ 'ye inmesi sağlanır.
- Titrasyon kabı içeriği iyice karıştırıldıktan sonra üzerine 2 ml %5'lik potasyum kromat indikatör çözeltisinden eklenir ve gümüş nitrat çözeltisi ile 30 saniye sabit kalabilen turuncu kahverengi meydana gelinceye kadar titre edilir. Titrasyon sırasında erlen sürekli olarak çevrilerek karıştırılır. Harcanan gümüş nitrat miktarı «ml» olarak belirlenir.

Tanık Deney

Yağ numunesi konulmadan aynı çözeltilerden aynı miktarda kullanılmak suretiyle yukarıda anlatılan işlemler tanık deney için de uygulanır. Tanık deneye harcanan gümüş nitrat miktarı «ml» olarak belirlenir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Hesaplama paralel sonuçların ortalaması alınır. Tereyağın tuz miktarı % kütle olarak aşağıda görülen eşitlikten hesaplanır:

$$\% \text{ Tuz miktarı} = \frac{58,5 \times (V_1 - V_0) \times T}{1000 \times m} \times 100$$

Burada;

V_1 = Esas deneyde sarf edilen gümüş nitrat çözeltisinin miktarını «ml» olarak,

V_0 = Tanık deneyde sarf edilen gümüş nitrat çözeltisinin miktarını «ml» olarak,

T = Gümüş nitrat çözeltisinin tam normalitesini

m = Alınan örnek miktarını «gram» olarak simgelemektedir.

Eğer gümüş nitrat çözeltisi litrede 14,53 gram içerecek şekilde hazırlanır ve tereyağı örneği $5 \pm 0,01$ gram olarak tartılırsa tereyağın tuz miktarı daha basit bir şekilde hesaplanabilir.

Bu durumda;

$$\% \text{ Tuz miktarı} = \frac{(V_1 - V_0)}{10} \text{ Olur.}$$

Burada;

V_1 = Esas deneyde sarf edilen gümüş nitrat çözeltisinin miktarını «ml» olarak,

V_0 = Tanık deneyde sarf edilen gümüş nitrat çözeltisinin miktarını «ml» olarak simgelemektedir.

Her iki durumda da sonuç %0,001 yaklaşımla ifade edilir.

Öneriler

- Tereyağı örneğinin tartıldığı materyal klorür iyonları içermemelidir. Eğer içeriyorsa sonucu etkileyecek düzeyde olmamalıdır. Tartım için filtre kağıdı kullanılması önerilmez.
- Titrasyon, çözelti sıcakken yada soğutulduktan sonra yapılabilir. Ancak bu işlemin Laboratuarda standart hale getirilmesi yararlı olur. En iyisi titrasyonun her zaman yöntemde verilen sıcaklık derecesinde yapılmasıdır.
- Aynı laboratuarda aynı koşullarda ve aynı kişi tarafından yapılan paralel analizler arasındaki farkın 100 gramda 0,02 gramdan fazla olmaması gerekir. Aynı örneğin farklı laboratuarda ve farklı kişi tarafından yapılan paralel analizleri arasındaki farkın 100 gramda 0,05 gramdan fazla olmaması gerekir.

Pastörizasyon Kontrolü**Tanım**

Tereyağının yeterince pastörize edilip edilmediğini tespit etmek amacıyla alkali fosfataz enziminin aktivite durumunun belirlenmesidir.

Yöntemin Amacı

Alkali fosfataz enziminin aktivitesinin görülmesi hammaddeye uygulanan pastörizasyon işleminin yetersiz olduğunu veya hiç pastörize edilmediğini yada pastörize tereyağına pastörize edilmemiş tereyağı karıştığını gösterir.

Kullanım Alanı

Pastörize edilmiş krema ve tereyağında kullanılır.

Yöntemin İlkesi

Tereyağında bulunması muhtemel sıcaklığa en dayanıklı patojen mikroorganizmalardan biraz daha yüksek pastörizasyon normunda inaktif hale gelen alkali fosfataz enziminin aktif durumda olup olmadığının tespiti ilkesine dayanır. Fosfataz aktivitesinin tespit edilmesi; tereyağına işlenen kremanın ya yetersiz pastörize edildiğinin veya hiç pastörize edilmediğinin yada pastörize tereyağına pastörize edilmemiş tereyağının karıştırıldığının kanıtı olarak kabul edilir.

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Deney tüpü: Şilifli
- Huni: 5 cm çapında
- Filtre kağıdı: Whatman 45 ve 2 numara
- Su banyosu
- Spektrofotometre ve spektro tüpü



Spektrofotometre

Ayıraç ve Çözeltiler

- a) Çözeltilerin hazırlanmasında kullanılan damıtık suyun kaynatılmış ve soğutulmuş olması gerekir
- b) Fenol çözeltileri dışında deneyde kullanılacak bütün reaktiflerde, cihazlarda, tıpalarda fenol bulunmaması ve fenol ile temas edilmemesi gerekir.
- Baryum borat-hidroksit tampon çözeltisi: 500 ml'lik bir balon jojeye tartılan 25,0 gram baryum hidroksit ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), damıtık suda çözündürülür ve 500 ml'ye tamamlanır. Başka bir balon jojeye 11,0 gram borik asit (H_3BO_3) tartılır, damıtık suda çözündürülür ve 500 ml'ye tamamlanır. Bu iki çözelti 50°C 'ye ısıtılır ve karıştırılır. Karışım hızlıca 20°C 'ye soğutulur ve pH'sı baryum hidroksit çözeltisi ile $10,6 \pm 0,1$ 'e ayarlanır. Çözelti süzildükten sonra koyu renkli bir şişeye konarak ağzı sıkıca kapatılır.
- Renk değiştiren tampon çözelti: 20 gram saf NaCl ve 12,6 gram $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ veya 6,0 gram sodyum metaborat (NaBO_2) damıtık suda çözündürülür ve 1000 ml'ye tamamlanır. Çözeltinin pH'sı 25°C 'de $9,8 \pm 0,15$ olmalıdır.

- BQC (2,6-dibromkuinonkloramid) çözeltisi: 40 mg 2,6-dibromkuinonkloramid (BQC) ($\text{O}=\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2=\text{NCl}$), 10 ml %96'lık etilalkolde çözündürülür. Koyu renkli damlalıklı bir şişeye aktarılır ve 1 ay süreyle buzdolabında muhafaza edilebilir. Çözeltinin rengi kahverengiye dönüştüğü takdirde kullanılmamalıdır.
- Renk değiştiren tampon çözelti: 20 gram saf NaCl ve 12,6 gram $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ veya 6,0 gram sodyum metaborat (NaBO_2) damıtık suda çözündürülür ve 1000 ml'ye tamamlanır. Çözeltinin pH'sı 25°C 'de $9,8 \pm 0,15$ olmalıdır.
- Substrat tampon çözeltisi: 4,5 ml renk geliştiren çözelti içerisinde 0,5 gram disodyumfenilfosfat ($\text{Na}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) çözündürülür. Üzerine 2 damla BQC çözeltisi damlatılır ve oda sıcaklığında 30 dakika bekletilir. Meydana gelen renk 2,5 ml butanol-1 (BuOH) ilavesinden sonra ekstrakte edilir ve bir süre dinlendirilir. Butanol-1 ayrıldıktan sonra üstte toplanan alkol bir damlalıkla alınır. Gerektiği takdirde ekstraksiyon işlemi tekrarlanır. Çözelti buzdolabında birkaç gün muhafaza edilebilir. Fenolden arındırılmış çözelti kullanılmadan önce 100 ml'lik bir balon jojeye 1 ml alınır ve baryumborat hidroksit tampon çözeltisi ile çizgisine kadar tamamlanarak seyreltilir.

- Çinko sülfat çözeltisi (%6'lık): 6 gram çinko sültat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 100 ml damıtık suda çözündürülür.
- Renk seyreltme tampon çözeltisi: 100 ml'lik bir balon jojeye 10 ml renk değıştiren tampon çözeltisinden konur ve çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanarak seyreltilir.
- Bakır sülfat çözeltisi: 100 ml'lik bir balon jojeye 0,05 gram bakır sülfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) tartılır, damıtık suda çözündürülür ve çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanarak seyreltilir.
- Fenol standart stok çözeltisi: 100 ml'lik bir balon jojeye 200 ± 2 mg saf susuz fenol aktarılır, damıtık su ile çözölür ve çizgisine kadar tamamlanarak karıştırılır. Bu çözelti buzdolabı koşullarında birkaç hafta bozulmadan muhafaza edilebilir.

- Fenol kıyaslama çözeltileri: Fenol standart stok çözeltisinden 10 ml alınır ve damıtık su ile 1000 ml'ye tamamlanır ve karıştırılır. Bu çözeltinin 1 ml'si 10 μg (0,00001 g) veya 10 ünite fenol içerir. Eğri çiziminde kullanılmak üzere bu standart çözeltiden yararlanılarak daha seyreltik çözeltiler hazırlanır. Örneğın bu çözeltiden 5, 10, 20, 30, 40 ve 50 ml alınıp 100 ml'ye tamamlamak suretiyle değışik dilüsyonlar hazırlanabilir. Bu standart çözeltiler buzdolabında 1 hafta süre ile muhafaza edilebilirler. Bu durumda;

*5 ml'si damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanarak ml'deki fenol değeri 0,5 μg
 10 ml'si damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanarak ml'deki fenol değeri 1,0 μg
 20 ml'si damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanarak ml'deki fenol değeri 2,0 μg
 30 ml'si damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanarak ml'deki fenol değeri 3,0 μg
 40 ml'si damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanarak ml'deki fenol değeri 4,0 μg
 50 ml'si damıtık su ile 100 ml'ye tamamlanarak ml'deki fenol değeri 5,0 μg olur.*

- Standart eğrinin çizilmesi: Yukarıda hazırlanan 6 seyreltik fenol çözeltisi ve 1 adet tanık deney olmak üzere toplam 7 adet deney tüpü içine 1 ml bakır sülfat çözeltisi, 5 ml seyreltilmiş renk tampon çözeltisi, 3 ml damıtık su ve 0,1 ml BQC çözeltisi eklenip karıştırılır. Oda sıcaklığında 30 dakika bekletilerek renk oluşumu sağlanır ve spektro tüplerine aktarılarak spektrofotometrede 610 nm dalga boyunda optik yoğunlukları (absorbans değerleri) belirlenir. Tespit edilen absorbans değerleri, standart çözeltilerin μg fenol değerlerine karşılık işaretlenmek suretiyle standart eğri çizilir.

İşlem

- Analize alınacak tereyağı yüzeyinin altından temiz bir spatül veya bıçak yardımıyla bir miktar tereyağı örneği alınır ve $2,5 \text{ cm}^2$ 'lik mumlu kağıt üzerine tam olarak 1 gram örnek tartılır. Kağıdı ile birlikte bir tüpe konur.
- Kontrol amacıyla tanık deney olarak başka bir tüpe aynı şekilde örnekten tartılır, beherde kaynayan suya iyice daldırılır, tüp içeriğinin sıcaklığı $85-90^\circ\text{C}$ 'ye ulaştığında 1 dakika beklenerek örneğin pastörizasyonu tamamlanır ve oda sıcaklığına soğutulur.
- Örnek ve tanık deney tüpü için aşağıda belirtilen aynı işlemler yapılır.
- Tüplere substrat tampon çözeltisinden 10 ml ilave edilir, kapakları kapatılır ve dikkatlice karıştırılır.
- Tüpler $37-38^\circ\text{C}$ 'ye ayarlanmış su banyosuna konularak 1 saat süreyle inkübe edilir. İnkübasyon sırasında tüplerin zaman zaman çalkalanması yararlı olur.

- Tüpler beherde kaynamakta olan su içerisinde daldırılır ve sıcaklık 85-90°C'ye geldikten sonra bu sıcaklıkta 1 dakika beklenir. Sıcaklık; aynı boyuttaki ve aynı şekildeki 3. bir tüpün içine aynı sıvılar konularak içerisinde daldırılan bir termometre ile kontrol edilebilir.
- Tüpler daha sonra soğuk su banyosuna daldırılarak oda sıcaklığına soğutulur. Proteinleri çöktürmek amacıyla tüpler içerisinde 1 ml çinko çöktürme çözeltisi ilave edilir ve iyice karıştırılır. Karışımın pH değerinin 9,1 olup olmadığı kontrol edilir.
- Daha sonra tüp içerikleri 5 cm çaplı huni ve Whatman 42 veya ve Whatman 2 filtre kağıdı ile süzülür. İlk damlalar dışarı alındıktan sonra tüp içerisine 5 ml süzüntü toplanır.
- Süzüntü üzerine 5 ml renk geliştirme çözeltisi ilave edilir. Bu karışımın pH değeri 9,3-9,4 olmalıdır.
- Tüp içerisine 4 damla BQC çözeltisi ilave edildikten sonra dikkatlice karıştırılır ve renk oluşumu için 30 dakika süreyle oda sıcaklığında bekletilir.

- Tanık ve test örneklerinin renk yoğunlukları 610 nm dalga boyunda spektrofotometrede okunur. Tanık için okunan absorbens değeri örneklerin absorbens değerinden çıkarılır ve sonra standart eğrideki bu absorbens değerlerine karşılık gelen fenol miktarları μg fenol /0,5 gram tereyağı olarak bulunur.

Sonucun Değerlendirilmesi

Fosfataz testi sonucunda 1 gram numunede 4 μg 'dan çok fenol değeri gösteren tereyağı numuneleri pastörize edilmemiş olarak kabul edilir.

Tereyağında Reichert-Meissl Sayısının Tayini

Tanım

Reichert-Meissl sayısı; 5 gram yağdaki küçük moleküllü (karbon sayısı az), suda çözünen ve su buharı ile uçan yağ asitlerinin nötralizasyonu için harcanan 0,1 N NaOH'in ml olarak miktarıdır.

Yöntemin Amacı

Tereyağların diğer yağlarla hileli olup olmadığını tespiti amacıyla yapılır.

Kullanım Alanı

Kahvaltılık tereyağları, mutfak tereyağları ve sadeyağda kullanılır.

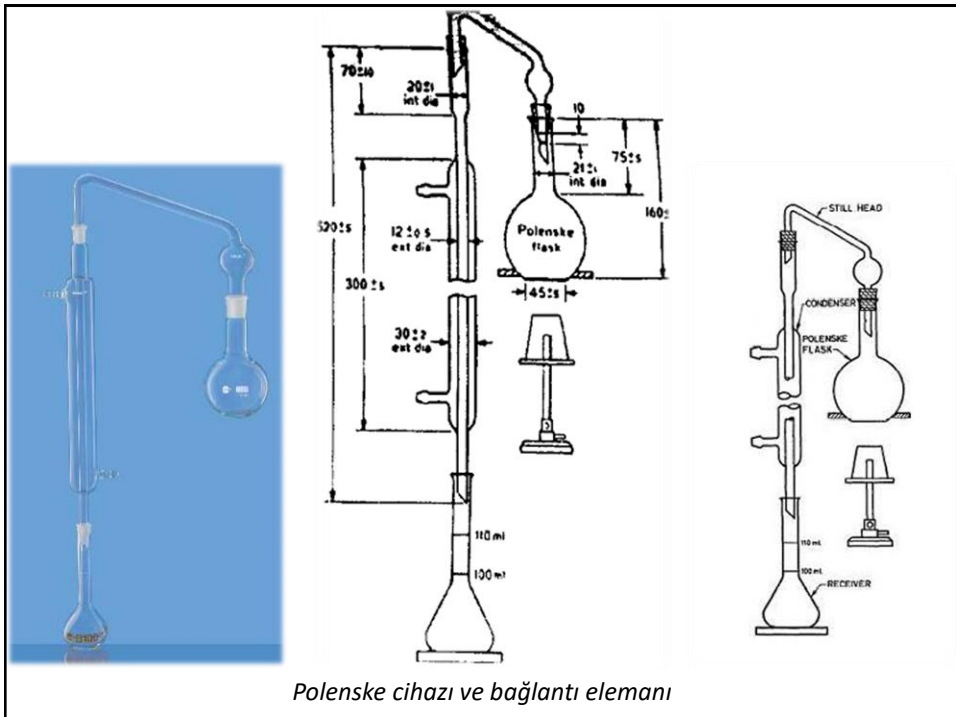
Yöntemin İlkesi

Süt yağı için karakteristik olan düşük moleküllü suda çözünen ve su buharı ile uçan yağ asitlerinin miktarının titrasyon yoluyla belirlenmesi ilkesine dayanır.

	"C" Sayısı	Su buharı ile	Suda erime durumu	Oda ısısında	Erime noktası °C	Kaynama noktası °C
%60 (A) DOYMUŞ YAĞ ASİTLERİ						
Bütirik	4	Uçucu	Erir	Sıvı	-7,9	162,5
Kapronik	6	Uçucu	Az erir	Sıvı	-3,9	205,4
Kaprilik	8	Uçucu	Az erir	Sıvı	16,3	239,3
Kaprinik	10	Uçucu	Çok az erir	Sıvı	31,3	268,7
Lavrinik	12	Az uçucu	Erimez	Katı	44	142
Miristik	14	Çok az uçucu	Erimez	Katı	54,4	199
Palmitik	16	Uçmaz	Erimez	Katı	62,9	139
Stearik	18	Uçmaz	Erimez	Katı	69,6	160
Archinik	20	Uçmaz	Erimez	Katı	75,5	
%40 (B) DOYMAMIŞ YAĞ ASİTLERİ						
Palmito-oleik	16:1	Uçmaz	erimez	sıvı	0,5	
Oleik	18:1	Uçmaz	erimez	sıvı	16,3	201
Linonik	18:2	Uçmaz	erimez	sıvı	-3,0	202
Linoleik	18:3	Uçmaz	erimez	sıvı	-14,4	158
Arasidonik	20:4	Uçmaz	erimez	sıvı		

Araç-Gereç ve Yardımcı Maddeler

- Damıtma balonu: 300 ml'lik 16 cm boyunda dibi düz
- Damıtma aygıtı ve bağlantı elemanı: Polenske cihazı ve bağlantı elemanı
- Toplama balonu: 100 ve 110 ml'lik hacimleri işaretlenmiş uzun boyunlu ve küçük
- Filtre kağıdı: Whatman No: 4 veya No: 41 veya Borcham Green 801
- Sünger taşı



Ayır   ve   zeltiller

- Gliserin: $d = 1,26 \text{ g/ml}$ ve %98 m/m
- Sodyum hidroksit   zeltisi: %44 m/m, bir    ede karbondioksitten korunarak muhafaza edilir.
- Sodyum hidroksit   zeltisi: 0,1 N fakt  rlenmi  
- S  lf  rik asit   zeltisi: Yakla  ık normalitesi (1 N)
- Fenolftalein indikat  r   zeltisi: %95-96'lık alkolde hazırlanmı   %1'lik
- Damıtık su: 15 dakika kaynatılmı  , karbondioksit i  ermeyen su

  rne  in Hazırlanması

Test edilecek tereya     rne  i 50-60  C'de dikkatlice eritilir. Bu sıcaklıkta 2-3 saat kadar bekletilir. Sonra ya   fazı kaba filtre ka  ıdından s  z  lerek tortusundan ve suyundan ayrılır. S  z  nt   berrak olmadı  ı durumlarda s  zme i  lemi tekrarlanır. Bu   ekilde sıvı s  t ya  ı   rne  i analizde kullanılır.



Su banyosu

İşlem

- Tortusundan ve suyundan ayrılmış süt yağı numunesinden $5 \pm 0,01$ gram 300 ml'lik dibi düz damıtma balonuna alınır.
- Üzerine 16 ml (20 gram) derişik gliserin ve 2 ml %44'lük NaOH çözeltisi ilave edilir.
- Balon hafif alev üzerinde gezdirilerek ve çalkalanarak balon içeriğinin sabunlaşması sağlanır. Isıtma işlemine; köpükler tamamen ortadan kalkıncaya sıvı berraklaşıp limon sarısı bir renk alıncaya kadar devam edilir. Isıtma işlemi sırasında köpüğün taşmamasına ve balon içeriğinin aşırı ısınmamasına dikkat edilmelidir.
- Balon bir asbest üzerine konarak ağzı bir saat camı ile kapatılır ve 90°C 'ye kadar soğuması beklenir

- Bu arada bir miktar damıtık su en az 15 dakika kaynatıldıktan sonra 90°C 'ye soğutulur ve bundan 90 ml alınarak balona dikkatlice ilave edilir ve karıştırılır. Bu arada sabun çözeltisinin berrak açık sarı renkte olup olmadığı kontrol edilmelidir. Rengin bulanık olması sabunlaşmanın yetersiz olduğunu; koyu renkli olması ise ısıtmanın yüksek derecede yapıldığını gösterir. Bu durumda deneyin tekrarlanması gerekir.
- Düzenli bir damıtmanın olabilmesi için balon içine 0,6-0,7 gram civarında sünger taşı ve 50 ml 1 Normal H_2SO_4 eklenir ve balon Polenske damıtma cihazına bağlanır.

- Polenske damıtma cihazının çıkışına yani soğutucunun altına 100 ml ve 110 ml'lik yerleri işaretlenmiş toplama balonu yerleştirilir. Bunzen beki yakılarak damıtma işlemi yapılır.
Not: Damıtma işleminin düzenli gidebilmesi için işlem sırasında dikkat edilmesi gerekli kritik noktalar mevcuttur. Bunlar sırasıyla;
 - a) *Damıtma cihazının şekilde belirtilen boyutlarda kurulmuş olması*
 - b) *Balonun altına konan tel kafesin alevin doğrudan balona vurması amacıyla 6,5 cm çapında bir daire şeklinde kesilmesi*
 - c) *Alevin damıtma işlemini 19-21 dakikada tamamlayacak şekilde ayarlanması*
 - d) *Soğutma suyu akımının destilat sıcaklığının $20\pm 1^{\circ}\text{C}$ olacak şekilde ayarlanması gerekir*
- Damıtma işlemi sona erdiği zaman yani toplama balonunda yaklaşık 110 ml destilat toplandığı zaman soğutma suyu ve bunzen beki kapatılır. Son andaki damlalarla balon 110 ml çizgisine kadar doldurulur ve cihazdan uzaklaştırılır. Kalan damlalar bir erlen içinde toplanabilir.

- Balonun ağzı bir mantarla kapatıldıktan sonra 110 ml seviyesine kadar 20°C 'lik su banyosuna daldırılır ve 10-15 dakika bekletilir.
- Su banyosundan alınan balonun çevresi kurulanır, seviyesi kontrol edilir. Eğer seviyede düşme varsa damıtık su ile tamamlanır ve karıştırılır. Karıştırma sırasında mantarın çözünmeyen asitlerle bulaşmamasına özen gösterilmelidir.
- Balonda toplanan su buharıyla uçan ve suda çözünen yağ asitleri ile suda çözünmeyen yağ asitlerini ayırmak için destilat Whatman 4 nolu filtre kağıdından 100 ml işaretli bir balona süzülür. Süzüntü berrak olmadığı takdirde süzme işlemi birkaç kez tekrarlanır.
- Berrak süzüntüden 100 ml bir erlene alınır ve üzerine %1'lik fenolftalein indikatör çözeltisinden 0,5 ml ilave edildikten sonra 0,1 N NaOH ile 30 saniye sabit kalabilen açık pembe renge kadar titre edilir.

- Tanık Deney: Sonucun hassasiyeti açısından tanık deney yapılması gerekir. Yağ örneği olmadan hazırlanan tanık deneyde harcanan alkali miktarı yağlı numunede harcanan miktardan çıkarılır ve hesaplamada bu son değer kullanılır. Tanık deneyde harcanan miktar 0,5 ml'yi geçtiği takdirde bütün araç-gereç ve çözeltiler gözden geçirildikten sonra deney tekrarlanır.

Sonucun Hesaplanması

Tereyağın Reichert-Meissl sayısı aşağıda görülen eşitlikten yararlanılarak hesaplanır:

$$RM = 11 \times N \times (V_1 - V_0)$$

Burada;

V_1 = Yağlı numunenin titrasyonda harcanan 0,1N NaOH miktarını «ml» olarak

V_0 = Tanık deney için harcanan 0,1N NaOH miktarını «ml» olarak

N = Titrasyonda kullanılan NaOH çözeltisinin normalitesini

11 = 100 ml destilat için belli normalitedeki NaOH miktarının 110 ml destilat ve tam 0,1 N NaOH'e karşılık gelen miktarı bulmakta kullanılan faktörü simgelemektedir.

Sonucun Değerlendirilmesi

Süt yağının Reichert-Meissl sayısı ortalama 27 olup, 23-33 arasında değişir. Kahvaltılık ve mutfak tereyağlarında bu değerin 24'ün altında bulunması tereyağının çeşitli yağlarla katkılı olduğunun göstergesi olarak kabul edilir.

İyot Değeri ve Refraktometre İndeksi

İyot değeri, 100 gram tereyağındaki yağın absorbe ettiği iyodun gram olarak değerini verir. Refraktometre indeksi kırılma derecesini verir, refraktometre ile ölçülür. İyot değeri ve refraktometre indeksi tereyağındaki doymamış yağ asitlerinin miktarını gösterir. Bunların erime noktası doymuş yağ asitlerinden daha düşüktür.

Refraktometre indeksi 40°C'de ölçüldüğünde şu formülle hesaplanır.

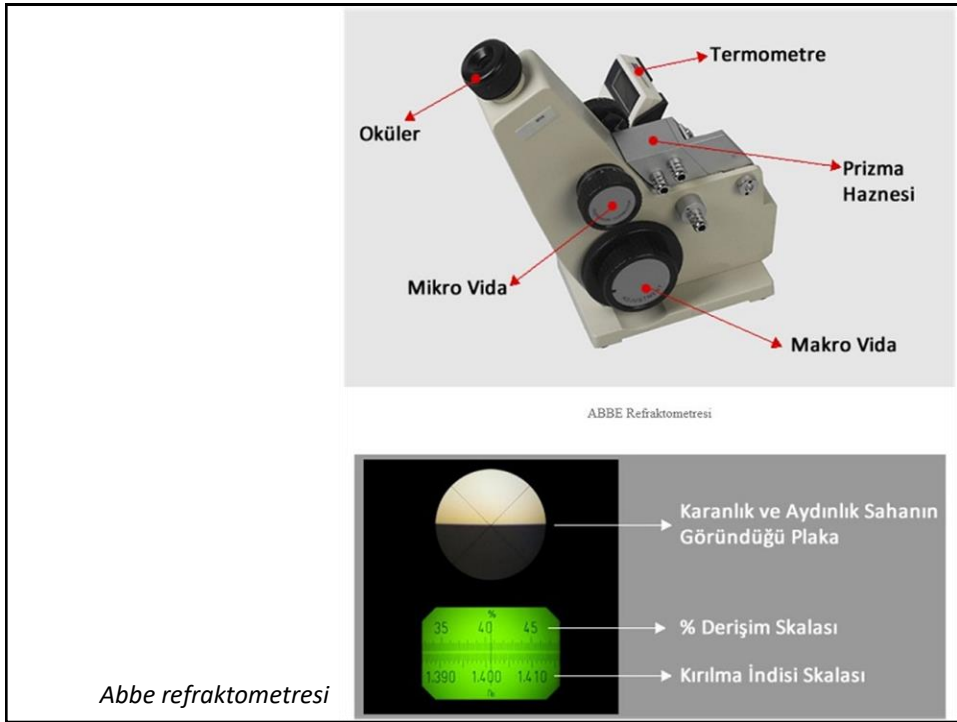
$$\text{İyot Değeri} = 3,81 \times \text{refraktometre indeksi} - 128,85$$

İyot değeri ve refraktometre indeksi arasındaki ilişki aşağıdaki tabloda verilmiştir.

İyot Değeri ve Refraktometre indeksi arasındaki ilişki

İyot Değeri	Refraktometre indeksi
26	40.6
27	40.9
28	41.2
29	41.4
30	41.7
31	42.0
32	42.2
33	42.5
34	42.7
35	43.0
36	43.3
37	43.5
38	43.8
39	44.1
40	44.3
41	44.6
42	44.8





KAYNAKLAR;

1. Süt ve Mamülleri Analiz Yöntemleri (Duyusal, Fiziksel ve Kimyasal Analizler, Prof.Dr. Mustafa METİN, Ege Üniversitesi Yayınları, 2012, ISBN: 978-975-97841-0-2
2. Süt Teknoloğunun El Kitabı.Prof. Dr. Mehmet Demirci Prof. Dr. Hüznü Gündüz. 2004. Hasad Yayınevi. ISBN:9789758377312
3. Süt Teknolojisi. Prof.Dr. Atilla YETİŞMEYEN. 2005. Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları. ISBN:975-482-270-0
4. Gıda Analizleri. Beyza Ulusoy, Canan Hecer. 2015. Dora Yayıncılık ISBN: 9786059929226
5. Temel Gıda Analizleri. Vildan Uylaşer , Fikri Başoğlu. 2011. Dora Yayıncılık ISBN: 9786059666381
6. Süt ve Süt Ürünleri Analiz Yöntemleri. Hatice Şanlıdere Aloğlu (Editör), Zübeyde Öner (Editör). 2018. Sidaş Yayınevi ISBN: 978-605-5267-44-5