

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

OKALİPTUS UÇUCU YAĞININ *SACCHAROMYCES CEREVISIAE* İLE
ENKAPSÜLASYONU VE TEKSTİL MATERYALİNE UYGULANARAK
ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK KAZANDIRILMASININ ARAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Behlül Ertuğrul ŞENGÜL

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Emir TOSUN

ŞUBAT - 2021

T.C
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

OKALİPTUS UÇUCU YAĞININ *SACCHAROMYCES CEREVISIAE* İLE
ENKAPSÜLASYONU VE TEKSTİL MATERYALİNE UYGULANARAK
ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK KAZANDIRILMASININ ARAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Behlül Ertuğrul ŞENGÜL
36183615069

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Emir TOSUN

ŞUBAT - 2021

TEŞEKKÜR VE ÖNSÖZ

Yüksek lisans tezimin tüm aşamalarında yardım, bilgi, tecrübe ve desteklerini esirgemedi benimle paylaşan danışman hocam Sayın Dr.Öğr.Üyesi Emir TOSUN'a,

Bütün hayatım boyunca bana kattıklarından dolayı sonsuz saygı ve sevgi duyduğum beni ben yapan aileme,

Manevi ailem olarak bildiğim Muğladaki ailem Güner ve Mehmet AKMAN'a

Tezin antimikrobiyal alanındaki çalışmalarında laboratuvarlarının tüm olanaklarını sunan İnönü Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Dr.Öğr.Üyesi Tuğçe BİLENLER'e,

Antibakteriyel testlere ilişkin deneylerde yardımını esirgemeyen değerli arkadaşım Şeyma ÇOLAKDALCI'ya,

Tekstil alanında yapılan çalışmalarda hiçbir desteği esirgemedi sunan Nihan KARAKAPLAN'a,

Tez çalışmam sırasında beni yalnız bırakmayan değerli arkadaşlarım Abdulkadir BAKIRDÖVEN, Feyza OMAÇ ve Hüseyin KARAKURT'a,

FYL-2020-2167 No'lu proje kapsamında desteklerinden dolayı İnönü Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne,

teşekkür ederim.

ONUR SÖZÜ

Yüksek lisans tezi olarak sunduđum “Okalıptus Uçucu Yađının *Saccharomyces Cerevisiae* İle Enkapsülasyonu Ve Tekstil Materyaline Uygulanarak Antibakteriyel Özellik Kazandırılmasının Araştırılması” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığına ve yararlandığım bütün kaynakların hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuđunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.

Behlül Ertuđrul Şengül



İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR VE ÖNSÖZ	i
ONUR SÖZÜ	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
TABLolar DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
SEMBOLLER VE KISALTMALAR	viii
ÖZET	ix
ABSTRACT	x
1 GİRİŞ.....	1
2 KURAMSAL BİLGİLER.....	3
2.1 Okaliptus.....	3
2.2 Uçucu Yağlar	5
2.2.1 Uçucu yağ elde etme yöntemleri	5
2.2.2 Uçucu yağ verimine etki eden faktörler	11
2.2.3 Okaliptus uçucu yağı	11
2.3 Enkapsülasyon	12
2.3.1 Mikro enkapsülasyon.....	12
2.3.2 Nano enkapsülasyon	13
2.3.3 Enkapsülasyon teknikleri.....	13
2.4 Ekmek Mayası (<i>Saccharomyces Cerevisiae</i>).....	15
2.5 Tekstilde Enkapsülasyon Uygulamaları Bitim (Apre) İşlemleri ve Testleri	16
2.5.1 Yaş bitim işlemleri	16
2.5.2 Mekanik (Kuru) bitim işlemleri.....	17
2.5.3 Tekstil materyaline uygulanan testler.....	17
2.6 Çalışmada Kullanılan Kurutma Yöntemleri	18
2.6.1 Mikrodalga ile kurutma	18
2.6.2 Gölgede kurutma	18
2.6.3 Dondurarak kurutma.....	19
2.6.4 Vakum kurutma	19
2.7 Antibakteriyel Aktivite	20
3 LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	22
4 MATERYAL VE DENEYSEL YÖNTEMLER	28
4.1 Materyal.....	28
4.1.1 Bitkisel materyal.....	28
4.1.2 Kimyasallar.....	29

4.1.3	Cihazlar.....	30
4.1.4	Tekstil materyali ve Mikrokapsül uygulanmasında kullanılan kimyasallar..	31
4.2	Metot.....	32
4.2.1	Okaliptüs yapraklarının kurutulması	32
4.2.2	Başlangıç nem miktarı tayini.....	33
4.2.3	Hidrodestilasyon ile uçucu yağ eldesi	34
4.2.4	Uçucu yağ yoğunluğunun belirlenmesi	36
4.2.5	GC-MS analizi.....	36
4.2.6	Maya plazmoliz	37
4.2.7	Enkapsülasyon işlemi	40
4.2.8	Mikrokapsüllerin Etkinlik Analizi.....	41
4.2.9	Mikrokapsüllerin karakterizasyonu	43
4.2.10	Mikrokapsüllerden Uçucu Yağ Salım Çalışmaları.....	43
4.2.11	Mikrokapsüllerin tekstil materyaline uygulanması ve testleri.....	43
4.2.12	Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu	45
4.2.13	Uçucu yağ, mikrokapsül ve mikrokapsül yüklü kumaşa ilişkin antibakteriyel aktivite testleri	46
5	BULGULAR VE TARTIŞMA	51
5.1	Uçucu Yağ Bileşiminin GC-MS ile Tayininden Elde Edilen Sonuçlar.....	51
5.2	Enkapsülasyon işlemi ve etkinliği belirlenmesi.....	57
5.2.1	Yağ tutma oranı (YO).....	58
5.2.2	Mikrokapsül yüzey yağ miktarı ve enkapsülasyon etkinliği	58
5.2.3	Yükleme kapasitesi.....	59
5.3	Mikrokapsüllerin karakterizasyonu	59
5.3.1	Mikrokapsüllerin SEM ile partikül boyut dağılımı ve yüzey morfolojisi	59
5.3.2	Optik mikroskop görüntüleri	60
5.4	FTIR analiz sonuçları.....	61
5.5	Mikrokapsüllerin sıcaklığa bağlı salım davranışı	62
5.6	Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu	73
	Mikrokapsüllerin aplike edilmiş/yüklenmiş kumaşlara ait SEM Görüntüleri.....	73
5.7	Sürtme ve kopma dayanımı test sonuçları	80
5.8	Antibakteriyel Aktivite	81
5.8.1	Minimum inhibisyon konsantrasyonunun (MIC/MİK) belirlenmesi	81
5.8.2	Kumaşların antibakteriyel aktivite testleri.....	82
6	SONUÇLARA İLİŞKİN YORUMLAR VE ÖNERİLER	84
	KAYNAKÇA.....	86
	ÖZGEÇMİŞ	91

TABLolar DİZİNİ

Tablo 4.1. DeneYlerde kullanılan kimyasallara ilişkin bilgiler.....	29
Tablo 4.2. DeneYlerde kullanılan cihazlara ilişkin bilgiler.....	30
Tablo 4.3. Mikrokapsüllerin uygulandıĐı denim kumaşlara ait bilgiler.....	31
Tablo 4.4. Mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanması sırasında kullanılan kimyasallara ait bilgiler.....	32
Tablo 4.5. Kurutma yöntemine ve toplama zamanına göre uçucu yağ miktarları.....	35
Tablo 4.6. Üretilen mikrokapsüllerin kodları ve içerikleri.....	41
Tablo 4.7. Mikrokapsüllerin tekstil materyaline uygulanma koşulları.....	44
Tablo 4.8. MIC Belirlemede kullanılan Uçucu yağ, FBI (Fresh broth+%10DMSO).	47
Tablo 4.9. MIC Belirlemede kullanılan Uçucu yağ yüklü mikrokapsül, FB(Fresh broth) ve son konsantrasyon deĐerleri.....	48
Tablo 5.1. E2019-Y kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi.....	52
Tablo 5.2. E2019-OK kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi.....	53
Tablo 5.3. E2019-180 kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi.....	54
Tablo 5.4. E2019-720 kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi.....	55
Tablo 5.5. T2020-OK kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi.....	57
Tablo 5.6. Üretilen mikrokapsüllerin uçucu yağ içeriĐi.....	58
Tablo 5.7. Yüzey yağ analizi.....	58
Tablo 5.8. Plazmolize mayaların yükleme kapasitesi.....	59
Tablo 5.9. Okaliptus uçucu yağının 120°C sıcaklıkta uçuculuĐuna ait parametre ve performans deĐerleri.....	63
Tablo 5.10. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 70°C sıcaklıkta salım davranışına ait parametre ve performans deĐerleri.....	65
Tablo 5.11. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 120°C sıcaklıkta salım davranışına ait parametre ve performans deĐerleri.....	66
Tablo 5.12. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 130°C sıcaklıkta salım davranışına ait parametre ve performans deĐerleri.....	67
Tablo 5.13. SıcaklıĐa baĐlı olarak mikrokapsüllerden uçucu yağ salım hızlarının karşılaştırılması.....	68
Tablo 5.14. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 70°C sıcaklıkta radyal salım davranışına ait parametre ve performans deĐerleri.....	70
Tablo 5.15. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 120°C sıcaklıkta radyal salım davranışına ait parametre ve performans deĐerleri.....	71
Tablo 5.16. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 130°C sıcaklıkta radyal salım davranışına ait parametre ve performans deĐerleri.....	72
Tablo 5.17. SıcaklıĐa baĐlı olarak mikrokapsüllerden uçucu yağ difüzyon katsayıları.....	73
Tablo 5.18. Denim kumaş için kopma testine ilişkin veriler.....	80
Tablo 5.19. Pamuklu kumaş için kopma testine ilişkin veriler.....	80
Tablo 5.20. Antibakteriyel aktivite test sonuçları (MIC/MİK).....	82

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Okaliptus ağaçları.	3
Şekil 2.2. Okaliptus camaldulensis yaprakları.	4
Şekil 2.3. Clevenger aparatı.	6
Şekil 2.4. Buhar damıtma ünitesi.	7
Şekil 2.5. Su ve buhar damıtma sistemi.	7
Şekil 2.6. Hidrodifüzyon sistemi.	8
Şekil 2.7. Sokselet düzeneği.	9
Şekil 2.8. Katı faz mikroekstraksiyon enjektörü.	11
Şekil 2.9. Çekirdek ve kabuk materyal.	12
Şekil 2.10. Liyofilizatör cihazı.	14
Şekil 2.11. Maya hücresi.	16
Şekil 2.12. Ramöz makinaları a:İşletme tipi ramöz makinası b:Labaratuvar tipi ramöz makinası.	17
Şekil 2.13. Kuru bitim işlem makinaları a:Açık en sanfor makinası b:Şardon makinası c:Tüp sanfor makinası.	18
Şekil 2.14. Gölgede kurutma.	19
Şekil 2.15. Labaratuvar tipi vakumlu etüv.	20
Şekil 2.16. E.coli bakterisi.	21
Şekil 4.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan bitkisel materyal.	29
Şekil 4.2. Oda koşullarında kurutulmuş yapraklar (E2019-OK).	32
Şekil 4.3. Mikrodalga fırın.	33
Şekil 4.4. OHAUS IR ile Okaliptüs başlangıç nem tayini.	34
Şekil 4.5. Deneylerde kullanılan clevenger düzeneği.	35
Şekil 4.6. Plazmoliz edilmiş mayaların süpernatantları a.%10'luk CaCl ₂ b.%20 NaCl c.%10 NaCl d.%20'luk CaCl ₂	38
Şekil 4.7. Plazmolize maya.	38
Şekil 4.8. Mikrodalga kurutma işlemine tabi tutulmuş maya materyali.	39
Şekil 4.9. Kurutulmuş plazmolize maya kabuk materyaline ait SEM görüntüleri a) Mikrodalga ile kurutma b)Vakumlu etüv ile kurutma.	40
Şekil 4.10. Mathis CH-8156 Pad batch ünitesi.	44
Şekil 4.11. Elektronik krokmetre.	45
Şekil 4.12. Kopma Dayanımı Test Cihazı.	46
Şekil 4.13. MIC Belirleme çalışmasın ait bir görsel a.Uçucu yağ ve <i>E.coli</i> b.Kapsüllenmiş uçucu yağ ve <i>E.coli</i>	49
Şekil 4.14. Kumaşa ait antibakteriyel aktivite testlerine ilişkin yapılan çalışma a.Kesilmiş kumaş numunesi b.Ekim için hazırlanmış agar c.Ependorf tüplerinde bakteriye maruz bırakılmış kumaşlar.	50
Şekil 5.1. Mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri a.Plazmolize kurutulmuş maya kabuk materyali b.Okaliptus uçucu yağı yüklenmiş kapsül.	60
Şekil 5.2. Maya kabuk materyali ve kapsüllere ait mikroskop görüntüsü a. Plazmolize mikrodalga kurutulmuş maya kapsülleri b.Okaliptus uçucu yağı yüklenmiş kapsüller.	60
Şekil 5.3. FTIR Spektrumları a.Okaliptus uçucu yağı b.Yaş maya c.Plazmolize edilmiş Mikrodalga ile kurutulmuş maya d.Okaliptus uçucu yağı yüklenmiş kapsüller.	62
Şekil 5.4. Okaliptus uçucu yağının 120°C sıcaklıkta uçuculuğu.	63

Şekil 5.5. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 70°C sıcaklıkta salım davranışı.....	65
Şekil 5.6. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 120°C sıcaklıkta salım davranışı.....	66
Şekil 5.7. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 130°C sıcaklıkta salım davranışı.....	67
Şekil 5.8. İşlem görmemiş kumaşların SEM görüntüleri a. Denim b. Pamuklu.....	74
Şekil 5.9. Reçete 2'ye göre mikrokapsül yüklenmiş kumaşların SEM görüntüleri a. Denim b. Pamuklu	75
Şekil 5.10. Reçete 3'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaşların SEM görüntüleri a. Denim b. Pamuklu.....	76
Şekil 5.11. Reçete 4'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaş görüntüleri a. Denim b. Pamuklu	77
Şekil 5.12. SEM görüntüleri a. İşlem görmemiş denim kumaş b. Reçete 1'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaş.	77
Şekil 5.13. Reçete 4'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. Denim b. Pamuklu.....	78
Şekil 5.14. Reçete 3'e göre mikrokapsül yüklenmiş pamuklu kumaşın 1 yıkama sonrasına ait SEM görüntüleri	79
Şekil 5.15. SEM görüntüleri a. İşlem görmemiş denim kumaş b. Reçete 1'e göre mikrokapsül yüklenmiş denim kumaşın 1 yıkama sonrası	79
Şekil 5.16. Uçucu yağ MIC/MİK analiz sonucu	81
Şekil 5.17. Uçucu yağ yüklü mikrokapsüllerin MIC/MİK analiz sonucu.....	82

SEMBOLLER VE KISALTMALAR

FB:	Fresh Broth
FBI:	Fresh broth Int
TÖTM:	Turgut Özal Tıp Merkezi
<i>S.cerevisiae</i> :	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>
<i>E.coli</i> :	<i>Escherichia coli</i>
EE:	Enkapsülasyon Etkinliği
<i>S.Aureus</i> :	<i>Staphylococcus Aureus</i>
<i>E. Globulus</i> :	<i>Eucalyptus Globulus</i>
<i>L. Monocytogenes</i> :	<i>Listeria Monocytogenes</i>
<i>P.Gingivalis</i> :	<i>Porphyromonas gingivalis</i>
<i>F.nucleatum</i> :	<i>Fusobacterium nucleatum</i>
<i>E. citriodora</i> :	<i>Eucalyptus</i>
<i>E. deglupta</i> :	<i>Eucalyptus deglupta</i> ,
<i>E. urophylla</i> :	<i>Eucalyptus urophylla</i>
<i>E. maideni</i> :	<i>Eucalyptus maideni</i>
<i>E. microcarpa</i> :	<i>Eucalyptus microcarpa</i>
<i>Globulus L</i> :	<i>Eucalyptus Globulus Labil</i>
Kgf:	Kilogram-kuvvet
dk:	dakika
mL:	mililitre
GC:	Gaz Kromatografi
GC-MS:	Gaz Kromatografisi Kütle Spektroskopisi
PEG:	Polietilen glikol
μ L:	Mikrolitre
W:	Watt
g:	gram
s:	saniye

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

OKALİPTUS UÇUCU YAĞININ *SACCHAROMYCES CEREVISIAE* İLE ENKAPSÜLASYONU VE TEKSTİL MATERYALİNE UYGULANARAK ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK KAZANDIRILMASININ ARAŞTIRILMASI

BEHLÜL ERTUĞRUL ŞENGÜL

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

91+X sayfa

2021

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Emir TOSUN

Bitkilerden elde edilen uçucu yağların tıbbi ve endüstriyel kullanıma sahip olduğu bilinmekte olup bu yağlara olan ilgi ve talep her geçen gün artmaktadır. Son yıllarda tekstil materyallerine fonksiyonellik kazandırılması amacıyla enkapsülendirilerek bitim işlemlerinde kullanılmaktadır. Enkapsülasyonda amaç, uçucu yağların yıkama şartları gibi çevre koşullarına dayanıklı ve uzun süre kullanılmasını sağlamaktır. Bu bağlamda enkapsülasyonda kullanılacak uçucu yağın ve kabuk materyalin özellikleri önemli rol oynamaktadır. Bu çalışmada, Muğla Gökova körfezinde yetişen Okaliptus (*Eucalyptus camaldulensis* Dehn.) ağaç yapraklarından elde edilen uçucu yağın, doğal bir kabuk materyal olan ve çevresel koşullara dayanıklı, ısı stabilitesi yüksek, ekme mayası olarak da bilinen *Saccharomyces cerevisiae* ile enkapsüle edilmesi ve elde edilen enkapsüllerin tekstil materyaline uygulanarak, antibakteriyel özellik kazandırılması amaçlanmıştır. Toplanan yapraklar farklı koşullarda (oda koşullarında kurutma ve mikrodalga kurutma) kurutulmuş, hidrodistilasyon yöntemi kullanılarak uçucu yağları elde edilmiştir. Uçucu yağların kimyasal bileşimi GC/MS analizi ile yapılmıştır. Maya (*Saccharomyces cerevisiae*) ile enkapsülasyon işlemi için öncelikle maya plazmolize edilmiştir. Uçucu yağ, plazmolize maya kabuk materyali ile enkapsüle edilmiş ve SEM ve FT-IR ile karakterizasyonları yapılmıştır. Uçucu yağ yüklenen mikrokapsüller emdirme metodu kullanılarak fularda pamuklu kumaşa aplike edilmiş, yıkama dayanımları ve kopma mukavemeti, aşınma dayanımı, kuru ve yaş sürtme haslığı gibi performans özellikleri incelenmiştir. Yıkama öncesi ve sonrası mikrokapsüllerin kumaş üzerindeki tutunmaları SEM görüntüleriyle gözlemlenmiştir. Aplikasyon işleminin başarılı olduğu fakat yıkama sonrası mikrokapsüllerin büyük bir kısmının kumaşlardan uzaklaştığı görülmüştür. Okaliptus uçucu yağının ve uçucu yağ yüklenmiş mikrokapsüllerin yapılan testler sonucunda antibakteriyel etkiye sahip olduğu, uçucu yağ içeren mikrokapsül yüklenmiş kumaşların ise yıkama haslıklarının düşük olmasına bağlı olarak beklenen oranda antibakteriyel etkiye sahip olmadığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Okaliptus, Uçucu yağ, Enkapsülasyon, Maya, Tekstil, Antibakteriyel Etki

ABSTRACT

Master Thesis

INVESTIGATION OF THE GAINING ANTIBACTERIAL PROPERTY TO THE TEXTILE MATERIAL BY APPLYING ENCAPSULATED EUCALYPTUS ESSENTIAL OIL IN *SACCHAROMYCES CEREVISIAE*

BEHLÜL ERTUĞRUL ŞENGÜL

Inonu University
Graduate School of Nature and Applied Sciences
Department of Chemical Engineering

91+X sayfa

2021

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Emir TOSUN

It is known that essential oils obtained from plants have medical and industrial uses, and the interest and demand for these oils is increasing day by day. In recent years, it has been encapsulated and used in finishing processes in order to add functionality to textile materials. The purpose of encapsulation is to ensure that essential oils can be used for a long time and are resistant to environmental conditions such as washing conditions. In this context, the properties of the essential oil and shell material to be used in encapsulation play an important role. In this study, it is aimed that the encapsulation of the essential oil which is obtained from Eucalyptus (*Eucalyptus camaldulensis* Dehn.) tree leaves growing in Muğla Gökova Gulf with *Saccharomyces cerevisiae*, also known as baker's yeast, which is a natural shell material and is resistant to environmental conditions, and gain antibacterial properties by applying to the textile material. The collected leaves were dried under different conditions (drying in room conditions and microwave drying) and their essential oils were obtained by using hydrodistillation method. The chemical composition of the essential oils was made by GC / MS analysis. The yeast (*Saccharomyces cerevisiae*) was first plasmolized for the encapsulation process. The essential oil was encapsulated with plasmolized yeast shell material and characterized by SEM and FT-IR. The essential oil loaded microcapsules were applied to cotton fabric in padding using the impregnation method, and the performance properties such as washing strength and tensile strength, abrasion resistance, dry and wet rubbing fastness were investigated. The adhesion/retention of microcapsules on the fabric before and after washing was observed with SEM images. It was observed that the application process was successful, but much of the microcapsules were removed from the fabrics after washing. As a result of the antibacterial tests, it was determined that eucalyptus essential oil and the essential oil loaded microcapsules have antibacterial effect, but the microcapsule loaded fabrics containing essential oil do not have the expected antibacterial effect due to their low washing fastness.

Keywords: Eucalyptus, Essential oil, Encapsulation, Yeast, Textile, Antibacterial Effect

1 GİRİŞ

Her geçen gün farklı yararlarıyla birlikte zararları da bulunan bir kimyasalın yiyecek, içecek, giyecek vb. sektörler aracılığıyla yaşamımıza katılmasıyla birlikte sağlık çevre vb. kollarında farklı sorunlar ortaya çıkmaktadır. Kimyasalların birçoğu endüstriyel anlamda kolaylık sağlarken, insan sağlığı ve çevre kirliliği açısından bazıları evrenimizi olumsuz etkilemektedir. Bu koşullar altında günümüzde doğa dostu ve insan sağlığına yararlı etkileri bulunan materyaller ön plana çıkmaktadır.

Tehlikeli kimyasalların kullanımını azaltmaya, ortadan kaldırmaya veya güvenlik açısından tehlike arz etmeyen kimyasallar kullanmaya yönelik yapılan çalışmalar yeşil kimya olarak tanımlanabilir (Anastas ve Eghbali, 2010).Yeşil kimyayı da içerisine alan tekstil alanındaki iyileştirmeler, her geçen gün artmaktadır.

Tekstil ürünleri geçmiş yıllarda giyim, süs, örtü amaçlarına hitap ederken günümüzde gelişen teknolojiyle birlikte yeni özellikler kazanmaya başlamıştır. Teknik tekstiller olarak ifade edebileceğimiz çelikten kat kat dayanıklı kumaşlar, nefes alan kumaşlar, güç tutuşur kumaşlar ve kalp ritimlerini algılayabilen çarşaf ve daha birçok özelliğe sahip kumaşlar son yıllarda üretilmiş raflarda yerini almış yada deneme aşamasındadır.

Teknik tekstiller, son yıllarda konfeksiyon sanayisinin ilgi odağı olmuş dinamik bir üretim alanı olarak görülmektedir.

Teknik tekstiller alanındaki gelişmelerin bir çoğu, teknolojik gelişmelere ve yenilikçi yaklaşımlara dayanmaktadır. Ayrıca teknik tekstillerin gelecekte kâr payının en fazla olduğu tekstil kolu olarak piyasadaki yerini alacağına inanılmaktadır (Bilgi, 2010).

Türkiye, birçok iklim tipi bulunması dolayısıyla bitki çeşitliliği açısından oldukça zengin bir ülkedir. Ülkemizde kesin olmamakla 9000 tür bitki bulunmaktadır. Bitkilerin tıbbi alanda kullanımına bakacak olursak dünyada 20.000 kadar tür Türkiye’de ise yaklaşık 500 tür tıbbi amaçla kullanılmaktadır (Altundağ ve Aslım, 2005).

Literatürde de belirtildiği gibi antibakteriyel özelliğe sahip bitkilerin tekstil materyaline aplikasyonu üzerine birçok çalışma bulunmaktadır.

Bu tez çalışmasında, antibakteriyel özelliğe sahip olduğu bilinen okaliptus uçucu yağının Muğla Gökova körfezinde yetişen okaliptus (*Eucalyptus camaldulensis* Dehn.) ağaç yapraklarından elde edilmesi ve elde edilen uçucu yağın doğal bir mikrokapsül kabuk materyali olan maya içine enkapsülasyonu ve mikrokapsüllerin tekstil materyaline uygulanarak antibakteriyel aktivite kazandırma kabiliyetlerinin araştırılması amaçlanmıştır. Çalışmada kullanılan *Eucalyptus camaldulensis* Dehn. (*Myrtaceae*) türü özellikle de Muğla Gökova körfezinde yetişen türüyle ilgili çalışmalar az olup, yapılan çalışmalar ise daha çok uçucu yağ bileşenlerinin saptanmasına yöneliktir. Bu bağlamda, bu çalışma, bahis geçen bölgedeki okaliptüs ağaçlarının uçucu yağının bileşiminin belirlenmesi, maya ile enkapsüle edilmesi, tekstile uygulanması ve antibakteriyel etkisinin belirlenmesi açılarından ilk çalışma olma özelliğine sahip olup literatüre sağlayacağı katkı yönünden de önem taşımaktadır.

2 KURAMSAL BİLGİLER

2.1 Okaliptus

Anavatanları Avustralya olarak kabul edilen okaliptus ağaçları, dünyada yaygın şekilde dikilen ağaçların başında yer almaktadır. Okaliptus mersin ailesine (*Myrtaceae*) ait yaprak dökmeyen bir sert ağaç cinsi olarak kabul edilmektedir. Nemli bölgelerde boyları yaklaşık 80/90 m'ye ulaşmakta kurak bölgelerde ise bodur ağaç formunda görülmektedir. Daha çok deniz kenarlarında yetiştirilmektedir. Bu ağaçlara ait görseller Şekil 2.1'de verilmiştir.



Şekil 2.1. Okaliptus ağaçları.

Türkiye'de yetiştiriciliği, ilk olarak 1885 yılında Fransızlar tarafından getirilmiş, Adana-Mersin demiryolu boyunca dikilerek gerçekleştirilmiştir (Görcelioğlu, 1988). 1938 yılında bataklık olan Gökova bölgesinde fazlaca sivrisinek bulunması sebebiyle baş gösteren sıtma salgını birçok can kaybına neden olmuştur. Bataklığın kurutularak sıtma hastalığına bir son vermek amacıyla Avustralya'dan yüzlerce okaliptus fidanı getirtilerek dikilmiştir. Ağaçlar büyüdükçe bataklık kurumuş ve sivrisinekler yok

olmuştur. Halen bölgede büyük küçük yüzlerce Okaliptus ağacı bulunmaktadır (Kalafat, 2017). Benzer şekilde, 1939'da ise Mersin Tarsus'ta bulunan Karabucak bataklığını kurutmak amacıyla 855 hektarlık bir alanda orman ağacı olarak dikilmiştir.

Ülkemizde yetişmiş okaliptus ağaçlarının çoğu okaliptus *camaldulensis dehn.*'dir. Bunun yanında, *Globulus Labill.* ve *Robusta Sm.* türlerine de az sayıda rastlanmaktadır (Görcelioğlu, 1988-Doughty, 2000). Daha çok Akdeniz ve Ege'de kıyıya yakın yerlerde yetişmekte olan bu ağaçlar, herdem yeşildir. Sarı, kırmızı veya beyaz renkli çiçekler veren meyveleri olgunlaştığında kahverengiye bürünürler (Kayabaşı ve Etikan, 2006).

Okaliptus ağaçları mobilya, kimya maden, ambalaj, kâğıt ve kozmetik sanayi alanlarında kullanılmaktadır (Erdaş, 2018).

Tez çalışmasında Muğla Gökova körfezinde yetişen Okaliptus *Camaldulensis* türü kullanılmıştır. Bu türün yaprakları, 15-30 cm uzunluğunda, 2-5 cm genişlikte, sert, gevrek ve sarımsı yeşil renklidir (Şekil 2.2) (Baytop, 1999).



Şekil 2.2. Okaliptus *camaldulensis* yaprakları.

Okaliptus *camaldulensis* (*E. camaldulensis*), Avustralya'da yetişen endemik bir ağaç olup kırmızı sakız ve kırmızı nehir sakızı olarak da adlandırılır. Türler içerisinde yaygın olarak dağılmış olanlardan biridir. Genellikle nehir kenarlarında sürekli veya mevsimlik su ile büyür (Ghasemian ve diğ, 2019).

Okaliptus *camaldulensis*, suyu seven bir ağaç olduğundan alışlagelmiş ağaç türlerine kıyasla hızlı bir gelişme süreci göstermektedir (Birler ve diğ, 1982). Okaliptus *camaldulensis* türününün çiçekleri, mükemmel bir bal kaynağı; uçucu yağı ve özleri ise diğer okaliptus türlerine kıyasla bakterilere karşı daha etkilidir (Doughty, 2000; Sabo, 2019).

Okaliptus *camaldulensis* türünün su buharı distilasyon yöntemi ile elde edilen uçucu yağı renksiz veya hafif sarı renkli olup başlıca kullanım alanları tıbbi ve farmasötik amaçlıdır (Giamakis ve diğ, 2001). Okaliptus uçucu yağı, kâfura benzer kokuya sahip olduklarından dolayı sinir sistemini etkileyerek rahatlatıcı etkiye sahiptir. Kanamaların durdurulmasında,

migren ve baş ağrısını gidermede, solunum yolları tıkanıklığında, kronik bronşitte, öksürükte, tüberkülozda, yapraklarının çiğnenmesi yoluyla dişeti ve ağız hastalıklarında, sıtmada, pansuman maddesi olarak, yaralarda ve iltihaplarda kullanılmaktadır.

Okaliptus yapraklarından elde edilen okaliptol (1,8-sineol), ilaç kodeksine girmiş olup günümüzde de kullanılmaktadır (Baytop, 1999;Gökçe & Karlıkaya, 2002).

Uçucu yağların, Okaliptus türlerinin daha çok yapraklarında bulunduğu ve bileşiminde en fazla bulunan 1,8-sineolün yanı sıra, monoterpen, seskiterpen ve oksijenlenmiş monoterpenleri ise daha az miktarlarda içerdiği literatürde yer almaktadır (Francisco ve diğ, 2001;Pagula ve diğ, 2000).

2.2 Uçucu Yağlar

Uçucu yağlar bir bitkinin veya ağacın genellikle yaprakları, kökleri, tohumları, kabuklarından veya diğer kısımlarından farklı yöntemlerle elde edilen oda koşullarında sıvı, genellikle açık renkli, uçucu, kokulu ve yağimsı karışımlardır. Uçucu yağlar “yağlı” değildir bundan dolayı uçucudurlar ve ışık, oksijen ve ısı bozunmalarına neden olabilir. Bu nedenle ılık ortam koşullarında ağız kapalı ve koyu renkli kaplarda saklanmalıdır. Yapılarında genellikle terpenler en büyük grubu oluşturur (Kılıç, 2008;Keniston-Pond-Kymberely, 2015). Monoterpenler (C10), diterpenler (C20), seskiterpenler (C15) ve triterpenler (C30) uçucu yağın terpenik bileşiklerinde en fazla yer alanlarıdır (Bosnalı ve Ocak Özdestan, 2019).

Bu bileşiklerin yanı sıra esterler, alkoller, aldehitler, fenoller, kükürt ve azot içeren bileşikler de yapıda yer alırlar. Uçucu yağlar, sudan hafif olup kırılma indeksleri genellikle yüksektir (Kılıç, 2008;Keniston-Pond-Kymberely, 2015).

2.2.1 Uçucu yağ elde etme yöntemleri

Uçucu yağlar ısıya ve suya hassasiyetleri, yoğunlukları ve sudaki çözünürlüklerine bağlı olarak farklı yöntemlerle elde edilebilirler. Bu yöntemler ; Damıtma, Ekstraksiyon ve Sıkma'dır (Kılıç, 2008;Keniston-Pond-Kymberely, 2015).

2.2.1.1 Damıtma

Damıtma su buharı ile materyal içindeki uçucu yağların sürüklenmesi prensibine dayanılarak yapılır. Uçucu yağların damıtılması aşağıdaki yöntemler yardımıyla yapılabilir (Başer ve diğ, 1998).

*Su damıtması

*Buhar damıtması

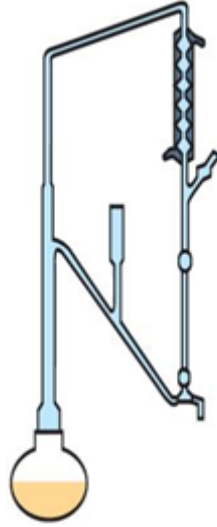
*Su buhar damıtması

*Hidrofüzyon

Su damıtması

Su damıtması, cam bir balon içerisinde alınan materyalin 2-8 saat süre ile kaynatılması sırasında uçucu yağların su ile sürüklenerek soğutucudan geçirilip uçucu yağın toplanması esasına dayanır.

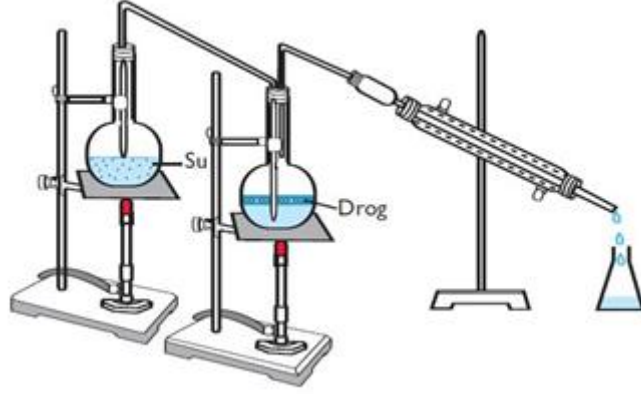
Bu yöntem uçucu bileşik eldesinde en çok kullanılan yöntemlerden biridir. Ufak çaplı üretimlerde Şekil 2.3’de görülen clevenger aparatları yardımıyla yapılan bu işlem endüstriyel boyutta damıtma kazanlarında yapılmaktadır. Yöntem en iyi sonucu toz materyallerde vermektedir (Kılıç, 2008).



Şekil 2.3. Clevenger aparatı.

Buhar damıtması

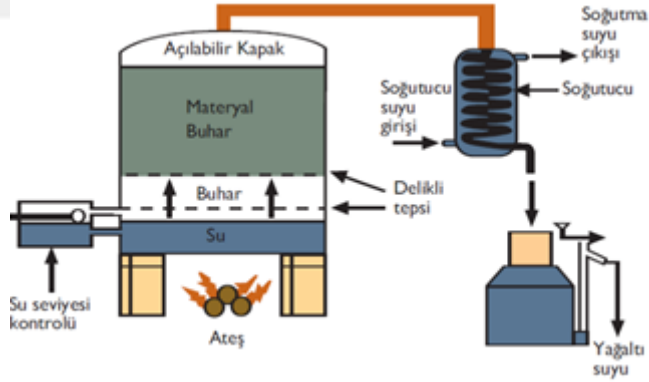
Uçucu yağ eldesinin gerçekleştiği düzenek Şekil 2.4’deki gibi olup yaygın şekilde kullanılan bu yöntemde bitkiler ızgara üzerine yüklenir, ızgaranın altında bulunan delikli buhar boşluklarından farklı bir alanda üretilmiş doygun su buharı püskürtülür. Bitkide bulunan uçucu yağ bitkiden çözücüye taşınır sonrasında yükselen buharla yukarı taşınır. Yağın tamamen damıtılabilmesi için buharın içerdiği nem miktarı belli bir seviyede tutulmalıdır.



Şekil 2.4. Buhar damıtma ünitesi.

Su-buhar damıtması

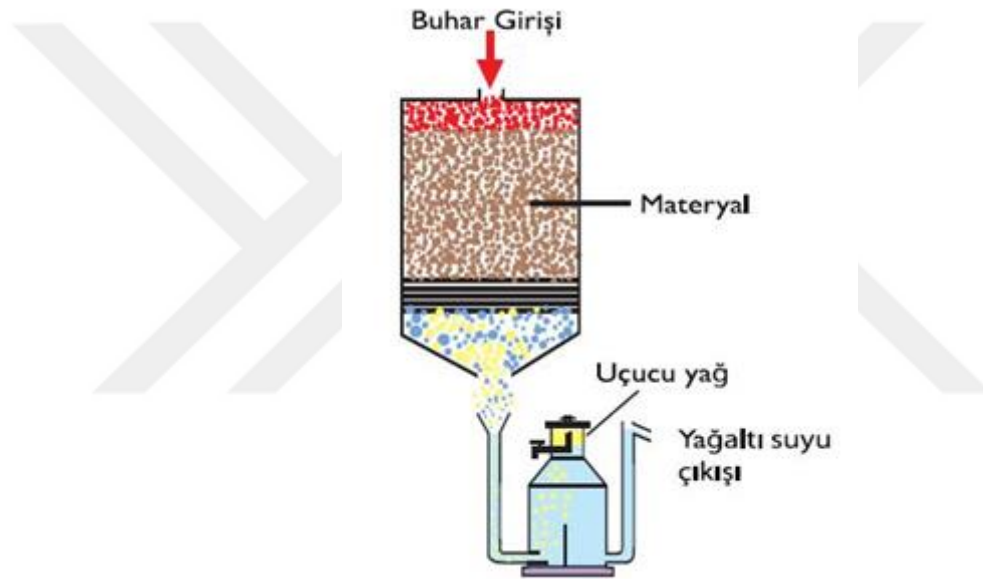
Bu damıtma işlemi, teknolojinin kısıtlı olduğu endüstrilerde ve arazide damıtma işlemi yapılırken kullanılır. Buhar damıtmasına göre verimi düşük olup bu yöntemde bir kazan üzerine ızgaralar yerleştirilir, ızgaraların üstüne bitki materyali konulur, başka bir yerde elde edilmiş su buharı kazana gönderilir ve kaynama sağlanır. Suyun buharıyla uçucu yağ toplama kabına sürüklenir. Sahada kullanılan damıtmada tercih edilen bir yöntem olup düzeneğe ilişkin görsel Şekil 2.5'teki gibidir.



Şekil 2.5. Su ve buhar damıtma sistemi.

Hidrodifüzyon

Bitki materyalinde uçucu yağın bir bölümü yüzeyde bulunurken bir bölümü iç dokularında yer alır. Damıtma sırasında buhar hücre duvarına iyi bir şekilde nüfus etmeyebilir. Yağın yüzeye geçişi difüzyon ile gerçekleşir. Hidrofüzyon olayının ise endüstriyel olarak bitkisel materyal yüklenmiş kazana buharın üstten verilip alttan alınarak yoğuşturucudan geçmesiyle gerçekleşir. Hidrofüzyon sistemi Şekil 2.6'daki gibi olup, hidrofüzyonda elde edilen uçucu yağ miktarı yüksek olmasına karşın suda çözünen maddelerin yağa geçmesi dolayısıyla endüstriyel kullanımı uygun değildir (Başer ve diğ., 1998).



Şekil 2.6. Hidrodifüzyon sistemi.

2.2.1.2 Ekstraksiyon

Ayırma işlemlerinde kullanılan diğer bir yöntem ekstraksiyondur. Ekstraksiyon işleminde en önemli faktörlerden biri sıcaklıktır. Uçucu yağların eldesinde kullanılan sıcaklık aralığı 40-60°C ve 80-100°C aralığıdır. Uçucu yağların eldesinde;

- *Çözücü ekstraksiyonu
- * Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu
- * Mikrodalga Destekli Solvent Ekstraksiyonu
- * Sıkıştırılmış Çözücü Ekstraksiyonu
- *Katı-Faz mikroekstraksiyonu yöntemleri kullanılmaktadır.

Çözücü ekstraksiyonu

Bu yöntemde materyal direkt çözücü içerisinde daldırılabilir ya da Şekil 2.7'de gösterilen sokselet düzeneğinde organik bir çözücü yardımıyla kaynatılarak ekstrakte edilebilir. Organik çözücü olarak hekzan, etanol ve eter kullanılabilir. Ekstraksiyon sonrası çözücü, damıtma yoluyla tekrar kazanılabilir.

Çözücü ekstraksiyonunda ekstraksiyon sonrası yoğunlaştırma basamağında molekül ağırlığı düşük uçucu bileşiklerin görülmesi bu yöntemin dezavantajlarından. Mali yük açısından da kaliteli saflıktaki çözümler pahalı olması bu yöntemin ikinci bir dezavantajıdır (Kılıç, 2008).



Şekil 2.7. Sokselet düzeneği.

Süperkritik akışkan ekstraksiyonu

Süper kritik sıvı ekstraksiyonu, çevre sorununun ortaya çıktığı son yıllarda çevre dostu toksik etkisi olmayan ve ekstraksiyon verimi yüksek bir teknoloji olarak ortaya çıkmıştır. Bu metotta oksidasyon gerçekleşmediğinden elde edilen ürünler diğer yöntemlere göre koku ve özellik bakımından üstünlük taşır.

Bu yöntemde süperkritik çözümler akışkan formunda kullanılır. Bir madde kendi kritik sıcaklık ve basınç değerinin üzerine çıkarılırsa, süper kritik akışkan madde adını alır. Bu durumdaki madde ne gazdır ne de sıvıdır. Sıcaklığın yüksek olduğu ve basıncın düşük olması durumunda akışkanın yoğunluğu düşeceğinden gaz gibi davranacaktır. Düşük sıcaklıkta ve yüksek basınçta akışkan yoğunluğu artacağından sıvı gibi davranacaktır. Bu

yöntemin avantajlarından biri seçicilik sağlanarak ürün elde edilebilmesidir. Bu yöntemde kullanılan süper kritik akışkanlar; propan, hekzan, propilen, CO₂ gibi kimyasallardır.

Mikrodalga destekli çözücü ekstraksiyonu

Mikrodalga enerjisi, geçmişten günümüze birçok alanda kullanılan teknolojilerden birisidir. Bu yöntem, çözücü kullanımını azaltması ve ekstraksiyon süresini kısaltması gibi üstünlükleriyle avantaj sağlar. Yöntem, atmosferik basınç altında (açık) ve kontrollü sıcaklık ve basınç koşullarında (kapalı) gerçekleştirilebilir. Bu yöntemin alkoloidlerin, terpenlerin, uçucu yağların eldesinde ayrıca fenolik bileşiklerin membran katı faz ekstraksiyonunda kullanımı bulunmaktadır (Yaman ve Kuleaşan, 2016).

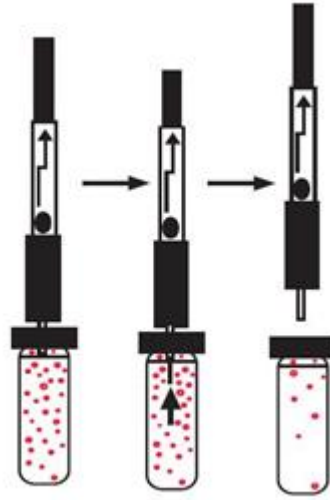
Sıkıştırılmış çözücü ekstraksiyonu

Verimlilik, tekrarlanabilirlik, kısa ekstraksiyon süresi gibi avantajlarıyla ön plana çıkan bu yöntemde yüksek basınç ve sıcaklık ortamında çalışılmaktadır. Organik çözücülerin kullanıldığı bu ekstraksiyon yönteminde sıcaklık artışı ekstraksiyon kinetiği artışını da beraberinde getirir. Yüksek basınç koşulları ise çözücünün sıvı formda kalmasını sağlayarak güvenli hızlı ekstraksiyon işlemi sağlar. Ayrıca basınç faktörü çözücünün materyal içerisine iyi nüfuz etmesini de sağlar.

Katı-faz mikroekstraksiyon

Katı-faz mikroekstraksiyonu uçucu ve yarı uçucu organik bileşiklerin ekstraksiyonunda kullanım alanı bulmaktadır. Bu yöntem tek seferde çözücü içermeden örnek hazırlanması, ekstraksiyon ve soğutma kademelerini birleştirmesiyle avantaj sağlar.

Şekil 2.8’de görülen modifiye edilmiş bir şırıngaya benzeyen iç bölümünde lif tutucu ve lif grubu içeren bir düzenektir GC, GC-MS ile bağlantı kurularak analiz yapılır. Bu yöntem gaz veya çözelti formundaki örneğe uygulanabilir (Kılıç, 2008).



Şekil 2.8. Katı faz mikroekstraksiyon enjektörü.

2.2.1.3 Mekanik yöntem (Presleme)

Turunçgillerin kabukları gibi materyallerdeki uçucu bileşikler, damıtma yöntemleriyle bozunmaya uğramaktadır. Bu materyallerin kabukları bir torbaya konular, sıkma ya da benzeri mekanik yollar uygulanır. Sıkılan materyalin su ile yıkanması sonucu elde edilen yağ-su emülsiyonu santrifüjlenerek uçucu yağ elde edilir (Kılıç, 2008;Başer ve diğ, 1998).

2.2.2 Uçucu yağ verimine etki eden faktörler

Uçucu yağ verimine etki eden faktörler, bitki materyalinin bulunduğu toprağın yapısı, coğrafik yapı, su kaynaklarının miktarı, mevsimsel değişimler, bitkinin türü, yağış miktarı, bitki materyalinin gelişmişlik durumu, uçucu yağın elde edildiği kısım (kök, gövde, yaprak, tohum vb.) gibi faktörlere bağlı olarak değişir (Barra, 2009).

Ayrıca bitki materyalinin depolama koşulları ve kurutma şartları da elde edilen yağ verimine etki eder (Karik ve Azkan, 2011).

2.2.3 Okaliptus uçucu yağı

Okaliptus uçucu yağı aromatik, kafura benzer kokuya sahip olup, açık sarı renkte, kâfur benzeri ferahlatıcı ve yakıcı tattadır. Yağ, yüksek oranda (en az %70) 1,8-sineol (okaliptol), α -pinen, çok az fellandren ve diğer terpenleri içerir. Sudaki çözünürlüğü çok düşük olup, alkolde %70 oranında çözünür (Başer ve diğ, 1998).

Dünyada en çok ticareti yapılan yağlar arasında yer almaktadır. Okaliptus uçucu yağı, ABD Gıda ve İlaç Kurumu tarafından güvenli materyal kategorisine alınmış ve toksik olmayan ürün olarak sınıflandırılmıştır. Avrupa Konseyi ise okaliptus yağının gıdalarda (5 mg/kg) ve şekerleme ürünlerinde (15 mg/kg) miktarında tatlandırıcı madde olarak kullanımını onaylamıştır.

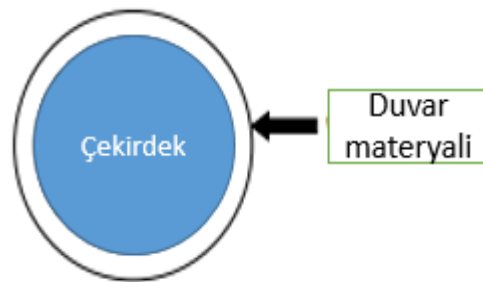
Böcek kovucu ajan olarak da kullanılan Okaliptus yağı antibakteriyel, antifungisidal ve antiseptik olarak bilinmektedir.

Düşük konsantrasyonlarda sabun, deterjan ve parfümlerde de yoğun olarak kullanılmaktadır (Batish ve diğ, 2008).

2.3 Enkapsülasyon

Kapsülleme işlemi (Enkapsülasyon) aktif bir bileşiği Şekil 2.9'da gösterildiği gibi kararlı bir madde (duvar materyal) içerisine hapsedme işlemi olarak tanımlanır. Kapsülleme işleminde aktif bileşen çekirdek ve aktif bileşeni içine alan materyal kabuk (duvar) olarak adlandırılır.

Kapsülleme işlemi, maskeleyen olarak da adlandırılabilir. Bu işlem yardımıyla kötü kokulu bileşikler maskelenmiş olur. Ayrıca kapsülleme işlemi ile belirli bir hedefe yönelik belirli zamanda kontrollü bir şekilde salım yapılması da sağlanabilir. Kapsülleme işlemi kimya, tıp, gıda, eczacılık, kozmetik gibi alanlarda sıkça kullanım alanı bulmaktadır. Enkapsülasyon çeşitleri boyutlarına göre makro, mikro ve nano enkapsül adını alırlar (Anandharamakrishnan ve Ishwarya, 2015;Atak ve diğ, 2017).



Şekil 2.9. Çekirdek ve kabuk materyal (Anandharamakrishnan ve Ishwarya, 2015).

2.3.1 Mikro enkapsülasyon

Mikro kapsüller içerisinde etken maddeden meydana gelen mikro yapıdaki çekirdek ve bu çekirdeği içine alan bir kabuktan oluşur. Kabuk materyal aktif bileşeni ortamın

etkisinden korur ve istenilen miktarlarla salım yapmasını sağlar. Bu kapsüller, boyutları 0.2 µm'den büyük olup, salım sağlayan kabuk ve çekirdekten oluşur ve farklı şekillere sahip olabilirler. Şekillerin farklı olmasını sağlayan kaplama metodudur.

2.3.2 Nano enkapsülasyon

Nano kapsüller, 10 ile 1000 nm boyutlarında aktif bileşenin çekirdekte yer aldığı küçük parçacıklardır. Nano kapsüller oluşturulma şekillerine göre nanoküre veya nanokapsül olarak adlandırılırlar.

Nanokapsüllerde aktif bileşenler bir kaplayıcı ile sarılmış ve bir boşlukla sınırlandırılmış veziküler sistemlerdir. Nanoküreler, kürede aktif bileşen veya bileşenlerin fiziksel ve homojen olarak dağılım gösterdiği matriks sistemleridir.

Nanokapsülleme, etkin bileşenlerin kararlılığını artırması, hapsetme kapasitesinin yüksek olması, üretim tekniklerinin basit olması gibi yönleriyle avantaj sağlar (Atak ve diğ., 2017).

2.3.3 Enkapsülasyon teknikleri

Enkapsülasyon işlemi kimyasal veya fiziksel işlemle ya da mekanik işlemle gerçekleştirilebilir.

Mekanik olarak yapılan işlem, fiziksel değişikliklerin meydana geldiği polimerik bir çözeltinin kontrollü çökmesini içerirken, kimyasal işlemler polimerizasyon reaksiyonlarını içerir. Enkapsülasyon işlemi, püskürterek kurutma, püskürterek soğutma, liyofilizasyon, emülsifikasyon, koaservasyon ve lipozom sıkışması teknikleri uygulanarak yapılabilir (Anandharamakrishnan ve Ishwarya, 2015).

2.3.3.1 Püskürterek kurutma

Püskürterek kurutma yönteminde aktif materyal ve kabuk materyali içeren çözeltiliye içerisinde sıcak havanın dolaştığı bir kurutucu vasıtasıyla nebulizasyon işlemi uygulanır. Çözelti içerisindeki su sıcak havayla buharlaşır, bu sayede ortamda istenen iki materyal kalmış olur, kabuk materyal aktif bileşeni içerisine alır ve işlem sonlanır.

Yöntemin dezavantajı elde edilen ürünlerin farklı boyuta sahip olmasıdır. Maliyeti düşüktür, enkapsülasyon işlemi için en fazla tercih edilen yöntemler arasında yer alır.

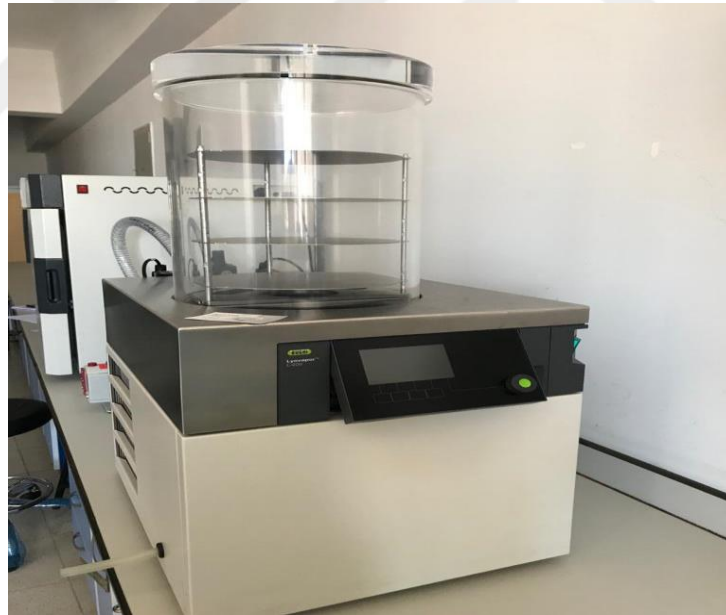
2.3.3.2 Püskürterek soğutma

Bu işlem, partiküllerin soğuk havaya bırakılması yoluyla katılaşması esasına dayanır. Mikropartiküller çekirdek ve kabuğun bulunduğu bir çözelti içerisinde bulunur. Kurutma makinası yardımıyla nebulizasyon işlemi uygulanır. Daha sonra sıcaklık düşürülür, çekirdek kabuk materyal içerisinde alınarak kapsülendir.

Maliyeti ucuz olmasından dolayı tercih edilen bir yöntemdir. Aktif madde miktarının az olması bu yöntemin dezavantajlarından biridir.

2.3.3.3 Liyofilizasyon

Yöntem, materyalin vakum vasıtasıyla süblimasyon işlemine tabi tutulması ve daha sonrasında dondurulması, dehidrasyonunun sağlanması esasına dayanır. Şekil 2.10'da verilen liyofilizatör cihazıyla yapılan liyofilizasyon yönteminin avantajı, yüksek sıcaklık olmadan suyun buharlaştırılmasıdır. Yöntem, esans ve tatlandırıcı kapsülendirmesinde yaygın kullanılmaktadır. Ticari açıdan maliyeti yüksek olması dolayısıyla kullanımı düşüktür.



Şekil 2.10. Liyofilizatör cihazı.

2.3.3.4 Emülsifikasyon

Emülsifikasyonda çekirdek ve duvar materyali organik bir çözücü içerisinde konular, çözelti emülsiyon stabilizeri olarak kullanılan su ve yağ ile karıştırılır. Sonrasında organik çözücü buharlaşma vasıtasıyla ortamdan uzaklaştırılır. Son olarak çekirdek materyal ve kabuk materyal etkileşime geçer. Bu işlem yaygın olarak enzim mineral ve vitamin gibi materyalleri kapsülendirmede kullanılır.

2.3.3.5 Koaservasyon

Metot, fizikokimyasal özelliklerin (sıcaklık, pH gibi) değiştirilmesi sonucu kabuk materyali olan polimerin çekirdeğin etrafında çökmesini amaçlar. İşlem tek bir molekülle yapıyorsa basit iki veya daha fazla molekül içeriyorsa karmaşık koaservasyon adını alır. Bu işlemin maliyetinin düşük olması avantajlı olmasını sağlar, aroma içeren yağların kapsüllenmesinde kullanılır (Atak ve diğ., 2017).

2.3.3.6 Lipozom sıkışması

Bu yöntem, kapsülleme için yeni geliştirilmiş olup, hızla yayılan bir tekniktir. Lipozomlar esas olarak lipit veya fosfolipid moleküllerini içeren iki katmanlı yapılar olarak tanımlanabilir. Lipozomlar tamamen fosfolipid bazlı bir zar ile çevrelenmiştir.

Bu yöntem sulu bir ortamda lipit / fosfolipid moleküllerinden dağılan enerji girişine bağlıdır. Enerji girişi sırasında, çekirdek materyal polaritesine bağlı olarak, sulu bölme içine hapsedilebilir veya lipozomun hidrofobik membran çift tabakasına tutturulabilir. Çekirdek materyalin lipozomlardan salınması, sıcaklık ve pH koşullarındaki değişikliklerden etkilenir (Anandharamakrishnan ve Ishwarya, 2015).

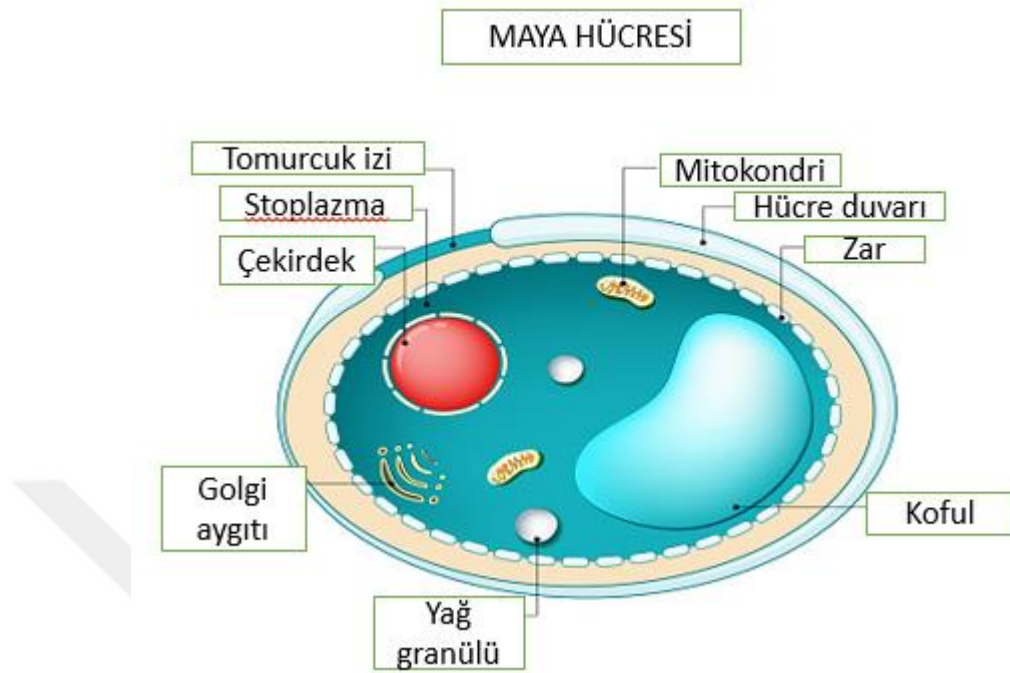
2.4 Ekmek Mayası (*Saccharomyces Cerevisiae*)

Mayalar, tek hücreli ökaryotik canlılardır. Maya, olgun bir ökaryotik hücre ile neredeyse aynı organellerini içerir. Şekil 2.11’de verildiği gibi çekirdek, mitokondri, golgi aygıtı, koful, endoplazmik retikulum ve hücre iskeleti en önemli organelleridir.

Maya hücresi partikül boyutu, genellikle 5 -10 µm'dir. Tomurcuklanma veya bazen de bölünme ile ürerler. Maya'nın doğal yaşam alanı hayvanlar, toprak, su, bitkiler ve özel bitki örtüsü yaşam alanlarına sahip böcekler olabilir.

Endüstriyel birçok ürün, çeşitli oranlarda canlı veya ölü *S. Cerevisiae* hücrelerinin bir karışımını içerir. *S. Cerevisiae*, eşeysiz olarak tomurcuklanma veya fisyon yoluyla bölünen ve 5–10µm boyutunda ve küçük çapı 1-7µm olan tek hücreli mantarlardır. *S.cerevisiae* hücreleri pigmentlidir, krem renkli yüzeylerde görülebilir. *Saccharomyces cerevisiae*, gıda işleme alanında kapsamlı bir kullanım alanına sahiptir. Genellikle fırıncı mayası veya bira mayası olarak bilinir. Maya ayrıca gastrointestinal sistemi ve rumen ortamını manipüle etmek için geniş getiren ve geniş getirmeyen hayvanlarda doğal yem katkı maddesi olarak da kullanım alanı bulmaktadır.

Mayalar sülfamidlere, antibiyotiklere ve diğer anti-bakteriyel maddelere karşı dirençlidir. Bu direnç genetik ve doğaldır (Montes de Oca ve diğ, 2016).



Şekil 2.11. Maya hücresi.

2.5 Tekstilde Enkapsülasyon Uygulamaları Bitim (Apre) İşlemleri ve Testleri

Tekstil materyalleri ön işlem ve boyama basamağından sonra ısıl ve kimyasal son bitim basamağına tabi tutulurlar. Tekstil ürününe uygulanan bu son basamak apreleme olarak adlandırılır. Bu işlemle materyale su iticilik, yumuşaklık (tuşe), elastiklik, buruşmazlık, güç tutuşurluk gibi özellikler kazandırılır. Apreleme işlemi yaş ve kuru apre olarak ikiye ayrılır.

2.5.1 Yaş bitim işlemleri

Kimyasal bitim işlemi olarak da adlandırılan bu işlemde tekstil materyali kimyasal içerisinden geçirilerek veya çözelti içerisinde bekletilerek materyale çözelti içerisinde bulunan kimyasalların geçmesi sağlanır. Yaş bitim işlemleriyle tekstil materyaline güç tutuşurluk, antistatiklik, yumuşaklık (tuşe), yağ iticilik, antimikrobiyal vb. apre kimyasalları uygulanarak nitelik kazandırılır (Özkan, 2016). Tekstil materyaline yaş aprenin uygulanması endüstriyel olarak daha çok Şekil 2.12’de gösterilen ramöz makinaları aracılığıyla yapılır.

Çalışma prensibi; Ramöz makinası girişinde bulunan teknelere uygulanacak apreye uygun çözelti konulur, kumaş tekne içerisinden geçirildikten sonra silindirlerin arasından

geçerek apre kimyasalının tekstil liflerinin içerisine girmesi sağlanır. Son kısımda ise kumaş buhar yardımıyla kurutma işlemine tabi tutulur.



Şekil 2.12. Ramöz makinaları **a:**İşletme tipi ramöz makinası **b:**Labaratuvar tipi ramöz makinası.

2.5.2 Mekanik (Kuru) bitim işlemleri

Kuru terbiye işlemleri olarak adlandırılan bu işlemle tekstil materyaline yüksek sıcaklık ve basınç altında parlaklık ve yumuşaklık, zımpara ve şardon makinası yardımıyla tüylendirme, fırçalar yardımıyla yüzey düzgünleştirme işlemleri yapılır. Kuru apreleme makinalarına ait bir görsel Şekil 2.13'te verilmiştir (Çetin, 2017).

2.5.3 Tekstil materyaline uygulanan testler

Tekstil materyalleri uğradıkları kimyasal veya fiziksel işlemler sonucunda birtakım testlere tabi tutulmaktadır. Bu testler tekstil materyalinin yıkamaya, sürtmeye ve kopma dayanımını belirlemeye ve daha birçok amaca yönelik olarak yapılmaktadır.



Şekil 2.13. Kuru bitim işlem makinaları **a:**Açık en sanfor makinası **b:**Şardon makinası **c:**Tüp sanfor makinası.

2.6 Çalışmada Kullanılan Kurutma Yöntemleri

2.6.1 Mikrodalga ile kurutma

Mikrodalga ile kurutmada, kurutma fırınının içine gönderilen mikrodalga ışınları, ürün tarafından absorplanır. Ürünün barındırdığı su moleküllerinin titreşmesiyle ürün içerisindeki ısı artar. Yöntemde içeriden dışarıya doğru ısı iletimi gerçekleşir, bu yönüyle diğer kurutma yöntemlerine göre de avantaj sağlar (Polatçı ve Taşova, 2017).

Mikrodalgalar laboratuvarlarda ve endüstriyel proseslerde kullanılmaktadır. Bu cihazlar kızılötesi ve radyo frekansları arasındaki bölgede bulunmaktadır. Evlerde kullanılan mikrodalga fırınlarında genellikle 2.45 GHz frekans kullanılır. Mikrodalga kurutma sisteminde dikkat edilen faktör kurutma verimliliği olup bu faktör kurutulan malzemenin fiziksel, termal vb. özelliklerine göre ayrıca fırının magretron gücü frekansı vb. özelliklerine göre değişmektedir (Özkan Karabacak ve diğ., 2015).

2.6.2 Gölgede kurutma

Gölgede kurutma işleminde materyal direkt güneş ışığına maruz kalmadan kapalı hangarlar içinde veya kapalı bölmelerde kurutulur. Şekil 2.14'te de görüldüğü gibi kurutulacak materyaller demet halinde asılır veya üst üste gelmeyecek şekilde materyal serilir. Materyalin çürümesini önlemek ve kurutma işlemini hızlandırmak için sık sık alt üst

edilir. Yaprak ve çiçek gibi su kaybeden ve yüksek sıcaklıklarda yapısı bozunabilen bitkiler için gölgede kurutma ideal bir yöntemdir (Karakaplan, 2017).



Şekil 2.14. Gölgede kurutma.

2.6.3 Dondurarak kurutma

Dondurarak kurutma metodu dondurulmuş maddedeki suyun süblimasyon ile uzaklaştırılması esasına dayanmaktadır. Bu metot ürünün kurutulmamış taze formuna en yakın sonucu veren metottur. Dondurarak kurutma işlemi düşük sıcaklıklarda gerçekleştiğinden üründeki mikrobiyal ve diğer bozunmalar bu koşullarda durur. Bu yöntem daha birçok avantaja sahip olmasına rağmen maliyeti yüksek olması dolayısıyla kullanımı azdır.

2.6.4 Vakum kurutma

Vakum kurutma ürünün barındırdığı suyun düşük sıcaklıklarda kolay buharlaşmasını sağlayan bir metottur. Bu metot özellikle meyveler gibi zor kuruyan materyalleri kurutmada zaman avantajı sağlar. Bu yöntemin avantajlarından biri de ortamda hava bulunmadığından oksidasyon reaksiyonları azalır ayrıca vakum kurutmada renk ve aroma korunabilmektedir (Erbay ve Küçüköner, 2008).

Labaratuvarlarda kullanılan vakumlu etüve ait bir görsel Şekil 2.15’te verilmiştir.



Şekil 2.15. Labaratuvar tipi vakumlu etüv.

2.7 Antibakteriyel Aktivite

İnsanlar, yaşamları boyunca mikroorganizmalarla temas içinde yaşarlar yiyecekleri giyecekleri ve temas halinde oldukları diğer yüzeyler aracılığıyla mikroorganizmalardan etkilenirler mikroorganizmalarla insan vücudunun savaşı bazen fark edilmeden bitse de bazı mikroorganizmalar büyük hastalıklara neden olmaktadır.

Mikroorganizmalar grubu içerisinde yer alan bakteriler, ilkel tek hücreli canlılardır. Sert hücre duvarına sahip olup bu duvar sayesinde antibiyotiklerden korunurlar. Bazı bakteriler tıpkı bitkiler gibi fotosentez yapabilirler güneş ışığından kendi yiyeceklerini alır ve oksijen verirler. Bakteriler mikroskop altında 3 formda gözükürler. Bunlar; çubuk, oval ve spiral şekildedir (Thomas, 2004).

İnsan yaşamını etkileyen bakterilere karşı bilim insanları tarafından çeşitli araştırmalar sürekli yapıp yeni antibakteriyel ajanlar geliştirilmektedir. Antibakteriyel ajanlar için en önemli niteliklerden biri bakteriye karşı gösterdiği aktivitedir.

Antibakteriyel aktivite, canlı yaşamı üzerinde toksik bir etki bırakmadan bakterilerin ölmesini (bakterisidal) sağlayan ya da çoğalmalarını azaltan (bakteriyostatik) çeşitli ajan ya da ajanların oluşturduğu yapıların gösterdiği bakteriye karşı gösterilen drencinin bir ölçüsüdür.

Bir antibakteriyel ajanın etkinliği genellikle, bir gün süresince inkübasyon sonunda belirli bir organizmanın görünür büyümesini inhibe eden en düşük konsantrasyon olan minimum inhibitör konsantrasyon (MIC) ile gösterilir.

MIC deęeri;

* Bir organizmanın belirli bir antimikrobiyal maddeye duyarlılığının bir göstergesini verir.

* Bakteriyel bir enfeksiyonun tedavisini uygulamak için kullanılan antibakteriyel ajanın dozlama rejimi hakkında bilgi verir (Anderson, Groundwater ve dię, 2012).

Çalışmada Kullanılan Bakteri Bilgileri (*Escherichia Coli*)

Escherichia coli (E. Coli) bakterisi, gram negatif, çubuk şeklindeki bakterileri (hem fermentatif hem de solunum metabolizmasına sahip) içeren *Enterobacteriaceae* ailesinin bir üyesidir. *Escherichia coli* hücreleri genellikle 1,1–1,5 µm genişliğinde, 2–6 µm uzunluğundadır ve Şekil 2.16’da görüldüğü gibi tekli formda düz çubuklar halinde bulunur. Hareketli veya hareketsiz olabilirler (Desmarchelier ve Fegan, 2016).

E. coli, birçok farklı ortamda yaşayabilen bir organizmadır. *E. coli*, var olan en küçük ve en yaygın organizma gruplarından biri olan bir prokaryottur. Bakteriler toprakta ve suda olduğu kadar bitkiler, insanlar ve hayvanlar da dahil olmak üzere canlı organizmalarda bulunur (Manning, 2010).

E. coli, insanlar dahil tüm hayvanların bağırsaklarında, bağırsağın iç yüzeyinde ve böbrekler gibi dięer hedef organlarda ciddi hasara neden olan bir veya daha fazla güçlü toksinlerden büyük miktarlarda üretir. Genel popülasyondaki en şiddetli sonuç tipik olarak hemorajik kolittir ve başlıca semptomu kanlı ishaldir (Medicine, 2002).



Şekil 2.16. E.coli bakterisi

3 LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Bu bölümde, araştırmacılar tarafından okaliptus uçucu yağı üzerine yapılan çalışmalar kısa bir özet olarak anlatılmıştır. Bölümün son kısmında ise uçucu yağ eldesi, enkapsülasyonu ve tekstile uygulanmasına ilişkin yapılan araştırmalara örnekler verilmiştir.

Chang ve Dobashi (2003) okaliptüs yağı içeren aljinat kompleks kapsülleri, arayüze polimerizasyon reaksiyonu ile hazırlamış, yüksek yağ içeriğine sahip kapsüller elde etmişlerdir. Kapsüllerdeki maksimum yağ içeriğini % 90-92 olarak saptamışlardır.

Ghalem ve Mohamed (2008) ise okaliptus *camaldulensis* ve okaliptus *globulus* türlerinin *Staphylococcus aureus* Gram (+) ve *Escherichia coli* Gram (-) bakterileri üzerindeki etkisini incelemiş *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı *Escherichia coli*'ye göre daha iyi bir antibakteriyel aktivite gösterdiğini belirlemişlerdir.

Madouri ve diğ. (2015) Cezayir'de yetişen Okaliptus *globulus* bitkisinden elde edilen uçucu yağın kimyasal bileşimi ve antibakteriyel etkisi üzerine araştırma yapmış elde ettikleri uçucu yağları GC/MS ile analiz etmiş 26 bileşen içerdiğini tespit etmişlerdir. Major bileşenin %55.29 oranında 1-8 cineole olduğunu, gram negatif; *F. nükleatum* ATCC 25586 ve *P. gingivalis* ATCC33277 için belirgin bir antibakteriyel aktivite sergilediğini saptamışlardır. Ayrıca *E. globulus* uçucu yağları, periodontal hastalıkların tedavisinde de potansiyel teşkil ettiğini belirtmişlerdir.

Herculano ve diğ. (2015) okaliptus *staiigeriana* uçucu yağını duvar materyali olarak kaju sakızı kullanıp enkapsüle etmişlerdir. Kapsüllerin *Salmonella Enteritidis* (Gram-negatif) ve *Listeria monocytogenes*'e (Gram-pozitif) karşı antibakteriyel etki gösterdiğini görmüşlerdir.

Noppakundilokrat ve diğ. (2015) Okaliptüs yağını sodyum aljinat ile mikrokapsüllemiş. Okaliptüs yağının mikro kapsüllerden kontrollü salımı 40°C'de bir zaman fonksiyonu olarak araştırılmıştır. Ritger-Peppas modeline göre salım işleminin gerçekleştiğini saptamışlardır.

Antunes ve diğ. (2017) antimikrobiyal özelliklere sahip okaliptüs (*citriodora*) uçucu yağ ve β -siklodekstrin kompleksi ile birleştirilen zein'den ultra ince lifler elde etmeye çalışmıştır. Okaliptus uçucu yağı içeren kapsüller bakterilere karşı antimikrobiyal testlere tabi tutulmuş, *L. monocytogenes* için büyüme azalması % 28.5 ve *S. aureus* için % 24.3 olarak belirlenmiştir.

Salem ve diğ. (2018) Tunus'ta yetişen okaliptus *globulus L.* yapraklarını 3 farklı dönemde toplamış, elde ettikleri uçucu yağların major bileşeni olan 1-8 cineol'ün %13.23-37.82 arasında değiştiğini saptamışlardır. Sentetik moleküllere alternatif olarak biyoaktif moleküllerin kullanılmasının benimsenmesi amacıyla okaliptus *globulus L.* bitkisinden elde ettikleri bu uçucu yağların ampisilin ile sinerjistik etkiside araştırmış, *Bacillus cereus* ATCC 14579 ve *Enterococcus faecalis* ATCC 29212 bakterilerine karşı tam çiçeklenme aşamasında elde edilen yağın etkin olduğunu, okaliptüs esansiyel yağının ampisilin ile kombinasyonu, metisiline dirençli *Staphylococcus aureus*'a karşı kısmi bir sinerjik etki ortaya koyduğunu saptamışlardır. Amfoterisin B ve Okaliptüs esansiyel yağı birleşimide sinerjik bir etki göstermiştir.

Sitotoksite aktivite çalışmalarında ise bu ilişkilerin hücre canlılığını artırdığını ve Okaliptüs esansiyel yağının, bileşimi Vero (böbrek) hücrelerine karşı toksik olmayan hale getirdiğini bildirmişlerdir.

Lin ve diğ. (2019) okaliptüs *citriodora* uçucu yağının stabilitesini artırmak ve raf ömrünü uzatmak amacıyla ince film dispersiyon yöntemi ve ardından dondurarak kurutma işlemi ile katı nanolipozomlar içinde kapsüllemiştir. Kapsülleme işleminin maximum verimliliği %22.47 olarak belirlenmiştir. Lipozomlarda sabitlenen uçucu yağın güçlü stabilizeye sahip olduğu sonucuna varmışlardır.

Limam ve diğ. (2020) on üç okaliptüs türünün (*globulus, maidenii, astringens, camaldulensis, lehmannii, melliadora, erythrocorys, gomphocornuta, gomphocephala, oxidantes, microcarpa, paniculata, angulosa*) yapraklarından elde edilen uçucu yağların kimyasal bileşimi ve antioksidan ve antibakteriyel aktivitelerini belirlemeyi amaçlamışlardır. Yapılan deneyler sonucunda *E. maidenii*'nin en yüksek uçucu yağ verimine sahip olduğunu göstermiştir. Kimyasal bileşim GC/MS ile belirlenmiş, major bileşen 1,8-sineol (*E. microcarpa*'da % 82.64) tür faktöründen oldukça etkilenmiştir. Uçucu yağlar orta düzeyde bir antioksidan aktivite sergilemiş, fakat test edilen tüm bakterilere karşı bakteriyostatik etki görülmemiştir.

Chahomchen ve diğ. (2020) Kuzey Tayland'daki okaliptus *deglupta*, okaliptus *urophylla*, okaliptus *citriodora* ve okaliptus *camaldulensis* ağaçlarının taze yapraklarından elde edilmiş uçucu yağların kimyasal bileşimleri antibakteriyel ve antioksidan aktiviteleri açısından karşılaştırmışlardır. Uçucu yağların kimyasal bileşimi GC-MS kullanılarak analiz edilmiş. 63 bileşiğin ortaya çıktığını ve bileşik sayılarının türlere göre değiştiğini. *E. deglupta*, *E. urophylla* ve *E. camaldulensis*'in okaliptol bakımından en zengin türler olduğunu ve *E. citriodora* sitronellal bakımından en zengin tür olduğu sonucuna varmışlardır. Yağların, antioksidan ve antibakteriyel aktivite sergilediğini, *E. citriodora* yağı, en güçlü antibakteriyel aktiviteyi gösterdiğini saptamışlardır.

Uçucu yağların eldesi, enkapsülasyonu ve tekstile uygulanmasına yönelik oldukça fazla araştırma bulunmakta olup bu kısımda son dönemlerde yapılan çalışmaların bir bölümüne değinilmiştir.

Dadaloğlu ve Evrendilek (2004) kekik, rezene, defne ve lavanta uçucu yağlarını *Escherichia coli* O157:H7, *Salmonella typhimurium*, *Listeria monocytogenes*, ve *Staphylococcus aureus* bakterileri üzerinde etkilerini belirlemeye yönelik çalışma yapmış ve bu uçucu yağların test edilen bakterilere karşı çok güçlü bir antibakteriyel aktivite sergilediğini belirlemişlerdir

Baydar (2005) Isparta'nın dağlık bölgelerinde yetişen ve endemik olduğu bilinen yayla kekiğinin uçucu yağ verimi açısından en iyi hangi dönemde toplanmasıyla daha yüksek verim elde edildiğini araştırmıştır. Yayla kekiğinin Ispartada en fazla yayılım gösterdiği Sütçüler florasından tomurcuklanma sonu evresi, çiçeklenme başı evresi, tam çiçeklenme evresi, çiçeklenme sonu evresi, tohum olgunlaştırma evresi olmak üzere 5 farklı zamanda örnekler toplamıştır. Bitkiler kurutulup su distilasyonu ile uçucu yağ elde edilmiş ve yağ içerikleri GC ile belirlenmiştir. Örneklerde uçucu yağ oranı % 1.7-4.9 arasında değişmiştir. Yayla kekiğinin uçucu yağına ait en fazla içeriğe sahip bileşen karvakrolün % 60.3 - 92.3 arasında değişim gösterdiği saptanmıştır. En yüksek uçucu yağ içeriğinin (% 4.9) çiçeklenme başında, en yüksek karvakarol bileşeni oranının (% 92.3) çiçeklenme sonunda elde edildiği saptanmıştır.

Baydar ve diğ. (2008) soğukta (4°C) muhafaza ve oda koşullarında kurutmanın belirli süre depolama sonunda gül yağı içeriği üzerindeki etkisini araştırmış ve yapılan çalışma sonucunda her iki depolama sonucunda da yağ oranının düştüğü, kuru gülden elde edilen

yağın hidrokarbon olarak daha zengin olduğu, monoterpenik alkoller bakımından daha fakir olduğunu saptamışlardır.

Gölükçü ve diğ. (2017) defne uçucu yağı bileşimi üzerine damıtma süresinin etkisini araştırmış ve sonuç olarak major bileşen 1-8 sineol oranının süreye bağlı olarak %57.7-79.4 arasında değiştiğini ve sürenin dikkate alınmasıyla farklı bileşim oranına sahip uçucu yağ elde edilebileceğini ortaya koymuşlardır.

He ve diğ. (2020) *Atractylodes lancea* Bitkisinden elde edilen uçucu yağın gram pozitif ve gram negatif bakterilere karşı antibakteriyel etkisini incelemiş bu bakterilere karşı uçucu yağın iyi bir antibakteriyel ajan olduğu sonucuna varmışlardır.

Shi ve diğ. (2008) ışığa duyarlı oksidatif ve sağlık alanında bir çok olumlu etkisi olduğu bilinen resveratrol'ü maya hücreleri içerisine kapsüllemiş ve iyi bir stabilite sergilediğini tespit etmişlerdir. Yaptıkları testler sonucunda maya içerisine kapsüllenmiş resveratrolün antioksidan etkisinin arttığını, kontrollü salımı dolayısıyla biyoyararlılığında arttığını tespit etmişlerdir.

Paramera ve diğ (2011) ise sedef, romateid artrit gibi hastalıklara karşı koruyucu etkiye sahip kurkumini içeren kapsüllerin; maya su ve kurkumin kolay bir şekilde karıştırılarak %35 kapsülleme verimliliğiyle elde edilebileceğini göstermişlerdir.

Adrian ve diğ. (2015) balık yağını maya hücrelerine kapsüllemiş ve kapsüllenmiş yağın, %70'in altındaki bağıl nemde 30 gün saklandığında stabil olduğu gösterilmiştir.

Himed ve diğ. (2019) limon uçucu yağını SiO₂ içerisinde kapsülleyerek antioksidan aktivitesini incelemişlerdir. Yapılan kapsülleme işlemi sonucunda antioksidan aktivitede her iki materyalin de (kapsüllenmiş ve kapsüllenmemiş) aynı etkiyi gösterdiği sonucuna varmışlardır.

Al Zuhari ve diğ. (2020) biberiye bitkisine ait uçucu yağın idrar yolları enfeksiyonuna neden olan bakteriler üzerindeki antibakteriyel etkisini incelemiş, sonuç olarak biberiye yağının bu bakterilere karşı güçlü etki gösterdiğini görmüşlerdir.

Radünz ve diğ. (2020) et ürünlerinin korunması amacıyla kekik yağı yüklü kapsüllerin gıda materyali üzerine püskürtülüp antibakteriyel aktivitesini incelemişlerdir. Bu amaçla kekik yağın çekirdek materyal, kabuk materyal olarak maltodekstrin-kazein kullanmış ve yüksek stabiliteye sahip antioksidan ve antimikrobiyal kapsül elde etmişlerdir.

Bonda ve diğ. (2020) ise nane uçucu yağının kapsüllenecek korunması amacıyla aljinat / maltodekstrin ve aljinat / gomalak sakızı kabuk materyali içeriğine sahip kapsüller elde etmişlerdir.

Rungwasantisuk ve Raibhu (2020) ise duvar malzemesi olarak arap zımkı ve jelatin kullanarak lavanta uçucu yağını kapsüllemiş ve hediye amaçlı kullanılacak kağıtlara koku salınımı sağlamayı amaçlamışlardır. Yaptıkları çalışma sonucunda koku salım özelliğine sahip ambalaj kağıtları elde etmişlerdir.

Yang ve diğ. (2020) tarçın uçucu yağını kitosan ve peyniraltı suyu protein izolatu duvar malzemelerini kullanarak kapsüle etmiş ve *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas fragi*, *Escherichia coli*, ve *Shewanella putrefaciens*'e karşı antibakteriyel aktivitesini incelemiş, sonuç olarak doğal uçucu yağa göre biraz daha zayıf fakat uzun süreli antibakteriyel etki gösterdiği sonucuna varmışlardır.

Karaman (2020) ise antibakteriyel antifungal özelliğe sahip karvakrolü plazmolize olmuş ve plazmolize olmamış maya hücrelerine enkapsüle etmiş karvakrol oranının plazmolize maya hücresinde %80.79 iken plazmolize olmamış hücrelerde %90.43 tespit edilmiştir.

Errenst ve diğ. (2021) maya hücrelerine limonen yüklemiş ve ağırlıkça %27.4 limonen içeriğine sahip maya hücreleri elde etmişlerdir. Bu hücrelerin hekzan ile yıkamaya karşı dayanım gösterdiğini tespit etmişlerdir. Elde ettikleri SEM görüntülerinde maya hücresi yüzeylerinin işlendikten sonra bozulmaya uğramadığı yönündedir.

Specos ve diğ. (2010) *Sitronella* (Limon otu yağı) yağını koaservasyon yöntemini kullanarak jelatin-arap zımkı-gluteralehit yardımıyla kapsüllemiş, üretilen kapsülleri pamuklu tekstil ürününe uygulamış ve sivrisinek kovucu tekstil ürünü elde etmeyi başarmışlardır.

Sancar Beşen ve diğ. (2016) ozonlanmış ve ozonlanmamış zeytin yağını basit koaservasyon yöntemini kullanarak arap zımkı içerisine kapsüllemiş ve elde ettikleri kapsülleri tekstil yüzeyine emdirme yöntemini kullanarak uygulamışlardır. Sonuç olarak ozonlanmış yağı içeren kapsüller, *E.coli*'ye karşı daha iyi bir etkinlik göstermiştir.

Özyıldız ve diğ. (2012) kırmızı biber tohumu yağını ozonlanmış koaservasyon tekniğini kullanarak bu yağı jelatin ve arap zımkı kabuk materyaliyle kapsüle hale getirmişlerdir. Elde edilen kapsülleri nanowen (dokusuz) kumaşlara uygulamış ve

fonksiyonelleştirilmiş tek kullanımlık antibiyotiğe direnç gösteren, mikroorganizmalara karşı antibakteriyel etki gösterebilen kumaş elde etmişlerdir.

Rathinamoorthy ve Thilagavathi (2013) *Terminalia chebula* (Kara Halile) bitkisinin ekstraktını elde etmiş çekirdek materyal olarak kullandığı bu materyali jelatin kabuk malzemesi ve sprej kurutucu yardımıyla kapsül haline getirmiştir. Elde ettiği kapsülleri tekstil materyaline applike etmiş ve antibakteriyel testlere tabi tutulmuş *Staphylococcus aureus* MTCC 737, *Escherichia coli* MTCC 1687 üzerinde antibakteriyel etkinlik olduğu görülmüştür.

Cengiz ve diğ. (2018) çekirdek madde olarak parafin esaslı n-oktadekanı kitosan arap zamkı ve jelatin arap zamkı içeren kabukla kaplamış ve yapıyı nano çinko oksit ile fonksiyonelleştirmişlerdir. Testler sonucunda kapsüllerin ısıyı yayma depolama özelliği olduğu tespit edilmiş, sonrasında antibakteriyel testlere tabi tutulmuştur. Yapılan testler sonucunda yapıdaki çinko oksitin antibakteriyel aktivite gösterdiğini tespit etmiş ve elde edilen kapsülleri emdirme yöntemini kullanarak pamuklu kumaşa applike etmişlerdir.

4 MATERYAL VE DENEYSEL YÖNTEMLER

Çalışma kapsamında üç temel amaca ulaşmak için deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiştir. İlk amaç, *Eucalyptus camaldulensis* Dehn. (*E.camaldulensis*) ağaçlarının yapraklarından uçucu yağ eldesi ve kimyasal bileşiminin belirlenmesidir. Bu amaçla, yapraklar farklı kurutma koşullarında kurutulmuş, hem yaş hem de kurutulmuş yapraklardan Clevenger düzeneğinde hidrodestilasyon yöntemi ile uçucu yağlar elde edilmiştir. Elde edilen uçucu yağların GC-MS analizi ile bileşimi belirlenmiştir. İkinci amaç ise, elde edilen uçucu yağların ekme mayası olarak kullanılan *Saccharomyces cerevisiae* (Maya) ile enkapsülasyonun sağlanması, morfolojik ve kimyasal yapısının incelenmesidir. Bu amaç doğrultusunda okaliptus uçucu yağı yüklenmiş mikrokapsüller elde edilmiş ve bu mikrokapsüllerin, SEM ve optik mikroskop ile morfolojisi, FT-IR ile kimyasal yapısı incelenmiştir. Son olarak ise; okaliptus uçucu yağının, üretilen mikrokapsüllerin minimum inhibisyon konsantrasyonu belirlemek ve kapsüllerin denim kumaşa uygulanması ile kumaşın antibakteriyel aktivite kazandırması amaçlanmıştır. Bu amaçla kapsüller pamuklu kumaşa applike edilmiş ve uçucu yağ, uçucu yağ yüklenmiş kapsüller ve kapsül yüklü kumaşlar antibakteriyel aktivite testlerine tabi tutulmuştur.

4.1 Materyal

Tez çalışması süresince kullanılan bitkisel materyal, kimyasallar ve cihazlara ait bilgiler aşağıdaki bölümlerde verilmiştir.

4.1.1 Bitkisel materyal

Deneysel çalışmalarda bitkisel materyal olarak, Muğla ilinin Ula ilçesinde yer alan Gökova körfezinde yöre halkı arasında aşıklar yolu olarak bilinen bölgede yetişen Şekil 4.1’de görülen *Eucalyptus camaldulensis dehn. (E.camaldulensis)* türü okaliptus ağaçlarının 2019 yılı Ekim ayında toplanan yaprakları kullanılmıştır. Bitkinin tanımlanması İnönü Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Öğretim Üyesi Prof. Dr. Turan ARABACI tarafından yapılmıştır.



Şekil 4.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan bitkisel materyal.

4.1.2 Kimyasallar

Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasallara ait bilgiler Tablo 4.1 'de verilmiştir.

Tablo 4.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasallara ilişkin bilgiler.

Kimyasal Adı	Kimyasal Formülü	Safılığı	Firma	Kullanım Amacı
Sodyum Klorür	NaCl	%99,9	AnalaR	Plazmoliz
Kalsiyum Klorür	CaCl ₂	%98	Emir kimya	Plazmoliz
Sodyum Sülfat (Susuz)	Na ₂ SO ₄			Uçucu yağdan su uzaklaştırma
Maya - <i>Saccharomyces cerevisiae</i>			Pakmaya	Kabuk Materyal
Mueller Hinton Broth			Biokar diagnostics	Antibakteriyel testler
Mueller Hinton Agar			Biokar diagnostics	Antibakteriyel testler
<i>Escherichia coli</i> bakterisi			TÖTM	Antibakteriyel testler

Tablo 4.1 (Devamı). Deneylerde kullanılan kimyasallara ilişkin bilgiler

Ampicillin	$C_{16}H_{19}N_3O_4S$		Sigma-Aldrich	Antibakteriyel testler
Gentamicin Sulfate	$C_{19}H_{40}N_4O_{10}S$	614µg/mg gentamicin- % 10.6 H ₂ O	Sigma-Aldrich	Antibakteriyel testler
P-nitrotetrazolium violet	$C_{23}H_{18}ClN_5O_2$			
Brain Hearth Infusion (BHI) agarda,			Merck	Antibakteriyel testler

4.1.3 Cihazlar

Deneyisel çalışmalarda kullanılan cihazlara ait bilgiler Tablo 4.2’de verilmiştir.

Tablo 4.2. Deneylerde kullanılan cihazlara ilişkin bilgiler.

Cihazın Adı	Cihazın Markası	Kullanım Amacı
Mikrodalga Fırın	Arçelik MD 555S	Kurutma işlemleri
Öğütücü	Philips cucina	Yaprak öğütme
IR Kurutucu	OHAUS MB45	Nem tayini
Hassas Terazi	Radwag PS 3500.R2	Genel tartım işlemleri
Mantolu Isıtıcı	Termal laboratuvar aletleri 127 N	Clevenger düzeneği ısıtma
Santrifüj	TD3 Centrifuge	Plazmolize materyal ayırma
Vakumlu Etüv	Nüve EV018	Maya kurutma
Liyofilizatör	Buchi L200	Maya ve enkapsül kurutma
Döner Buharlaştırıcı	Heidolph Laborota 4000	Çözücü uzaklaştırma
Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı	Wisd SMHS-3	Enkapsülasyon işlemi
Buzdolabı	Vestel BZP-S1108W1	Enkapsül ve uçucu yağın muhafazası
Lab Tipi Fular	Mathis pad-batch	Kumaşa enkapsül aplikasyonu

Tablo 4.2(Devamı). Deneylerde kullanılan cihazlara ilişkin bilgiler.

Yıkama Makinası	Wascator fom71 cls	Tekstil materyalinin yıkanması
Kurutma Makinası	James Heal Accudry 2	Tekstil materyalinin kurutulması
Kopma Mukavemeti Test Cihazı	SDL UT35	Tekstil materyalinin kopma dayanımı
Krokmetre	SDL ATLAS – M238BB	Tekstil materyalinin sürtme testi
Mikropipet	Mikrolit 16206378	Sıvıların ölçülü transferi
F-TIR Cihazı	Percin Elmer Spectrom One	Karakterizasyon tayini
SEM Cihazı	Leo Evo 40	Karakterizasyon tayini
Kaplama Cihazı	Bal-Tec scd 050	SEM için
GC-MS Cihazı	GC-Agilent 6890/MS Dedektörü-5793M	Uçucu yağ içerik belirleme
UV Spektrometre	Shimadzu UV 1800	Salım Testlerinde
Optik Mikroskop	Olympus BX51	Karakterizasyon tayini

4.1.4 Tekstil materyali ve Mikro kapsül uygulanmasında kullanılan kimyasallar

Çalışmada kullanılan denim kumaş, yıkama, ağartma ve boyama işlemleri bitmiş olarak temin edilmiştir. Bu kumaşlara ait bilgiler Tablo 4.3’de verilmiştir.

Tablo 4.3. Mikro kapsüllerin uygulandığı denim kumaşlara ait bilgiler

Kumaş Türü	Kumaş Sıklığı		İplik Numarası		Kopma Direnci		Kumaş Kompozisyonu
	Çözümlü Sıklığı (tel/cm)	Atkı Sıklığı (tel/cm)	Çözümlü	Atkı	Çözümlü (kgf)	Atkı (kgf)	
Denim	32	23	16	24	85	33	%91 Pamuk %6,5 T400 %2,5 Elastan
Pamuklu	28	17	14	14	58	38	%100 Pamuk

Mikrokapsüllerin tekstil materyallerine uygulanması sırasında kullanılan kimyasallara ait bilgiler de Tablo 4.4’de verilmiştir.

Tablo 4.4. Mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanması sırasında kullanılan kimyasallara ait bilgiler

Kimyasal Adı	Kullanılış Amacı	Firma
Fixapret NF	Çapraz Bağlayıcı	BASF
Arkophob XLR	Çapraz Bağlayıcı	ARCHROMA
Perapret PU	Binder	BASF
Orgal NA 300	Binder	Organik Kimya
Romapal 1496	Islatıcı	Dystar

4.2 Metot

Tez çalışması boyunca uygulanan deneysel yöntemle ilişkin bilgiler, bu bölümde verilmiştir.

4.2.1 Okaliptüs yapraklarının kurutulması

Okaliptus ağaçlarından toplanan yaprakların kurutulması işlemi iki farklı şekilde yapılmıştır. İlk olarak, okaliptus yaprakları güneş almayan oda ortamında ($\sim 25^{\circ}\text{C}$) kurutulmuş (Şekil 4.2) ve E2019-OK olarak kodlanmıştır.



Şekil 4.2. Oda koşullarında kurutulmuş yapraklar (E2019-OK).

İkinci kurutma işlemi ise, Şekil 4.3’te verilen Arçelik marka MD 555S model mikrodalga fırında 180 W ’ta 20 dk ve MaxW ’ta (cihaz kataloğuna göre 720 W) 5 dk süre ile

gerçekleştirilmiştir. 180 W'ta kurutulan örnekler E2019-180, 720 W'ta kurutulan örnekler ise E2019-720 olarak kodlanmıştır.



Şekil 4.3. Mikrodalga fırın.

4.2.2 Başlangıç nem miktarı tayini

Şekil 4.4'de görülen OHAUS MB45 nem tayin cihazı kullanılarak okaliptus yapraklarının başlangıç nem miktarı belirlenmiştir. Yapraklardan yaklaşık 0,500 gram cihaza konulmuş, cihaz 110°C sıcaklıkta çalıştırılmış, yaklaşık 75 dakika sonra örnek numunesi ağırlığında değişim olmadığında kurutma işlemi sonlandırılmıştır. Başlangıç nem oranı Eşitlik 4.1 yardımı ile hesaplanmıştır. Bu işlem, üç tekrar olarak yapılmıştır. Kurutma işlemi sonunda başlangıç nem oranı ortalama %41,7 olarak bulunmuştur.

$$\% \text{ Nem} = \frac{\text{Örneğin başlangıç ağırlığı} - \text{Örneğin kurutma sonrası ağırlığı}}{\text{Örneğin başlangıç ağırlığı}} * 100 \quad (4.1)$$



Şekil 4.4. OHAUS IR ile Okaliptüs başlangıç nem tayini.

4.2.3 Hidrodestilasyon ile uçucu yağ eldesi

Çalışma kapsamında, uçucu yağ elde etmek için hidrodestilasyon yöntemi, bu amaçla da Clevenger düzeneği kullanılmıştır. Öncelikle, uçucu yağ elde edilecek yapraklara nasıl bir ön işlem uygulanacağını belirlemek amacıyla; yaş yaprak (E2019-Y kodlu) örneklerinin ve kurutulan E2019-OK, E2019-180 E2019-720 kodlu yaprak örneklerinin uçucu yağ içeriklerinin belirlenmesi kararlaştırılmıştır. Bunun için, dört örnek öğütücüden geçirildikten sonra 100 gram tartılarak dibi yuvarlak şilifli 2 L'lik cam balona konulmuştur. Üzerine 1 L saf su eklenip çalkalandıktan sonra mantolu ısıtıcıya yerleştirilmiş ve Şekil 4.5'te gösterildiği gibi Clevenger düzeneği bağlanmıştır. Isıtıcının cam balon içerisindeki suyu kaynatması ile birlikte damıtma başlamış olup, örnekler yaklaşık 3 saat süreyle hidrodestilasyon işlemine tabi tutulmuştur. Su buharıyla sürüklenen uçucu yağlar, çeşme suyu ile soğutulan soğutucu bölümünde yoğunlaşarak damla damla toplama kısmında birikmiş ve daha sonra taksimatlı kısma getirilerek elde edilen uçucu yağ hacmi mL olarak belirlenmiştir. Böylece uçucu yağ miktarları volümetrik olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.5. Deneyleerde kullanılan clevenger düzeneđi.

Uçucu yağ miktarları, 100 g yaprak (kuru) miktarına göre mL uçucu yağ/100 g örnek (mL EO/100 g) olarak Tablo 4.5'te verilmiştir.

Tablo 4.5. Kurutma yöntemine ve toplama zamanına göre uçucu yağ miktarları.

Örnek	Uçucu Yağ Miktarı (mL EO/100 g)
E2019-Y	0.765*
E2019-OK	1.1
E2019-180	0.95
E2019-720	0.90

*Kuru bazda

Tablodaki veriler göz önünde bulundurulduğunda, 100 g kuru ve yaş yapraktan en fazla uçucu yağ oda koşullarında kurutulan örneklerden elde edildiğinden geriye kalan tüm yapraklar oda koşullarında kurutulmuş ve çalışma için gerekli olan tüm uçucu yağ bu yapraklardan sağlanmıştır. Daha kısa sürede daha fazla uçucu yağ elde edebilmek için büyük boyutta Clevenger düzeneđi kullanılmıştır. Oda koşullarında kurutulan yapraklardan her seferinde 300 gram tartılarak dibi yuvarlak şilifli 6 L'lik cam balona konulmuş, üzerine 3 L saf su eklenip çalkalandıktan sonra mantolu ısıtıcıya yerleştirilmiştir ve Şekil 4.5'de gösterildiđi gibi Clevenger düzeneđi bağlanmıştır. Tüm çalışma süresince, kuru yaprak : saf

su oranı 1:10 olarak alınmıştır. Isıtıcının cam balon içerisindeki suyu kaynatması ile birlikte damıtma başlamış olup, örnekler yaklaşık 3 saat süreyle hidrodestilasyon işlemine tabi tutulmuştur. Su buharıyla sürüklenen uçucu yağlar, çeşme suyu ile soğutulan soğutucu bölümünde yoğunlaşarak damla damla toplama kısmında birikmiş ve daha sonra taksimatlı kısma getirilerek elde edilen uçucu yağ hacmi mL olarak belirlenmiştir. Daha sonra sulu fazdan ayrılarak koyu renkli (amber) şişelere alınmıştır. Oda koşullarında kurutulan yapraklardan toplamda yaklaşık 50 mL uçucu yağ elde edilmiştir.

Uçucu yağın kimyasal bileşimine mevsimsel etkiyi belirlemek için 2020 yılı Temmuz ayında aynı bölgeden yapraklar, ayrıca toplanmış oda koşullarında kurutulmuş ve T2020-OK kodu verilerek hidrodestilasyon işlemlerine tabi tutulmuştur. İşlem sonunda elde edilen uçucu yağ miktarı 100 g kuru yaprak başına 1,1 mL olarak ölçülmüştür.

Hem Ekim 2019 hem de Temmuz 2020 örneklerinden elde edilen tüm uçucu yağlar, susuz Na₂SO₄ ile suları uzaklaştırıldıktan sonra enkapsülasyon çalışmalarına kadar hava ve ışık almayacak şekilde +4°C’de saklanmıştır.

4.2.4 Uçucu yağ yoğunluğunun belirlenmesi

Elde edilen okaliptus uçucu yağının yoğunluğu belirlemek amacıyla kalibre edilmiş mikropipet yardımıyla 10 tekrar olacak şekilde ardışık 1 mL’lik numuneler alınıp hassas terazide tartım işlemleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçların ortalaması alınarak uçucu yağ yoğunluğu 0,9207 g/ml olarak hesaplanmıştır.

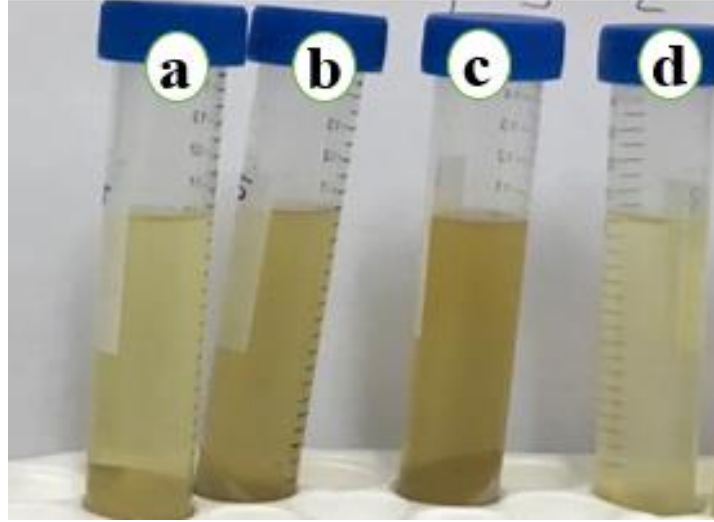
4.2.5 GC-MS analizi

Elde edilen okaliptus uçucu yağının içerdiği kimyasal bileşenleri ve miktarlarını belirlemek amacıyla GC-MS analizi gerçekleştirilmiştir. GC-MS analizi, Agilent 6890 GC cihazına bağlı 5793M MSD dedektörden oluşan GC-MS ile gerçekleştirilmiştir. HP-INNOWax PEG kapiler kolonu (60 m × 0.25 mm, 0.25 µm), akış hızı 1.7 mL/dk olan helyum taşıyıcı gazı ile birlikte kullanılmıştır. Analiz süresince GC-MS koşulları şöyledir: split oranı 30:1, enjeksiyon hacmi 1 µL, fırın sıcaklık programı; 10 dk süresince 60 °C’de tutulup, sonra 5 °C/dk hızla 150 °C’ye çıkartılarak bu sıcaklıkta 20 dk tutulup tekrar 5 °C/dk hızla 250 °C’ye çıkartılıp bu sıcaklıkta da 30 dk tutulması şeklinde olup toplam süre 98 dk ve enjeksiyon sıcaklığı 250 °C olarak belirlenmiştir. Kütle spektrumları 70 eV enerjide ve 35-450 m/z (kütle/yük) aralığında alınmıştır.

Analizi gerçekleştirilen uçucu yağların bileşenleri, NIST05a.L, Nist08Wiley8.L ve Flavor2.L kütüphaneleri taranarak belirlenmiş ve kromatogramdaki pik alanlarından yüzde oranları hesaplanarak bileşenlerin yüzde olarak rölatif miktarları da belirlenmiştir.

4.2.6 Maya plazmoliz

Plazmoliz işlemi için Tangüler ve Erten (2004, 2006) ve Paramera ve ark. (2011) araştırmacılarının önerdiği koşullar modifiye edilerek, %10'luk NaCl, %20'lik NaCl, %10'luk CaCl₂ ve %20'lik CaCl₂ çözeltiler ile çalkalamalı su banyosunda 55°C sıcaklık, 150 rpm çalkalama hızı ve 48 saatlik süre koşullarında mayanın plazmoliz işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu koşullar altında hangi çözeltinin plazmoliz işlemi için daha uygun olduğuna karar vermek amacıyla, yukarıda ifade edilen çözeltilerden ayrı ayrı 100 mL hazırlanarak 250 mL'lik erlenlere konulmuştur. Daha sonra bu erlenler içerisine ticari olarak satın alınan her biri 42 gramlık yaş mayalardan ayrı ayrı konulmuş, erlenlerin ağzı kapatılarak yukarıda belirtilen koşullarda 48 saat süreyle çalkalamalı su banyosunda plazmolize işlemine bırakılmıştır. 48 saatlik süre sonunda erlen içerisindeki maya-çözelti karışımı tüm muhteviyatıyla birlikte 1800 rpm hızında 5 dk süreyle santrifüj edilmiştir. Plazmolize olmuş mayalar, santrifüj tüpünün dibine çökünce süpernatantların rengi/bulanıklılığı gözlemlenmiştir. Şekil 4.6'da görüldüğü gibi bulanıklıklar dikkate alındığında, %10'luk NaCl çözeltisine ait süpernatanın daha fazla bulanık olduğu dolayısıyla hücre içerisinden dışarıya madde çıkışının en fazla bu çözeltilerde olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla da plazmoliz işlemi için en uygun çözeltinin %10'luk NaCl çözeltisi olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 4.6. Plazmoliz edilmiş mayaların süpernatantları **a.**%10'luk CaCl_2 **b.**%20 NaCl **c.**% 10 NaCl **d.**%20'luk CaCl_2 .

Deneylere bu işlem sonrasında %10'luk NaCl çözeltileri ile devam edilmiştir. Ticari olarak satın alınan toplamda 500 g maya (*S.cerevisiae*) %10'luk NaCl çözeltisi ile çalkalamalı su banyosunda 55°C'de 150 rpm çalkalama hızında 48 saat süre ile plazmolize edilmiştir. 48 saat sonunda maya-tuzlu su karışımı 1800 rpm'de 5 dk santrifüjlenip süpernatant uzaklaştırılmıştır. Plazmolize mayalar, plazmoliz atıklarının tamamen uzaklaştırılması için birkaç defa saf sudan geçirilerek tekrar santrifüjlenmiştir. Plazmolize olmuş maya Şekil 4.7'deki gibi petri kabına konularak kurutulmak için hazırlanmıştır.



Şekil 4.7. Plazmolize maya.

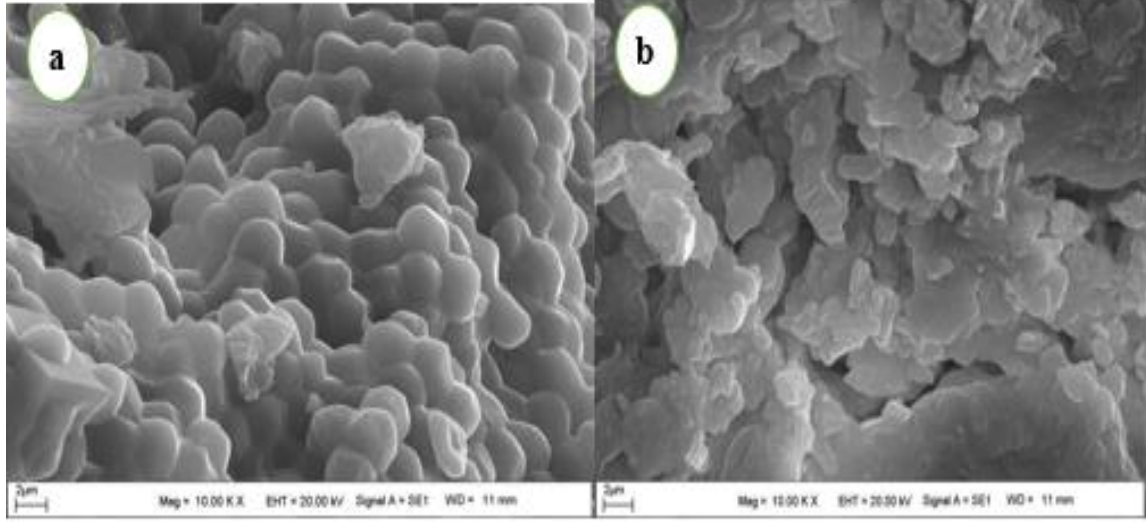
Plazmoliz olmuş mayalar, uygun şekilde kurutabilmeleri için vakumlu etüv ve mikrodalga fırın olmak üzere iki farklı yöntemde kurutma işlemine tabi tutulmuştur.

Vakumlu etüvde 40°C’de -1 bar basınç altında kurutma işlemi yapılmıştır. Mikrodalga fırında ise 720 W güçte kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.8’de mikrodalga ile kurutulmuş plazmolize maya materyaline ait bir görsel verilmiştir.



Şekil 4.8. Mikrodalga kurutma işlemine tabi tutulmuş maya materyali.

Kurutma işlemlerine ait SEM görüntüleri alınmış incelenmiş ve literatürde yapılan plazmoliz incelemeleriyle karşılaştırılmıştır. Şekil 4.9’da görüldüğü üzere maya, vakumlu etüvde kurutulduğunda küresel yapısını tamamen kaybettiği ayrıca kurutma işlemi sonunda materyalinin kurutma yüzeyinden çıkarılmasının zor olduğu, kuruyan materyalin kurutulan yüzeye yapışma sağladığı gözlemlenmiştir. Mikrodalga ile kurutmada ise mayaların ovalimsi yapılarının korunduğu görülmüştür. Elde edilen görüntüler ve literatür incelemeleri sonucunda maya materyalinin mikrodalga ile kurutulmasının zaman ve enerji açısından daha uygun kurutma tekniği olduğu sonucuna varılmıştır. Çalışmada kullanılan tüm plazmolize mayalar mikrodalga kurutma yöntemi ile kurutulmuştur.



Şekil 4.9. Kurutulmuş plazmolize maya kabuk materyaline ait SEM görüntüleri **a)** Mikrodalga ile kurutma **b)** Vakumlu etüv ile kurutma.

4.2.7 Enkapsülasyon işlemi

Enkapsülasyon işlemi, Karaman (2020) uyguladığı metotta bazı değişiklikler yapılarak gerçekleştirilmiştir. Tablo 4.6’da belirtildiği gibi duvar materyal olarak plazmoliz edilmiş maya, çekirdek materyal olarak uçucu yağ ve süspansiyon/karıştırma ortamı olarak ise saf su kullanılarak üç farklı mikrokapsül hazırlanmış ve bu örneklere kodlar verilmiştir. Çalışmalar süresince kullanılan su miktarına, mayaların su ortamına eklenmesi sonrasında tüm mayaların karışması durumu göz önünde bulundurularak karar verilmiştir. 12 mL saf su ortamında 3 g plazmolize edilmiş maya örnekleri tamamen karıştırılabilmektedir. Saf su miktarı azaltıldığında tüm mayaların karışması gerçekleştirilememektedir. Bir beher içerisine plazmolize maya materyali alınarak üzerine saf su eklenmiş son olarak bunların üzerine okaliptus uçucu yağı ilavesi yapılmıştır. Çalışmalar, 45°C sıcaklıkta 600 rpm karıştırma hızında 4 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Enkapsülasyon işlemleri süresince beherlerin üzeri petri kabıyla kapatılarak kayıplar önlenmeye çalışılmıştır. 4 saatlik sürenin sonunda beher içeriği santrifüj tüplerine konularak 5000 rpm’de 15 dk santrifüj edilerek mikrokapsüllerin çökmesi sağlanmıştır. Çöken mikrokapsüller, mikrokapsüllere yüklenemeyen uçucu yağların uzaklaştırılması için saf su ile üç defa yıkanmış, her yıkama işlemi sırasında 5 dk santrifüj edilmiştir. Yıkama işlemi gerçekleştirilen mikrokapsüller petri kaplarına yayılarak dökülmüş ve liyofilizasyon işlemi için -20 °C’de buzdolabında saklanmıştır.

Tablo 4.6. Üretilen mikrokapsüllerin kodları ve içerikleri

Mikrokapsül kodu	Üretilen Mikrokapsüllerin İçeriği		
	Plazmolize Maya (g)	Okaliptus Uçucu Yağı (mL)	Su (mL)
YMK1	3	3	12
YMK2	3	4	12
YMK3	3	5	12

Dondurulmuş mikrokapsüller 24 saat sonra, kondenser sıcaklığı -54°C ve çalışma basıncı 0,200 mbar olan liyofilizatörde 16 saat süreyle kurutulmuştur. Liyofilize edilen mikrokapsüller enkapsülasyon etkinliği belirlenene kadar buzdolabında +4°C’de muhafaza edilmiştir.

4.2.8 Mikrokapsüllerin Etkinlik Analizi

Enkapsülasyon işlemi sonrasında, ortama eklenen uçucu yağın ne kadarının plazmolize mayalar tarafından tutulduğunu ifade eden yağ tutma oranı, tutulan uçucu yağların ne kadarının mayanın hücre duvarını geçerek içinde tutulduğunu ifade eden enkapsülasyon etkinliği ve birim plazmolize maya miktarı başına tutulan toplam yağ miktarını ifade eden yükleme kapasitesi yönünden üç farklı etkinlik analizine tutularak değerlendirme yapılmıştır.

4.2.8.1 Yağ tutma oranı (YTO)

Plazmolize mayalar tarafından ortamdaki uçucu yağın ne kadarının tutulduğunu ifade eden yağ tutma oranını (YTO) belirlemek amacıyla ön denemelerde elde edilen kapsüllerden 5'er g alınarak Clevenger düzeneğine konulmuş, üzerine 500 ml saf su eklenmiştir. 100°C’de elde edilen uçucu yağ miktarı sabitlenene kadar (~4 saat) hidrodestilasyon işlemine tabi tutulmuştur. Clevenger düzeneğinin yağ toplama kısmında biriken uçucu yağların hassas bir şekilde hacmi belirlenmiş ve yoğunluğu ile çarpılarak plazmolize mayalara tutunan uçucu yağ miktarı hesaplanmıştır. Bu veriler kullanılarak Eşitlik 4.3 ile mikrokapsülün yağ tutma oranı belirlenmiştir (Campelo ve diğ., 2017).

$$YTO (\%) = \frac{\text{Yüklenen Uçucu Yağ Miktarı}}{\text{Başlangıçtaki Uçucu Yağ Miktarı}} * 100 \quad (4.3)$$

Yağ tutma oranı belirlenen mikrokapsüllerden en uygun olan mikrokapsül, Bölüm 4.2.7’de anlatılan enkapsülasyon işlemine göre çalışmanın diğer kısımları için seri olarak üretilmiştir.

4.2.8.2 Mikrokapsül yüzey yağ analizi ve enkapsülasyon etkinliği

Plazmolize mayalar tarafından tutunan uçucu yağın ne kadarının yüzeyde kaldığını ne kadarının mayaların içerisine girdiğini ifade eden enkapsülasyon etkinliğini (EE) belirlemek amacıyla bir önceki bölümde uygunluğuna karar verilen mikrokapsülden 3 g alınarak Soxhlet kartuşuna konulmuştur. 250 mL hekzan darası bilenen cam balona konularak Soxhlet aparatına bağlanmış ve kapsüller 3 saat süreyle ekstrakte edilmiştir. Kabuk materyalin hekzanda çözünmediğini de test etmek amacıyla boş mikrokapsülerde aynı şekilde Soxhlet aparatında ekstrakte edilmiştir. Ekstraksiyon sonrası hekzan döner buharlaştırıcı sisteminde uzaklaştırılmıştır. Sonrasında ise azot gazı kullanılarak konsantre hale getirilmiştir. Bu işlem sonunda cam balonların tartımı yapılmıştır. Tartım sonrasında ekstrakte edilen uçucu yağın miktarı belirlenmiştir. Boş kabuk materyallerinin (plazmolize maya) ekstraksiyonunda kullanılan balonların ağırlıklarında değişme olmadığı görülmüştür. Bu da kabuk materyalinin hekzanda çözünmediğini göstermektedir. Belirlenen yüzey yağ miktarı kullanılarak Eşitlik 4.4’e göre enkapsülasyon etkinliği hesaplanmıştır (Campelo ve diğ., 2017).

$$EE (\%) = \frac{\text{Yüklenen Uçucu Yağ Miktarı} - \text{Yüzey Yağ miktarı}}{\text{Yüklenen Uçucu Yağ Miktarı}} * 100 \quad (4.4)$$

4.2.8.3 Mikrokapsüllere uçucu yağ yükleme kapasitesi

Birim kabuk materyal başına yükleme kapasitesi (YK), Bölüm 4.2.7.1’de anlatılan deneysel işlemlere göre belirlenen plazmolize mayalar tarafından tutunan/yüklenen uçucu yağ miktarı ile kullanılan plazmolize maya miktarı değerleri kullanılarak Eşitlik 4.5’e göre hesaplanmıştır.

$$YK (\%) = \frac{\text{Yüklenen Uçucu Yağ Miktarı}}{\text{Plazmolize Maya Miktarı}} * 100 \quad (4.5)$$

4.2.9 Mikrokapsüllerin karakterizasyonu

Üretilen mikrokapsüllerin yüzey morfolojisi ve partikül boyutu dağılımı Scanning Electron Microscopy (SEM) ile belirlenmiştir. SEM görüntüleri almak için numuneler, Bal-Tec marka SCD 050 model sputering sistem ile çalışan kaplama ünitesinde Au-Pd ile kaplanmıştır. Sonrasında LEO marka Evo 40 model SEM cihazında SEM görüntüleri alınmıştır. Mikropartiküllerin morfolojisini belirlemek amacıyla ayrıca optik mikroskop görüntüleri alınmıştır.

Üretilen mikrokapsüllerin kimyasal yapısını belirlemek amacıyla Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektroskopi analizi ise Perkin Elmer Spectrum One cihazında yapılmış ve işlem sonucunda dalga boyu absorbans grafikleri elde edilmiştir.

4.2.10 Mikrokapsüllerden Uçucu Yağ Salım Çalışmaları

Uçucu yağın, elde edilen yüklü mikrokapsüllerin gerek tekstil materyaline uygulanmasında (hem yükleme esnasında kurutma işlemi sürecinde hem yıkamalar sonrası kurutma işlemi sırasında) sıcaklığa maruz kalacağı göz önünde bulundurulduğunda mikrokapsüllerin salım davranışlarının sıcaklığa göre nasıl bir davranış gösterdiği araştırılmıştır.

Sıcaklığa bağlı olarak salım davranışlarını incelemek için belirli bir miktar (yaklaşık 0,5 g) alınan uçucu yağ ve uçucu yağ yüklü mikrokapsüller Ohaus MB 45 marka IR nem tayin cihazına yerleştirilmiş ve 70°C, 120°C ve 130°C üç farklı sıcaklıklarda cihaz çalıştırılmıştır. Cihaz sahip olduğu RS232 özelliği sayesinde bilgisayara bağlanmış ve programı çalıştırılarak her 10 saniyedeki tartım sonuçları Excel dosyası olarak kaydedilmiştir. Her bir salım işlemi sonunda mikrokapsüllerin Clevenger aparatı kullanılarak bünyesindeki uçucu yağlar, tekrar elde edilerek miktarı belirlenmiştir. Nem tayin cihazında salınan miktar ile Clevenger miktarı toplanmış, yüklenen toplam uçucu yağ miktarı ile karşılaştırması yapılarak salım işleminde kayıpların olup olmadığının ve salım işleminin doğruluğunun teyidi yapılmıştır.

4.2.11 Mikrokapsüllerin tekstil materyaline uygulanması ve testleri

Mikrokapsüllerin denim ve %100 pamuklu kumaşlara uygulanması sırasında emdirme yöntemi kullanılmıştır. Mikrokapsüller, işletme koşullarına uygun olarak Şekil 4.10'da görülen Mathis marka CH-8156 model pad-batch makinasında 2 bar basınç ve 0,75 m/dk hızında, Tablo 4.7'de belirtilen bir tekstil fabrikasında hâlihazırda kullanılan 4 farklı

bitim işlemi uygulama koşullarında (reçete) denim ve %100 pamuklu kumaşlara emdirme yöntemiyle uygulanmıştır.



Şekil 4.10. Mathis CH-8156 Pad batch ünitesi

Tablo 4.7. Mikrokapsüllerin tekstil materyaline uygulanma koşulları

Materyal/Kimyasal Adı	Reçete 1	Reçete 2	Reçete 3	Reçete 4
Mikrokapsül (g/L)	7	7	7	7
Fixapret Resin NF (g/L)	-	5	-	-
Perapret PU (g/L)	-	-	25	-
Arkophob XLR (g/L)	-	-	5	-
Romapal 1496 (g/L)	-	0,75	0,75	0,75
Orgal NA 300 (g/L)	-	-	-	25
pH	4,5-6	4,5-6	4,5-6	4,5-6

Mikrokapsül uygulanmış kumaşların yapısındaki mikrokapsüllerin yıkamaya karşı kalıcılığını araştırmak amacıyla tekstil materyali numuneleri Wascator fom71 CLS yıkama makinesinde 25 g deterjan kullanılarak 40°C’de 45 dk süre ile yıkanmıştır. Yıkama sonrası James Heal Accudry2 kurutma makinesinde 60°C’de normal kurutma modunda kurutulmuştur.

4.2.12 Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu

4.2.12.1 Taramalı elektron mikroskop (SEM) analizleri

Çalışmada mikrokapsül uygulanmış kumaşların yapısında mikrokapsül varlığını araştırmak için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. SEM görüntüleri almak için numuneler, Bal-Tec marka SCD 050 model sputering sistem ile çalışan kaplama ünitesinde Au-Pd ile kaplanmıştır. Sonrasında LEO marka Evo 40 model SEM cihazında SEM görüntüleri alınmıştır.

4.2.12.2 Sürtme ve kopma dayanımları

Sürtme testi, AATCC TM8-2016e standardına göre Şekil 4.11’de görülen SDL ATLAS - M238BB marka krokmetre cihazında yapılmış olup numuneler pimlere geçirilip, 9 N’luk kuvvet uygulanarak makine 10 devire ayarlanıp sürtme işlemi gerçekleştirilmiştir. Test numunesi ile standart bir test kumaşı on kez ovulmuştur.



Şekil 4.11. Elektronik krokmetre

Kopma dayanım testleri ise, ASTM D5034-09(2017) standardına göre Şekil 4.12’de görülen SDL marka UT35 model kopma mukavemeti test cihazında tekstil materyal

numunelerinin 100 mm × 150 mm boyutlarında kesilip cihazın alt üst çenelerine yerleştirilerek cihazın 300 mm/dk hızına ayarlanıp çalıştırılmıştır. İşlem sonunda kumaşa ait kopma dayanım verileri elde edilmiştir.



Şekil 4.12. Kopma Dayanımı Test Cihazı.

4.2.13 Uçucu yağ, mikrokapsül ve mikrokapsül yüklü kumaşa ilişkin antibakteriyel aktivite testleri

Serbest okaliptus uçucu yağı, yüklü mikrokapsüllerin ve yıkama yapılmış ve yapılmamış kumaşların antibakteriyel aktivitelerinin belirlenmesinde gram negatif *Escherichia coli* (*E.coli*) bakterisi kullanılmıştır. *E.coli* İnönü Üniversitesi, Turgut Özal Tıp Merkezi (TÖTM) Mikrobiyoloji Laboratuvarından temin edilmiştir. *E.coli* kullanılıncaya kadar Brain Heart Infusion (BHI) agarda +4°C’de saklanmıştır. Bakteri hücreleri testte kullanılmadan önce Brain Hearth Infusion broth’a inoküle edilmiş, 37°C’de 24 saatlik inkübasyona bırakılarak taze aktif kültür hazırlanmıştır. Antibakteriyel testlerde 5,1*10⁵ koloni oluşturma birimi (kob)/ mL düzeyine seyreltilmiş konsantrasyonda taze kültür kullanılmıştır.

4.2.13.1 Minimum inhibisyon konsantrasyonunun (MIC/MİK) belirlenmesi

Tanımlanmış bir süre içinde bir mikroorganizmanın gözle görünebilen üremesini engelleyen en düşük antibiyotik konsantrasyonu MIC/MİK (Minimum İnhibisyon Konsantrasyonu) olarak tanımlanmaktadır. Uçucu yağ ve yüklü mikrokapsüllerin minimum inhibisyon konsantrasyonlarını (MIC/MİK) ayrı ayrı belirlemek için broth dilüsyon tekniği

kullanılmıştır (Andrews, 2001). Antibakteriyel kapasitenin belirlenmesi için yapılan analizlerde ampisilin ve tetrasiklin antibiyotikleri referans alınmıştır. Uçucu yağın broth ortamında homojen dağılımını sağlamak amacı ile steril mueller hinton broth (Fresh broth)'un içerisine %10 dimetil sülfoksit (DMSO) eklenmiş böylece Fresh broth + %10 DMSO karışımı (FBI) hazırlanmıştır. FBI içeren tüplere $5,1 \cdot 10^5$ kob/ml konsantrasyonundaki *E.coli* kültürlerden 50 µL inokülasyonun ardından Tablo 4.8'de görüldüğü gibi okaliptus uçucu yağı eklenmiş ve son konsantrasyon 500 µL/mL'den 7,5 µL/mL'e olacak şekilde iki kat seri dilüsyonlar hazırlanmıştır. Referans antibiyotiklerin analizi için de aynı yol izlenmiştir. Stok tetrasiklin solüsyonundan 100 µg/mL'dan 1,56 µg/mL, stok ampisilin solüsyonundan 500 µg/mL'dan 12,5 µg/mL olacak şekilde iki kat seri dilüsyonlar hazırlanmıştır. Ayrıca test edilen bakterinin sağlıklı geliştiğini kontrol etmek amacı ile negatif kontrol olarak içerisinde herhangi bir antimikrobiyal ajanın bulunmadığı, sadece FBI içeren tüpe *E.coli* inokülasyonu yapılmıştır (Şekil 4.13a). Hazırlanan tüm numune tüpleri 24 saat süreyle 37°C'de inkübasyona bırakılmıştır. Süre sonunda her bir test tüpüne 50 µL p-nitrotetrazolium violet (INT) (0,2 mg/mL) indikatörü eklenmiş ve tüpler 37°C' de 30 dakika daha inkübe edilerek antimikrobiyal ajanların MİK değerleri tespit edilmiştir. Test tüplerinde bir renk değişimi (kırmızı renge dönme) gözlemlenmesi, test edilen antibakteriyel ajan konsantrasyonunun *E.coli* inaktivasyonunda yetersiz kaldığını ifade ediyorken, renk değişiminin gözlemlenmemesi, test edilen konsantrasyonda *E.coli* inaktive olduğunu ifade etmektedir.

Tablo 4.8. MIC Belirlemede kullanılan Uçucu yağ, FBI (Fresh broth+%10DMSO).

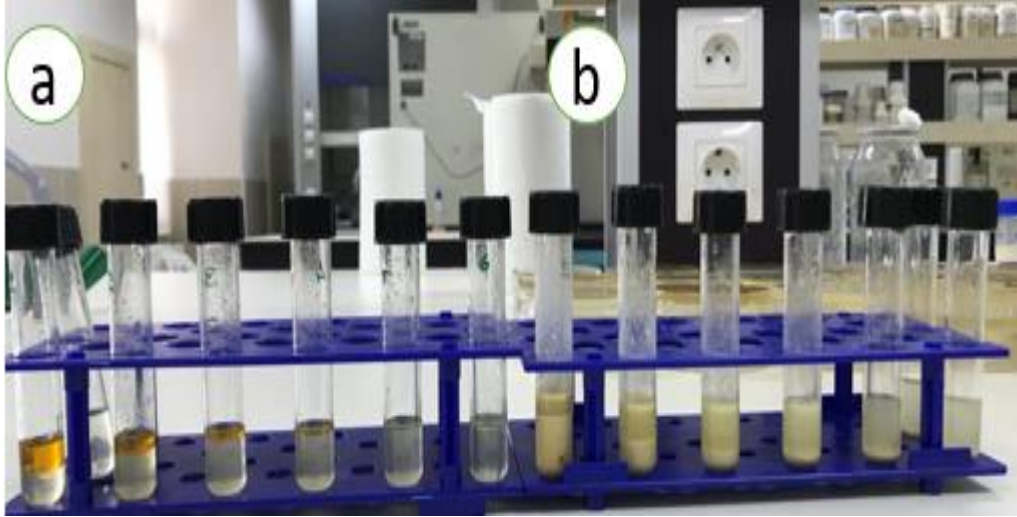
Uçucu yağ miktarı (µL)	FBI (mL)	Son Konsantrasyon (µL/mL)
1500	1,500	500
750	2,250	250
375	2,625	125
187	2,813	62
94	2,906	31
47	2,953	15
24	2,976	7,5

Dolu mikrokapsüllerin etkinlik değerlerinden yararlanarak test edilen uçucu yağ konsantrasyonlarında okaliptus uçucu yağ ihtiva eden kapsül miktarları hesaplanmıştır.

Tablo 4.9’da belirtildiği gibi hesaplanan değerlerde mikrokapsüller içerisinde steril mueller hinton broth (FB) test tüpleri içerisine tartılıp son konsantrasyon 2500 µL/mL’den 7,5 µL/mL’e olacak şekilde iki kat seri dilüsyonlar hazırlanmış ve her birinin üzerine uçucu yağlara uygulanan şekli ile aktif kültürlerin ekimi yapılmıştır (Şekil 4.13b). Hazırlanan tüm numune tüpleri 24 saat süreyle 37°C’de inkübasyona bırakılmıştır. Süre sonunda her bir test tüpüne 50 µL p-nitrotetrazolium violet (INT) (0,2 mg/mL) indikatörü eklenmiş ve tüpler 37°C’ de 30 dakika daha inkübe edilerek antimikrobiyal ajanların MİK değerleri tespit edilmiştir. Aynı şekilde, test tüplerinde bir renk değişimi (kırmızı renge dönme) gözlemlenmesi, test edilen antibakteriyel ajan konsantrasyonunun *E.coli* inaktivasyonunda yetersiz kaldığını ifade ediyorken, renk değişiminin gözlemlenmemesi, test edilen konsantrasyonda *E.coli* inaktive olduğunu ifade etmektedir.

Tablo 4.9. MIC Belirlemede kullanılan Uçucu yağ yüklü mikrokapsül, FB(Fresh broth) ve son konsantrasyon değerleri.

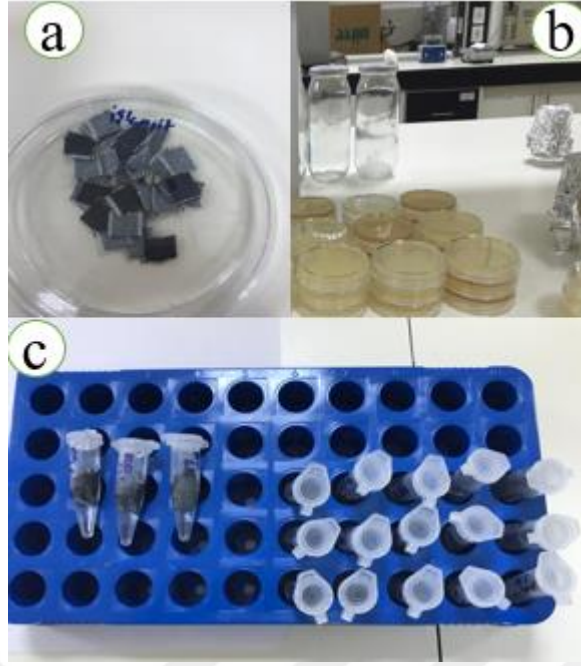
Kapsül (mg)	FB (ml)	Son Konsantrasyon (µL/ml)
1500	3	250
750	3	125
375	3	62
187	3	31
93	3	15
46	3	7,5



Şekil 4.13. MIC Belirleme çalışmasının ait bir görsel **a.**Uçucu yağ ve *E.coli* **b.**Kapsüllenmiş uçucu yağ ve *E.coli*.

4.2.13.2 Kumaşların antibakteriyel aktivite testleri

Mikropartikül yüklü kumaşların antibakteriyel aktivite testleri, AATC 100 standard metoduna göre yapılmıştır. İşlem görmemiş, mikrokapsül yüklenmiş ve yıkama işlemlerine tabi tutulmuş mikrokapsül yüklü kumaş numunelerinden Şekil 4.14’de gösterildiği gibi steril makasla 1cm² boyutunda dairesel kesim yapılmış ve steril cımbızlarla ependorf tüplerine yerleştirilmiştir. Numunelerin üzerine 5,1*10⁻⁵ kob içeren 1 mL *E.coli* bakterileri bırakılmış ve 1, 6 ve 24 saat farklı sürelerde bakterilerle temas etmeleri için bekletilmiştir. Bu süreler sonunda her bir tüp içerisindeki kumaşlar alınıp, 1 ml’lik yeni FB çözeltisi içerisine konulmuştur. Daha sonra bu çözelti içerisinden 100µL alınarak 900µL yeni bir FB çözeltisine eklenmiş, iki kez daha aynı seyreltme işlemi yapıldıktan sonra elde edilen son çözelti içerisinden 1 mL alınıp petri kaplarına dökülmüş agarlara ekim işlemi gerçekleştirilmiştir. Petri kapları, 24 saat süreyle 37°C’de inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon sonunda petri kaplarında bakteriyel üremenin olup olmadığı kontrol edilmiştir.



Şekil 4.14. Kumaşa ait antibakteriyel aktivite testlerine ilişkin yapılan çalışma **a.**Kesilmiş kumaş numunesi **b.**Ekim için hazırlanmış agar **c.**Ependorf tüplerinde bakteriye maruz bırakılmış kumaşlar.

5 BULGULAR VE TARTIŞMA

Tez çalışması kapsamında okalıptus (*Eucalyptus camaldulensis* Dehn.) ağaç yapraklarının farklı kurutma koşullarında kurutulmaları sonrası bu yapraklardan uçucu yağlar elde edilmiş ve GC-MS ile kimyasal kompozisyonu çıkarılmıştır. *Saccharomyces cerevisiae* (Baker's yeast) mayalarının plazmoliz işlemi ile stoplazmik içerikleri boşaltılmış ve okalıptus uçucu yağlarının enkapsülasyonunda kabuk materyal olarak kullanılmıştır.

5.1 Uçucu Yağ Bileşiminin GC-MS ile Tayininden Elde Edilen Sonuçlar

E2019-Y kodlu yaş yapraklardan, E2019-OK kodlu oda koşullarında kurutulan yapraklardan, E2019-180 kodlu 180W gücünde mikrodalga kurutma yapılan yapraklardan ve E2019-720 kodlu 720W gücünde mikrodalga kurutma yapılan yapraklardan alınan örneklerden elde edilen uçucu yağların GC-MS analizleri sonucunda teşhis edilen bileşenler, alıkonma zamanları ve rölatif miktarları % olarak Tablo 5.1-5.4'de verilmiştir.

Tablo 5.1. E2019-Y kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi

Bileşen Adı	Alıkönme Zamanı (dk)	Alan (%)
alpha-Pinene	5,928	2,19
beta-Pinene	8,079	0,32
Sabinene	8,668	0,48
Myrcene	10,454	0,44
Eucalyptol	12,634	6,13
Prehnitol	15,443	16,55
Thujone	21,217	0,54
Menthone	22,172	0,52
Linalol	23,980	1,14
trans-p-2-Menthen-1-ol	24,581	2,70
4-Carvomenthenol	25,789	4,50
cis-para-2-methen-1-ol	26,269	2,22
4-isopropyl-2-cyclohexane	27,889	7,78
Phellandral	29,216	3,82
Cuminaldehyde	30,423	4,99
1,5-Dimethyltetraline	31,402	0,78
p-Cymenol	31,825	1,69
2-Methylene-1,3,3-trimethylindoline	33,857	0,33
2-propionylfuran	38,720	0,99
Ledol	41,226	1,04
Cumin alcohol	44,025	3,19
(-)-Spathulenol	48,608	21,79
Carvacrol	52,075	3,21
Isospathulenol	53,391	1,38
Carota-1,4-Dienaldehyde	56,636	2,81
(-)-Lepidozial	57,895	1,23
Phytol	64,669	0,26
n-Hexadecanoic acid	69,133	0,86

Tablo 5.2. E2019-OK kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi

Bileşen Adı	Alıkonma Zamanı (dk)	Alan (%)
Isopentaldehyde	4,360	0,20
alpha-Pinene	5,973	5,29
beta-Pinene	8,274	4,85
Myrcene	10,667	0,46
Eucalyptol	13,601	21,08
Prehnitol	15,661	18,60
cis-3-Hexenol	18,791	0,23
p-Cymenene	21,199	0,44
Menthone	22,212	0,69
(-)-Isoledene	22,933	0,21
Fenchyl alcohol	24,982	1,80
4-Carvomethenol	25,737	2,17
Valencene	26,813	3,84
alpha-Terpeneol	28,014	5,91
4-Amino-2-Methylpyrimidine	29,216	2,81
Cuminaldehyde	30,343	2,71
Benzenemethanol	31,785	1,07
(Z)-Carveol	32,455	0,24
Cyclohexanol	33,141	0,36
Caryophyllene oxide	38,806	2,87
Epiglobulol	39,956	0,88
6-Chloro-1,3,4,5-Tetrahydro-7,8-Dimethoxy-1-Methylpyrrolo[4,3,2-E]Quinoline	41,278	1,28
1,3,4-Trimethyladamantane	42,685	0,75
(-)-Globulol	44,196	5,54
(-)-Spathulenol	47,818	6,49
Thymol	49,449	1,18
Carvacrol	50,530	2,65
Isospathulenol	53,368	0,58
α -Caryophylladienol	55,915	0,81
Caryophylla-3,8(13)-dien-5.beta.-o	57,219	0,28
Vulgarol A	58,490	0,24
n-Hexadecanoic acid	69,155	0,20

Tablo 5.3. E2019-180 kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi

Bileşen Adı	Altkonma Zamanı (dk)	Alan (%)
alpha-Pinene	5,922	3,71
Camphene	6,820	0,29
beta-Pinene	8,113	3,42
Myrcene	10,471	0,30
Eucalyptol	12,851	13,31
gamma-Terpinene	14,431	6,64
Prehnitol	15,226	8,05
Menthone	22,161	0,53
(-)-Isoledene	22,876	0,29
Fenchyl alcohol	24,948	1,37
4-Carvomenthenol	25,680	1,29
Valencene	26,819	6,21
(+)-aromadendrene	27,665	5,82
Phellandral	29,182	3,62
Cuminaldehyde	30,326	1,91
α -Fellandrene	31,019	1,46
Cyclohexanol	33,124	0,31
Caryophyllene oxide	38,766	3,43
Epiglobulol	39,951	1,43
Ledol	41,272	1,85
1,3,4-Trimethyladamantane	42,697	1,26
(-)-Globulol	44,311	8,82
(-)-Spathulenol	47,858	9,41
Thymol	49,449	0,82
Carvacrol	51,480	2,89
Isospathulenol	53,369	1,27
Caryophylla-4(12),8(13)-dien-5.beta	55,915	1,38
Caryophylla-3,8(13)-dien-5.beta.-o	57,219	0,58
Vulgarol A	58,490	0,45
Phytol	64,635	1,29
n-Hexadecanoic acid	69,150	0,34

Tablo 5.4. E2019-720 kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi

Bileşen Adı	Altkonma Zamanı (dk)	Alan (%)
Isopentaldehide	4,354	0,23
alpha-Pinene	5,985	6,06
beta-Pinene	8,262	4,97
alpha-phellandrene	10,728	0,71
Eucalyptol	13,366	16,95
gamma-Terpinene	14,848	8,33
Prehnitol	15,518	8,43
p-Cymenene	21,194	0,24
Menthone	22,195	0,50
(-)-Isoledene	22,928	0,31
Fenchyl alcohol	24,959	1,49
4-Carvomenthenol	25,703	1,38
Calarene	26,235	0,56
Valencene	26,904	5,75
(+)-aromadendrene	27,700	4,88
Phellandral	29,193	3,66
Cuminaldehyde	30,332	1,64
A-Phellandrene Epoxid	31,024	0,31
p-Cymenol	31,774	0,82
Cyclohexanol	33,124	0,24
Caryophyllene oxide	38,726	1,96
Epiglobulol	39,979	1,44
11H-Furo(3,2-a)xanthene	41,307	1,66
1,3,4-Trimethyladamantane	42,743	1,28
(-)-Globulol	44,442	8,13
(-)-Spathulenol	47,784	5,95
Thymol	49,426	0,72
Carvacrol	51,474	2,30
β -Patchoulene	53,397	1,40
gamma-Gurjunene	54,467	0,29
Caryophyllene, Epoxide	57,214	0,27
Farnesol	57,998	0,26
Isoaromadendrene epoxide	58,495	0,30
Phytol	64,624	0,41

Uçucu yağlarda rölatif miktarı %0,3'ün üstünde olan ortalama 30 bileşen tayin edilmiştir. Bileşenler içerisinde yüksek oranda α -pinen (%2,19-%6,06), β -pinen (%3,42-%4,97), 1,8-Cineole (%6,13-%21,08), prehnitol (%8,05-%18,60), 4-Carvomenthol (%1,29-4,80), cuminaldehyde (%1,64-%4,99), valencene (%3,84-%6,21), (-)-Globulol (%5,54-%8,82) ve (-)-Spathulenol (%5,95-%21,79) bulunmuştur. Yapraklardaki uçucu yağın üzerine kurutma yönteminin etkisi tüm örneklerde en yüksek oranda bulunan 1,8-Cineole,

prehnilol ve (-)-Spathulenol bileşenleri dikkate alınarak değerlendirme yapılmıştır. (-)-Spathulenol bileşeni, yaş yaprakların uçucu yağında %21,79 bulunma oranı ile temel bileşen iken yaprakların oda koşullarında, 180W gücünde mikrodalga ve 720W gücünde mikrodalga ile kurutulması ile birlikte büyük oranda bozunmaya uğrayarak sırasıyla %6,49, %9,41 ve %5,95 oranlarına düşmüştür. Bu sonuçlar kurutma işleminin dolayısıyla su kaybının (-)-Spathulenol bozunmasına sebep olduğunu göstermektedir. Prehnilol bileşeni yine yaş yapraklarda %16,55 bulunma oranı ile ikinci bileşen iken yaprakların oda koşullarında kurutulması sürecinde oranında bir miktar yükselme ile %18,60 bulunma oranına ulaşmış, 180W ve 720W gücünde mikrodalgaya maruz kaldığında ise bozularak bulunma oranı sırasıyla %8,05 ve %8,43 değerlerine düşmüştür. Bu sonuçlar mikrodalganın prehnilol bozunmasında etkili olduğunu göstermektedir. 1,8-Cineole ise yaş yaprakta az miktarda bulunurken kurutma ile birlikte miktarı artmış ve en yüksek %21,08 bulunma oranı ile oda koşullarında kurutmada elde edilmiştir. GC/MS analiz sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde farklı kurutma yöntemlerinin, okaliptus uçucu yağındaki temel bileşenler üzerinde tür bazında önemli bir etkisinin olmadığını fakat bu temel bileşenlerin yüzde miktarları üzerinde belirgin bir etkisinin olduğunu göstermiştir. Yani, uygulanan sıcaklık yağ içerisindeki biyosentez yollarını etkileyerek bileşenlerin uçucu yağ içerisindeki bileşim yüzde oranlarını etkilemektedir.

Literatürde, genel olarak okaliptus ağaçlarının uçucu yağının temel bileşeni 1,8-cineole olduğu belirtildiğinden bu çalışmada da en yüksek 1,8-cineole oranına göre kullanılacak kurutma yöntemine karar verilmiştir. Buna göre, 1,8-cineole oranı oda koşullarında kurutmada elde edildiğinden enkapsülasyon için gerekli olan tüm uçucu yağ, oda koşullarında kurutulan yapraklardan elde edilmiştir.

Aynı tür bitkilerde bulunan uçucu yağların bileşimi, bitkinin yetiştirildiği bölgenin iklim şartları, toprak yapısı, güneşli gün sayısı, sıcaklık ve bunun yanında hasat zamanı ve kurutma yönteminden ya da bu etkenlerin tümünün etkileşimlerinden kaynaklanarak değişiklik göstermektedir. Çalışmada, güneşli gün sayısı, sıcaklık vb. etmenlerin aynı okaliptus ağaçlarının uçucu yağ bileşimine etkisini araştırmak amacıyla yaz mevsimi Temmuz ayında yapraklar toplanarak T2020-OK kodu verilerek oda koşullarında kurutulup 100 g kuru yaprak başına 1,1 mL uçucu yağ elde edilmiştir. Bu sonuca göre, 100 g kuru yaprak başına elde edilen uçucu yağ miktarında ekim ayına göre değişiklik olmamıştır. Uçucu yağın kimyasal bileşimine ait GC-MS sonuçları Tablo 5.5’de verilmiştir. Tabloya bakıldığında mevsimsel değişim sonucunda temel bileşen 1,8-Cineole ve prehnilol

oranlarında bir miktar azalma olduğu bunun yanında (-)-Spathulenol miktarında ise aynı koşullarda kurutulan Ekim yapraklarına göre artma olduğu görülmektedir.

Tablo 5.5. T2020-OK kodlu yapraklardan elde edilen uçucu yağın GC-MS ile belirlenen kimyasal bileşimi

Bileşen Adı	Alıkonma Zamanı (dk)	Alan (%)
alpha-Pinene	5,825	4,82
sabinene	8,228	3,08
Phellandral	10,265	3,82
Eucalyptol	12,725	15,83
Prehnitol	14,991	14,16
Perillene	19,906	0,38
Thujone	20,959	0,87
Camphene	22,699	0,31
cis-2-Menthenol	24,238	2,88
4-Carvomenthenol	25,388	4,44
Cryptone	27,442	5,39
Cuminaldehyde	29,943	8,47
Benzenemethanol	31,161	1,46
2-Methylene-1,3,3-trimethylindoline	33,21	0,39
Epiglobulol	39,012	0,26
(+)-Nerolidol	40,082	1,55
Isovaleraldehyde 2,4-Dinitrophenylhydrazone	41,553	0,64
Cumin alcohol	42,571	2,64
(-)-Spathulenol	46,508	12,60
Carvacrol	50,754	1,72
Isospathulenol	52,522	1,86
Bicyclo[4.1.0]heptan-3-one, 2,4,4-trimethyl-2-(3-methyl-1,3-butadienyl)-, [1.alpha.,2.beta.(e),6.alpha.]-(.+.-)-	55,938	2,6
(+)-isobicyclogermacrenal	57,294	1,35
n-Hexadecanoic acid	68,572	0,67
Pentaethylene glycol	70,214	0,65
9-Octadecenoic acid, (E)-	73,218	1,01

5.2 Enkapsülasyon işlemi ve etkinliği belirlenmesi

Uçucu yağların buldukları ortamla etkileşip fiziksel ve kimyasal değişikliklere uğramalarını engellemek ve biyoaktif özelliklerinden kontrollü yararlanmak için mikrokapsülasyon yöntemleri kullanılmaktadır. Çalışma kapsamında farklı bileşim oranlarında formülasyonlar hazırlanarak mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen

mikrokapsüllere yüklenen yağ miktarları, Clevenger düzeneği kullanılarak üç tekrarlı hassasiyetle belirlenmiştir. Tablo 5.6’da farklı fomülasyona sahip mikrokapsüllere yüklenen uçucu yağ miktarları verilmiştir.

Tablo 5.6. Üretilen mikrokapsüllerin uçucu yağ içeriği

Mikrokapsül kodu	Kullanılan Plazmolize Maya (g)	Kullanılan Okaliptus Uçucu Yağı (mL)	Kullanılan Su (mL)	Yüklenen Okaliptus Uçucu Yağı (mL)
YMK1	3	3	12	1,64
YMK2	3	4	12	1,66
YMK3	3	5	12	1,67

Tablodaki yüklenen uçucu yağ miktarları göz önüne alındığında, enkapsülasyon işleminde farklı miktarlarda uçucu yağ kullanımı yüklenme kapasitesine etki etmemektedir. Bu sonuçtan yola çıkarak tekstil materyaline uygulanacak tüm mikrokapsüller, YMK1 formülasyonuna göre hazırlanmıştır.

5.2.1 Yağ tutma oranı (YTO)

YMK1 formülasyonu için yağ tutma oranı (yüzey yağı dahil), Tablo 5.6’da yer alan yüklenen okaliptus uçucu yağ miktarı değeri Eşitlik 4.3’de yerine konulduğunda %54,67 olarak hesaplanmıştır.

5.2.2 Mikrokapsül yüzey yağ miktarı ve enkapsülasyon etkinliği

Üretilen mikrokapsüllerin dondurarak kurutulması (liyofilizasyon) işlemi sırasında yüzey yağının uzaklaştığı tahmin edilmektedir. Yine de mikrokapsüllerin yüzeyinde yani mikrokapsüllerin içerisine girmeyen yağ bulunabilmektedir. Hekzan kullanılarak yapılan Soxhlet sonrası ekstrakte edilen uçucu yağ miktarı gravimetrik olarak hesaplanmış ve Tablo 5.7’de verilmiştir.

Tablo 5.7. Yüzey yağ analizi

Mikrokapsül kodu	Kullanılan Plazmolize Maya (g)	Kullanılan Okaliptus Uçucu Yağı (mL)	Kullanılan Su (mL)	Yüklenen Okaliptus Uçucu Yağı (mL)	Mikrokapsül Yüzeyindeki Uçucu Yağ (mL)
YMK1	3	3	12	1,64	0,375

Tablo 5.7’de yer alan yüklenen ve yüzeydeki okaliptus uçucu yağ miktarı değerleri Eşitlik 4.4’de yerine konulduğunda YMK1 formülasyonunun enkapsülasyon etkinliği %77,13 olarak hesaplanmıştır. Yani mikrokapsüllere yüklenen toplam uçucu yağın %77,13’lük kısmı maya mikrokapsüllerinin içerisine girmiş, %22,87’lik kısmı ise maya mikrokapsüllerinin dış yüzeyinde kalmıştır.

5.2.3 Yükleme kapasitesi

YMK1 formülasyonuna göre hazırlanan mikrokapsüller için yükleme kapasitesi, Tablo 5.8’deki yüklenen yağ ve kullanılan plazmolize maya miktarı değerlerinin Eşitlik 4.5’de yerine konulmasıyla %50,33 olarak hesaplanmıştır.

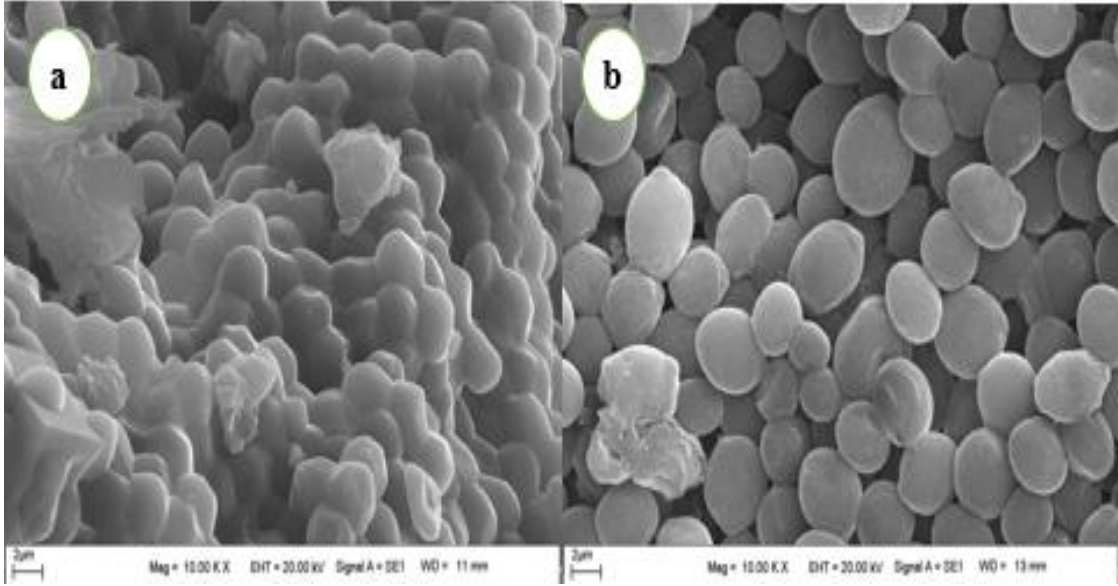
Tablo 5.8. Plazmolize mayaların yükleme kapasitesi

Mikrokapsül kodu	Kullanılan Plazmolize Maya (g)	Yüklenen Okaliptus Uçucu Yağı (mL)	Yüklenen Okaliptus Uçucu Yağı (g)	Yükleme Kapasitesi (% w/w)
YMK1	3	1,64	1,51	50,33

5.3 Mikrokapsüllerin karakterizasyonu

5.3.1 Mikrokapsüllerin SEM ile partikül boyut dağılımı ve yüzey morfolojisi

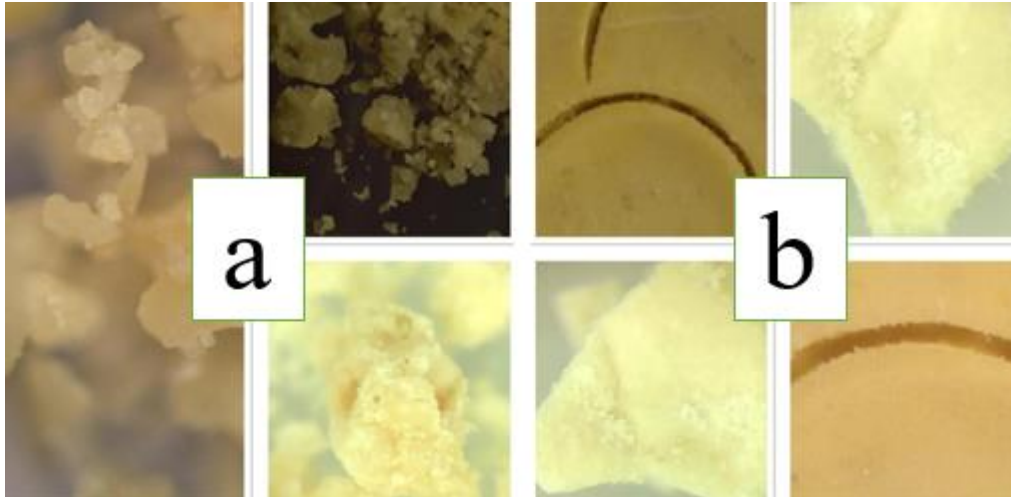
SEM örneklerin morfolojileri ve partikül büyüklükleri hakkında direkt bilgi vermektedir. Mikrokapsüllerin partikül boyutları ve yüzey morfolojileri SEM ile belirlenmiş olup mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri Şekil 5.1’de verilmiştir. Uçucu yağ yüklü maya mikrokapsüllerin boyutları 2 µm ile 8 µm arasında dağılım gösterdiği belirlenmiştir. Ticari olarak satılan ekmek mayalarının partikül boyutları, 2 µm ile 8 µm arasındadır. Enkapsülasyon işlemi sırasında partikül boyutunda ve şeklinde bir değişikliğin olmaması enkapsülasyonun başarısını göstermektedir. Mikrokapsüllerin yüzeyinde de bir miktar uçucu yağın varlığı görülmekte ve bu yüzey yağı, mikrokapsüllerin şeklinin daha belirgin düzgün olmasını da sağlamıştır.



Şekil 5.1. Mikro kapsüllere ait SEM görüntüleri **a.**Plazmolize kurutulmuş maya kabuk materyali **b.**Okaliptus uçucu yağı yüklenmiş kapsül.

5.3.2 Optik mikroskop görüntüleri

Plazmoliz edilmiş mayaların (boş kabuk) ve uçucu yağ yüklemesi yapılmış mikro kapsüllere ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.2’de verilmiştir. Mikrodalga ile kurutulmuş plazmolize mayaların optik mikroskopta halkasal görüntüsü görülememiştir. Yani, yüzeyinin pürüzlü olabileceği söylenebilir. Bunun yanında yükleme yapılan mikro kapsüllerde halkasal bir görüntü elde edilmiştir. Düzgün bir yüzey elde edilmesi uçucu yağın bir miktarının yüzeyde de tutunmuş olabileceğinin bir göstergesidir.



Şekil 5.2. Maya kabuk materyali ve kapsüllere ait mikroskop görüntüsü **a.** Plazmolize mikrodalga kurutulmuş maya kapsülleri **b.**Okaliptus uçucu yağı yüklenmiş kapsüller.

5.4 FTIR analiz sonuçları

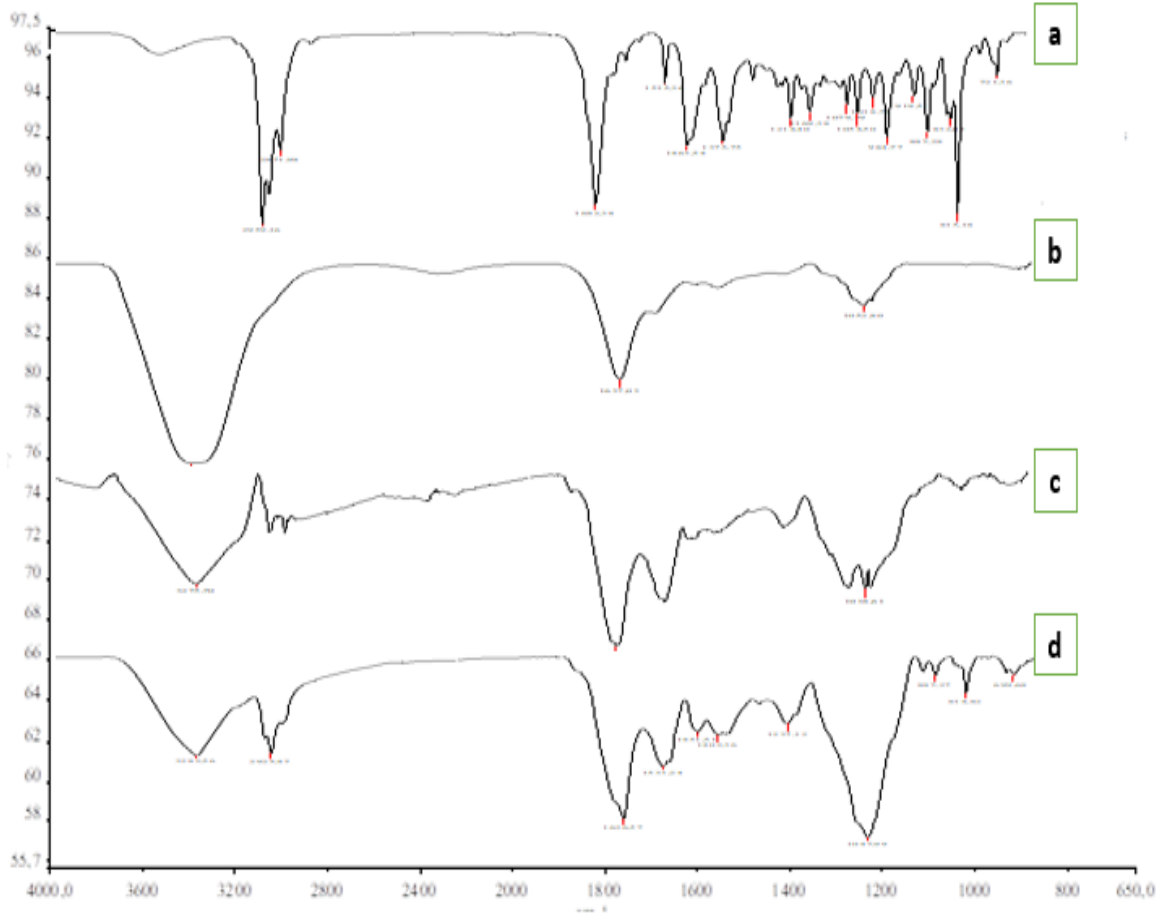
Uçucu yağ, yaş maya, mikrodalgada kurutulmuş maya ve enkapsüllere ait FTIR spektrumları Şekil 5.3'de verilmiştir.

Elde edilen uçucu yağ FTIR spektrumları $2800-3000\text{ cm}^{-1}$ dalga boylarındaki pik C-H stretch bağ yapısının varlığını, 1682 cm^{-1} dalga boyundaki pik ise C=O bağlarının varlığını gösterir. Okaliptus uçucu yağının $1000-1300\text{ cm}^{-1}$ pikleri ise yapıdaki alkol ve fenollerin varlığının göstergesidir. Yağın aromatikliği ise $700-1000\text{ cm}^{-1}$ dalga boylarındaki =CH aromatik bağ yapısının varlığını gösteren piklerle anlaşılmaktadır (Merey, 2015).

Enkapsüller için 3282 cm^{-1} 'deki geniş absorpsiyon bandı, maya hücrelerinin polisakkaritlerinde ve uçucu yağ moleküllerinde OH titreşimlerinin absorpsiyon bantlarına bağlanabilir. Mikrokapsüllerin ~ 2850 ve $\sim 2925\text{ cm}^{-1}$ deki absorpsiyon bandı simetrik CH_2 germe titreşimlerinin, asimetrik CH_2 germe titreşimlerinin ve nükleik asitlerin, proteinlerin ve lipitlerin asimetrik CH_3 germe titreşimlerinin üst üste binmesine bağlanabilir.

Mikrokapsüllerin $\sim 1533 \sim 1626$ absorpsiyon bandı, 1-8 cineolün konjuge C=C germe titreşimleri ve aromatik halka iskelet titreşimleri ile örtüşen maya hücrelerinin protein amid II ve I bantlarına atfedilebilir. Ek olarak, maya hücrelerinin CH_3 grubu mikrokapsüllerin 1402 cm^{-1} 'de simetrik bükülme moduna ve 1451 cm^{-1} 'de asimetrik bükülmeye yol açtığı ayrıca 1451 cm^{-1} 'deki absorbans, ayrıca okaliptus uçucu yağının aromatik halka iskelet titreşimlerini belirttiği söylenebilir.

Özetle, mikrokapsül spektrumu $1500-4000\text{ cm}^{-1}$ bölgesindeki uçucu yağ ve maya hücrelerinin neredeyse örtüşmüş spektrumunu göstermiştir. Bununla birlikte, mikrokapsül spektrumu ile parmak izi bölgesindeki ($1300-650\text{ cm}^{-1}$) maya hücrelerinin spektrumu arasındaki farklar, oldukça karmaşıktır ve ayrıntılı bir yorum yapmak zordur (Shi, ve diğ., 2008).



Şekil 5.3. FTIR Spektrumları **a.**Okaliptus uçucu yağı **b.**Yaş maya **c.**Plazmolize edilmiş Mikrodalga ile kurutulmuş maya **d.**Okaliptus uçucu yağı yüklenmiş kapsüller.

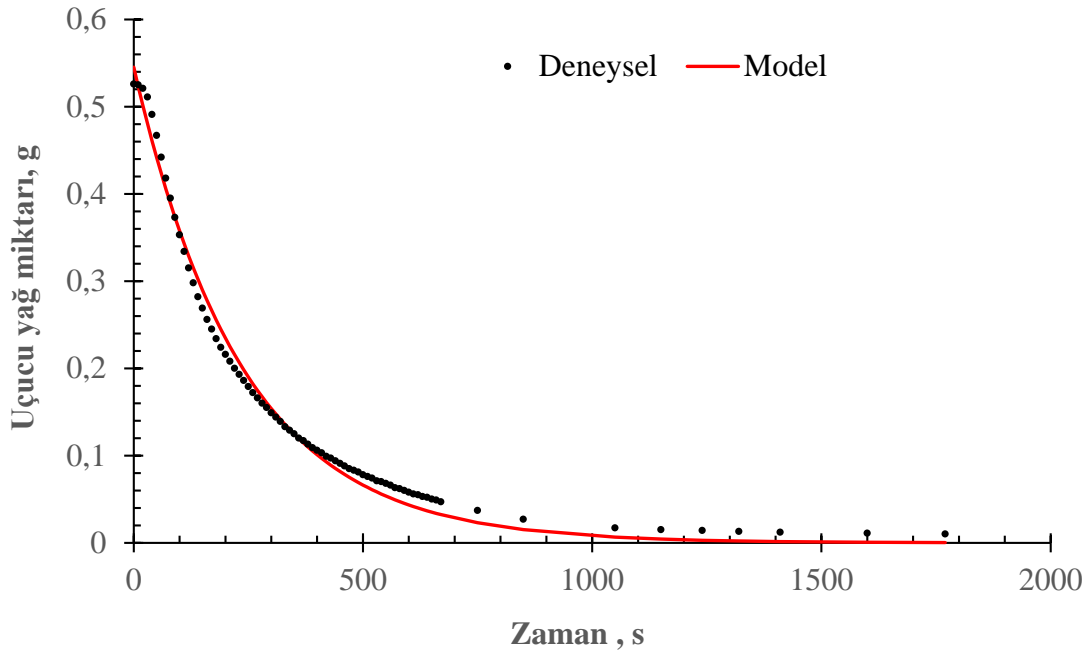
5.5 Mikrokapsüllerin sıcaklığa bağlı salım davranışı

Uçucu yağın uçuculuk davranışını belirlemek için belirli bir miktar alınan uçucu yağ Ohaus MB45 cihazına yerleştirilerek 120°C sıcaklıkta her on saniyede bir ağırlığı tartılmıştır. Zamana göre değişen tartım sonuçları kullanılarak Eşitlik 5.1’de verilen ampirik eşitlik yardımıyla uçuculuk eğrisi çizilmiştir.

$$M_t = a \cdot \exp(-b \cdot t) \quad (5.1)$$

Bu eşitlikte; M_t ; t anında uçucu yağ miktarını (g), a; başlangıç uçucu yağ miktarını (g), b ise buharlaşma hızını (s^{-1}) ifade etmektedir. Uçucu yağın 120°C’deki uçuculuğu için deneysel verilerin (siyah renkli noktalar) modele (kırmızı çizgi) uydurulması ile elde edilen eğri Şekil 5.4’de, model parametrelerini ve model performansını gösteren R^2 , RMSE (root mean square error) ve SSE (summation of square error) değerleri ise Tablo 5.9’da verilmiştir. Tüm model

parametreleri ve performans deęerleri MATLAB programında bulunan ‘Curve Fitting Toolbox’ tan yararlanılarak bulunmuştur.



Şekil 5.4. Okaliptus uçucu yağının 120°C sıcaklıkta uçuculuęu

Tablo 5.9. Okaliptus uçucu yağının 120°C sıcaklıkta uçuculuęuna ait parametre ve performans deęerleri

Parametre Deęerleri	Performans Deęeri
a = 0,5453	$R^2 = 0,9909$
b = 0,0042	RMSE= 0,0138
	SSE= 0,0142

Mikrokapsüllerden uçucu yağın uygulanan sıcaklığa karşı salım davranışı, Ohaus MB45 cihazına belirli miktarlarda konulan mikrokapsüllerin (içerisindeki uçucu yağ miktarı (M_∞) bilinmektedir) 3600 saniye (s) süre içerisinde kütledeki deęişimin on saniyede bir ölçülmesiyle deęerlendirilmiştir. Zamana göre deęişen salınan (uçan) uçucu yağ miktarı (M_t), mikrokapsülün ölçülen ağırlığından belirlenmiştir. Elde edilen bu verilerden yararlanılarak mikrokapsül içerisinde kalan uçucu yağ oranları (EOR) Eşitlik 5.2 yardımıyla hesaplanmıştır.

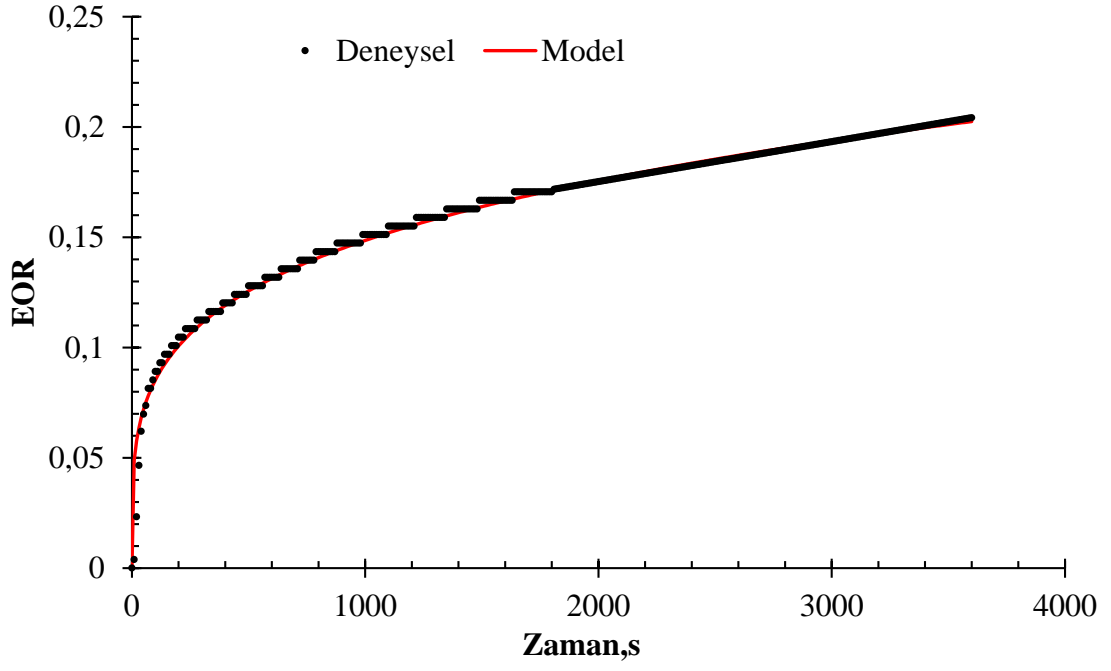
$$\frac{M_t}{M_\infty} = \text{EOR} = \frac{t \text{ anında mikrokapsülden salınan uçucu yağ miktarı (g)}}{\text{Mikrokapsüldeki toplam uçucu yağ miktarı (g)}} \quad (5.2)$$

Hesaplanan EOR değerleri (zamana göre değişen) kullanılarak salım eğrisi grafikleri oluşturulmuştur. Bu eğrileri temsil edecek model olarak, Eşitlik 5.3’de verilen uçucu bileşenlerin gözenekli katı partiküllerden difüzyonunu/desorpsiyonu ifade eden ampririk eşitlik seçilmiştir (Sakintuna ve diğ., 2006; Karimi, 2011).

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \text{EOR} = kt^n \quad (5.3)$$

Bu eşitlikte; M_t ; t anında mikrokapsülden uçucu yağ salım miktarını (g), M_∞ ; mikrokapsüldeki toplam uçucu yağ miktarını (g), k; salım sisteminin yapısal karakteristiğine bağlı salım hız sabiti (s^{-1}), n; uçucu yağ salım/difüzyon mekanizmasını karakterize eden üstel sayıyı, t; salım zamanını (s) ifade etmektedir. Salım/difüzyon mekanizması; $n < 0,5$ olduğunda Fick, $0,5 < n < 1$ olduğunda Fick olmayan (anormal), $n = 1$ olduğunda Durum II (case II) ve $n > 1$ olduğunda Süper Durum II (super case II) şeklinde olmaktadır.

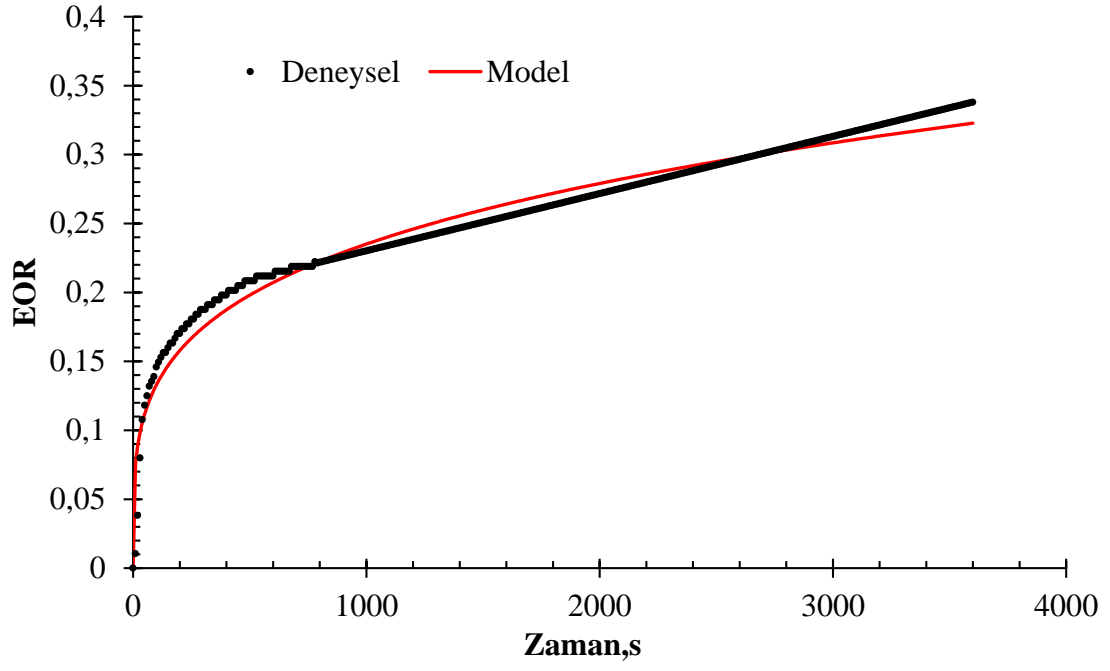
Mikrokapsüllerin 70°C, 120°C ve 130°C deki salım deneylerinde, deneysel verilerin (siyah renkli noktalar) modele (kırmızı çizgi) uydurulması ile elde edilen eğriler, sırasıyla Şekil 5.5 -5.7 ‘de, model parametrelerini ve model performansını gösteren R^2 , RMSE (root mean square error) ve SSE (summation of square error) değerleri ise Tablo 5.10-5.12 ‘de verilmiştir.



Şekil 5.5. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 70°C sıcaklıkta salım davranışı

Tablo 5.10. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 70°C sıcaklıkta salım davranışına ait parametre ve performans değerleri

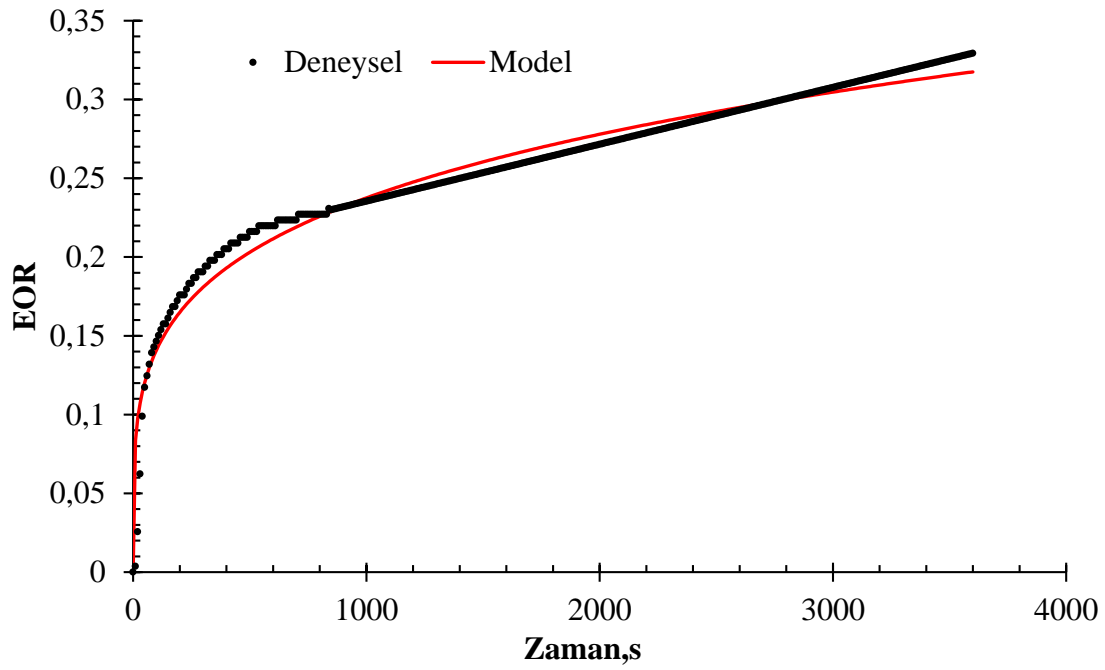
Parametre Değerleri	Performans Değeri
k = 0,0280	$R^2 = 0,9889$
n = 0,2416	RMSE= 0,0034
	SSE= 0,0042



Şekil 5.6. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 120°C sıcaklıkta salım davranışı

Tablo 5.11. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 120°C sıcaklıkta salım davranışına ait parametre ve performans değerleri

Parametre Değerleri	Performans Değeri
$k = 0,0426$	$R^2 = 0,9698$
$n = 0,2474$	RMSE= 0,0091
	SSE= 0,0298



Şekil 5.7. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 130°C sıcaklıkta salım davranışı

Tablo 5.12. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 130°C sıcaklıkta salım davranışına ait parametre ve performans değerleri

Parametre Değerleri	Performans Değeri
$k = 0,0497$	$R^2 = 0,9663$
$n = 0,2266$	RMSE= 0,0091
	SSE= 0,0294

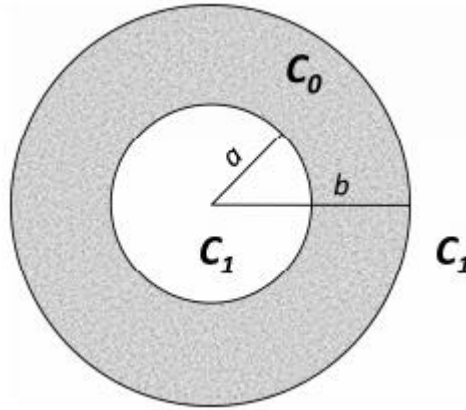
120°C sıcaklıktaki uçucu yağ ve mikrokapsül grafikleri karşılaştırıldığında, uçucu yağın %98'inin 1800 saniye gibi kısa bir süre içerisinde uçtuğu, fakat uçucu yağ maya ile kapsülendiğinde bu süre sonunda sadece %26'lık bir kısmının uçtuğu görülmektedir. Bu sonuç uçucu yağın sıcaklıkla hızlı bir şekilde bulunduğu ortam uzaklaşması mikrokapsüleme ile başarılı bir şekilde geciktirildiğini göstermektedir. Böylece uçucu yağların enkapsülasyonunda temel amaçlardan biri gerçekleştirilmiştir. Salım grafikleri dikkatli bir şekilde incelendiğinde iki farklı salım davranışının gerçekleştiği görülmektedir. Mikrokapsüllerden ilk zamanlarda yüzeye yakın porlarda yer alan uçucu yağların hızlı çıkışının olduğunu daha sonraki zamanlarda ise çıkış hızının azaldığı görülmektedir. Farklı sıcaklıklara maruz bırakılan mikrokapsüllerin salım hızları Tablo 5.13'te karşılaştırılmıştır.

Tablodan görüleceği üzere mikrokapsüllerden salım hızı sıcaklık arttıkça artmakta ve daha yüksek sıcaklıklarda ise salım hızları arasındaki fark düşmektedir.

Tablo 5.13. Sıcaklığa bağlı olarak mikrokapsüllerden uçucu yağ salım hızlarının karşılaştırılması

	Salımın gerçekleştirildiği sıcaklık (°C)		
	70	120	130
Salım hızı (1/s)	0,0280	0,0426	0,0497

Maya mikrokapsüllerinin SEM görüntülerine bakıldığında küresel bir yapıya sahip oldukları görülmekte dolayısıyla mikrokapsüller küre kabul edilebilir. Bu durumda maya mikrokapsüllerinden uçucu yağ salınımı, küresel partiküllerden radyal yönde gerçekleşen bir kütle transfer olayıdır (Şekil 5.8).



Şekil 5.8. Salım ortamında küreden radyal yönde transfer

Difüzyon katsayısının sabit olduğu durumda küresel koordinatlarda difüzyon olayını ifade eden temel denklem Eşitlik 5.4'te verilmiştir (Sakintuna ve diğ., 2006; Karimi 2011; Mircioiu ve diğ., 2019).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial C}{\partial r} \right) \quad (5.4)$$

Eşitlikte; C; küre kabuğundaki konsantrasyon (mol.cm^{-3}), D; difüzyon katsayısı ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$), t; zaman (s), r; küre merkezinden uzaklık (m)'tir. Bu eşitlik başlangıç ve sınır koşulları kullanılarak çözüldüğünde Eşitlik 5.5 elde edilir.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp(-Dn^2\pi^2 \frac{t}{a^2}) \quad (5.5)$$

Burada; M_t ; t zamanında a çapına sahip küreden salınan miktar (g), M_∞ ; başlangıçta kürenin (mikrokapsülün) içinde bulunan yağ miktarı (g), n; Fick'in ikinci yasasının çözümünden gelen tamsayı, D; difüzyon katsayısı (uçucu yağın) ($m^2.s^{-1}$)'dır.

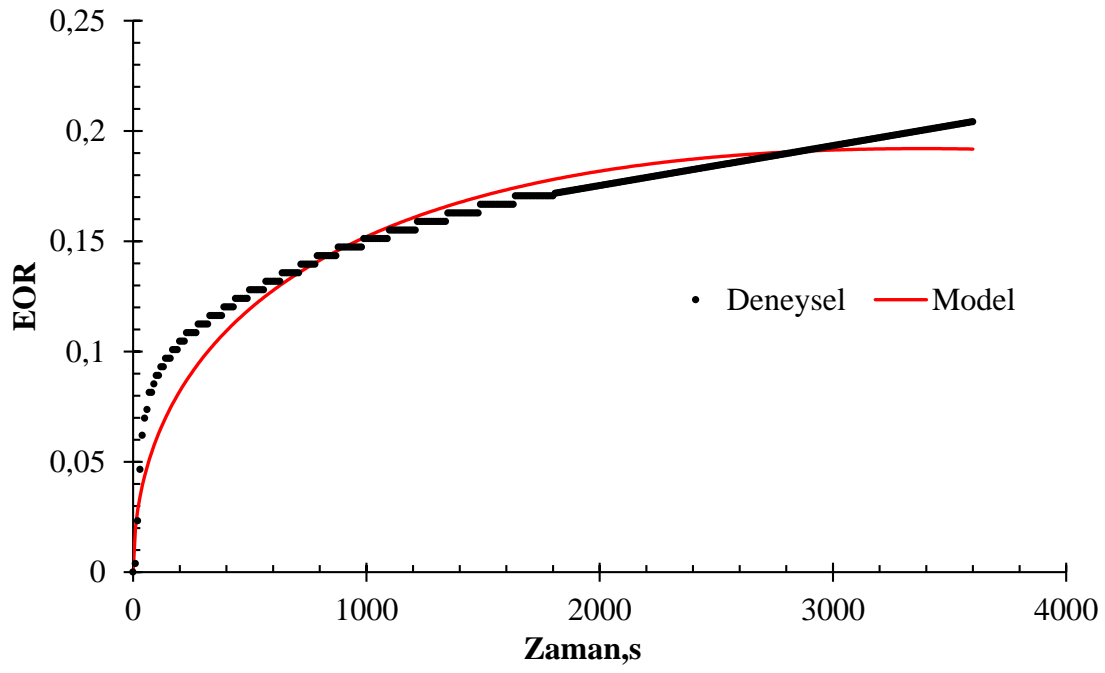
Partikül çapının değişmediği kabulü yapıldığında (bu tez çalışmasında maya mikrokapsüllerin çapı değişmemektedir) denklemin çözümü hata fonksiyonu kullanılarak Eşitlik 5.6'daki gibi olur.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 6 \left(\frac{Dt}{a^2} \right)^{1/2} \left[\pi^{-1/2} + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \text{ierfc} \frac{na}{\sqrt{Dt}} \right] - 3 \frac{Dt}{a^2} \quad (5.6)$$

Kısa salım zamanı için bu eşitlik aşağıdaki şekilde sadeleşir (Eşitlik 5.7).

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 6 \left[\frac{Dt}{\pi a^2} \right]^{1/2} - \frac{3Dt}{a^2} \quad (5.7)$$

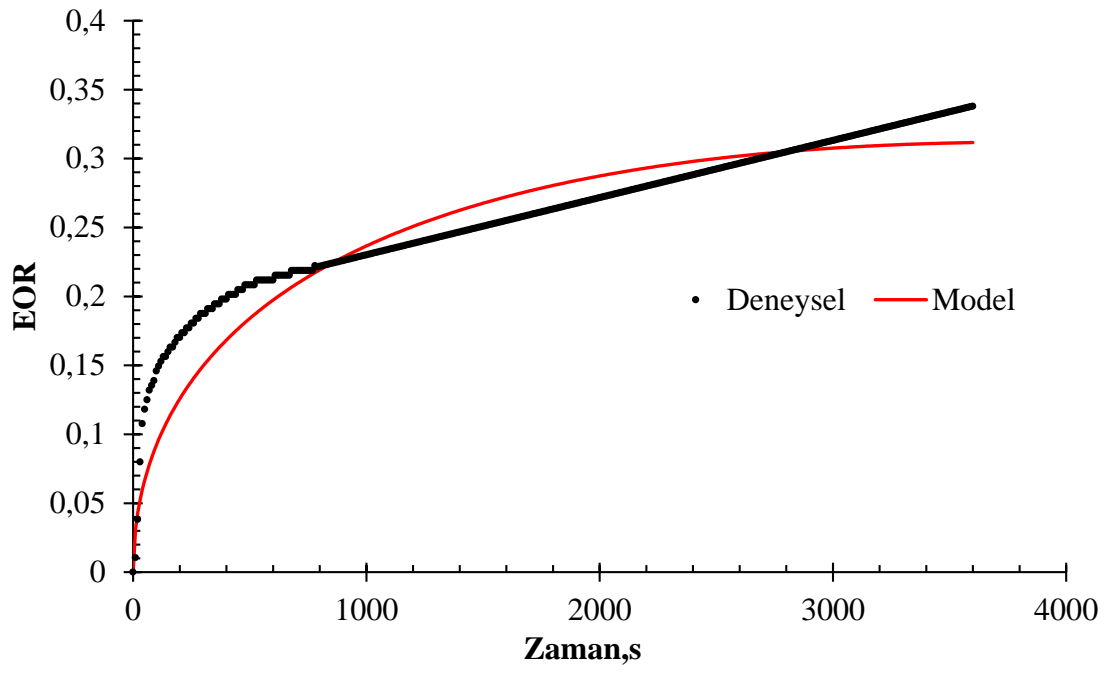
Eşitlik 5.7 kullanılarak farklı sıcaklıklara maruz bırakılan maya mikrokapsüllerinden uçucu yağın sıcaklığa bağlı difüzyon katsayıları hesaplanmıştır. Mikrokapsüllerin 70°C, 120°C ve 130°C deki salım deneylerinde, deneysel verilerin (siyah renkli noktalar) modele (kırmızı çizgi) uydurulması ile elde edilen eğriler, sırasıyla Şekil 5.9-5.11'de, model parametrelerini ($m=D/\pi a^2$, $n=D/a^2$) ve model performansını gösteren R^2 , RMSE (root mean square error) ve SSE (summation of square error) değerleri ise Tablo 5.14-5.16'da verilmiştir. Maya mikrokapsüllerinin ortalama çapı, a, 54 µm olarak alınmıştır.



Şekil 5.9. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 70°C sıcaklıkta radyal salım davranışı

Tablo 5.14. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 70°C sıcaklıkta radyal salım davranışına ait parametre ve performans değerleri

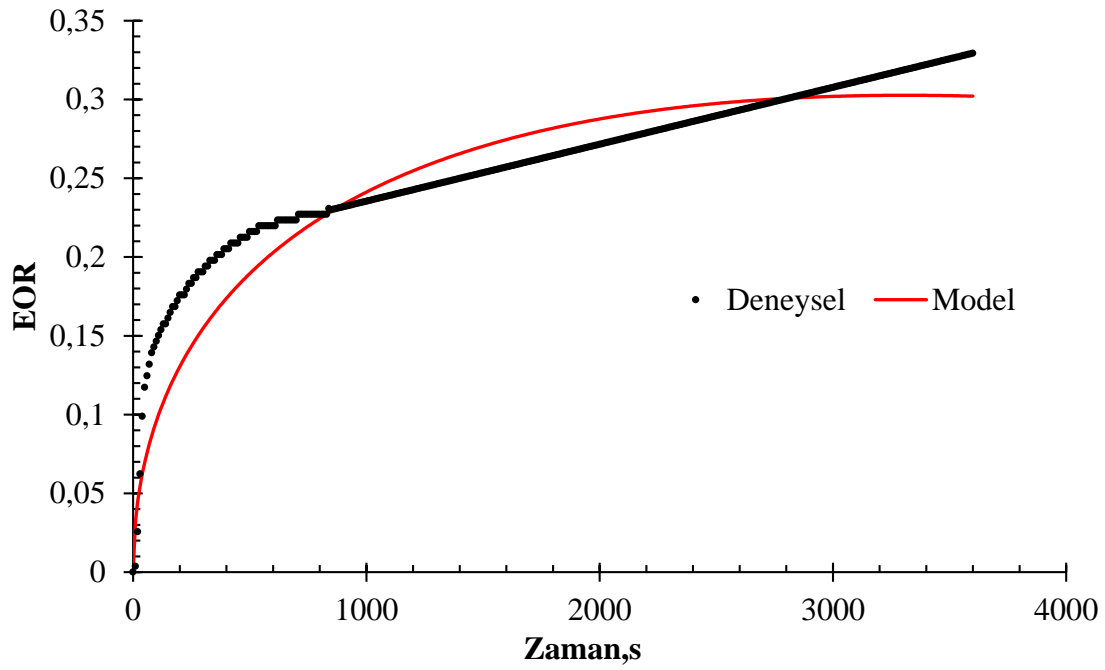
Parametre Değerleri	Performans Değeri
$m = 0,001101$	$R^2 = 0,9329$
$n = 0,00001894$	RMSE= 0,0085
	SSE= 0,0257



Şekil 5.10. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 120°C sıcaklıkta radyal salım davranışı

Tablo 5.15. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 120°C sıcaklıkta radyal salım davranışına ait parametre ve performans değerleri

Parametre Değerleri	Performans Değeri
$m = 0,001672$	$R^2 = 0,8636$
$n = 0,00002688$	RMSE= 0,0194
	SSE= 0,1345



Şekil 5.11. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 130°C sıcaklıkta radyal salım davranışı

Tablo 5.16. Okaliptus uçucu yağı yüklü mikrokapsüllerin 130°C sıcaklıkta radyal salım davranışına ait parametre ve performans değerleri

Parametre Değerleri	Performans Değeri
$m = 0,001753$	$R^2 = 0,8476$
$n = 0,00003046$	RMSE= 0,0193
	SSE= 0,1330

Maya mikrokapsüllerinin çapları sabit kabul edilip m parameteresinden farklı sıcaklıklardaki uçucu yağın kapsüllerden difüzyon katsayıları hesaplanmış ve Tablo 5.17’de verilmiştir.

Tablo 5.17. Sıcaklığa bağlı olarak mikrokapsüllerden uçucu yağ difüzyon katsayıları

	Salımın gerçekleştirildiği sıcaklık (°C)		
	70	120	130
Difüzyon katsayısı*10 ¹⁴ (m ² /s)	1,110	2,561	2,815

Tablodan da görüldüğü üzere sıcaklık arttıkça difüzyon katsayısı dolayısıyla da difüzyon hızı artmıştır. Difüzyon katsayısının sıcaklığa bağlılığı Eşitlik 5.8 ile verilmektedir.

$$D=D_0\exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (5.8)$$

Burada; D_0 ; sıcaklıktan bağımsız preexponential katsayı (m²/s), E_a ; difüzyonun aktivasyon enerjisi (kJ/kmol), R ; ideal gaz sabiti (8,314 kJ/kmolK), T ; difüzyonun gerçekleştiği sıcaklık (K)'tır. Bu eşitlik aşağıdaki şekilde lineer hale getirilerek (Eşitlik 5.9) çizilen grafiğin eğiminden aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır.

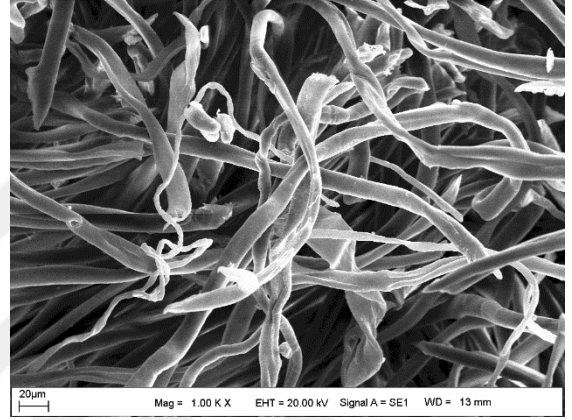
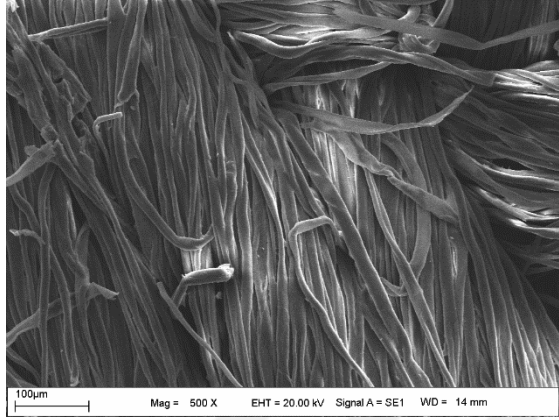
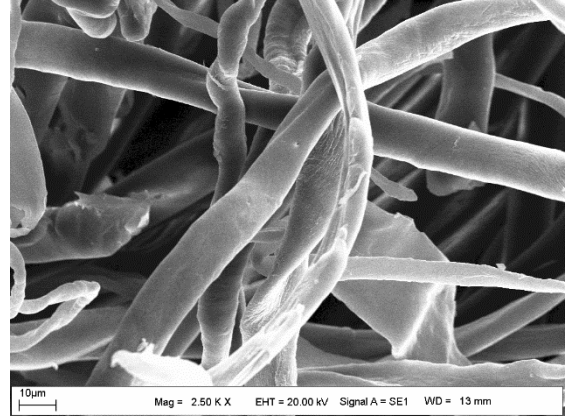
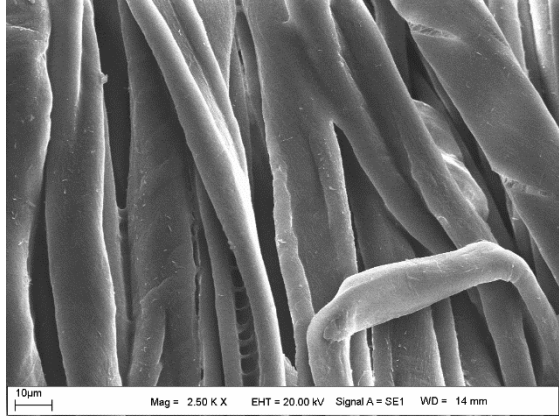
$$\ln D = \ln D_0 - \frac{E_a}{RT} \quad (5.9)$$

Maya mikrokapsüllerinden okalıptus uçucu yağının difüzyon hızı için gerekli olan aktivasyon enerjisi 9,6 kJ.mol⁻¹ olarak hesaplanmıştır.

5.6 Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu

Mikrokapsüllerin applike edilmiş/yüklenmiş kumaşlara ait SEM Görüntüleri

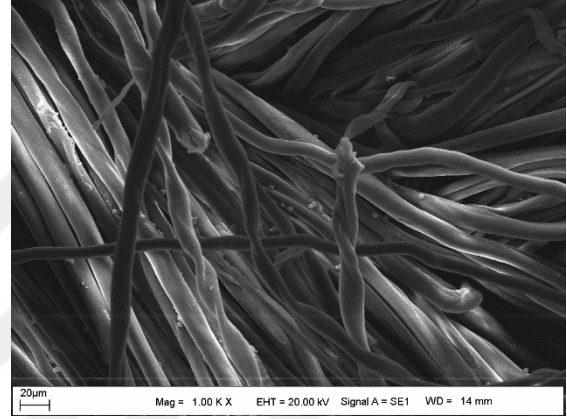
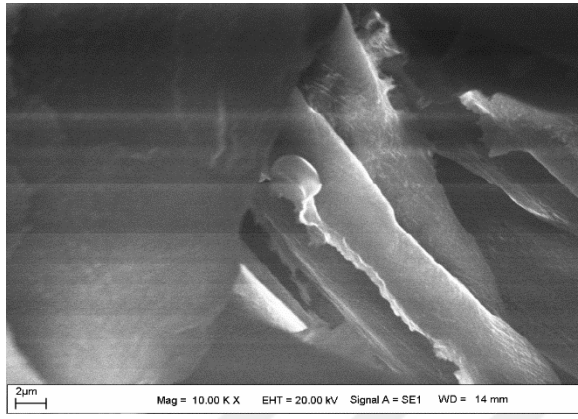
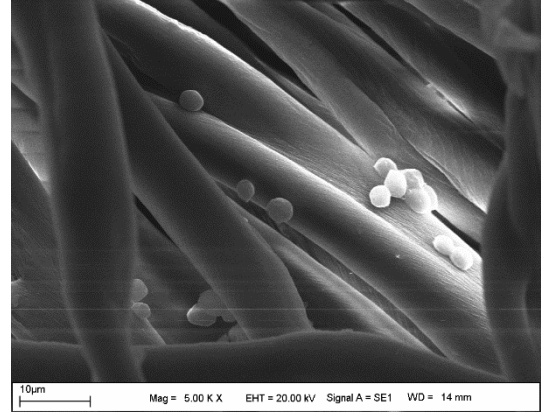
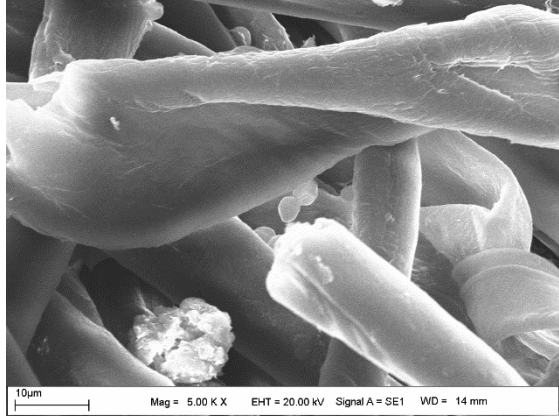
Uçucu yağ yüklenmiş mikrokapsüller, farklı iki kumaşa farklı reçeteler hazırlanarak applike edilmiştir. İşlenmemiş ve farklı reçetelere göre mikrokapsül yüklenmiş/uygulanmış kumaşların SEM görüntüleri Şekil 5.8-5.12'de görülmektedir.



(a)

(b)

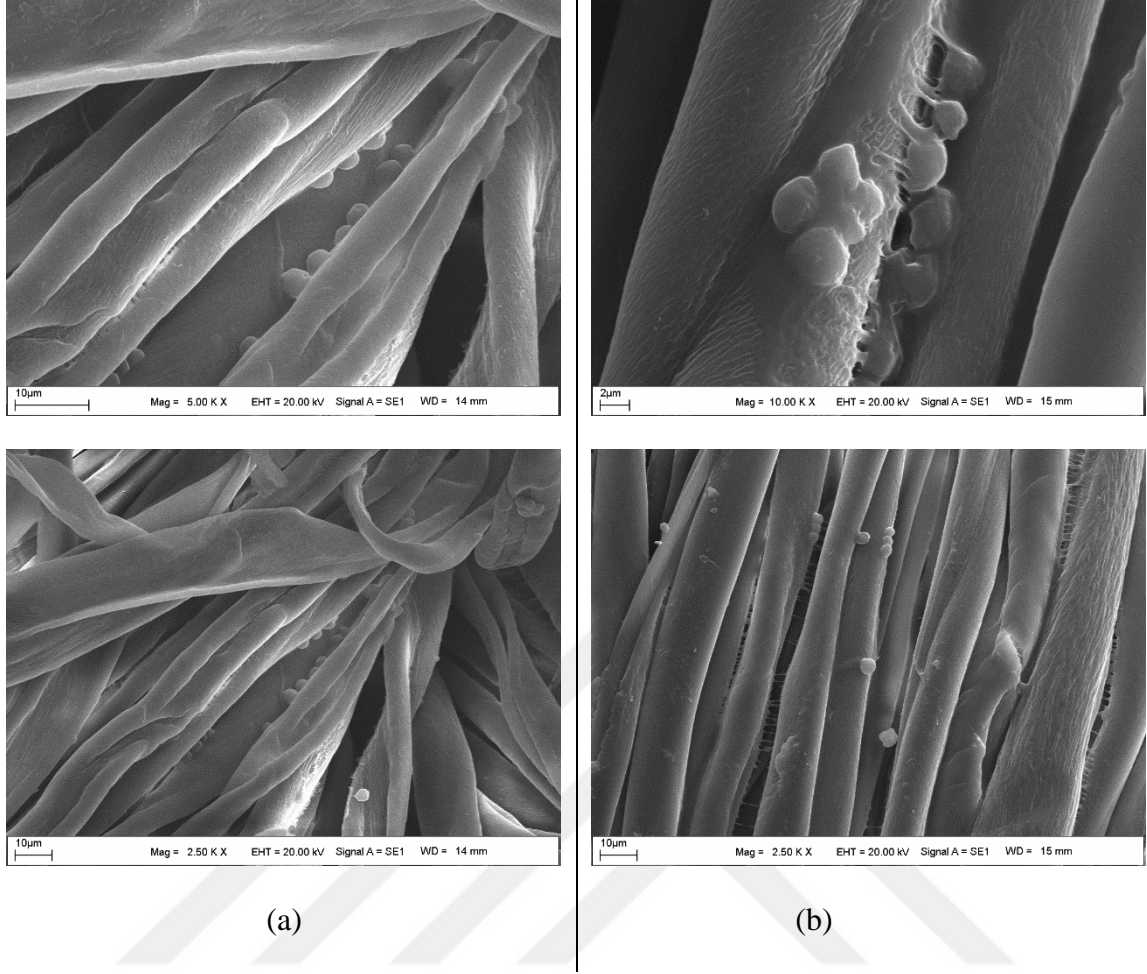
Şekil 5.8. İşlem görmemiş kumaşların SEM görüntüleri **a.** Denim **b.** Pamuklu



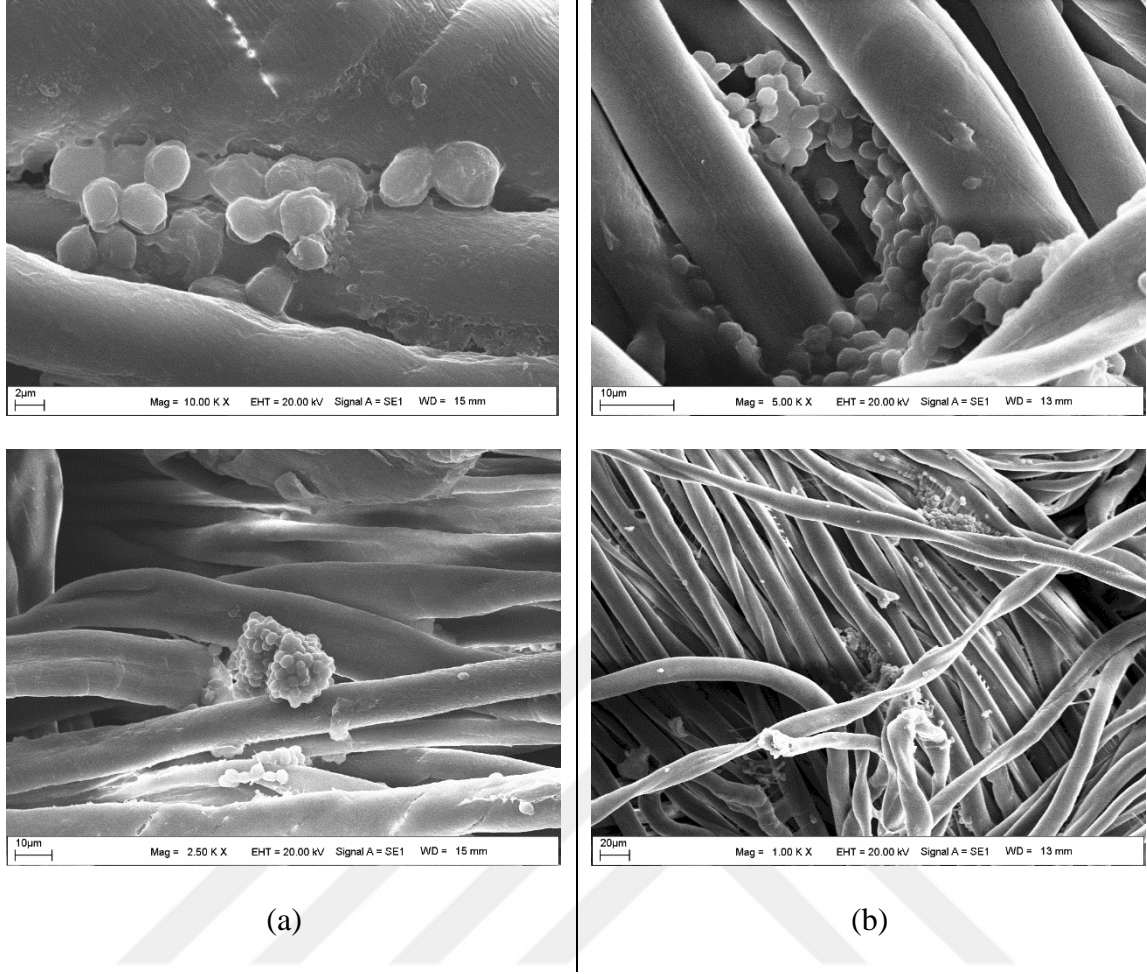
(a)

(b)

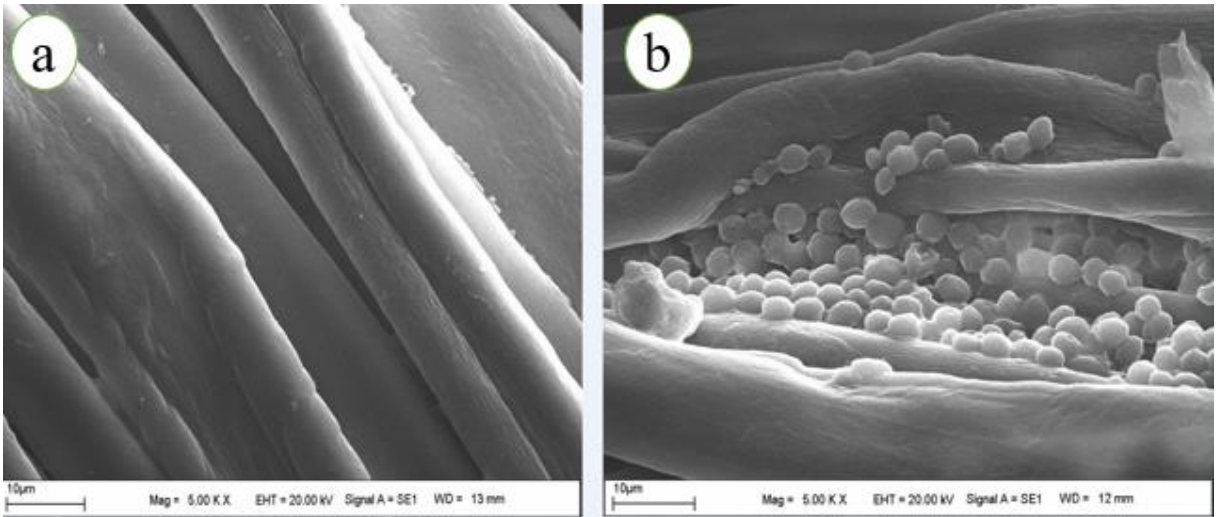
Şekil 5.9. Reçete 2'ye göre mikrokapsül yüklenmiş kumaşların SEM görüntüleri **a.**
Denim **b.** Pamuklu



Şekil 5.10. Reçete 3'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaşların SEM görüntüleri **a.** Denim
b. Pamuklu

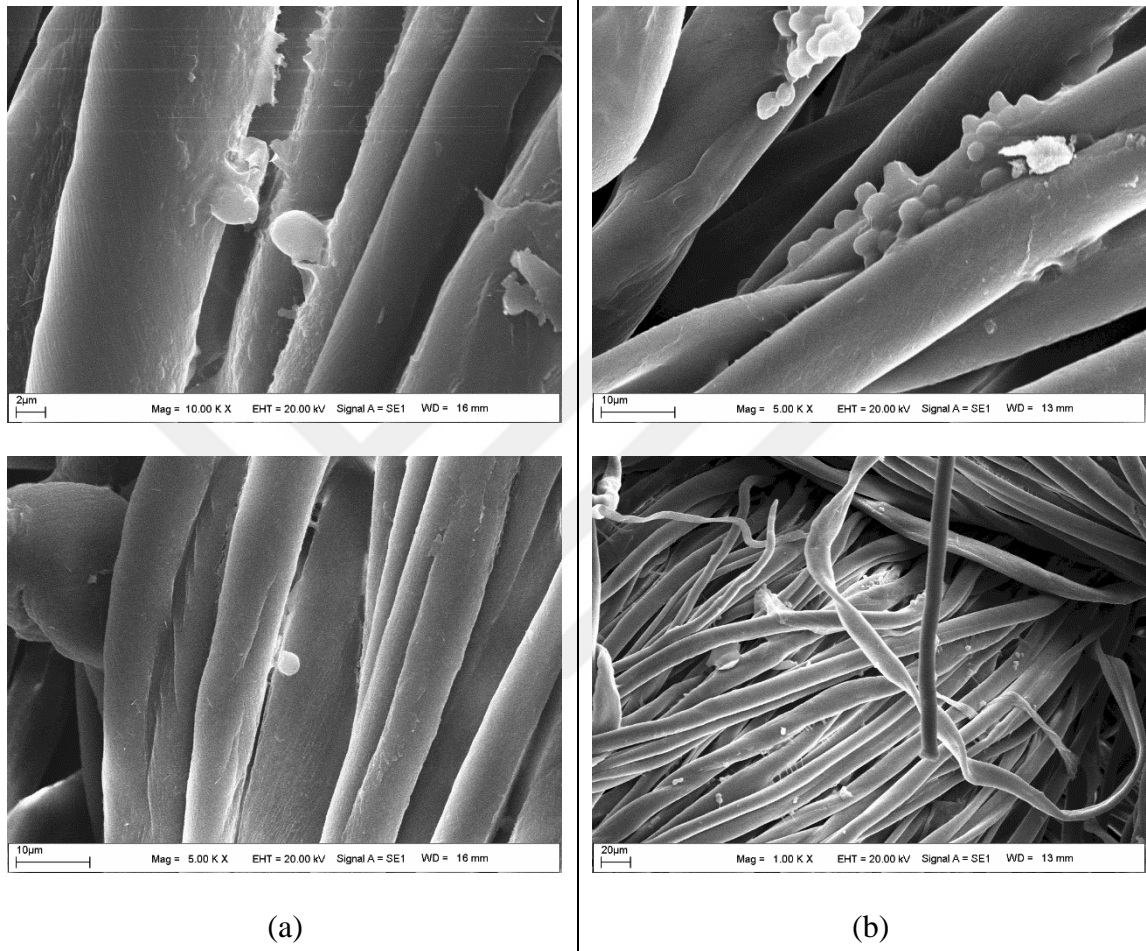


Şekil 5.11. Reçete 4'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaş görüntüleri **a.** Denim
b. Pamuklu

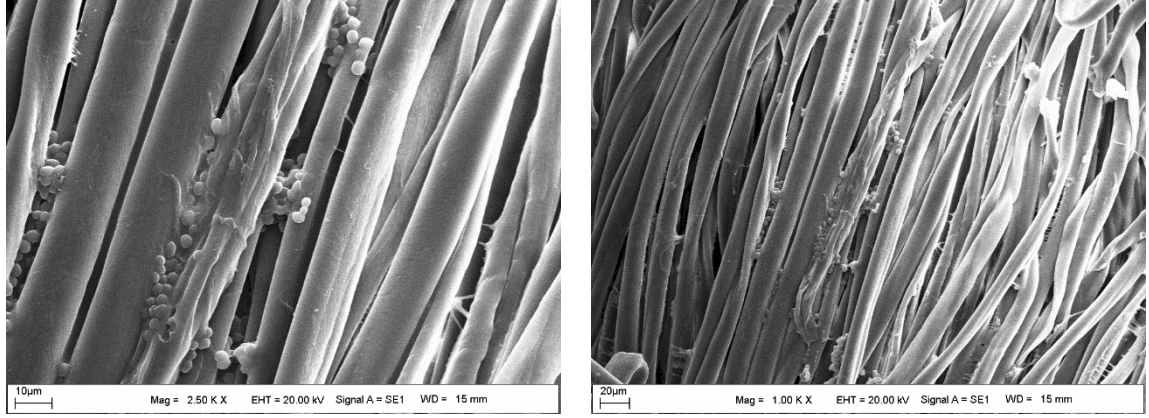


Şekil 5.12. SEM görüntüleri **a.** İşlem görmemiş denim kumaş **b.** Reçete 1'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaş.

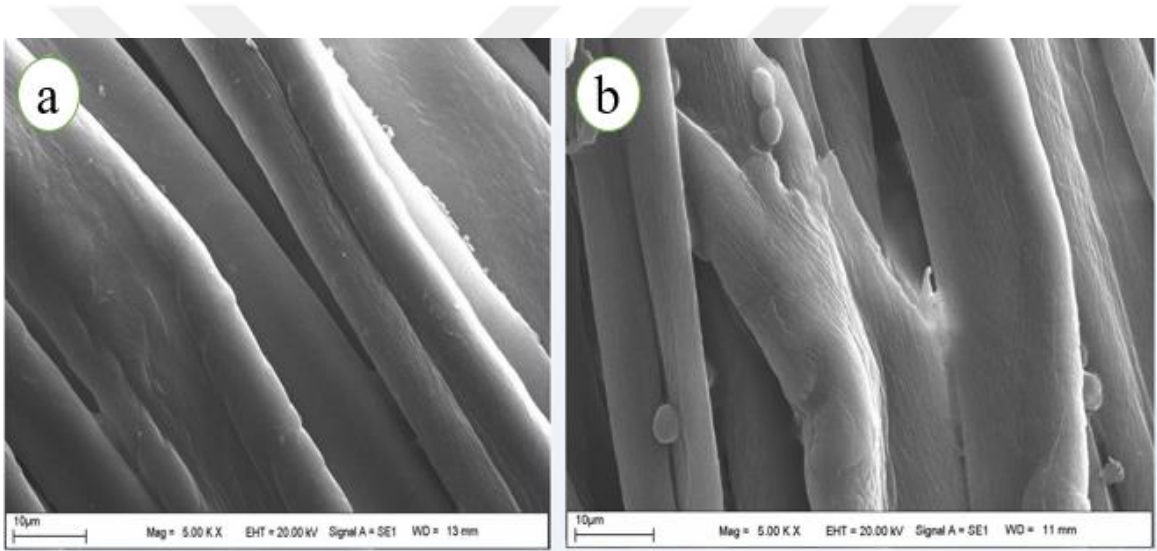
Bir yıkama sonrası Reçete 2'ye göre mikrokapsül yüklenmiş denim ve pamuklu kumaşlar ile Reçete 3'e göre yüklenmiş denim kumaşlarda mikrokapsül görülmemiştir. Reçete 4'e göre yükleme yapılmış denim ve pamuklu kumaşa ait SEM görüntüleri ve Reçete 1, Reçete 3'e göre yükleme yapılmış pamuklu kumaşa ait 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri Şekil 5.13-5.15'de verilmiştir.



Şekil 5.13. Reçete 4'e göre mikrokapsül yüklenmiş kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri **a.** Denim **b.** Pamuklu



Şekil 5.14. Reçete 3'e göre mikrokapsül yüklenmiş pamuklu kumaşın 1 yıkama sonrasına ait SEM görüntüleri



Şekil 5.15. SEM görüntüleri **a.** İşlem görmemiş denim kumaş **b.** Reçete 1'e göre mikrokapsül yüklenmiş denim kumaşın 1 yıkama sonrası

SEM görüntülerinde yükleme/aplike işlemi sonrası mikrokapsüllerin tekstil materyalinin yüzeyinde tutulduğu görülmüştür. Mikrokapsül yüklü kumaşların yıkanması sonrasında bu tutunmuş olan mikrokapsüllerin sayısının yüksek düzeyde düşüşe uğradığı görülmüştür. Kumaş ile mikropartikül arasında etkileşim, bir bağ olmadığı söylenebilir. Yıkama haslıkları göz önünde bulundurulduğunda yükleme/aplike işleminde eklenen yardımcı kimyasalların türü işlem başarısını etkileyen bir parametre olarak görülmektedir. Reçete 1'e göre yükleme işleminde ortama sadece mikrokapsüller konulmuş, başka hiçbir kimyasal eklenmemiştir. Yıkama haslığı (dayanımı), kötü olup yıkama öncesine oranla çok az kapsül kalmıştır. Reçete 2'de ortama sadece çapraz bağlayıcı farklı olarak eklenmiş ve yıkama haslığı oldukça düşük çıkmıştır. Bu sonuç çapraz bağlayıcının applike işleminde

yetersiz ve/veya tek başına yeterli olmadığını göstermektedir. SEM görüntülerine göre; Reçete 3'te çapraz bağlayıcının yanında ortama bağlayıcı (binder) eklenmiş denim için yıkama haslığı kötü, pamuklu kumaş için iyi çıkmıştır. Reçete 4'te ise ortama sadece bağlayıcı (binder) eklenmiş her iki kumaş türü için de en iyi yıkama haslığı elde edilmiştir. Sonuçlar genel olarak değerlendirildiğinde bağlayıcı (binder) her iki kumaş için yıkama haslığının artırılmasında etkili olmuştur.

5.7 Sürtme ve kopma dayanımı test sonuçları

Yüklenmemiş kumaşlara ve farklı reçetelere göre yükleme yapılan kumaşlara uygulanan kopma testi sonuçları, denim kumaş için Tablo 5.18 ve pamuklu kumaş için Tablo 5.19'da verilmiştir. Tablolardaki sonuçlar, kumaşa uygulanan enkapsülleme işlemi sonrasında kumaşın mukavemet kaybına uğramadığını göstermektedir. Yapılan sürtme haslığı sonucunda ise denim numunelerinde kuru sürtme haslığı 4/5 olarak tespit edilmiş olup bu değer, reçetelerdeki bileşenlerin sürtme haslığına etkisinin olmadığını göstermiştir.

Tablo 5.18. Denim kumaş için kopma testine ilişkin veriler.

	Denim Kumaş				
	İşlenmemiş	Reçete 1	Reçete 2	Reçete 3	Reçete 4
Atkı Yönünde Kopma Değeri (kgf)	33	33	32	33	32
Çözümlü Yönünde Kopma Değeri (kgf)	85	85	85	85	85

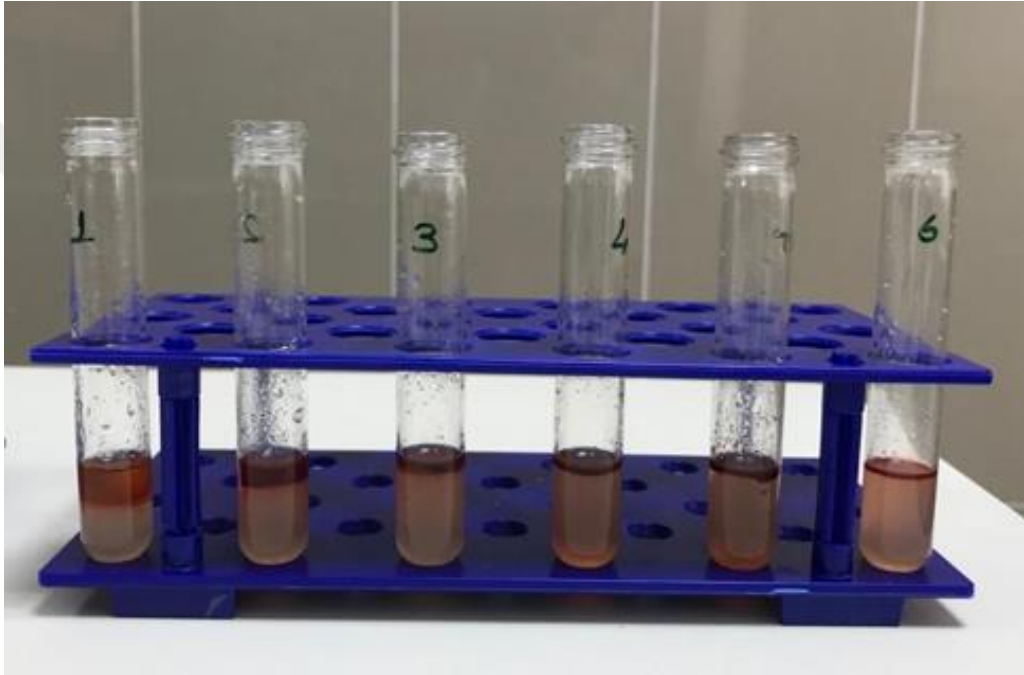
Tablo 5.19. Pamuklu kumaş için kopma testine ilişkin veriler.

	Denim Kumaş				
	İşlenmemiş	Reçete 1	Reçete 2	Reçete 3	Reçete 4
Atkı Yönünde Kopma Değeri (kgf)	38	38	37	38	37
Çözümlü Yönünde Kopma Değeri (kgf)	58	58	58	58	58

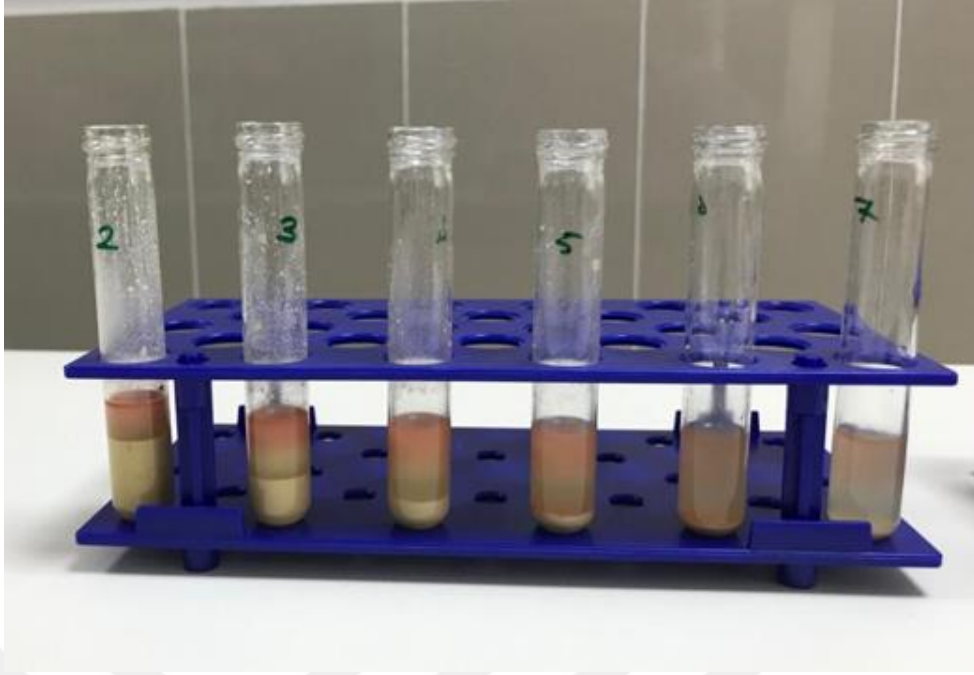
5.8 Antibakteriyel Aktivite

5.8.1 Minimum inhibisyon konsantrasyonunun (MIC/MİK) belirlenmesi

Uçucu yağ ve mikrokapsüllerin minimum inhibisyon konsantrasyonlarının belirlenmesi amacıyla yapılan testlerde uçucu yağ için Şekil 5.16'da, uçucu yağ yüklü mikrokapsül için Şekil 5.17'de görüldüğü gibi test tüplerinde kırmızı renge dönme gözlemlenmiş ve bu renk dönüşümünün olduğu uçucu yağ ve uçucu yağ yüklü mikrokapsül konsantrasyonu, Tablo 5.20'de verilmiştir. Bakterilerin antibiyotiğe karşı dirençli olmadığını göstermek amacıyla pozitif kontrol numunelerinden sonuçlar da kaydedilmiştir.



Şekil 5.16. Uçucu yağ MIC/MİK analiz sonucu



Şekil 5.17. Uçucu yağ yüklü mikrokapsüllerin MIC/MİK analiz sonucu

Tablo 5.20. Antibakteriyel aktivite test sonuçları (MIC/MİK).

Mikroorganizma	Okaliptus Uçucu Yağı ($\mu\text{L}/\text{mL}$)	Uçucu Yağ Yüklenmiş Kapsüller ($\mu\text{L}/\text{mL}$)	Pozitif Kontrol ($\mu\text{g}/\text{mL}$)		Negatif Kontrol
			Tetrasiklin	Ampisilin	
Gram negatif Esherichia Coli	500	125	1,56	12,5	+*

*:Gelişme var.

5.8.2 Kumaşların antibakteriyel aktivite testleri

Uçucu yağ yüklü mikrokapsüllerin kumaş materyaline uygulandıktan sonra nasıl bir etki göstereceğini gözlemleyebilmek amacıyla antibakteriyel etki Reçete 1'e göre yükleme/aplike yapılan kumaşlarda bakılmıştır. Böylece, aplike ortamına eklenen kimyasalların etkisinin hariç tutularak sadece mikrokapsüllerin etkisinin belirlenmesi hedeflenmiştir.

İşlenmemiş kumaş, uçucu yağ içeren mikrokapsül yüklü kumaş ve 1 yıkama yapılmış işlenmiş kumaşlarla 1,6 ve 24 saat süreyle temas ettirilen E.coli bakterilerini içeren çözeltilerden alınan 1 mL'lik kısım petri kaplarına dökülmüş olan agarlara eklenmiş ve 24

saat süreyle 37°C'de inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon sonunda petri kapları dışardan gözle kontrol edildiğinde tüm petrilere E.coli üremesinin olduğu görülmüştür. Bakteri üremesi kontrol grubuyla karşılaştırıldığında hem işlenmemiş kumaş hem uçucu yağ içeren mikrokapsül yüklü kumaş hem de bir yıkama yapılmış işlenmiş kumaşlarla yapılan testlerde kontrol grubuna yakın miktarda bir bakteriyel üremenin gerçekleştiği görülmüştür. Bu sonuçlar işlenmemiş kumaşlar için beklenen bir durum iken mikrokapsül yüklü kumaşlar için beklenmeyen bir durumdur. Mikrokapsül yüklü kumaşların beklenen antibakteriyel etkiyi gösterememesinde hem uçucu yağın hem de kamuk materyalin özelliklerinin etkin olduğu düşünülmektedir. Uçucu yağın kabuk materyalden difüzyonunun oldukça yavaş olduğunun, bunda da hem uçucu yağın sahip olduğu bileşimin hem de maya hücre duvarının sıcaklık, broth ortam bileşimi gibi çevresel koşullara önemli bir ölçüde direnç gösterdiği düşünülmektedir. Uçucu yağ salım hızının düşük olması, özellikle de broth ortamı hidrofilik bir karakterde olduğu için uçucu yağın çözünerek mikrokapsül dışına salınmasının çok güç olacağından kaynaklandığı söylenebilir. Yıkma haslıklarının düşük olmasından dolayı antibakteriyel etkilerin de yıkama sonrası kumaşlarda daha düşük olacağı öngörülmekteydi, fakat elde edilen test sonuçları bu değerlendirmeyi yapabilmeye pek de olanak sağlamamıştır. Bu sonuçlara göre, bu tez çalışmasında yapılan gerek mikrokapsüllerin üretim koşulları olsun gerekse tekstil materyaline yüklenmesi koşulları olsun tüm çalışma koşulları altında belirtilen reçete oranlarına yüklenmiş kumaşların antibakteriyel etki göstermediği sonucuna varılmıştır.

6 SONUÇLARA İLİŞKİN YORUMLAR VE ÖNERİLER

Çevre dostu antibakteriyel ürün elde edilmek amacıyla yapılan bu çalışmada Gökova körfezinde yetişen okaliptus ağaçlarının yapraklarından uçucu yağı elde edilerek bu yağın maya kabuk materyaline enkapsülasyonu ve tekstil materyaline uygulanıp antibakteriyellik kazandırılması hedeflenmiş, yapılan çalışmada;

- Elde edilen okaliptus uçucu yağında en çok okaliptol (1-8 cineole) içeriğinin oda koşullarında kurutma ile elde edilen uçucu yağda olduğu,
- Uçucu yağ GC/MS sonuçları, bölgedeki uçucu yağın içeriği hakkında açıklayıcı bilgileri ortaya koyduğu,
- Uçucu yağın mevsimsel değişimine ait veriler incelendiğinde Ekim ayında toplanan yapraklardan elde edilen uçucu yağın Temmuz ayında toplanan yapraklardan elde edilen uçucu yağa göre daha fazla 1-8 cineole (temel bileşen) içerdiği ayrıca literatürde de belirtildiği gibi mevsimin ve elde edilen yaprak numunelerinin kurutma koşullarının uçucu yağdaki bileşimde etkili olduğu,
- Kapsülleme işleminde okaliptus uçucu yağının maya materyaline kapsüllemeye yüksek yüklenme verimi ortaya koyduğu
- Kapsülleme işleminde en iyi verimin elde edilmesi yönünde birleşim koşulları belirlenmiş ve yapılan kapsülleme işlemi sonucunda %50 oranında okaliptus uçucu yağı içeren kapsüller elde edildiği
- SEM görüntüleri ve FT-IR sonuçları ile de yükleme işleminin başarıya ulaştığı,
- Mikrokapsüller, tekstil materyaline doğal bir şekilde (hiçbir kimyasal kullanılmadan) ve işletme koşullarında uygulandığında tutunmanın gerçekleştiği fakat elde edilen tekstil materyalin yıkamaya karşı dayanımının çok düşük olduğu,
- Uçucu yağ ve uçucu yağ içeren mikrokapsüllerin antibakteriyel etkiye sahip olduğu,

- Mikrokapsül yüklü kumaşların hem yıkama öncesi hem de yıkama sonrası antibakteriyel beklenen oranda etki göstermediği

sonuçlarına varılmıştır.

Tekstil materyalinin antibakteriyel etkisinin artırılabilmesi için öncelikle mikrokapsüllerin bu tekstil materyaline sıkı bir şekilde tutunmasının sağlanması gerekmektedir. Bu amaçla maya mikrokapsülleri ile tekstil materyali arasında kovalent bağların kurulması amacıyla farklı ortam kimyasallarının kullanılması veya mikrokapsülün kaplanması gerçekleştirilebilir. Ayrıca, tekstil materyaline uygulama esnasında sıcaklık , makine hızı, farklı tekstil bağlayıcı kimyasalları kullanılması gibi parametrelerin değiştirilmesi ve bunlara ilişkin optimum koşulların oluşturulması ile daha etkin daha fonksiyonel bir kumaş elde edilebilir.

KAYNAKÇA

- Adrian, C., Piotr, K., Wojciech, B., & Tomasz, J. (2015). Improvement of oxidative stability of menhaden fish oil by microencapsulation within biocapsules formed of yeast cells. *Journal of food engineering*, 2-11.
- Al Zuhairi, J. M., Kashi, F. J., Moghaddam, A. R., & Yazdani, M. (2020). Antioxidant, cytotoxic and antibacterial activity of Rosmarinus officinalis L. essential oil against bacteria isolated from urinary tract infection. *European Journal of Integrative Medicine*, 101192.
- Altundağ, Ş., & Aslım, B. (2005). Kekiğin Bazı Bitki Patojeni Bakteriler Üzerine Antimikrobiyal Etkisi. *Orlab On-Line Mikrobiyoloji Dergisi*, 3(7), 12-14.
- Anandharamakrishnan, C., & Ishwarya, S. P. (2015). *Spray Drying Techniques for Food Ingredient Encapsulation*. İngiltere: John Wiley & Sons, Ltd.
- Anastas, P., & Eghbali, N. (2010). Green Chemistry: Principles and Practice. *Royal Society of Chemistry*, 301-312.
- Anderson, R. J., Groundwater, P. W., Todd, A., & Worsley, A. J. (2012). *Antibacterial Agents: Chemistry, Mode of Action, Mechanisms of Resistance and Clinical Applications*. United Kingdom: John Wiley & Sons.
- Andrews, J.M. 2001. Determination of minimum inhibitory concentrations. *J Antimicrob Chemother*, 48:5-16.
- Antunes, M. D., Dannenberg, G. S., Fiorentini, Â. M., Pinto, V. Z., Lim, L. T., Zavareze, E. R., & Dias, A. R. (2017). Antimicrobial electrospun ultrafine fibers from zein containing eucalyptus essential oil/cyclodextrin inclusion complex. *International Journal of Biological Macromolecules*, 874-882.
- Atak, E., Yıldız, E., & Uslu, M. E. (2017). Fenolik Bileşiklerin Enkapsülasyonu. *M C B Ü Soma Meslek Yüksekokulu Teknik Bilimler Dergisi*, 2(24), 82-92.
- Barra, A. (2009). Factors Affecting Chemical Variability of Essential Oils: a Review of Recent Developments. *Natural Product Communications*, 1147 - 1154.
- Başer, K. H., Kürkçüoğlu, M., Özek, T., & Özkurt, N. (1998). Türkiye'de yetiştirilen bazı okaliptüs (Eucalyptus) türlerinin uçucu yağ verim ve bileşimlerinin ve üretim teknolojilerinin belirlenmesi. *Enstitüler Teknik Bülten Serileri*, 1-47.
- Baleanu, M. C., Nigmatullin, R. R., Okur, S., & Ocakoglu, K. (2011). New approach for consideration of adsorption/desorption data. *Commun Nonlinear Sci Numer Simulat*, 4643-4648.
- Batish, D. R., Singh, H. P., Kohli, R. K., & Shalinder, K. (2008). Eucalyptus essential oil as a natural pesticide. *Forest Ecology and Management*, 2166-2174.
- Baydar, H. (2005). Yayla Kekiği (Origanum minutiflorum O. Schwarz et. P. H. Davis)'nde Farklı Toplama Zamanlarının Uçucu Yağ İçeriği ve Uçucu Yağ Bileşenleri Üzerine Etkisi. *Akdeniz Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 18(2), 175-178.
- Baydar, H., Kazaz, S., Erbaş, S., & Örucü, Ö. K. (2008). Soğukta Muhafaza ve Kurutmanın Yağ Gülü Çiçeklerinin Uçucu Yağ İçeriği ve Bileşimine Etkileri. *Süleyman Demirel Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 3(1), 42-48.
- Baytop, T. (1999). *Türkiye'de Bitkiler ile Tedavi*. İstanbul: Nobel Tıp Kitabevleri.
- Bilgi, M. (2010). *Özel Apre Tekniklerinin Askeri Kumaşlar Üzerindeki Performans Etkisi (Yüksek Lisans Tezi)*. İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. 02 01, 2020 tarihinde <https://polen.itu.edu.tr/handle/11527/4593> adresinden alındı
- Birler, A. S., Doğru, M., Akyılmaz, M., Usta, H., & Avcioglu, E. (1982). *Okaliptüs (Eucalyptus Camaldulensis Dehn.) Plantasyonlarında İlk Yaşı Ardaki Gelişmeler*

- Üzerine Dikim Sıklıklarının Etkisi*. Kavak ve Hızlı Gelişen Orman Ağaçları Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü. 02 01, 2020 tarihinde <https://yayin.ogm.gov.tr/yaydepo/1148.pdf> adresinden alındı
- Bonda, F. A., Regis, L., Giovannelli, L., & Segale, L. (2020). Alginate/maltodextrin and alginate/shellac gum core-shell capsules for the encapsulation of peppermint essential oil. *International Journal of Biological Macromolecules*, 1293-1302.
- Bosnalı, S., & Ocak Özdestan, Ö. (2019). Gıda sanayiinde kullanılan uçucu yağların mikroenkapsülasyon. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 846-853.
- Campelo, P. H., Carmo, E. L., Zacarias, R. D., Yoshida, M. I., Ferraz, V. P., Fernandes, R. V., . . . Borges, S. V. (2017). Effect of dextrose equivalent on physical and chemical properties of lime essential oil microparticles. *Industrial Crops and Products*, 105-114.
- Cengiz, Ö. F., Erkal, İ., Özkayalar, S., Alay Aksoy, S., & Boyacı, B. (2018). Nano Çinko Oksit Takviyeli Jelatin/Arap Zamkı Ve Kitosan/Arap Zamkından Üretilen Ve N-Oktadekan İçeren Mikrokapsüllerin Karakterizasyonu Ve Tekstil Uygulaması. *TEKSTİL VE MÜHENDİS*, 86-95.
- Chahomchuen, T., Insuan, O., & Insuan, W. (2020). Chemical profile of leaf essential oils from four Eucalyptus species from Thailand and their biological activities. *Microchemical Journal*, 105248.
- Chang, C. P., & Dobashi, T. (2003). Preparation of alginate complex capsules containing eucalyptus essential oil and its controlled release. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 257-262.
- Çetin, C. (2017). *Dokuma Kumaş Özelliklerinin Ve Görmüş Olduğu Mekanik Bitim İşlemlerinin Dokuma Kumaş Mukavemetine Etkisi* (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Dadalıoğlu, I., & Evrendilek, G. A. (2004). Chemical Compositions and Antibacterial Effects of Essential Oils of Turkish Oregano (*Origanum minutiflorum*), Bay Laurel (*Laurus nobilis*), Spanish Lavender (*Lavandula stoechas* L.), and Fennel (*Foeniculum vulgare*) on Common Foodborne Pathogens. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26), 8255-8260.
- Desmarchelier, P., & Fegan, N. (2016). Pathogens in Milk: Escherichia coli. *Reference Module in Food Science*, 60-66.
- Doughty, R. W. (2000). *Eucalyptus*. Santa Fe: The Johns Hopkins University Press.
- Erbay, B., & Küçüköner, E. (2008). Gıda Endüstrisinde Kullanılan Farklı Kurutma Sistemleri. *Türkiye 10. Gıda Kongresi*, (s. 1045-1048). Erzurum.
- Erdaş, O. (2018). I. Ulusal Okaliptüs Sempozyumu Bildiriler Kitabı., (s. 11-111). 01 28, 2020 tarihinde <https://doa.ogm.gov.tr/Yayinlar/Muhtelif%20Yay%C4%B1mlar/DOA-%20Okaliptus%20Sempozyumu%20Bildiriler%20Kitab%C4%B1.pdf> adresinden alındı
- Errenst, C., Petermann, M., & Kilzer, A. (2021). Encapsulation of limonene in yeast cells using the concentrated powder form technology. *The Journal of Supercritical Fluids*, 105076.
- Francisco, J. C., Jarvenpää, E. P., Huopalahti, R., & Sivik, B. (2001). Comparison of eucalyptus camaldulensis Dehn. oils from Mozambique as obtained by hydrodistillation and supercritical carbon dioxide extraction. *J Agric Food Chem*, 2339-2342.
- Ghalem, B. R., & Mohamed, B. (2008). Antibacterial activity of leaf essential oils of Eucalyptus globulus and Eucalyptus camaldulensis. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 211-215.

- Ghasemian, A., Eslami, M., Hasanvand, F., Bozorgi, H., & Al-abodi, H. R. (2019). Eucalyptus camaldulensis properties for use in the eradication of infections. *Comparative Immunology, Microbiology and Infectious Diseases*, 65, 234-237.
- Giamakis, A., Kretsi, O., Chinou, I., & Spyropoulos, C. G. (2001). Eucalyptus camaldulensis: volatiles from immature flowers and high production of 1,8-cineole and beta-pinene by in vitro cultures. *Phytochemistry*, 351-355.
- Gökçe, N., & Karlıkaya, E. (2002). Okaliptüs (Eucalyptus Globulus): Sıtma Ağacı. *Trakya Üniversitesi Tıp Fakültesi Dergisi*, 189-194.
- Gölükçü, M., Tokgöz, H., & Turgut, D. Y. (2017). Defne (Laurus Nobilis) Uçucu Yağ Bileşimi Üzerine Distilasyon Süresinin Etkisi. *Food And Health*, 4(1), 37-42.
- Görceloğlu, E. (1988). Ormancılık Ve Çevre Açısından Okaliptüs. *İstanbul Üniversitesi Orman Fakültesi Dergisi*, 38(1), 37-44.
- He, F., Wang, W., Wu, M., Fang, Y., Wang, S., Yang, Y., Xiang, F. (2020). Antioxidant and antibacterial activities of essential oil from Atractylodes lancea rhizomes. *Industrial Crops and Products*, 112552.
- Herculano, E. D., de Paula, H. C., de Figueiredo, E. A., Dias, F. G., & Pereira, V. A. (2015). Physicochemical and antimicrobial properties of nanoencapsulated Eucalyptus staigeriana essential oil. *LWT - Food Science and Technology*, 61(2), 484-491.
- Himed, L., Merniz, S., Oliven, R. M., Barkat, M., & Coronas, J. (2019). Antioxidant activity of the essential oil of citrus limon before and after its encapsulation in amorphous SiO₂. *Scientific African*, e00181.
- Kalafat, S. (2017). *Türktoyu*. <https://www.turktoyu.com/tuerkiye-nin-en-guezel-yolunun-huezuenlue-hikayesi> adresinden alındı
- Karakan, G. (2009). Teknik Tekstillerin Koruyucu Yapılarda Kullanımı . *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi* , 65-70.
- Karakaplan, N. (2017). *Nane (Mentha Spicata) Bitkisinden Uçucu Yağ Eldesi İçin Optimum Koşulların Araştırılması (Yüksek Lisans Tezi)*. Malatya: İnönü Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Karaman, K. (2020). Maya Hücreleri (Saccharomyces cerevisiae) ile Enkapsüle Edilen Karvakrolün Yapısal, Konformasyonel ve Antiradikal Özelliklerinin Belirlenmesi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi*, 124-135.
- Karık, Ü., & Azkan, N. (2011). Farklı Dikim Aralıklarının Limonotu (Lippia citriodora L.) Bitkisinde Herba ve Uçucu Yağ Verimi ile Uçucu Yağın Kalite Özelliklerine Etkisi. *Bahçe*, 40(1), 23-34.
- Karimi , M. (2011). Diffusion in Polymer Solids and Solutions. *Mass Transfer in Chemical Engineering Processes* (s. 17-40). içinde China: InTech.
- Kayabaşı, N., & Etikan, S. (2006). Okaliptüs (Eucalyptus camaldulensis Dehnhardt) Ağacının Yapraklarından Elde Edilen Renkler ve Bu Renklerin Bazı Haslıkları Üzerine Bir Araştırma. *Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 10(2), 153-161.
- Keniston-Pond-Kymberely. (2015). *Essential Oil For Health*. Massachusetts: Adams Media.
- Kılıç, A. (2008). Uçucu Yağ Elde Etme Yöntemleri. *Bartın Orman Fakültesi Dergisi*, 10(13), 37-45.
- Limam, H., Jemaa, M. B., Tammar, S., Ksibi, N., Khammassi, S., Jallouli, S., Msaada, K. (2020). Variation in chemical profile of leaves essential oils from thirteen Tunisian Eucalyptus species and evaluation of their antioxidant and antibacterial properties. *Industrial Crops and Products*, 112964.

- Lin, L., Chen, W., Li, C., & Cui, H. (2019). Enhancing stability of Eucalyptus citriodora essential oil by solid nanoliposomes encapsulation. *Industrial Crops and Products*, 111615.
- Madouri, L. H., Asma, B., Madani, K., Said, Z. O., Rigou, P., Grenier, D., Makhlof, L. B. (2015). Chemical composition, antibacterial and antioxidant activities of essential oil of Eucalyptus globulus from Algeria. *Industrial Crops and Products*, 148-153.
- Manning, S. D. (2010). *Escherichia Coli Infections*. New York: Chelsea House Pub.
- (2019, Ocak 7). Kasım 25, 2020 tarihinde LiveScience: <https://www.livescience.com/64436-e-coli.html> adresinden alındı
- Medicine, I. o. (2002). *Escherichia Coli 0157:H7 in Ground Beef: Review of a Draft Risk Assessment*. Washington, D.C.: The National Academies.
- Merey, G. (2015, 10 13). http://web.hitit.edu.tr/dersnotlari/gokcemerey_13.10.2015_6S3D.pdf adresinden alındı
- Mircioiu, C., Voicu, V., Anuta, V., Tudose, A., Celia, C., Paolino, D., . . . Mircioiu, I. (2019). Mathematical Modeling of Release Kinetics from Supramolecular Drug Delivery Systems. *Pharmaceutics*.
- Montes de Oca, R., Salem, A., Kholif, A., Monroy, H., Pérez, L., Zamora, J., & Gutiérrez, A. (2016). *Yeast: Description And Structure*. researchgate: https://www.researchgate.net/figure/Yeast-cell-Distilliquecoza-2015-Distillique-Basics-of-Yeast-Nutrients_fig1_293605511 adresinden alındı
- Noppakundilokrat, S., Piboon, P., Graisuwan, W., Nuisin, R., & Kiatkamjornwong, S. (2015). Encapsulated eucalyptus oil in ionically cross-linked alginate microcapsules and its controlled release. *Carbohydrate Polymers*, 23-33.
- Özkan Karabacak, A., ÖzcanSinir, G., & Suna, S. (2015). Mikrodalga ve Mikrodalga Destekli Kurutmanın Çeşitli Meyve ve Sebzelerin Kalite Parametreleri Üzerine Etkisi. *Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 29(2), 125-135.
- Özkan, N. (2016). *Tekstil Ürünlerinin Boyama Ve Bitim İşlemlerinde Kimyasallara Deri Ve Solunum Yoluyla Maruziyetin Değerlendirilmesi (Yüksek Lisans Tezi)*. Ankara: T.C.Çalışma ve Sosyal Güvenlik Bakanlığı İş Sağlığı ve Güvenliği Genel Müdürlüğü. 02 03, 2020 tarihinde <https://www.ailevecalisma.gov.tr/media/1495/niluferozkan.pdf> adresinden alındı
- Özyıldız, F., Karagönlü, S., Basal, G., Uzel, A., & Bayraktar, O. (2012). Micro-encapsulation of ozonated red pepper seed oil with antimicrobial activity and application to nonwoven fabric. *Letters in Applied Microbiology*, 168-179.
- Pagula, F. P., Başer, K. H., & Kurkcuoğlu, M. (2000). Essential Oil Composition of Eucalyptus camaldulensis Dehn. from Mozambique. *Journal of Essential Oil Research*, 333-335.
- Paramera, E. I., Konteles, S. J., & Karathanos, V. T. (2011). Microencapsulation of curcumin in cells of Saccharomyces cerevisiae. *Food Chemistry*, 891-902.
- Polatçı, H., & Taşova, M. (2017). Mikrodalga Yöntemi ile Kurutulan Dereotu Yapraklarının (Anethum graveolensL.) Kurutma Kinetiği ve Renk Değerlerinin Belirlenmesi. *Gaziosmanpaşa Bilimsel Araştırma Dergisi*, 6(ÖZEL), 42-51.
- Radünz, M., Hackbart, H. C., Camargo, T. M., Nunes, C. F., Barros, F. A., Magro, J. D., . . . Zavareze, E. R. (2020). Antimicrobial potential of spray drying encapsulated thyme (Thymus vulgaris) essential oil on the conservation of hamburger-like meat products. *International Journal of Food Microbiology*.
- Rathinamoorthy, R., & Thilagavathi, G. (2013). Antimicrobial and In -Vitro Drug Release Studies of Microencapsulated Terminalia chebula extract finished Fabric. *International Journal of PharmTech Research*, 894-905.

- Rungwasantisuk, A., & Raibhu, S. (2020). Application of encapsulating lavender essential oil in gelatin/gum-arabic complex coacervate and varnish screen-printing in making fragrant gift-wrapping paper. *Progress in Organic Coatings*, 105924.
- Sabo, P. K.-V. (2019). Antimicrobial activity of Eucalyptus camaldulensis Dehn. plant extracts and essential oils: A review. *Industrial Crops and Products*, 132, 413-429.
- Sakintuna, B., Çuhadar, O., & Yürüm, Y. (2006). Diffusion of Volatile Organic Chemicals in Porous Media. 2. Alcohol/Templated Porous Carbon Systems. *Energy & Fuels*, 1269-1274.
- Salem, N., Kefi, S., Tabben, O., Ayed, A., Jallouli, S., Feres, N., . . . Elkahoui, S. (2018). Variation in chemical composition of Eucalyptus globulus essential oil under phenological stages and evidence synergism with antimicrobial standards. *Industrial Crops and Products*, 115-125.
- Sancar Beşen, B., Balcı, O., Güneşoğlu, C., Tatlı, İ. İ., Orhan, M., & Beyli, E. (2016). Tekstil Yüzeilerine Antibakteriyel Aktivite Kazandırmak için Ozonlanmış Bitkisel Yağ Mikrokapsüllerinin Aktarılabacağı En Uygun Aplikasyon Reçetesinin Belirlenmesi. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 99-106.
- Shi, G., Rao, L., Yu, H., Xiang, H., Yang, H., & Ji, R. (2008). Stabilization and encapsulation of photosensitive resveratrol within yeast cell. *International Journal of Pharmaceutics*, 83-93.
- Specos, M. M., García, J. J., Tornesello, J., Marino, P., Vecchia, M. D., Tesoriero, M. V., & Hermida, L. G. (2010). Microencapsulated citronella oil for mosquito repellent finishing of cotton textiles. *Transactions of the Royal Society of Tropical Medicine and Hygiene*, 653-658.
- Tangüler, H., & Erten, H. (2004). Maya Ekstraktı Üretimi. *Gıda*, 421-425.
- Tangüler, H., & Erten, H. (2006). Otoliz Yolu İle Maya Ekstraktı Üretimi . *Gıda Ve Yem Bilimi-Teknolojisi*, 55-62.
- Thomas, P. (2004). *Bacteria and*. America: Lucent Books.
- Yaman, T., & Kuleaşan, Ş. (2016). Uçucu Yağ Elde Etmede Gelişmiş Ekstraksiyon Yöntemleri. *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi(Özel)*, 78-83.
- Yang, K., Liu, A., Hu, A., Li, J., Zen, Z., Liu, Y., . . . Li, C. (2020). Preparation and characterization of cinnamon essential oil nanocapsules and comparison of volatile components and antibacterial ability of cinnamon essential oil before and after encapsulation. *Food Control*, 107783.

ÖZGEÇMİŞ

BEHLÜL ERTUĞRUL ŞENGÜL

[Redacted]

[Redacted]

[Redacted]

[Redacted]

[Redacted]

[Redacted]

[Redacted]

[Redacted]

EĞİTİM

İnönü Üniversitesi

*Kimya Mühendisliği(2017)

SERTİFİKALAR

*Hezarfen International Congress of Science,Mathematics and Engineering
November 8/10 İzmir/Turkey **Certificate of Attendance** (Determination of the best
suitable Thin-Layer Drying Model for infrared Mentha species using graphical User
interface-PEDKİM)

*İso 9001:2008 Kalite Yönetim Sistemi Tetikçi-Baştetikçi Eğitim Sertifikası

*İso 22000:2005 Gıda Güvenliği Yönetim Sistemi Tetikçi-Baştetikçi Eğitim Sertifikası

İŞ DENEYİMİ

Adnan Menderes Üniversitesi /Spor Tesisleri Müdürü(Mayıs 2019-Ekim 2019)

Ilsan Tekstil San Tic.AŞ./ Kumaş Boyahane İşletme Mühendisi (Ekim 2018-Nisan 2019)

Çalık Denim 30 günlük staj (2016)