



**T.C.
KAHRAMANMARAŞ ST İMAM NİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTS**

**OZONLANMIŞ BİTKİSEL YAĖ İÇEREN
MİKROKAPSLLERİN RETİLMESİ VE TEKSTİL
YZEYLERİNE AKTARILMASI**

BURCU SANCAR BEŞEN

**DOKTORA TEZİ
TEKSTİL MHENDİSLİĖİ ANABİLİM DALI**

KAHRAMANMARAŞ 2016

T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

OZONLANMIŞ BİTKİSEL YAĞ İÇEREN
MİKROKAPSÜLLERİN ÜRETİLMESİ VE TEKSTİL
YÜZEYLERİNE AKTARILMASI

BURCU SANCAR BEŞEN

Bu tez,
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalında
DOKTORA
derecesi için hazırlanmıştır.

KAHRAMANMARAŞ 2016

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi Burcu SANCAR BEŞEN tarafından hazırlanan “Ozonlanmış Bitkisel Yağ İçeren Mikrokapsüllerin Üretilmesi ve Tekstil Yüzeylerine Aktarılması” adlı bu tez, jürimiz tarafından 30 / 05 / 2016 tarihinde oy birliği / ~~oy çokluğu~~ ile Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Onur BALCI (DANIŞMAN)

.....

Tekstil Bilimleri Anabilim Dalı

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Doç. Dr. Cem GÜNEŞOĞLU (TİK ÜYESİ)

.....

Tekstil Bilimleri Anabilim Dalı

Gaziantep Üniversitesi

Doç. Dr. Serhan URUŞ (TİK ÜYESİ)

.....

Anorganik Kimya Anabilim Dalı

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Prof. Dr. Sebahattin GÜRMEN (ÜYE)

.....

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

İstanbul Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Rıza ATAV (ÜYE)

.....

Tekstil Bilimleri Anabilim Dalı

Namık Kemal Üniversitesi

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

Doç.Dr. Mustafa ŞEKKELİ

.....

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Burcu SANCAR BEŞEN



Bu çalışma T.C. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.
Proje No: 2015/1-83D

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

OZONLANMIŞ BİTKİSEL YAĞ İÇEREN MİKROKAPSÜLLERİN ÜRETİLMESİ VE TEKSTİL YÜZEYLERİNE AKTARILMASI (DOKTORA TEZİ)

BURCU SANCAR BEŞEN

ÖZET

Bu tez çalışmasında, medikal amaçlı kullanılabilecek, antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerine sahip, biyolojik olarak uyumlu tekstil yüzeylerinin elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla çalışma, bu özelliklere sahip "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi", elde edilen "ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi" ve "ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması" olmak üzere üç ana bölüm altında gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın birinci bölümü, ozonlanmış yağların üretiminde kullanılacak bitkisel yağların seçilmesi, yağın karakteristik özelliğinin ozon bağlaması üzerindeki etkisinin incelenmesi, yağın ozon bağlama verimliliği ve fonksiyonel özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisinin belirlenmesi, hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış yağların eldesi ve karakterizasyonu çalışmalarını kapsamaktadır. Çalışmanın ikinci bölümü, ozonlanmış yağların en uygun şekilde mikrokapsüllendiği çalışma yöntem ve reçetesinin belirlenmesi, birinci bölümün son ürünü niteliğindeki ozonlanmış yağların bu yöntem ve reçete ile mikrokapsüllemesi ve hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin karakterize edilmesi çalışmalarını içermektedir. Çalışmanın son bölümü, ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılmasında, en uygun aplikasyon yöntemi ve reçetesinin belirlenmesi, ikinci bölümün son ürünü niteliğindeki mikrokapsül çözeltilerinin bu yöntem ve reçete ile tekstil yüzeylerine aktarılması ve tekstil yüzeylerinin karakterizasyonu çalışmalarını kapsamaktadır. Çalışma sonuçları istenilen özelliklere sahip medikal tekstil yüzeylerinin başarılı bir şekilde elde edilebildiğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Bitkisel yağ, Ozon, Ozonlanmış bitkisel yağ, Mikrokapsül, Antibakteriyel, Antifungal, Yara iyileştirme, Biyoyumluluk, Medikal tekstil

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Mayıs / 2016

Danışman: Doç. Dr. Onur BALCI

Eş Danışman: Doç. Dr. Cem GÜNEŞOĞLU

Sayfa sayısı: 167

**PRODUCING OF MICROCAPSULES INCLUDING OZONATED VEGETABLE
OILS AND APPLYING THEM TO TEXTILE SURFACES
(Ph.D. THESIS)**

BURCU SANCAR BEŞEN

ABSTRACT

In this thesis, it was aimed to produce textile surfaces, which can be used for medical purposes, having antibacterial, antifungal, wound healing properties and biological adaption. For this reason, the study was carried out under three main parts as "production of the ozonated vegetable oils" having these properties, "microcapsulation of the produced ozonated vegetable oils" and "application of microcapsules including ozonated vegetable oils to textile surfaces". The first part of the study included choosing of the vegetable oils can be used in the study, investigation of the characteristic properties of the oils on the ozone bonding, determining of the effect of ozonation time on the ozonation yield and functional properties of the oils, producing of the targeted ozonated oils and characterization of them. The second part of the study contained determination of the optimum microcapsulation method and recipe for the ozonated oils, microcapsulation of the ozonated oils which are the end products of the first part with the optimum method and recipe and characterization of the prepared microcapsulation solutions. The last part of the study included determination of the optimum application method and recipe for the microcapsules including ozonated oils, application of the microcapsules which are the end products of the second part with the optimum application method and recipe and characterization of the textile surfaces. The results showed that the medical textile surfaces having desired properties could successfully be obtained.

Key Words: Vegetable oils, Ozone, Ozonated vegetable oils, Microcapsules, Antibacterial, Antifungal, Wound healing, Medical textiles

University of Kahramanmaraş Sütçü İmam
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Textile Engineering, May / 2016

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Onur BALCI

Co-supervisor: Assoc. Prof. Dr. Cem GÜNEŞOĞLU

Page number: 167

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans eğitimimden bu yana, bilgi ve tecrübelerini benden esirgemeyen, iyi bir akademisyen olarak yetişmem için gereken her şeyi yapan, tez konularımın seçimi, denemelerimin yönlendirilmesi, tezlerimin düzenlenmesi ve sonuçlarımın değerlendirilmesi konularında yol gösteren danışman hocam Doç. Dr. Onur BALCI'ya sonsuz teşekkür ederim. Ayrıca, tez konumun seçimi, denemelerimin yönlendirilmesi ve sonuçlarımın değerlendirilmesi konularında bilgi ve tecrübelerini hiç bir zaman esirgemeyen eş danışman hocam Doç. Dr. Cem GÜNEŞOĞLU'na sonsuz teşekkür ederim.

Tez izleme komite toplantılarına katılarak tezin ilerleyişi ve sonuçların yorumlanması konularında desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen Doç. Dr. Serhan URUŞ'a, tez jüri üyeliğini kabul eden ve tezin düzeni konusunda yardımcı olan değerli jüri üyeleri Prof. Dr. Sebahattin GÜRMEN ve Doç. Dr. Rıza ATAV'a, çalışmam boyunca değerli bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen, test ve analizlerimi yapan veya yapılma süreçlerini organize eden Prof. Dr. İ. İrem ÇANKAYA'ya ve Doç. Dr. Mehmet ORHAN'a teşekkürü bir borç bilirim.

Tez çalışmamın ozonlama bölümü için, cihazların temini ve teknik destek konusunda hiçbir zaman yardımlarını esirgemeyen, TEKNOZONE firmasından Sezen BEYLİ ve A. Erdem BEYLİ'ye çok teşekkür ederim.

Tüm çalışma sürem boyunca, test ve analizlerimi yapan tüm kurum ve kuruluşlara, özellikle Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi bünyesinde bulunan ÜSKİM'e ve ÜSKİM'de çalışan uzman arkadaşlarıma teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen Ertuğrul DEMİR, Demet KÜÇÜK, Sabiha DEMİR, Elif ALAGÖZ, Halime YILDIRIM, Taylan KEKİLLİ, A. Berna KILIÇ, M. Said KARAKOÇ'a çok teşekkür ederim.

Doktora eğitimin süresince, 2211-A Genel Yurt İçi Doktora Burs Programı kapsamında maddi destek veren TÜBİTAK'a ve 2015/1-83D koduyla desteklenen doktora projem için, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkürü bir borç bilirim.

Hayatım boyunca benden maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen, emeklerini asla ödeyemeyeceğim canım AİLEM'e ve tüm sabır ve anlayışı ile her zaman yanımda olan sevgili eşim Ayhan BEŞEN'e sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xii
1. GİRİŞ.....	1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	5
2.1. Bitkisel Yağlarla İlgili Yapılan Çalışmalar	5
2.2. Ozonlanmış Bitkisel Yağların Üretimiyle İlgili Yapılan Çalışmalar.....	7
2.3. Mikrokapsül Hazırlanmasıyla İlgili Yapılan Çalışmalar	14
2.3.1. Faz değiştiren maddelerin (FDM) mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar	14
2.3.2. Yağların mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar	19
2.3.3. Esans ve aromaların mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar	26
2.3.4. Boyarmadde ve yardımcı kimyasalların mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar	32
2.3.5. Diğer maddelerin mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar	33
2.4. Önceki Çalışmaların Teze Katkısı	38
2.5. Tezin Önceki Çalışmalardan Farkı	39
3. OZON VE OZONLANMIŞ BİTKİSEL YAĞLAR	40
3.1. Ozon ve Ozonun Tıbbi Amaçlı Kullanımı	40
3.2. Ozonlanmış Bitkisel Yağlar ve Bu Yağların Kullanım Alanları	41
4. MİKROKAPSÜLÜN TANIMI VE MİKROKAPSÜLLEME YÖNTEMLERİ.....	45
4.1. Mikrokapsüllemenin Tarihçesi	47
4.2. Mikrokapsül Morfolojileri	47
4.3. Mikrokapsülleme Teknikleri.....	48
4.3.1. Kimyasal yöntemler	49
4.3.1.1. Yüzeyler arası polimerizasyon.....	49
4.3.1.2. İşlem sürecinde (in-situ) polimerizasyon.....	50
4.3.1.3. Faz ayrımı metodu (Koaservasyon).....	51
4.3.1.3.1. Basit koaservasyon.....	52
4.3.1.3.2. Kompleks koaservasyon.....	52
4.3.1.4. Süperkritik akışkan yöntemi	53

4.3.1.5. Moleküler kapsülleme yöntemi	54
4.3.2. Mekanik yöntemler	55
4.3.2.1. Püskürterek kurutma yöntemi	55
4.3.2.2. Soğutarak kurutma yöntemi	56
4.3.2.3. Sıcak eriyik yöntemi (Ekstrüder yöntemi)	56
4.3.2.4. Santrifüj yöntemi	57
4.3.2.5. Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi (Döner disk yöntemi)	58
4.3.2.6. Akışkan yatak yöntemi	59
4.4. Mikrokapsül Teknolojisinin Tekstilde Kullanımı	60
4.4.1. FDM içeren mikrokapsüller	60
4.4.2. Koku içeren mikrokapsüller	61
4.4.3. Renk değiştiren maddeler içeren mikrokapsüller	61
4.4.4. Güç tutuşan maddeler içeren mikrokapsüller	61
4.4.5. Diğer mikrokapsül uygulamaları	62
5. MATERYAL VE METOT	63
5.1. Çalışmanın Amacı	63
5.2. Materyal	64
5.2.1. Ozonlanmış bitkisel yağların eldesinde kullanılan materyal ve cihazlar	64
5.2.2. Ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesinde kullanılan materyal ve cihazlar	68
5.2.3. Ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılmasında kullanılan materyal ve cihazlar	71
5.3. Metot	72
5.3.1. Ozonlanmış bitkisel yağların eldesi	72
5.3.2. Ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi	73
5.3.3. Ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması	78
5.4. Değerlendirmelerde Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri	79
5.4.1. FTIR analizi	79
5.4.2. GC analizi	80
5.4.3. TGA analizi	81
5.4.4. SEM analizi	81
5.4.5. Optik mikroskop ile görüntüleme	82
5.4.6. Asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı analizleri	83
5.4.6.1. Asitlik indisi	83
5.4.6.2. Peroksit değeri	84
5.4.6.3. İyot sayısı	84
5.4.7. Antibakteriyel aktivite tayini	85
5.4.8. Antifungal aktivite tayini	85
5.4.9. Yara iyileştirme aktivite tayini	86
5.4.10. Biyouyumluluk analizi	87
6. BULGULAR VE TARTIŞMA	90
6.1. Ozonlanmış Bitkisel Yağların Eldesi	90
6.1.1. Tedarik edilen bitkisel yağların doymamış yağ asidi içeriklerinin belirlenmesi	90

6.1.2. Yağın karakteristik özelliğinin ozon bağlaması üzerindeki etkisinin incelenmesi	91
6.1.2.1. Ticari ozonlu yağların ozon içeriklerinin araştırılması	96
6.1.3. Yağların ozonlanma verimliliği ve fonksiyonel özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisinin incelenmesi	97
6.1.3.1. Ozonlanmış yağların FTIR ve GC analiz sonuçları	98
6.1.3.2. Ozonlanmış yağların asitlik indisi, peroksit değeri, iyot sayısı sonuçları	102
6.1.3.3. Ozonlanmış yağların antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme analiz sonuçları	103
6.1.4. Tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağların belirlenmesi ve üretilmesi	110
6.2. Ozonlanmış Bitkisel Yağların Mikrokapsüllemesi	114
6.2.1. Kapsüllemede en uygun kabuk materyal ve çalışma yönteminin belirlenmesi	114
6.2.2. Optimum mikrokapsülleme reçetesinin belirlenmesi	116
6.2.3. Mikrokapsüllemede kullanılacak en uygun çapraz bağlayıcının belirlenmesi	127
6.2.4. Tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi	128
6.3. Ozonlanmış Bitkisel Yağ Mikrokapsüllerinin Tekstil Yüzeylerine Aktarılması... ..	135
6.3.1. Optimum aplikasyon yöntemi ve reçetesinin belirlenmesi	136
6.3.2. Mikrokapsüllerin tekstil yüzeylerine aktarılması ve son ürün eldesi	139
6.3.2.1. Son ürün SEM ve FTIR analiz sonuçları	139
6.3.2.2. Son ürünün antibakteriyel, antifungal, yara iyileştirme ve biyoyuymululuk analiz sonuçları	142
7. SONUÇLAR	149
KAYNAKLAR	155
ÖZGEÇMİŞ	166

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 3.1. Ozonun oluşumu.....	40
Şekil 3.2. Bir yağ asidinin genel formülü	42
Şekil 3.3. Doymuş yağ asidi zinciri	42
Şekil 3.4. Doymamış yağ asidi zinciri	43
Şekil 3.5. Ozonun doymamış yağ asitleri ile reaksiyonu.....	44
Şekil 4.1. Kapsül yapısı	45
Şekil 4.2. Mikrokapsül morfolojileri	48
Şekil 4.3. Yüzeyler arası polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu	49
Şekil 4.4. İşlem sürecinde polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu.....	50
Şekil 4.5. Koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumunun şematik olarak gösterimi	52
Şekil 4.6. Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu	53
Şekil 4.7. Siklodekstrinlerin molekül yapısı	54
Şekil 4.8. Püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu	56
Şekil 4.9. Sıcak eriyik yöntemi ile mikrokapsül oluşumu	57
Şekil 4.10. Santrifüj yöntemi ile mikrokapsül oluşumu	58
Şekil 4.11. Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu.....	59
Şekil 4.12. (a) Yukarıdan püskürtmeli, (b) aşağıdan püskürtmeli, (c) teğetsel püskürtmeli akışkan yatak yöntemi ile mikrokapsül oluşumu.....	60
Şekil 5.1. Yağların ozonlanmasında kullanılan cam reaksiyon kolonu	67
Şekil 5.2. Yağların ozonlanmasında kullanılan ozon jeneratörü	68
Şekil 5.3. Yüksek devirli karıştırıcı	70
Şekil 5.4. Emdirme aplikasyonlarının yapıldığı laboratuvar tipi fulard	71
Şekil 5.5. Püskürtme aplikasyonlarının yapıldığı laboratuvar tipi püskürtme makinesi.....	72
Şekil 5.6. Ozonlama çalışmalarında kullanılan sistem	73

Şekil 5.7. Perkin Elmer spektrofotometresi	80
Şekil 5.8. GC analizlerinin yapıldığı cihazlar	81
Şekil 5.9. TGA analizinin yapıldığı cihaz	81
Şekil 5.10. Taramalı elektron mikroskobu	82
Şekil 5.11. Optik mikroskop	83
Şekil 5.12. Yara iyileştirme aktivitesinin belirlenmesinde oluşturulan yara modelleri	87
Şekil 6.1. Ham ve ozonlanmış yağların IR spektrumları	93
Şekil 6.2. Ham ve ozonlanmış yağların doymamış yağ asitleri toplamı (%) ve % değişimi	94
Şekil 6.3. Piyasadan tedarik edilen ticari ozonlu yağların IR spektrumları	96
Şekil 6.4. Farklı sürelerde ozonlanan yağların IR spektrumları	99
Şekil 6.5. Farklı sürelerde ozonlanan yağların doymamış yağ asitleri toplamı (%)	100
Şekil 6.6. Farklı sürelerde ozonlanan yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre <i>E. coli</i> bakterisine karşı antibakteriyel aktivitesi	104
Şekil 6.7. Farklı sürelerde ozonlanan yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre <i>S. aureus</i> bakterisine karşı antibakteriyel aktivitesi	104
Şekil 6.8. Farklı sürelerde ozonlanan yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre <i>Aspergillus niger</i> mantarına karşı antifungal aktivitesi	106
Şekil 6.9. Son ürün olarak belirlenen ozonlanmış yağların TGA analizi sonuçları	112
Şekil 6.10. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri	115
Şekil 6.11. Hazırlanan β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin SEM görüntüsü	115
Şekil 6.12. Hazırlanan kapsüllerin aktarıldığı kumaşların SEM görüntüleri	116
Şekil 6.13. Farklı arap zamkı konsantrasyonlarında hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri	118
Şekil 6.14. Farklı iç faz:dış faz oranlarında hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri	120
Şekil 6.15. Farklı konsantrasyonlarda yüzey aktif madde kullanılarak hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri	121

Şekil 6.16. Faz ayrımında farklı maddelerin kullanımı ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin applike edildiği kumaşların SEM görüntüleri	122
Şekil 6.17. Formaldehitsiz ve yüksek oranda formaldehit ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin applike edildiği kumaşların SEM görüntüleri	123
Şekil 6.18. Farklı soğutma denemeleri ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin applike edildiği kumaşların SEM görüntüleri	124
Şekil 6.19. Farklı pH'larda hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin applike edildiği kumaşların SEM görüntüleri	126
Şekil 6.20. Farklı çapraz bağlayıcıların kullanımı ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin applike edildiği kumaşların SEM görüntüleri.....	128
Şekil 6.21. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri.....	130
Şekil 6.22. Mikrokapsül çözeltilerinin ve kullanılan iç ve dış fazların IR spektrumları ..	132
Şekil 6.23. Mikrokapsül çözeltilerinin ve kullanılan dış fazın TGA sonuçları	135
Şekil 6.24. Optimum aplikasyon denemesi yapılan kumaşların SEM görüntüleri	137
Şekil 6.25. Son ürün niteliğindeki kumaşların SEM görüntüleri.....	140
Şekil 6.26. Son ürün niteliğindeki kumaşların IR spektrumları.....	142
Şekil 6.27. Son ürün niteliğindeki kumaşların <i>Aspergillus niger</i> mantarına karşı antifungal aktiviteleri	144

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Çizelge 4.1. Mikrokapsüllemede kullanılabilecek polimerlere ait bazı örnekler.....	46
Çizelge 4.2. Yaygın olarak kullanılan mikrokapsülleme yöntemleri.....	49
Çizelge 5.1. Çalışmada kullanılan iş akışı	63
Çizelge 5.2. Arap zambkı ile yapılan ön denemelerin deney planı.....	76
Çizelge 5.3. Arap zambkı ile mikrokapsüllemede iş akış şeması	77
Çizelge 5.4. Optimum aplikasyon yöntem ve reçetesinin belirlenmesinde kullanılan deney planı	79
Çizelge 5.5. Sitotoksisite sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan 1. skala	88
Çizelge 5.6. Sitotoksisite sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan 2. skala	88
Çizelge 5.7. Cilt reaksiyonu için skorlama sistemi	89
Çizelge 5.8. Cilt irritasyonu sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan cevap kategorisi.....	89
Çizelge 6.1. Tedarik edilen bitkisel yağların yağ asidi içerikleri.....	90
Çizelge 6.2. Ham ve ozonlanmış yağların yağ asidi içerikleri.....	94
Çizelge 6.3. Piyasadan tedarik edilen ticari ozonlu yağların yağ asidi içerikleri	97
Çizelge 6.4. Yağ kodları.....	98
Çizelge 6.5. Farklı sürelerde ozonlanan zeytinyağı ve sarı kantaron yağlarının yağ asidi içerikleri	100
Çizelge 6.6. Farklı sürelerde ozonlanan keten tohumu ve susam yağlarının yağ asidi içerikleri	100
Çizelge 6.7. Zeytinyağı ve sarı kantaron yağının ozonlama ile içeriklerindeki değişim.....	101
Çizelge 6.8. Keten tohumu yağı ve susam yağının ozonlama ile içeriklerindeki değişim.....	102
Çizelge 6.9. Farklı sürelerde ozonlanan yağların asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı	103
Çizelge 6.10. Ozonlanmış ve ham yağ applike edilmiş kumaşların antibakteriyel aktivite sonuçları	105

Çizelge 6.11. Çizgisel kesik yara modeli üzerinde ozonlanan ve ham yağların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi	107
Çizelge 6.12. Dairesel kesik yara modeli üzerinde ozonlanan ve ham yağların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi	109
Çizelge 6.13. Son ürün olarak belirlenen ozonlanmış yağların sitotoksosite ve cilt irritasyon sonuçları.....	113
Çizelge 6.14. Mikrokapsüllenmiş yağların kodları	129
Çizelge 6.15. Optimum aplikasyon denemesi yapılan kumaşların antibakteriyel aktiviteleri	138
Çizelge 6.16. Mikrokapsül aplike edilen kumaşların kodları	139
Çizelge 6.17. Son ürün niteliğindeki kumaşların <i>E. coli</i> bakterisine karşı antibakteriyel aktiviteleri	143
Çizelge 6.18. Son ürün niteliğindeki kumaşların <i>S. aureus</i> bakterisine karşı antibakteriyel aktiviteleri	143
Çizelge 6.19. Çizgisel kesik yara modeli üzerinde son ürün niteliğindeki kumaşların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi	145
Çizelge 6.20. Dairesel kesik yara modeli üzerinde son ürün niteliğindeki kumaşların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi	146
Çizelge 6.21. Son ürün niteliğindeki kumaşların sitotoksosite ve cilt irritasyon sonuçları.....	147

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

NMR	: Nükleer Magnetik Rezonans
GC-MS	: Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometrisi
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi
GC-FID	: Gaz Kromatografisi- Alev İyonizasyon Dedektörü
SEC-RI	: Boyut Eleme Kromatografisi-Refraktif İndeks
FDM	: Faz Değiştiren Materyal
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
DSC	: Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
XRD	: X Işını Difraktometresi
TGA	: Termo-Gravimetrik Analiz
XPS	: X Işını Fotoelektron Spektroskopisi
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
LC-MS	: Sıvı Kromatografisi-Kütle Spektroskopisi

1. GİRİŞ

Değişen dünya düzeninde Türk tekstil ve konfeksiyon sektörünün uluslararası pazarlarda rekabet gücünü koruyabilmesi için, katma değeri yüksek, nitelikli, farklılık yaratan ve pazar payını arttıran ürünlerin üretimine yönelinmesi bir zorunluluk haline gelmiştir. Bu noktada, estetik ve dekoratif özelliklerinden ziyade, öncelikle teknik performansları ve fonksiyonel özellikleri için üretilen tekstil malzemeleri ve ürünleri önemli bir alternatif haline gelmiştir. Bu ürünlerden insan sağlığını yakından ilgilendiren tıbbi ve hijyen amacıyla kullanılan medikal tekstiller büyük bir öneme sahiptir.

Medikal tekstiller geleneksel tekstil üretim yöntemleri ile üretilen ürünlerden nano ölçekli, ileri teknoloji gerektiren yenilikçi üretim yöntemlerine kadar çok çeşitli makine, ekipman ve yöntemlerle elde edilebilen; insan ve hayvan sağlığını, hijyenini ve hatta kozmetiğini ilgilendiren çok geniş bir ürün çeşitliliğini kapsamaktadır [1]. Medikal tekstillerin ilk kullanımları ve gelişimi, tarihi notlara, resimlere ve çizimlere dayanmaktadır. Steril cerrahi giysiyi giyen ilk kişi, 1883 yılında Gustav Neuber'dir. Sağlık personeline koruyucu bir giysi giydirmeye fikri, cerrahın giysilerini, kandan ve diğer kirletici sıvılardan koruma amacıyla ortaya çıkmıştır. Avrupa'da ve özellikle İngiltere'de, 19. yüzyılda cerrahlar cüppelerini çıkarıp, gömleklerinin kollarını sıvayarak ameliyatı gerçekleştirmişlerdir. 19. yüzyılın sonunda cerrahi giysinin tasarımında büyük bir değişim yaşanmıştır. Cüppe yerine temiz keten kumaşlar kullanılmaya başlanmıştır. Medikal tekstillerin gelişimi, 20. yüzyılın başlarında birçok aşamadan geçmiş, 1930'lu yıllarla birlikte, bugünkü halini kademeli olarak almaya başlamışlardır [2]. Medikal tekstillerin yıllık büyüme oranları, 2000-2005 yılları arasında % 4, 2013 yılında % 5-6 civarında olmuştur [1,3].

Medikal tekstiller; vücut içine implante edilmeyen materyaller (yara örtüleri, bandajlar, yara bandı gibi), vücut dışında kullanılan cihazlar (yapay böbrek, karaciğer ve akciğer), vücut içine implante edilebilen materyaller (ameliyat iplikleri, yapay bağ doku, yapay eklem ve damar) ve bakım-hijyen ürünleri olmak üzere dört kategoriye ayrılabilir. Vücut içine implante edilmeyen medikal tekstil ürünleri olan yara bandı, yara örtüleri gibi materyaller, yaraların doğal yara iyileşme periyodu içerisinde veya çok az daha hızlı bir sürede, iyileşmesi amacıyla kullanılmaktadır [4]. Yaraların iyileşmesi üzerinde, yaralı alanın steril olması, enfeksiyon kapmaması oldukça önemlidir. Bu nedenle,

yara tedavisinde kullanılan farklı yöntemler incelendiğinde, son yıllarda ozon tedavisinin önem kazandığı görülmektedir.

Güçlü bir oksidan olan, depolanamayan ve bilinen en güçlü antibakteriyel, antifungal ve antiviral maddelerden biri olan ozon, keşfinden sonraki ilk yıllarda dezenfeksiyon amacıyla kullanılmıştır. Daha sonra yapılan çalışmalar, ozonun medikal kullanımını gündeme getirmiştir. Günümüzde ozon; kronik yaralar, yorgunluk sendromu, bağışıklık sistemi hastalıkları, yanık, ülser, selülit gibi birçok hastalığın tedavisinde kullanılmaktadır. Rahatsızlıkların tedavisinde ozon, doğrudan kullanıldığı gibi, yağların bir bağlayıcı olarak ozonlanıp, ozonlu bitkisel yağ şeklinde kullanılması da söz konusudur. Ozonlanmış yağların, ozon gazı veya ozonlanmış sudan bir avantajı, ozonun doymamış yağ asitleri üzerinden, yağlara bağlanarak ozonit şeklinde depolanabilmesi ve dolayısıyla etkisini uzun süre koruyabilmesidir. Antibakteriyel ve antifungal etkinlik gösteren ozonitler, cilt irritasyonu yapmadan lezyon içerisine oksijen taşıyabilmektedir. [5]. Piyasada ticari olarak satılan, aft, ağız yaraları, selülit, uçuk, kızarıklık, sivilce, eklem ve kas ağrıları gibi hastalıklara iyi geldiği belirtilen ozonlu yağların mevcut olduğu bilinmektedir. Ancak, ticari yağların içerdikleri ozon miktarının bilinmemesi ve farklı bitkisel yağların ozonlanması durumunda ozonu bağlama ve etkilerinin değişme durumunun incelenmemiş olması, bu tez çalışmasında kullanılacak bitkisel yağların seçilmesi ve üretilen ozonlu yağların detaylı analiz edilmesi gerekliliğini ortaya koymuştur.

Ozonlanmış yağların yukarıda sayılan avantajlarının yanı sıra, hem kötü kokuyor olması, hem de tene direkt olarak uygulandığında kişiye rahatsızlık veriyor olması, yağın mikrokapsülленerek tekstil yüzeyleri üzerine aktarılması ve böylece fonksiyonel tekstil yüzeylerinin elde edilebilmesi fikrini ortaya çıkarmıştır.

Mikrokapsülleme işlemi, bir maddenin veya karışımın başka bir madde veya sistemle kaplanması veya hapsedilmesi olarak tanımlanmaktadır. Mikrokapsül, polimerik bir duvar ve bu duvar içerisinde hapsedilmiş katı, sıvı veya gaz halinde bir maddeden oluşmaktadır. Mikrokapsülleme teknolojisi; farmokoloji, kimya, gıda, boya, ziraat, tekstil gibi birçok uygulama alanı bulmuştur. Bir materyalin mikrokapsülленmesi ona; nem, oksijen, kimyasal vb. dış etkenlere karşı koruma, tat ve kokusunu maskeleyme, sıvıları katı madde formunda tutabilme, kontrollü salım yapabilme gibi birçok avantaj kazandırmaktadır. Ayrıca yağ gibi, direkt olarak aktarılması zor olan materyallerin, tekstil yüzeylerine aktarılmasında, başarılı bir yol olarak görülmektedir. Mikrokapsülленmiş

materyaller özelliklerini; dış çevrenin basınç, sıcaklık, kimyasal madde gibi çeşitli sebeplerle parçalanması veya kullanılan kabuk maddenin özelliğine göre salım yapması ile göstermektedir.

Bu tez çalışmasında; fonksiyonel özellik gösteren, medikal amaçlı kullanılabilecek, ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren tekstil yüzeylerinin elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu bağlamda çalışma;

- antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerine sahip ozonlanmış bitkisel yağların eldesi,
- hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi,
- ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması olmak üzere üç temel bölümde gerçekleştirilmiştir.

Tez çalışmasının birinci bölümü olan, "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" kısmı; tez çalışmasında hedeflenen medikal tekstil yüzeylerinin üretiminde kullanılacak ozonlanmış bitkisel yağların elde edilebilmesi amacıyla dört aşamada gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın ilk aşamasında, ozonun bitkisel yağlardaki doymamış yağ asitlerine bağlanması sebebiyle, doymamış yağ asit içeriğinin yüksek ve tıbbi özelliğinin olduğu bilinen yağlar belirlenmiş ve karakterize edilerek ozonlamaya en uygun yağlar seçilmiştir. Çalışmanın ikinci aşamasında, seçilen bu yağlara ön deneme niteliğinde ozonlama çalışmaları yapılarak, bitkisel yağların karakteristik özelliğinin, yağın ozon bağlaması üzerindeki etkisi ve seçilen yağlar için maksimum ozonlama sürelerinin belirlenebilmesi amaçlanmıştır. Çalışmanın üçüncü aşamasında, belirlenen bitkisel yağların ozonlanma verimi ve fonksiyonel özellikleri üzerinde, ozonlama süresinin etkisi araştırılmıştır. Farklı sürelerde ozonlanmış yağlar antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme testleri ile analiz edilerek, istenilen özelliklere sahip ozonlanmış yağların eldesi için en uygun ozonlama süreleri belirlenmiştir. Çalışmanın son aşamasında ise seçilen yağlar en uygun olarak belirlenen ozonlama sürelerinde ozonlanarak, bu bölümün son ürünü niteliğindeki ozonlanmış yağlar üretilmiş ve karakterize edilmiştir.

Tez çalışmasının ikinci bölümü olan, "ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi" kısmı; ozonlanmış yağların en verimli şekilde kapsüllendiği çalışma yöntem ve reçetesinin belirlenmesi açısından dört aşamada gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın birinci aşamasında, ozonlanmış yağları en verimli şekilde kapsülleyecek kabuk materyal; ikinci aşamasında, belirlenen kabuk materyal ile en uygun çalışma reçetesi ve üçüncü

aşamasında, bu reçetede kullanıma en uygun olan çapraz bağlayıcı belirlenmiştir. Çalışmanın son aşamasında ise, en uygun olarak belirlenen kapsülleme yöntem ve reçetesi ile birinci bölümün son ürünü niteliğinde üretilen ozonlanmış bitkisel yağlar mikrokapsüllenmiş ve üretilen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri karakterize edilmiştir.

Çalışmanın son bölümü olan, "ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması" kısmı, iki aşamada gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın birinci aşamasında, ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin kumaşlara aktarılacağı en uygun aplikasyon yöntemi ve reçetesi belirlenmiştir. Çalışmanın ikinci aşamasında ise "ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllenmesi" bölümünün son ürünü niteliğindeki mikrokapsül çözeltileri, optimum aplikasyon yöntemi ve reçetesi ile tekstil yüzeylerine aktararak tez çalışmasının son ürünü niteliğindeki medikal amaçlı kullanıma uygun tekstil yüzeyleri elde edilmiş ve karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Tez çalışmasına yön vermesi açısından yapılan literatür araştırmaları, tezin en önemli iki üretim aşamasının ozonlanmış bitkisel yağ üretimi ve ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllenmesi olması bakımından; bitkisel yağlarla ilgili yapılan çalışmalar, ozonlanmış bitkisel yağların üretimiyle ilgili yapılan çalışmalar ve mikrokapsül hazırlanmasıyla ilgili yapılan çalışmalar olmak üzere üç ana bölümde incelenmiştir.

2.1. Bitkisel Yağlarla İlgili Yapılan Çalışmalar

Charrouf (2008), "Occurrence, Composition and Impact on Human Health" adlı çalışmada, argan yağı ve yağ kompozisyonu hazırlama metotlarını ve argan yağının insan sağlığı üzerindeki etkilerini literatür taraması şeklinde sunmuştur. Çalışmada, argan yağının ciltteki kırısklıkları azalttığı ve kuru cilt ve saçı nemlendirdiği belirtilmiştir [6].

Durmaz (2008), "Kayısı Çekirdeği Yağının Oksidatif Stabilitesi ve Antioksidan Özelliklerinin Araştırılması" adlı tez çalışmasında; kayısı çekirdeği yağı içeren yemlerle beslenen, kolesterolü yükseltilmiş deney sıçanlarının kan kolesterol, trigliserit ve antioksidan düzeylerini, ayçiçeği yağıyla beslenen hayvanlarla karşılaştırmıştır. Sonuçlar; kayısı çekirdeği yağının, deney sıçanlarında toplam kolesterol düzeylerini artırırken, trigliserit düzeyini aşağı çektiğini ve antioksidan parametre düzeylerini düşürdüğünü göstermiştir [7].

Varol (2008), "*Nigella sativa* Yağının Sıçanlarda Oluşturulan Yara Modeli Üzerine Etkisinin İncelenmesi" adlı tez çalışmasında, çörek otu ve susam yağının yara iyileştirme üzerindeki etkisini araştırmıştır. Çalışma sonucunda, çörek otu yağının yara iyileştirme etkisinin, susam yağından yüksek olduğu ve daha kısa sürede yarayı iyileştirdiği görülmüştür [8].

Gümüş (2010), "Ratlarda 5- Florourasil ile Oluşturulan Oral Mukozit Modelinde Lokal Olarak Uygulanan Kantaron Yağı, Sumak Ekstresi, Lokal Steroid (Triamsinolon Asetonid) ve Klorheksidin'in İyileştirici Etkilerinin Araştırılması ve Karşılaştırılması" adlı uzmanlık tezi çalışmasında; kantaron yağı, sumak ekstresi ve lokal steroidin ağız içi iltihapları üzerindeki etkisini araştırmıştır. Çalışma sonucunda; kantaron yağının ağız içi yaraları kısmi şekilde azalttığı, ancak sumak ekstresinin iyileşme üzerinde etkisi olmadığı görülmüştür [9].

Karaca (2010), "Kadmiyumla Lipid Peroksidasyon Oluşturulan Ratlarda Keten Tohumu Yağının Etkileri" adlı tez çalışmasında; kadmiyum ile zehirlenen ratlarda keten tohumu yağının, oksidan-antioksidan sistem üzerine etkisini araştırmıştır. Çalışma sonucunda keten tohumu yağının, ratlarda meydana gelen oksidatif stresin şiddetini azalttığı görülmüştür [10].

Soytoprak (2010), "Kayısı Yağı İçeren Kremlerin Deri Üzerine Etkilerinin İncelenmesi" adlı tez çalışmasında, piyasada bulunan farklı kayısı yağı içeren krem tarzı ürünlerin, deriyi nemlendirme ve yağlandırma etkisini araştırmıştır. Yapılan incelemeler, krem tarzı merhemlerin deriyi yağlandırmadığını, sürüldüğü anda nem artışı sağladığını, ancak sürekli kullanımın bunu kalıcı hale getirmediğini göstermiştir [11].

Kara (2011), "Yara İyileşmesinde Topikal Tedavi Amaçlı Kantaron Yağı, Susam Yağı ve İzotonikli Pansuman Materyallerinin Etkinliğinin Karşılaştırılması" adlı uzmanlık tezi çalışmasında; kantaron yağı, susam yağı ve salinin, yara iyileştirme üzerindeki etkisini araştırmıştır. Çalışma sonucunda, kantaron yağı ve salinle pansuman yapılan alanların karşılaştırılmasında, iyileşme yüzdeleri açısından anlamlı fark olmadığı; susam yağı ve salinle pansuman yapılan alanların kendi içinde karşılaştırılmasında, susam yağı ile pansuman yapılan alanların iyileşmesinde, salinle pansuman yapılan alanlara oranla belirgin fark olduğu görülmüştür. Susam yağı ve kantaron yağı ile pansuman yapılan alanların karşılaştırılmasında da, susam yağının, kantaronla pansuman yapılan alanlara oranla, yara iyileşmesinde belirgin farkı olduğu gözlenmiştir [12].

Altıparmak (2012), "Diabetik Ratlarda Kantaronun Deri Yarası Üzerine Etkisi" adlı tez çalışmasında, sarı kantaron yağının ve zeytinyağının diyabetik farelerin sırtlarında bulunan yaraları iyileştirme etkisini araştırmıştır. Çalışma sonucunda, sarı kantaron ve zeytinyağının bozuk yara iyileşmesi üzerinde etkili olduğu ve sarı kantaron yağının etkisinin zeytinyağından yüksek olduğu görülmüştür [13].

Arsic vd. (2012), " Estimation of Dermatological Application of Creams with St. John's Wort Oil Extracts" adlı çalışmada, üç farklı yağ ekstraktı (zeytinyağı, ayçiçeği yağı ve palmye yağı) ile hazırlanan, sarı kantaron yağı içeren kremlerin, antibakteriyel özelliğini ve dermatoloji tedavisinde kullanılabilirliğini araştırmıştır. Bu amaçla; hazırlanan kremlerin, iltihap önleyici etkisi, kızarıklık indeksi ve su tutma seviyesi üzerindeki etkisi incelenmiştir. Çalışma sonucunda, sarı kantaron yağı içeren tüm kremlerin cilt kızarıklığı ve su toplamış yarayı 7 günlük uygulama süresi sonunda iyileştirdiği ve antibakteriyel özellik gösterdiği görülmüştür [14].

Karabacak ve Doğan (2014), "Saç Bakım ve Tedavisinde Doğal Ürünler" adlı çalışmada, saç bakım ve hastalıklarında uygulanan doğal yağları, literatür çalışması şeklinde incelemiştir. İncelemeler sonucunda; jojoba yağı, hindistan cevizi yağı, argan yağı, badem yağı, soya yağı, avakado yağı, hint yağı ve zeytinyağının saç sorunlarını azalttığı ve saçı nemlendirerek kurumasını önlediği bildirilmiştir [15].

2.2. Ozonlanmış Bitkisel Yağların Üretimiyle İlgili Yapılan Çalışmalar

Lezcano vd. (2000), "Antibacterial Activity of Ozonized Sunflower Oil, Oleozon, Against *Staphylococcus aureus* and *Staphylococcus epidermidis*" adlı çalışmada, ozonlanmış ayçiçeği yağının *Staphylococcus aureus* ve *Staphylococcus epidermidis* bakterileri ile metisilin hassasiyeti ve direnci olan bakterilere karşı aktivitesini araştırmıştır. Sonuçlar, ozonlanmış ayçiçeği yağının test edilen tüm bakterilere karşı etkili olduğunu göstermiştir [16].

Sechi vd. (2001), "Antibacterial Activity of Ozonized Sunflower Oil (Oleozon)" adlı çalışmada, ayçiçeği yağının ozonlanmış ve ozonlanmamış yağın antibakteriyel özelliklerini farklı bakterilere karşı test etmiştir. Sonuçlar, ozonlanmış ayçiçeği yağının test edilen tüm bakterilere karşı yüksek antibakteriyel etkiye sahip olduğunu göstermiştir [17].

Menendez vd. (2002), "Efficacy of Ozonized Sunflower Oil in the Treatment of *Tinea pedis*" adlı çalışmada, ozonlanmış ayçiçeği yağının (Oleozon) ayak mantarı üzerindeki etkisini antibiyotik krem ketokonazol ile karşılaştırılmalı şekilde araştırmıştır. Bu amaçla, 200 hasta, 2 eşit gruba ayrılmış ve hastalara 6 hafta boyunca günde 2 kez yağ ve krem uygulaması yapılmıştır. Oleozonun ve kremin etkinliği mikolojik ve klinik olarak test edilmiştir. Sonuçlar; tedavinin oleozon için % 75, krem için % 85 oranında iyileştirmeyi tamamladığını ve her iki grup arasında önemli bir farkın olmadığını göstermiştir. Ayrıca, hastalar tedavinin tamamlanmasından 6 ay sonra kontrol edilmiş ve hastalığın Oleozon grubunda tekrar etmediği görülmüştür [18].

Jardines vd. (2003), "Gas Chromatography–Mass Spectrometry Profile of Urinary Organic Acids of Wistar Rats Orally Treated with Ozonized Unsaturated Triglycerides and Ozonized Sunflower Oil" adlı çalışmada; ozonlanmış ayçiçeği yağı, ozonlanmış triolein ve ozonlanmış trilinolein kullanılarak oral yol ile tedavi edilen farelerin idrarındaki organik asit salgısını gaz kromatografisi-kütle spektrometrisi (GC-MS) ile araştırmıştır. Çalışmada ayçiçeği yağı ve doymamış trigliseritlerin ozonlanması aynı şartlarda gerçekleştirilmiş

olup, 25 ± 0.1 °C su banyosu içine yerleştirilen 100 ml reaktör içerisine 50 ml uygun substrat konularak, saatte 10 gram ozon üreten reaktör ile 4 saat ozonlama yapılmıştır [19].

Soriano vd. (2003), "Ozonation of Sunflower Oil: Spectroscopic Monitoring of the Degree of Unsaturation" adlı çalışmada, ayçiçeği yağının ozonlanması sırasında doymamış yağ asitlerinin tüketimini H Nükleer Magnetik Rezonans (H NMR) ve Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FTIR) ile incelemiştir. Çalışmada yağ, su varlığı ve yokluğunda ozonlanmıştır. Araştırma sonuçları, linoleatın oleattan su varlığında 1,8; su yokluğunda 1,5 kat daha hızlı parçalandığını ve her iki durumda da ozonlama ürünün 1,2,4 trioksalan zinciri ile ozonit ve aldehit içerdiğini göstermiştir. NMR spektraları incelendiğinde, ozonlama süresinin aldehit/ozonit oranı üzerinde çok düşük etkisinin olduğu görülmüştür. Ozonlama süresinden bağımsız olarak, ozonlanmış ayçiçeği yağındaki aldehit/ozonit oranı, su varlığında yapılan ozonlamada 46,6:53,4; su yokluğunda yapılan ozonlamada 10,5:89,5 olarak elde edilmiştir [20].

Diaz vd. (2005), "Spectroscopic Characterization of Ozonated Sunflower Oil" adlı çalışmada, 650 mmol-eq/kg peroksit indeksine sahip ozonlanmış ayçiçeği yağındaki ozonit, aldehit ve hidroperoksitleri H, C ve iki boyutlu H NMR ile kimyasal olarak karakterize etmiştir. Analiz sonuçları, ozonlanmış ayçiçeği yağı ve işlem görmemiş yağın aldehit, ozonit ve hidroperoksit sinyallerinin bulunduğu rezonanslar haricinde, benzer H-NMR spektrumu gösterdiğini ve ozonlanmış bitkisel yağın bileşiminin NMR analizi ile belirlenebileceğini göstermiştir [21].

Diaz vd. (2005), "Study of Three Systems of Ozonized Coconut Oil" adlı çalışmada, yeterli biyolojik aktiviteyi sağlamada en uygun çalışma sistemi belirleyebilmek amacıyla, hindistan cevizi yağını üç farklı sistemle ozonlamış (ozonlanmış yağ, yağ+su ve yağ+etanol) ve karakterize etmiştir. Ozonlanmış yağlar; 150 gram hindistan cevizi yağından, 150 gram hindistan cevizi yağı-15 ml su ve 150 gram hindistan cevizi yağı-15 ml etanol karışımından 74,4 dakika boyunca ozon gazı geçirilerek elde edilmiştir. Ozonlanmış yağların peroksit, asidite ve viskozite indeksleri ile *Staphylococcus aureus* bakterilerine karşı antimikrobiyel aktiviteleri belirlenmiş ve reaksiyon sırasında açığa çıkan reaksiyon ürünleri H NMR analizi ile incelenmiştir. Sonuçlar; etanol içeren yağın en yüksek peroksit ve asidite indeksine sahip olduğunu, reaksiyon ürünleri olarak açığa ozonit ve aldehit çıktığını ve en yüksek antibakteriyel aktivitenin ozonlanmış yağ-su ve yağ-etanol karışımında elde edildiğini göstermiştir [22].

Valacchi vd. (2005), "The Dual Action of Ozone on the Skin" adlı çalışmada, ozonun cilt dokusu üzerindeki etkisini özetleyen bir literatür çalışması yapmıştır. Çalışmada, ozonun toksik veya yararlı olmasının uygulama dozu ve maruz kalma süresine bağlı olarak değiştiği ve kısa süreli veya düşük dozda uygulandığında faydalı olduğu belirtilmiştir. Ayrıca, ozonu kalıcı ozonit şeklinde hapseden ozonlanmış zeytinyağının ileri cilt enfeksiyonlarını ve yaralarını hızlı bir şekilde iyileştirdiği belirtilmiştir [23].

Diaz vd. (2006), "Comparative Study of Ozonized Olive Oil and Ozonized Sunflower Oil" adlı çalışmada, ozonlanmış zeytin ve ayçiçeği yağlarının kimyasal kompozisyonu ve mikrobiyolojik aktivitesini karşılaştırmıştır. Çalışmada, yağlar farklı peroksit değerlerine ulaşmaya kadar ozonlama devam etmiş ve ozonlanan yağların peroksit, asit ve iyot değerleri ile antimikrobiyel aktiviteleri araştırılmıştır. Çalışma sonucunda; ozonlama ile yağların asit ve peroksit değerlerinin arttığı, bu değerlerin ozonlanmış ayçiçeği yağında daha yüksek olduğu ve ozonlanan her iki yağın da *S. aureus*, *E. coli* ve *B. subtilis* bakterilerine karşı benzer antimikrobiyel etkiye sahip olduğu görülmüştür [24].

Diaz vd. (2006), "Study of Ozonated Sunflower Oil Using H NMR and Microbiological Analysis" adlı çalışmada, ayçiçeği yağının farklı ozonlama dozlarında ozonlanmış ve ozonlanmış yağların, peroksit ve aldehit indeksleri ile antimikrobiyel aktivitelerini belirlemiş ve reaksiyon ürünlerinin yapısını H NMR spektroskopisi ile araştırmıştır. Analiz sonuçları; ozon konsantrasyonu artarken olefinik proton sinyallerinin şiddetinin düştüğünü, tüm spektrumlarda aldehit protonlarının düşük sinyal şiddeti gösterdiğini, hidroperoksitten gelen olefinik protonlara ait sinyallerin zayıf olduğunu ve bu sinyallerin ozon dozunun artmasıyla arttığını göstermiştir. Ayrıca, yüksek peroksit indeksine sahip ozonlanmış yağların antimikrobiyel aktivitesinin daha olduğu görülmüştür [25].

Tellez vd. (2006), "Measurement of Peroxidic Species in Ozonized Sunflower Oil" adlı çalışmada, farklı ozon dozlarıyla ozonlanmış ayçiçeği yağının iyodimetrik metot ve demir oksit ölçümü metoduyla peroksit ve hidroperoksit ölçümünü yapmıştır. Yeterli ozonlama için gerekli reaksiyon süresini belirleyebilmek amacıyla, 2 dakikadan 36 saate kadar yedi farklı sürede (2 dakika, 4, 8, 16, 24, 30 ve 36 saat) ozonlama reaksiyonu gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar; maksimum peroksit değerinin 24 saatlik ozonlama sonrasında elde edildiğini, 2 dakikalık ozonlamada yağların hidroperoksit içeriğinin

peroksit içeriğinden fazla olduğunu ve 24 saatlik ozonlama sonrasında peroksit içeriğinin hidroperoksit içeriğinden fazla olduğunu göstermiştir [26].

Torres vd. (2006), "In vitro Antimicrobial Activity of Ozonized Theobroma Oil Against *Candida albicans*" adlı çalışmada, ozonlanmış kakao yağının *Candida albicans* mantarına karşı antifungal aktivitesini araştırmış ve ozonlanmış yağın çeşitli peroksit indekslerindeki minimum inhibisyon ve fungisid konsantrasyonunu belirlemeye çalışmıştır. Çalışmada; ozonlanmış yağların peroksit indeksinin, mikroorganizmalar ile etkileşim süresinin ve ozonlanmış yağ konsantrasyonunun bakteri ölümü üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Sonuçlar; ozonlanmış kakao yağının *Candida albicans* mantarına karşı engelleyici etkisinin olduğunu, yağın peroksit indeksinin artmasıyla minimum inhibisyon ve fungisid konsantrasyonunun azaldığını ve incelenen parametreler içinde bakteri ölümü üzerinde en önemli parametrenin etkileşim süresi olduğunu göstermiştir [27].

Sakazaki vd. (2007), "Ozonated Olive Oil Enhances the Growth of Granulation Tissue in a Mouse Model of Pressure Ulcer" adlı çalışmada, basınç ülseri olan ve kesik yaralı bir fare modelinde granülasyon dokusunun gelişmesi üzerinde ozonlanmış zeytinyağının iyileştirici etkisi üzerine ile bir çalışma yapmıştır. Ozonlu yağın üretimi için, 100 ml zeytinyağı, dakikada 0,5 litre ozon/oksijen karışımı ile 35 saat ozonlanmıştır. Sonuçlar, ozonlu zeytinyağı uygulamasının granülasyon dokusu oluşumunu geliştirdiğini ve yara ve basınç ülserinin iyileşmesinde etkili olduğunu göstermiştir [28].

Sadowska vd. (2008), "Characterization of Ozonated Vegetable Oils by Spectroscopic and Chromatographic Methods" adlı çalışmada, soya ve zeytinyağını, saf oleik, linoleik, linolenik asidi ve yağ esterlerini farklı sürelerde (2, 7 ve 20 saat) ozonlamıştır. Çalışmada, ozonun ve ozon absorpsiyonunun ozonlanmış yağların ve yağ asitlerinin kimyasal kompozisyonu üzerindeki etkisi H ve C NMR analizleri ile araştırılmış ve saf ve ozonlanmış yağların viskoziteleri, molar kütleleri, peroksit ve asit değerleri ölçülmüştür. Çalışma sonucunda; ozon ile yağ arasındaki reaksiyonun doymamış yağ asitlerindeki karbon-karbon çift bağında meydana geldiği, çift bağların tamamen tükenmesi için gerekli ozonlama süresinin yağlarda, saf yağ asitlerine göre 10 kat daha uzun olduğu, yağların 2 saat ozonlanmasının yağlardaki trigliserit kompozisyonunu azalttığı, ozonlama süresi arttıkça yağda çapraz ozonitlerin meydana geldiği ve ozonlama ile yağlardaki asit ve peroksit değerlerinin arttığı görülmüştür [29].

Zamora vd. (2008), "Ozonized Sunflower Oil Reduces Oxidative Damage Induced by Indomethacin in Rat Gastric Mucosa" adlı çalışmada, farelerdeki indometazin

tarafından tetiklenen gastrik mukozanın hasarında ozonlanmış ayçiçeği yağının iyileştirici etkisini araştırmıştır. Sonuçlar, farelerde indometazin tarafından tetiklenen gastrik ülser zararının ozonlanmış ayçiçeği yağı uygulamasıyla azaldığını göstermiştir [30].

Zanardi vd. (2008), "Physico-Chemical Characterization of Sesame Oil Derivatives" adlı çalışmada, susam yağının ozonlaması sırasında ozonlama kinetiğini ve optimum ozonlama şartlarını (ozon konsantrasyonu, işlem süresi) belirlemeyi amaçlamıştır. Çalışmada, ozon konsantrasyonu 55 mg/l, ozon debisi 1,5 l/dak ve ozonlama süresi 15, 30, 60, 90 ve 120 dakika olarak belirlenmiştir. Sonuçlar; ozonlama işlemi süresince, ozonun yağın doymamış yağ asitleri ile reaksiyona girdiğini ve ozonlama süresinin aldehit/ozonit oranı üzerinde çok düşük etkisi olduğunu göstermiştir [31].

Bocci vd. (2009), "The Ozone Paradox: Ozone Is a Strong Oxidant as Well as a Medical Drug" adlı çalışmada, ozonun hem zararlı hem de faydalı özelliklerini literatür çalışması şeklinde ortaya koymuştur. Çalışmada; ozonla uzun süre maruz kalındığında ozonun başta akciğer olmak üzere tüm organizmalara zarar verdiği, bunun yanında düşük ozon dozlarının birçok faydalı biyokimyasal mekanizmayı tetiklediği ve antioksidan sistemi düzenlediği belirtilmiştir. Ayrıca ozonlanmış yağın da birçok faydasının olduğunu; bakteriyel, virütik enfeksiyonlara, ülserlere, apselere, yanıklara, mantar enfeksiyonlarına ve iltihaplara iyi geldiğini ortaya koymuştur. Sonuç olarak, ozonun çok yönlü faydalı etkileri sebebiyle ortopedi, cildiye, dişçilik ve mukozal enfeksiyonlarda kullanılabileceğini belirtmiştir [32].

Skalska (2009), "Germicidal Properties of Ozonated Sunflower Oil" adlı çalışmada, ozonlanmış ayçiçeği yağının çeşitli mikroorganizmalar için minimal inhibisyon konsantrasyonunu oluşturmayı amaçlamıştır. Bu amaçla; ayçiçeği yağı 1 saatten 50 saate kadar ozonlanmış ve 20, 40, 70, 100, 200, 250 ve 300 mgO₃/g ozon konsantrasyonlarında ozonlu yağlar elde edilmiştir. Ozonlanmış yağın *B. subtilis*, *E. coli* bakterileri ve *Candida albicans* mantarının üremesine olan etkisinin belirlenmesi için Petri kabı metodu kullanılmış ve ozonlanmış yağın kimyasal ve fiziksel özellikleri belirlenmiştir. Mikrobiyolojik çalışmalar, araştırılan mikroorganizmaların ozonlanmış yağa karşı hassas olduğunu ve *E. coli* ve *C. albicans*'ın, *B. subtilis*'a göre daha dirençli olduğunu göstermiştir. *B. subtilis* bakterisinde 200 mgO₃/g ozon dozunda üreme gözlenmemişken; diğer bakterilerin inhibe olabilmesi için 250 mgO₃/g ozon konsantrasyonu gerekmiştir [33].

Omonov vd. (2011), "Ozonolysis of Canola Oil: A Study of Product Yields and Ozonolysis Kinetics in Different Solvent Systems" adlı çalışmada, kanola yağının farklı çözümler varlığında ozonlanması sırasında açığa çıkan ürünleri Gaz Kromatografisi- Alev İyonizasyon Dedektörü (GC-FID) ve Boyut Eleme Kromatografisi-Refraktif İndeks (SEC-RI) taramasıyla incelemiştir. Çalışmada çözümler olarak; etil asetat, etanol ve metanol kullanılmış ve 90 dakika süresinde (her 10 dakikada bir numune alınarak) ozonlama yapılmıştır. Sonuçlar; çözümler olarak etil asetat kullanıldığında oligomerik ozonlama ürünlerinin meydana geldiğini ve alkol veya etil asetat/alkol karışımı kullanıldığında yüksek molekül ağırlıklı bileşiklerin oluşmadığını göstermiştir. Ayrıca; çözümler olarak etil asetat kullanıldığında reaksiyonun ilk aşamalarında karboksilik asitlerin meydana geldiği ve uzayan ozonlama süresiyle bu asitlerin arttığı, alkoller kullanıldığında asit bileşiminde önemli azalmaların olduğu görülmüştür [34].

Valacchi vd. (2011), "Ozonated Sesame Oil Enhances Cutaneous Wound Healing in SKH1 Mice" adlı çalışmada, farelerde ağır cilt yaraları üzerinde ozonlanmış susam yağının lokal olarak iyileştirici etkisini kantitatif olarak belirlenmeyi amaçlamıştır. Sonuçlar; peroksit değeri olarak ifade edilen düşük (<1000) ve yüksek dozların (>3000), yaranın iyileştirmesini geciktirdiğini, yaklaşık 1500 civarında olan orta bir konsantrasyonun yaranın kapanmasında en faydalı etkiye sahip olduğunu göstermiştir [35].

Almeida vd. (2012), "Ozonized Vegetable Oils and Therapeutic Properties: A Review" adlı çalışmada; ozonlanmış bitkisel yağların fiziko-kimyasal karakterizasyonunu, iyileştirici etkisini ve antibakteriyel aktivitesini ve ozonit sentezini literatür derlemesi şeklinde incelemiştir. Yapılan incelemeler sonucunda; ozonun doymamış yağ asitlerinin karbon-karbon çift bağı ile reaksiyona girdiği, bu sırada ozonit veya 1,2,4 trioksalan zinciri ve peroksit oluştuğu, antimikrobiyel özellik gösteren bu ürünlerin doku onarım ve yenileme özelliklerine sahip olduğu ortaya konulmuştur [36].

Cirlini vd. (2012), "Stability Studies of Ozonized Sunflower Oil and Enriched Cosmetics with a Dedicated Peroxide Value Determination" adlı çalışmada, depolama esnasındaki dayanıklılığını belirleyebilmek amacıyla, ozonlanmış ayçiçeği yağı (Neozone 4000) ve bazı kozmetiklerin peroksit değerlerini belirlemiştir. Çalışmada, H NMR ve GC-MS teknikleri ile ozonitlerin yapısı ve peroksit değeri ölçüm metodunun optimal şartları belirlenmiş ve dayanıklılık kontrolleri farklı sıcaklık ve sürelerde yapılmıştır. Sonuçlar; dolapta veya oda sıcaklığında tutulan bütün numunelerin en az 6 ay iyi bir dayanıklılık ve iyi peroksit değerleri gösterdiğini, daha yüksek sıcaklıklarda (40 °C) ya da daha uzun

sürelerde depolanan numunelerdeki ozonit içeriğinde yavaş yavaş, ama önemli miktarda düşüş olduğunu göstermiştir [37].

Campanati vd. (2013), "Topical Ozonated Oil Versus Hyaluronic Gel for the Treatment of Partial-to Full-Thickness Second-Degree Burns: A Prospective, Comparative, Single-Blind, Non-Randomised, Controlled Clinical Trial" adlı çalışmada, ticari bir ozon yağının ikinci dereceden bir cilt yanığına olan lokal uygulamalarının klinik etkisini araştırmıştır. İkinci dereceden yanığı bulunan ve epitalizasyon safhasında olan 30 hasta ile çalışmalar yapılmıştır. Her cilt yanığı iki simetrik parçaya bölünmüş; bir parçaya ozon yağı, diğer kontrol parçasına hyalüronik asit jel, 12 hafta boyunca günde 1 kez uygulanmış ve 6 ile 12 hafta sonrasında her hastaya bir klinik değerlendirme yapılmıştır. Sonuçlar; bütün işlem görmüş lezyonların gördüğü işleme bakılmaksızın iyileştiğini ve cilt kızarıklığı, gerginlik, kaşıntı ve yanığın iyileşmesinde ozon yağının hyalüronik asit kadar etkili olduğunu göstermiştir [38].

Georgiev vd. (2015), "Study of Ozonated Olive Oil: Monitoring of the Ozone Absorption and Analysis of the Obtained Functional Groups" adlı çalışmada; zeytinyağının ozonlanması sırasında, ozonlama reaktörü çıkışından sürekli olarak ozon konsantrasyonunu ölçerek, ozonun absorpsiyon özelliklerini belirlemeyi amaçlamıştır. Çalışmada, belirlenen ozon miktarı ile ozonlama sırasında tüketilen çift bağlar yağdaki doymamışlık derecesini belirlemek amacıyla kullanılmıştır. Ayrıca, temel fonksiyonel gruplar ile reaksiyon ürünleri olan ozonit ve aldehit H NMR analizleri ile kalitatif olarak karakterize edilmiştir [39].

Sancar Beşen vd. (2015), "Ozonlanmış Yağlar ile İşlem Uygulanmış Dokusuz Yüzeylerin Antibakteriyel Etkinliklerinin İncelenmesi" adlı çalışmada, zeytinyağı ve sarı kantaron yağını laboratuvar şartlarında ozonlama işlemine tabi tutup, ozonlanan yağları dokusuz yüzeyler üzerine emdirme yöntemi ile aktararak antibakteriyel özellikli tek kullanımlık tekstil yüzeyleri elde etmeye çalışmıştır. Ozonlanan yağların ozonu bağlayıp bağlamadığı, FTIR ve GC analizleri ile araştırılmış, ayrıca ozonlanmış yağların ve bu yağlar ile işlem uygulanmış dokusuz yüzeylerin antibakteriyel etkinlikleri ASTM E2149 test yöntemine göre, *S. aureus* ve *E. coli* bakterilerine karşı test edilmiştir. Çalışma sonucunda; ozon gazının zeytinyağı ve sarı kantaron yağlarının doymamış yağ asitleri ile reaksiyona girdiği, ozonlanan yağların ve bu yağların aktarıldığı dokusuz yüzeylerin çok yüksek antibakteriyel aktiviteye sahip olduğu görülmüştür [40].

2.3. Mikrokapsül Hazırlanmasıyla İlgili Yapılan Çalışmalar

2.3.1. Faz değıştiren maddelerin (FDM) mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar

Kim ve Cho (2002), "Thermal Storage/Release, Durability, and Temperature Sensing Properties of Thermostatic Fabrics Treated with Octadecane-Containing Microcapsules" adlı çalışmada; oktadekanı, dış faz olarak üre kullanarak yüzeyler arası polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiş ve poliester kumaşlara kaplama yöntemi ile aktarmıştır. Çalışmada; kumaşlara aktarılan mikrokapsüllerin kalıcılığı ile termal özellikleri üzerinde mikrokapsül konsantrasyonu, fikse sıcaklığı ve süresi gibi şartların etkisi araştırılmıştır. Sonuçlar; kumaşlarda depolanan ısı miktarının mikrokapsül konsantrasyonun artması ile arttığını, fikse sıcaklığı ve süresinin artması ile azaldığını göstermiştir [41].

Choi vd. (2004), "Thermal Storage/Release and Mechanical Properties of Phase Change Materials on Polyester Fabrics" adlı çalışmada, oktadekanı kabuk materyal olarak melamin-formaldehit kullanarak yüzeylerarası polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiş ve mikrokapsüllerin boyut, şekil ve termal özelliklerini FTIR, taramalı elektron mikroskopisi (SEM) ve diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ile analiz etmiştir. Hazırlanan mikrokapsüller; farklı konsantrasyon, sıcaklık ve sürelerde kaplama ve şablon baskı ile poliester kumaşlara aktarılmış ve en uygun adhezyon yöntemini belirleyebilmek için kumaşların termal, mekanik ve fiziksel özellikleri incelenmiştir. Sonuçlar, elde edilen mikrokapsüllerin küresel şekle ve 1-1,5 µm partikül boyutuna sahip olduğunu ve kumaşların kazandıkları termal özellikler üzerinde mikrokapsül aktarma yönteminin etkili olmadığını göstermiştir [42].

Özonur (2004), "Düşük Sıcaklıkta Termal Enerji Depolamasına Uygun Faz Değıştiren Maddelerin Mikrokapsüllenmesi" adlı tez çalışmasında, termal enerji depolaması için FDM'leri mikrokapsüllemiştir. Çalışmada; FDM olarak parafin ve koko yağ asidi karışımları, kabuk materyali olarak ise üre-formaldehit, melamin-formaldehit, B-naftol-formaldehit ve jelatin-arap zamkı seçilmiş olup, kapsülleme koaservasyon yöntemine göre yapılmıştır. Mikrokapsüllenen FDM'lerin partikül büyüklüklerinin dağılımları ve geometrik profilleri optik mikroskop ile, gizli ısı depolama kapasiteleri ise sıcaklık dağılımı metodu ile analiz edilmiştir. Çalışma sonucunda; elde edilen mikrokapsüllerin küresel bir şekle sahip olduğu, karıştırma hızı ve süresine bağlı olarak kapsül boyutunun 1 µm'den 1mm'ye kadar değışebildiği ve parafin ve koko yağ asidi

karışımı için en iyi ısı depolama özelliği olan mikrokapsülün, jelatin-arap zımkı dıř fazı kullanıldığında elde edildiđi görölmüřtür [43].

Zhang vd. (2006), "Structures and Properties of Wet Spun Thermo-Regulated Polyacrylonitrile-Vinylidene Chloride Fibers" adlı alıřmada, % 4-40 oranında mikroFDM ieren ısı dzenleyici poliakrilonitrilvinildenklorr liflerini, yař lif ekim yntemi ile elde etmiřtir. MikroFDM'ler; i faz olarak n-oktadekan, dıř faz olarak re-melamin-formaldehit kullanarak, in-situ polimerizasyon yntemi ile sentezlenmiřtir. MikroFDM ieren liflerin zellikleri ve yapıları; FTIR, SEM, DSC, X ıřını difraktometresi (XRD), termo-gravimetrik analiz (TGA) ve dinamik mekanik analiz ile incelenmiřtir. Sonular; mikrokapsllerin polimer matriksi ierisinde dzgn dađıldığını, lif yapısı ierisindeki mikroFDM miktarının artmasının liflerin ısı depolama zelliklerini arttırdığını, camlařma sıcaklığını ve lif modln dřrdđn gstermiřtir [44].

imen (2007), "Mikrokapslleme Yntemiyle Dokuma Kumařlara Yeni zellikler Katma Olanakları" adlı tez alıřmasında, FDM'leri mikrokapslleyip, % 100 pamuklu dokuma kumařlara aktararak, kumařlara ısıl performans zelliđi kazandırma olanaklarını arařtırmıřtır. alıřmada mikrokapsller, kompleks koaservasyon yntemine gre hazırlanmıř ve dıř faz olarak, polisakkarit akasya z ve bitkisel protein; i faz olarak, 4 farklı hidrokarbon (n-hegzadekan, n-oktadekan, n-nonadekan ve n-eykosan) seilmiřtir. Hazırlanan mikrokapsllerin karakterizasyonu DSC analizi ile yapılmıř ve mikrokapsller optik mikroskopta incelenmiřtir. Hazırlanan mikrokapsller kumařlara kaplama yntemiyle aktarılmıř ve kaplama yapılan kumařların da ısınma zellikleri test edilmiřtir. alıřma sonucunda, hidrokarbon mikrokapslleri aktarılmıř kumařların ısıl performans zelliklerinin arttığı görölmüřtür [45].

Alay vd. (2009), "Isıl Enerji Depolama İin Poli(etilakrilat)/Hekzadekan Mikrokapsllerinin retilmesi ve Karakterizasyonu" adlı alıřmada; n-hegzadekanı, kabuk maddesi olarak polietilakrilat polimeri kullanarak, emlsiyon polimerizasyonu yntemi ile mikrokapsllemiřtir. Mikrokapsllerin sentezinde  farklı apraz bađlayıcı kullanılmıř ve retilen mikroFDM'ler SEM, FTIR ve DSC analizleri ile karakterize edilmiřtir. Elde edilen bulgulara gre, etilen glikol dimetakrilat ve glisidil metakrilat apraz bađlayıcısı kullanarak retilen kapsllerin yksek ısı depolama kapasitelerine sahip oldukları belirlenmiřtir [46].

Deveci (2009), "Mikrokapsllenmiř Faz Deđiřtiricilerin ve zel Liflerin Elastik Bandajların Konfor zelliklerinin İyileřtirilmesinde Kullanımı" adlı tez alıřmasında,

medikal elastik bandajların ısı konfor özelliklerini fonksiyonel iplikler ve mikrokapsüllenmiş FDM kullanarak geliştirilmeyi amaçlamıştır. Çalışmada n-eykosa, ipek fibroini-kitosa ile koaservasyon yöntemine göre mikrokapsüllenmiştir. Hazırlanan mikrokapsüller, seçilmiş bazı özel ipliklerle üretilen bandaj numunelerine emdirme yöntemine göre aplik edilmiş ve SEM ile görüntüleri alınmıştır. Aplikasyonlar sonrası numunelerin ısı konfor özellikleri; hava geçirgenliği, ısı iletkenlik, ısı soğurganlık, ısı direnç ve su emicilik tespitini içeren testlerle ölçülmüştür. Çalışma sonucunda, mikroFDM'lerin bandaj numunelerine başarıyla aktarılabildiği SEM görüntülerinden anlaşılmış ve mikroFDM'lerin bandajların ısı konfor özelliklerine olumlu katkıda bulunduğu görülmüştür [47].

Salaün vd. (2009) "Application of Contact Angle Measurement to the Manufacture of Textiles Containing Microcapsules" adlı çalışmada, mikrokapsüllerin tekstil yüzeylerine aplikasyonu sırasında, kullanılan binderlerin mikrokapsüllerin tekstil yüzeylerine tutunması üzerindeki etkisini araştırmıştır. Çalışmada; melamin-formaldehit kabuk malzemeli, n-hegzadekan, n-eykosa ve tetraetilortosilikat (TEOS) iç fazlı mikrokapsüller, in-situ polimerizasyon yöntemine göre hazırlanmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller, % 100 pamuk ve % 100 poliester kumaşlara, altı farklı binder içeren emdirme flottelerinin aplik edilmesiyle aktarılmıştır. En uygun binderi belirleyebilmek amacıyla, aplikasyon sonrası kumaşların temas açısı ölçümüyle yüzey enerjileri ve yıkama dayanımları incelenmiştir. Çalışma sonuçları, melamin formaldehit mikrokapsüllerini bağlamak için en uygun binderin poliüretan bazlı binderler olduğunu göstermiştir [48].

Salaün vd. (2009), "Development of Phase Change Materials in Clothing Part I: Formulation of Microencapsulated Phase Change" adlı çalışmada, tekstillerin termal yalıtımı için, in situ yöntemine göre FDM'leri mikrokapsüllemiştir. Çalışmada faz değiştiren materyal olarak, n-hegzadekan, n-eykosa ve trietilortosilikat; dış faz olarak ise melamin-formaldehit reçinesi kullanılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüllerin karakterizasyonu; SEM, partikül boyutu, FTIR ve DSC analizleri ile gerçekleştirilmiştir [49].

Alay (2010), "Isıl Enerji Depolama Özellikli Mikrokapsüller İçeren Akıllı Tekstil Ürünlerinin Geliştirilmesi" adlı tez çalışmasında, mikrokapsüllenmiş FDM içeren, ısı depolama özellikli akıllı tekstil ürünlerinin geliştirilmesini amaçlamıştır. Bu amaçla çalışma kapsamında ilk olarak; emülsiyon polimerizasyonu metodu ile allilmetakrilat, etilenglikoldimetakrilat ve glisidilmetakrilat çapraz bağlayıcılar kullanılarak,

polimetilmetakrilat, polietilakrilat ve polibütillakrilat polimer duvarlı ve n-hekzadekan çekirdekli mikrokapsüller üretilmiştir. İkinci olarak; akrilik polimer/hekzadekan mikrokapsüller, pamuk, pamuk/poliester ve poliester dokuma ile viskon ve lyocell örme kumaşlara emdirme ve kaplama metodu ile uygulanarak kumaşlara ısı depolama özelliği kazandırılmıştır. Üçüncü olarak; ısı enerji depolama özellikli nano elyaf üretimi, nano boyutlu kapsüller içeren poliakrilnitril ve polivinilalkol polimer çözeltisinden elektro lif çekim yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Çalışmada son olarak; mikrokapsül uygulanmış kumaşların mukavemet, hava ve su buharı geçirgenliği, ısı iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık, kumaş kalınlığı gibi özellikleri belirlenmiştir. Üretilen mikrokapsüller SEM, DSC ve FTIR analizleri ile; mikrokapsül içeren kumaşlar ve kompozit nanolif yüzeyler SEM ve DSC analizleri ile araştırılmıştır. Çalışma neticesinde mikrokapsül uygulaması ile ısı depolama özellikli kumaşlar üretilbildiği, nano boyutlu mikroFDM'ler içeren polimer çözeltilerinin elektro lif çekim yöntemi ile nanolif olarak eğrilebildiği ve üretilen nanoliflerin ısı depolayabildikleri tespit edilmiştir [50].

Güler (2010), "Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Isıl Regülasyon Sağlamaya Yönelik Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması" adlı tez çalışmasında, mikrokapsüllenmiş FDM'leri ev tekstili amaçlı kullanılacak perdelik ve döşemelik kumaşlara uygulayarak, ortamın ısıtma-soğutma yükünün azaltılmasını ve işlem görmemiş kumaşlara göre fark edilebilir bir ısı konfor sağlanmasını amaçlamıştır. Çalışmada mikrokapsüller, kompleks koaservasyon yöntemine göre hazırlanmış ve mikrokapsüllerin hazırlanmasında dış faz olarak arap zıncı ve jelatin; iç faz olarak kaprik ve palmitik asit kullanılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller; stereo mikroskop, DSC, FTIR ve SEM analizleri ile karakterize edilmiş ve mikrokapsüllerin ısı regülasyon testi yapılmıştır. Karakterizasyonu tamamlanan mikrokapsüller, % 100 poliester perdelik kumaşlara emdirme yöntemine göre apliedilmiştir. Çalışma sonuçları, elde edilen kumaşların ortam ısını düzenleme özelliğine sahip olduğunu göstermiştir. [51].

Sanchez vd. (2010), "Development of Thermo-Regulating Textiles Using Paraffin Wax Microcapsules" adlı çalışmada; parafin mumu içeren, polistiren dış fazlı mikrokapsülleri, süspansiyon polimerizasyonu yöntemine göre sentezlemiş ve bu mikrokapsüllerin tekstil uygulamaları için kullanılabilirliğini araştırmıştır. Sentezlenen mikrokapsüller pamuklu kumaşlara kaplama yöntemi ile apliedilmiş ve farklı mikrokapsül/binder kütle oranlarının kumaşların termal konfor özellikleri ile kumaşlardaki

mikrokapsüllerin yıkama, sürtünme ve ütöleme dayanımı üzerindeki etkileri incelenmiştir [52].

Alay vd. (2012), "Steady-State Thermal Comfort Properties of Fabrics Incorporated with Microencapsulated Phase Change Materials" adlı çalışmada, mikrokapsüllenmiş FDM içeren kumaşların termal konfor özelliklerini değerlendirmiştir. Bu amaçla; n-hegzadekan içeren, polimetilmetakrilat dış fazlı mikrokapsüller, emülsiyon polimerizasyon yöntemine göre üretilmiş ve % 100 pamuk ve % 50-50 pamuk-poliester karışımı kumaşlara pad-cure yöntemine göre applike edilmiştir. Sonuçlar; mikrokapsül uygulaması sonrası kumaşların hava ve su buharı geçirgenliği değerlerinin önemli ölçüde azaldığını, ancak normal poliüretan kaplamasına göre bu düşüşün çok fazla olmadığını göstermiştir [53].

Kuru ve Aksoy (2012), "Faz Değiştiren Maddeler ve Tekstil Uygulamaları" adlı çalışmada, tekstiller için kullanılan FDM'leri ve FDM içeren mikrokapsülleri tanıtmıştır. Ayrıca çalışmada, FDM'nin tekstil ürünlerine aplikasyon yöntemleri de açıklanmıştır [54].

Borreguero vd. (2013), "Enhancing the Thermal Comfort of Fabrics for the Footwear Industry" adlı çalışmada, ayakkabıların termal konforunu geliştirmek için FDM içeren mikrokapsülleri ayakkabı üretiminde kullanılan nonwoven ve deri kumaşların arasına yerleştirmiştir. FDM içeren mikrokapsüller; iç faz olarak parafin, dış faz olarak polistiren kullanılarak, süspansiyon polimerizasyon ve spray kurutma yöntemleri ile üretilmiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin morfolojileri ve partikül büyüklükleri SEM ve ısıl davranışları DSC ile analiz edilmiştir. Sonuçlar; hazırlanan mikrokapsüllerin boyutlarının 100-250 µm arasında, düzgün yüzeyli ve küresel bir şekle sahip olduğunu ve FDM içeren ayakkabılık kumaşların termal konfor özelliği kazandığını göstermiştir [55].

Tözüm vd. (2013), "Poli(Metil Metakrilat-ko-Akrilik Asit) Duvarlı Parafin Çekirdekli Mikrokapsüllerin Pamuklu Kumaşlara Uygulanması" adlı çalışmada, ısı depolama özellikli pamuklu kumaşların üretimini amaçlanmıştır. Bu amaçla; FDM olarak n-oktadekan içeren, poli(metilmetakrilat-ko-akrilik asit) duvarlı mikrokapsüller kumaşlara uygulanmıştır. Mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanması, glutaraldehit çapraz bağlayıcısı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, yapısında karboksilik asit fonksiyonel grubu bulunduran kapsüllerin kumaşlara tutunmasında tuzun etkisini araştırmak amacıyla, mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanması, tuz ilaveli ve tuz ilavesiz olarak gerçekleştirilmiştir. Kumaşların ısı depolama kapasiteleri DSC ile, kumaş yapısındaki mikrokapsüllerin varlığı ve dağılımı SEM ile analiz edilmiştir. DSC sonuçları; tuz ilave

edilerek mikrokapsül uygulanmış kumaşların, ısı depolama kapasitesinin, tuz ilavesiz mikrokapsül uygulanmış kumaşlarınkine göre çok daha yüksek olduğunu, bu da tuz ilavesinin mikrokapsüllerin life affinitesini arttırdığını göstermiştir [56].

Karthikeyan vd. (2014), "Synthesis, Characterization, and Development of Thermally Enhanced Cotton Fabric Using Nanoencapsulated Phase Change Materials Containing Paraffin Wax" adlı çalışmada; parafini, in-situ yöntemine göre, melamin-formaldehit kabuk materyali kullanarak kapsüllemiştir. Hazırlanan nanokapsüllerin karakterizasyonu SEM, FTIR, DSC ve TGA analizleri ile yapılmış ve nanokapsüller pad-dry-cure yöntemi ile pamuklu kumaşlara applike edilmiştir. Aplikasyonu tamamlanan kumaşlara, yırtılma mukavemeti, aşınma dayanımı gibi fiziksel testler yapılmıştır. Sonuçlar, sentezlenen kapsüllerin düzgün yüzeyli ve ortalama 256 nm çapa sahip olduğunu ve nanokapsül applike edilmiş kumaşların ısı düzenleme özelliğinin olduğunu göstermiştir [57].

Alkan vd. (2015), "Synthesis of Poly(methyl methacrylate-co-acrylic acid)/n-eicosane Microcapsules for Thermal Comfort in Textiles" adlı çalışmada, tekstillere termal enerji depolama özelliği kazandırmak amacıyla, poly(metil metakrilat-koakrilik asit)/n-eykosan mikrokapsüllerini üretmiş ve mikrokapsülleri karakterize etmiştir. Çalışmada, tekstil yüzeylerine, elektrostatik çekim kuvveti sayesinde kolaylıkla adsorbe olabilecek, fonksiyonel gruplara sahip, FDM içeren mikrokapsüllerin üretimi, emülsiyon polimerizasyon yöntemine göre yapılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller; SEM, FTIR, DSC, ve TGA analizleri ile karakterize edilmiştir [58].

2.3.2. Yağların mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar

Erikçi (2007), "Microencapsulation of Coconut Oil/Vitamin E and Enhancing The Washing Durability of Microcapsules" adlı tez çalışmasında, kokonat yağı/vitamin E karışımını, karboksilik asit polimeri ile in situ yöntemine göre mikrokapsüllemiştir. Çalışmada, farklı boyutlarda mikrokapsüller üretilmiş ve farklı özellikte binderler ve kitosan kaplaması kullanılarak mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarının artırılma olanakları araştırılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller, örme kumaşlara (% 90 poliamid-% 10 elastan) emdirme ve çektirme yöntemlerine göre applike edilmiş ve farklı binder özelliklerinin, mikrokapsül çaplarının ve aplikasyon yöntemlerinin performansları SEM ve GC analizleri ile araştırılmıştır. Çalışma sonucunda; küçük çaplı mikrokapsüllerin içerdikleri aktif maddeleri, büyük çaplı mikrokapsüllerden daha hızlı verme eğiliminde

olduğu, mikrokapsül aktarılmış kumaş üzerine yapılan kitosan kaplamasının, ikinci bir duvar materyali olarak fonksiyon göstermesi sebebiyle, yıkama dayanımını arttırdığı ve iç faza daha kontrollü salınım sağladığı görülmüştür [59].

Erikci ve Kaloğlu (2010), "Mikrokapsül Uygulanmış Kumaşı Chitosan ile Kaplamanın Mikrokapsüllerin Yıkama Dayanımı Üzerine Etkileri" adlı çalışmada, melamin-formaldehit duvar materyalli, kokonat yağı/vitamin E içeren mikrokapsüller hazırlamış ve hazırlanan mikrokapsülleri emdirme yöntemiyle poliamid/elastan karışımı örme kumaşlara aplike etmiştir. Mikrokapsül aplike edilmiş kumaşlar, kitosan kaplamasının kumaşların yıkama dayanımına etkisini araştırmak amacıyla, kitosan-laktik asit çözeltisi bulunan flotte ile emdirilmiştir. Kitosan çözeltisinden geçirilmiş ve geçirilmemiş mikrokapsül içerikli kumaşlar SEM ve GC ile analiz edilmiştir. Çalışma sonucunda, kitosanın mikrokapsüllerin etrafında ikinci bir duvar oluşturarak, yıkama dayanımını geliştirdiği görülmüştür [60].

Ocak (2010), "Antifungal Ayakkabı Üretiminde Mikrokapsülasyon Yönteminin Kullanımı Üzerine Araştırmalar" adlı tez çalışmasında, ayak mantarlarına karşı antifungal özelliğe sahip *Melaleuca alternifolia* yağını basit koaservasyon yöntemi ile kapsüllemiştir. Çalışmada duvar materyali olarak jelatin kullanılmıştır. Farklı konsantrasyonlarda yağ, jelatin ve çapraz bağlayıcı (glutaraldehit) konsantrasyonlarında hazırlanan mikrokapsüllerin; kapsülasyon verimi, mikrokapsüllerin yağ içeriği ve yağ yükü üzerindeki etkisi incelenmiş ve mikrokapsüllerin özellikleri FTIR, SEM ve optik mikroskop ile araştırılmıştır. Özellikleri belirlenen mikrokapsüller daha sonra, deri örneklerine sekiz farklı konsantrasyonda aktarılmıştır. Karşılaştırma amacıyla deri örnekleri, *M. alternifolia* yağı içermeyen çapraz bağlı boş jelatin kapsüller ile de muamale edilmiştir. Çalışma sonucunda, yağ konsantrasyonunun artmasıyla kapsüllerin yağ yüklerinde ve yağ içeriklerinde artış olurken, kapsülleme veriminde azalma olduğu; jelatin konsantrasyonunun artmasıyla kapsüllerin yağ yüklerinde ve yağ içeriklerinde azalma olurken, kapsülleme veriminde ilk önce artış daha sonra azalma olduğu ve glutaraldehit konsantrasyonunun artmasıyla kapsüllerin yağ yüklerinde azalma, yağ içeriğinde ve kapsülasyon veriminde artış olduğu görülmüştür. Ayrıca sonuçlar, mikrokapsüllemiş yağların kapsüllememiş olanlara göre aktarıldığı astarlık derilere daha uzun süre antifungal özellik kazandırdığını göstermiştir [61].

Özdemir (2010), "Bergamut ve Limon Kabuğu Uçucu Yağının Kapsüllemesi ve Elde Edilen Ürünün Özelliklerinin Belirlenmesi" adlı tez çalışmasında, bergamut ve limon

kabuğunun uçucu yağlarını elde etmiş ve bu yağları farklı kapsülleme materyalleri ile kapsülleyerek toz formunda çözünür mikrokapsüller üretmiştir. Bu amaçla, bergamut ve limon meyvelerinin kabuk kısmından (flavedo tabakası) buhar distilasyonu ile uçucu yağlar elde edilmiştir. Elde edilen bu uçucu yağlar, arap zımkı ve maltodekstrin kombinasyonları ile emülsifiye edilmiş ve bu emülsiyonlar püskürterek kurutma ünitesinde kurutularak mikrokapsüllere dönüştürülmüştür. Elde edilen mikrokapsüllerin fiziksel (nem miktarı, su aktivitesi, yağın yoğunluğu, çözünürlük, bulanıklık, ürün verimi, kapsülleme verimi) ve kimyasal (uçucu yağ bileşimi) kalite özellikleri belirlenmiştir. Çalışma sonuçları; bergamut ve limon kabuk yağının kapsüllemesinde farklı dış faz kullanımının ürün verimi üzerinde önemli düzeyde etkisi olduğu, maltodekstrin oranının artırılmasının ürün verimini arttırdığı ve arap zımkının tek başına kullanıldığı veya yüksek olduğu kombinasyonlarda aroma tutulumunun daha fazla olduğu görülmüştür [62].

Karagönlü (2011), "Medikal Tekstil Uygulamaları İçin Antimikrobiyal Ajan İçeren Mikrokapsüllerin Hazırlanması" adlı tez çalışmasında, hastane kaynaklı enfeksiyonların önlenmesi için medikal amaçlı tekstil ürünlerine uygulanabilecek antimikrobiyal ajan içeren mikrokapsüller geliştirmeyi amaçlamıştır. Bu amaçla; kabuk maddesi olarak jelatin ve arap zımkı kullanılarak, antimikrobiyal özelliği olan kekik yağı, kompleks koaservasyon yöntemi ile kapsüllemişler. Daha sonra hazırlanan bu kapsüller nonwoven kumaşlara aktarılmıştır. Çalışmada; yağ miktarı ve kabuk maddesi konsantrasyonunun kapsülleme verimi, parçacık boyut dağılımı ve mikrokapsüllerin içerdığı yağ miktarına etkileri araştırılmış, elde edilen mikrokapsüllerin ve kumaşların antibakteriyel aktiviteleri test edilmiştir. Çalışma sonucunda; yağ miktarındaki artış ile kapsülleme veriminin arttığı, ancak kapsül şekillerinin düzensiz olduğu ve ortamdaki kabuk maddesi miktarı arttıkça kapsül oluşmasının zorlaştığı görülmüştür. Ayrıca mikrokapsüller ve farklı konsantrasyonlarda kapsül uygulanan kumaşların *E. coli*, *S. aureus* ve *C. albicans* mikroorganizmalarına karşı antimikrobiyal aktivite gösterdiği tespit edilmiştir [63].

Karaoğlu (2011), "Lipofilik Maddelerin Alginat Kitosan Membranlı Sıvı Çekirdekli Enkapsülasyonu" adlı tez çalışmasında, sıvı yağları, alginat-kitosan membranlı kapsüllerde invers jelleşme (damlatma) metoduyla kapsüle etmiştir. Çalışmada, alginat-Ca ve alginat-kitosan jel membranlı kapsüller üretilmiş, daha sonra üretilen alginat-kitosan jel membranlı kapsüller, 30 °C, 50 °C ve 70 °C'de 10'ar dakika ısıtılardan geçirilip kitosanın termal büzüşme özelliğinden faydalanılarak, kapsül-membran özellikleri

incelenmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin boyutları, membran kalınlıkları, çekirdek sızıntı miktarları, kuruma profilleri ve fiziksel membran dayanıklılıkları araştırılmıştır. Çalışma sonucunda, kitosanla kaplanan kapsüllerin mekanik gücünün, alginat-Ca jel membranlı kapsüllerinkine göre belirgin bir şekilde arttığı ve kapsüllere uygulanan ısı işlemin sıcaklık seviyesi arttıkça kapsülün mekanik gücünde artış gerçekleştiği görülmüştür [64].

Özerdem (2011), "Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Multifonksiyonel Özellik Sağlayacak Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması" adlı tez çalışmasında, ev tekstilinde kullanılan poliester ve poliester karışımı ürünlere, multifonksiyonel özellik kazandırmaya yönelik, mikrokapsül hazırlamış ve hazırlanan mikrokapsülleri kumaşa aktararak kullanım alanına uygun olarak test etmiştir. Ayrıca, mikrokapsül hazırlamada optimum sonuçlar sağlandıktan sonra, kapsül içeriği farklılaştırılarak, mikrokapsüllere koku oluşumunu önleyen, sinek/böcek savar ve antibakteriyellik gibi multifonksiyonel özellikler kazandırılması hedeflenmiştir. Çalışmada mikrokapsülleme yöntemi olarak, kompleks koaservasyon yöntemi tercih edilmiş, çekirdek madde olarak hindistan cevizi yağı, limon yağı, fesleğen yağı, kimyon yağı ve antibakteriyel HL (2-fenil-1,2,3,4-tetrahidrokinazolin-2-karbaldehit oksim) maddesi, dış faz olarak jelatin ve arap zıncı kullanılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller DSC ve FTIR ile karakterize edilmiş ve endüstriyel mikroskop görüntüleri alınmıştır. Elde edilen mikrokapsüller daha sonra, % 100 poliester kumaşlara emdirme yöntemi ile apliedilmiş ve bu kumaşlara antibakteriyel aktivite testi yapılmıştır. Çalışma sonunda, mikrokapsül aktarılmış kumaşların antibakteriyel özelliğe sahip olduğu görülmüştür [65].

Liu vd. (2012), "Microencapsulation of Sweet Orange Oil Terpeneless Using the Orifice Method" adlı çalışmada, distilasyon ile tatlı portakal yağından terpen maddesini uzaklaştırmayı ve terpensiz portakal yağından, kabuk materyal olarak sodyum alginat ve kitosan kullanarak "orifice metot" ile mikrokapsül üretmeyi amaçlamıştır. Çalışmada, farklı CaCl_2 , sodyum alginat ve etken madde/kabuk madde oranlarının kapsülleme verimliliği ve mikrokapsül morfolojileri üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Sonuçlar, optimum işlem şartlarında çalışıldığında elde edilen mikrokapsüllerin düzgün morfolojiye sahip olduğu ve mikrokapsülleme verimliliğinin % 87,34 oranında olduğunu göstermiştir [66].

Özyıldız vd. (2012), "Micro-encapsulation of Ozonated Red Pepper Seed Oil with Antimicrobial Activity and Application to Nonwoven Fabric" adlı çalışmada, antimikrobiyel özelliğe sahip ozonlanmış kırmızı biber çekirdek yağının

mikrokapsüllenmesini ve üretilen mikrokapsüllerin nonwoven tekstil yüzeylerine applike edilmesini amaçlamıştır. Mikrokapsüller, kabuk materyal olarak jelatin ve arap zımkı kullanılarak, kompleks koaservasyon yöntemine göre hazırlanmış ve hazırlanan mikrokapsüller nonwoven kumaşlara emdirme yöntemi ile applike edilmiştir. Ozonlanmamış kırmızı biber çekirdek yağına, hazırlanan mikrokapsüllere ve mikrokapsül applike edilen kumaşlara antimikrobiyel aktivite testi uygulanmıştır. Çalışma sonucunda; ozonlanmamış yağın mikroorganizmalara karşı aktivitesinin olmadığı, ancak mikrokapsüllerin ve mikrokapsül applike edilen kumaşların antimikrobiyel özelliğe sahip olduğu görülmüştür [67].

Tatar (2012), "Balık Yağının Mikroenkapsülasyonunda Hemiselülozon Kaplayıcı Madde Olarak Kullanımı" adlı tez çalışmasında, balık yağının mikrokapsülleme işleminde kaplayıcı madde olarak hemiselülozu kullanmıştır. Çalışmada ilk olarak, iyi emülsiyon oluşturduğu bilinen arap zımkı ile püskürtmeli kurutucu şartlarının optimizasyonu yapılmıştır. Çalışmanın ikinci kısmında ise, optimizasyon çalışması sonucunda elde edilen şartlarda, hemiselülozun etkinliğini belirlemek için arap zımkı, arap zımkı-hemiselüloz ve hemiselülozdan oluşan emülsiyonlar hazırlanmış ve hazırlanan emülsiyonların stabiliteleri ölçülmüş, reolojik özellikleri karşılaştırılmış ve partikül boyutları belirlenmiştir. Bu çalışmanın sonunda, hemiselüloz ile oluşturulan emülsiyonların, arap zımkı ile olanlara göre daha düşük stabiliteye, daha yüksek viskoziteye ve daha yüksek yağ partikül boyutuna sahip olduğu; ancak arap zımkı ile hemiselülozun birlikte kullanılmasıyla, hemiselülozun tek başına kullanılmasından daha stabil, daha düşük viskozitede ve daha düşük partikül boyutunda emülsiyonlar elde edildiği görülmüştür. Hazırlanan emülsiyonlar püskürtmeli kurutucuda kurutulduktan sonra elde edilen mikrokapsüllerin karakterizasyonu, SEM görüntüleri ve mikrokapsülleme verimlilikleri analiz edilerek yapılmıştır [68].

Banerjee vd. (2013), "Influence of Process Variables on Essential Oil Microcapsule Properties by Carbohydrate Polymer-Protein Blends" adlı çalışmada, *Zanthoxylum limonella* yağının emülsiyon-solvent uzaklaştırma yöntemi kullanarak sodyum alginat-jelatin kabuk materyali ile mikrokapsüllemiş ve çeşitli işlem parametrelerinin kapsülleme verimliliği üzerindeki etkisini araştırmıştır. Bu amaçla, iç faz ve dış faz hacimlerinin ve dış fazda kullanılan yüzey aktif madde konsantrasyonunun mikrokapsül özellikleri üzerindeki etkisi SEM, FTIR, DSC ve UV-visible spektrofotometre analizleri ile araştırılmış ve kapsülleme verimlilikleri belirlenmiştir. Çalışma sonucunda; iç faz

hacminin azalması, dış faz hacminin artması ve dış fazda kullanılan yüzey aktif madde konsantrasyonunun artmasının kapsülleme verimliliğini arttırdığı görülmüştür [69].

Başal ve Karagönüllü (2013), "Medikal Tekstiller İçin Antimikrobiyel Ajan İçeren Mikro kapsüllerin Hazırlanması" adlı çalışmada, medikal amaçlı tekstil ürünlerine uygulanabilecek antimikrobiyel ajan içeren mikro kapsüllerin geliştirilmesini amaçlamıştır. Bu amaçla; kabuk maddesi olarak jelatin ve arap zıncı kullanılarak, antimikrobiyel özelliği olan sarı kantaron yağı, kompleks koaservasyon yöntemi ile kapsüllenmiş ve yağ miktarı, yüzey aktif madde miktarı ve kapsüllerin sertleştirilmesi aşamasındaki karıştırma hızının, kapsülleme verimi, parçacık boyut dağılımı ve mikro kapsüllerin içerdiği yağ miktarına etkileri araştırılmıştır. Sonuçlar; yüzey aktif madde miktarındaki artışın kapsül boyutunu ve kapsüllerin içerdiği yağ miktarını düşürdüğünü, karıştırma hızının artmasının kapsül verimliliğini ve kapsül boyutunu arttırdığını göstermiştir [70].

Gönülşen (2013), "Portakal Yağı İçeren Mikro ve Moleküler Kapsüllerin Salım Davranışlarının İncelenmesi" adlı tez çalışmasında, koku içeren mikro kapsülleri ve beta siklodekstrin moleküler kapsülleri karşılaştırarak salım davranışlarını incelemiştir. Bu amaçla; portakal yağı etken maddesinin, koaservasyon yöntemine göre etil selüloz esaslı mikro kapsüllerini ve beta siklodekstrin ile yoğurma yöntemi esasına göre inklüzyon komplekslerini hazırlamıştır. Çalışmada optimum şartları belirleyebilmek amacıyla, mikro kapsüller, farklı yağ ve etil selüloz miktarlarında ve farklı karıştırma hızları ve sürelerinde hazırlanmıştır. Elde edilen mikro kapsüller ve kompleksler FTIR, XRD, SEM ve GC-MS analizleri ile karakterize edilmiş, mikro kapsüller % 100 pamuklu örme kumaşlara, emdirme yöntemine göre, apliedilmiş ve kumaşların yıkama dayanımları incelenmiştir. Tekstil materyallerine aktarılan mikro kapsüllerin ve inklüzyon komplekslerinin, 1 ve 5 yıkama sonrası, koku salım davranışları mikrogram düzeyinde tartım yapan hassas terazi kullanılarak incelenmiştir. Ölçümler sonucunda; beta siklodekstrin kapsüllerinin kokuyu bırakma hızlarının daha yüksek olduğu, kumaşlardaki kapsül konsantrasyonu arttırıldığında, kumaşların kokuyu bırakma hızlarının yükseldiği ve yıkanmış kumaşlarda kumaşların kokuyu bırakma hızlarının daha düşük olduğu görülmüştür. Ayrıca, mikro kapsüllerin ve beta siklodekstrin moleküler kapsüllerinin GC-MS analizleri sonucunda, beta siklodekstrin moleküler kapsüllerinde tutulan etken madde miktarının daha yüksek olduğu görülmüştür [71].

Li vd. (2013), "Characteristics of Weaving Parameters in Microcapsule Fabrics and Their Influence on Loading Capability" adlı çalışmada, kumaşlara yüklenen

mikrokapsüller üzerinde, dokuma kumaş parametrelerinin (dokuma yapısı, atkı sıklığı ve çözgü iplik numarası) etkisini araştırmıştır. Bu amaçla; moksa yağı, duvar materyali olarak jelatin-arap zankı kullanılarak, kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllenmiş ve farklı özelliklerdeki dokuz farklı pamuklu dokuma kumaş, hazırlanan mikrokapsül emülsiyonları ile işleme tabi tutulmuştur. Çalışma sonucunda, hazırlanan mikrokapsüllerin ve işlem gören kumaşların yüzey morfolojilerini incelemek için SEM görüntüleri incelenmiş ve kumaşlarda birim alanda bulunan mikrokapsül içeriği UV-visible spektrofotometre ile incelenmiştir. Sonuçlar, kumaşlara yüklenen mikrokapsül içeriği üzerinde en önemli faktörün dokuma yapısı olduğunu göstermiştir [72].

Li vd. (2013), "Improvement in Antibacterial Activity of Moxa Oil Containing Gelatin-Arabic Gum Microcapsules" adlı çalışmada, moksa yağının antibakteriyel özelliğini geliştirmek amacıyla, moksa yağın kompleks koaservasyon yöntemi kullanarak jelatin-arap zankı kabuk materyali ile mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüller, pamuklu dokuma kumaşlara pad-dry yöntemi ile apliedilmiş ve mikrokapsüllerin partikül boyutları, yüzey morfolojileri ve salım özellikleri ile uygulasyonu tamamlanmış kumaşların antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. Çalışma sonucunda; moksa yağı içeren mikrokapsüllerin ortalama 6,42 µm partikül boyutuna ve küresel görünüme sahip olduğu ve kapsüllenen moksa yağının antibakteriyel özelliğinin arttığı görülmüştür [73].

Yang vd. (2013), "Development and Evaluation of Novel Flavour Microcapsules Containing Vanilla Oil Using Complex Coacervation Approach" adlı çalışmada, gıda endüstrisinde tatlandırma uygulamalarında, salımını kontrol etmek ve termal stabilitesini geliştirmek amacıyla, kompleks koaservasyon yöntemi ile vanilya yağı içeren mikrokapsüller hazırlamıştır. Çalışmada, dış faz olarak kitosan ve arap zankı birlikte kullanılmış ve mikrokapsül üretimi için kitosanın viskozitesi ile vanilya yağı/kitosan oranı optimize edilmiştir. Hazırlanan mikrokapsüller; SEM, lazer konfokal mikroskopi, partikül boyut analizi, FTIR, TGA ve kontrollü salım analizi ile karakterize edilmiştir. Yapılan analizler sonucunda, mikrokapsülleme işleminde orta viskoziteli kitosan kullanıldığında, elde edilen mikrokapsüllerin iyi disperse olduğu ve küresel bir yapıya sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca FTIR analizi, kitosan ile vanilya yağı arasında fiziksel etkileşim olduğunu göstermiştir [74].

Yazıcıoğlu (2013), "Encapsulation of Wheat Germ Oil" adlı tez çalışmasında, ruşeym yağın mikron boyutunda kaplamayı ve kaplama verimi, parçacık boyutu dağılımı ve yüzey morfolojisini analiz ederek, en iyi kaplama koşulunu belirlemeyi amaçlamıştır.

Ayrıca çalışmada; yağın kabuk maddesine oranı, kabuk maddelerinin birbirine oranı ve ultrason uygulama süresinin ruşeym yağının kapsüllemesine olan etkileri araştırılmıştır. Farklı oranlarda (3:1, 2:2, 1:3) karıştırılan maltodekstrin ve peynir altı suyu proteini kabuk maddesi olarak kullanılmış, yağ: kabuk maddesi oranı olarak 1:8, 1:4, 2:4, 3:4, 4:4 şeklinde beş farklı oran denenmiş ve ultrason ile 2, 5 ve 10 dakika çalışılmıştır. Mikrokapsül elde edebilmek için, hazırlanmış emülsiyonlar dondurulduktan sonra, dondurmali kurutucuda 48 saat kurutulmuştur. Hazırlanan mikrokapsüller; kapsülleme verimi, parçacık boyutu ve SEM analizleri ile karakterize edilmiştir. Çalışma sonucunda, kabuk maddesinde peynir altı suyu konsantrasyonunun artmasının kapsülleme veriminde artışa sebep olduğu ve mikrokapsülde yağ oranındaki artışın kapsülleme veriminde azalmaya neden olduğu görülmüştür. Ayrıca, ultrason uygulama süresinin 10 dakika olduğu çalışmalarda kapsülleme verimliliğinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir [75].

Fadhel vd. (2014), "Diffusion of Jojoba Oil Microencapsulated and Impregnated Onto Compressive Garment Through a Pig Skin" adlı çalışmada; jojoba yağını, duvar materyali olarak etil selüloz kullanılarak, koaservasyon yöntemine göre mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüller, yanmış tene nem alma ve basınç özelliği kazandırmak amacıyla, poliamid örme kumaşlara emdirme yöntemine göre applike edilmiştir. Çalışma sonucunda, mikrokapsüller FTIR analizi ile karakterize edilmiş ve mikrokapsüllerin salım kinetiği ve deriden diffüzyonu in vitro Franz hücre sistemi ile değerlendirilmiştir [76].

Yang vd. (2015), "Development and Evaluation of Novel Microcapsules Containing Poppy-Seed Oil Using Complex Coacervation" adlı çalışmada; haşhaş tohumu yağının stabilitesini arttırmak amacıyla yağı; arap zıncı ve jelatini duvar materyali olarak kullanarak kapsüllemiştir. Çalışmada mikrokapsüller, kompleks koaservasyon yöntemi ile hazırlanmış ve ardından kuru kapsül elde edebilmek amacıyla da spray kurutma işlemi yapılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller; SEM, FTIR, DSC, TGA ve XRD analizleri ile karakterize edilmiştir. Sonuçlar, elde edilen mikrokapsüllerin küresel şekle ve düzgün bir dağılıma sahip olduğunu ve mikrokapsülleme ile yağın oksidasyonun önlenbildiğini göstermiştir [77].

2.3.3. Esans ve aromaların mikrokapsüllemesiyle ilgili yapılan çalışmalar

Övez ve Yüksel (2002), "Parfümlerin Çapraz Bazlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları" adlı çalışmada, jelatin ve arap zıncı polimer karışımları kullanarak,

koaservasyon yöntemi ile koku içeren mikrokapsüller oluşturmuştur. Bu mikrokapsüllerin formaldehit ve formaldehit/üre ile çapraz bağlı jelatin ve arap zımkı koaservatları ortamındaki davranışları; menekşe, limon ve şeftali parfümleri kullanılarak incelenmiştir. Yapılan bu incelemede, parfümlerin mikrokapsül duvarından zamana bağlı olarak karbon tetra klorür ortamına salınan konsantrasyonları ölçülmüştür. Çalışma sonucunda; mikrokapsül duvarındaki formaldehit miktarı arttıkça mikrokapsüllerden salınan parfüm konsantrasyonunun azaldığı, formaldehit ortamına üre ilave edildiğinde ise bu salınmanın daha da azaldığı gözlenmiştir. Parfüm cinsine göre yapılan değerlendirmede ise, salınmanın menekşe> limon> şeftali yönünde azaldığı belirlenmiştir [78].

Wang ve Chen (2005), "Aromachology and its Application in the Textile Field" adlı çalışmada, β -siklodekstrin kompleksleri içeren koku kapsülleri hazırlayarak, aromaterapik tekstiller geliştirmiştir. Hazırlanan β -siklodekstrin molekülleri pamuklu kumaşlara, konvansiyonel emdirme-termofikse metoduyla aplike edilmiştir. Çalışma sonucunda, koku salma oranının kullanılan aroma esansının yapısına bağlı olduğu ve kumaştaki kokunun 30 günden fazla hissedildiği görülmüştür [79].

Li vd. (2008), "Effect of Finishing Methods on Washing Durability of Microencapsulated Aroma Finishing" adlı çalışmada, aroma içeren mikrokapsüllerin kumaş üzerindeki kalıcılığını arttırmayı amaçlamıştır. Bu amaçla; kumaşlara emdirilen mikrokapsüllerin ard işlemlerinde kullanılan cihazların, bitim kimyasallarının ve fikse şartlarının, yıkama dayanımı üzerindeki etkisi ve bu kalıcılığın termal şartlardan nasıl etkilendiği araştırılmıştır. Çalışmada fikse işlemleri; konvansiyonel gergili kurutucu, infrared lamba ve mikrodalga fırında farklı süre ve sıcaklıklarda, üç farklı binder kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar; konvansiyonel gergili kurutucu ve infrared lamba ile yapılan ard işlemler sonucu mikrokapsüllerin en az 25 yıkamaya kadar dayandığını, ancak mikrodalga ile yapılan ard işlemin koku içeren mikrokapsüller için uygun olmadığını göstermiştir [80].

Monllor vd. (2009), "Thermal Behavior of Microencapsulated Fragrances on Cotton Fabrics" adlı çalışmada; nane ve elma aroması içeren, melamin-formaldehit kabuk materyalli, ticari mikrokapsülleri, emdirme ve çektirme yöntemleri ile pamuklu kumaşlara aplike etmiştir. Aplikasyonu tamamlanan kumaşlardaki mikrokapsül varlığı ve kumaşlardaki mikrokapsüllerin termal özellikleri 120 °C, 140 °C, 160 °C'de sıcak hava altında ve 110 °C, 150 °C, 200 °C'de ütülenerek SEM ve FTIR analizleri ile incelenmiştir.

Sonuçlar, 120 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda işlem gören kumaşlardaki mikrokapsüllerin zarar gördüğünü göstermiştir [81].

Monllor vd. (2010), "Improvement of Microcapsule Adhesion to Fabrics" adlı çalışmada; melamin-formaldehit dış fazlı, nane esanslı mikrokapsüllerin kumaşlara bağlanmasında, reçine kullanımının etkisini incelemiştir. Bu amaçla, farklı konsantrasyonlarda akrilik reçine içeren flotteler, emdirme yöntemi ile pamuklu kumaşlara applike edilmiş ve mikrokapsüllerin tekrarlı yıkamalara karşı dayanımı SEM ve partikül boyut dağılımı sayım aparatı ile incelenmiştir. Yapılan incelemeler, emdirme flottesindeki reçine miktarının artmasının, mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarını arttırdığını göstermiştir [82].

Specos vd. (2010), "Aroma Finishing of Cotton Fabrics by Means of Microencapsulation Techniques" adlı çalışmada, esans içeren iki farklı mikrokapsül hazırlamış ve bu mikrokapsülleri, pamuklu kumaşlara aktararak, kumaşlara kalıcı fonksiyonel özellik kazandırmayı amaçlamıştır. Bu amaçla esans maddesi, hem jelatin ve arap zankı ile kompleks koaservasyon yöntemine göre mikrokapsüllenmiş hem de maya hücresi içerisine enkapsüle edilmiştir. Çalışma farklı esans/polimer ve sertleştirici madde/polimer oranlarında gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan mikrokapsüller kumaşlara, emdirme ve kaplama yöntemiyle applike edilmiş ve işlem gören kumaşların morfolojileri, koku kalıcılıkları ve yıkama dayanımları araştırılmıştır. Çalışma sonucunda; jelatin-arap zankı mikrokapsüllerinin kumaştaki kokunun kalıcılığını arttırdığı ve bir yıkama periyodu sonunda kokunun kumaşta kaldığı, ancak maya hücresi kapsülleriyle işlem gören kumaşların yıkama öncesi dahi düşük koku yoğunluğuna sahip olduğu görülmüştür [83].

Aydın vd. (2011), "Koku İçeren Mikrokapsül Uygulanmış Akrilik El Örgüsü İpliklerden Örülen Kumaşların Karakterizasyonu" adlı çalışmada, lavanta esansı içeren poliüretan mikrokapsülleri, akrilik örme kumaşlara, emdirme ve çektirme yöntemleri ile uygulamış ve yıkama ve kuru/yaş sürtme işlemleri sonrası kumaşlardaki mikrokapsül miktarındaki değişimi SEM ve FTIR analizleri ile araştırmıştır. Çalışmada ayrıca, her iki aplikasyon yöntemi ile mikrokapsül uygulama verimliliği ve maliyeti de karşılaştırılmıştır. Çalışma sonucunda; kumaş yapısındaki mikrokapsül miktarının, beş yıkama sonrası önemli seviyede azaldığı, ancak sürtme testleri sonrası, mikrokapsül miktarındaki azalmanın daha az olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, emdirme yöntemi ile mikrokapsül uygulama prosesinin hem verimlilik hem de maliyet açısından daha avantajlı olduğu belirlenmiştir [84].

Hu vd. (2011), "Comparison of Compounded Fragrance and Chitosan Nanoparticles Loaded with Fragrance Applied in Cotton Fabrics" adlı çalışmada; nanopatiküller oluşturmak için, gül esansını, kitosan ile iyonik jelifikasyon yöntemi ile kapsüllemiştir. Hazırlanan aroma yüklü küresel nanopatiküllerin, ortalama çapı 138 nm olarak belirlenmiş ve nanopatiküller (RF-NPs) ile katkılı gül aroması (RF), pamuklu kumaşlara, bağlayıcı madde kullanılmadan aktarılmıştır. SEM görüntüleri, RF-NPs ile işlem görmüş kumaşlar üzerindeki aroma partiküllerinin miktarının, RF ile işlem gören kumaşlardan daha fazla olduğunu; GC-MS ve UV spektrum analizleri, 20 yıkama sonunda RF-NPs ile işlem gören kumaştaki koku azalmasının daha az olduğunu göstermiştir [85].

Bonet vd. (2012), "Studying Bath Exhaustion as a Method to Apply Microcapsules on Fabrics" adlı çalışmada; lavanta kokusu içeren, melamin-formaldehit kabuk materyalli mikrokapsülleri, pamuklu dokuma kumaşlara, emdirme ve çekirme yöntemleri ile applike etmiş ve kumaşlar üzerindeki mikrokapsül varlığını, SEM ve X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) analizleri ile araştırmıştır. Sonuçlar; emdirme yöntemi ile kumaşa aktarılan mikrokapsül miktarının, çekirme yöntemi ile aktarılandan fazla olduğunu ve çekirme yöntemi ile çalışmanın zorunlu olduğu durumlarda, daha yüksek konsantrasyon ve sıcaklıklarda çalışmak gerektiğini ortaya koymuştur [86].

Kebabçı (2012), "Kokulu Mikrokapsüller" adlı tez çalışmasında; kompleks koaservasyon metodu ile, jelatin- arap zankı duvar materyaline sahip, çekirdek materyali gül esansı olan mikrokapsüller üretmiştir. Çalışmada; çekirdek materyalinin değişimi, esansın markası, polimer oranları, yüzey aktif madde miktarları, yüzey aktif maddenin cinsi, çapraz bağlayıcının cinsi ve miktarı, karıştırıcının tipi ve cinsi, çözelti pH'ı ve proses süresi gibi parametrelerin, mikrokapsülleme üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Üretimi yapılan mikrokapsüllerin, morfoloji ve oluşumları optik mikroskop ve SEM ile incelenmiştir. Ayrıca gül kokusunun kapsüllenmesini açıklama ve mikrokapsüllerin yapısını kimyasal olarak incelemek için, FTIR, TGA ve GC-MS analizleri uygulanmıştır. Çalışma sonucunda, kokulu mikrokapsül üretimi için en uygun çekirdek materyalinin gül esansı, çapraz bağlayıcının glutaraldehit ve en uygun polimer oranının 1:1 olduğu belirlenmiştir [87].

Teixeira vd. (2012), "Characterization and Evaluation of Commercial Fragrance Microcapsules for Textile Application" adlı çalışmada, tekstil uygulamalarında kullanılan, farklı esanslar içeren, ticari mikrokapsülleri karakterize etmiştir. Bu amaçla mikrokapsüllerin; partikül boyutu, morfolojisi, kabuk materyal kompozisyonu ve koku

yoğunluğu incelenmiş ve tekstil yüzeylerine emdirme yöntemi ile aktarım etkinliği ve kalıcılığı değerlendirilmiştir [88].

Erkmen (2013), "Tekstil Terbiyesinde Mikrokapsüllendirilmiş Kimyasalların Kullanımı" adlı tez çalışmasında; selülozik esaslı materyallere bağlanma özelliği olan, esans içeren mikrokapsüller üretmeyi ve üretilen bu mikrokapsülleri, reaktif boyama prosesi ile kombine ederek, işlem görmüş materyallerin renk, haslık ve apre kalıcılığı performanslarını incelemeyi amaçlamıştır. Çalışmada lavanta esansı içeren, poliüretan-üre formundaki mikrokapsüller, ara yüzey polimerizasyon yöntemine göre üretilmiştir. Üretilen mikrokapsüller, % 100 pamuklu dokuma kumaşlara çektirme yöntemine göre boyama işlemi sırasında veya sonrasında uygulanmıştır. İşlem görmüş materyallerin karakterizasyonu ve performans özellikleri; SEM, FTIR, TGA, Diferansiyel Termal Analiz (DTA), spektral renk ölçümü ve haslık testleri yoluyla araştırılmıştır. Çalışma sonucunda, boyama sonrasındaki yıkamalarda ve hızlandırılmış yıkama testleri sonrasında, mikrokapsül yapılarının kumaşta kaldığı; renk ölçümü ve haslık sonuçları incelendiğinde, mikrokapsül uygulamasının boyanmış materyalin rengi üzerinde farklılık yaratmadığı ve renk haslığı değerlerine olumsuz etkide bulunmadığı görülmüştür [89].

Göde ve Kebapçı (2013), "Gül Kokusu İçeren Mikrokapsüller" adlı çalışmada; kompleks koaservasyon metodu ile, jelatin-arap zıncı duvar materyaline sahip, çekirdek materyali gül esansı olan mikrokapsüller üretmiştir. Çalışmada; çekirdek materyalinin değişimi, esansın markası, polimer oranları, yüzey aktif madde miktarları, yüzey aktif maddenin cinsi, çapraz bağlayıcının cinsi ve miktarı, karıştırıcının tipi ve cinsi, çözelti pH'ı ve proses süresi gibi parametrelerin mikrokapsülleme üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Çalışma sonucunda; kokulu mikrokapsül üretimi için en uygun çekirdek materyalinin gül esansı, çapraz bağlayıcının glutaraldehit ve en uygun polimer oranlarının 1:1 olduğu belirlenmiştir [90].

Liu vd. (2013), "Study on The Grafting of Chitosan–Gelatin Microcapsules onto Cotton Fabrics and Its Antibacterial Effect" adlı çalışmada; silhat esansını, kabuk materyal olarak kitosan-jelatin kullanarak, kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin yüzey özellikleri ve morfolojileri, SEM ile karakterize edilmiş ve SEM görüntüleri, mikrokapsüllerin düzgün küresel bir şekle ve 1-20 µm arasında boyutlara sahip olduğunu göstermiştir. Karakterizasyonu tamamlanan mikrokapsüller, pamuklu kumaşlara pad-dry-cure yöntemi ile aplik edilmiş ve aplikasyon sonrası kumaşların antibakteriyel özellikleri, *S. aureus* ve *E. coli* bakterilerine karşı test

edilmiştir. Sonuçlar, mikrokapsül applike edilen kumaşların, antibakteriyel özelliğe sahip olduğunu ve bu özelliğin 25 yıkama sonunda dahi kumaşta kaldığını göstermiştir [91].

Azizi vd. (2014), "Isosorbide-based Microcapsules for Cosmto-Textiles" adlı çalışmada, yenilenebilir materyallerle elde edilen ve parfüm içeren mikrokapsüller elde etmeyi ve bu mikrokapsülleri tekstil yüzeylerine aktararak, kozmo-tekstiller üretmeyi amaçlamıştır. Bu amaçla; nerolin aroması, kabuk materyali olarak isosorbin kökenli poliüretan kullanılarak, yüzeyler arası polikondenzasyon yöntemi ile mikrokapsülenmiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin kimyasal yapısı, H NMR ve IR spektroskopisi ve yüzey morfolojileri SEM ile karakterize edilmiştir. Mikrokapsüller, poliamid tekstil materyallerine, pad-dry-cure yöntemi ile applike edilmiş ve aplikasyon sonrası mikrokapsül varlığı ve kalıcılığı; SEM, UV-visible spektrofotometre ve GC ile analiz edilmiştir. Çalışma sonucunda; elde edilen mikrokapsüllerin, küresel bir yapıya sahip olduğu, poliamid materyale yüksek adhezyon kuvveti ile bağlandığı ve kumaş üzerindeki mikrokapsüllerin 20 yıkamaya kadar dayandığı görülmüştür [92].

Yang vd. (2014), "Preparation and Controllable Release of Chitosan/Vanillin Microcapsules and Their Application to Cotton Fabric" adlı çalışmada; vanilya içeren mikrokapsülleri, kabuk materyali olarak kitosan kullanarak, spray kurutma yöntemi ile üretmiş ve hazırlanan mikrokapsüllerin çapraz bağlayıcı olarak sitrik asit kullanılarak, pamuklu kumaşlara, çektirme yöntemine göre applike edilebilirliğini araştırmıştır. Mikrokapsüller; FTIR, SEM, TGA, DSC analizleri ile mikrokapsül aktarılmış kumaşların kimyasal bileşimi, XPS analizi ile karakterize edilmiştir. Ayrıca, mikrokapsüllerin ve mikrokapsül applike edilmiş kumaşların vanilya salım özellikleri ve kumaşlardaki mikrokapsüllerin, yıkama dayanımları incelenmiştir. Çalışma sonucunda; mikrokapsüllerin sitrik asit yardımıyla pamuklu kumaşlara, çapraz bağ ile bağlandığı ve kumaşlar üzerindeki mikrokapsüllerin, 14 yıkamaya kadar dayandığı görülmüştür [93].

Fei vd. (2015), "Microencapsulation Mechanism and Size Control of Fragrance Microcapsules with Melamine Resin Shell" adlı çalışmada; koku içeren mikrokapsülleri üretmek amacıyla, metanol ile modifiye edilmiş melamin-formaldehiti kabuk materyal olarak kullanarak, esans maddesini, in-situ yöntemi ile kapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüller FTIR, TGA ve optik mikroskop analizleri ile karakterize edilmiştir [94].

2.3.4. Boyarmadde ve yardımcı kimyasalların mikrokapsüllemesiyle ilgili yapılan çalışmalar

Yi vd. (2005), "Dyeing of Polyester Using Microencapsulated Disperse Dyes in the Absence of Auxiliaries" adlı çalışmada; poliester liflerini, yardımcı kimyasal madde kullanmadan boyayabilmek için, dispers boyarmaddeyi, poliüre ile mikrokapsüllemiştir. Çalışmada dispers boyarmadde, dış faz olarak difenilmetan-4,4'-diisosiyanat kullanılarak, ara yüz polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüller; partikül boyutu ve dağılımı, morfolojik yapısı ve termal özellikleri bakımından karakterize edilmiştir. Karakterizasyonu tamamlanan mikrokapsüller ile poliester kumaş yüksek sıcaklıkta, herhangi bir yardımcı kimyasal madde kullanılmadan boyanmıştır. Boyama sonuçları; kapsüllemiş boyarmadde ile boyanan kumaşların, renk ve haslık değerlerinin, kapsüllememiş boyarmadde ile yapılan boyamalarla benzer olduğunu, kapsüllemiş boyarmadde ile yapılan boyama sonrası, boyama flottesinin renksiz ve dolayısıyla tekrar kullanıma uygun olduğunu göstermiştir [95].

Ling vd. (2007), "The Dyeing of Nylon with a Microencapsulated Disperse Dye" adlı çalışmada; poliamid 6,6 lifini, yardımcı kimyasal kullanmadan boyamak amacıyla, dış faz olarak melamin reçine kullanarak, dispers boyarmaddeyi, in-situ polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüller, partikül boyutu ve dağılımı, morfolojik yapısı ve termal özellikleri bakımından karakterize edilmiştir. Karakterize edilen mikrokapsüller ile poliamid kumaş boyanmış ve mikrokapsüllerin boyama davranışları incelenmiştir. Sonuçlar; mikrokapsüllemiş boyarmadde ile yardımcı kimyasal madde kullanılmadan düzgün ve yüksek haslıklarda boyamaların yapılabildiğini ve boyama flottesinin filtre edilerek tekrar kullanılabileceğini göstermiştir [96].

Prichystal vd. (2012), "Encapsulation of Textile Dyes and Textile Auxiliary Agents into Liposome Systems and Their Use for Polyamide Dyeing" adlı çalışmada, mikrokapsüllemiş boyarmadde ve yardımcı kimyasallar ile yapılan boyamaların, boyama prosesi üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Bu amaçla; anyonik boyarmadde ve amonyum sülfatı, lipozomik sistemlere mikrokapsüllemiş ve hazırlanan lipozomlar ile poliamid kumaşları boyamıştır. Çalışma sonucunda, lipozom içerisine kapsüllenen boyarmadde ile daha düzgün boyama sonuçlarının elde edilebildiği görülmüştür [97].

Purev vd. (2013), "Dyeing of Leather with Microencapsulated Acid Dye" adlı çalışmada; asit boyarmaddeyi lipozomik sistemlere mikrokapsüllemiş ve mikrokapsüllemenin boya banyosu çekimi, renk derinliği ve renk haslıkları üzerindeki

etkisini araştırmıştır. Orijinal boyarmadde formu ile karşılaştırıldığında, sonuçlar; mikrokapsüllenmiş boyarmadde ile boyanan materyalin daha koyu renge sahip olduğunu ve haslık değerlerinin benzer olduğunu göstermiştir [98].

2.3.5. Diğer maddelerin mikrokapsüllenmesiyle ilgili yapılan çalışmalar

Demirel (1993), "Salbutamol-Sülfat Mikrokapsülleri Üzerinde Çalışmalar" adlı tez çalışmasında, salbutamol sülfatın salım hızını, mikrokapsülleme ile azaltmayı amaçlamıştır. Çalışmada mikrokapsüller, faz ayrışması yöntemine göre, 1:1 çekirdek-dış faz oranında ve dış faz olarak etil selüloz kullanılarak hazırlanmıştır. Hazırlanan mikrokapsüllerin ve saf etken maddenin, in vitro salım hızları ölçülmüştür. Çalışma sonucunda, mikrokapsülleme ile salım hızının kontrol altında tutulabileceği görülmüştür [99].

Ersus (2004), "Kara Havuç Antosiyanin Ekstraktının Püskürtmeli Kurutucu Kullanılarak Mikroenkapsülasyonu" adlı tez çalışmasında, kara havuçtan elde edilen antosiyanini, farklı dekstroz eşdeğerine sahip maltodekstrinler ile karıştırarak püskürtmeli kurutucuda kurutmuş ve antosiyanin içeren mikrokapsüller elde etmiştir. Çalışmada, püskürtmeli kurutucu giriş hava sıcaklığının ve farklı kaplama maddelerinin elde edilen mikrokapsüller üzerindeki etkisi incelenmiştir [100].

Cheng vd. (2008), "Development of Cosmetic Textiles Using Microencapsulation Technology" adlı çalışmada, mikrokapsül teknolojisinin tarihsel gelişimini, avantajlarını ve en çok kullanılan mikrokapsül yöntemlerini literatür taraması şeklinde incelemiştir. Ayrıca çalışmada, tekstiller için kozmetik amaçlı üretilen, ticari mikrokapsüller araştırılmış ve kozmetik tekstil ürünlerinin potansiyel gelişimi tartışılmıştır [101].

Erkan (2008), "Bazı Antifungal Ajanların Mikrokapsülasyonu ve Tekstil Materyallerine Aplikasyonu" adlı tez çalışmasında, ketokonazol (KET) ve terbinafin antifungal maddelerini mikrokapsüllemiş ve tekstil materyallerine aktarmıştır. Kapsüllemeye çalışmaları; melamin-formaldehit reçinesi, etil selüloz polimeri ve siklodekstrin türevleri gibi farklı dış fazlar ve farklı dış fazlar için farklı kapsülleme yöntemleri kullanılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller; % 100 pamuklu dokuma kumaşlara, monoklortiazin- β -siklodekstrin hariç, diğer kabuk materyalli kapsüllerde çapraz bağlayıcı kullanılarak, emdirme yöntemine göre applike edilmiştir. Hazırlanan mikrokapsüller; SEM, DSC, XRD ve FTIR analizleri ile karakterize edilmiştir. Ayrıca, mikrokapsül applike edilmiş ve 1, 5, 10, 15, 20 ve 25 yıkama yapılmış kumaşların SEM görüntüleri incelenmiş

ve mikrokapsül aktarılan kumaşların yıkama öncesi ve sonrası antifungal testleri (AATCC 30) yapılmıştır. Çalışma sonucunda; yıkama dayanımı açısından en iyi etkinin, terbinafin etken maddesi ile yapılan çalışmalar sonucu elde edildiği, özellikle β -siklodekstrin ve melamin-formaldehit esaslı mikrokapsüllerin aplikasyonu sonucu kumaşların 25 yıkamada bile antifungal özellik gösterdiği görülmüştür [102].

Şener (2009), "Serbest ve Mikroenkapsüle Probiyotik Bakterilerin Ticari Dondurma Üretiminde Kullanılabilirliği Üzerine Bir Araştırma" adlı tez çalışmasında, alginat ve pektin kullanarak, emülsiyon yöntemine göre elde edilen mikrokapsüllerin içerisine, probiyotik bakterileri enkapsüle etmiş ve bu kapsüllerin dondurma üretiminde kullanılabilirliğini araştırmıştır. Çalışma sonucunda, probiyotik bakterilerin mikrokapsüllenmesinin, bakterileri, asit ve safra gibi olumsuz çevre koşullarına karşı koruduğunu göstermiştir [103].

Anita vd. (2011), "A Study of the Antimicrobial Property of Encapsulated Copper Oxide Nanoparticles on Cotton Fabric" adlı çalışmada, bakır oksit nanopartikülleri sentezlemiş ve sentezlenen bu bakır oksit nanopartiküllerini iyonik jelatin metodu ile mikrokapsüllemiştir. Mikrokapsüllemeye dış faz olarak sodyum alginat kullanılmış ve hazırlanan mikrokapsüller, dokuma kumaşlara, çektirme ve pad-dry-cure yöntemleri ile applike edilmiştir. Mikrokapsül applike edilmiş kumaşların antibakteriyel özellikleri, kalitatif ve kantitatif olarak belirlenmiş ve nanopartiküllerin faz ve morfolojilerinin belirlenmesi için, SEM, XRD ve fiziksel ve kimyasal karakterizasyon analizleri yapılmıştır. Çalışma sonuçları, mikrokapsül applike edilmiş kumaşların, yüksek antibakteriyel özelliğe sahip olduğunu göstermiştir [104].

Topbaş (2011), "Mikrokapsülasyon Tekniği İle İyileştirici Bandaj Üretimi" adlı tez çalışmasında, antienflamatuvar etkin madde içeren mikrokapsüller hazırlamış ve bu mikrokapsüller ortopedik destek materyaline applike etmiştir. Bu amaçla, diklofenak sodyum etkin madde ve etil selüloz polimerini emülsiyon/solvent uzaklaştırma ve püskürterek kurutma yöntemleri ile kapsüllemiştir. Elde edilen mikrokapsüller; DSC, FTIR, XRD, SEM ve partikül boyutu analizleri ile karakterize edilmiştir. Uygun niteliğe sahip mikrokapsüller, ortopedik destek materyallerine, emdirme yöntemine göre applike edilmiş, aplikasyon ve tekrarlı yıkamalar sonrasında mikrokapsül varlığı ve durumu SEM ile analiz edilmiştir. Çalışma sonucunda; püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin, emülsiyon/solvent uzaklaştırma yöntemiyle oluşturulanlara göre, daha düzgün ve pürüzsüz bir yüzeye sahip ve ortalama çaplarının daha küçük olduğu,

emülsiyon/solvent uzaklaştırma yöntemiyle hazırlanan mikrokapsüllerin boyutları çok büyük olduğundan materyale fikse olamadığı, kapsüldeki diklorfenak sodyum içeriği azaldıkça kapsülasyon veriminin düştüğü ve aplikasyon yapılmış materyallerde 20 yıkama sonunda dahi mikrokapsüllerin kaldığı görülmüştür [105].

Erkan vd. (2012), "Antifungal Cotton Fabric Via Molecular Encapsulation of Terbinafine" adlı çalışmada; terbinafini ve alilamin bazlı antifungal farmasötik maddeyi, spray kurutma ve örme yöntemleri ile monoklortiazin- β -siklodekstrin içerisine enkapsüle ederek, antifungal kumaş elde etmeyi amaçlamıştır. Çalışmada, kapsül hazırlamada kullanılan maddelerin molar oranlarının ve kapsül hazırlama yöntemlerinin, elde edilen kapsüller üzerindeki etkisi, XRD, DSC ve FTIR analizleri ile araştırılmıştır. Elde edilen kapsüller daha sonra, % 100 pamuklu kumaşlara, emdirme yöntemi ile applike edilmiştir. Aplikasyon sonrası, kapsüllerin kumaş üzerindeki yıkama dayanımları C, H, N, S elementel analizleri ile araştırılmıştır. Ayrıca, yıkama sonrası kumaşların antifungal özellikleri de incelenmiştir [106].

Ocepek vd. (2012), "Printing of Antimicrobial Microcapsules on Textiles" adlı çalışmada; antimikrobiyel tekstil ürünü elde etmek için, triklosan öz maddesini, melamin-formaldehit kabuk materyali ile in-situ polimerizasyon yöntemine göre mikrokapsüllemiş ve bunu pamuklu kumaşlara şablon baskı ile aktarmıştır. Basılmış kumaşlar kurutulup fiksesi tamamlandıktan sonra, yıkanmış ve yıkanmamış kumaşların tuşeleri ve antimikrobiyel özellikleri *S. aureus* ve *E. coli* bakterilerine karşı test edilmiştir. Çalışma sonucunda; triklosan içeren mikrokapsüllerin kumaşlara, baskı yoluyla başarılı bir şekilde aktarılabilirdiği ve kumaş özelliklerini değiştirmeden, kumaşlara antibakteriyel özellik kazandırılabilirdiği görülmüştür [107].

Comunian vd. (2013), "Fabrication of Solid Lipid Microcapsules Containing Ascorbic Acid Using a Microfluidic Technique" adlı çalışmada, gıda endüstrisinde önemli bir yere sahip olan askorbik asidi, microfluid tekniği ile mikrokapsüllemiştir. Mikrokapsülleme işleminde dış faz olarak polivinilalkol kullanılmış ve mikrokapsüller hazırlandıktan sonra, mikrokapsüllerin partikül boyutu, stabilitesi ve kapsülleme verimliliği analiz edilmiştir. Çalışma sonucunda, yüksek kapsülleme verimliliğinin elde edildiği ve elde edilen kapsüllerin oda sıcaklığında depolandığında dahi, uzun süre stabil olduğu görülmüştür [108].

Lalehbolaghi (2013), "Yara İyileştirmeye Yönelik Fonksiyonel Biyopolimerlerin Hazırlanması" adlı tez çalışmasında; antifibrinolitik bir ilaç olan traneksamik asit ile

(Transamin), sıvıda olgunlaştırma yöntemi kullanarak, sodyum alginat ve kitosan ile mikroküreler hazırlamıştır. Mikrokürelerin, endoskopik tedavi yöntemi ile ülser yaralarına püskürtülerek, kanamayı önlemesi amaçlanmıştır. Hazırlanan mikroküreler; FTIR, DSC ve SEM kullanılarak karakterize edilmiştir. SEM görüntüleri, kapsüllerin küresel yapıya ve pürüzlü bir yüzeye sahip olduğunu göstermiş ve pürüzlü yüzey dolayısıyla kürelerin gevşek yapıda olması, ilacı daha hızlı salması ile sonuçlanmıştır. Ayrıca, kullanılan çapraz bağlayıcı derişiminin ve kürelerin çapraz bağlayıcı ile etkileşme süresinin artması ile, ilaç salımının azaldığı; kürelerden ilaç salımının, ortamın pH'ından etkilendiği ve pH değeri arttıkça alginat kürelerden ilaç salımı artarken, kitosan küreler için pH değeri düştükçe ilaç salımının arttığı görülmüştür [109].

Özdemir (2013), "Karabiber Oleorezininin Dondurarak Kurutma Tekniği İle Mikroenkapsülasyonu" adlı tez çalışmasında; karabiber oleorezinini, beta-siklodekstrin (β -SD) ile kaplayarak, dondurarak kurutma tekniği ile kapsüle etmiştir. Çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin; kapsülasyon etkinliği, partikül büyüklüğü ve morfolojisi incelenmiş ve DSC analizleri yapılmıştır. Mikrokapsüllenmiş ve kapsüle edilmemiş karabiber oleorezinine antioksidan aktivite tayini, toplam fenolik madde tayini ve mikrobiyolojik analizler yapılmış ve mikrokapsülleme işleminin bu özelliklere olan etkisi araştırılmıştır. Çalışma sonucunda; Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüleri, mikrokapsüllerin kristalik yapıda olduklarını, partikül boyutu analizleri, kapsüllerin ortalama 130 nm civarında olduğunu göstermiştir [110].

Son vd. (2013) "Fixation of Vitamin E Microcapsules on Dyed Cotton Fabrics" adlı çalışmada; nemlendirme etkisi olan kumaş elde edebilmek amacıyla, iç fazı E vitamini, dış fazı melamin-formaldehit olan mikrokapsülleri, boyalı pamuklu örme kumaşlara, pad-dry-cure yöntemi ile aplike etmiştir. Aplikasyon sonrası, mikrokapsüllerin kumaş üzerindeki varlıkları ve morfolojileri SEM analizi ile kumaş üzerindeki miktarı Sıvı Kromatografisi-Kütle Spektroskopisi (LC/MS) analizi ile incelenmiştir. Ayrıca, mikrokapsüllerin kumaşların fiziksel özellikleri, rengi ve renk haslığı üzerine etkisi de araştırılmıştır. Çalışma sonucunda; mikrokapsüllerin kumaşa, pad-dry-cure yöntemi ile aplike edilebildiği, tekrarlı yıkamalarda kumaştan uzaklaşmadığı ve kumaşın renk değişimi üzerindeki etkisinin ihmal edilebilir seviyede olduğu görülmüştür [111].

Butstraen ve Salaün (2014), "Preparation of Microcapsules by Complex Coacervation of Gum Arabic and Chitosan" adlı çalışmada; trigliseridi, kabuk materyal olarak arap zambkı ve kitosan kullanarak, kompleks koaservasyon yöntemi ile

mikrokapsüllemiştir. Çalışmada, emülsiyon hazırlanma aşaması ve kabuk oluşum aşamasındaki farklı parametrelerin, mikrokapsüller üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla; faz hacmi oranı, karıştırma hızı ve süresi, işlem pH'ı, reaksiyon süresi, biyo-polimer oranı ve çapraz bağlayıcı etkisi gibi parametreler değişken olarak seçilmiştir. Çalışma sonucunda; optimum faz hacmi oranının 0,1 olduğu ve 11000 rpm hızda 15 dakikada yapılan emülsiyon sonucu 5-10 µm boyutunda mikrokapsül elde edildiği görülmüştür. [112].

Mantar (2014), "An Investigation about the Application of a Specific Medical Plant In Textile" adlı tez çalışmasında, aloe vera bitkisi jelini, dış faz olarak arap zıncı ve jelatin kullanarak basit koaservasyon, kompleks koaservasyon ve microfluidic kapsülleme yöntemleri ile mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüller, denim kumaşlara emdirme yöntemi ile apliedilmiş ve kumaş numunelerin yıkama öncesi ve tekrarlı yıkamalar sonrası antibakteriyel aktivitesi ASTM E2149-01 standardına göre araştırılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller; SEM, FTIR, TGA ve partikül boyutu analizi ile karakterize edilmiştir. Ayrıca aloe vera jel mikrokapsülleri içeren kumaşların kopma mukavemeti, aşınma dayanımı, su buharı geçirgenliği, yağ ve kuru sürtme haslığı, renk değişimi gibi fiziksel özellikleri incelenmiştir [113].

Wang vd. (2014), "Preparation of Microcapsules Containing Antimicrobial Lipopeptide From Bacillus Amylolyticus ES-2 by Spray Drying" adlı çalışmada, spray kurutma metodu kullanarak, antibakteriyel lipopeptidi mikrokapsüllemiştir. Çalışmada mikrokapsüller, yedi farklı duvar materyali (maltodekstrin, sodyum karboksil metil selüloz, gözenekli nişasta, β-siklodekstrin, çözünür nişasta, jelatin ve maltodekstrin-gözenekli nişasta karışımı kompozit malzeme), farklı kabuk madde:çekirdek madde oranları, kurutma havası debileri ve gaz giriş sıcaklıkları kullanılarak hazırlanmıştır. Hazırlanan mikrokapsüllerin; yüzey morfolojileri, kapsülleme verimlilikleri ve antimikrobiyel özellikleri incelenmiştir. Yapılan incelemeler sonucu; kompozit malzeme kullanılarak hazırlanan mikrokapsüllerin kapsülleme verimliliklerinin, diğerlerinden daha yüksek olduğu, kapsülleme verimliliğinin maltodekstrin-gözenekli nişasta oranı, kurutma havası debisi ve gaz giriş sıcaklığı gibi faktörlere bağlı olduğu ve hazırlanan mikrokapsüllerin antimikrobiyel özelliğe sahip olduğu görülmüştür [114].

Yan vd. (2014), "Preparation of Phycocyanin Microcapsules and Its Properties" adlı çalışmada; fikosiyani, kabuk materyal olarak alginat ve kitosan kullanarak, ekstrüzyon yöntemi ile mikrokapsülenmiştir. Çalışmada; kapsülleme parametrelerinin

optimizasyonu amaçlanmış, mikrokapsüllerin fizikokimyasal özellikleri karakterize edilmiş ve depolama stabilitesi ve salım özellikleri incelenmiştir [115].

Zuo vd. (2014), "Preparation and Characterization of Microcapsules Containing Ammonium Persulfate as Core by In Situ Polymerization" adlı çalışmada; amonyum persülfat etken maddesini, polipropil/gliserol kabuk materyali ile, in situ polimerizasyon yöntemine göre mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin morfolojileri, duvar kalınlıkları, termal dayanımları ve partikül boyut dağılımları; TEM, SEM, FTIR, TGA, dinamik ışık dağılımı ve optik mikroskop ile incelenmiş ve amonyum persülfat içeren mikrokapsüllerin kontrollü salınımı farklı sıcaklıklarda araştırılmıştır [116].

2.4. Önceki Çalışmaların Teze Katkısı

Konuyla ilgili olarak yapılan literatür araştırması; tez konusunun ve tez içeriğinin belirlenmesi, çalışmada kullanılacak bitkisel yağların seçimi, ozonlanmış bitkisel yağların üretilmesi ve karakterizasyonu, mikrokapsülleme yöntem ve reçetesinin belirlenmesi, hazırlanan mikrokapsüllerin karakterizasyonu ve sonuçların yorumlanması konularında teze büyük katkı sağlamıştır.

Yapılan literatür araştırması, tez konusu olarak planlanan çalışmayı kapsayan detaylı bir bilimsel araştırmanın bulunmadığını ortaya koymuştur. Literatürde, hedeflenen çalışmanın farklı noktalarını içeren çalışmaların olduğu; ancak bu çalışmalarda eksikliklerin olduğu görülmüş ve tez konusu ve tez içeriği bu eksiklikleri giderecek şekilde belirlenmiştir.

Bitkisel yağlarla ilgili yapılan literatür araştırması ile tıbbi özelliği olan bitkisel yağlar belirlenmiş ve bu inceleme, tez çalışmasında kullanımı uygun olan yağların belirlenmesi konusunda teze katkı sağlamıştır.

Ozonlanmış bitkisel yağlarla ilgili yapılan çalışmaların incelenmesi ile literatürde bulunmayan ozonlanmış bitkisel yağların elde edilebilmesi açısından, bitkisel yağların seçimi ve ozonlanmış yağların özelliklerinin ortaya konulmasında eksik olan test ve analizlerin belirlenmesi konuslarında teze büyük katkı sağlamıştır. Bunun yanında, yağların ozonlanmasında ozonlama şart ve sürelerinin belirlenmesi, ozonlanmış yağların karakterizasyonunda kullanılan test ve analizlerin belirlenmesi ve sonuçların yorumlanması noktalarında teze referans olmuştur.

Mikrokapsül hazırlanmasıyla ilgili yapılan çalışmaların incelenmesi, ozonlanmış yağların kapsüllenebileceği uygun kabuk materyallerinin, çalışma yöntem ve reçetelerinin belirlenebilmesi, hazırlanan mikrokapsüllerin tekstil yüzeylerine aplikasyonunda kullanılabilecek yöntem ve çalışma şartlarının ortaya konulması gibi açılardan teze büyük katkı sağlamıştır. Ayrıca, hazırlanan mikrokapsüllerin ve mikrokapsüllerin aktarıldığı tekstil yüzeylerinin karakterizasyonunda kullanılacak test ve analizlerin belirlenmesi, sonuçların yorumlanması konularında da teze katkı sağlamıştır.

2.5. Tezin Önceki Çalışmalardan Farkı

Tez çalışması ile ilgili yapılan literatür incelemesinde; tezin farklı aşamalarına farklı bakış açıları getirilerek yapılan çalışmalara rastlansa da, tümünü kapsayan ayrıntılı bir çalışmaya rastlanmamıştır. Farklı bitkisel yağların ozonlanması konulu çalışmalarda, elde edilen ürünün herhangi bir tekstil yüzeyine aktarılması söz konusu olmamıştır. Bazı bitkisel yağların mikrokapsüllenip, tekstil yüzeylerine aktarıldığı çalışmalar bulunmuş; fakat bu çalışmalarda yağların ozonlanması söz konusu olmamıştır. Sadece bir bilimsel makalede [67], ozonlanmış bir bitki tohumu yağının mikrokapsüllenerak, tekstil yüzeylerine aktarılması sonucu, antimikrobiyel özellik gösteren tekstil yüzeyi elde edildiğine dair bir çalışmaya rastlanmıştır. Ancak, bu çalışmada da, gerek ozonlanmış yağın, gerekse de tekstil yüzeyinin yara iyileştirme özelliği ve cilde olan uyumluluğunu test eden herhangi bir araştırma yapılmadığı gözlemlenmiştir. Ayrıca, farklı bitkisel yağların kullanımı durumunda, sonuçların nasıl etkilendiği konusunda da bir araştırma söz konusu olmamıştır. Dolayısıyla tezde hedeflenen çalışmaya yönelik, bilimsel bir araştırmanın varlığından söz edilememektedir ve tez çalışması bu yönüyle özgündür.

3. OZON VE OZONLANMIŞ BİTKİSEL YAĞLAR

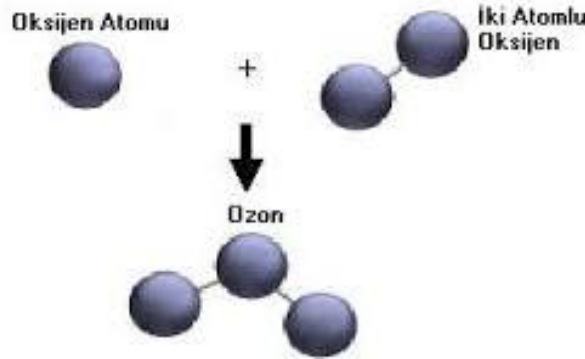
3.1. Ozon ve Ozonun Tıbbi Amaçlı Kullanımı

Ozon (O₃), etimolojik olarak Yunancadaki “kokan” anlamına gelen, “ozein” kelimesinden gelmektedir. Doğal element ozon, “Aktif Oksijen” olarak bilinmektedir. Ozon molekülü, üç adet oksijen atomunun birleşmesiyle oluşmuş, stabil olmayan bir yapıya ve simetrik açılara sahip bir moleküldür [117].

Ozonun varlığı ilk olarak, 1781 yılında, Van Marum adındaki bir kimyager tarafından fark edilmiştir. 1840 yılında, Alman kimyager C. F. Schonbein (1799-1868) tarafından ise ozonun varlığı kanıtlanmıştır. Schonbein, elektrik kıvılcımları geçen havada oluşan kokuyu, ozon olarak tanımlamıştır. 1856 yılında Thomas Andrews, ozonun sadece oksijenden oluştuğunu; 1863 yılında ise Soret 3 oksijen molekülünden 2 ozon molekülü oluştuğunu göstererek, ozon ile oksijen arasındaki ilişkiyi açıklamıştır [118].

Ozonun oluşumu endotermik bir olaydır: $3\text{O}_2 \leftrightarrow 2\text{O}_3 \Delta H_f^\circ (1 \text{ atm}) = +284,5 \text{ kJmol}^{-1}$ [117].

Şekil 3.1’de ozonun oluşumu verilmiştir.



Şekil 3.1. Ozonun oluşumu

Ozon; kararsız, depolanamayan, keskin kokulu, havadan daha ağır, güçlü oksidasyon oluşturma yeteneğine sahip ve antioksidan bir gazdır. Güçlü okside edici özelliği nedeniyle, yüksek dezenfekte edici özelliği bulunmaktadır; sadece virüs ve bakterileri öldürmekle kalmayarak, tüm mikroorganizmalar ve toksinlerini de okside edebilmektedir [5,119-121]. Ozon ayrıca; fenoller, pestisidleri, deterjanları, kimyasal atıkları ve aromatik bileşikler de etkili şekilde nötralize edebilmektedir [119,120]. Keşfinden sonraki ilk yıllarda dezenfeksiyon amacıyla kullanılırken, yıllar içerisinde yapılan çalışmalar, medikal kullanımını gündeme getirmiştir [119].

Ozonun kabul edilen ilk tıbbi kullanımı, Birinci Dünya Savaşı sırasında Alman askerlerinin kangren ve benzeri ciddi yaralanmalarını tedavi eden, Dr. Albert Wolff'a dayanmaktadır. Bilimsel bir toplantıda ozonun tedavi edici bir ajan olarak gündeme alındığı ilk önemli organizasyon ise, 1935 yılında Berlin'de toplanan, 59. Alman Cerrahi Birliği toplantısı olup, burada Dr. Erwin Payr "Cerrahi'de Ozon Uygulamaları" başlığı altında, kendi vakalarından oluşan derleme türünde bir sunum yapmıştır. Bu tarihten sonra 80'li yıllara kadar, ozon tedavisini münferit olarak uygulayan çeşitli hekimler ve araştırmacılar bulunmaktadır. 1980'li yıllardan itibaren ise, tıbbi amaçla ozon kullanımına yönelik gerek bilimsel çalışmalar, gerekse vaka serileri literatürde artmaya başlamıştır [119,120].

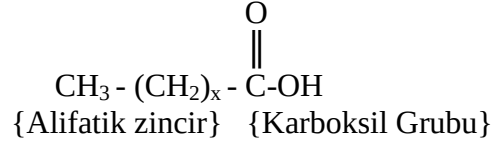
Ozon tedavisi günümüzde; kronik yaralarda, kronik yorgunluk sendromunda, bağışıklık sistemi hastalıklarında, enfeksiyöz hastalıklarda, inflamatuvar bağırsak hastalıklarında, kanserde yardımcı tedavi olarak, makular dejenerasyonda, kas-iskelet sistemi ağrılarında, diş hekimliğinde, bazı solunum sistemi patolojilerinde, dejeneratif hastalıklarda (bunama gibi), lokal yağ birikmesinde (selülit), yanıklarda, bakteriyel ve viral hastalıklarda kullanılmaktadır. Ozonun, özellikle lokal olarak deri üzerine uygulandığında, deri üzerindeki bakterilere karşı iyi bir antibakteriyel etkinlik sağladığı bilinmektedir [122].

Ozon gazının tıbbi olarak uygulamaları incelendiğinde, ozon tedavisinin ozon/oksijen gazı karışımının veya ozonlanmış suyun direkt olarak tedavi edilmek istenen alana uygulanması şeklinde gerçekleştirildiği görülmektedir. [5,123,124]. Ozonun tedavilerde doğrudan uygulanmasının yanında, yağların bir bağlayıcı olarak ozonlanıp, ozonlu bitkisel yağ şeklinde kullanılması da söz konusudur [40]. Ozon, tek başına deriye penetre olamazken; ozonlanmış yağlar şeklinde uygulaması, bu olumsuz etkileri önlenmekte ve çoklu doymamış yağ asitleriyle oksidatif reaksiyona girerek, deriye daha iyi penetre olabilme özelliği kazanmaktadır [125].

3.2. Ozonlanmış Bitkisel Yağlar ve Bu Yağların Kullanım Alanları

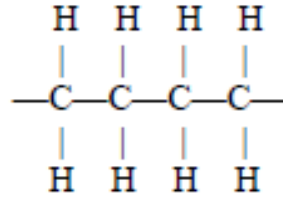
% 97-98 oranında trigliseritlerden oluşan bitkisel yağlar, menşei ve doğalarına bağlı olarak, yapılarında çeşitli doymuş ve doymamış yağ kompozisyonları bulundurmaktadır [21]. İçerdikleri yağ asitleri kompozisyonu yağın kullanım alanlarını belirlemektedir. Yağ asidi, yapısında karboksil grubu (-COOH) taşıyan düz bir hidrokarbon zinciri olup, yağın en önemli ögesini oluşturmaktadır (Şekil 3.2). Yağ asitleri;

hidrokarbon zincirinde karbon sayısı, karbon atomları arasında çift bağ bulunup bulunmaması, çift bağ varsa yeri ve sayısı gibi özellikler bakımından birbirinden ayrılmaktadır [126].



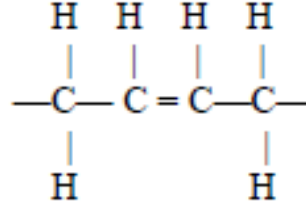
Şekil 3.2. Bir yağ asidinin genel formülü [126]

Karbon-karbon atomları arasında tek bir kovalent bağdan (-C-C-) oluşan ve oda sıcaklığında genelde katı olan yağ asitleri doymuş yağ asitleri olarak adlandırılmaktadır (Şekil 3.3). Laurik asit (C12:0), miristik asit (C14:0), palmitik asit (C16:0), stearik asit (C18:0), arasidik asit (C20:0) ve behenik asit (C22:0) bitkisel yağlarda bulunan en önemli doymuş yağ asitleridir. Özellikle palmitik ve stearik asit bitkisel yağlarda bulunan en yaygın doymuş yağ asitleri olarak bilinmektedir [126].



Şekil 3.3. Doymuş yağ asidi zinciri [126]

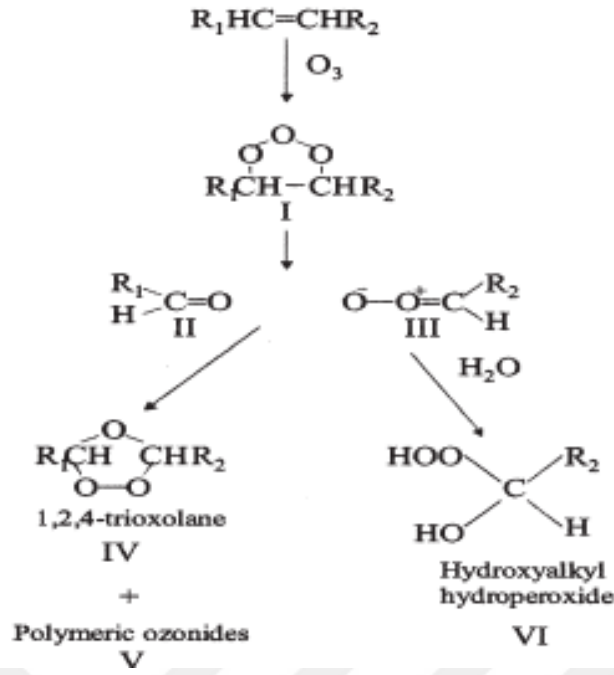
Karbon zinciri üzerinde çeşitli konumlarda, karbon- karbon arasında bir veya daha fazla kovalent çift bağ içeren yağ asitleri, doymamış yağ asitleri olarak isimlendirilmektedir (Şekil 3.4). Yapılarındaki çift bağlar nedeniyle, doymamış yağ asitleri doymuş yağ asitlerine göre daha reaktiftir. Bu reaktivite yağ asidi zincirindeki çift bağ sayısına göre artmaktadır. Doymamış yağ asitleri tekli ve çoklu doymamış yağ asitleri olarak ikiye ayrılmaktadır. Yapılarında bir çift bağ içeren yağ asitleri tekli doymamış yağ asitleri veya monoenoik yağ asitleri olarak isimlendirilmektedir. Bu grubun en önemli iki üyesi, palmitoleik asit (C16:1) ile oleik asittir (C18:1). Bunlardan palmitoleik asit daha çok deniz hayvanları yağları için karakteristik bir bileşen olduğu halde, oleik asit bugüne değin bilinen bütün doğal yağların yapısında yer almıştır. Birden fazla çift bağ içeren yağ asitleri ise çoklu doymamış yağ asitleri veya polienoik yağ asitleri olarak isimlendirilir. Linoleik (C18:2), linolenik (C18:3), araşhidonik (C20:4), eikosapentaenoik (C22:5) ve dokosahegzaenoik (C22:6) asitler çoklu doymamış yağ asitlerinin en önemlileri olarak bilinmektedir [126].



Şekil 3.4. Doymamış yağ asidi zinciri [126]

Bitkisel yağların yapılarında bulunan ve yağlara çok sayıda olumlu özellik kazandıran doymamış yağ asitleri, yağların kimyasal modifikasyonlarında önem kazanmıştır. Son zamanlarda bu modifikasyonlardan en çok ilgi duyulana, bitkisel yağların ozonlanmasıdır ve ozonlanmış bitkisel yağlar gıda, kozmetik ve farmasötik gibi endüstrilerin çeşitli uygulamalarında kullanılmaktadır [29].

Ozon gazının bitkisel yağlarda bulunan olefinlerle reaksiyonu, Criegee mekanizması olarak tanımlanan reaksiyon ile gerçekleşmektedir (Şekil 3.5). Bu reaksiyonda elektrofil ozon molekülü, karbon-karbon çift bağına bağlanarak, başlangıç ozoniti (I) olarak tanımlanan halkalı yapıdaki kararsız hali vermektedir. Kararsız yapıdaki ozonit, karbonil bileşikleri (II) ve karbonil oksite (III) parçalanmaktadır. Ortamda reaksiyona katılan herhangi bir çözügen olmadığı durumlarda, II ve III yeniden birleşerek 1,2,4 trioksalan (IV) ve polimerik ozonitlere (V) dönüşmektedir. [20,127]. Ozonlama reaksiyonun sulu ortamda gerçekleştiği durumlarda ise su molekülü karbonil oksit (III) ile reaksiyona girerek hidroalkil hidroperoksit (VI) açığa çıkarmaktadır [20]. Antibakteriyel ve antifungal etkinlik gösteren ozonitler, cilt irritasyonu yapmadan lezyon içerisine oksijen taşıyabilmektedir. [5].



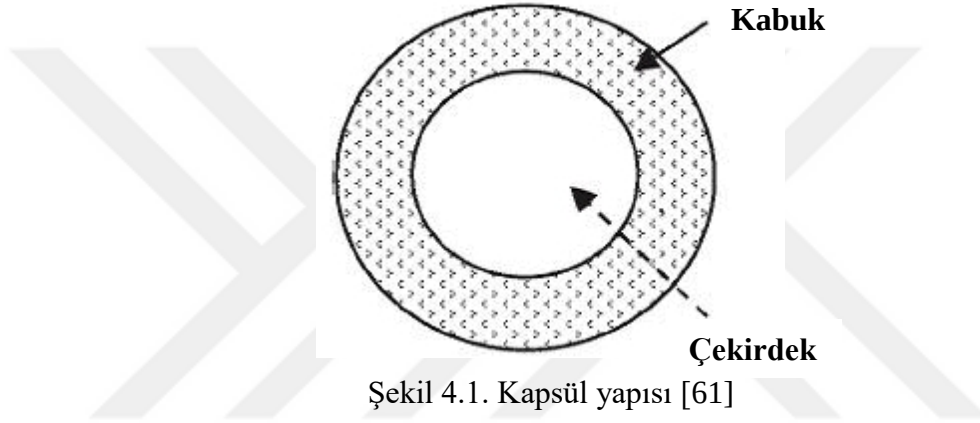
Şekil 3.5. Ozonun doymamış yağ asitleri ile reaksiyonu [20]

Ozonlanmış bitkisel yağlar, yağın katılaşıncaya kadar ozonlanmasıyla elde edilmektedir. Ozonlanmış yağlar birçok ülkede hazırlanmaktadır. Piyasada ticari olarak, ozonlanmış zeytinyağı, kantaron yağı ve kayısı çekirdeği yağının bulunduğu yapılan araştırmalar sonucunda ortaya konulmuştur. Fakat ozonlanmış ticari yağların, kimyasal verileri, standart hazırlıkları, antimikrobiyel aktiviteleri ve cilt üzerindeki etkileri ile ilgili bilgiler oldukça sınırlıdır. Ozonlanmış yağların fizikokimyasal özelliklerinin belirlenmesinde, ozonizasyon sürecini takip etmek için kullanılan ve ozonlu zeytinyağının karakterini ve kalitesini belirleyen peroksit, asitlik ve iyot değerleri büyük bir öneme sahiptir [122]. İyot değeri; yağlardaki doymamışlığı ifade etmektedir. Asit değeri; ozon yağında bulunan serbest yağ asidi miktarını belirtmektedir. Peroksit değeri ise; ozon yağında bulunan aktif oksijen miktarını ($\mu\text{Eq/g}$) belirtmektedir [17]. Bu değerlerin yanı sıra akademik ve ileri düzey araştırmalar için ozon yağı özellikleri, karbon-karbon ve karbon-hidrojen içeriği hakkında bilgi veren FTIR spektroskopisi ve ^1H ve ^{13}C atomlarının çift bağlarda oluşturdukları sinyaller hakkında bilgi veren NMR spektroskopisi gibi yöntemler kullanılarak da belirlenebilmektedir [5].

Ozonlanmış yağların; savaş yaraları, anaerobik enfeksiyonlar, herpetik enfeksiyonlar, tropik ülser ve yanıklar, selülitler, apseler, yatak yarası, mantarsı hastalık ve diş eti iltihabı gibi hastalıklarda bölgesel olarak kullanılabildiği rapor edilmiştir [128].

4. MİKROKAPSÜLÜN TANIMI VE MİKROKAPSÜLLEME YÖNTEMLERİ

Kapsülleme işlemi, bir materyalin başka bir materyal içerisinde hapsedilmesi anlamına gelmektedir [62]. Kapsülasyonun tekstil, gıda, kimya, ziraat, yem, tıp, eczacılık, veterinerlik, biyoteknoloji gibi birçok uygulama alanı bulunmaktadır [71]. Kapsül, polimerik bir duvar ve duvar tarafından kaplanmış etken maddeden oluşmaktadır. Kapsüllenen maddeye çekirdek, kaplama maddesine de çeper, kabuk veya duvar materyali denilmektedir (Şekil 4.1) [61]. Maddenin söz konusu kabuğun içerisine kapsüllemesindeki amaç, onu uygun olmayan çevre koşullarına karşı korumak ve söz konusu çevreden izole etmektir [50].



Şekil 4.1. Kapsül yapısı [61]

Kapsül boyutu, kapsül hazırlanışı sırasında kullanılan materyal ve yonteme bağlı olarak, 1 μm ile 1 mm (1000 μm) arasında değişiklik göstermektedir [43]. Genel olarak, 1 μm 'den küçük kapsüller nanokapsüller, 1000 μm 'den büyük kapsüller makrokapsüller olarak ifade edilmektedirler [51,102]. Genellikle ticari kapsüllerin, 3 ile 800 μm arasında boyuta ve % 10-90 çekirdek materyaline sahip oldukları belirtilmektedir [65].

Mikrokapsüldeki çekirdek maddesi, katı, sıvı veya gaz formunda olabilmektedir. Çekirdek maddeleri çoğunlukla çözelti, dispersiyon veya emülsiyon olarak kullanılmaktadır. Çekirdek maddenin duvarla uyumu, mikrokapsülleme verimliliğini geliştirmek için en önemli ölçüttür. Ayrıca çekirdek maddesinin boyutu difüzyon, geçirgenlik ve kontrollü salınım uygulamalarında önemli rol oynamaktadır [50]. Mikrokapsüllerin çekirdek materyallerini oluşturan etken maddeler, dış çeperin basınç, sıcaklık, ışık, asit ve diğer bazı kimyasallar ile parçalanması ile açığa çıkmakla birlikte, bu dış çeperin parçalanmadığı bazı özel durumlarda, yüzeydeki deliklerden dış ortama geçebilmektedirler [129].

Mikrokapsüller, koruyucu kabuk monomerler kullanarak çekirdek materyali etrafında polimerik bir zarın oluşturulması ile veya hazır polimer maddeler ile oluşturulabilmektedir. Mikrokapsüllemeye kullanılabilecek polimerlere ait bazı örnekler Çizelge 4.1'de görülmektedir [65].

Çizelge 4.1. Mikrokapsüllemeye kullanılabilecek polimerlere ait bazı örnekler [65]

Doğal Polimerler		Sentetik Polimerler	
Agar	Kazein	Akrilik polimerler	Polistiren
Albümin	Kitosan	Alifatik polimerler	Polivinilalkol
Alginat	Nişasta	Poliamidler	Polilizin
Arap zımkı	Pektin	Polietilen glikol	Silikonlar
Dekstrin	Selüloz	Poliüretanlar	Selüloz türevleri
Jelatin			

Mikrokapsüllerin en önemli üstünlükleri arasında; içeriğindeki materyali, nem, oksijen, diğer reaktanlar vb. etkenlere karşı koruyabilmeleri, uçucu özellikteki içerik materyalinin buharlaşmadan muhafaza edilebilmesini sağlamaları, tat ve koku maskelenmesine olanak vermeleri ve toksik özellikteki etken maddelerin (insektisitler, dezenfektanlar ve tarım ilaçları gibi) güvenli taşınmalarını sağlamaları yer almaktadır [129]. Mikrokapsülleme ile mikrokapsül içine ve dışına partiküllerin difüzyonu önlenemekte veya mikrokapsül içinde bulunan tat ve aromaların, uçucu ve reaksiyona girebilecek gıda bileşenlerinin kontrolü sağlanabilmektedir. [68].

Farklı farmakolojik gruplara ait etken maddeler, proteinler, enzimler, hormonlar, bakteriler, antikorlar, hücreler, insektisitler, boyarmaddeler, esanslar, pigmentler, faz değıştiren maddeler, tarım kimyasalları, besin maddeleri, vitaminler ve fotoğrafçılık maddeleri kapsüllenebilmektedir [65].

Mikrokapsülleme tekniğinin avantajları;

- Çevre koşullarına dayanıklı olmayan maddeleri kullanılacakları ve duyarlı oldukları bu çevre koşullarından korumak,
- Daha iyi işlenebilirlik (geliştirilmiş çözünürlük, dispers edilebilirlik, akışkanlık vb.) sağlamak,
- Parçalayıcı reaksiyonları (oksidasyon, dehidrasyon) önleyerek kullanım ömrünü uzatmak,
- Kontrollü, uzun süre korunabilir veya zamanlanmış salınım uygulamaları gerçekleştirmek,

- Toksik maddelerin güvenli ve uygun ortamda tutulmasını sağlamak,
- Koku veya tat maskelemek,
- Enzim ve mikroorganizmaları hareketsizleştirmek (immobilize),
- Kontrollü ve amaca yönelik ilaç salınımı gerçekleştirmek,
- Sıvıları katı madde formunda tutmak şeklinde sıralanabilmektedir [50,87].

4.1. Mikrokapsüllemenin Tarihçesi

Mikrokapsülleme ile ilgili ilk çalışmalar, 19. Yüzyılda tabletlerin draje haline getirilmesiyle başlamıştır. Daha sonra 1924 yılında, Almanya'da balık yağı, hint yağı, demir sakkarat ve kalsiyum fosfat gibi bazı maddelerin jelatinle kapsüllenmesini içeren bir patent alınmıştır. 1930'lu yıllarda ise sprey kurutma yöntemiyle kapsülleme çalışmaları yapılmaya başlamıştır. 1940'lı yıllarda balık yağları ve vitaminler, oksidasyondan korunmak amacıyla santrifüj kuvveti yöntemiyle kapsüllenmiştir [63].

Mikrokapsül çalışmalarının bugünkü anlamda başlaması National Cash Register Company kuruluşunda görev alan Green ve Schleicher'in çalışmalarına dayanmaktadır. Bu çalışmalar sonucunda, 1954 yılında ilk patentleri almışlardır. Bu patente, Green ve Schleicher'in kompleks koaservasyon yöntemiyle ürettikleri karbonsuz kopya kağıdından bahsedilmektedir. Bu patente göre, birbirleri ile karşılaşınca renk veren iki kimyasal maddeden biri mikrokapsül haline getirilmekte ve bu maddeler ayrı olarak, bir ya da daha fazla kağıt üzerine aktarılmaktadır. Mekanik bir etki ile bu kapsüller parçalanınca, kapsülden açığa çıkan maddeler ile diğer renk veren madde karışmakta ve renk vermektedirler. Böylece kopya kağıdına gerek duyulmadan yazının kopyaları elde edilebilmektedir [63].

Daha sonra Wurster akışkan yatak kaplama yöntemini geliştirmiştir. Bu yöntem ile katı ve sıvıların kapsüllenmesine izin verilmiş ve bu, özellikle ilaç sanayi için önemli bir gelişme olarak görülmüştür [63].

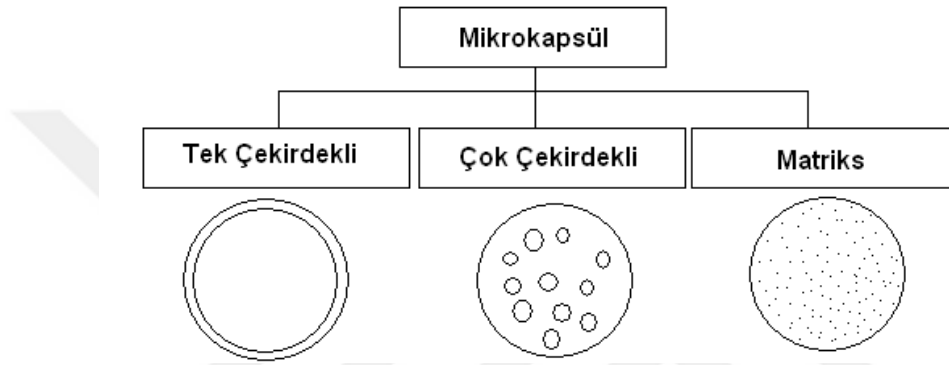
4.2. Mikrokapsül Morfolojileri

Mikrokapsüllerin morfolojisi esas olarak, çekirdek materyaline ve mikrokapsülleme işlemine bağlı olarak değişmektedir. Mikrokapsüller küre şeklinde veya

düzensiz şekilde meydana gelebilmektedir. Tek çekirdekli, çok çekirdekli veya matriks yapıda olabilmektedir [102].

Tek çekirdekli mikrokapsüllerde, çekirdek materyali bir kabuk tarafından kesintisiz bir şekilde sarılmaktadır. Çok çekirdekli mikrokapsüllerde ise çekirdek materyali mikrokapsül içerisinde farklı kısımlarda toplanmış olup etrafı kabuk materyali tarafından sarılmaktadır. Matriks tipi mikrokapsüllerde çekirdek materyali kabuk materyali içerisinde homojen olarak dağılmaktadır [50,102].

Mikrokapsül morfolojileri görüntüleri Şekil 4.2’de verilmektedir [65].



Şekil 4.2. Mikrokapsül morfolojileri [65]

4.3. Mikrokapsülleme Teknikleri

Mikrokapsül yapım yöntemlerinde, çekirdek maddenin polimer içinde mikron boyutunda dağılmasını sağlayabilmek için, iki karışmayan sıvıdan (kabuk ve çekirdek madde) emülsiyon yapımı ilk aşamadır [51]. Pek çok alternatif mikrokapsülleme tekniği olması sebebiyle, farklı öz maddelerini kapsüllemek üzere farklı teknikler kullanılmaktadır. En uygun kapsülleme metodunun belirlenmesinde;

- Mikrokapsül boyutlarının kullanım amacına uygun büyüklükte ve dayanımda elde edilebilmesi,
- Her bir tanecik için kapsülleme veriminin yüksek olması,
- Kabuk maddesi ile kapsülleme metodunun birbiriyle uyumlu olması,
- Mikrokapsülleme için gerekli olan donanımların ve işlem maliyetinin uygunluğu,
- Yüksek hacimlerde mikrokapsül üretimine elverişli olması,
- Mikrokapsülleme sürecindeki parametrelerin kontrol edilebilirliği gibi faktörler göz önünde bulundurulmaktadır [47].

Genellikle mikrokapsülleme teknikleri mekanik ve kimyasal olmak üzere iki temel gruba ayrılmaktadır. Çizelge 4.2'de yaygın olarak kullanılan mikrokapsülleme yöntemleri verilmiştir [105].

Çizelge 4.2. Yaygın olarak kullanılan mikrokapsülleme yöntemleri [105]

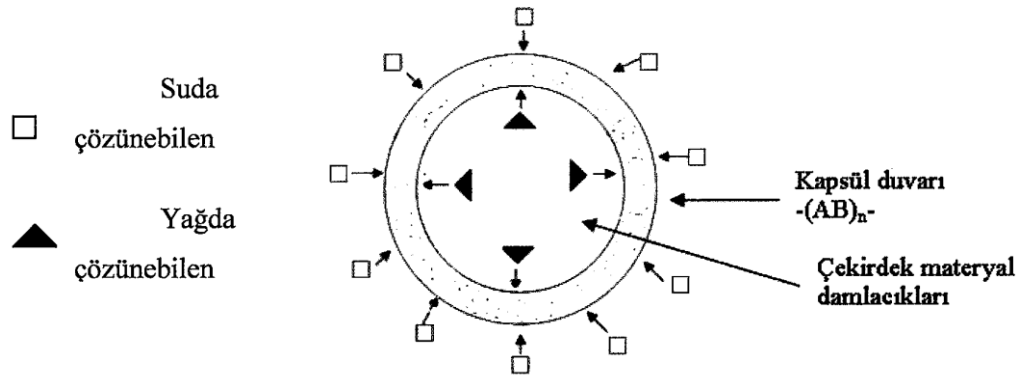
Kimyasal Yöntemler	Mekanik Yöntemler
Yüzeyler Arası Polimerizasyon - Emülsiyon Polimerizasyonu - Misel Polimerizasyonu - Radikal Zincir Polimerizasyonu - Polikondenzasyon Polimerizasyonu İşlem Sürecinde (In-Situ) Polimerizasyon Faz Ayrımı Metodu (Koaservasyon) - Basit Koaservasyon - Kompleks Koaservasyon Süperkritik Akışkan Yöntemi Moleküler Kapsülleme Yöntemi	Püskürterek Kurutma Yöntemi Soğutarak Kurutma Yöntemi Sıcak Eriyik Mikrokapsülasyonu Santrifuj Yöntemi Rotasyonel Süspansiyon Ayırma Akışkan Yatak Yöntemi

4.3.1. Kimyasal yöntemler

4.3.1.1. Yüzeyler arası polimerizasyon

Yüzeylerarası polimerizasyon, organik ve sulu fazın oluşturduğu emülsiyon sisteminde, iç fazın yüzeyinde bulunan monomer ile dış faz içinde çözünmüş olan monomerin, iç fazın üzerinde polimerizasyonudur [43]. Bu yöntem ile yüksek molekül ağırlığına sahip, ince kapsül duvarı oluşturulmaktadır [45].

Yüzeyler arası polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.3'te gösterilmektedir.



Şekil 4.3. Yüzeyler arası polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [43]

Şekil 4.3'te görüldüğü gibi, yüzeyler arası polimerizasyon genellikle iki reaktif monomer gerektirmektedir. Monomer A ve B polifonksiyonel, polikondenzasyon reaksiyonu yapabilen monomerlerdir [43]. Monomerlerin reaktif gruplarının adım adım

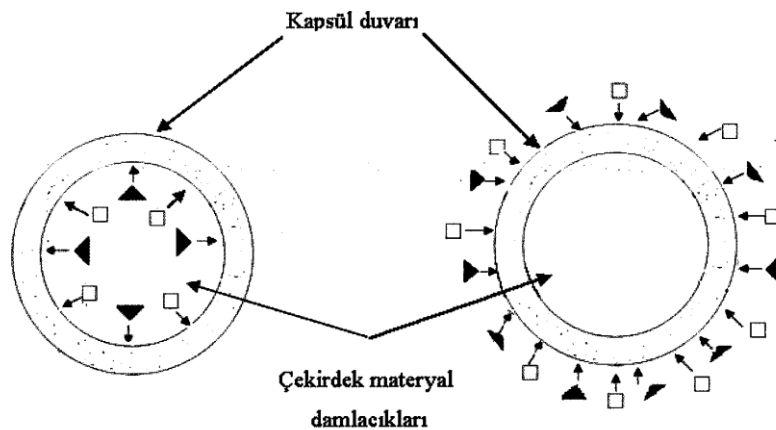
tepkimesiyle polimerleşme gerçekleşmektedir [45]. Monomerler birlikte difüze olup ara yüzeyde ince bir kaplama oluşturacak şekilde polimerleşmektedirler. [105]. Bu yöntemin avantajı, monomer kombinasyonlarının değiştirilmesi ile mikrokapsüllerin özelliklerinin değiştirilmesine imkan vermesidir [43].

Yüzeyler arası polimerizasyon ile mikrokapsülleme işleminde özellikle çekirdek materyal ile monomerler arasında hiçbir reaksiyon gerçekleşmemesi gerekmektedir. Bu özellik yöntemin kullanımını sınırlamaktadır. Bu yöntemde kullanılan duvar malzemelerine örnek olarak; poliamid, poliüre, poliüretan, polifenilester ve epoksi reçineleri verilebilmektedir. Bu yöntemin dezavantajı, kapsüllerin ince duvarlı olması (2-2000 µm) ve yeterli sertliğe sahip olmamasıdır [43].

4.3.1.2. İşlem sürecinde (in-situ) polimerizasyon

İşlem sürecinde polimerizasyon, yüzeyler arası polimerizasyon ile benzerlik göstermektedir. Bu yöntem, suda çözünmeyen sıvı çekirdek materyallerinin ve katı çekirdek materyallerinin mikrokapsülasyonunda kullanılmaktadır. Yüzeyler arası polimerizasyonda monomerler her iki fazda bulunmakta ve polimerizasyon reaksiyonu kapsülasyon reaktörünün içerisinde meydana gelmekte iken; işlem sürecinde polimerizasyonda çekirdek materyalinin olduğu fazda hiçbir reaktif ajan bulunmamaktadır [105]. Bu yöntem sürecinde, polimerizasyon reaksiyonuna giren monomer ve katalizörler ortamda çözünürken, oluşan polimer çözünmemektedir. Böylece polimerleşme reaksiyonu, çekirdek damlacıklarının yüzeyinde olmakta ve oluşan polimer, çekirdeğin tüm yüzeyini kaplamaktadır [43].

İşlem sürecinde polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.4'te gösterilmektedir.



Şekil 4.4. İşlem sürecinde polimerizasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [43]

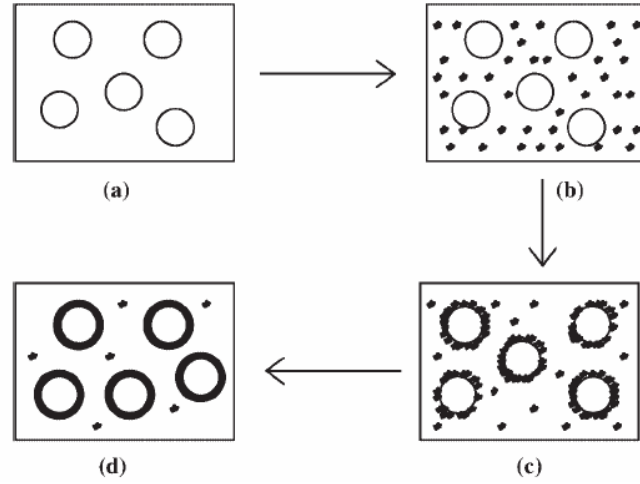
Bu yöntemde, yüzeyler arası polimerizasyonda olduğu gibi, uygun bir karıştırıcı ve yüzey aktif madde ile çekirdek maddenin sulu emülsiyonu oluşturulmaktadır. Emülsiyon oluştuktan sonra ön polimer ilave edilmekte ve polimerizasyonun devam etmesi için pH ve sıcaklık uygun şartlara getirilmektedir. İşlem sürecinde polimerizasyonda en çok kullanılan monomerler üre-formaldehit, melamin-formaldehit ve üre-melamin-formaldehit monomerleridir [105].

4.3.1.3. Faz ayrımı metodu (Koaservasyon)

Koaservasyon yöntemi, mikrokapsülleme yöntemlerinin en iyi sonuç veren ve en çok kullanılan yöntemi olarak bilinmektedir. Bu yöntem, mikrokapsülleme teknolojisinin orijinal yöntemi olarak da bilinmektedir [130].

Koaservasyon; bir polimer çözeltisinde herhangi bir etki ile polimerin çözünürlüğünün azalarak, polimerce zengin sıvı damlacıklarının ortamdan ayrılıp ortamla karışmayan ayrı bir faz oluşturması anlamına gelmektedir. Bu terimi ilk olarak 1929 yılında Kruyt ve Bungenberg de Jong kullanmıştır. Kruyt ve Bungenberg de Jong bu terimi, sulu ortamda çözünen polimerlerden faz ayrışması olayı için kullanmıştır. Terim küme anlamına gelen Latince "*acervus*" kelimesinden gelmektedir. Fakat günümüzde bu terim, organik çözücüde çözülmüş polimerlerden faz ayrışmasını da kapsamaktadır [63]. Birçok doğal polimer (jelatin, agar, arap zıkkı, şeftali zıkkı gibi) bu metoda uygundur [51,105].

Koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.5'te gösterilmektedir.



Şekil 4.5. Koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumunun şematik olarak gösterimi a. Mikrokapsülü yapılacak sıvı veya katı maddenin (çekirdek) ortamdaki dispersiyonunun hazırlanması b. Kaplayıcı maddenin ortamdaki çözünürlüğünün azaltılması ile ayrı bir faz halinde ayrılması ve kaplayıcı madde damlacıklarının çekirdek partikülleri etrafında toplanması c. Kaplayıcı madde damlacıklarının birleşerek kaplamayı oluşturması d. Çekirdek üzerinde toplanan kaplayıcı maddenin sertleştirilerek kabuk haline dönüştürülmesi [61]

Bu yöntem sulu ve organik faz ayrımı olmak üzere iki grup altında incelenmektedir. Sulu çözücünden faz ayrımı ise, basit ve kompleks koaservasyon olmak üzere ikiye ayrılmaktadır [65].

4.3.1.3.1. Basit koaservasyon

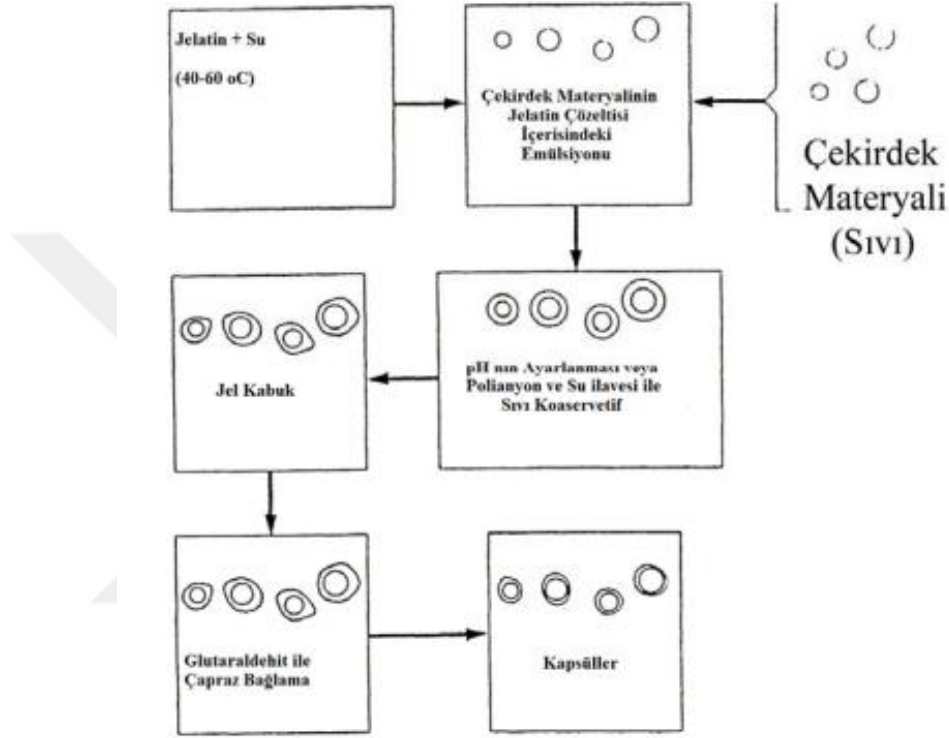
Basit koaservasyon, tuz veya alkol gibi suya ilgisi yüksek olan maddelerin çözeltiye eklenmesiyle gerçekleştirilmektedir. Sıcaklık, pH, çözücü ve tuz uygun oranlarda seçilmiş ise herhangi bir sulu polimer çözeltisi basit koaservasyona uğramaktadır. Eklenen maddeler, biri kolloid damlacıklar açısından yoğun, diğeri ise seyreltik iki fazın oluşmasına neden olmaktadır. Ayrı fazların oluşmasından dolayı, polimer katılarak çekirdek maddenin çevresini sarmaktadır. Kullanılan polimere ve sisteme göre ilave çapraz bağlayıcılarla kabuk sertleştirilmektedir [61].

4.3.1.3.2. Kompleks koaservasyon

Kompleks koaservasyonda birden fazla kolloidal katı vardır. Kompleks koaservasyon, karşıt yükler taşıyan polimerlerin (Jelatin ve arap zımkı gibi) birbirleriyle etkileşmesiyle, çözünürlüğün azalarak kompleks oluşumunu sağlaması ve faz ayrışması meydana gelmesi şeklinde açıklanmaktadır. Bu etkileşme pH ve sıcaklık değişimiyle olmaktadır. Nötral pH'daki jelatin ve arap zımkının birlikte kullanımı bu yöntemde iyi bir örnektir [51].

Kompleks koaservasyon esnasında, hidrofilik kolloidin sulu çözeltisi hazırlandıktan sonra ortama farklı yükteki ikinci kolloid ilave edilmektedir. İkinci kolloidin ilavesinden sonra, kolloidler çekirdek madde etrafında toplanmaktadırlar. Böylece kompleks koaservasyona göre mikrokapsülleme gerçekleşmektedir [61].

Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.6'da gösterilmektedir.



Şekil 4.6. Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [102]

4.3.1.4. Süperkritik akışkan yöntemi

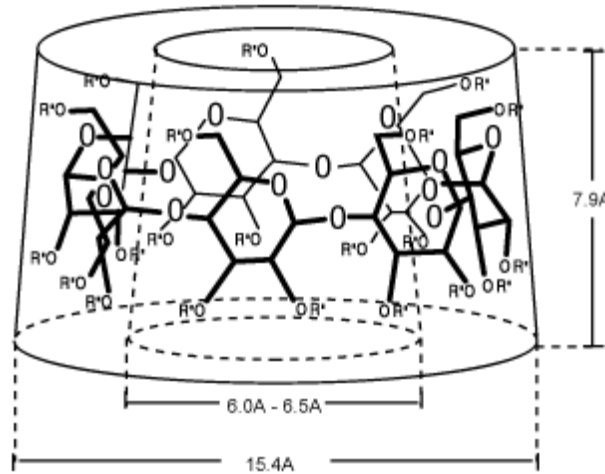
Süperkritik akışkanlar, hem sıvıların hem de gazların özelliklerini gösteren ve çok fazla sıkıştırma kabiliyetine sahip olan gazlar olarak tanımlanmaktadır. Bu akışkanlar ile ilgili son yıllarda çok sayıda araştırma yapılmış ve en sık kullanılan akışkanların CO₂, alkanlar (C₂-C₄) ve azot oksitler (N₂O) olduğu ve hidrojen ve nitrojen gibi gazlarda çözünebildikleri veya bunlarla karıştırılabildikleri belirtilmiştir. Sıcaklık ve basınçta yapılacak olan küçük değişiklikler ile süperkritik akışkanların yoğunluğunda kritik noktaya ulaşabilecek büyük yoğunluk değişimleri elde edilebilmektedir. Bu özelliklerinden dolayı, süperkritik akışkanlar birçok endüstri uygulamasında kullanılabilmektedir. Süperkritik CO₂, toksik ve yanıcı özelliklerine rağmen, ucuz ve yüksek saflıkta elde edilebilmesinden ve düşük kritik sıcaklık değerine sahip olmasından dolayı en çok kullanılan süperkritik

akışkandır. Pestisitler, pigmentler, ecza maddeleri, vitaminler, koku ve tat veren maddeler ile boyarmaddeler bu yöntem ile kapsüllenebilmektedir. Bu yöntemde, çözünen (akrilatlar, polietilen glikol) veya çözünmeyen (proteinler, polisakkaritler) birçok kabuk materyali kullanılabilir [61,105].

4.3.1.5. Moleküler kapsülleme yöntemi

Kapsülasyon yöntemlerinden bir diğeri ise içerik (inklüzyon) kompleksleri hazırlanmasıdır. Bu komplekslerin hazırlanmasında yoğun olarak siklodekstrin adı verilen maddelerden yararlanılmaktadır [105]. Siklodekstrinler polar hidrofilik bir dış yüzeye ve hidrofilik ortamda hidrofob bileşiklere ev sahipliği yapmalarını sağlayan, hidrofobik bir iç yüzeye sahiptir [131]. Siklodekstrinler, yapılarındaki iç boşlukta organik bileşikler depolayarak, inklüzyon kompleksleri oluşturmakta, böylece birkaç fonksiyonel özelliği taşıyabilmektedirler. Tekstil materyallerine antimikrobiyel etki, koku gibi değerlerin kazandırılmasında siklodekstrinlerin bu etkileşimlerinden yararlanılmaktadır. Eczacılık, diğer boya sanayi, gıda, tıbbi tekstiller, teknik tekstiller, kozmetik vb. sektörlerde kullanılmaktadırlar [132].

Siklodekstrinlerin molekül yapısı Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7. Siklodekstrinlerin molekül yapısı [131]

Siklodekstrinler sulu ortamda boyarmadde, ilaç, küçük anyonlar, karboksilik asit ve alkoller gibi birçok maddeyle kompleks oluşturabilmektedir. Misafir moleküllerin siklodekstrin ile bağlanması kalıcı değildir. Kompleks oluşumu; su, kimyasal madde ve siklodekstrin konsantrasyonuna bağlı bir denge üzerinden yürümektedir. Siklodekstrin ile misafir molekülleri arasında hidrojen köprüleri, van der Waals kuvvetleri ve hidrofobik etkileşim gibi kovalent olmayan fiziksel etkileşimler meydana gelmektedir [131].

4.3.2. Mekanik yöntemler

4.3.2.1. Püskürterek kurutma yöntemi

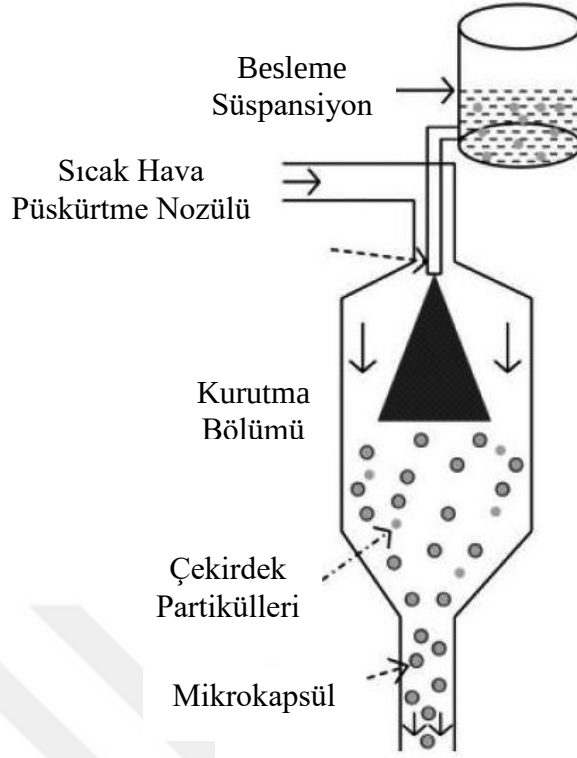
Püskürterek kurutma, bir koruyucu matriks içerisinde etken maddenin hapsedildiği bir kapsülleme metodudur. Diğer konvansiyonel mikrokapsülleme teknikleri ile karşılaştırıldığında, püskürterek kurutma yönteminde nispeten basit ve sürekli bir proses işlemi içinde mikrokapsüllerin üretilmesi avantaj sunmaktadır [105]. Püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülleme düşük maliyeti sebebiyle; özellikle yağların, tat vericilerin ve kokuların kapsülasyonunda sıkça kullanılmaktadır [61].

Püskürterek kurutmada çekirdek materyal bir polimer çözeltisinin içerisinde çözülür. Elde edilen çözelti sistemi, düzenin içerisinde pompalanarak içinde sıcak hava bulunan bir kabine aerosol halinde püskürtülmektedir. Kabin içerisindeki sıcak hava nedeniyle, çözgen uzaklaştırılmakta ve çekirdek parçacıklarının üzerindeki kabuk materyali sertleşmektedir. Bu yöntem ile, çok çekirdekli veya matriks tipli mikrokapsüller elde edilebilmektedir. Çekirdek-materyal oranı, viskozite, konsantrasyon ve başlangıç çözeltisinin sıcaklığı mikrokapsüllerin özelliklerini etkilemektedir [65].

Genellikle, püskürterek kurutma yöntemiyle üretilen mikrokapsüller, mikroküre formundadırlar. Mikrokapsülleme boyunca kapsül büyüklüğü dağılımı birçok parametreye bağlı olmasına rağmen, bu yöntemle partikül büyüklüğü 100 µm'den küçük olan kapsüller elde edilmektedir [105].

Püskürtmeli kurutucuda en önemli dezavantajlardan biri ise, öz maddenin işlem sırasında yüzeye yapışabilme olasılığıdır. Bu durum, üründe oksidasyonun artmasına ve aroma değişimlerine neden olabilmektedir. Ayrıca, sadece sıvı ürünlerde kullanılabilmesi ve sadece kısıtlı öz maddeler ile çalışılabilmesi bir diğer dezavantajdır [68].

Püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.8'de gösterilmektedir.



Şekil 4.8. Püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [61]

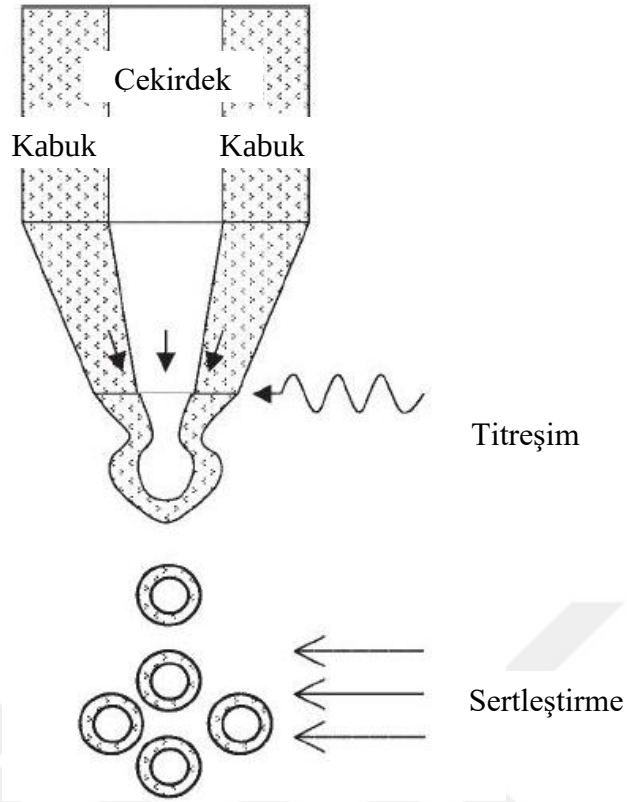
4.3.2.2. Soğutarak kurutma yöntemi

Prensip olarak, püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsül üretimi ile aynıdır. Bu yöntemde, kurutma işlemi sıcak hava yerine soğutularak yapılmaktadır [65]. Bu yöntemde çekirdek materyal, sıvı halde bulunan duvar materyali içerisine yayılıp, daha sonra da bir atomlaştırıcı yardımı ile atomlaştırılmaktadır. Atomlaştırma sonucu oluşan damlacıklar hemen soğuk bir ortama alınmakta ve katılaşmaları sağlanmaktadır [43].

4.3.2.3. Sıcak eriyik yöntemi (Ekstrüder yöntemi)

Sıcak eriyik yöntemi, çekirdek materyalinin eriyik halindeki polimerin içerisine karıştırılmasıyla gerçekleştirilmektedir. Eriyik polimer, camlaşma sıcaklığının altında soğumaya başlayarak kabuk materyalini oluşturmakta, kabuk materyali uygun bir çözügen içerisinde çözülerek, istenen viskozitede ekstrüdere gönderilmektedir. Bu durumda çözügen, ekstrüder çıkışında sıcak hava ile uzaklaştırılarak, katılaşmakta veya koagülasyon banyosuna aktarılarak jelleşmesi sağlanmaktadır [65].

Sıcak eriyik yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.9'da gösterilmektedir.



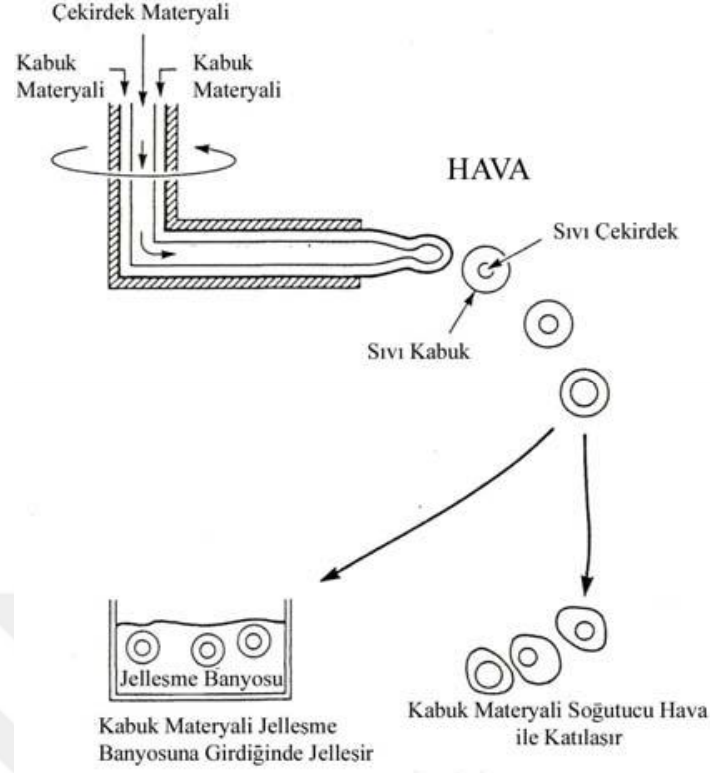
Şekil 4.9. Sıcak eriyik yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [61]

Sıcak eriyik yöntemi ile kapsülasyon işlemi sonucunda, elde edilen partikül boyutu 300 ile 5000 μm arasında değişmektedir. Aroma maddelerini oksidasyona karşı koruması, yöntemin en önemli avantajlarındanıdır. Yüksek maliyet, üründe düşük aroma tutunması ve soğuk suda düşük çözünürlük özellikleri göstermesi ise dezavantajlarıdır. Maliyeti püskürterek kurutma yöntemine göre yaklaşık iki kat fazladır [68].

4.3.2.4. Santrifüj yöntemi

Santrifüj yöntemi ile mikrokapsülleme, yöntem olarak, sıcak eriyik yöntemine benzemektedir. Bu yöntemde, birbiriyle karışmayan iki sıvı dönen düzelerden geçirilmektedir. Düzeden çıkan kabuk materyali hızla soğuyarak katılaşmakta ve çekirdek materyalinin etrafını kaplamaktadır. Eriyik haldeki kabuk materyalinin düşük viskoziteye sahip olması, soğutma sırasında hızlı kristalizasyonunu sağlamaktadır. Santrifüj yönteminde çekirdek madde olarak en uygun olan, sulu çözeltiler gibi polar yapıdaki çözeltilerdir [65].

Santrifüj yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.10'da gösterilmektedir.

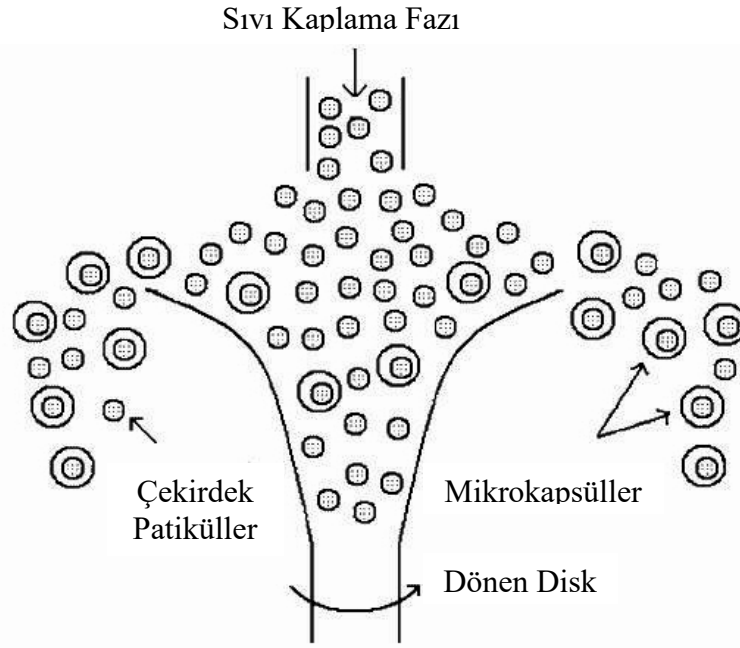


Şekil 4.10. Santrifüj yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [102]

4.3.2.5. Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi (Döner disk yöntemi)

Bu yöntem sıcak eriyik, püskürterek kurutma ve santrifüj yöntemlerine oldukça benzemektedir. Yöntemde, sıvı kaplama materyali içerisindeki çekirdek parçacıklarının süspansiyonu dönen disk üzerine dökülmekte ve diskin dönme hareketine bağlı olarak, çekirdek parçacıkları kaplama materyali ile kaplanmaktadır. Daha sonra, merkezkaç kuvveti ile disk kenarından fırlayan, kalan kaplama materyali genellikle soğutma ile sertleştirilmektedir [61].

Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 4.11'de gösterilmektedir.



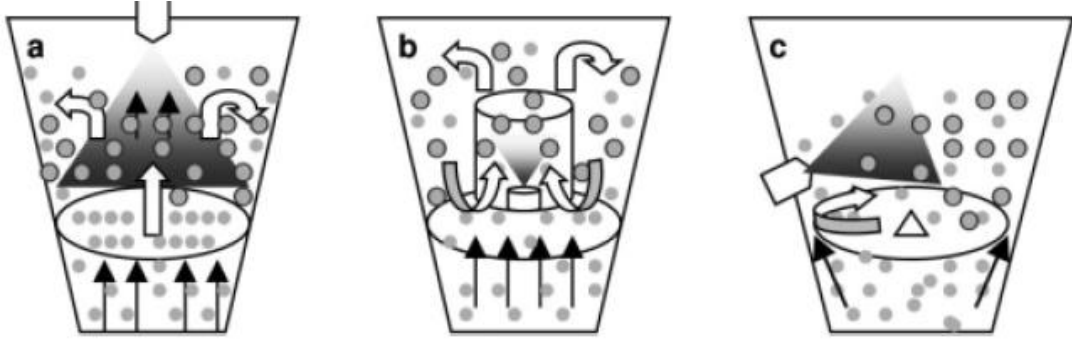
Şekil 4.11. Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [61]

Bu kapsülasyon yöntemi hızlı, ucuz, oldukça basit olması ve yüksek verim eldesi sebebi ile sık kullanılmaktadır. Bu yöntem ile 150 μm 'nin altında boyutlara sahip mikrokapsüller elde edilebilmektedir. En iyi kapsülasyon verimi, 100-150 μm çaplı küre formu parçacıkların yüzeyinde, kaplama materyalinin hızlı soğutulması ile elde edilebilmektedir [61,65].

4.3.2.6. Akışkan yatak yöntemi

Akışkan yatak yöntemi, optimal ısı değişimi ile katı veya gözenekli partiküllerin kapsülasyonunda kullanılmaktadır [61]. Bu yöntemde toz halindeki çekirdek madde, akışkan yatak kullanılarak, havada süspansiyon edilmekte ve üzerine kapsül çeperini oluşturacak çözelti, süspansiyon veya emülsiyon halindeki kabuk maddesi püskürtülmektedir. Daha sonra, çözücü uzaklaştırılarak, kabuk maddesinin çekirdek materyalini kaplaması sağlanmaktadır. Bu yöntemle etil selüloz, metil selüloz, stearil alkol, selüloz asetatftalat, zamlar, mumlar ve reçineler kabuk maddesi olarak kullanılabilir. Üretim kapasitesinin yüksek olması, her şekildeki partikülün kapsüllenmesine olanak sağlaması ve uygun kurutma koşulları bu yöntemin avantajlarındandır. Ancak, 75 μm 'den küçük partiküllerin kaplanması dispersiyon güçlüğü bulunmaktadır [65].

Yukarıdan püskürtmeli, aşağıdan püskürtmeli ve teğetsel püskürtmeli olmak üzere üç farklı akışkan yatak kaplayıcı kullanılmaktadır (Şekil 4.12) [102].



Şekil 4.12. (a) Yukarıdan püskürtmeli, (b) aşağıdan püskürtmeli, (c) teğetsel püskürtmeli akışkan yatak yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [102]

4.4. Mikrokapsül Teknolojisinin Tekstilde Kullanımı

Tekstil endüstrisinde mikrokapsüllerin kullanımı, 1990'lı yılların başlarında yerel olarak yayılmaya başlamıştır. Fakat başta, mikrokapsüllerin tekstil araştırma ve gelişme sahnesinde ilerlemesi yavaş olmuştur. Bu dönemde özellikle, Batı Avrupa, Japonya ve Kuzey Amerika'da mikrokapsüllerin tekstilde kullanılması ile ilgili çalışmalar üzerinde durulmuştur. Gelişmiş ülkelerin, medikal tekstiller, teknik tekstiller gibi yeni ve eklenmiş özelliklere sahip tekstillerle ilgilenmesi diğer teknolojilerin tekstilde kullanılmasını sağlamıştır [63].

Tekstil endüstrisinde çoğunlukla koku ve nemlendirici içeren mikrokapsüller kullanılmaktadır. Ayrıca mikrokapsüller; böcek kovucular, boyarmaddeler, vitaminler, antimikrobiyel maddeler, faz değiştiren maddeler ile antibiyotikler, hormonlar ve diğer ilaçları içeren medikal tekstillerde de kullanılmaktadır [133].

4.4.1. FDM içeren mikrokapsüller

Kapsüllenmiş FDM'ler ilk olarak, 1980'li yıllarda US Aeronautics ve NASA tarafından, giysinin termal bariyer özelliklerini yönetmek amacıyla kullanılmıştır. Astronotların uzaydaki görevleri boyunca karşılaştıkları, olağanüstü sıcaklık değişimlerinin etkilerini azaltmak amacıyla, FDM'ler kapsüllenmiştir. Fakat bu teknoloji uzayla sınırlı kalmamıştır. Daha sonra geliştirilen çalışmaların The Triangle Research and Development Co. Tarafından, Outlast teknolojisi olarak lisansı alınmıştır. Bu teknoloji tekstil liflerinde ve kumaş kaplamalarında kullanılmıştır. FDM kapsülleri günümüzde her çeşit materyale uygulanmaktadır. MikroFDM'ler ısı düzenleyici liflerin, kumaşların ve köpüklerin üretiminde kullanılmıştır. MikroFDM'ler; üre-formaldehit, çapraz bağlanmış naylon, melamin-formaldehit, jelatin-formaldehit ve poliüretanın kabuk maddesi olarak

kullanılmasıyla sentezlenmektedir ve genelde 150 °C'den daha düşük sıcaklıkta kullanılmaktadır [63,133].

FDM içeren mikrokapsüller; zor hava şartlarından koruyacak giysilerde (eldiven, çorap, şapka vb.), dış giysilerde (ceket, mont vb.) ve ev tekstilinde (battaniye, yorgan, yastık vb.) kullanılmaktadır [133].

4.4.2. Koku içeren mikrokapsüller

Kokuların tekstil materyaline eklenmesi, son yıllarda bitim işlemi olarak gerçekleştirilmektedir. Bunlar tekstile güzel, taze bir aroma kazandırmak için tasarlanmıştır. Fakat, kokunun uygulanmasında kullanılan teknoloji ne olursa olsun etki kısa ömürlü olmaktadır. Kokuların life ve kumaşa uygulanması için çalışmalar yapılmış; fakat etki birkaç yıkamayla sınırlı kalmıştır. Ancak mikrokapsüllerin gelişmesiyle, esans ve aroma içeren mikrokapsüllerin üretilmesi ve 25 yıkamaya kadar dayanıklı tekstil yüzeylerinin elde edilmesi mümkün olmuştur [80]. Koku içeren mikrokapsüller değişik uygulamalarda kullanılmaktadır. Bunlardan bazıları; çocuk kıyafetlerinde, ev ve işyerlerinde aromaterapi amaçlı kullanımı içermektedir [63,133].

4.4.3. Renk değiştiren maddeler içeren mikrokapsüller

Renk değiştiren teknoloji uygulamaları üzerinde çalışmalar, yıllardır devam etmektedir. Bu teknoloji sağlık ve güvenlik gereksinimlerini karşılamak amacıyla, tekstillere uygulanmaya başlamıştır. Buna ek olarak t-shirtler ve yüzme kıyafetlerinde de kullanılmaktadır [63].

Tekstilde, sıcaklığa tepki olarak renk değiştiren (termokromik) ve UV ışığına tepki olarak renk değiştiren (fotokromik) maddeler içeren mikrokapsüller kullanılmaktadır. Fotokromik ve termokromik maddeleri kapsüllemek için koaservasyon ve ara yüzey polimerizasyonu yöntemleri kullanılmaktadır. Yeterli raf ömrünü ve tekstillerde sürekliliği sağlamak için, ara yüzey polimerizasyonu tekniği benimsenmiştir. Termokromik ve fotokromik boyaların mikrokapsüllemesi için kullanılan kabuk maddeleri üre veya melamin-formaldehit sistemidir [133].

4.4.4. Güç tutuşan maddeler içeren mikrokapsüller

Güç tutuşan maddeler birçok tekstil ürününe uygulanmaktadır; ancak kullanılan maddelerin tutumunun ve dökümlülüğünün olumsuz etkilemesi gibi dezavantajları

bulunmaktadır. Bu gibi dezavantajları ortadan kaldırmak amacıyla, güç tutuşan maddeler, mikrokapsüllenerek kullanılmış ve mikrokapsüllenmiş güç tutuşan maddelerin, kapsüllenmemiş olanların tekstillerde sebep olduğu dezavantajları ortadan kaldırdığı ve dayanımını arttırdığı görülmüştür [133].

4.4.5. Diğer mikrokapsül uygulamaları

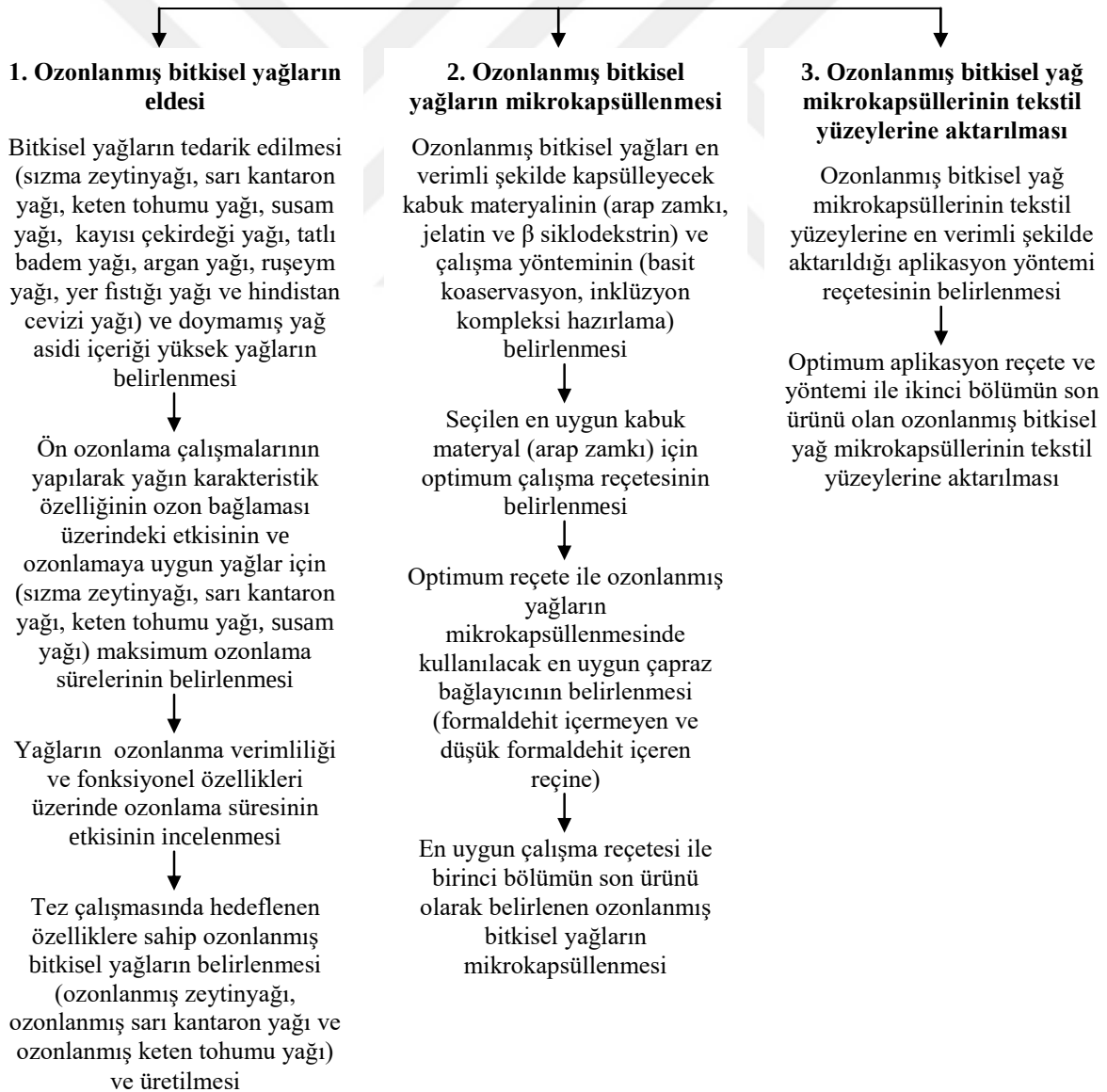
Fransa'da sargı bezlerine ve spor çoraplara uygulamak amacıyla, ipek proteini nemlendiricileri ve gliserol sterat kapsüllenmiştir. Böylece, tekstil materyalinin deriye direkt temas ettiği medikal uygulamalarda, konforu arttırmak amaçlanmıştır. Çeşitli haşerelerle mücadele edebilmek amacıyla, tekstil materyallerine böcek ilacı ve askarisid uygulanmıştır. Hem kullanıcıyı aşırı dozda tehlikeli kimyasallara maruz bırakmayan, hem de haşereler için öldürücü etki yapabilecek mikrokapsülleme teknolojisi uygulama için kullanılmıştır. Sonuç olarak, askarisid içeren uzun ömürlü etkiye sahip yatak çarşafı üretilmiştir [63]. Bunların yanında literatür incelendiğinde, bazı antibakteriyel, antifungal, antienflamatuvar maddelerin mikrokapsüllenip tekstil yüzeylerine aktararak, medikal amaçlı kullanılabilecek tekstil yüzeylerinin elde edilebildiği çalışmalara rastlanmaktadır [102,104,105,107].

5. MATERİYAL VE METOT

5.1. Çalışmanın Amacı

Bu tez çalışmasında, medikal amaçlı kullanılabilecek, ozonlanmış yağ mikrokapsülleri içeren tekstil yüzeylerinin elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda çalışma; antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özellikleri gösteren, biyolojik olarak uyumlu "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi", bu özellikleri gösteren "ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi" ve elde edilen "ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması" olarak üç ana bölüme ayrılmıştır. Çalışmada kullanılan iş akışı Çizelge 5.1'de verilmiştir.

Çizelge 5.1. Çalışmada kullanılan iş akışı



5.2. Materyal

5.2.1. Ozonlanmış bitkisel yağların eldesinde kullanılan materyal ve cihazlar

Ozonlanmış bitkisel yağların üretimi çalışmalarında kullanılacak, doymamış yağ asidi içeriği yüksek bitkisel yağların belirlenmesi amacıyla;

- sızma zeytinyağı,
- sarı kantaron yağı,
- keten tohumu yağı,
- susam yağı,
- kayısı çekirdeği yağı,
- tatlı badem yağı,
- argan yağı,
- ruşeym yağı,
- yer fıstığı yağı ve

- hindistan cevizi yağı kullanılmıştır. Yağların tamamı "Zade Vital" firmasından tedarik edilmiştir. Tedarik edilen yağların özellikleri ve faydaları aşağıda verilmiştir.

- Zeytinyağı soğuk olarak preslenen zeytinden elde edilmekte ve kimyasal içermemektedir. Zeytinyağı % 65-85 tekli doymamış yağ asidi (oleik asit) ve % 4-15 oranında ikili doymamış yağ asidi (linoleik asit) içermektedir [135]. Zeytinyağının kandaki kolesterolün dengelenmesine ve antioksidan etkisi nedeniyle, hücre yenilenmesine ve yaşlanma etkilerinin geciktirilmesine yardımcı olabildiği bilinmektedir. Ayrıca, sindirim sistemi için faydalı olduğu ve cilt sorunlarında destekleyici olarak kullanılabildiği belirtilmektedir [136].

- Halk arasında “sarı kantaron, binbirdelik otu” olarak bilinen *Hypericum perforatum* bitkisinin [9] çiçeklerinden hareketle hazırlanan ve ülkemizde halk arasında “kantaron yağı” olarak bilinen yağ da, çok eski çağlardan bu yana kullanılmaktadır. Yağ asidi içeriği bakımından zeytinyağına benzemektedir [134]. Özellikle yara ve yanık tedavisinde kullanılan sarı kantaron yağının antibakteriyel, antitümör, antiviral ve antidepresan özelliğe sahip olduğu bilinmektedir [14]. Güneş yanıklarına, romatizma ve

kas ağrılarına sinir bölgesindeki ağrılara, hemoroide ve bebek pişiklerine iyi gelmektedir [137].

- Keten tohumu yağının % 9'u doymuş yağ, % 18'i tekli doymamış yağ ve % 73'ü çoklu doymamış yağdan oluşmaktadır [10]. İçerdiği omega 3 yağ asidine bağlı olarak kalp sağlığını koruyucu, dolaşımı destekleyici özellikleri bulunmaktadır. İltihap gidermeye yardımcı olan keten tohumu yağı, ayrıca kalsiyum emilimini artırarak, kemik sağlığına yardımcı olmaktadır [136]. Keten tohumu yağı içerisinde bulundurduğu yağ asidinin ciltte onarıcı ve iyileştirici etkisi bulunduğu bilinmektedir. Ayrıca keten tohumu yağı, sedef hastalığı, kırmızı lekeler ve benzeri deri rahatsızlıklarına ve güneş yanıklarına iyi gelmektedir [138].

- Susam, en eski yağ bitkilerinden birisidir ve susam tohumu % 40-60 oranında yağ içermektedir. Susam yağında en çok bulunan yağ asitleri sırasıyla; oleik asit (% 35,9-42,3), linoleik asit (% 41,5-47,9), palmitik asit (% 7,9-10,2), linolenik asitlerdir (% 0,3-0,4) [139]. Susam yağında toplam tokoferol miktarı 294-528 mg/kg arasında değişmektedir. Yağda eriyebilen en güçlü doğal antioksidanlar olan tokoferoller, hem yağın vitamin E olarak besleme değerini hem de sesamin ve sesamolin gibi antioksidan değerini artırmaktadır [140]. Susam yağının kolesterolü ve kan basıncını düzenlemeye yardımcı olduğu ve güneşin zararlı ışınlarına karşı koruduğu bilinmektedir [136]. Fareler üzerine yapılan bir çalışmada, susam yağının yara iyileşmesi üzerinde etkili olduğu görülmüştür [12].

- Kayısı çekirdeği içi yaklaşık % 50 civarında yağ içermektedir ve yapısında başlıca yağ asidi olarak, oleik asit (% 58,3-73,4) ve linoleik asit (% 18,8-31,7) bulundurmaktadır. Bu oranlar kayısı çekirdeği yağının tekli doymamış yağ asitlerince zengin ve doymuş yağ asitlerince de fakir bir yağ olduğunu göstermektedir. Kayısı çekirdeği yağı, tokoferolce zengin bir yağ olması nedeniyle antioksidan özellik göstermektedir [7]. Kayısı çekirdeği yağı, içerdiği antioksidan maddeler ve değişik yağ asitleri karışımı nedeniyle deri üzerinde koruyucu bir film tabakası oluşturma eğilimindedir [11]. Kayısı çekirdeği yağının akne, sivilce, saç dökülmesi, kırıksıklık gibi sorunları azalttığı ve sedef hastalığı ve bağırsak parazitlerini yok ettiği bilinmektedir [141].

- Badem % 44 oranında yağ içermektedir ve bu yağ yüksek miktarda protein, oleik ve linoleik yağ asitleri ve E vitamini içeriğine sahiptir [15]. Badem yağı, E vitamini ve mineraller açısından zengin olması sebebiyle hem cildin hem de saçların E vitamini ihtiyacını gidermektedir. Badem yağının, yaşlanma etkilerini geciktirmede, cilt

çatlaklarının giderilmesinde, sedef, egzama gibi hastalıkların azaltılmasında kullanılabileceği belirtilmiştir [136].

- Argan ağacı Fas'ın güneybatısında yetişen önemi son yıllarda hızla artan bir bitkidir. Bu bitkinin yağı çok kıymetlidir ve yapısında vitamin, yüksek oranda oleik ve linoleik asit içermektedir [142]. Argan yağının ciltteki kırıxıklıkları azalttığı ve kuru cilt ve saçı nemlendirdiği belirtilmektedir [6]. Saça doğal berrak rengini verirken UV'nin zararlı etkilerinden ve diğler çevresel faktörlerden korumaktadır [15]. Ayrıca, argan yağının ciltteki kahverengi noktaları, sivilceleri, selülit ve çatlak izlerini azalttığı bilinmektedir [143].

- Ruşeym, buğday tanesinin embriyo kısmı olup, buğday ruşeymi yaklaşık olarak % 10 yağ içermektedir. Bu yağ yüksek vitamin E ve linoleik asit (% 44-65) ve linolenik asit (% 4-11) gibi doymamış yağ asidi içeriği nedeniyle sağlığa faydalıdır. Bağışıklık ve endokrin sistemi geliştirdiği, ciltteki yara ve yanıklara iyi geldiği ve kandaki kolesterol seviyesini düşürdüğü bilinmektedir [75].

- Yer fıstığı bitkisi tohumlarında, % 45-60 oranında yağ bulunmaktadır. Yer fıstığı yağı yüksek oranda oleik asit içerdiğinden gerek fiziksel özellikleri yönünden ve gerekse besin değeri bakımından çeşitli bitkisel yağlar içinde zeytinyağına en yakın bitkisel yağ olarak tanımlanmaktadır [144]. Yer fıstığı yağının içinde bulunan doymamış yağ asitlerinin kalp ve damarları koruduğu, kandaki iyi huylu kolesterol seviyesini artırdığı, kötü huylu kolesterol ve trigliserit seviyesini ise düşürdüğü bilinmektedir [136].

- Hindistan cevizi yağı, hindistan cevizi ağacının meyvesinden veya tohumundan elde edilmektedir. Hindistan cevizi yağı, saç için gerekli olan temel proteinleri sağlamakta ve saçları yumuşatmaktadır. Ayrıca, romatizmal ağrılarda, kas ve eklem sorunlarında da kullanılabilmektedir [136]. Hindistan cevizi yağının kullanıldığı bir çalışmada hindistan cevizi yağının iltihap kurutucu, ağrı kesici ve ateş düşürücü özelliklere sahip olduğu görülmüştür [145].

Yukarıda özetlenen özellikler göz önüne alınarak, araştırmalar sonucu doymamış yağ asit içeriklerinin yüksek ve tıbbi özelliği olduğu belirlenen bitkisel yağlar tedarik edilmiş ve yağın menşesine bağlı olarak yağ asidi içeriklerinin değişebileceği ön görüldüğü için, yağların yağ asit içerikleri analiz edilmiştir. Analiz sonucu ozonlama çalışmalarında kullanıma uygun olan bitkisel yağlar belirlenmiş ve bu yağlardan daha fazla miktarlarda tedarik edilmiştir.

Tez çalışması kapsamında üretilen ozonlanmış bitkisel yağların piyasada hazır olarak satılan ticari ozonlanmış yağlarla karşılaştırılması amacıyla;

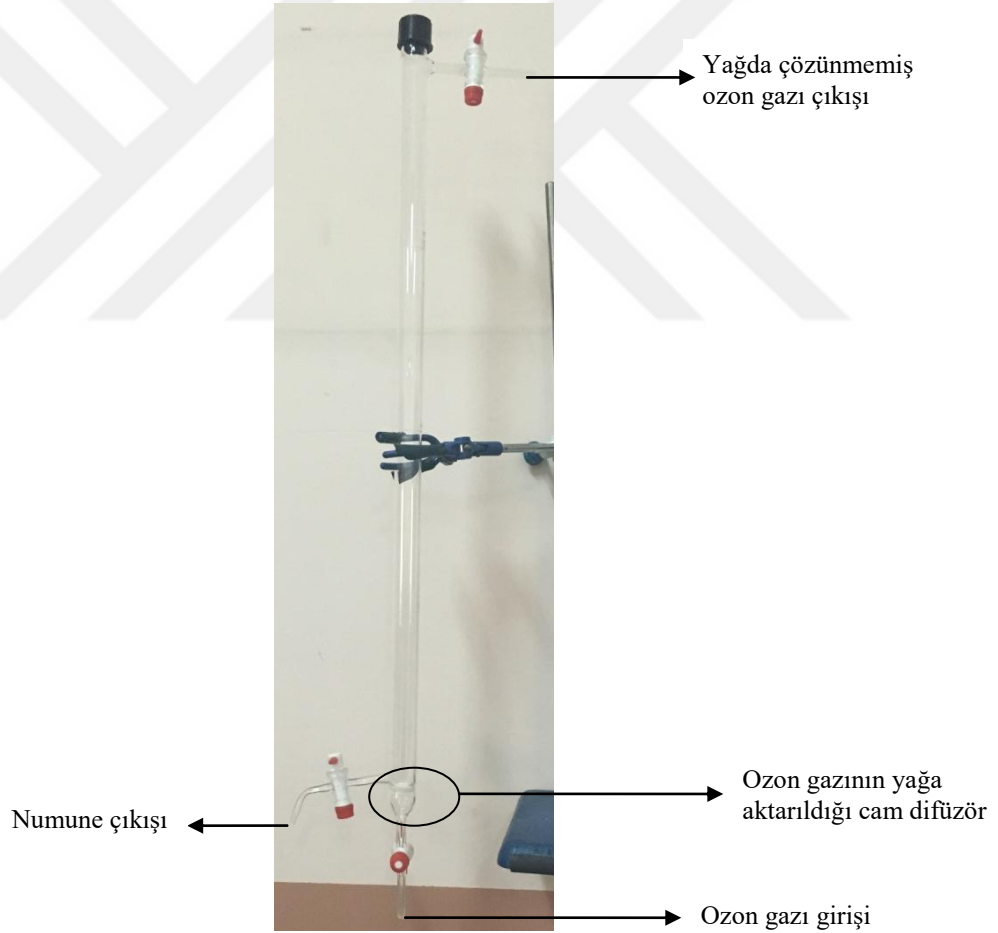
- ticari ozonlu zeytinyağı ve

- ticari ozonlu sarı kantaron yağı kullanılmıştır. Kullanılan ticari ozonlu yağlar, eczanelerde satılan "Bioset" markalı ozonlu yağlardır.

Bitkisel yağların ozonlanması çalışmalarında;

- Şekil 5.1'de verilen 200 ml hacimli, alt tarafında ozon gazının yağa aktarıldığı cam difüzör bulunan, cam reaksiyon kolonu ve

- Şekil 5.2'de verilen, saatte 25 gram ozon gazı/oksijen karışımı üreten plate sistemli, bir ozon jeneratörü (Teknozone TKZ-25G) kullanılmıştır.



Şekil 5.1. Yağların ozonlanmasında kullanılan cam reaksiyon kolonu



Şekil 5.2. Yağların ozonlanmasında kullanılan ozon jeneratörü

Çalışmada ayrıca, ozonlanmış ve ham yağların asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı analizlerini yapabilmek amacıyla;

- etilen oksit (Merck),
- dietileter (Merck),
- fenolftalein indikatörü (Merck),
- potasyum hidroksit (Merck),
- glasiyel asetik asit (Merck),
- kloroform (Merck),
- potasyum iyodür (Sigma Aldrich),
- nişasta (Sigma Aldrich),
- sodyumtiyosülfat (Sigma Aldrich),
- siklohegzan (Merck) ve
- iyot klorür çözeltisi (0,1 M) (Merck) kullanılmıştır.

5.2.2. Ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllenmesinde kullanılan materyal ve cihazlar

Ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllenmesi çalışmalarında iç faz olarak;

- ozonlanmış zeytinyağı,
- ozonlanmış sarı kantaron yağı ve

- ozonlanmış keten tohumu yağı kullanılmıştır. İç faz olarak kullanılan ozonlanmış yağlar, yapılan ön denemeler ve karakterizasyon testleri sonucu tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip olarak üretilmiş, "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü niteliğindeki yağlardır. Ayrıca karşılaştırma yapmak amacıyla, çalışma kapsamında bu yağların ham hali olan;

- ham zeytinyağı,
- ham sarı kantaron yağı ve
- ham keten tohumu yağı da iç faz olarak kullanılmıştır.

Ozonlanmış bitkisel yağları en verimli şekilde kapsülleyecek kabuk materyalini belirleyebilmek amacıyla, kapsülleme çalışmalarında dış faz olarak,

- arap zankı,
- jelatin ve
- β -siklodekstrin kullanılmıştır. Dış faz olarak kullanılan materyaller, Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir.

Arap zankı ile mikrokapsülleme çalışmalarında faz ayrımını gerçekleştirmek amacıyla;

- etanol (Sigma Aldrich) ve
- sodyum sülfat (Merck);

jelatin ile mikrokapsülleme çalışmalarında faz ayrımını gerçekleştirmek amacıyla;

- kloroform (Merck) ve
- aseton (Merck) kullanılmıştır.

Ayrıca, β -siklodekstrin ile inklüzyon kompleksleri hazırlama çalışmalarında, ozonlanmış yağ ve β -siklodekstrin çözeltilerini hazırlamak amacıyla, etanol (Sigma Aldrich) kullanılmıştır.

Arap zankı ve jelatin ile mikrokapsülleme ön denemelerinde, oluşan mikrokapsüllerin kabuklarını kalınlaştırmak amacıyla, çapraz bağlayıcı olarak formaldehit (Tekkim) tercih edilmiştir.

Arap zankı ile mikrokapsülleme ön denemelerinde, yüzey aktif madde kullanımının mikrokapsül oluşumu üzerindeki etkisini incelemek amacıyla, Tween 20 (Merck) kullanılmıştır.

Mikrokapsülleme ön denemelerinde, çözelti pH'ının mikrokapsül oluşumu üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla, çözelti pH'ı asetik asit (Merck) ve sodyum hidroksit (Merck) kullanılarak ayarlanmıştır.

Arap zankı ile ozonlanmış yağları mikrokapsülleyecek optimum reçete ile hazırlanan mikrokapsüllerinin kabuklarını kalınlaştırmak amacıyla kullanılacak, en uygun çapraz bağlayıcının belirlenmesi amacıyla;

- düşük formaldehit içeren reçine (Evopret RSF, Dystar) ve
- formaldehit içermeyen reçine (Stabitek ZF Plus, BRP Kimya) kullanılmıştır.

Mikrokapsülleme denemelerinin tamamı, Şekil 5.3'te verilen yüksek devirli karıştırıcı (Silverson L5M) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Karıştırıcı 11.000 devir/dakika çalışma hızlarına kadar çıkabilmektedir.



Şekil 5.3. Yüksek devirli karıştırıcı

5.2.3. Ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılmasında kullanılan materyal ve cihazlar

Ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması amacıyla hazırlanan aplikasyon flottelerinde,

- arap zambkı varlığı nedeniyle sertleşen kumaş tuşesini iyileştirmek amacıyla, hidrofil silikon emülsiyonu (Tubingal CML-N, CHT Kimya) ve

- mikrokapsüllerin liflere tutunmasını arttırmak amacıyla nefes alabilen binder (Rucoat EC 4811, Rudolf Duraner) kullanılmıştır.

Aplikasyon çalışmalarında, % 100 pamuklu dokuma kumaş (46x22 tel/cm, 270 gr/m²) kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan kumaş, Kahramanmaraş Matesa Tekstil işletmelerinde dokuma ve ön terbiye işlemlerinden geçirilerek boyamaya hazır olarak üretilmiştir.

Hazırlanan mikrokapsül flottelerinin tekstil yüzeylerine aktarılmasında kullanılan, emdirme ve püskürtme aplikasyon denemelerinin yapıldığı, laboratuvar tipi fulard ve püskürtme makineleri Şekil 5.4 ve Şekil 5.5'te sırasıyla verilmiştir.



Şekil 5.4. Emdirme aplikasyonlarının yapıldığı laboratuvar tipi fulard



Şekil 5.5. Püskürtme aplikasyonlarının yapıldığı laboratuvar tipi püskürtme makinesi

5.3. Metot

5.3.1. Ozonlanmış bitkisel yağların eldesi

Tez çalışmasında hedeflenen fonksiyonel özelliklere sahip ve medikal amaçlı kullanıma uygun ozonlanmış bitkisel yağların elde edilebilmesi amacıyla, çalışmanın bu bölümü dört aşamada tamamlanmıştır.

Çalışmanın birinci aşamasında; ozonun yağlarda bulunan doymamış yağ asitleri ile reaksiyona girmesi ve yağa bu doymamış yapılar üzerinden bağlanması nedeniyle, ozonlanmış yağ üretimi için uygun bitkisel yağlar belirlenmeye çalışılmıştır. Bu amaçla, tedarik edilen bitkisel yağlar karakterize edilerek yağ asidi içerikleri belirlenmiş ve çifte bağ sayısı üç olan linolenik asit ve toplam doymamış yağ asit içerikleri göz önüne alınarak bir sonraki aşamada kullanılacak yağlar belirlenmiştir.

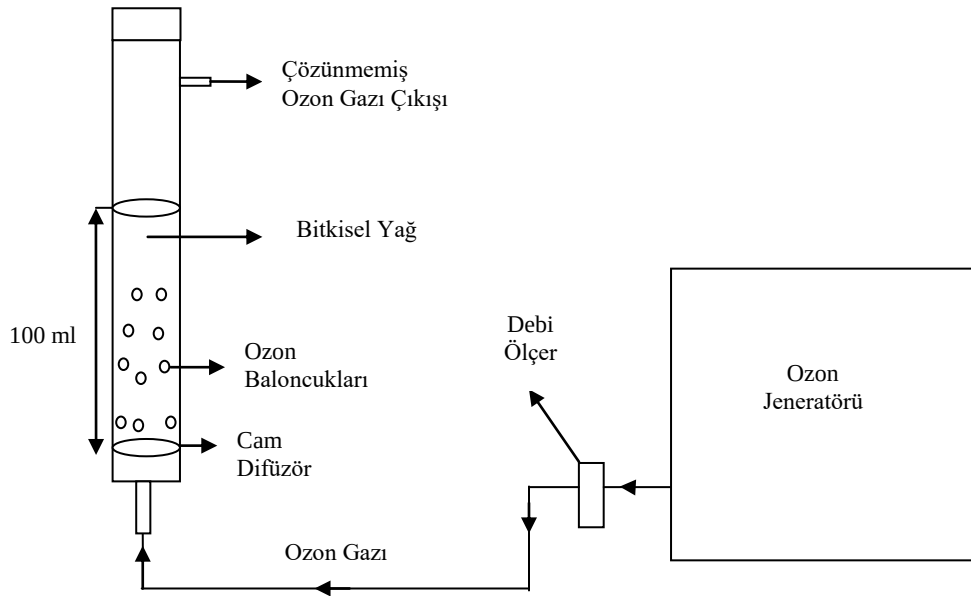
Çalışmanın ikinci aşamasında, ozonlamaya uygun olduğu belirlenen yağlar ön ozonlama çalışmalarına tabi tutularak, yağın karakteristik özelliğinin ozon bağlaması üzerindeki etkisi ve ozonlamaya uygun yağlar için maksimum ozonlama sürelerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, yapılan karakterizasyon sonucu ozonlamaya uygun olduğu düşünülen dört farklı bitkisel yağ (zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı ve susam yağı) ve düşük doymamış yağ asidi içeriğine rağmen, doymamış yağ asidi içeriği düşük olan bir yağa ozon bağlanabilirliğini araştırmak amacıyla, argan yağı 3 saat süreyle ozonlanmıştır. Çalışmanın bu aşamasında karşılaştırma yapmak amacıyla, piyasadan tedarik edilen ticari ozonlu yağlar da karakterize edilmiştir.

Çalışmanın üçüncü aşamasında, bir önceki aşamada yapılan ön ozonlama çalışmaları sonrası, ozonlamaya uygun olduğu belirlenen dört farklı bitkisel yağın (zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı ve susam yağı) ozonlanma verimliliği ve fonksiyonel özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla yağlar; 1, 2 ve 3 saat süreyle ozonlanmış ve ozonlama süresine bağlı olarak, yağların özellikleri test ve analizler ile incelenmiştir.

Çalışmanın son aşamasında ise, yapılan analiz ve incelemeler sonrası, tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağların eldesi için, seçilen yağlar ile çalışılacak ozonlama süreleri belirlenmiştir. Seçilen bu yağlar belirlenen ozonlama şartlarında ozonlanmış ve karakterize edilmiştir. Böylece bu bölümünün son ürünü niteliğinde olan ozonlanmış bitkisel yağlar elde edilmiştir.

Bitkisel yağların ozonlanması çalışmalarının tamamı, cam reaksiyon kolonunda bulunan 100 ml hacmindeki yağa, ozon jeneratörü tarafından üretilen ozon gazının, kolonun alt tarafında bulunan cam difüzör vasıtasıyla verilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Çalışmalarda ozon debisi, 4 litre/dakika olarak ayarlanmış ve ozon jeneratörü üzerinde bulunan debi ölçerden sürekli olarak takip edilmiştir.

Ozonlama çalışmalarında kullanılan çalışma sistemi Şekil 5.6'da verilmiştir.



Şekil 5.6. Ozonlama çalışmalarında kullanılan sistem

5.3.2. Ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsülasyonu

Ozonlanmış bitkisel yağların, en verimli şekilde kapsüllendiği çalışma yöntem ve reçetesinin belirlenmesi açısından, çalışmanın bu bölümü dört aşamada gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın ilk aşamasında, ozonlanmış yağların en verimli şekilde kapsüllendiği kabuk materyalinin ve çalışma yönteminin belirlenmesi amacıyla; jelatin, arap zankı ve β -siklodekstrin kullanılarak ön denemeler gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsülleme işlemleri, basit koaservasyon yöntemi (arap zankı ve jelatin için) ve β -siklodekstrin ile inklüzyon kompleksleri hazırlama olmak üzere iki farklı yöntem ile gerçekleştirilmiştir. Ön denemelerde iç faz olarak ozonlanmış zeytinyağı kullanılmıştır. Ozonlanmış zeytinyağlarının arap zankı, jelatin ve β -siklodekstrin ile kapsüllenmesinde kullanılan çalışma yöntemleri aşağıda ayrıntılı olarak verilmiştir.

- Arap zankı ile basit koaservasyon yöntemine göre mikrokapsülleme ön denemeleri, "Mantar, 2014" ın tez çalışmasında kullandığı yöntem [113] referans alınarak, iç faz: dış faz oranı 1:5 olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. % 10 konsantrasyonlu arap zankı çözeltisi, karıştırıcıda 10.000 devir/dakika hız ile karıştırılırken, içerisine ozonlanmış zeytinyağı damla damla ilave edilmiş ve arap zankı çözeltisi ile yağ bu hızda 1 saat karıştırılarak emülsiye edilmiştir. 1 saat sonunda hız 3.000 devir/dakika'ya düşürülmüş ve karışım içerisine, kullanılan ozonlanmış yağ miktarı kadar etanol ve % 20 konsantrasyonunda hazırlanan sodyum sülfat çözeltisi, sırasıyla damla damla ilave edilerek faz ayrımı gerçekleştirilmeye çalışılmıştır. Etanol ve sodyum sülfatın ilavesi sonrası, 3.000 devir/dakika hızda 10 dakika karışım yapılmış ve kullanılan yağın yarısı kadar formaldehit, çözeltiye damla damla ilave edilerek kapsül duvarlarının kalınlaşması sağlanmıştır. Ardından hız 7000 devir/dakika'ya yükseltilerek 1 saat daha karışım yapılmıştır.

- Jelatin ile basit koaservasyon yöntemine göre mikrokapsülleme ön denemeleri "Mantar, 2014" ın tez çalışmasında kullandığı yöntem [113] referans alınarak gerçekleştirilmiştir. % 5 konsantrasyonlu jelatin çözeltisi, karıştırıcıda 7.000 devir/dakika hız ile karıştırılırken, içerisine kullanılan jelatin kadar ozonlanmış zeytinyağı, damla damla ilave edilmiş ve jelatin çözeltisi ve yağ bu hızda 10 dakika karıştırılarak emülsiye edilmiştir. 10 dakika sonunda hız 3.000 devir/dakika'ya düşürülerek, karışım içerisine kullanılan ozonlanmış yağ miktarının iki katı kadar aseton:kloroform (1:1) karışımı damla damla ilave edilerek faz ayrımı gerçekleştirilmeye çalışılmıştır. İlave sonrası, 3.000 devir/dakika hızda 1 saat karışım yapılmış ve çözeltiye kullanılan yağ kadar formaldehit, damla damla ilave edilerek kapsül duvarlarının kalınlaşması sağlanmıştır. Ardından hız 7.000 devir/dakika'ya yükseltilerek 1 saat daha karışım yapılmıştır.

- β -siklodekstrin ile inklüzyon kompleksleri hazırlama ön denemeleri, "Toro-Sanchez vd., 2010" ın çalışmasında kullandığı yöntem [146] referans alınarak

gerçekleştirilmiştir. Ozonlanmış yağ içeren inklüzyon komplekslerini hazırlayabilmek amacıyla, ozonlu yağ : β -siklodekstrin oranı, 1:6 olarak belirlenmiş ve ozonlanmış zeytinyağı çözeltisi (etanol içerisinde) ve β -siklodekstrin çözeltisi (50 °C'de etanol+su (1:2) içerisinde) % 10 konsantrasyonda olacak şekilde, ayrı ayrı hazırlanmıştır. Hazırlanan β -siklodekstrin çözeltisi karıştırıcıda 1.000 devir/dakika hız ile karıştırılırken, içerisine ozonlu zeytinyağı çözeltisi damla damla ilave edilmiş ve oda sıcaklığında 4 saat karıştırılmıştır. Oluşan komplekslerin çökmesi için, çözelti 20 saat buzdolabında bekletilip, ardından filtre edilerek, toz halindeki kompleksler oda sıcaklığında kurutulmuştur.

Çalışmanın bu aşamasında, hazırlanan ozonlanmış zeytinyağı kapsüllerinin kumaşı oluşturan liflerin üzerindeki varlığını ve yerleşimini incelemek amacıyla, hazırlanan kapsüller kumaşlara aplike edilmiştir. Bu amaçla, arap zıncı ve jelatin mikrokapsül çözeltileri seyreltilmeden direkt olarak, toz halindeki β -siklodekstrin inklüzyon kompleksleri ise % 20 konsantrasyonlu çözeltileri hazırlanarak, kumaşlara emdirme yöntemi ile aplike edilmiştir. Aplikasyonlar, 1 bar sıkma basıncı, 20 m/dk çalışma hızı ile alınan flotte miktarı % 95 olacak şekilde laboratuvar tipi fular ile (Şekil 5.4) gerçekleştirilmiştir. Aplikasyon sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur.

Çalışmanın ikinci aşamasında; birinci aşamada ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin eldesinde en uygun kabuk materyal olarak belirlenen arap zıncı ile, optimum çalışma reçetesinin belirlenmesi açısından, 28 farklı deneme gerçekleştirilmiştir. Yapılan bu ön denemelerde de iç faz olarak, ozonlanmış zeytinyağı kullanılmıştır. Kabuk materyal olarak arap zıncı kullanılarak gerçekleştirilen optimum mikrokapsülleme ön denemelerinde;

- kullanılan arap zıncı konsantrasyonu,
- iç faz : dış faz oranı,
- yüzey aktif madde kullanımı (Tween 20) ve konsantrasyonu,
- faz ayrımında kullanılan madde,
- çapraz bağlayıcı kullanımı ve konsantrasyonu,
- çalışmada soğutma yapılması ve soğutmanın yapılma şekli ile
- çalışma pH'ı bağımsız değişkenler olarak belirlenmiştir.

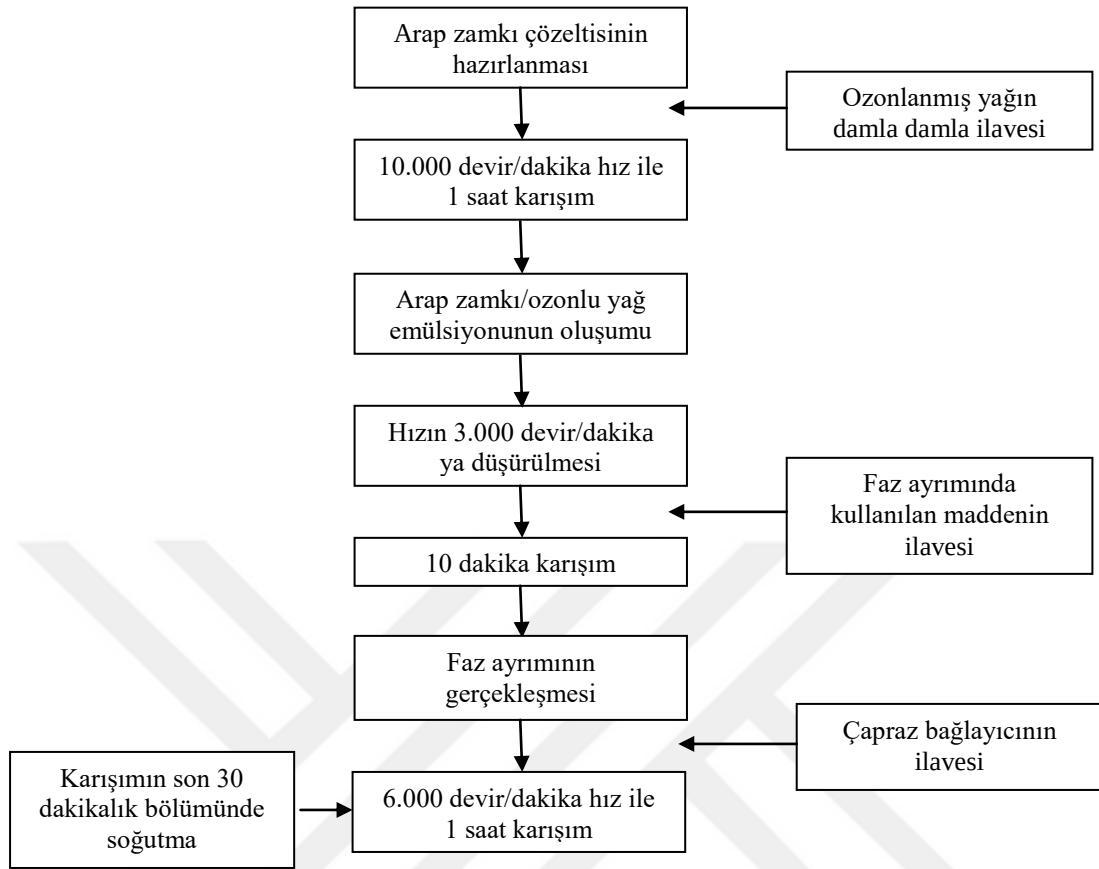
Arap zıncı ile ozonlanmış yağların mikrokapsüllemesinde, optimum reçetenin belirlenmesinde kullanılan ön denemelerin deney planı Çizelge 5.2'de verilmiştir.

Çizelge 5.2. Arap zımkı ile yapılan ön denemelerin deney planı

Deney No	Dış faz konsantrasyonu (%)	İç faz: Dış faz oranı	Yüzey Aktif Madde (%)	Faz Ayrımında Kullanılan Madde (%)	Çapraz Bağlayıcı Miktarı (%)	Soğutma	pH	
1	5	1:5	yok	Etanol (%20)+ sodyum sülfat (%20)	10	Karışımın yapıldığı cam balonun soğutma suyu ile dışarıdan soğutulması	4,5-5	
2	10							
3	15							
4	20							
5	10	1:10	yok	Etanol (%20)+ sodyum sülfat (%20)	10			
6		1:8						
7		1:6						
8		1:4						
9		1:2						
10		2:5						
11		3:5						
12		4:5						
13	10	1:5	2	Etanol (%20)+ sodyum sülfat (%20)	10			
14			4					
15	10	1:5	yok	Etanol (%40)	10			
16				Sodyum sülfat (%40)				
17	10	1:5	yok	Etanol (%20)+ sodyum sülfat (%20)	yok			
18				20				
19	10	1:5	yok	Etanol (%20)+ sodyum sülfat (%20)	10			yok
20					10			su ilavesi
21	10	1:5	yok	Etanol (%20)+ sodyum sülfat (%20)	10	Karışımın yapıldığı cam balonun soğutma suyu ile dışarıdan soğutulması	3	
22							6	
23							7	
24							8	
25							9	
26							10	
27							11	
28							12	

Arap zımkı ile optimum reçete denemeleri, yüksek devirli karıştırıcıda karışım sırasında ısınan çözeltinin sıcaklığı çalışma süresi boyunca 25-30 °C arasında sabit tutulacak ve verilen soğutma şekline göre karışımın son 30 dakikalık periyodunda çözelti sıcaklığı 10 °C'nin altına düşürülecek şekilde, Çizelge 5.3'te verilen iş akışı ile gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 5.3. Arap zımkı ile mikrokapsüllemede iş akış şeması



Çizelge 5.2'de verilen deney planı doğrultusunda, Çizelge 5.3'de verilen iş akışı kullanılarak hazırlanan mikrokapsül çözeltileri seyreltilmeden direkt olarak, emdirmeye yöntemi ile kumaşlara aktarılmıştır. Aplikasyonlar, 1 bar sıkma basıncı, 20 m/dk çalışma hızı ile alınan flotte miktarı % 95 olacak şekilde laboratuvar tipi fularlar ile (Şekil 5.4) gerçekleştirilmiştir. Aplikasyon sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur. Böylece, kumaşı oluşturan lifler üzerindeki mikrokapsüllerin varlığı ve yerleşimi incelenerek optimum reçetenin belirlenmesi amaçlanmıştır. Aplikasyonlar, kapsüllenmeden kalan yağ çözeltilerden mümkün olduğunca uzaklaştırılarak gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın üçüncü aşamasında, ikinci aşamada belirlenen optimum mikrokapsülleme reçetesi ile ozonlanmış yağların mikrokapsüllenmesinde kullanılacak en uygun çapraz bağlayıcının belirlenmesi amaçlanmıştır. Yapılan optimum mikrokapsülleme denemelerinde üretilen mikrokapsüllerin kabuklarının sertleşmesi ve mikrokapsüllerin stabil halde kalması için çapraz bağlayıcı kullanımının gerekli olduğunu göstermiştir. Ancak formaldehitin kanserojen olması sebebiyle, çapraz bağlayıcı olarak saf formaldehit yerine, formaldehit içermeyen ve düşük formaldehit içeren reçineler ile mikrokapsülleme

denemeleri gerçekleştirilmiştir. Bu denemelerde reçineler, arap zankı çözeltisinin % 20'si kadar kullanılmıştır. Çalışmanın bu aşamasında üretilen mikrokapsül çözeltileri de bir önceki aşamada belirtilen şekilde kumaşlara applike edilmiştir.

Çalışmanın son aşamasında, optimum olarak belirlenen mikrokapsülleme reçetesi ile Çizelge 5.3'te verilen iş akışı kullanılarak, çalışmanın birinci bölümünde son ürün olarak belirlenen, üç farklı ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllenmiştir. Karşılaştırma yapabilmek amacıyla, belirlenen yağların ozonlanmamış ham halleri de mikrokapsüllenmiştir. Son ürün olarak belirlenen yağların mikrokapsüllenmesinde çapraz bağlayıcı olarak, düşük formaldehit içeren reçine kullanılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüllerin tamamı karakterize edilerek, bu bölümün son ürünü niteliğinde olan ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri elde edilmiştir.

5.3.3. Ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması

Ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması çalışmaları, iki aşamada gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın birinci aşamasında; ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin en verimli şekilde tekstil yüzeylerine aktarıldığı aplikasyon yöntemi ve reçetesinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, emdirme ve püskürtme yöntemine göre, beş farklı mikrokapsül çözeltisi konsantrasyonunda aplikasyonlar yapılmıştır. Emdirme aplikasyonu denemeleri ayrıca, kumaşın arap zankından dolayı sertleşen tuşesini iyileştirmek amacıyla, 100 g/l hidrofil silikon çözeltisi ve mikrokapsüllerin lif yüzeyine tutunmasını artırmak amacıyla, 20 g/l binder kullanımı ile de gerçekleştirilmiştir. Emdirme ve püskürtme aplikasyonları sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur. Çalışmanın bu aşamasında, ozonlanmış zeytinyağı optimum olarak belirlenen mikrokapsülleme reçetesi ile mikrokapsüllenmiş ve denemeler bu mikrokapsül çözeltisi üzerinden gerçekleştirilmiştir. Emdirme aplikasyonları, 1 bar sıkma basıncı, 20 m/dk çalışma hızı ile alınan flotte miktarı % 95 olacak şekilde laboratuvar tipi fulardda (Şekil 5.4); püskürtme aplikasyonları ise laboratuvar tipi püskürtme makinesinin (Şekil 5.5) tek bir düzesi kullanılarak kumaş hızı 0,5 m/dk olacak şekilde maksimum flotte aplikasyonu ile gerçekleştirilmiştir. Aplikasyon sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur.

Optimum mikrokapsül reçetesinin belirlenmesinde kullanılan deney planı Çizelge 5.4'te verilmiştir.

Çizelge 5.4. Optimum aplikasyon yöntem ve reçetesinin belirlenmesinde kullanılan deney planı

Deney No	Aplikasyon yöntemi	Mikrokapsül Çözelti Konsantrasyonu (g/l)	Hidrofil yumuşatıcı	Binder
1	Emdirme	50	yok	yok
2		100	yok	yok
3		250	yok	yok
4		500	yok	yok
5		Seyreltme yok	yok	yok
6		500	var	yok
7		500	yok	var
8	Püskürtme	50	yok	yok
9		100	yok	yok
10		250	yok	yok
11		500	yok	yok
12		Seyreltme yok	yok	yok

Çalışmanın ikinci aşamasında; son ürün olarak belirlenen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri ve karşılaştırma yapmak amacıyla ham yağ mikrokapsülleri, birinci aşamadan elde edilen sonuçlar baz alınarak, 100 g/l konsantrasyonunda hidrofil silikon çözeltisi ile % 50 oranında seyreltilmiş ve içerisine 100 g/l binder ilave edilerek emdirme yöntemi ile kumaşlara applike edilmiştir. Tez çalışması kapsamında üretilen medikal tekstil yüzeylerinden yıkama dayanımı beklenilmediğinden, aplikasyon sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuş, herhangi bir fikse işlemi yapılmamıştır. Aplikasyon yapılan kumaşların mikrokapsül içerikleri ve fonksiyonel özellikleri karakterizasyon testleri ile incelenmiş ve böylece tez çalışmasının son ürünü olan medikal tekstil yüzeyleri elde edilmiştir.

5.4. Değerlendirmelerde Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri

5.4.1. FTIR analizi

FTIR spektroskopisi tekniğinde, hücresel bileşenlere zarar vermediği bilinen IR ışınının soğurulması, moleküle özgü titreşime ve bunun sonucu olarak da belirli frekans değerlerinde karakteristik sinyallerin (bantların) oluşmasına neden olmaktadır. Bu sinyallerin şiddetinde, bant genişliğinde ve frekans değerinde meydana gelen değişiklikler, incelenen sistem hakkında moleküler düzeyde önemli bilgiler vermektedir. Ozonlama işlemi ile bitkisel yağlarda moleküler düzeyde meydana gelen değişiklikleri gözlemlemek amacıyla, ham ve ozonlanmış yağlara FTIR analizi yapılmıştır. Piyasadan tedarik edilen ticari ozonlu yağlar da FTIR analizi ile incelenmiştir. Ayrıca, hazırlanan ham ve

ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri ve mikrokapsül aktarılmış tekstil yüzeyleri de FTIR analizleri ile karakterize edilmiştir.

Numunelerin FTIR analizleri, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi bünyesinde bulunan ÜSKİM Laboratuvarı'nda, Perkin Elmer spektrofotometresi ile (spektrum 400) (Şekil 5.7) $400-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığı taranarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.7. Perkin Elmer spektrofotometresi

5.4.2. GC analizi

GC tekniği uçucu olan ya da uçucu hale gelebilen maddelerin belirli bir sıcaklıkta, taşıyıcı bir gazın yardımıyla, sabit faz içerisinde ayrışmaları esasına dayanmaktadır. Bu analizler, cihaza daha önceden standart olarak tanıtılan maddeleri oluşturan bileşenlerin % oranlarını vermektedir. Bu açıdan bu analiz, bitkisel yağların yapılarındaki yağ asitlerinin cinslerinin ve % oranlarının belirlenmesi açısından kullanılabilir. Ozon, bitkisel yağların doymamış yapıları ile reaksiyona girdiğinden, çalışma kapsamında kullanılacak bitkisel yağların belirlenmesi ve ozonlanan yağlardaki bu doymamış yapılarda meydana gelen değişikliklerin incelenmesi amacıyla, GC analizleri yapılmıştır. Analiz öncesi kullanılacak yağlar, metanollü potasyum hidroksit ile metilleme ön işlemine tabi tutularak yapılarındaki yağ asitleri metil esterlerine dönüştürülmüştür.

GC analizlerinde kullanılan cihazların daha önce cihaza tanıtılan standart madde içeriklerini belirlemesi sebebiyle, analizler iki farklı analiz laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Analizler, Shimadzu GC 2025 marka cihaz ile Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi bünyesinde bulunan ÜSKİM Laboratuvarı'nda ve Agilent 6890N/Agilent 5973 GC-MS sistemi ile Ankara Üniversitesi bünyesinde bulunan Eczacılık Fakültesi Merkez Laboratuvarı'nda yapılmıştır. Cihaz resimleri, Şekil 5.8'de verilmiştir.

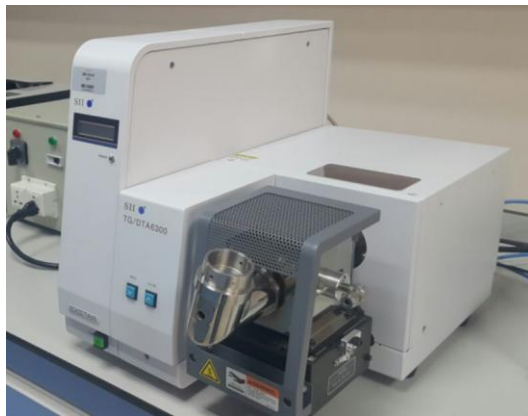


Şekil 5.8. GC analizlerinin yapıldığı cihazlar (a. Shimadzu GC 2025 b. Agilent 6890N/Agilent 5973 GC-MS)

5.4.3. TGA analizi

TGA analizi, genel olarak malzemelerde sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak meydana gelen kütle kaybı ve/veya kazanımlarının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Tez kapsamında TGA analizleri, uygulanan işlem ile maddelerin yapılarında meydana gelen değişimleri incelemek amacıyla kullanılmıştır. Bu amaçla, ham ve ozonlanmış bitkisel yağlar ve hazırlanan mikrokapsül çözeltileri TGA analizleri ile karakterize edilmiştir. TGA analizi azot gazı altında, 30°C - 600°C sıcaklık aralığında, 20°C/dk ısıtma hızı uygulanarak gerçekleştirilmiştir.

TGA analizi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi bünyesinde bulunan ÜSKİM Laboratuvarı'nda SII TG/TDA 6300 marka cihaz ile (Şekil 5.9) yapılmıştır.



Şekil 5.9. TGA analizinin yapıldığı cihaz

5.4.4. SEM analizi

SEM analizi, yüksek çözünürlüklü resim oluşturmak için, vakum ortamında elektromanyetik lenslerle inceltilecek elektron demeti ile incelenecek malzemeyi analiz etme

imkanı sunmaktadır. Çalışma kapsamında, üzerine mikrokapsül aktarılmış kumaşları oluşturan lifler üzerindeki mikrokapüllerin varlığı ve yerleşimi SEM analizi ile araştırılmıştır. Ayrıca, toz halinde elde edilen β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin de SEM görüntüleri alınmıştır. Analiz öncesi, bütün kumaşlar ve toz numuneler altın ile kaplanarak iletken hale getirilmiştir.

SEM analizi, Zeiss Evo LS10 marka cihaz ile (Şekil 5.10) Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi bünyesinde bulunan ÜSKİM Laboratuvarı'nda yapılmıştır.



Şekil 5.10. Taramalı elektron mikroskobu

5.4.5. Optik mikroskop ile görüntüleme

Optik mikroskoplar, hazırlanan mikrokapsül çözeltisinin mikrokapsül içeriğinin en kolay şekilde incelenmesine imkan sağlamaktadır. Bu nedenle, çalışma kapsamında hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin tamamı, mikrokapsül içeriğini ve mikrokapsüllerin ortalama boyutlarını araştırmak amacıyla optik mikroskop kullanılarak incelenmiştir.

Optik mikroskop analizleri, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi bünyesinde bulunan ÜSKİM Laboratuvarı'nda Nikon Eclipse 80i marka ışık mikroskobu ile (Şekil 5.11) gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.11. Optik mikroskop

5.4.6. Asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı analizleri

Ozonlama işlemi sonrası yağları karakterize etmede önemli görülen analizler olması sebebiyle, çalışma kapsamında ozonlanan yağların ve bunların ham hali olan yağların asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı analizleri yapılmıştır. Bu analizlerin tamamı, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Laboratuvarı'nda titrasyon ile gerçekleştirilmiştir. Analizler, her yağ numunesi için üç kez tekrarlanmış ve sonuçların ortalaması alınmıştır.

5.4.6.1. Asitlik indisi

Asitlik indisi, 1 g yağda bulunan serbest yağ asitlerini nötralleştirmek için sarf edilen KOH'ın mg cinsinden değeri olarak ifade edilmektedir. Bir yağın asitlik indisinin yüksek olması, o yağın hidroliz olduğunu göstermektedir. Ozonlama işlemi, bir yağın yapısında bulunan doymamış yağ asitlerini parçaladığından, ozonlama ile bu değerin artması beklenmektedir.

Bu analiz yapılırken, 10 mg ya da belirli miktar bir yağ numunesi, 50 ml hacimli etanol:eter (1:1) karışımında çözülmüş ve içerisine % 1 derişimde hazırlanan fenolftalein çözeltisinden (etanol içinde çözülerek) 0,5 ml konulmuştur. Pembe renk oluşuncaya kadar 0,1 M KOH ile titrasyon yapılmıştır [134].

n: Harcanan KOH çözeltisinin miktarı (ml), m: Yağ miktarı (mg) ise;

$$\text{Asitlik indisi} = 5,610 \times n/m \quad (5.1)$$

5.4.6.2. Peroksit değeri

Yağların peroksit değeri, 1 kg yağın ihtiva ettiği miliekivalan oksijen miktarı olarak ifade edilmektedir. Ozonlama işlemi ile bir yağın doymamış yağ asitleri, ozonu oluşturan oksijen atomlarını bağladığından, ozonlama ile bu değerin artması beklenmektedir.

Bu analiz yapılırken, 5 g yağ numunesi, 30 ml glasiyel asetik asit: kloroform (3:2) karışımında çözülmüş ve içlerine 0,5 ml doymuş potasyum iyodür çözeltisi eklenmiştir. Ardından karışım, 30 dakika karanlıkta bekletilmiş ve süre sonunda içlerine 30 ml yumuşak su ve % 1 derişimli nişasta çözeltisinden 5 ml ilave edilmiştir. Mavi renk kayboluncaya kadar 0,01 M sodyumtiyosülfat çözeltisi ile titre edilmiştir. Aynı koşullarda bir de yağ konulmadan, kör çalışması yapılmıştır [134].

n_1 : Harcanan sodyumtiyosülfat çözeltisinin miktarı (ml), n_2 : Kör deneyde harcanan sodyumtiyosülfat çözeltisinin miktarı (ml), m: Yağ miktarı (g) ise;

$$\text{Peroksit değeri} = 10 \times (n_1 - n_2) / m \quad (5.2)$$

5.4.6.3. İyot sayısı

İyot sayısı, 100 g yağ tarafından bağlanan iyodun g olarak değeri şeklinde ifade edilmektedir ve yağlarda doymamışlığın bir ifadesidir. Ozonlama işlemi ile bir yağın doymamış yağ asitlerine ozon bağlandığından, doymamış yapıların azalması ve bu değerin düşmesi beklenmektedir.

Bu analiz yapılırken, tam tartılmış yağ numunesi 15 ml siklohegzan: glasiyel asetik asit (1:1) karışımında çözülmüş, içersine 10 ml iyot klorür solüsyonu konulmuştur. Ardından karışım, sık sık çalkalanarak 30 dakika karanlıkta bekletilmiş ve süre sonunda içersine, 10 ml 100 g/l derişiminde hazırlanmış potasyum klorür çözeltisi, 100 ml yumuşak su ve 5 ml nişasta çözeltisi ilave edilmiştir. Mavi renk kayboluncaya kadar 0,1 M sodyumtiyosülfat ile titre edilmiştir. Aynı koşullarda bir de yağ konulmadan kör çalışması yapılmıştır [134].

n_1 : Harcanan sodyumtiyosülfat çözeltisinin miktarı (ml), n_2 : Kör deneyde harcanan sodyumtiyosülfat çözeltisinin miktarı (ml), m: Yağ miktarı (g) ise;

$$\text{İyot indisi} = n_2 - n_1 / m \quad (5.3)$$

5.4.7. Antibakteriyel aktivite tayini

Çalışma kapsamında hedeflenen medikal tekstil yüzeylerinden beklenen fonksiyonel özelliklerden biri antibakteriyel aktivite göstermesidir. Bu amaçla, çalışma kapsamında üretilen ozonlanmış bitkisel yağların ve ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri aplike edilmiş kumaşların antibakteriyel aktiviteleri, ASTM-E2149-01 standardına göre, *E. coli* (ATCC 35218)^a ve *S. aureus* (ATCC 6538)^a bakterilerine karşı araştırılmıştır. Bu test, antibakteriyel etkinlik derecesini kantitatif olarak belirleyen bir yöntemdir ve antibakteriyel etkinlik, çözeltide yaşayan mikroorganizma sayısına göre değerlendirilmektedir. Antibakteriyel aktivite tayinleri, Uludağ Üniversitesi Tıp Fakültesi Tıbbi Mikrobiyoloji Anabilim Dalı Mikrobiyoloji Laboratuvarı'nda yapılmıştır.

Test yapılırken, yağ numunesi direkt olarak, 1 g ağırlığındaki kumaş numunesi mümkün olduğu kadar küçük parçalar halinde kesilerek kullanılmıştır. Test ve kontrol örnekleri, 3 atm basınç altında 121°C sıcaklıkta 1 saat süre ile sterilize edildikten sonra, örnekler 1,0±0,1 ml'lik bakteri kültür çözeltisi (1 Mcfarland standart yoğunlukta; 1,5-3x10⁸ cfu/l) aktarılmış, 50±1ml'lik tampon çözelti eklenmiştir. "0 saat temas süresi" için distile su ile seri sulandırmalar yapılarak agar besiyerine (Müller-Hinton II agar) ekimler yapılmıştır. Örnekler, 37°C'de 150 devir/dakika çalkalama hızında, 24 saat süre ile inkübe edildikten sonra, "24 saat temas süresi" için distile su ile seri sulandırmalar yapılarak agar besiyerine ekimler yapılmıştır. Bu yöntemde bakteri kolonilerinin sayımı standart sayma yöntemi kullanılarak yapılmış ve bakteri azalma oranları hesaplanmıştır.

A: "0" temas zamanında test örneklerinden elde edilen bakteri sayısı, B: 24 saat süresince inkübe edilen test örneklerinden elde edilen bakteri sayısı ise;

$$\text{Bakteri azalma oranı (\%)} = [(A-B)/A] \times 100 \quad (5.4)$$

5.4.8. Antifungal aktivite tayini

Çalışma kapsamında hedeflenen medikal tekstil yüzeylerinden beklenen fonksiyonel özelliklerden bir diğeri, antifungal aktivite göstermesidir. Bu amaçla, tez üretilen ozonlanmış bitkisel yağların ve ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri aplike edilmiş kumaşların antifungal aktiviteleri, AATCC 30 standardına göre katı besiyerine ekim yöntemine göre, *Aspergillus niger* mantarına karşı test edilmiştir. Antifungal aktivite tayinleri, Uludağ Üniversitesi Tıp Fakültesi Tıbbi Mikrobiyoloji Anabilim Dalı Mikrobiyoloji Laboratuvarı'nda yapılmıştır.

Bu test yapılırken; yağ numuneleri direkt, kumaş numuneleri ise $20\pm0,5$ mm x $20\pm0,5$ mm boyutlarında kesilerek kullanılmıştır. *Aspergillus niger* kültüründen 0,5 Mcfarland standart yoğunluğunda süspansiyon hazırlanmış ve bu süspansiyondan $1,0\pm0,1$ ml'lik mantar kültür çözeltisi alınarak, agar yüzeyine (Sabouraud Dextrose Agar) eşit olarak dağıtılmıştır. Test edilecek numune, agar üzerine yerleştirilmiş ve agarlar, 7 gün boyunca $28\pm1^{\circ}\text{C}$ 'de inkübe edilmiştir. 1. ve 3. günün sonunda, *Aspergillus niger* ile kaplanmış agar yüzey alanı, "A: tekstil mamülü üzerinde veya etrafında engelleme bölgesi oluşmadı ve küflenme meydana geldi, B: tekstil mamülünün sadece yüzeyinde engelleme bölgesi oluştu, C: tekstil mamülü üzerinde engelleme bölgesi oluştu" şeklinde değerlendirilmiştir.

5.4.9. Yara iyileştirme aktivite tayini

Çalışma kapsamında hedeflenen medikal tekstil yüzeylerinden beklenen fonksiyonel özelliklerden önemli bir diğeri, yara iyileştirme aktivitesi göstermesidir. Ozonlanmış yağların yara iyileştirme aktivitesi gösterdiği yapılan bazı yara iyileştirme analizleri sonucu belirlenmiştir. Ancak tez kapsamında gerçekleştirilen şartlarında elde edilen ozonlanmış bitkisel yağlara ve bu yağların aktarıldığı tekstil yüzeylerine böyle bir analizin yapılmamış olması nedeniyle, tez kapsamında üretilen ozonlanmış yağların ve ozonlanmış yağ mikrokapsülleri aplike edilen kumaşların yara iyileştirme özellikleri in vivo etkinlik testleri ile belirlenmiştir. Testler, deney sıçan ve fareleri üzerinde çizgisel insizyon ve dairesel eksizyon yara modelleri oluşturularak, Gazi Üniversitesi Eczacılık Fakültesi, Farmokognozi Anabilim Dalı Laboratuvarı'nda yapılmıştır. Deneyler 2015/8 kayıt numaralı etik kurul izni ile gerçekleştirilmiştir.

Üzerinde yara modelleri oluşturmak amacıyla, 160-180 g ağırlığında erkek sıçanlar ve 25-30 g ağırlığında erkek fareler kullanılmıştır. Hayvanların ortama adapte olabilmesi için, deneye başlamadan önce laboratuvar şartlarında en az üç gün bekletilmiş, bu bekleme süresince hayvanlar standart pellet yem ve su ile beslenmiştir. Yara iyileştirici etki için, klinik çalışmalarca yara iyileştirme etkinliği test edilmiş, Madecassol® pomat'ın bazı olan glikol sterarat: 1,2 propilen glikol: sıvı parafin (3:6:1) kullanılarak, test numunelerinden merhemler hazırlanmıştır. Test numuneleri % 1'lik Tween 80 içerisinde süspanse edilmiş ve deney hayvanlarına oral yolla uygulanmıştır. Kontrol grubu hayvanlarına ise sadece, test numunelerinin hazırlanmasında kullanılan % 1'lik Tween 80 verilmiştir.

Çizgisel İnsizyon Yara Modeli: Bu yöntemde sıçanlara, zayıf eter anestezisi altında intraperitoneal yolla 0,15 ml Ketazol enjeksiyonu uygulanarak, genel anestezi yapılmıştır. Sırt kısımlarının orta hattından 2 cm uzaklıkta, bistüri ile, iki adet 5 cm'lik çizgisel insizyon yarası oluşturulup, cerrahi ipek iplikle eşit aralıklarla 3 adet dikiş atıldıktan (Şekil 5.12a) sonra, 9 gün boyunca günde bir defa 500'er mg test numunesi içeren merhemler yaralara haricen uygulanmıştır. 9. gün sonunda dikişler alınıp, 10. gün hayvanlar kanatılarak öldürüldükten sonra, yara oluşturulan bölgeler yara kenarlarının 2'şer cm uzağından cerrahi makasla kesilmiştir. Yaranın tensiometre ile gerilim kuvveti ölçülmüştür. Yara gerilim kuvveti, yara kenarlarında santimetre kare alana kilogram olarak uygulanan kuvvetle ölçülmektedir.

Dairesel Eksizyon Yara Modeli: Bu yöntemde farelere, zayıf eter anestezisi altında intraperitoneal yolla 0,01 ml Ketazol enjeksiyonu ile genel anestezi yapıp, biopsi punch ile 5 mm çapında dairesel eksizyon yarası oluşturulduktan (Şekil 5.12b) sonra, yaralara 12 gün boyunca 500'er mg test numunesi içeren merhem formülasyonları haricen uygulanmıştır. Yara alanlarının resimleri her gün dijital fotoğraf makinesi ile çekilerek ve AutoCAD programı kullanılarak yara alanlarındaki küçülmeler hesaplanmıştır.



(a)



(b)

Şekil 5.12. Yara iyileştirme aktivitesinin belirlenmesinde oluşturulan yara modelleri (a. Çizgisel insizyon yara modeli, b. Dairesel eksizyon yara modeli)

5.4.10. Biyouyumluluk analizi

Çalışma kapsamında hedeflenen medikal tekstil yüzeylerinden beklenen bir diğer özellik, tekstil yüzeylerinin biyolojik olarak uyumluluğudur. Bu amaçla, tez kapsamında hedefe uygun olarak üretilen çalışmanın birinci bölümünün son ürünü niteliğinde olan ozonlanmış bitkisel yağların ve seçilen ozonlanmış yağ mikrokapsülleri applike edilmiş son ürün niteliğindeki kumaş numunelerinin biyolojik olarak uyumluluğu, sitotoksosite ve cilt irritasyon testleri ile belirlenmiştir. Testler, Hacettepe Üniversitesi

bünyesinde bulunan HT-TTM tarafından, ISO 10993 test standardına uygun şekilde yapılmıştır. Cilt irritasyon testleri 2015/8 kayıt numaralı etik kurul izni ile tavşanlar üzerinde yapılmıştır.

Sitotoksiste testi: Maddelerin insanlarda oluşturma potansiyeli olan toksik etkilerini önceden belirleyebilmek amacıyla in vitro olarak yapılmakta olan, vücut dışı hücresel zehirlilik analizi olarak da ifade edilen bir biyoyumluk testidir. Sitotoksik etkinin varlığı, test materyali veya ekstreleri ile temas eden hücrelerin canlılığında meydana gelen azalma ile anlaşılmaktadır. Bu analizde, yağ numuneleri Agar Difüzyon yöntemine göre, kumaş numuneleri ise Ekstraksiyon Metodu'na göre test edilmiştir. Bu testlerde hücre kültürleri hazırlanmış ve maymun böbrek hücre hattı kullanılmıştır. Bu hücreler test numunesi içeren kültür vasatı içerine 24 saat inkübe edilmiş ve 24 saatlik inkübasyon sonrası hücreler, mikroskopta gözlemlenmiştir. Sonuçların değerlendirilmesinde, reaksiyon bölgesinin ve kültürlerin durumu gözlemlenmiş ve Çizelge 5.5 ve Çizelge 5.6'da verilen skalalara göre 0-4 arasında değerlendirme yapılmıştır. Sonucun sayısal değeri 2'den büyük ise numune sitotoksik olarak kabul edilmiştir. Sitotoksiste sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan, reaksiyon zonunun tanımlanması ve kültürlerin durumlarının derecelendirdiği skalalar Çizelge 5.5 ve 5.6'da sırasıyla verilmiştir.

Çizelge 5.5. Sitotoksiste sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan 1. skala

Derece	Reaksiyon	Reaksiyon Zonunun Tanımlanması
0	Yok	Numune etrafında veya altında saptanabilir bir zon yok
1	Çok az	Numune altında bazı şekli bozuk veya parçalanmış hücreler var
2	Hafif	Sadece numune altında zon oluşumu var
3	Orta	Zon oluşumu numune sınırlarını 1 cm'ye kadar aşmış
4	Şiddetli	Zon oluşumu numune sınırlarını 1 cm'den daha fazla aşmış

Çizelge 5.6. Sitotoksiste sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan 2. skala

Derece	Reaksiyon	Kültürlerin Durumları
0	Yok	Ayrık sitoplazma içi granüller, hücre yıkımı yok
1	Çok az	Hücrelerin %20'sinden daha fazlasında yuvarlak olmayan, zayıf tutunmuş ve sitoplazma içi granül içermeyen veya morfolojide değişiklikler gösteren, nadiren yıkıma uğramış hücreler var, sadece hafif büyüme inhibisyonu gözlemlenebilir.
2	Hafif	Yuvarlak hücre sayısı % 50'den daha az, sitoplazma içi granül yok, aşırı hücre yıkımı yok, gözlemlenebilir hücre inhibisyonu % 50'den daha fazla değil
3	Orta	Yuvarlak veya yıkıma uğramış hücre sayısı hücre katmanının % 70'inden daha fazla değil, hücre katmanları tamamen parçalanmış değil, gözlemlenebilir hücre inhibisyonu % 50'den daha fazla
4	Şiddetli	Hücre katmanlarının tamamı veya tamamına yakını yıkıma uğramış

Cilt irritasyon testi: Bu test in vivo olarak, 2-3 kg ağırlığında üç adet tavşan üzerinde uygulanmıştır. Testten bir gün önce, hayvanların sırtındaki tüyler tıraş edilmiş, uygulama bölgesi 4 saat süreyle yarı-geçirgen bandajla sarılmış ve temas süresi sonunda bandajlar çıkarılarak uygulama bölgesinin etrafı işaretlenmiştir. Yağ numunelerinin testinde, yağ numuneleri dört katlı gazlı beze emdirilerek, kumaş numunelerinin testinde ise kumaş numuneleri direkt olarak, hayvan sırtındaki uygulama bölgesine yerleştirilmiştir. Testlerde kontrol numunesi olarak, yağ numunelerinde dört katlı gazlı beze emdirilmiş susam yağı, kumaş numunelerinde dört katlı bez kullanılmıştır. Uygulama bölgeleri, 1., 24., 48. ve 72. saatlerde eritem ve ödem açısından gözlemlenmiştir. Skorlama, Çizelge 5.7'de verilen ISO 10993-10 standardı "Cilt Reaksiyonu için Skorlama Sistemi" kullanılarak yapılmıştır.

Çizelge 5.7. Cilt Reaksiyonu için Skorlama Sistemi

Reaksiyon	İrritasyon Skoru
Eritem ve skar oluşumu	
Eritem yok	0
Çok hafif eritem (güç anlaşılr)	1
Sınırları belirgin eritem	2
Orta derecede eritem	3
Şiddetli eritem-eritemin gözlemlenmesini engelleyecek skar oluşumu	4
Ödem oluşumu	
Ödem yok	0
Çok hafif ödem (güç anlaşılr)	1
Sınırları belirgin ödem (şişkinliğin kenarları ayırt edilebilir)	2
Orta derecede ödem (yaklaşık 1 mm şişkinlik)	3
Şiddetli ödem (1 mm'den fazla şiş ve uygulama alanından geniş)	4
İrritasyon için mümkün olan en yüksek skor	8

Her hayvan için test ve kör numunesine ait iki uygulama bölgesi için, Çizelge 5.7 kullanılarak verilen irritasyon skorlarının ortalaması alınarak, irritasyon dereceleri belirlenmiştir. Daha sonra, test numunelerine ait primer irritasyon skorlarının toplamından, kör numunesine ait primer irritasyon skorlarının toplamının çıkartılıp hayvan sayısına (üç) bölünmesiyle "primer irritasyon indeksi" hesaplanmıştır. Test edilen numunenin cilt irritasyon sonucu Çizelge 5.8'de verilen cevap kategorisine göre değerlendirilmektedir.

Çizelge 5.8. Cilt irritasyonu sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan cevap kategorisi

Derece	Cevap Kategorisi
0-0.4	İhmal edilebilir
0.5-1.9	Hafif
2-4.9	Orta
5-8	Şiddetli

6. BULGULAR VE TARTIŞMA

6.1. Ozonlanmış Bitkisel Yağların Eldesi

Tez çalışmasında hedeflenen medikal amaçlı kullanıma uygun tekstil yüzeylerinin üretiminde kullanılacak ozonlanmış bitkisel yağların elde edilebilmesi amacıyla, çalışmanın bu bölümü dört aşamada gerçekleştirilmiştir.

6.1.1. Tedarik edilen bitkisel yağların doymamış yağ asidi içeriklerinin belirlenmesi

Çalışmanın bu aşamasında, ozonun bitkisel yağlardaki doymamış yağ asitlerine bağlanması sebebiyle, tedarik edilen sızma zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı, susam yağı, kayısı çekirdeği yağı, tatlı badem yağı, argan yağı, ruşeym yağı, yer fıstığı yağı ve hindistan cevizi yağının GC analizi ile yağ asidi içerikleri araştırılarak ozonlamaya uygun olan yağlar belirlenmeye çalışılmıştır.

Tedarik edilen bitkisel yağların yapılarında yüksek miktarda bulunan yağ asitleri Çizelge 6.1'de verilmiştir.

Çizelge 6.1. Tedarik edilen bitkisel yağların yağ asidi içerikleri

Yağın Adı	Palmitik asit (%)	Steraik asit (%)	Oleik asit (%)	Linoleik asit (%)	Linolenik asit (%)
Zeytinyağı	11,82	2,35	73,07	9,80	1,12
Sarı kantaron yağı	12,16	2,78	72,98	8,26	1,50
Keten tohumu yağı	5,67	3,15	15,55	14,82	59,82
Susam yağı	9,15	5,25	39,58	42,74	2,71
Kayısı çekirdeği yağı	5,29	1,14	67,35	24,61	0,45
Tatlı badem yağı	6,28	1,27	71,22	19,82	0,09
Argan yağı	14,17	5,85	44,12	27,88	0,86
Ruşeym yağı	16,30	0,28	16,23	56,41	6,33
Yer fıstığı yağı	9,20	0,84	45,62	38,24	0,21
Hindistan cevizi yağı	6,78	3,38	23,17	45,78	0,19

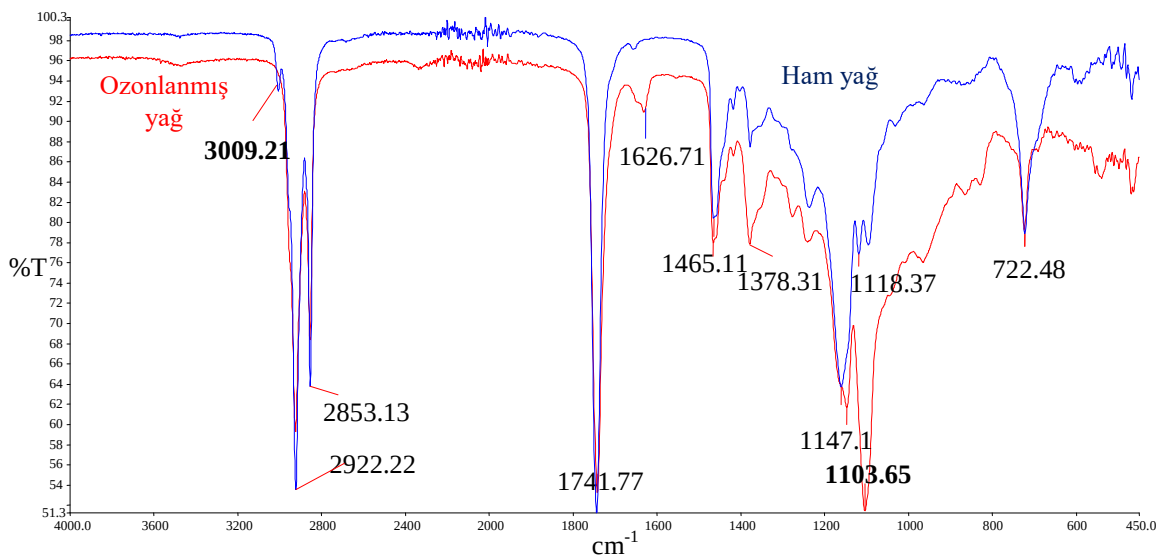
Bitkisel yağlarda, doymamış yağ asitleri açısından en önemli seri olan C₁₈ serisinde; çifte bağ sayısı 1 olan (n:1) oleik asit, 2 olan (n:2) linoleik asit ve 3 olan (n:3) linolenik asittir. Ayrıca yağlarda, eikosapentaenoik asit, dokosaheksaenoik asit gibi doymamış yağ asitleri de bulunmaktadır; ancak bu yağ asitleri çok düşük miktarlarda bulunmaktadır. Bu nedenle, ozonlama çalışmalarında kullanılacak yağların belirlenmesi amacıyla, yağlarda bulunan oleik, linoleik ve linolenik asit miktarları dikkate alınmıştır.

Bir yağın ozonlanması sırasında ozon, yağların doymamış yağ asitlerindeki çift bağlar ile reaksiyona girdiğinden yağ seçimi, doymamış yağ asidinin çifte bağ sayısı (linolenik>linoleik>oleik asit sırasıyla) göz önünde bulundurularak yapılmıştır. Çizelge 6.1 dikkate alındığında, linolenik asit içeriği en yüksek olan yağların keten tohumu yağı (% 59,82), ruşeym yağı (% 6,33), susam yağı (% 2,71), sarı kantaron yağı (% 1,50) ve zeytinyağı (% 1,12) olduğu görülmektedir. Bu yağlar içerisinde, ruşeym yağının toplam yağ asit içeriğinin (% 78,9) diğerlerinden düşük olması nedeniyle ozonlamaya uygun olmadığı belirlenmiş ve ozonlama çalışmalarında; zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı ve susam yağı ile çalışılmasına karar verilmiştir. Bunların yanında, doymamış yağ asidi içeriği düşük olan bir yağdan ozonlanmış bitkisel yağ eldesinin mümkün olup olmadığının araştırılması amacıyla, argan yağı da ön ozonlama çalışmalarında kullanılmıştır.

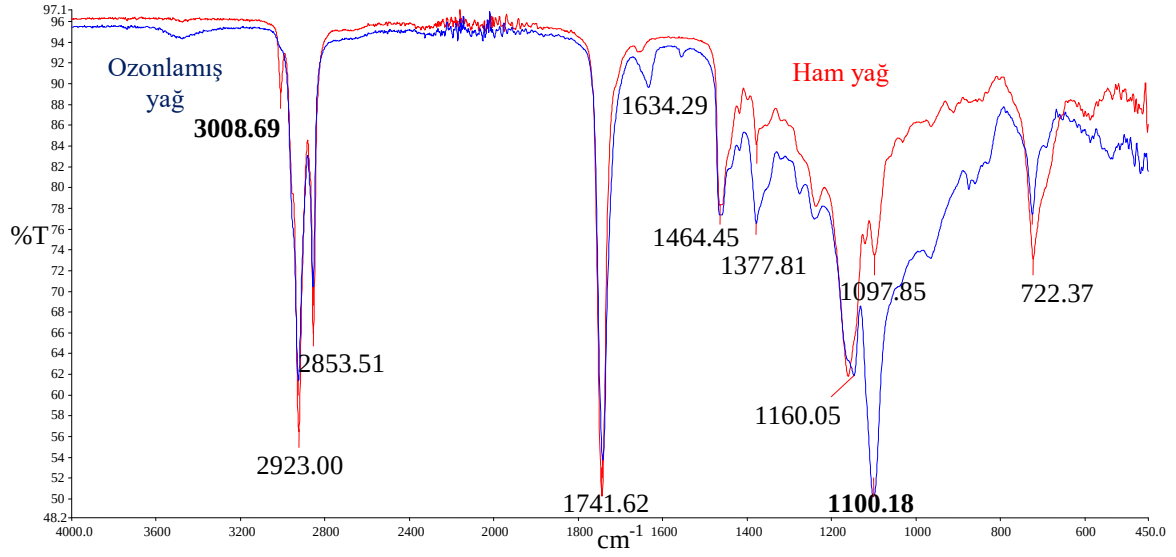
6.1.2. Yağın karakteristik özelliğinin ozon bağlaması üzerindeki etkisinin incelenmesi

Çalışmanın bu aşamasında, bitkisel yağların karakteristik özelliğinin, yağın ozon bağlaması üzerindeki etkisinin ve seçilen yağlar için maksimum ozonlama sürelerinin belirlenebilmesi amacıyla; seçilen yağlar (zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı, susam yağı ve argan yağı) 3 saat süreyle ozonlanarak, ham ve ozonlanmış yağlar, FTIR ve GC analizleri ile karakterize edilmiştir.

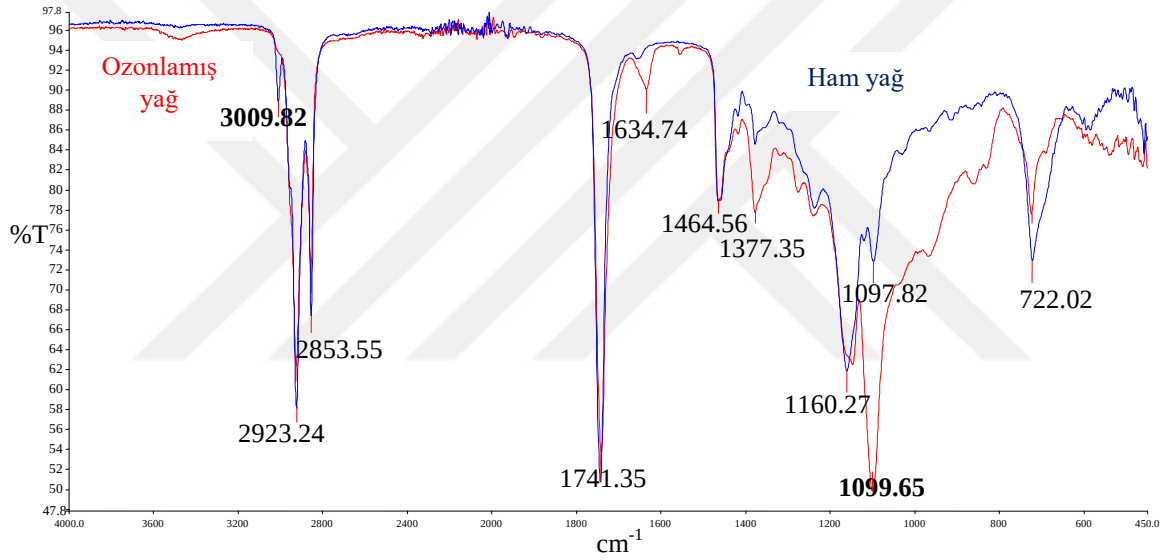
Ham ve 3 saat süreyle ozonlanmış zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı, susam yağı ve argan yağının IR spektrumları Şekil 6.1'de sırasıyla verilmiştir.



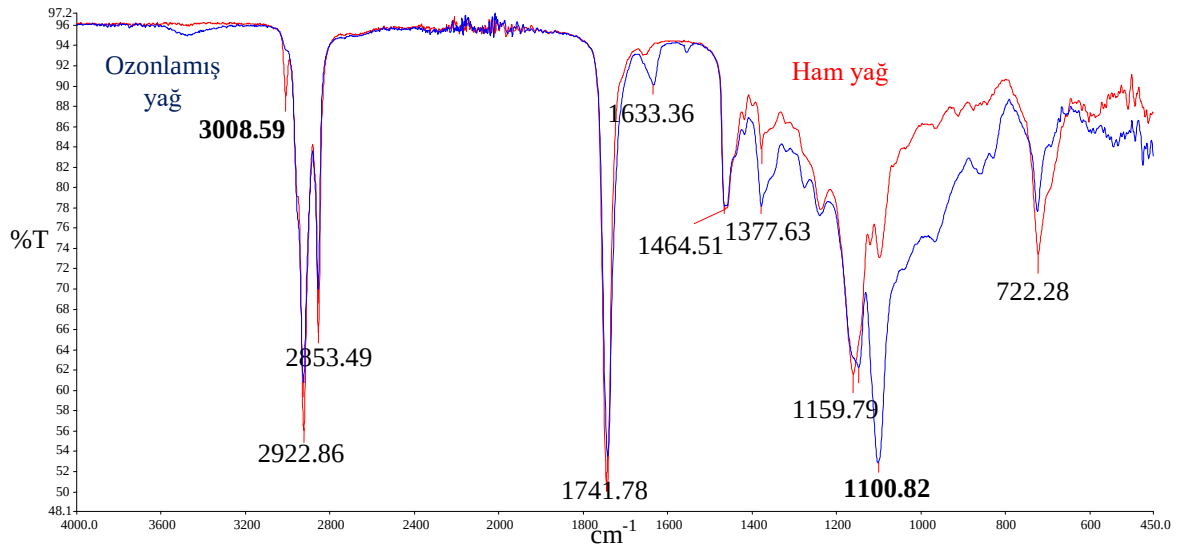
(a)



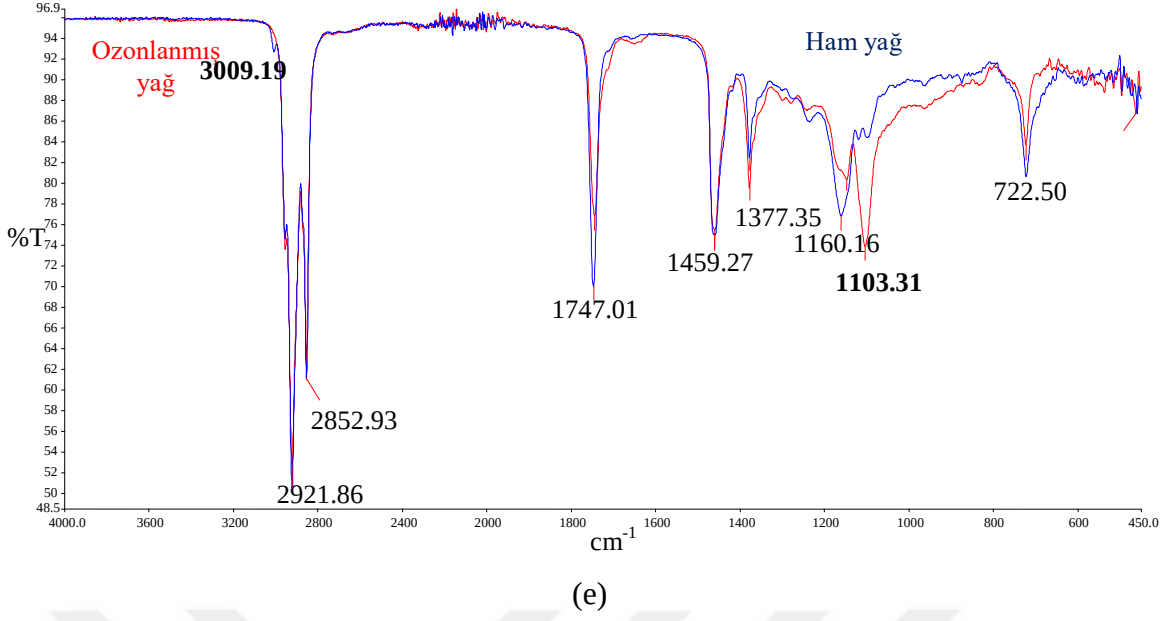
(b)



(c)



(d)



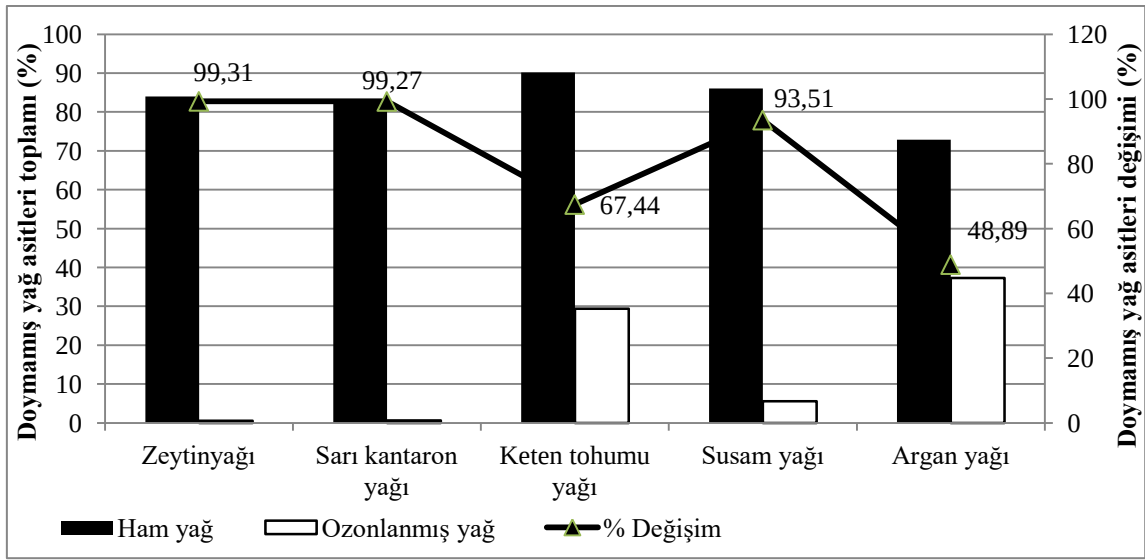
Şekil 6.1. Ham ve ozonlanmış yağların IR spektrumları (a. Zeytinyağı, b. Sarı kantaron yağı, c. Keten tohumu yağı, d. Susam yağı, e. Argan yağı)

Ozonlanan yağlar için IR spektrumunda, $=C-H$ ($\sim 3009\text{ cm}^{-1}$) ve ozoniti gösteren $C-O$ ($\sim 1105\text{ cm}^{-1}$) sinyalleri önemlidir ve ozonlama ile $\sim 3009\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısındaki sinyallerin azalması; $\sim 1105\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısındaki sinyallerin ise artması beklenmektedir [31,36]. Şekil 6.1 incelendiğinde; ozonlanan yağların tamamında, ozonlama ile $=C-H$ bağıını gösteren bantların kaybolduğu, ozoniti gösteren ($C-O$ bağıını) sinyallerde ise ham yağlarda bantlar olmazken ozonlanmış yağlarda bulunduğu görülmektedir. Ozonlanmış yağların $\sim 1105\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısındaki sinyallerinin oluşturduğu bantlar göz önünde bulundurulduğunda, bant gerilimlerinin zeytinyağı, sarı kantaron yağı ve keten tohumu yağlarında % 50'ye, susam yağında % 54'e, argan yağında ise % 74'e uzandığı görülmektedir. Bu durum, susam yağının diğer yağlara göre biraz daha düşük, argan yağının ise çok düşük miktarda ozon bağladığını göstermektedir.

Ham ve ozonlanmış zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı, susam yağı ve argan yağının GC analizi ile araştırılan, önemli yağ asidi içerikleri Çizelge 6.2'de ve doymamış yağ asitleri toplamı ile ozonlama sonrası toplam yağ asitlerinin % değişimini gösteren grafik Şekil 6.2'de verilmiştir.

Çizelge 6.2. Ham ve ozonlanmış yağların yağ asidi içerikleri (R: Ham yağ, O: Ozonlanmış yağ)

Yağ Asidinin Adı	Zeytinyağı (%)		Sarı Kantaron Yağı (%)		Keten Tohumu Yağı (%)		Susam Yağı (%)		Argan Yağı (%)	
	R	O	R	O	R	O	R	O	R	O
Tanımlanamayan madde	-	32,49	-	27,33	-	15,88	-	17,23	-	7,05
Palmitik asit	11,82	28,88	12,16	28,23	5,67	32,15	9,15	26,54	14,17	30,73
Cis-10-heptadekanoik asit	-	22,35	-	14,31	-	4,53	-	13,50	-	6,97
Steraik asit	2,35	6,69	2,78	9,62	3,15	8,10	5,25	16,64	5,85	14,16
Oleik asit	73,07	-	72,98	0,25	15,55	18,25	40,58	4,40	44,12	26,82
Linoleik asit	9,80	0,28	8,26	0,02	14,82	8,57	42,74	0,68	27,88	8,98
Linolenik asit	1,12	0,30	1,50	0,33	59,82	2,54	2,71	0,50	0,86	1,44



Şekil 6.2. Ham ve ozonlanmış yağların doymamış yağ asitleri toplamı (%) ve % değişimi

Çizelge 6.2, ozonlanmış yağlarda analizin ilk dakikalarında, GC analizinin yapıldığı cihazın kütüphanesinde olmayan ve dolayısıyla tanımlanamayan bir madde içeriğinin var olduğunu göstermektedir. Bu maddelerin analizin ilk süreleri içerisinde açığa çıkmış olması ve ozonlama ile oluşması, ozonlama ile doymamış yağ asitlerinin parçalanarak daha küçük yağ asitlerinin açığa çıkıyor olması ile açıklanabilmektedir. Çizelge 6.2 ve Şekil 6.2 incelendiğinde, ozonlama sonrası yağlardaki önemli doymamış yağ asitleri olan oleik, linoleik ve linolenik asit miktarlarının önemli ölçüde düştüğü ve bu düşüşün en fazla zeytinyağı (% 99,31), sarı kantaron yağı (% 99,27) ve susam yağında (% 93,51); en az ise argan yağında (% 48,89) olduğu görülmektedir. Susam yağında doymamış yağ asitlerinin toplam değişimi, FTIR sonuçlarına paralel şekilde, zeytinyağı ve sarı kantaron yağlarına göre düşük kalmıştır. Bu durum, bir bitkisel yağın yağ asidi içeriğinin, onun ozonlanma sonuçları üzerinde etkili olduğunu kanıtlamaktadır. Doymamış

yağ asitleri toplamı bakımından incelenen keten tohumu yağında da bu azalma (% 67,44) düşük kalmıştır ve bu yağın maksimum ozon bağlaması için ilave ozonlama süresine ihtiyaç duyulduğu anlaşılmıştır. Ancak keten tohumu yağında bulunan, üç çifte bağ içeren yüksek linolenik asit miktarı nedeniyle, bu yağa bağlanan ozon miktarı diğer yağlar ile benzer şekilde olmuştur. Bu durum yağların IR spektrumlarında (Bkz. Şekil 6.1) C-O bağlarını gösteren bantların geriliminin benzer olmasından anlaşılmaktadır. Ayrıca, keten tohumu yağının 3 saatten uzun süren ozonlama uygulaması sonrası, viskozitesinin çok fazla artması ve numune almanın zorlaşması nedeniyle, bu yağ ile çalışılırken daha uzun ozonlama sürelerine çıkılamamıştır. Argan yağında ise, ozonlama sonrası, hem toplam yağ asidi değişimi (% 48,89), hem de ozonlama sonrası açığa çıkan parçalanma ürünleri miktarının (% 7,05) çok düşük kalmış olması, yağın verimli bir şekilde ozonlanamadığını göstermiştir. Ayrıca argan yağında ozonlama sonrası diğer yağlarda bulunmayan bir faz ayrımı da meydana gelmiştir.

Şekil 6.1, Şekil 6.2, ve Çizelge 6.2 göz önünde bulundurulduğunda; yağların maksimum miktarda ozon bağlaması için 3 saat ozonlama süresinin yeterli olduğu, bu süre sonunda argan yağının ozonu verimli bir şekilde bağlayamadığı görülmüştür. Bu durum, doymamış yağ asit içeriği diğer yağlardan düşük olan bitkisel yağların verimli bir ozonlanmış yağ eldesi için uygun olmadığını göstermiştir. Bu nedenle argan yağı çalışma kapsamından çıkarılmış ve ozonlama süresinin yağların ozonlanma verimliliği üzerindeki etkisinin araştırıldığı çalışmalarda kullanılmamıştır.

Yağlara yapılan ön ozonlama denemeleri sonuçları, bir bitkisel yağın karakteristik özelliğinin onun ozon bağlaması üzerinde oldukça fazla etkisinin olduğunu açıkça göstermiştir. Bu ilişki aşağıdaki gibi açıklanabilmektedir:

- Doymamış yağ asitlerinin toplamı % 80'nin altında olan bir yağdan verimli bir ozonlanmış bitkisel yağ eldesi mümkün olmamaktadır.

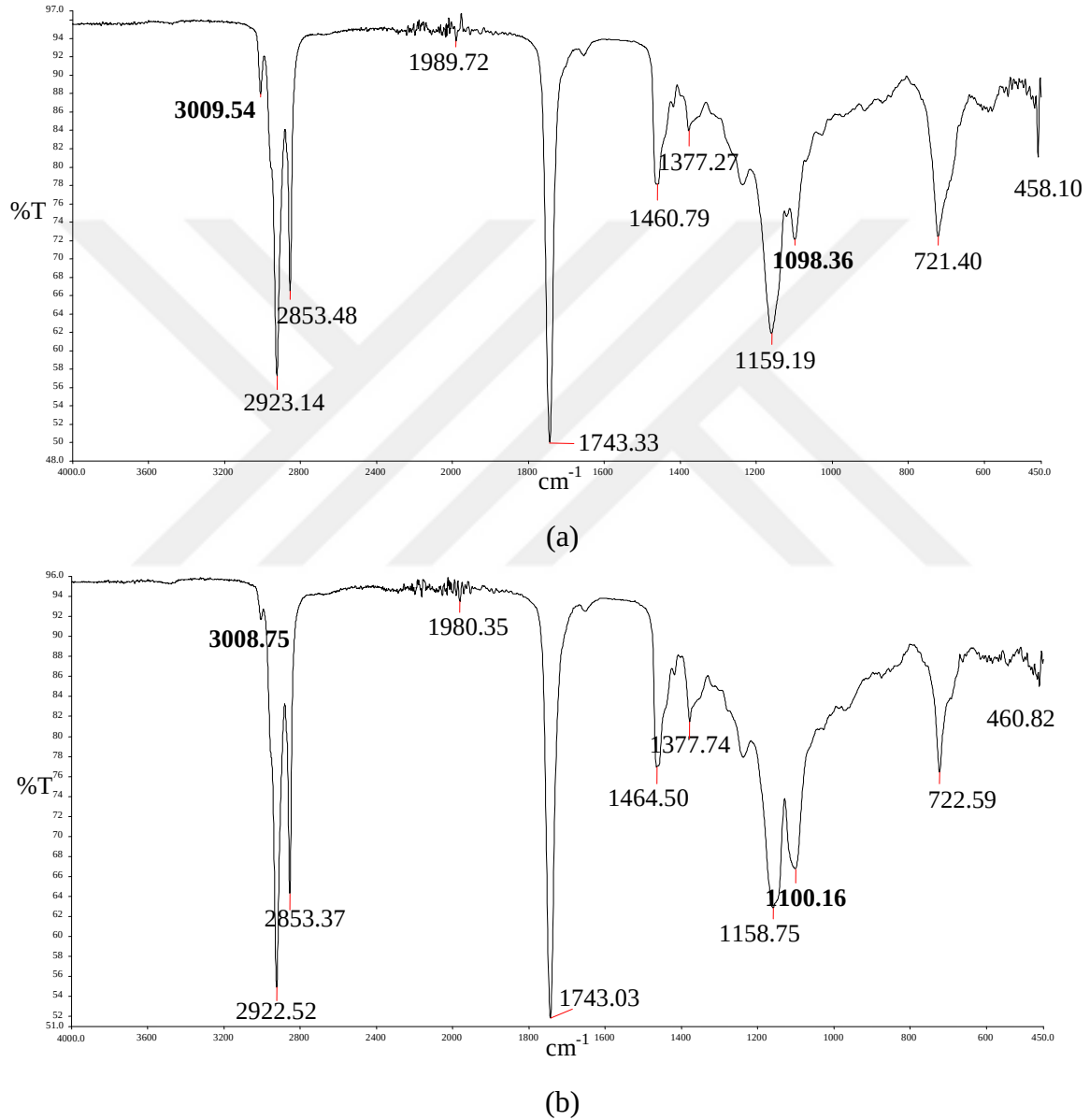
- Linolenik asit içeriği yüksek olan bir yağın ozonlanması sonrası toplam doymamış yağ asidi içeriğindeki azalmanın düşük olmasına rağmen, yağa bağlanan ozon miktarı doymamış yağ asitlerinin tamamı tükenen bir yağ ile benzer olmaktadır.

- Yağ asidi içeriği ve cinsi birbirinden farklı olan yağlardan üretilen ozonlanmış yağların içerdikleri ozon miktarı ve dolayısıyla özellikleri farklılık göstermektedir.

6.1.2.1. Ticari ozonlu yağların ozon içeriklerinin araştırılması

Çalışmanın ikinci aşamasında ayrıca, tez kapsamında üretilen ozonlanmış yağlarla karşılaştırma yapabilmek amacıyla, piyasadan tedarik edilen, ticari ozonlu zeytinyağı ve sarı kantaron yağı FTIR ve GC analizleri ile karakterize edilmiştir.

Piyasadan tedarik edilen, ticari ozonlu zeytinyağı ve sarı kantaron yağının IR spektrumları sırasıyla Şekil 6.3'te verilmiştir.



Şekil 6.3. Piyasadan tedarik edilen ticari ozonlu yağların IR spektrumları (a. Ozonlu zeytinyağı, b. Ozonlu sarı kantaron yağı)

Piyasadan tedarik edilen ticari ozonlu zeytinyağı ve sarı kantaron yağının GC analizi ile belirlenen, içerdikleri önemli yağ asitleri Çizelge 6.3'te verilmiştir.

Çizelge 6.3. Piyasadan tedarik edilen ticari ozonlu yağların yağ asidi içerikleri

Yağ Asidinin Adı	Ozonlu Zeytinyağı (%)	Ozonlu Sarı Kantaron Yağı (%)
Tanımlanamayan madde	0,15	0,32
Palmitik asit	5,90	12,64
Steraik asit	2,44	3,16
Oleik asit	24,78	71,04
Linoleik asit	20,75	9,16
Linolenik asit	28,80	1,39
Arasit asit	11,24	0,48

Şekil 6.1.a-6.1.b ve Şekil 6.3 incelendiğinde, piyasadan tedarik edilen ozonlu yağların, tez kapsamında ozonlanan zeytinyağı ve sarı kantaron yağına göre, C-O bağımlı gösteren dalga sayısında düşük bant gerilimleri gösterdiği görülmektedir. Çizelge 6.3 incelendiğinde, ticari ozonlu yağların, ozonlama sonrası oluşan parçalanma ürünlerini çok düşük miktarda bulundurduğu (~% 0,3) ve toplam doymamış yağ asidi içeriklerinin çok yüksek olduğu (~% 80) görülmektedir. Bu durum, tez kapsamında 3 saat ozonlama yapılarak, piyasada ticari olarak satılan ozonlu yağlardan çok daha verimli ozonlanmış yağlar elde edilebildiğini ve seçilen yağlar için belirlenen maksimum ozonlama süresinin yeterli olduğunu kanıtlamaktadır.

6.1.3. Yağların ozonlanma verimliliği ve fonksiyonel özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisinin incelenmesi

Çalışmanın bu aşamasında, bir önceki aşamada ozonlamaya uygun olarak belirlenen bitkisel yağların ozonlanma verimliliği ve fonksiyonel özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı ve susam yağı 1, 2 ve 3 saat süreyle ozonlanmıştır. Ham ve farklı sürelerde ozonlanan yağlar, FTIR ve GC analizleri ile karakterize edilerek ozonlama süresine bağlı olarak ozonlanma verimlilikleri incelenmiştir. Bunun yanında, ozonlanmış yağların antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme aktiviteleri araştırılarak, bu fonksiyonel özellikler üzerinde ozonlama süresinin etkisi incelenmiştir. Ayrıca ozonlanmış ve ham yağların asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı tayin edilerek, ozonlama süresiyle bu değerlerin değişimleri de araştırılmıştır.

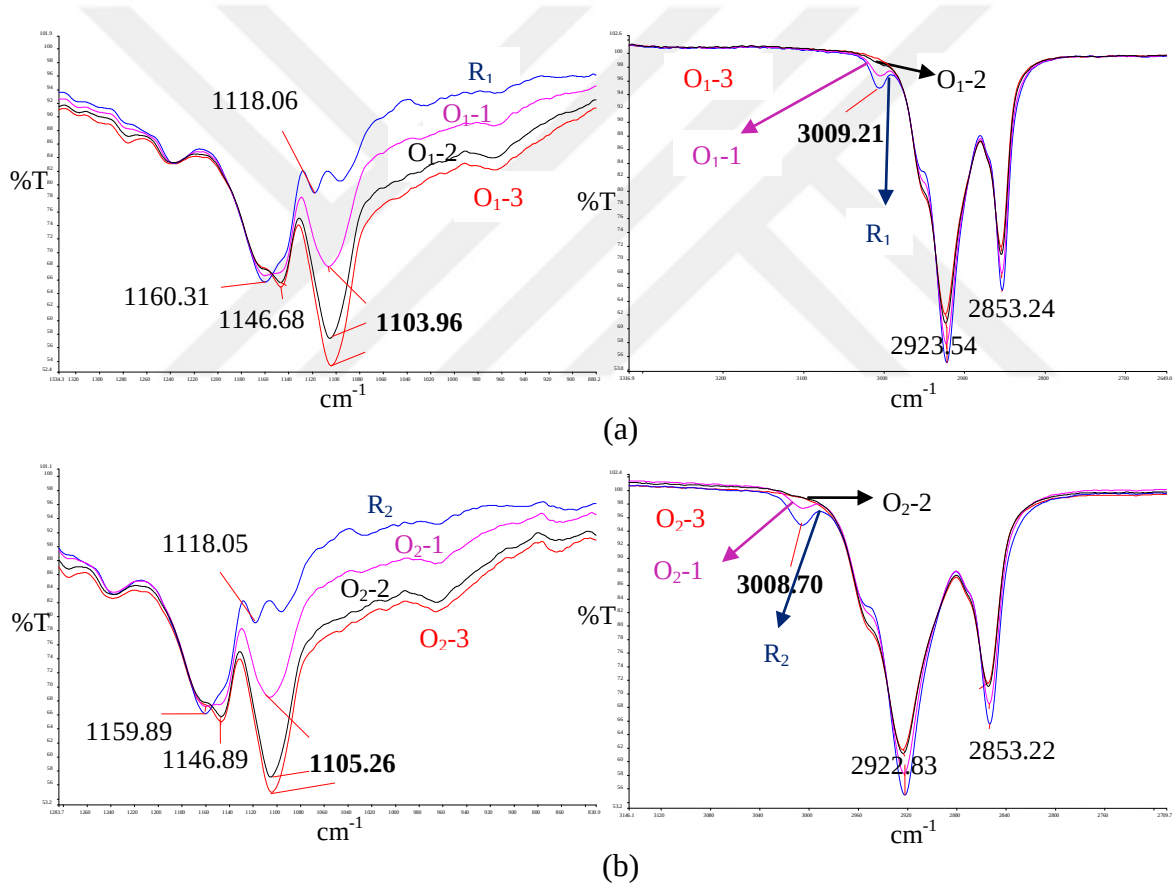
Çalışmanın bu aşamasından itibaren, ham ve ozonlanmış yağlara kod verilmiş ve bundan sonra yağlardan kendilerine verilen kodlar ile bahsedilmiştir. Çalışmalarda kullanılan ham ve ozonlanmış yağlara verilen kodlar Çizelge 6.4'te verilmiştir.

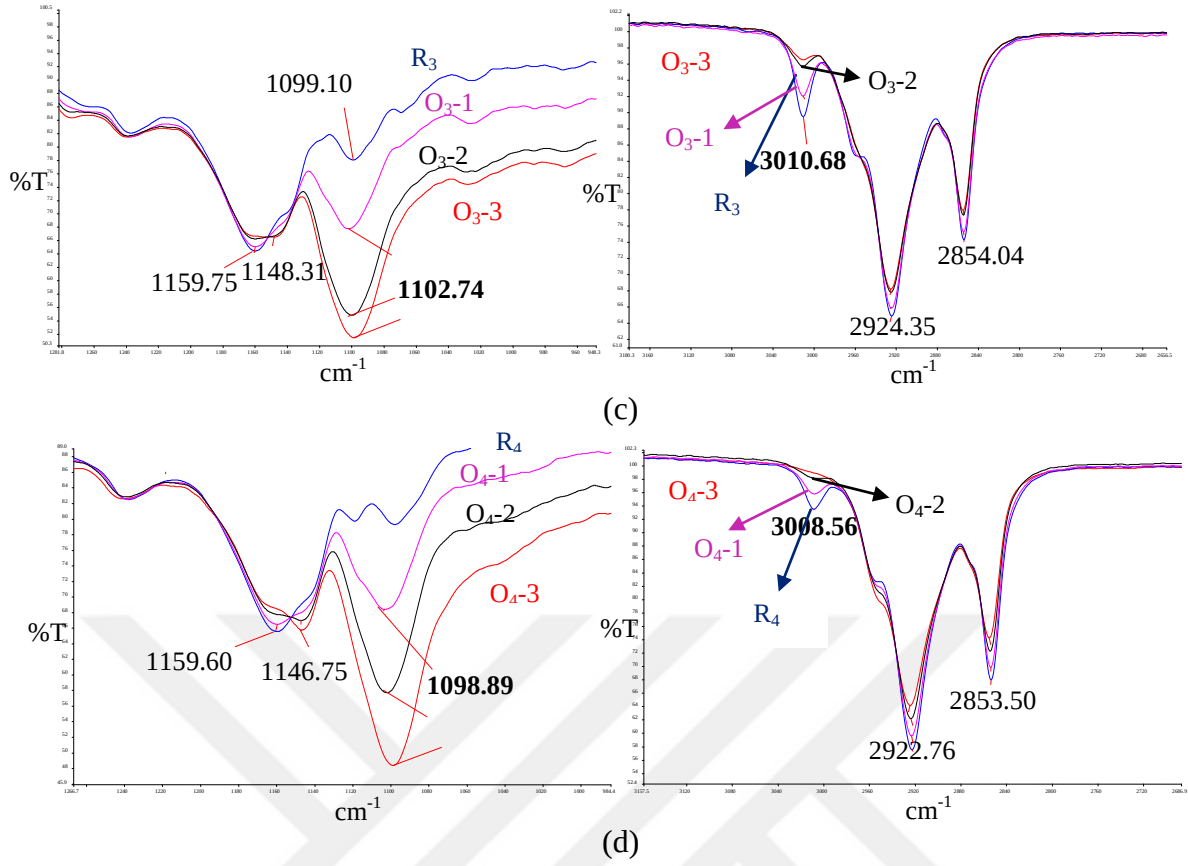
Çizelge 6.4. Yağ kodları

Yağın adı	Ham yağ	1 saat ozonlama sonrası	2 saat ozonlama sonrası	3 saat ozonlama sonrası
Zeytinyağı	R ₁	O ₁ -1	O ₁ -2	O ₁ -3
Sarı kantaron yağı	R ₂	O ₂ -1	O ₂ -2	O ₂ -3
Keten tohumu yağı	R ₃	O ₃ -1	O ₃ -2	O ₃ -3
Susam yağı	R ₄	O ₄ -1	O ₄ -2	O ₄ -3

6.1.3.1. Ozonlanmış yağların FTIR ve GC analiz sonuçları

1, 2 ve 3 saat süreyle ozonlanmış zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı ve susam yağının IR spektrumları, ham yağlarla karşılaştırılmalı olarak, Şekil 6.4'te sırasıyla verilmiştir. Ozonlanmış yağlarda, $\sim 1105 \text{ cm}^{-1}$ ve $\sim 3009 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayısındaki bantlar önemli olduğu için sadece bu kısımlara odaklanılmış spektrumlar verilmiştir.





Şekil 6.4. Farklı sürelerde ozonlanan yağların IR spektrumları (a. Zeytinyağı, b. Sarı kantaron yağı, c. Keten tohumu yağı, d. Susam yağı) (Bkz. Çizelge 6.4)

Şekil 6.4 incelendiğinde; ozonlanan yağların tamamında, artan ozonlama süresiyle, =C-H bağı gösteren dalga sayısındaki ($\sim 3009 \text{ cm}^{-1}$) bant yoğunluğunda azalma olduğu ve 3 saat ozonlama sonrası bu dalga sayısındaki sinyallerin tamamen kaybolduğu görülmektedir. Bunun yanında, artan ozonlama süresiyle C-O bağı gösteren dalga sayısındaki ($\sim 1105 \text{ cm}^{-1}$) bant yoğunluğunda önemli ölçüde artma olduğu görülmektedir. Bu durum, yağlara bağlanan ozon miktarının ozonlama süresine bağlı olarak arttığını göstermektedir.

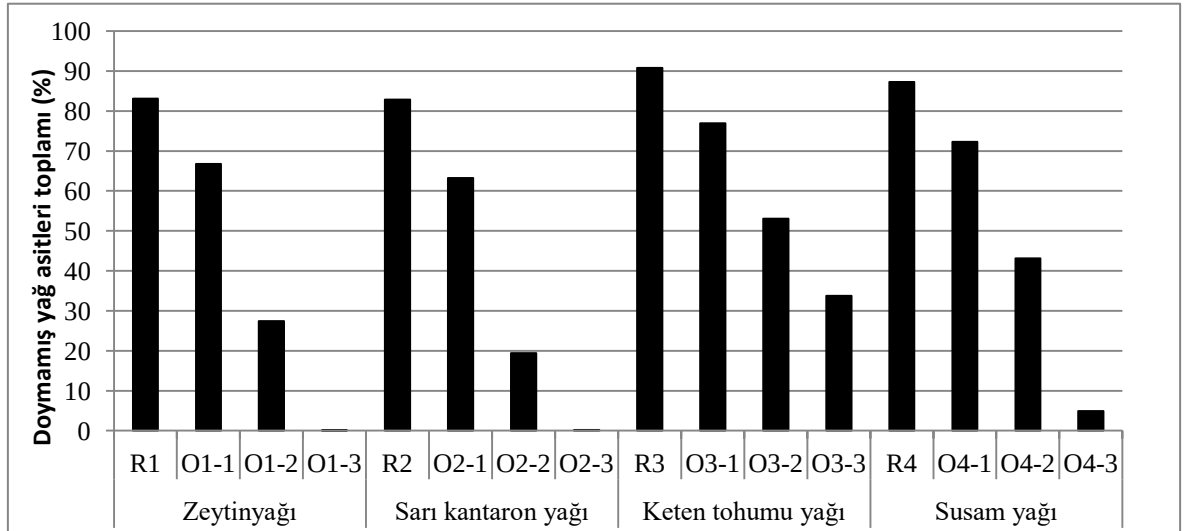
Seçilen yağların ozonlama süresine bağlı olarak, yapılarındaki yağ asitlerinin değişimi GC analizi ile araştırılmış ve yağların ozonlama süresine bağlı olarak içerdikleri önemli yağ asitleri Çizelge 6.5 ve Çizelge 6.6'da, toplam doymamış yağ asitlerini gösteren grafik Şekil 6.5'te verilmiştir.

Çizelge 6.5. Farklı sürelerde ozonlanan zeytinyağı ve sarı kantaron yağlarının yağ asidi içerikleri (Bkz. Çizelge 6.4)

Yağ Asidinin Adı	R ₁ (%)	O ₁ -1 (%)	O ₁ -2 (%)	O ₁ -3 (%)	R ₂ (%)	O ₂ -1 (%)	O ₂ -2 (%)	O ₂ -3 (%)
Tanımlanamayan madde	-	5,85	20,20	29,67	-	6,68	23,09	28,85
Palmitik asit	12,06	16,84	26,93	34,37	12,15	18,38	27,24	32,05
Cis-10-heptadekanoik asit	0,15	4,02	14,50	20,56	0,19	4,43	15,44	19,06
Steraik asit	2,67	3,74	6,00	7,71	2,77	4,06	6,03	7,04
Oleik asit	72,25	61,47	26,41	0,01	73,65	59,40	18,80	0,01
Linoleik asit	9,76	5,15	1,05	0,10	8,01	3,66	0,63	0,21
Linolenik asit	1,10	0,16	-	-	1,20	0,19	-	-

Çizelge 6.6. Farklı sürelerde ozonlanan keten tohumu ve susam yağlarının yağ asidi içerikleri (Bkz. Çizelge 6.4)

Yağ Asidinin Adı	R ₃ (%)	O ₃ -1 (%)	O ₃ -2 (%)	O ₃ -3 (%)	R ₄ (%)	O ₄ -1 (%)	O ₄ -2 (%)	O ₄ -3 (%)
Tanımlanamayan madde	-	1,08	6,95	15,07	-	2,28	8,10	17,77
Palmitik asit	5,68	9,46	16,53	30,25	9,31	13,29	21,82	28,52
Cis-10-heptadekanoik asit	0,02	0,23	3,93	4,75	0,03	2,34	7,50	13,69
Steraik asit	3,15	3,36	8,95	9,99	4,59	7,48	11,89	17,21
Oleik asit	15,54	17,25	21,12	21,98	40,41	39,58	30,29	4,21
Linoleik asit	15,48	15,63	11,49	9,21	44,30	32,33	12,66	0,68
Linolenik asit	59,80	44,09	20,42	2,58	2,57	0,38	0,17	-



Şekil 6.5. Farklı sürelerde ozonlanan yağların doymamış yağ asitleri toplamı (%) (Bkz. Çizelge 6.4)

Çizelge 6.5 ve Çizelge 6.6 incelendiğinde, ozonlanmış yağlarda, GC analizinin ilk sürelerinde açığa çıkan parçalanma ürünlerinin ozonlama süresiyle önemli ölçüde arttığı ve 3 saat ozonlama sonrası zeytinyağı ve sarı kantaron yağında yaklaşık % 30, keten tohumu

ve susam yağında % 15'e ulaştığı görülmektedir. Şekil 6.5, ozonlama sonrası yağlardaki önemli doymamış yağ asidi olan oleik, linoleik ve linolenik asitlerinin toplam miktarlarının artan ozonlama süresiyle önemli ölçüde düştüğünü ve 3 saatlik ozonlama sonrası, keten tohumu haricindeki yağlarda bu yağ asitlerinin neredeyse tamamen tükendiğini göstermektedir. Bu durum, zeytinyağı, sarı kantaron yağı ve susam yağının 3 saat ozonlama süresi sonunda maksimum ozon bağladığını; keten tohumu yağı için ise ilave süreye ihtiyaç duyulduğunu göstermektedir. Ancak, keten tohumu yağının 2 saatten uzun süren ozonlama uygulaması sonrası, viskozitesinin çok fazla artması ve çalışmanın zorlaşması nedeniyle, bu yağ ile çalışılırken daha uzun ozonlama sürelerine çıkılamamıştır. Ayrıca keten tohumu yağı, yapısında bulunan yüksek linolenik asit içeriği nedeniyle 3 saat ozonlama sonrası, diğer yağların bağladığı kadar ozon bağlayabilmiştir.

Ozonlama sonrası açığa çıkan, GC analizinin yapıldığı kütüphanede bulunmayan ve dolayısıyla tanımlanamayan maddelerin araştırılması amacıyla, ham ve ozonlanmış yağlar, kütüphanesi daha geniş başka bir laboratuvarda bulunan GC cihazı ile araştırılmış ve sonuçlar Çizelge 6.7 ve Çizelge 6.8'de verilmiştir.

Çizelge 6.7. Zeytinyağı ve sarı kantaron yağının ozonlama ile içeriklerindeki değişim (Bkz. Çizelge 6.4)

Madde	R ₁ (%)	O ₁₋₁ (%)	O ₁₋₂ (%)	O ₁₋₃ (%)	R ₂ (%)	O ₂₋₁ (%)	O ₂₋₂ (%)	O ₂₋₃ (%)
Nonanoik asit (C9:0)	-	4,61	19,82	32,88	-	2,24	10,83	16,15
3-Nonenoik asit	-	0,47	1,13	-	-	-	0,52	0,87
Nonanal dimetil asetal	-	0,12	0,44	1,07	-	0,61	3,57	4,26
Nonanedioik asit (C9:2)	-	3,71	14,56	25,49	-	2,48	15,94	21,38
Palmitik asit (C16:0)	12,07	17,28	28,38	30,06	11,63	19,52	30,82	33,67
Stearik asit (C18:0)	2,90	4,3	6,45	7,24	3,12	4,10	7,62	9,14
Oleik asit (C18:1)	73,79	63,35	26,13	-	74,70	57,28	17,95	-
Linoleik asit (C18:2)	9,38	4,7	0,95	-	7,69	3,17	0,25	-
Linolenik asit (C18:3)	0,60	-	-	-	1,18	-	-	-

Çizelge 6.8. Keten tohumu yağı ve susam yağının ozonlama ile içeriklerindeki değişim (Bkz. Çizelge 6.4)

Madde	R ₃ (%)	O ₃ -1 (%)	O ₃ -2 (%)	O ₃ -3 (%)	R ₄ (%)	O ₄ -1 (%)	O ₄ -2 (%)	O ₄ -3 (%)
Nonanoik asit (C9:0)	-	-	0,84	2,32	-	1,83	9,84	18,71
3-Nonenoik asit	-	-	-	-	-	1,53	5,07	1,93
Nonanal dimetil asetal	-	-	5,12	1,55		0,13	0,32	0,85
Nonanedioik asit (C9:2)	-	1,66	4,57	5,18	-	2,57	10,14	25,39
Palmitik asit (C16:0)	5,12	7,54	15,34	28,79	9,38	14,40	20,14	27,52
Stearik asit (C18:0)	3,86	6,52	10,41	12,31	5,91	8,19	12,22	16,43
Oleik asit (C18:1)	16,13	17,72	21,15	22,20	41,48	39,66	29,75	4,24
Linoleik asit (C18:2)	15,51	15,75	11,67	9,24	42,46	31,25	11,38	-
Linolenik asit (C18:3)	59,32	48,82	24,25	6,31	2,30	0,45	-	-

Çizelge 6.7 ve Çizelge 6.8, ozonlama sonrası yağlardaki doymamış yağ asitlerinin parçalanarak daha düşük C sayına sahip, düşük zincir uzunluklu yağ asitlerine dönüştüğünü göstermektedir. Ozonlama sonrası parçalanma ürünleri olarak nonanoik asit, 3-nonenoik asit, nonanal dimetil asetal ve nonanedioik asit açığa çıkmıştır. Ayrıca ozonlama sonrası yağlarda en yoğun olan yağ asidi C:9 serisinden nonanoik asit ve nonanedioik asit olmuş ve bu yağ asitleri artan ozonlama süresiyle önemli ölçüde artış göstermiştir.

6.1.3.2. Ozonlanmış yağların asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı sonuçları

Ozonlanmış yağ üretimi sırasında, yağlara ozon bağlanmasının araştırılmasında kullanılan önemli analizler olması nedeniyle, farklı sürelerde ozonlanan yağların asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı değerleri belirlenmiştir. Analizler titrasyon ile gerçekleştirilmiş ve her analiz üç kez tekrarlanmıştır. Sonuçların ortalaması Çizelge 6.9'da verilmiştir.

Çizelge 6.9. Farklı sürelerde ozonlanan yağların asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı (Bkz. Çizelge 6.4)

Yağın adı (Bkz. Çizelge 6.4)	Asitlik İndisi (mgKOH/g)	Peroksit Değeri (mmol.eq/kg)	İyot Sayısı (g)
R₁	1,70	16,69	72,20
O₁-1	3,46	190,48	70,95
O₁-2	5,58	222,35	69,20
O₁-3	12,45	424,07	6,00
R₂	5,67	60,86	73,00
O₂-1	6,41	110,74	72,75
O₂-2	7,72	288,75	72,40
O₂-3	12,06	393,37	11,65
R₃	2,10	20,77	78,30
O₃-1	3,53	23,71	73,75
O₃-2	5,46	46,4	69,40
O₃-3	6,05	63,46	62,65
R₄	2,53	14,51	76,00
O₄-1	3,29	91,59	71,15
O₄-2	5,57	152,86	70,90
O₄-3	8,32	338,87	53,20

Çizelge 6.9 incelendiğinde, artan ozonlama süresi ile tüm yağların asitlik indisi ve peroksit değerlerinin arttığı; iyot sayısı değerlerinin azaldığı görülmektedir. Asitlik indisi değerinin artması, yağların hidrolize uğradığını ve yağlardaki serbest yağ asidi (hidrokarbon, keton, aldehit, epoksit ve alkoller gibi) miktarının arttığını, peroksit değerinin artması yağların ozon bağladığını ve iyot indisi değerinin azalması yağlardaki doymamışlığın azaldığını göstermektedir. Bu sonuçlar, ozonun yağlardaki doymamış yağ asitlerine bağlandığını ve bu bağlanmanın artan ozonlama süresiyle arttığını kanıtlamaktadır.

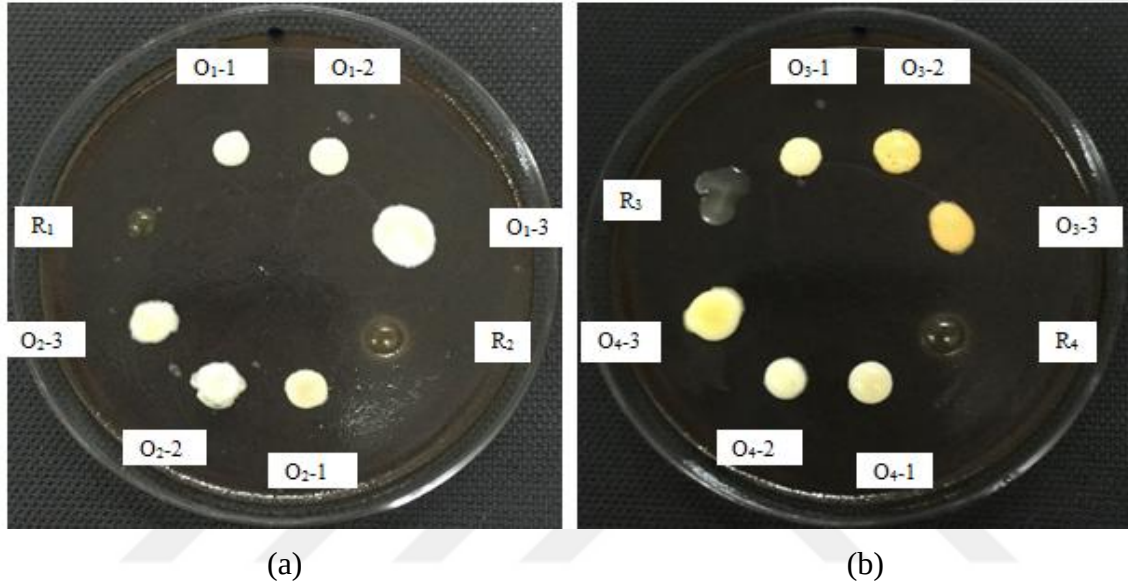
Ozonlama süresine bağlı olarak, yağın ozonlanma verimliliğinin araştırılması amacıyla gerçekleştirilen FTIR, GC, asitlik indisi, peroksit değeri ve iyot sayısı analiz sonuçları bir bütün olarak göz önünde bulundurulduğunda, ozonlama süresinin artışı ile seçilen tüm bitkisel yağların ozonlanma verimliliklerinin arttığını söylemek mümkün olmaktadır.

6.1.3.3. Ozonlanmış yağların antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme analiz sonuçları

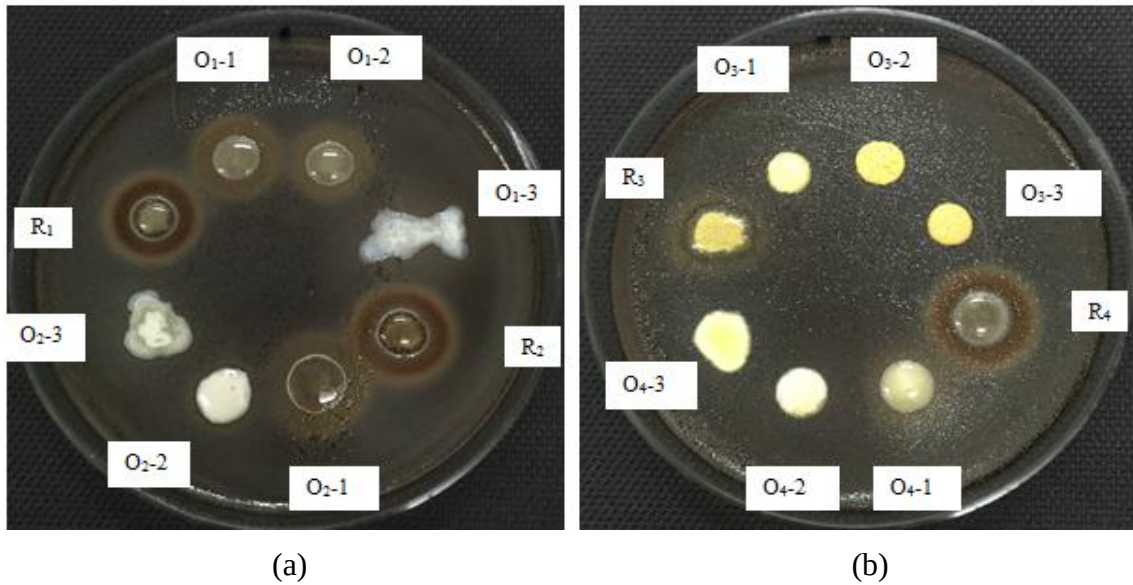
Tez çalışması kapsamında üretilecek medikal tekstil yüzeylerinden antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme fonksiyonel özelliklerini göstermesi beklenmektedir. Bu amaçla, üretilecek tekstil yüzeylerine aktarılacak ozonlanmış yağların bu özelliklere sahip olarak üretilmesi gerektiğinden, çalışmanın bu aşamasında ozonlama süresinin yağların bu

fonksiyonel özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Böylece her yağ için, bu üç özelliğe sahip olması için gereken ozonlama süresi belirlenmeye çalışılmıştır.

Ozonlama süresinin yağların antibakteriyel özellikleri üzerindeki etkisini incelemek amacıyla, ozonlanmış ve ham yağların *E. coli* (ATCC 35218)^a ve *S. aureus* (ATCC 6538)^a bakterilerine karşı antibakteriyel aktiviteleri araştırılmıştır. Yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre araştırılan antibakteriyel aktivite sonuçları Şekil 6.6 ve Şekil 6.7'de sırasıyla verilmiştir.



Şekil 6.6. Farklı sürelerde ozonlanan yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre *E. coli* bakterisine karşı antibakteriyel aktivitesi (a. Zeytinyağı ve sarı kantaron yağı, b. Keten tohumu yağı ve susam yağı) (Bkz. Çizelge 6.4)



Şekil 6.7. Farklı sürelerde ozonlanan yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre *S. aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktivitesi (a. Zeytinyağı ve sarı kantaron yağı, b. Keten tohumu yağı ve susam yağı) (Bkz. Çizelge 6.4)

Test edilen bir numunenin antibakteriyel özelliğe sahip olabilmesi için, altında, üstünde ve çevresinde bakteri ürememesi gerekmektedir. Ayrıca, test edilen numunenin bakterilere karşı oluşturduğu koruma bölgesinin çapı arttıkça antibakteriyel etkinliğin arttığı anlaşılmaktadır. Şekil 6.6 ve Şekil 6.7 incelendiğinde, ham ve ozonlanmış yağların altında ve üstünde bakteri üremediği ve artan ozonlama süresiyle oluşturduğu koruma bölgesinin çaplarının arttığı net bir şekilde görülmektedir. Dolayısıyla, ham ve ozonlanmış yağların, test edilen her iki bakteri türüne karşı da antibakteriyel aktivitesinin bulunduğu ve bu aktivitenin artan ozonlama süresi ile arttığını söylemek mümkündür.

Ham ve ozonlanmış yağların aktarıldığı tekstil yüzeylerine kazandırdığı antibakteriyel aktiviteyi ve bu aktivitenin ozonlama süresi ile sayısal olarak değişimini incelemek amacıyla, ham ve ozonlanmış yağlar, dokuma kumaşlara emdirme yöntemi ile applike edilmiştir. Aplikasyon sonrası kumaşlar, kurutma yapılmadan *E. coli* bakterisine karşı test edilmiştir. Antibakteriyel aktivite testi kontrol numunesi olması bakımından, işlem görmemiş kumaş numunesine de gerçekleştirilmiştir. İşlem görmemiş, ham ve ozonlanmış yağ applike edilmiş kumaşların antibakteriyel etkinlik sonuçları Çizelge 6.10'da verilmiştir.

Çizelge 6.10. Ozonlanmış ve ham yağ applike edilmiş kumaşların antibakteriyel aktivite sonuçları (Bkz. Çizelge 6.4)

Kumaş Numunesi	% Bakteri Değişimi	Kumaş Numunesi	% Bakteri Değişimi
İşlem görmemiş	257,14	R ₃ yağı applike edilmiş	307,14
R ₁ yağı applike edilmiş	214,29	O ₃ -1 yağı applike edilmiş	-100,00
O ₁ -1 yağı applike edilmiş	-100,00	O ₃ -2 yağı applike edilmiş	-100,00
O ₁ -2 yağı applike edilmiş	-100,00	O ₃ -3 yağı applike edilmiş	-100,00
O ₁ -3 yağı applike edilmiş	-100,00	R ₄ yağı applike edilmiş	314,29
R ₂ yağı applike edilmiş	300,00	O ₄ -1 yağı applike edilmiş	-100,00
O ₂ -1 yağı applike edilmiş	-100,00	O ₄ -2 yağı applike edilmiş	-100,00
O ₂ -2 yağı applike edilmiş	-100,00	O ₄ -3 yağı applike edilmiş	-100,00
O ₂ -3 yağı applike edilmiş	-100,00		

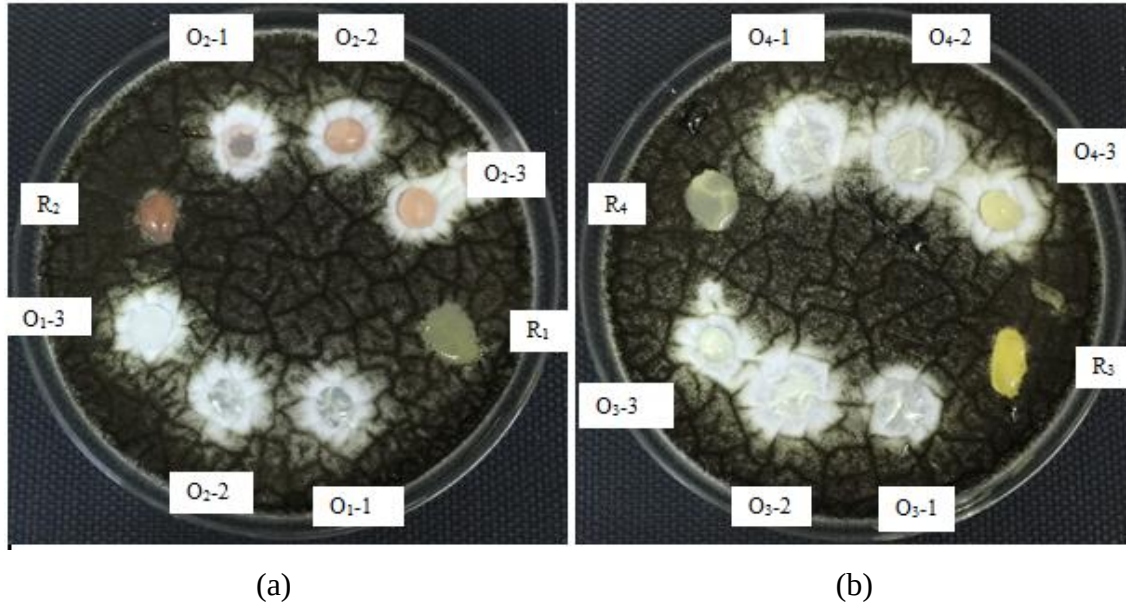
^a 1 gram ağırlığındaki her bir örneğe aktarılan bakteri konsantrasyonu $3,50 \times 10^5$ (log 5,54) cfu* olarak hesaplanmıştır.

*cfu : Koloni oluşturan birim.

Çizelge 6.10 incelendiğinde, ham yağların applike edildiği kumaş numunelerinde antibakteriyel etkinlik bulunmadığı; ozonlanmış yağların applike edildiği tüm kumaş numunelerinin ise % 100 antibakteriyel özellik kazandığı görülmektedir. Şekil 6.6, Şekil 6.7 ve Çizelge 6.10 birlikte düşünüldüğünde, seçilen ham yağların antibakteriyel aktivitesinin bulunduğunu, ancak ham yağlar tekstil yüzeylerine aktarıldığında tekstil üzerine aktarılan yağ miktarının tekstil yüzeyinin antibakteriyel etkinlik kazanmasında

yeterli olmadığını söylemek mümkündür. Ancak yağlar, 1 saat ozonlama sonrası dahi aktarıldığı tekstil yüzeyine yüksek antibakteriyel aktivite kazandırmış ve 24 saat sonunda ortamdaki tüm bakterileri öldürmüştür. Bu sonuçlar, tez çalışması kapsamında üretilen ozonlanmış yağların aktarıldığı tekstil yüzeylerine antibakteriyel etkinlik kazandırması beklenildiğinden, seçilen yağların minimum 1 saat ozonlanması gerektiğini ortaya koymaktadır.

Ozonlama süresinin yağların antifungal özelliği üzerindeki etkisini incelemek amacıyla, ozonlanmış ve ham yağların *Aspergillus niger* mantarına karşı antifungal aktiviteleri araştırılmıştır. Yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre araştırılan antifungal aktivite sonuçları Şekil 6.8'de verilmiştir.



Şekil 6.8. Farklı sürelerde ozonlanan yağların katı besiyerine ekim yöntemine göre *Aspergillus niger* mantarına karşı antifungal aktivitesi (a. Zeytinyağı ve sarı kantaron yağı, b. Keten tohumu yağı ve susam yağı) (Bkz. Çizelge 6.4)

Antibakteriyel aktiviteye benzer şekilde, test edilen bir numunenin antifungal özelliğe sahip olabilmesi için, altında, üstünde ve çevresinde mantar üremesi olmaması gerekmektedir. Ayrıca, test edilen numunenin mantarlara karşı oluşturduğu koruma bölgesinin çapı arttıkça antifungal etkinliğin arttığı anlaşılmaktadır. Şekil 6.8, ham ve ozonlanmış yağların test edilen mantar türüne karşı antifungal aktivitesinin bulunduğunu ve bu aktivitenin ozonlama süresinin artması ile belirgin şekilde arttığını göstermektedir.

Yağların yara iyileştirme özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisini incelemek amacıyla, deney hayvanları üzerinde çizgisel insizyon ve dairesel eksizyon yara

modelleri oluşturulmuştur. Deney hayvanları üzerinde çizgisel insizyon yara modeli oluşturularak incelenen yara iyileştirme analiz sonuçları Çizelge 6.11'de verilmiştir.

Çizelge 6.11. Çizgisel kesik yara modeli üzerinde ozonlanan ve ham yağların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi (Bkz. Çizelge 6.4)

Materyal	İstatistiksel Ortalama $\pm$ SEM	Yara Gerilim Kuvveti (%)
Boş numune	14.72 $\pm$ 2.13	7.1
Negatif Kontrol	13.74 $\pm$ 1.88	–
R₁	16.26 $\pm$ 2.47	10.5
O₁-1	16.59 $\pm$ 1.94	12.7
O₁-2	16.71 $\pm$ 2.43	13.5
O₁-3	17.78 $\pm$ 2.26	20.8
R₂	18.01 $\pm$ 2.42	22.4
O₂-1	18.53 $\pm$ 1.55	25.9*
O₂-2	19.27 $\pm$ 1.60	30.9**
O₂-3	20.28 $\pm$ 1.74	37.8**
R₃	16.80 $\pm$ 2.09	14.1
O₃-1	17.61 $\pm$ 2.05	19.6
O₃-2	18.50 $\pm$ 1.73	25.7*
O₃-3	18.93 $\pm$ 1.68	28.6*
R₄	16.97 $\pm$ 2.19	15.3
O₄-1	17.39 $\pm$ 2.36	18.1
O₄-2	17.71 $\pm$ 2.21	20.3
O₄-3	18.05 $\pm$ 1.41	22.6
Referans	22.46 $\pm$ 2.16	52.6***

* $p < 0.05$; ** $p < 0.01$; *** $p < 0.001$; SEM: Ortalamanın standart hatası

Bir numunenin yara iyileştirme özelliğinin incelenmesi amacıyla deney hayvanları üzerinde oluşturulan çizgisel kesik yara modelinde, yaraya 9 gün boyunca test numunesi uygulanmakta, 10. gün sonunda yara bölgelerinin kenarlarından 2 cm uzağa kesik atılarak yaranın gerilim kuvvetleri ölçülmektedir. Ölçülen bu yara gerilim kuvveti değerlerinin ortalaması ve standart sapması hesaplanarak, % 95 güven derecesinde güven aralığı belirlenmekte ve "p" değeri (olasılık değeri) hesaplanmaktadır. "p" değeri istatistiksel anlamlılığın varlığını ve düzeyini göstermektedir ve genel olarak, $p < 0,05$ olduğunda, bir sonuç istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmektedir. Bu değerler göz önünde bulundurularak analiz sonuçlarının anlamlılığı ve anlamlılığın derecesi belirlenmektedir. Bunun yanında, analizde ölçülen yara gerilim kuvvetlerinden % yara gerilim kuvveti değeri hesaplanmaktadır. Hesaplama, boş numunenin negatif kontrol numunesine (% 1'lik Tween 80), yağ numunelerinin ve referans numunesinin (yara iyileştirme özelliği kanıtlanmış krem) boş numuneye göre % si alınarak yapılmaktadır. Çizelge 6.11 ham yağların % yara gerilim kuvveti değerlerinin, boş numuneye göre % 10'un üzerinde olduğunu, dolayısıyla çalışma kapsamında seçilen ham yağların tamamının yara iyileştirme özelliğine sahip olduğunu göstermektedir. Bu değer en yüksek sarı kantaron yağında (%)

22,4); en düşük zeytinyağında (% 10,5) elde edilmiştir. Çizelge 6.11 incelendiğinde, ozonlanan tüm yağların yara gerilim kuvveti değerlerinin yükseldiği ve bu yükselişin artan ozonlama süresine bağlı olarak daha belirgin hale geldiği görülmektedir. Ayrıca, ozonlanmış yağların sonuçları ham halleri ile karşılaştırıldığında, 3 saat ozonlama ile yara iyileştirme aktivitesinde en büyük artışın sarı kantaron (% 15,4) ve keten tohumu yağında (% 14,5) olduğu; en düşük artışın ise susam yağında (% 7,3) ve zeytinyağında (% 10,3) olduğu görülmektedir. Sonuçlar "p" değeri açısından istatistiksel anlamlılık olarak değerlendirildiğinde, sarı kantaron yağının 1 saat, keten tohumu yağının 2 saat ozonlama sonrası anlamlı bir yara iyileştirme aktivitesi kazandığını; zeytinyağı ve susam yağının yara iyileştirme aktivitelerinin istatistiksel olarak anlamlı olmadığını söylemek mümkündür.

Deney hayvanları üzerinde dairesel eksizyon yara modeli oluşturularak 10 gün boyunca test numunesinin uygulanması ile incelenen yara iyileştirme analiz sonuçları Çizelge 6.12'de verilmiştir.

Çizelge 6.12. Dairesel kesik yara modeli üzerinde ozonlanan ve ham yağların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi (Bkz. Çizelge 6.4)

Yara alanı ± SEM (Küçülme %)						
Materyal	0. gün	2. gün	4. gün	6. gün	8. gün	10. gün
Boş numune	19.33 ± 2.61	18.16 ± 2.37 (1.2)	16.81 ± 1.71 –	14.43 ± 1.81 –	10.48 ± 1.70 (10.0)	6.38 ± 1.29 (5.3)
Negatif Kontrol	19.10 ± 2.03	18.38 ± 2.74	16.62 ± 1.82	14.20 ± 1.72	11.65 ± 1.59	6.74 ± 1.35
R₁	19.79 ± 2.14	17.56 ± 2.45 (3.3)	14.86 ± 1.32 (11.6)	14.19 ± 1.97 (11.7)	9.16 ± 2.03 (12.6)	5.48 ± 1.51 (14.1)
O₁₋₁	20.16 ± 1.92	17.99 ± 2.53 (0.9)	16.44 ± 1.63 (2.2)	13.75 ± 1.46 (4.7)	9.77 ± 1.40 (6.8)	5.73 ± 1.13 (10.2)
O₁₋₂	19.81 ± 1.59	17.69 ± 2.12 (2.6)	16.08 ± 1.54 (4.3)	14.82 ± 1.47 –	9.94 ± 1.55 (5.2)	5.87 ± 1.46 (8.0)
O₁₋₃	19.42 ± 2.44	17.12 ± 1.98 (5.7)	15.48 ± 1.42 (7.9)	13.07 ± 1.73 (9.4)	8.89 ± 1.94 (15.2)	5.19 ± 1.39 (18.7)
R₂	19.85 ± 2.68	16.54 ± 2.28 (8.9)	14.17 ± 1.87 (15.7)	10.85 ± 2.09 (24.8)	8.32 ± 1.68 (20.6)	4.63 ± 1.44 (27.4)
O₂₋₁	19.72 ± 2.49	17.01 ± 1.61 (6.3)	14.44 ± 1.77 (14.1)	11.09 ± 2.20 (23.1)	7.45 ± 1.95 (28.9)	4.15 ± 1.18 (34.9)*
O₂₋₂	19.46 ± 2.71	17.47 ± 1.48 (3.8)	14.52 ± 1.51 (13.6)	11.70 ± 1.46 (18.9)	8.14 ± 1.62 (22.3)	4.03 ± 1.22 (36.8)*
O₂₋₃	19.28 ± 2.18	16.30 ± 2.29 (10.2)	14.24 ± 1.57 (15.3)	11.93 ± 1.69 (17.3)	6.77 ± 1.58 (35.4)*	3.62 ± 1.30 (43.3)**
R₃	19.97 ± 2.31	16.24 ± 1.59 (10.6)	14.34 ± 1.84 (14.7)	11.63 ± 1.92 (19.4)	8.43 ± 1.66 (19.6)	4.96 ± 1.84 (22.3)
O₃₋₁	19.66 ± 2.52	16.93 ± 1.58 (6.8)	15.23 ± 1.68 (9.4)	12.07 ± 1.85 (16.3)	8.46 ± 1.52 (19.3)	4.81 ± 1.38 (24.6)
O₃₋₂	19.84 ± 2.65	15.96 ± 1.79 (12.1)	14.15 ± 1.99 (15.8)	11.34 ± 1.53 (21.4)	7.83 ± 1.80 (25.3)	4.33 ± 1.47 (32.1)*
O₃₋₃	19.57 ± 1.87	16.56 ± 1.60 (8.8)	14.76 ± 2.11 (12.2)	12.72 ± 1.78 (11.9)	7.15 ± 1.72 (31.8)*	3.89 (39.0)**
R₄	19.14 ± 1.83	16.83 ± 1.37 (7.3)	13.97 ± 1.49 (16.9)	11.18 ± 1.64 (22.5)	7.95 ± 1.76 (24.1)	5.04 ± 1.36 (21.0)
O₄₋₁	19.58 ± 2.20	16.87 ± 1.67 (7.1)	15.90 ± 1.44 (5.4)	13.48 ± 1.80 (6.6)	8.60 ± 1.43 (17.9)	5.39 ± 1.42 (15.5)
O₄₋₂	19.24 ± 1.96	16.63 ± 1.36 (8.4)	15.77 ± 1.90 (6.2)	13.41 ± 1.56 (7.1)	9.36 ± 1.81 (10.7)	5.56 ± 1.63 (12.9)
O₄₋₃	20.22 ± 2.29	16.79 ± 1.86 (7.5)	14.99 ± 1.91 (10.8)	11.52 ± 2.24 (20.2)	8.97 ± 1.84 (14.4)	5.09 ± 1.49 (20.2)
Referans	19.76 ± 2.74	15.00 ± 1.15 (17.4)	10.57 ± 1.38 (37.1)*	7.33 ± 1.26 (49.2)**	2.12 ± 1.32 (79.8)***	0.00 ± 0.00 (100.0)***

Bir numunenin yara iyileştirme özelliğinin incelenmesi amacıyla deney hayvanları üzerinde oluşturulan dairesel kesik yara modeli sonrası, yaraların 2 gün aralıklarla, 10 gün boyunca yara alanları ölçülmektedir. Ölçülen bu yara alanlarının ortalaması ve standart sapması hesaplanarak, % 95 güven derecesinde güven aralığı belirlenmekte ve "p" değeri hesaplanmaktadır. Bunun yanında, analizde ölçülen yara alanlarından % küçülme değerleri hesaplanmaktadır. Hesaplama, boş numunenin negatif kontrol numunesine, yağ numunelerinin ve referans numunesinin boş numuneye göre % si alınarak yapılmaktadır. Çizelge 6.12, oluşturulan yaranın üzerine ham yağların uygulanması ile 10. günün

sonunda, % 14,1'in üzerinde yara küçülmesinin gerçekleştiği ve seçilen ham yağların tamamının yara iyileştirme aktivitesine sahip olduğunu göstermektedir. Bu değer en yüksek sarı kantaron yağında (% 27,4); en düşük zeytinyağında (% 14,1) elde edilmiştir. Çizelge 6.12 incelendiğinde, susam yağı haricinde, ozonlanan tüm yağların yara küçülme % değerlerinin yükseldiği ve bu yükselişin artan ozonlama süresine bağlı olarak daha belirgin hale geldiği görülmektedir. Ayrıca, ozonlanmış yağların sonuçları ham halleri ile karşılaştırıldığında, 3 saat ozonlama ile yara küçülme %'sinde en büyük artışın keten tohumu (% 16,7) ve sarı kantaron yağlarında (% 15,9) olduğu; en düşük artışın ise zeytinyağında (% 4,6) olduğu görülmektedir. Susam yağının ise ozonlama ile yara küçülme %'sinde bir değişim olmamıştır. Sonuçlar "p" değeri açısından istatistiksel anlamlılık olarak değerlendirildiğinde, çizgisel kesik yara modeli sonuçlarına benzer şekilde, sarı kantaron yağının 1 saat, keten tohumu yağının 2 saat ozonlama sonrası anlamlı bir yara iyileştirme aktivitesi kazandığını; zeytinyağı ve susam yağının yara iyileştirme aktivitelerinin istatistiksel olarak anlamlı olmadığını söylemek mümkündür.

Çizelge 6.11 ve Çizelge 6.12 birlikte değerlendirildiğinde, analizlerde kullanılan tüm yağ numunelerinin istatistiksel olarak anlamlı olmasa da düşük yara iyileştirme aktivitesine sahip olduğunu, susam yağı haricindeki tüm yağlarda bu aktivitenin artan ozonlama süresi ile belirgin şekilde arttığını söylemek mümkündür.

Ozonlanmış ve ham yağ numunelerine yapılan antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme aktivite analiz sonuçları bir bütün olarak değerlendirildiğinde, çalışmada kullanılmak amacıyla seçilen ham yağların tamamının bu fonksiyonel özelliklere sahip olduğu ve özelliklerin ozonlama süresi ile belirgin şekilde arttığı söylenebilmektedir. Bu yağlardan sadece susam yağının ozonlama ile yara iyileştirme özelliğinin gelişmemiş olması bu yağın tez çalışmasında hedeflenen tekstil yüzeylerinin üretiminde kullanılmak için uygun olmadığını göstermiş ve bu yağ çalışma kapsamından çıkarılmıştır.

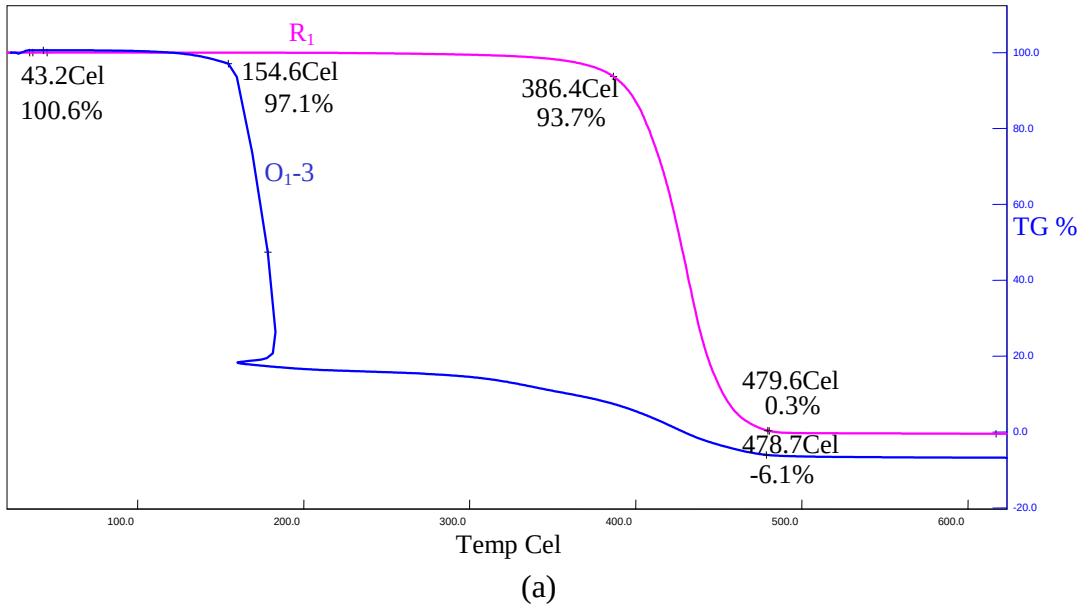
6.1.4. Tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağların belirlenmesi ve üretilmesi

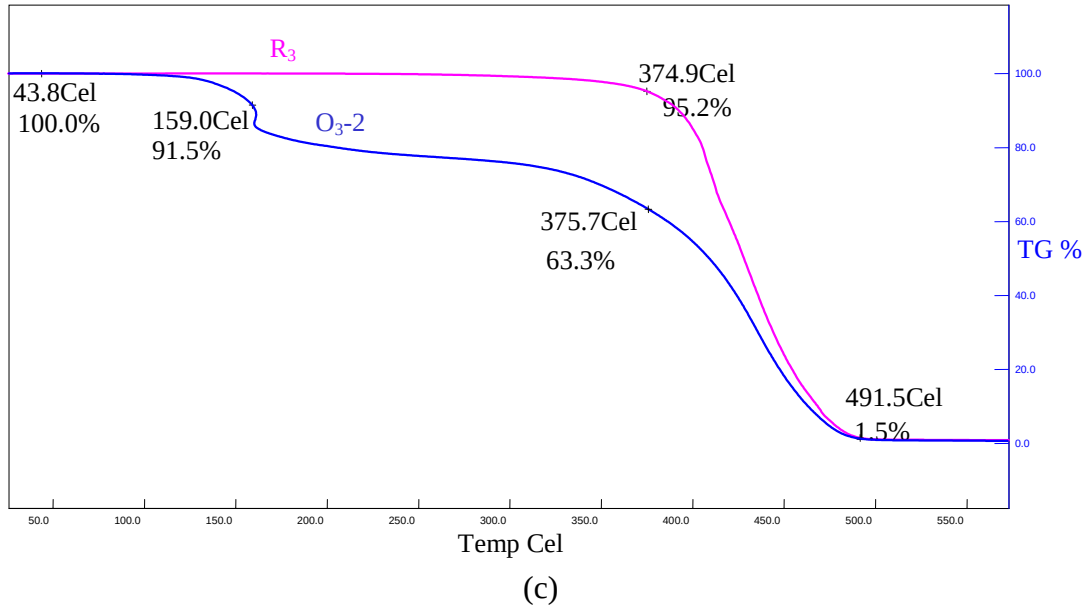
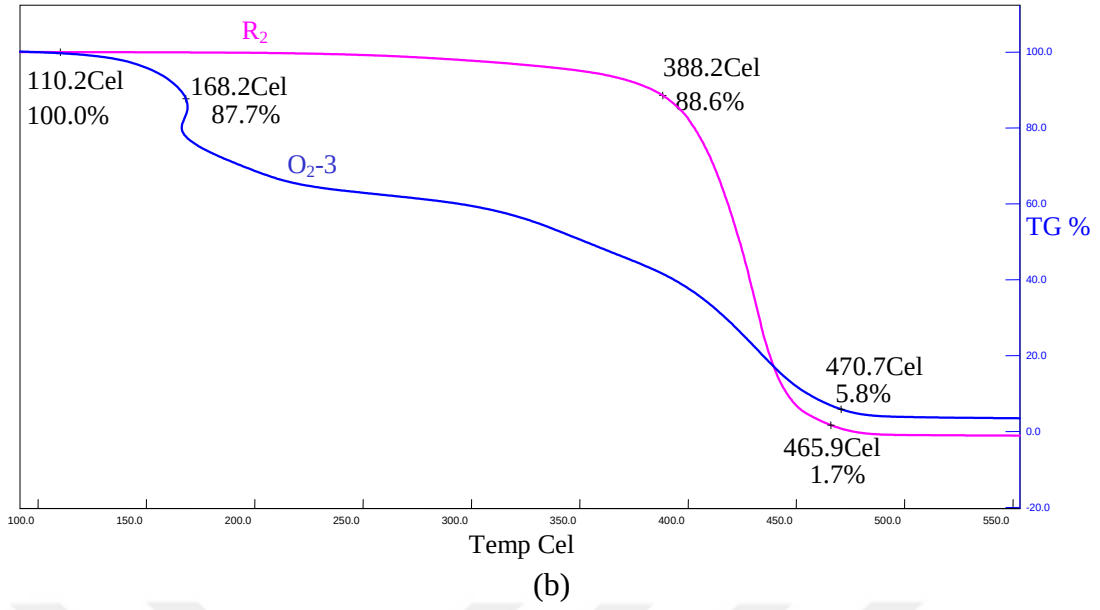
Çalışmanın bu aşamasında, önceki aşamalarda yapılan analizler göz önünde bulundurularak tez çalışmasında hedeflenen antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerinin üçüne birden sahip ozonlanmış yağların, ozonlanmış zeytinyağı, ozonlanmış sarı kantaron yağı ve ozonlanmış keten tohumu yağı olduğu belirlenmiştir. Yağların tamamında, artan ozonlama süresiyle fonksiyonel özelliklerin arttığı ve 3 saat süreyle yapılan ozonlama ile en yüksek seviyeye ulaştığı sonucuna varılmıştır. Ancak yüksek

viskozitesi nedeniyle 3 saat ozonlanan keten tohumu yağı ile çalışmanın zor olması ve bu yağın 2 ve 3 saat ozonlama sonuçlarının birbirine yakın olması nedeniyle, "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü O₁-3, O₂-3 ve O₃-2 kodlu yağlar (Bkz. Çizelge 6.4) olarak belirlenmiştir.

Çalışmanın bu aşamasında ayrıca, hedeflenen özelliklere sahip O₁-3, O₂-3 ve O₃-2 kodlu ozonlanmış yağlar üretilerek bu bölümün son ürünü olarak belirlenen yağlar karakterize edilmiştir. Ham ve ozonlanmış yağlara, ozonlama ile yağların sıcaklık değişimlerine karşı davranışını incelemek amacıyla TGA; biyolojik uyumluluğundaki değişimi incelemek amacıyla biyoyumluluk analizleri yapılmıştır.

"Ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü olarak belirlenen ozonlanmış yağların (O₁-3, O₂-3 ve O₃-2), bu yağların ham halleri olan yağlar (R₁, R₂ ve R₃) ile karşılaştırmalı olarak, sıcaklık ile kütle değişimlerini gösteren grafikler Şekil 6.9'da sırasıyla verilmiştir.





Şekil 6.9. Son ürün olarak belirlenen ozonlanmış yağların TGA analizi sonuçları (a. Zeytinyağı, b. Sarı kantaron yağı, c. Keten tohumu yağı) (Bkz. Çizelge 6.4)

Şekil 6.9 incelendiğinde, ham yağlarda 380°C civarına kadar kütle kayıplarının olmadığı, ozonlanmış yağlarda bozulmaların 160°C civarında başladığı ve ham ve ozonlanmış yağların 490°C civarında hemen hemen bütün kütesini kaybettiği görülmektedir. Bu durum, yağların ozonlama ile sıcaklık dayanımlarının düştüğünü ve daha düşük sıcaklıklarda yapılarının bozulmaya başladığını göstermektedir. Yağların ozonlanması sonucu, düşük sıcaklıklarda kütle kayıplarının başlaması, ozonlama ile yağlardaki doymamış yağ asitlerinin parçalanması ve açığa çıkan daha küçük zincirli yağ asitlerinin düşük sıcaklık dayanımları ile açıklanabilmektedir.

Çalışma kapsamında üretilen medikal tekstil yüzeylerinin, dolayısıyla bu yüzeylerin üretiminde kullanılacak ozonlanmış yağların biyolojik olarak uyumlu olması istenmiştir. Bu nedenle "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü olarak belirlenen ozonlanmış yağların (O₁-3, O₂-3 ve O₃-2) biyolojik uyumlulukları araştırılmıştır. Araştırma yapılırken son ürün olarak belirlenen ozonlanmış yağların yanında, ozonlama işlemi ve süresinin yağların biyolojik reaktiviteleri üzerindeki etkisini de araştırmak amacıyla; R₃ ve O₃-3 kodlu yağların (Bkz. Çizelge 6.4) da biyoyumluluk analizleri yapılmıştır. Seçilen ozonlanmış ve ham yağ numunelerinin sitotoksosite ve cilt irritasyon sonuçları Çizelge 6.13'te verilmiştir.

Çizelge 6.13. Son ürün olarak belirlenen ozonlanmış yağların sitotoksosite ve cilt irritasyon sonuçları

Numune (Bkz. Çizelge 6.4)	Sitotoksosite	Cilt irritasyonu
O ₁ -3	1 (çok az)	1,98 (hafif)
O ₂ -3	1 (çok az)	1,90 (hafif)
R ₃	1 (çok az)	0,17 (ihmal edilebilir)
O ₃ -2	1 (çok az)	0,67 (hafif)
O ₃ -3	1 (çok az)	1,56 (hafif)

Numunelerin biyolojik uyumluluğu değerlendirilirken, sitotoksosite değerlendirmesinde, yapılan gözlemler 0-4 arasında puanlanmakta (Bkz. Çizelge 5.5 ve Çizelge 5.6); cilt irritasyonu değerlendirilmesinde, verilen ödem ve eritem irritasyon skorlarından bir "irritasyon indeksi değeri" oluşturulmakta ve bu değer cevap kategorisi tablosuna (Bkz. Çizelge 5.8) göre değerlendirilmektedir. Çizelge 6.13, ozonlanan yağların insanlar üzerinde çok az bir toksik etkisinin olduğunu, ancak bu etkinin yağların sitotoksik kabul sınırının altında olduğunu ve ozonlama süresi ile bu değerde herhangi bir değişimin olmadığını göstermektedir. Dolayısıyla, tez çalışması kapsamında üretilen ozonlanmış yağların sitotoksik olmadığını söylemek mümkündür. Çizelge 6.13 ayrıca, ozonlanmış yağların cilt irritasyonu açısından biyoyumluluk sonuçlarını göstermektedir. Sonuçlar cilt irritasyonu açısından incelendiğinde, ozonlama işlemi ve ozonlama süresi ile yağların cilt irritasyon indeksi değerlerinin yükseldiği görülmektedir (R₃: 0,17; O₃-2: 0,67; O₃-3: 1,56). Ancak ozonlanan tüm yağların irritasyon indeksi değerlerinin cevap kategorisindeki karşılığı "hafif" olduğundan; ozonlanan yağların hafif derecede cilt irritasyonuna sebep olduğunu ve bu sonucun kabul edilebilir olduğunu söylemek mümkündür. Ayrıca, tez çalışması kapsamında üretilen bu ozonlanmış yağlar, cilde direkt uygulanmayıp mikrokapsüllenerek tekstil yüzeylerine aktarılacağından, tekstil yüzeylerine aktarılan ozonlanmış yağların cilt irritasyonu açısından sorun yaratmayacağı düşünülmektedir. Bu

durumda, tez kapsamında üretilen ozonlanmış bitkisel yağların cilde yan etkisinin olmadığını ve cilt ile uyumlu olduğunu söylemek mümkündür.

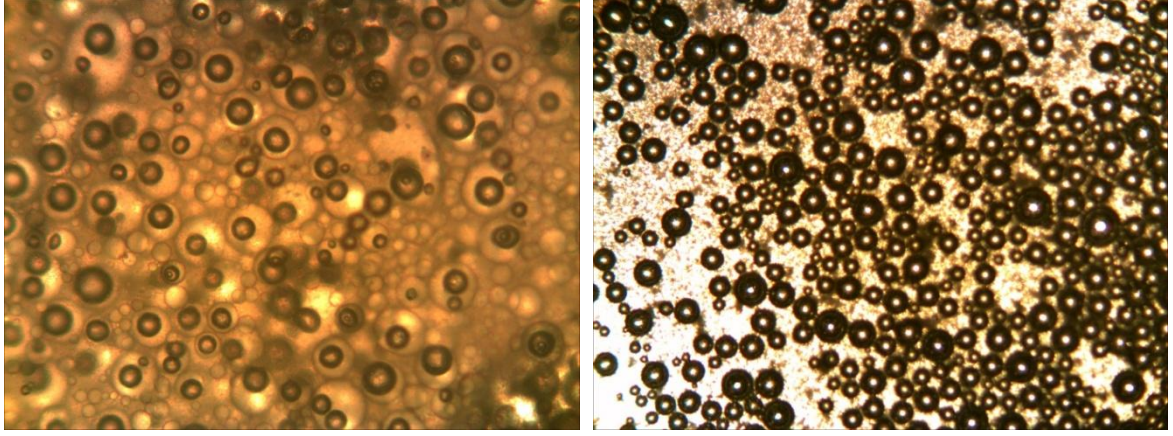
6.2. Ozonlanmış Bitkisel Yağların Mikroapsüllenmesi

Ozonlanmış yağların en verimli şekilde kapsüllendiğı çalışma yöntem ve reçetesinin belirlenmesi açısından çalışmanın bu bölümü dört aşamada gerçekleştirilmiştir.

6.2.1. Kapsüllemede en uygun kabuk materyal ve çalışma yönteminin belirlenmesi

Çalışmanın bu aşamasında, ozonlanmış yağları en verimli şekilde kapsülleyecek kabuk materyalinin ve çalışma yönteminin belirlenmesi amacıyla; arap zambı, jelatin ve β -siklodekstrin kullanılarak ön kapsülleme denemeleri gerçekleştirilmiştir. Ön denemeler, kabuk materyal olarak arap zambı ve jelatin kullanılarak basit koaservasyon, β -siklodekstrin kullanılarak inklüzyon kompleksleri hazırlama şeklinde iki farklı yöntem ile gerçekleştirilmiştir. Ön denemelerin tamamında, iç faz olarak O₁-3 kodlu ozonlanmış yağ kullanılmıştır. Hazırlanan mikrokapsül çözeltileri seyreltilmeden, toz halindeki β -siklodekstrin inklüzyon kompleksleri ise % 20 konsantrasyonlu çözeltileri hazırlanarak, emdirme yöntemi ile kumaşlara aplike edilmiş ve kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop ve β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin SEM görüntüleri alınarak, elde edilen kapsüllerin kabuk ve öz yapıları ve şekilleri incelenmiştir. Ayrıca, hazırlanan kapsüllerin aktarıldığı kumaşların SEM görüntüleri alınarak mikrokapsüllerin ve komplekslerin kumaşı oluşturan liflerin yüzeyindeki dağılımı ve yerleşimi de incelenmiştir.

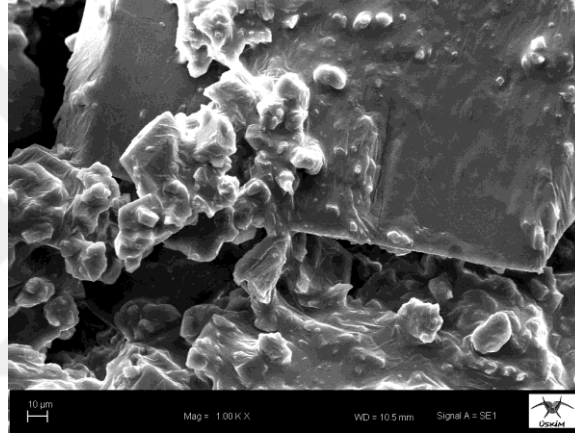
Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri Şekil 6.10'da, β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin SEM görüntüsü Şekil 6.11'de verilmiştir.



(a)

(b)

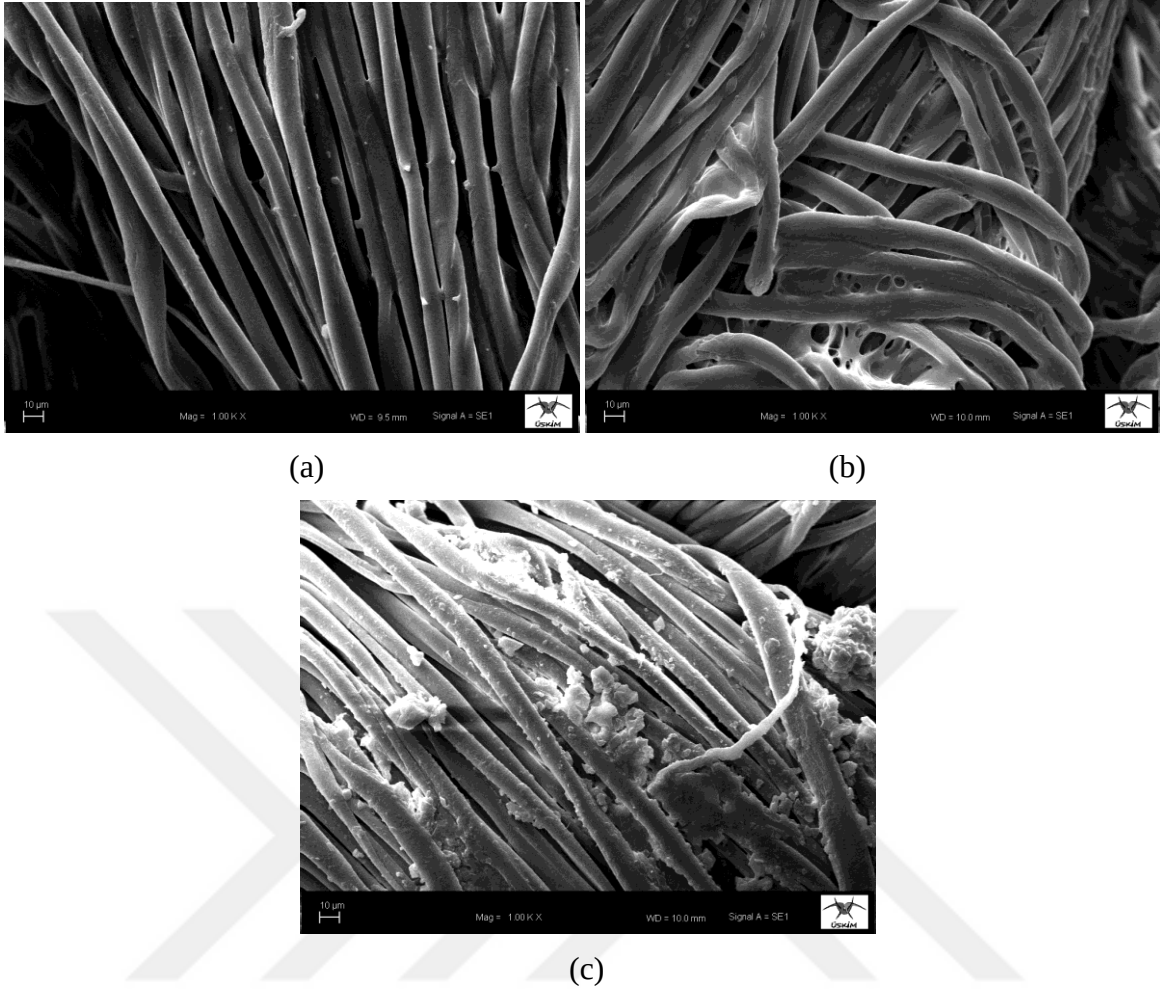
Şekil 6.10. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri (a. Arap zımkı ile, b. Jelatin ile)



Şekil 6.11. Hazırlanan β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin SEM görüntüsü

Hazırlanan mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, mikrokapsüllerin küresel şekle sahip olduğu ve jelatin ile elde edilen mikrokapsüllerin, arap zımkı ile edilen kapsüllere göre, daha kalın kabuğa sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca optik mikroskop görüntülerinden, hazırlanan her iki mikrokapsül çözeltisinin de mikrokapsül içeriğinin yüksek olduğunu söylemek mümkündür. β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin SEM görüntüleri, oluşan komplekslerin aglomere olduğunu ve düzgün bir şeklinin olmadığını göstermektedir.

Hazırlanan kapsüllerin aktarıldığı kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.12'de verilmiştir.



Şekil 6.12. Hazırlanan kapsüllerin aktarıldığı kumaşların SEM görüntüleri (a. Arap zamkı ile, b. Jelatin ile, c. β -siklodekstrin ile)

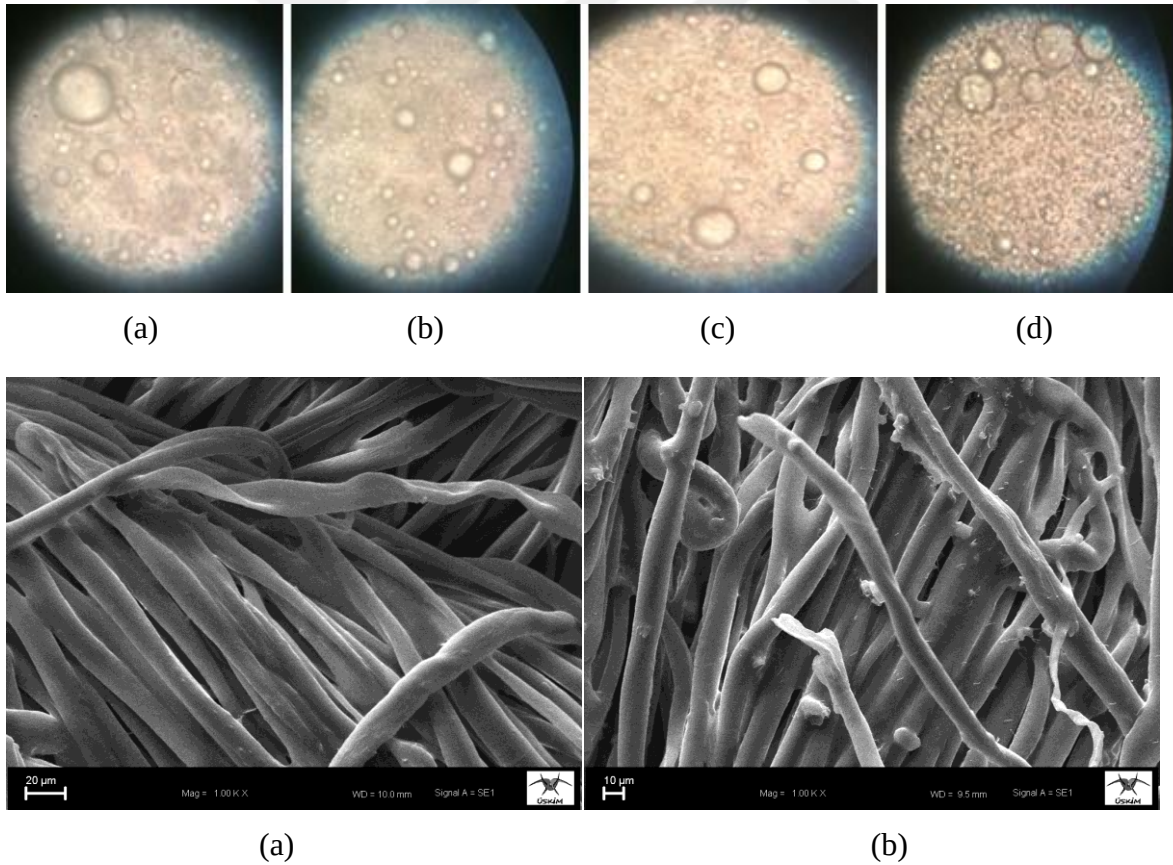
Şekil 6.12 incelendiğinde, hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin ve inklüzyon komplekslerinin emdirme yöntemi ile kumaşlara aktarılabilirdiği, kapsüllerin kumaşı oluşturan liflerin yüzeyinde tutunabildiği ve bu tutunmanın en yoğun β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinde, en düşük jelatin kapsüllerinde olduğu görülmektedir. β -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin lif yüzeylerinde yoğun şekilde bulunmasına rağmen çok fazla aglomere olması nedeniyle, ozonlanmış yağların kapsüllenmesinde, β -siklodekstrinin uygun kabuk materyal, inklüzyon kompleksleri hazırlama yönteminin uygun yöntem olmadığını söylemek mümkündür. Bu sonuçlar göz önünde bulundurularak, ozonlanmış yağların mikrokapsüllenmesinde en uygun kabuk materyalin arap zamkı olduğu belirlenmiştir.

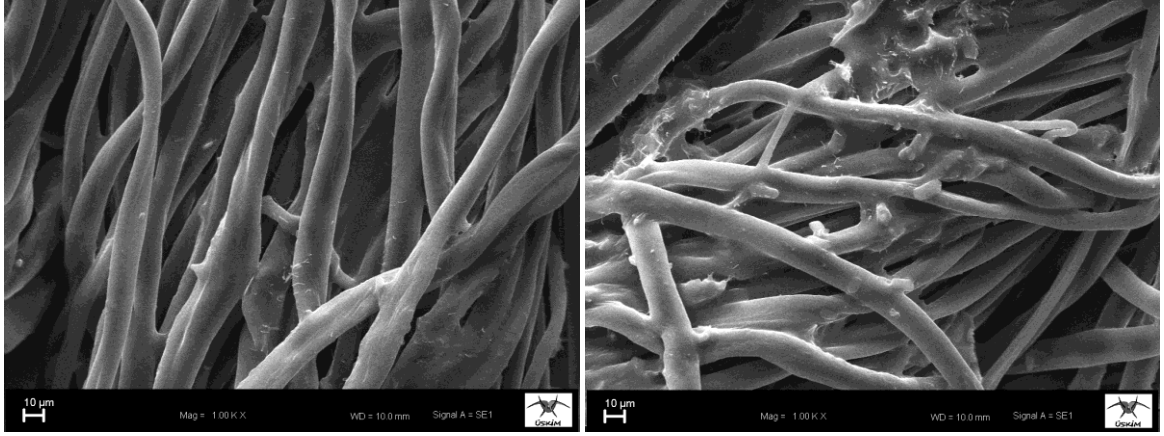
6.2.2. Optimum mikrokapsülleme reçetesinin belirlenmesi

Çalışmanın bu aşamasında; birinci aşamada ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin eldesinde en uygun kabuk materyal olarak belirlenen arap zamkı ile, optimum çalışma

reçetesinin belirlenmesi açısından, 28 farklı deneme (Bkz. Çizelge 5.2) gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan mikrokapsül çözeltileri seyreltilmeden, emdirme yöntemi ile kumaşlara aplike edilmiş ve kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur. Mikrokapsül çözeltisi aplike edilen kumaşlar üzerindeki mikrokapsül varlığı SEM ile araştırılmıştır. Çalışmada tüm denemeler sabit olarak belirlenen "deney no 2 (Bkz. Çizelge 5.2)" ile kıyaslanmıştır. Optimum reçetenin belirlenmesinde, mikrokapsül çözeltilerinde kapsüllenmeden kalan yağ miktarı, mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsüllerin kumaşı oluşturan lifler üzerindeki yerleşimi ve dağılımı göz önünde bulundurulmuştur.

- Kullanılan arap zıncı konsantrasyonunun mikrokapsülleme verimliliği üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla; arap zıncı konsantrasyonu % 5, % 10, % 15 ve % 20 olacak şekilde dört farklı seviyede araştırılmıştır. Farklı konsantrasyonlarda arap zıncı çözeltisi ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.13'te verilmiştir.





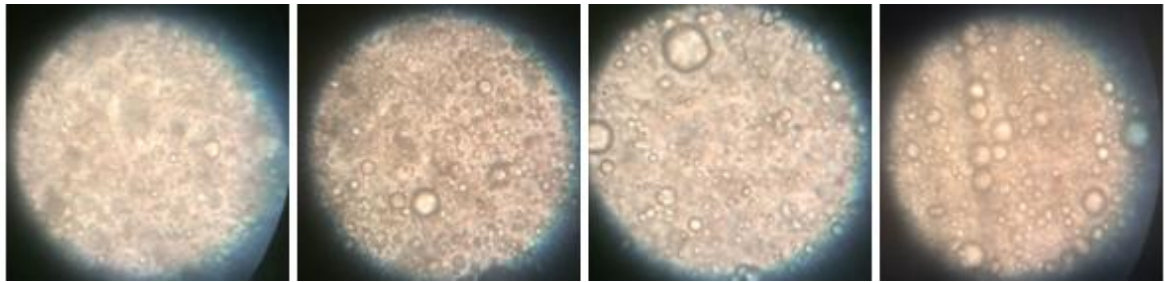
(c)

(d)

Şekil 6.13. Farklı arap zımkı konsantrasyonlarında hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 1, b: D.N 2, c: D.N 3, d: D.N 4) (Bkz. Çizelge 5.2)

Şekil 6.13, mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinde kapsüllenmeden kalan yağ miktarları göz önünde bulundurulduğunda, hazırlanan arap zımkı çözelti konsantrasyonunun artmasının ozonlanmış yağların kapsüllenme verimliliğini arttırdığını ve % 20 olması durumunda en iyi kapsülleme verimliliğinin elde edildiğini söylemek mümkündür. % 20 konsantrasyonda arap zımkı çözeltisi ile yapılan çalışma sonucunda, çözeltide kapsüllenmeden kalan yağ miktarı yok denecek kadar az olmuştur.

- Arap zımkı ile ozonlanmış yağların mikrokapsüllenmesinde kullanılan iç faz : dış faz oranının kapsülleme verimliliği üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla, iç faz : dış faz oranı 1:10, 1:8, 1:6, 1:4, 1:2, 2:5, 3:5, 4:5 olacak şekilde sekiz farklı seviyede araştırılmıştır. Farklı iç faz: dış faz oranında hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.14'te verilmiştir.

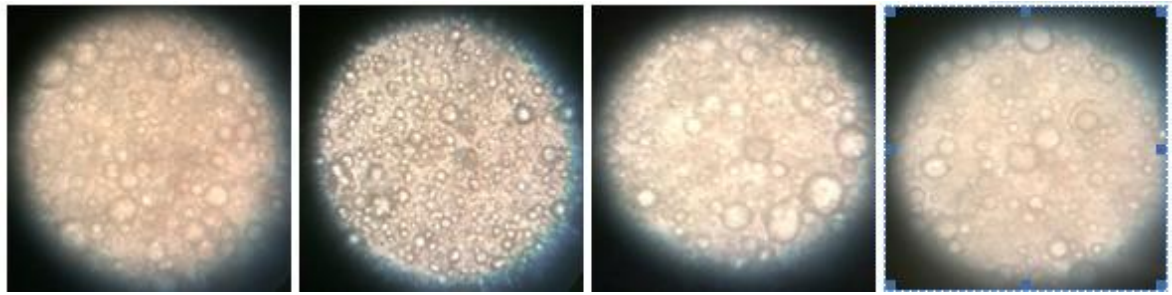


(a)

(b)

(c)

(d)

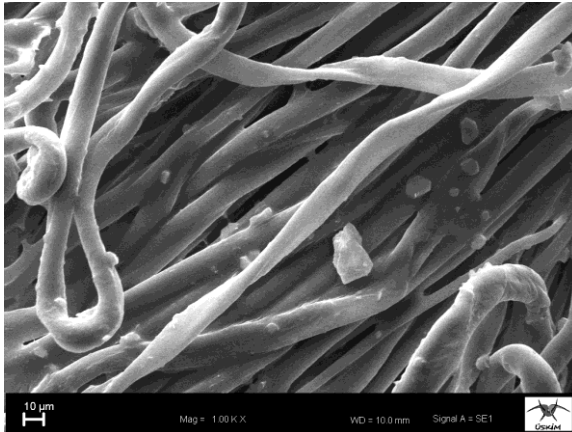


(e)

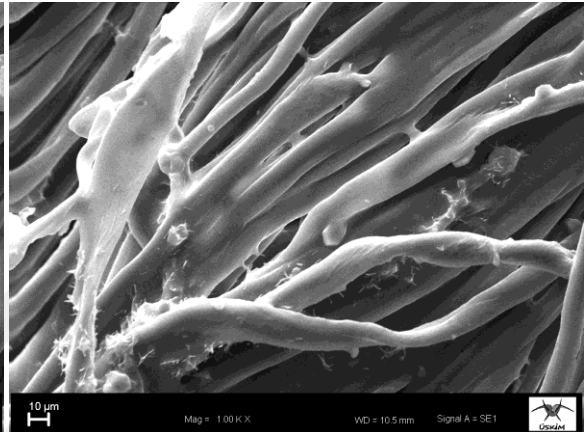
(f)

(g)

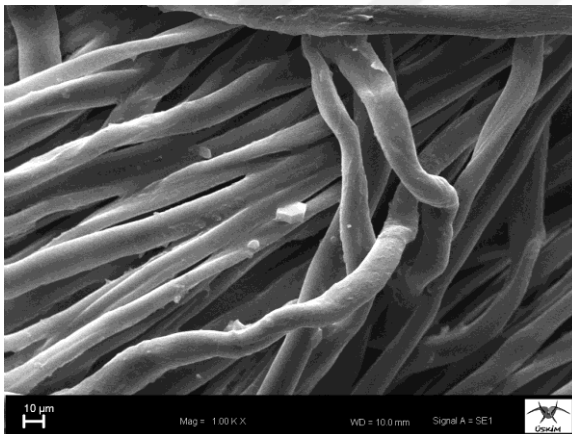
(h)



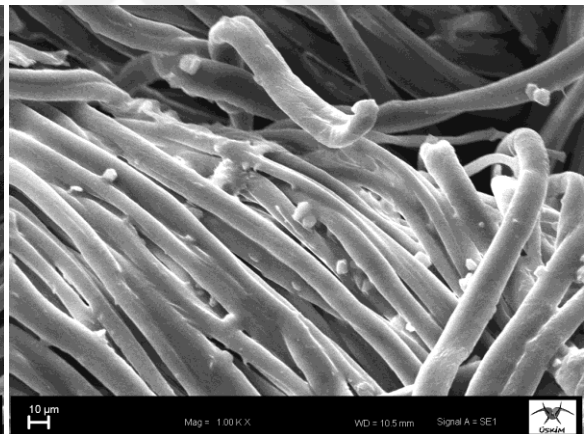
(a)



(b)



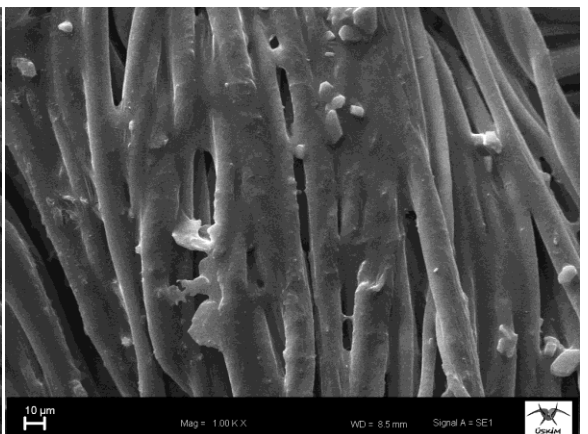
(c)



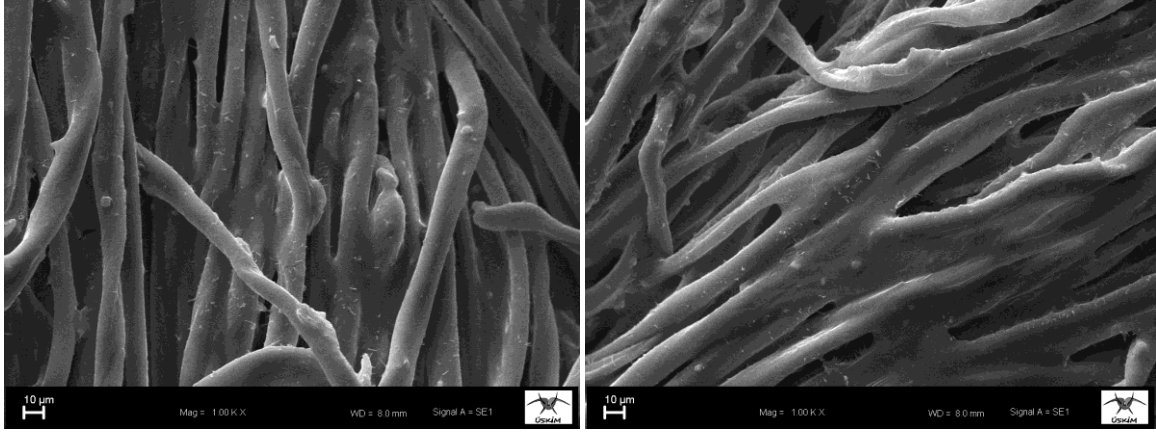
(d)



(e)



(f)



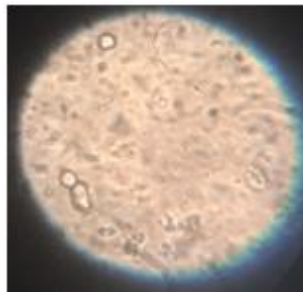
(g)

(h)

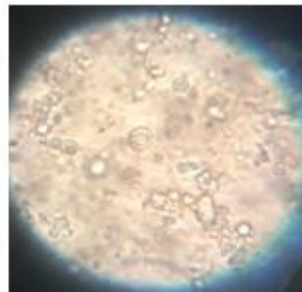
Şekil 6.14. Farklı iç faz:dış faz oranlarında hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 5, b: D.N 6, c: D.N 7, d: D.N 8, e: D.N 9, f: D.N 10, g: D.N 11, h: D.N 12) (Bkz. Çizelge 5.2)

Şekil 6.14, mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinde kapsüllenmeden kalan yağ miktarları göz önünde bulundurulduğunda, reçetedeki iç faz miktarının artırılmasının kapsüllenmeden kalan yağ miktarının yüksek olmasıyla sonuçlandığını ve dolayısıyla kapsüllenme verimliliğini düşürdüğünü söylemek mümkündür. Sonuçlar incelendiğinde, en iyi kapsüllenme veriminin iç faz : dış faz oranının 1:4 ve 1:6 olduğu durumlarda elde edildiği görülmüştür.

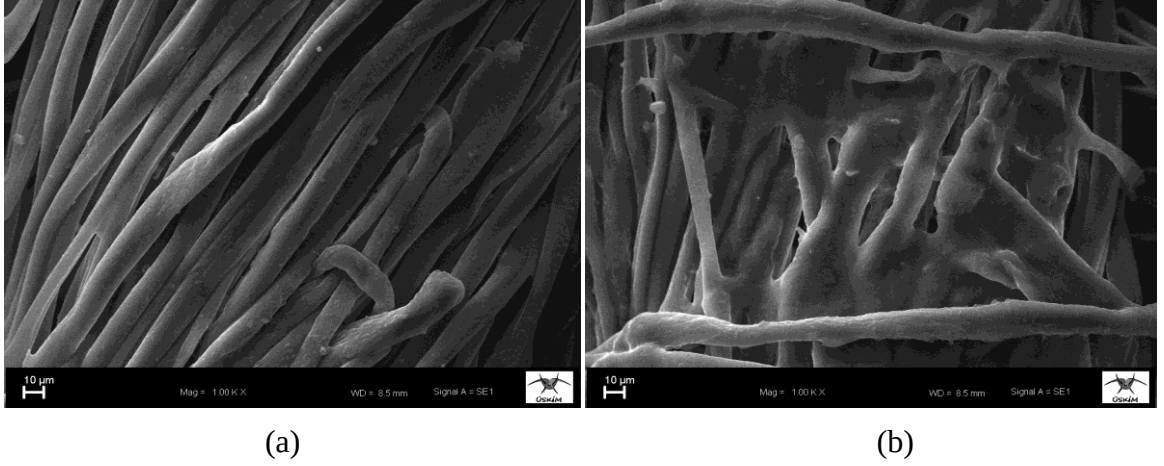
- Yüzey aktif madde kullanımının ve konsantrasyonunun mikrokapsülleme verimliliği üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla, emülsiyon oluşumu sırasında, arap zamkı çözeltisinin % 2 ve % 4'ü kadar Tween 20 kullanılmıştır. Bu amaçla hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.15'te verilmiştir.



(a)



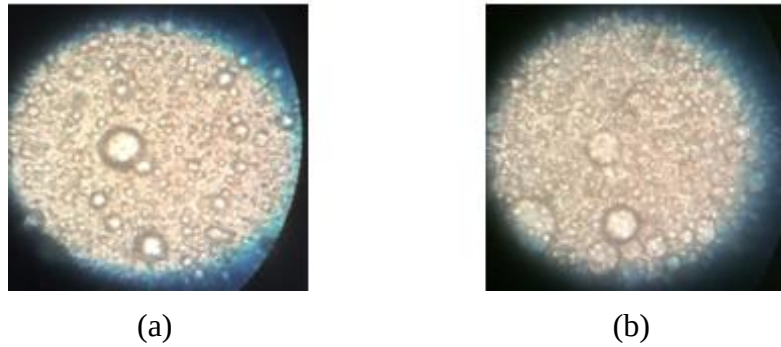
(b)

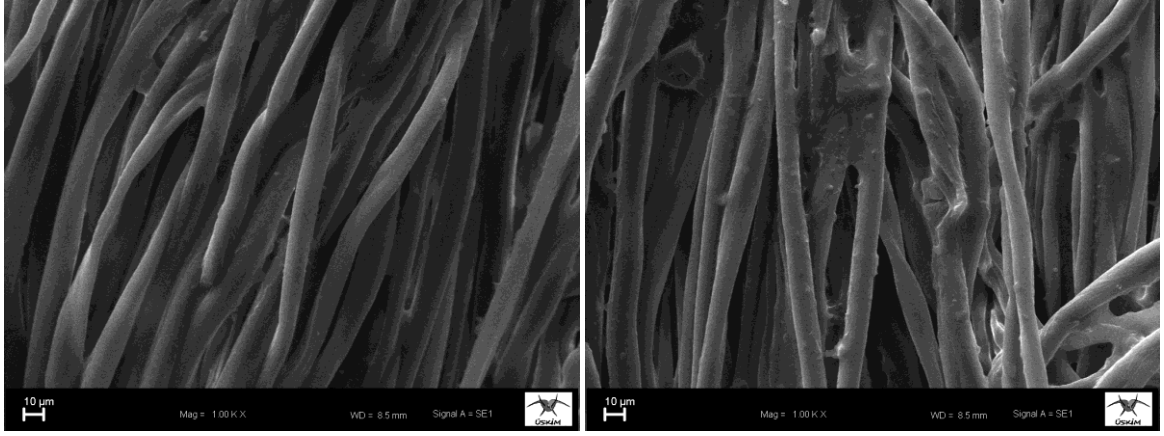


Şekil 6.15. Farklı konsantrasyonlarda yüzey aktif madde kullanılarak hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 13, b: D.N 14) (Bkz. Çizelge 5.2)

Yüzey aktif madde kullanılarak hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri, kapsüllenmeden kalan yağ miktarları ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri incelendiğinde, yüzey aktif madde kullanımının mikrokapsül oluşumunu olumsuz yönde etkilediği görülmüştür. Alınan optik mikroskop görüntüleri mikrokapsül oluşmadığını göstermiş, çözeltide kapsüllenmeden çok fazla yağ kalmış ve SEM görüntüleri lif yüzeylerinde çok az miktarda mikrokapsül olduğunu göstermiştir. Bu sonuçlar ozonlanmış yağların mikrokapsüllenmesinde yüzey aktif madde kullanımına gerek olmadığını göstermiştir.

- Faz ayırımında kullanılan maddenin mikrokapsül oluşumu üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla, emülsiyon oluşumu sonrası yapılan faz ayırımında etanol ve sodyum sülfatın ayrı ayrı kullanıldığı denemeler gerçekleştirilmiştir. Bu doğrultuda hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.16'da verilmiştir.





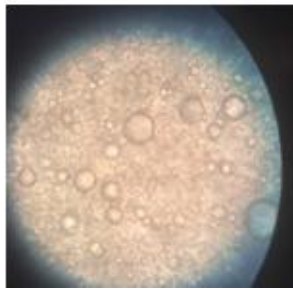
(a)

(b)

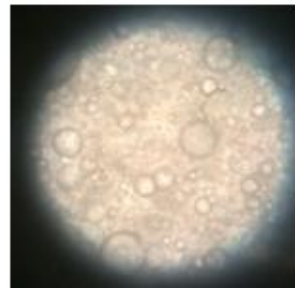
Şekil 6.16. Faz ayırımında farklı maddelerin kullanımı ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 15, b: D.N 16) (Bkz. Çizelge 5.2)

Şekil 6.16, mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinde kapsüllenmeden kalan yağ miktarları göz önünde bulundurulduğunda, faz ayırımında sadece etanol kullanıldığında kapsüllenme verimliliğinin daha yüksek olduğu görülmüştür. Faz ayırımında sadece etanol kullanılarak çalışıldığında, çözeltide kapsüllenmeden kalan yağ miktarı yok denecek kadar az olmuştur. Bu nedenle ozonlanmış yağların mikrokapsüllenmesinde faz ayırımında sadece etanol kullanımının daha doğru olduğu belirlenmiştir.

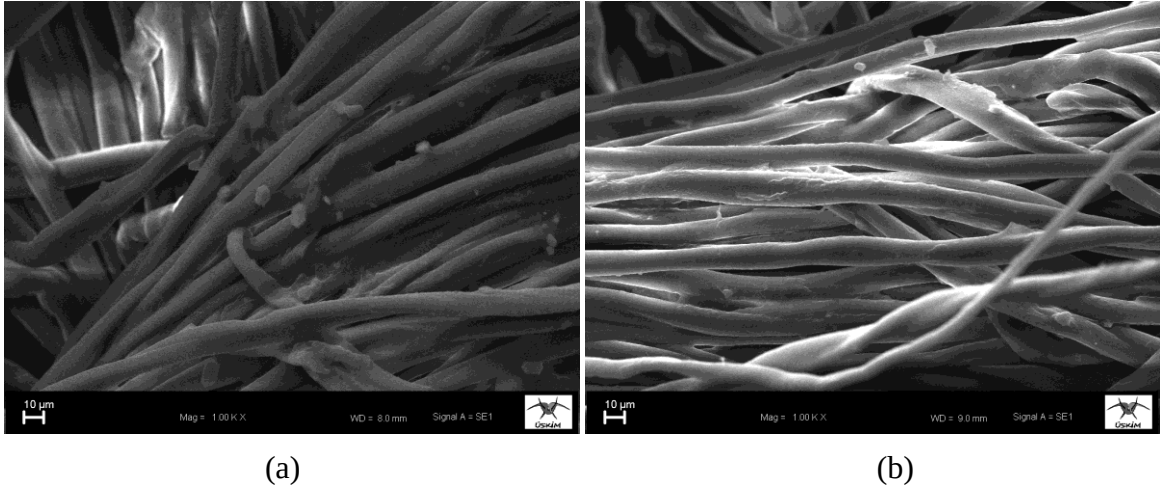
- Oluşan mikrokapsül duvarlarının kalınlaşması amacıyla reçetelerde bulunan çapraz bağlayıcının kullanımının ve miktarının oluşan mikrokapsüller üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla, formaldehitsiz ve % 20 formaldehit kullanımı ile iki farklı deneme gerçekleştirilmiştir. Formaldehitsiz ve yüksek oranda formaldehit ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.17'de verilmiştir.



(a)



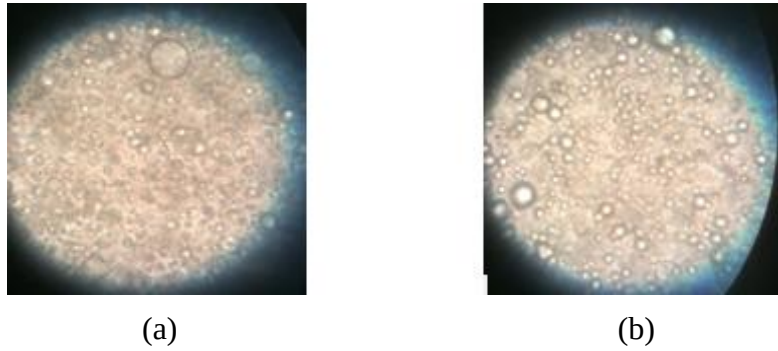
(b)

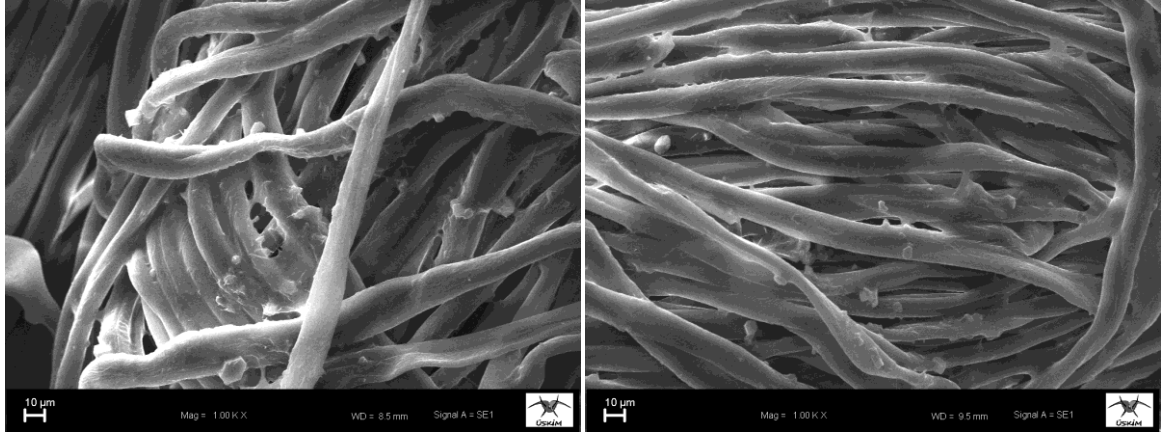


Şekil 6.17. Formaldehitsiz ve yüksek oranda formaldehit ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 17, b: D.N 18) (Bkz. Çizelge 5.2)

Şekil 6.17 ve mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, oluşan mikrokapsül duvarlarının kalınlaşması ve mikrokapsüllerin stabil halde kalması için çapraz bağlayıcı kullanımının gerekli olduğu görülmüştür.

- Oluşan mikrokapsüllerin çözelti içerisindeki aglomerasyonunu önlemek amacıyla, mikrokapsül çözeltileri üretim aşamasının son 30 dakikasında 0-5 °C sıcaklığındaki su ile 10 °C'nin altına soğutulmuştur. Denemeler soğutmanın yapılmaması ve çözelti içerisine soğuk su ilavesinin (30 ml) yapılması şeklinde iki farklı şekilde gerçekleştirilmiştir. Farklı şekillerde soğutma yapılarak hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.18'de verilmiştir.





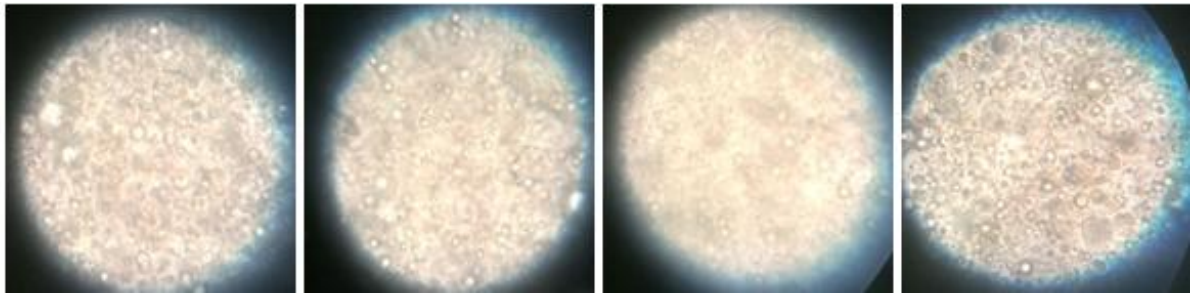
(a)

(b)

Şekil 6.18. Farklı soğutma denemeleri ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 19, b:D.N 20) (Bkz. Çizelge 5.2)

Şekil 6.18 ve mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, oluşan mikrokapsüllerin aglomerasyonun önlenmesi amacıyla, mikrokapsül çözeltilerinin soğutulmasının gerekli olduğu görülmüştür. Soğutma yapılmadan hazırlanan mikrokapsüllerin aglomere olduğu optik mikroskop ve SEM görüntülerinden açıkça görülmüştür.

- Faz ayrımının başlangıcı sırasında, çözelti pH'ının asidik veya bazik olarak ayarlanmasının ozonlanmış yağların mikrokapsüllenme verimliliği üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla, çözelti pH'ı 3, 6, 7, 8, 9, 10, 11 ve 12 olacak şekilde sekiz farklı seviyede ayarlanarak denemeler gerçekleştirilmiştir. Farklı pH'larda hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.19'da verilmiştir.

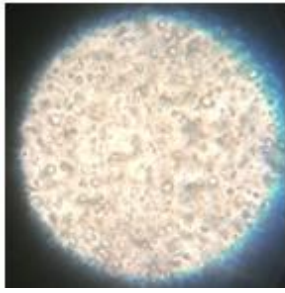


(a)

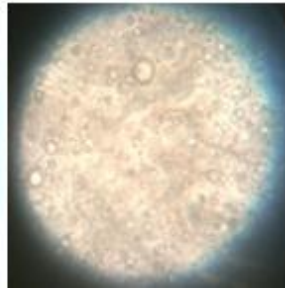
(b)

(c)

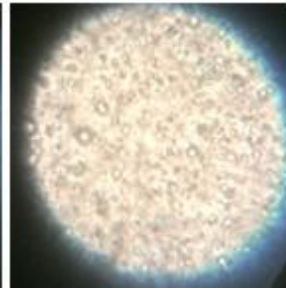
(d)



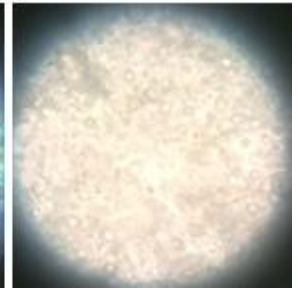
(e)



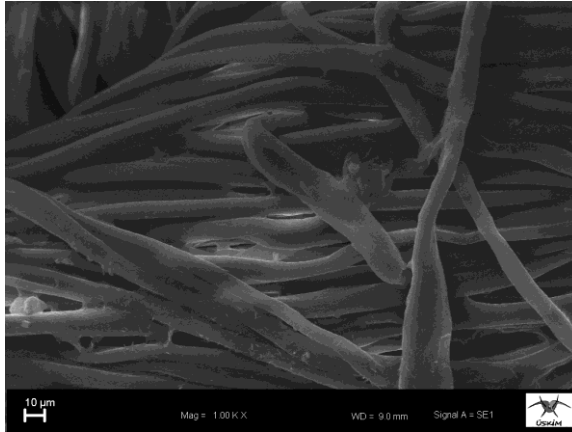
(f)



(g)



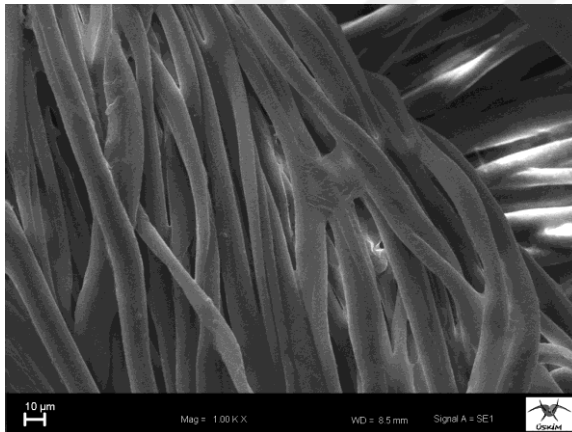
(h)



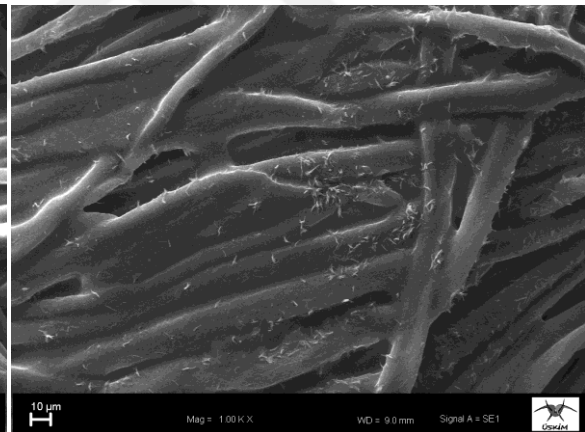
(a)



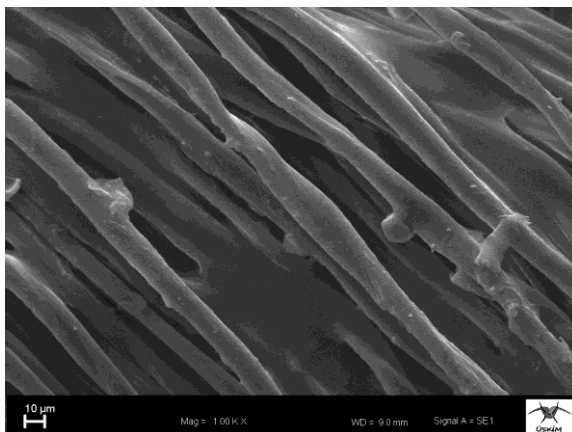
(b)



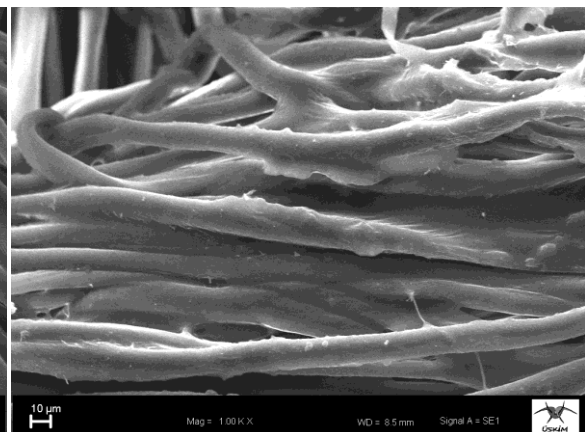
(c)



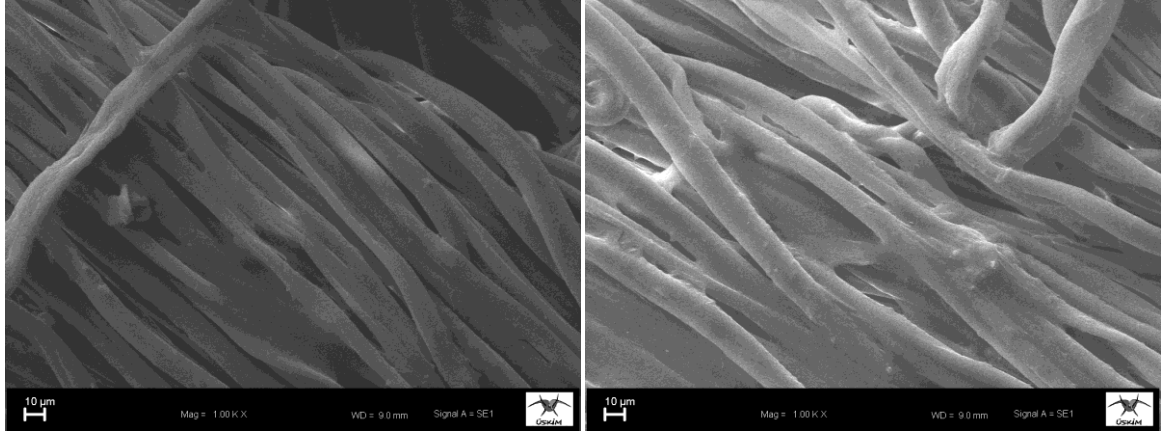
(d)



(e)



(f)



(g)

(h)

Şekil 6.19. Farklı pH'larda hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 21, b: D.N 22, c: D.N 23, d: D.N 24, e: D.N 25, f: D.N 26, g: D.N 27, h: D.N 28) (Bkz. Çizelge 5.2)

Mikrokapsül çözeltilerinin pH'ının değiştirildiği tüm çalışmalarda, çözeltilerde kapsüllenmeden kalan yağ miktarları çok yüksek olmuş ve optik mikroskopta çözeltilerden görüntü alınamamıştır. Ayrıca, Şekil 6.19 incelendiğinde, kumaşı oluşturan liflerin yüzeyinde mikrokapsül bulunmadığı veya mikrokapsüllerin çok az olduğu görülmektedir. Dolayısıyla, mikrokapsül çözeltisinin pH'ının değiştirilmesinin mikrokapsül oluşumunu olumsuz yönde etkilediğini söylemek mümkündür.

Ozonlanmış bitkisel yağların arap zıncı ile basit koaservasyon yöntemine göre mikrokapsüllenmesinde optimum reçetenin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen ön denemeler, çözelti viskozitesinin mikrokapsülleme verimliliği üzerindeki en önemli faktör olduğunu göstermiştir. Çözelti viskozitesi optimum seviyeye getirildiğinde ozonlanmış yağlar en verimli şekilde mikrokapsüllenmiştir. Arap zıncı konsantrasyonundaki artışın çözelti viskozitesinin yükselmesine ve buna paralel olarak ozonlanmış yağın verimli bir şekilde mikrokapsüllenmesine; yüzey aktif madde kullanımının çözelti viskozitesinin düşmesine ve buna bağlı olarak mikrokapsülleme verimliliğinin düşmesine sebep olduğunu söylemek mümkündür. Sonuçlar;

- arap zıncı konsantrasyonunun % 20,
- iç faz : dış faz oranını 1:5 olduğu,
- yüzey aktif maddenin kullanılmadığı,
- faz ayrımının etanol ile gerçekleştirildiği,
- çalışma pH'ının değiştirilmediği,

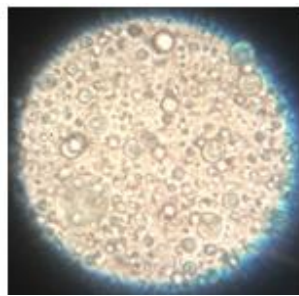
- soğutmanın yapıldığı ve

- çapraz bağlayıcı kullanıldığı durumlarda en verimli şekilde kapsüllemenin gerçekleştiğini göstermiştir. Dolayısıyla çalışmanın bundan sonraki aşamalarında optimum olarak belirlenen bu çalışma reçetesi kullanılmıştır.

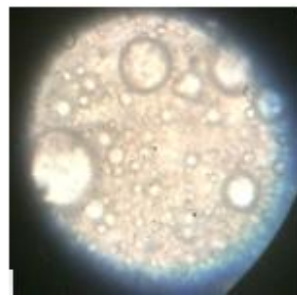
6.2.3. Mikrokapsüllemede kullanılacak en uygun çapraz bağlayıcının belirlenmesi

Çalışmanın bu aşamasında, optimum reçete ile ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesinde kullanılacak en uygun çapraz bağlayıcının belirlenmesi amaçlanmıştır. Bir önceki aşamada, oluşan mikrokapsül duvarlarının sertleşmesi için formaldehit kullanılmış ve sonuçlar çapraz bağlayıcı kullanımının gerekli olduğunu ortaya koymuştur. Çalışma kapsamında üretilecek medikal tekstil yüzeylerinin biyolojik olarak uyumlu olması hedeflenildiğinden ve formaldehitin bu uyumu bozacağına bilinmesi nedeniyle, çalışmanın bu aşamasında, çapraz bağlayıcı olarak formaldehit içermeyen ve düşük formaldehit içeren reçineler ile denemeler gerçekleştirilmiştir. Denemelerde reçineler arap zambak çözeltisinin % 20'si kadar kullanılmış ve hazırlanan mikrokapsül çözeltileri seyreltilmeden kumaşlara applike edilmiştir. Hazırlanan mikrokapsül çözeltileri optik mikroskop ile incelenmiş ve mikrokapsül çözeltisi applike edilen kumaşların SEM görüntüleri alınmıştır.

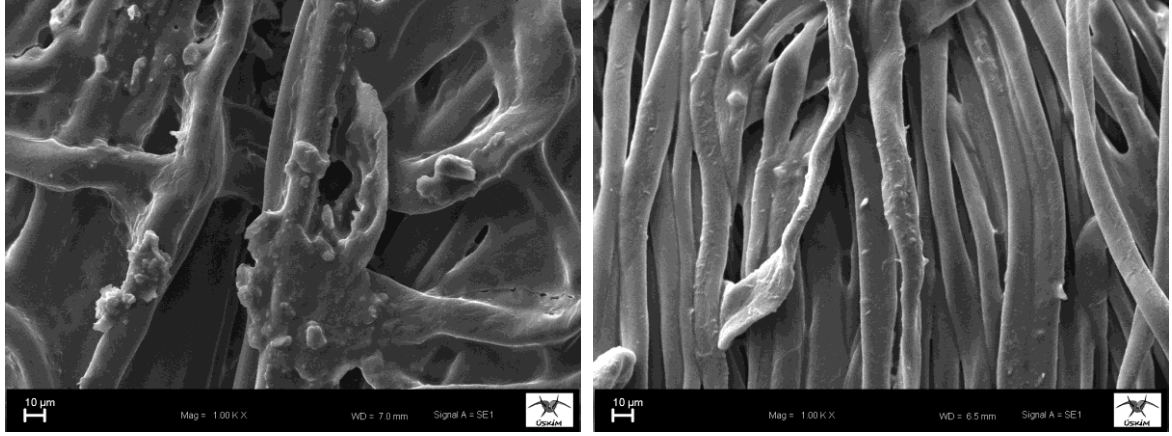
Çapraz bağlayıcı olarak formaldehit içermeyen ve düşük formaldehit içeren reçinelerin kullanımıyla hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin applike edildiği kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.20'de verilmiştir.



(a)



(b)



(a)

(b)

Şekil 6.20. Farklı çapraz bağlayıcıların kullanımı ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildiği kumaşların SEM görüntüleri (a: düşük formaldehit içeren reçine ile b: formaldehit içermeyen reçine ile)

Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri ve aktarıldığı kumaşların SEM görüntüleri incelendiğinde, oluşan mikrokapsül duvarlarının kalınlaşması ve mikrokapsüllerin stabil halde kalması için, çapraz bağlayıcı olarak düşük formaldehit içeren reçinelerin kullanımının daha uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Çalışmanın bu bölümünün ilk üç aşaması sonucu, ozonlanmış bitkisel yağları mikrokapsülleyecek en uygun kabuk malzeme, çalışma yöntemi ve çalışma reçetesi belirlenmiş ve çalışmanın bundan sonraki adımlarında en uygun mikrokapsülleme reçetesi ve yöntemi olarak kullanılmıştır.

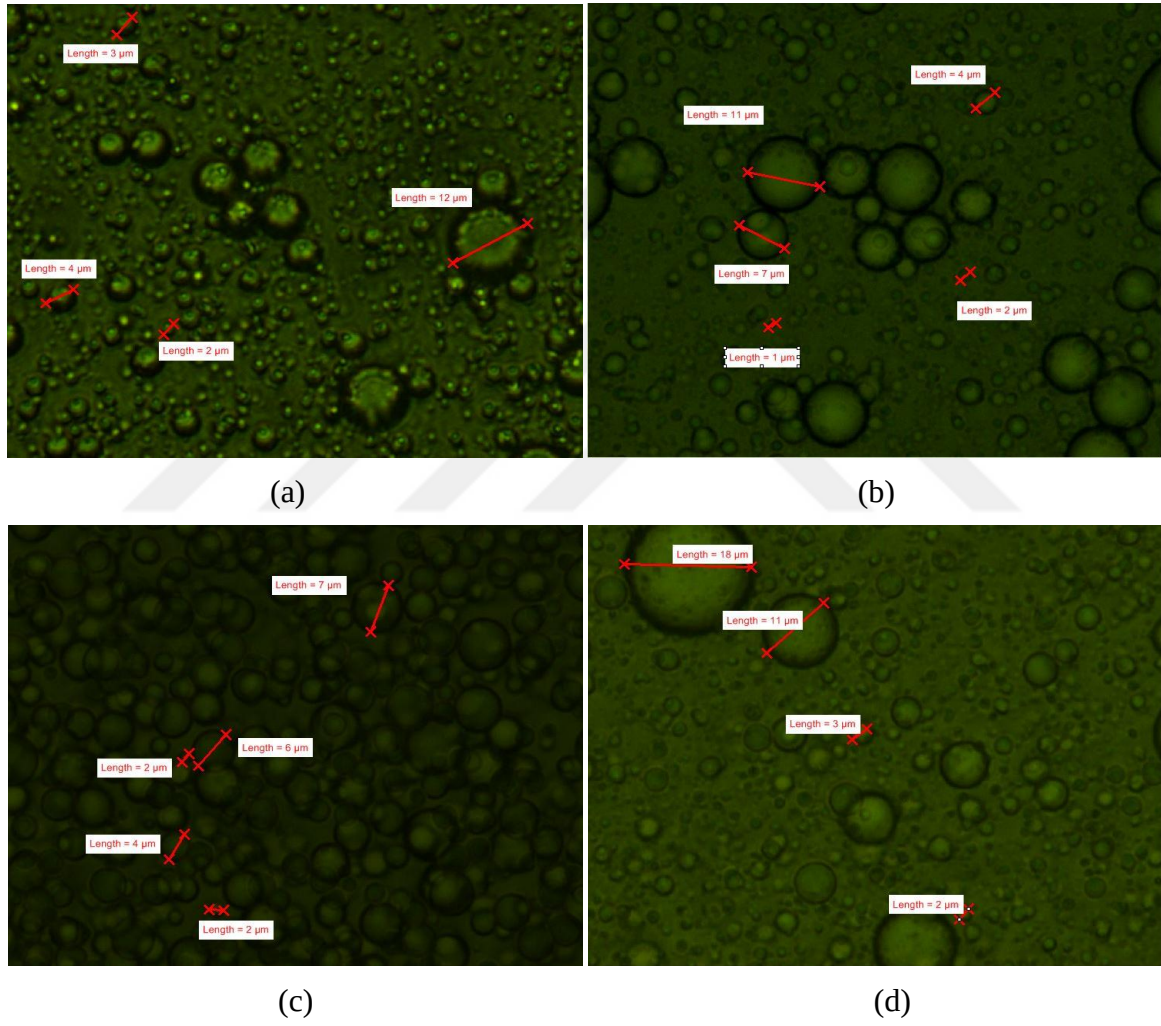
6.2.4. Tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi

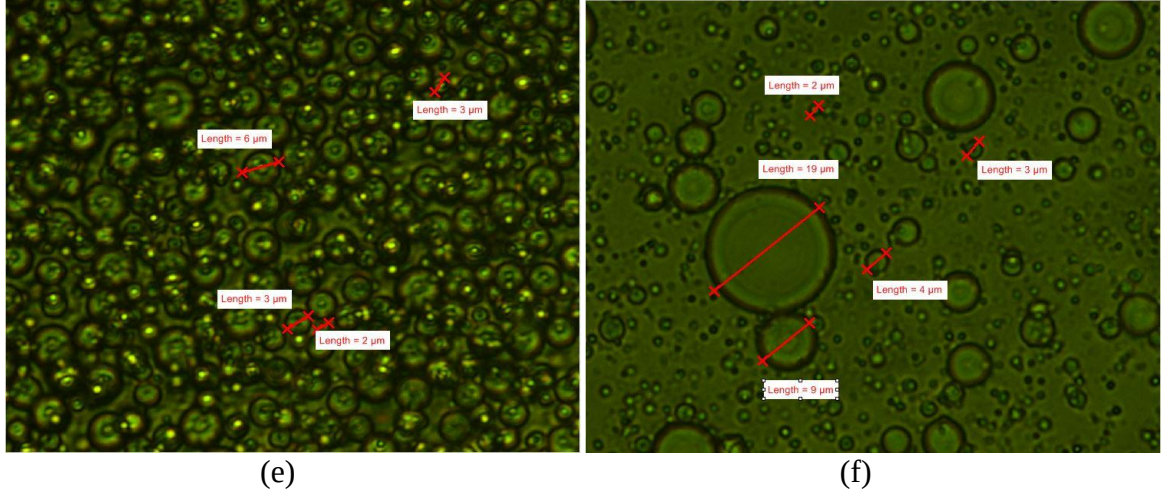
Çalışmanın bu aşamasında, önceki aşamalarda ozonlanmış yağlar için en uygun olarak belirlenen kapsülleme reçetesi ve yöntemi ile "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü niteliğinde olan ozonlanmış yağlar mikrokapsüllemiştir. Bu amaçla, son ürün olarak belirlenmiş antibakteriyel, antifungal, yara iyileştirme özelliklerine sahip ve cilde uyumlu olan O₁-3, O₂-3 ve O₃-2 kodlu yağlar ve karşılaştırma yapmak amacıyla, bu yağların ham halleri olan R₁, R₂ ve R₃ kodlu yağlar mikrokapsüllemiştir. Kapsüllenen yağlar, kodlarının önüne "M" konularak mikrokapsüllemiş yağ kodunu almıştır. Mikrokapsüllemiş yağların kodları Çizelge 6.14'te verilmiştir. Hazırlanan mikrokapsül çözeltileri optik mikroskop, TGA ve FTIR analizleri ile karakterize edilmiştir.

Çizelge 6.14. Mikrokapsülennmiş yağların kodları

Yağın Adı	Yağın Kodu	Mikrokapsülennmiş Yağın Kodu
Ham Zeytinyağı	R ₁	MR ₁
3 saat ozonlanmış zeytinyağı	O ₁ -3	MO ₁
Ham sarı kantaron yağı	R ₂	MR ₂
3 saat ozonlanmış sarı kantaron yağı	O ₂ -3	MO ₂
Ham keten tohumu yağı	R ₃	MR ₃
2 saat ozonlanmış keten tohumu yağı	O ₃ -2	MO ₃

Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri Şekil 6.21'de verilmiştir.

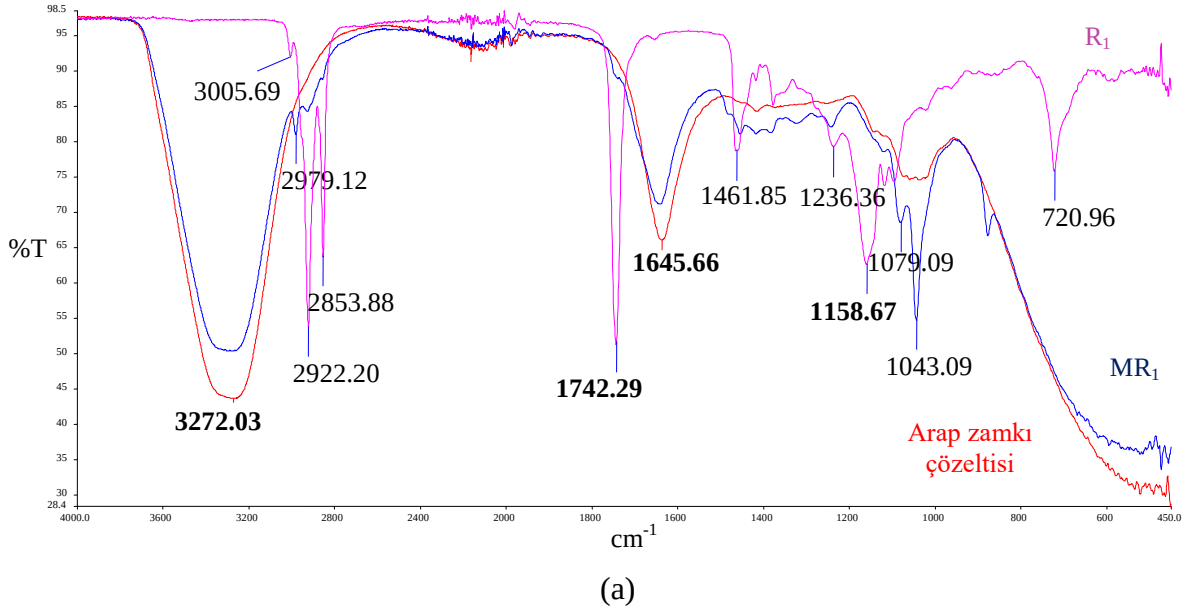


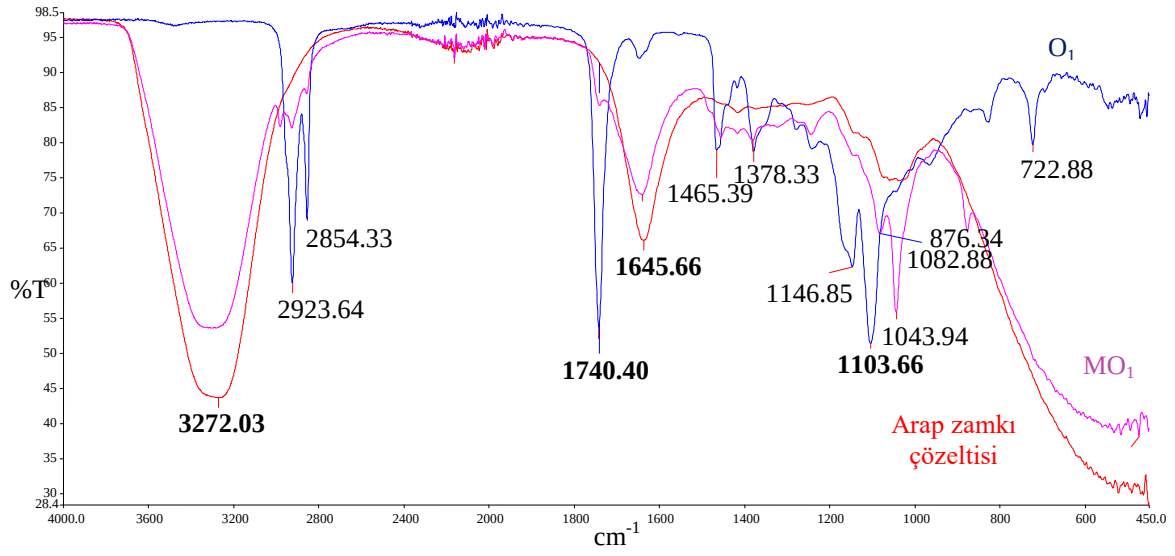


Şekil 6.21. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop görüntüleri (a: MR₁, b: MO₁, c: MR₂, d: MO₂, e: MR₃, f: MO₃) (Bkz. Çizelge 6.14)

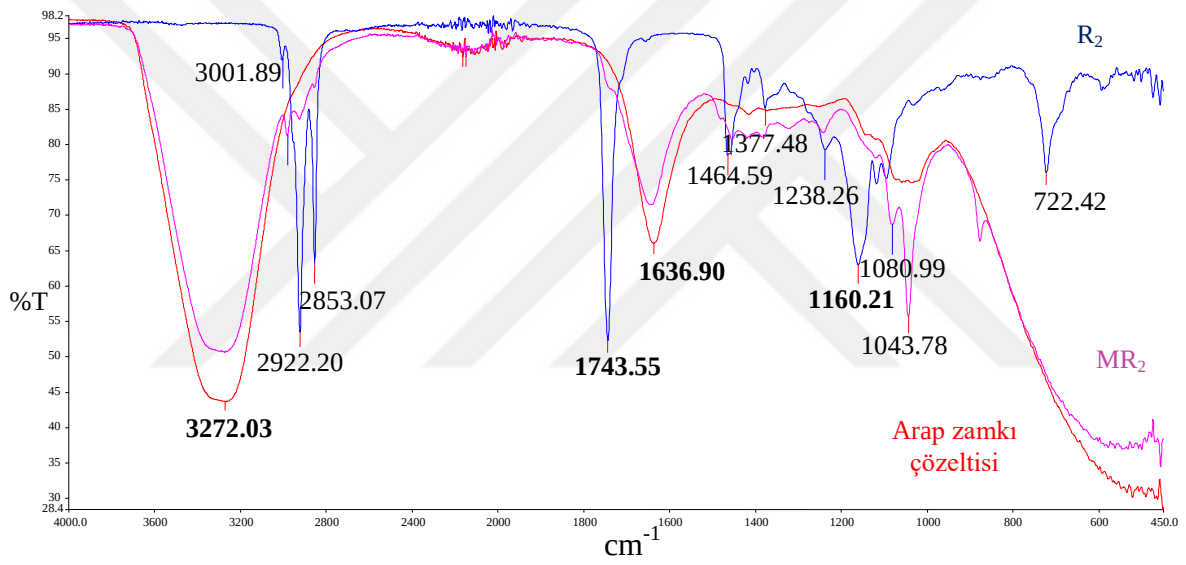
Şekil 6.21, ham ve ozonlanmış bitkisel yağların optimum reçete ile başarılı bir şekilde kapsüllenebildiğini ve oluşan mikrokapsüllerin 1-20 µm aralığında büyüklüğe sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca sonuçlar, ham bitkisel yağ içeren mikrokapsüllerin partikül boyutları bakımından daha homojen olduğunu göstermektedir.

Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin, iç faz olarak kullanılan yağlar ve % 20 konsantrasyonlu arap zıncı çözeltilisi ile karşılaştırmalı olarak alınan IR spektrumları Şekil 6.22'de verilmiştir.

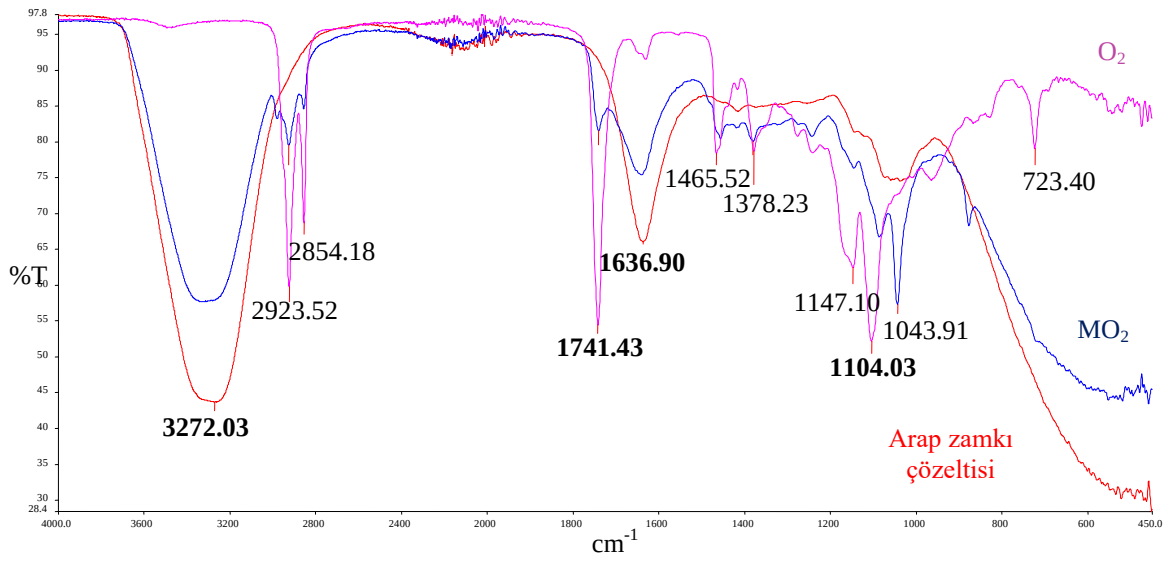




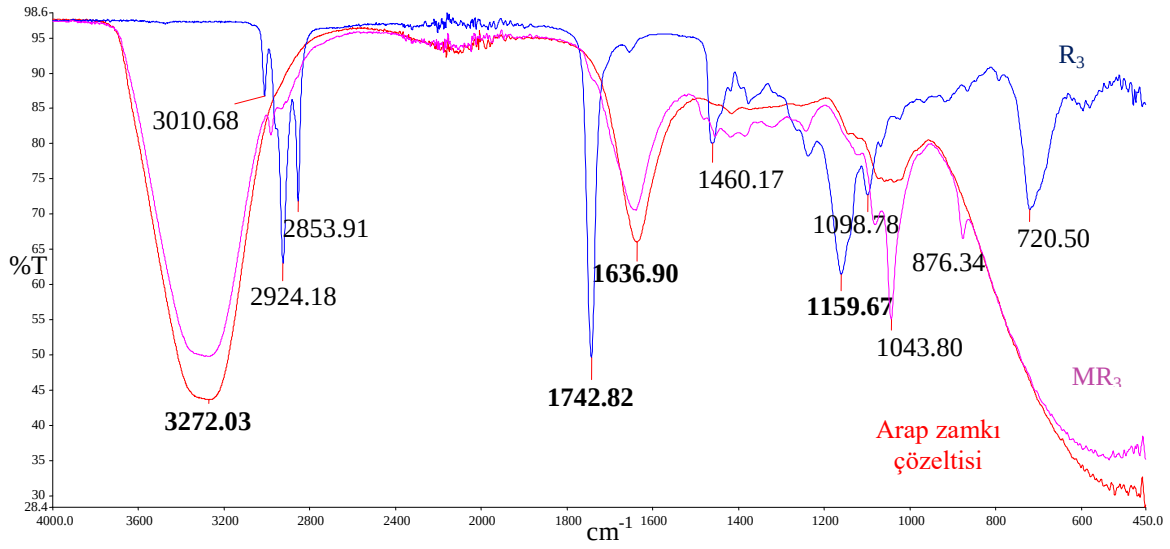
(b)



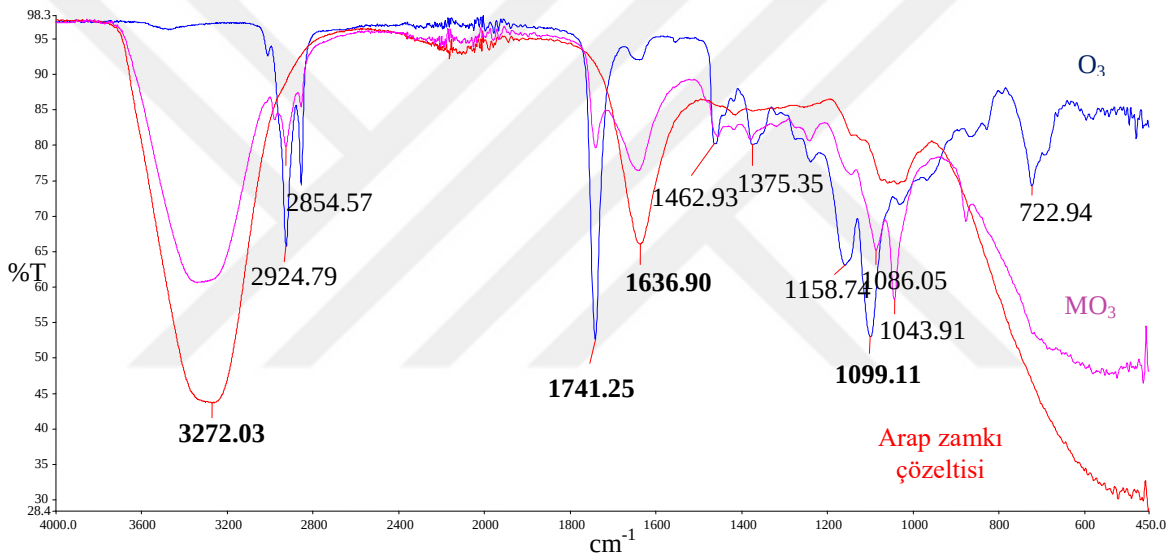
(c)



(d)



(e)



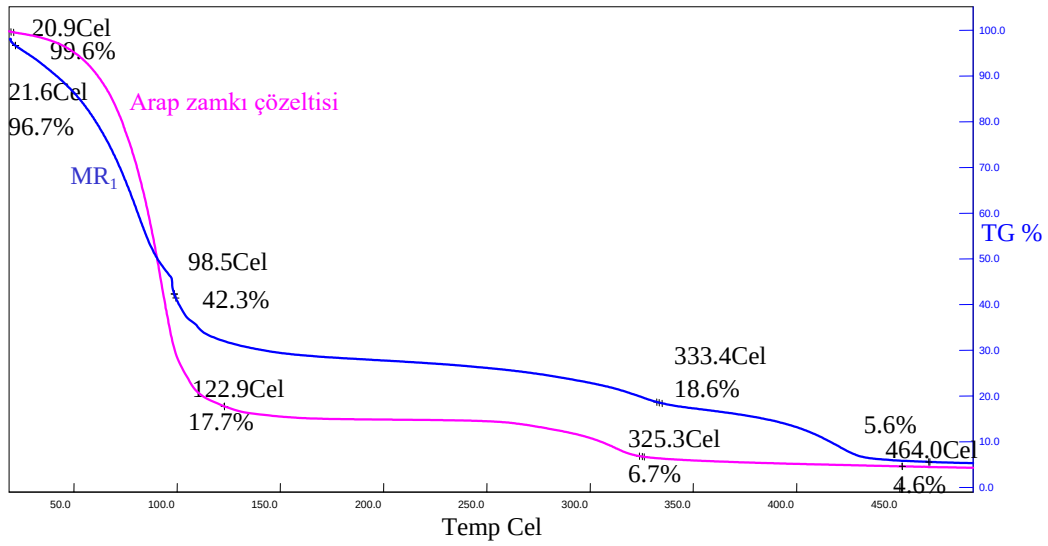
(f)

Şekil 6.22. Mikrokapsül çözeltilerinin ve kullanılan iç ve dış fazların IR spektrumları (a: MR₁, b: MO₁, c: MR₂, d: MO₂, e: MR₃, f: MO₃ kodlu mikrokapsül çözeltileri) (Bkz. Çizelge 6.14)

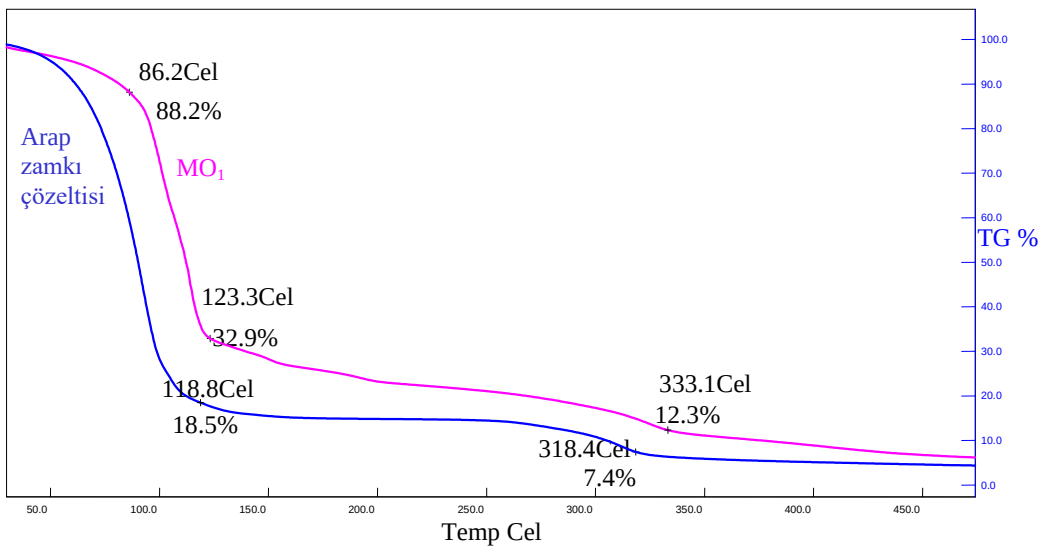
Mikrokapsül çözeltileri arap zımkı ve yağ fazlarının birleşimi ile oluştuğundan, mikrokapsül çözeltilerinin IR spektrumları kendini oluşturan bu iç ve dış fazlar ile karşılaştırmalı olarak alınmıştır. Bu sayede, mikrokapsül çözeltilerinin verdiği sinyallerin her iki fazdan oluşup oluşmadığı, dolayısıyla yağ fazının kapsüllenip kapsüllenmediği kontrol edilmiştir. Şekil 6.22 incelendiğinde, hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin arap zımkı çözeltisi ve yağların verdiği önemli sinyalleri içerdiği net bir şekilde görülmektedir. Ayrıca, mikrokapsül çözeltilerinde, ham yağlarda belirgin olarak bulunan $\sim 1159 \text{ cm}^{-1}$, $\sim 1741 \text{ cm}^{-1}$ ve ozonlanmış yağlarda $\sim 1105 \text{ cm}^{-1}$, $\sim 1741 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayılarında belirgin olarak görülen bant yoğunluklarında azalma olduğu ve hatta bazılarının kaybolduğu; arap

zamkında belirgin şekilde bulunan $\sim 1636\text{ cm}^{-1}$, $\sim 3272\text{ cm}^{-1}$ dalga sayılarında görülen sinyallerin yoğunluğunda ise artış olduğu görülmektedir. Bu durum, ham ve ozonlanmış yağların arap zamk ile kaplandığını ve yağların başarılı bir şekilde kapsüllendiğini kanıtlamaktadır.

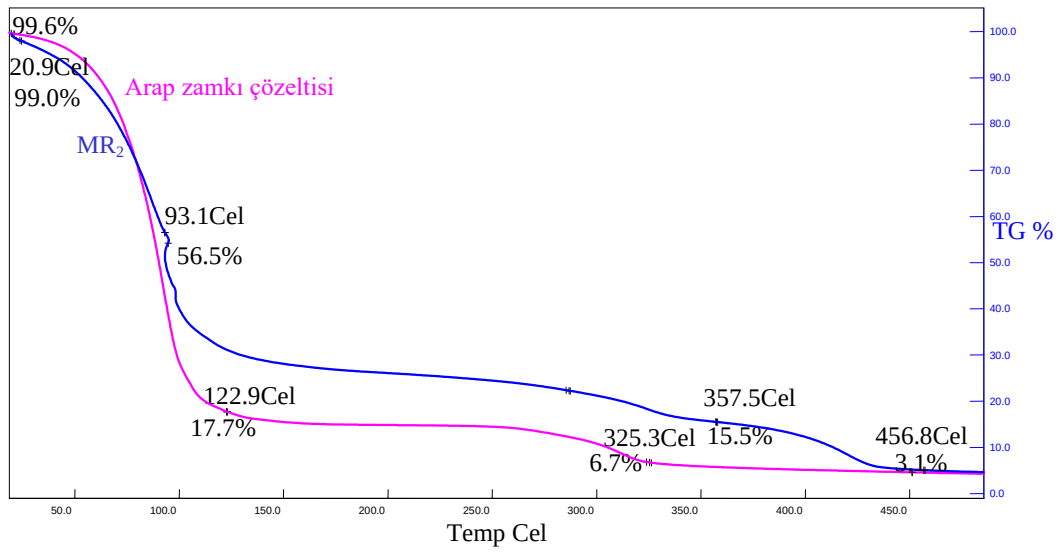
Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin sıcaklık değişimlerine karşı davranışlarını araştırmak ve yağların kapsüllenme durumlarını bir başka analiz kullanarak incelemek amacıyla TGA analizi yapılmıştır. MR₁, MO₁, MR₂, MO₂, MR₃, ve MO₃ kodlu mikrokapsül çözeltilerinin % 20 konsantrasyonlu arap zamk çözeltisi ile karşılaştırmalı olarak sıcaklık artışı ile kütleli değişimlerini gösteren grafikler Şekil 6.23'te sırasıyla verilmiştir.



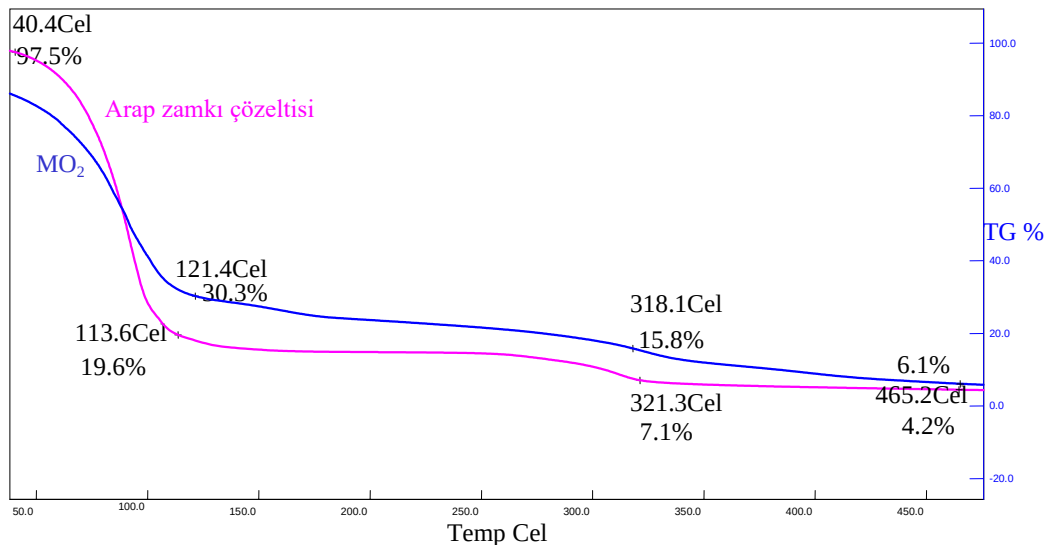
(a)



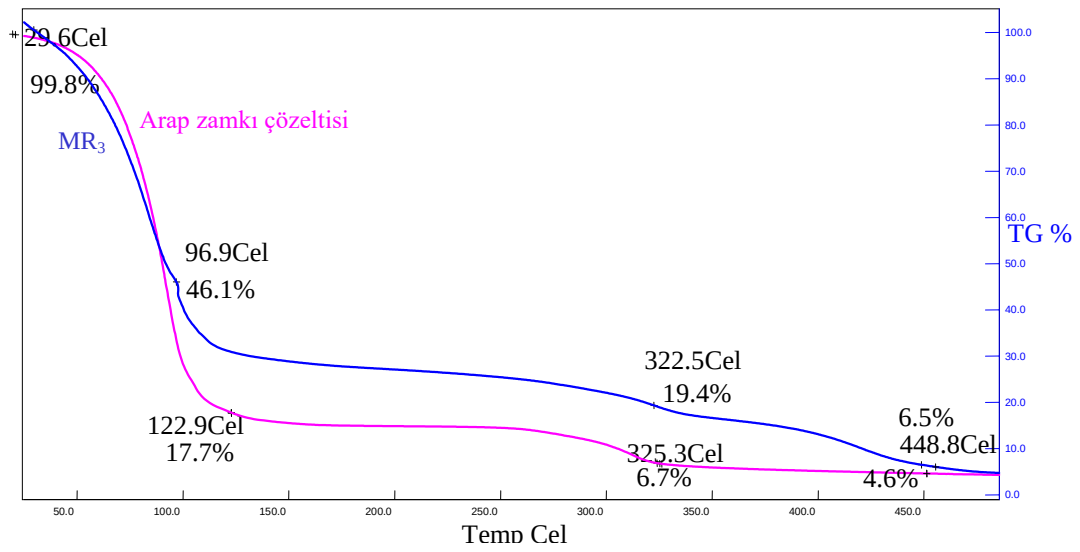
(b)



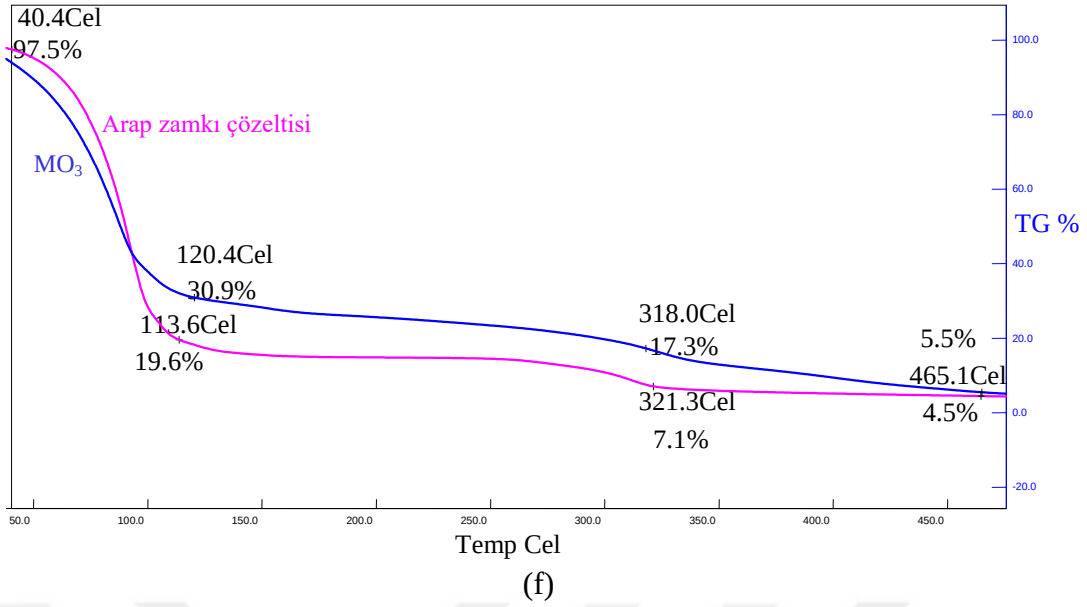
(c)



(d)



(e)



Şekil 6.23. Mikroapsül çözeltilerinin ve kullanılan dış fazın TGA sonuçları (a: MR₁, b: MO₁, c: MR₂, d: MO₂, e: MR₃, f: MO₃ kodlu mikroapsül çözeltileri) (Bkz. Çizelge 6.14)

Şekil 6.23, arap zımkı çözeltilisinin 50°C itibari ile kütlesini hızlı bir şekilde kaybetmeye başladığını ve kütlesinin büyük kısmını (~% 80) 110°C civarında kaybettiğini; mikroapsül çözeltilerinin ise kütlesinin büyük kısmını (~% 70) 120°C civarında kaybettiğini göstermektedir. Bu durum, mikroapsül çözeltilerinin, kullanılan dış fazdan daha yüksek sıcaklıklara dayandığını, bunun ozonlanmış ve ham yağların arap zımkına göre daha yüksek olan sıcaklık dayanımından kaynaklandığı söylemek mümkündür (Bkz. Şekil 6.9). Bu sonuçlar ham ve ozonlanmış yağların başarılı bir şekilde mikroapsüllendiğini kanıtlamaktadır.

Çalışmanın "ozonlanmış bitkisel yağların mikroapsüllenmesi" bölümünde optimum aplikasyon reçetesi ile hazırlanan mikroapsül çözeltilerine uygulanan karakterizasyon testleri, tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağ mikroapsüllerinin başarılı bir şekilde elde edilebildiğini göstermiştir. Böylece, çalışmanın ikinci bölümünün son ürünü niteliğinde olan ozonlanmış bitkisel yağ mikroapsülleri elde edilmiştir.

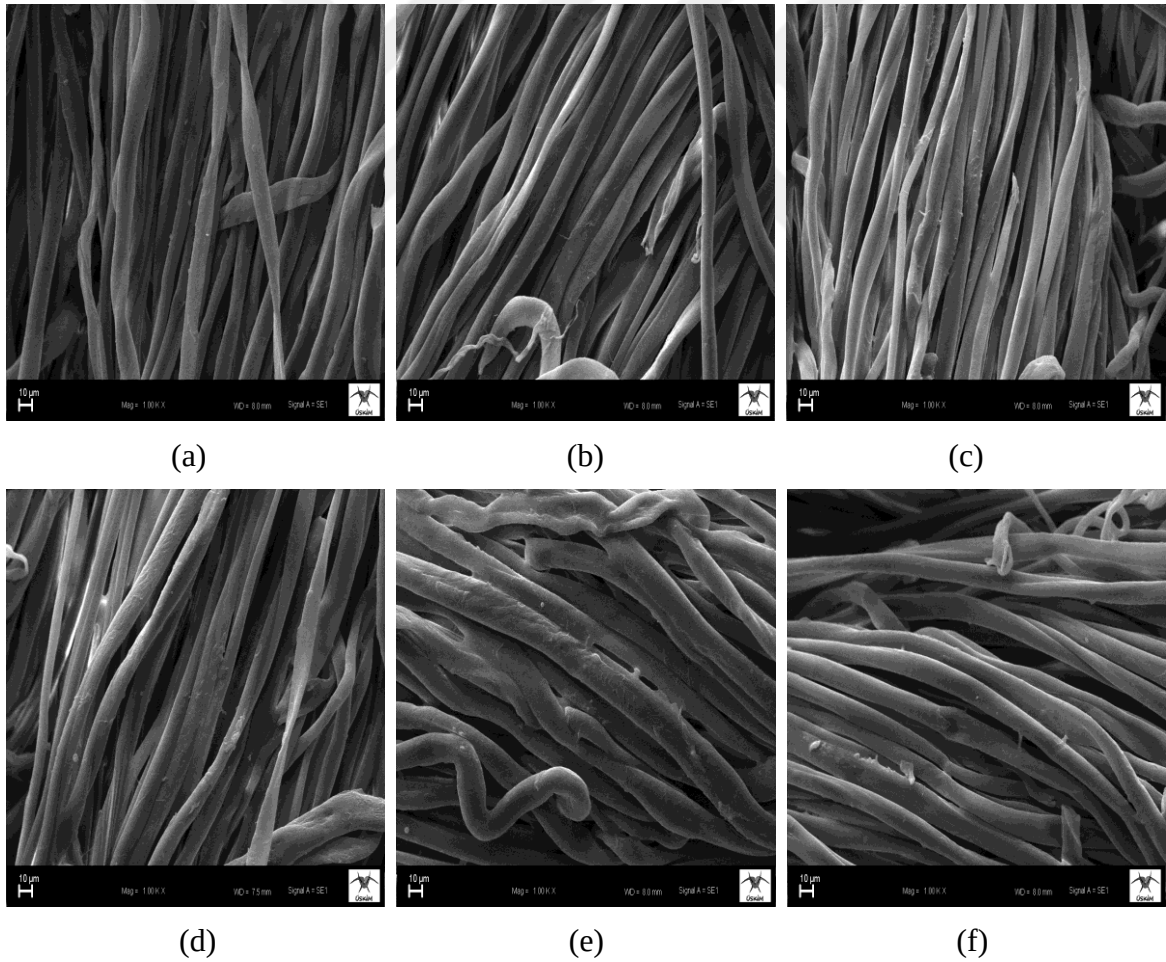
6.3. Ozonlanmış Bitkisel Yağ Mikroapsüllerinin Tekstil Yüzeylerine Aktarılması

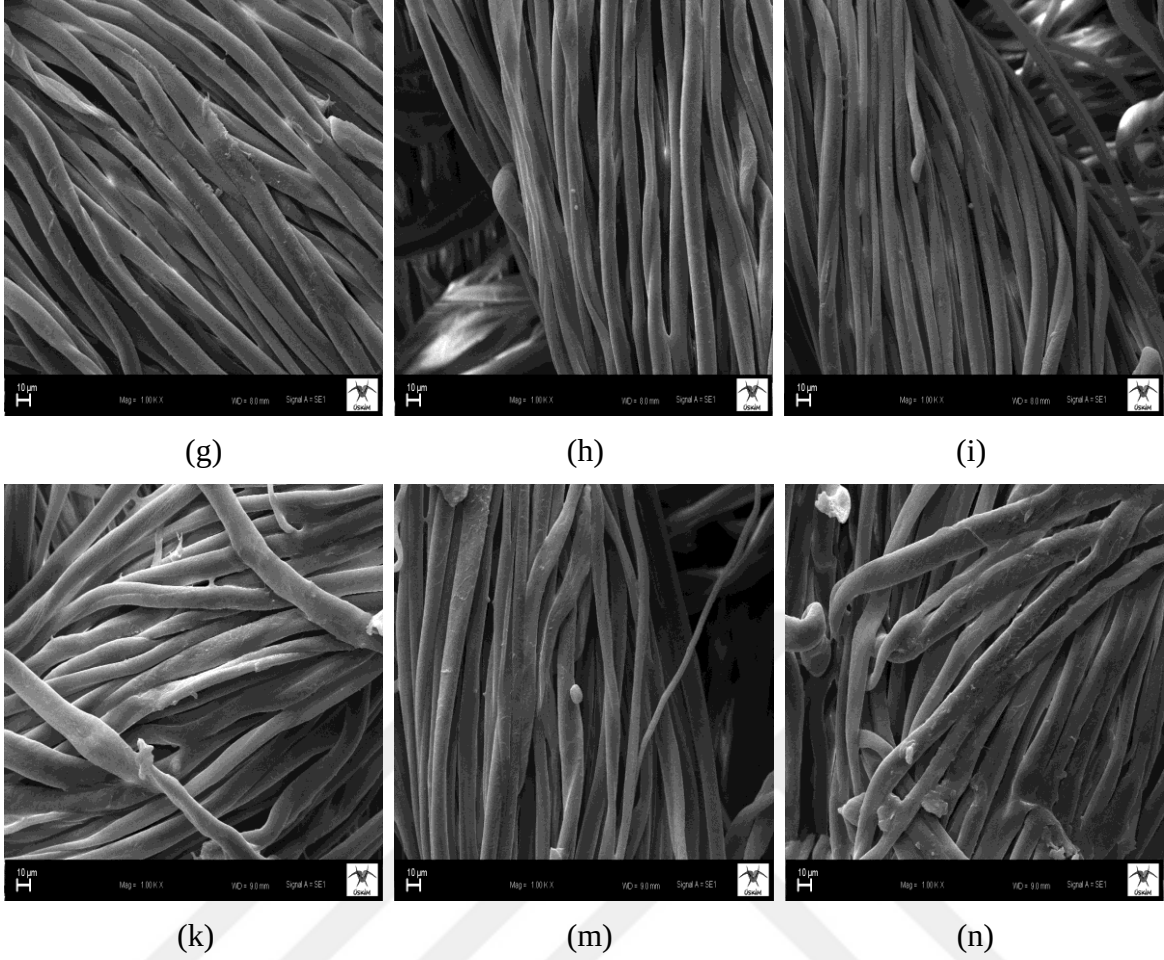
Ozonlanmış bitkisel yağ mikroapsüllerinin tekstil yüzeylerine en verimli şekilde aktarıldığı aplikasyon yöntemi ve reçetesinin belirlenmesi açısından çalışmanın bu bölümü iki aşamada gerçekleştirilmiştir.

6.3.1. Optimum aplikasyon yöntemi ve reçetesinin belirlenmesi

Çalışmanın bu aşamasında, optimum mikrokapsülleme reçetesi ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin tekstil yüzeylerine aktarılacağı en uygun aplikasyon yöntem ve reçetesinin belirlenmesi amacıyla; mikrokapsül çözeltileri ile Çizelge 5.4'te verilen deney planı doğrultusunda hazırlanan aplikasyon flotteleri kumaşlara, emdirme ve püskürtme yöntemleri ile applike edilmiştir. Aplikasyon sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur. Çalışmanın bu aşamasında, aplikasyonlar MO₁ kodlu mikrokapsül çözeltisi ile gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsül çözeltisi applike edilen kumaşların üzerindeki mikrokapsül varlığı SEM analizi ile araştırılmış ve kumaşların antibakteriyel aktiviteleri *E. coli* bakterisine karşı test edilmiştir.

Farklı aplikasyon reçete ve yöntemleri ile ozonlanmış yağ mikrokapsülleri applike edilen kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.24'te verilmiştir.





Şekil 6.24. Optimum aplikasyon denemesi yapılan kumaşların SEM görüntüleri (a: D.N 1, b: D.N 2, c: D.N 3, d: D.N 4, e: D.N 5, f: D.N 6, g: D.N 7, h: D.N 8, i: D.N 9, k: D.N 10, m: D.N 11, n: D.N 12) (Bkz. Çizelge 5.4)

Şekil 6.24, kumaşı oluşturan liflerin yüzeyinde bulunan ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin, aplikasyon flottelerinde kullanılan mikrokapsül çözeltisi konsantrasyonuna bağlı olarak arttığını göstermektedir. Aynı zamanda, aplikasyon flottesinde binder kullanımının da kumaşa aktarılan mikrokapsül miktarı üzerinde olumlu etkisinin olduğunu göstermektedir. Sonuçlar aplikasyon yöntemi bakımından değerlendirildiğinde ise, kumaşa aktarılan mikrokapsül miktarı açısından emdirme ve püskürtme yöntemleri arasında belirgin bir fark olmadığı görülmektedir.

Yapılan optimum aplikasyon denemeleri sonrası, kumaşlar üzerine aktarılan mikrokapsüller hakkında bilgi almanın bir diğer yolu olduğu düşünüldüğü için, aplikasyon sonrası kumaşların antibakteriyel aktiviteleri araştırılmıştır. Antibakteriyel özelliği olmayan tekstil yüzeyinin aplikasyon sonrası kazandığı antibakteriyel özellik ve bunun % değişimi optimum aplikasyon reçetesi ve yönteminin belirlenmesi açısından kullanılmıştır.

Optimum aplikasyon denemesi yapılan kumaşların *E. coli* bakterisine karşı antibakteriyel aktiviteleri Çizelge 6.15'te verilmiştir.

Çizelge 6.15. Optimum aplikasyon denemesi yapılan kumaşların antibakteriyel aktiviteleri

Deney No (Bkz. Çizelge 5.4)	% Bakteri Değişimi
1	118,18
2	445,45
3	81,82
4	-33,33
5	-99,88
6	-98,18
7	-38,33
8	809,09
9	-21,00
10	-59,30
11	-98,67
12	-99,97

^a 1 gram ağırlığındaki her bir örneğe aktarılan bakteri konsantrasyonu $3,50 \times 10^5$ (log 5,54) cfu* olarak hesaplanmıştır.

* cfu : Koloni oluşturan birim.

Çizelge 6.15, kumaşlara aplike edilen mikrokapsül çözeltisi konsantrasyonundaki artışın kumaşların antibakteriyel aktivitesini arttırdığını ve en yüksek antibakteriyel aktivitenin mikrokapsül çözeltisinin seyreltilmeden aplike edildiği durumlarda elde edildiğini göstermektedir. Çizelge 6.15 incelendiğinde ayrıca, binder ve silikon yumuşatıcı içermeyen mikrokapsül flottesinin aktarıldığı kumaşın antibakteriyel aktivitesinin % 33,33 iken, silikon yumuşatıcı içeren flottenin aktarıldığı kumaşın % 98,18; binder içeren flottenin aktarıldığı kumaşın % 38,33 olduğu görülmektedir. Bu durum, aplikasyon flottesine ilave edilen silikon yumuşatıcının ve binderin kumaşların kazandığı antibakteriyel aktiviteyi arttırdığını göstermektedir. Aplikasyon flottesine ilave edilen silikon yumuşatıcı ve binder mikrokapsüllerin lif yüzeyine tutunmasını arttırmıştır. Silikon yumuşatıcının yapısında bulunan yağın yapıştırıcı etkisinin mikrokapsüllerin lif yüzeylerine daha fazla tutunmasını sağladığını söylemek mümkündür. Flotteye ilave edilen binderin antibakteriyel aktiviteyi artırma oranının düşük olması, aplikasyon denemelerinde kullanılan binder miktarının düşük kalmasıyla açıklanabilmektedir.

Yapılan ön aplikasyon denemeleri sonucunda, flotteye ilave edilen binder ve silikon yumuşatıcının kumaş üzerine aktarılan ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin miktarını arttırdığı, ancak kullanılan binder miktarının yetersiz kaldığı görülmüştür. Ayrıca, silikon yumuşatıcı ilavesi sonrası, kumaşların arap zımkı dolayısıyla sertleşen tuşesi de iyileşmiştir. Flottede silikon ve yeterli miktarda binder kullanıldığında,

aplikasyon yöntemi olarak püskürtme veya emdirme yönteminin kullanılmasının da sonuçlar üzerinde çok büyük etkisinin olmayacağı net bir şekilde anlaşılmaktadır. Bu nedenle, ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılmasında kullanılacak optimum reçetenin; 100 g/l konsantrasyonunda hidrofil silikon çözeltisi ile % 50 oranında seyreltilmiş ve içerisinde 100 g/l binder bulunan aplikasyon flottesini olduğu karar verilmiştir. Aplikasyon yöntemi olarak da emdirme yöntemine göre aplikasyon tercih edilmiştir.

6.3.2. Mikrokapsüllerin tekstil yüzeylerine aktarılması ve son ürün eldesi

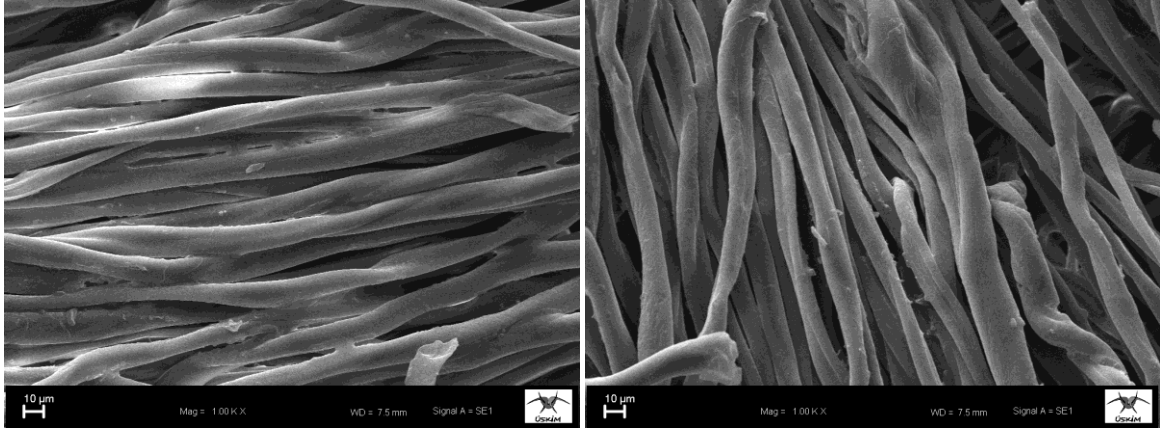
Çalışmanın bu aşamasında, "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü olarak üretilen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri (MO₁, MO₂, MO₃) ve karşılaştırma yapmak amacıyla ham yağ mikrokapsülleri (MR₁, MR₂, MR₃), bir önceki aşamada belirlenen optimum çalışma reçetesi ile kumaşlara emdirme yöntemi ile applike edilmiştir. Aplikasyon yapılan kumaşlar mikrokapsül kodlarının önüne "K" konularak isimlendirilmiştir. Mikrokapsül applike edilen kumaşların kodları Çizelge 6.16'da verilmiştir. Aplikasyon sonrası kumaşlar üzerindeki mikrokapsül varlığı SEM ve FTIR analizleri ile incelenmiştir. Ayrıca ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren son ürün niteliğindeki kumaşlara; antibakteriyel, antifungal, yara iyileştirme ve biyouyumluluk analizleri yapılmıştır.

Çizelge 6.16. Mikrokapsül applike edilen kumaşların kodları

Mikrokapsül Adı	Mikrokapsüllemiş Yağın Kodu	Mikrokapsül Applike Edilen Kumaşın Kodu
Ham zeytinyağı mikrokapsülleri	MR ₁	KMR ₁
Ozonlanmış zeytinyağı mikrokapsülleri	MO ₁	KMO ₁
Ham sarı kantaron yağı mikrokapsülleri	MR ₂	KMR ₂
Ozonlanmış sarı kantaron yağı mikrokapsülleri	MO ₂	KMO ₂
Ham keten tohumu yağı mikrokapsülleri	MR ₃	KMR ₃
Ozonlanmış keten tohumu yağı mikrokapsülleri	MO ₃	KMO ₃

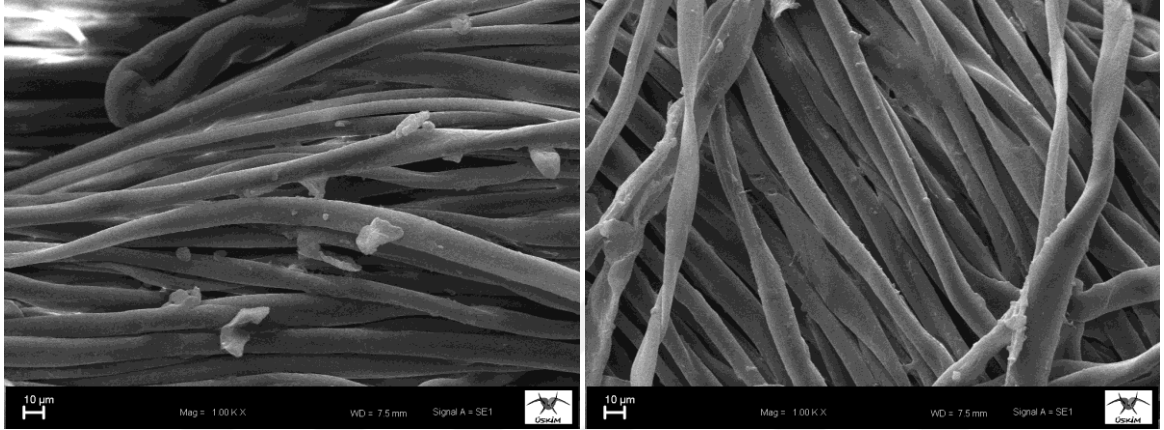
6.3.2.1. Son ürünün SEM ve FTIR analiz sonuçları

Optimum aplikasyon reçetesi ile ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin applike edildiği, son ürün niteliğinde üretilen, kumaşların üzerinde bulunan mikrokapsüllerin varlığı SEM analizi ile araştırılmıştır. Son ürün niteliğinde üretilen kumaşların ve karşılaştırma amacıyla ham yağ mikrokapsülleri aktarılan kumaşların SEM görüntüleri Şekil 6.25'te verilmiştir.



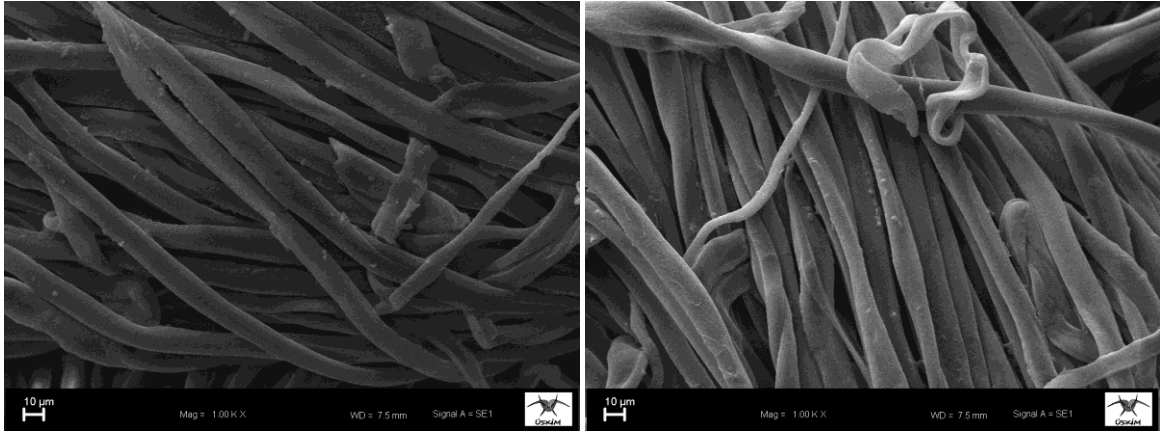
(a)

(b)



(c)

(d)



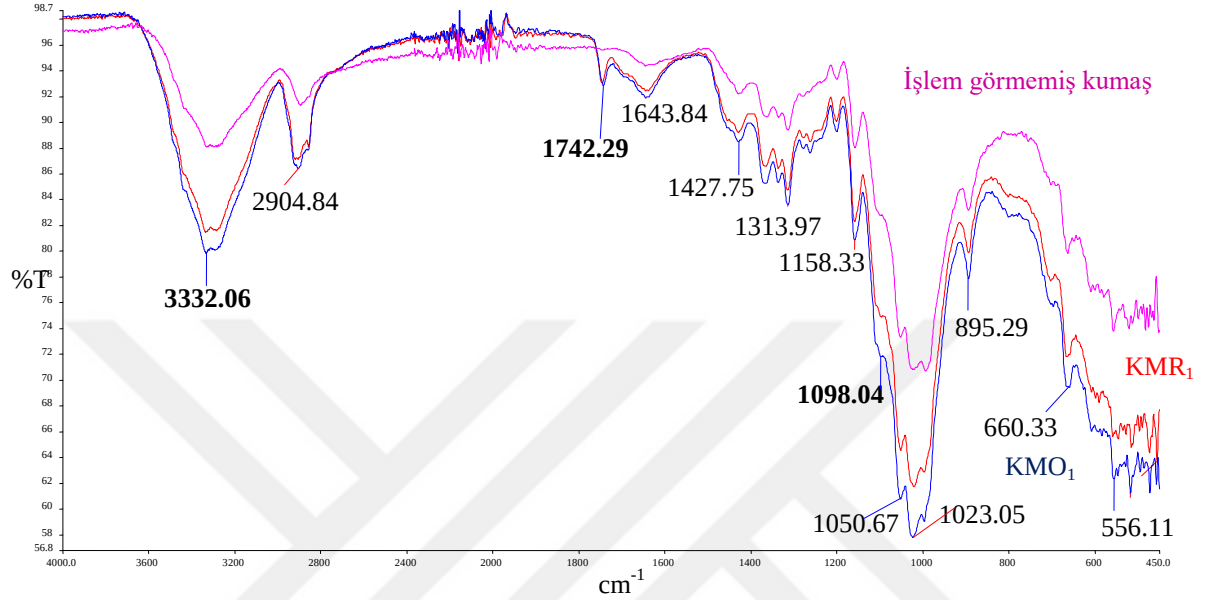
(e)

(f)

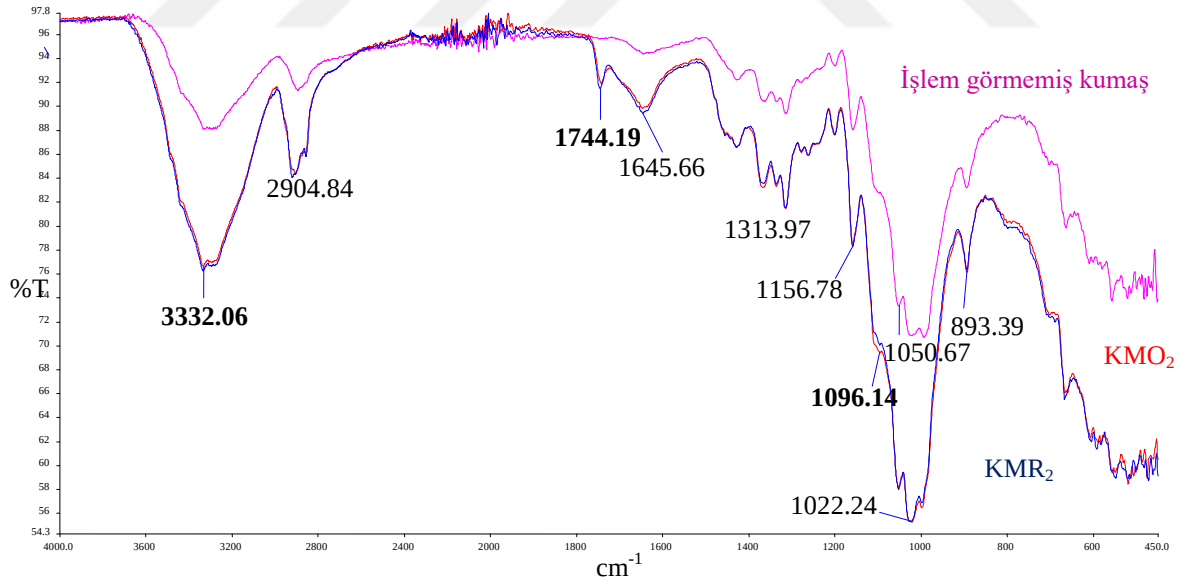
Şekil 6.25. Son ürün niteliğindeki kumaşların SEM görüntüleri (a: KMR₁, b: KMO₁, c: KMR₂, d: KMO₂, e: KMR₃, f: KMO₃) (Bkz. Çizelge 6.16)

Şekil 6.25 incelendiğinde, ozonlanmış ve ham yağ mikrokapsüllerinin kumaşı oluşturan liflerin yüzeylerine tutunduğu ve mikrokapsüllerin lif yüzeylerinde homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir. Bu durum, tez çalışmasının son ürünü olarak üretilen kumaşların ozonlanmış ve ham yağ mikrokapsüllerini içerdiğini kanıtlamaktadır.

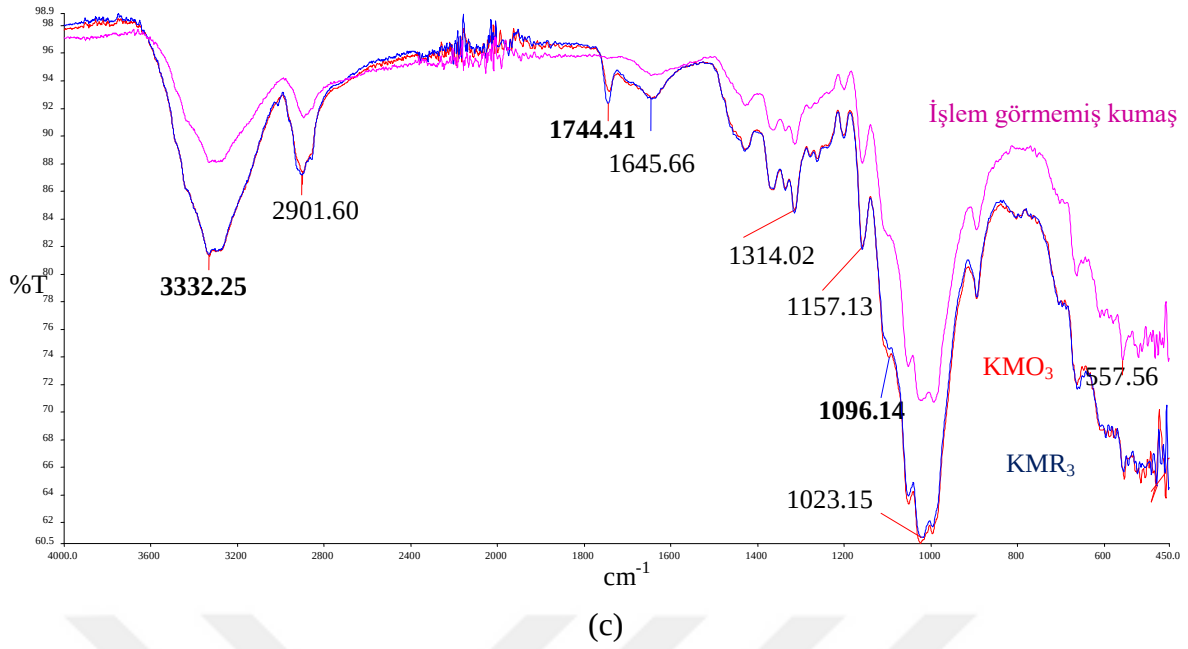
Kumaşlar üzerine aktarılan mikrokapsüllerin kumaşlar üzerindeki varlığını tespit etmek amacıyla ayrıca, son ürün niteliğinde üretilen kumaşların IR spektrumları alınmış ve incelenmiştir. Son ürün niteliğinde üretilen kumaşların ve karşılaştırma amacıyla ham yağ mikrokapsülleri aktarılan kumaşların, işlem görmemiş kumaş ile karşılaştırmalı olarak alınan IR spektrumları Şekil 6.26'da verilmiştir.



(a)



(b)



Şekil 6.26. Son ürün niteliğindeki kumaşların IR spektrumları (a: KMR₁-KMO₁, b: KMR₂-KMO₂, c: KMR₃- KMO₃) (Bkz Çizelge 6.16)

Şekil 6.26 incelendiğinde; aplikasyon sonrası kumaşlar üzerinde işlem görmemiş kumaşlardan farklı olarak, $\sim 1744 \text{ cm}^{-1}$ ve $\sim 1095 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayılarında bantlar olduğu görülmektedir. Ayrıca aplikasyon sonrası kumaşlarda, $\sim 3332 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayısında görülen ve O-H bağıny gösteren bant yoğunluğunda da artış olduğu görülmektedir. Bu bantların MO ve MR kodlu mikrokapsül çözeltiğinde de bulunuyor olması (Bkz. Şekil 6.22), kumaşların ham ve ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerini içerdiğini kanıtlamaktadır.

6.3.2.2. Son ürünün antibakteriyel, antifungal, yara iyileştirme ve biyoyumluluk analiz sonuçları

Çalışmada son olarak, tez kapsamında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerini içeren kumaşların, istenilen fonksiyonel özellikleri sahip olup olmadığı araştırılmıştır. Bu amaçla, son ürün niteliğinde üretilen ve ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerini içeren kumaşların antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme aktiviteleri ve biyolojik uyumlulukları araştırılmıştır.

Son ürün niteliğindeki ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaşlar (KMO₁, KMO₂ ve KMO₃) ile karşılaştırma yapmak amacıyla ham yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların (KMR₁, KMR₂ ve KMR₃) *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel aktiviteleri Çizelge 6.17 ve Çizelge 6.18'de sırasıyla verilmiştir.

Çizelge 6.17. Son ürün niteliğindeki kumaşların *E. coli* bakterisine karşı antibakteriyel aktiviteleri

Numune (Bkz. Çizelge 6.16)	% Bakteri Değişimi
KMR ₁	+38,46
KMO ₁	-82,78
KMR ₂	-25,00
KMO ₂	-100,00
KMR ₃	-44,17
KMO ₃	-100,00

^a 1 gram ağırlığındaki her bir örneğe aktarılan bakteri konsantrasyonu $3,60 \times 10^5$ (log 5,56) cfu/ml* olarak hesaplanmıştır.

* cfu : Koloni oluşturan birim.

Çizelge 6.18. Son ürün niteliğindeki kumaşların *S. aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktiviteleri

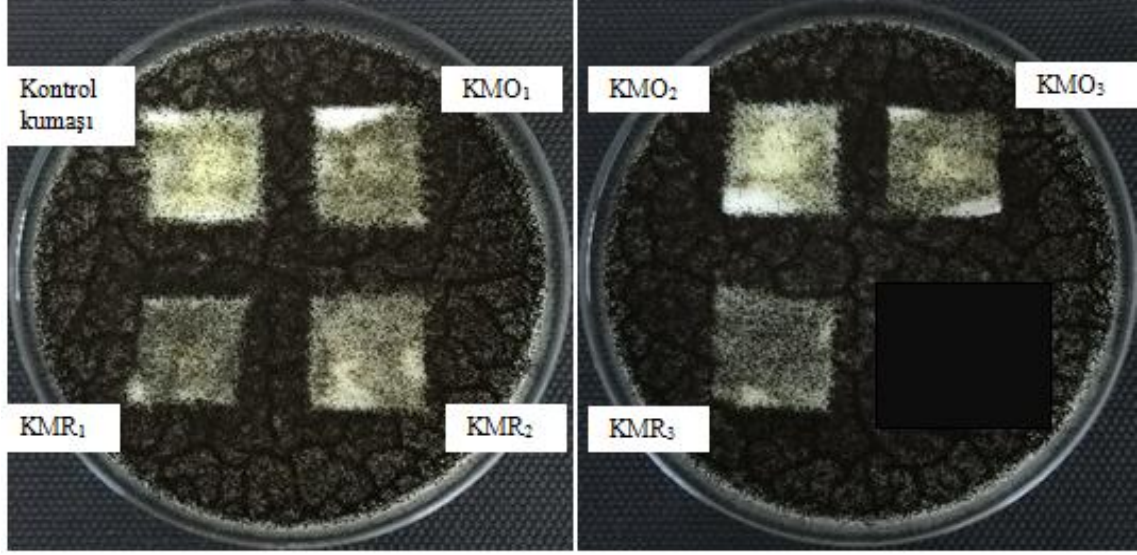
Numune (Bkz. Çizelge 6.16)	% Bakteri Değişimi
KMR ₁	-54,67
KMO ₁	-100,00
KMR ₂	-65,33
KMO ₂	-100,00
KMR ₃	-70,67
KMO ₃	-100,00

^a 1 gram ağırlığındaki her bir örneğe aktarılan bakteri konsantrasyonu $3,75 \times 10^5$ (log 5,57) cfu/ml* olarak hesaplanmıştır.

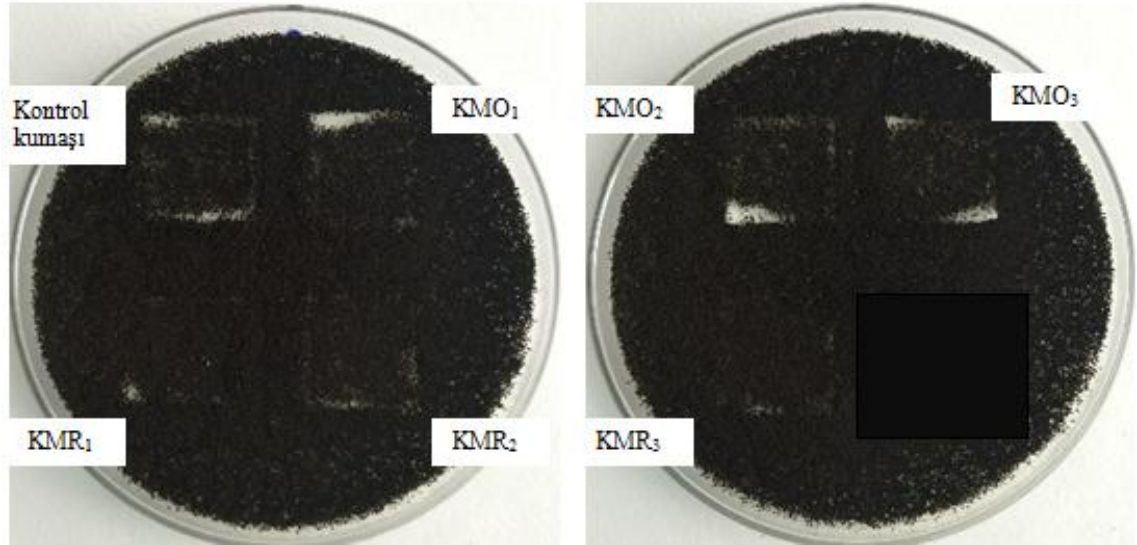
* cfu : Koloni oluşturan birim.

Çizelge 6.17 ve Çizelge 6.18 incelendiğinde, ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların test edilen her iki bakteri türüne karşı yüksek antibakteriyel aktivite gösterdiği görülmektedir. Ozonlanmış sarı kantaron yağı ve keten tohumu yağı mikrokapsülleri içeren kumaşlar, 24 saat sonunda, ortamda bulunan bakterilerin tamamını öldürmüştür. Ayrıca, kontrol amaçlı test edilen ham yağ mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinin test edilen bakterilere karşı düşük de olsa bir dirençle sahip olması, düşük bir antibakteriyel aktiviteye sahip olması ile açıklanmaktadır. Sadece ham zeytinyağı mikrokapsülleri içeren kumaş numuneleri daha dirençli bir bakteri türü olan *E. coli* bakterisine karşı antibakteriyel aktivite göstermemiştir. Dolayısıyla, tez çalışması kapsamında üretilen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin aktarıldığı tekstil yüzeylerine yüksek antibakteriyel aktivite kazandırdığını söylemek mümkündür. Bu sonuçlar, tez çalışmasının son ürünü olarak üretilen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların yüksek antibakteriyel aktiviteye sahip olduğunu kanıtlamaktadır.

Son ürün niteliğindeki ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaşlar (KMO_1 , KMO_2 ve KMO_3) ile karşılaştırma yapmak amacıyla ham yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların (KMR_1 , KMR_2 ve KMR_3) katı besiyerine ekim yöntemine göre, *Aspergillus niger* mantarına karşı araştırılan antifungal aktivitesini 1. ve 3. gün sonunda gösteren resimler Şekil 6.27'da verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 6.27. Son ürün niteliğindeki kumaşların *Aspergillus niger* mantarına karşı antifungal aktiviteleri (a. 1. gün, b. 3. gün sonunda)

Test edilen bir numunenin antifungal aktivite sahip olarak kabul edilebilmesi için üzerinde veya etrafında bir engelleme bölgesi oluşturması gerekmektedir. Şekil 6.27 incelendiğinde, test edilen kumaş numunelerinin yüzeylerinde mantar üremesinin olduğu, kumaş numunelerinin yüzeylerinde sadece küçük engelleme bölgelerinin olduğu

görülmektedir. Bu sonuçlar, yüksek antifungal aktivite gösteren ozonlanmış yağların mikrokapsüllerini içeren kumaş numunelerinin, yağlar gibi yüksek antifungal aktiviteye sahip olmadığını göstermektedir. Bu durumun, hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin seyreltilmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Ancak kumaşların yüzeyinde oluşan küçük engelleme bölgeleri incelendiğinde; KMO₁, KMO₂ ve KMO₃ kodlu kumaşların diğerlerine göre daha yüksek antifungal aktiviteye sahip olduğu söylenebilmektedir. Dolayısıyla, ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin aktarıldığı kumaşların antifungal aktivitelerini geliştirdiğini söylemek mümkündür.

Son ürün niteliğindeki ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerini içeren kumaşların (KMO₁, KMO₂ ve KMO₃) deney hayvanları üzerinde çizgisel insizyon yara modeli oluşturularak incelenen yara iyileştirme aktivite sonuçları Çizelge 6.19'da verilmiştir. Karşılaştırma yapmak amacıyla, ham yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların (KMR₁, KMR₂ ve KMR₃) ve işlem görmemiş kumaş numunelerinin de sonuçları verilmiştir.

Çizelge 6.19. Çizgisel kesik yara modeli üzerinde son ürün niteliğindeki kumaşların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi

Materyal (Bkz. Çizelge 6.15)	İstatistiksel Ortalama $\pm$ SEM	Yara Gerilim Kuvveti (%)
Boş numune	13.62 $\pm$ 2.84	4.4
Negatif kontrol	13.04 $\pm$ 2.91	-
İşlem görmemiş kumaş	13.61 $\pm$ 2.25	-
KMR₁	14.89 $\pm$ 2.63	9.3
KMO₁	15.06 $\pm$ 2.57	10.6
KMR₂	16.18 $\pm$ 1.91	18.8
KMO₂	17.66 $\pm$ 2.35	29.7**
KMR₃	15.95 $\pm$ 2.26	17.1
KMO₃	17.19 $\pm$ 2.23	26.2*
Referans	20.55 $\pm$ 1.97	50.9***

* $p < 0.05$; ** $p < 0.01$; *** $p < 0.001$; SEM: Ortalamanın standart hatası

Deney hayvanları üzerinde çizgisel insizyon yara modeli oluşturularak incelenen yara iyileştirme aktivitesinde, deney hayvanlarının yaralanmaya gösterdikleri direnç değerleri ölçülmekte ve sonuçların ortalaması verilmektedir. Boş numunenin negatif kontrol grubu ile, kumaş numuneleri ve referans materyalin boş numune ile karşılaştırılması ile bu ortalama değerlerden % yara gerilim kuvveti değerleri hesaplanmaktadır. Çizelge 6.19 incelendiğinde, ham ve ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinin boş numuneye ve işlem görmemiş kumaş numunesine göre daha yüksek yara gerilim kuvveti değerleri oluşturduğu görülmektedir.

Ayrıca, son ürün niteliğindeki ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinin yara gerilim kuvvetlerinin ham yağ mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu farklılık en düşük zeytinyağı mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinde (KMR_1 % 9,3; KMO_1 % 10,6); en yüksek sarı kantaron yağı mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinde (KMR_2 % 18,8; KMO_2 % 29,7) görülmüştür. Bunun yanında, yapılan istatistiksel analiz sadece KMO_2 ve KMO_3 kodlu kumaşların anlamlı bir yara iyileştirme özelliğine sahip olduğunu göstermiştir. Bu durumda ozonlanmış zeytinyağı mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinin yara iyileştirme aktivitesine sahip olduğunu; ancak bu aktivitenin düşük kaldığını söylemek mümkündür.

Son ürün niteliğindeki ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların (KMO_1 , KMO_2 ve KMO_3) deney hayvanları üzerinde dairesel eksizyon yara modeli oluşturularak incelenen yara iyileştirme analiz sonuçları Çizelge 6.20'de verilmiştir. Karşılaştırma yapmak amacıyla, ham yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların (KMR_1 , KMR_2 ve KMR_3) ve işlem görmemiş kumaş numunelerinin de sonuçları verilmiştir.

Çizelge 6.20. Dairesel kesik yara modeli üzerinde son ürün niteliğindeki kumaşların yara iyileştirme aktivitesinin etkisi

Yara alanı $\pm$ SEM (Küçülme %)						
Materyal	0. gün	2. gün	4. gün	6. gün	8. gün	10. gün
Boş numune	19.67 ± 2.34	18.40 ± 2.61 (1.0)	17.12 ± 1.93 -	15.55 ± 1.90 -	10.32 ± 1.62 (9.4)	6.56 ± 1.31 -
Negatif kontrol	19.51 ± 2.46	18.59 ± 2.52	16.94 ± 1.74	15.95 ± 1.68	11.39 ± 1.45	6.41 ± 1.22
İşlem görmemiş kumaş	19.74 ± 3.11	18.40 ± 2.64 -	16.94 ± 2.34 (1.1)	15.10 ± 1.91 (2.8)	12.33 ± 1.82 -	7.22 ± 1.41 -
KMR_1	19.19 ± 2.15	17.92 ± 2.24 (2.6)	16.34 ± 2.01 (4.6)	13.97 ± 2.16 (10.2)	9.41 ± 1.24 (8.8)	5.41 ± 0.61 (17.5)
KMO_1	19.70 ± 1.98	17.44 ± 2.18 (5.2)	15.64 ± 2.28 (8.6)	12.84 ± 2.33 (17.4)	8.23 ± 1.51 (20.3)	5.60 ± 0.96 (14.6)
KMR_2	19.83 ± 2.63	17.95 ± 2.67 (2.4)	15.76 ± 1.86 (7.9)	14.10 ± 1.89 (9.3)	8.87 ± 1.19 (14.0)	5.24 ± 0.83 (20.1)
KMO_2	20.15 ± 1.82	16.87 ± 2.23 (8.3)	15.49 ± 2.70 (9.5)	11.49 ± 1.52 (26.1)	6.72 ± 0.86 (34.9)*	3.39 ± 0.47 (48.3)**
KMR_3	19.94 ± 1.60	17.16 ± 2.49 (6.7)	16.21 ± 2.35 (5.3)	13.59 ± 1.76 (12.6)	8.47 ± 1.25 (17.9)	4.80 ± 0.71 (26.8)
KMO_3	19.93 ± 2.11	16.54 ± 2.41 (10.1)	14.50 ± 1.84 (15.3)	11.91 ± 1.61 (23.4)	7.21 ± 1.24 (30.1)*	4.11 ± 0.53 (37.3)**
Referans	19.82 ± 1.90	15.30 ± 1.74 (16.8)	11.69 ± 1.97 (31.7)	8.50 ± 1.12 (45.3)*	3.41 ± 0.91 (67.0)**	0.00 ± 0.00 (100.0)***

Deney hayvanları üzerinde dairesel eksizyon yara modeli oluşturularak incelenen yara iyileştirme aktivitesinde, 10 gün boyunca, deney hayvanlarının üzerindeki yaraların

alanı ölçülmektedir. Boş numunenin negatif kontrol grubu ile, kumaş numuneleri ve referans materyalin boş numune ile karşılaştırılması ile ölçülen yara alanlarından % yara küçülme değerleri hesaplanmaktadır. Çizelge 6.20 incelendiğinde, ham ve ozonlanmış yağ mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinin boş numuneye ve işlem görmemiş kumaş numunesine göre daha düşük yara alanı değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca, son ürün niteliğindeki ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinin % yara küçülme değerlerinin ham yağ mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu farklılık en düşük zeytinyağı mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinde (10. günde, KMR₁ % 17,5; KMO₁ % 14,6); en yüksek sarı kantaron yağı mikrokapsülleri içeren kumaş numunelerinde (10. günde, KMR₂ % 20,1; KMO₂ % 48,3) görülmüştür. Yapılan istatistiksel analiz KMO₂ ve KMO₃ kodlu kumaşların anlamlı bir yara iyileştirme özelliğine sahip olduğunu göstermiş ve sonuçlar, çizgisel insizyon yara modelinde elde edilen sonuçlarla paralel olmuştur. Bu sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda, ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara yara iyileştirme aktivitesi kazandırdığını, özellikle ozonlanmış sarı kantaron yağı ve ozonlanmış keten tohumu yağı mikrokapsüllerini içeren kumaşların yüksek yara iyileştirme özellikleri ile elde edilebildiğini söylemek mümkündür.

Son ürün niteliğinde üretilen kumaş numunelerinin antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme aktivite sonuçları bir bütün olarak düşünüldüğünde, tez kapsamında bu üç özelliğe sahip olarak üretilmesi hedeflenen medikal tekstil yüzeylerinin başarılı bir şekilde elde edilebildiğini söylemek mümkündür.

Çalışma kapsamında hedeflenen medikal tekstil yüzeylerinin ayrıca, biyolojik olarak uyumlu olması beklenildiğinden, üretilen kumaş numunelerine son olarak biyoyuymululuk testleri yapılmıştır. Daha önce yapılan analizler sonucunda cilde uyumlu olduğunun belirlenmiş olması sebebiyle (Bkz. Çizelge 6.13), kullanılan yağların tamamı yerine, tek bir ozonlanmış bitkisel yağ içeren mikrokapsüllerin aktarıldığı kumaş numunesi test edilmiştir. Bu amaçla, KMO₃ kodlu kumaş numunesi seçilmiş ve karşılaştırma yapmak amacıyla, işlem görmemiş kumaş ile KMR₃ kodlu kumaşlar da test edilmiştir. Seçilen kumaş numunelerinin sitotoksosite ve cilt irritasyon sonuçları Çizelge 6.21'de verilmiştir.

Çizelge 6.21. Son ürün niteliğindeki kumaşların sitotoksosite ve cilt irritasyon sonuçları

Numune (Bkz. Çizelge 6.15)	Sitotoksosite	Cilt irritasyonu
İşlem görmemiş kumaş	2 (hafif)	0
KMR ₃	3 (orta)	0
KMO ₃	3 (orta)	0

Çizelge 6.21 cilt irritasyonu açısından incelendiğinde, son ürün niteliğinde üretilen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerini içeren kumaş numunesinin irritasyon indeksi değerinin "0" olduğu ve kumaş numunesinin cildi irrite etmediği açıkça görülmektedir. Sonuçlar sitotoksosite açısından incelendiğinde ise, işlem görmemiş kumaşın hafif, mikrokapsül aktarılan kumaşların orta derecede sitotoksik olduğu görülmektedir. Bu durum, ozonlanmış ve ham yağ mikrokapsüllerinin aktarıldığı kumaşların, sitotoksosite açısından biyolojik uyumluluğunu bir derece kötüleştirdiğini göstermektedir. İşlem görmemiş kumaşın hafif sitotoksik olmasının, üzerinde ön terbiye işlemlerinden kalan kimyasal kalıntısından kaynaklandığı; mikrokapsül içeren kumaşlarda ise, kapsülleme işleminde kullanılan kimyasal maddeler sebebiyle bu sitotoksik etkinin arttığını söylemek mümkündür. Ancak mikrokapsül aplikasyonun kumaşların sitotoksosite değerlerini bir derece arttırmış olması çok büyük bir olumsuzluk olarak görülmemektedir. Çünkü, işlem görmemiş kumaş numunesinin "0" derece sitotoksik olması durumunda, mikrokapsül içeren kumaşlar 1 derece (çok az) sitotoksik etki gösterecektir. Bu değer de sitotoksosite kabul sınırının altında olması nedeniyle, kumaş numuneleri cilt ile uyumlu olacak şekilde üretililebilecektir. Dolayısıyla, tez çalışması kapsamında üretilen ozonlu yağ mikrokapsülleri içeren medikal tekstil yüzeylerinin cilt ile uyumlu olduğunu söylemek mümkündür.

7. SONUÇLAR

Ağırlaşan rekabet şartları tekstil ve hazır giyim üreticilerini, daha yüksek nitelikli, farklılık yaratan, katma değeri yüksek ürünlerin üretimine zorlamaktadır. Bu noktada, teknik tekstil üretimi önemli bir alternatif haline gelmiştir. Teknik tekstillerin önemli ve son zamanlarda gelişen bir dalı olan, insan ve hayvan sağlığını, hijyenini ve hatta kozmetiğini ilgilendiren medikal tekstiller büyük önem taşımaktadır. Medikal tekstiller, geleneksel tekstil üretim yöntemleri ile üretilebilen ürünlerden, ileri teknoloji gerektiren yenilikçi üretim yöntemlerine kadar çok geniş bir üretim yelpazesine sahiptir.

Son zamanlarda medikal tekstillerin üretiminde mikrokapsül teknolojisinin kullanılmaya başlaması ile çok farklı özelliklere sahip tekstil yüzeylerinin eldesi mümkün olmuştur. Bu teknoloji ile direkt olarak aktarılması mümkün olmayan veya yıkama dayanımı olmayan maddelerin koruyucu bir kabuk materyal ile kaplanarak, tekstil yüzeylerine aktarılması, böylece tekstil yüzeylerine istenilen özelliklerin kazandırılması söz konusudur. Mikrokapsül teknolojisi, antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özellikleri gösteren maddelerin veya kontrollü salım uygulamaları ile ilaç etken maddelerinin tekstil yüzeylerine aktarılmasını mümkün kılmıştır.

Bu tez çalışmasında tekstil sektörünün önemli bir kolu olması sebebiyle, medikal amaçlı kullanılabilecek tekstil yüzeylerinin elde edilmesi amaçlanmıştır. Elde edilen medikal tekstil yüzeylerinin antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerine sahip ve biyolojik olarak uyumlu olması hedeflenmiş ve bu amaçla etken madde olarak son zamanlarda medikal ve kozmetik sektöründe yüksek popülariteye sahip ozonlanmış yağlar tercih edilmiştir. Çalışma kapsamında kullanılan ozonlanmış yağların, çalışma kapsamında üretilerek piyasada satılan ticari ürünlerden farklı ve istenilen özelliklerin tamamına sahip olarak elde edilmesi amaçlanmıştır. Elde edilen ozonlanmış yağların tekstil yüzeylerine aktarılması amacıyla da mikrokapsül teknolojisinin kullanımı uygun görülmüştür. Mikrokapsül teknolojisinin kullanımı ile elde edilen kumaş numunelerinin ozonlanmış yağların rahatsız edici kokusunu içermeme avantajı göstermesi amaçlanmıştır.

Medikal amaçlı kullanıma uygun biyolojik olarak uyumlu, antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerine sahip ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren tekstil yüzeylerinin eldesi amacıyla çalışma üç ana bölüm altında gerçekleştirilmiştir.

Tez çalışmasının birinci bölümü olan "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" kısmında, tez çalışmasında hedeflenen özellikleri yapısında bulunduran ozonlanmış yağların elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla çalışmanın bu bölümü dört aşamada tamamlanmıştır.

- Çalışmanın birinci aşamasında, tıbbi özelliği olan ve doymamış yağ asidi içeriğinin yüksek olduğu bilinen on farklı bitkisel yağ (sızma zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı, susam yağı, kayısı çekirdeği yağı, tatlı badem yağı, argan yağı, ruşeym yağı, yer fıstığı yağı ve hindistan cevizi yağı) tedarik edilerek GC analizi ile yapılarındaki yağ asitleri araştırılmıştır. Yapılan GC analizi sonrası, çifte bağ sayısı 3 olan linolenik asit içeriği en yüksek olan, sızma zeytinyağı, sarı kantaron yağı, keten tohumu yağı ve susam yağı ile doymamış yağ asit içeriğinin düşük olmasına rağmen, doymamış yağ asidi içeriği düşük bir bitkisel yağın ozonlanabilirliğini araştırmak amacıyla, argan yağı ön ozonlama çalışmaları için seçilmiştir.

- Çalışmanın ikinci aşamasında, seçilen bu yağlar, ön deneme niteliğine ozonlama işlemine tabi tutularak, bitkisel yağların karakteristik özelliğinin yağların ozon bağlama verimlilikleri üzerindeki etkisi ve seçilen yağlar için maksimum ozonlama süreleri FTIR ve GC analizleri ile belirlenmiştir. Ön ozonlama denemeleri sonrası, doymamış yağ asit içeriği düşük olan bir yağın ozonlama için uygun olmadığı ve verimli bir şekilde ozonu bağlayamadığı görülmüş ve argan yağı çalışma kapsamından çıkarılmıştır. Çalışmanın bu aşamasında ayrıca, yağların içerdikleri yağ asitlerinin cinsi ve miktarının, yağların ozon bağlaması üzerinde çok büyük etkiye sahip olduğu kanıtlanmıştır.

- Çalışmanın üçüncü aşamasında, yağların ozonlanma verimliliği ve fonksiyonel özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisini araştırmak ve istenilen özelliklere sahip yağlar için en uygun ozonlama süresini belirlemek amacıyla, yağlar 1, 2 ve 3 saat süreyle ozonlanmıştır. Farklı sürelerde ozonlanan yağlar FTIR ve GC analizleri ile incelenmiş ve yağların antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme aktiviteleri test edilmiştir. GC analizi sonuçları, yağlarda bulunan doymamış yağ asitlerinin artan ozonlama süresiyle önemli ölçüde düştüğünü ve ozonlama ile daha düşük zincirli yağ asitlerinin açığa çıktığını göstermiştir. FTIR analizi sonuçları ise ozonlu yağlarda ozoniti gösteren, C-O bağının görüldüğü dalga sayısındaki bant yoğunluklarının ozonlama süresiyle önemli ölçüde arttığını göstermiştir. Ham ve ozonlanmış yağların antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özellikleri incelendiğinde, seçilen ham yağların düşük de olsa bu özellikleri gösterdiği, özelliklerin ozonlama süresiyle önemli ölçüde arttığı görülmüştür. Sadece

susam yağının ozonlama ile yara iyileştirme aktivitesinin gelişmediği belirlenmiş, ozonlanmış susam yağının tez çalışmasında hedeflenen özellikleri içermemesi nedeniyle çalışma kapsamından çıkarılmıştır.

- Çalışmanın son aşamasında, tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağların eldesi için gerekli ozonlama süreleri belirlenmiş ve "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü olarak belirlenen ozonlanmış yağlar üretilmiştir. Son ürün niteliğindeki ozonlanmış bitkisel yağların TGA analizi ile sıcaklık dayanımları ve biyolojik uyumlulukları araştırılmıştır. TGA analizi sonuçları, ozonlama ile açığa çıkan parçalanma ürünleri nedeniyle, yağların sıcaklık dayanımlarının düştüğünü göstermiştir. Sitotoksite açısından biyolojik uyumluluk sonuçları, ozonlamanın yağların biyolojik uyumunda bir kötüleşmeye neden olmadığını; cilt irritasyonu açısından biyolojik uyumluluk sonuçları ise ozonlamanın yağların cilt irritasyon indeksinde artışa sebep olduğunu göstermiştir. Ancak değerlerin, hafif derecede cilt irritasyonuna karşılık gelmesi, ozonlanan yağların biyolojik olarak uyumlu kabul edilebilir olduğunu göstermiştir. Dolayısıyla, tez kapsamında üretilen ozonlanmış bitkisel yağların biyolojik olarak uyumlu olduğunu söylemek mümkündür.

Tez çalışmasının ikinci bölümü olan, "ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllenmesi" kısmı; ozonlanmış bitkisel yağların en verimli şekilde kapsüllendiği çalışma yöntem ve reçetesinin belirlenmesi amacıyla dört aşamada gerçekleştirilmiştir.

- Çalışmanın birinci aşamasında, ozonlanmış yağları en uygun şekilde kapsülleyecek kabuk materyal ve çalışma yönteminin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla ozonlanmış zeytinyağı, arap zıkkı ve jelatin kullanılarak basit koaservasyon yöntemi ve β -siklodekstrin ile inklüzyon kompleksleri hazırlama yöntemi ile kapsüllenmiştir. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop ve aktarıldığı kumaşların SEM görüntüleri incelenmiş ve sonuçlar, ozonlanmış yağların arap zıkkı kullanılarak basit koaservasyon yöntemi ile en verimli şekilde kapsüllendiğini göstermiştir.

- Çalışmanın ikinci aşamasında, arap zıkkı ile optimum mikrokapsülleme reçetesinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, dış faz konsantrasyonu, iç faz : dış faz oranı, yüzey aktif madde kullanımı ve miktarı, faz ayırımında kullanılan maddenin cinsi, çapraz bağlayıcı kullanımı ve miktarı, soğutma yapılması ve şekli ve çalışma pH'ı bağımsız değişkenler olarak belirlenerek, farklı reçetelerle mikrokapsül çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop ve aktarıldığı kumaşların SEM

görüntüleri incelenmiş ve ozonlanmış bitkisel yağları kapsülleyecek optimum çalışma reçetesi belirlenmiştir.

- Çalışmanın üçüncü aşamasında ise, optimum mikrokapsülleme reçetesi ile ozonlanmış yağların mikrokapsüllemesinde, kapsül duvarlarının kalınlaşması için kullanılacak en uygun çapraz bağlayıcının belirlenmesi amacıyla, düşük formaldehit içeren reçine ve formaldehit içermeyen reçine kullanılarak mikrokapsül çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin optik mikroskop ve aktarıldığı kumaşların SEM görüntüleri incelenmiş ve ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin kabuklarının sertleşmesi için düşük formaldehit içeren reçinenin daha uygun olduğu görülmüştür.

- Çalışmanın son aşamasında, tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri içeren kumaşların eldesinde kullanmak amacıyla, optimum reçete ile birinci bölümün son ürünü olarak belirlenen ozonlanmış bitkisel yağlar mikrokapsüllemiştir. Hazırlanan ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsülleri; optik mikroskop, FTIR ve TGA analizleri ile karakterize edilmiştir. Optik mikroskop sonuçları, hazırlanan mikrokapsüllerinin 1-20 µm büyüklüğe ve küresel bir şekle sahip olduğunu; FTIR sonuçları, arap zambının yağ iç fazlarını kaplayarak yağlarda belirgin şekilde bulunan bantların kaybolduğunu göstermiştir. TGA sonuçları ise mikrokapsül çözeltilerinin, kullanılan dış fazdan daha yüksek sıcaklıklara dayandığını, bunun ozonlanmış ve ham yağların arap zambına göre daha yüksek olan sıcaklık dayanımından kaynaklandığını göstermiştir. Dolayısıyla, ozonlanmış bitkisel yağların verimli bir şekilde mikrokapsüllendiği ve "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü niteliğinde olan mikrokapsüllerin elde edildiği kanıtlanmıştır.

Çalışmanın son bölümü olan, "ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması" kısmı, ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine en verimli şekilde aktarılması amacıyla iki aşamada tamamlanmıştır.

- Çalışmanın birinci aşamasında, ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine en verimli şekilde aktarıldığı aplikasyon yöntemi ve reçetesinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, farklı konsantrasyonlardaki mikrokapsül çözeltileri emdirme ve püskürtme yöntemleri ile kumaşlara applike edilmiştir. Aplikasyon yapılan kumaşların SEM görüntüleri ve antibakteriyel aktiviteleri incelenmiş ve optimum aplikasyon yöntemi ve reçetesi belirlenmiştir.

- Çalışmanın ikinci aşamasında, "ozonlanmış bitkisel yağların eldesi" bölümünün son ürünü niteliğinde olan ozonlanmış yağ mikrokapsülleri optimum aplikasyon reçete ve yöntemi ile kumaşlara aktarılmıştır. Aplikasyon sonrası kumaşlar SEM ve FTIR analizleri ile karakterize edilmiş ve kumaşların antibakteriyel, antifungal, yara iyileştirme ve biyouyumluk analizleri gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar, ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin kumaşlara başarılı bir şekilde aktarıldığını göstermiştir. Ayrıca, mikrokapsüller aktarıldığı kumaşlara, antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özellikleri kazandırmıştır ve elde edilen kumaş numuneleri cilt ile uyumlu olarak üretilenmiştir. Böylece tez çalışmasında hedeflenen özelliklere sahip, çalışmanın son ürünü niteliğinde olan, ozonlanmış bitkisel yağın rahatsız edici kokusunu içermeyen, kumaş numuneleri elde edilmiştir.

Sonuç olarak tez çalışması kapsamında, çalışmanın başında hedeflenen şekilde, antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerine sahip ve biyolojik olarak uyumlu ozonlanmış bitkisel yağlar, bu bitkisel yağları içeren mikrokapsüller ve bu mikrokapsülleri içeren tekstil yüzeyleri başarılı bir şekilde elde edilmiştir. Elde edilen tekstil yüzeylerinin hedeflenen şekilde, ozonlanmış bitkisel yağların antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerine sahip ve biyolojik olarak uyumlu olması, bu tekstil yüzeylerinin medikal tekstil endüstrisinde başarılı bir şekilde kullanılabileceğini göstermektedir. Tez çalışması kapsamında üretilen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin yara bandı, sargı bezi, hijyenik tekstiller gibi kendilerinden yıkama dayanımı beklenilmeyen medikal ürünlere aktarılması ile bu ürünlerin etkilerini arttırmaları sağlanabilecektir.

Tez kapsamında elde edilen veriler incelendiğinde, medikal tekstil yüzeylerinin aşağıdaki şartlarda üretiminin mümkün olduğu tespit edilmiştir. Bu şartlar aşağıda verilmiştir.

- Ozonlama şartları: Saatte 25 g ozon/oksijen karışımı üretme kapasitesine sahip ozon jeneratörü ile oda sıcaklığında, 20 mm çapında ve 900 mm boyundaki cam kolon içerisinde, 100 ml hacminde malzeme içerecek şekilde, pH ayarlaması yapılmaksızın, 2 veya 3 saat süreyle sarı kantaron veya keten tohumu yağları ozonlanmalıdır.

- Mikrokapsülleme şartları: % 20 konsantrasyonunda hazırlanan arap zıncı çözeltisi ile ozonlanmış bitkisel yağ, iç faz: dış faz oranı 1:5 olacak şekilde, 10.000 devir/dakika karıştırma hızı ile emülsiye edilmelidir. Emülsiyon oluşumu sonrası hız 3.000 devir/dakika'ya düşürülerek kullanılan arap zıncı çözeltisinin % 20' si kadar etanol ilavesi ile faz ayrımı gerçekleştirilmelidir. Faz ayrımı sonrası, elde edilen mikrokapsüllerin

kabukları, düşük formaldehit içeren reçine kullanılarak, 6.000 devir/dakika çalışma hızında 1 saat kalınlaştırılmalı ve stabil hale getirilmelidir. Yapılan karışımın son 30 dakikasında, oluşan mikrokapsüllerin aglomerasyonun önlenmesi için çözeltinin sıcaklığı 5-10°C arasına düşürülmelidir. Mikrokapsül üretimi boyunca çözeltinin sıcaklığı 25-30°C arasında sabit tutulmalıdır.

- Aplikasyon şartları: Hazırlanan mikrokapsül çözeltileri, 100 g/l hidrofil silikon çözeltisi ile % 50 oranında seyreltilmeli ve içerisine 100 g/l binder ilave edilerek aplikasyon flottesı hazırlanmalıdır. Hazırlanan aplikasyon flottesı tekstil yüzeylerine, alınan flotte miktarı % 95 olacak şekilde emdirme yöntemi ile aktarılmalıdır. Aplikasyon sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmalıdır.

Bu tez çalışmasında 1 saat süreyle ozonlanan sarı kantaron ve keten tohumu yağlarının da yüksek antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özellikleri göstermiş olması, yağların 30 dakika veya daha kısa sürelerde ozonlanması ile ozonlanmış bitkisel yağlar şeklinde kullanımını mümkün kılacaktır. Kısa sürede ozonlanmış bitkisel yağların biyolojik uyumu bozulmadan ve ozonlanmış yağın rahatsız edici kokusunu daha az içeren şekilde üretilecek olması yağ olarak direkt kullanılması noktasında büyük avantaj sağlayacaktır.

Üretilen ozonlanmış bitkisel yağları yüksek sıcaklık etkilerine karşı koruyabilecek kabuk materyalinin belirlenmesi ile hazırlanan ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin uygun çapraz bağlayıcı kullanılarak tekstil yüzeylerine aktarılması, üretilen tekstil yüzeylerinin yıkama dayanımı göstermesi bakımından büyük avantaj sağlayacaktır. Bu şekilde üretilen ozonlanmış bitkisel yağ mikrokapsüllerinin tekstil endüstrisinin birçok alanında kullanılması söz konusu olacaktır.

KAYNAKLAR

- [1] BUTEKOM. Teknik Tekstile Geçişte Model Uygulamalar, Teknik Tekstil Üretimine Nasıl Geçilir. Teknolojik Değerlendirme Raporu. s. 26,27,54 (2014).
- [2] Şahin, S., Medikal Alanda Kullanılan Tekstillerde Antibakteriyel Etkiler İçin Sol-Jel Uygulamaları. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.3.4 (2011).
- [3] Özdzidar, A., Teknik Tekstil Sektör Araştırması. İstanbul Ticaret Odası. İstanbul. s. 17 (2004).
- [4] Altay, P., Başal, G., Yara Örtüleri. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 4(1): 109-121 (2010).
- [5] Öcal, E., Ozon Yağının Kapsül Formasyonu Üzerindeki Etkisi. Uzmanlık Tezi. Hacettepe Üniversitesi Tıp Fakültesi. Ankara. s.14,22,23 (2013).
- [6] Charrouf, Z., Guillaume, D., Argan Oil: Occurrence, Composition and Impact on Human Health. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110: 632–636 (2008).
- [7] Durmaz, G., Kayısı Çekirdeği Yağının Oksidatif Stabilitesi ve Antioksidan Özelliklerinin Araştırılması. Doktora Tezi. İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Şanlıurfa. s. 1-73 (2008).
- [8] Varol, Y., *Nigella Sativa* Yağının Sıçanlarda Oluşturulan Yara Modeli Üzerine Etkisinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Marmara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. s.1-48 (2008).
- [9] Gümüş, S., Ratlarda 5- Florourasil ile Oluşturulan Oral Mukozit Modelinde Lokal Olarak Uygulanan Kantaron Yağı, Sumak Ekstresi, Lokal Steroid (Triamsinolon Asetonid) ve Klorheksidin'in İyileştirici Etkilerinin Araştırılması ve Karşılaştırılması. Uzmanlık Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Tıp Fakültesi. Isparta. s. 1-41 (2010).
- [10] Karaca, S., Kadmiyumla Lipid Peroksidasyon Oluşturulan Ratlarda Ketan Tohumu Yağının Etkileri. Yüksek Lisans Tezi. Erciyes Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Kayseri. s.18 (2010).
- [11] Soytoprak, S., Kayısı Yağı İçeren Kremlerin Deri Üzerine Etkilerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Mersin Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Mersin. s. 1-51 (2010).
- [12] Kara, B., Yara İyileşmesinde Topikal Tedavi Amaçlı Kantaron Yağı, Susam Yağı ve İzotonikli Pansuman Materyallerinin Etkinliğinin Karşılaştırılması. Uzmanlık Tezi. Karadeniz Teknik Üniversitesi Tıp Fakültesi. Trabzon. s. 1-53 (2011).
- [13] Altıparmak, M., Diabetik Ratlarda Kantaronun Deri Yarası Üzerine Etkisi. Uzmanlık Tezi. Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi. Kayseri. s. 29-59 (2012).

- [14] Arsic, I., Zugic, A., Tadic, V., Tasic-Kostov, M., Misic, D., Primorac, M., Runjaic-Antic, D., Estimation of Dermatological Application of Creams with St. John's Wort Oil Extracts. *Molecules*, 17: 275-294 (2012).
- [15] Karabacak, E., Doğan, B., Saç Bakım ve Tedavisinde Doğal Ürünler. *Türkderm*, 48(1): 60-63 (2014).
- [16] Lezcano, I., Nuflez, N., Espino, M., Gomez, M., Antibacterial Activity of Ozonized Sunflower Oil, Oleozon, Against *Staphylococcus Aureus* and *Staphylococcus Epidermidis*. *Ozone Science & Engineering*, 22: 207-214 (2000).
- [17] Sechi, L.A., Lezcano, I., Nunez, N., Espim, M., Dupre, I., Pinna, A., Moliccotti, P., Fadda, G., Zanetti, S., Antibacterial Activity of Ozonized Sunflower Oil (Oleozon). *Journal of Applied Microbiology*, 90: 279-284 (2001).
- [18] Menendez, S., Falcon, L., Simon, D.R., Landa, N., Efficacy of Ozonized Sunflower Oil in the Treatment of Tinea Pedis. *Mycoses*, 45: 329-332 (2002).
- [19] Jardines, D., Correa, T., Ledea, O., Zamora, Z., Rosado, A., Molerio, J., Gas Chromatography–Mass Spectrometry Profile of Urinary Organic Acids of Wistar Rats Orally Treated with Ozonized Unsaturated Triglycerides and Ozonized Sunflower Oil. *Journal of Chromatography B*, 783: 517–525 (2003).
- [20] Soriano, N.U., Vigo, M.P., Matsumura, M., Ozonation of Sunflower Oil: Spectroscopic Monitoring of the Degree of Unsaturation. *JAOCs*, 80(10): 997-1001 (2003).
- [21] Diaz, M.F., Sazatornil, J.A.G., Ledea, O., Hernandez, F., Alaiz, M., Garces, R., Spectroscopic Characterization of Ozonated Sunflower Oil. *Ozone: Science & Engineering*, 27: 247-253 (2005).
- [22] Diaz M.F., Nunez, N., Quincose, D., Diaz, W., Hernandez F., Study of Three Systems of Ozonized Coconut Oil. *Ozone: Science & Engineering*, 23: 153-157 (2005).
- [23] Valacchi, G., Fortino, V., Bocci, V., The Dual Action of Ozone on the Skin. *British Association of Dermatologists, British Journal of Dermatology*, 153: 1096-1100 (2005).
- [24] Diaz, M.F., Harnandez, N., Martinez, G., Vidal, G., Gomez, M., Fernandez, H., Garces, R., Comparative Study of Ozonized Olive Oil and Ozonized Sunflower Oil. *J. Braz. Chem. Soc.*, 17(2): 403-407 (2006).
- [25] Diaz M.F., Gavin J. A., Gomez M., Curtielles V., Hernandez F., Study of Ozonated Sunflower Oil Using H NMR and Microbiological Analysis. *Ozone: Science & Engineering*, 28: 59-63 (2006).
- [26] Tellez, G.M., Lozano, O.L., Gomez, M.F.D., Measurement of Peroxidic Species in Ozonized Sunflower Oil. *Ozone: Science & Engineering*, 28: 181-185 (2006).

- [27] Torres, I.F., Pinol, V.C., Urritia, E.S., Regueiferos, M.G., In vitro Antimicrobial Activity of Ozonized Theobroma Oil Against *Candida albicans*. *Ozone: Science & Engineering*, 28: 187-190 (2006).
- [28] Sakazaki, F., Kataoka, H., Okuno, T., Ueno, H., Semma, M., Ichikawa, A., Nakamuro, K., Ozonated Olive Oil Enhances the Growth of Granulation Tissue in a Mouse Model of Pressure Ulcer. *Ozone: Science & Engineering*, 29: 503-507 (2007).
- [29] Sadowska, J., Johansson, B., Johannessen, E., Friman, R., Broniarz-Press, L., Rosenholm, J.B., Characterization of Ozonated Vegetable Oils by Spectroscopic and Chromatographic Methods. *Chemistry and Physics of Lipids* 151: 85–91 (2008).
- [30] Zamora, Z., Gonzalez, R., Guanche, D., Merino, N., Menendez, S., Hernandez, F., Alonso, Y., Schulz, S., Ozonized Sunflower Oil Reduces Oxidative Damage Induced by Indomethacin in Rat Gastric Mucosa. *Inflammation Research*, 57: 39-43 (2008).
- [31] Zanardi, I., Travagli, V., Gabbrielli, A., Chiasserini, L., Bocci, V., Physico-Chemical Characterization of Sesame Oil Derivatives. *Lipids*, 43: 877–886 (2008).
- [32] Bocci, V., Borrelli, E., Travagli, V., Zanardi, I., The Ozone Paradox: Ozone Is a Strong Oxidant as Well as a Medical Drug. *Medicinal Research Reviews*, 29(4): 646-682 (2009).
- [33] Skalska, K., Ledakowicz, S., Perkowski, J., Sencio, B., Germicidal Properties of Ozonated Sunflower Oil. *Ozone: Science & Engineering*, 31: 232-237 (2009).
- [34] Omonov, T.S., Kharraz, E., Curtis, J.M., Ozonolysis of Canola Oil: A Study of Product Yields and Ozonolysis Kinetics in Different Solvent Systems. *J. Am. Oil Chem Soc.*, 88: 689–705 (2011).
- [35] Valacchi G., Lim Y., Belmonte G., Miracco C., Zanardi I., Bocci V., Travagli V., Ozonated Sesame Oil Enhances Cutaneous Wound Healing in SKH1 Mice. *Wound Repair and Regeneration*, 19(1): 107-115 (2011).
- [36] Almeida, N.R., Beatriz, A., Micheletti, A.C., Arruda, E.J., Ozonized Vegetable Oils and Therapeutic Properties: A Review. *Orbital Electronic Journal of Chemistry*, 4(4): 313-326 (2012).
- [37] Cirlini M., Caligiani A., Palla G., Ascentiis A.D., Tortini P., Stability Studies of Ozonized Sunflower Oil and Enriched Cosmetics with a Dedicated Peroxide Value Determination. *Ozone: Science & Engineering*, 34: 293-299 (2012).
- [38] Campanati A., Blasio S.D., Giuliano A., Ganzetti G., Giuliadori K., Pecora T., Consales V., Minnetti I., Offidani A., Topical Ozonated Oil Versus Hyaluronic Gel for the Treatment of Partial-to Full-Thickness Second-Degree Burns: A Prospective, Comparative, Single-Blind, Non-Randomised, Controlled Clinical Trial. *J.burns*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.burns.2013.03.002> (2013).

- [39] Georgiev, V. F., Batakliev, T.T., Anachkov, M.P., Rakovski, S.K., Study of Ozonated Olive Oil: Monitoring of the Ozone Absorption and Analysis of the Obtained Functional Groups, *Ozone: Science & Engineering*, 37: 55-61 (2015).
- [40] Sancar Beşen, B., Balcı, O., Orhan, M., Güneşoğlu, C., Tatlı, İ.İ., Ozonlanmış Yağlar ile İşlem Uygulanmış Dokusuz Yüzeylerin Antibakteriyel Etkinliklerinin İncelenmesi, *Tekstil ve Mühendis*, 22(100): 25-31 (2015).
- [41] Kim, J., and Cho, G., Thermal Storage/Release, Durability, and Temperature Sensing Properties of Thermostatic Fabrics Treated with Octadecane-Containing Microcapsules. *Textile Research Journal*, 72(12): 1093-1098 (2002).
- [42] Choi, K., Cho, G., Kim, P., Cho, C., Thermal Storage/Release and Mechanical Properties of Phase Change Materials on Polyester Fabrics. *Textile Research Journal*, 74(4): 292–296 (2004).
- [43] Özonur, Y., Düşük Sıcaklıkta Termal Enerji Depolamasına Uygun Faz Değiştiren Maddelerin Mikrokapsüllenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. s.7,33-105 (2004).
- [44] Zhang, X., Wang, X., Tao, X., Yick, K., Structures and Properties of Wet Spun Thermo-Regulated Polyacrylonitrile-Vinylidene Chloride Fibers. *Textile Research Journal*, 76(5): 351–359 (2006).
- [45] Çimen, E., Mikrokapsülleme Yöntemiyle Dokuma Kumaşlara Yeni Özellikler Katma Olanakları. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. s.9,10,26-56 (2007).
- [46] Alay, S., Göde, F., Alkan, C., Isıl Enerji Depolama İçin Poli(etilakrilat)/Hekzadekan Mikrokapsüllerinin Üretilmesi ve Karakterizasyonu. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3(3): 33-46 (2009).
- [47] Deveci, S.Ş., Mikrokapsüllenmiş Faz Değiştiricilerin ve Özel Liflerin Elastik Bandajların Konfor Özelliklerinin İyileştirilmesinde Kullanımı. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.31,32 (2009).
- [48] Salaün, F., Devaux, E., Bourbigot, S., Rumeau, P., Application of Contact Angle Measurement to the Manufacture of Textiles Containing Microcapsules. *Textile Research Journal*, 79(13): 1202-1212 (2009).
- [49] Salaün, F., Devaux, E., Bourbigot, S., Rumeau, P., Development of Phase Change Materials in Clothing Part I: Formulation of Microencapsulated Phase Change. *Textile Research Journal*, 80(3): 195-205 (2009).
- [50] Alay, S., Isıl Enerji Depolama Özellikli Mikrokapsüller İçeren Akıllı Tekstil Ürünlerinin Geliştirilmesi. Doktora Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. s.18, 70-196 (2010).
- [51] Güler, Z., Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Isıl Regülasyon Sağlamaya Yönelik Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması. Yüksek Lisans Tezi. Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Bursa. s.3, 12-19, 34-72 (2010).

- [52] Sanchez, P., Sanchez-Fernandez, M.V., Romero, A., Rodriguez, J.F., Sanchez-Silva, L., Development of Thermo-Regulating Textiles Using Paraffin Wax Microcapsules. *Thermochimica Acta*, 498: 16–21 (2010).
- [53] Alay, S., Alkan, C., Göde, F., Steady-State Thermal Comfort Properties of Fabrics Incorporated with Microencapsulated Phase Change Materials. *The Journal of The Textile Institute*, 103(7): 757–765 (2012).
- [54] Kuru, A., Aksoy, S.A., Faz Değişiren Maddeler ve Tekstil Uygulamaları. *Tekstil ve Mühendis*, 19(86): 41-48 (2012).
- [55] Borreguero, A.M, Talavera, B., Rodriguez, J.F., Valverde, J.L., Gonzalez, J.L., Carmona, M., Enhancing the Thermal Comfort of Fabrics for the Footwear Industry. *Textile Research Journal*, 83(16): 1754-1763 (2013).
- [56] Tözüm, M.S., Alay Aksoy, S., Alkan, C., Poli(Metil Metakrilat-ko-Akrilik Asit) Duvarlı Parafin Çekirdekli Mikrokapsüllerin Pamuklu Kumaşlara Uygulanması. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 7(3): 52-61 (2013).
- [57] Karthikeyan, M., Ramachandran, T., Shanmugasundaram, O.L., Synthesis, Characterization, and Development of Thermally Enhanced Cotton Fabric Using Nanoencapsulated Phase Change Materials Containing Paraffin Wax. *The Journal of The Textile Institute*, DOI: 10.1080/00405000.2014.886368 (2014).
- [58] Alkan, C., Aksoy, S.A., Anayurt, R.A., Synthesis of Poly(methyl methacrylate-co-acrylic acid)/n-eicosane Microcapsules for Thermal Comfort in Textiles. *Textile Research Journal*, 85(19): 2051-2058 (2015).
- [59] Erikçi, T., Microencapsulation of Coconut Oil/Vitamin E and Enhancing The Washing Durability of Microcapsules. Doktora Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. s.157-230 (2007).
- [60] Erikci T. ve Kaloğlu, F., Mikrokapsül Uygulanmış Kumaşı Chitosan ile Kaplamanın Mikrokapsüllerin Yıkama Dayanımı Üzerine Etkileri. *İTÜ dergisi*, 9(2): 135-146 (2010).
- [61] Ocak, B., Antifungal Ayakkabı Üretiminde Mikrokapsülasyon Yönteminin Kullanımı Üzerine Araştırmalar. Doktora Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.3-10, 43-112 (2010).
- [62] Özdemir, K.S., Bergamut ve Limon Kabuğu Uçucu Yağının Kapsüllenmesi ve Elde Edilen Ürünün Özelliklerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Antalya. s.3, 18-83 (2010).
- [63] Karagönüllü, S., Medikal Tekstil Uygulamaları İçin Antimikrobiyal Ajan İçeren Mikrokapsüllerin Hazırlanması. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.9-10, 49-76 (2011).
- [64] Karaoğlu, E., Lipofilik Maddelerin Alginat Kitosan Membranlı Sıvı Çekirdekli Enkapsülasyonu. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. s.15-33 (2011).

- [65] Özerdem, B., Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Multifonksiyonel Özellik Sağlayacak Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması. Yüksek Lisans Tezi. Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Bursa. s.12-16, 33-53 (2011).
- [66] Liu, K., Xu, Y., Wang, X., Microencapsulation of Sweet Orange Oil Terpeneless Using the Orifice Method. *Journal of Food Engineering*, 110: 390–394 (2012).
- [67] Özyıldız, F., Karagönlü, S., Basal, G., Uzel, A., Bayraktar, O., Microencapsulation of Ozonated Red Pepper Seed Oil with Antimicrobial Activity and Application to Nonwoven Fabric. *The Society for Applied Microbiology. Letters in Applied Microbiology*, 56: 168-179 (2012).
- [68] Tatar, F., Balık Yağının (*Engraulis encrasicolus* L.) Mikroenkapsülasyonunda Hemiselülozon Kaplayıcı Madde Olarak Kullanımı. Yüksek Lisans Tezi. Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Samsun. s.4, 31-101 (2012).
- [69] Banerjee, S., Chattopadhyay, P., Ghosh, A., Goyary, D., Karmakar, S., Veer, V., Influence of Process Variables on Essential Oil Microcapsule Properties by Carbohydrate Polymer–Protein Blends. *Carbohydrate Polymers*, 93: 691– 697 (2013).
- [70] Başal, G., Karagönlü, S., Medikal Tekstiller İçin Antimikrobiyel Ajan İçeren Mikrokapsüllerin Hazırlanması. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19(4): 174-178 (2013).
- [71] Gönülşen, İ., Portakal Yağı İçeren Mikro ve Moleküler Kapsüllerin Salım Davranışlarının İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.2, 38-85 (2013).
- [72] Li, L., Song, L., Hua, T., Au, W.M., Wong, K.S., Characteristics of Weaving Parameters in Microcapsule Fabrics and Their Influence on Loading Capability. *Textile Research Journal*, 83(2): 113-121 (2013).
- [73] Li, L., Au, W., Hua, T., Zhao, D., Wong, K., Improvement in Antibacterial Activity of Moxa Oil Containing Gelatin-Arabic Gum Microcapsules. *Textile Research Journal*, 83(12): 1236–1241 (2013).
- [74] Yang, Z., Peng, Z., Li, J., Li, S., Kong, L., Li, P., Wang, Q., Development and Evaluation of Novel Flavour Microcapsules Containing Vanilla Oil Using Complex Coacervation Approach. *Food Chemistry*, 145 (2014): 272–277 (2013).
- [75] Yazıcıoğlu, B., Encapsulation of Wheat Germ Oil. Ortadoğu Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. s.15-32 (2013).
- [76] Fadhel, J., Ali, L.M., Sabeh, L., Neji, L., Souad, S., Diffusion of Jojoba Oil Microencapsulated and Impregnated Onto Compressive Garment Through a Pig Skin. *The Journal of The Textile Institute*, 105(6): 631-636 (2014).
- [77] Yang, X., Gao, N., Hu, L., Li, J., Sun, Y., Development and Evaluation of Novel Microcapsules Containing Poppy-Seed Oil Using Complex Coacervation. *Journal of Food Engineering*, 161: 87–93 (2015).

- [78] Övez, B., Yüksel, M., Parfümlerin Çapraz Bazlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları. *Ekoloji, Çevre Dergisi*, 10(43): 26-29 (2002).
- [79] Wang, C.X., Chen, S.L., Aromachology and its Application in the Textile Field. *Fibres&Textiles in Eastern Europe*, 13(6): 41-44 (2005).
- [80] Li, S., Lewis, J.E., Stewart, N.M., Qian, L., Boyter, H., Effect of Finishing Methods on Washing Durability of Microencapsulated Aroma Finishing. *The Journal of The Textile Institute*, 99(2): 177-183 (2008).
- [81] Monllor, P., Sanchez, P., Cases, F., Bonet, M.A., Thermal Behavior of Microencapsulated Fragrances on Cotton Fabrics. *Textile Research Journal*, 79(4): 365-380 (2009).
- [82] Monllor, P., Capablanca, L., Gisbert, J., Díaz, P., Montava, I., and Bonet, A., Improvement of Microcapsule Adhesion to Fabrics. *Textile Research Journal*, 80(7): 631-635 (2010).
- [83] Specos, M.M.M., Escobar, G., Marino, P., Puggia, C., Victoria, M., Tesoriero, D., Hermida, L., Aroma Finishing of Cotton Fabrics by Means of Microencapsulation Techniques. *Journal of Industrial Textiles*, 40(1): 13-32 (2010).
- [84] Aydın, N., Öztürk, G.C., Karaboyacı, M., Alay, S., Koku İçeren Mikrokapsül Uygulanmış Akrilik El Örgüsü İpliklerden Örülen Kumaşların Karakterizasyonu. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 15 (1): 67-74 (2011).
- [85] Hu, J., Xiao, Z., Zhou, R., Ma, S., Li, Z., and Wang, M., Comparison of Compounded Fragrance and Chitosan Nanoparticles Loaded with Fragrance Applied in Cotton Fabrics. *Textile Research Journal*, 81(19): 2056–2064 (2011).
- [86] Bonet, M.A., Capablanca, L., Monllor, P., Diaz, P., Montava, I., Studying Bath Exhaustion as a Method to Apply Microcapsules on Fabrics. *The Journal of The Textile Institute*, 103(6): 629–635 (2012).
- [87] Kebabçı, K., Kokulu Mikrokapsüller. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. s.2,19-51 (2012).
- [88] Teixeira, C.S.N.R., Martins, I.M.D., Mata, V.L.G., Barreiro, M.F.F., Rodrigues, A.E., Characterization and Evaluation of Commercial Fragrance Microcapsules for Textile Application. *The Journal of The Textile Institute*, 103(3): 269-282 (2012).
- [89] Erkmen, Ş., Tekstil Terbiyesinde Mikrokapsüllendirilmiş Kimyasalların Kullanımı. Yüksek Lisans Tezi. Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. s.13-33 (2013).
- [90] Göde, F. ve Kebabçı, K., Gül Kokusu İçeren Mikrokapsüller. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 17(2): 32-35 (2013).

- [91] Liu, J., Liu, C., Liu, Y., Chen, M., Hu, Y., Yang, Z., Study on The Grafting of Chitosan–Gelatin Microcapsules onto Cotton Fabrics and Its Antibacterial Effect. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 109: 103-108 (2013).
- [92] Azizi, N., Chevalier, Y., Majdoub, M., Isosorbide-based Microcapsules for Cosmeto-Textiles. *Industrial Crops and Products*, 52: 150– 157 (2014).
- [93] Yang, Z., Zeng, Z., Xiao, Z., Ji, H., Preparation and Controllable Release of Chitosan/Vanillin Microcapsules and Their Application to Cotton Fabric. *Flavour and Fragrance Journal*, 29: 114-120 (2014).
- [94] Fei, X., Zhao, H., Zhang, B., Cao, L., Yu, M., Zhou, J., Yu, L., Microencapsulation Mechanism and Size Control of Fragrance Microcapsules with Melamine Resin Shell. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 469: 300–306 (2015).
- [95] Yi, Z., Jihong, F., Shuilin, C., Dyeing of Polyester Using Microencapsulated Disperse Dyes in the Absence of Auxiliaries. *Color. Technol.*, 121: 76-80 (2005).
- [96] Jun-Ling, J., Shui-Lin, C., Xu-Jie, Y., Lu-De, L., Xin, W., Li-Min, Y., The Dyeing of Nylon with a Microencapsulated Disperse Dye. *Society of Dyers and Colourists, Color. Technol.*, 123: 333–338 (2007).
- [97] Prichystal, P., Burgert, L., Hrdina, R., Purev, N., Cerny, M., Encapsulation of Textile Dyes and Textile Auxiliary Agents into Liposome Systems and Their Use for Polyamide Dyeing. *Society of Dyers and Colourists, Color. Technol.*, 129: 64–68 (2012).
- [98] Purev, N., Burgert, L., Prichystal, P., Hrdina, R., Kühn, J., Cerny, M., Oyuntulkhuur, J., Dyeing of Leather with Microencapsulated Acid Dye. *Society of Dyers and Colourists, Color. Technol.*, 129: 412–417 (2013).
- [99] Demirel, M.G., Salbutamol-Sülfat Mikrokapsülleri Üzerinde Çalışmalar. Yüksek Lisans Tezi. Anadolu Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Eskişehir. s.22-52 (1993).
- [100] Ersus, S.U., Kara Havuç Antosiyanin Ekstraktının Püskürtmeli Kurutucu Kullanılarak Mikroenkapsülasyonu. Doktora Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.49-118 (2004).
- [101] Cheng, S.Y., Yuen, C.W.M., Kan, C.W., Cheuk, K.K.L., Development of Cosmetic Textiles Using Microencapsulation Technology. *RJTA*, 12(4): 41-51 (2008).
- [102] Erkan, G., Bazı Antifungal Ajanların Mikrokapsülasyonu ve Tekstil Materyallerine Aplikasyonu. Doktora Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.2-17, 62-132 (2008).
- [103] Şener, A., Serbest ve Mikroenkapsüle Probiyotik Bakterilerin Ticari Dondurma Üretiminde Kullanılabilirliği Üzerine Bir Araştırma. Doktora Tezi. Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. s.33-114 (2009).

- [104] Anita, S., Ramachandran, T., Rajendran, R., Koushik, C.V., Mahalakshmi, M., A Study of the Antimicrobial Property of Encapsulated Copper Oxide Nanoparticles on Cotton Fabric. *Textile Research Journal*, 81(10): 1081-1088 (2011).
- [105] Topbaş, Ö., Mikrokapsülasyon Tekniği İle İyileştirici Bandaj Üretimi. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.3-10, 35-78 (2011).
- [106] Erkan, G., Sarıışık, M., Pazarlıoğlu, N.K., Antifungal Cotton Fabric Via Molecular Encapsulation Of Terbinafine. *Cellulose Chemistry and Technology*, 48 (7-8): 753-760 (2014).
- [107] Ocepek, B., Boh, B., Sumiga, B., Tavcer, P.F., Printing of Antimicrobial Microcapsules on Textiles. *Society of Dyers and Colourists, Coloration Technology*, 128: 95-102 (2012).
- [108] Comunian, T.A., Abbaspourrad, A., Favaro-Trindade, C.S., Weitz, D.A., Fabrication of Solid Lipid Microcapsules Containing Ascorbic Acid Using a Microfluidic Technique. *Food Chemistry*, 152 (2014): 271–275 (2013).
- [109] Lalehbolaghi, E.E., Yara İyileştirmeye Yönelik Fonksiyonel Biyopolimerlerin Hazırlanması. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.22-52 (2013).
- [110] Özdemir, N., Karabiber Oleorezininin Dondurarak Kurutma Tekniği İle Mikroenkapsülasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. s.29-47 (2013).
- [111] Son, K., Yoo, D.I., Shin, Y., Fixation of Vitamin E Microcapsules on Dyed Cotton Fabrics. *Chemical Engineering Journal*, 239 (2014): 284–289 (2013).
- [112] Butstraen, C., Salaün, F., Preparation of Microcapsules by Complex Coacervation of Gum Arabic and Chitosan. *Carbohydrate Polymers*, 99: 608-616 (2014).
- [113] Mantar, G., An Investigation about the Application of a Specific Medical Plant In Textile. Gaziantep Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Gaziantep. s.52-96 (2014).
- [114] Wang, Y., Zhu, X., Bie, X., Lu, F., Zhang, C., Yao, S., Lu, Z., Preparation of Microcapsules Containing Antimicrobial Lipopeptide From *Bacillus Amyloliquefaciens* ES-2 by Spray Drying. *Food Science and Technology*, 56: 502-507 (2014).
- [115] Yan, M., Liu, B., Jiao, X., Quin, S., Preparation of Phycocyanin Microcapsules and Its Properties. *Food and Bioproducts Processing*, 92: 89–97 (2014).
- [116] Zuo, M., Liu, T., Han, J., Tang, Y., Yao, F., Yuan, Y., Qian, Z., Preparation and Characterization of Microcapsules Containing Ammonium Persulfate as Core by In Situ Polymerization. *Chemical Engineering Journal*, 249: 27–33 (2014).
- [117] Öztürk, D., Eren, H. A., Tekstil Terbiyesinde Ozon Kullanımı. *Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 15(2): 37-51 (2010).

- [118] Sancar Beşen, B., Tekstil Terbiyesinde Ozon Uygulamaları İle Sürdürülebilir, Ekonomik ve İnovatif Proseslerin Geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kahramanmaraş. s.36 (2012).
- [119] Özler, M., Öter, Ş., Korkmaz, A., Ozon Gazının Tıbbi Amaçlı Kullanılması. *TAF Preventive Medicine Bulletin*, 8(1): 59-64 (2009)
- [120] Kutlubay Z., Engin, B., Serdaroğlu, S., Tüzün, Y., Dermatolojide Ozon Tedavisi. *Dermatoz*, 1(4): 209-216 (2010).
- [121] Güzel, Ö., Yıldar, E., Erdikmen, D.O., Medikal Ozon ve Veteriner Cerrahide Kullanımı. *İstanbul Üniv. Vet. Fak. Der.* 37(2): 177-184 (2011).
- [122] Varol, K., Ratlarda *Streptokokus Pyogenes* ve *Stafilokokus Aureus* ile Deneysel Olarak Oluşturulan Deri Enfeksiyonları Üzerine Ozonlanmış Yağın Etkisi. Doktora Tezi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Afyonkarahisar. s.38-51 (2015).
- [123] Yalçın, H., Özkalp, B., Vücut Hijyenin Önemi ve Yara Bakımında Yeni Gelişmeler. 4. Ulusal Sterilizasyon Dezenfeksiyon Kongresi. s.287-308 (2005).
- [124] Babuççu, O., Ozon Terapi: Mit ve Gerçek. *Türk Plastik Rekonstrüktif ve Estetik Cerrahi Dergisi*, 19 (3): 105-112 (2011).
- [125] Altınok Yipel, F., Kedilerde Kulak Uyuzu (*Otodectes Cynotis*) Sağaltımında Ozonlanmış Zeytinyağı ve Bazı Esansiyel Yağların (*Allium Sativum L.*, *Origanum Majorana L.*) Etkileri. Doktora Tezi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Afyonkarahisar. s.22 (2014).
- [126] Karaca, E. ve Aytaç, S., Yağ Bitkilerinde Yağ Asitleri Kompozisyonu Üzerine Etki Eden Faktörler. *OMÜ Zir. Fak. Dergisi*, 22(1): 123-131 (2007).
- [127] Soriano, N.U., Migo, V.P., Matsumura, M., Functional Group Analysis During Ozonation of Sunflower Oil Methyl Esters by FT-IR and NMR. *Chemistry and Physics of Lipids*, 126: 133–140 (2003).
- [128] Gültekin, F.A., Bakkal, B.H., Sümer, D., Köktürk, F. ve Bektaş, S., Effects of Ozonated Olive Oil on Acute Radiation Proctitis in Rats. *Balkan Medical Journal*, 30: 369-74 (2013).
- [129] Eroğlu, H., Kontrollü Salım Sağlayan Sınıf II İlaçlarda İn Vitro/İN Vivo Korelasyon. Doktora Tezi. Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Ankara. s.25 (2007).
- [130] Koç, M., Sakin, M., Kaymak Ertekin, F., Mikroenkapsülasyon ve Gıda Teknolojisinde Kullanımı. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16(1): 77-86 (2010).
- [131] Akçakoca, E.P. ve Atav, R., Siklodekstrinlerin İnklüzyon Kompleksleri. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 2: 94-99 (2006).

- [132] Şengöz, N. G., Öztanır, İ., Siklodekstrinler ve Tekstil Uygulamaları. *Tekstil ve Mühendis*, 16(73-74): 21-35
- [133] Nelson, G., Microencapsulation In Textile Finishing. *Rev. Prog. Color.*, 31: 57-64 (2001).
- [134] Yetkin, G., Türkiye’de Satılan Ticari Kantaron Yağı Üzerinde Fototerapötik Yönden Araştırmalar. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Ankara. s. 38-40 (2008).
- [135] Çelik, T.E., Enzimatik İnteresterifikasyon Yöntemi İle Geliştirilen Zeytinyağı Bazlı Yağ Ürünlerinin Kek ve Bisküvi Üretiminde Kullanılması. Yüksek Lisans Tezi. Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. s.2 (2012).
- [136] http://www.zadevital.com/uploads/sp/zade_vital_katalog.pdf (Erişim tarihi: 02.02.2015).
- [137] <http://www.kantaron.gen.tr/sari-kantaron-yagi.html> (Erişim tarihi: 28.01.2015).
- [138] <http://www.ketentohumu.gen.tr/keten-tohumu-yagi.html> (Erişim tarihi: 28.01.2015).
- [139] Bozkurt, G., Susam Yağının Antioksidan Özellikteki Başlıca Bileşenlerinin Nitelik ve Nicelikleri Üzerine Araştırmalar. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. s.1 (2006).
- [140] Baydar, H., Susamda (*Sesamum Indicum* L.) Verim, Yağ, Oleik ve Linoleik Tipi Hatların Tarımsal ve Teknolojik Özellikleri. *Akdeniz Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 18 (2): 267-272 (2005).
- [141] <http://www.kayisiyagi.gen.tr/kayisi-cekirdegi-yagi.html> (Erişim tarihi: 02.02.2015).
- [142] Karataş, S., Fuady, F., Argan Yağının Kozmetikte Kullanımı. 3. *Kozmetik Kongresi*, Antalya (2013).
- [143] <https://arganyagi.com.tr/> (Erişim tarihi: 01.02.2015).
- [144] Gürbüz, F., Yer Fıstığı (*Arachis Hypogaea*) Tüketen Sağlıklı Bireylerde Oksidan-Antioksidan Denge ve Lipit Profili Parametrelerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Şanlıurfa. s. 32 (2011).
- [145] Intahphuak, S., Khonsung, P., Panthong, A., Anti-inflammatory, Analgesic, and Antipyretic Activities of Virgin Coconut Oil. *Journal of Pharmaceutical Biology*, 48(2): 151-157 (2010).
- [146] Toro-Sanchez, C.L.D, Ayala-Zavala, J. F., Machi, L., Santacruz, H., Villegas-Ochoa, M.A., Alvarez-Parrilla, E., Gonzalez-Aguilar, G.A., Controlled Release of Antifungal Volatiles of Thyme Essential Oil From β -Cyclodextrin Capsules. *J. Incl. Phenom Macrocycl Chem*, 67: 431–441 (2010).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı, soyadı : Burcu SANCAR BEŞEN
Uyruğu : T.C.
Doğum tarihi ve yeri : 08.08.1987 Diyarbakır
Medeni hali : Evli
e-posta : burcusancar87@gmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Doktora	KSÜ / Tekstil Mühendisliği	2016
Yüksek lisans	KSÜ / Tekstil Mühendisliği	2012
Lisans	Ege Üniversitesi/ Tekstil Mühendisliği	2010
Lise	Mersin 19 Mayıs Süper Lisesi	2005

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2010-2011	Matesa T.A.Ş	Kumaş Boya Mühendisi
2011-2013	KSÜ / Tekstil Mühendisliği	SAN-TEZ Proje Asistanı
2015-devam ediyor	Balıkesir Meslek Yüksek Okulu	Öğretim Görevlisi

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

1. Sancar Beşen, B., Balcı, O., Orhan, M., Güneşoğlu, C., Tatlı, İ.İ., Ozonlanmış Yağlar ile İşlem Uygulanmış Dokusuz Yüzeylerin Antibakteriyel Etkinliklerinin İncelenmesi, *Tekstil ve Mühendis*, 22(100): 25-31 (2015).
2. Sancar Beşen, B., Kılıç, A.B., Karakoç, M.S., AUTEX 2015-15th World Textile Conference", The Effect of Softeners Adding to Coating Paste on the Performance of Denim Fabrics, 10-12 Haziran 2015, Bükreş-Romanya, Sözlü Bildiri Olarak Değerlendirilmiştir, Sunan: Burcu SANCAR BEŞEN
3. Sancar Beşen, B., Balcı, O., Hidrotermal Yöntemi ile Nano Çinko Oksit- Gümüş İçeren Toz Partiküllerinin Sentezi ve Tekstil Yüzeylerine Aktarılması, 15.Ulusal Tekstil Teknolojisi ve Kimyasındaki Son Gelişmeler Sempozyumu Kitabı, 14-16 Mayıs 2015, Bursa, Türkiye, Sözlü Bildiri Olarak Değerlendirilmiştir. Sunan: Burcu SANCAR BEŞEN
4. Balcı, O., Alver, U., Sancar Beşen, B., Tanrıverdi, A., Tutak, M., In-Situ Generation of ZnO on the Textile Surfaces by Hydrothermal Method, *Industria Textila*, 65 (3): 80-84 (2014).

5. Balcı, O., Sancar Beşen, B., Uncu, İ., Kadioğlu H.C., Paksoy, N., "AUTEX 2013-13th World Textile Conference" The Bleaching Of Indigo Dyed Cotton Yarn By Different Oxidative and Enzymatic Methods, 22-24 Mayıs 2013, Dresden-Almanya, Sözlü Bildiri Olarak Değerlendirilmiştir.
6. Sancar Beşen, B., Balcı, O., Yaman, O., Aslan, H. "14. Ulusal&1. Uluslararası Tekstil Teknolojisi ve Kimyasındaki Son Gelişmeler Sempozyumu" Tekstil Boyama/Yıkama Atık Suyunun Ozon Gazı ve Ultrasonik Homojenizatör Kullanılarak Renksizleştirilmesi, 8-10 Mayıs 2013, Bursa, Sözlü Bildiri Olarak Değerlendirilmiştir. Sunan: Burcu SANCAR BEŞEN
7. Sancar, B., and Balcı, O., Decolorization of different reactive dye wastewaters by O₃ and O₃/ultrasound alternatives depending on different working parameters, *Textile Research Journal*, 83(6): 574-590 (2013).
8. Sancar, B., Paksoy, N., Balcı, O., Kurtoglu, N., Pamuklu Dokuma Kumaşların Boyamaya Hazırlık İşlemlerinde Enzim Kullanım Olanaklarının İncelenmesi ve Kombine Proses Geliştirilmesi, *Tekstil ve Mühendis*, 19(86): 7-13 (2012).
9. Balcı, O., Sancar, B., Kocatepe, S., Şirin, Ş., "AUTEX 2012-12th World Textile Conference" konferansı dahilinde bildiri kitapçığındaki "Ozonation of Indigo Dyed Warp Yarns and Investigation of Some Effective Parameter", Cilt I, pp. 665-671, 13-15 Haziran 2012, Zadar-Hırvatistan, Poster Bildirisi Olarak Değerlendirilmiştir.
10. Balcı, O., Tandoğan, G., Sancar, B., "AUTEX 2012-12th World Textile Conference" konferansı dahilinde bildiri kitapçığındaki "Prediction of Important Properties of Woven Fabrics Treated by Different Resin Finishing Agents by Artificial Neural Networks", Cilt I, 881-887 pp., 13-15 Haziran 2012, Zadar-Hırvatistan, Sözlü Bildiri Olarak Değerlendirilmiştir.

Hobiler

Müzik dinlemek, yüzmek, sinemaya gitmek