

**T.C.
SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ASPİR, ELEMİ, KENEVİR YAĞLARININ MİKROENKAPSÜLASYONU
VE SALINIM ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Okan BAYRAM

**Danışman
Prof. Dr. Fethiye GÖDE**

**DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI
ISPARTA - 2023**



© 2023 [Okan BAYRAM]

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER.....	i
ÖZET	iii
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Mikrokapsül Tanımı.....	1
1.2. Mikrokapsülasyonda Kullanılan En Yaygın Polimer Maddeler.....	2
1.3. Mikrokapsüllerin Karakterizasyonu.....	2
1.4. Mikroenkapsülasyon Yöntemleri.....	3
1.4.1. Koaservasyon ve Kompleks Koaservasyon Yöntemi	3
1.5. Tıbbi, Aromatik, Doğal Bitki ve Ağaç Yağları ve Bazı Özellikleri	4
1.6. Mikrokapsül çekirdeğinde kullanılan yağlar.....	5
1.6.1. Aspir Yağı	5
1.6.2. Eleme Yağı	5
1.6.3. Kenevir Yağı	5
1.7. Deney Tasarımı.....	6
1.7.1. Yanıt yüzey metodolojisi yöntemi.....	6
2. KAYNAK ÖZETLERİ.....	7
3. MATERYAL VE METOT	21
3.1. Kullanılan Kimyasallar.....	21
3.2. Kullanılan Yağların GC/ GC-MS Analizi.....	21
3.3. Kompleks Koaservasyon Deney Yapılışı	21
3.4. Deney tasarımları	22
3.4.1. JE/ALJ-JE/AZ duvar materyellerinde yağların mikroenkapsülasyonu için oluşturulan deney tasarımı.....	22
3.5. Verim Hesabı	23
3.6. YYM sonuçlarının maksimize olarak optimize edilmesi	24
3.7. Salınım özelliklerinin incelenmesi	24
3.8. Optik mikroskop analizi	24
3.9. Sem Analizi	24
3.10. FT-IR Analizi.....	25
4. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	26
4.1. Kenevir Yağı-Deney tasarımlarından elde edilen sonuçlar, optimizasyon, karakterizasyon	26
4.1.1. Kenevir GC Uçucu Yağı Analizi.....	26
4.1.2. Kenevir Yağ Asidi	28
4.1.3. Kenevir Yağının Dalga Boyu Taraması ve Kalibrasyon Seti	29
4.1.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları.....	30
4.1.4.1. Kenevir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu.....	34
4.1.4.2. Kenevir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları	34
4.1.4.3. Kenevir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları.....	35
4.1.4.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ SEM Analizi Sonuçları.....	36

4.1.4.5. Kenevir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri	37
4.1.5. Kenevir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları	38
4.1.5.1. Kenevir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu.....	42
4.1.5.2. Kenevir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları.....	43
4.1.5.3. Kenevir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları.....	44
4.1.5.4. Kenevir Yağı-JE/AZ SEM Analizi Sonuçları	45
4.1.5.5. Kenevir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri.....	46
4.2. Eleme Yağı-Deney tasarımlarından elde edilen sonuçlar, optimizasyon, karakterizasyon.....	47
4.2.1. Eleme GC Uçucu Yağ Bileşenleri.....	47
4.2.2. Eleme Yağının Dalga Boyu Taraması ve Kalibrasyon Seti.....	48
4.2.3. Eleme Yağı- JE/ALJ deney tasarımı sonuçları	50
4.2.3.1. Eleme Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu.....	53
4.2.3.2. Eleme Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları.....	54
4.2.3.3. Eleme Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları.....	55
4.2.3.4. Eleme Yağı-JE/ALJ SEM Analizi Sonuçları	56
4.2.3.5. Eleme Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri.....	57
4.2.4. Eleme Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları.....	58
4.2.4.1. Eleme Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu.....	62
4.2.4.2. Eleme Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları	63
4.2.4.3. Eleme Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları	64
4.2.4.4. Eleme Yağı-JE/AZ SEM Analizi Sonuçları.....	65
4.2.4.5. Eleme Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri	66
4.3. Aspir Yağı-Deney tasarımlarından elde edilen sonuçlar, optimizasyon, karakterizasyon.....	67
4.3.1. Aspir Yağ Asidi	67
4.3.2. Aspir Uçucu Yağ Bileşenleri.....	68
4.3.3. Aspir Yağının Dalga Boyu Taraması ve Kalibrasyon Seti	70
4.3.4. Aspir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları.....	71
4.3.4.1. Aspir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu.....	75
4.3.4.2. Aspir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları	76
4.3.4.3. Aspir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları.....	77
4.3.4.4. Aspir Yağı-JE/ALJ SEM Analizi Sonuçları.....	78
4.3.4.5. Aspir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri	79
4.3.5. Aspir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları	80
4.3.5.1. Aspir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu.....	84
4.3.5.2. Aspir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları.....	85
4.3.5.3. Aspir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları	86
4.3.5.4. Aspir Yağı-JE/AZ SEM Analizi Sonuçları	87
4.3.5.5. Aspir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri.....	88
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	90
6. KAYNAKLAR	92
ÖZGEÇMİŞ.....	98

ÖZET

Doktora Tezi

ASPIR, ELEMI, KENEVİR YAĞLARININ MİKROENKAPSÜLASYONU VE SALINIM ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Okan BAYRAM

Süleyman Demirel Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Fethiye GÖDE

Bu tez çalışmasında aspir, elemi ve kenevir yağları jelatin, sodyum aljinat ve arap zamkı polimerleriyle oluşturulan yanıt yüzey metodolojisi şartlarında enkapsüle edilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin verim hesabı yapılarak merkezi kompozit tasarım ile yanıt yüzey metodolojisinden elde edilen sonuçlar maksimize olarak optimize edilmiştir. Optimize edilen parametreler yardımıyla tekrar üretilen mikrokapsüllerin istatistiksel ve deneysel parametreleri hesaplanmıştır. Optimize edilen parametreler yardımıyla üretilen mikrokapsüllerin salınım özellikleri UV-Vis cihazında hekzan ortamında incelenmiştir. Kenevir yağı-JE/ALJ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=63,491 (deneysel %EV=62,780), kenevir yağı-JE/AZ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=72,026 (deneysel %EV=71,351) olarak bulunmuştur. Kenevir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %0,289 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 60. dakikada %26,128 olarak, 360. dakikada %49,319 olarak ve 2160. dakikada %67,282 olarak bulunmuştur. Kenevir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %9,515 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 60. dakikada %55,005 olarak, 360. dakikada %82,194 olarak ve 720. dakikada %83,406 olarak bulunmuştur. Elemi yağı-JE/ALJ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=54,748 (deneysel %EV=53,294); elemi yağı-JE/AZ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=59,750 (deneysel %EV=58,386) olarak bulunmuştur. Elemi Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %3,239 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 60. dakikada %36,126 olarak, 360. dakikada %57,547 olarak ve 720. dakikada %57,990 olarak bulunmuştur. Elemi Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %5,049 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 60. dakikada %72,144 olarak, 360. dakikada %77,909 olarak ve 2160. dakikada %78,968 olarak bulunmuştur. Aspir yağı-JE/ALJ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=57,766 (deneysel %EV=57,280); aspir yağı-JE/AZ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=62,984 (deneysel %EV=61,420) olarak bulunmuştur. Aspir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %4,354 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 60. dakikada %29,790 olarak, 360. dakikada %44,692 olarak ve 1440. dakikada %58,100 olarak bulunmuştur. Aspir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %8,378 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 60. dakikada %39,549 olarak, 360.

dakikada %63,384 olarak ve 720. dakikada %75,621 olarak bulunmuştur. Elde edilen mikrokapsüller; optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu, FT-IR cihazları ile karakterize edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Aspir, elemi, kenevir, mikrokapsül, yanıt yüzey metodolojisi

2023, 99 sayfa



ABSTRACT

Ph.D. Thesis

INVESTIGATION OF MICROENCAPSULATION AND RELEASE PROPERTIES OF SAFFLOWER, ELEMI, HEMP OILS

Okan BAYRAM

**Süleyman Demirel University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemistry**

Supervisor: Prof. Dr. Fethiye GÖDE

In this thesis, safflower, elemi and hemp oils were encapsulated under the conditions of response surface methodology formed by gelatin, sodium alginate and gum arabic polymers. By calculating the efficiency of the produced microcapsules, the results obtained from the central composite design and the response surface methodology were maximized. Statistical and experimental parameters of the regenerated microcapsules were calculated with the help of optimized parameters. The release properties of the microcapsules produced with the help of optimized parameters were investigated in the UV-Vis device in hexane medium. Maximized theoretical value for hemp oil-JE/ALJ microcapsules was found to be EE%=63.491 (experimental EE%=62.780), while for hemp oil-JE/AZ microcapsules the maximized theoretical value was found to be EE%=72.026 (experimental EE%=71.351). The cumulative release value of hemp oil-JE/AZ microcapsules, which was calculated as 0.289% at the 1st minute, was found to be 26.128% at the 60th minute, 49.319% at the 360th minute and 67.282% at the 2160th minute. The cumulative release value of hemp oil-JE/ALJ microcapsules, which was calculated as 9.515% at the 1st minute, was found to be 55.005% at the 60th minute, 82.194% at the 360th minute and 83.406% at the 720th minute. Maximized theoretical value for elemi oil-JE/ALJ microcapsules EE%=54,748 (experimental EE%=53,294); Maximized theoretical value for elemi oil-JE/AZ microcapsules was found to be EE%=59,750 (experimental EE%=58.480). The cumulative release value of elemi oil-JE/AZ microcapsules, which was calculated as 3.239% at the 1st minute, was found to be 36.126% at the 60th minute, 57.547% at the 360th minute and 57.990% at the 720th minute. The cumulative release value of elemi oil-JE/ALJ microcapsules, which was calculated as 5.049 at the 1st minute, was 72.144% at the 60th minute, 77.909% at the 360th minute and 78.968% at the 2160th minute. Maximized theoretical value for safflower oil-JE/ALJ microcapsules EE%=57.770 (experimental EE%=57.280); The maximum theoretical value for safflower oil-JE/AZ microcapsules was found to be EE%=62.984 (experimental EE%=61,420). The cumulative release value of safflower oil-JE/AZ microcapsules, which was calculated as 4.354% at the 1st minute, was 29.79% at the 60th minute, 44.692% at the 360th minute and 58.100% at the 1440th minute. The cumulative release

value of safflower oil-JE/ALJ microcapsules, which was calculated as 8.378% at the 1st minute, was found to be 39.549% at the 60th minute, 63.384% at the 360th minute and 75.621% at the 720th minute. Obtained microcapsules; characterized by optical microscope, scanning electron microscope, FT-IR devices.

Keywords: Safflower, elemi, hemp, microcapsule, response surface methodology

2023, 99 pages



TEŞEKKÜR

Bu araştırma için beni yönlendiren, karşılaştığım zorlukları bilgi ve tecrübesi ile aşmamda yardımcı olan değerli Danışman Hocam Prof. Dr. Fethiye GÖDE'ye teşekkürlerimi sunarım. Karşılaştığım zorlukları bilgi ve tecrübesi ile aşmamda yardımcı olan değerli tez izleme komitesi ve doktora savunma jürimde bulunan Prof. Dr. Ayşegül ÖKSÜZ'e, Prof. Dr. Erdal KENDÜZLER'e, Prof. Dr. Ahmet Hakan AKTAŞ'a, Doç. Dr. Tuğba SARDOHAN KÖSEOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım. Tüm eğitim hayatım boyunca beni destekleyen ve her zaman yanımda olan babam Muharrem BAYRAM'a, annem Ümran BAYRAM'a, abim Muzaffer BAYRAM'a, yengem Yasemin BAYRAM'a, yeğenim Mete BAYRAM'a teşekkürlerimi sunarım. Doktora eğitimi süresince yardımcı olan değerli arkadaşlarım Uğur ÖZKAN, Emel MORAL, Elif KÖKSAL, Fatma DANAŞ, Gözde ERDOĞAN ve Ayşe Gül GÖK'e teşekkürlerimi sunarım.

Doktora eğitimi süresince YÖK 100/200 Mikro ve Nanoteknoloji tematik alanında beni destekleyen YÖK'e teşekkürlerimi sunarım. FDK-2019-7334 No'lu Proje ile tezimi maddi olarak destekleyen Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi Başkanlığı'na teşekkürlerimi sunarım.

Okan BAYRAM
ISPARTA, 2023

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 3.1. SEM cihazında lamel üzerinden alınan görüntü.....	25
Şekil 4.1. Kenevir yağı GC kromatogramı.....	26
Şekil 4.2. Kenevir yağı dalga boyu taraması grafiği.....	29
Şekil 4.3. Kenevir yağının hekzan ortamında hazırlanan kalibrasyon grafiği	30
Şekil 4.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği	32
Şekil 4.5. Kenevir Yağı-JE/ALJ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontor grafikleri.....	33
Şekil 4.6. Kenevir Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiği	33
Şekil 4.7. Kenevir Yağı-JE/ALJ optimizasyon grafiği.....	34
Şekil 4.8. Kenevir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları.....	35
Şekil 4.9. Kenevir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü.....	36
Şekil 4.10. Kenevir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü	36
Şekil 4.11. Kenevir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü	37
Şekil 4.12. Kenevir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü	37
Şekil 4.13. Kenevir Yağı-JE/ALJ salınım grafiği.....	38
Şekil 4.14. Kenevir Yağı-JE/AZ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği	40
Şekil 4.15. Kenevir Yağı-JE/AZ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontor grafikleri	41
Şekil 4.16. Kenevir Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiği	42
Şekil 4.17. Kenevir Yağı-JE/AZ optimizasyon grafiği.....	43
Şekil 4.18. Kenevir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları.....	43
Şekil 4.19. Kenevir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü.....	44
Şekil 4.20. Kenevir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü.....	45
Şekil 4.21. Kenevir Yağı-JE/AZ SEM Mikroskop Görüntüsü.....	45
Şekil 4.22. Kenevir Yağı-JE/AZ SEM Mikroskop Görüntüsü.....	46
Şekil 4.23. Kenevir Yağı-JE/AZ salınım grafiği	47
Şekil 4.24. Eleme yağı GC kromatogramı.....	47
Şekil 4.25. Eleme yağı dalga boyu taraması grafiği	49
Şekil 4.26. Eleme yağının hekzan ortamında hazırlanan kalibrasyon grafiği	49
Şekil 4.27. Eleme Yağı-JE/ALJ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği	51
Şekil 4.28. Eleme Yağı-JE/ALJ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontor grafikleri	52
Şekil 4.29. Eleme Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiği.....	53
Şekil 4.30. Eleme Yağı-JE/ALJ optimizasyon grafiği.....	54
Şekil 4.31. Eleme Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları	55
Şekil 4.32. Eleme Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü	56
Şekil 4.33. Eleme Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü	56
Şekil 4.34. Eleme Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü.....	57
Şekil 4.35. Eleme Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü.....	57
Şekil 4.36. Eleme Yağı-JE/ALJ salınım grafiği	58
Şekil 4.37. Eleme Yağı-JE/AZ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği	60

Şekil 4.38. Eleme Yağı-JE/AZ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontor grafikleri	61
Şekil 4.39. Eleme Yağı-JE/AZ için artıkların dağılımı grafiğı	62
Şekil 4.40. Eleme Yağı-JE/AZ optimizasyon grafiğı	63
Şekil 4.41. Eleme Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları	63
Şekil 4.42. Eleme Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü	64
Şekil 4.43. Eleme Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü	65
Şekil 4.44. Eleme Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü	65
Şekil 4.45. Eleme Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü	66
Şekil 4.46. Eleme Yağı-JE/AZ salınım grafiğı	67
Şekil 4.47. Aspir Yağı GC kromatogramı	69
Şekil 4.48. Aspir yağı dalga boyu taraması grafiğı	70
Şekil 4.49. Aspir yağının hekzan ortamında hazırlanan kalibrasyon grafiğı	71
Şekil 4.50. Aspir Yağı-JE/ALJ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiğı	73
Şekil 4.51. Aspir Yağı-JE/ALJ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontor grafikleri	74
Şekil 4.52. Aspir Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiğı	75
Şekil 4.53. Aspir Yağı-JE/ALJ optimizasyon grafiğı	76
Şekil 4.54. Aspir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları	76
Şekil 4.55. Aspir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü	77
Şekil 4.56. Aspir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü	78
Şekil 4.57. Aspir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü	78
Şekil 4.58. Aspir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü	79
Şekil 4.59. Aspir Yağı-JE/ALJ salınım grafiğı	80
Şekil 4.60. Aspir Yağı-JE/AZ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiğı	82
Şekil 4.61. Aspir Yağı-JE/AZ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontor grafikleri	83
Şekil 4.62. Aspir-JE/AZ için artıkların dağılımı grafiğı	84
Şekil 4.63. Aspir Yağı-JE/AZ optimizasyon grafiğı	85
Şekil 4.64. Aspir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları	85
Şekil 4.65. Aspir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü	86
Şekil 4.66. Aspir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü	87
Şekil 4.67. Aspir Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü	87
Şekil 4.68. Aspir Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü	88
Şekil 4.69. Aspir Yağı-JE/AZ salınım grafiğı	89

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 1.1. Mikroenkapsülasyonda kullanılan bazı polimerler	2
Çizelge 1.2. Deneylerimizde seçilen parametreler	6
Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasallar	21
Çizelge 3.2. Çalışmamızda kullanılan çekirdek ve duvar maddeleri.....	22
Çizelge 3.3. Yanıt yüzey metodolojisi ile oluşturulan deney tasarımı.....	23
Çizelge 4.1. Kenevir yağı GC sonuçları.....	27
Çizelge 4.2. Kenevir yağ asidi analizi sonuçları.....	28
Çizelge 4.3. Kenevir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları.....	30
Çizelge 4.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ için ANOVA sonuçları	31
Çizelge 4.5. Kenevir Yağı-JE/ALJ için çoklu yanıt tahmini	34
Çizelge 4.6. Kenevir-JE/ALJ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu	34
Çizelge 4.7. Kenevir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları	39
Çizelge 4.8. Kenevir Yağı-JE/AZ için ANOVA sonuçları.....	39
Çizelge 4.9. Kenevir Yağı-JE/AZ için çoklu yanıt tahmini.....	42
Çizelge 4.10. Kenevir Yağı-JE/AZ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu.....	43
Çizelge 4.11. Eleme yağı GC sonuçları	48
Çizelge 4.12. Eleme Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları	50
Çizelge 4.13. Eleme Yağı-JE/ALJ için ANOVA sonuçları.....	50
Çizelge 4.14. Eleme Yağı-JE/ALJ için çoklu yanıt tahmini.....	53
Çizelge 4.15. Eleme Yağı-JE/ALJ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu.....	54
Çizelge 4.16. Eleme Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları.....	59
Çizelge 4.17. Eleme Yağı-JE/AZ için ANOVA sonuçları.....	59
Çizelge 4.18. Eleme Yağı-JE/AZ için çoklu yanıt tahmini	62
Çizelge 4.19. Eleme Yağı-JE/AZ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu..	63
Çizelge 4.20. Aspir yağ asidi analizi sonuçları.....	68
Çizelge 4.21. Aspir yağı uçucu yağ bileşenleri analizi sonuçları.....	69
Çizelge 4.22. Aspir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları.....	72
Çizelge 4.23. Aspir Yağı-JE/ALJ için ANOVA sonuçları.....	72
Çizelge 4.24. Aspir Yağı-JE/ALJ için çoklu yanıt tahmini	75
Çizelge 4.25. Aspir Yağı-JE/ALJ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu.....	76
Çizelge 4.26. Aspir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları.....	81
Çizelge 4.27. Aspir Yağı-JE/AZ için ANOVA sonuçları	81
Çizelge 4.28. Aspir Yağı-JE/AZ için çoklu yanıt tahmini	84
Çizelge 4.29. Aspir Yağı-JE/AZ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu ..	85

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

%a/h	Ağırlıkça Hacim
%EV	Enkapsülasyon Verimi
%h/h	Hacimce Hacim
ALJ	Sodyum Aljinat
AZ	Arap Zamkı
°C	Santigrat Derece
CCD	Central Composite Design
EE%	Encapsulation Efficiency
FT-IR	Fouirer Transform Infrared Spektrofotometresi
GC	Gaz Kromatografisi
GC-MS	Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi
JE	Jelatin
MKT	Merkezi Kompozit Tasarım
rpm	Revolutions Per Minute (Dakikadaki Devir Sayısı)
RSM	Response Surface Methodology
SDS	Sodyum Dodesil Sülfat
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
YYM	Yanıt Yüzey Metodolojisi
μ	Mikron

1. GİRİŞ

Günümüzde gelişen teknoloji ve ihtiyaçlar mikro ve nano boyuttaki gelişimide etkilemiştir. Günümüzde birçok ürün mikro ve nano boyutta geliştirilmiş ve geliştirilmeye devam edilmektedir. Tıbbi ve aromatik, ağaç, reçine, bitki yağlarının günümüzde birçok kullanım alanı bulunmaktadır. Bu tez çalışmasındaki amacımız aspir, elemi, kenevir yağlarının yanıt yüzey metodolojisinde oluşturulan bir deney tasarımıda mikro boyutta kapsüllenmesi, verimlerinin hesaplanması ve verim yanıtlarının optimize edilerek salınım özelliklerinin araştırılmasıdır. Oluşturulan deney setinden üretilen tüm numune ve ürünlerin kimyasal yöntemlerle gravimetrik olarak verimi hesaplanmıştır. Salınım özellikleri bize mikro boyutta üretilen kapsüllerin salınım davranışlarını, salınım sürelerini anlamamız için yardımcı olmuştur. Ayrıca deney seti yardımıyla istatistiksel olarak optimize edilen ve yeniden üretilen mikrokapsüller optik mikroskop, SEM, FT-IR yardımıyla karakterize edilmiştir.

1.1. Mikrokapsül Tanımı

Mikroenkapsülasyon, en basit tanımıyla sıvı veya katı parçacıkların ince bir film içine hapsedilmesidir. Mikrokapsülün en basit şekli homojen duvara sahip küçük bir küredir (Thies, 1996; Ghosh, 2006). Shahidi ve Han (1993) mikrokapsüllemeyi; katıları, sıvıları veya gazları, içeriklerini belirli koşullar altında kontrollü oranlarda salabilen minyatür, sızdırmaz kapsüllerde paketleme teknolojisi olarak tanımlamaktadır. Faz değişikliğine uğrayan malzemelerin yapı içerisindeki dağılımının engellenmesi, gıda bileşenlerinin korunması, sıvı faz kaybının önlenmesi, buharlaşmanın daha da azalması ve çevresel etkileşimi minimum düzeye getirmek için mikrokapsülasyon yöntemi tercih edilmektedir (Mirmahmutoğulları, 2022). Mikrokapsülasyon yönteminde duvar (kaplama) materyalleri olarak çoğunlukla nişasta ile türevleri, lipitler, zamlar, proteinler, doğal veya sentetik polimerler kullanılabilmektedir (Shahidi ve Han, 1993). Mikroenkapsülasyon yöntemleri sayesinde çekirdek maddesi (aktif bileşenler) ısı, nem, ışık, lipid oksidasyonu gibi etmenlere karşı korunmakta ve böylelikle raf

ömürleri uzamaktadır (Charve ve Reineccius, 2009). Günümüzde mikrokapsülasyon, kozmetik, agrokimyasal gıda, elektronik, farmakoloji ve tekstil gibi birçok farklı endüstri alanında kullanılmakta ve tercih edilmektedir (Beirão-Da-Costa vd., 2013). Mikrokapsülasyon uygulamasının ana amaçları arasında sıvı haldeki materyalin katı duruma getirilmesi, malzemelerin daha kolay bir biçimde taşınması, depolanması, aktif bileşiklerin uçuculuğunun önlenmesi, çekirdek maddenin diğer bileşenler ile tepkimeye girmesinin önlenmesi, koku ve tadın maskelenmesi ve salınım özelliklerinin kontrolü gibi amaçlar vardır (Green and Schleicher, 1955; Ünal ve Erginkaya, 2010; Sagis, 2015, Timilsena vd., 2019, Bayram vd., 2020).

1.2. Mikrokapsülasyonda Kullanılan En Yaygın Polimer Maddeler

Mikrokapsülasyon prosesinde yaygın olarak kullanılan doğal ve sentetik polimer malzemeler Çizelge 1.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 1.1. Mikrokapsülasyonda kullanılan bazı polimerler

Doğal Polimerler		Sentetik Polimerler	
Agar	Selüloz	Akrilik polimerler	Polivinil alkol
Albumin	Kazein	Alifatik polimerler	Silikonlar
Aljinat	Pektin	Polietilen glikol	Selüloz türevleri
Arap Zamkı	Kitosan	Poliamidler	Polilizin
Nişasta	Dekstran	Poliüretanlar	
Jelatin		Polistiren	

1.3. Mikrokapsüllerin Karakterizasyonu

Mikrokapsüller farklı fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre karakterize edilebilirler. Bunlar;

- Duvar kalınlığı,
- Geçirgenlik,
- Mikrokapsül büyüklüğü,
- Salınım özellikleri,

- Renk,
- Mekanik ve akış özellikleri mikrokapsüllerde incelenebilen başlıca fizikokimyasal özelliklerdir.

1.4. Mikroenkapsülasyon Yöntemleri

Enkapsülasyon işlemi için birçok yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemler; kimyasal, fiziksel ve fiziko-kimyasal yöntemler olarak gruplandırılabilir. Bunlar; süper kritik akışkan yöntemi, in-stu polimerizasyonu, ara yüzey polimerizasyonu, basit ve kompleks koaservasyon yöntemi, püskürterek kurutma yöntemi, akışkan yatak yöntemi, döner disk yöntemi, elektrostatik yöntem, santrifüj yöntemi, ekstrüzyon, sprej kurutma ve donma, solvent buharlaşması, liyofilizasyon yöntemi gibi yöntemlerdir. Bu tekniklerin tercih edilmesinde önem taşıyan bazı hususlar mevcuttur. Bunlar; istenilen partikül boyutu, çekirdek materyali ve kabuk materyalinin geçirgenliği, yöntemle ulaşım kolaylığı, elde edilen ürünün özellikleri gibi hususlardır. (Silva vd., 2014; Timilsena vd. 2019).

1.4.1. Koaservasyon ve Kompleks Koaservasyon Yöntemi

Koaservasyon yöntemi kapsülleme teknolojisinin orijinal yöntemi olarak da bilinmektedir. Bu yöntem kapsülleme işleminde çalışılan ilk yöntem olup Green (1955)'in basınca duyarlı karbonsuz kopya kâğıdı üretimine yönelik çalışmalarında kullanılmıştır. Koaservasyon, kontrollü koşullar altında ortam ortamının (pH, iyonik güç, sıcaklık, çözünürlük) modifikasyonu ile indüklenen birleştirici faz ayırma sürecini belirtmek için koloidal kimyada kullanılan bir terimdir (Timilsena vd., 2019). Polimer-polimer fazının beraberce ayrıldığı bu yöntem, suda çözünmeyen yağların kaplanması yani kapsüllenmesinde kullanılan bir yöntemdir. Koaservasyon basit ve kompleks koaservasyon olmak üzere ikiye ayrılır. Basit koaservasyonda tek bir tip polimer kullanılırken kompleks koaservasyon işleminde ise iki veya daha fazla polimer kullanılmaktadır. Bu yöntemle üretilen mikrokapsüllerin ortalama boyutu 1-500 µm'dur (Thies, 1996; Ghosh, 2006; Umer vd., 2011). Kompleks koaservasyon,

genel olarak pH, kolloitlerin yüklerinin nötralizasyonuna, sıcaklığa, karıştırma hızına ve diğer etmenlere bağımlıdır. Bu da farklı yükteki iki kolloidin birlikte kullanımı ile sağlanır. Kompleks koaservasyon; ilaç, gıda, tarım ve tekstil endüstrilerinde yaygın olarak kullanılan bir mikrokapsülleme tekniğidir (Timilsena vd., 2019).

1.5. Tıbbi, Aromatik, Doğal Bitki ve Ağaç Yağları ve Bazı Özellikleri

Yüzyıllar boyunca bireyler ısınmadan barınmaya, beslenmeden sağlığa birçok farklı amaç için bitkilerden yararlanmışlardır. Milattan önce 5000'lerde bireylerin tedavisinde yaklaşık 250 bitkinin kullanıldığı belirlenmiştir. Bunun yanında birçok uygarlık hastalıkların tedavi edilmesinde bitkileri kullanmıştır. Teknolojinin de gelişmesine bağlı olarak tedavide ilaç üretimine başlanmasıyla bitki kullanımı zamanla azalmaya başlamıştır. Bunun yanında 1900'lü yıllar itibariyle üretilen ilaçların olumsuz özelliklerinin ortaya çıkmasıyla, yiyecek ve içeceklerin tam anlamıyla doğal faktörler ile üretilmemesi gibi durumlardan dolayı bitkilere olan ilgi tekrardan artmaya başlamıştır (Göktaş ve Gıdık, 2019). Günümüzde çoğunlukla birlikte kullanılan "tıbbi" ve "aromatik" bitki kavramları hastalıkların tedavisinde, sağlığın sürdürülmesinde ilaç olarak kullanılabilir. Tıbbi bitkiler; meyve, yaprak, dal, kök ve tohum gibi kısımlardan doğal ya da kültürü yapılarak yetiştirilmektedir (Cimanga vd., 2002). Aromatik bitkiler ise, tat ve koku vermesi açısından yiyeceklerde gıdalarda, parfümeride ve kozmetik sektörlerinde de yaygın olarak kullanılmaktadır (Bayram vd., 2010). Dünya Sağlık Örgütü'nün verilerine göre 20000 dolaylarında bitki türü tıbbi amaçlı tercih edilmektedir. Dünya'da tıbbi amaçlı bitki kullanımında büyük bir paya sahip olan ülkeler arasında Almanya, Amerika Birleşik Devletleri ve Çin sayılabilmektedir (Lange, 2006). Türkiye ise bitki türü ve çeşitliliği açısından çok büyük bir öneme sahiptir. Türkiye'de ise tıbbi ve aromatik bitkilerin yoğunluğu Marmara, Karadeniz, Güneydoğu Anadolu, Akdeniz ve Ege bölgelerinde toplanmaktadır. Toplanan bitkilerin büyük bir bölümünü ise, defne adaçayı, ıhlamur ve biberiye oluşturmaktadır (Bayram vd., 2010).

1.6. Mikrokapsül çekirdeğinde kullanılan yağlar

1.6.1. Aspir Yağı

Aspir (*Carthamus tinctorius L.*) Compositae ailesinden dünya çapında yaygın olarak ekili olan eski bir tarım ürünüdür. Bitkinin kısımları, gıda renklendiricileri, tatlandırıcılar, boyalar ve tıpta hazırlamak için renkli yaprakları olarak farklı amaçlar için kullanılmaktadır. Bireylerin beslenmesinde önemli bir yer tutan yağlı tohum bitkileri, toplam yağ gereksiniminin %80-90'ını karşılamaktadır (Atam, 2010). Yağlı tohum bitkilerinden olan aspir kırmızı, turuncu, beyaz ve sarı olmak üzere pek çok değişik renge sahiptir. Bunun yanında aspir tohumları; kahverengi, beyaz olmakla birlikte üzerinde koyu çizgiler barındıran beyaz taneler halindedir. Aspir bitkisi yaklaşık olarak 110-140 gün aralığında yetişen kuraklığa karşı dayanıklı yağ bitkisi olarak literatürde yerini almaktadır (İşler, 2012).

1.6.2. Elemi Yağı

Elemi (*Canarium luzonicum*) Filipinler'e özgü bir ağaçtır. Ondan toplanan oleoresin ayrıca eleme olarak da bilinir. Eleme reçinesi bal benzeri kıvamda soluk sarı renkte bir maddedir. Aromatik eleme yağı reçineden buharla damıtılır. Bronşit, nezle, aşırı öksürük, olgun cilt, yara, stres ve yaraların tedavisinde bitkisel ilaç olarakta kullanılır. Bileşenleri arasında phellandrene, limonene, elemol, elemicin, terpineol, carvone, terpinolene gibi maddeler vardır. Eleme bitkisi yağ olarak tercih edilebildiği gibi merhem şeklinde de kullanılmaktadır. Sağlık sektöründe eleme yağı balgam söktürücü ve mide uyarıcı olarak tercih edilmektedir (Villanueva vd., 1993; Mogana ve Wiart, 2011).

1.6.3. Kenevir Yağı

Kenevir (*Cannabis sativa L.*) bitkisi, en eski evcil bitkilerden biridir. Kenevir bitkisi kâğıt, tekstil, inşaat, kâğıt, otomotiv, sanayi, uzay, kozmetik, gıda ve ilaç sektörü gibi alanlarda kullanılmaktadır. Bir besin kaynağı olarak kullanıldığında, kenevir tohumu soğuk presleme ile işlenir, sonuçta mükemmel nutrasötik özelliklere sahip oldukları iddia edilen yağ elde edilir (Callaway, 2004). Kenevir

(*Cannabis sativa L.*) tohum yağı, temel olarak, besin özellikleri ve bununla ilişkili sağlık için yararları önemlidir. Yağ asidi bileşimi yağ içeriği %25-35 arasında değişirken, bütün kenevir tohumu ek olarak yaklaşık %20-25 protein, %20-30 karbonhidrat ve %10-15 lif içerir (Deferne ve Pate, 1996). Kenevir bitkisinin tohumları 3-6 mm uzunluğa ve 2-4 mm ene sahip olmakla birlikte yeşilimsi, esmer, gri ve siyah renklerde ince kabuklu bir bitkidir (Schultes vd., 1974; Yıldırım ve Koca Çalışkan, 2020).

1.7. Deney Tasarımı

Deneysel tasarım, nesnel ve geçerli sonuçlar elde etmek ve sonuçları optimize etmek için deneyleri önceden dikkatlice planlamanın bir yoludur. Deneysel tasarım, deney seti oluşturulurken minimum ve maksimum noktaları belirlememizde ve bunların elde edilen cevap yanıtlarını ile arasındaki ilişkiyi açıklamakta yardımcı olacaktır.

1.7.1. Yanıt yüzey metodolojisi yöntemi

Yanıt yüzey metodolojisi (YYM), sistemin optimize edilmesinde, iyileştirilmesinde kullanılan bir grup matematiksel ve istatistiksel yöntemler bütünü olarak ifade edilmektedir. Bu yöntemle bağımsız değişkenlerin interaksiyon ya da tek biçimde, süreç üzerindeki etkileri açıklanabilmektedir (Box & Draper, 1987). YYM üzerine yapılan çalışmaların ilki 1951 yılında Box ve Wilson tarafından yapılmıştır (Sambucini, 2007). YYM, endüstriyel sorunların çözülebilmesinde; proseslerde var olan bağımsız değişkenlerin tepki üzerine olan etkisinin saptanabilmesinde ve optimum düzeyde çalışma şartlarının en doğru biçimde belirlenebilmesi açısından yaygın olarak kullanılmakta ve tercih edilmektedir. (Kent, 2009; Bayram vd. 2020).

Çizelge 1.2. Deneylerimizde seçilen parametreler

Değişken Adı	Aralığı
Karıştırma Hızı	1000,000 rpm – 1500,000 rpm
Sıcaklık	50,000°C – 60,000°C
Surfaktan Derişimi	%0,300 (a/h) – %0,700 (a/h)

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Adamiec vd. (2006), yaptıkları çalışmada spray drying metoduyla emülsiyonun püskürtmeli kurutulması sırasında elemi ve nane yağlarının maltodekstrin mikrokapsülünde korunmasının ön araştırmalarının sonuçları tartışmışlardır. Maltodekstrin'in emülsiyondaki suya oranı 30:70 idi ve her bir yağın içeriği maltodekstrin ile ilişkili olarak ağırlıkça %10, 20 ve %30'dur. Prosesin ürün kalitesi ve sonuçları, mikropartiküllerin şekli ve boyutu ve yoğunluğu, nem içeriği ve su buharı emiciliği esas alınarak tahmin edilmiştir. Kapsülleme etkinliği, ürünlerdeki esansiyel yağ içeriği belirtilerek tahmin edilmiştir. İlk yağların bileşimleri ve emülsiyon içinde, kapsül yüzeyinde ve içinde yer alan yağlar karşılaştırılmıştır. Bu çalışmanın olumlu sonuçları, daha fazla araştırmanın gerekliliğini haklı çıkarmakta ve yeni teknolojiler geliştirmek için bir bakış açısı sunmaktadır.

Mendanha vd. (2009) yaptıkları çalışmada, soya fasulyesi protein izolatu (SPI)/pektin ile kompleks koaservasyon yoluyla kazein hidrolizatını kapsüllemişlerdir. Duvar malzemesi/çekirdek oranı 1:1, 1:2 ve 1:3 olmak üzere üç işlem incelenmiştir. Numuneler morfolojik özellikler, nem, higroskopiklik, çözünürlük, hidrofobiklik, yüzey gerilimi, kapsülleme verimliliği ve acı tat için eğitimli bir duyu paneli ile eşleştirilmiş karşılaştırma testi kullanılarak değerlendirilmiştir. Numunelerin soğuk suda çok stabil olduğu bildirilmiştir. Mikrokapsüllerdeki hidrolizat içeriği ile ters orantılı olarak hidrofobiklik azalmıştır. Kapsüllenmiş numuneler, serbest hidrolizattan daha düşük higroskopiklik değerlerine sahip olarak bulunmuştur. Kapsülleme verimliliği %91,62 ile %78,8 arasında bulunmuştur. Kapsüllenmiş numuneler benzer yüzey gerilimine sahiptir ve serbest hidrolizattan daha yüksek değerlere sahiptir. Enkapsüle edilmiş örneklerin serbest hidrolizattan daha az acı olduğunu ($P<0,05$) dikkate alan duyu panel testinin sonuçları, duvar malzemesi olarak SPI/pektin ile kompleks koaservasyonun hidrolizatın acı tadının azaltılması ve mikroenkapsülasyon için etkili bir yöntem olduğunu göstermiştir.

Jun-xia vd (2011) yaptıkları çalışmada, pH, iyonik güç, soya fasulyesi protein izolatu/Arap zamkı (SPI/GA) oranı, çekirdek malzeme yükü ve mikromoleküllerin fonksiyonları olarak tatlı portakal yağının mikrokapsülasyonu için koaservasyon yöntemini kullanmışlardır. SPI deneylerde kullanılmadan önce çözünürlüğü artırmak için ultrasona maruz bırakılmıştır ve analizden önce mikrokapsüller spreyle kurutulmuştur. Elde edilen sonuçlarda SPI/GA koaservasyonu için optimum pH'ın 4,0 olduğu bulunmuştur. Yüksek iyonik güç, iki biyopolimer arasındaki koaservasyonu azaltmıştır. En yüksek koaservasyon verimi 1:1 SPI/GA oranında elde edilmiş ve en yüksek mikro kapsülleme verimliliği ve mikro kapsülleme verimi için çekirdek malzeme yükü %10 olarak bulunmuştur. 1:1 sükröz/SPI oranında sükröz ilavesi, mikro kapsülleme verimi değerini %20 artırarak, kontrolün %65'ine kıyasla %78'e ulaşmıştır. Mikrokapsüller, SEM cihazında analiz edilmiş ve yüzeyde delikler olmadan küresel olduklarını bulunmuştur. Yapılan GC-MS analizine göre çekirdek malzemenin tutulduğu ve bu yüzden kapsüllemenin iyi koruma olduğunu gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır.

Devi vd. (2012) yaptıkları çalışmada duvar maddesi olarak Jelatin A ve sodyum aljinat kullanarak kompleks koaservasyon yönteminde maksimum koaservat verimini elde etmeyi amaçlamışlardır. Bulanıklık ve koaservat verimi (%) ölçümleri, maksimum koaservasyon üreten iki polimer ve pH oranını desteklemek için yapılmıştır. Jelatin A-sodyum aljinat ile maksimum koaservat kompleksini oluşturmak için pH arasındaki optimum oran sırasıyla 3,5:1 ve 3,5-3,8 olarak bulunmuştur. Zeytinyağı mikroenkapsülasyonu, optimize edilmiş oran ve pH'da gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüller, glutaraldehit kullanılarak çapraz bağlanmıştır. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları, farklı boyutlarda serbest akışlı küresel mikrokapsüllerin oluşumunu doğrulamıştır. Polimer konsantrasyonunun artmasıyla mikrokapsüllerin boyutu artmıştır. Zeytinyağının kapsülleme verimliliği ve salım oranları, çapraz bağlayıcı miktarına, yağ yüklemesine ve polimer konsantrasyonuna bağlı olduğu belirtilmiştir. Termogravimetrik çalışma, çapraz bağlama ile termal stabilitenin arttığını ortaya koymuştur. FT-IR analizi, zeytinyağı ile jelatin-aljinat kompleksi arasında önemli bir etkileşim olmadığını göstermiştir.

Zhang vd. (2012), yaptıkları çalışmada aspir yağı oksidasyonunu önlemek için, püskürterek kurutma yoluyla izole edilmiş soya proteini (SPI), çözünür nişasta ve β -siklodekstrin kullanarak aspir yağı mikrokapsüllerini hazırlamışlardır ve mikrokapsülün fizikokimyasal özelliklerini öncelikle depolama stabilitesini incelemek üzere belirlemişlerdir. Sonuçlar, aspir yağı mikrokapsülünün %3,36'lık bir su içeriğine, %5,45'in yüzey yağı muhtevasına ve %84,79'luk bir kapsülleme verimliliğine sahip olduğunu, ürünün iyi kapsülleme etkisine ve yüksek çözünürlük ve akışkanlığa sahip olduğunu ve mikro kapsüllenmiş aspir yağı, iyi oksidasyon stabilitesine ve depolama stabilitesine sahip olduğunu belirtmişlerdir.

de Conto vd. (2013) yaptıkları çalışmada duvar malzemelerinin (soya proteini izolatu/arap zamkı, SPI/GA), duvar malzemesinin çekirdek malzemeye oranını ve ağsılaştırıcı maddenin (TG) konsantrasyonlarının değıştirilmesinin etkisini değerdendirmişlerdir. Kompleks koaservasyon yöntemiyle omega-3 etil ester mikrokapsüllerinin üretiminde, merkezi bir bileşik rotasyonel tasarım (CCRD) kullanarak ve sonuçları yanıt yüzeyi metodolojisi (RSM) ile analiz etmişlerdir. Matematiksel bir model elde edebilen tek bağımlı değışken, C5'te (2,6:1,0 duvar/çekirdek ve 1,8:1,0 SPI/GA) maksimum zirveye sahip olan kapsülleme işlemi verimine ulaşmıştır. C12 (1,5:1,0 SPI:GA; 1,0:1,0 duvar/çekirdek; TG/g 6,0 UA) ve C14 (1,5:1,0 SPI:GA; 2,0:1,0 duvar/çekirdek; 10.0 UA TG/g) denemeleri 100 g veya 100 mL'lik parametrelerde 0,40 g veya 0,45 g mikrokapsül eklenmesi fonksiyonel özellik olarak kabul edilebilmesi için gıdaların sırasıyla 100 g veya 100 mL'lik porsiyonlara eklenmesi gerektiğini belirtmişlerdir.

Feng vd. (2014) yaptıkları çalışmada oral ilaç dağıtımı için koaservat mikrokapsüller ile hareketsizleştirilmiş çok katmanlı sodyum aljinat boncuklar (CMs-M-ALG-Beads) tasarlamış ve değerdendirmişlerdir. CMs-M-ALGBead'ler, doksorubisin hidroklorür (DOX) yüklü kitosan/karboksimetil koaservat mikrokapsüllerinin (DOX:CS/CMCS-CM'ler) çok katmanlı sodyum aljinat boncuklarının çekirdek ve katmanlarında hareketsizleştirilmesiyle hazırlanmıştır. Elde edilen CMs-M-ALGbeads, birçok nano ölçekli parçacıkla katman katman yapı ve pürüzlü yüzey sergilemiştir. Şişme özelliği ve ilaç salım

sonuçları incelendiğinde, 4 katmanlı CMs-M-ALG-Beads'in uygun gastrik asit toleransına sahip olduğunu göstermiştir (şişme oranı<%5, kümülatif ilaç salım oranı<%3,8). İnce bağırsakta, bozulmamış DOX:CS/CMCS-CM'ler, ALG matrisinin çözünmesiyle CMs-M-ALG-Beads'den hızla salınabilmiştir. Ex vivo bağırsak mukoadazyonu ve geçirgenliği, CMs-M-ALG-Beads'in, sıçan jejunum ve ileumunda DOX:CS:CMCS-CM'lerden 1,07-1,15 kat ve 1,28-1,38 kat daha yüksek olan DOX Papp değerleri için sürekli büyüme sergilediğini göstermiştir. Sırasıyla, CMs-M-ALG-Beads'in kontrollü DOX:CS/CMCS-CM'ler salarak ve DOX:CS/CMCS-CM'ler ile ince bağırsak mukozası arasındaki temas süresini uzatarak DOX emilimini artırabildiğini göstermiştir.

Xiao vd. (2015) yaptıkları çalışmada çekirdek maddesi olarak styralil asetat (SA), duvar maddesi olarak jelatin ve arap zatkını kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak kapsüllemişlerdir. Yanıt yüzeyi metodolojisi (RSM), duvar konsantrasyonunun ve SA miktarının verim, kapsülleme verimliliği ve yağ yükleme kapasitesi üzerindeki etkilerini araştırmak ve işlem koşullarını optimize etmek için kullanılmıştır. Optimizasyon sonuçları, % 1,35 (a/h) duvar konsantrasyonunun ve 2,23g SA'nın kullanıldığını, en yüksek verimin % 72,8, kapsülleme verimliliğinin % 80,6 ve yağ yükleme kapasitesinin %66,2 olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Elde edilen kapsüller optik mikroskop ve SEM cihazlarında morfolojik olarak analiz edilmiştir. Mikrokapsüller, termogravimetrik analiz (TGA) ile SA'ya göre mükemmel termal stabilite sergilemiştir. Ayrıca Fourier dönüşümü kızılötesi ve X-ışını kırınımı, duvar malzemelerinin ve çekirdek yağının yapı değişikliklerini incelemişlerdir.

Ojha ve Kumar (2016) yaptıkları çalışmada multipl sklerozun (MS) yönetimi ve tedavisi için daha iyi bir ilaç dağıtım sistemi sağlamak için Box-Behnken tasarımı (BBD) ile kitosan yüklü dimetil fumarat (DMF) nanoparçacıklarını sentezlemek ve optimize etmeyi amaçlamışlardır. Kitosan (CS) yüklü DMF nanoparçacıklarını hazırlamak için polielektrolit kompleks koaservasyon tekniği kullanılmış ve formülasyonun optimizasyonu için 3 faktör ve 3 seviye kullanılarak Box-Behnken tasarımı kullanılmıştır. Polimer CS konsantrasyonu, polimer dekstran sülfat (DS) konsantrasyonu ve ilaç miktarı olan üç bağımsız giriş faktörünün etkisi, partikül

boyutu ve yüzde ilaç tutma verimliliği olan iki bağımlı cevap yanıtı üzerinde incelenmiştir. Bağımsız değişkenler arasındaki anlamlı farklılıkları değerlendirmek için varyans analizi (ANOVA) yapılmıştır. Elde edilen sonuçlarda, optimize edilmiş seri, en yüksek ilaç tutma yüzdesini (65,36) ve ortalama partikül boyutunu (355 nm) göstermiştir. Formülasyonun stabilitesini korumak için zeta potansiyel değeri optimum bulunmuştur. In vitro ilaç salım davranışı, optimize edilmiş CS nanoparçacığından 24 saate kadar $69,5 \pm 0,8$ 'lik uzun süreli ilaç salımıyla $21,7 \pm 1,3$ 'lük ilk salım gösteren Korsmeyer-Peppas modelini takip etmiştir. Optimize edilmiş nanopartiküllerin kümülatif ilaç salım yüzdesi (%CDR) %84 bulunmuştur. Yazarlar; geliştirilmiş özelliklere sahip optimize edilmiş DMF nanopartiküllerinin, MS tedavisi ve yönetimi için umut verici bir formülasyon olabileceğini belirtmişlerdir.

Sharifi vd. (2016) yaptıkları çalışmada dört faktörlü (duvar malzemesinin miktarı, çekirdek malzemesinin duvar malzemesine oranı, çözeltinin pH'ı ve homojenleştiricinin hızı) bir RSM tasarımı oluşturarak a-Tokoferol'ü (a-Toc) kompleks koaservasyon yöntemiyle kapsüllemişlerdir. En küçük nanokapsüller (176 nm), 0,8 mg duvar içeriğinde (jelatin ve pektin), duvar malzemesine göre çekirdek malzeme yüzdesinde (a-Toc) %20, pH=4,5 ve homojenleştirici hızı 12000 rpm'de elde edilmiştir. Kapsülleme verimliliği $90,6 \pm 1,1$ ve kapsülleme verimi $83,4 \pm 1,6$ bulunmuştur. 1 ay sonra a-Toc stabilitesinin değerlendirilmesi, kapsüllemenin nem, ışık ve sıcaklık gibi üç etkili faktörün varlığında stabilitesini iyileştirebileceğini göstermiştir.

Shahgholian ve Rajabzadeh (2016) yaptıkları çalışmada suda az çözünen kurkumini (CN), arap zıncı (GA) ve sığır serum albümini (BSA) duvarında kompleks koaservasyon yöntemi ile kapsüllemişlerdir. Koaservat formülasyonunu optimize etmek için, pH (3,7-4,2), BSA/GA ağırlık oranı (3:1, 2:1, 1:1) ve CN içeriği (1000-5000 µg) dahil olmak üzere üç faktörlü merkezi kompozit bir tasarım (CCD) oluşturulmuştur. Cevap yanıtı olarak, kapsülleme verimliliği (EE) optimizasyonu için ikinci dereceden bir polinom denklemi kullanılmıştır. GA ve BSA arasındaki kompleks koaservasyon, her iki molekülün de maksimum zıt yükler taşıdığı dar bir pH aralığı ile sınırlandırılmıştır. 2:1'lik

BSA/GA ağırlık oranında ve pH 3,7'de optimum koşullar ve bu durumda kapsülleme verimliliği %92 civarında bulunmuştur. Taramalı elektron mikroskobu (SEM), sünger benzeri bir koaservat fazı ortaya çıkarmış ve boyutu 40-80 µm aralığında göstermiştir. Kurutulmuş koaservatların daha fazla karakterizasyonu XRD ve DSC kullanılarak yapılmıştır. Penetrasyon testi, bahsedilen üç değişken arasında biyopolimer oranının doku üzerinde baskın bir etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Bu çalışma, BSA/GA emülsifikasyon-koaservasyonun, yöntemin kapsülleme verimliliğine ve kolaylığına göre CN kapsülleme için verimli ve umut verici bir teknik olduğunu göstermiştir.

Ye vd. (2017) yaptıkları çalışmada duvar maddesi olarak jelatin ve ekzopolisakarit (EPS), kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak aspir yağı mikrokapsülleri için üretmiş ve incelemişlerdir. Optimum hazırlama koşullarını belirlemek için tek faktör ve ortogonal testler yapılmış, ilk önce pH 3,6'da jelatin (30 g/L) ve EPS (30g /L) karıştırılarak 5:4 oranında karıştırılmış, daha sonra 50 g ile aspir yağını kaplamışlardır. Mikrokapsüllerin kapsülleme verimi 20000 rpm'de 120 dakika boyunca çapraz bağlanma ile %81,27'ye ulaşmıştır. Üretilen mikrokapsüller, çapı 1 ila 20 µm arasında olan küçük yuvarlak parçacıklardan oluşmuştur. Yazarlar, mikrokapsül tozunun suda çözöldüğü zaman, iyi dağılmasından dolayı safranin ile iyi boyanabileceğini ve çalışmada yapılan endotoksin değerlendirmesi, jelatin-EPS'nin endotoksin tarafından kontamine olmadığına işaret ettiğini belirtmişlerdir.

Lemos vd. (2017) yaptıkları çalışmada buriti yağın jelatin ve aljinat duvar materyalinde kompleks koaservasyon yöntemi ile enkapsüle etmişlerdir. Hidrodinamik koşulların, karotenoid bakımından zengin buriti yağının koaservasyon ortamındaki duvar malzemeleri olarak jelatin-aljinat kullanılarak etkisi araştırılmıştır. Karıştırma hızının, mikrokapsüllerin boyutu üzerinde güçlü bir etkiye sahip olduğu belirtilmiş ve 70000'den daha yüksek olan Reynolds sayısı, 200 µm'den $D_{[4,3]}$ daha küçük olan parçacık büyüklüğü ile sonuçlanmıştır. Karotenoid kapsülleme verimliliği yaklaşık %80 ve dondurarak kurutulmuş parçacıklar yoğun sarı renkte bulunmuştur. Mikro parçacıkların boyutu koaservat oluşumu sırasındaki hidrodinamik koşullara büyük ölçüde bağlı

olmasına rağmen, jelatin ve sodyum aljinatın karmaşık koaktifleştirilmesinin buriti yağı mikrokapsülleri üretmek için uygun bir işlem olduğu gösterilmiştir.

Ghasemi vd. (2017) yaptıkları çalışmada, çevre koşullarında uçucu olan gıda endüstrisinde en yaygın kullanılan tatlandırıcılardan biri olan portakal kabuğu yağını kullanmışlardır. Bu çalışmada, portakal kabuğu yağı pektin peynir altı suyu proteini nanokompleksleri ile nanokapsüllenmiştir. Portakal kabuğu yağı içeren optimum nanokompleks süspansiyonlar stabilite, viskozite ve renge göre belirlendikten sonra üç farklı pH değerinde (3, 6 ve 9) formüle edilmiş ve dondurarak kurutma ile toz forma dönüştürülmüştür. Nanokomplekslerin boyut ve zeta potansiyelinin analizi, en küçük parçacıkların pH=6'da oluştuğunu ortaya çıkarmıştır. Tozların pH=3, 6 ve 9'da kapsülleme verimliliği sırasıyla %88, %84 ve %70 ve kapsülleme etkinliği ile renk indeksi (b^*) arasında ters doğrusal bir korelasyon bulunmuştur. Nanokompleks tozların mikro yapısı ve morfolojisi SEM ve AFM ile araştırılmış ve sonuçlar pH=3'te daha fazla küresel partikül oluştuğunu göstermiştir. FTIR analizi ile peynir altı suyu proteinleri ile pektin arasında kimyasal bir reaksiyon olduğu ve 991 cm^{-1} 'de keskin bir bant oluştuğu için bağ oluşumu tespit edilmiştir.

Marfil vd. (2017), yaptıkları çalışmada palm yağını jelatin ve Arap zıncı duvar materyallerinde kompleks koaservasyon yöntemi ile enkapsüle etmişlerdir. Palm yağını kompleks koaservasyonla mikro kapsülleme, onu olumsuz koşullara karşı koruyarak besin zenginleştirmesi ve doğal pigmentasyon için gıda formülasyonlarında uygulamalara izin verir. Ayrıca koaservatlar, mide asidinin pH'sında çözünmez olduğu için, bu sindirilmemiş lipid, metabolik rahatsızlıkların tedavisine yardımcı olabilecek bağırsak kanalında yavaşça verilir. Buna göre, bu çalışma duvar malzemesi olarak jelatin ve Arap zıncı kullanılarak karmaşık koaservasyonla palm yağı mikro kapsüllemesinin optimize edilmesini amaçlamıştır. Bu amaçla, duvar malzemesi konsantrasyonunun (WM) (a/h %2,5, %5,0 ve %7,5), jelatin: Arap zıncı oranının (G:GA) (1:2; 1:1; 2:1), ve çekirdek: duvar malzemesi oranı, (C:WM) (75, 100 ve %125) kapsülleme etkinliği, parçacık morfolojisi ve mikrokapsüllerin boyut dağılımı incelenmiştir. Sonuç olarak; mikrokapsüller, artan WM konsantrasyonu ve daha yüksek C:WM oranı ile daha

büyük mikrokapsüllerin oluşumuna katkıda bulunan 97 ila 690 µm arasında ortalama çap göstermiştir. G:GA oranı, partikül büyüklüğü üzerinde en yüksek etkiye sahipken, 1:2 oranı daha küçük mikrokapsüller ile sonuçlanmıştır.

Shamaei vd. (2017), yaptıkları çalışmada püskürterek kurutma yöntemi ile ceviz yağının mikrokapsülasyonu SEM ve farklı duvar materyallerinde ve kurutma koşullarında parçacık boyutu ile ölçüm yapılarak karakterize edilmiştir. En büyük ve en küçük damlacık boyutları sırası ile SMP(yağsız süt tozu)+Tween 80 ve SMP+Maltodekstrin kullanılarak hazırlanan maddelerdir. Yüksek sıcaklıkta kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin pürüzsüz yüzeyleri daha düşük büzülme oranına sahiptir. Mikro kapsüller basınç artışı ile kümelenmesi daha görünür düzeydedir. SMP ve SMP+Tween 80 gibi yapılarda herhangi bir çatlak gözlenmemesine rağmen SMP+Maltodekstrin gibi yapılarda çatlaklıklar gözlemlenmiştir.

Kavousi vd. (2017) yaptıkları çalışmada balık yağının kapsüllemesi için yeni tere tohumu müsilajı/kitosan (CSM/CS) hidrojelere üretmişler ve yanıt yüzeyi metodolojisi kullanarak işlem parametrelerini optimize etmişlerdir. Polisakkarit konsantrasyonu, CSM/CS hacim oranı ve balık yağı yüzdesi gibi farklı giriş parametrelerinin partikül boyutu, kapsülleme yükü ve verimlilik gibi cevap yanıtları üzerindeki etkisi incelenmiştir. Mikrokapsüller, taramalı elektron mikroskopu, FT-IR ve termal gravimetrik analiz (TGA) ile karakterize edilmiştir. Oksidatif test, üretilen hidrojellerin balık yağı oksidasyonunu ertelemede etkili olduğunu göstermiştir. TGA sonuçları, hazırlanan hidrojellerin termal stabilitesinin CSM ve CS etkileşimleri nedeniyle arttığını göstermiştir. Yazarlar; geliştirilmiş taşıyıcılar, hidrofobik bileşiklerin oksidasyona karşı korunması ve sulu ortamlarda çözünürlüklerinin arttırılması için kapsüllenmesi için kullanılabilir olduğunu belirtmişlerdir.

Sahlan ve Rahman (2017) yaptıkları çalışmada mentol, benzil asetat ve vanilinin raf ömrünü artırmak için basit koaservasyon yöntemi kullanılarak polivinil alkol (PVA) içinde eşzamanlı olarak başarılı bir şekilde kapsüllemişlerdir. Optimizasyon, 4 bağımsız değişkenli merkezi kompozit tasarım kullanılarak, yani

mentol, benzil asetat, vanilin ve tergitol 15-S-9 (emülgatör olarak) bileşimi kullanılarak yapılmıştır. Kapsülleme verimliliği, yükleme kapasitesi ve mikrokapsül boyutu ölçülmüştür. Optimize edilmiş mentol (%13,98 a/a), benzil asetat (%14,75 a/a), vanilin (%17,84 a/a) ve tergitol 15-S-9 (%13,4 a/a) kapsülleme verimliliğinde %97,34 ve %46,46 yükleme kapasitesine ulaşılmıştır. Mikrokapsüllerin ortalama çapı 20,24 µm ve 2,011-36,24 µm aralığındadır. Nihai ürün, hidrojel kıvamında ve turuncu ila sarı renkte çapraz bağlı polivinil alkol formunda elde edilmiştir.

Castell vd. (2018) yaptıkları çalışmada mısır yağını brea sakızı duvar materyalinde püskürterek kurutma ile enkapsüle etmişlerdir. Bu çalışma, Arap zamkı (GA) ile karşılaştırıldığında mısır yağının mikrokapsülasyonunda brea sakızı (BG) potansiyelini ve matriks formülasyonuna inulin eklemenin etkisini değerlendirmeyi amaçlamıştır. Bir homojenleştirici kullanarak saf mısır yağının emülsifiye edilmesi için bir BG ve inülin konsantrasyonu, ardından bir ultrasonik işlem kullanılmıştır. Sonra, emülsiyonlar, mikrokapsülleri elde etmek için laboratuvar ortamında spreyle kurutulmuştur. Genel olarak, tozlar yüzeysel kabiliyetlerle küresel bir şekil sunmuş, belirgin çatlaklar ve yüksek çoklu-dağınıklık göstermemiştir. Bununla birlikte, inulin içeren bazı tozlar, inülinin bir kaplama etkisini yansıtan kaynaşmış gibi görünen parçacıkları göstermiştir. Brea sakızı tozlarının nem içeriği düşüktü, ancak inülin ilavesiyle arttı, su aktiviteleri (<0,4) inülin tarafından etkilenmemiştir. Renk analizi, brea sakızı tozlarının, Arap zamkı tozundan daha düşük parlaklık ve daha yüksek kırmızı ve sarı parametreler sunduğunu ve inülin ilave edilmesinin, daha soluk renkli tozlara yol açan açıklığı, kırmızılığı ve sarılığı azalttığını göstermiştir. Kapsülleme verimliliği brea sakızı konsantrasyonu ile artarken, brea sakızı %20 ile %76,12'ye ulaşmıştır. İnülin varlığında, %20 BG/%20 inulin formülasyonu ile en yüksek değere (%91,72) ulaşan ve Arap zamkı ile elde edilen verimden (%88,66) daha yüksek verim artışı sağlanmıştır. Brea sakızı ve inülin kombinasyonunun, Arap zamkı ile değiştirilmesinde hidrofobik bileşiklerin mikro kapsüllemesi için alternatif bir duvar malzemesi olarak kullanılabileceği sonucuna varılmıştır.

da Silva vd. (2018) yaptıkları çalışmada çekirdek materyali olarak *B.lactis*, yöntem olarak kompleks koaservasyon ve duvar materyali olarakta jelatin ve Arap zamkı kullanmışlardır. Ardından kapsüller dondurularak kurutulmuş ve optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile karakterize edilmiştir. Ayrıca probiyotiklerin, simüle edilmiş gastrointestinal kanaldaki in vitro salınmaya ve farklı sıcaklık altında depolamaya karşı direnci ile karakterize edilmiştir. Bu nedenle, yüksek kapsülleme verimliliği (%86,04 ve %99,52) ve 100.12 µm ile 203.32 µm arasında değişen mikrokapsüller oluşturulmuştur. Ek olarak, mikrokapsüllenmiş probiyotikler, hem ıslak hem de kuru formda, simüle edilmiş gastrointestinal koşullara karşı canlılığı sürdürmüştür. Son olarak, kompleks koaservasyon yöntemi, probiyotiklerin 120 gün boyunca -18°C, 120 gün boyunca 7°C ve 90 gün boyunca 25°C sıcaklıkta depolanması sırasında etkinliğini sağlamada da etkili olmuştur. Bu nedenle, yazarların ulaştığı sonuçlar kompleks koaservasyon yönteminin probiyotiklerin canlılığını artırmak için uygun bir alternatif olduğunu göstermiştir.

de Souza vd. (2018) yaptıkları çalışmada, fenolik bileşiklerin içeriği, antioksidan ve antimikrobiyal kapasitenin yanı sıra α-amilaz ve α-glikosidaz enzimlerinin içeriği için sıvı, spreyle kurutulmuş ve liyofilize formlarda proantosiyanidinler bakımından zengin tarçın özünü değerlendirmişlerdir. Ek olarak, ekstraktın jelatin ile beş farklı polisakarit (Arap zamkı, pektin, kaju zamkı, karboksimetilselüloz ve k-karragenan) arasında oluşan polimerik çiftleri kullanarak kompleks koaservasyonla kapsüllenmesi ve kapsüllenmiş özüt parçacıklarının karakterize edilmesi önerilmiştir. Sonuçlar, kompleks koaservasyonun ve kullanılan malzemelerin, biyolojik olarak aktif bileşiklerinin, faydalı özelliklerinin korunmasına katkıda bulunabilecek ve istenmeyen duyuşal özelliklerini maskeleyebilmesi için tarçın ekstraktını içine alma potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir.

Us-Medina vd. (2018) yaptıkları çalışmada chia yağını altı farklı duvar materyalinde püskürterek kurutma yöntemi ile enkapsüle etmişlerdir. Çalışmada altı farklı duvar malzemesi kombinasyonunun performansı incelenmiştir: sodyum kazeinat ve laktoz (NaCas+L), NaCas ve maltodekstrin (NaCas+Mx), PRF

ve Mx (PRF+Mx) ve Muc ilavesi ile önceki üçünün her biri. Ana emülsiyonların parçacık boyutu, reolojisi ve kararlılığı analiz edilmiştir. Ana emülsiyonların püskürtülerek kurutulmasıyla elde edilen tozların karakterizasyonu, nem içeriği, su aktivitesi, mikrokapsülleme etkinliği, camsı geçiş sıcaklığı, morfolojisi, oksidatif stabilite ve dağılıbilirlik ile gerçekleştirilmiştir. Emülsiyonlar, tozlardan farklı depolama zamanlarında sulandırılmış ve partikül büyüklükleri ve stabiliteleri ile analiz edilmiştir.

Wang vd. (2018) yaptıkları çalışmada peony tohumu yağını peynir altı suyu proteini izolatu, mısır şurubu ve soya lesitini (%0,75) duvar malzemelerinde püskürterek kurutma yöntemi ile enkapsüle etmişlerdir. Bu formülasyon en yüksek kapsülleme verimi ve oksidatif stabilite ve en az biyoaktif bileşik kaybı sergilediği bildirilmiştir. Peony tohumu yağı mikrokapsülleri incelendiğinde, pürüzsüz yüzeyli ve belirgin çatlak veya çatlak olmayan tam bir çekirdek kabuk yapısı oluşturduğunu göstermiştir. In-vitro sindirim davranışı, simüle edilmiş gastrointestinal sindirimden sonra kapsüllenmiş yağın %80'inden fazlasının mikrokapsüllerden salındığını göstermiştir.

Talan vd. (2019) yaptıkları çalışmada işlevsel özelliklere sahip kakaonun işlevselliği arttırmayı araştırmışlardır. Hazır kakao tozlarının fonksiyonel özelliklerini geliştirmenin yeni bir yolu, bitkisel özlerin eklenmesidir. Bu çalışmanın amacı, köpük mat kurutma işlemi kullanarak, sulu ve mikrokapsüllü formda %2,5, %5, %10 ve %15 kenevir (*Cannabis sativa L.*) özleri ile zenginleştirilmiş fonksiyonel hazır kakao tozları üretmektir. Elde edilen sonuçlara göre, eklenen ekstrakt tipinin toz kuru madde, toplam polifenolik içerik, antioksidan kapasite, kohezyon indeksi ve köpük kuru maddeyi etkilediği görülmüştür. Eklenen ekstrakt yüzdesi, kütle yoğunluğunu, tüm duyuşal özellikleri ve toplam polifenolik içeriği etkilemiştir. Eklenen ekstrakt yüzdesi, eklenen ekstrakt tipine kıyasla üretilen numuneler ve özellikleri üzerinde daha önemli bir etkiye sahip ($p<0,05$) olduğu bildirilmiştir.

Fujiwara vd. (2019) yaptıkları çalışmada fosfatlı gübrenin verimli kullanımına katkıda bulunmak için silika mikrokapsül kullanılarak kontrollü fosfat salınımını

araştırmışlardır. $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 'yi kaplayan silika mikrokapsül, dodesilsilil grubu ile modifiye edildiğinde, fosfatın asit suyuna salımı önemli ölçüde uzamıştır. Hızlı etkili gübrenin kontrollü salımı da değiştirilmiş mikrokapsülle sağlanmıştır. $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 'yi kaplayan silika mikrokapsül, dodesilsilil grubu ile modifiye edildiğinde, asit suyundaki fosfat salımı önemli ölçüde uzamıştır. Hızlı etkili gübrenin kontrollü salımı da değiştirilmiş mikrokapsülle sağlanmıştır.

Kaewnopparat vd. (2019) yaptıkları çalışmada probiyotik için kapsülleyici ajanlar olarak Bambara yer fıstığı protein izolatı (BGPI)/aljinat ve inülinin optimal kombinasyonunu belirleyerek; *Lactobacillus rhamnosus* GG, yanıt yüzeyi metodolojisi (RSM) kullanılarak bir deney tasarımı oluşturmuşlardır. Probiyotik hücreler, kompleks koaservasyon tekniği ile RSM'den elde edilen çeşitli BGPI/aljinat-inülin duvarı oranı parametrelerinde kapsüllenmiştir. 1:1 ağırlık oranı BGPI/aljinat çözeltisinin optimal konsantrasyon seviyesinin, %3,23 a/h inülin ile %2,14 a/h olduğu bulunmuştur. Formülasyon, dondurarak kurutma işleminden sonra ve asit koşuluna maruz kaldıktan sonra sırasıyla %95,76 ve %94,48 gibi yüksek bir değere sahip olarak %96,64 kapsülleme verimliliği sonucunu vermiştir. Çalışmada kullanımda olan, tahmin edilen modelin geçerliliği teyit edilmekle kalmamış, aynı zamanda kapsüller, simüle edilmiş mide sıvısındaki (SGF) hücrelerin hayatta kalma oranını serbest hücrelere kıyasla 3 saat sonra $\sim 4,88 \log \text{CFU/ml}$ arttırmıştır ve hücre salınımını göstermiştir. 4 saat içinde $8,53 \log \text{CFU/mL}$ 4°C ve 30°C 'de 6 ay (sırasıyla $7,82 \log \times \text{FU/mL}$ ve $8 \log \text{CFU/mL}$) saklanan hapsolmuş hücrelerin hayatta kalma oranı, aynı koşullarda ($4,10 \log \text{CFU}$) serbest hücrelerinkinden daha üstün olduğu bulunmuştur. Yazarlar, BGPI/aljinat-inülin kapsüllerinde probiyotiklerin kapsüllenmesi, dondurarak kurutma işlemi, midenin asidik ortamına maruz kalma ve depolama sırasında hücrelerin canlılığını geliştirmek için fırsatlar sunduğunu belirtmişlerdir.

Samakradhamrongthai vd. (2019) yaptıkları çalışmada Michelia Alba D.C. aroma tozunu (MADFP) yakalamak için pandan aroması ile aşılınmış jelatin, Arap zamkı kullanarak çok çekirdekli kapsüllenmiş aroma tozu (MEFP) oluşturmayı amaçlamışlardır. Jelatin-Arap zamkı (GGA) sistemi kullanılarak aroma aşılınmış

kabuğun optimize edilmiş formülleri, jelatin (%3,00 a/h), arap zımkı (%3,73 a/h) ve pandan aromasından (%5,26 a/h) oluřmuř ve yüksek düşük nem ierięi ve düşük su aktivitesi ile verim geri kazanımı elde edilmiřtir. Optimize edilmiř MEFP ayrıca pandan aromasını yüksek kapsülleme verimlilięi ile duvar malzemesi iinde tutmuřtur. 15 dakika iinde MEFP'nin kabuęundan pandan aroması ierięinin salınımı, en yavař salınım hızı sabiti ile $394,92 \pm 2,02 \mu\text{g/mL}$ bulunmuřtur. MEFP, MEFP'nin aromayı duvar malzemesi iinde karřılıklı olarak tutabileceęini ve aktif malzemeyi ısıtılmıř buhar sistemine karřı korumak iin aroma tozunu hapsedebileceęini öne süren MADFP'nin mükemmel verimli kapsüllenmesini ortaya ıkarmıřtır.

Kim vd. (2019) yaptıkları alıřmada kompleks koaservasyon yöntemiyle vitamin U (VU, S-metilmetyonin) ieren mikrokapsüller hazırlamıřlardır. Yüksek oranda suda özünür VU'yu kapsüllemek iin oklu emülsiyon yöntemi uygulanmıřtır. Mikrokapsüllerin bileřimi, merkezi kompozit tasarım (CCD) kullanılarak optimize edilmiřtir. Jelatinin arap zımkına aęırlık oranı (X_1) ve yaę fazının hacmi (X_2), maksimum mikrokapsül aęırlıęını (Y_1) ve mikrokapsüllerdeki VU (Y_2) ierięini %2,5'ten daha yüksek olarak elde etmek iin iki baęımsız deęiřken olarak ayarlanmıřtır. Mikrokapsüller optimize edilmiř bileřime göre hazırlandıęında, gerek Y_1 ve Y_2 deęerleri, tahmin edilen deęerlerin %95'i olarak bulunmuřtur. Optik ve floresan mikroskoplar tarafından gözlemlenen mikrokapsüllerin morfolojisi yuvarlak řekilli bulunmuřtur. Dâhili paracıkların taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü de oklu emülsiyonların mikrokapsüllerde kapsüllendięini doęrulamıřtır. Lazer kırınım paracık boyutu analizörü tarafından ölçülen mikrokapsüllerin ortalama paracık boyutu $79,17 \mu\text{m}$ bulunmuřtur. Diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC), VU'nun koaservat mikrokapsüllerde amorf bir durumda bulunduęunu göstermiřtir. Bu nedenle, hidrofilik VU'nun oklu emülsiyon yöntemi kullanılarak koaservat mikrokapsüllerde bařarılı bir řekilde kapsüllendięi ve formülasyonu optimize etmek iin deney tasarımı (DoE) teknięinin faydalı olduęu sonucuna varılabileceęini belirtmiřlerdir.

Wang vd. (2020) yaptıkları çalışmada, katılaştırılmış mikrokapsülleri hazırlamayı ve granülasyon ve sıkıştırmanın katılaştırılmış omurga hurma tohumu yağının (SDSO) kalitesi ve stabilitesi üzerindeki etkisini belirlemeyi amaçlamışlardır. Ürünlerin yağ asidi profili ve oksidatif stabiliteleri gösterge olarak kullanılmıştır. SDSO yüklü granüllerin mikrokapsülasyonu, elektrostatik katman katman biriktirme yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır ve ardından tablet şeklinde sıkıştırılmıştır. Granülasyon çalışmasında çark ve kıyıcı hızının SDSO'nun granüllerde tutma verimliliğini önemli ölçüde etkilediğini sonucuna ulaşmışlardır ($P<0,05$). Ancak peroksit değeri bu parametrelerden etkilenmemiştir ($P>0,05$). Genel çalışma ayrıca, mikrokapsülasyon, granülasyon ve sıkıştırma işlemi sırasında yağ asidi bileşiminin önemli ölçüde değişmediğini ortaya çıkarmışlardır ($P>0,05$). Ayrıca, tabletlerdeki SDSO'nun peroksit değeri ($9,79\pm0,62$ mmol/kg), hızlandırılmış depolamadan sonra SDSO'dan ($47,57\pm5,25$ mmol/kg) ve mikrokapsüllerden ($23,16 \pm 3,06$ mmol/kg) ($P<0,05$) daha düşük bulunmuştur. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar, fonksiyonel yağların mikrokapsülasyonunun ardından yüksek kesmeli granülasyon ve tabletleme işleminin, stabilite avantajlarından dolayı yağ ürünlerinin katılaşması için uygulanabileceğini göstermiştir.

Fraj vd. (2021) yaptıkları çalışmada, eşzamanlı kapsülleme hidrofilik ve lipofilik aktif maddeler için mikrokapsüller üretmek ve karakterize etmeyi amaçlamışlardır. Bu amaçla, iki zıt yüklü biyopolimer, jelatin ve sodyum kazeinat (NaCAS) sisteminde çift emülsifikasyon işlemi, ardından kompleks koaservasyon yöntemi kullanılmıştır. Mikrokapsül duvarının özellikleri, jelatin/NaCAS kompleksinin genipin ile arayüzeyde çapraz bağlanmasıyla düzenlenmiştir. Bu çalışma için model hidrofilik ve lipofilik biyoaktif bileşikler olarak C ve E vitaminleri seçilmiştir. Yüzey morfolojisi, kapsülleme verimliliği (EE) ve C vitamini salınımının kinetiğinin araştırılması, genipin konsantrasyonunun yanı sıra jelatin/NaCAS sistemindeki etkileşimin mikrokapsül özellikleri üzerinde bir etkisi olduğunu göstermiştir. Genipin konsantrasyonu 2 mmol/g, optimal olarak seçilmiş ve vitaminlerin en yüksek EE'si 2:1 protein kütle oranında elde edilmiştir. Vitaminlerin salım kinetik tayini sonuçları salım mekanizmasının basit difüzyon olduğunu göstermiştir.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Kullanılan Kimyasallar

Deneylerimizde kullanılan tüm kimyasalların adı, molekül formülü, molekül ağırlığı ve yapısı Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasallar

Kimyasalın Adı	Markası	CAS No
Jelatin	Merck	9000-70-8
Sodyum Aljinat	Sigma-Aldrich	9005-38-3
Arap Zamkı	Merck	9000-01-5
Asetik Asit	Merck	64-19-7
Glutaraldehit	Merck	111-30-8
Sodyum Dodesil Sülfat	Merck	151-21-3

3.2. Kullanılan Yağların GC/ GC-MS Analizi

Çekirdek yağlarının analizi için kullanılan gaz kromatografisi Perkin Elmer auto system xl, dedektör: flame ionization, mobil faz: helyum 15 psi, enjeksiyon hacmi 1 mikrolitre, kolon: varian cp sil 88 for fame 50 m x 0,25 mm 0,2 microm. Film thickness, yağ asitleri metil esterleri analizi AOAC 996.06 metoduna göre yapılmıştır. Türevlendirme 100 µL yağ saf yağ alınıp % 0,5 Sodyum Metoksit (80:20-Methanol:İzooktan) içeren türevlendirici içinde 24 saat oda sıcaklığında bekletilip üzerine 1 mL isooctan eklendikten sonra vortekslenir üst fazın ayrılması beklenmiş ve üst fazdan 1 µL GC’ye enjekte edilmiştir.

3.3. Kompleks Koaservasyon Deney Yapılışı

Aspir, eleme, kenevir yağlarının enkapsülasyonunda kompleks koaservasyon yöntemi kullanılmıştır. Yapılan ön denemeler sonucunda literatürdeki benzer formülasyonlar kullanılarak oluşturulan reçete kullanılmıştır. Çekirdek maddesi olarak kullanılan yağ her deney setinde 4,000 g kullanılmıştır. Karıştırma hızı tüm deneylerde ilk aşamada deney tasarımıdaki parametrelerden 1000,000 rpm-1500,000 rpm, ikinci aşamada 400,000 rpm’dir. Sıcaklık (50,000°C – 60,000°C) deney setine göre ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda (Weightlab WNH550) her bir

deney için ayarlanmıştır. JE-AZ duvar mataryeli olarak kullanılan deneyler (%1,250 a/h) 1:1 oranında kullanılmıştır. JE-ALJ duvar mataryeli olarak kullanılan deneyler (%1,250 a/h) 4:1 oranında kullanılmıştır. İlk aşamada deney setinden oluşturulan sıcaklığa (50,000°C-60,000°C) getirilen deney ortamında aspir, elemi ve kenevir yağları hazırlanan jelatin çözeltisi ile 20,000 dakika süreyle karıştırılmıştır. Karışıma surfaktan madde olarak deney setlerinde belirlenen sodyum dodesil sülfat (SDS) 0,250 mL eklenerek 20,000 dakika daha karıştırılmıştır. Arap zamkı ya da sodyum aljinat (%1,250 a/h) eklenerek karıştırılmaya 20,00 dakika daha devam edilmiştir. Daha sonra (%10,000 h/h) asetik asit çözeltisiyle karışımın pH değeri ayarlanmıştır ve 90,000 dakika daha 400,000 rpm'de karıştırılmıştır. Sürenin sonunda ısıtıcı kapatılarak 300,00 mL soğuk deiyonize su ve (%10,000 h/h) 2,000 mL glutaraldehit karışıma eklenmiştir. Sıcaklık düşmesi dijital termometre ve ısıtıcının probu ile kontrol edilmiştir. Bu aşamada 400,000 rpm'de karıştırılmaya devam edilmiştir. Toplam karışım süresi 4,500 saate tamamlanmıştır. Daha sonra elde edilen karışım bir gün bekletilerek yıkama, süzme, işlemleri yapılmıştır (Köksal vd. 2016, Bayram vd. 2020, Moral vd. 2021).

3.4. Deney tasarımları

Çalışmamızda kullandığımız çekirdek ve duvar maddeleri Çizelge 3.2'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2. Çalışmamızda kullanılan çekirdek ve duvar maddeleri

Çekirdek Maddesi	Duvar Maddeleri		Yüzey Aktif Madde
Aspir Yağı	JE/AZ	JE/ALJ	SDS
Kenevir Yağı	JE/AZ	JE/ALJ	SDS
Elemi Yağı	JE/AZ	JE/ALJ	SDS

3.4.1. JE/ALJ-JE/AZ duvar mataryellerinde yağların mikrokapsülasyonu için oluşturulan deney tasarımı

Aspir, elemi, kenevir yağlarının JE, AZ ve ALJ polimerleri ile mikrokapsülasyonunda kullanılan deney tasarımı Çizelge 3.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 3.3. Yanıt yüzey metodolojisi ile oluşturulan deney tasarımı

Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°C)	Surfaktan Derişimi (%a/h)
1000,000	50,000	0,300
1250,000	55,000	0,500
1250,000	55,000	0,500
1500,000	60,000	0,300
1500,000	50,000	0,700
1000,000	60,000	0,700
1250,000	55,000	0,500
1250,000	46,835	0,500
1250,000	55,000	0,500
1250,000	55,000	0,827
1658,250	55,000	0,500
1250,000	55,000	0,173
1250,000	63,165	0,500
841,750	55,000	0,500
1000,000	60,000	0,300
1000,000	50,000	0,700
1250,000	55,000	0,500
1500,000	60,000	0,700
1500,000	50,000	0,300
1250,000	55,000	0,500

3.5. Verim Hesabı

Enkapsülasyon verimi hesaplanırken literatürdeki benzer çalışmalar yardımıyla oluşturulan denklem 1 kullanılmıştır. Yüzey yağı yani kapsüllenememiş yağ miktarı hesaplanırken; 50,000 mL n-hekzan içeren bir erlen şişesine kapsül numunesi koyulmuş ve karışım, kapsül yıkımı olmadan ve yapısı bozulmadan 10,000 dakika boyunca hafifçe çalkalanmıştır. Daha sonra çözelti süzgeç kâğıdı ile süzölmüş ve n-hekzan rotary evaporatör kullanılarak uzaklaştırılmıştır. Yüzeyde bulunan çekirdek yağı miktarı gravimetrik olarak hesaplanmıştır. Bu işlemler deney setindeki parametrelere göre üretilen tüm numunelere uygulanmıştır.

$$\%EV = \frac{\text{Toplam Yağ Miktarı} - \text{Yüzey Yağı Miktarı}}{\text{Toplam Yağ Miktarı}} \times 100 \quad (1)$$

Denklemden %EV, enkapsülasyon verimini, toplam yağ miktarı; her deney için başta kullanılan miktarı bilinen yağ miktarını, yüzey yağı miktarı ise kapsüllenememiş yağ miktarını temsil etmektedir (Aziz vd., 2014; de Conto vd., 2013; Hao vd., 2012; Hu vd., 2016; Kavousi vd., 2017; Mancer vd., 2018; Ocak,

2012; Ojha & Kumar, 2016; Patrick vd., 2013; Sharifi vd., 2016; Bayram vd., 2020; Moral vd., 2021).

3.6. YYM sonuçlarının maksimize olarak optimize edilmesi

Optimizasyon sonucunda %Verim (%EV) değerinin en üst noktaya ulaşması için yardımcı program yardımıyla maksimize edilmiş formülasyonlar kullanılarak yeni üretimler yapılmış ve karakterize edilmiştir. Maksimize edilen ve deneysel olarak bulunan %EV sonuçları her yağ için ilgili bölümlerde verilmiştir.

3.7. Salınım özelliklerinin incelenmesi

Üretilen mikrokapsüllerin salınımı literatürdeki benzer çalışmalar yardımıyla oluşturulan metot ile ölçülmüştür. Öncelikle mikrokapsülün çekirdeği olan yağ, hekzan ile farklı derişimlerde karıştırılarak bir kalibrasyon seti hazırlanmıştır. Hekzan ortamına koyulan mikrokapsül numunelerinin farklı zamanlarda (1 dk, 3 dk, 5 dk, 7 dk, 10 dk, 30 dk, 60 dk, 120 dk, 240 dk, 360 dk, 720 dk, 1440 dk, 2160 dk, 2880 dk) absorbans değerleri ölçülmüştür. Elde edilen değerler yardımı ile mikrokapsülün salınım grafiği çizilerek değerlendirilmiştir (Devi vd., 2012, Sittipummongkol vd., 2019).

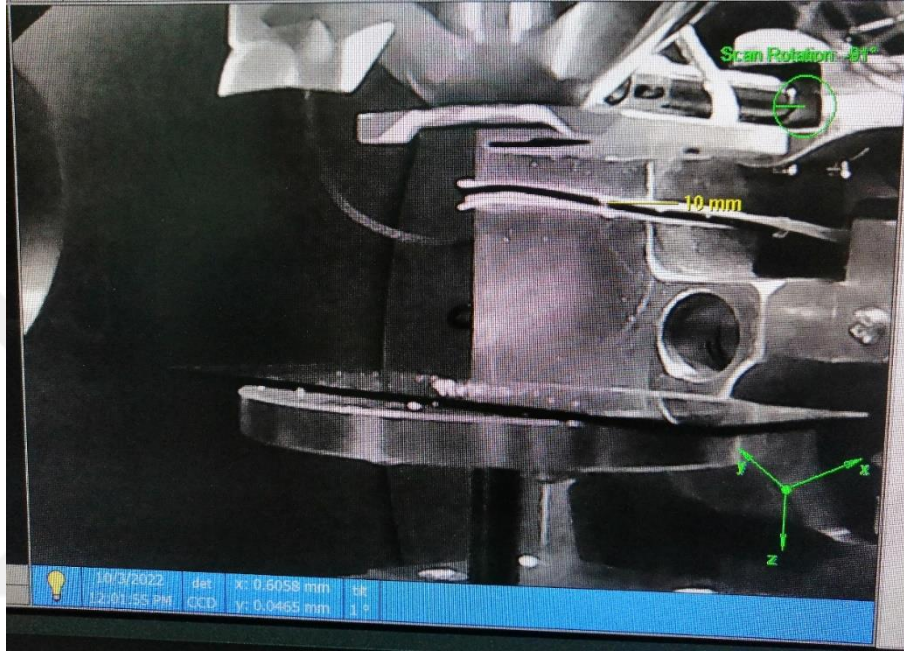
3.8. Optik mikroskop analizi

Elde edilen mikrokapsüller boyut, şekil, renk gibi özellikleriyle değerlendirilmesi için Buco BM-2000 marka optik mikroskop altında incelenmiştir. Numunelerin rastgele bir yerinden alınan 0,010-0,500 g aralığındaki numune cihazlarda görüntülenmiştir. Optik mikroskop altında inceleme yapılırken numuneler iki cam lamel arasına ince bir tabaka halinde koyulmuştur. Elde edilen görüntüler yardımcı program yardımıyla kaydedilmiştir (Bayram vd. 2020, Moral vd. 2021).

3.9. Sem Analizi

Elde edilen mikrokapsüller boyut, şekil, renk gibi özellikleriyle değerlendirilmesi için QuantaTM 250 FEG marka SEM cihazıyla incelenmiştir. İnceleme yapılırken

tek cam lamel üzerine çok ince bir tabaka halinde yayılarak görüntüler elde edilmiştir. Numunelere kaplama yapılmamıştır. SEM görüntülerinin hepsi kabin içi 60,000 pA-70,000 pA basınç altında alınmıştır. Numunelerin iletkenliğini sağlamak için düşük vakum modu kullanılmış ve içeri eser miktarda su molekülleri gönderilmiştir. SEM cihazında görüntü alınırken kabin içi görüntüsü Şekil 3.1’de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. SEM cihazında lamel üzerinden alınan görüntü

3.10. FT-IR Analizi

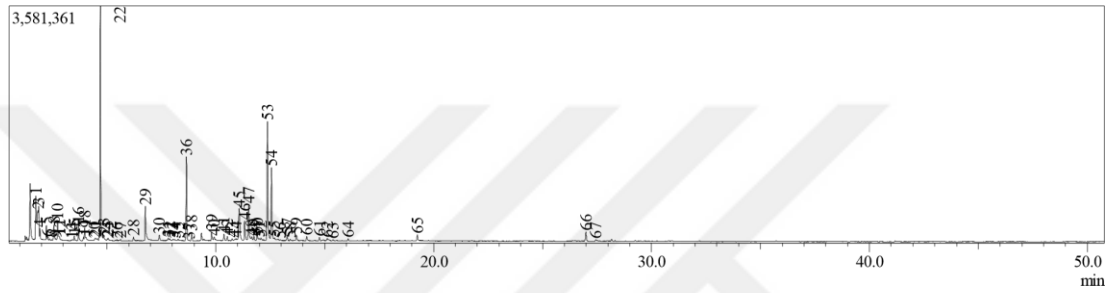
Deneylerde kullanılan çekirdek yağları, mikrokapsül duvarında kullanılan polimerler ve üretilen mikrokapsüllere FT-IR analizi yapılmıştır. FT-IR analizinde JASCO FT/IR-4700typeA model cihaz ve ATR PRO ONE aksesuarı ile kullanılmıştır. Cihaz, 4000,000-400,000 cm^{-1} kızılötesi aralığındaki numuneleri analiz kullanılmıştır.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

4.1. Kenevir Yağı-Deney tasarımlarından elde edilen sonuçlar, optimizasyon, karakterizasyon

4.1.1. Kenevir GC Uçucu Yağı Analizi

GC analiz sonuçlarında kenevir yağının GC kromatogramı Şekil 4.1'de gösterilmiştir.



Şekil 4.1. Kenevir yağı GC kromatogramı

Kenevir yağına yapılan uçucu yağ asidi analizi sonucu elde edilen sonuçlar Çizelge 4.1'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. Kenevir yağı GC sonuçları

Pik#	R.Zamanı	Adı	Alan	%Alan
1	1,737	Isobutanal	1696616	4,560
2	1,831	3-Methyl-2-pentanone	1302231	3,500
3	1,878	Acetic acid	1069694	2,880
4	1,925	Ethyl Acetate	287007	0,770
5	2,223	Crotonaldehyde	359446	0,970
6	2,280	3-Methylbutanal	45751	0,120
7	2,475	2-Propanol, 1-methoxy-	13986	0,040
8	2,563	1-Pentene-3-ol	582810	1,570
9	2,640	1-Heptene	41546	0,110
10	2,738	n-Pentanal	756501	2,030
11	2,800	Pentan-2-ol	147661	0,400
12	2,840	Propionic acid	40579	0,110
13	3,370	1-Pentanol	13335	0,040
14	3,428	n-Butyl trifluoroacetate	37605	0,100
15	3,502	2-Pentenal, (E)-	123311	0,330
16	3,692	2-Pentenal, (E)-	479727	1,290
17	3,928	Benzene, methyl- (CAS) Toluene	141581	0,380
18	3,980	1-Pentanol (CAS) Amylol	409936	1,100
19	4,050	Heptane, 3-methyl-	106414	0,290
20	4,435	2-Hexanone, 4-hydroxy-3-propyl-	15071	0,040
21	4,474	Cyclooctane (CAS)	37368	0,100
22	4,701	n-Hexanal	7588652	20,410
23	4,856	2-Octene, (E)-	94948	0,260
24	5,020	2,4-Octadiene	11041	0,030
25	5,060	oct-2-ene	45775	0,120
26	5,454	Formic acid, pentyl ester	32375	0,090
27	5,627	2,6-Dimethyl-3-octene	43691	0,120
28	6,216	2-Hexenal	123829	0,330
29	6,766	n-Hexanol	1399484	3,760
30	7,403	Heptan-2-one	207636	0,560
31	7,812	Heptanal	87456	0,240
32	7,885	2-Hydroxyheptane	85504	0,230
33	8,032	Butyrolactone	51196	0,140
34	8,120	2,4-HEXADIENAL 1	50935	0,140
35	8,274	2,6-Dimethylpyrazine	37275	0,100
36	8,652	Thujene <alpha>	2989104	8,040
37	8,785	Formate <hexyl>	19502	0,050
38	8,891	.ALPHA.-PINENE, (-)-	295720	0,800
39	9,805	2-Heptenal,	343473	0,920
40	9,921	Benzaldehyde	117190	0,320
41	10,375	Sabinene	251868	0,680
42	10,529	2-.BETA.-PINENE	180425	0,490
43	10,746	1 OCTEN 3 OL	55928	0,150
44	10,913	6-Methyl-5-hepten-2-one	61966	0,170
45	11,072	.beta.-Myrcene	1821796	4,900
46	11,323	trans, trans-2,4-Heptadienal	829199	2,230
47	11,507	Decane (CAS) n-Decane	1663598	4,470
48	11,651	l-Phellandrene	76852	0,210
49	11,750	.DELTA.3-Carene	151213	0,410
50	11,895	2,4-Heptadienal, (E,E)-	268764	0,720
51	11,992	Ethanoate <hexyl>	83908	0,230
52	12,075	.ALPHA. TERPINENE	87870	0,240
53	12,370	p-Cymene	5241950	14,100
54	12,557	Limonene	3141084	8,450
55	12,695	EUCALYPTOL (1,8-CINEOLE)	87533	0,240
56	12,957	3-Octen-2-one	24045	0,060
57	13,275	.BETA. OCIMENE Y	204591	0,550
58	13,411	2(3H)-Furanone, 5-ethyldihydro-	44846	0,120
59	13,704	.gamma.-Terpinene	225229	0,610
60	14,173	3,5-OCTADIEN-2-ONE	164643	0,440
61	14,759	.ALPHA.-TERPINOLENE	150561	0,400
62	15,121	3-Decyn-2-ol	91021	0,240
63	15,376	Linalool	53897	0,140
64	16,075	trans-Sabinene hydrate	91201	0,250
65	19,252	n-Dodecane	268353	0,720
66	26,987	Caryophyllene	449068	1,210
67	27,446	Bergamotene <alpha>-trans->	71862	0,190
			37176233	100,000

Çizelge 4.1. incelendiğinde aspir uçucu yağ bileşenlerinde büyük ölçüde p-Cymene (%14,100) ve thujene <alpha> (%8,040) ve diğer bileşikleri içerdiği bulunmuştur.

4.1.2. Kenevir Yağ Asidi

Kenevir yağına yapılan yağ asidi analizi sonucu elde edilen sonuçlar Çizelge 4.2’de gösterilmiştir.

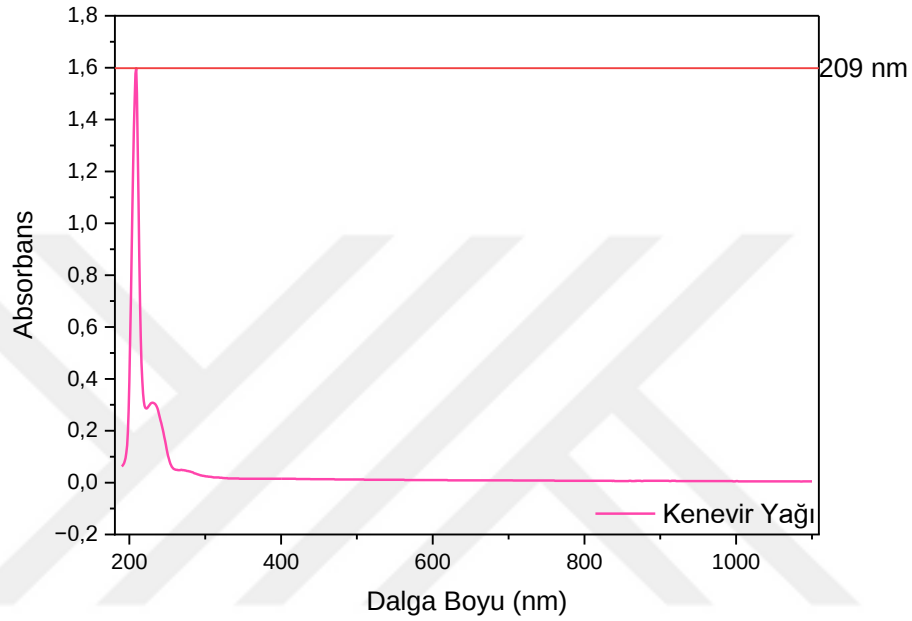
Çizelge 4.2. Kenevir yağ asidi analizi sonuçları

%Yağ Asidi Profili			
1	C4:0	butirik	
2	C6:0	kaproik	
3	C8:0	kaprilik	
4	C10:0	kaprik	
5	C11:0	undekanoik	
6	C12:0	laurik	
7	C13:0	tridekanoik	
8	C14:0	miristik	
9	C14:1	miristoleik	
10	C15:0	pentadekanoik	
11	C15:1	c-10-pentadekanoik	
12	C16:0	palmitik	6,970
13	C16:1	palmitoleik	
14	C17:0	heptadekanoik	
15	C17:1	c-10 heptadekanoik	
16	C18:0	stearik	3,180
17	C18:1n9t	elaidik	
18	C18:1n9c	oleik	15,310
19	C18:2nt9,12	linolelaidik	
20	C18:2nc9,12	linoleik	53,740
21	c20:0	araşidik	0,380
22	C18:3n6,9,12	gama linolenik	0,870
23	c20:1	c11eikozenoik	16,640
24	C18:3ncis	linolenik	0,430
25	c21:0	heneikozanoik	0,200
26	C20:2	c11 14-eikozadienoik	0,090
27	C22:0	behenic	0,350
28	C20:3n6	c8,11 14-eikozatrienoik	
29	C22:1n9	erukik	
30	C20:3n3	c11,14,17-eikozatrienoik	
31	C20:4n6	araşidonik	
32	C23:0	trikozanoik	
33	C22:2	c13-16 dokoziadienoik	
34	C24:0	lingoserik	
35	C20:5n3	c5,8 eikozapentaenoik	
36	C24:1	nervonik	
37	C22:6n3	dokozahekzaenoik	

Çizelge 4.2. incelendiğinde büyük ölçüde linoleik (%53,740), c11eikozenoik (%16,640), oleik (%15,310), palmitik (%6,970) ve diğer yağ asitlerini içerdiği görülmüştür.

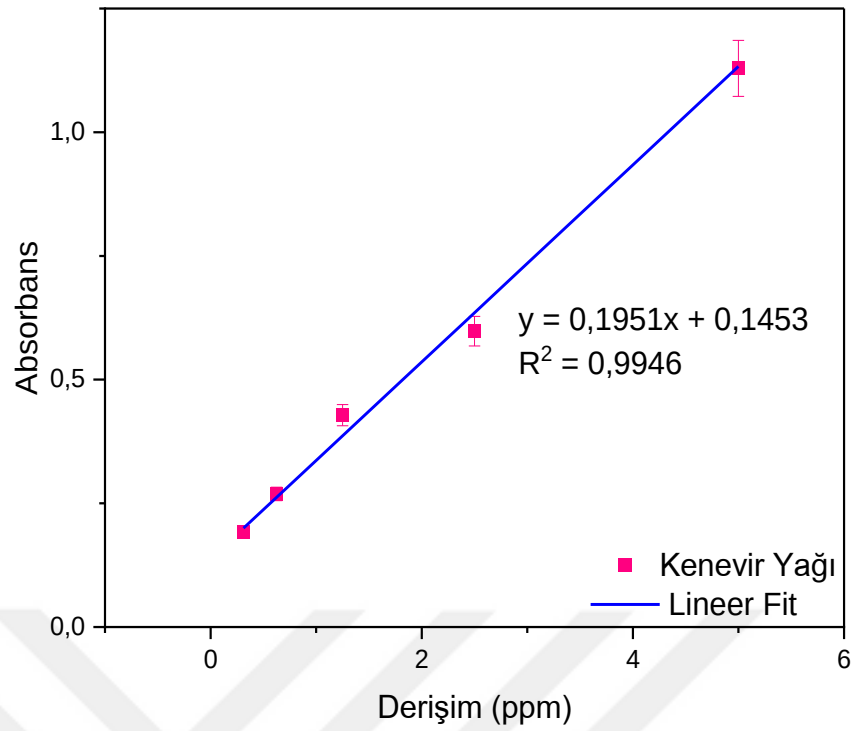
4.1.3. Kenevir Yağının Dalga Boyu Taraması ve Kalibrasyon Seti

Kenevir yağı içeren mikrokapsüllerin hekzan ortamındaki salınım davranışlarını incelemek üzere öncelikle kenevir yağı hekzan ile seyreltilerek dalga boyu taraması yapılmıştır. Elde edilen dalga boyu taraması grafiği Şekil 4.2’de verilmiştir.



Şekil 4.2. Kenevir yağı dalga boyu taraması grafiği

Kenevir yağının hekzan ortamında 5,000 ppm, 2,500 ppm, 1,250 ppm, 0,625 ppm, 0,313 ppm olarak hazırlanan çözeltilerinin absorbans değerleri ile çizilen kalibrasyon grafiği Şekil 4.3’te verilmiştir.



Şekil 4.3. Kenevir yağının hekzan ortamında hazırlanan kalibrasyon grafiği

4.1.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları

Jelatin ve sodyum aljinat duvar materyalinde kenevir yağı içeren mikrokapsüller için oluşturulan deney tasarımı ve elde edilen deneysel verim ve hesaplanan verim değerleri Çizelge 4.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 4.3. Kenevir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları

Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°C)	Surfaktan Derişimi (%a/h)	Deneysel Verim (%EV)	Hesaplanan Verim (%EV)
1000,000	50,000	0,300	45,380	43,297
1250,000	55,000	0,500	57,580	57,808
1250,000	55,000	0,500	57,420	57,808
1500,000	60,000	0,300	60,780	57,932
1500,000	50,000	0,700	63,850	59,112
1000,000	60,000	0,700	41,580	41,577
1250,000	55,000	0,500	57,850	57,808
1250,000	46,835	0,500	45,670	51,456
1250,000	55,000	0,500	56,250	57,808
1250,000	55,000	0,827	55,850	59,124
1658,250	55,000	0,500	47,580	55,038
1250,000	55,000	0,173	57,580	61,034
1250,000	63,165	0,500	53,250	54,199
841,750	55,000	0,500	27,540	26,910
1000,000	60,000	0,300	41,580	44,737
1000,000	50,000	0,700	36,580	37,857
1250,000	55,000	0,500	55,470	57,808
1500,000	60,000	0,700	60,520	61,032
1500,000	50,000	0,300	59,850	58,292
1250,000	55,000	0,500	58,750	57,808
R-kare			94,560	
Model Uyumsuzluğu (p>0,050)			0,060	

Elde edilen sonuçlar üzerinden hesaplanan ANOVA sonuçları Çizelge 4.4'te gösterilmiştir.

Çizelge 4.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ için ANOVA sonuçları

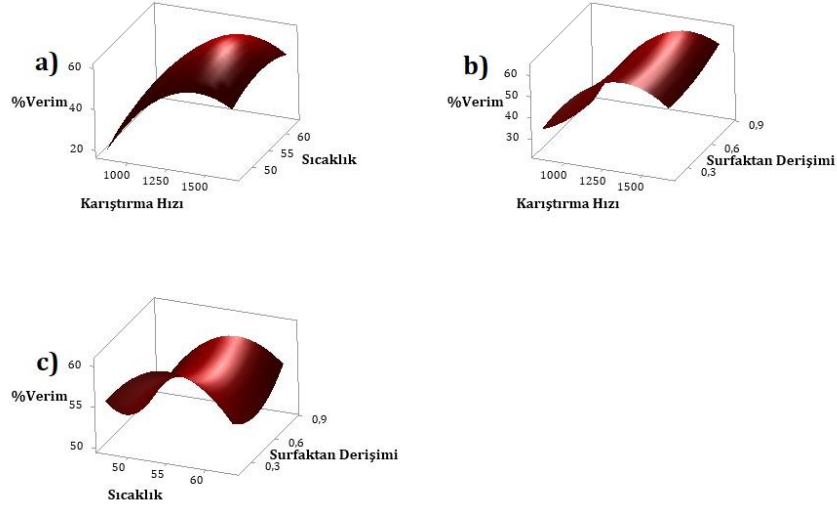
Kaynak	sd	Adj SS	Adj MS	F-Değeri	P-Değeri
Model	11	1632,340	148,394	12,640	0,001
Bloklar	2	61,560	30,779	2,620	0,133
Doğrusal	3	965,030	321,676	27,400	0,000
Karıştırma Hızı	1	950,990	950,994	81,010	0,000
Sıcaklık	1	9,370	9,371	0,800	0,398
Surfaktan Derişimi	1	4,660	4,663	0,400	0,546
Kare	3	581,900	193,966	16,520	0,001
Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı	1	529,190	529,188	45,080	0,000
Sıcaklık*Sıcaklık	1	46,070	46,066	3,920	0,083
Surfaktan Derişimi*Surfaktan Derişimi	1	9,610	9,608	0,820	0,392
2-Yönlü Etkileşim	3	23,850	7,951	0,680	0,590
Karıştırma Hızı*Sıcaklık	1	1,620	1,620	0,140	0,720
Karıştırma Hızı*Surfaktan Derişimi	1	19,660	19,656	1,670	0,232
Sıcaklık*Surfaktan Derişimi	1	2,580	2,576	0,220	0,652
Hata	8	93,920	11,740		
Uyum Eksikliği	5	87,240	17,449	7,850	0,060
Saf Hata	3	6,670	2,224		
Toplam	19	1726,260			

Yapılan analiz sonucunda ulaşılan model önemlidir ($p < 0,050$). Model ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Karıştırma Hızı ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Modelde kare önemlidir ($p < 0,050$) ve Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı ($p_{\text{Karıştırma Hızı} \times \text{Karıştırma Hızı}} < 0,050$) karesi önemli iken diğer karelerde bir önemlilik göstermemektedir. Modelde iki yönlü etkileşim ($p > 0,050$) önemsizdir. Uyum eksikliğinin p değeri 0,060 ($p > 0,050$) bulunmuştur. Uyum eksikliği değerinin $p > 0,050$ olması veriyle modelin uyduğu göstermektedir. R^2 değeri %94,560 bulunmuştur. Analiz sonucu elde edilen hesaplanan enkapsülasyon verimini gösteren eşitlik denklem 2'de verilmiştir.

$$\begin{aligned} \% \text{Verim} = & - 361 + 0,2911 \text{ Karıştırma Hızı} + 8,55 \text{ Sıcaklık} - 94,7 \text{ (2)} \\ & \text{Surfaktan Derişimi} - 0,000101 \text{ Karıştırma Hızı} \times \text{Karıştırma Hızı} - 0,0747 \\ & \text{Sıcaklık} \times \text{Sıcaklık} + 21,3 \text{ Surfaktan Derişimi} \times \text{Surfaktan Derişimi} - \\ & 0,000360 \text{ Karıştırma Hızı} \times \text{Sıcaklık} + 0,0313 \text{ Karıştırma Hızı} \times \text{Surfaktan} \\ & \text{Derişimi} + 0,57 \text{ Sıcaklık} \times \text{Surfaktan Derişimi} \end{aligned}$$

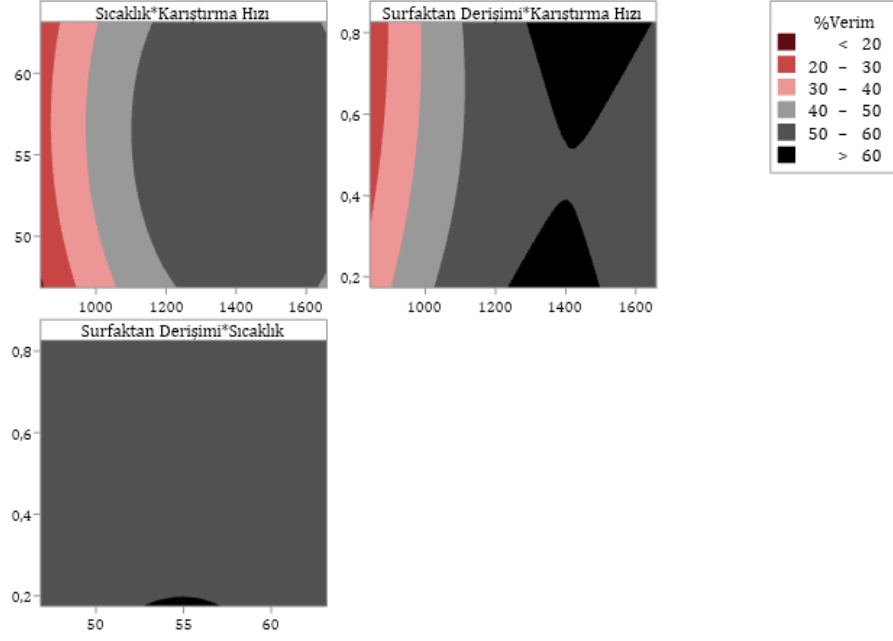
Kompleks koaservasyon yöntemi kenevir yağının JE/ALJ duvarında mikroenkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (çekirdek maddesi miktarı, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak

enkapsülasyon verimliliği için bağımsız değişkenler ile nasıl ilişkili olduğu üç boyutlu yüzey grafikleri; Şekil 4.4'te gösterilmiştir.



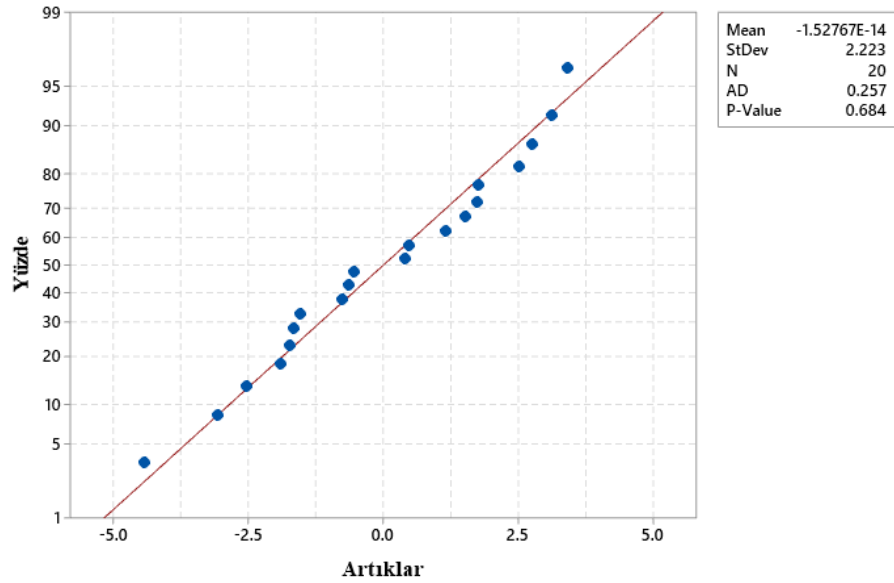
Şekil 4.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği

Şekil 4.4a incelendiğinde karıştırma hızı ve sıcaklığın birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.4b incelendiğinde karıştırma hızı ve surfaktan derişiminin birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.4c incelendiğinde sıcaklık ve surfaktan derişiminin birlikte belirli bir noktaya kadar artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve dışbükey bir yapı gözlenmiştir. Mikroenkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği ilişkisi Şekil 4.5'te kontur grafiklerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.5. Kenevir Yağı-JE/ALJ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontur grafikleri

Artıkların dağılımı incelenmiş ve yapılan normallik testi grafiğı Şekil 4.6'da gösterilmiştir.



Şekil 4.6. Kenevir Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiğı

Grafiğın analizinde artıkların ortalaması ve standart sapması $0,000 \pm 2,223$ ($n=20$) bulunmuştur. Normallik testlerinden biri olan AD testine göre $p=0,684$ bulunmuştur. Artıklar normal dağılım göstermektedir.

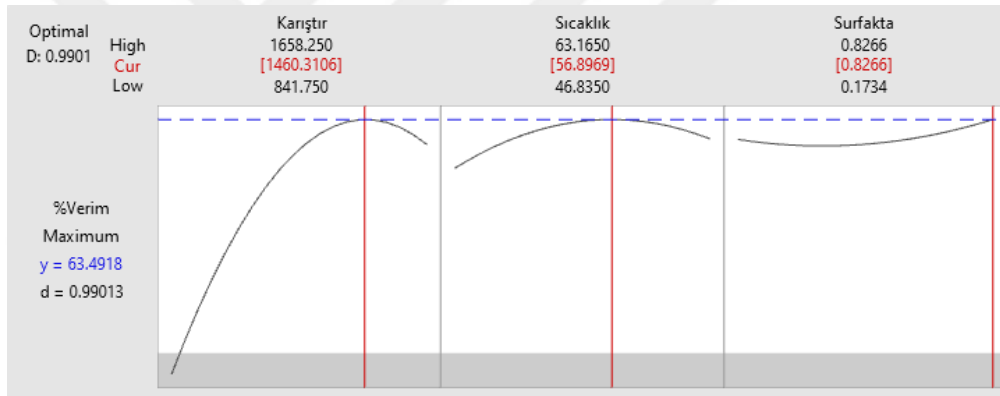
4.1.4.1. Kenevir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu

Kenevir-JE/ALJ için maksimize olarak optimizasyonu sonucunda çoklu yanıt tahmini Çizelge 4.5'te verilmiştir.

Çizelge 4.5. Kenevir Yağı-JE/ALJ için çoklu yanıt tahmini

Değişken					
Karıştırma Hızı (rpm)		Sıcaklık (°C)		Surfaktan Derişimi (%a/h)	
1460,310		56,897		0,827	
Cevap	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI	
%Verim	63,491	3,290	(55,890; 71,090)	(52,530; 74,450)	

Optimizasyon sonucunda elde edilen optimizasyon grafiği Şekil 4.7'de gösterilmiştir.



Şekil 4.7. Kenevir Yağı-JE/ALJ optimizasyon grafiği

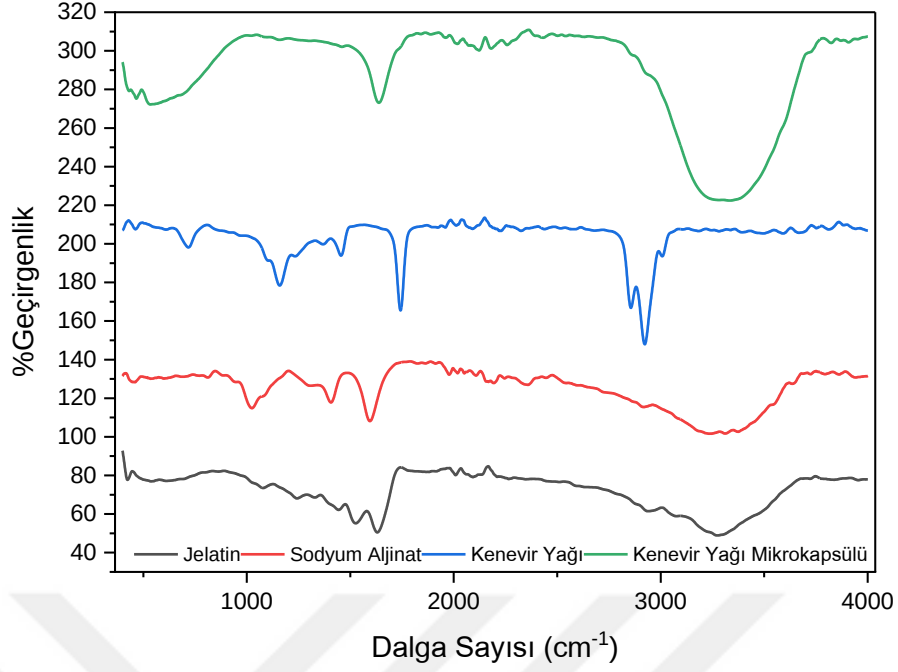
Optimize edilen parametrelerle üretilen kenevir yağı mikrokapsüllerinin teorik ve deneysel %EV sonuçları Çizelge 4.6'da verilmiştir.

Çizelge 4.6. Kenevir-JE/ALJ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu

Çekirdek-Duvar:	Kenevir-JE/ALJ
Maksimize Edilen Teorik %EV:	%63,491
Deneysel %EV:	%62,780

4.1.4.2. Kenevir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları

Kenevir yağı-JE/ALJ FT-IR analizi sonuçları Şekil 4.8'de gösterilmiştir.

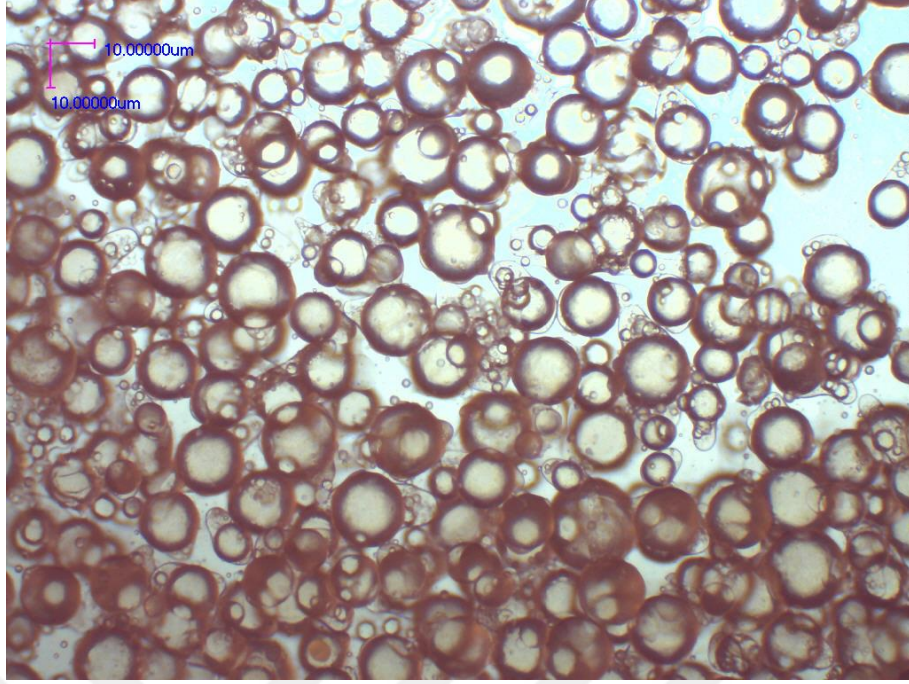


Şekil 4.8. Kenevir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları

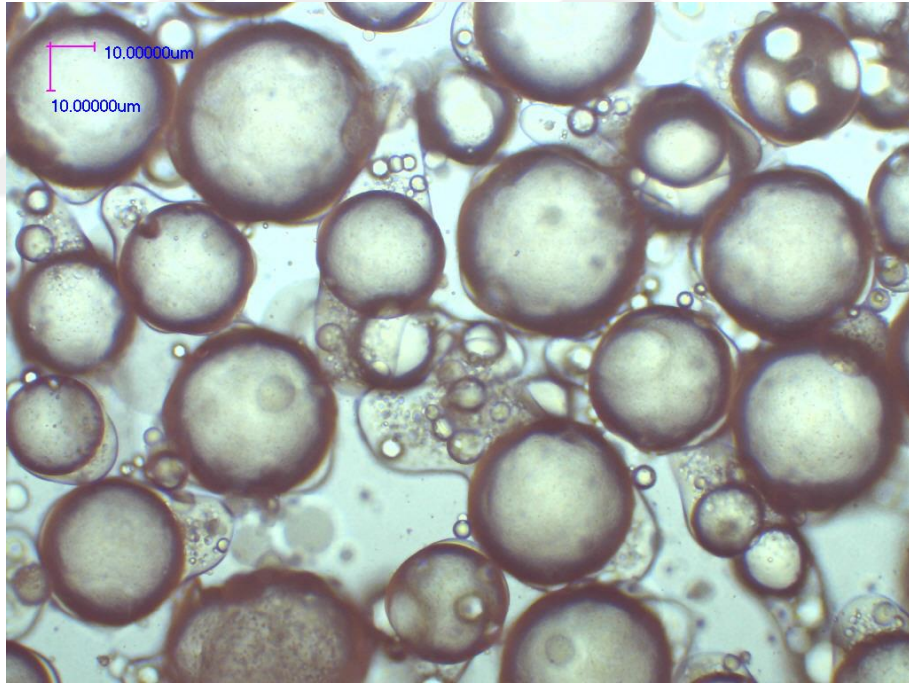
Kenevir yağındaki 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 730 cm^{-1} C-H alkendir. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait C-N gerilme pikidir. 3442 cm^{-1} jelatindeki N-H gerilmesidir. 3442 cm^{-1} sodyum aljinat -OH bandıdır. 1232 cm^{-1} estere ait C-O bandıdır (Okur vd., 2018). 1232 cm^{-1} estere ait C-O sodyum aljinat bandıdır. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait olan C-N gerilme pikine aittir. 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 730 cm^{-1} C-H Alken kenevir yağını gösterir.

4.1.4.3. Kenevir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları

Kenevir yağı-JE/ALJ optik mikroskop analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.9 ve Şekil 4.10'da gösterilmiştir.



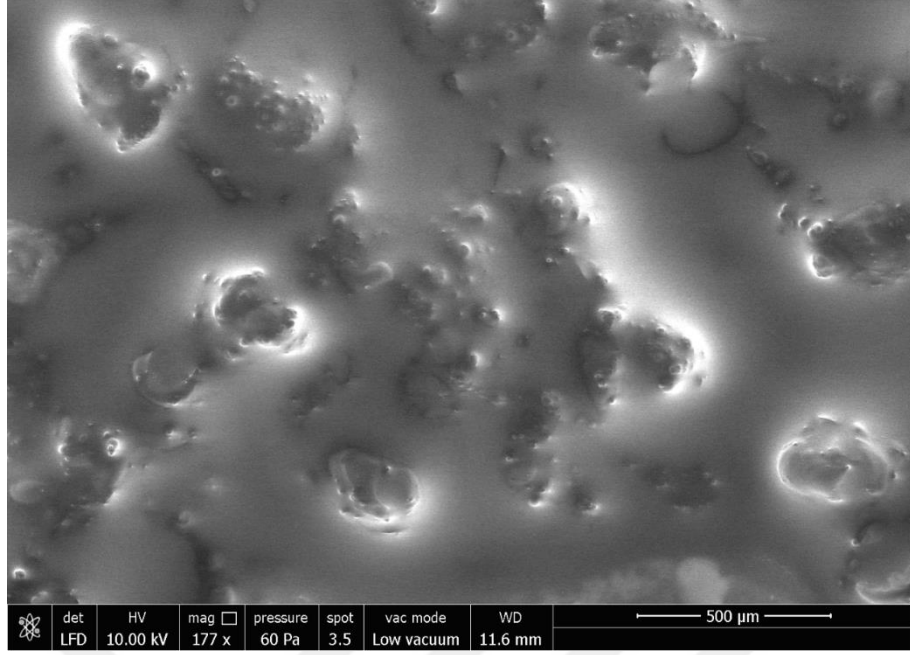
Şekil 4.9. Kenevir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü



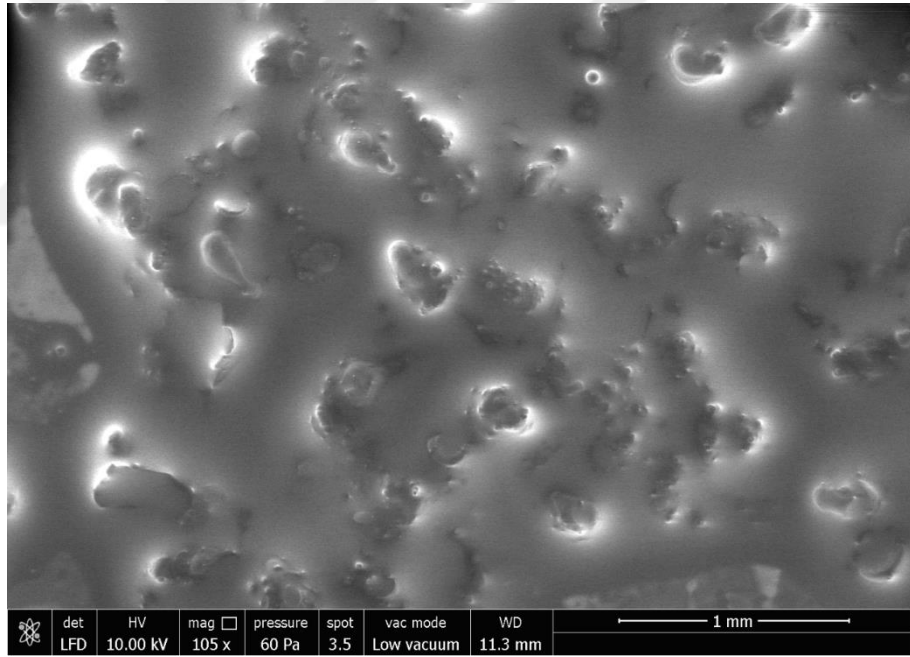
Şekil 4.10. Kenevir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü

4.1.4.4. Kenevir Yağı-JE/ALJ SEM Analizi Sonuçları

Kenevir yağı-JE/ALJ SEM analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.11 ve Şekil 4.12’de gösterilmiştir.



Şekil 4.11. Kenevir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü

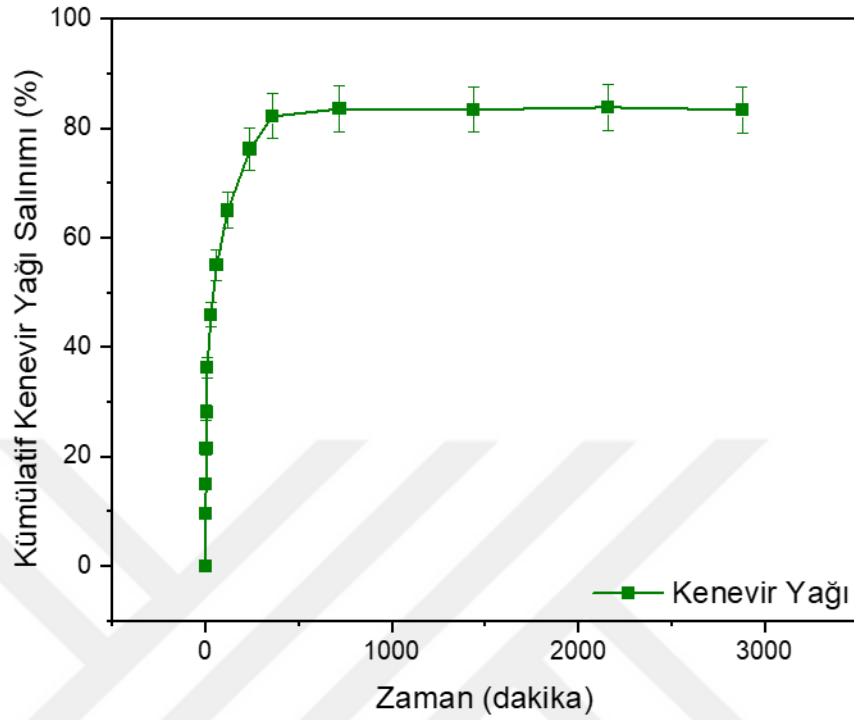


Şekil 4.12. Kenevir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü

4.1.4.5. Kenevir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri

Kenevir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin hekzan ortamında incelenen salınım özellikleri Şekil 4.13'te gösterilmiştir. 1. dakikada %9,515 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %45,942 olarak, 60. dakikada %55,005

olarak, 360. dakikada %82,194 olarak ve 720. dakikada %83,406 olarak bulunmuştur.



Şekil 4.13. Kenevir Yağı-JE/ALJ salınım grafiği

4.1.5. Kenevir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları

Jelatin ve Arap zamkı duvar materyalinde kenevir yağı içeren mikrokapsüller için oluşturulan deney tasarımı ve elde edilen deneysel verim ve hesaplanan verim değerleri Çizelge 4.7’de gösterilmiştir.

Çizelge 4.7. Kenevir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları

Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°C)	Surfaktan Derişimi (%a/h)	Deneysel Verim (%EV)	Hesaplanan Verim (%EV)
1000,000	50,000	0,300	50,610	48,029
1250,000	55,000	0,500	59,360	59,857
1250,000	55,000	0,500	59,050	59,857
1500,000	60,000	0,300	62,780	62,779
1500,000	50,000	0,700	63,850	63,284
1000,000	60,000	0,700	51,850	52,944
1250,000	55,000	0,500	58,720	59,857
1250,000	46,835	0,500	52,520	56,687
1250,000	55,000	0,500	59,890	59,857
1250,000	55,000	0,827	66,850	66,481
1658,250	55,000	0,500	58,550	59,797
1250,000	55,000	0,173	58,950	62,557
1250,000	63,165	0,500	61,480	60,533
841,750	55,000	0,500	34,580	36,584
1000,000	60,000	0,300	49,820	49,024
1000,000	50,000	0,700	49,960	48,609
1250,000	55,000	0,500	59,660	59,857
1500,000	60,000	0,700	65,780	66,999
1500,000	50,000	0,300	64,850	62,404
1250,000	55,000	0,500	61,980	59,857
R-kare Model Uyumsuzluğu (p>0,050)			%96,070 0,072	

Elde edilen sonuçlar üzerinden hesaplanan ANOVA değerleri Çizelge 4.8’de gösterilmiştir.

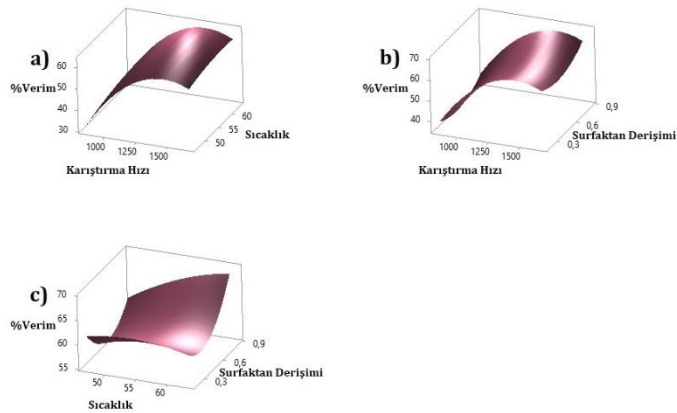
Çizelge 4.8. Kenevir Yağı-JE/AZ için ANOVA sonuçları

Kaynak	sd	Adj SS	Adj MS	F-Değeri	P-Değeri
Model	11	1037,940	94,358	17,800	0,000
Bloklar	2	18,210	9,106	1,720	0,240
Doğrusal	3	703,110	234,370	44,210	0,000
Karıştırma Hızı	1	665,000	664,998	125,450	0,000
Sıcaklık	1	18,230	18,232	3,440	0,101
Surfaktan Derişimi	1	19,880	19,880	3,750	0,089
Kare	3	310,800	103,599	19,540	0,000
Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı	1	253,460	253,456	47,810	0,000
Sıcaklık*Sıcaklık	1	2,890	2,889	0,550	0,481
Surfaktan Derişimi*Surfaktan Derişimi	1	40,200	40,202	7,580	0,025
2-Yönlü Etkileşim	3	5,820	1,939	0,370	0,780
Karıştırma Hızı*Sıcaklık	1	0,190	0,192	0,040	0,854
Karıştırma Hızı*Surfaktan Derişimi	1	0,050	0,048	0,010	0,926
Sıcaklık*Surfaktan Derişimi	1	5,580	5,578	1,050	0,335
Hata	8	42,410	5,301		
Uyum Eksikliği	5	38,980	7,797	6,830	0,072
Saf Hata	3	3,420	1,141		
Toplam	19	1080,340			

Yapılan analiz sonucunda ulaşılan model önemlidir ($p < 0,050$). Model ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Karıştırma hızı, ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Bunun yanında sıcaklık ve surfaktan derişimi doğrusallık göstermemektedir ($p > 0,050$). Modelde kare önemlidir ($p < 0,050$) ve Sıcaklık*Sıcaklık ve Surfaktan Derişimi*Surfaktan Derişimi önemlilik göstermemektedir ($p > 0,050$). 2-Yönlü Etkileşim önemlilik göstermemektedir ($p > 0,050$). Uyum eksikliğinin p değeri 0,072 ($p > 0,050$) bulunmuştur. Uyum eksikliği değerinin $p > 0,050$ olması veriyle modelin uyduğu göstermektedir. R^2 değeri %96,070 bulunmuştur. Analiz sonucu elde edilen hesaplanan enkapsülasyon verimini gösteren eşitlik denklem 3'te verilmiştir.

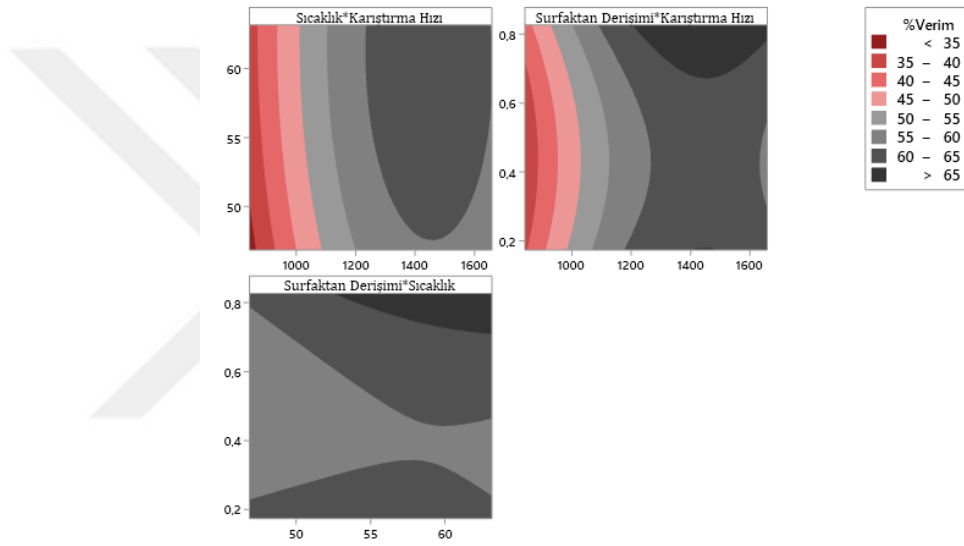
$$\begin{aligned} \%EV = & - 131,3 + 0,2095 \text{ Karıştırma Hızı} + 2,03 \text{ Sıcaklık} - 85,4 \\ & \text{Surfaktan Derişimi} - 0,000070 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Karıştırma Hızı} - \\ & 0,0187 \text{ Sıcaklık} * \text{Sıcaklık} + 43,6 \text{ Surfaktan Derişimi} * \text{Surfaktan} \\ & \text{Derişimi} - 0,000124 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Sıcaklık} + 0,0015 \text{ Karıştırma} \\ & \text{Hızı} * \text{Surfaktan Derişimi} + 0,835 \text{ Sıcaklık} * \text{Surfaktan Derişimi} \end{aligned} \quad (3)$$

Kompleks koaservasyon yöntemi ile enkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (çekirdek maddesi miktarı, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak kenevir yağı-JE/AZ enkapsülasyon verimliliği için bağımsız değişkenler ile nasıl ilişkili olduğu üç boyutlu yüzey grafikleri; Şekil 4.14'te gösterilmiştir.



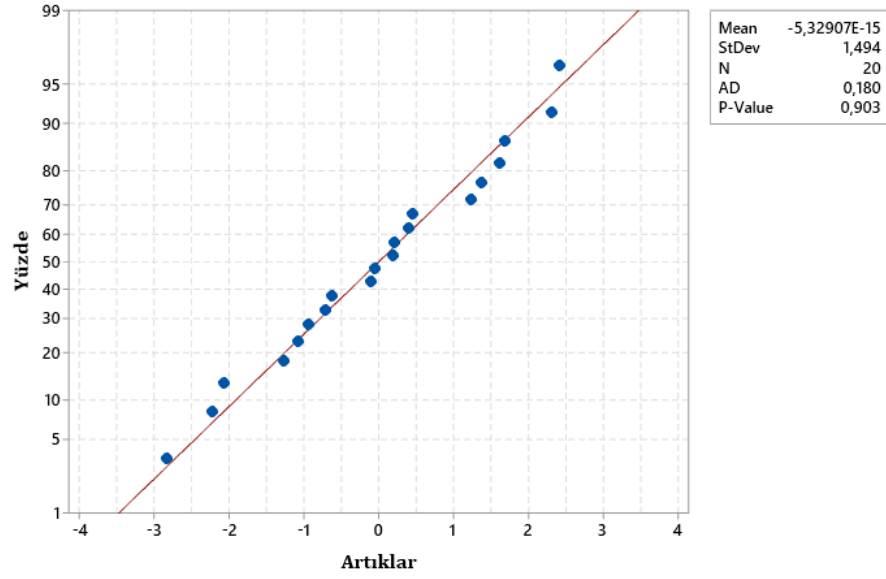
Şekil 4.14. Kenevir Yağı-JE/AZ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği

Şekil 4.13a incelendiğinde karıştırma hızı ve sıcaklığın birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.13b incelendiğinde karıştırma hızı ve surfaktan derişiminin birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.13c incelendiğinde sıcaklık ve surfaktan derişiminin birlikte belirli bir noktaya kadar artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve içbükey bir yapı gözlenmiştir. Mikroenkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği ilişkisi Şekil 4.15'te kontur grafiklerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.15. Kenevir Yağı-JE/AZ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontur grafikleri

Artıkların dağılımı incelenmiş ve yapılan normallik testi grafiği Şekil 4.16'da gösterilmiştir.



Şekil 4.16. Kenevir Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiği

Grafiğin analizinde artıkların ortalaması ve standart sapması $0,000 \pm 1,494$ ($n=20$) bulunmuştur. Normallik testlerinden biri olan AD testine göre $p=0,903$ bulunmuştur. Artıklar normal dağılım göstermektedir.

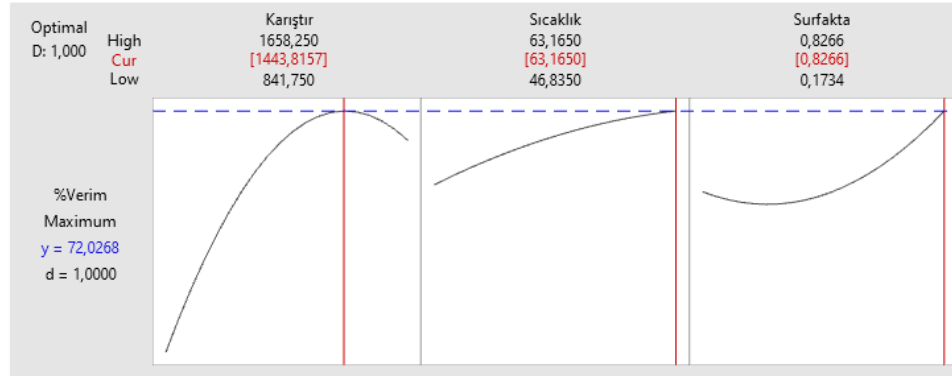
4.1.5.1. Kenevir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu

Kenevir-JE/AZ için maksimize olarak optimizasyonu sonucunda çoklu yanıt tahmini Çizelge 4.9'da verilmiştir.

Çizelge 4.9. Kenevir Yağı-JE/AZ için çoklu yanıt tahmini

Değişken				
Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°C)		Surfaktan Derişimi (%a/h)	
1443,820	63,165		0,827	
Cevap	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI
%Verim	72,026	3,590	(63,750; 80,310)	(62,190; 81,860)

Optimizasyon sonucunda elde edilen optimizasyon grafiği Şekil 4.17'de gösterilmiştir.



Şekil 4.17. Kenevir Yağı-JE/AZ optimizasyon grafiği

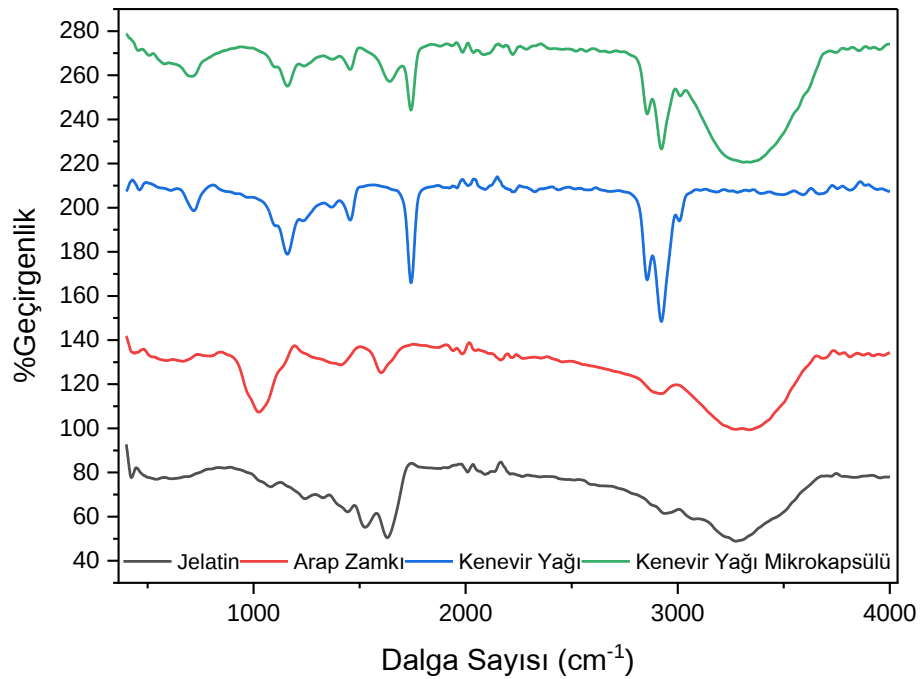
Optimize edilen parametrelerle üretilen kenevir yağı mikrokapsüllerinin teorik ve deneysel %EV sonuçları Çizelge 4.10'da verilmiştir.

Çizelge 4.10. Kenevir Yağı-JE/AZ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu

Çekirdek-Duvar:	Kenevir-JE/AZ
Maksimize Edilen Teorik %EV:	%72,026
Deneysel %EV:	%71,351

4.1.5.2. Kenevir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları

Kenevir yağı-JE/AZ FT-IR analizi sonuçları Şekil 4.18'de gösterilmiştir.

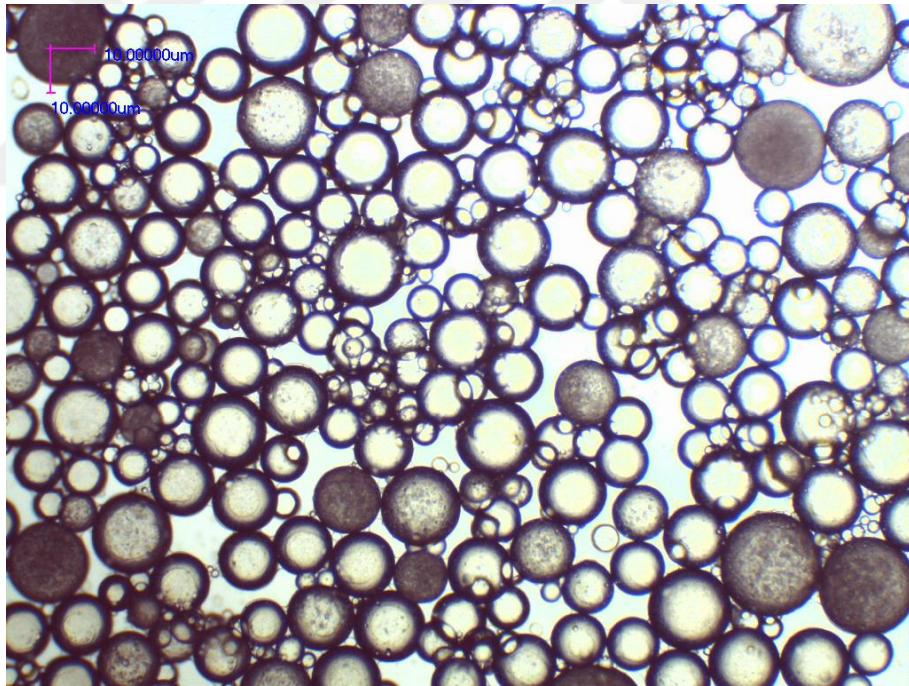


Şekil 4.18. Kenevir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları

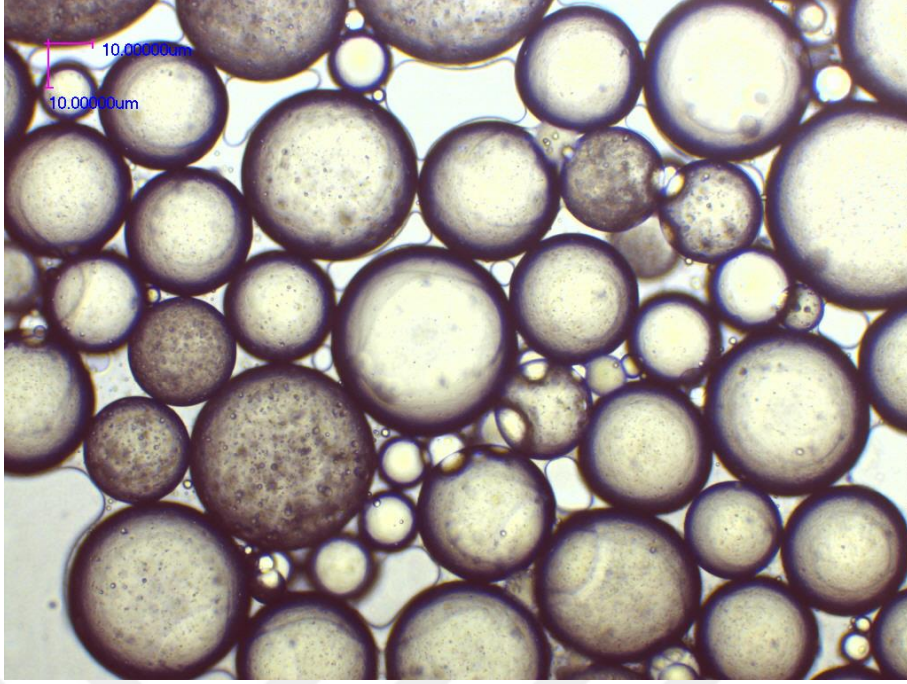
Kenevir yağındaki 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 730 cm^{-1} C-H alkendir. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait C-N gerilme pikidir. 3442 cm^{-1} jelatindeki N-H gerilmesidir. 1028 cm^{-1} 'deki bant karakteristik Arap zamkına aittir. 3442 cm^{-1} Arap zamkı -OH bandıdır. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait olan C-N gerilme pikine aittir. 1028 cm^{-1} deki bant Arap zamkına aittir. 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 730 cm^{-1} C-H alken kenevir yağının varlığını gösterir. 1653 cm^{-1} dalga sayısı jelatin ve Arap zamkının birleşip kompleks koaservasyon işleminin gerçekleştiğini gösterir (Özerdem, 2011).

4.1.5.3. Kenevir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları

Kenevir yağı-JE/AZ optik mikroskop analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.19 ve Şekil 4.20'de gösterilmiştir.



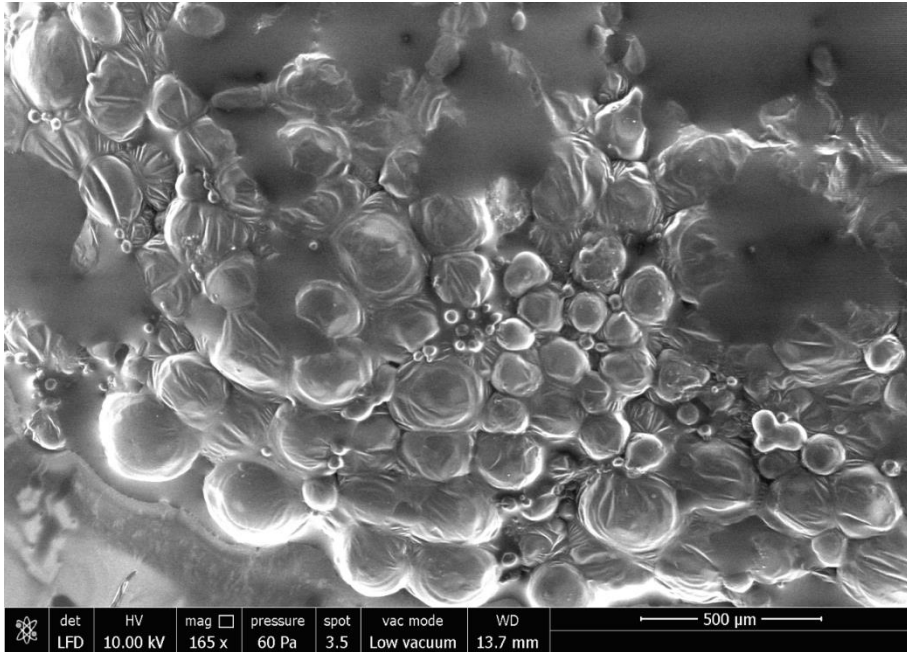
Şekil 4.19. Kenevir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü



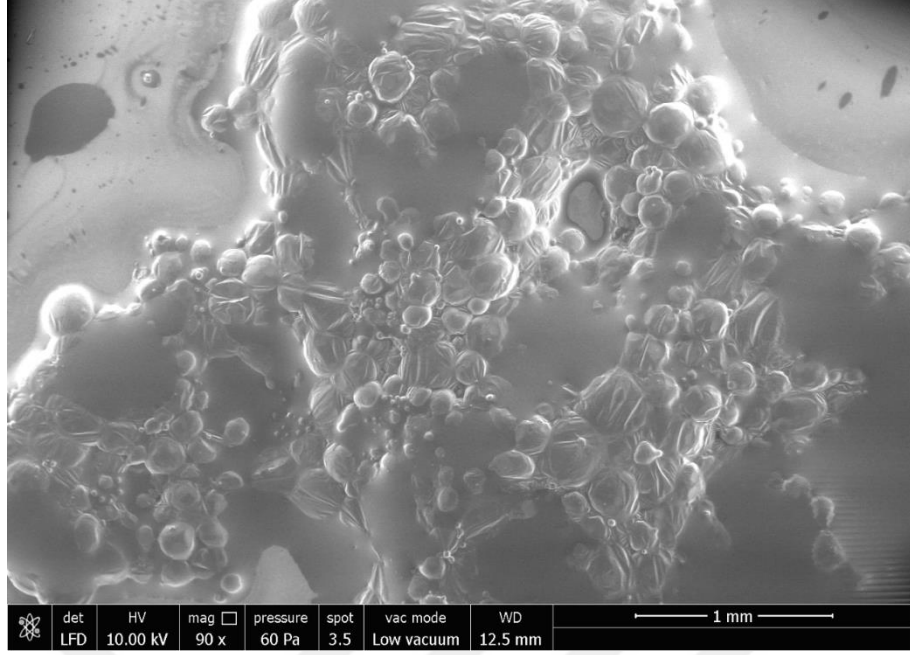
Şekil 4.20. Kenevir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü

4.1.5.4. Kenevir Yağı-JE/AZ SEM Analizi Sonuçları

Kenevir yağı-JE/AZ SEM analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.21 ve Şekil 4.22'de gösterilmiştir.



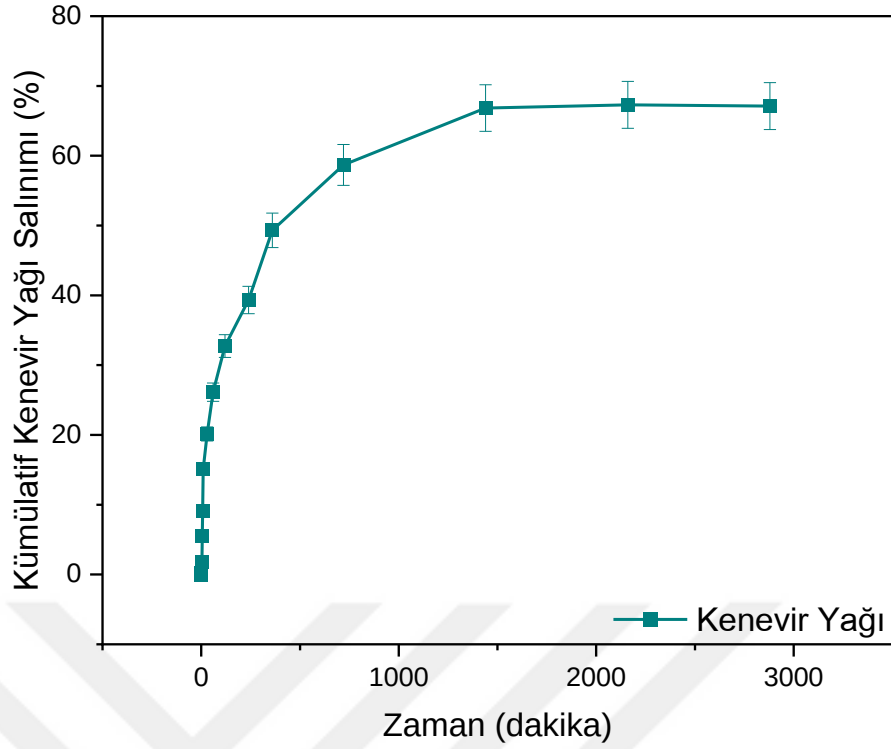
Şekil 4.21. Kenevir Yağı-JE/AZ SEM Mikroskop Görüntüsü



Şekil 4.22. Kenevir Yağı-JE/AZ SEM Mikroskop Görüntüsü

4.1.5.5. Kenevir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri

Kenevir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin hekzan ortamında incelenen salınım özellikleri Şekil 4.23'te gösterilmiştir. 1. dakikada %0,289 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %20,140 olarak, 60. dakikada %26,128 olarak, 360. dakikada %49,319 olarak ve 720. dakikada %58,689 olarak, 2160. dakikada %67,282 olarak bulunmuştur.

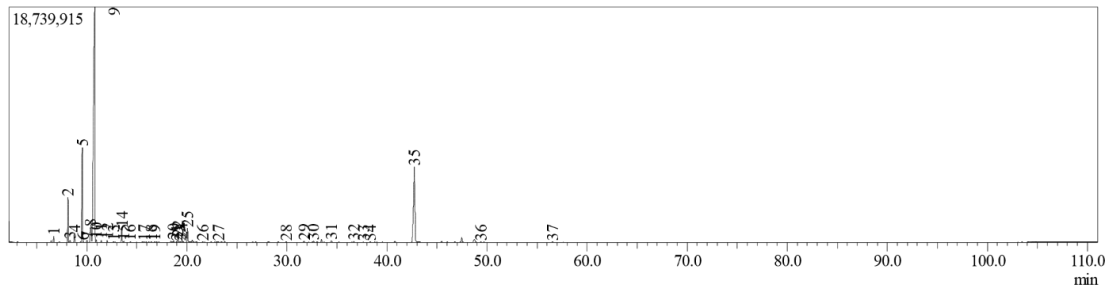


Şekil 4.23. Kenevir Yağı-JE/AZ salınım grafiği

4.2. Eleme Yağı-Deney tasarımlarından elde edilen sonuçlar, optimizasyon, karakterizasyon

4.2.1. Eleme GC Uçucu Yağ Bileşenleri

GC analiz sonuçlarında eleme yağının GC kromatogramı Şekil 4.24'te gösterilmiştir.



Şekil 4.24. Eleme yağı GC kromatogramı

GC analiz sonuçlarında eleme yağının GC analizinden elde edilen içerik analizi Çizelge 4.11'de gösterilmiştir.

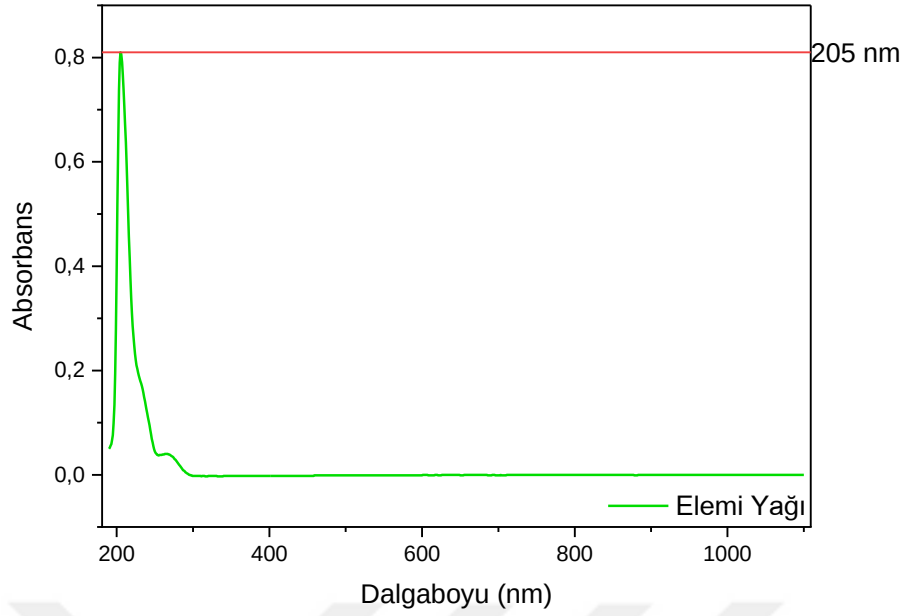
Çizelge 4.11. Eleme yağı GC sonuçları

Pik#	R.Time	Adı	Alan	%Alan
1	6,689	.ALPHA.-PINENE, (-)-	1803297	0,57
2	8,112	.beta.-Phellandrene	14640680	4,59
3	8,314	Pinene <beta->	640323	0,20
4	8,758	.beta.-Myrcene	2932952	0,92
5	9,544	Phellandrene <alpha->	35628840	11,18
6	9,636	.DELTA.3-Carene	170793	0,05
7	10,002	.ALPHA. TERPINENE	800325	0,25
8	10,366	p-Cymene	4521181	1,42
9	10,781	dl-Limonene	181577719	56,98
10	10,929	cis-Ocimene	636443	0,20
11	11,432	.BETA. OCIMENE Y	634620	0,20
12	12,023	.gamma.-Terpinene	627925	0,20
13	12,669	trans-Sabinene hydrate	166606	0,05
14	13,481	.ALPHA.-TERPINOLENE	4483424	1,41
15	13,697	1-Methyl-4-isopropenylbenzene	322392	0,10
16	14,316	Linalool	145652	0,05
17	15,697	trans-Sabinene hydrate	124373	0,04
18	16,424	cis-p-Mentha-2,8-dien-1-ol	135074	0,04
19	16,788	trans-Sabinene hydrate	114472	0,04
20	18,656	Cyclohexene, 1,3-dimethyl-	552266	0,17
21	18,975	2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-	67199	0,02
22	19,098	4-Terpineol	1550044	0,49
23	19,335	cis-p-Mentha-1(7),8-dien-2-ol	29263	0,01
24	19,513	Benzeneethanol, .alpha.,.alpha.-dimethyl-, acetate	834096	0,26
25	20,055	.BETA. FENCHYL ALCOHOL	5604292	1,76
26	21,594	trans-Carveol	139544	0,04
27	23,126	d-Carvone	199216	0,06
28	29,910	.alpha.-Cubebene	92886	0,03
29	31,700	Copaene <alpha->	479671	0,15
30	32,655	(-)-.beta.-Elemene	370503	0,12
31	34,432	Caryophyllene	604975	0,19
32	36,675	.alpha.-Humulene	341009	0,11
33	37,663	(-)-Spathulenol	101958	0,03
34	38,310	GERMACRENE-D	267448	0,08
35	42,726	Elemol	57006650	17,89
36	49,376	Guaiyl acetate	54668	0,02
37	56,551	1-PHELLANDRENE	271394	0,09
			318674173	100,00

Çizelge 4.11. incelendiğinde büyük ölçüde dl-Limonene (%56,98), elemol (%17,89), phellandrene <alpha-> (%11,18), .beta.-Phellandrene (%4,59) ve diğer bileşikler içerdiği görülmüştür.

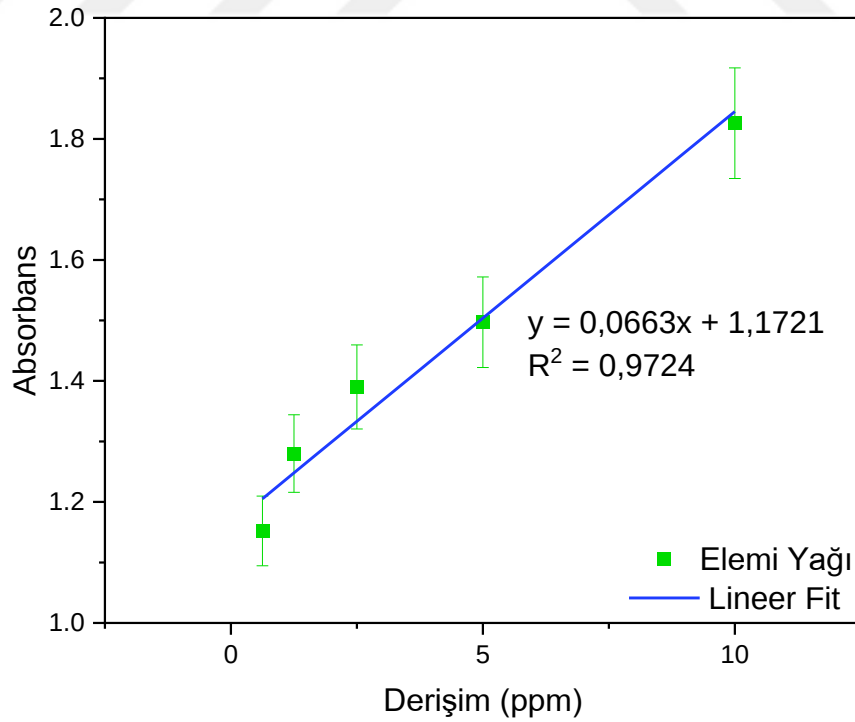
4.2.2. Eleme Yağının Dalga Boyu Taraması ve Kalibrasyon Seti

Eleme yağı içeren mikrokapsüllerin hekzan ortamındaki salınım davranışlarını incelemek üzere öncelikle kenevir yağı hekzan ile seyreltilerek dalga boyu taraması yapılmıştır. Elde edilen dalga boyu taraması grafiği Şekil 4.25'te verilmiştir.



Şekil 4.25. Elemi yağı dalga boyu taraması grafiği

Elemi yağının hekzan ortamında 10 ppm, 5 ppm, 2,5 ppm, 1,25 ppm, 0,625 ppm olarak hazırlanan çözeltilerinin absorbans değerleri ile çizilen kalibrasyon grafiği Şekil 4.26'da verilmiştir.



Şekil 4.26. Elemi yağının hekzan ortamında hazırlanan kalibrasyon grafiği

4.2.3. Eleme Yağı- JE/ALJ deney tasarımı sonuçları

Jelatin ve sodyum aljinat duvar materyalinde eleme yağı içeren mikrokapsüller için oluşturulan deney tasarımı ve elde edilen deneysel verim ve hesaplanan verim değerleri Çizelge 4.12’de gösterilmiştir.

Çizelge 4.12. Eleme Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları

Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°C)	Surfaktan Derişimi (%a/h)	Deneysel Verim (%EV)	Hesaplanan Verim (%EV)
1000,000	50,000	0,300	30,920	30,393
1250,000	55,000	0,500	50,670	50,447
1250,000	55,000	0,500	50,740	50,447
1500,000	60,000	0,300	52,470	53,544
1500,000	50,000	0,700	54,860	53,628
1000,000	60,000	0,700	36,550	36,987
1250,000	55,000	0,500	49,410	50,447
1250,000	46,835	0,500	42,250	44,673
1250,000	55,000	0,500	50,890	50,447
1250,000	55,000	0,827	47,740	48,861
1658,250	55,000	0,500	52,170	53,105
1250,000	55,000	0,173	45,670	45,339
1250,000	63,165	0,500	51,190	49,581
841,750	55,000	0,500	24,850	24,789
1000,000	60,000	0,300	35,780	37,139
1000,000	50,000	0,700	36,290	35,353
1250,000	55,000	0,500	49,360	50,447
1500,000	60,000	0,700	52,240	52,892
1500,000	50,000	0,300	49,470	49,168
1250,000	55,000	0,500	50,580	50,447
R-kare Model Uyumsuzluğu (p>0,05)			%98,660 0,103	

Elde edilen sonuçlar üzerinden hesaplanan ANOVA değerleri Çizelge 4.13’te gösterilmiştir.

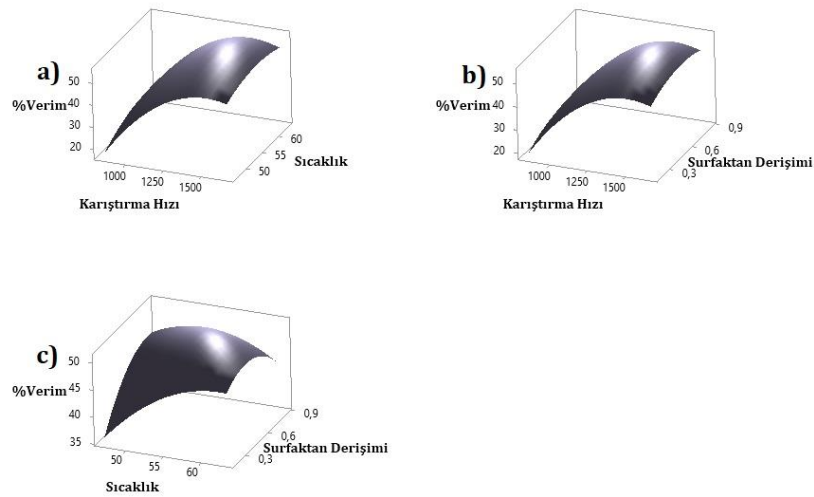
Çizelge 4.13. Eleme Yağı-JE/ALJ için ANOVA sonuçları

Kaynak	sd	Adj SS	Adj MS	F-Değeri	P-Değeri
Model	11	1308,910	118,992	53,660	0,000
Bloklar	2	0,970	0,483	0,220	0,809
Doğrusal	3	1023,100	341,034	153,790	0,000
Karıştırma Hızı	1	976,640	976,640	440,420	0,000
Sıcaklık	1	30,300	30,298	13,660	0,006
Surfaktan Derişimi	1	16,160	16,163	7,290	0,027
Kare	3	268,860	89,619	40,410	0,000
Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı	1	246,910	246,907	111,340	0,000
Sıcaklık*Sıcaklık	1	20,480	20,475	9,230	0,016
Surfaktan Derişimi*Surfaktan Derişimi	1	20,660	20,661	9,320	0,016
2-Yönlü Etkileşim	3	15,980	5,328	2,400	0,143
Karıştırma Hızı*Sıcaklık	1	2,810	2,808	1,270	0,293
Karıştırma Hızı*Surfaktan Derişimi	1	0,120	0,120	0,050	0,822
Sıcaklık*Surfaktan Derişimi	1	13,060	13,056	5,890	0,041
Hata	8	17,740	2,218		
Uyum Eksikliği	5	15,900	3,180	5,180	0,103
Saf Hata	3	1,840	0,614		
Toplam	19	1326,650			

Yapılan analiz sonucunda ulaşılan model önemlidir ($p < 0,050$). Model ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Karıştırma hızı, sıcaklık ve surfaktan konsantrasyonu ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Modelde kare önemlidir ($p < 0,050$). Modelde Sıcaklık*Surfaktan Derişimi iki yönlü etkileşimi önemlidir ($p < 0,050$). Uyum eksikliğinin p değeri 0,103 ($p > 0,050$) bulunmuştur. Uyum eksikliği değerinin $p > 0,05$ olması veriyle modelin uyduğu göstermektedir. R^2 değeri %98,660 bulunmuştur. Analiz sonucu elde edilen hesaplanan enkapsülasyon verimini gösteren eşitlik denklem 4'te verilmiştir.

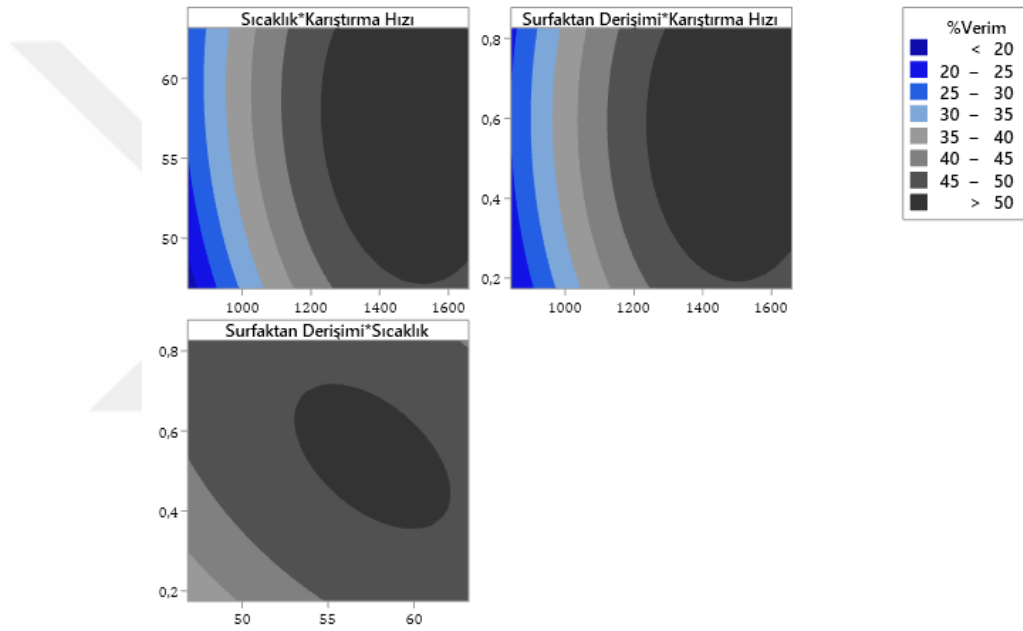
$$\begin{aligned} \%EV = & - 347,7 + 0,2345 \text{ Karıştırma Hızı} + 7,01 \text{ Sıcaklık} + 110,1 \text{ Surfaktan Derişimi} \\ & - 0,000069 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Karıştırma Hızı} - 0,0498 \text{ Sıcaklık} * \text{Sıcaklık} \\ & - 31,3 \text{ Surfaktan Derişimi} * \text{Surfaktan Derişimi} - 0,000474 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Sıcaklık} \\ & - 0,0025 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Surfaktan Derişimi} - 1,278 \text{ Sıcaklık} * \text{Surfaktan Derişimi} \end{aligned} \quad (4)$$

Kompleks koaservasyon yöntemi ile enkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak eleme yağı-JE/AZ enkapsülasyon verimliliği için bağımsız değişkenler ile nasıl ilişkili olduğu üç boyutlu yüzey grafikleri; Şekil 4.27'de gösterilmiştir.



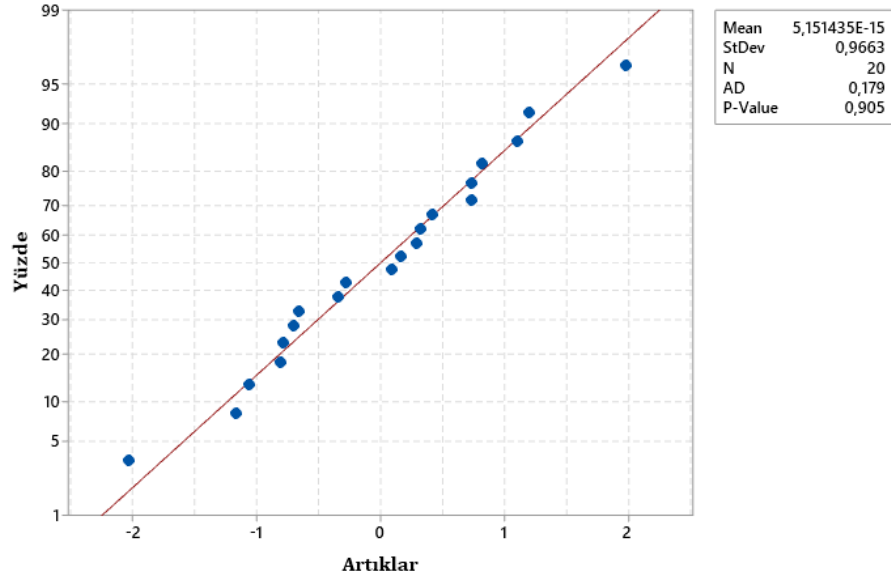
Şekil 4.27. Eleme Yağı-JE/ALJ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği

Şekil 4.27a incelendiğinde karıştırma hızı ve sıcaklığın birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.27b incelendiğinde karıştırma hızı ve surfaktan derişiminin birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.27c incelendiğinde sıcaklık ve surfaktan derişiminin birlikte belirli bir noktaya kadar artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Mikroenkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği ilişkisi Şekil 4.28’de kontur grafiklerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.28. Eleme Yağı-JE/ALJ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontur grafikleri

Artıkların dağılımı incelenmiş ve yapılan normallik testi grafiği Şekil 4.29’da gösterilmiştir.



Şekil 4.29. Elemi Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiği

Grafiğin analizinde artıkların ortalaması ve standart sapması $0,000 \pm 0,966$ ($n=20$) bulunmuştur. Normallik testlerinden biri olan AD testine göre $p=0,905$ bulunmuştur. Artıklar normal dağılım göstermektedir.

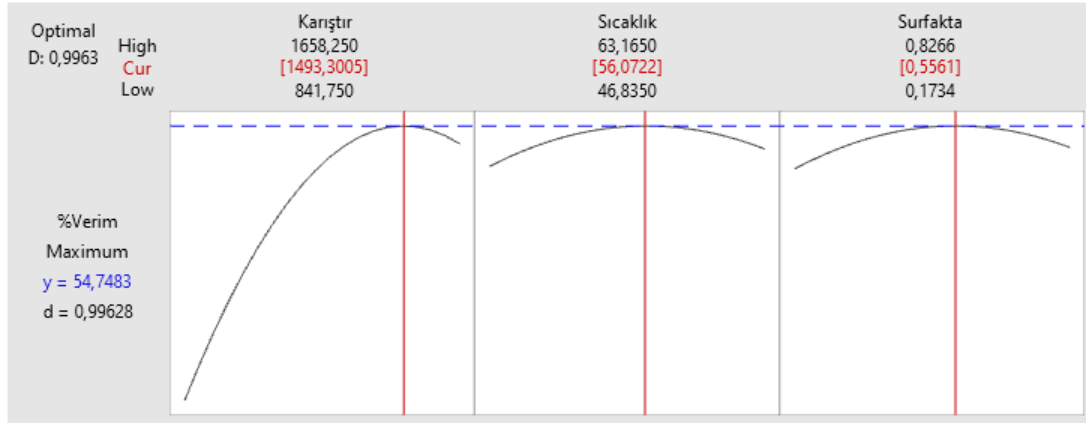
4.2.3.1. Elemi Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu

Elemi-JE/ALJ için maksimize olarak optimizasyonu sonucunda çoklu yanıt tahmini Çizelge 4.14'te verilmiştir.

Çizelge 4.14. Elemi Yağı-JE/ALJ için çoklu yanıt tahmini

Değişken				
Karıştırma Hızı (rpm)		Sıcaklık (°C)		Surfaktan Derişimi (%a/h)
1493,300		56,072		0,556
Cevap	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI
%Verim	54,748	0,679	(53,182; 56,315)	(50,974; 58,523)

Optimizasyon sonucunda elde edilen optimizasyon grafiği Şekil 4.30'da gösterilmiştir.



Şekil 4.30. Eleme Yağı-JE/ALJ optimizasyon grafiği

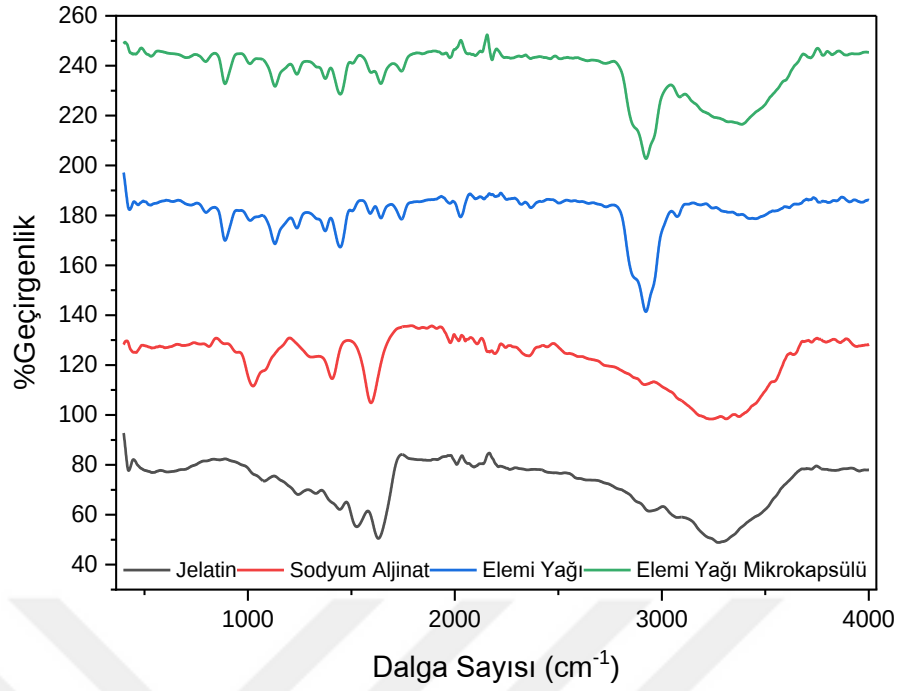
Optimize edilen parametrelerle üretilen eleme yağı mikrokapsüllerinin teorik ve deneysel %EV sonuçları Çizelge 4.15'te verilmiştir.

Çizelge 4.15. Eleme Yağı-JE/ALJ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu

Çekirdek-Duvar:	Eleme-JE/ALJ
Maksimize Edilen Teorik %EV:	%54,748
Deneysel %EV:	%53,294

4.2.3.2. Eleme Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları

Eleme yağı-JE/ALJ FT-IR analizi sonuçları Şekil 4.31'de gösterilmiştir.

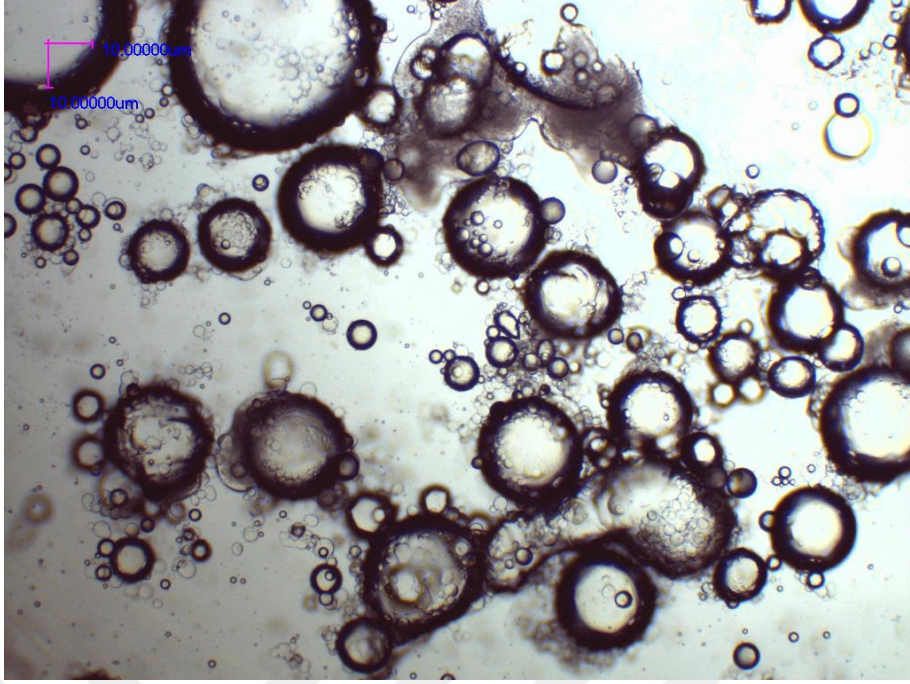


Şekil 4.31. Elemi Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları

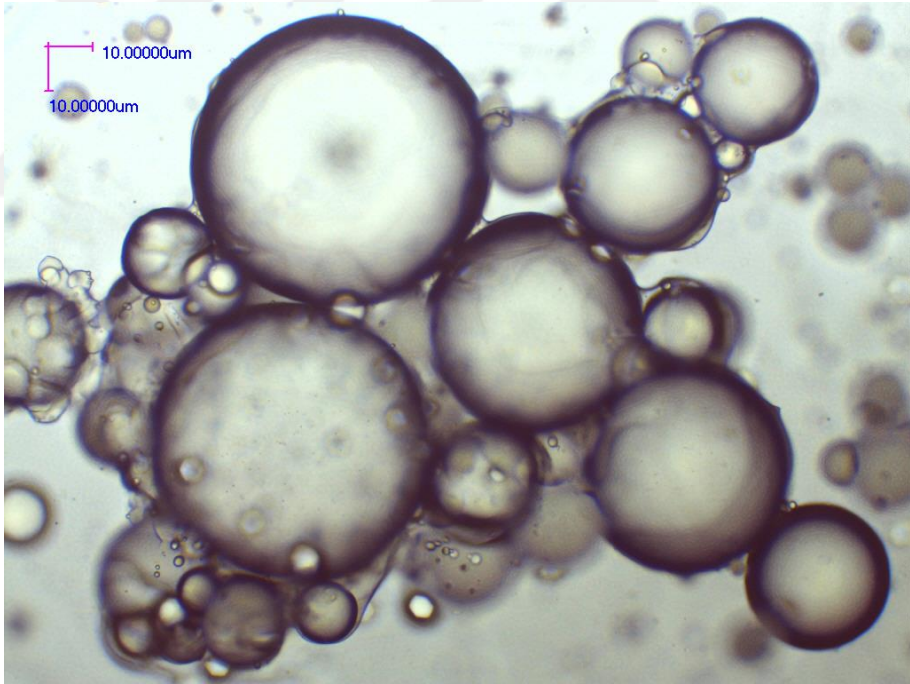
Elemi yağındaki 2880 cm^{-1} C-H alkan, 1140 cm^{-1} C-O ester, 870 cm^{-1} C-H alkendir. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait C-N gerilme pikidir. 3442 cm^{-1} jelatindeki N-H gerilmesidir. 3442 cm^{-1} sodyum aljinat -OH bandıdır. 1232 cm^{-1} estere ait C-O bandıdır (Okur vd., 2018). $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait olan C-N gerilme pikine aittir. 3442 cm^{-1} sodyum aljinat -OH bandıdır. 1232 cm^{-1} estere ait C-O bandıdır. 2880 cm^{-1} C-H alkan, 1140 cm^{-1} C-O ester, 870 cm^{-1} C-H Alken eleme yağının varlığını göstermektedir.

4.2.3.3. Elemi Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları

Eleme yağı-JE/ALJ optik mikroskop analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.32 ve Şekil 4.33'te gösterilmiştir.



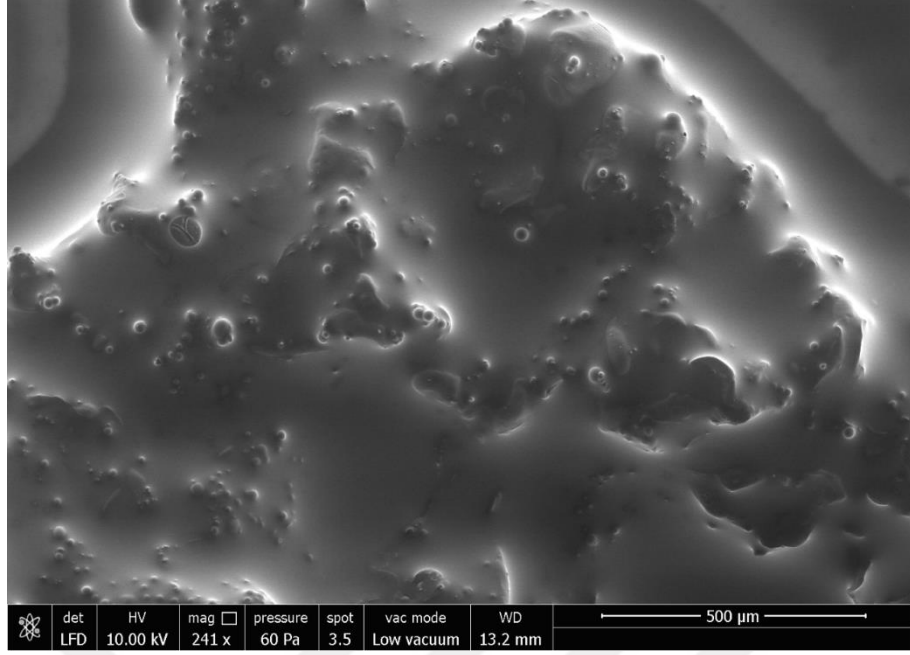
Şekil 4.32. Elemi Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü



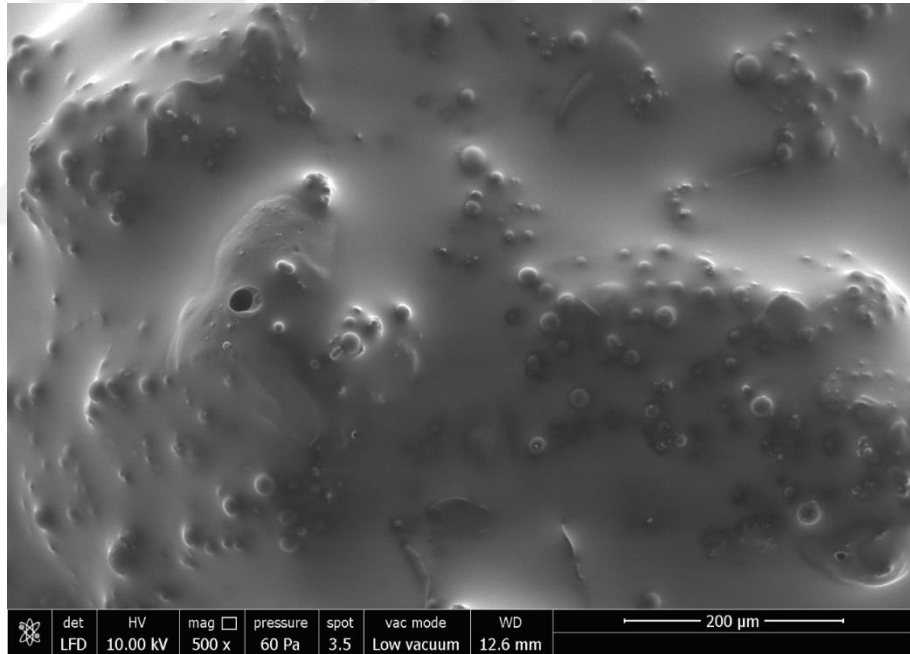
Şekil 4.33. Elemi Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü

4.2.3.4. Elemi Yağı-JE/ALJ SEM Analizi Sonuçları

Elemi yağı-JE/ALJ SEM analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.34 ve Şekil 4.35'te gösterilmiştir.



Şekil 4.34. Elemi Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü

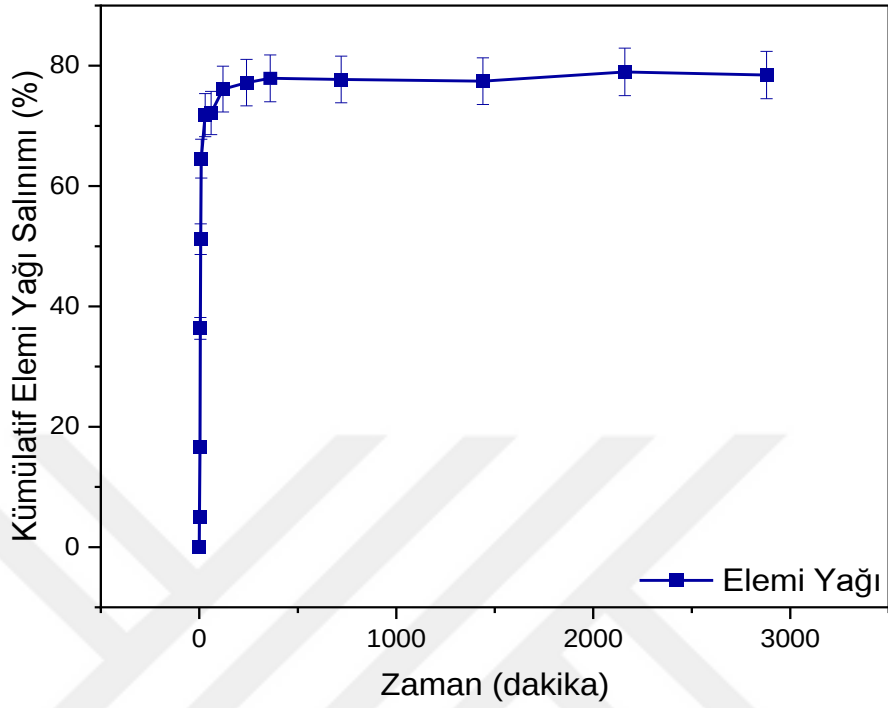


Şekil 4.35. Elemi Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü

4.2.3.5. Elemi Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri

Elemi Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin hekzan ortamında incelenen salınım özellikleri Şekil 4.36'da gösterilmiştir. 1. dakikada %5,049 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %71,791 olarak, 60. dakikada %72,144

olarak, 360. dakikada %77,909 olarak ve 720. dakikada %77,719 olarak, 2160. dakikada %78,968 olarak bulunmuştur.



Şekil 4.36. Eleme Yağı-JE/ALJ salınım grafiği

4.2.4. Eleme Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları

Jelatin ve Arap zambkı duvar materyalinde eleme yağı içeren mikrokapsüller için oluşturulan deney tasarımı ve elde edilen deneysel verim ve hesaplanan verim değerleri Çizelge 4.16'da gösterilmiştir.

Çizelge 4.16. Eleme Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları

Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°C)	Surfaktan Derişimi (%a/h)	DeneySEL Verim (%EV)	Hesaplanan Verim (%EV)
1000,000	50,000	0,300	36,460	34,684
1250,000	55,000	0,500	49,750	48,074
1250,000	55,000	0,500	48,970	48,074
1500,000	60,000	0,300	56,320	54,747
1500,000	50,000	0,700	55,250	53,267
1000,000	60,000	0,700	41,580	41,070
1250,000	55,000	0,500	48,350	48,074
1250,000	46,835	0,500	45,580	45,931
1250,000	55,000	0,500	48,260	48,074
1250,000	55,000	0,827	51,640	50,413
1658,250	55,000	0,500	56,480	55,460
1250,000	55,000	0,173	45,820	45,675
1250,000	63,165	0,500	50,630	48,908
841,750	55,000	0,500	31,180	30,668
1000,000	60,000	0,300	36,410	37,022
1000,000	50,000	0,700	40,450	40,652
1250,000	55,000	0,500	48,740	48,074
1500,000	60,000	0,700	54,170	54,575
1500,000	50,000	0,300	52,380	51,519
1250,000	55,000	0,500	48,380	48,074
R-kare Model Uyumsuzluğu (p>0,05)			%99,380 0,052	

Elde edilen sonuçlar üzerinden hesaplanan ANOVA değerleri Çizelge 4.17’de gösterilmiştir.

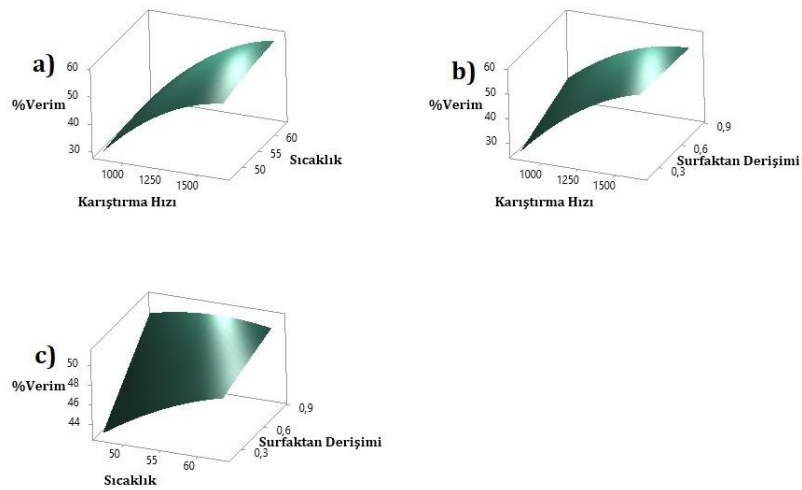
Çizelge 4.17. Eleme Yağı-JE/AZ için ANOVA sonuçları

Kaynak	sd	Adj SS	Adj MS	F-Değeri	P-Değeri
Model	11	920,744	83,704	115,770	0,000
Bloklar	2	5,197	2,598	3,590	0,077
Doğrusal	3	858,882	286,294	395,950	0,000
Karıştırma Hızı	1	819,563	819,563	1133,480	0,000
Sıcaklık	1	11,139	11,139	15,400	0,004
Surfaktan Derişimi	1	28,181	28,181	38,970	0,000
Kare	3	45,522	15,174	20,990	0,000
Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı	1	45,131	45,131	62,420	0,000
Sıcaklık*Sıcaklık	1	0,796	0,796	1,100	0,325
Surfaktan Derişimi*Surfaktan Derişimi	1	0,002	0,002	0,000	0,963
2-Yönlü Etkileşim	3	11,143	3,714	5,140	0,029
Karıştırma Hızı*Sıcaklık	1	0,396	0,396	0,550	0,480
Karıştırma Hızı*Surfaktan Derişimi	1	8,904	8,904	12,310	0,008
Sıcaklık*Surfaktan Derişimi	1	1,843	1,843	2,550	0,149
Hata	8	5,784	0,723		
Uyum Eksikliği	5	5,411	1,082	8,700	0,052
Saf Hata	3	0,373	0,124		
Toplam	19	926,528			

Yapılan analiz sonucunda ulaşılan model önemlidir ($p < 0,050$). Model ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Karıştırma hızı, surfaktan derişimi, karıştırma hızı ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Modelde kare önemlidir ($p < 0,050$) ve Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı ($p < 0,050$) kareleri önemli iken diğer kareler bir önemlilik göstermemektedir. Modelde iki yönlü etkileşim önemlidir. Karıştırma Hızı*Surfaktan Derişimi iki yönlü etkileşimi önemli iken diğer iki yönlü etkileşimler önemlilik göstermemektedir. Uyum eksikliğinin p değeri 0,052 ($p > 0,050$) bulunmuştur. Uyum eksikliği değerinin $p > 0,050$ olması veriyle modelin uyduğu göstermektedir. R^2 değeri %99,380 bulunmuştur. Analiz sonucu elde edilen hesaplanan enkapsülasyon verimini gösteren eşitlik denklem 5'te verilmiştir.

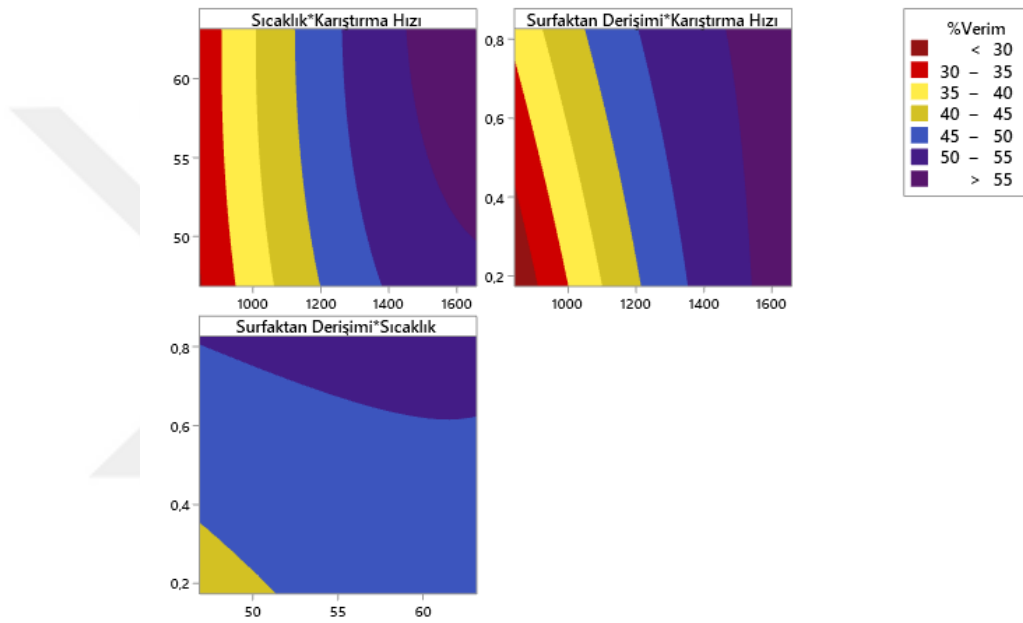
$$\begin{aligned} \%EV = & - 94,3 + 0,1061 \text{ Karıştırma Hızı} + 1,28 \text{ Sıcaklık} + 60,3 \text{ Surfaktan Derişimi} \\ & - 0,000030 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Karıştırma Hızı} - 0,00982 \text{ Sıcaklık} * \text{Sıcaklık} \\ & - 0,28 \text{ Surfaktan Derişimi} * \text{Surfaktan Derişimi} + 0,000178 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Sıcaklık} \\ & - 0,02110 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Surfaktan Derişimi} - 0,480 \text{ Sıcaklık} * \text{Surfaktan Derişimi} \end{aligned} \quad (5)$$

Kompleks koaservasyon yöntemi ile enkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği için bağımsız değişkenler ile nasıl ilişkili olduğu üç boyutlu yüzey grafikleri; Şekil 4.37'de gösterilmiştir.



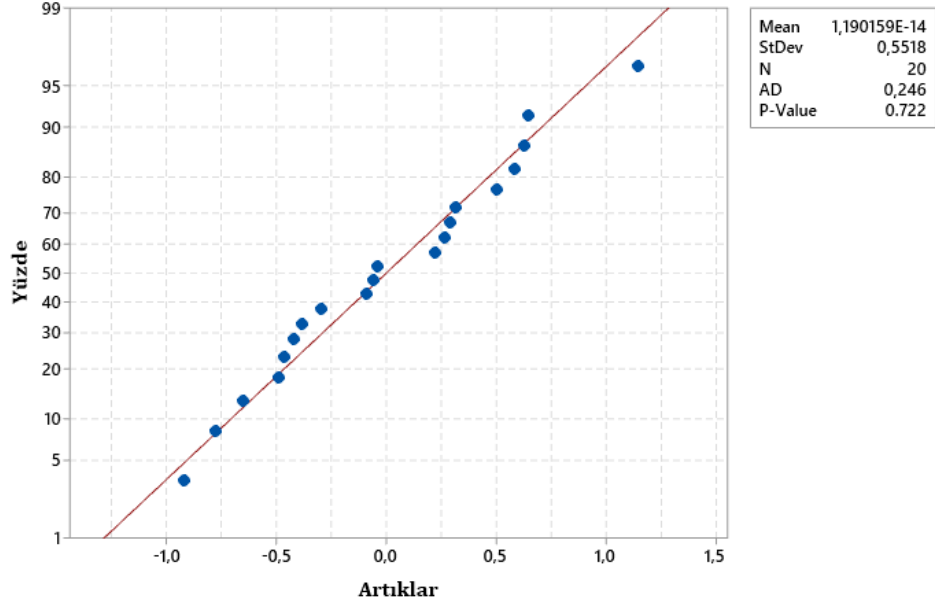
Şekil 4.37. Eleme Yağı-JE/AZ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği

Şekil 4.37a incelendiğinde karıştırma hızı ve sıcaklığın birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Şekil 4.37b incelendiğinde karıştırma hızı ve surfaktan derişiminin birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Şekil 4.37c incelendiğinde sıcaklık ve surfaktan derişiminin birlikte belirli bir noktaya kadar artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Mikroenkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği ilişkisi Şekil 4.38’de kontur grafiklerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.38. Eleme Yağı-JE/AZ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontur grafikleri

Artıkların dağılımı incelenmiş ve yapılan normallik testi grafiği Şekil 4.39’da gösterilmiştir.



Şekil 4.39. Elemi Yağı-JE/AZ için artıkların dağılımı grafiği

Grafiğin analizinde artıkların ortalaması ve standart sapması $0,000 \pm 0,551$ ($n=20$) bulunmuştur. Normallik testlerinden biri olan AD testine göre $p=0,722$ bulunmuştur. Artıklar normal dağılım göstermektedir.

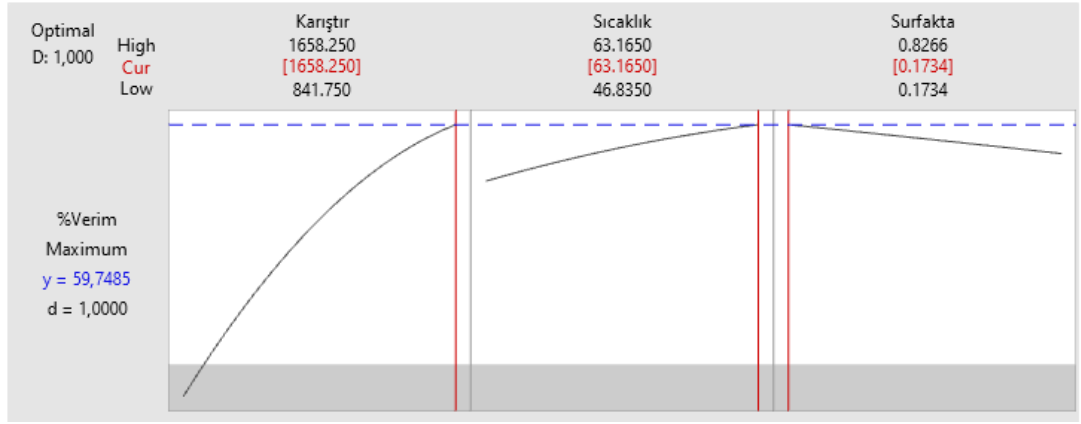
4.2.4.1. Elemi Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu

Elemi-JE/AZ için maksimize olarak optimizasyonu sonucunda çoklu yanıt tahmini Çizelge 4.18’de verilmiştir.

Çizelge 4.18. Elemi Yağı-JE/AZ için çoklu yanıt tahmini

Değişken					
Karıştırma Hızı (rpm)		Sıcaklık (°C)		Surfaktan Derişimi (%a/h)	
1658,250		63,165		0,173	
Cevap	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI	
%Verim	59,750	1,770	(55,660; 63,840)	(55,210; 64,290)	

Optimizasyon sonucunda elde edilen optimizasyon grafiği Şekil 4.40’da gösterilmiştir.



Şekil 4.40. Eleme Yağı-JE/AZ optimizasyon grafiği

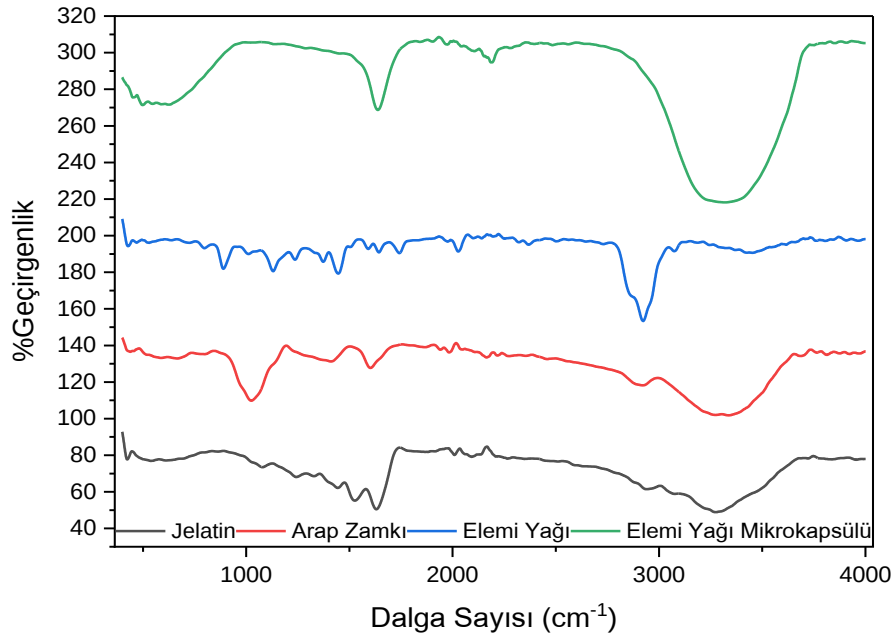
Optimize edilen parametrelerle üretilen eleme yağı mikrokapsüllerinin teorik ve deneysel %EV sonuçları Çizelge 4.19’da verilmiştir.

Çizelge 4.19. Eleme Yağı-JE/AZ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu

Çekirdek-Duvar:	Eleme-JE/AZ
Maksimize Edilen Teorik %EV:	%59,750
Deneysel %EV:	%58,386

4.2.4.2. Eleme Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları

Eleme yağı-JE/AZ FT-IR analizi sonuçları Şekil 4.41’de gösterilmiştir.

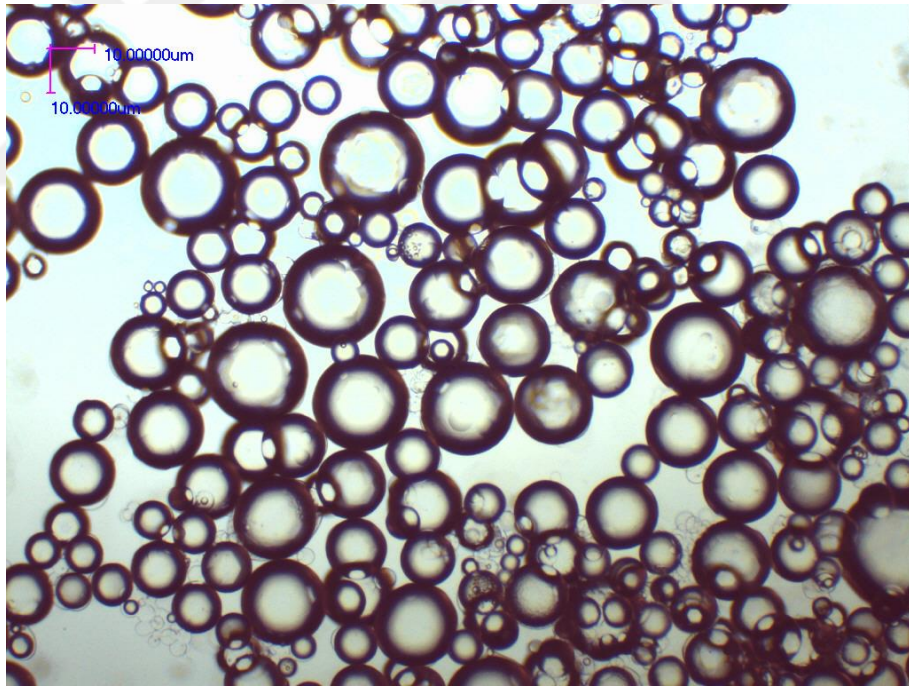


Şekil 4.41. Eleme Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları

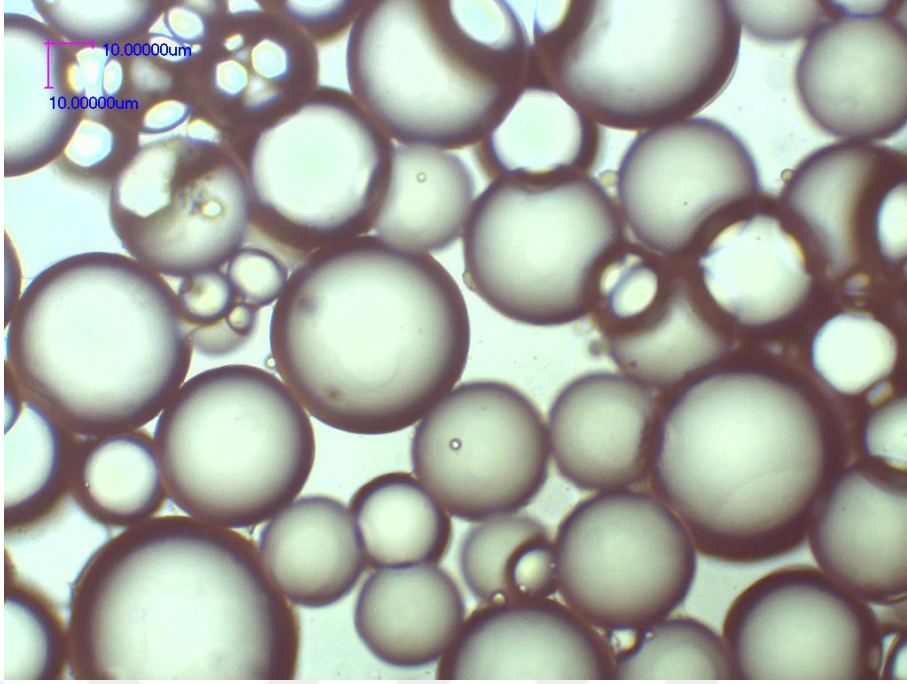
Elemi yağındaki 2880 cm^{-1} C-H alkan, 1140 cm^{-1} C-O ester, 870 cm^{-1} C-H alkendir. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait C-N gerilme pikidir. 3442 cm^{-1} jelatindeki N-H gerilmesidir. 1028 cm^{-1} 'deki bant karakteristik Arap zamkına aittir. 3442 cm^{-1} Arap zamkı -OH bandıdır. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait olan C-N gerilme pikine aittir. 3442 cm^{-1} jelatindeki N-H gerilmesidir. 1028 cm^{-1} deki bant Arap zamkına aittir. 2880 cm^{-1} C-H alkan, 1140 cm^{-1} C-O ester, 870 cm^{-1} C-H alken elemi yağının varlığını göstermektedir. 1653 cm^{-1} dalga sayısı jelatin ve Arap zamkının birleşip kompleks koaservasyon işleminin gerçekleştiğini gösterir (Özerdem, 2011).

4.2.4.3. Elemi Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları

Elemi yağı-JE/AZ optik mikroskop analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.42 ve Şekil 4.43'te gösterilmiştir.



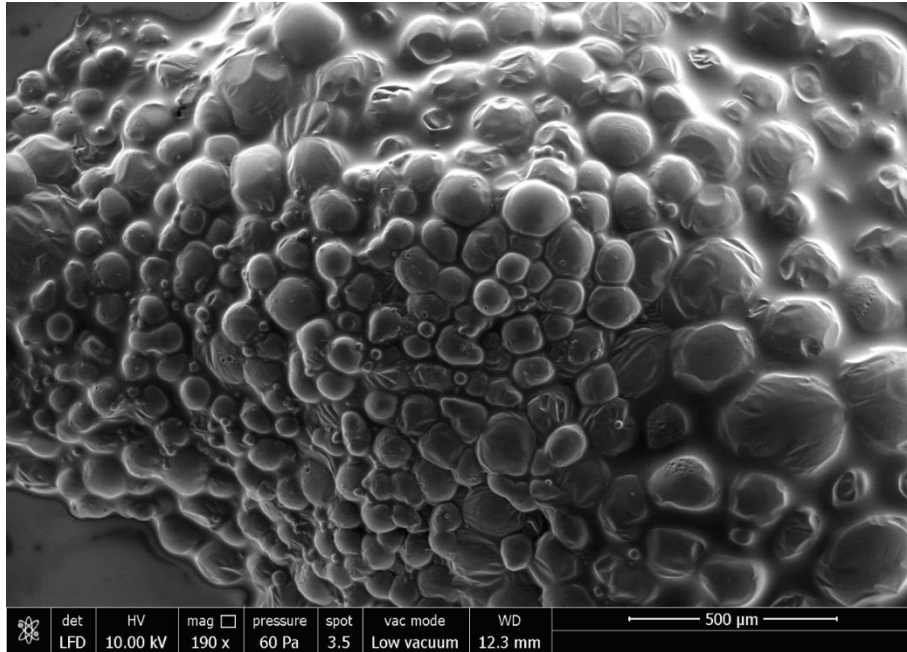
Şekil 4.42. Elemi Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü



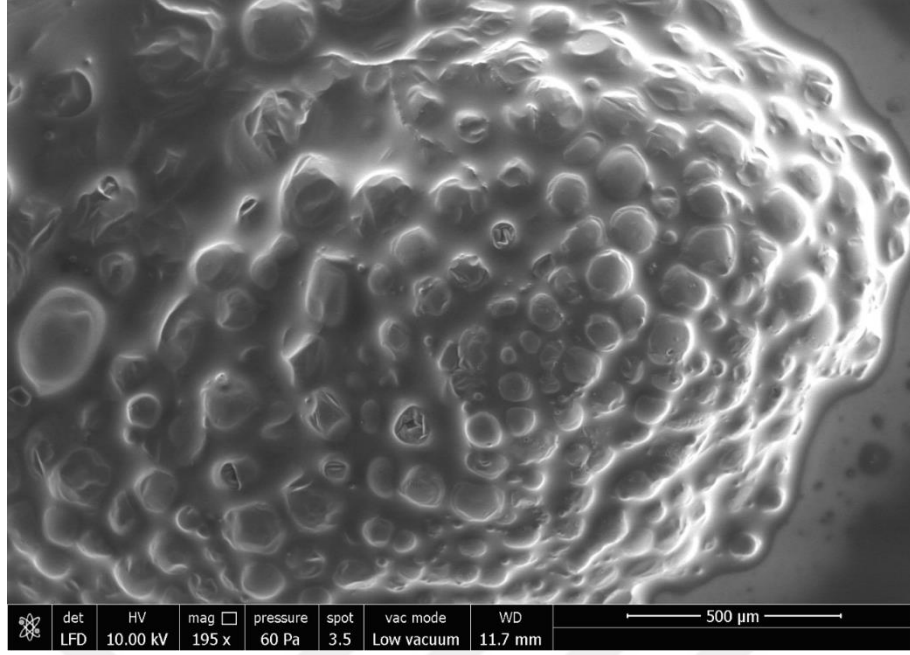
Şekil 4.43. Elemi Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü

4.2.4.4. Elemi Yağı-JE/AZ SEM Analizi Sonuçları

Elemi yağı-JE/AZ SEM analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.44 ve Şekil 4.45'te gösterilmiştir.



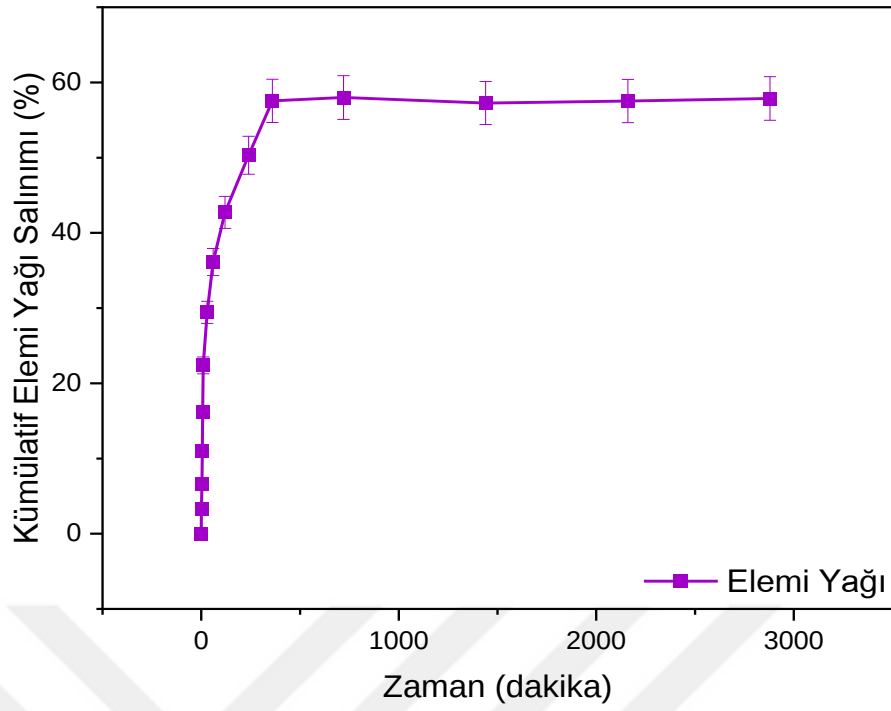
Şekil 4.44. Elemi Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü



Şekil 4.45. Eleme Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü

4.2.4.5. Eleme Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri

Eleme Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin hekzan ortamında incelenen salınım özellikleri Şekil 4.46'da gösterilmiştir. 1. dakikada %3,239 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %29,438 olarak, 60. dakikada %36,126 olarak, 360. dakikada %57,547 olarak ve 720. dakikada %57,990 olarak bulunmuştur.



Şekil 4.46. Elemi Yağı-JE/AZ salınım grafiği

4.3. Aspir Yağı-Deney tasarımlarından elde edilen sonuçlar, optimizasyon, karakterizasyon

4.3.1. Aspir Yağ Asidi

Aspir yağına yapılan yağ asidi analizi sonucu elde edilen sonuçlar Çizelge 4.20’de gösterilmiştir.

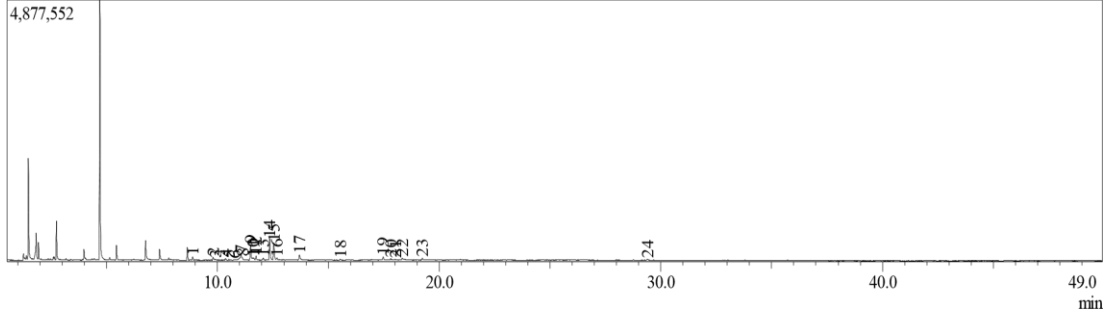
Çizelge 4.20. Aspir yağ asidi analizi sonuçları

% Yağ Asidi Profili			
1	C4:0	butirik	
2	C6:0	kaproik	
3	C8:0	kaprilik	
4	C10:0	kaprik	
5	C11:0	undekanoik	
6	C12:0	laurik	
7	C13:0	tridekanoik	
8	C14:0	miristik	
9	C14:1	miristoleik	
10	C15:0	pentadekanoik	
11	C15:1	c-10-pentadekanoik	
12	C16:0	palmitik	6,420
13	C16:1	palmitoleik	
14	C17:0	heptadekanoik	
15	C17:1	c-10 heptadekanoik	
16	C18:0	stearik	2,410
17	C18:1n9t	elaidik	
18	C18:1n9c	oleik	33,320
19	C18:2nt9,12	linolelaidik	
20	C18:2nc9,12	linoleik	55,800
21	c20:0	araşidik	
22	C18:3n6,9,12	gama linolenik	0,410
23	c20:1	c11eikozenoik	0,100
24	C18:3ncis	linolenik	0,210
25	c21:0	heneikozanoik	0,090
26	C20:2	c11 14-eikozadienoik	0,020
27	C22:0	behenic	0,300
28	C20:3n6	c8,11 14-eikozatrienoik	
29	C22:1n9	erukik	
30	C20:3n3	c11,14,17-eikozatrienoik	
31	C20:4n6	araşidonik	
32	C23:0	trikozenoik	
33	C22:2	c13-16 dokozenoik	0,280
34	C24:0	lingoserik	0,130
35	C20:5n3	c5,8 eikozapentaenoik	
36	C24:1	nervonik	
37	C22:6n3	dokozahekzaenoik	

Çizelge 4.20 incelendiğinde büyük ölçüde linoleik (%55,800), oleik (%33,320), palmitik (%6,420) ve diğer yağ asitlerini içerdiği görülmüştür.

4.3.2. Aspir Uçucu Yağ Bileşenleri

GC analiz sonuçlarında aspir yağının GC kromatogramı Şekil 4.47’de gösterilmiştir.



Şekil 4.47. Aspir Yağı GC kromatogramı

Aspir yağına yapılan yağ asidi analizi sonucu elde edilen sonuçlar Çizelge 4.21’de gösterilmiştir.

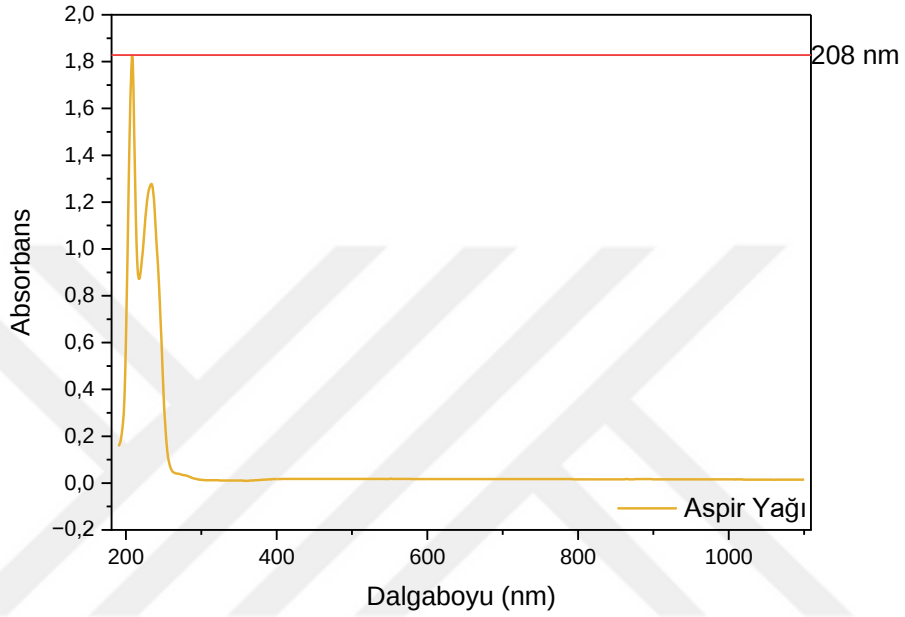
Çizelge 4.21. Aspir yağı uçucu yağ bileşenleri analizi sonuçları

Pik	R.Zamanı	Adı	Alan	%Alan
1	8,884	.ALPHA.-PINENE, (-)-	174260	3,220
2	9,803	CIS-HEPT-2-ENAL	155272	2,870
3	9,916	DROXY-PHENYL-METHYL)-2,3-DIMETHYL- OCTAN-	38970	0,720
4	10,371	Sabinene	80446	1,480
5	10,522	2-.BETA.-PINENE	53550	0,990
6	10,746	1 OCTEN 3 OL	33724	0,620
7	11,063	Furan, 2-pentyl-	355301	6,560
8	11,130	n-Hexanoic acid	73417	1,350
9	11,498	Decane	831850	15,350
10	11,595	n-Octanal	92784	1,710
11	11,640	l-Phellandrene	134930	2,490
12	11,743	.DELTA.3-Carene	221987	4,100
13	12,067	.ALPHA.-TERPINOLENE	97370	1,800
14	12,357	p cymene	1172163	21,630
15	12,545	Limonene	955228	17,630
16	12,683	EUCALYPTOL (1,8-CINEOLE)	93847	1,730
17	13,700	2 OCTENAL	293589	5,420
18	15,539	Nonanal	46507	0,860
19	17,476	Isomenthone	177581	3,280
20	17,825	Cyclohexanone, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-	69474	1,280
21	18,027	3-p-Menthanol	31873	0,590
22	18,340	L-(-)-Menthhol	89885	1,660
23	19,245	n-Dodecane	92478	1,710
24	29,403	1-Tridecene	51791	0,960
			5418277	100,00

Çizelge 4.21 incelendiğinde aspir uçucu yağ bileşenlerinde büyük ölçüde p cymene (%21,630), limonene (%17,630), decane (%15,350), 2 OCTENAL (%5,420) ve diğer bileşikler içerdiği görülmüştür.

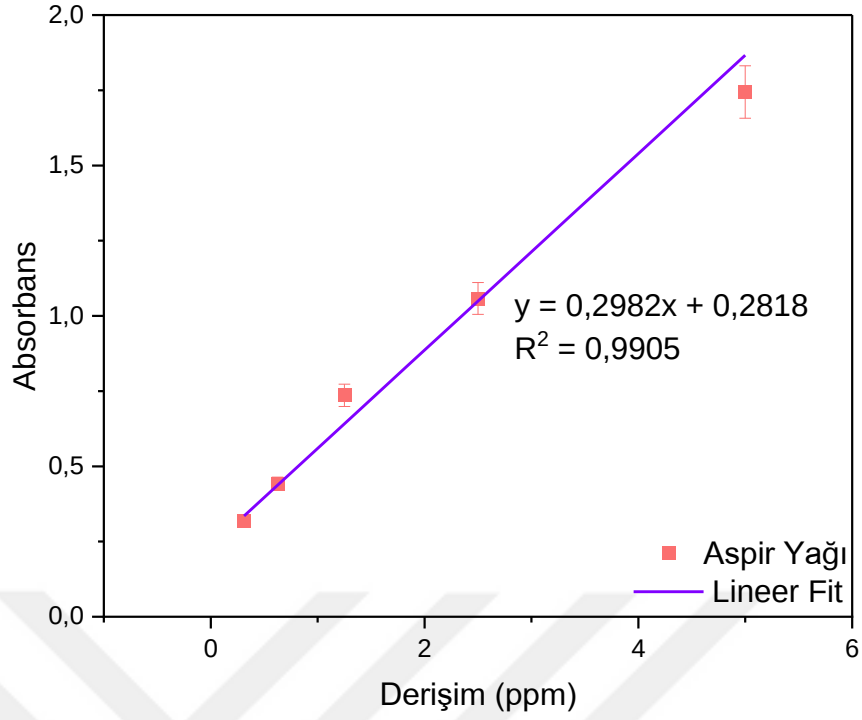
4.3.3. Aspir Yağının Dalga Boyu Taraması ve Kalibrasyon Seti

Aspir yağı içeren mikrokapsüllerin hekzan ortamındaki salınım davranışlarını incelemek üzere öncelikle kenevir yağı hekzan ile seyreltilerek dalga boyu taraması yapılmıştır. Elde edilen dalga boyu taraması grafiği Şekil 4.48’de verilmiştir.



Şekil 4.48. Aspir yağı dalga boyu taraması grafiği

Elemi yağının hekzan ortamında 5,000 ppm, 2,500 ppm, 1,250 ppm, 0,625 ppm, 0,313 ppm olarak hazırlanan çözeltilerinin absorbans değerleri ile çizilen kalibrasyon grafiği Şekil 4.49’da verilmiştir.



Şekil 4.49. Aspir yağının hekzan ortamında hazırlanan kalibrasyon grafiği

4.3.4. Aspir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları

Jelatin ve sodyum aljinat duvar materyalinde aspir yağı içeren mikrokapsüller için oluşturulan deney tasarımı ve elde edilen deneysel verim ve hesaplanan verim değerleri Çizelge 4.22’de gösterilmiştir.

Çizelge 4.22. Aspir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçları

Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°C)	Surfaktan Derişimi (%a/h)	Deneysel Verim (%EV)	Hesaplanan Verim (%EV)
1000,000	50,000	0,300	45,850	41,953
1250,000	55,000	0,500	50,050	51,597
1250,000	55,000	0,500	50,410	51,597
1500,000	60,000	0,300	51,480	49,088
1500,000	50,000	0,700	52,480	50,368
1000,000	60,000	0,700	46,780	45,813
1250,000	55,000	0,500	50,300	51,597
1250,000	46,835	0,500	45,420	48,863
1250,000	55,000	0,500	55,850	51,597
1250,000	55,000	0,827	52,850	52,578
1658,250	55,000	0,500	46,360	48,537
1250,000	55,000	0,173	46,420	50,338
1250,000	63,165	0,500	50,850	51,051
841,750	55,000	0,500	31,120	32,656
1000,000	60,000	0,300	39,480	40,613
1000,000	50,000	0,700	37,980	39,393
1250,000	55,000	0,500	50,500	51,597
1500,000	60,000	0,700	51,480	54,388
1500,000	50,000	0,300	52,850	52,828
1250,000	55,000	0,500	50,860	51,597
R-kare Model Uyumsuzluğu (p>0,05)			%89,000 0,270	

Elde edilen sonuçlar üzerinden hesaplanan ANOVA değerleri Çizelge 4.23'te gösterilmiştir.

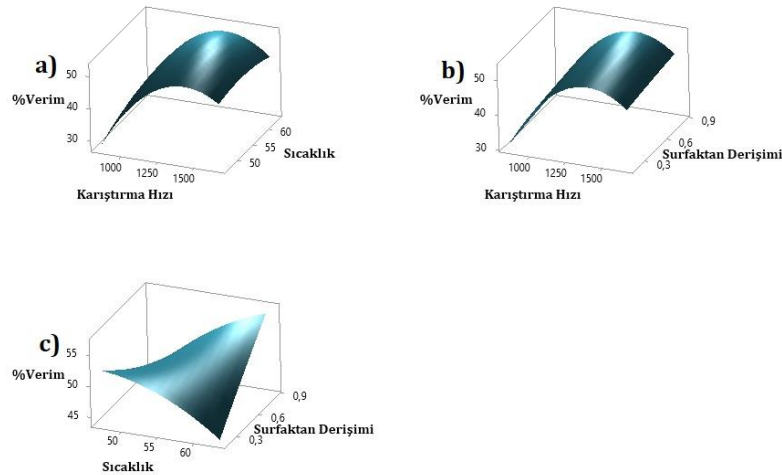
Çizelge 4.23. Aspir Yağı-JE/ALJ için ANOVA sonuçları

Kaynak	sd	Adj SS	Adj MS	F-Değeri	P-Değeri
Model	11	593,348	53,941	5,890	0,009
Bloklar	2	20,467	10,233	1,120	0,374
Doğrusal	3	311,328	103,776	11,320	0,003
Karıştırma Hızı	1	298,496	298,496	32,570	0,000
Sıcaklık	1	5,977	5,977	0,650	0,443
Surfaktan Derişimi	1	6,855	6,855	0,750	0,412
Kare	3	228,481	76,160	8,310	0,008
Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı	1	226,194	226,194	24,680	0,001
Sıcaklık*Sıcaklık	1	5,002	5,002	0,550	0,481
Surfaktan Derişimi*Surfaktan Derişimi	1	0,037	0,037	0,000	0,951
2-Yönlü Etkileşim	3	33,071	11,024	1,200	0,369
Karıştırma Hızı*Sıcaklık	1	2,880	2,880	0,310	0,590
Karıştırma Hızı*Surfaktan Derişimi	1	0,005	0,005	0,000	0,982
Sıcaklık*Surfaktan Derişimi	1	30,186	30,186	3,290	0,107
Hata	8	73,322	9,165		
Uyum Eksikliği	5	57,792	11,558	2,230	0,270
Saf Hata	3	15,531	5,177		
Toplam	19	666,670			

Yapılan analiz sonucunda ulaşılan model önemlidir ($p < 0,050$). Model ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Karıştırma hızı, ($p < 0,050$) doğrusallık göstermektedir. Modelde kare önemlidir ($p < 0,050$) ve Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı ($p < 0,050$) karesi önemli iken diğer karelerde bir önemlilik göstermemektedir. Modelde iki yönlü etkileşim önemlilik göstermemektedir. Uyum eksikliğinin p değeri 0,270 ($p > 0,050$) bulunmuştur. Uyum eksikliği değerinin $p > 0,050$ olması veriyle modelin uyduğu göstermektedir. R^2 değeri %89,000 bulunmuştur. Analiz sonucu elde edilen hesaplanan enkapsülasyon verimini gösteren eşitlik denklem 6'da verilmiştir.

$$\begin{aligned} \%EV = & -139 + 0,2106 \text{ Karıştırma Hızı} + 2,47 \text{ Sıcaklık} - 102,6 \text{ Sürfaktan} \\ & \text{Derişimi} - 0,000066 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Karıştırma Hızı} - 0,0246 \\ & \text{Sıcaklık} * \text{Sıcaklık} - 1,3 \text{ Sürfaktan Derişimi} * \text{Sürfaktan Derişimi} - \\ & 0,000480 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Sıcaklık} + 0,0005 \text{ Karıştırma} \\ & \text{Hızı} * \text{Sürfaktan Derişimi} + 1,94 \text{ Sıcaklık} * \text{Sürfaktan Derişimi} \end{aligned} \quad (6)$$

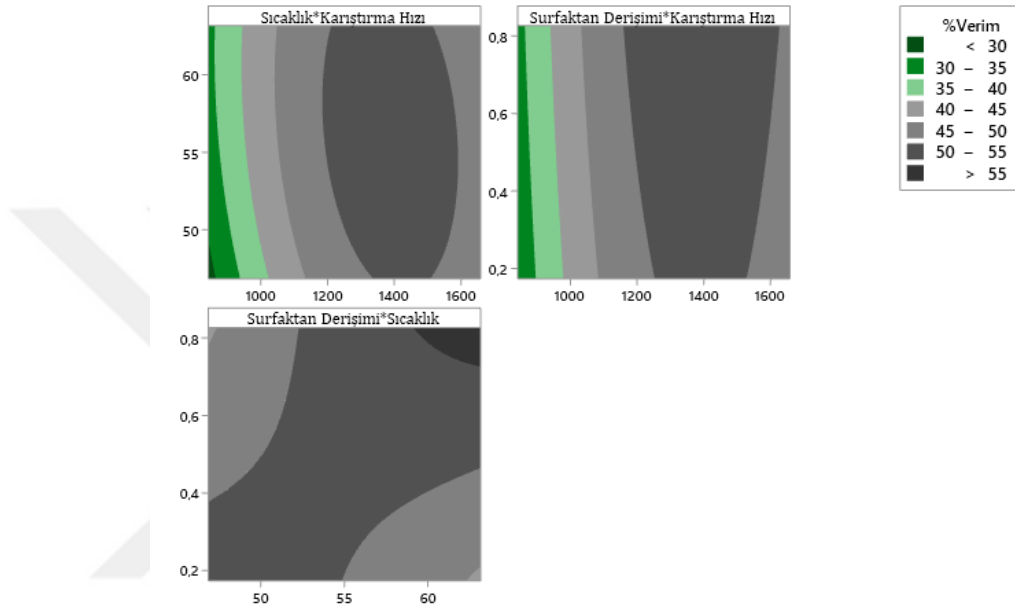
Kompleks koaservasyon yöntemi ile enkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği için bağımsız değişkenler ile nasıl ilişkili olduğu üç boyutlu yüzey grafikleri; Şekil 4.50'de gösterilmiştir.



Şekil 4.50. Aspir Yağı-JE/ALJ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği

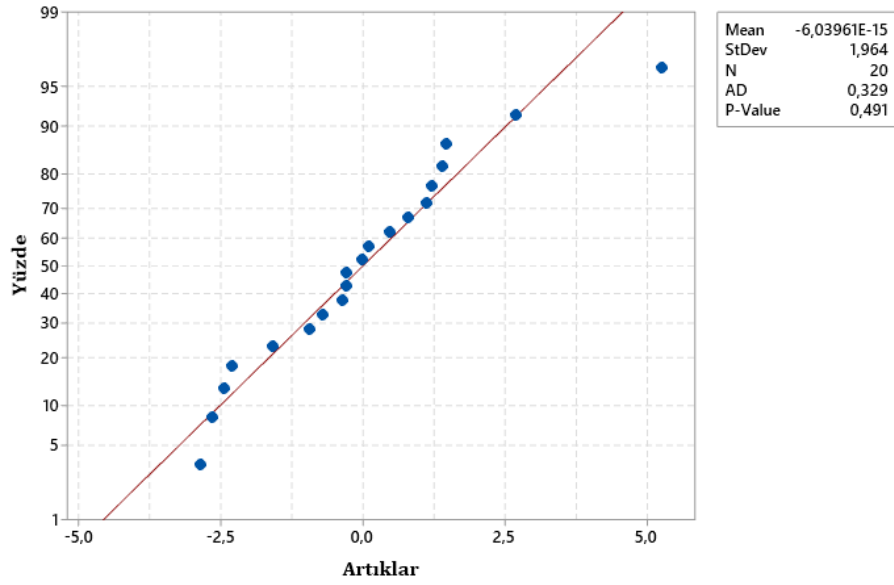
Şekil 4.50a incelendiğinde karıştırma hızı ve sıcaklığın birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Şekil 4.50b incelendiğinde karıştırma hızı ve

surfaktan derişiminin birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.50c incelendiğinde sıcaklık ve surfaktan derişiminin birlikte belirli bir noktaya kadar artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Mikroenkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği ilişkisi Şekil 4.51’de kontur grafiklerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.51. Aspir Yağı-JE/ALJ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontur grafikleri

Artıkların dağılımı incelenmiş ve yapılan normallik testi grafiği Şekil 4.52’de gösterilmiştir.



Şekil 4.52. Aspir Yağı-JE/ALJ için artıkların dağılımı grafiği

Grafiğin analizinde artıkların ortalaması ve standart sapması $0,000 \pm 1,964$ ($n=20$) bulunmuştur. Normallik testlerinden biri olan AD testine göre $p=0,491$ bulunmuştur. Artıklar normal dağılım göstermektedir.

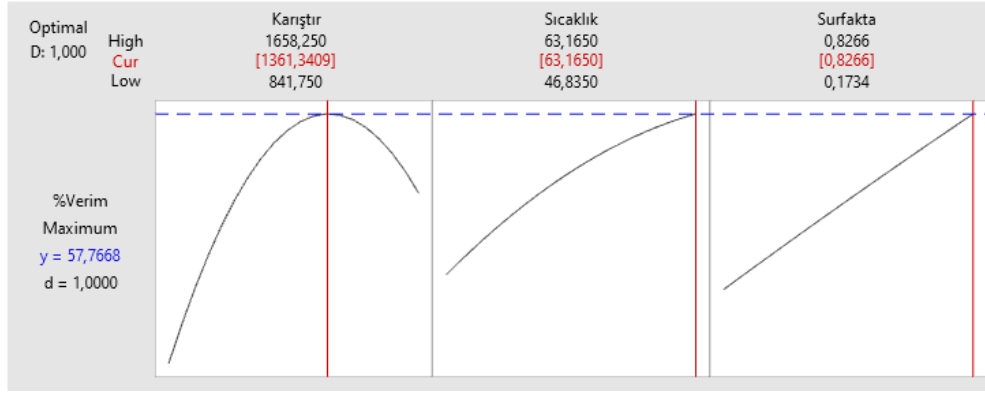
4.3.4.1. Aspir Yağı-JE/ALJ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu

Aspir-JE/ALJ için maksimize olarak optimizasyonu sonucunda çoklu yanıt tahmini Çizelge 4.24'te verilmiştir.

Çizelge 4.24. Aspir Yağı-JE/ALJ için çoklu yanıt tahmini

Değişken					
Karıştırma Hızı (rpm)		Sıcaklık (°C)		Surfaktan Derişimi (%a/h)	
1361,340		63,165		0,827	
Cevap	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI	
%Verim	57,766	4,420	(47,570; 67,960)	(45,410; 70,120)	

Optimizasyon sonucunda elde edilen optimizasyon grafiği Şekil 4.53'te gösterilmiştir.



Şekil 4.53. Aspir Yağı-JE/ALJ optimizasyon grafiği

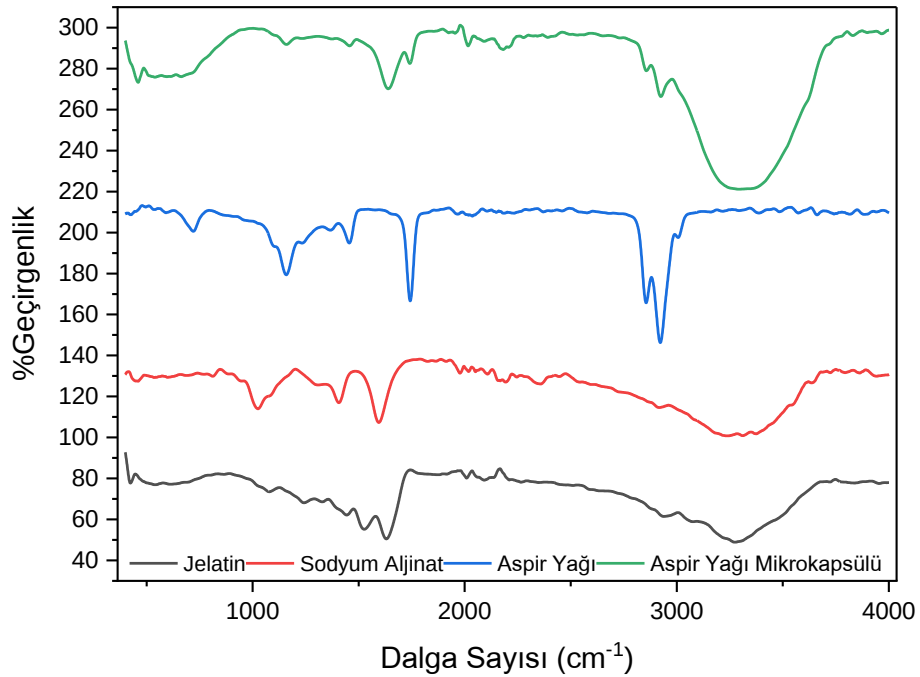
Optimize edilen parametrelerle üretilen aspir yağı mikrokapsüllerinin teorik ve deneysel %EV sonuçları Çizelge 4.25'te verilmiştir.

Çizelge 4.25. Aspir Yağı-JE/ALJ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu

Çekirdek-Duvar:	Aspir-JE/ALJ
Maksimize Edilen Teorik %EV:	%57,766
Deneysel %EV:	%57,280

4.3.4.2. Aspir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları

Aspir yağı-JE/ALJ FT-IR analizi sonuçları Şekil 4.54'te gösterilmiştir.

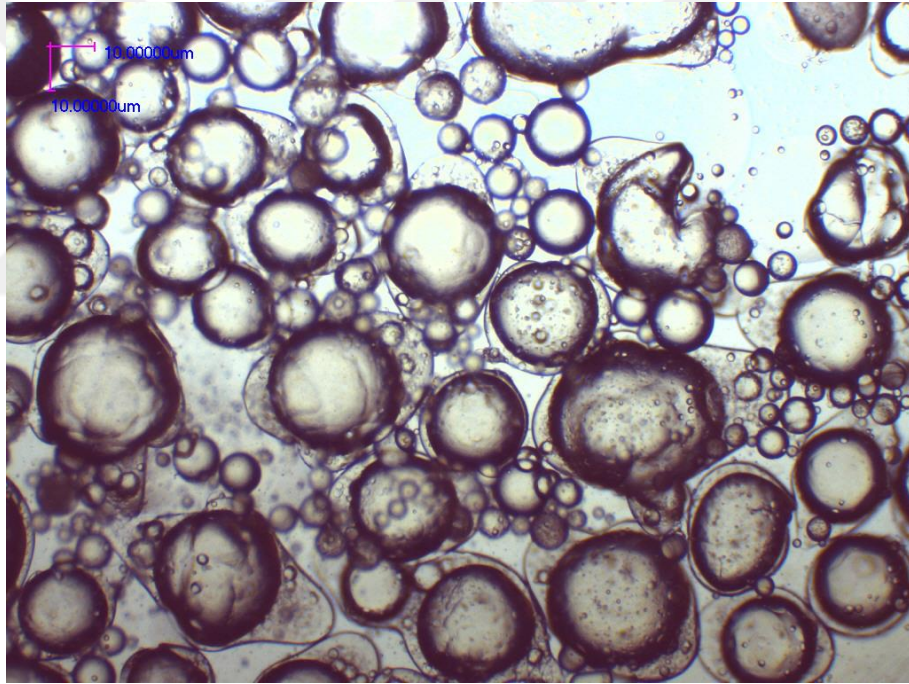


Şekil 4.54. Aspir Yağı-JE/ALJ FT-IR Analizi Sonuçları

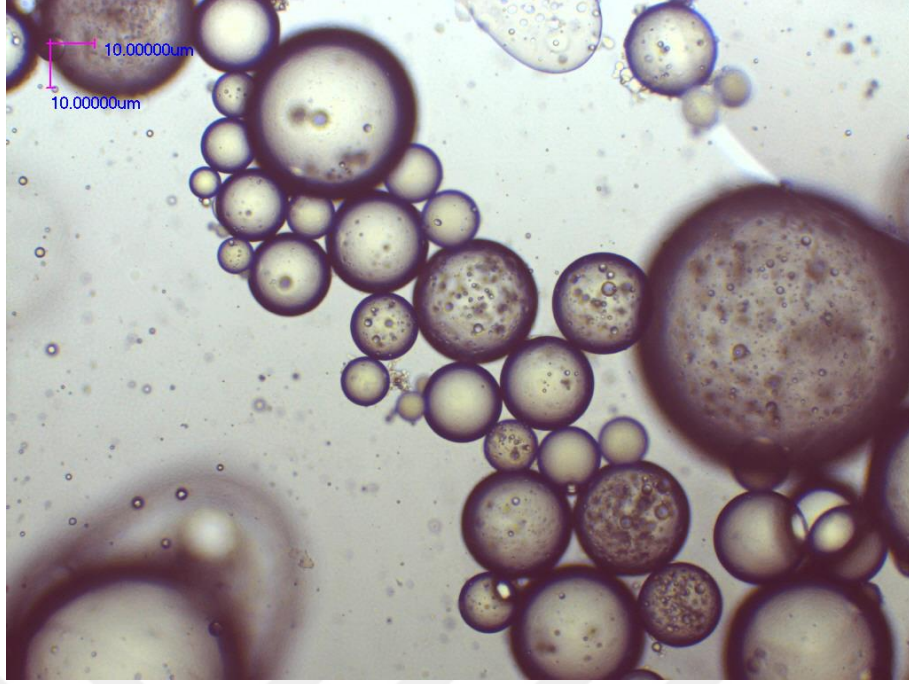
Aspir yağındaki 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 720 cm^{-1} C-H alkendir. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait C-N gerilme pikidir. 3442 cm^{-1} jelatindeki N-H gerilmesidir. 3442 cm^{-1} sodyum aljinat -OH bandıdır. 1232 cm^{-1} estere ait C-O bandıdır (Okur vd., 2018). $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait olan C-N gerilme pikine aittir. 1232 cm^{-1} sodyum aljinattaki estere ait C-O bandıdır. 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 720 cm^{-1} C-H alken aspir yağının varlığını göstermektedir.

4.3.4.3. Aspir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları

Aspir yağı-JE/ALJ optik mikroskop analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.55 ve Şekil 4.56'da gösterilmiştir.



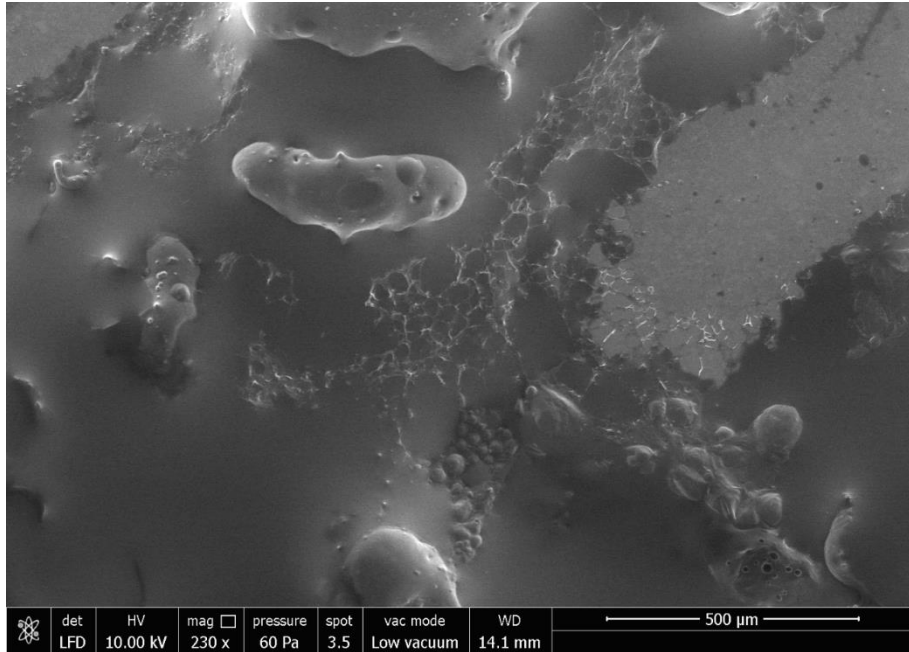
Şekil 4.55. Aspir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü



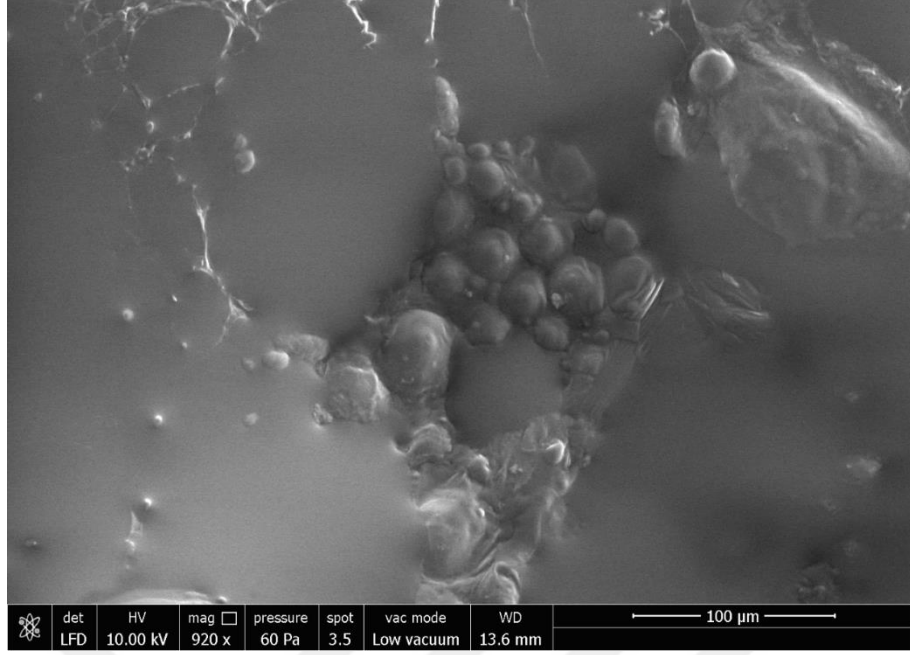
Şekil 4.56. Aspir Yağı-JE/ALJ Optik Mikroskop Görüntüsü

4.3.4.4. Aspir Yağı-JE/ALJ SEM Analizi Sonuçları

Aspir yağı-JE/ALJ SEM analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.57 ve Şekil 4.58'de gösterilmiştir.



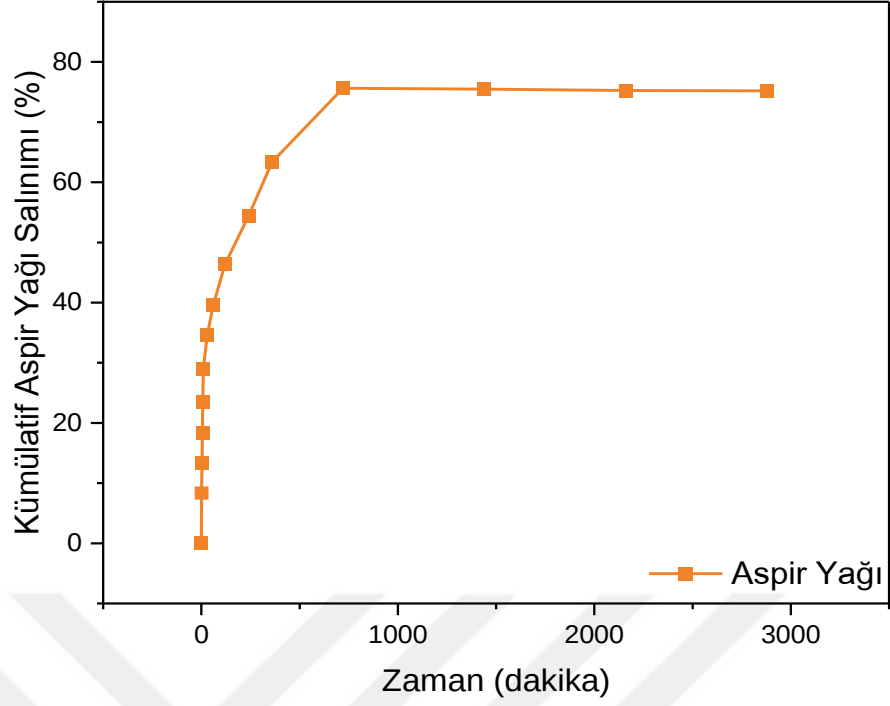
Şekil 4.57. Aspir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü



Şekil 4.58. Aspir Yağı-JE/ALJ SEM Görüntüsü

4.3.4.5. Aspir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri

Aspir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin hekzan ortamında incelenen salınım özellikleri Şekil 4.59’da gösterilmiştir. 1. dakikada %8,378 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %34,555 olarak, 60. dakikada %39,549 olarak, 360. dakikada %63,384 olarak ve 720. dakikada %75,621 olarak bulunmuştur.



Şekil 4.59. Aspir Yağı-JE/ALJ salınım grafiği

4.3.5. Aspir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları

Jelatin ve Arap zıncı duvar materyalinde aspir yağı içeren mikrokapsüller için oluşturulan deney tasarımı ve elde edilen deneysel verim ve hesaplanan verim değerleri Çizelge 4.26'da gösterilmiştir.

Çizelge 4.26. Aspir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçları

Karıştırma Hızı (rpm)	Sıcaklık (°Q	Surfaktan Derişimi (%a/h)	Deneysel Verim (%EV)	Hesaplanan Verim (%EV)
1000,000	50,000	0,300	51,520	52,350
1250,000	55,000	0,500	59,630	59,325
1250,000	55,000	0,500	59,480	59,325
1500,000	60,000	0,300	59,260	62,055
1500,000	50,000	0,700	58,480	60,765
1000,000	60,000	0,700	51,120	52,820
1250,000	55,000	0,500	59,250	59,325
1250,000	46,835	0,500	55,580	57,760
1250,000	55,000	0,500	59,860	59,325
1250,000	55,000	0,827	59,820	60,960
1658,250	55,000	0,500	58,120	58,949
1250,000	55,000	0,173	59,190	60,683
1250,000	63,165	0,500	58,380	58,822
841,750	55,000	0,500	44,440	46,367
1000,000	60,000	0,300	55,680	53,540
1000,000	50,000	0,700	56,520	53,870
1250,000	55,000	0,500	55,580	59,325
1500,000	60,000	0,700	61,560	60,875
1500,000	50,000	0,300	61,260	59,705
1250,000	55,000	0,500	59,350	59,325
R-kare Model Uyumsuzluğu (p>0,050)			%87,530 0,222	

Elde edilen sonuçlar üzerinden hesaplanan ANOVA değerleri Çizelge 4.27’de gösterilmiştir.

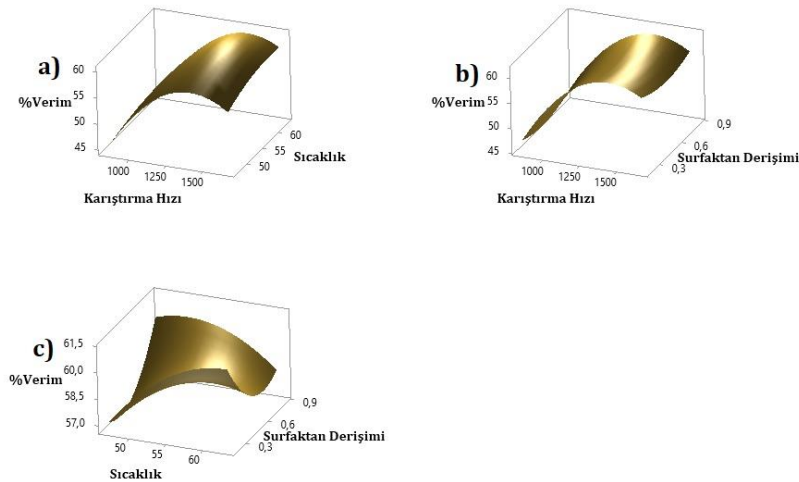
Çizelge 4.27. Aspir Yağı-JE/AZ için ANOVA sonuçları

Kaynak	sd	Adj SS	Adj MS	F-Değeri	P-Değeri
Model	11	281,405	25,582	5,100	0,014
Bloklar	2	10,983	5,491	1,100	0,380
Doğrusal	3	174,761	58,254	11,620	0,003
Karıştırma Hızı	1	173,228	173,228	34,550	0,000
Sıcaklık	1	1,460	1,460	0,290	0,604
Surfaktan Derişimi	1	0,073	0,073	0,010	0,907
Kare	3	92,373	30,791	6,140	0,018
Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı	1	84,240	84,240	16,800	0,003
Sıcaklık*Sıcaklık	1	1,989	1,989	0,400	0,546
Surfaktan Derişimi*Surfaktan Derişimi	1	4,123	4,123	0,820	0,391
2-Yönlü Etkileşim	3	3,287	1,096	0,220	0,881
Karıştırma Hızı*Sıcaklık	1	0,673	0,673	0,130	0,724
Karıştırma Hızı*Surfaktan Derişimi	1	0,106	0,106	0,020	0,888
Sıcaklık*Surfaktan Derişimi	1	2,509	2,509	0,500	0,499
Hata	8	40,105	5,013		
Uyum Eksikliği	5	32,802	6,560	2,690	0,222
Saf Hata	3	7,304	2,435		
Toplam	19	321,510			

Yapılan analiz sonucunda ulaşılan model önemlidir ($p<0,050$). Model ($p<0,050$) doğrusallık göstermektedir. Karıştırma hızı, ($p<0,050$) doğrusallık göstermektedir. Sıcaklık ve surfaktan derişimi ($p>0,050$) doğrusallık göstermemektedir. Modelde kare ($p<0,050$) ve Karıştırma Hızı*Karıştırma Hızı karesi ($p<0,050$) önemlidir. Uyum eksikliğinin p değeri 0,222 ($p>0,050$) bulunmuştur. Uyum eksikliği değerinin $p>0,050$ olması veriyle modelin uyduğuna göstermektedir. R^2 değeri %87,530 bulunmuştur. Analiz sonucu elde edilen hesaplanan enkapsülasyon verimini gösteren eşitlik denklem 7'de verilmiştir.

$$\begin{aligned} \%EV = & - 70,5 + 0,1038 \text{ Karıştırma Hızı} + 1,76 \text{ Sıcaklık} + 20,1 \text{ Surfaktan} \\ & \text{Derişimi} - 0,000040 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Karıştırma Hızı} - 0,0155 \\ & \text{Sıcaklık} * \text{Sıcaklık} + 14,0 \text{ Surfaktan Derişimi} * \text{Surfaktan Derişimi} + \\ & 0,000232 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Sıcaklık} - 0,0023 \text{ Karıştırma Hızı} * \text{Surfaktan} \\ & \text{Derişimi} - 0,560 \text{ Sıcaklık} * \text{Surfaktan Derişimi} \end{aligned} \quad (7)$$

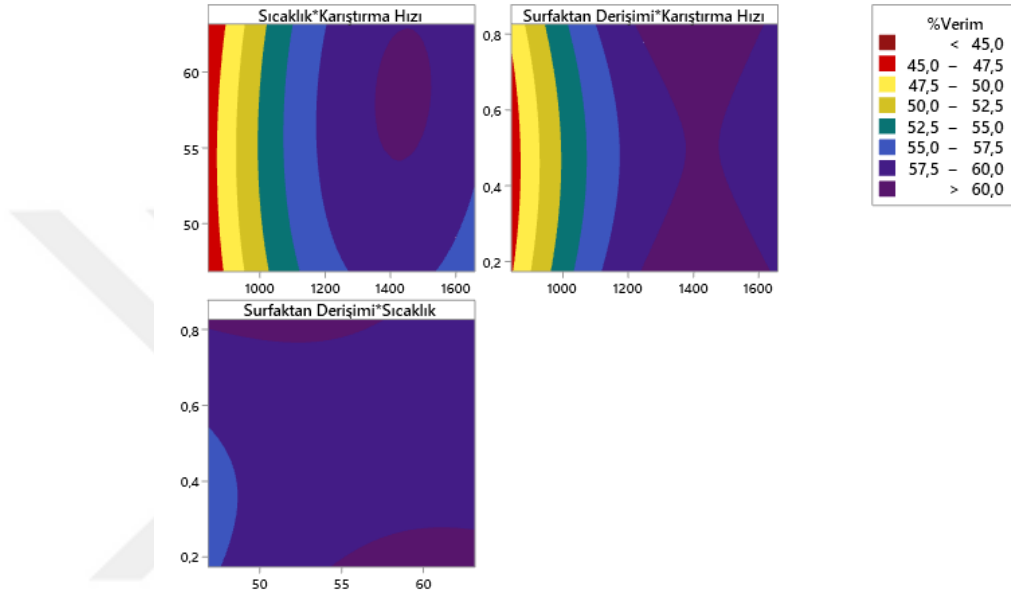
Kompleks koaservasyon yöntemi ile enkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (çekirdek maddesi miktarı, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği için bağımsız değişkenler ile nasıl ilişkili olduğu üç boyutlu yüzey grafikleri; Şekil 4.60'da gösterilmiştir.



Şekil 4.60. Aspir Yağı-JE/AZ sıcaklık, surfaktan derişimi, karıştırma hızı için 3B yüzey grafiği

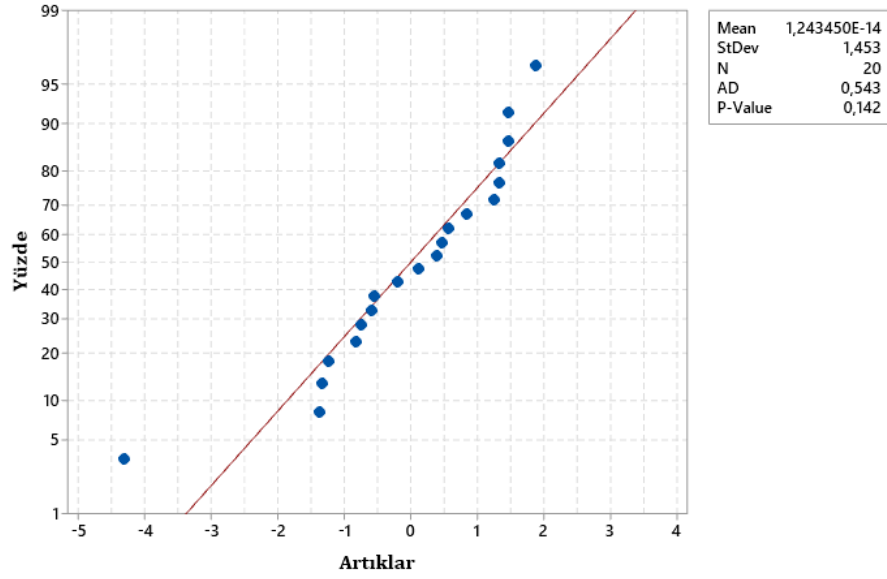
Şekil 4.60a incelendiğinde karıştırma hızı ve sıcaklığın birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Şekil 4.60b incelendiğinde karıştırma hızı ve

surfaktan derişiminin birlikte artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmakta ve sonradan azalmaktadır. Şekil 4.60c incelendiğinde sıcaklık ve surfaktan derişiminin birlikte belirli bir noktaya kadar artmasıyla %EV değeri maksimuma ulaşmaktadır. Mikroenkapsülasyon işlemi için seçilen üç parametrenin (sıcaklık, surfaktan konsantrasyonu, karıştırma hızı) bir fonksiyonu olarak enkapsülasyon verimliliği ilişkisi Şekil 4.61’de kontur grafiklerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.61. Aspir Yağı-JE/AZ için sıcaklık, karıştırma hızı, surfaktan derişimi kontur grafikleri

Artıkların dağılımı incelenmiş ve yapılan normallik testi grafiğı Şekil 4.62’de gösterilmiştir.



Şekil 4.62. Aspir-JE/AZ için artıkların dağılımı grafiği

Grafiğin analizinde artıkların ortalaması ve standart sapması $0,000 \pm 1,453$ ($n=20$) bulunmuştur. Normallik testlerinden biri olan AD testine göre $p=0,142$ bulunmuştur. Artıklar normal dağılım göstermektedir.

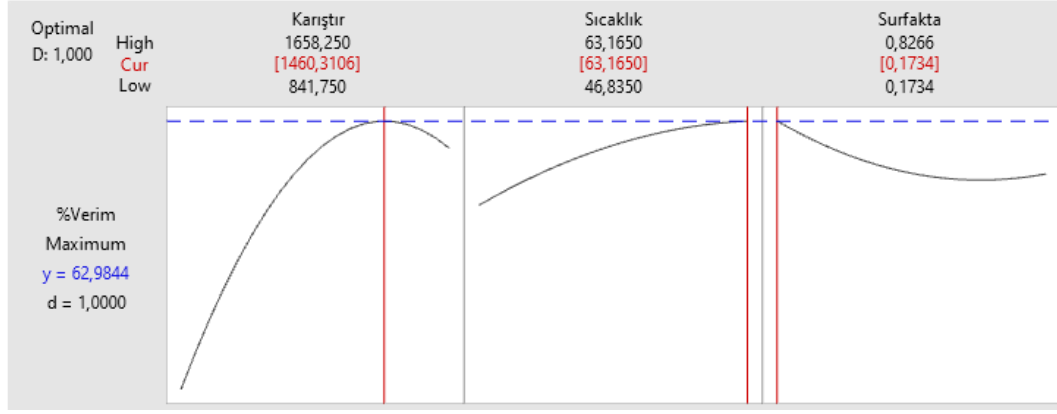
4.3.5.1. Aspir Yağı-JE/AZ deney tasarımı sonuçlarının maksimize optimizasyonu

Aspir-JE/AZ için maksimize olarak optimizasyonu sonucunda çoklu yanıt tahmini Çizelge 4.28’de verilmiştir.

Çizelge 4.28. Aspir Yağı-JE/AZ için çoklu yanıt tahmini

Değişken				
Karıştırma Hızı (rpm)		Sıcaklık (°C)		Surfaktan Derişimi (%a/h)
1460,310		63,165		0,173
Cevap	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI
%EV	62,984	3,550	(54,800; 71,170)	(53,300; 72,670)

Optimizasyon sonucunda elde edilen optimizasyon grafiği Şekil 4.63’te gösterilmiştir.



Şekil 4.63. Aspir Yağı-JE/AZ optimizasyon grafiği

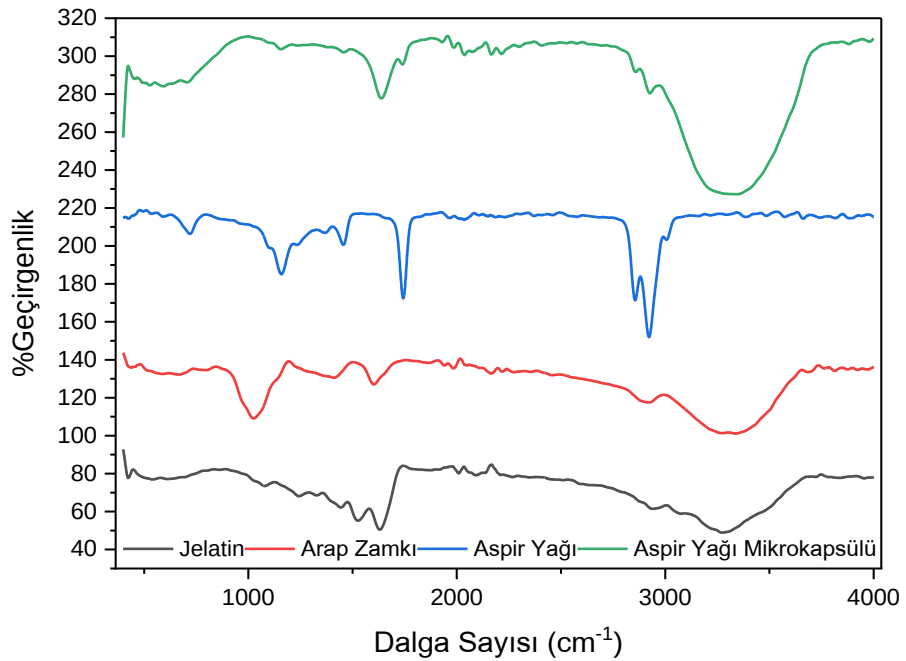
Optimize edilen parametrelerle üretilen aspir yağı mikrokapsüllerinin teorik ve deneysel %EV sonuçları Çizelge 4.29’da verilmiştir.

Çizelge 4.29. Aspir Yağı-JE/AZ optimize edilmiş parametrelerin %EV sonucu

Çekirdek-Duvar:	Aspir-JE/AZ
Maksimize Edilen Teorik %EV:	%62,984
Deneysel %EV:	%61,420

4.3.5.2. Aspir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları

Aspir yağı-JE/AZ FT-IR analizi sonuçları Şekil 4.64’te gösterilmiştir.

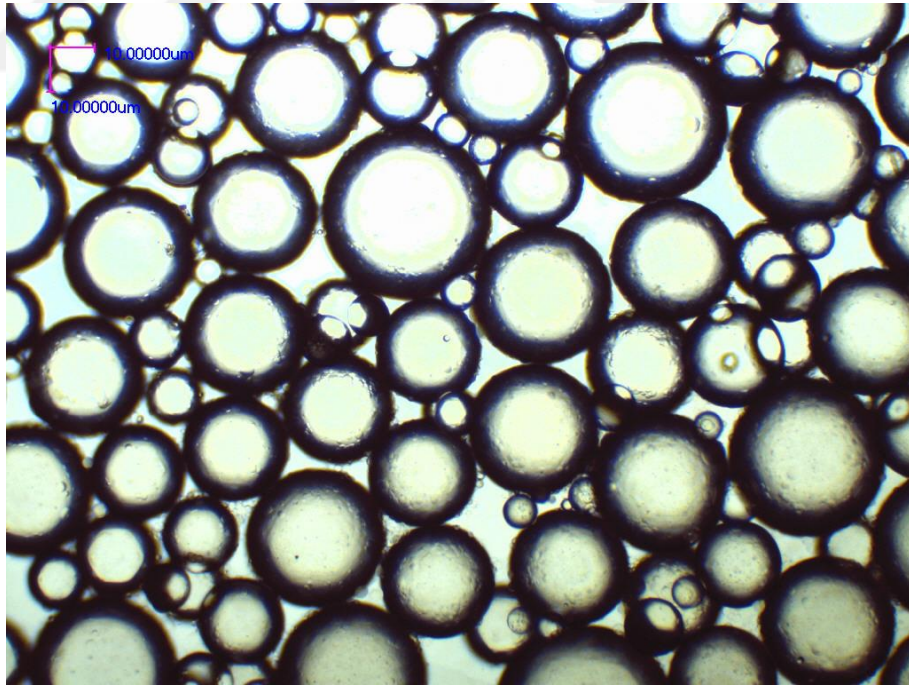


Şekil 4.64. Aspir Yağı-JE/AZ FT-IR Analizi Sonuçları

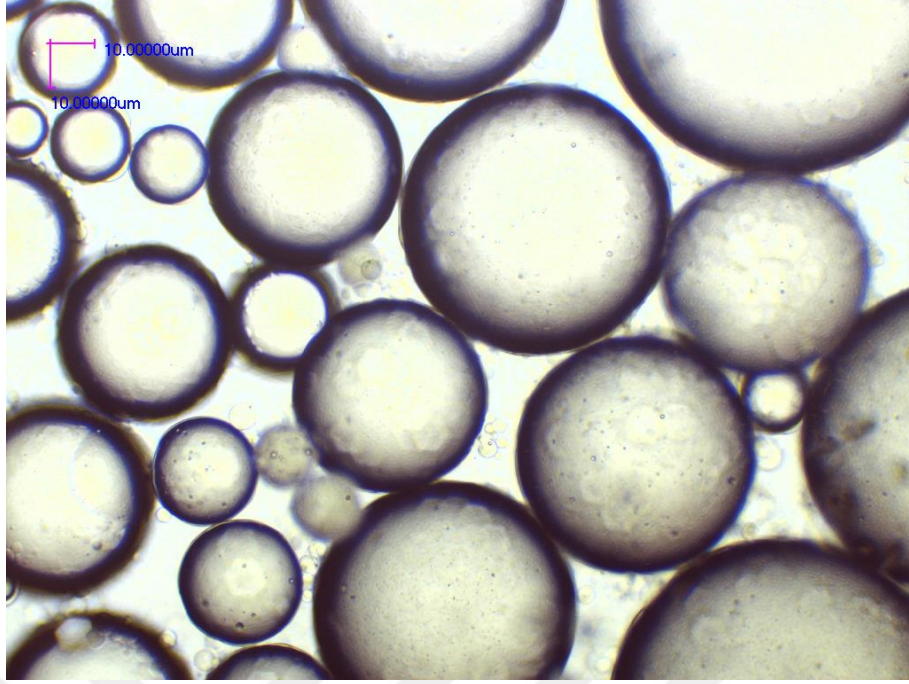
Aspir yağındaki 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 720 cm^{-1} C-H alkendir. Aspir yağındaki 2940 cm^{-1} C-H alkan, 1740 cm^{-1} C=O ester, 1140 cm^{-1} C-O ester, 720 cm^{-1} C-H alkendir. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait C-N gerilme pikidir. 3442 cm^{-1} jelatindeki N-H gerilmesidir. 1028 cm^{-1} 'deki bant karakteristik Arap zambına aittir. 3442 cm^{-1} Arap zambı -OH bandıdır. $2950\text{--}2851\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı C-H gerilme piklerini gösterir. $1747\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bant jelatine ait olan C-N gerilme pikine aittir. 1028 cm^{-1} deki bant karakteristik Arap zambına aittir. 1653 cm^{-1} dalga sayısı jelatin ve Arap zambının birleşip kompleks koaservasyon işleminin gerçekleştiğini göstermektedir (Özerdem, 2011). Yapıdaki 2940 cm^{-1} C-H alkan; 1740 cm^{-1} C=O ester yapıda aspir yağının olduğunu göstermektedir.

4.3.5.3. Aspir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Analizi Sonuçları

Aspir yağı-JE/AZ optik mikroskop analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.65 ve Şekil 4.66'da gösterilmiştir.



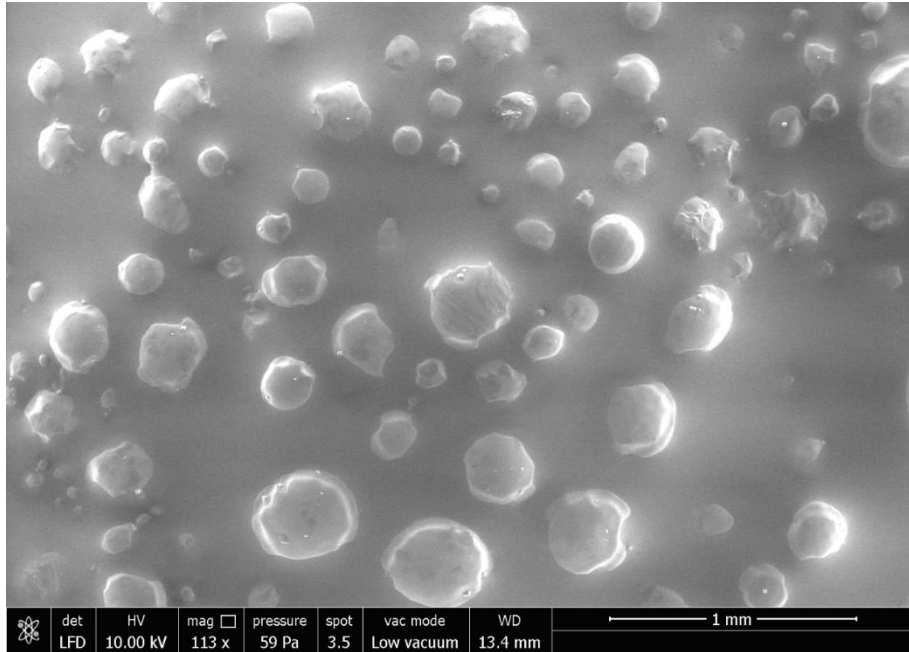
Şekil 4.65. Aspir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü



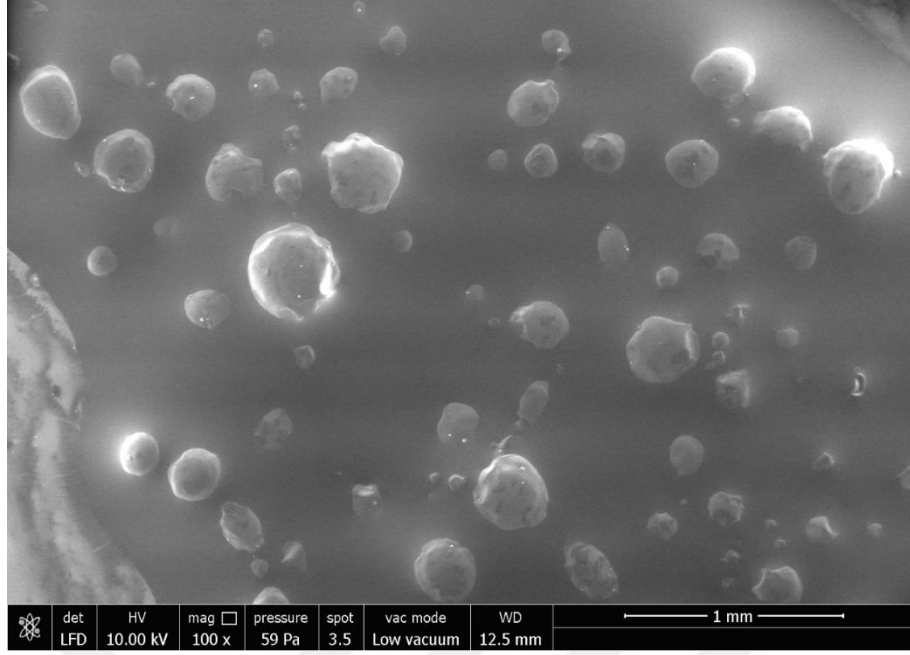
Şekil 4.66. Aspir Yağı-JE/AZ Optik Mikroskop Görüntüsü

4.3.5.4. Aspir Yağı-JE/AZ SEM Analizi Sonuçları

Aspir yağı-JE/AZ SEM analizinden elde edilen görüntüler Şekil 4.67 ve Şekil 4.68'de gösterilmiştir.



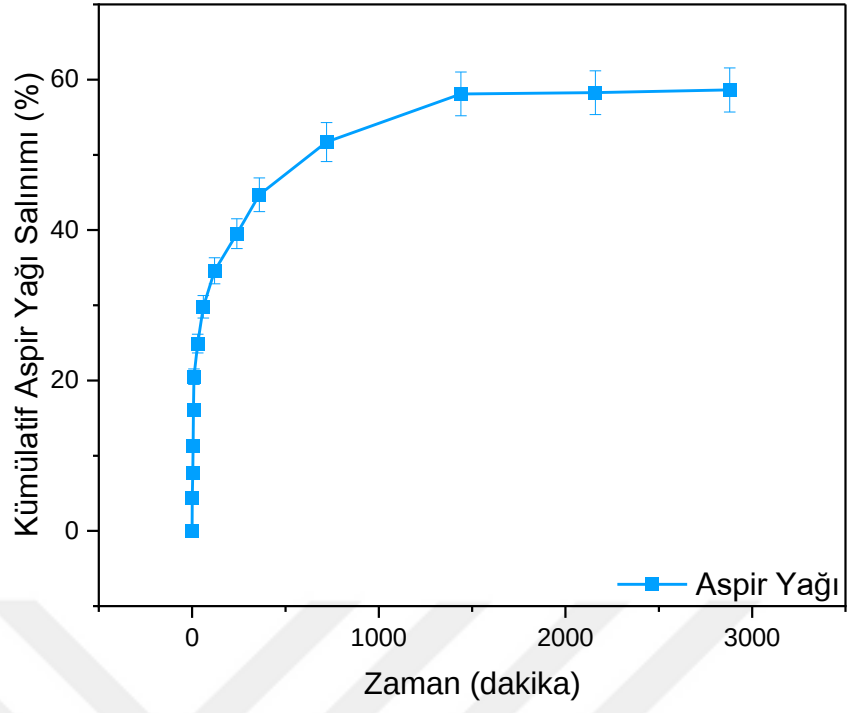
Şekil 4.67. Aspir Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü



Şekil 4.68. Aspir Yağı-JE/AZ SEM Görüntüsü

4.3.5.5. Aspir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin salınım özellikleri

Aspir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin hekzan ortamında incelenen salınım özellikleri Şekil 4.69’da gösterilmiştir. 1. dakikada %4,354 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %24,897 olarak, 60. dakikada %29,790 olarak, 360. dakikada %44,692 olarak, 720. dakikada %51,169 ve 1440. dakikada %58,100 olarak bulunmuştur.



Şekil 4.69. Aspir Yağı-JE/AZ salınım grafiği

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yağlar, dış ortamın ışık oksijen ve sıcaklık gibi etkilerine karşı hassastır. Uçucu yağların mikroenkapsülasyonunda duyuşal özellikleri geliştirmek ve mikroorganizmalar tarafından bozulmayı önlemek gibi etkiler gösterilmektedir. Serbest yağların enkapsüle edilerek uçuculuğunun azaltılması termal kararlılığı artırır, buna ek olarak kapsülasyon işlemi uçucu yağların hidrofobik özelliğı nedeniyle gıdalarda dağılıbilirlik özelliğini iyileştirir. Özellikle mikroorganizmaların geliştiğı su bazında uçucu yağların dağılımını kolaylaştırarak partikül çaplarını en aza indirerek antimikrobiyal etkilerinin gelişmesini katkı sağlar (Napiórkowska ve Kurek, 2022). Tez çalışmamızda seçilen deney parametreleri ile oluşturulan deney setinde JE/AZ ve JE/ALJ polimerlerinde enkapsüllenen kenevir, aspir ve elemi yağları elde edilen yüzde verim değerlerine göre maksimize olarak optimize edilerek değerler bulunmuştur. Kenevir yağı JE/ALJ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=63,491 (deneysel %EV=62,780), kenevir yağı JE/AZ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=72,026 (deneysel %EV=71,351) olarak bulunmuştur. Kenevir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %9,515 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %45,942 olarak, 60. dakikada %55,005 olarak, 360. dakikada %82,194 olarak ve 720. dakikada %83,406 olarak bulunmuştur. Kenevir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %0,289 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %20,140 olarak, 60. dakikada %26,128 olarak, 360. dakikada %49,319 olarak ve 720. dakikada %58,689 olarak, 2160. dakikada %67,282 olarak bulunmuştur. Elemi yağı JE/ALJ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=54,748 (deneysel %EV=53,294); elemi yağı JE/AZ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=59,750 (deneysel %EV=58,386) olarak bulunmuştur. Elemi Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %5,049 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %71,791 olarak, 60. dakikada %72,144 olarak, 360. dakikada %77,909 olarak ve 720. dakikada %77,719 olarak, 2160. dakikada %78,968 olarak bulunmuştur. Elemi Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %3,239 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %29,438 olarak, 60. dakikada %36,126 olarak, 360.

dakikada %57,547 olarak ve 720. dakikada %57,990 olarak bulunmuştur. Aspir yağı JE/ALJ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=57,766 (deneysel %EV=57,280); aspir yağı JE/AZ mikrokapsülleri için maksimize edilen teorik değer %EV=62,984 (deneysel %EV=61,420) olarak bulunmuştur. Aspir Yağı-JE/ALJ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %8,378 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %34,555 olarak, 60. dakikada %39,549 olarak, 360. dakikada %63,384 olarak ve 720. dakikada %75,621 olarak bulunmuştur. Aspir Yağı-JE/AZ mikrokapsüllerinin 1. dakikada %4,354 olarak hesaplanan kümülatif salınım değeri, 30. dakikada %24,897 olarak, 60. dakikada %29,790 olarak, 360. dakikada %44,692 olarak, 720. dakikada %51,169 ve 1440. dakikada %58,100 olarak bulunmuştur. Maksimize edilen değerler ile üretilen mikrokapsüller optik mikroskop ve SEM cihazları altında incelenmiştir. Optik mikroskop görüntüleri düzgün, yuvarlak kapsüllerin varlığını göstermektedir. Farklı numune bölgelerinde yapılan boyut ölçümlerinde ortalama 3 μ -60 μ boyutunda mikrokapsüller görüntülenmiştir. Optimize parametreler üzerinden üretilen mikrokapsüllerin incelenen salınım özelliklerinden elde edilen sonuçlarda JE/AZ duvarına sahip olan mikrokapsüllerin, JE/ALJ duvarına sahip olanlardan daha yavaş salınım özelliği gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır. Elde edilen bulgular ile aspir, elemi, kenevir yağlarının kompleks koaservasyon yöntemiyle mikroenkapsüle edilebileceği ve farklı amaçlara uygun ürünlerde ve araştırmalarda kullanılabileceği düşünülmektedir.

6. KAYNAKLAR

- Adamiec, J., Kalemba, D. (2006). Analysis of microencapsulation ability of essential oils during spray drying. *Drying Technology*, 24(9), 1127-1132.
- Atam Y. (2010). Farklı Ekim Zamanlarının Aspir (*Carthamus tinctorius* L.) Çeşitlerinin Verim ve Verim Unsurlarına Etkisi. Yüksek Lisans Tezi. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Aziz, S., Gill, J., Dutilleul, P., Neufeld, R., Kermasha, S. (2014). Microencapsulation of krill oil using complex coacervation. *Journal of Microencapsulation*, 31(8), 774-784.
- Bayram, E., Kırıcı, S., Tansi, S., Yılmaz, G., Kızıl, O. A. S., Telci, İ. (2010). Tıbbi ve aromatik bitkiler üretiminin arttırılması olanakları. TMMOB Ziraat Mühendisleri Odası, Ziraat Mühendisliği VII. Teknik Kongresi, 11, 15.
- Bayram, O., Köksal, E., Göde, F. (2020). Yanıt Yüzey Metodolojisi Şartlarında Karabaş Otu Yağının Kompleks Koaservasyon Yöntemi İle Enkapsülasyonu. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 24(2), 508-515.
- Beirão-da-Costa, S. B., Duarte, C., Bourbon, A. I., Pinheiro, A. C., Januário, M. I. N., Vicente, A. A., Beirão-da-Costa, M. L., Delgadillo, I. (2013). Inulin potential for encapsulation and controlled delivery of Oregano essential oil. *Food Hydrocolloids*, 33, 199-206.
- Box, G. E., Draper, N. R. (1987). *Empirical model-building and response surfaces*. John Wiley & Sons.
- Callaway, J. C. (2004). Hempseed as a nutritional resource: An overview. *Euphytica*, 140(1), 65-72.
- Castel, V., Rubiolo, A. C., Carrara, C. R. (2018). Brea gum as wall material in the microencapsulation of corn oil by spray drying: Effect of inulin addition. *Food Research International*, 103, 76-83.
- Charve, J., Reineccius, G. A. (2009). Encapsulation performance of proteins and traditional materials for spray dried flavors. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(6), 2486-2492.
- Cimanga, K., Kambu, K., Tona, L., Apers, S., De Bruyne, T., Hermans, N., Totté, J., Pieters, L., Vlietinck, A. J. (2002). Correlation between chemical composition and antibacterial activity of essential oils of some aromatic medicinal plants growing in the Democratic Republic of Congo. *Journal of ethnopharmacology*, 79(2), 213-220.
- da Silva, T. M., Lopes, E. J., Codevilla, C. F., Cichoski, A. J., de Moraes Flores, É. M., Motta, M. H., da Silva, C. D. B., Grosso, C. R. F., de Menezes, C. R. (2018). Development and characterization of microcapsules containing

Bifidobacterium Bb-12 produced by complex coacervation followed by freeze drying. LWT, 90, 412-417.

- de Conto, L. C., Grosso, C. R. F., Gonçalves, L. A. G. (2013). Chemometry as applied to the production of omega-3 microcapsules by complex coacervation with soy protein isolate and gum Arabic. LWT-Food Science and Technology, 53(1), 218-224.
- de Souza, V. B., Thomazini, M., Barrientos, M. A. E., Nalin, C. M., Ferro-Furtado, R., Genovese, M. I., Favaro-Trindade, C. S. (2018). Functional properties and encapsulation of a proanthocyanidin-rich cinnamon extract (*Cinnamomum zeylanicum*) by complex coacervation using gelatin and different polysaccharides. Food Hydrocolloids, 77, 297-306.
- Deferne, J. L., Pate, D. W. (1996). Hemp seed oil: A source of valuable essential fatty acids. J Int Hemp Assoc, 3(1), 1-7.
- Devi, N., Hazarika, D., Deka, C., Kakati, D. K. (2012). Study of complex coacervation of gelatin A and sodium alginate for microencapsulation of olive oil. Journal of Macromolecular Science, Part A, 49(11), 936-945.
- Feng, C., Song, R., Sun, G., Kong, M., Bao, Z., Li, Y., Cheng, X., Cha, D., Park, H., Chen, X. (2014). Immobilization of coacervate microcapsules in multilayer sodium alginate beads for efficient oral anticancer drug delivery. Biomacromolecules, 15(3), 985-996.
- Fraj, J., Petrović, L., Đekić, L., Budinčić, J. M., Bučko, S., Katona, J. (2021). Encapsulation and release of vitamin C in double W/O/W emulsions followed by complex coacervation in gelatin-sodium caseinate system. Journal of Food Engineering, 292, 110353.
- Fujiwara, M., Shoji, S., Murakami, Y. (2019). Controlled release of phosphate fertilizer using silica microcapsules. Chemistry Letters, 48(7), 658-661.
- Ghasemi, S., Jafari, S. M., Assadpour, E., Khomeiri, M. (2017). Production of pectin-whey protein nano-complexes as carriers of orange peel oil. Carbohydrate polymers, 177, 369-377.
- Ghosh, S. K. (2006). Functional coatings and microencapsulation: a general perspective. Functional Coatings: by polymer microencapsulation, 1-28.
- Göktaş, Ö., Gıdık, B. (2019). Tıbbi ve aromatik bitkilerin kullanım alanları. Bayburt Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 2(1), 145-151.
- Green, B. K., Schleicher, L. (1955), Pressure sensitive record materials. US Patent 2,217,507.
- Hao, J., Wang, F., Wang, X., Zhang, D., Bi, Y., Gao, Y., Zhao, X., Zhang, Q. (2012). Development and optimization of baicalin-loaded solid lipid nanoparticles prepared by coacervation method using central composite design. European Journal of Pharmaceutical Sciences, 47(2), 497-505.

- Hu, L., Zhang, J., Hu, Q., Gao, N., Wang, S., Sun, Y., Yang, X. (2016). Microencapsulation of brucea javanica oil: Characterization, stability and optimization of spray drying conditions. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 36, 46-54.
- Jun-xia, X., Hai-yan, Y., Jian, Y. (2011). Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum Arabic. *Food chemistry*, 125(4), 1267-1272.
- Kaewnopparat, S., Kaewiad, K., Kaewnopparat, N., Faroongsarng, D. Enhancement of the Viability of *Lactobacillus rhamnosus* GG Using Bambara Groundnut Protein Isolate/Alginate with Inulin as Encapsulating Materials by Complex Coacervation Technique: A Response Surface Methodology Approach.
- Kavousi, H. R., Fathi, M., Goli, S. A. (2017). Stability enhancement of fish oil by its encapsulation using a novel hydrogel of cress seed mucilage/chitosan. *International journal of food properties*, 20(sup2), 1890-1900.
- Kavousi, H. R., Fathi, M., Goli, S. A. H. (2017). Stability enhancement of fish oil by its encapsulation using a novel hydrogel of cress seed mucilage/chitosan. *International Journal of Food Properties*, 1-11.
- Kent, L. (2009). Çoklu Doymamış Yağ Asitleri Eldesi: Tepki Yüzey Metodolojisi ile Optimizasyonu (Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Kim, J. S., Kim, K. T., Park, J. H., Lee, J. Y., Kim, M., Min, H. G., Moon, I. H., Choi, C. Y., Kim, B. H., Kim, D. D. (2019). Coacervate microcapsules of vitamin U optimized by central composite design (CCD). *Journal of Pharmaceutical Investigation*, 49(3), 313-321.
- Lange, D. (2006). International trade in medicinal and aromatic plants: actors, volumes and commodities. *Frontis*, 155-170.
- Lemos, Y. P., Mariano Marfil, P. H., Nicoletti, V. R. (2017). Particle size characteristics of buriti oil microcapsules produced by gelatin-sodium alginate complex coacervation: Effect of stirring speed. *International journal of food properties*, 20(sup2), 1438-1447.
- Mancer, D., Allemann, E., Daoud, K. (2018). Metformin hydrochloride microencapsulation by complex coacervation: Study of size distribution and encapsulation yield using response surface methodology. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 45, 184-195.
- Marfil, P. H. M., Paulo, B. B., Alvim, I. D., Nicoletti, V. R. (2018). Production and characterization of palm oil microcapsules obtained by complex coacervation in gelatin/gum Arabic. *Journal of Food Process Engineering*, 41(4), e12673.
- Mendanha, D. V., Ortiz, S. E. M., Favaro-Trindade, C. S., Mauri, A., Monterrey-Quintero, E. S., Thomazini, M. (2009). Microencapsulation of casein

hydrolysate by complex coacervation with SPI/pectin. Food Research International, 42(8), 1099-1104.

Mirmahmutoğulları, E. (2022). Faz Değiştiren Malzeme Enkapsülasyon Prosesinin Geliştirilmesi. 3rd International Academic Researches for Sustainability 2021 Kongresi (s. 31-43). İstanbul: Artikel Akademi.

Mogana, R., Wiart, C. (2011). Canarium L.: a phytochemical and pharmacological review. J Pharm Res, 4(8), 2482-2489.

Moral, E., Bayram, O., Köksal, E., Danaş, F., Göde, F. (2021). Kabak Çekirdeği Yağının Kompleks Koaservasyon Yöntemi ile Mikroenkapsülasyonu. Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi, 11(2), 91-97.

Napiórkowska, A., Kurek, M. (2022). Coacervation as a Novel Method of Microencapsulation of Essential Oils—A Review. Molecules, 27(16), 5142.

Ocak, B. (2012). Complex coacervation of collagen hydrolysate extracted from leather solid wastes and chitosan for controlled release of lavender oil. Journal of Environmental Management, 100, 22-28.

Ojha, S., Kumar, B. (2016). Formulation and optimization of chitosan nanoparticles of dimethyl fumarate using box-behnken design. Int J Appl Pharm, 8(4), 10-17.

Okur, M., Aktı, F., Çetintaş, A. (2018). Polianilin/Aljinat Kompozit Malzemesinin Asit Violet 90 Boyar Maddesinin Gideriminde Kullanılması: Kinetik Ve İzoterm Değerlendirmesi.

Özerdem, B. (2011). Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Multifonksiyonel Özellik Sağlayacak Mikrokapsül Hazırlanması Ve Uygulanması. Yayımlanmış Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.

Patrick, K., Abbas, S., Lv, Y., Bouelet, I., Zhang, X. (2013). Microencapsulation by complex coacervation of fish oil using gelatin/SDS/NaCMC. Pakistan of Journal of Food Sciences, 23, 17-25.

Sagis, L. M. (2015). Microencapsulation and microspheres for food applications. Academic Press, p.235-248, ISBN 9780128003503.

Sahlan, M., Rahman, M. R. (2017). Optimization of microencapsulation composition of menthol, vanillin, and benzyl acetate inside polyvinyl alcohol with coacervation method for application in perfumery. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (Vol. 214, No. 1, p. 012005). IOP Publishing.

Samakradhamrongthai, R. S., Angeli, P. T., Kopermsub, P., Utama-Ang, N. (2019). Optimization of gelatin and gum arabic capsule infused with pandan flavor for multi-core flavor powder encapsulation. Carbohydrate polymers, 226, 115262.

- Sambucini, V. (2007). A reference prior for the analysis of a response surface. *Journal of statistical planning and inference*, 137(4), 1119-1128.
- Schultes, R. E., Klein, W. M., Plowman, T., Lockwood, T. E. (1975). Cannabis: an example of taxonomic neglect. *Cannabis and culture*, 21-38.
- Shahgholian, N., Rajabzadeh, G. (2016). Fabrication and characterization of curcumin-loaded albumin/gum arabic coacervate. *Food hydrocolloids*, 59, 17-25.
- Shahidi, F., Han, X. Q. (1993). Encapsulation of food ingredients. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, 33(6), 501-547.
- Shamaei, S., Seiedlou, S. S., Aghbashlo, M., Tsotsas, E., Kharaghani, A. (2017). Microencapsulation of walnut oil by spray drying: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. *Innovative food science & emerging technologies*, 39, 101-112.
- Sharifi, F., Hadizadeh, F., Sadeghi, F., Hamed Mosavian, M. T., Zarei, C. (2016). Process Optimization, Physical Properties, and Environmental Stability of an α -Tocopherol Nanocapsule Preparation Using Complex Coacervation Method and Full Factorial Design. *Chemical Engineering Communications*, 203(1), 64-74.
- Silva, P. T. D., Fries, L. L. M., Menezes, C. R. D., Holkem, A. T., Schwan, C. L., Wigmann, É. F., Bastos, J. D. O., Silva, C. D. B. D. (2014). Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. *Ciência Rural*, 44, 1304-1311.
- Sittipummongkol, K., Chuysinuan, P., Techasakul, S., Pisitsak, P., Pechyen, C. (2019). Core shell microcapsules of neem seed oil extract containing azadirachtin and biodegradable polymers and their release characteristics. *Polymer Bulletin*, 76(8), 3803-3817.
- Talan, N. (2019). Fizikalna, kemijska i senzorska svojstva instant kakao praha obogaćenog ekstraktom industrijske konoplje (*Cannabis sativa* L.) Doctoral dissertation, University of Zagreb. Faculty of Food Technology and Biotechnology. Department of Process Engineering. Section for Fundamental Engineering.
- Thies, C. (1996). A survey of microencapsulation processes. *Drugs and the pharmaceutical sciences*, 73, 1-19.
- Timilsena, Y. P., Akanbi, T. O., Khalid, N., Adhikari, B., Barrow, C. J. (2019). Complex coacervation: Principles, mechanisms and applications in microencapsulation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 121, 1276-1286.
- Umer, H., Nigam, H., Tamboli, A. M., Nainar, M. S. M. (2011). Microencapsulation: Process, techniques and applications. *International journal of research in pharmaceutical and biomedical sciences*, 2(2), 474-481.

- Us-Medina, U., Julio, L. M., Segura-Campos, M. R., Ixtaina, V. Y., Tomás, M. C. (2018). Development and characterization of spray-dried chia oil microcapsules using by-products from chia as wall material. *Powder Technology*, 334, 1-8.
- Ünal, E., Erginkaya, Z. (2010). Probiyotik mikroorganizmaların mikroenkapsülasyonu. *Gıda Dergisi*, 35(4), 297-304.
- Villanueva, M. A., Torres, R. C., Başer, K. H. C., Özek, T., Kürkçüoğlu, M. (1993). The composition of Manila elemi oil. *Flavour and fragrance journal*, 8(1), 35-37.
- Wang, S., Shi, Y., Han, L. (2018). Development and evaluation of microencapsulated peony seed oil prepared by spray drying: Oxidative stability and its release behavior during in-vitro digestion. *Journal of Food Engineering*, 231, 1-9.
- Wang, X., Wang, S. Y., Wang, J., Wang, J. M., Yang, C., Ma, H. Q., Zhang, B. (2020). High share granulation process affecting the quality and stability of spine date seed oil (SDSO) tablets. *LWT*, 118, 108765.
- Xiao, Z., Li, W., Zhu, G. (2015). Effect of wall materials and core oil on the formation and properties of styralyl acetate microcapsules prepared by complex coacervation. *Colloid and Polymer Science*, 293(5), 1339-1348.
- Ye, S., Fan, Y., Cui, Y., Chen, D., Kong, L., Liu, Y. (2017). Preparation of safflower oil microcapsules with gelatin and a novel exopolysaccharide as wall matrix. *Journal of Food Process Engineering*, 40(6), e12573.
- Yıldırım, S., Çalışkan, U. K. (2020). Kenevir ve sağlık alanında kullanımı. *Journal of Faculty of Pharmacy of Ankara University*, 44(1), 112-136.
- Zhang, X. P., Tian, S. J., Zhu, L. (2012). Preparation and properties of safflower oil microcapsule. *Journal of Henan University of Technology (Natural Science Edition)*, 33(6), 27-30.