

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KAPSÜLASYON TEKNOLOJİSİ
KULLANARAK SPOR VE BOŞ ZAMAN
GİYSİLERİNİN FONKSİYONELLEŞTİRİLMESİ

Arzu ÖGE

Eylül, 2017
İZMİR

**KAPSÜLASYON TEKNOLOJİSİ
KULLANARAK SPOR VE BOŞ ZAMAN
GİYSİLERİNİN FONKSİYONELLEŞTİRİLMESİ**

**Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,
Yüksek Lisans Tezi
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı**

Arzu ÖGE

**Eylül, 2017
İZMİR**

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

ARZU ÖGE, tarafından YRD. DOÇ. DR. GÖKHAN ERKAN yönetiminde hazırlanan “KAPSÜLASYON TEKNOLOJİSİ KULLANARAK SPOR VE BOŞ ZAMAN GİYSİLERİNİN FONKSİYONELLEŞTİRİLMESİ” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.



Yrd. Doç. Dr. Gökhan ERKAN

Yönetici



Prof. Dr. A. Merih SARIŞIK

Jüri Üyesi



Doç. Dr. Alper AKKAYA

Jüri Üyesi



Prof. Dr. Emine İlknur CÖCEN

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Öncelikle yüksek lisans tez konumun belirlenmesinde bana rehberlik eden ve tez çalışmamın her aşamasında yanımda olan bilgisini paylaşmaktan kaçınmayan danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Gökhan ERKAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım süresince değerli bilgilerini ve desteğini esirgemeyen sayın hocam Prof. Dr. Ayşe Merih SARIŞIK'a en içten teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Deneysel çalışmalar ve analizlerin gerçekleştirilmesinde katkı sağlayan sayın hocalarım Yrd. Doç. Dr. Aylin Ziylan'a ve Doç. Dr. Hüseyin Ata KARAVANA'ya ve Yrd. Doç. Dr. Mehmet Akif EZAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans eğitimimin her aşamasında yanımda olan değerli arkadaşlarım Esra TOPEL ZEREN'e, Tuğba Can AKKURT'a, Hicran DURAN'a ve Evren SERGİN'e, teknik desteğiyle tez çalışmamın tamamlanmasında katkıda bulunan sevgili Araş. Gör. Oylum ÇOLPANKAN GÜNEŞ'e teşekkür ederim.

Beni her zaman destekleyen can dostum Duygu BURKUTOĞLU'na ve ağabeyim Fatih ÖGE'ye ve en önemlisi bana olan inançlarını hiçbir zaman yitirmeyen sevgili annem Fatma ÖGE ve babam Mustafa ÖGE'ye sonsuz saygılarımı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamın gerçekleştirilmesini sağlayan 0911.STZ.2015 no.lu San-Tez projesine katkılarından dolayı T.C. Bilim, Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı'na, TÜBİTAK'a ve ÜNİTEKS Tekstil Gıda Motorlu Araçlar San.ve Tic. A.Ş.'ye teşekkürlerimi sunarım.

Arzu ÖGE

KAPSÜLASYON TEKNOLOJİSİ KULLANARAK SPOR VE BOŞ ZAMAN GİYSİLERİNİN FONKSİYONELLEŞTİRİLMESİ

ÖZ

Tekstil ve hazır giyim endüstrisi gelişmiş ve gelişmekte olan ülkelerde varlığını sürdüren ve küresel rekabetin en yoğun yaşandığı sektörlerden biri olup, yarattığı istihdam ve ihracat açısından ülkemiz için lider konumdadır. Küresel rekabet içinde başarılı olmak adına firmalar, maliyet, termin ve kalite gibi standart unsurlara ek olarak, çevreci ve sürdürülebilir üretim olanakları, tasarım ve inovasyon, ürünlerin yeni teknolojiler ile fonksiyonelleştirilmesi gibi hususlarda sürekli kendilerini geliştirmek zorunda kalmaktadır. Tüketicilerin alışkanlıkları değişmekte, moda ve tasarıma dayalı beklentilerin yanında ürünlerde fonksiyonellik de talep edilmektedir. Tekstil mamullerine fonksiyonel özellik kazandırılması amacıyla etken maddelerin kapsüllenerek kumaşa aktarıldığı kapsülasyon teknolojisi sayesinde istenilen özelliklere sahip etken maddeler kapsüllenerek kumaşa aktarılabilen ve bu sayede tekstil ürünlerine birçok fonksiyon kazandırılabilir.

Bu tez çalışmasında, mandalina, sandal ağacı ve yasemin uçucu yağları ile jojoba ve sarı kantaron yağları çekirdek madde olarak kullanılmıştır. Kapsül duvar materyali olarak etil selüloz seçilmiş, kapsül üretimi püskürterek kurutma cihazında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kapsüllere kromatografik, spektroskopik, termal ve görüntüleme analizleri (SEM, FTIR, TEM, DSC, TGA, HPLC, partikül büyüklüğü ve dağılımı) gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kapsüller ticari bir çapraz bağlayıcı ile örme kumaşlara aplik edilmiştir. Aplikasyon sonrası SEM analizleriyle kumaş yüzeyindeki kapsül varlığı incelenmiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlara antibakteriyel testleri uygulanmıştır. Ayrıca kumaşlara aktarılan mikrokapsüllerin sürtünmeye ve yıkamaya karşı dayanımları incelenmiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlardaki uçucu bileşenlerin tespiti amacıyla yıkama öncesi ve 1 yıkama sonrasında GC-MS analizleri gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Spor ve boş zaman giysisi, kapsülasyon, koku, antibakteriyel

FUNCTIONALIZING SPORT AND LEISURE GARMENTS USING ENCAPSULATION TECHNOLOGY

ABSTRACT

The textile and garment industry is one of the sectors in which developed and developing countries continue to exist and where global competition is most intense, and is in a leader position for our country in terms of employment and exports. In order to be successful in global competition, companies have to constantly improve themselves in terms of cost, terminology and quality, environmental and sustainable production facilities, design and innovation, functionalization of products with new technologies. Consumers' habits are changing, besides the expectations based on fashion and design, functionality is also demanded in products. In order to impart functional properties to textile products, the active ingredients are encapsulated and transferred to the fabric through encapsulation technology, the active ingredients with the desired properties can be encapsulated and transferred to the fabric thus many functions can be given to the textile products.

In this thesis study, mandarin, sandalwood and jasmine essential oils and jojoba and St. John's Wort oils were used as core material. Ethyl cellulose was selected as the wall material and capsule production was carried out by spray drying device. Chromatographic, spectroscopic, thermal and imaging analyzes (SEM, FTIR, TEM, DSC, TGA, HPLC, particle size and distribution) were performed on the obtained capsules. The obtained capsules were applied to knitted fabrics with a commercial crosslinker. After the application, the presence of the capsule on the fabric surface was examined by SEM analyses. Antibacterial tests were applied to the microcapsule impregnated fabrics. In addition, the resistance of the microcapsules transferred to fabrics to abrasion and washing has been examined. GC-MS analyzes were performed before washing and after 1 washing to determine the volatile components in the microcapsule impregnated fabrics.

Keywords: Sport and leisure garments, encapsulation, fragrance, antibacterial

İÇİNDEKİLER

Sayfa

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU	ii
TEŞEKKÜR	iii
ÖZ.....	iv
ABSTRACT	v
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xiii

BÖLÜM BİR - GİRİŞ..... 1

1.1 Kapsülasyon Teknolojisi..... 2

1.1.1 Kapsül Üretim Yöntemleri 4

1.1.1.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi 5

1.1.2 Kapsülasyon Teknolojisinde Kullanılan Polimerler 6

1.1.2.1 Etil Selüloz..... 7

1.2 Çalışmada Kullanılan Yağlar..... 8

1.1.1 Sarı Kantaron..... 8

1.1.2 Mandalina 10

1.1.3 Sandal Ağacı..... 11

1.1.4. Jojoba..... 12

1.1.5 Yasemin 14

1.3 Uçucu ve Sabit Yağlar ile Kokuların Mikrokapsülasyonu Üzerine Yapılan Çalışmalar 15

1.4 Etil Selüloz Kabuk Materyali ve Püskürterek Kurutma Yöntemi Üzerine Yapılan Çalışmalar 30

BÖLÜM İKİ - MATERYAL VE METOD 34

2.1 Materyal 34

2.1.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler..... 34

2.1.2 Kullanılan Cihazlar	34
2.1.3 Kullanılan Kumaş	35
2.2 Metod	36
2.2.1 Kapsül Üretim Çalışmaları	36
2.2.2 Kapsüllerin Kumaşlara Aplikasyonu	38
2.2.3 Kapsül ve Kumaşlarda Gerçekleştirilen Test ve Analizler.....	38
2.2.3.1 SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi	38
2.2.3.2 Partikül Boyut Dağılımı Analizi	38
2.2.3.3 FTIR (Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi) Analizi	39
2.2.3.4 DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizi.....	39
2.2.3.5 TGA (Termo Gravimetrik Analiz) Analizi	39
2.2.3.6 HPLC (Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi) Analizi	39
2.2.3.7 TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) Analizi	40
2.2.3.8 Zeta Potansiyeli Analizi	40
2.2.3.9 Kapsül Üretim Verimlerinin Belirlenmesi.....	40
2.2.3.10 Yıkamaya Karşı Dayanım Testleri.....	41
2.2.3.11 Sürtünmeye Karşı Dayanım Testleri.....	41
2.2.3.12 Su Buharı Geçirgenliği Testleri	41
2.2.3.13 Antibakteriyel Etkinlik Testleri	41
2.2.3.14 GC-MS (Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi) Analizi	42
BÖLÜM ÜÇ - ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	43
3.1 Mikrokapsüllerin Karakterizasyon Çalışmaları	43
3.1.1 SEM Analizi Sonuçları	43
3.1.2 Partikül Boyut Dağılımı Analizi Sonuçları	47
3.1.3 FTIR Analizi Sonuçları	50
3.1.4 DSC Analizi Sonuçları	53
3.1.5 TGA Analizi Sonuçları	55
3.1.6 HPLC Analizi Sonuçları	59
3.1.7 TEM Analizi Sonuçları.....	64
3.1.8 Zeta Potansiyeli Sonuçları	65

3.1.9 Kapsül Üretim Verimi Sonuçları	65
3.2 Kapsül Aktarılmış Kumaşlar Üzerinde Gerçekleştirilen Test ve Analizler	
.....	66
3.2.1 SEM Analizi Sonuçları	67
3.2.1.1 Mikrokapsül Aplikasyonu Sonrası SEM Analizi Sonuçları	67
3.2.1.2 Yıkama Testleri Sonrası SEM Analizi Sonuçları	71
3.2.1.3 Sürtünme Testleri Sonrası SEM Analizi Sonuçları	78
3.2.2 Su Buharı Geçirgenliği Testi Sonuçları	83
3.2.3 HPLC Analizi Sonuçları	85
3.2.4 Antibakteriyel Etkinlik Testi Sonuçları	87
3.2.4. GC-MS Analizi Sonuçları	88
BÖLÜM DÖRT - SONUÇ VE ÖNERİLER.....	95
KAYNAKLAR	98

ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 1.1 Kapsülasyon teknolojisinin kullanıldığı alanlar (Martins, Barreiro, Coelho ve Rodrigues, 2014).....	3
Şekil 1.2 Mikroapsülasyon ile elde edilen farklı mikropartikül morfolojileri: (a) mikroapsül, (b) mikroküre, (c) çok tabakalı mikroapsül ve (d) çok kabuklu ve çok çekirdekli mikroküre (Nesterenko ve ark., 2013)	4
Şekil 1.3 Püskürterek kurutma yöntemine göre mikroapsülasyon (Ghosh, 2006).....	6
Şekil 1.4 Etil selülozun kimyasal yapısı (Sigma Aldrich,2017)	7
Şekil 3.1 Boş kapsüllere ait SEM görüntüsü.....	44
Şekil 3.2 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6.....	45
Şekil 3.3 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6.....	46
Şekil 3.4 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6	47
Şekil 3.5 Boş kapsüllere ait partikül boyutu dağılımı grafiğı	48
Şekil 3.6 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait partikül boyut dağılımı grafikleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6.....	48
Şekil 3.7 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait partikül boyut dağılımı grafikleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6.....	49
Şekil 3.8 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait partikül boyut dağılımı grafikleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6.....	49
Şekil 3.9 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin, sarı kantaron yağının, boş kapsüllerin ve mandalina yağının FTIR spektrumları.....	51
Şekil 3.10 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin, sarı kantaron yağının, boş kapsüllerin ve sandal ağacı yağının FTIR spektrumları.....	52

Şekil 3.11 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin, sarı kantaron yağının, boş kapsüllerin, yasemin yağının ve jojoba yağının FTIR spektrumları	53
Şekil 3.12 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait DSC sonuçları	54
Şekil 3.13 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait DSC sonuçları ..	54
Şekil 3.14 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait DSC sonuçları	55
Şekil 3.15 Boş kapsüllere ait TGA-DTG/DTA diyagramı.....	56
Şekil 3.16 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerine ait TGA-DTG/DTA diyagramları	57
Şekil 3.17 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapsüllerine ait TGA-DTA diyagramları.....	57
Şekil 3.18 yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerine ait TGA-DTA diyagramları.....	58
Şekil 3.19 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M5 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumu	59
Şekil 3.20 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları.....	60
Şekil 3.21 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S5 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları.....	61
Şekil 3.22 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları.....	62
Şekil 3.23 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y5 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları.....	63
Şekil 3.24 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları.....	64
Şekil 3.25 Kapsüllere ait TEM görüntüleri a. Boş kapsüller b. 1:2 etken madde:kabuk maddesi ve 1:3 mandalina yağı:sarı kantaron yağı oranlarındaki kapsüller	65
Şekil 3.26 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşa ait SEM görüntüleri.....	67
Şekil 3.27 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6	68

Şekil 3.28 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6	69
Şekil 3.29 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6.....	70
Şekil 3.30 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri	71
Şekil 3.31 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6	72
Şekil 3.32 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6.....	73
Şekil 3.33 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6.....	74
Şekil 3.34 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri	75
Şekil 3.35 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. M2 b. M4 c. M6.....	76
Şekil 3.36 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. S2 b. S4 c. S6	77
Şekil 3.37 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. Y2 b. Y4 c. Y6.....	78
Şekil 3.38 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri	79
Şekil 3.39 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6.....	80
Şekil 3.40 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6.....	81

Şekil 3.41 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6	82
Şekil 3.42 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların su buharı geçirgenliği değerleri	83
Şekil 3.43 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların su buharı geçirgenliği değerleri	84
Şekil 3.44 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların su buharı geçirgenliği değerleri	84
Şekil 3.45 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M5 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait HPLC kromatogramı ve spektrumu	85
Şekil 3.46 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S5 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait HPLC kromatogramı ve spektrumları.....	86
Şekil 3.47 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y5 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait HPLC kromatogramı ve spektrumları.....	86
Şekil 3.48 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait GC-MS sonuçları	89
Şekil 3.49 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait GC-MS sonuçları	90
Şekil 3.50 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait GC-MS sonuçları	91
Şekil 3.51 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası GC-MS sonuçları.....	92
Şekil 3.52 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası GC-MS sonuçları.....	93
Şekil 3.53 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası GC-MS sonuçları.....	94

TABLÖLAR LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 1.1 Mikrokapsülasyon yöntemleri	5
Tablo 1.2 Mikrokapsülasyon tekniğine göre partikül boyut dağılımı.....	5
Tablo 2.1 Kullanılan kimyasal maddeler	34
Tablo 2.2 Kullanılan cihazlar	35
Tablo 2.3 Kullanılan kumaşa ait veriler	35
Tablo 2.4 Dinçleştirici, güzel koku ve antibakteriyel özelliklere sahip kapsüllerin oranları.....	36
Tablo 2.5 Rahatlatıcı, güzel koku ve antibakteriyel özelliklere sahip kapsüller.....	37
Tablo 2.6 Besleyici, güzel koku ve antibakteriyel özelliklere sahip kapsüller (sabit yağ olarak jojoba yağı ve sarı kantaron yağı oranı 1:1 alınarak eşit miktarlarda kullanılmıştır).....	37
Tablo 2.7 HPLC analizinde kullanılan gradiyent elüsyon programı.....	40
Tablo 3.1 Boş kapsüllere ait zeta potansiyeli analizi sonuçları	65
Tablo 3.2 Boş kapsüller ile mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin üretim verimleri	66
Tablo 3.3 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin üretim verimleri	66
Tablo 3.4 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin üretim verimleri	66
Tablo 3.5 Mikrokapsül aktarılmış kumaşların <i>Escherichia coli</i> (ATCC 35218) ¹ karşı antibakteriyel etkinlikleri.....	87
Tablo 3.6 Mikrokapsül aktarılmış kumaşların <i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 6538) ² karşı antibakteriyel etkinlikleri.....	87

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

Tekstil sektöründe katma değer kazandıran fonksiyonel işlemlerin önemi gün geçtikçe artmaktadır. Tüketicinin isteklerini sadece estetik özellikler değil aynı zamanda fonksiyonel özellikler de belirlemektedir. Mikrokapsülasyon fonksiyonel bitim işlemlerinde alternatif bir yol olarak kullanılmaktadır. Güç tutuşurluk, koku uygulamaları, kir ve su iticilik gibi özelliklerin tekstil mamulüne kazandırıldıktan sonra kullanım aşamasında uzun süre etkisini koruması önemlidir. Mikrokapsülasyon, fonksiyonel bitim işlemlerinin etkisini uzun süre koruması açısından da önemli bir araçtır. Özellikle kontrollü salım gibi etkiler istenildiğinde rakipsiz olarak görülmektedir (Asma, 2011, s. 1).

Güzel kokmak insanoğlunun benimsediği önemli gereksinimlerindendir. Bu gereksinimini her alanda ürettiği ve geliştirdiği ürünlere belli oranlarda taşıdığı görülmektedir. Aromakoloji, beyindeki limbik sistemdeki koku duyularını uyarak kokulardan relaksasyon (gevşeme, huzur), zindelik-neşe, istek, mutluluk ve iyi hissetme gibi özel his ve duygulara geçişteki çeşitliliği tanımlamak amacıyla, koku teknolojisi ile psikoloji arasındaki ilişkiyle ilgili çalışmaları tanımlayacak bir bilim dalıdır. Tekstil malzemesine taze ve kalıcı koku verme üzerine birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalarda koku direkt tekstil ürününe veya tekstil ham maddelerine applike edilmiş ancak, alınan sonuçlar kalıcı olmamış, koku birkaç kullanımdan sonra kaybolmuştur. Kapsülasyon tekniği ile taşınan kokuların tekstil ürünlere uzun süre kalıcı koku sağladığı yapılan çalışmalarla ortaya konulmuştur (Asma, 2011, s. 1).

Yaşlanmaya bağlı değişikliklerin en iyi izlenebileceği organ deridir. Deri yaşlanması genetik yapıya ve çevresel faktörlere bağlıdır. Uzun yaşam beklentisinin artmasıyla birlikte son yıllarda yaşlanma geciktirici ürünlere ilgi artmıştır. Sağlıklı beslenmenin yanında bazı yaşlanma geciktirici vitaminlerin hazır olarak alınması gerekebilir. Bu gibi durumlarda kremler, losyonlar, tabletler kullanılmaktadır ancak bu ürünlerin düzenli kullanımını sağlamak zordur.

Cildimizin nem dengesini korumak büyük bir hassasiyet gerektirmektedir. Sistemli bir cilt bakımı sağlayabilmek için günümüzde tekstil metaryallerini kullanmak mümkündür. Çeşitli kokular vitaminler besleyici yağlar içeren kapsüller tekstil metaryaline apliedilir ve kullanım sırasında deriye nüfuz eder. Böylece dengeli bir cilt bakımı gerçekleştirilmiş olur. Bugün birçok firma kokulu tekstil yüzeylerini ve antibakteriyel ürünleri tüketiciye sunmaktadır (Sarıışık, 2011).

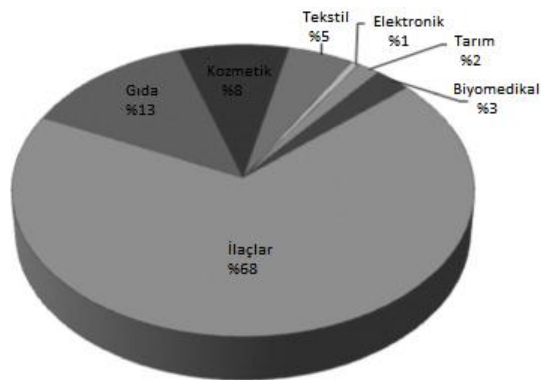
Bu tez çalışmasında spor ve boş zaman giysilerine yönelik rahatlatıcı, dinçleştirici, hoş koku verici ve antibakteriyel özelliklere sahip mikrokapsüllerin üretimi ve tekstil mamulüne aktarımı amaçlanmıştır. Bu kapsamda mandalina uçucu yağının dinçleştirici, sandal ağacı uçucu yağının rahatlatıcı, yasemin uçucu yağının güzel koku verici, jojoba yağının cilt bakımı sağlayıcı ve sarı kantaron yağının da antibakteriyel özellikleri kullanılmıştır. Mandalina yağı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüller, sandal ağacı yağı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüller ve yasemin yağı, jojoba yağı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüller olmak üzere üç farklı çeşitte kapsül üretilmiştir. Kapsül duvar materyali olarak etil selüloz seçilmiş, kapsül üretimi püskürterek kurutma cihazında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kapsüllere kromatografik, spektroskopik termal ve görüntüleme analizleri (SEM, FTIR, TEM, DSC, TGA, HPLC, partikül büyüklüğü ve dağılımı) gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kapsüller ticari bir çapraz bağlayıcı ile örme kumaşlara apliedilmiştir. Aplikasyon sonrası SEM analizleriyle kumaş yüzeyindeki kapsül varlığı incelenmiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlara antibakteriyel testleri uygulanmıştır. Ayrıca kumaşlara aktarılan mikrokapsüllerin sürtünmeye ve yıkamaya karşı dayanımları incelenmiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlardaki uçucu bileşenlerin tespiti amacıyla yıkama öncesi ve 1 yıkama sonrasında GC-MS analizleri gerçekleştirilmiştir.

1.1 Kapsülasyon Teknolojisi

Katma değerli ürünlere yönelik artan talep küresel pazarlardaki eğilimleri önemli ölçüde etkilemektedir. Bu nedenle tekstil endüstrisi akıllı, kozmetik ve tıbbi tekstiller

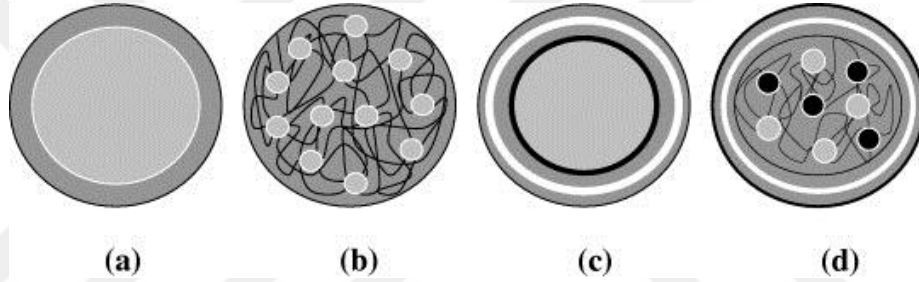
gibi katma değeri yüksek tekstillerin üretimini arttırmaktadır. Kapsülasyon tekniği son yıllarda katma değeri yüksek tekstil mamullerinin üretilmesinde önem kazanmıştır. Kapsülasyon, uygun polimerlerle seçilen maddelerin hapsedilmesidir. Kapsüller boyut esas alınarak sınıflandırılır. Çapı bir mikro metre ile milimetre arasındakiler mikrokapsül, 1 µm altındakiler nanokapsül, 1000 µm üzerindeki ise makropartikül olarak adlandırılmaktadırlar. Ticari kapsüllerin partikül boyutları ise 3-800 µm aralığında olup kapsül doluluk oranları ise %10-90 aralığında değiştiği bilinmektedir (Hui ve ark., 2013; Paulo ve Santos, 2017; Thies, 1996).

Mikrokapsülasyon teknolojisi ilk kez 1950'lerde Green ve Schleicher tarafından boyarmadde içeren kapsüllerin hazırlanması için kullanılıp kopyalama amacıyla kağıda dahil edilmiştir. Günümüzde ise etken maddelerin kontrollü salımı ve bu maddelerin dış ortamdan korumasını sağlamak amacıyla kullanılmakta olup mikrokapsülasyon teknikleri ile elde edilen ürünler mikropartiküller olarak adlandırılmaktadır. Bu teknolojik yaklaşım farmasötik, gıda, kozmetik, tekstil, biyomedikal, tarım ve elektronik endüstrilerinde kullanılmaktadır. Mikrokapsülasyon teknolojisi tekstilde dayanıklı kokular, cilt yumuşatıcıları, böcek iticiler, antimikrobiyal ajanlar, faz değiştiren materyaller, ecza maddeleri vb. uygulamalar için kullanılmaktadır (Hui ve ark., 2013; Koç, Sakin ve Kaymak-Ertekin, 2010; Paulo ve Santos, 2017). Şekil 1.1'de kapsülasyon teknolojisinin kullanıldığı alanlar görülmektedir.



Şekil 1.1 Kapsülasyon teknolojisinin kullanıldığı alanlar (Martins, Barreiro, Coelho ve Rodrigues, 2014)

Mikrokapsüller basitçe küre şeklinde olup çevresinde homojen bir duvar yer almaktadır. Mikrokapsül içerisinde yer alan madde veya karışım çekirdek, iç faz veya dolgu olarak ifade edilirken dış kısımda yer alan duvar ise kabuk, kaplama, duvar materyali veya membran olarak isimlendirilmektedir. Mikrokapsüllerin görünüşleri çekirdek materyalinin fiziko-kimyasal özelliklerine, duvar materyalinin kompozisyonuna ve mikroenkapsülasyon tekniğine göre değişim göstermekte olup yapıları genelde Şekil 1.2’de gösterildiği gibi bir duvar malzemesi tabakası ile çevrilmiş tek bir merkezli mikrokapsüller, sürekli bir matris ağına dağılmış olan çekirdek ve çok katmanlı mikrokapsüller veya çok kabuklu mikroküreler gibi karmaşık yapılar olarak sınıflandırılmaktadır (Koç ve ark., 2010; Nesterenko, Alric, Silvestre ve Durrieu, 2013).



Şekil 1.2 Mikrokapsülasyon ile elde edilen farklı mikropartikül morfolojileri: (a) mikrokapsül, (b) mikroküre, (c) çok tabakalı mikrokapsül ve (d) çok kabuklu ve çok çekirdekli mikroküre (Nesterenko ve ark., 2013)

1.1.1 Kapsül Üretim Yöntemleri

Literatürde birçok kapsül üretim tekniği bulunmaktadır. Kapsül üretim tekniğinin seçiminde çekirdek materyalin tipi, istenilen partikül boyutu ve kabuk materyalinin geçirgenliği gibi özellikler önemlidir. Kapsül üretim yöntemleri kimyasal ve mekanik yöntemler olmak üzere ikiye ayrılmakta olup kullanılacak kapsülasyon tekniği hedeflenen etkiye göre seçilmelidir. Tablo 1.1’de sık kullanılan kimyasal ve mekanik mikrokapsülasyon yöntemleri, Tablo 1.2’de ise mikrokapsülasyon tekniklerine göre elde edilebilecek partikül boyutları verilmiştir (Ghosh, 2006).

Tablo 1.1 Mikrokapsülasyon yöntemleri

Mekanik Yöntemler	Kimyasal Yöntemler
Püskürterek kurutma yöntemi	Ara yüzey polimerizasyonu
Santrifüj yöntemi	İn-situ polimerizasyonu
Rotasyonel süspansiyon ayırma	Kompleks koaservasyon
Akışkan yatak yöntemi	Basit koaservasyon
Elektrostatik yöntem	Süperkritik akışkan yöntemi
Soğutarak kurutma	
Sıcak eriyik yöntemi	

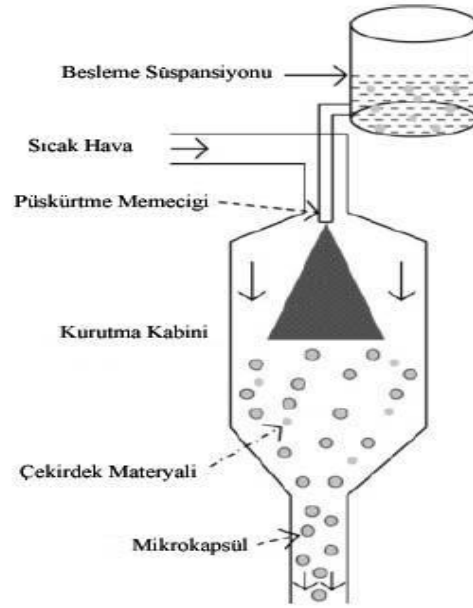
Tablo 1.2 Mikrokapsülasyon tekniğine göre partikül boyut dağılımı

Mikrokapsülasyon Tekniği	Partikül boyutu(μm)
Ekstrüder	250-2500
Püskürterek kurutma	5-5000
İn-situ Polimerizasyon	0,5-1100
Ara Yüzey Polimerizasyonu	0,5-1000
Koaservasyon	2-1200
Döner Disk Metodu	5-1500
Akışkan yatak mikrokapsülasyonu	20-1500

1.1.1.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi

Farklı etken madde ve kabuk materyali türlerine adapte edilebilmesinin yanı sıra çeşitli ebat, kabuk kalınlığı ve geçirgenliğe sahip partiküller üretmek, böylece aktif maddenin salınım oranını ayarlamak için çeşitli kapsülasyon yöntemleri bulunmaktadır. Mekanik yöntemlerden olan püskürterek kurutma yöntemi 1930'larda geliştirilen ve çok kullanılan yöntemlerden biridir. Tek adımlık kurutma işlemine benzer basit bir işlem olarak tarif edilebilmekte olup, parfüm veya yağların mikrokapsüllenmesi de dahil olmak üzere, iyi bir verimlilikte geniş bir mikrokapsül yelpazesi üretebilmektedir. Bu yöntem çözeltiler, süspansiyonlar, bulamaçlar, eriyikler ve macunlar gibi geniş bir yelpazedeki besleme stoğu ve ürün spesifikasyonlarına uyarlanabilmektedir (Martins ve ark., 2014).

Püskürterek kurutmada kabuk materyal bir polimer çözeltisinin içerisinde çözülmemektedir. Elde edilen çözelti sistemi Şekil 1.3’de gösterildiği gibi memecığın içerisinde pompalanarak içinde sıcak hava bulunan bir kabine aerosol halinde püskürtülmektedir. Kabin içerisindeki sıcak hava nedeniyle çözgen uzaklaştırılmakta ve mikrokapsül oluşturulmaktadır. Ürün, uygulanan yüksek kurutma sıcaklıklarına rağmen kuruma süresinin kısa olması ve ürünün teorik olarak yaş termometre sıcaklığını aşmamasından dolayı zarar görmemektedir. Çekirdek-kabuk materyal oranı, viskozite, konsantrasyon ve başlangıç çözeltisinin sıcaklığı mikrokapsüllerin özelliklerini etkilemektedir (Aggarwal, Dayal ve Kumar, 1998; Ghosh, 2006; Koç ve ark., 2010; Mathiowitz, Chickering, Jong ve Jacop, 2000; Thies, 1996).



Şekil 1.3 Püskürterek kurutma yöntemine göre mikrokapsülasyon (Ghosh, 2006)

1.1.2 Kapsülasyon Teknolojisinde Kullanılan Polimerler

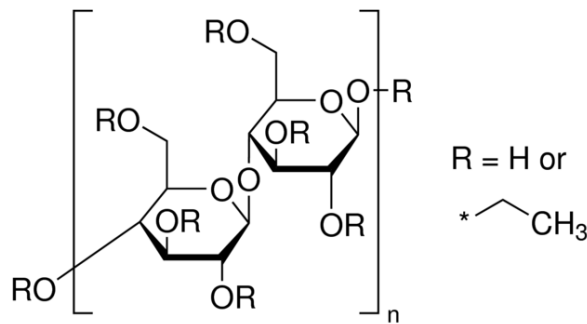
Kapsülasyon teknolojisinde kullanılan kabuk materyalinin kompozisyonu son ürünün fonksiyonel özelliklerine doğrudan etki etmektedir. Bu nedenle ideal bir kaplama materyali yüksek konsantrasyonda iyi reolojik özellikler, kapsülasyon sırasında kolay işlenebilme, emülsiyon ve dispersiyon özelliği, yüksek emülsiyon

stabilitesi, kapsülasyon ve depolama sırasında çekirdek maddenin özelliğini bozacak şekilde reaksiyona girmeme, etken maddeyi kaplayıp hem işlem hem de depolama sırasında koruyabilme ve uygun çözgünde çözünebilme özelliklerine sahip olmalıdır (Koç ve ark., 2010).

Yukarıda belirtilen özellikleri tek bir kaplama materyalinin sağlamasının çok zor olması nedeniyle kabuk materyallerinin bir arada kullanılması önerilmektedir. Bunun yanı sıra fiziksel ve mekaniksel özellikleri daha iyi olan modifiye kabuk materyalleri de (örnek; modifiye selüloz) mevcuttur. Mikroenkapsülasyon işleminde genellikle nişasta, maltodekstrin, pullulan, sakkaroz, maltoz gibi karbonhidratlar; jelatin, peynir altı suyu proteinleri, kazein ve kazeinatlar gibi proteinler ve gam arabik gibi gamlar kabuk materyali olarak tercih edilmektedir (Koç ve ark., 2010).

1.1.2.1 Etil Selüloz

Etil selüloz, selüloz makromolekülünün alkalilerle işleme tabi tutulmasından sonra oluşan alkali selülozun etil klorür ile reaksiyona girmesiyle elde edilen sert, termoplastik ve hidrofob yapıda bir polimerdir. Alkaliler, tuzlar ve suya karşı dayanıklı olup çok geniş sıcaklık aralığında mukavemetini ve esnekliğini koruyabilmektedir. Ucuz çözgenlerde çözülebilmesi nedeniyle endüstriyel uygulamalarda geniş kullanım olanağı bulmaktadır. Yapıştırıcılarda, seramiklerde iletkenlerde, elektroniklerde, gıda endüstrisinde, eczacılıkta, gıda paketlemede ve mürekkeplerde kullanılmaktadır (Erkan, 2008).



Şekil 1.4 Etil selülozun kimyasal yapısı (Sigma Aldrich,2017)

1.2 Çalışmada Kullanılan Yağlar

1.1.1 Sarı Kantaron

Hypericum perforatum L.; tarla, yol, orman kıyılarında, tepelerde ve çayırlarda temmuzdan eylül ayına kadar çiçeklenen ve ülkemizde, sarı kantaron, kan otu, kılıç otu, mayasıl otu, kuzu kıran, koyun kıran ve yara otu gibi yöresel adlara da sahip olan şifalı bir bitkidir. Bitki 30-100 cm boyunda, çok senelik ve otsudur. Yapraklar 10-35 mm uzunlukta, elips biçiminde ve hemen hemen sapsızdır. Halk arasında “sarı kantaron, binbirdelik otu” olarak bilinen *Hypericum perforatum* L., Türkiye’de ve Avrupa’da yaygın yetişen yabani bir bitkidir. (Baytop, 1974). *Hypericum perforatum* L. ülkemizde doğal tedavi yöntemi olarak dahilen ağrı giderici, yatıştırıcı, parazit düşürücü, ülserle karşı tedavi edici olarak kullanılmaktadır. Halk arasında zeytinyağı içerisinde bu bitkinin çiçeklerinin güneşte bekletilmesi ile elde edilen karışım yanık ve yara iyileştirici olarak haricen uygulanmaktadır (Yeşilada ve ark., 1995).

Hypericum perforatum L. ile ilgili pekçok araştırma bulunmaktadır. İçerdiği birçok aktif maddeden dolayı, antitümör (Colasanti ve ark. 2000), antiviral (Tang, Colacino ve Larsen, 1990), antidepresan (Thiele, Brink ve Ploch, 1993), antibakteriyal (Reichling, Weseler ve Saller, 2001), antienflamatuvar (Sosa ve ark., 2007), analjezik (Kumar, Singh, ve Bhattacharya, 2001) ve hepatoprotektif (Öztürk, Aydın, Başer, Kirimer ve Kurtar-Öztürk, 1992) etkilerinin olduğu belirlenmiştir.

Hypericum perforatum L. bünyesinde floroglusinoller (hiperforin, adhiperforin), naftodiantronları (hiperisin, pseudohiperisin, protohiperisin, protopseudohiperisin), fenolik asitleri ve rutin, kersetin, astilbin gibi çok sayıda flavonoidleri barındırmaktadır (Kalogeropoulos, Yannakopoulou, Gioxari, Chiou ve Makris, 2010).

Hypericum perforatum L. ihtiva ettiği naftodiantronlardan en önemli bileşik hiperisindir. Hiperisin ve pseudohiperisin bitkinin çiçek ve yapraklarında oluşmaktadır. Naftodiantronlar ışığa karşı hassasdırlar. Naftodiantronlar özellikle T-

hücreleri kaynaklı hastalıkların tedavisinde ve fotodinamik kanser tedavisinde rol oynamaktadırlar. Ayrıca protein kinaz C inhibisyonuna yol açtıkları için viral hastalıklarda antiviral etki göstermektedir.

Floroglusinoller (hiperforin, adhiperforin), bitkinin çiçeklerinde ve meyvelerinde bulunur. Işığa karşı duyarlıdırlar. Hiperforin, serotonin, dopamin ve noradrenalinin inhibisyonuna yol açarlar. Bu durum hiperforin bileşiğinin antidepresan özellikte olmasını sağlamaktadır. Antineoplastik ajan (kanser tedavisi) olarak kullanılma olanakları da son yıllarda araştırılmaya başlanmıştır. Hiperforinin antimalaryal etki gösterdiği de saptanmıştır.

Hypericum perforatum L. bitkisinde bulunan 3. grup kimyasal bileşikler ise flavonoidlerdir. Bu grupta kemferol, luteolin, mirsetin, kersetin, hiperozit, izokersetin, rutin ve epikateşin bulunmaktadır. Flavonol glikozitlerinin kas gevşetici etkisi bulunmaktadır.

Biflavonlar da önemli kimyasal gruplardan biridir. Özellikle amentoflavon, antienflamatuar ve analjezik etki göstermektedir.

Hypericum perforatum L. bünyesinde bulunan önemli kimyasal maddelerden biri de tanenlerdir. Tanen bileşikleri, bitki ekstresine antioksidant, antimikrobiyal ve antiviral özellik kazandırmaktadır.

Süntar ve ark. (2010), *Hypericum perforatum* L. bitkisinde *in vivo* yara iyileştirme potansiyelini araştırmışlardır. *Hypericum perforatum* L. bitkisinde flavonoidlerin (hiperozit, izokersetin, rutin ve epikateşin) ve hiperisinin aktif bileşenler olduğu ve yara iyileştirici ve antienflamatuar aktivite gösterdiğini belirtmişlerdir.

Sosa ve ark. (2007), *Hypericum perforatum*'da bulunan olası aktif bileşenlerin topikal antienflamatuar etkisine bakmışlar ve bitki ekstresinin aktif bileşenlerin antienflamatuar etkiye sahip olduğunu vurgulamışlardır. Ekstre içindeki her bir bileşenin de antienflamatuar etkiye katkısı olduğunu bildirmişlerdir.

N. Öztürk, Korkmaz ve Y. Öztürk (2007), sarı kantarının yara iyileştirme aktivitesinin, fibroplast kolajen üretiminin uyarılmasını arttırmasından ve zarar görmüş bölgede yara iyileştirme sürecinde rol oynayan fibroplast hücrelerinin poligonal şekil almalarını sağlamasından dolayı olduğunu bildirmişlerdir. Epitelizasyon süreci üzerinde bitki ekstrelerinin etkisi olduğu kanısına varmışlardır.

Mattace Raso ve ark. (2002), flavonoidlerin antienflamatuar etki gösterdiğini ve flavonoidler dışında diğer bileşiklerin de antienflamatuar etkiye sahip olabileceklerini belirtmişlerdir. Ayrıca *Hypericum perforatum* L. ekstrelerinin fare, sıçan ve insanlar üzerinde toksik etkiye sahip olmamasının tedavi amaçla yaygın olarak kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

1.1.2 Mandalina

Mandalina meyveleri (*Citrus reticulata*, Turuncgiller ailesi), taze meyve pazarlarında en çok yenilebilen narenciyelerden biri olup özellikle Akdeniz bölgesi, Brezilya, Arjantin, Uruguay, Japonya, Avustralya ve ABD olmak üzere çeşitli iklimler altında yetiştirilmektedir. Mandalina çeşitlerinin 2005 yılında dünya çapında üretiminin 23,3 milyon ton civarında olduğu tahmin edilmektedir. Mandalinalar genellikle yaklaşık olarak 30 farklı türlerde sınıflandırılmakta ve morfolojik ve hortikal karakterler (şekil, hacim ve meyve rengi, kabuğu bağlılığı, olgunluk, kendine özgü tat ve aroma) bakımından büyük bir çeşitliliğe sahip olmaları nedeniyle, taksonomik sınıflandırmaları zor olmaktadır (Danielski ve ark., 2008; Lota, Serra, Tomi ve Casanova, 2000).

Mandalina kabuğu yağı genellikle soğuk presleme işlemi ile elde edilip soğuk preslenmiş mandalina yağının meyve rengi ve olgunluk ile ayırt edilen, "yeşil yağ" , "sarı yağ" ve "kırmızı yağ" olmak üzere üç farklı çeşidi bulunmaktadır. Bunlardan "yeşil yağ" olgunlaşmamış meyvelerden, "sarı yağ" olgunlaşmış olan meyvelerden ve "kırmızı yağ" ise tamamen olgunlaşmış olan meyvelerden elde edilmektedir (Danielski ve ark., 2008).

Mandalinaların kabuğu ve yaprağı veya petitgrain yağları ile ilgili çeşitli çalışmalar bulunmaktadır. Ayrıca çeşitli parametrelerin (meyve olgunluğu, bitkinin vejetatif aşaması, depolama durumu, ekstraksiyon yöntemi) kabuk ve yaprak yağlarının kimyasal bileşimine etkisi ile ilgili literatürler de bulunmaktadır (Lota ve ark., 2000).

Mandalina kabuğu yağı ana bileşenleri limonen (%95'ten fazla) ve γ -terpinen gibi ve diğer terpenlerdir. Linalool, dekana ve sitral gibi oksijenli bileşenler (%0.2-1.5) aroma fraksiyonuna en yüksek katkıyı verir. Mandalina yağı içinde bulunan diğer önemli bileşen sınıfları flavonoidler, seskiterpenler ve mumlardır (Danielski ve ark., 2008).

Mandalina esansiyel yağının temel bileşeni d-limonene olup öforik, sindirim fonksiyonlarını iyileştirici ve yardımcı etkisi nedeniyle anksiyete/stres, sindirim/bulantı, huzursuzluk, kabızlık, uykusuzluk için ve sedatif, rahatlatıcı, sindirim geliştirici ve antiseptik özellikleri nedeniyle de aromaterapide kullanılmaktadır (Johnson ve ark., 2016; Loo, 2009). Eğer güneşe maruz kalan deriye parfüm olarak uygulama veya aromaterapi amaçlanıyorsa kumarinler ve psoralenler gibi fototoksik bileşenlerin uzaklaştırılması gerekmektedir (Danielski ve ark., 2008).

1.1.3 Sandal Ağacı

Santalum album L. (Santalaceae), Hindistan, Endonezya, Malezya ve Avustralya'da yetişen tropikal ve yapraklarını dökmeyen bir ağaçtır (Matsuo ve Mimaki, 2012). Doğu Hindistan sandal ağacı, dünyanın en önemli şifalı ağaçlarından biri olarak tanımlanmaktadır (Misra ve Dey, 2012). Sandal ağacı; odun özü ve parfümeri, ilaç, kozmetik ve agarbathi (tütsü çubukları) endüstrilerinde kullanılan uçucu yağı sayesinde ekonomik bakımdan önemli bir ağaç olup bu nedenlerle "Yeşil Altın" olarak ünlenmiştir (Guo, Zhang, Gao, Qu ve Liu, 2014).

Sandal ağacı, bin yıl boyunca çeşitli parfümeri, tıbbi ve törensel amaçlar için kullanılmaktadır. Ayrıca dünyanın birçok yerinde kültürel olarak büyük öneme sahip oymacılık için de değerli bir malzemedir (Baldovini, Delasalle ve Joulain, 2011). Sandal ağacı yağı Hint geleneksel hekimliği Ayurveda'da antiseptik, ateş düşürücü, antiskabietik, diüretik, ekspektoran, uyarıcı olarak ve antibakteriyel ve antifungal özellikleri nedeniyle de bronşit, dizüri, idrar yolu enfeksiyonu ve gonoreal tedavisi için kullanılmıştır. Hidrolize edilmiş sandal ağacı tozu farmakolojik taramalarda antiremorogenik, anti-inflamatuar, antimitotik, antiviral, antikanser, anti-hipertansif, ateş düşürücü ve yatıştırıcı özellikler göstermiştir. Yağ ayrıca belirli *herpes simplex* virüsü türlerine karşı anti-viral aktiviteye de sahiptir (Misra ve Dey, 2012).

S. album uçucu yağının ana bileşenleri santalollerdir (Marongiu, Piras, Porcedda ve Tuveri 2006; Misra ve Dey, 2012). Ayrıca a-santalol, a-santalane iskeletine sahip trisiklik seskuiterpen de dahil olmak üzere çeşitli biyolojik faaliyetlere sahip temel uçucu aromatik bileşikler ve seskuiterpenler içerdiği de literatürde belirtilmiştir (Matsuo ve Mimaki, 2012).

1.1.4. Jojoba

Jojoba (*Simmondsia chinensis*) güney Arizona, Güney Kaliforniya ve kuzeybatı Meksika yarı kurak bölgelerine ait çok yıllık odunsu bir çalıdır ve günümüzde birçok ülkede ticari ürün olarak yetiştirilmektedir (Dréau, Dupuy, Gaydou, Joachim ve Kister, 2009; Habashy, Abdel-Naim, Khalifa ve Al-Azizi, 2005; Kaul, Goyal, Bhatnagar ve Gupta, 2009; Ranzato, Martinotti ve Burlando 2011). Jojoba, jojoba yağı olarak da adlandırılan altın sarısı, kokusuz balmumu esteri içeren tohumları için yetiştirilen bir bitkidir. Jojoba yağı olarak da bilinen jojoba sıvı balmumu (JLW) tohumun kuru ağırlığının% 50'sini oluşturur. Bitkisel yağların aksine, jojoba yağı Triasilgliserollerin karışımı değildir. Bu nedenle "mum" ya da "wax" denilmesi daha uygundur. . Yüksek viskozite, yüksek parlama ve yanma noktası, yüksek dielektrik sabiti, yüksek oksidatif stabilite ve düşük volatilite jojoba sıvı balmumunun fiziksel özellikleridir. Balmumu, kendine özgü kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri

sayesinde çeşitli endüstriyel, mutfak ve tıbbi alanlarda kullanılabilen çok yönlü bir üründür (Dréau ve ark., 2009; Ranzato ve ark., 2011).

Jojoba yağı kozmetik, eczacılık, diyet gıdalar, hayvan besleme, yağlama, parlatma ve bahçe işlerinde kullanılmıştır. Biyo-dizel bileşeni olarak kullanımı giderek artmaktadır (Dréau ve ark., 2009).

Jojoba sıvı balmumu, birçok cilt bakımı ürünüde nemlendirici olarak kullanılan aynı zamanda, saç kremleri içinde kullanılan tahriş etmeyen ve komedojenik olmayan bir üründür. Doğal anti-oksidanlar içerir. Hayvanlar üzerinde yapılan çalışmalar JLW'nin toksik olmayan madde olarak sınıflandırılabileceğini göstermiştir. Geleneksel kullanımları ve araştırma çalışmaları JLW'nin tıbbi özellikleri olduğunu ve çoğunlukla cilt bozuklukları için ilaç olarak kullanılabileceğini göstermiştir. İspanyol kaşifler, Sonora çölü yerlilerinin yara ve yaraların tedavisi gibi çeşitli kozmetik ve tıbbi amaçlar için tohumlardan JLW ekstre ettiklerini belirtmişlerdir (Habashy ve ark., 2005; Ranzato ve ark., 2011).

Jojoba yağı ayrıca halk arasında renal kolikler, baş ağrısı, güneş yanığı, cilt pullanması ve saç dökülmesi için kullanılmaktadır. Dermatolojik araştırmalar JLW'nin akne ve sedef hastalığı tedavisinde etkili olduğunu ve inflamasyonu azaltmaya yardımcı olabileceğini göstermiştir (Habashy ve ark., 2005; Ranzato ve ark., 2011).

Habashy ve ark. (2005), JLW'nin potansiyel anti-inflamatuar etkilerini araştırmışlardır. Çalışmalarının sonucunda JLW'nin çeşitli hayvan modellerinde, anti-enflamatuar aktivite sergilediğini görmüşlerdir. Bunu pençe ödemi, sıvıntıdaki PGE2 içeriği, CAM granülasyon dokusu oluşumu, kulak ödemi, MPO aktivitesi, NO üretimi ve TNF- α oluşumu gibi inflamatuvar histopatolojik değişikliklerin iyileştirilmesi ile kanıtlamışlardır.

Jaâfar, Lassoued, Sahnoun, Sfar ve Cheikhrouhou (2012), faz ayrılması yöntemini kullanarak, jojoba yağı içeren etilselüloz mikrokapsüller hazırlayıp araştırmışlardır.

Çalışmalarında elde edilen mikrokapsülleri yanık ciltlerde kullanılmak üzere, akrilik binder kullanarak farklı örme kumaşlar üzerine aplike etmişlerdir. Hazırladıkları mikrokapsülleri tek başına ve kumaşa aplike edildikten sonra Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile analiz etmişlerdir. Mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarını belirlemek için yıkama testleri gerçekleştirmişlerdir. Mikrokapsüllerin stabilite ve jojoba yağı kapsülleme verimliliği çalışmalarını da yapmışlardır. SEM analizi sonuçlarına göre kapsüllerin düzgün küresel şekillerde ve 20-60 µm arası boyutlarda olduklarını belirtmişlerdir. Çalışmalarında 1 yıkama sonrasında kapsüllerin kumaş yüzeyinde yüksek miktarda kaldığını fakat 5 yıkama sonrasında sadece küçük kapsüllerin kaldığını belirtmişlerdir. Çalışmaları sonunda elde ettikleri örme kumaşların yanmış deriler ile biyolojik uyumluluğunu değerlendirmek için çalışmalara devam edildiğini belirtmişlerdir.

Ranzato ve ark. (2011), jojoba sıvı balmumunun yara iyileştirme üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Çalışmaları sonucunda JLW nin klinik ortamda yaraların tedavisinde kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

1.1.5 Yasemin

Yasemin (= *Jasminum officinale* L. var. *grandiflorum* (L.) Kobuski), hoş tadı ve psikiyatrik bozukluklara karşı tedavi edici özellikleri nedeniyle genellikle infüzyon olarak tüketilir (Ferrerres, Grosso, Gil-Izquierdo, Valentão ve Andrade, 2014).

Yasemin bitkisi Asya ve Afrika'nın ılıman ve subtropikal bölgelerinde yaygındır. Bitkinin birçok türünün çiçeği Çin'de geleneksel ya da halk ilacı olarak artrit, hepatit, konjunktivit, gastrit ve ishal tedavisi için kullanılmıştır. Yaseminin (*J. officinale* L. var. *grandiflorum* (L.) Kobuski (JOG)) tomurcukları Güney Çin'de hepatit, dismenore, stomatit tedavisi ve duodenitin halk arasındaki tedavisi için kullanılmıştır (Zhao, Yin ve Dong, 2009; Zhao, Yin, Liu, Mao ve Su, 2013). Bitkinin kimyasal bileşenleri ve farmakolojik özellikleri hakkında az sayıda yayın bulunmaktadır ve fitokimyasal çalışmalar secoiridoid glikositlerin bu bitkinin tipik bileşenleri olduğunu göstermiştir (Zhao ve ark., 2009). İki tür arasındaki çiçek morfolojisi ve

koku benzerlikleri nedeniyle *Gelsemium sempervirens* (L.) Jaume Saint-Hilaire adı altında da alınıp satılmaktadır. Ancak, *G. sempervirens* kökleri homoeopatide kullanılan tek malzeme olan zehirli bir bitkidir ve kimyasal bileşimi özellikle indol alkaloidler ve aynı zamanda iridoids, steroller ve kumarinler içerirken *J. grandiflorumun* ise sekoiridoidler, iridoids, flavonoidler, fenolik asitler ve terpenler içerdiği tanımlanmıştır. (Ferrerres ve ark., 2014).

1.3 Uçucu ve Sabit Yağlar ile Kokuların Mikroapsülasyonu Üzerine Yapılan Çalışmalar

Uçucu ve sabit yağlar ile kokuların mikroapsülasyonu ve tekstil mamullerine aktarılması konuları son yıllarda birçok araştırmacının ilgisini çekmektedir. Özellikle mikroapsülasyonu koku içeren tekstil ürünleri pazarda kendine yer bulmaya başlamıştır. Bu alanda yapılan çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Wang ve Chen (2005), kokulu tekstil yüzeyi oluşturmada, doğrudan aplikasyon ve moleküler boyutta kapsülle aplikasyon arasındaki koku dayanımı sürelerini karşılaştırmışlardır. Pamuklu kumaşa lavanta yağını siklodekstrin ile kapsülleyerek applike etmişlerdir. Kapsülasyonu yöntemi ve doğrudan aplikasyonla elde edilen pamuklu kumaşları masa üzerine sererek 5 günlük periyotlarda 30 gün boyunca koku salım miktarlarını duyuşal değeriendirme ile kontrol etmişlerdir. Yağların kumaş üzerindeki konsantrasyonunu UV-3000 rekilektans spektrofotometre ile ölçmüşlerdir. İncelemeleri sonunda doğrudan kumaşa applike edilen yağların kokularının 2. günde yok olduğunu, kapsül içerişwinde aktarılan kokuların ise 30 gün sonunda hala devam ettiğini belirtmişlerdir.

Rodrigues ve ark. (2009), ara yüzey polimerizasyon yöntemiyle parfümlü (limonen, metil sedril keton ve metil dihidrojasmonat (Yasemin kokusu) karışımı) poliüretan/üre mikroapsülleri üreterek erkek takım elbiselerine applike etmişlerdir. Ürettikleri kapsüller üzerinde Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), partikül boyutu analizi, optik mikroskop ve SEM analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Mikroapsüllerin yüzey morfolojisinin yumuşak ve pürüzsüz olduğunu, ortalama

boyutlarının 10 µm olduğunu belirtmişlerdir. Takım elbiselerin kullanıma bağlı koku dayanımını incelemek amacıyla üretilen kapsülleri farklı gramajlara sahip yün / polyester kumaşlara applike etmişlerdir. Tekstil yüzeyinden salınan koku miktarını belirlemek için headspace kromatografisini kullanmışlardır. Çalışmaları sonunda mikrokapsüllerin beş kuru temizleme yıkamasının ardından koku yaymaya devam ettiğini belirtmişlerdir.

Hong ve Park (2000), aromatik yağ içerikli poli(l-laktik) mikrokapsülleri oluşturmuşlar ve pamuklu kumaşlara akrilik binder aracılığı ile baskı yöntemiyle applike etmişlerdir. FTIR, termogravimetrik analiz (TGA), partikül boyutu ve SEM analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Mikrokapsüllerin yıkama dayanımını artırmada kapsülasyon parametrelerinin etkisini incelemişler ve Poli(L-laktide) mikrokapsüllerinin koruyucu kolloid konsantrasyonu, çözelti miktarı ve çözeltinin karışma zamanının arttırılarak, dar alanda küresel ve daha geçirgen membranlı mikrokapsüller elde edilebileceğini belirtmişlerdir. TGA analizi sonuçlarında çekirdek malzemelerin plastikleştirme etkisinden dolayı mikrokapsüllerinin ağırlık kaybının saf polimerden daha hızlı ilerlediğini; SEM analizi sonuçlarında ise eklenen PVA miktarı arttıkça kapsül yüzeyinde daha fazla çatlak oluştuğunu belirtmişlerdir. Ayrıca 15 yıkamadan sonra kapsüllerin çoğunun kumaş yüzeyinde hala bulunduğunu böylece yıkama dayanımına sahip parfümlü kumaşların başarıyla hazırlandığını belirtmişlerdir.

Hong ve Park (1999a), melamin-formaldehit reçinesi ile migrin yağını kapsüllemişlerdir. *in-situ* polimerizasyon yöntemi ile hazırlanan kapsüllerde; emülsiye edici olarak sodyum lauril sülfat, koruyucu kolloid olarak da polivinilalkol kullanmışlardır. Kapsül verimliliğini ölçmek amacıyla; migrin yağı ile aynı molekül ağırlığına sahip 1,4 diamino antrakınon yükleme maddesi kullanmışlardır. Akrilik binder ile pamuklu kumaşa bağlanan kapsüllerden özellikle 10 µm'den küçük olanların yıkamaya karşı daha dayanıklı olduğunu ve 15 yıkamadan sonra kumaşın salım yapmaya devam ettiğini belirtmişlerdir.

H. Y Lee, S. J. Lee, Cheong ve Kim (2002), mikrokapsül morfolojisinde pH ve mol oranlarının etkisini incelemek amacıyla floral yağı melamin-formaldehit kabuk malzemesi ile *in-situ* polimerizasyon yöntemiyle kapsüllemişlerdir. Parfümlü yağ içeren mikrokapsüllerin başarıyla sentezlendiğini ve partikül boyutlarının 12 - 15 µm arasında değiştiğini, Kapsülasyon veriminin % 67-81 arasında olduğunu belirtmişlerdir. Farklı pH ve mol oranlarında yaptıkları incelemeler sonucunda, mikrokapsül morfolojisinde değişiklik olduğunu pH arttıkça mikrokapsül ortalama partikül boyutunun azaldığını ve yüzeyin pürüzsüz hale geldiğini belirtmişlerdir.

Hong ve Park (1999b), arayüz polimerizasyon yöntemi kullanarak, migrin yağı içerikli poliüretan mikrokapsülleri hazırlamışlardır. Çalışmalarında monomer olarak 2,4-tolien diisosiyanat ve farklı polioller (400, 600, 1000, 2000 moleküler ağırlığa sahip polietilen glikol, etilen glikol, 1,4-bütan diol ve 1,6-hekzan diol) kullanmışlardır. Kabuk metaryalin gözenek boyutunun, kullanılan poliölün molekül ağırlığına bağlı olarak değiştiğini belirtmişlerdir.

Hong ve Park (1999c), emülsiyon polimerizasyon yöntemiyle migrin yağı içerikli poliüretan mikrokapsülleri hazırlamışlardır. Reaksiyonda stabilizatör olarak polivinil alkol ve penetratör olarak 1,4 diamino antrokinon (DAA) kullanmışlardır. 3 farklı diamin tipinin mikrokapsüllerin termal davranışları, yüzey morfoljileri, yüklenme ve salım davranışlarını nasıl etkilediğini incelemek amacıyla etilen diamin (EDA), 1,6 hegzametilen diamin (HDA) ve 2,4 tolune disosiyanat kullanmışlardır. Yaptıkları incelemeler sonucunda, EDA esaslı poliüre mikrokapsüllerinin, HDA esaslı mikrokapsüllere kıyasla daha geniş tanecik boyut dağılımına ve daha pürüzlü bir yüzeye sahip olduğunu belirlemişlerdir. DAA penetrörü içerikli EDA esaslı mikrokapsüllerin, mikrokapsül oluşturma hızlarının yüksek ancak kalın duvar yapısı nedeniyle tahliye oranlarının düşük olduğunu belirlemişlerdir. Çalışmalarının sonucunda salım davranışının duvar yapısına bağlı olarak değiştirilebileceği kanıtlanmıştır.

Park, Yang ve Lee (2004), SiO₂ ve hoş kokulu yağ kullanarak biyobozunur poly(-kaprolakton) (PCL)/poly(etilen glikol) (PEG) mikrokapsülleri hazırlamışlardır. SiO₂

li yüzeylerin kimyasal etkinliğini, pH, asit-baz değerleri ve N₂/77K gaz adsorbsiyon cinsinden incelemişler ve mikrokapsüllerin ortalama çapı, serbest yüzey enerjisi ve hoş kokulu yağ salım oranının, PEG oranı ile doğru orantılı olduğunu belirtmişlerdir.

Adamiec ve Kalemb (2006), aromatik nane ve elemi yağlarını maltodekstrin kabuk materyali ile kapsüllemişlerdir. Kapsülasyon işlemini püskürterek kurutma yöntemi ile gerçekleştirmişlerdir. Optimum malzeme oranlarını; maltodekstrin-su 30:70, maltodekstrin-uçucu yağ: %10, %20, %30 olarak belirlemişlerdir. Ürün kalitesini oluşturulan kapsüllerin şekline ve boyutuna, nem içeriğine bağlı olarak değerlendirmişlerdir. Kapsülasyonu yapılacak maddelerin kaynama noktaları yüksek olduğunda kapsülasyon veriminin de arttığını ve nane yağının mikrokapsüllenmesinde maltodekstrinin uygun olduğunu belirtmişlerdir.

Voncina, Kreft, Kokol ve Chen (2009), mikrokapsülasyon işleminde karıştırıcı dönüş hızının kapsül çapı üzerine etkisini incelemek amacıyla biberiye yağını etil selüloz duvar malzemesi ile kapsüllemişlerdir. Hazırladıkları mikrokapsülleri SEM ile incelemişler ve 10-90 µm arasında çaplara sahip düzgün küresel şekilli mikrokapsüller elde edildiği sonucuna varmışlardır. Mikrokapsüllerin boyutlarının kapsülasyonda kullanılan karıştırma hızına bağlı olduğunu ve karıştırma hızı düştükçe mikrokapsüllerin boyutunun arttığını belirtmişlerdir. Mikrokapsüllerin içindeki biberiye yağı miktarını Konfokal Lazer Floresan Mikroskobu (CLSM) ve ultra ses metodu yardımıyla incelemişlerdir. Kapsüllerdeki yağ içeriğinin yaklaşık % 30 olduğunu belirtmişlerdir. Etil selüloz mikrokapsüllerini kumaşa formaldehitsiz çapraz bağlayıcı olan bütan tetra karboksilik asit (BTCA) kullanarak applike etmişlerdir. Kumaşa emdirilen kapsüllerin biberiye yağı içeriğini tespit etmek için dolu ve boş kapsül applike ettikleri kumaşı floresan bir boyar madde içine yatırmışlar ve işlem sonunda biberiye yağı içerikli kapsüllerin renk değiştirmediğini, boş kapsüllerin ise sarı renge boyandığını gözlemlemişlerdir. Çalışmaları sonunda kapsüllerin kumaşa yüksek sıcaklıklarda bağlanmış olmasına rağmen kumaş yüzeyinde hala biberiye yağı bulunduğunu bu nedenle de EC kapsüllerinin kozmetik tekstillerde uygun bir yöntem olduğunu belirtmişlerdir.

Hsieh ve Chang (2006), uzun salım dayanımına sahip mikrokapsüller oluşturmada termal koşulların mikrokapsüllere etkisini araştırmışlardır. Aromatik sitronella yağını, kitosan duvar materyali ile kapsüllemişlerdir. Çalışmalarında kitosan konsantrasyonundaki değişikliğin kapsülasyon verimliliğini etkilediğini; kitosan konsantrasyonu sırasıyla % 0,5, % 1,0 ve % 1,5 olduğunda kapsülasyon verimlerinin sırasıyla % 98,2, % 95,8 ve % 94,7 olduğunu ve ayrıca mikrokapsüllerinin parçacık boyutunun emülsiyon karıştırma hızı arttıkça azaldığını; karıştırma hızı sırasıyla 400 dev / dak, 800 dev / dak ve 1500 dev / dak olduğunda mikrokapsüllerin ortalama boyutlarının sırasıyla $225 \pm 24 \mu\text{m}$, $131 \pm 20 \mu\text{m}$ ve $11 \pm 3 \mu\text{m}$ olduğunu belirtmişlerdir. Hazırladıkları mikrokapsülleri sarı bir boya ile boyayarak optik mikroskop ile incelemişlerdir. Yapılan tüm değerlendirmeler sonunda; küçük boyutlu ve kalın duvarlı mikrokapsüllerin daha uzun salım dayanımına sahip olduğu sonucuna varmışlardır. Termal ön terbiye uygulamalarından sonra ise, 80 °C den düşük sıcaklıklarda birbirine yakın davranışlara neden olurken bu sıcaklıkta gözeneklerin kapanmasından dolayı mikrokapsüllerin salım yapamadığı sonucuna varmışlardır.

Monllor, Bonet ve Cases (2007), 5-10 μm boyutunda, aromatik nane yağı içerikli melamin/formalin mikrokapsülleri %100 pamuklu kumaşa emdirme ve çektirme yöntemlerine göre aktarmışlardır. Çalışmalarında FTIR ve SEM, analizleri ile yıkama ve sürtünme testlerini gerçekleştirmişlerdir. İncelemeleri sonunda emdirme yönteminin, çektirme yönteminden daha verimli olduğu sonucuna varmışlardır. Kumaşın yıkama sonrası koku miktarını FTIR ile incelemişler ve 10. yıkama sonunda kokunun %80 oranında kaybolduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca kuru sürtünme testleri sonunda sürtünmeye maruz kalan yerlerdeki mikrokapsüllerin kırılmış ve boş olduğunu ancak komşu lifler tarafından korunan veya sürtünmeden etkilenmemiş olan kumaşlarda hala kumaş üzerinde kapsül kaldığını belirtmişlerdir.

Badulescu, Vivod, Jausovec ve Voncina (2007), biberiye yağını, etil selüloz kabuk maddesi ile koaservasyon yöntemi esasına göre kapsüllemişlerdir. Elde ettikleri mikrokapsülleri siyanamid ve N,N disikloheksilkarbodiimid katalizatörleri varlığında 1,2,3,4-bütan tetra karboksilli asit ile pamuk lifine aktarmışlardır.

Katalizatörlerin çeşitli süre ve sıcaklıklardaki etkilerini incelemişlerdir. 1,2,3,4-bütan tetra karboksilli asit ile işlem sırasında etil selülozun selüloza bağlanmasının, selülozda bulunan hidroksil gruplarının birbiriyle çapraz bağlanmasının ve etil selülozda bulunan hidroksi gruplarının birbiriyle çapraz bağlanmasının eş zamanlı gerçekleştiğini ifade etmişlerdir.

Wang, Zheng ve Song (2009), doğal kokulu mikrokapsüllerin hazırlanması ve karakterizasyonu üzerine çalışma yapmışlardır. Yapılan çalışmada kabuk materyal olarak etil selüloz, çekirdek materyal olarak da lavanta yağı kullanmışlardır. Mikrokapsülasyonu emülsiyon-çözücü difüzyon yöntemine göre gerçekleştirmişlerdir. Partikül büyüklüğü dağılımını, kapsülasyon verimini analiz etmişlerdir. Yağ fazının su fazına oranı, çekirdek materyalin kabuk materyale oranı, polivinilalkol konsantrasyonu ve karıştırma hızı parametrelerinin kapsülasyona etkisi incelenmiştir. Mikrokapsüllerin yapısının ve morfolojisinin incelenmesi amacıyla SEM ve FTIR analizleri yapılmıştır. Çalışmalarında mikrokapsüllerin küresel formda olduğunu, çoğunluğunun büyüklüğünün 1 mikrometre civarında olduğunu, kapsülasyon veriminin ve yağ tutma kapasitesinin yüksek olduğunu belirtmişlerdir. Ekstraksiyonda sokslet ekstraktörü kullanılmıştır. Çözücü olarak n-hekzan kullanılmıştır. Ekstrakte edilen etanol/yağ çözeltisinin absorbands değeri belirlenen dalga boyunda ultraviyole spektrofotometresi ile ölçülmüştür. Yapılan analizler sonucunda; yağ-su fazı oranının, çekirdek materyalin kabuk materyale oranının, karıştırma hızının optimum değerlerini belirlemişlerdir.

Badulescu, Vivod, Jausovec ve Voncina (2008), yaptıkları çalışmada etil selüloz mikrokapsülleri içeren pamuk liflerinin davranışlarını araştırmışlardır. Çalışmada biberiye yağı içeren etil selüloz mikrokapsülleri faz ayırma metodu ile oluşturulmuştur. Mikrokapsüllerin yüzey morfolojileri ve karakteristikleri SEM mikroskobu kullanılarak incelenmiştir. Düzgün küresel şekilli 10–90 µm büyüklüğündeki mikrokapsüller hazırlanmıştır ve çapraz bağlı 1,2,3,4-bütantetra karboksilik asit (BTCA) ayracı kullanılarak pamuğa applike edilmiştir. Bu çalışmada iki katalizörün verimliliğe etkisi araştırılmıştır; CA (cyanamide) ve DCC (N,N-dicyclohexyl-carbodiimide). Esterleşme DCC katalizörlüğünde oda sıcaklığında

gerçekleşmiştir. CA' nın katalizörlüğünde 110°C'de 2 dakikalık işlemin sonunda orijinal şekillerini koruyan mikrokapsüller pamuk liflerine bağlanmıştır. İşlemin süresini artırmanın mikrokapsül duvarının yapısını değiştirdiğini ve 150 °C'de 20 dakika kürlemeden sonra mikrokapsüllerin tamamen bozulduğunu belirtmişlerdir.

Alonso, Gimeno, Sanchez ve Shirai (2010), greyfurt çekirdeği ekstresi içeren kitosan mikrokapsülleri üretilip kumaşlara aplike etmişlerdir. Ardından mikrokapsül içeren emülsiyona daldırılmış ve pH 3.18 ayarlanmıştır. 70 °C de 5 dakika muamele edilmiştir. Fiksajı 130 °C de 3 dakika gerçekleştirmişlerdir. GC/MS headspace ile analizi gerçekleştirilmiştir. SEM analizi sonuçlarına göre mikrokapsül boyutlarının ortalama olarak 1,7-2,5 µm ile 0,8-1,6 µm arasında olduğunu gözlemlemişlerdir. Mikrokapsüller aktarılmadan önce pamuklu kumaş 254 nm dalga boyunda 8 saat UV ışığına maruz bırakılmıştır. Antimikrobiyel testleri yapılmış ve 48 saat inkübasyon %100 inhibasyon gözlenmiştir. Depolama ömrünü incelemişler ve 6 ay depolama sonrasında bile özelliklerini koruduğu belirtmişlerdir.

Azizi, Chevalier ve Majdoub (2014), ara yüzey polikondenzasyonu ile nerolin kokusu içeren poliüretan kabuğa sahip mikrokapsüller üretmişlerdir. Mikrokapsüllerin kimyasal yapılarını IR ve HNMR spektroskopisi ile incelemişlerdir. Kapsülasyon veriminin HNMR ile %30 olarak belirlemişlerdir. 27 mikron çapında küre şeklinde kapsülleri poliamid kumaşa akrilik binder vasıtasıyla aktarmışlar ve 120 °C de 5 dakika fiksajı gerçekleştirmişlerdir. Mikrokapsül atarılmış kumaşlar, SEM, UV-Vis spektroskopisi ve gaz kromatografisi ile analiz edilmişlerdir. 20 yıkama sonrasında nerolin miktarının %30'un kaldığını tespit etmişlerdir.

Sarışık (2011) çalışmasında; aromaterapi ve SPA merkezlerinde veya kişisel bakım amaçlı kullanılmak üzere, birden fazla aromatik yağ ve vitamini bünyesinde bulunduran fonksiyonel bir ürün tasarlamıştır. Çalışmada ürünün uzun süreli hoş koku verici, nemlendirici, yaşlanmayı geciktirici, rahatlatıcı ve dinçleştirici etkileri sayesinde kullanıcının yaşam kalitesinde bir artış sağlanması hedeflenmiştir. Bu amaçla uçucu lavanta ve üzüm çekirdeği yağlarının ve E vitamininin iki tip β-

siklodekstrin ile inklüzyon komplekslerini oluşturmuştur. Elde edilen komplekslerin Fouier Transform Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), X ışını difraktometresi (XRD) ile karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Toz formdaki kompleksler pamuklu havlu kumaşa aplike edilmiş ve kumaşların yıkama dayanımları incelenmiştir. Kompleks aplike edilmiş kumaşların beyazlık dereceleri Spektrofotometre ile Stensby formülüne göre hesaplanmıştır. Lavanta yağı ile oluşturulan komplekslerdeki uçucu bileşiklerin yıkamaya bağlı değişimini Gaz Kromatografisi-Kütle Spektroskopisi (GC-MS) ile incelemiştir. Ayrıca bu çalışmada Kuvars Kristal Mikrobals (KKM) sensörleri ile koku tayin yöntemi de kullanılmıştır. Kapsül aplike edilen havlu materyallerin aktarma sonrası, 10 ve 20 yıkama sonrası koku salım davranışlarını incelemiştir. Çalışma sonunda daha uzun ömürlü kokulu tekstil yüzeyi oluşturmada β -CD ile inklüzyon kompleksi oluşturma'nın uygun bir yöntem olduğunu belirtmişlerdir.

Ghosh ve Chipot (2015), %100 pamuk ve poliestere/pamuk (%50-50) kumaşlara beta-siklodekstrin inklüzyon komplekslerini 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane ve tetraethoxy orthosilicate kullanarak sol-jel yöntemi ile aktarmışlardır. Okaliptus, lavanta ve limon kokularını aplike etmişlerdir. Koku testini 4 jüri ile 6 yıkama ve 6 hafta sonucunda gerçekleştirmişlerdir. İşlem görmüş kumaşların termal dayanım, abrazyon testi, su buharı geçirgenliğinin değişmediği, polyester/pamuk karışımı kumaşların kopma mukavemetinin değiştiğini gözlemlemişlerdir. Koku değerlendirmeleri ile altı hafta ve altı yıkama sonrasında kokunun azaldığı fakat altı hafta sonunda azalmış olmasına rağmen kumaşların kokmaya devam ettiği sonucuna varmışlardır.

Mirabedini, Dutil ve Farnood (2011)'un yaptıkları çalışmada kolza ve keten tohumu yağını etil selüloz kabuk materyali kullanılarak farklı yağ:etilselüloz oranlarında solvent uzaklaştırma yöntemine göre mikrokapsüllenmiştir. Mikrokapsüller çözücü olarak etilasetat ve kloroform kullanılarak sentezlenmiştir. SEM, partikül boyutu ve zeta potansiyeli analizleri gerçekleştirilmiş ve Mikrokapsüllerdeki yağ içeriği, çözücü olarak petrol eterin kullanıldığı ekstraksiyon yöntemine göre belirlenmiştir. Mikrokapsüllerdeki yağ içeriği artırıldığında

mikrokapsülasyon veriminin de arttığı görülmüştür. Karıştırma hızının artırılmasının mikrokapsüllerin çapında azalmaya neden olduğu görülmüştür. Yapılan çalışmanın sonucunda 10-50 µm çapında düzenli küresel şekle sahip mikrokapsüller, çözücü olarak etil asetat veya kloroform kullanılarak başarı ile sentezlenmiştir. Kabuk kalınlıklarının ve 0,65-1,55 µm, kapsülasyon veriminin % 85-90 ve zeta potansiyeli sonuçlarının (-) değerde olduğu belirtilmiştir. Çalışma sonunda kloroformun çevresel ve güvenlik açısından etkileri düşünüldüğünde, etilasetatın kloroform yerine kullanılabilecek olması yönünden yapılan çalışmanın önem taşıdığını belirtmişlerdir.

Otadi ve Zabihi (2011), yaptıkları çalışmada emülsiyondan çözücü uzaklaştırma yöntemine göre vitamin E'nin mikrokapsülasyonunu gerçekleştirmişlerdir. Kabuk materyal olarak etil selüloz kullanmışlardır. Mikrokapsüllerin kalitesini, mikrokapsüller içinde tutulan etken maddenin analiz edilmesiyle ve etken maddenin *in-vitro* salım analizi ile belirlemişlerdir. Mikrokapsüllerden etken maddenin salımı HCl ortamında ve pH 7,4 tampon çözeltisinde ayrı ayrı ölçmüşlerdir. Belirli zaman aralıklarında çözeltilerden örnekler alarak spektrofotometrede analiz etmişler ve spektrofotometreden elde edilen verilere göre salım grafiği oluşturmuşlardır. Çalışmalarında maksimum etken madde yüklemesinin (0,1 g/ml) 0,17 etken madde/etil selüloz oranında 50-60°C de gerçekleştirilen çözücü uzaklaştırma ile 9 cc metil klorür ve 450 cc PVA çözeltisi içeriğinde olduğu sonucuna varmışlardır. Ayrıca mikrokapsül duvar özelliklerinin bir fonksiyonu olarak ilaç salınım oranının termal kürlenmeden önemli ölçüde etkilendiğini belirtmişlerdir.

Jun-xia ve Hai-yan (2011), portakal yağını soya fasulyesi protein (SPI) / arap zambkı (GA) kullanarak kompleks koaservasyon yöntemine göre kapsüllemişlerdir. Koaservasyon verimine pH, iyonik güç, SPI/GA oranının etkisi incelemişlerdir. SPI/GA için optimum pH değerinin 4,0 olduğu, yüksek iyonik gücün iki biyopolimer arasındaki koaservasyonu azalttığını bulmuşlar ve en yüksek koaservat verimini 1: 1 SPI / GA oranında elde etmişlerdir. Koaservasyonda çekirdek materyali miktarının etkisi incelendiğinde, yüksek miktarda çekirdek materyali yüklendiğinde çekirdek materyalinin kapsül içinde tutulmasının zorlaştığını ve kapsül oluşturma veriminin düştüğünü belirtmişlerdir. Mikrokapsüllenen toplam yağ içeriğini n-hekzan ile uçucu

yağ ekstraksiyon sistemi kullanarak belirlemişlerdir. Orijinal ve mikrokapsüllenmiş portakal yağının içerdiği bileşenlerdeki değişim GC-MS cihazı kullanarak incelemişlerdir. SEM görüntülerinden mikrokapsüllerin küresel morfolojiye sahip olduğu sonucuna varmışlardır.

Hosseinkhani, Callewaert, Vanbeveren ve Boon (2015), kokuların insan vücudundaki kontrollü salımını incelemek amacıyla poli-L-laktik asit nanokapsülleri ile çalışmışlardır. Çalışmalarında klorobenzen ve floresein içeren kapsüller üretmişlerdir. Kapsüllerin yüzey dağılımını, stabilitelerini, verimliliklerini, salım kinetiklerini incelemişlerdir. Kapsül boyutlarının yaklaşık olarak 115 nm çapında olduğunu ve klorobenzen ve floreseinin % 50 verimlilik ile kapsüllendiğini belirtmişlerdir. Nanokapsüllerin bakteriyel aksiller mikrobiyomların yapısına ve işlevselliğine etkilerini, toksisitelerini ve bakteri üremesine etkilerini cilt ortamını taklit eden koşullarda araştırmışlardır. Çalışmalarında 48 boyunca sabit bir salım gözlemlendiğini, hidrofobik aromatik bileşiklerinin uzun süreli koku salımları için poli-L-laktik asit nanokapsüllerinin çok uygun olduğunu ve deri ve giysi kokuları için yeni bir sürekli salım sistemi potansiyeli olduğunu belirtmişlerdir.

Pena, Panisello, Aresté, Garcia-Valls ve Gumí (2012), polisülfon (PSF) / vanilin mikrokapsülleri üretmişler ve SEM, XRD ve TGA ile karakterize etmişlerdir. Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC) ile vanilinin serbest bırakılmasını incelemişlerdir. SEM analizi sonuçlarına göre ortalama partikül çapının 17,8 µm ve a standart sapmanın 8,5 µm olduğu ve kapsül çapının yaklaşık % 30'unun kabuk kalınlığına karşılık geldiğini belirlemişlerdir. Çalışmaları sonunda vanilinin en az 144 saat (6 gün) boyunca serbest salımının olduğunu belirtmişlerdir.

Hu ve ark. (2011), gül kokusu içeren nanokapsüller üretmişlerdir. Ürettikleri kapsüllerin yapı ve özelliklerini transmisyon elektron mikroskobu (TEM), dinamik ışık saçılımı (DLS), FTIR, XRD ve GC-MS ile belirlemişlerdir. Daha sonra pamuk kumaşa sadece kokuyu ve koku içeren kapsülleri uygulayarak karşılaştırmışlardır. Koku salımını ölçmek için elektronik burun kullanmışlardır. Çalışmalarında nanokapsüllerin çaplarının 30-100 nm arasında değiştiğini, ortalama çapın 67,3 nm

olduğunu, nanokapsül boyutunun küçüldükçe koku salımının daha uzun süreli olduğunu ve GC-MS sonuçlarına göre 67,3 nm boyutundaki kapsül aktarılmış kumaşların yıkama direncinin tek başına gül kokusundan çok daha iyi olduğunu gözlemlemişlerdir. Ayrıca 50 yıkama sonrasında kapsül aktarılmış kumaşlardaki koku salımında belirgin bir fark olmadığını ve koku salımı için kapsüllerin sürekli salım özelliği gösterdiğini belirtmişlerdir.

Specos ve Escobar (2010), yaptıkları bir çalışmada limon uçucu yağını jelatin, arap gamı ve maya ile kapsüllemişlerdir. Ürettikleri kapsülleri akrilik ve poliüretan binder ile %100 pamuk kumaşa aplike etmişlerdir. Çalışmaları sonucunda partikül boyutlarının 76 ± 43 μm , 28 ± 11 μm ve 4-7 μm olduğunu ve kapsüllenmiş limon yağının pamuklu kumaştaki koku dayanıklılığının kapsüllenmemiş uçucu yağa göre daha fazla olduğunu belirtmişlerdir.

Teeka, Chaiyasat ve Chaiyasat (2014), çözgen uzaklaştırma yöntemiyle yasemin yağını polimetilmetakrilat (PMMA) ile kapsüllemişlerdir. Optik mikroskop ve SEM ile kapsülleri incelemişlerdir. Çalışmalarında PMMA:yasemin yağı oranı (ağırlık olarak) 1:1 olduğu zaman kapsül üretilemediğini; polimetilmetakrilatın daha fazla olduğu 2:1 ile 3:1 oranlarında daha küresel bir yapı elde edildiğini, en uygun oranın 2:1 olduğunu belirtmişlerdir. Kapsüllenmiş yasemin yağı miktarını ve kapsüllenme verimliliğini UV-Visible spektroskopisi ile ölçerek kapsüllenme verimliliğinin % 72 olduğunu belirtmişlerdir.

Türkoğlu ve ark. (2013a,2013b), yaptıkları iki çalışmada kekik bitkisinden elde edilen uçucu yağları içeren tıbbi tekstil ürünlerinin tasarlanmasını amaçlamışlardır. Bu kapsamda karvakrol ve timol, inklüzyon kompleksi oluşturma yoluyla β -CD boşluğuna hapsedilmiştir. Moleküler olarak kapsüllenmiş karvakrol elde etmek için yoğurma yöntemini kullanmışlardır. 1:1, 2:3 ve 1:2 β -CD: Etkin madde (M/M) oranlarında gerçekleştirilen denemeler sonucu elde edilen ürünleri SEM, DSC ve FTIR analizleri yardımıyla incelemişlerdir. En iyi özellik gösteren kompleks bileşiği seçerek emdirme yöntemi kullanılarak tekstil materyaline uygulamışlardır. Kumaşların yıkamaya karşı antimikrobiyel etkinlik testleri AATCC 147-1998 test

yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiş ve kumaşların 20 yıkama sonrasında azalsa dahi antimikrobiyel etkinlik gösterdiği belirtilmiştir.

Aydın, Öztürk, Karaboyacı ve Alay (2011), lavanta yağı içeren poliüretan mikrokapsülleri akrilik el örgüsü lif ve ipliklerine çektirme ve emdirme yöntemleri ile uygulayarak yıkama, kuru ve yaş sürtme işlemleri sonrası mikrokapsül miktarındaki değişimi araştırmışlardır. SEM ve FTIR analizleri ile mikrokapsül miktarını incelemişlerdir. Ayrıca her iki yöntem için mikrokapsül verimliliğini ve maliyetini de karşılaştırmışlardır. Çalışmaları sonucunda yıkama işlemi ile kumaş yapısından mikrokapsüllerin yoğun bir şekilde uzaklaştığını ancak uzaklaşan mikrokapsül miktarının özellikle birinci yıkama işlemi sonrası fazla olduğunu, beşinci yıkama sonrası mikrokapsül miktarının birinci yıkama sonrasına göre önemli miktarda değişmediği belirtmişlerdir. Sürtme testleri neticesinde kumaş yüzeyindeki azalan mikrokapsül miktarının yıkama işlemine göre daha az olduğunu ve yaş sürtme işleminin kuru sürtme işlemine göre mikrokapsüllere daha fazla zarar verdiğini tespit etmişlerdir. Emdirme ve çektirme metoduna göre mikrokapsül uygulama verimliliği karşılaştırıldığında ise hem maliyet hem de kalıcı koku etkisi açısından emdirme metodunun daha etkili olduğu sonucuna ulaşıldığını belirtmişlerdir.

Soares-Latour, Bernard, Chambert, Fleury ve Sintez-Zydowicz (2017), formaldehit esaslı olanlara benzer termal ve mekanik özellikler sunan ve tekstil alanına doğrudan uygulanabilir alternatif biyolojik esaslı mikrokapsüllerin sentezini incelemek amacıyla jojoba yağını ara yüzey polikondensasyonu yöntemiyle iki biyolojik esaslı monomer (süksinil klorür ve 1,4-bütandiamin) ile kapsüllemişlerdir. Ürettikleri kapsülleri formaldehit içermeyen iki farklı ticari bağlayıcı madde ile naylon ve pamuk kumaşlara aplike etmişlerdir. Kapsül aktarılmış kumaşlarda yıkama ve sürtünme dayanımlarını test etmişlerdir. Numuneler üzerinde SEM, FTIR, TGA, DSC, ¹³C NMR, MALDI-TOF ve partikül boyut dağılımı analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Optimizasyon çalışmaları sonunda mükemmel bir kararlılık sergileyen 3 µm'lik çapa sahip tek dağılımlı mikrokapsüllerin hazırlandığını, kabuk kalınlığının Membran kalınlığının yaklaşık olarak 0,35 µm olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmaları sonunda mikrokapsüllerin hem naylon hem de pamuklu kumaşlara

başarıyla uygulandığını; kumaşlardaki sürtünme testlerinden sonra bağlayıcı tipinden bağımsız olarak mikrokapsül içeriğinde azalma olduğunu, yıkama işleminden sonra ise hem kapsüllerin hem de bağlayıcı maddenin uzaklaştığını belirtmişlerdir.

Piletti ve ark. (2017), eugenol yağını ısıt işlemler için dayanımını arttırmak amacıyla β -siklodekstrin ile kapsüllemişlerdir. Kapsüllerin SEM, FTIR, DSC, TGA analizleri ile *Escherichia coli* (EC - ATCC 25922 - Bioscan) ve *Staphylococcus aureus* (SA - ATCC 25923 – Bioscan) bakterilerine karşı antibakteriyel analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Çalışmalarında kapsül çaplarını yaklaşık 12 μ m olduğunu, SEM analizinden kristal yapıların sentez işleminden sonra elde edildiğini ve morfolojik özelliklerin bir eugenol- β CD kompleksinin oluşumunu ispatladığını, FTIR ve termal analiz sonuçlarının da eugenolün kapsüllenmiş olduğunu gösterdiğini ve eugenol içeren mikrokapsüllerin termal işleminden sonra *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerine karşı mükemmel antibakteriyel etki gösterdiğini belirtmişlerdir.

Prata ve Grosso (2015), tekstil ürünlerine fonksiyonel özellikler kazandırmak amacıyla limonen yağını jelatin ve kitosan ile kapsüllemişlerdir. Ürettikleri kapsüllerde partükül boyut dağılımı, optik mikroskop ve SEM analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Çalışmaları sonunda üretilen parçacıkların ortalama çapının 30 μ m olduğunu ve % 89,7'lik bir kapsülleme etkinliği gösterdiğini belirtmişlerdir.

Singh, Yadav, Khanna ve Sahu (2017), tekstil ürünlerine güzel koku ve antimikrobiyel özellik kazandırabilmek amacıyla β -Siklodekstrin, kitosan sitrat ve β -Siklodekstrin / aşılınmış kitosan kullanarak lavanta esansiyel yağını tekstil ürünlerine aktarmışlardır. Çalışmalarında β -Siklodekstrin / aşılınmış kitosan ile selüloz arasındaki ester bağı oluşumunu incelemek için FTIR analizini kullanmışlardır. FTIR çalışmalarının 1730 cm^{-1} ester pikinde pamuk ve β -Siklodekstrin / aşılınmış kitosan arasında bir karboksilik ester oluşumunu ortaya koyduğunu belirtmişlerdir. Bitmiş kumaş numuneleri için koku salım oranları performansını ve antimikrobiyal özellikleri standart test yöntemleriyle ölçülmüşlerdir. Çalışmaları sonunda çalışmalarının diğer geleneksel tekniklerle karşılaştırıldığında, gerilme mukavemeti, bükme uzunluğu gibi performans

özellikleri, koku dayanımı ve antimikrobiyel özellikler açısından belirgin bir iyileşme olduğunu belirtmişlerdir.

Fernandes, Botrel ve ark. (2016), kabuk maddesi olarak kaju sakızı ve inülin kullanarak zencefil esansiyel yağını püskürterek kurutma yöntemiyle kapsüllemişlerdir. Kapsüller üzerinde partikül boyut dağılımı, SEM, FTIR, GC-MS, TGA ve XRD analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Çalışmaları sonunda yüksek miktarda inulin içeren parçacıkların yapısında çatlaklar oluştuğunu, kapsül malzemesi olarak 3:1 oranındaki (w / w) kaju sakızı ve inülin kullanılarak elde edilen parçacıkların nihai üründe istenen özelliklere sahip olduğunu, çatlaklar oluşmadığını ve iyi termal stabilite elde edildiğini belirtmişlerdir.

Shamaei, Seiedlou, Aghbashlo, Tsotsas ve Kharaghani (2017), duvar malzemesi formülasyonu ve püskürterek kurutma koşullarının ceviz yağı mikrokapsüllerinin fizikokimyasal özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Bu amaçla üç farklı kabuk materyali (yağsız süt tozu (SMP), SMP + Tween 80 ve SMP + maltodekstrin) kullanmışlardır. Üretilen mikrokapsüllerin kapsülasyon verimliliğini, parçacık boyutu dağılımını, küreselliğini, nem içeriğini ve morfolojilerini incelemişlerdir. Çalışmaları sonunda Tween 80'in duvar malzemesi formülüne eklenmesinin mikrokapsülasyon verimliliğini arttırdığını, en yüksek kapsülasyon verimliliğine (% 91.01), hava sıcaklığı 180 °C'de ve atomizasyon basıncı 3 bar'da SMP + Tween 80 kullanılarak ulaşıldığını, giriş sıcaklığının artırılması ve besleme atomizasyon basıncının azaltılmasının toz parçacık boyutunu arttırdığını, SMP ve SMP + Tween 80 kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin SEM gözleminde parçacık yüzeyinde çatlak ve gözenek görülmediğini fakat SMP + maltodekstrin tarafından üretilen tozların yüzeyinde çatlaklar görüldüğünü belirtmişlerdir.

Luna-Guevara, Ochoa-Velasco, Hernández-Carranza ve Guerrero-Beltrán (2017), fizikokimyasal (peroksit indeksi, su aktivitesi), antioksidan (DPPH yöntemi) ve morfolojik özelliklerini değerlendirmek amacıyla ceviz (*Juglans regia* L.), yer fıstığı (*Arachis hypogaea*) ve pıkan cevizi (*Carya illinoensis* (Wangenh.) K. Koch) yağlarını püskürterek kurutma yöntemiyle mikrokapsüllemişlerdir. Kabuk materyali

olarak Arap zımkı, maltodekstrin ve jelatin kullanmıřlardır. Kapsülasyon verimi, yağ ierięi ve peroksit indeksi, su aktivitesi (aw), yoğunluk, antioksidan kapasite ve SEM alıřmalarını gerekleřtirmişlerdir. Kapsülasyon verimliliklerinin % 1lik yağ emülsiyonlarında yer fıstıęı, ceviz ve pıkan cevizi iin sırasıyla % 11,76, % 12,82 ve % 14,70; % 3lük yağ emülsiyonlarında ise yer fıstıęı, ceviz ve pıkan cevizi iin sırasıyla % 35,3, % 38,5 ve % 44,1 olduęunu belirtmişlerdir. SEM analizi sonularında ise % 1lik yağdan elde edilen mikrokapsüllerin daha küçük küresel paracıklar olduęunu gözlemlemişlerdir. alıřmaları sonucunda Arap zımkı, maltodekstrin ve jelatin kombinasyonunun, mikrokapsülenmiş fındık yağlarında antioksidan bileřiklerini yeterince koruduęunu ve Arap zımkı, maltodekstrin ve jelatin sakızı kullanarak % 3'lük konsantrasyondaki kapsüllerin en iyi olduęunu belirtmişlerdir.

Fernandes, Borges ve ark. (2016), kabuk materyali olarak arap zımkı (GA), maltodekstrin (MD) ve inülin (IN) kullanarak zencefil uçucu yağını püskürterek kurutma yöntemiyle kapsüllemişlerdir. Püskürterek kurutma işleminde besleme sıvısı olarak kullanılan emülsiyonların kinetik stabilizasyonuna emülsiyonlaşma işleminin etkilerini deęerlendirmişlerdir. Kapsüller üzerinde nem ierięi, esansiyel yağ kapsüllenme verimlilięi, FTIR, nem adsorpsiyon izotermi, Termogravimetrik analiz, X-ışını difraksiyonu, paracık morfolojisi ve boyut dağılımı alıřmalarını gerekleřtirmişlerdir. alıřmalarında arap zımkı ($15,44 \pm 0,13 \mu\text{m}$) veya arap zımkı ve maltodekstrin karışımı ($15,83 \pm 0,14 \mu\text{m}$) ile hazırlanan tozlarda daha büyük mikropartiküller gözlendięini, mikrokapsüllerin nem ierięinin % 0,88 ile % 1,76 arasında deęiřtięini belirtmişlerdir. alıřmaları sonucunda maltodekstrin ieren karışımın, zencefil esansiyel yağını tutmak iin etkili bir matris olduęunu, inulin ve maltodekstrinin varlıęının paracıkların ıslanabilme özellięini geliřtirdięini ancak inülin varlıęının kapsülasyon verimlilięini düşürdüęünü gözlemlemişlerdir.

1.4 Etil Selüloz Kabuk Materyali ve Püskürterek Kurutma Yöntemi Üzerine Yapılan Çalışmalar

Tez çalışması kapsamında kullanılan etil selüloz kabuk materyali ve püskürterek kurutma yöntemiyle kapsülasyona yönelik gerçekleştirilen bazı çalışmalar ise şu şekildedir:

Sarıışık ve ark. (2013), püskürterek kurutma yöntemiyle kabuk malzemesi olarak etil selüloz kullanarak diklofenak sodyum mikrokapsülleri hazırlamışlar ve ürettikleri kapsülleri ortopedik destek materyallerine uygulamışlardır. Diklofenak sodyum mikrokapsüllerin morfolojilerini, partikül boyutunu, ilaç yükleme kapasitelerini ve *in vitro* salım özelliklerini incelemişlerdir. Partikül boyutlarının 8,44-9,68 µm arasında olduğunu ve SEM analizi sonuçlarında mikrokapsüllerin küre biçiminde olduklarını, ortopedik destek malzemelerine sabitlendiğini ve 10 ile 20 yıkama sonrasında kapsüllerin hala materyal üzerinde kaldığını belirtmişlerdir. *In vitro* salım çalışmalarına göre, ilaç yüklemesi artışın daha hızlı ilaç boşaltımına neden olduğunu ve polimer konsantrasyonu ile ilaç salım davranışının doğru orantılı olduğunu gözlemlemişlerdir.

Feng, Zhang ve Zhu (2013), etil selüloz ve kitosan polimerlerinin kombinasyonlarını kullanarak püskürterek kurutma yöntemiyle tüberküloza karşı etken madde içeren mikrokapsüller üretmişlerdir. Etil selüloz, kitosan ve etken maddenin farklı oranlarda kullanımının kapsülleme verimliliği ve yükleme kapasitesi üzerindeki etkilerini incelenmiştir. Çalışmalarında ürettikleri kapsüllerin SEM, partikül boyutu, Zeta potansiyeli, DSC, *in vitro* ve *in vivo* salım analizlerini gerçekleştirmişlerdir. SEM analizi ile kapsül yapılarının üniform ve küresel olduğunu, partikül boyut dağılımı analizleri ile kapsül boyutlarının 2,063 µm ile 7,56 µm arasında olduğunu gözlemlemişlerdir. Çalışmaları sonucunda kapsüllerin uzun süre boyunca sürekli salım davranışı sergilediğini ve çalışmalarının akciğer tüberkülozunun klinik tedavisinde verimli olacağını belirtmişlerdir.

Rattes ve Oliveira (2007), sodyum diklofenak etken maddesinin sürekli salımını sağlamak amacıyla püskürterek kurutma yöntemiyle etil selüloz mikrokapsülleri üretmişlerdir. Püskürterek kurutma yöntemindeki giriş sıcaklığının ve besleme hızının kapsüllerin nem miktarı, boyut dağılımı, partikül morfolojisi, toplam ilaç yükü, akış özellikleri, *in-vitro* çözünme özelliklerine ve kapsülleme etkinliğine etkilerini incelemişlerdir. Çalışmaları sonucunda püskürterek kurutma yönteminde birçok farklı boyutta kapsül üretilebileceğini, kapsüllerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin yöntem parametrelerine bağlı olduğunu, besleme hızının ilaç salımında önemli bir parametre olduğunu belirtmişlerdir.

He, Davis ve Illum (1999), püskürterek kurutma yöntemiyle çapraz bağlı ve çapraz bağlı olmayan kitosan mikrokapsülleri hazırlamışlardır. Çapraz bağlayıcı olarak formaldehit solüsyonu veya glutaraldehit kullanmışlardır. Hazırladıkları kapsüllerin boyutlarını, zeta potansiyelini, SEM görüntülerini, DSC analizlerini, ilaç miktarlarını ve *in vitro* ilaç salım özelliklerini incelemişlerdir. Kapsül boyutunun 2-10 mikrometre arasında değiştiğini, mikrokapsüllerin iyi bir küreselliğe ve pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmaları sonucunda çapraz bağlayıcı azaldıkça partikül boyutu ve zeta potansiyelinin arttığını ve çapraz bağlayıcı arttıkça da salınan etken madde miktarının azaldığını belirtmişlerdir.

Learoyd, Burrows, French ve Seville (2008), terbutalin sülfat etken maddesini püskürterek kurutma yöntemi sayesinde kitosan ile kaplayarak kapsüller oluşturmuşlardır. Kitosan molekül ağırlığının ilaç salımı üzerine etkisini araştırmışlardır. Püskürterek kurutma sonrası elde ettikleri tozları SEM, lazer ışını kırılması, sıkıştırılmış yoğunluk analizi, HPLC, DSC ve TGA ile karakterize etmişlerdir. *İn vitro* ilaç salımını değerlendirmişlerdir. Çalışmalarında SEM analizleri sonunda 10 µm'den daha küçük çapa sahip, düzenli küresel parçacıklar elde edildiğini ve parçacıkların dalgalı bir yüzeye sahip olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmaları sonucunda kitosan molekül ağırlığı arttıkça partiküllerin ilaç salım zamanının arttığını belirtmişlerdir.

Kim ve ark. (2006), gerçekleştirdikleri bir çalışmada triklosan çekirdek maddesini farklı oranlarda kitosan/jelatin kabuk maddesi ile püskürterek kurutma yöntemine göre kapsüllemişlerdir. Çalışmalarını 1:2 çekirdek madde:kabuk madde oranı ve 2:0, 1.5:0.5, 1:1, 0.5:1.5 ve 0:2 kitosan:jelatin oranları ile gerçekleştirmişlerdir. Ürettikleri kapsüller üzerinde SEM, DSC, Zeta potansiyeli, dinamik ışık saçılımı analizleri ve salım çalışmaları gerçekleştirmişlerdir. Çalışmaları sonucunda ürettikleri kitosan/jelatin mikrokapsüllerinin sulu çözelti içinde çekirdek maddeyi koruduğunu ve cilt bakterilerine karşı etken madde olan triklosanın, kitosan/jelatin kapsülleri ile cilt ve mukoza için uygulanabileceğini belirtmişlerdir.

C. Dima, Patraşcu, Cantaragiu, Alexe ve S. Dima (2015), kişniş esansiyel yağının mikrokapsüllerden salımını incelemek için bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Bu amaçla püskürterek kurutma yöntemiyle çeşitli kapsüller (kitosan, alginat, kitosan/alginat, kitosan/inulin) üretmişlerdir. Ürettikleri kapsüller ile nem içeriği, kapsül çözünürlüğü, partikül boyutu ve morfolojisi, şişme çalışmaları, kapsülasyon verimliliği, yağ içeriği ve *in vitro* salım çalışmaları gerçekleştirmişlerdir. Çalışmaları sonunda kitosan mikrokapsüllerinin beyin benzeri bir yapıya, alginat ve kitosan / alginat kapsüllerinin ise daha küresel ve yumuşak bir yüzeye sahip olduğunu; püskürterek kurutma yöntemiyle ürettikleri kapsüllerin pH ve sıcaklık değişimlerine karşı dirençli olduğunu ve kontrollü salım için kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

Asada, Takahashi, Okamoto, Tanino ve Danjo, (2004), püskürterek kurutma yöntemiyle teofilin içerek kitosan mikrokapsülleri üretmişlerdir. Ürettikleri kapsüllerin fizikokimyasal özelliklerini XRD, DSC, partikül boyutu analizi ve çözünme testi ile incelemişlerdir. Ayrıca etken madde ile kabuk madde arasındaki etkileşimi inceleyebilmek amacıyla FTIR analizi de gerçekleştirmişlerdir. Çalışmaları sonucunda ürettikleri kapsüllerin boyutlarının 4,6-5,6 mikrometre arasında olduğunu ve bu kapsüllerin farmasötik uygulamalarda kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

Mohammed, Tan, Manap, Alhelli ve Hussin (2017), proses koşullarının etkisini incelemek amacıyla çörek otu yağını püskürterek kurutma yöntemiyle

kapsüllemişlerdir. Kabuk materyali olarak sodyum kazeinat ve maltodekstrin DE 10 (protein / karbonhidrat sabit oranda 1: 9) kullanmışlardır. SEM, HPLC, mikrokapsülasyon etkinliği, nem içeriği, çözünürlük, parçacık boyutu, toplam fenolik içeriği (TPC) ve 1,1-diphenyl-picryl-hydrazyl (DPPH) ile antioksidan aktivite çalışmalarını gerçekleştirmişlerdir. Çalışmalarında ortalama partikül boyutunun 15,5-31,0 µm arasında olduğunu ve en uygun koşulların % 30 kabuk materyali, % 10 yağ konsantrasyonu ve 160 °C giriş sıcaklığı olduğunu belirtmişlerdir.

Mithu, Haque, Chowdhry, Nokhodchi ve Maniruzzaman (2017), kontrollü salım amaçlı üretilen mikro-parçacıklardaki yüzey kimyası ve ilaç-polimer etkileşimini araştırmak için tüberküloza karşı etkili Isoniazid (INH) etken maddesini püskürterek kurutma yöntemiyle kapsüllemişlerdir. Polimer taşıyıcı olarak Eudragit® S100 (S100), Eudragit® L100-55 esaslı Acryl EZE (EZE) ve Etilselüloz ECN10 (ECN10) maddelerini kullanmışlardır. Çalışmalarında parçacık boyutu, (SEM)/EDS, X-ışını toz difraksiyonu (XRPD), DSC ve HPLC analizleri ile çözünme ve salım çalışmalarını gerçekleştirmişlerdir. Çalışmaları sonunda elde edilen mikro-parçacıkların küre şeklinde olduğunu ve ortalama parçacık boyutunun 10 µm den küçük olduğunu, püskürterek kurutma yönteminin izoniazidin mikrokapsülasyonu için başarılı bir yöntem olduğunu ve kontrollü salım dozaj formlarının geliştirilmesi için umut verici bir yaklaşım olduğunu belirtmişlerdir.

BÖLÜM İKİ

MATERYAL VE METOD

2.1 Materyal

2.1.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Tez çalışmasında kullanılan kimyasal maddeler Tablo 2.1 de gösterilmektedir.

Tablo 2.1 Kullanılan kimyasal maddeler

Kimyasal madde adı	Görevi	Temin edilen firmalar
Etil Asetat	Çözücü	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Etil Selüloz	Kabuk Madde	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Sarı Kantaron Yağı	Etken Madde	Mecitefendi, İzmir, Türkiye
Mandalina Yağı	Etken Madde	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Sandal Ağacı Yağı	Etken Madde	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Jojoba Yağı	Etken Madde	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Yasemin Yağı	Etken Madde	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Rucon FAS (N-metilol dihidroksi etilen üre)	Çapraz Bağlayıcı	Rudolf Duraner, Bursa, Türkiye
Tween 20	Yüzey Aktif Madde	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika

2.1.2 Kullanılan Cihazlar

Tez çalışmasında kullanılan cihazlar Tablo 2.2 de verilmiştir.

Tablo 2.2 Kullanılan cihazlar

Cihaz adı	Cihaz markası
Manyetik Karıştırıcı	ISOLAB
Ramöz	Rapid, Laborteks
Fulard	ATAÇ F-350
Hassas Terazi	KERN ABJ-NM/ABS-N
FTIR Spektrofotometre	Perkin Elmer Spectrum BX
Taramalı Elektron Mikroskobu	FEI Quanta250 FEG Philips XL 30S FEG
Diferansiyel Taramalı Kalorimetre	Perkin Elmer Pyris Diamond
Püskürerek Kurutma Cihazı	LabPlant SD-Basic
Yıkama Haslığı Test Cihazı	Linitest
Sürtünme Haslığı Test Cihazı	SDL, Atlas
HPLC Analizi Cihazı	Agilent 1200
Transmisyon Elektron Mikroskobu	JEOL TEM-1400-EDX
Partikül Boyut Dağılımı Cihazı	Haribo Partica LA-950 V2
Su Buharı Geçirgenliği Test Cihazı	SDL, Atlas
Termo Gravimetrik Analiz Cihazı	Shimadzu DTG-60H
Zeta Potansiyeli Ölçüm Cihazı	Malvern Zetasizer Nano ZS

2.1.3 Kullanılan Kumaş

Çalışmada %100 pamuklu kumaş kullanılmış olup, özellikleri Tablo 2.3’ de görülmektedir.

Tablo 2.3 Kullanılan kumaşa ait veriler

Kumaş Hammaddesi	%100 pamuk	
Örgü tipi	Süprem	
İplik numarası (Ne)	30	
Sıklık (tel/cm)	Sıra	21
	Çubuk	16
Gramaj (g/m²)	150	

2.2 Metod

2.2.1 Kapsül Üretim Çalışmaları

Bu tez çalışması kapsamında üretilmesi amaçlanan kapsüller Ege Üniversitesi Deri Mühendisliği bünyesinde bulunan LabPlant marka püskürterek kurutma makinesinde püskürterek kurutma yöntemi ile oluşturulmuştur. Kapsüllerin üretimi sırasında kabuk madde olarak etil selüloz, çözügen olarak ise etil asetat kullanılmıştır. Etkin madde olarak mandalina yağı sandal ağacı yağı, jojoba yağı, yasemin yağı ve sarı kantaron yağı kullanılmıştır.

Kapsülasyon çalışmalarında kabuk maddesi (etil selüloz):çözügen (etil asetat) oranı %2 (v:w) seçilip Tablo 2.4-2.5-2.6 da gösterilen oranlarda kapsüller üretilmiştir.

Boş kapsüller etkin madde ilave edilmeden cihaza beslenmiştir. Etkin madde içeren çalışmalara ait formülasyonlar Tablo 2.4-2.5-2.6 da verilmiştir.

Tablo 2.4 Dinçleştirici, güzel koku ve antibakteriyel özelliklere sahip kapsüllerin oranları

Kapsüller	Etkin Madde:Kabuk Madde Oranı			Mandalina Yağı:Sarı Kantaron Yağı Oranı	
	1:2	1:3	1:4	1:3	1:5
M1			√		√
M2			√	√	
M3		√			√
M4		√		√	
M5	√				√
M6	√			√	

Tablo 2.5 Rahatlatici, güzel koku ve antibakteriyel özelliklere sahip kapsüller

Kapsüller	Etken Madde:Kabuk Madde Oranı			Sandal Ağacı Yağı:Sarı Kantaron Yağı Oranı	
	1:2	1:3	1:4	1:3	1:5
S1			√		√
S2			√	√	
S3		√			√
S4		√		√	
S5	√				√
S6	√			√	

Tablo 2.6 Besleyici, güzel koku ve antibakteriyel özelliklere sahip kapsüller (sabit yağ olarak jojoba yağı ve sarı kantaron yağı oranı 1:1 alınarak eşit miktarlarda kullanılmıştır)

Kapsüller	Etken Madde:Kabuk Madde Oranı			Yasemin Yağı:Sabit Yağ (Sarı Kantaron Yağı+Jojoba Yağı)Oranı	
	1:2	1:3	1:4	1:3	1:5
Y1			√		√
Y2			√	√	
Y3		√			√
Y4		√		√	
Y5	√				√
Y6	√			√	

Kapsülasyon işlemi sırasında en uygun kapsülasyon koşullarının optimizasyonu üzerine de çalışılmalar yürütülmüştür. Optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilirken cihazın inlet ve outlet sıcaklıkları ile cihaza çözelti besleme hızı üzerinde çalışmalar yapılmış ve cihazın siklon kısmında çeperlerde kapsül birikmesi engellenmeye çalışılmıştır. Gerçekleştirilen bu çalışmalar ile en uygun koşul olarak giriş sıcaklığının 100°C, çıkış sıcaklığının 80°C ve besleme hızının ise cihaz ayarlarından seviye 3 olduğu belirlenmiştir.

2.2.2 Kapsüllerin Kumaşlara Aplikasyonu

Üretilen kapsüller kumaşlara Rudolf Duraner firmasından temin edilen Rucon Fas çapraz bağlayıcısı ile emdirme yöntemine göre fulardda applike edilmiş olup aplikasyon reçetesi aşağıdaki gibidir:

60 g/l Rucon Fas çapraz bağlayıcı

20 g/l mikrokapsül

2 ml %3'lük Tween 20

%90 AF

Fularddan geçirilen kapsül aktarılmış %100 pamuklu örme kumaşlar 110 °C'de 3 dk kurutulup 150 °C'de 3 dk fiksaj işlemi görmüşlerdir.

2.2.3 Kapsül ve Kumaşlarda Gerçekleştirilen Test ve Analizler

2.2.3.1 SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi

Etken madde içermeyen kapsüllerin (boş kapsül), mandalina yağı içeren kapsüllerin, yasemin yağı içeren kapsüllerin ve kapsül aktarılmış kumaşların SEM çalışmaları FEI QUANTA 250 FEG cihazında; sandal ağacı yağı içeren kapsüllerin SEM çalışmaları ise Philips XL 30S FEG cihazında gerçekleştirilmiştir. Numuneler SEM cihazına yerleştirilmeden önce altın ile kaplanmışlardır.

2.2.3.2 Partikül Boyut Dağılımı Analizi

Partikül boyut dağılımı analizi çalışmaları Haribo Partica LA-950 V2 model cihazda, Laser scattering ölçüm metodu ile gerçekleştirilmiştir. Çalışmalar sırasında partiküllerin su içerisinde homojen bir şekilde dağılabilmeleri için %3 lük Tween 20 kullanılmıştır.

2.2.3.3 FTIR (Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi) Analizi

FTIR analizi çalışmaları Perkin Elmer Spectrum BX cihazında 650-4000 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilmiştir. Çözünürlük 4 cm^{-1} , tarama sayısı ise 20 seçilmiştir.

2.2.3.4 DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizi

DSC analizi çalışmaları Perkin Elmer marka Pyris Diamond model cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Mandalina ve sandal ağacı yağı içeren kapsüller ile boş kapsüllere ait analizler azot atmosferinde 10°C/dk tarama hızında, 30°C ile 250°C aralığında gerçekleştirilirken yasemin yağı içeren kapsüllere ait analizler 10°C/dk tarama hızında, -20 °C ile 250°C aralığında gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.5 TGA (Termo Gravimetrik Analiz) Analizi

Üretilen mikrokapsüllerin TGA analizleri çalışmaları Shimadzu DTG-60H cihazında gerçekleştirilmiştir. Analizler azot atmosferinde, 30 °C ile 600 °C arasında gerçekleştirilip sıcaklık artışı 10 °C/dk seçilmiştir.

2.2.3.6 HPLC (Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi) Analizi

Kromatografik ayrımlar G1329A ALS otomatik örnekleyici, G1315A diode-array detector, G1322A vacuum degasser ve G1316A termostatl kolon bölmesi içeren Agilent 1200 serisi sistem (Agilent Technologies, Almanya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kromatogramlar, numunenin 2 nm çözünürlükle 191 ila 799 nm arasında taranmasıyla elde edilmiştir. Pikler 255 nm'de gözlenmiştir. Aynı materyal ile doldurulmuş bir koruma sütunu ile korunan Waters Nova-Pak (USA) C18 analitik kolon (3,9 x 150 mm, 4 μm) kullanılmıştır. Tablo 2.7'de verilen gradiyent elüsyon programı kullanılmıştır.

Tablo 2.7 HPLC analizinde kullanılan gradiyent elüsyon programı

Zaman (dk.)	Akış hızı (ml/dk)	H ₂ O-0,1% TFA (v/v)	CH ₃ CN-0,1% TFA (v/v)
0,0	0,5	95	5
1,0	0,5	95	5
20	0,5	70	30
25	0,5	40	60
28	0,5	40	60
33	0,5	5	95
35	0,5	5	95
40	0,5	95	5
45	0,5	95	5

2.2.3.7 TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) Analizi

TEM analizi çalışmaları JEOL TEM-1400-EDX cihazında gerçekleştirilmiştir.

3.2.3.8 Zeta Potansiyeli Analizi

Zeta potansiyeli çalışmaları Malvern Zetasizer Nano ZS cihazında gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.9 Kapsül Üretim Verimlerinin Belirlenmesi

Üretilen kapsüllerin üretim verimleri aşağıdaki Formül 1 kullanılarak yüzde olarak hesaplanmıştır.

$$(\%)Verim = \frac{M_2}{M_1} \times 100 \quad (2.1)$$

M₁: Kapsülasyon için kullanılan toplam madde (etken madde+kabuk maddesi) miktarı (g)

M₂: Kapsülasyon sonunda elde edilen toplam kapsül miktarı (g)

2.2.3.10 Yıkamaya Karşı Dayanım Testleri

Mikrokapsül aktarılmış kumaşların yıkamaya karşı dayanımları TS EN ISO 105-C06 A1S standardına göre 40 ± 2 °C de 30 dk süre ile Linitest cihazında test edilmiştir. Yıkama sırasında ECE nonfosfat referans deterjan A kullanılmıştır. Kapsül aktarılmış kumaşlar üzerinde 1 ve 5 yıkama sonrası kalan kapsül miktarının tayini için SEM analizi gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.11 Sürtünmeye Karşı Dayanım Testleri

Kapsül içeren kumaşlar, Atlas marka Krokmetre sürtme cihazında TS EN ISO 105-X12 (Tekstil– Renk Haslığı Deneyleri Bölüm X12 Sürtmeye Karşı Renk Haslığı Tayini) standardına göre refakat kumaş ile kuru sürtünmeye maruz bırakılmıştır. Sürtünme testi sonucunda kumaş üzerinde kalan kapsüllerin tayini SEM analizi ile gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.12 Su Buharı Geçirgenliği Testleri

TS EN 31092 standardına göre uygulanan döner platform metodunun prosedürüne uygun olarak gerçekleştirilen bu yöntemde; test kapları, su buharının dengelenmesine izin verecek şekilde 1 saatlik periyotlar ile tartılmıştır. Daha sonra test kapları, tekrar oda içerisinde bulunan döner platform üzerine konularak 24 saatlik bir süre boyunca deneye devam edilmiş ve süre sonunda tekrar ağırlık ölçümleri yapılmıştır. Her iki tartım sonucunda test kabında meydana gelen azalma miktarından su buharı geçirgenlik değerleri hesaplanmıştır.

2.2.3.13 Antibakteriyel Etkinlik Testleri

Kapsül aktarılmış kumaşların gram negatif ve gram pozitif bakteri türlerinden *Escherichia coli* (ATCC 35218) ve *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538) bakterilerine karşı antibakteriyel etkinlik testleri ASTM E 2149 Standard Test Method for

Determining the Antimicrobial Activity of Immobilized Antimicrobial Agents Under Dynamic Contact Conditions standardına göre gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.14 GC-MS (Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi) Analizi

Mikrokapsül uygulanmış kumaşlarda yıkama öncesinde ve 1 yıkama sonrasında uçucu bileşenlerin belirlenmesi amacıyla GC-MS Headspace analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler için Shimadzu marka QP2010-Ultra modelindeki cihaz kullanılmıştır. Analiz sırasında kolon sıcaklığı 30 °C, enjeksiyon sıcaklığı 240 °C ve enjeksiyon zamanı 0,2 dk olarak ayarlanmıştır.

BÖLÜM ÜÇ

ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

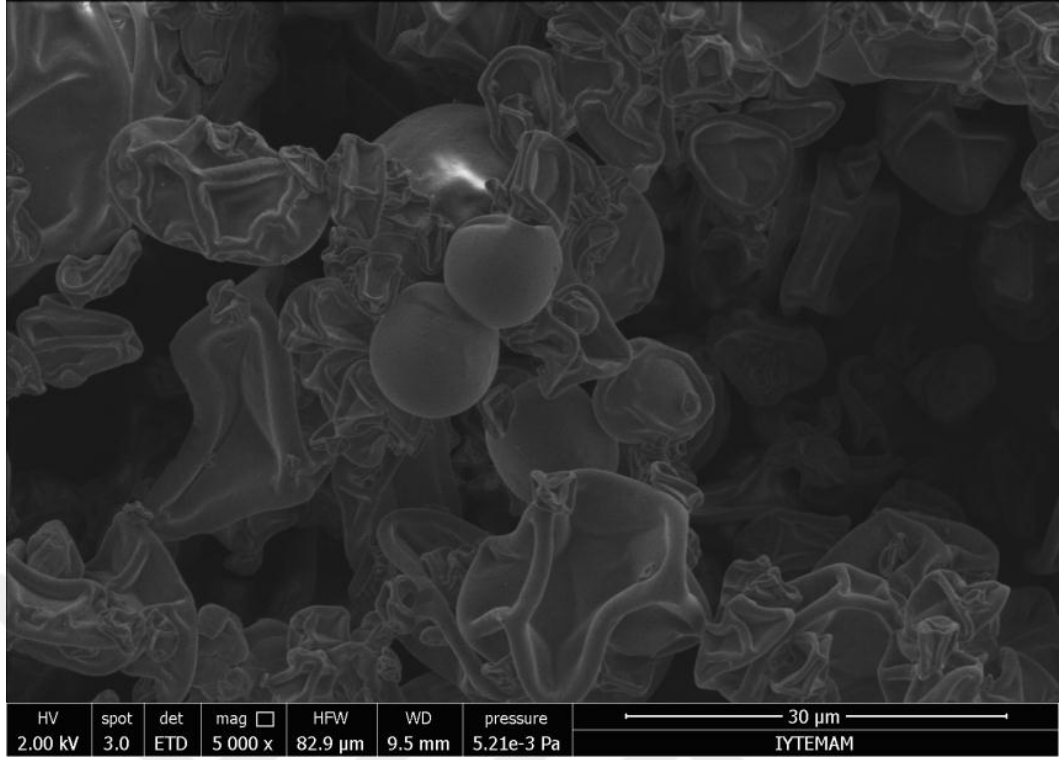
3.1 Mikrokapsüllerin Karakterizasyon Çalışmaları

Püskürterek kurutma yöntemine göre farklı oranlar kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin karakterizasyon çalışmaları kapsamında SEM analizi, partikül boyut dağılımı analizi, FTIR analizi, DSC analizi, TGA analizi, TEM analizi ve HPLC analizi gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüllerin karakterizasyon çalışmaları kapsamında gerçekleştirilen analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

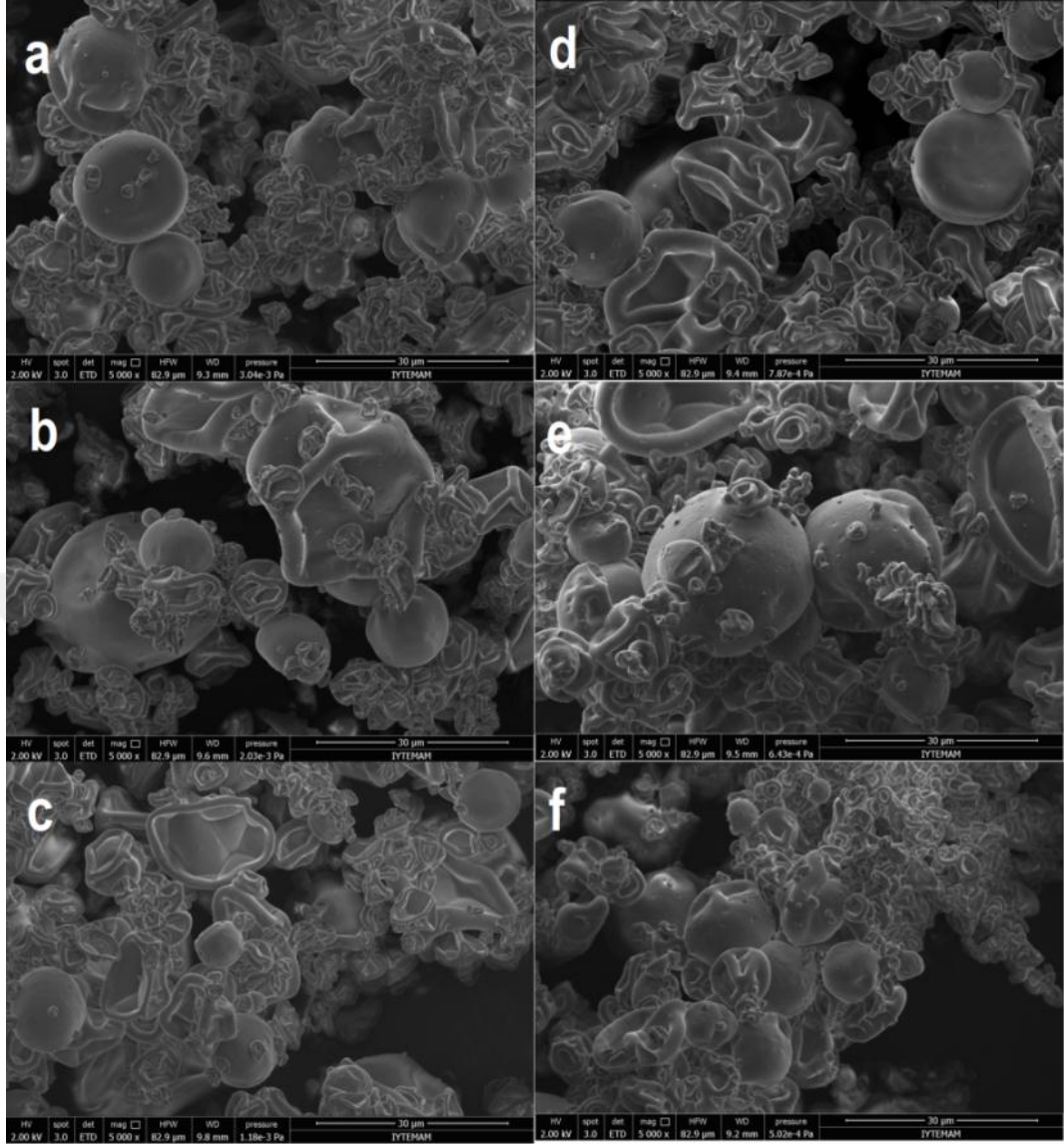
3.1.1 SEM Analizi Sonuçları

Üretilen mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri Şekil 3.1-3.2-3.3-3.4 de verilmektedir.

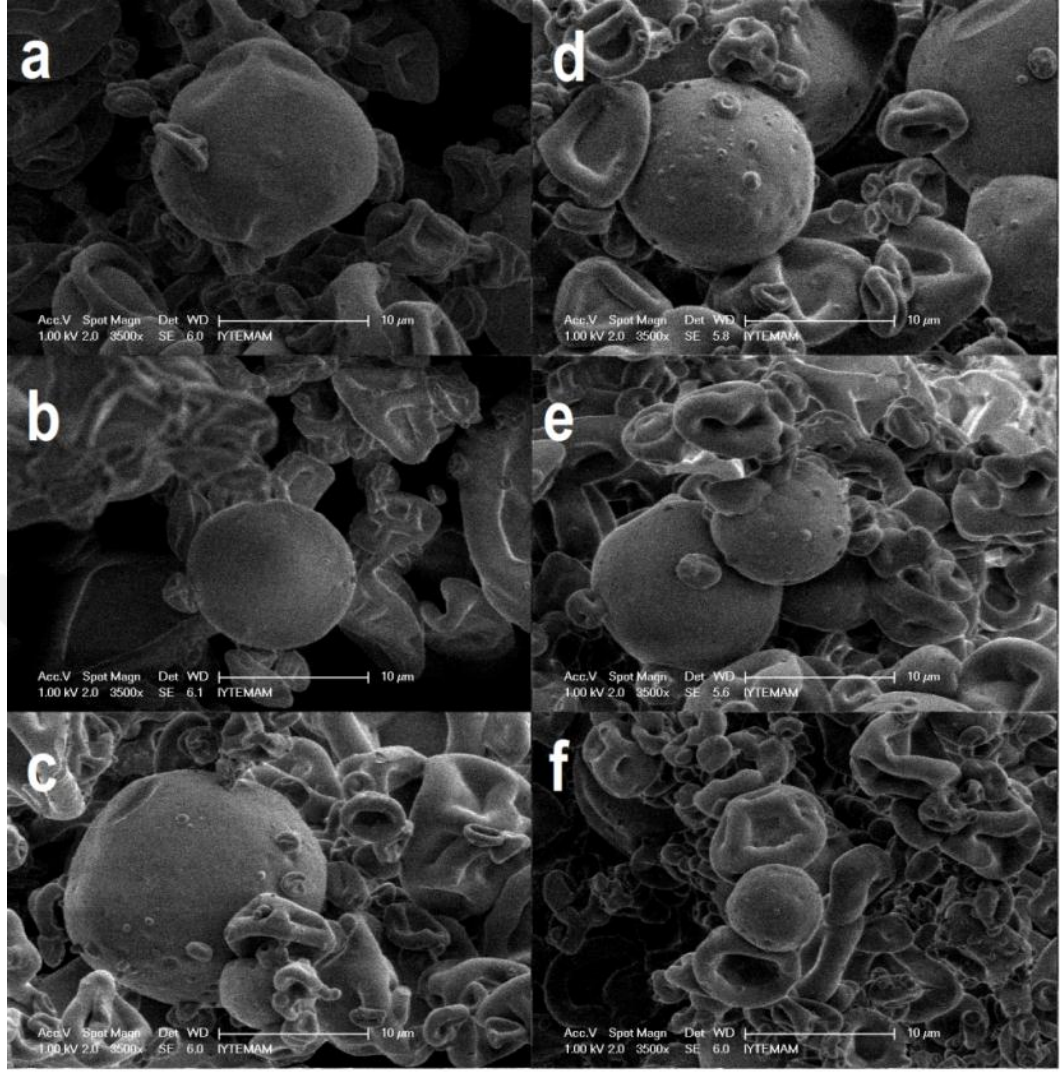
SEM görüntülerine göre kapsül morfolojileri incelendiğinde yer yer küresel kapsüllerin olduğu, bazı kapsüllerin ise literatürdeki püskürterek kurutma ile yapılan çalışmalar ile uyumlu olarak çözgenin hızlı uzaklaşması sonucu büzüldükleri görülmüştür. Kapsül morfolojilerinin literatür ile uyumlu olduğu gözlenmiştir (Lopez ve ark., 2014). Püskürterek kurutma yöntemi, boyutsal dağılım olarak çeşitlilik gösterir. Yöntemin en önemli parametreleri inlet ve outlet sıcaklıkları ile besleme hızıdır.



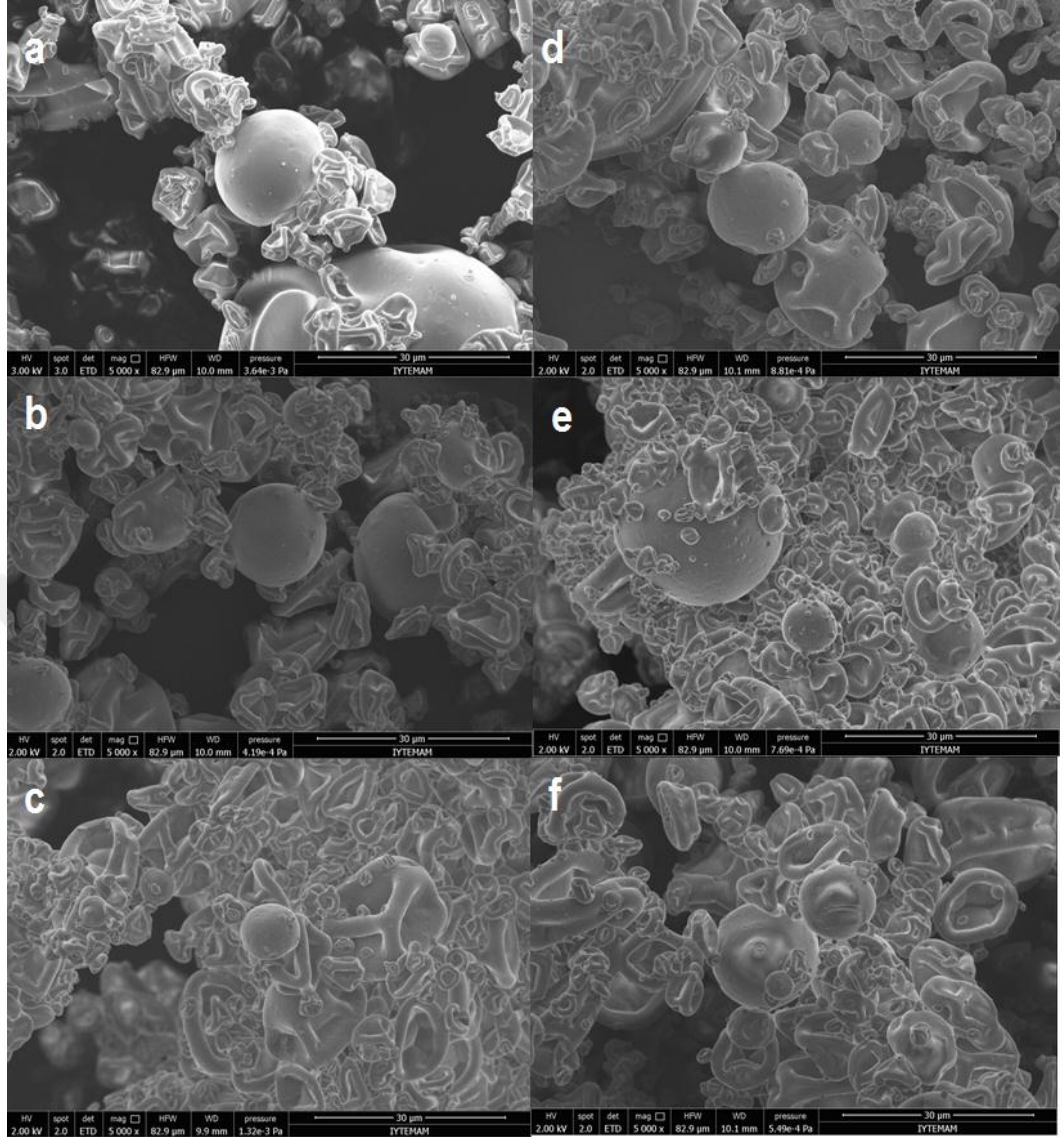
Şekil 3.1 Boş kapsüllere ait SEM görüntüsü



Şekil 3.2 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6



Şekil 3.3 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6



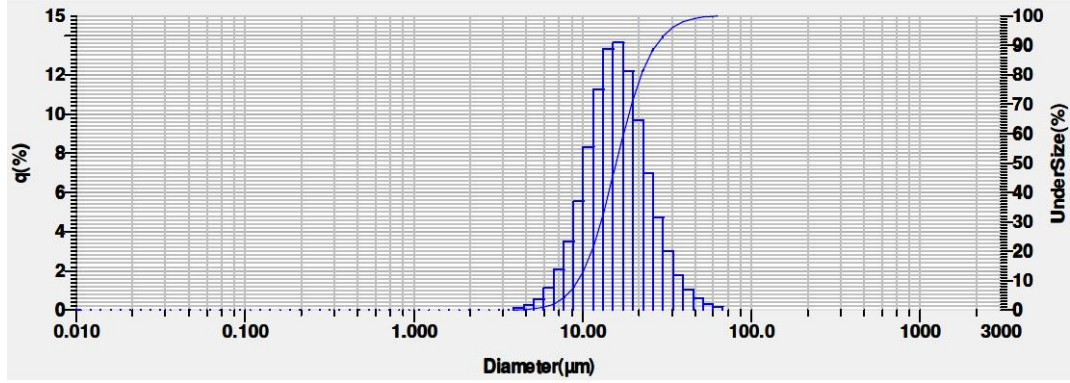
Şekil 3.4 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6

3.1.2 Partikül Boyut Dağılımı Analizi Sonuçları

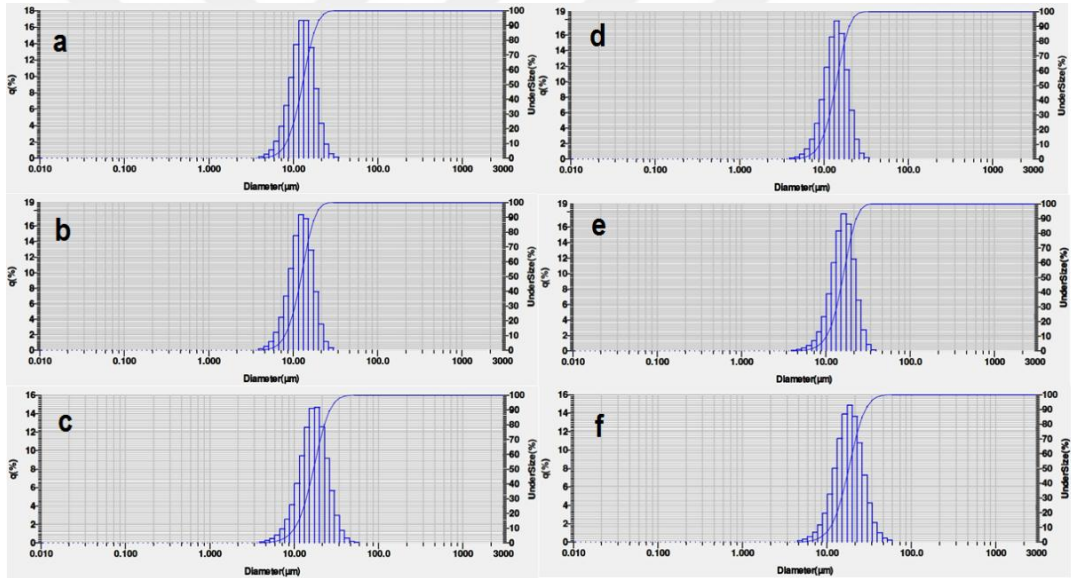
Mikrokapsüllere ait partikül boyut dağılımı analizi sonuçları Şekil 3.5-3.6-3.7-3.8’de verilmektedir.

Şekil 3.5’te 17,42 μm ortalama boyuta sahip boş kapsüllere ait dağılım grafiği, Şekil 3.6’da mandalina yağı içeren mikrokapsüllere ait boyut dağılım grafiği verilmiştir. Grafikler incelendiğinde boyut dağılımının dar bir dağılım gösterdiği görülmektedir. Ortalama boyut M1 kapsülü için 13,19 μm , M2 için 12,80 μm , M3

için 17,80 μm , M4 için 14,17 μm , M5 için 16,31 μm ve M6 için 19,20 μm bulunmuştur.

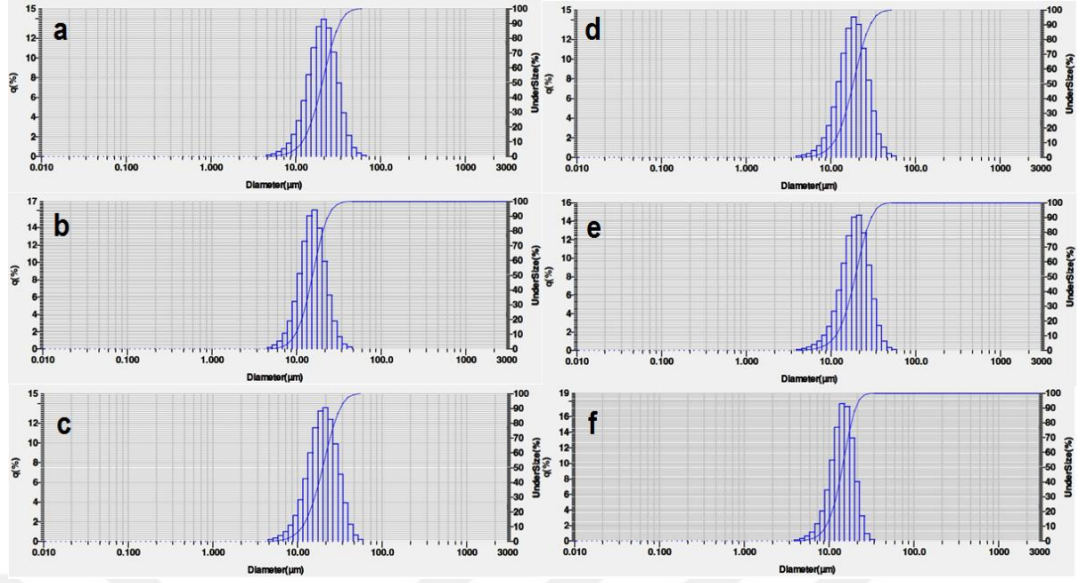


Şekil 3.5 Boş kapsüllere ait partikül boyutu dağılımı grafiği



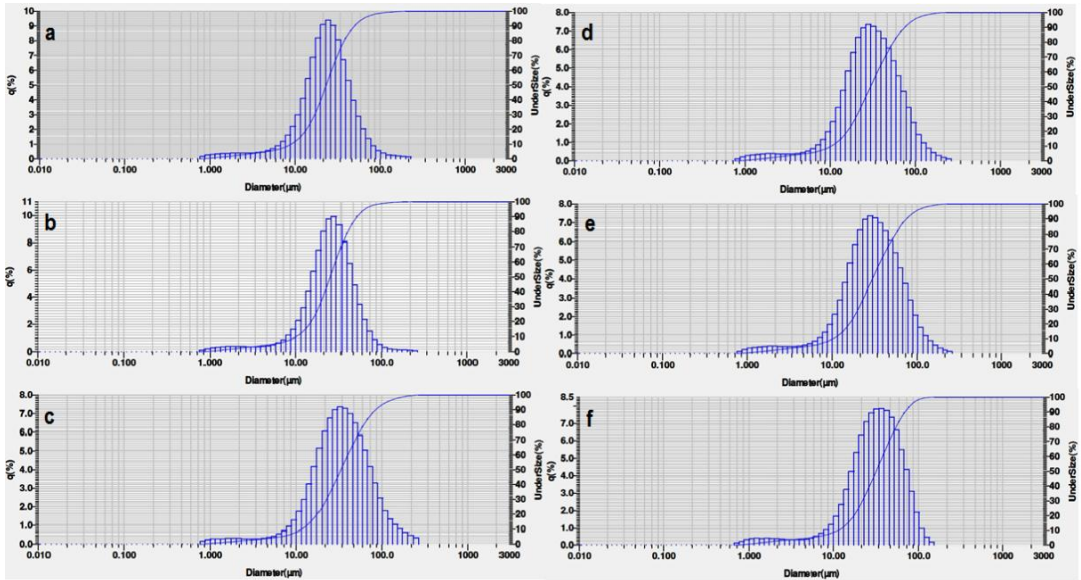
Şekil 3.6 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait partikül boyut dağılımı grafikleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6

Sandal ağacı yağı kullanılarak elde edilen mikrokapsüllere ait partikül boyut dağılımı Şekil 3.7'de gösterilmiştir. Şekil 3.7 incelendiğinde partikül boyutlarının dar dağılım gösterdiği bulunmuştur. Ortalama boyutlar incelendiğinde, S1 için 21,63 μm , S2 için 16,13 μm , S3 için 20,85 μm , S4 için 19,31 μm , S5 20,05 μm ve S6 için 14,66 μm bulunmuştur. Tüm veriler incelendiğinde kantaron yağının artmasının, partikül boyutunda artışa yol açtığı gözlenmiştir



Şekil 3.7 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait partikül boyut dağılımı grafikleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6

Yasemin yağı, jojoba yağı ve sarı kantaron yağı içeren mikrokapsüllere ait partikül boyut dağılımları Şekil 3.8’de verilmiştir. Diğer mikrokapsülasyon çalışmaları ile kıyaslandığında partikül boyutlarının daha geniş dağılım gösterdiği belirlenmiştir. Ortalama partikül boyutları, Y1 için 27,92 μm , Y2 için 29,64 μm , Y3 için 42,91 μm , Y4 için 37,92 μm , Y5 için 37,92 μm ve Y6 için 36,79 μm bulunmuştur.

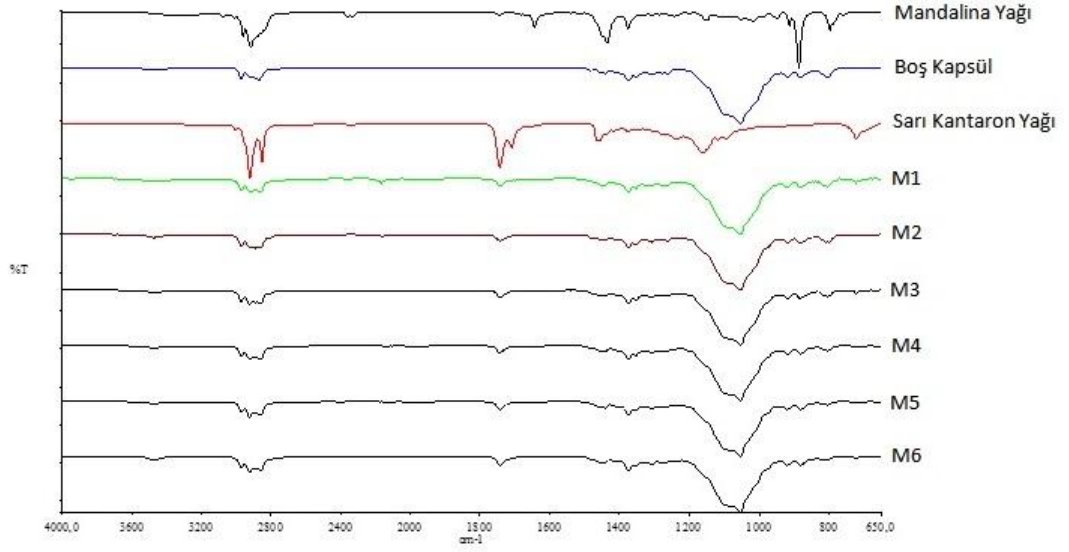


Şekil 3.8 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait partikül boyut dağılımı grafikleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6

3.1.3 FTIR Analizi Sonuçları

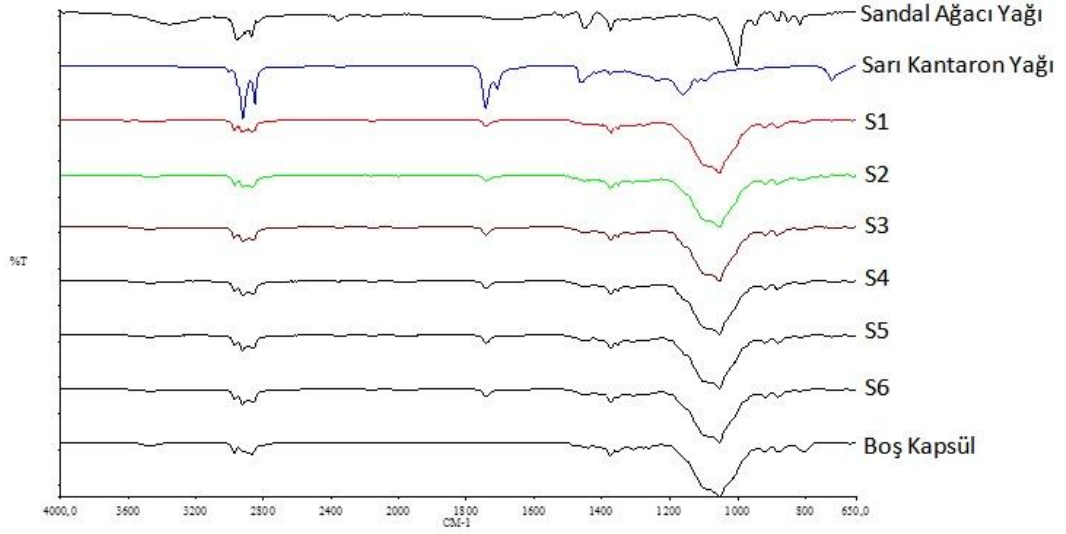
Üretilen mikrokapsüller ile etken madde olarak kullanılan yağlara ait FTIR spektrumları Şekil 3.9-3.10-3.11 de verilmiştir.

Şekil 3.9'daki mandalina yağı içeren kapsüllere ait FTIR spektrumu incelendiğinde, selülozdaki piran halkasına ait klasik $1000 - 1150 \text{ cm}^{-1}$ arasındaki C-O-C asimetrik gerilmesi, C-C, C-OH ve C-H gruplarına bağlı halka gerilmeleri boş ve tüm kapsül çeşitlerinde gözlenmiştir. Tüm spektrumlarda görülen $2800-2860 \text{ cm}^{-1}$ piklerinin CH_2 gruplarının asimetrik ve simetrik gerilme vibrasyonlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. 1390 cm^{-1} civarındaki mandalin yağındaki pik terpen içeriğinin alkan gruplarından kaynaklanabilir. Bu pik tüm kapsül formülasyonlarında gözlenmiştir. 1486 cm^{-1} deki CH_2 gruplarının gerilme piki limonen den kaynaklanmaktadır. Bu pik tüm mikrokapsül formülasyonlarında elde edilmiştir. Limonene ait düzlem dışı terminal metilen gruplarına ait eğilme piki mikrokapsülasyon formülasyonlarında gözlenmemiştir. Trigliseritlere ait tipik ester karbonil piki 1740 cm^{-1} de sarı kantaron ve mikrokapsül formülasyonlarında gözlenmiştir. FTIR sonuçlarından kapsüllerin içerisinde etken maddelerin varolduğu düşünülmektedir



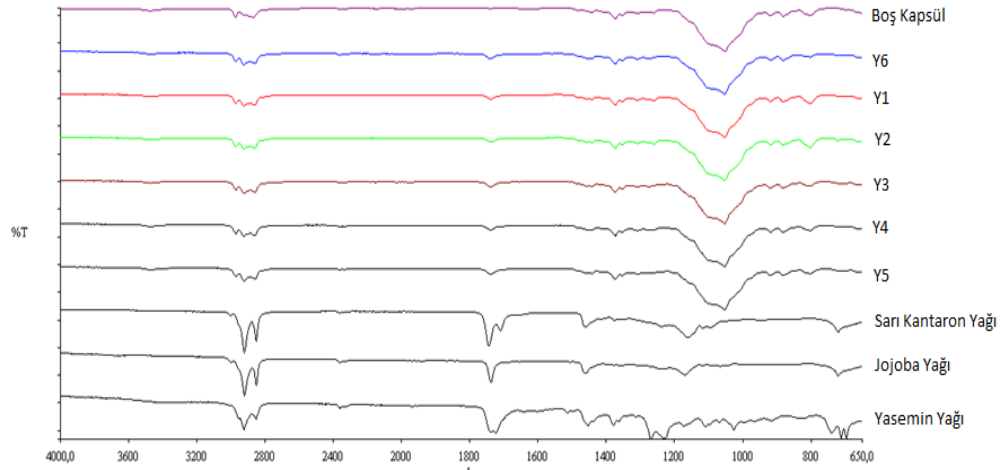
Şekil 3.9 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin, sarı kantaron yağının, boş kapsüllerin ve mandalina yağının FTIR spektrumları

Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı kullanılarak elde edilen mikrokapsüllere ait FTIR spektrurumu Şekil 3.10’da verilmiştir. Şekil incelendiğinde, selülozdaki piran halkasına ait klasik 1000 – 1150 cm⁻¹ arasındaki C-O-C asimetrik gerilmesi, C-C, C-OH ve C-H gruplarına bağlı halka gerilmeleri boş ve tüm kapsül çeşitlerinde gözlenmiştir. Sandal ağacı yağı içerisinde bulunan β -Santalol ve $\alpha\beta$ Santolene ait C-H ve OH gerilmeleri 2800 – 3000 cm⁻¹ arasında bulunmaktadır. 1510 – 1520 cm⁻¹ arasındaki pikler nuciferol ait piklerdir. 1380 cm⁻¹ piki nuciferol de bulunan benzen halkasından kaynaklanabilir. Bu pik tüm kapsül formülasyonlarında gözlenmiştir. Trigliseritlere ait tipik ester karbonil piki 1740 cm⁻¹ de sarı kantaron ve mikrokapsül formülasyonlarında gözlenmiştir. FTIR sonuçlarından kapsüllerin içerisinde etken maddelerin varolduğu düşünülmektedir.



Şekil 3.10 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin, sarı kantaron yağının, boş kapsüllerin ve sandal ağacı yağının FTIR spektrumları

Şekil 3.11'deki yasemin yağı içeren kapsüllere ait FTIR analizi sonuçları incelendiğinde CH_2 gruplarının asimetrik ve simetrik gerilme vibrasyonlarından kaynaklandığı düşünülen $2853\text{-}2858\text{ cm}^{-1}$ deki pikler, $1922\text{-}1926\text{ cm}^{-1}$ aralıklarında bulunan pikler boş kapsüllerde görülmeyip etken madde içeren kapsüller ile etken maddelere ait FTIR spektrumlarında görülmektedir. Yasemin yağı, jojoba yağı ve sarı kantaron yağına ait bu pikler etken maddelerin kapsül içerisine hapsedildiğini göstermektedir. Aynı şekilde jojoba yağı ve sarı kantaron yağında $1738\text{-}1744\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen trigliseritlere ait tipik ester karbonil piki boş kapsülde görülmemektedir. Bu piklerin etken madde içeren kapsüllerde görülmesi de jojoba yağı ve sarı kantaron yağının kapsül içerisine hapsedildiğini göstermektedir.

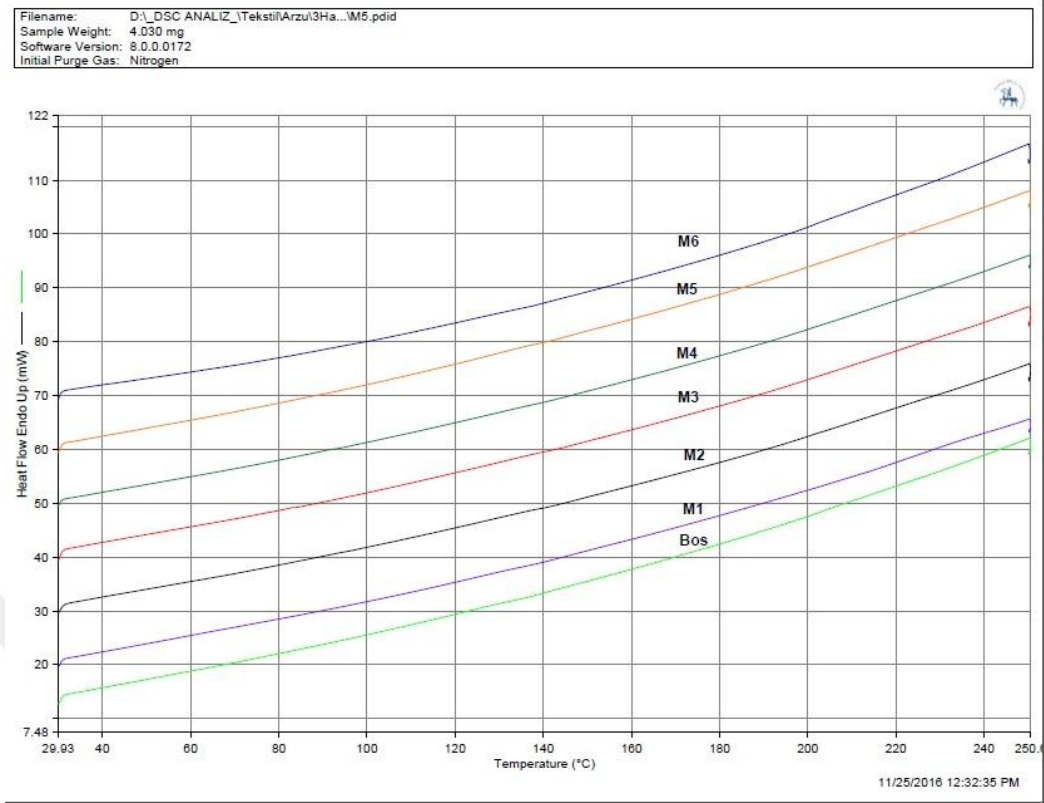


Şekil 3.11 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin, sarı kantaron yağının, boş kapsüllerin, yasemin yağının ve jojoba yağının FTIR spektrumları

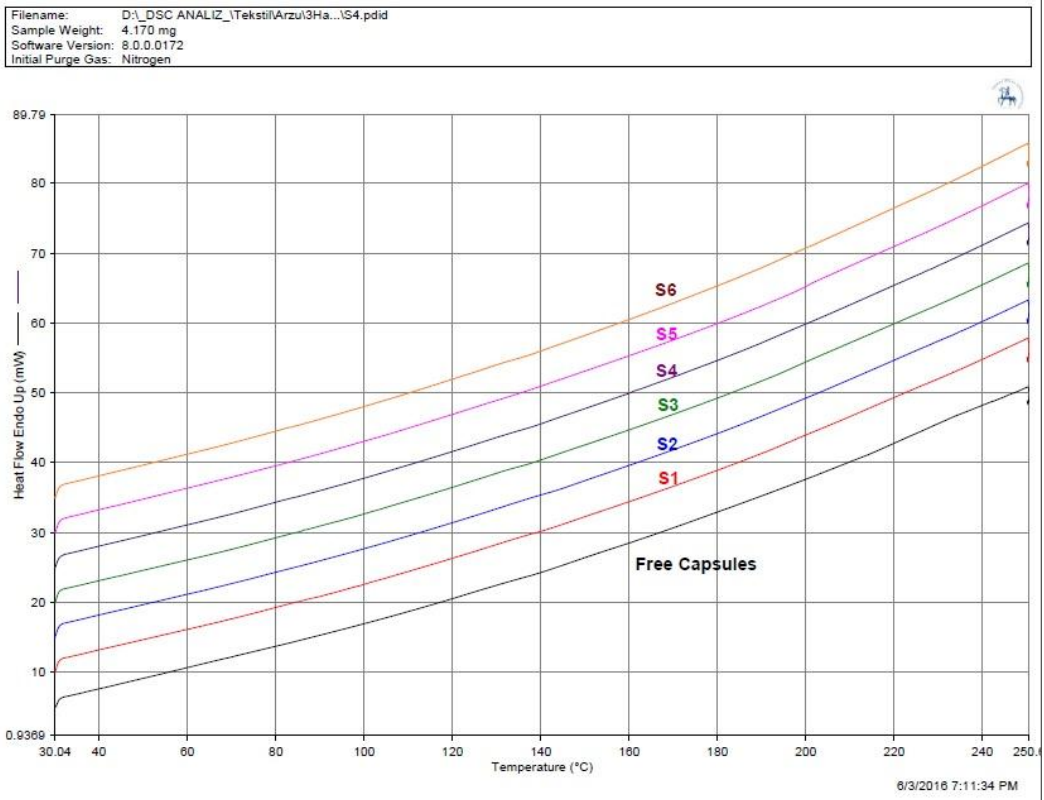
3.1.4 DSC Analizi Sonuçları

Tez çalışması kapsamında üretilen mandalina yağı içeren kapsüllerin, sandal ağacı yağı içeren kapsüllerin ve yasemin yağı içeren kapsüllerin DSC sonuçları sırasıyla Şekil 3.12-3.13-3.14’de verilmiştir.

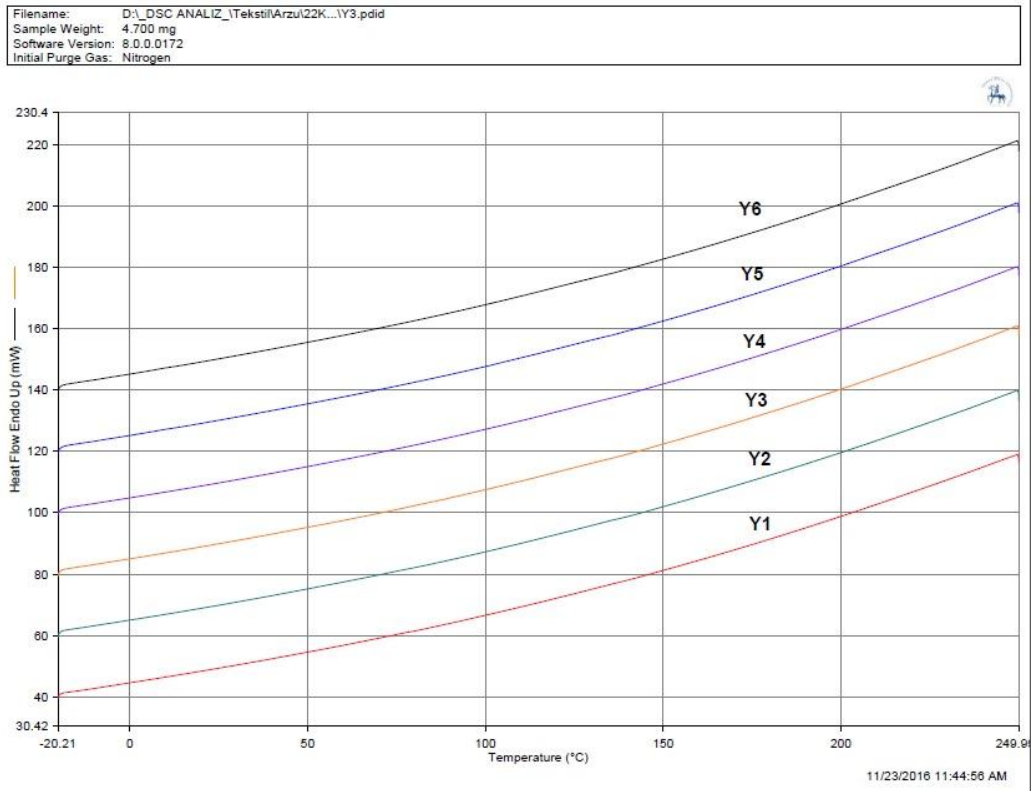
Kapsüllere ait DSC sonuçlarına bakıldığında entalpi değişimine ait bir pik görülememektedir. Bu durum kapsüllerin etken maddeleri tamamen hapsettiği dolayısıyla termal davranışını perdelediği anlamına gelebilmektedir. Zira FTIR spektrumlarında hem sabit hem de uçucu yağa ait pikler görülmektedir.



Şekil 3.12 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait DSC sonuçları



Şekil 3.13 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait DSC sonuçları



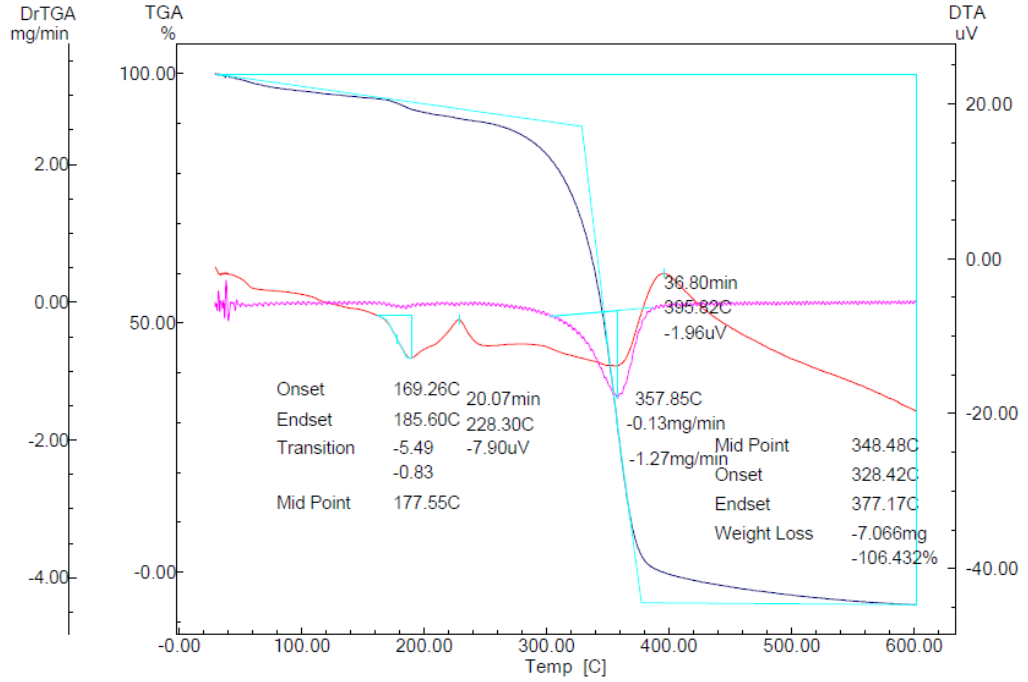
Şekil 3.14 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllere ait DSC sonuçları

3.1.5 TGA Analizi Sonuçları

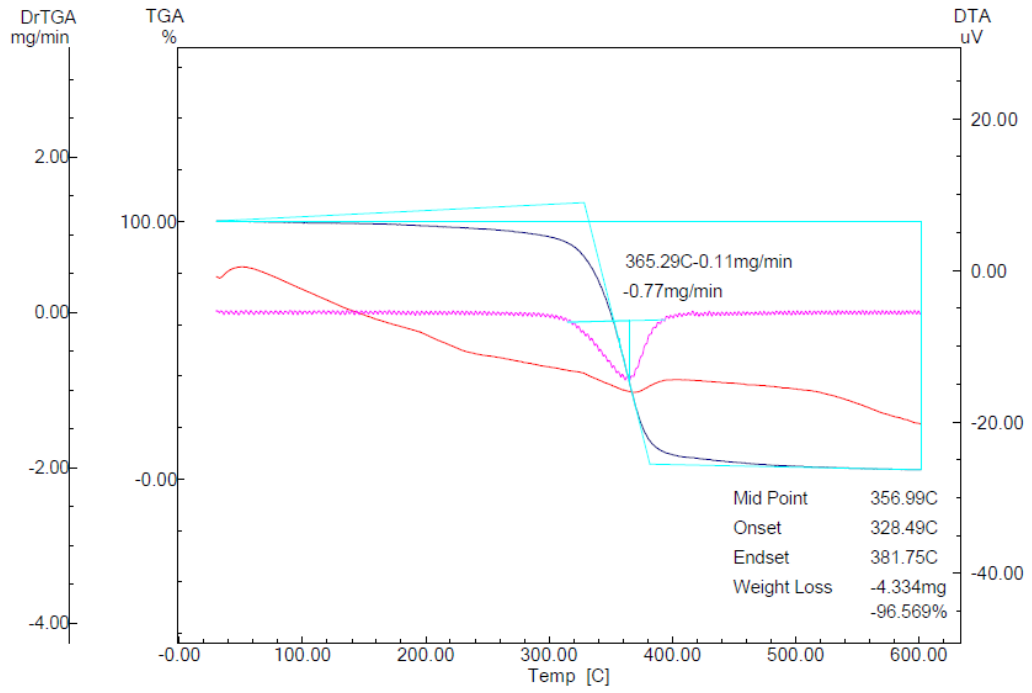
Boş kapsüllerin, mandalina yağı içeren kapsüllerin, sandal ağacı yağı içeren kapsüllerin ve yasemin yağı içeren kapsüllerin TGA analizi sonuçları sırasıyla Şekil 3.15-3.16-3.17-3.18 de görülmektedir.

Boş kapsüllere ait TGA-DTG/DTA diyagramı incelendiği zaman 169 °C ile 185 °C arasında endotermal bir pik görülmektedir. Bu bölgedeki pikin yumuşamadan dolayı geçiş sıcaklığı 155 °C olan etil selüloza ait olduğu düşünülmektedir. Pirolizin 328 °C ile 377 °C arasında ortalama olarak 348 °C de gerçekleştiği görülmektedir. Mandalina yağı içeren kapsüllere ait TGA-DTG/DTA diyagramı incelendiği zaman pirolizin 328 °C ile 381 °C arasında ortalama olarak 356 °C de gerçekleştiği ve kapsüllerin bu aralıkta ağırlıklarının yaklaşık %97 sini kaybettiği görülmektedir. Sandal ağacı yağı içeren kapsüllere ait TGA-DTG/DTA diyagramı incelendiği zaman

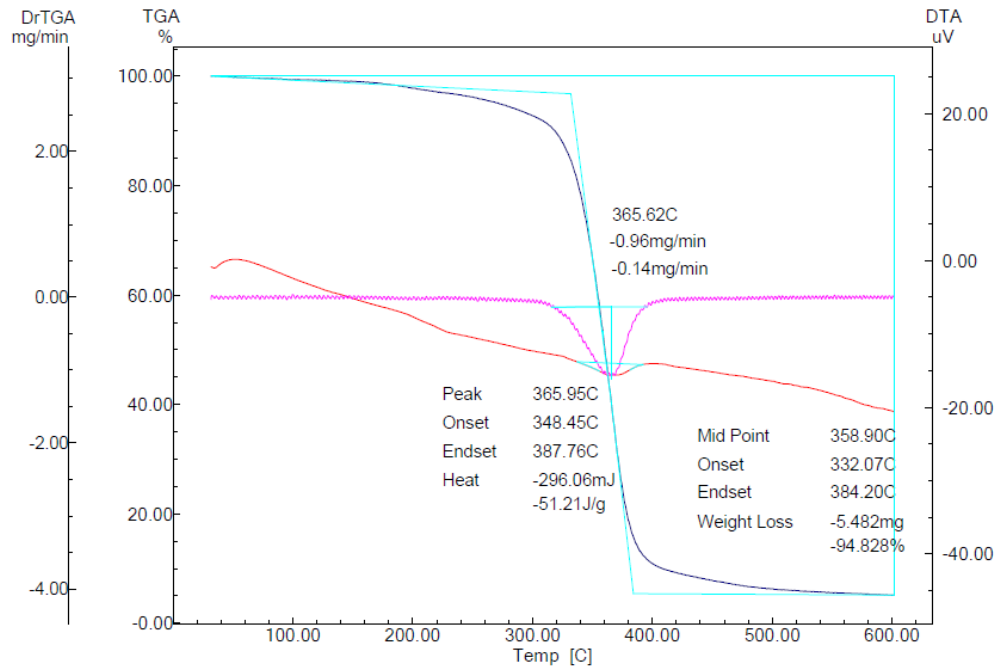
pirolizin 332 °C ile 384 °C arasında ortalama olarak 358 °C de gerçekleştiği ve kapsüllerin bu aralıkta ağırlıklarının yaklaşık %95 ini kaybettiği görülmektedir. Yasemin yağı içeren kapsüllere ait TGA-DTG/DTA diyagramı incelendiği zaman 184 °C ile 214 °C arasında bir pik görülmektedir. Jojoba yağının dumanlanma noktasının bu aralıkta olması nedeniyle bu bölgedeki pikin jojoba yağına ait olduğu düşünülmektedir. Pirolizin 328 °C ile 388 °C arasında ortalama olarak 356 °C de gerçekleştiği ve kapsüllerin bu aralıkta ağırlıklarının yaklaşık %99 unu kaybettiği görülmektedir. Tüm kapsüllere ait diyagramlar genel olarak incelendiği zaman etil selüloza ait pirolizin literatüre uygun olarak 328 °C ile 388 °C arasında gerçekleştiği söylenebilir (Es-haghi, Mirabedini, Imani ve Farnood, 2014).



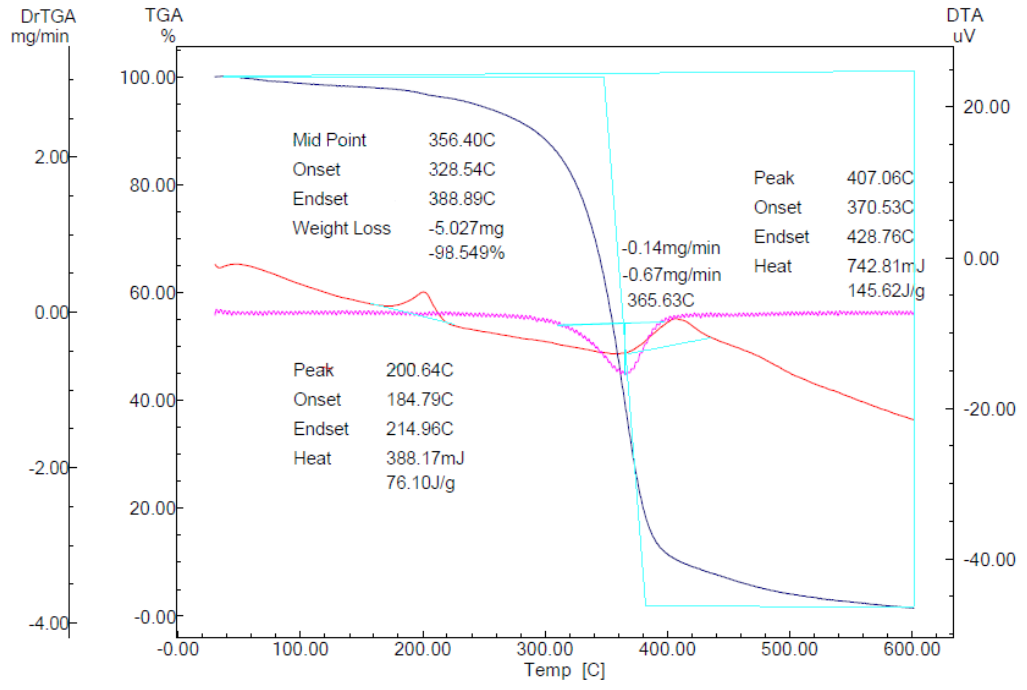
Şekil 3.15 Boş kapsüllere ait TGA-DTG/DTA diyagramı



Şekil 3.16 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerine ait TGA-DTG/DTA diyagramları



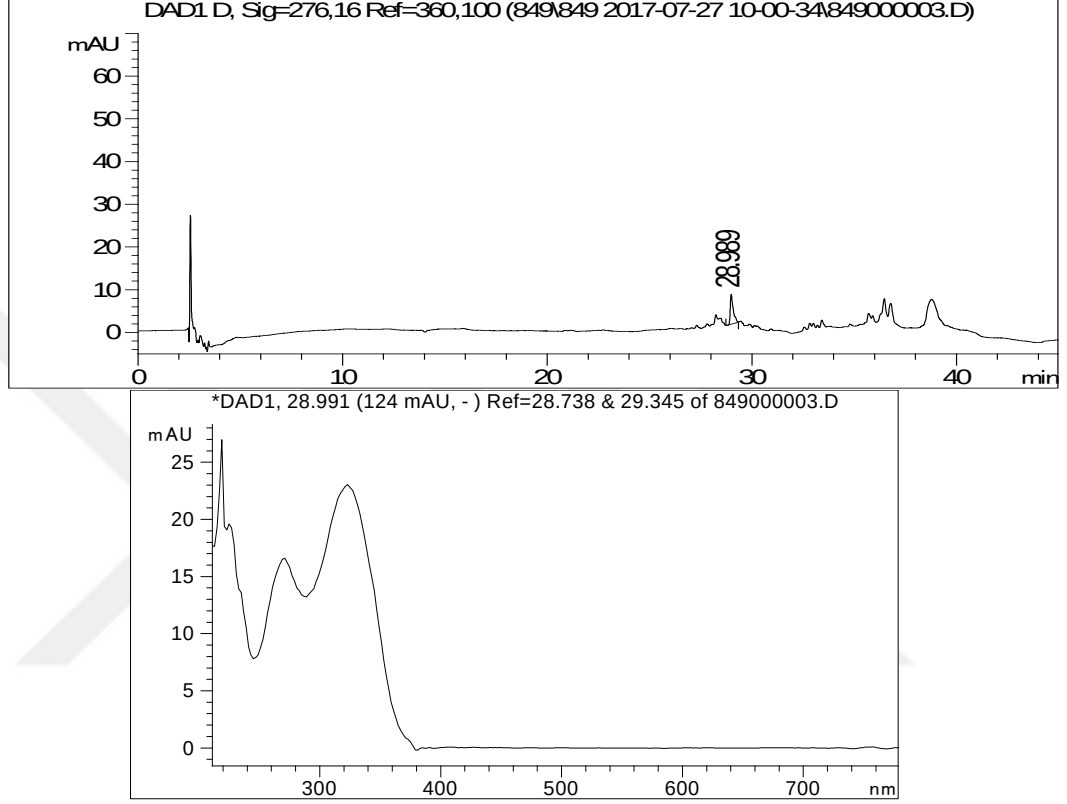
Şekil 3.17 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapsüllerine ait TGA-DTG/DTA diyagramları



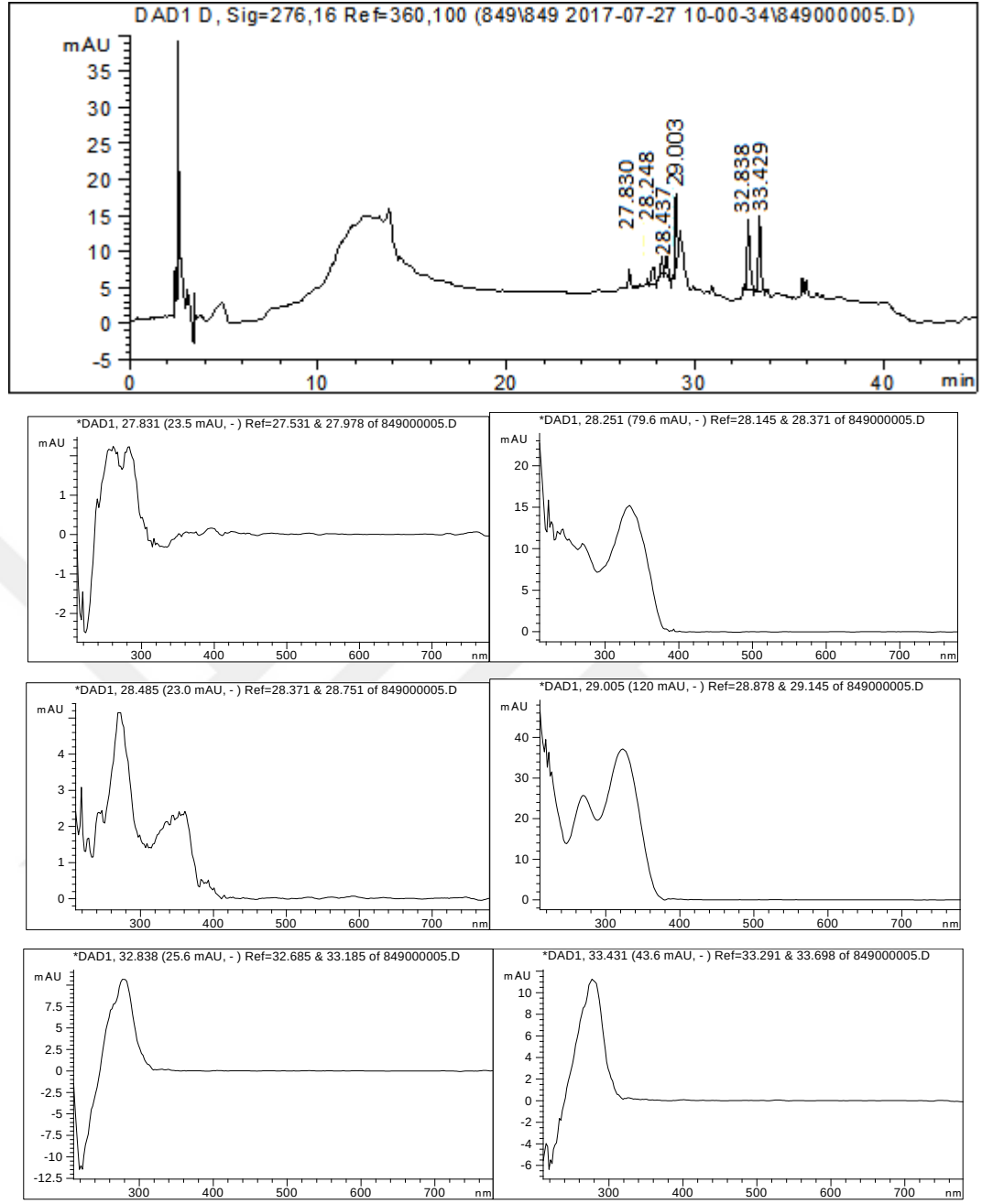
Şekil 3.18 yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerine ait TGA-DTA diyagramları

3.1.6 HPLC Analizi Sonuçları

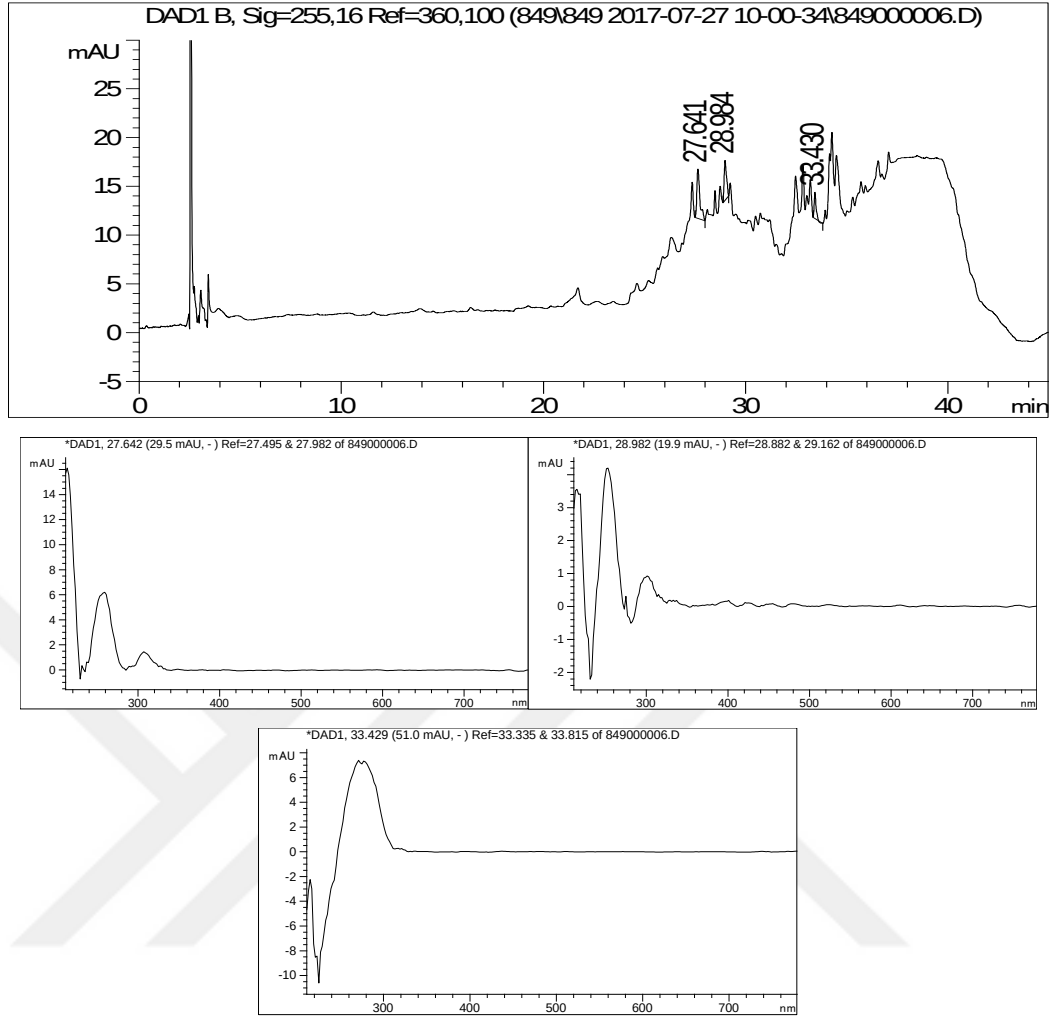
Üretilen mikrokapsüllere ait HPLC analizi sonuçları Şekil 3.19-3.20-3.21-3.22-3.23-3.24'te görülmektedir.



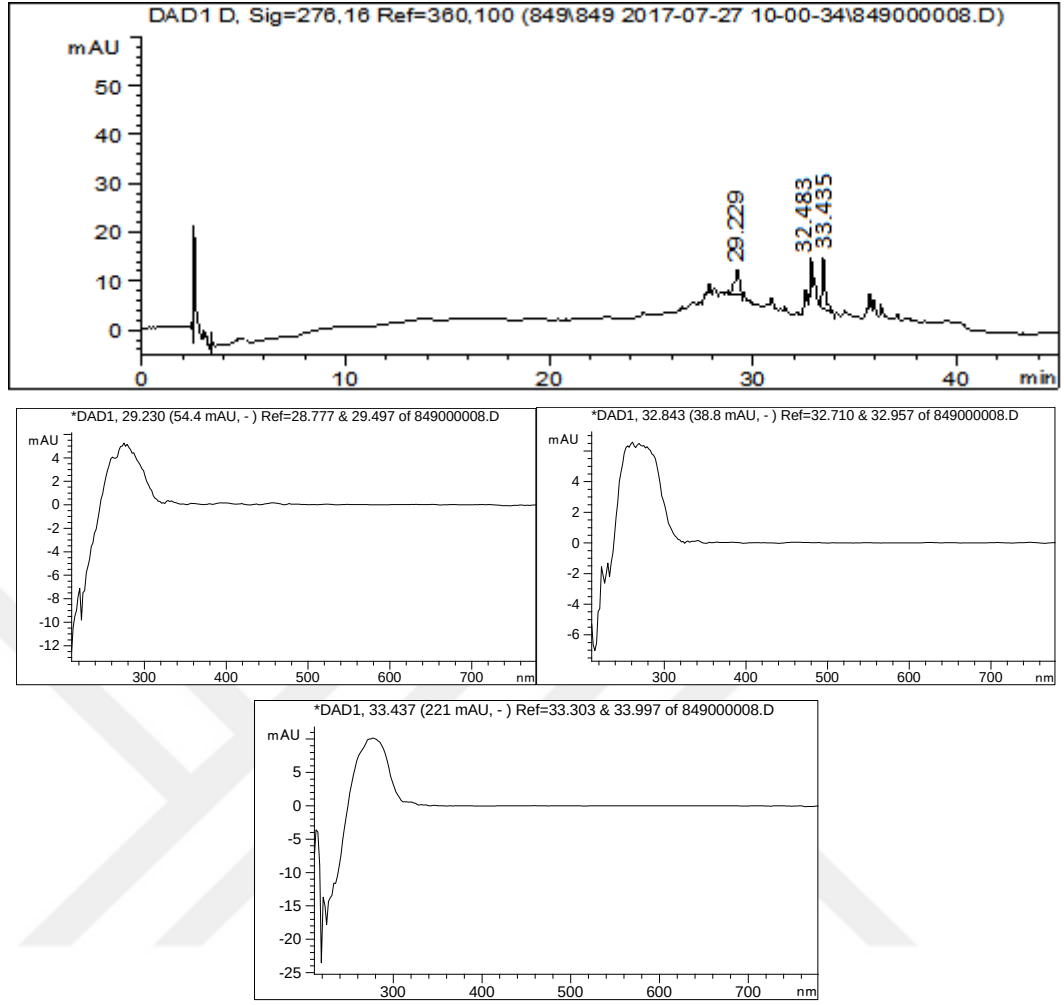
Şekil 3.19 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M5 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumu



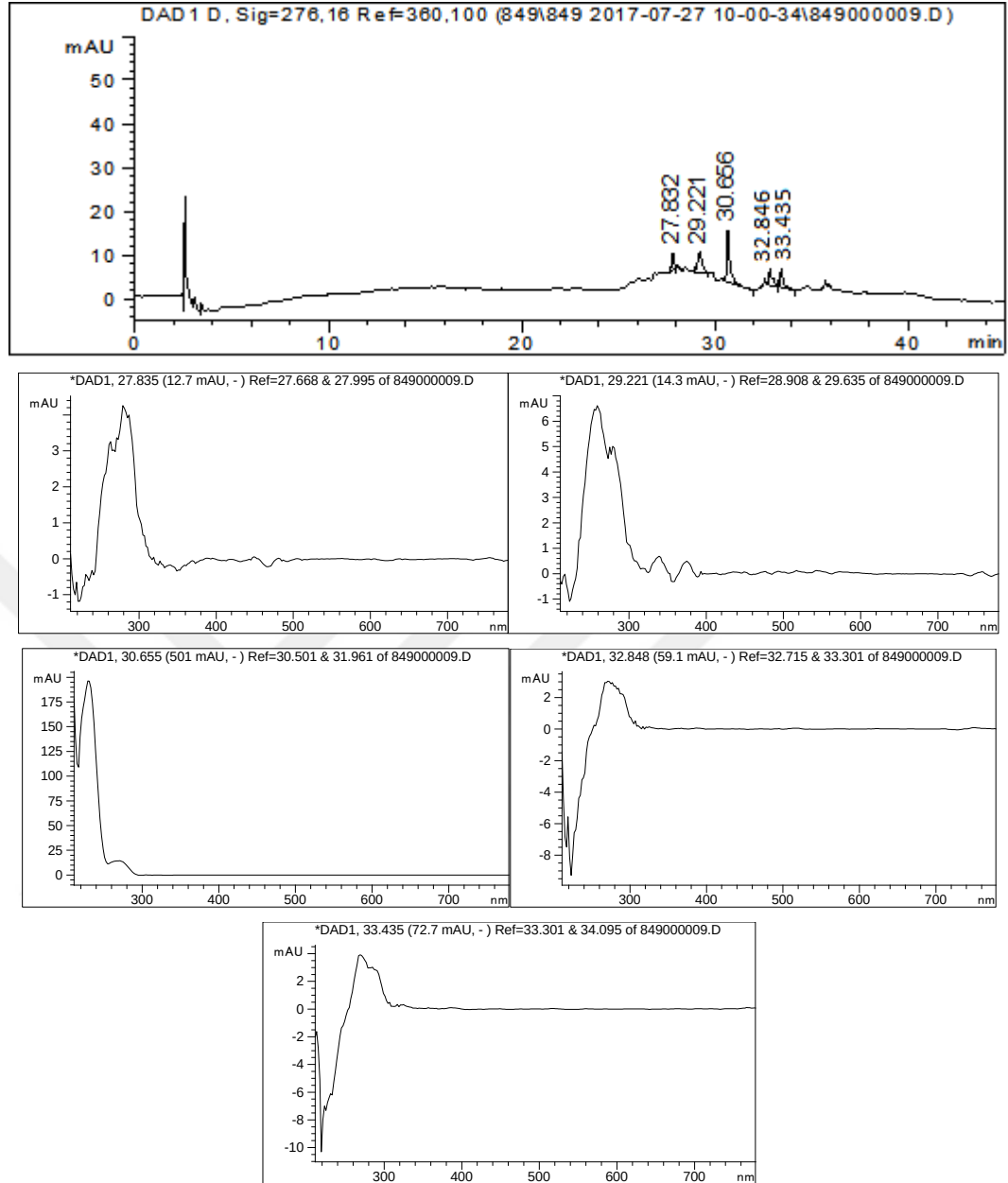
Şekil 3.20 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları



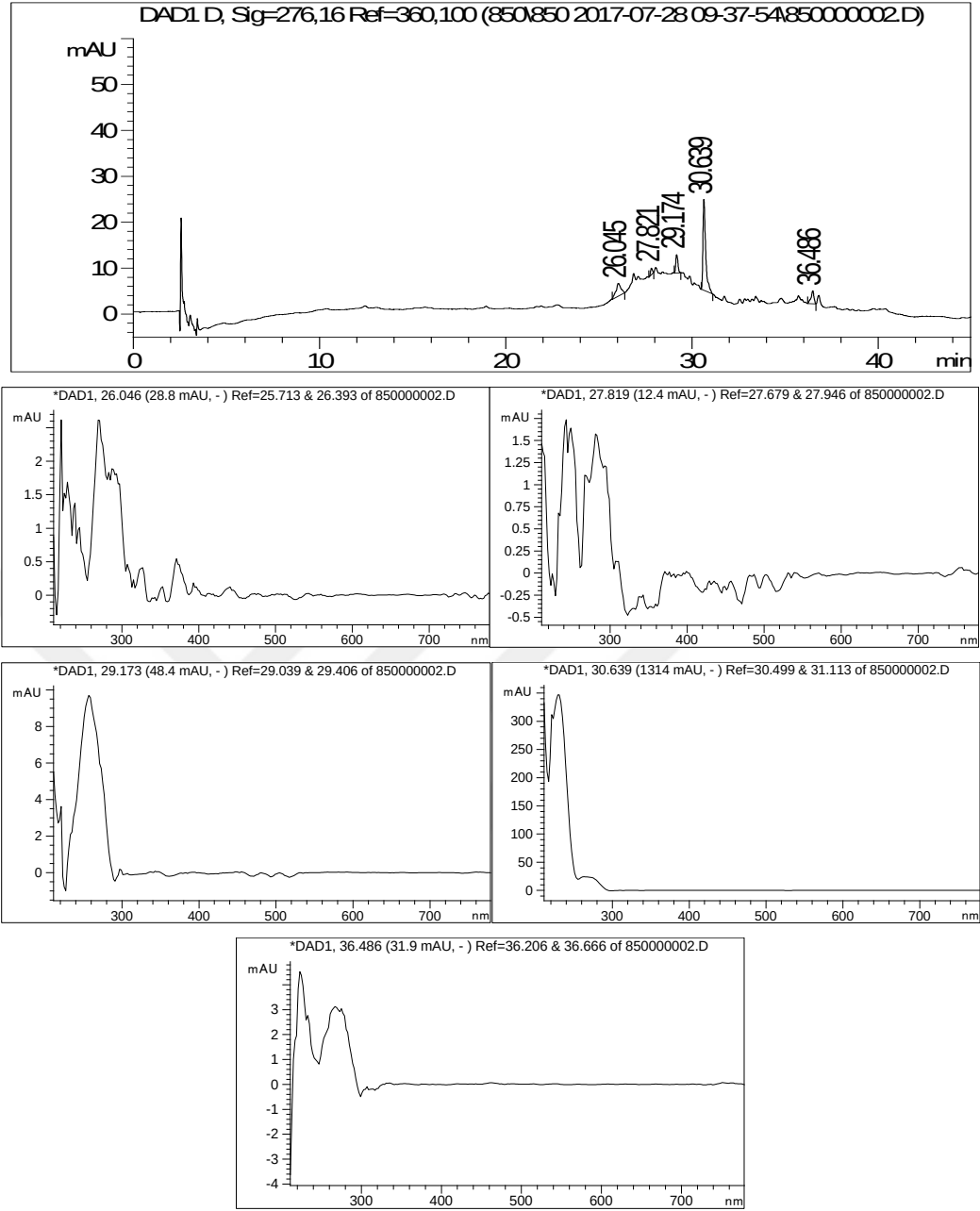
Şekil 3.21 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S5 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları



Şekil 3.22 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları



Şekil 3.23 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y5 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları

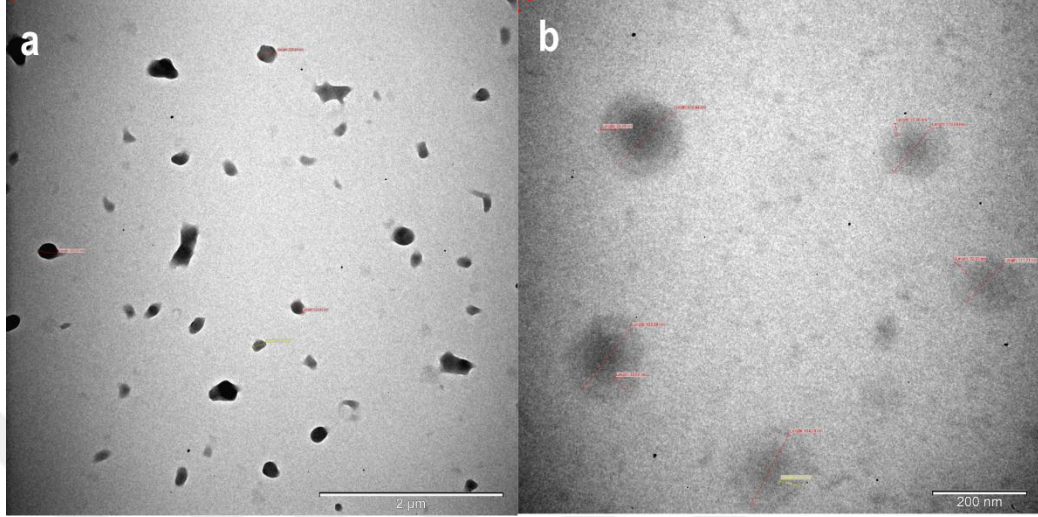


Şekil 3.24 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerine ait HPLC kromatogramı ve spektrumları

3.1.7 TEM Analizi Sonuçları

Tez çalışması kapsamında elde edilen kapsüllere ait TEM görüntüleri Şekil 3.25'te gösterilmiş olup TEM analizi sonuçları incelendiği zaman etken madde içeren kapsüllerde kabuk ve etken madde görülebilmektedir. Bu kapsüllere ait TEM

görüntüsüne göre duvar kalınlığının 33 nm olduğu görülmektedir. Boş kapsüllerde homojen bir görüntü elde edilmiştir ve kabuk tabaka bulunmamaktadır.



Şekil 3.25 Kapsüllere ait TEM görüntüleri a. Boş kapsüller b. 1:2 etken madde:kabuk maddesi ve 1:3 mandalina yağı:sarı kantaron yağı oranlarındaki kapsüller

3.1.8 Zeta Potansiyeli Sonuçları

Boş kapsüllere ait zeta potansiyeli analizi sonuçları Tablo 3.1’de verilmiştir. Analiz sonuçları incelendiğinde sonuçların (-) değerde çıktıkları görülmektedir.

Tablo 3.1 Boş kapsüllere ait zeta potansiyeli analizi sonuçları

Mobilite ($\mu\text{mcm/Vs}$):	-2,440
Zeta Potansiyeli (mV):	-31,1

3.1.9 Kapsül Üretim Verimi Sonuçları

Tez kapsamında üretilen kapsüller üzerinde gerçekleştirilen verimlilik hesaplamaları sonucunda elde edilen sonuçlar Tablo 3.2-3.3-3.4’te verilmiştir.

Tablo 3.2 Boş kapsüller ile mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin üretim verimleri

Kapsül Adı	Boş Kapsüller	M1	M2	M3	M4	M5	M6
(%) Verim	34,71	64,93	48,78	45,96	49,98	51,37	52,79

Tablo 3.3 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin üretim verimleri

Kapsül Adı	S1	S2	S3	S4	S5	S6
(%) Verim	45,74	51,55	58,45	47,68	52,06	51,07

Tablo 3.4 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin üretim verimleri

Kapsül Adı	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6
(%) Verim	44,53	53,10	59,70	48,95	49,80	49,70

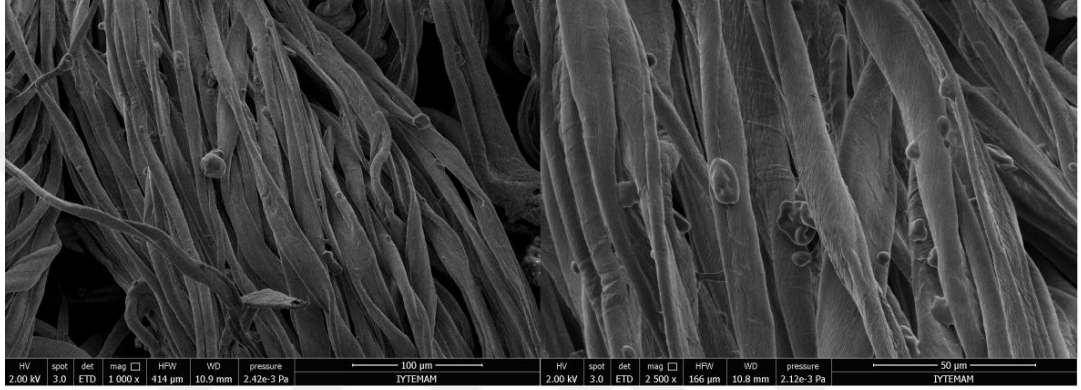
3.2 Kapsül Aktarılmış Kumaşlar Üzerinde Gerçekleştirilen Test ve Analizler

Püskürterek kurutma yöntemine göre farklı etken maddeler ve farklı oranlar kullanılarak üretilen mikrokapsüller emdirme yöntemi ile %100 pamuklu örme kumaşlara aplike edilmişlerdir. Aplikasyon işlemi sonrasında, 1 ve 5 yıkama işlemi sonrasında ve sürtünme testi sonrasında kumaş yüzeyindeki mikrokapsüllerin tayini amacıyla SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca mikrokapsül aktarılmış kumaşlar üzerinde su buharı geçirgenliği, HPLC analizi ve antibakteriyel etkinlik testleri gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlara ait test ve analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

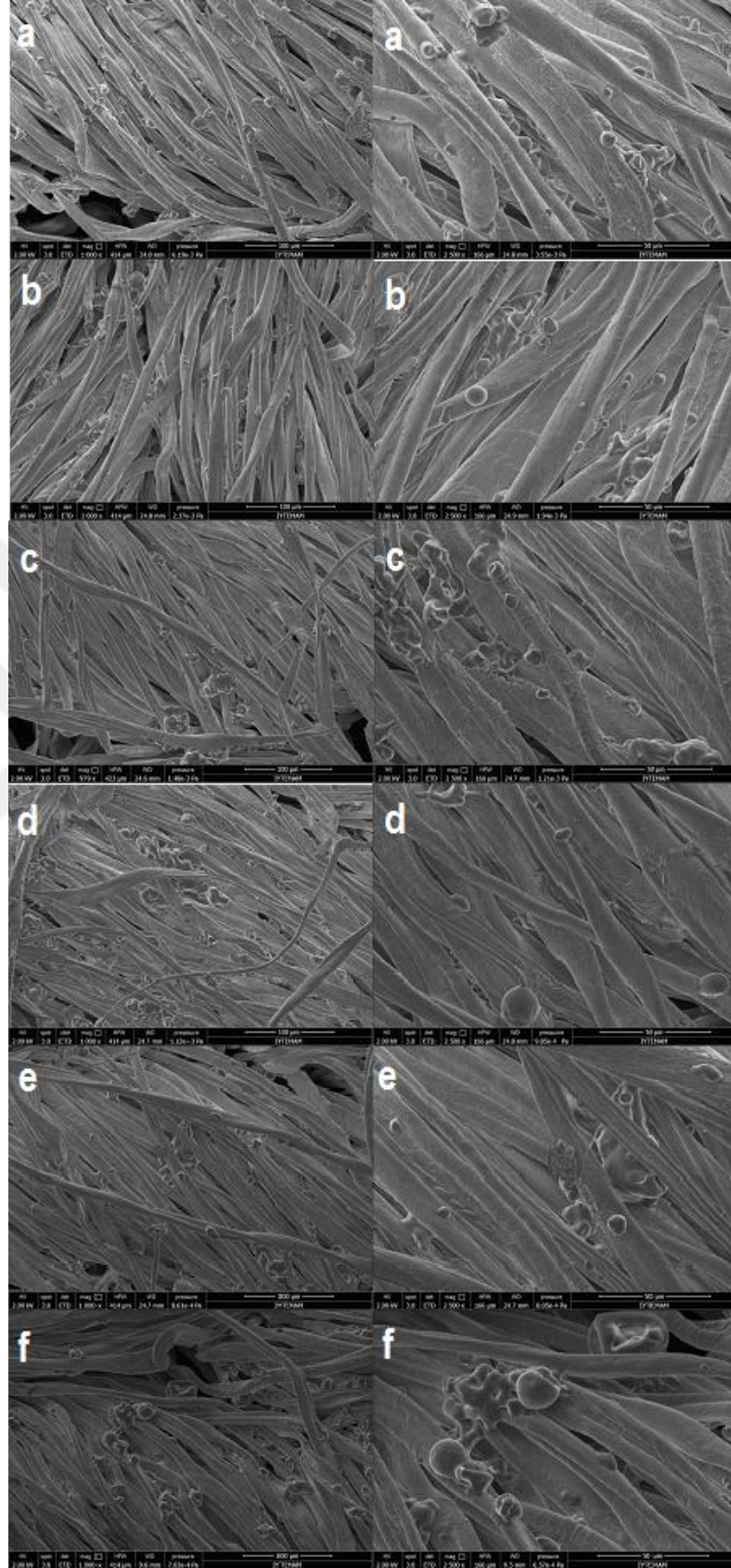
3.2.1 SEM Analizi Sonuçları

3.2.1.1 Mikrokapsül Aplikasyonu Sonrası SEM Analizi Sonuçları

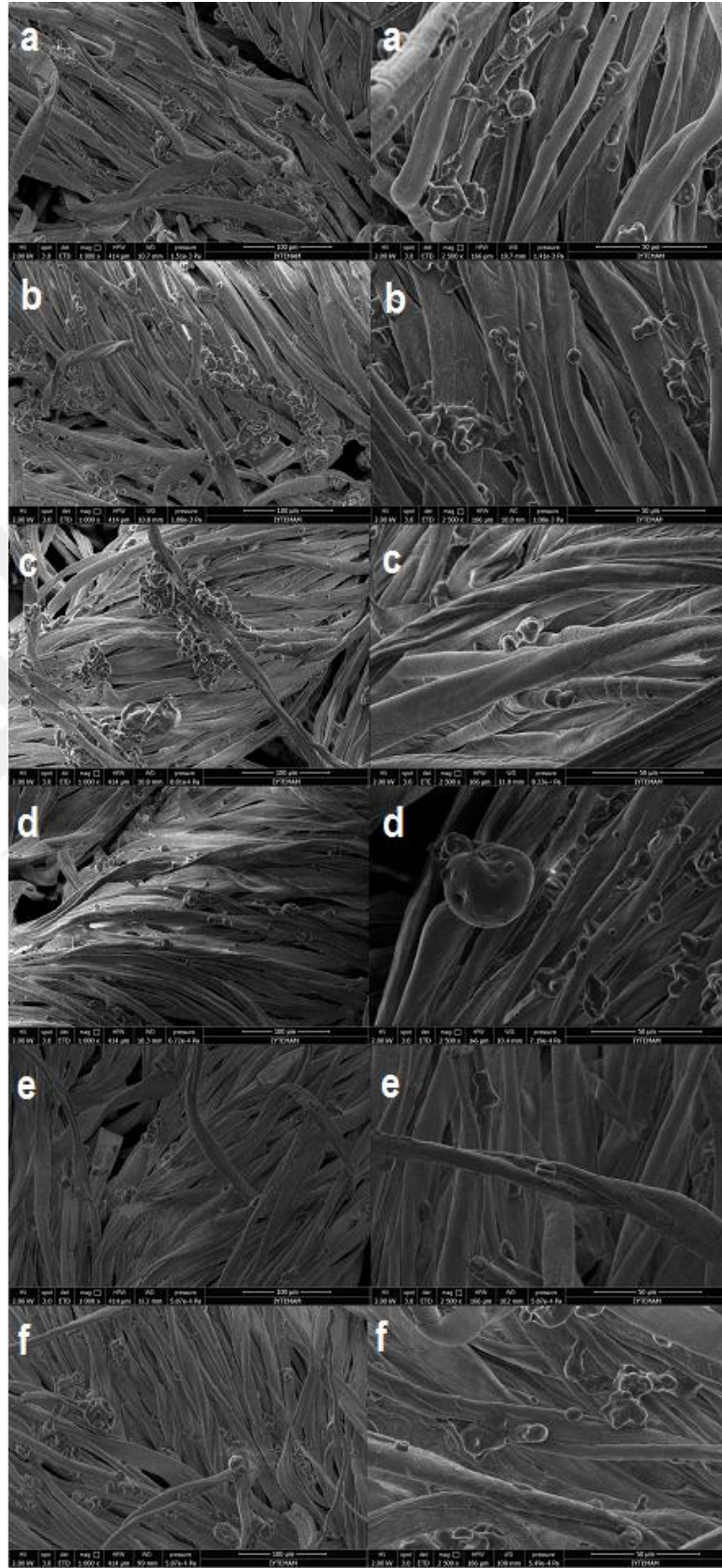
Üretilen mikrokapsüller emdirme yöntemi ile %100 pamuklu örme kumaşlara applike edilmişlerdir. Aplikasyon sonrası kumaşlara ait SEM analizi görüntüleri Şekil 3.26-3.27-3.28-3.29 de verilmiştir.



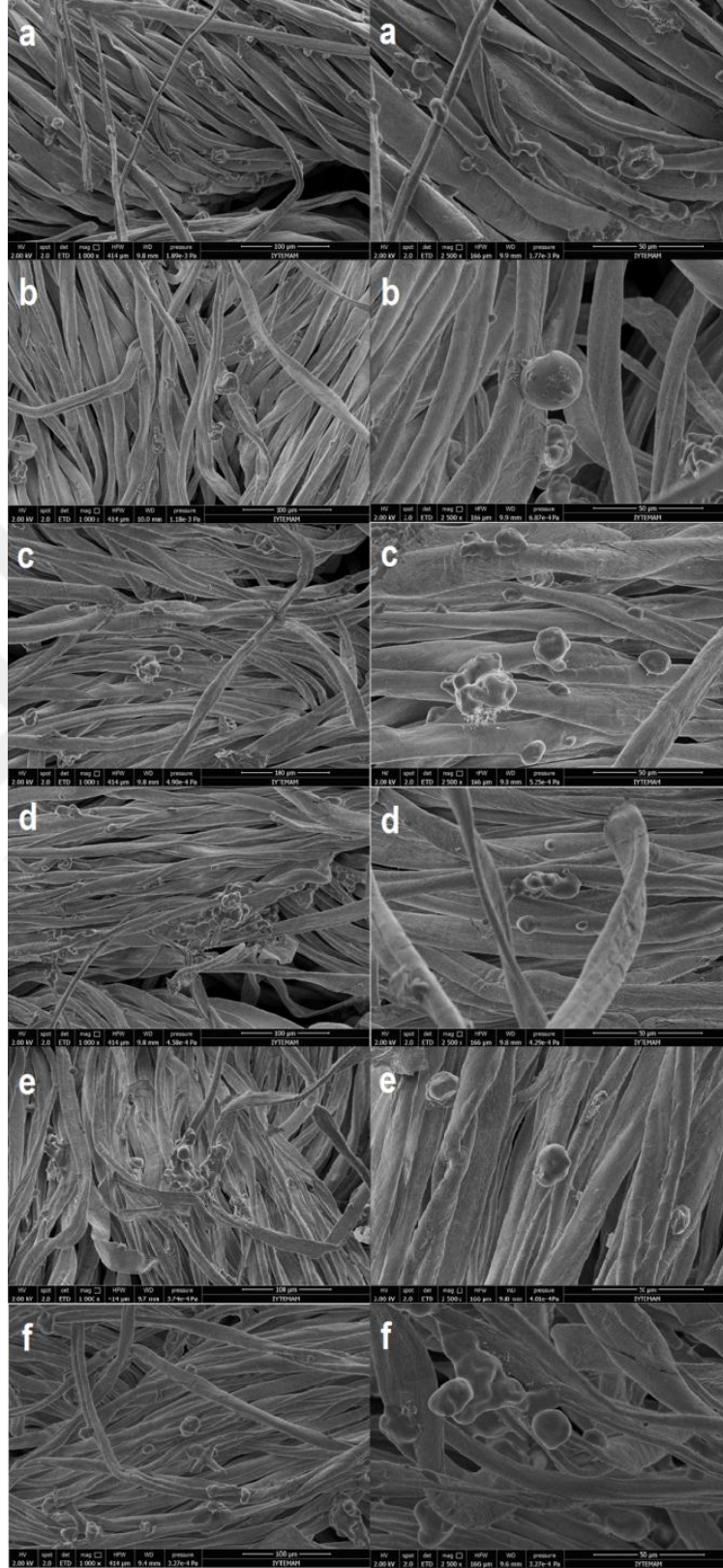
Şekil 3.26 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşa ait SEM görüntüleri



Şekil 3.27 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6



Şekil 3.28 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6

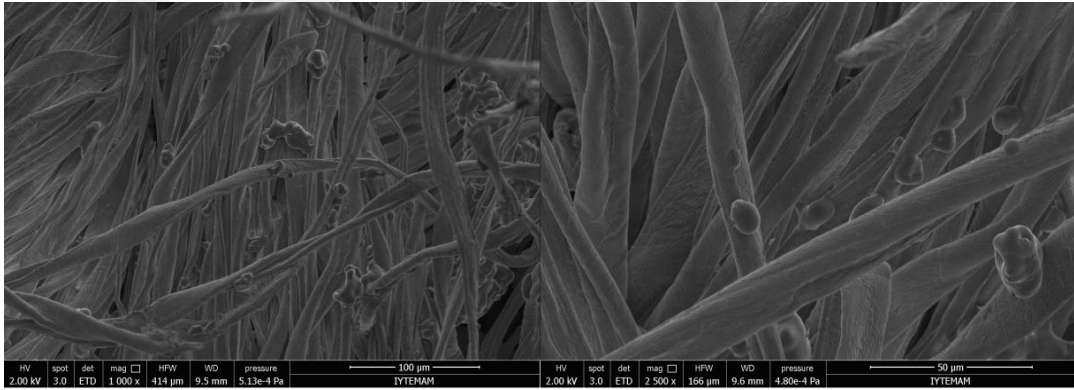


Şekil 3.29 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6

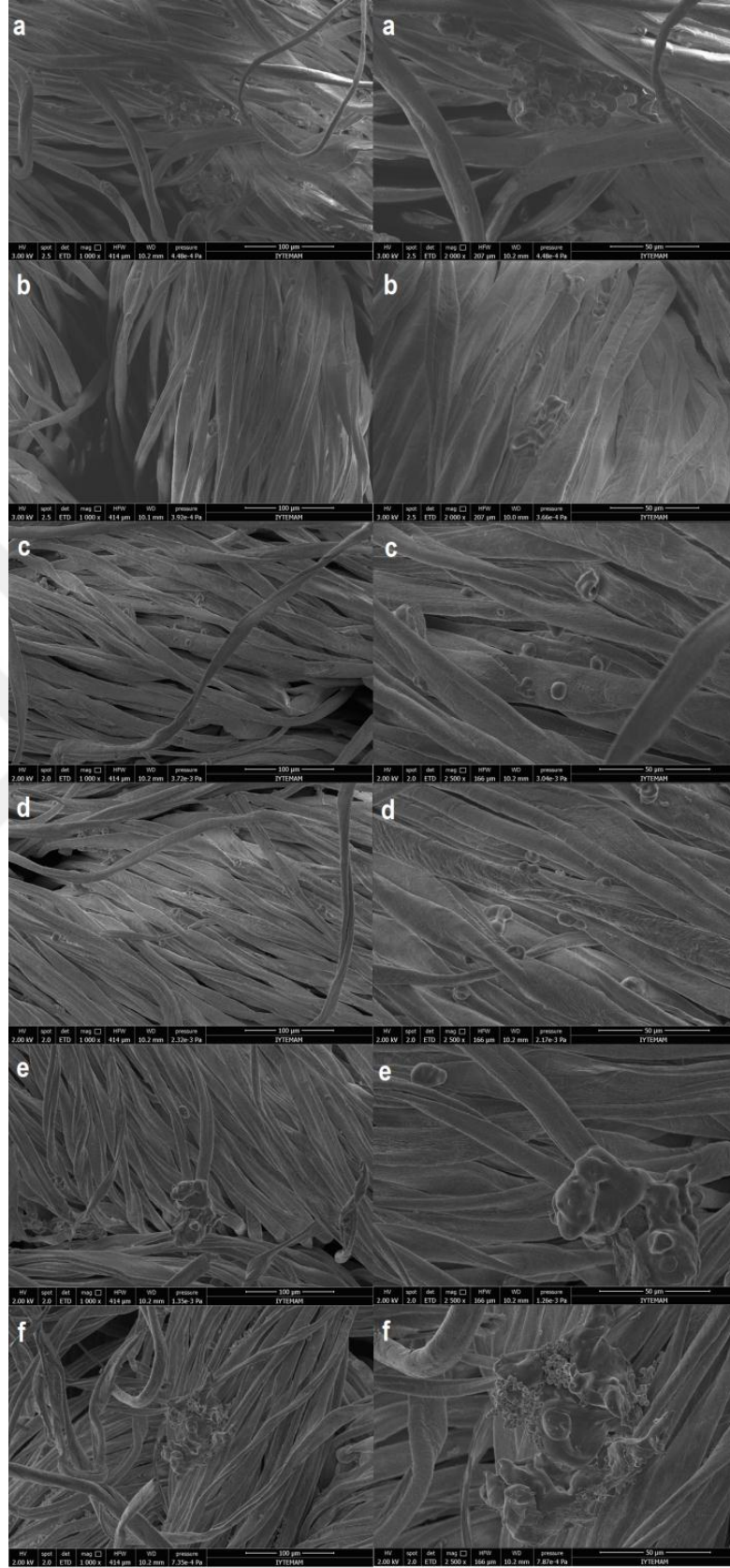
3.2.1.2 Yıkama Testleri Sonrası SEM Analizi Sonuçları

Mikrokapsül aktarılmış kumaşlardaki kapsüllerin yıkamaya karşı dayanımlarını belirlemek amacıyla kumaşlar 1 ve 5 yıkama işlemine tabi tutulmuşlardır. Yıkama dayanımları TS EN ISO 105- C06 A1S standardına göre 40 ± 2 °C de 30 dk süre ile Linitest cihazında test edilmiştir.

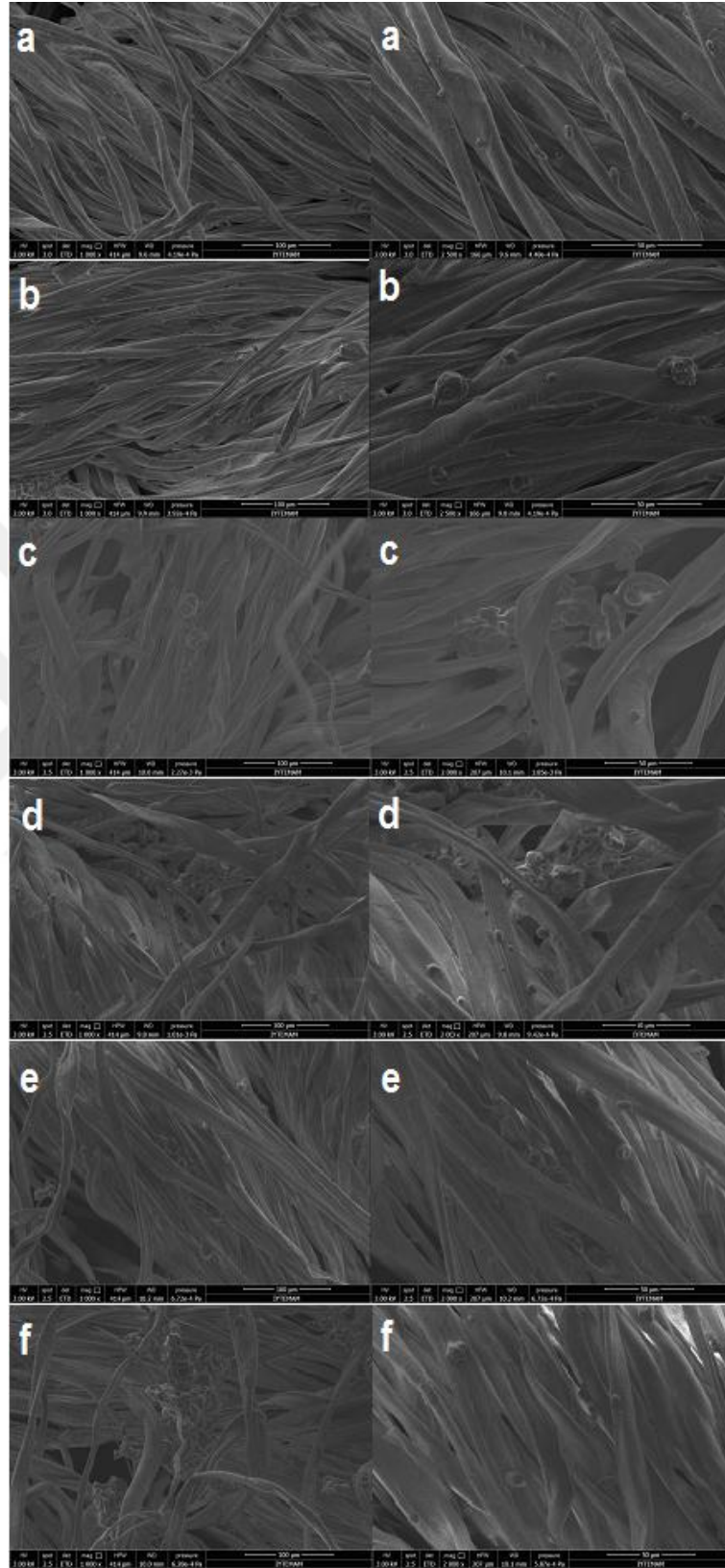
Mikrokapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 3.30-3.31-3.32-3.33’de verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde kumaş yüzeyindeki kapsül miktarında düşüş olduğu ancak kumaş yüzeyinde hala kapsüllerin bulunduğu görülmektedir.



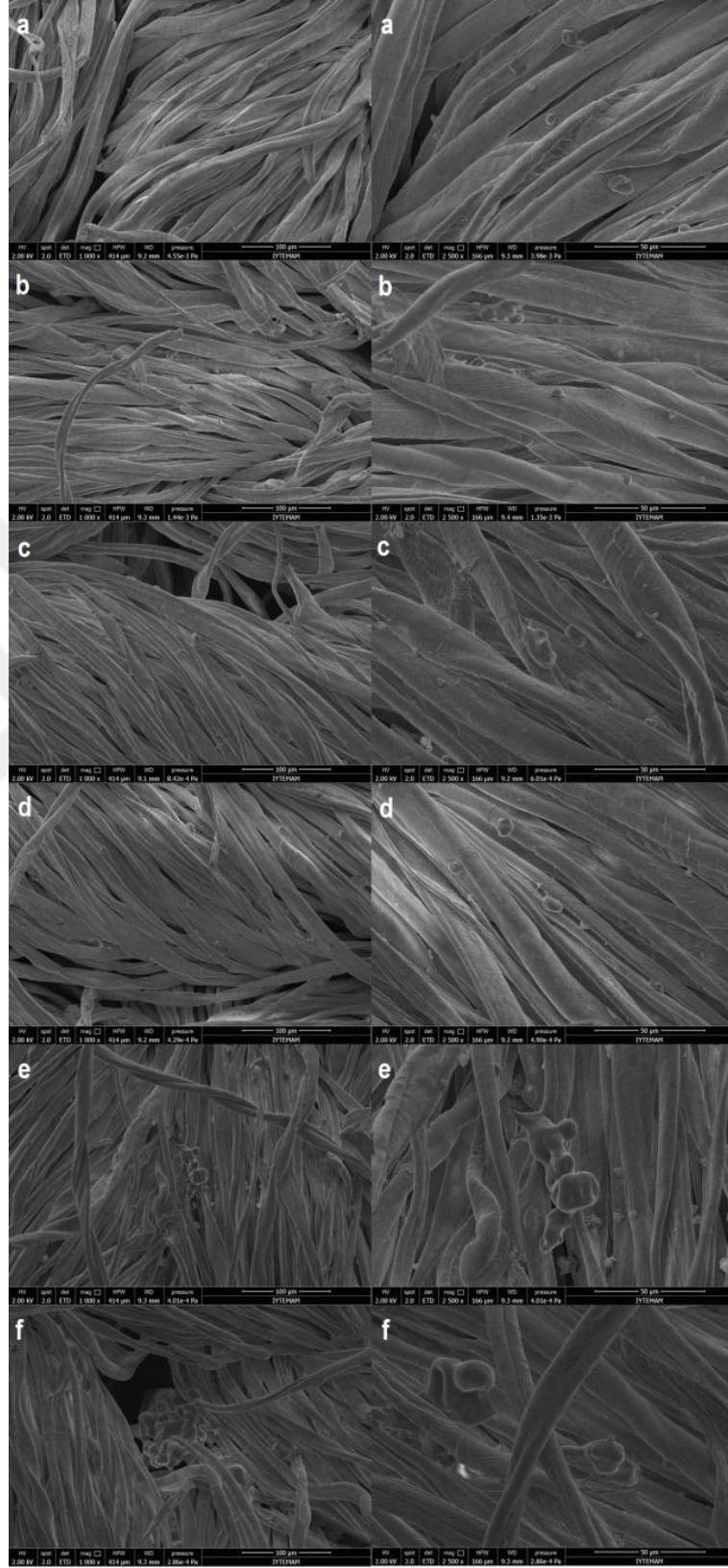
Şekil 3.30 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri



Şekil 3.31 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6

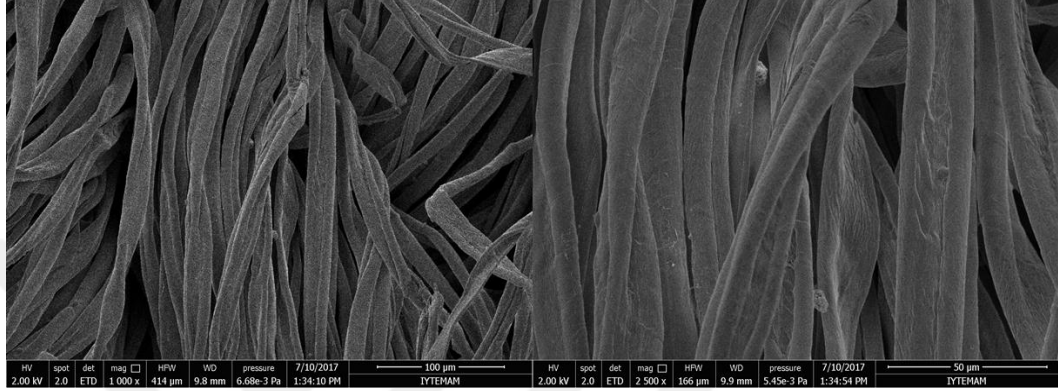


Şekil 3.32 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6

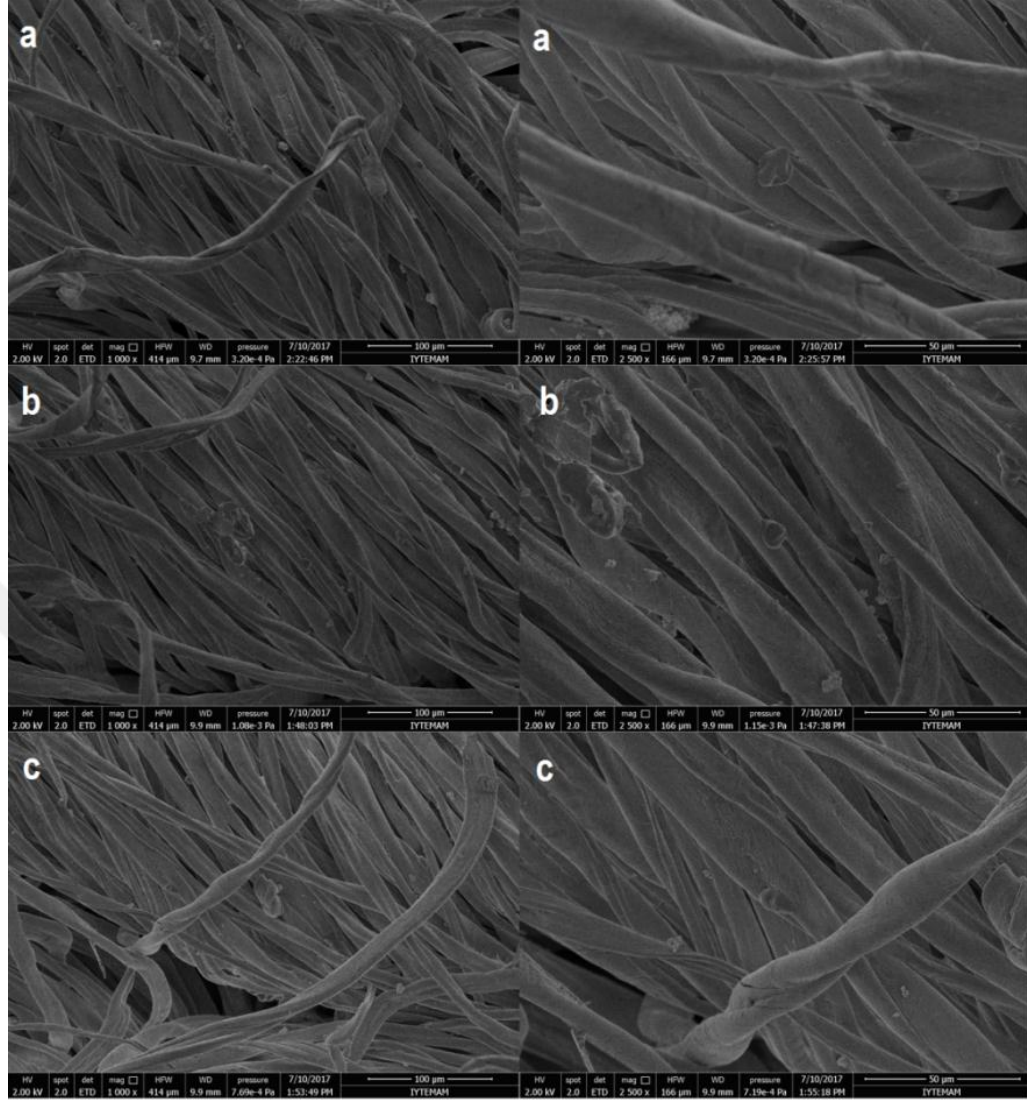


Şekil 3.33 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6

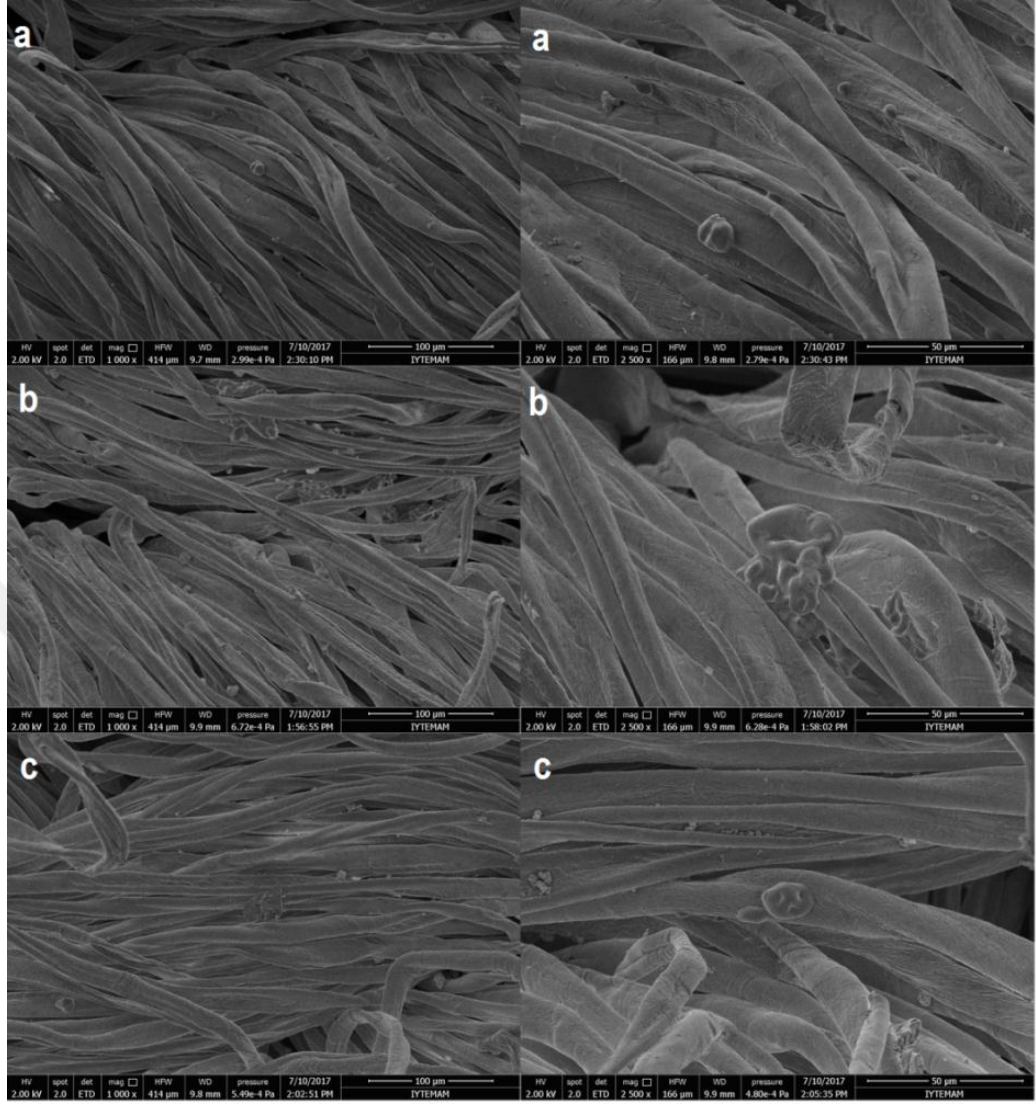
Boş kapsüllerin, mandalina yağı içeren kapsüllerin, sandal ağacı yağı içeren kapsüllerin ve yasemin yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrasında çekilen SEM görüntüleri Şekil 3.34-3.35-3.36-3.37’te verilmiştir. Kapsül aktarılmış kumaşların 5 yıkama sonrası SEM analizi sonuçlarına göre kumaş yüzeyindeki kapsül miktarında büyük bir azalma olduğu görülmüştür.



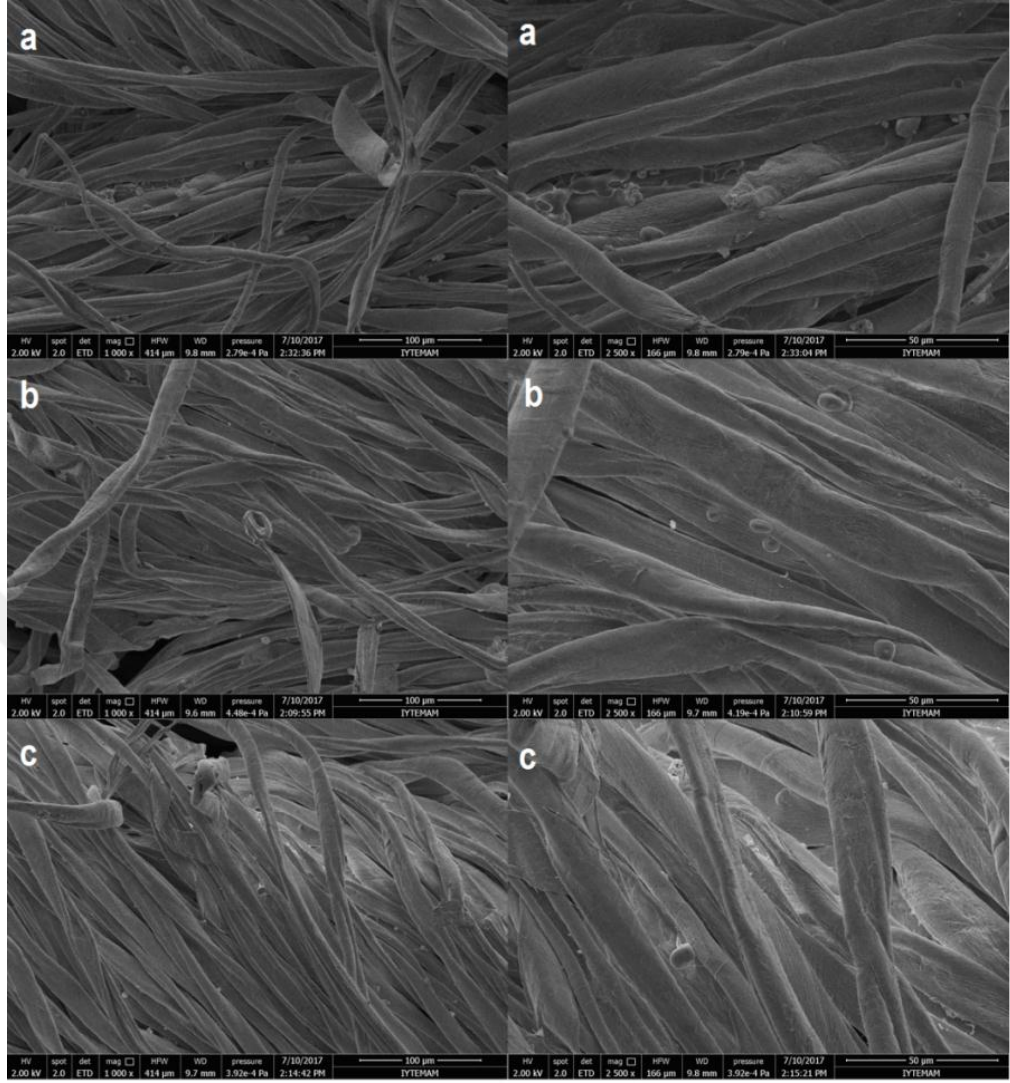
Şekil 3.34 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri



Şekil 3.35 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. M2 b. M4 c. M6



Şekil 3.36 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. S2 b. S4 c. S6



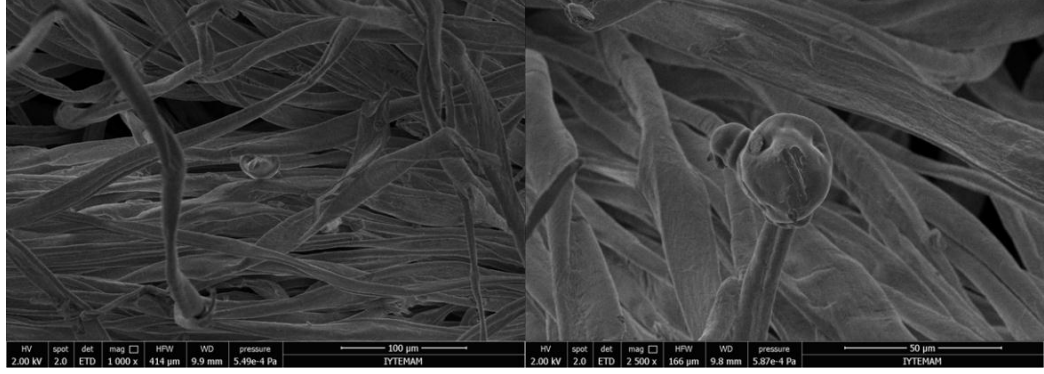
Şekil 3.37 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların 5 yıkama sonrası SEM görüntüleri a. Y2 b. Y4 c. Y6

3.2.1.3 Sürtünme Testleri Sonrası SEM Analizi Sonuçları

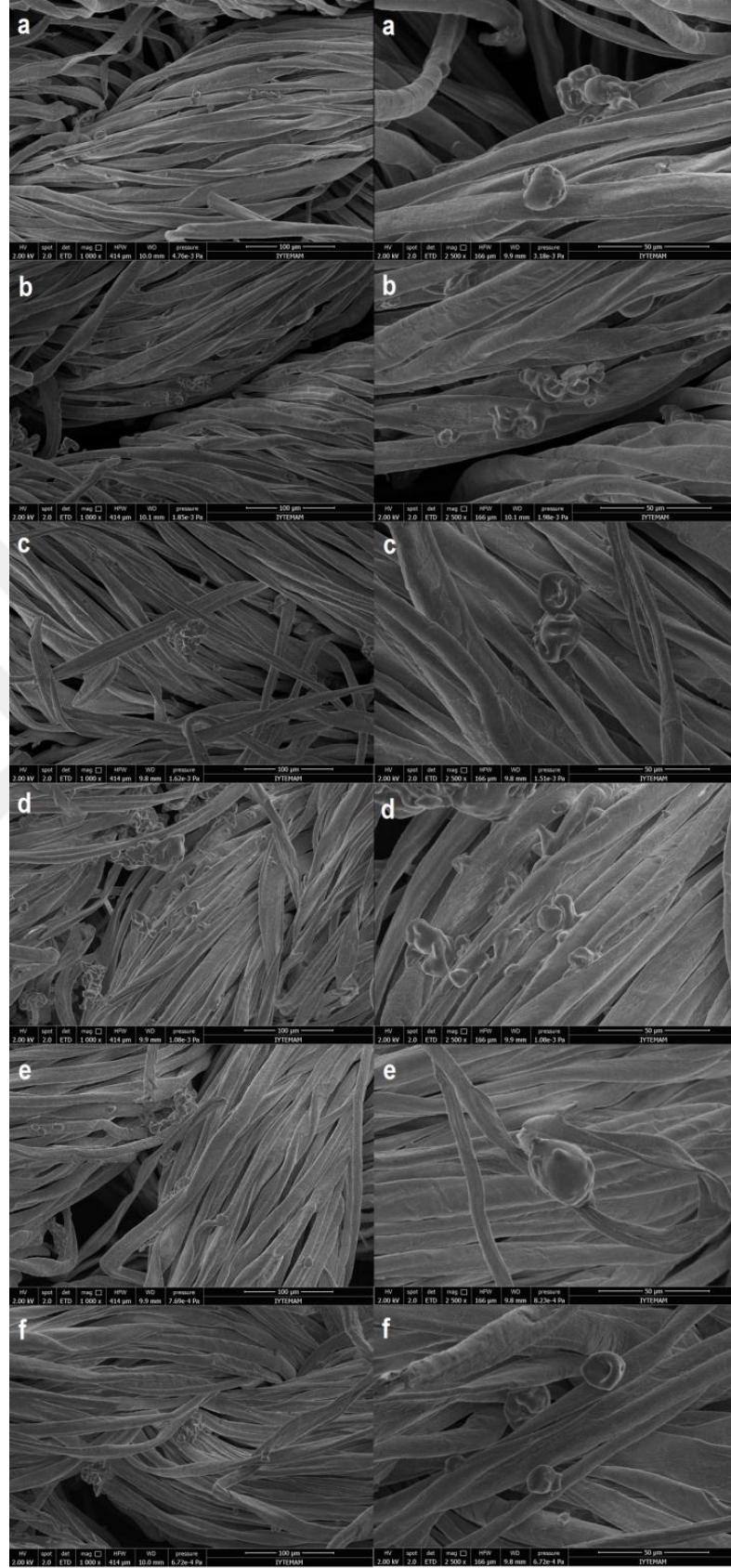
Kapsül içeren kumaşlar üzerinde kapsüllerin sürtünmeye karşı dayanımlarının belirlenmesi amacıyla sürtünme testleri gerçekleştirilip sürtünme testi sonrası kumaşlar SEM analizi ile incelenmiştir. Sürtünme testi sonrası elde edilen SEM analizi görüntüleri Şekil 3.38-3.39-3.40-3.41 da verilmiştir.

Kapsül aktarılmış kumaşların sürtünme testi sonrası SEM analizi sonuçları incelendiği zaman kapsüllerin genelde kumaş yüzeyinden çok lif aralarına yerleşme eğiliminde olduğu, kumaş yüzeyinde bulunan kapsül miktarında azalma olmasına

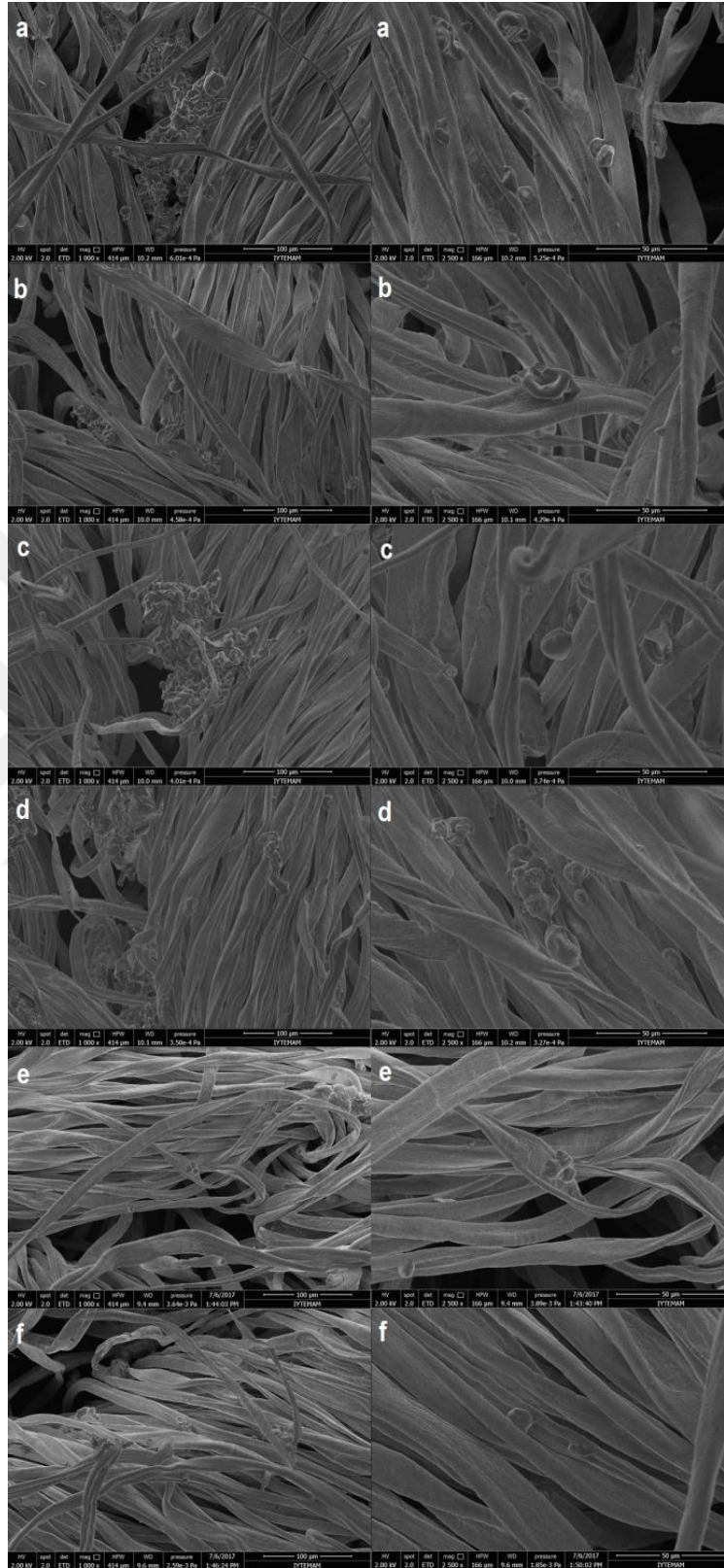
rağmen bu azalmanın çok olmadığı ve özellikle kumaş ipliklerinin arasında bol miktarda kapsül olduğu görülmektedir.



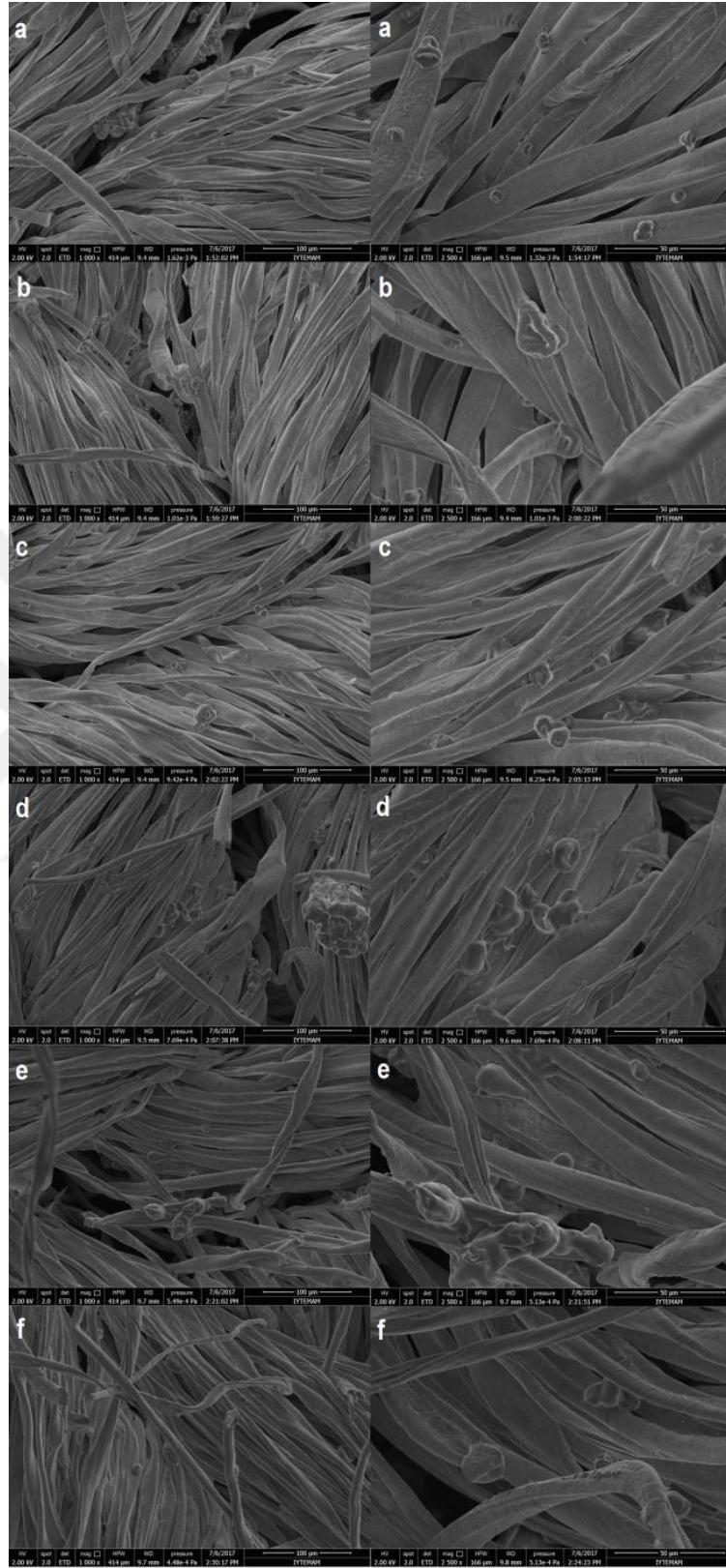
Şekil 3.38 Boş kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri



Şekil 3.39 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri a. M1 b. M2 c. M3 d. M4 e. M5 f. M6



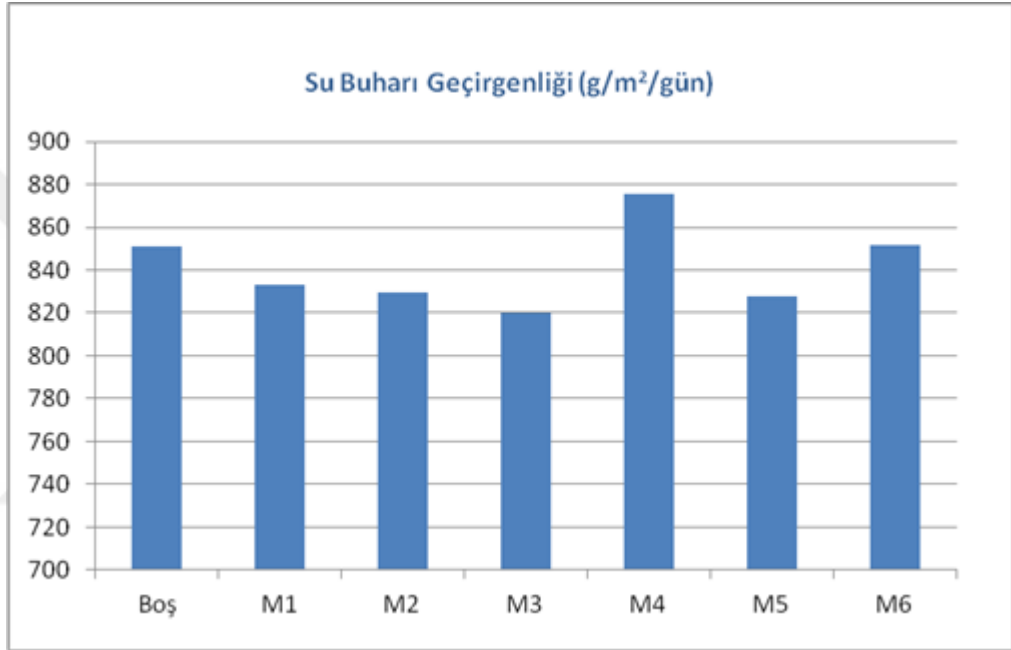
Şekil 3.40 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri a. S1 b. S2 c. S3 d. S4 e. S5 f. S6



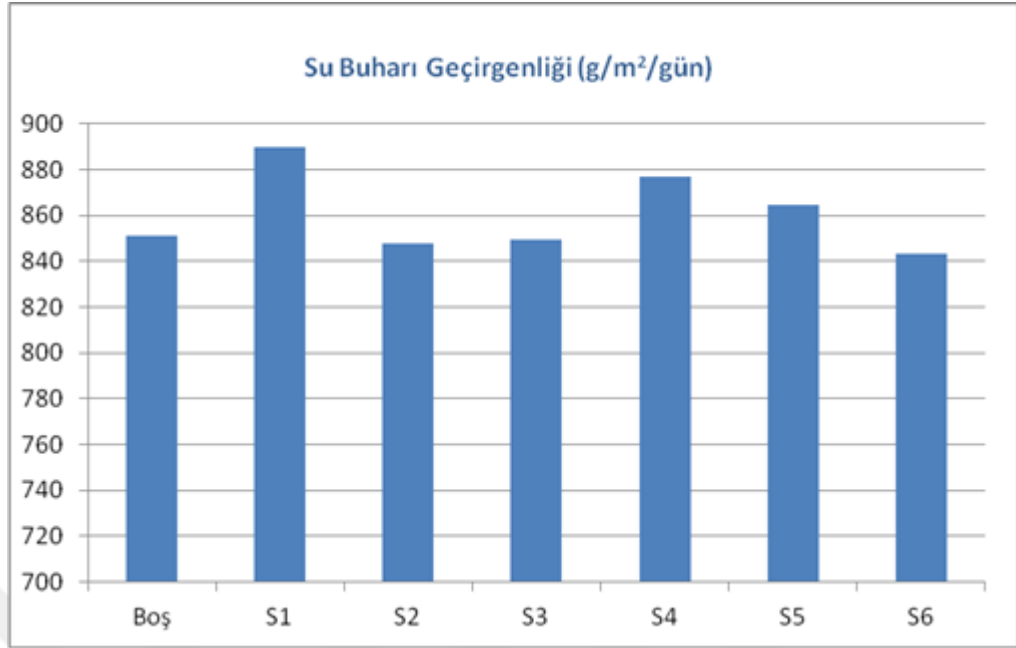
Şekil 3.41 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların sürtünme testi sonrası SEM görüntüleri a. Y1 b. Y2 c. Y3 d. Y4 e. Y5 f. Y6

3.2.2 Su Buharı Geçirgenliği Testi Sonuçları

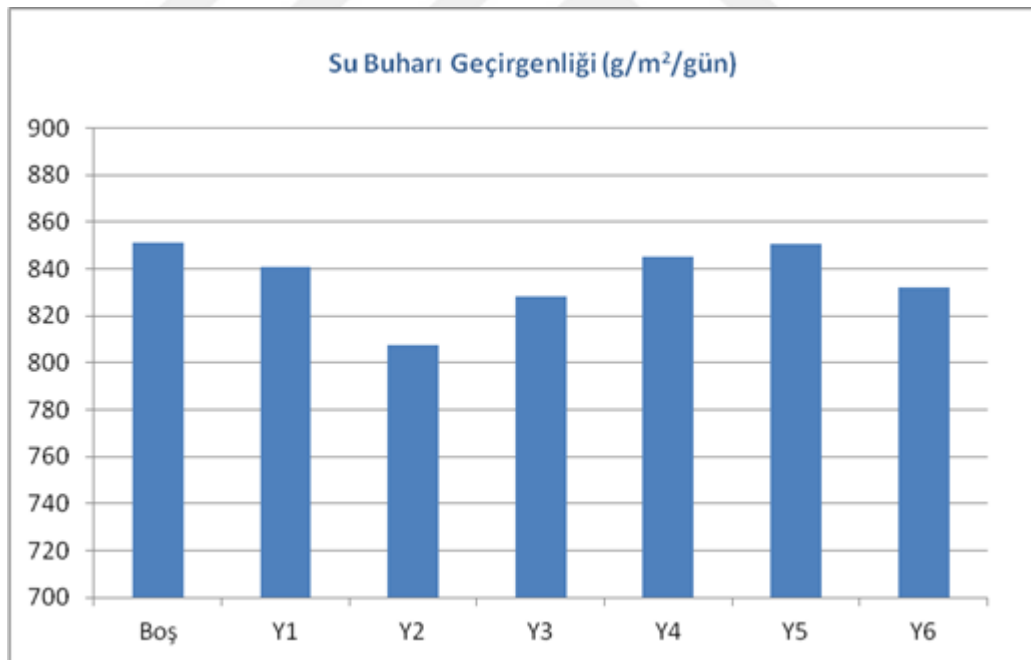
Mikrokapsül aktarılmış kumaşlar üzerinde TS EN 31092 standardına göre su buharı geçirgenliği testi gerçekleştirilmiştir. Test sonuçlarına göre elde edilen su buharı geçirgenliği değerleri Şekil 3.42-3.43-3.44’de verilmiş olup değerler incelendiğinde önemli bir farklılık saptanmamıştır.



Şekil 3.42 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların su buharı geçirgenliği değerleri



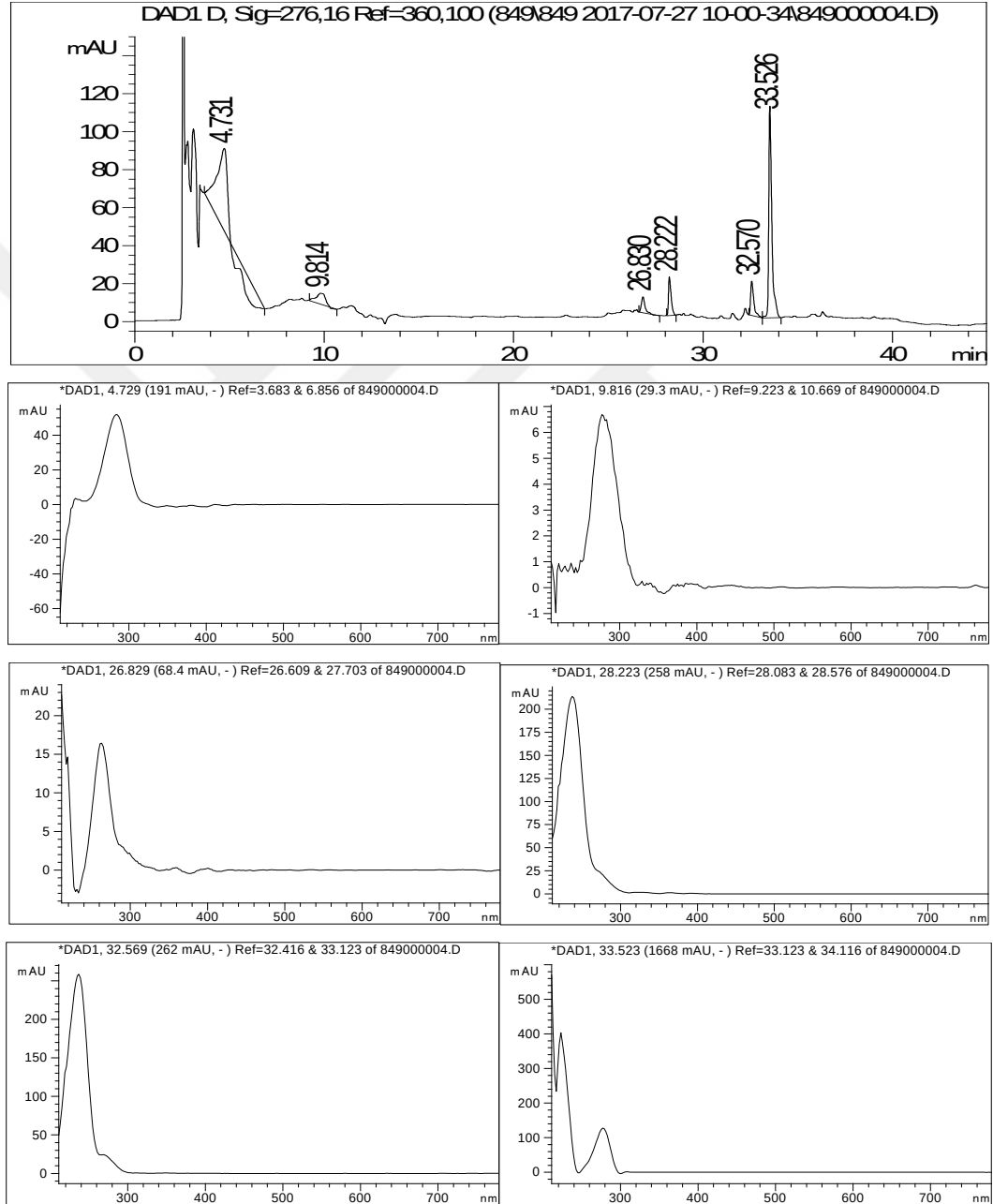
Şekil 3.43 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların su buharı geçirgenliği değerleri



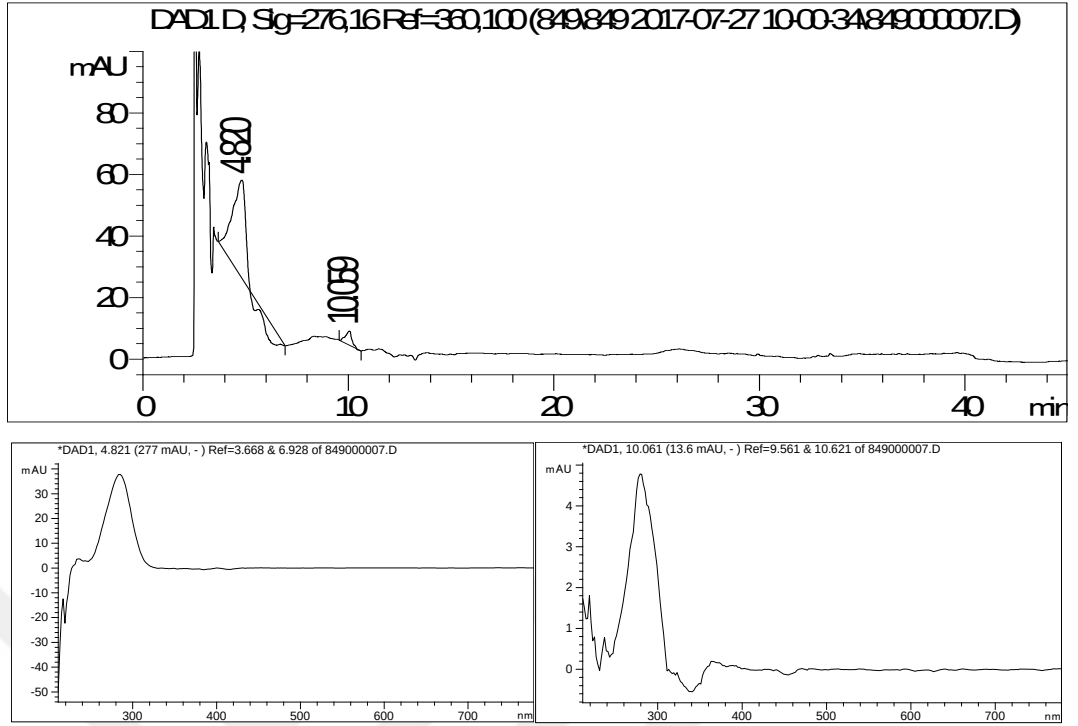
Şekil 3.44 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşların su buharı geçirgenliği değerleri

3.2.3 HPLC Analizi Sonuçları

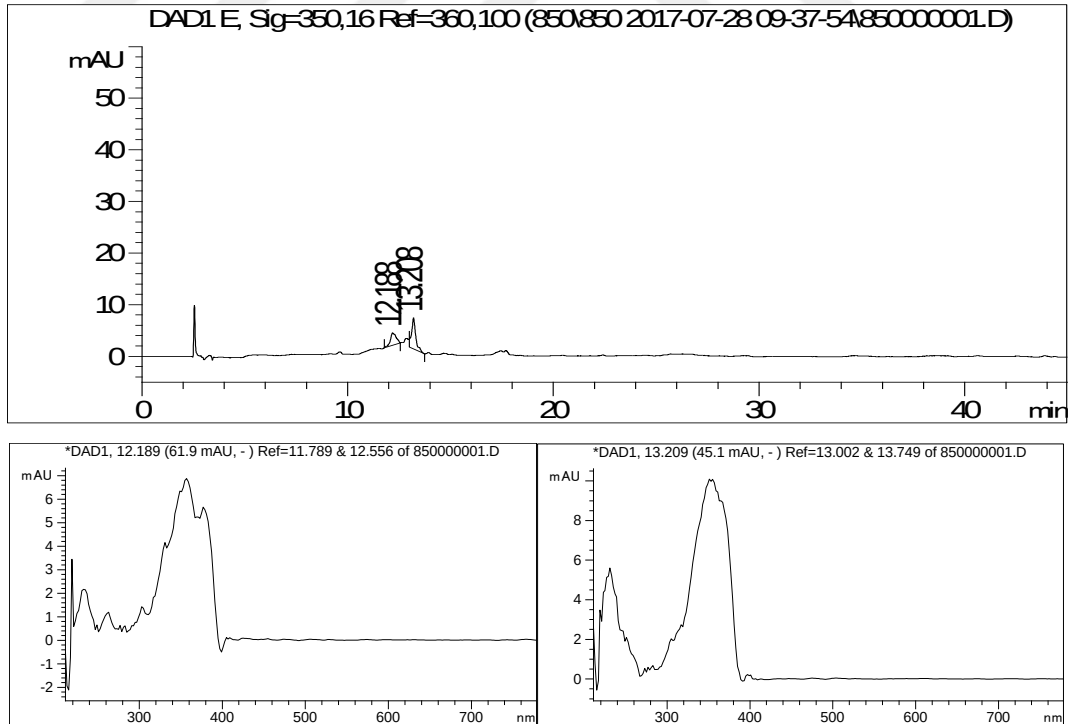
Mikrokapsüllerin aktarılmış kumaşlara ait HPLC analizi sonuçları Şekil 3.45-3.46-3.47’de görülmektedir. Sadece M5 nolu kumaşta hiperisine (32,570) ve pseudohiperisine (33,526) ait olduğu düşünülen piklere rastlanmıştır.



Şekil 3.45 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M5 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait HPLC kromatogramı ve spektrumu



Şekil 3.46 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S5 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait HPLC kromatogramı ve spektrumları



Şekil 3.47 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y5 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait HPLC kromatogramı ve spektrumları

3.2.4 Antibakteriyel Etkinlik Testi Sonuçları

Antibakteriyel etkinlik testleri ASTM 2149 göre gerçekleştirilmiştir. Tablo 3.5’de mikrokapsül aktarılmış kumaşların gram negatif *E. coli* (ATCC 35218) karşı antibakteriyel etkinlikleri verilmiştir. Tablo incelendiğinde kumaşların gram negatif bakteriye karşı antibakteriyel etkinliğinin sınırlı kaldığı, yasemin ve sandal ağacı içeren örneklerin antibakteriyel etkisinin 3. saat sonunda en yüksek olduğu, tüm örneklerde 24 saat sonunda antibakteriyel etkinliklerde ciddi bir düşüş görülmektedir. Tablo 3.6’da mikrokapsül aktarılmış kumaşların gram pozitif *S. aureus* (ATCC 6538) karşı antibakteriyel etkinlikleri verilmiştir. Tablo incelendiğinde kumaşların 3 saat sonra antibakteriyel etkinliklerinin %-90 üzerine çıktığı, 24 saat sonra en yüksek değerlere ulaşmıştır. Üretilen kumaşların gram negatif bakteriye karşı anti bakteriyel etki göstermediği, buna karşın gram pozitif bakteriye karşı iyi antibakteriyel özellik gösterdiği gözlenmiştir.

Tablo 3.5 Mikrokapsül aktarılmış kumaşların *E. coli* (ATCC 35218)¹ karşı antibakteriyel etkinlikleri

Numune	1 saat		3 saat		24 saat	
	Bakteri azalması					
	(%)	log	(%)	log	(%)	log
M5	-78,27	-0,66	-72,84	-0,57	-45,68	-0,27
S5	-72,16	-0,56	-83,70	-0,79	-87,78	-0,91
Y5	-70,12	-0,52	-82,35	-0,75	-66,05	-0,47

Tablo 3.6 Mikrokapsül aktarılmış kumaşların *S. aureus* (ATCC 6538)² karşı antibakteriyel etkinlikleri

Numune	1 saat		3 saat		24 saat	
	Bakteri Azalması					
	(%)	log	(%)	log	(%)	log
M5	-89,72	-0,99	-90,70	-1,03	-98,97	-1,99
S5	-94,86	-1,29	-99,32	-2,17	-99,57	-2,37
Y5	-89,72	-0,99	-93,83	-1,21	-94,30	-1,24

¹1 gram ağırlığındaki her bir örneğe aktarılan bakteri konsantrasyonu $3,68 \times 10^5$ (log 5,57) cfu*/ml olarak hesaplanmıştır. *cfu: Koloni oluşturan birim

²1 gram ağırlığındaki her bir örneğe aktarılan bakteri konsantrasyonu $4,86 \times 10^5$ (log 5,69) cfu*/ml olarak hesaplanmıştır. *cfu: Koloni oluşturan birim

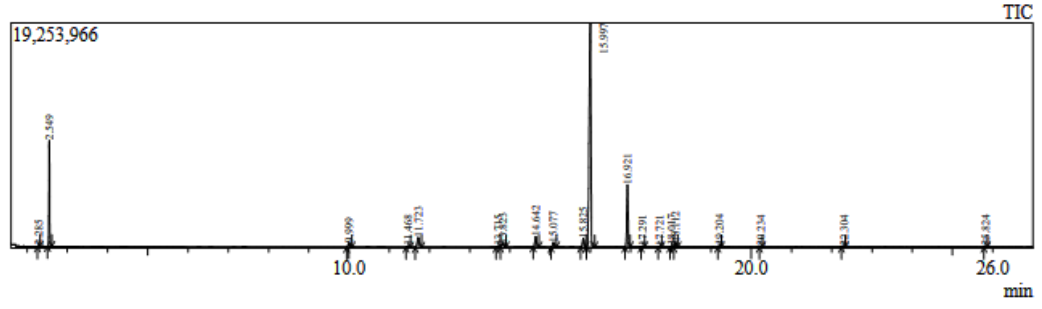
3.2.4. GC-MS Analizi Sonuçları

Kapsül aktarılmış kumaşlar üzerinde gerçekleştirilen GC-MS analizi sonuçları Şekil 3.48-49-50 de verilmiştir. Kumaşların 1 yıkama sonrasında gerçekleştirilen GC-MS analizi sonuçları ise Şekil 3.51-52-53 de verilmiştir.

Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait sonuçlar incelendiğinde yıkanmamış kumaşta bulunan alfa tujene ve alfa terpinolene ait pikler yıkanmış kumaşlarda görülmemektedir. Bu uçucu bileşikler yıkama işlemi sırasında uzaklaşmışlardır. Kumaşlarda tespit edilen alfa pinen, beta pinen, beta mirsen, D-limonen bileşiklerinin miktarında ise yıkama işlemi ile azalma olmuştur.

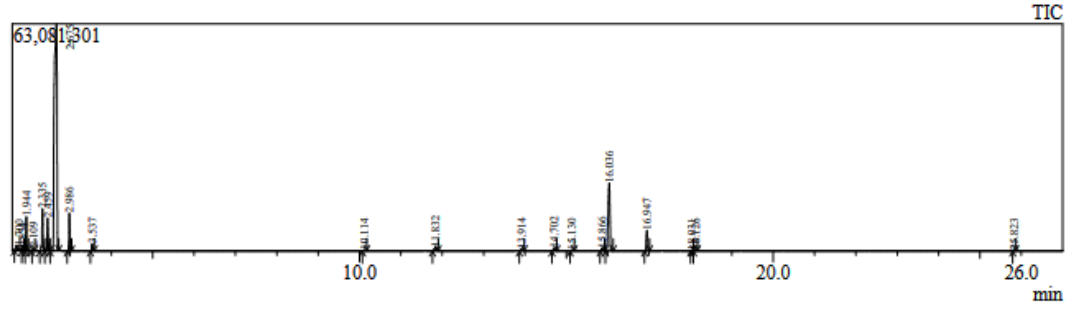
Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait sonuçlar incelendiğinde yıkanmamış kumaşta bulunan alfa pinen, beta mirsen, oktanal, D-limonen, linalol ve nonanal bileşiklerinin yıkama işleminden sonra da hala kumaş üzerinde bulundukları tespit edilmiştir.

Yasemin, jojoba ve sarı kantaron içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait sonuçlar incelendiğinde yıkanmamış kumaşta bulunan beta felandrene, alfa tujene ve linaloolle ait pikler yıkanmış kumaşlarda görülmemektedir. Bu bileşikler yıkama işlemi sırasında uzaklaşmışlardır. Alfa pinen, beta mirsen, oktanal, D-limonen, nonanal ve propanoik asit 2,2 dimetil 2 etikhekzil ester bileşikleri ise yıkama işlemi ile azalmalarına rağmen kumaş üzerinde hala bulunmaktadır.



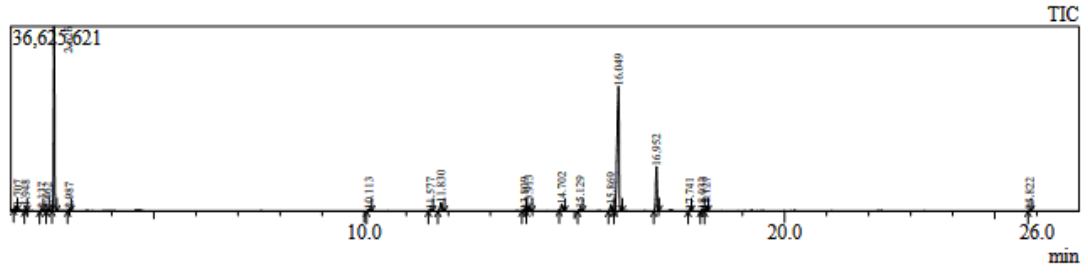
Peak#	R.Time	Area	Area%	Name
1	2.285	192922	0.20	Pentane, 2-methyl- (CAS) 2-Methylpentane
2	2.549	12463959	12.93	Hexane (CAS) n-Hexane
3	9.999	941699	0.98	Styrene
4	11.468	393237	0.41	.alpha.-Thujene
5	11.723	2946463	3.06	.ALPHA.-PINENE, (-)-
6	13.715	403270	0.42	.beta.-Phellandrene
7	13.823	1020634	1.06	1-.beta.-Pinene
8	14.642	2640736	2.74	.beta.-Myrcene
9	15.077	1049107	1.09	Octanal
10	15.825	2047580	2.12	Benzene, methyl(1-methylethyl)- (CAS) Cymol
11	15.997	57960274	60.12	D-Limonene
12	16.921	11904818	12.35	.gamma.-Terpinene
13	17.291	193612	0.20	1-Octanol
14	17.721	177933	0.18	.ALPHA.-TERPINOLENE
15	18.017	299630	0.31	Linalool
16	18.112	781853	0.81	Nonanal (CAS) n-Nonanal
17	19.204	328461	0.34	6-Octenal, 3,7-dimethyl-, (R)-
18	20.234	161755	0.17	Decanal
19	22.304	274292	0.28	Heptane, 2,2,4,6,6-pentamethyl-
20	25.824	233058	0.24	Propanoic acid, 2,2-dimethyl-, 2-ethylhexyl ester
		96415293	100.00	

Şekil 3.48 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait GC-MS sonuçları



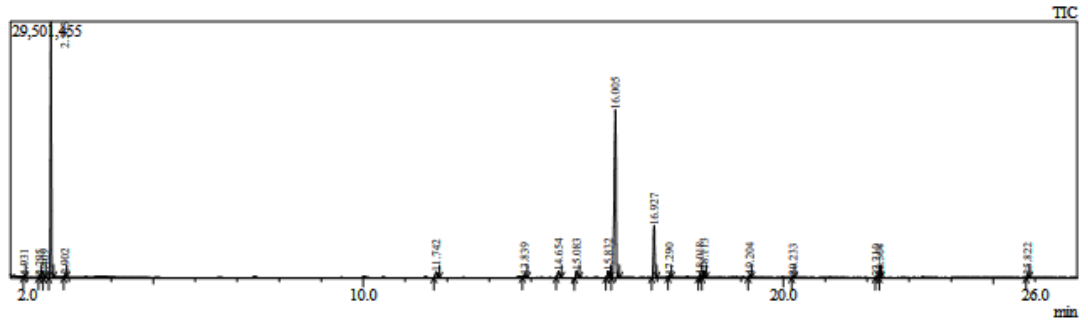
Peak#	R.Time	Area	Area%	Name
1	1.700	3015769	0.70	Methyl Alcohol
2	1.854	461245	0.11	Butane, 2-methyl- (CAS) Isopentane
3	1.944	11499839	2.67	Pentane
4	2.109	1022841	0.24	Butane, 2,2-dimethyl- (CAS) 2,2-Dimethylbutane
5	2.335	18960121	4.41	Pentane, 2-methyl- (CAS) 2-Methylpentane
6	2.459	15921800	3.70	Pentane, 3-methyl-
7	2.675	280524118	65.24	Hexane (CAS) n-Hexane
8	2.986	15529609	3.61	Cyclopentane, methyl-
9	3.537	3519165	0.82	Cyclohexane (CAS) Hexanaphthene
10	10.114	699083	0.16	Styrene
11	11.832	3212810	0.75	.ALPHA.-PINENE, (-)-
12	13.914	1272994	0.30	Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)-
13	14.702	1999161	0.46	.beta.-Myrcene
14	15.130	673046	0.16	Octanal
15	15.866	1810253	0.42	Benzene, methyl(1-methylethyl)- (CAS) Cymol
16	16.036	55967968	13.02	D-Limonene
17	16.947	12809068	2.98	1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-
18	18.031	304123	0.07	Linalool
19	18.126	471574	0.11	Nonanal
20	25.823	309395	0.07	Propanoic acid, 2,2-dimethyl-, 2-ethylhexyl ester
		429983982	100.00	

Şekil 3.49 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapstüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait GC-MS sonuçları



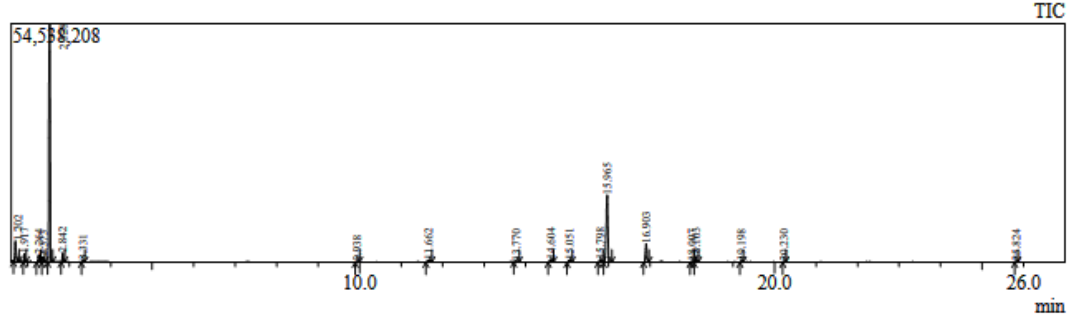
Peak Report TIC				
Peak#	R.Time	Area	Area%	Name
1	1.707	1393675	0.74	Methyl Alcohol
2	1.948	995226	0.53	Pentane
3	2.337	651562	0.35	Pentane, 2-methyl- (CAS) 2-Methylpentane
4	2.462	557990	0.30	Pentane, 3-methyl-
5	2.626	62364859	33.09	Hexane (CAS) n-Hexane
6	2.987	614609	0.33	Cyclopentane, methyl-
7	10.113	832545	0.44	Styrene
8	11.577	613330	0.33	.alpha.-Thujene
9	11.830	5421230	2.88	.ALPHA.-PINENE, (-)-
10	13.809	615604	0.33	.beta.-Phellandrene
11	13.913	2500458	1.33	Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)-
12	14.702	3488417	1.85	.beta.-Myrcene
13	15.129	1149810	0.61	Octanal
14	15.869	3026427	1.61	Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)- (CAS) 1-Methyl-2-isopropylbenzene
15	16.049	82578825	43.82	D-Limonene
16	16.952	20013792	10.62	1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-
17	17.741	310518	0.16	.ALPHA.-TERPINOLENE
18	18.032	419060	0.22	Linalool
19	18.127	638594	0.34	Nonanal
20	25.822	284525	0.15	Propanoic acid, 2,2-dimethyl-, 2-ethylhexyl ester
		188471056	100.00	

Şekil 3.50 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşlara ait GC-MS sonuçları



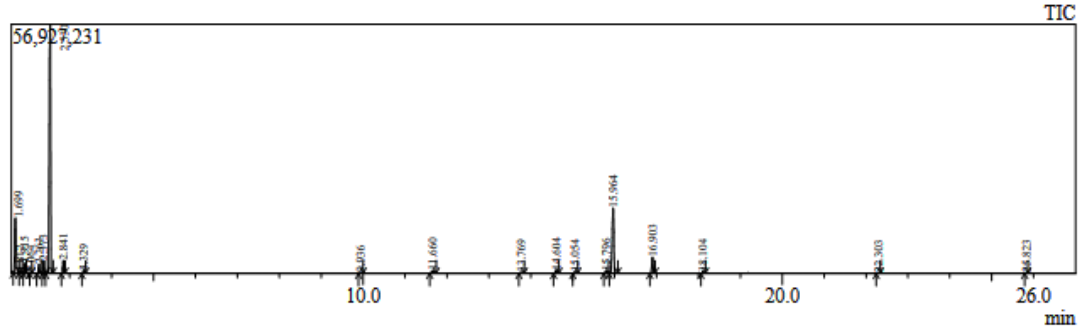
Peak#	R.Time	Area	Area%	Name
1	1.931	206027	0.16	Pentane
2	2.295	203812	0.15	Pentane, 2-methyl- (CAS) 2-Methylpentane
3	2.409	194558	0.15	Pentane, 3-methyl-
4	2.563	46256735	35.03	Hexane (CAS) n-Hexane
5	2.902	383207	0.29	Cyclopentane, methyl-
6	11.742	2165582	1.64	.ALPHA.-PINENE, (-)-
7	13.839	809097	0.61	.beta.-Pinene
8	14.654	2112769	1.60	.beta.-Myrcene
9	15.083	2107861	1.60	Octanal (CAS) n-Octanal
10	15.832	1976535	1.50	Benzene, methyl(1-methylethyl)- (CAS) Cymol
11	16.005	57723573	43.71	D-Limonene
12	16.927	13534422	10.25	1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-
13	17.290	385276	0.29	1-Octanol (CAS) Octilin
14	18.018	612891	0.46	Linalool
15	18.113	1533507	1.16	Nonanal (CAS) n-Nonanal
16	19.204	576510	0.44	6-Octenal, 3,7-dimethyl-, (R)-
17	20.233	324685	0.25	Decanal
18	22.210	242736	0.18	Heptane, 2,2,4,6,6-pentamethyl-
19	22.304	189693	0.14	Decane, 2,2,5-trimethyl-
20	25.822	510352	0.39	Propanoic acid, 2,2-dimethyl-, 2-ethylhexyl ester
		132049828	100.00	

Şekil 3.51 Mandalina ve sarı kantaron yağı içeren M6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası GC-MS sonuçları



Peak#	R.Time	Area	Area%	Name
1	1.702	9996647	5.00	Methyl Alcohol
2	1.917	2083127	1.04	Pentane
3	2.264	2226488	1.11	Pentane, 2-methyl- (CAS) 2-Methylpentane
4	2.373	1563322	0.78	Pentane, 3-methyl-
5	2.528	118606183	59.35	Hexane (CAS) n-Hexane
6	2.842	3031029	1.52	Cyclopentane, methyl-
7	3.331	583094	0.29	Cyclohexane (CAS) Hexanaphthene
8	9.938	376093	0.19	Styrene
9	11.662	1548269	0.77	.ALPHA.-PINENE, (-)-
10	13.770	541471	0.27	.beta.-Pinene
11	14.604	1509028	0.76	.beta.-Myrcene
12	15.051	1239321	0.62	Octanal (CAS) n-Octanal
13	15.798	1371883	0.69	Benzene, methyl(1-methylethyl)- (CAS) Cymol
14	15.965	43208038	21.62	D-Limonene
15	16.903	9510684	4.76	.gamma.-Terpinene
16	18.007	359545	0.18	Linalool
17	18.103	1052780	0.53	Nonanal
18	19.198	392866	0.20	6-Octenal, 3,7-dimethyl-, (R)-
19	20.230	276686	0.14	Decanal
20	25.824	356773	0.18	Propanoic acid, 2,2-dimethyl-, 2-ethylhexyl ester
		199833327	100.00	

Şekil 3.52 Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren S6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası GC-MS sonuçları



Peak Report TIC				
Peak#	R.Time	Area	Area%	Name
1	1.699	27169916	11.64	Methyl Alcohol
2	1.812	248352	0.11	Ethanol (CAS) Ethyl alcohol
3	1.915	2428229	1.04	Pentane
4	2.064	219216	0.09	Butane, 2,2-dimethyl-
5	2.263	2862238	1.23	Pentane, 2-methyl- (CAS) 2-Methylpentane
6	2.373	3596481	1.54	Pentane, 3-methyl-
7	2.530	133707895	57.29	Hexane (CAS) n-Hexane
8	2.841	4157035	1.78	Cyclopentane, methyl-
9	3.329	837940	0.36	Cyclohexane (CAS) Hexanaphthene
10	9.936	410836	0.18	Styrene
11	11.660	2009328	0.86	.ALPHA.-PINENE, (-)-
12	13.769	611559	0.26	.beta.-Pinene
13	14.604	1674559	0.72	.beta.-Myrcene
14	15.054	773186	0.33	Octanal
15	15.796	1328585	0.57	Benzene, methyl(1-methylethyl)- (CAS) Cymol
16	15.964	42003706	18.00	D-Limonene
17	16.903	8251109	3.54	.gamma.-Terpinene
18	18.104	656072	0.28	Nonanal
19	22.303	233930	0.10	Heptane, 2,2,4,6,6-pentamethyl-
20	25.823	220161	0.09	Propanoic acid, 2,2-dimethyl-, 2-ethylhexyl ester
		233400333	100.00	

Şekil 3.53 Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren Y6 kapsüllerinin aktarıldığı kumaşların 1 yıkama sonrası GC-MS sonuçları

BÖLÜM DÖRT

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında, spor ve boş zaman giysilerine yönelik rahatlatıcı, dinçleştirici, hoş koku verici ve antibakteriyel özelliklere sahip mikrokapsüllerin üretimi ve tekstil mamulüne aktarımı amaçlanmıştır. Bu kapsamda mandalina, sandal ağacı ve yasemin uçucu yağı, jojoba ve sarı kantaron yağı çekirdek madde olarak kullanılmıştır. Kapsül duvar materyali olarak etil selüloz seçilmiş, kapsül üretimi püskürterek kurutma cihazında gerçekleştirilmiştir. Kimyasal ve enstrümantal yöntemler (SEM, FTIR, DSC, TGA, HPLC, partikül büyüklüğü ve dağılımı) kullanılarak kapsül optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen kapsüller ticari bir çapraz bağlayıcı ile %100 pamuklu örme kumaşlara applike edilmiştir. Aplikasyon sonrası SEM analizi kullanılarak kumaş yüzeyindeki kapsül varlığı incelenmiştir. Kumaşların antibakteriyel özellikleri test edilmiştir. Ayrıca mikrokapsül aktarılmış kumaşların sürtünmeye ve yıkamaya karşı dayanımları incelenmiştir.

Çalışmada üretilen mikrokapsüllere ait SEM görüntülerine göre kapsül morfolojileri incelendiğinde yer yer küresel kapsüllerin olduğu, bazı kapsüllerin ise çözgenin hızlı uzaklaşması sonucu büzüldükleri görülmüştür. Kapsüllerin kumaşlara aplikasyonundan sonra elde edilen SEM görüntülerinde kapsüllerin kumaşa başarı ile bağlandığı saptanmıştır. Yıkama ve sürtünme testlerinden sonra gerçekleştirilen SEM analizlerinde de kumaş yüzeyinde kapsüllerin varlığı gözlenmiştir.

Partikül boyut dağılımı analizi sonuçlarında ise etken madde içermeyen boş kapsül boyutunun 17,42194 μm olduğu, mandalina yağı içeren kapsüllerin ortalama boyutlarının 12,80821-19,19855 μm arasında, sandal ağacı yağı içeren kapsüllerin ortalama boyutlarının 14,66197-21,63041 μm arasında ve yasemin yağı içeren kapsüllerin ortalama boyutlarının ise 27,91993-42,90908 μm arasında olduğu bulunmuştur. Partikül boyutlarının dar bir dağılım gösterdiği saptanmıştır.

FTIR analizi sonucunda etken maddelere ait karakteristik pikler mikrokapsüllere ait spektrumlarda gözlenmiştir. Gözlenen bu pikler mikrokapsüllerin içerisinde etken

maddelerin bulunduğunu desteklemektedir. DSC sonuçlarında entalpi değişimi ile ilgili piklerin olmayışı da bu tezi desteklemektedir. TEM analizi sonucu elde edilen görüntüler incelendiğinde boş kapsüllerin homojen bir görüntü verdiği, etken maddeleri içeren kapsüllerin ise kabuk/çekirdek formunda olduğu gözlenmiştir. Etken maddelerin matriks içerisinde dağılmadığı, kapsül içerisinde ayrı bir fazda bulunduğu söylenebilir.

GC-MS sonuçları incelendiği zaman mandalina ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlarda bulunan alfa tujene ve alfa terpinolene uçucu bileşiklerinin yıkama işlemi sırasında uzaklaştığı; alfa pinen, beta pinen, beta mirsen, D-limonen bileşiklerinin miktarında ise yıkama işlemi ile azalma olduğu görülmüştür. Sandal ağacı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlara ait sonuçlar incelendiğinde yıkanmamış kumaşta bulunan alfa pinen, beta mirsen, oktanal, D-limonen, linalol ve nonanal bileşiklerinin yıkama işleminden sonra da hala kumaş üzerinde bulundukları belirlenmiştir. Yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerin aktarıldığı kumaşlarda bulunan beta felandrene, alfa tujene ve linalool uçucu bileşiklerinin yıkanmış kumaşlarda kalmadığı, alfa pinen, beta mirsen, oktanal, D-limonen, nonanal ve propanoik asit 2,2 dimetil 2 etikhekzil ester bileşiklerinin ise yıkama işlemi ile azalmalarına rağmen kumaş üzerinde hala bulundukları görülmüştür.

Kapsül aktarılan kumaşlar üzerinde gerçekleştirilen antibakteriyel etkinlik testi sonuçları incelendiğinde üretilen kumaşların gram negatif bakteriye karşı antibakteriyel etki göstermediği, buna karşın gram pozitif bakteriye karşı iyi antibakteriyel özellik gösterdiği gözlenmiştir.

Tekstil sektöründe ün kazanmış büyük perakende firmaları, kendi tasarımlarını yapmamakta bu konuda üreticilerinden koleksiyonlar istemektedir. Bu tip firmalara üretim yapan firmalar sipariş alabilmek için yeni tasarımlar yapmak zorunda kalmaktadır. Rekabetin yüksek olduğu pazarda üreticiler sadece renk, desen ve model gibi klasik tasarım fikirleri ile değil aynı zamanda tasarım öğelerinin içerisine

fonksiyonel özellikler de katarak tasarımlarını güçlendirmekte ve rekabet edebilir hale gelmektedir.

Gerçekleştirilen tez çalışması ile birden fazla yağın aynı anda kapsülasyonu gerçekleştirilerek birden fazla fonksiyonel özelliğe sahip mikrokapsüllerin üretimi amaçlanmıştır. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde üretilen kapsüller arasında büyük farklılıklar görülmemektedir. Bu bakımdan kişilerin koku zevklerinin farklı olduğu düşünüldüğünde tüketicilerin üretilen üç kapsül arasındaki seçimleri kişisel tercihlere bağlı olabilecektir. Ancak yasemin, jojoba ve sarı kantaron yağı içeren kapsüllerden üretilen ürünlerin cilt bakımı fonksiyonel özelliğini de taşıdığı düşünüldüğünde tüketici tercihlerinin bu yönde olacağı düşünülmektedir.

Bu tez kapsamında yapılan çalışmaların T.C. Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı SanTez programı kapsamında hazır giyim ve konfeksiyon sektöründe önemli firmalardan biri olan ÜNİTEKS Tekstil Gıda Motorlu Araçlar San.ve Tic. A.Ş. tarafından desteklenmesi, tasarım öğeleri içerisine fonksiyonel özelliklerin de ilave edilmesinin önemli olduğunu göstermektedir.

KAYNAKLAR

- Adamiec, J. ve Kalemb, D. (2006). Analysis of microencapsulation ability of essential oils during spray drying. *Drying Technology*, 24, 1127-1132.
- Aggarwal, A. K., Dayal, A. ve Kumar, N. (1998). Microencapsulation processes and applications in textile processing. *Colourage*, August, 15-24.
- Alonso, D., Gimeno, M., Sanchez, J. S. ve Shirai, K. (2010). Chitosan-based microcapsules containing grapefruit seed extract grafted onto cellulose fibers by a non-toxic procedure. *Carbohydrate Research*, 345 (6), 854-859.
- Asada, M., Takahashi, H., Okamoto, H., Tanino, H. ve Danjo, K. (2004). Theophylline Particle Design Using Chitosan By The Spray Drying. *International Journal of Pharmaceutics*, 270 (1-2), 167–174.
- Asma, Ş. (2011). *Aromaterapide Kullanılacak Fonksiyonel Bir Havlu Tasarımı*. Yüksek Tisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Aydın, N., Öztürk, G. C., Karaboyacı, M. ve Alay, Ş. (2011). Koku içeren mikrokapsül uygulanmış akrilik el örgüsü ipliklerden örülen kumaşların karakterizasyonu. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 15, 67-74.
- Azizi, N., Chevalier, Y. Ve Majdoub, M.. (2014). Isosorbide-based microcapsules for cosmeto-textiles. *Industrial Crops and Products*, 52, 150-157.
- Badulescu, R., Vivod, V., Jausovec, D. ve Voncina, B. (2007). Grafting of ethylcellulose microcapsules on to cotton fibers. *Carbohydrate Polymers*, 71, 85-91.

- Badulescu, R., Vivod, V., Jausovec, D. ve Voncina, B. (2008). Grafting of ethylcellulose microcapsules onto cotton fibers. *Carbohydrate Polymers*, 71, 85–91.
- Baldovini, N., Delasalle, C. ve Joulain, D. (2011). Phytochemistry of the heartwood from fragrant santalum species: A review. *Flavour Fragrance Journal*, 26, 7–26.
- Baytop T. (1974). Farmakognazi ders kitabı. İst. Üniv. Yay. No:2003. Ecz.Fak.No:19. İstanbul.
- Colasanti A., Kisslinger A., Liuzzi R., Quarto M., Riccio P., Roberti G., ve diğer. (2000). Hypericin photosensitization of tumor and metastatic cell lines of human prostate. *Journal of Photochemistry Photobiology B: Biology*, 54 (2-3),103-107.
- Danielski, L., Brunner, G., Schwanke, C., Zetzel, C., Hense, H., Donoso, J. P. M. (2008). Deterpenation of mandarin (citrus reticulata) peel oils by means of countercurrent multistage extraction and adsorption/desorption with supercritical CO₂. *Journal of Supercritical Fluids*, 44 (3), 315-324.
- Dima, C., Patraşcu, L., Cantaragiu, A., Alexe, P. ve Dima, S. (2016). The kinetics of the swelling process and the release mechanisms of coriandrum sativum l. essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules. *Food Chemistry*, 195, 39-48.
- Dréau, Y.L., Dupuy, N., Gaydou, V., Joachim, J. ve Kister, J. (2009). Study of jojoba oil aging by ftir, *Analytica Chimica Acta*, 642 (1-2), 163–170.
- Erkan, G. (2008). *Bazı antifungal ajanların mikrokapsülasyonu ve tekstil materyallerine aplikasyonu*. Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Es-haghi, H., Mirabedini, S.M., Imani, M. ve Farnood, R. R. (2014). Preparation and characterization of pre-silane modified ethyl cellulose-based microcapsules

- containing linseed oil, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 447, 71–80.
- Feng, H., Zhang, L. ve Zhu, C., (2013). Genipin crosslinked ethyl cellulose–chitosan complex microspheres for anti-tuberculosis delivery. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 103, 530-537.
- Fernandes, R.V.B., Borges, S.V., Silva, E.K., Silva, Y.F., Souza, H.J.B., Carmo, E.L. ve diğer. (2016). Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by spray drying. *Industrial Crops and Products*, 94, 413–423.
- Fernandes, R.V.B., Botrel, D.A., Silva, E.K., Borges, S.V., Oliveira, C.R., Yoshida, M. I. ve diğer. (2016). Cashew gum and inulin: New alternative for ginger essential oil microencapsulation. *Carbohydrate Polymers*, 153, 133–142.
- Ferreres, F., Grosso, C., Gil-Izquierdo A., Valentão, P. ve Andrade, P.B. (2014). Assessing *Jasminum grandiflorum* L. authenticity by hplc-dad-esi/msn and effects on physiological enzymes and oxidative species. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 88, 157–161.
- Ghosh, S. ve Chipot, N. (2015). Embedding aromatherapy essential oils into textile fabric using beta cyclodextrin inclusion compound. *Indian Journal of Fibre&Textile Research*, 40, 140-143.
- Ghosh, S.K. (2006). Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective. S.K. Ghosh. *Functional Coatings by Polymer Microencapsulation* içinde (1-28) Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Guo, H., Zhang, J., Gao, W., Qu, Z. ve Liu, C. (2014). Antidiarrhoeal activity of methanol extract of *santalum album* l. in mice and gastrointestinal effect on the contraction of isolated jejunum in rats. *Journal of Ethnopharmacology*, 154 (3), 704-710.

- Habashy, R.R., Abdel-Naim, A.B., Khalifa, A.E. ve Al-Azizi, M.M. (2005). Anti-inflammatory effects of jojoba liquid wax in experimental models. *Pharmacological Research*, 51 (2). 95–105.
- He, P., Davis, S. S. ve Illum L. (1999). Chitosan microspheres prepared by spray drying. *International Journal of Pharmaceutics*, 187, 53–65.
- Hong K. ve Park, S. (1999c). Preparation and characterization of poliurea microcapsules with different diamines. *Materials Research Bulletin*, 34 (6), 963–969.
- Hong, K. ve Park S. (1999b). Preparation of polyurethane microcapsules with different soft segments and their characteristics. *Reactive & Functional Polymers* 42, 193–200.
- Hong, K. ve Park, S. (1999a). Melamine resin microcapsules containing fragrant oil: Synthesis and characterization. *Materials Chemistry and Physics*, 58 (2), 128–131.
- Hong, K., ve Park, S. (2000). Preparation of poly(L-Lactide) microcapsules for fragrant fiber and their characteristics. *Polymer*, 41 (12), 4567–4572.
- Hosseinkhani, B., Callewaert, C., Vanbeveren, N. ve Boon, N. (2015). Novel biocompatible nanocapsules for slow release of fragrances on the human skin. *New Biotechnology*, 32, 40-46.
- Hsieh, W. C. ve Chang, Y. G. (2006). Controlled release properties of chitosan encapsulated volatile citronella oil microcapsules by thermal treatments. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 53, 209–214.

- Hu, J., Xiao, Z., Zhou, R., Li, Z., Wang, M. ve Ma, S. (2011). Synthesis and characterization of polybutylcyanoacrylate-encapsulated rose fragrance nanocapsule. *Flavour and Fragrance Journal* 26, 162-173.
- Hui, P.C.L., Wang, W.Y., Kan, C.W., Ng, F.S.F., Wat, E., Zhang, V.X. ve diğer. (2013). Microencapsulation of traditional chinese herbs—pentaherbs extracts and potential application in healthcare textiles. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 111, 156-161.
- Jaâfar, F., Lassoued, M. A., Sahnoun, M., Sfar, S., Cheikhrouhou, M. (2012) Impregnation of ethylcellulose microcapsules containing jojoba oil onto compressive knits developed for high burns. *Fibers and Polymers*, 13 (3), 346-351.
- Johnson, J. R., Rivard, R. L., Griffin, K. H., Kolste, A. K., Joswiak, D., Kinney, M. E.ve diğer. (2016). The effectiveness of nurse-delivered aromatherapy in an acute care setting. *Complementary Therapies in Medicine*, 25, 164-169.
- Jun- xia, X. ve Hai-yan, Y. (2011). Microencapsulation of sweet orange oil by complex coaservation with soybean protein isolate/gum arabic. *Food Chemistry* 125, 1267- 1272.
- Kalogeropoulos, N., Yannakopoulou, K., Gioxari, A., Chiou, A. ve Makris, D.P. (2010). Polyphenol characterization and encapsulation in beta-cyclodextrin of a flavonoid-rich hypericum perforatum (St John's wort) extract. *LWT - Food Science and Technology*, 43, 882-889.
- Kaul, S., Goyal, H.B., Bhatnagar, A.K. ve Gupta, A.K. (2009). Effect of ageing on quality of jojoba oil from indian locations. *Industrial Crops and Products*, 29, 102-107.

- Kim, J. C., Lee, H. Y., Kimb, M. H., Lee, H. J., Kangc, H. Y. ve Kimd, S. M. (2006). Preparation and characterization of chitosan/gelatin microcapsules containing triclosan. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 52, 52–56.
- Koç, M., Sakin, M. ve Kaymak-Ertekin, F. (2010). Mikroenkapsülasyon ve gıda teknolojisinde kullanımı, *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16, 77-86.
- Kumar, V., Singh, P.N. ve Bhattacharya, S.K. (2001). Anti-inflammatory and analgesic activity of Indian hypericum perforatum l.. *Indian Journal of Experimental Biology*, 39 (4), 339-343.
- Learoyd, T. P., Burrows, J. L., French, E. ve Seville, P. C. (2008). Chitosan-based spray-dried respirable powders for sustained delivery of terbutaline sulfate. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 68 (2), 224–234.
- Lee, H. Y., Lee, S. J., Cheong I. W. ve Kim, J. H. (2002). Microencapsulation of fragrant oil via in situ polymerization: Effects of ph and melamine-formaldehyde molar ratio. *Journal of Microencapsulation*, 19 (5), 559-569.
- Loo, M. (2009). Chapter 6-Energy Medicine. *Integrative Medicine for Children* içinde (73–105). Elsevier Health Sciences.
- López, S., Castro, M. J., Andina, X., Ures, B., Munguía, J. M., Llabot, H. ve diğer. (2014). Insecticidal activity of microencapsulated schinus molle essential oil. *Industrial Crops and Products*, 53, 209–216.
- Lota, M. L., Serra, D. R., Tomi, F. ve Casanova, J. (2000). Chemical variability of peel and leaf essential oils of mandarins from citrus reticulata blanco. *Biochemical Systematics and Ecology*, 28, 61-78.

- Luna-Guevara, J. J., Ochoa-Velasco, C. E., Hernández-Carranza, P. ve Guerrero-Beltrán, J. A. (2017). Microencapsulation of walnut, peanut and pecan oils by spray drying. *Food Structure*, 12, 26–32.
- Marongiu, B., Piras, A., Porcedda, S. ve Tuveri, E. (2006). Extraction of santalum album and boswellia carterii birdw. volatile oil by supercritical carbon dioxide: Influence of some process parameters. *Flavour Fragrance Journal*, 21, 718–724.
- Martins, I.M., Barreiro, M.F., Coelho, M. ve Rodrigues, A.E. (2014). Microencapsulation of essential oils with biodegradable polymeric carriers for cosmetic applications. *Chemical Engineering Journal*, 245, 191-200.
- Mathiowitz, E., Chickering, D., Jong, Y. S. ve Jacop, J.S. (2000). US Pat. No. 6,143,211.
- Matsuo, Y. ve Mimaki, Y. (2012). α -Santalol derivatives from santalum album and their cytotoxic activities. *Phytochemistry*, 77, 304-311.
- Mattace Raso, G., Pacilio, M., Di Carlo, G., Esposito, E., Pinto, L. ve Meli, R. (2002). In-vivo and in-vitro anti-inflammatory effect of echinacea purpurea and hypericum perforatum. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 54 (10), 1379–1383.
- Mirabedini, S. M., Dutil, I. ve Farnood, R.R. (2012). Preparation and characterization of eth cellulose – based core –shell microcapsules containing plant oils. *Colloids and surfaces: Physicochemical and engineering aspects*, 394, 74- 84.
- Misra, B.B. ve Dey, S. (2012). Comparative phytochemical analysis and antibacterial efficacy of in vitro and in vivo extracts from east indian sandalwood tree (santalum album l.). *Letters in Applied Microbiology*, 55 (6), 476-486.

- Mithu, S.H., Haque, S.N., Chowdhry, B.Z., Nokhodchi, A. ve Maniruzzaman, M. (2017). Evaluation of the surface chemistry and drug-polymer interaction of semi-crystalline micro-particles for the development of controlled release formulations. *Materials Science and Engineering: C* 76, 559–567.
- Mohammed, N.K., Tan, C.P., Manap, Y.A., Alhelli, A.M. ve Hussin, A.S.M. (2017). Process conditions of spray drying microencapsulation of *Nigella sativa* oil, *Powder Technology*, 315, 1–14.
- Monllor, P., Bonet, M.A. ve Cases, F. (2007). Characterization of the behaviour of flavour microcapsules in cotton fabrics. *European Polymer Journal*, 43 (6), 2481–2490.
- Nesterenko, A., Alric, I., Silvestre, F. ve Durrieu, V. (2013). Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. *Industrial Crops and Products*, 42, 469-479.
- Otadi, M. ve Zabihi, F. (2011). Vitamin E microcapsulation by ethylcellulose through emulsion solvent evaporation technique; an operational condition study. *World Applied Science Journal*, 14, 20-25.
- Öztürk, N., Korkmaz, S. ve Öztürk, Y. (2007). Wound-healing activity of St. John's wort (*hypericum perforatum* L.) on chicken embryonic fibroblasts. *Journal of Ethnopharmacology*, 111, 33-39.
- Öztürk, Y., Aydin, S., Başer, K. H. C., Kirimer, N. ve Kurtar-Öztürk, N. (1992). Hepatoprotective activity of *hypericum perforatum* L. alcoholic extract in rodents. *Phytotherapy Research*, 6, 44–46.
- Park, S., Yang, Y. ve Lee, H. (2004). Effect of acid–base interaction between silica and fragrant oil in the Pcl/Peg microcapsules. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 38 (1–2), 35–40.

- Paulo, F. ve Santos, L., (2017). Design of experiments for microencapsulation applications: A review. *Materials Science and Engineering: C*, 77, 1327-1340.
- Pena, B., Panisello, C., Aresté, G., Garcia-Valls, R. ve Gumí, T. (2012). Preparation and characterization of polysulfone microcapsules for perfume release. *Chemical Engineering Journal*, 179, 394–403.
- Piletti, R., Bugiereck, A.M., Pereira, A.T., Gussati, E., Dal Magro, J., Mello, J.M.M. ve diğer. (2017). Microencapsulation of eugenol molecules by β -cyclodextrine as a thermal protection method of antibacterial action. *Materials Science and Engineering: C*, 75, 259–271.
- Prata, A.S. ve Grosso, C. R. F. (2015). Production of microparticles with gelatin and chitosan. *Carbohydrate Polymers*, 116, 292–299.
- Ranzato, E., Martinotti, S. ve Burlando, B. (2011). Wound healing properties of jojoba liquid wax: an in vitro study. *Journal Of Ethnopharmacology*, 134, 443–449.
- Rattes, A. L. R. ve Oliveira, W. P. (2007). Spray drying conditions and encapsulating composition effects on formation and properties of sodium diclofenac microparticles. *Powder Technology*, 171, 7–14.
- Reichling J, Weseler A ve Saller R. (2001). A current review of the antimicrobial activity of hypericum perforatum L. *Pharmacopsychiatry*. 34, 116-8.
- Rodrigues, S. N., Martins, I. M, Fernandes, I. P., Gomes, P. B., Mata, V. G., Barreiro, M. F. ve diğer. (2009). Scentfashion: Microencapsulated perfumes for textile application. *Chemical Engineering Journal*, 149 (1–3), 463–472.

Sarıışık, M., (2011). *Aromaterapide kullanılacak fonksiyonel bir havlu tasarımı*, TUBITAK Projesi, Proje Sonuç Raporu, 110M349.

Sarıışık, M., Arıcı, M., Topbaş, Ö., Karavana, S. Y., Öztürk, C. ve Ertan, G. (2013). Design of orthopedic support material containing diclofenac sodium microparticles: preparation and characterization of microparticles and application to orthopedic support material. *Textile Research Journal*, 83 (10), 1030–1043.

Shamaei, S., Seiedlou, S.S., Aghbashlo, M., Tsotsas, E. ve 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 and Emerging Technologies*, 39, 101–112.

Sigma Aldrich Ethyl cellulose, (b.t). 16.08.2017, <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/247499?lang=en®ion=TR>.

Singh, N., Yadav, M., Khanna, S. ve Sahu, O. (2017). Sustainable fragrance cum antimicrobial finishing on cotton: Indigenous essential oil. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 5, 22–29.

Soares-Latour, E.M., Bernard, J., Chambert, S., Fleury, E. ve Sintès-Zydowicz, N. (2017). Environmentally benign 100% bio-based oligoamide microcapsules. *Colloids and Surfaces A*, 524, 193–203.

Specos, M. ve Escobar, G. (2010). Aroma Finishing of cotton fabrics by means of microencapsulation techniques. *Journal of Industrial Textiles*, 40, 13-32.

Süntar., I.P., Akkol, E.K., Yilmazer, D., Baykal, T., Kırmızıbekmez, H., Alper, M. ve diğer. (2010). Investigations on the in vivo wound healing potential of hypericum perforatum L.. *Journal of Ethnopharmacology*, 127 (2), 468-477.

- Tang J, Colacino J.M ve Larsen S.H. (1990). Virusidal activity of hypericin against enveloped and non-enveloped DNA and RNA viruse. *Antiviral Research*, 13 (6), 313-325.
- Teeka, P., Chaiyasat, A. ve Chaiyasat, P. (2014). Preparation of Poly (methyl methacrylate) microcapsule with encapsulated Jasmine oil, *Energy Procedia*, 56, 181–186.
- Thiele B., Brink L. ve Ploch M. (1994). Modulation of cytokine expression by hypericum extract. *Journal of Geriatric Psychiatry and Neurology* 7, 60-62.
- Thies, C. (1996). A Survey of Microencapsulation Processes. S. Benita, (Ed.), *Microencapsulation Methods and Industrial Applications* içinde (1-21). New York, NY, USA; Marcel Dekker Incorporated.
- Türkoğlu, G. C., Sarıışık, M., Erkan, G., Erden, E., Pazarlıoğlu, N., Öztuna, S. ve diğer. (2013a). *Karvakrol B-siklodekstrin kompleksi esaslı antimikrobiyal bir tekstil ürünü tasarımı*. Uluslararası Temizlik & Kişisel Bakım Ürünleri ve Üretim Teknolojileri Sempozyumu ve Sergisi 2013, Çeşme.
- Türkoğlu, G. C., Sarıışık, M., Erkan, G., Erden, E., Pazarlıoğlu, N., Öztuna, S. ve diğer. (2013b). *Formation inclusion complexes of b-cyclodextrin-thymol and the antibacterial properties as textile finishing*. Aachen Dresden International Textile Conference, Almanya.
- Voncina, B., Kreft, O., Kokol, V. ve Chen, V. T. (2009). Encapsulation of rosemary oil in ethylcellulose microcapsules. *Textile and Polymer Journal*, 1, 13-18.
- Wang, C. X. ve Chen, L. (2005). Fragrance-release property of β -cyclodextrin inclusion compounds and their application in aromatherapy. *Journal of Industrial Textiles*, 34 (3), 157-166.

Wang, J., Zheng, W. ve Song, Q. (2009). Preparation and characterization of natural fragrant microcapsules. *Journal of Fibre Bioengineering and Informatics*, 1, 293-300.

Yeşilada, E., Honda, G., Sezik, E., Tabata, M., Fujita, T., Tanaka, T. ve diğer. (1995). Traditional medicine in Turkey. V. Folk medicine in the inner Taurus Mountains. *Journal of Ethnopharmacology*, 46 (3), 133-152.

Zhao, G., Yin, Z., Liu, L., Mao, X. ve Su, Z. (2013). Anti-hepatitis B virus activity of 8-epi-kingside in *jasminum officinale* var. *Grandiflorum*. *Chinese Herbal Medicines*, 5, 53–57.

Zhao, G., Yin, Z. ve Dong, J. (2009). Antiviral efficacy against hepatitis B virus replication of oleuropein isolated from *Jasminum officinale* L. var. *grandiflorum*. *Journal of Ethnopharmacology*, 125 (2), 265–268.