



T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**HAVACIVA OTU (*Alkanna tinctoria*) YAĞININ
MİKROKAPSÜLASYONU VE FARKLI TEKSTİL
YÜZEYLERİNE APLİKASYONU**

BEKİR CANBOLAT

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

KAHRAMANMARAŞ 2019

T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**HAVACIVA OTU (*Alkanna tinctoria*) YAĞININ
MİKROKAPSÜLASYONU VE FARKLI TEKSTİL
YÜZEYLERİNE APLİKASYONU**

BEKİR CANBOLAT

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana Bilim Dalı

KAHRAMANMARAŞ 2019

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi Bekir CANBOLAT tarafından hazırlanan “HAVACIVA OTU (*Alkanna tinctoria*) YAĞININ MİKROKAPSÜLASYONU VE FARKLI TEKSTİL YÜZEYLERİNE APLİKASYONU” adlı bu tez, jürimiz tarafından 28/11/2019 tarihinde oy birliği ile Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

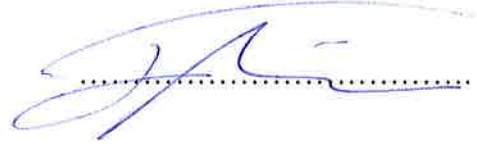
Dr. Öğr. Üyesi İsmail TİYEK (DANIŞMAN)
Tekstil Mühendisliği Bölümü
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi



Doç. Dr. Serhan URUŞ (ÜYE)
Kimya Bölümü
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi



Dr. Öğr. Üyesi Eyyüp KARAOĞUL (ÜYE)
Gıda Mühendisliği Bölümü
Harran Üniversitesi



Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylıyorum.

Prof. Dr. Mustafa YAZICI



Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

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

Bekir CANBOLAT



Bu proje Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (KSÜ), Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.

Proje No:2014/01-59YLS

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

**HAVACIVA OTU (*Alkanna tinctoria*) YAĞININ MİKROKAPSÜLASYONU VE
FARKLI TEKSTİL YÜZEYLERİNE APLİKASYONU
(YÜKSEK LİSANS TEZİ)**

BEKİR CANBOLAT

ÖZET

Bu tezin amacı, tabiatta doğal olarak yetişen havacıva otu (*Alkanna tinctoria*) özü içeren mikrokapsüllerin elde edilmesi ve mikrokapsüllerin kumaşa aktarılmasıdır. Bu çalışmada mikrokapsül yapımı için etken madde olarak havacıva yağı, kabuk malzemesi olarak maltodekstrin ve arap zankı kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin üretimi püskürterek kurutma yöntemiyle yapılmıştır. Çalışma kapsamında değişik oranlarda havacıva yağı, maltodekstrin ve arap zankı kullanarak en verimli kapsül elde etme emülsiyon oranı belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile karakterize edilmiştir. Ek olarak, mikrokapsülasyonu açıklamak ve kimyasal yapısını araştırmak için Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), termogravimetrik analiz (TGA), ve mikrokapsüllerde gözenekli yapı olup olmadığını anlamak için yüksek çözünürlüklü yüzey alanı ve mikro gözenek boyutu analizi (BET) yapılmıştır. Elde edilen mikrokapsüller emdirme yöntemi ile pamuklu örme kumaşa aktarılmıştır. Kumaş üzerinde mikrokapsüllerin varlığı elektron mikroskobu (SEM) ile gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Havacıva (*Alkanna tinctoria*), Mikrokapsülleme, Püskürterek Kurutma, Maltodekstrin, Arap Zankı.

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Kasım / 2019

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi İsmail TİYEK

İkinci Danışman: Prof. Dr. Mehmet Hakkı ALMA

Sayfa sayısı: 125

**MICROENCAPSULATION OF ALKANNA TINCTORIA OIL AND
APPLICATION TO DIFFERENT TEXTILE SURFACES
(MASTER THESIS)**

BEKİR CANBOLAT

ABSTRACT

The aim of this thesis is to obtain microcapsules containing alkanet plant (*Alkanna tinctoria*) extract which grow naturally in nature and to transfer microcapsules to fabric. In this study, alkanet oil, maltodextrin and gum arabic were used as active ingredients for microcapsule production. Microcapsules were produced by spray-drying. Within the scope of the study, the most efficient capsule emulsion ratio was determined by using different amounts of alkanet oil, maltodextrin and gum arabic. The morphology of the microcapsules was characterized by scanning electron microscopy (SEM) and optical microscope. In addition, Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR), thermogravimetric analysis (TGA), and high resolution surface area and micropore size analysis (BET) were used to explain microencapsulation and to investigate the chemical structure. The obtained microcapsules were transferred to cotton knitted fabric by impregnation method. The presence of microcapsules on the fabric was observed by electron microscopy (SEM).

Keywords: Alkanet (*Alkanna tinctoria*), Microencapsulation, Spray Drying, Maltodextrin, Gum Arabic.

Kahramanmaraş Sütçü İmam University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Materials Science and Engineering, November / 2019

Supervisor: Asst. Prof. Dr. İsmail TİYEK

Co-Supervisor: Prof. Dr. Mehmet Hakkı ALMA

Page Numbers: 125

TEŞEKKÜR

Tezimin tüm faaliyetlerinde, bilgi birikimi ve tecrübesi ile çalışmayı yönlendiren, en yoğun zamanlarında bile büyük sabır ve anlayışla beni dinleyen yardımcı esirgemeyen değerli danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi İsmail TİYEK'e sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında destek ve yardımlarını esirgemeyen Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Hakkı ALMA'ya, Harran Üniversitesi Gıda Mühendisliği bölümü öğretim üyesi Dr. Öğr. Üyesi Eyyüp KARAOĞUL'a, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu Tekstil, Giyim, Ayakkabı ve Deri Bölümünden Öğr. Bilal ÇONTAR ve Öğr. Gör. Mahmut KILINÇKIRAN'a, Arş. Gör. Tufan SALAN'a sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Deney safhasında destek ve yardımlarını esirgemeyen Öğr. Gör. Hakan YAYKAŞLI'ya, Arş. Gör. Elif Sena KIRMIZIKAYA'ya, USKİM numune kabul görevlisi Feridun KOÇER'e, Teknisyen Ali AKKÜNCÜ'ye saygı, sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda kullandığım malzemelerin temininde yardımlarını esirgemeyen Dursun DEMİR'e teşekkürü bir borç bilirim.

Finansal olarak bu tezin tamamlanmasında desteği bulunan Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BAP)'ne teşekkürlerimi sunarım.

Desteklerini ve sevgilerini her zaman hissettiren ve her zaman yanımda olan anneme, babama ve sevgili geniş aileme sonsuz saygı, sevgi ve şükranlarımı sunarım.

Bekir CANBOLAT

Kasım 2019

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii
EKLER DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
1.1. Dünya’da Tekstil Sektörünün Mevcut Durumu ve Eğilimler	2
1.2. Çok Fonksiyonlu ve Akıllı Tekstiller	3
1.3. Tekstil Sektöründe Tıbbi ve Aromatik Bitkiler	4
1.4. Tekstil Ürünlerinde Antibakteriyel Aktivite	6
1.5. Havacıva (<i>Alkanna tinctoria</i>) Bitkisi	7
1.5.1. Havacıva yağı	10
1.6. Mikrokapsül Teknolojisi	11
1.6.1. Mikrokapsüllerin yapısı	13
1.7. Mikrokapsülleme Yöntemleri	18
1.7.1. Kimyasal mikrokapsülleme yöntemleri	20
1.7.2. Mekanik mikrokapsülleme yöntemleri	25
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR/LİTERATÜR ÖZETİ	36
3. MATERYAL VE METOT	52
3.1. Materyal	52
3.1.1. Kullanılan kimyasal malzemeler	52
3.1.2. Kullanılan cihazlar	54
3.1.3. Analizlerde kullanılan cihazlar ve test yöntemleri	55
3.2. Metot	61
3.2.1. Emülsiyon hazırlama	62

3.2.2. Püskürterek kurutma.....	63
3.2.3. Mikrokapsüllerin kumaşa aktarılması.....	63
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	66
4.1. Mikrokapsül Tozların Analizlerin	66
4.1.1. Mikrokapsül miktarı ve verimlilik analizi	68
4.1.2. Su aktivitesi analizi.....	68
4.1.3. Islanabilirlik analizi	69
4.1.4. Kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu	69
4.1.5. Hausner oranı ve Carr indeks	70
4.1.6. İstatiksel analizler	71
4.2. FTIR Analizi.....	76
4.3. SEM Analizi	77
4.4. BET Analizi	83
4.5. TGA Analizi	86
4.6. Mikrokapsül Aplike Edilmiş Kumaşların SEM Analizi.....	87
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	90
KAYNAKLAR.....	95
EKLER	102
ÖZGEÇMİŞ.....	110

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Havacıva bitkisi.....	7
Şekil 1.2. Havacıva kökü.....	8
Şekil 1.3. Alkannin	9
Şekil 1.4. Shikonin	9
Şekil 1.5. Havacıva yağı.....	11
Şekil 1.6. Mikrokapsül yapısı.....	12
Şekil 1.7. Mikrokapsül morfolojisi.....	14
Şekil 1.8. Maltodekstrin kimyasal yapısı	16
Şekil 1.9. Maltodekstrinlerin kullanım alanları	16
Şekil 1.10. a) Acacia Senegal, b) Acacia seyal	17
Şekil 1.11. Arap zımkı	17
Şekil 1.12. Arap zımkı yapısı.....	18
Şekil 1.13. Basit koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretim aşamaları	23
Şekil 1.14. Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretim aşamaları	24
Şekil 1.15. Püskürterek kurutma cihazı ve şematik gösterimi.....	26
Şekil.1.16. Atomizer çeşitleri a) basınçlı atomizer, b) pnömatik atomizer, c) santrifüj atomizer	29
Şekil 1.17. Kurutma bölgesinde hava akım yönleri	30
Şekil 1.18. Sıcak eriyik yöntemi ile mikrokapsül oluşumu.....	33
Şekil 1.19. Santrifüj çekme yöntemiyle mikrokapsülleme işlemi.....	34
Şekil 1.20. Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu	35
Şekil 3.1. Arap zımkı	52
Şekil 3.2. Çalışmada kullanılan örme kumaşlar: a) Süprem, b) Lakost ve c) Ribana	54
Şekil 3.3. Püskürterek kurutma cihazı	54
Şekil 3.4. Hassas terazi	55
Şekil 3.5. Homojenizatör	55

Şekil 3.6. Taramalı elektron mikroskopu (SEM)	56
Şekil 3.7. Perkin Elmer spektrum 400 cihazı (FTIR).....	57
Şekil 3.8. Micromeritics TriStar II BET cihazı	58
Şekil 3.9. Exstar TG/DTA 6300 termogravimetrik analizi cihazı.....	59
Şekil 3.10. Aqualab Pre su aktivitesi ölçme cihazı	60
Şekil 3.11. Bakon B15 mini spray dryer	63
Şekil 3.12. Mikrokapsüllerin toplanması.....	63
Şekil 3.13. Laboratuvar tipi fular cihazı.....	65
Şekil 4.1. Mikrokapsüllere ait FTIR spektrumları.....	76
Şekil 4.2. MK1 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri.....	77
Şekil 4.3. MK2 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri.....	78
Şekil 4.4. MK3 mikrokapsüllerin SEM görüntüleri	78
Şekil 4.5. MK4 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri.....	78
Şekil 4.6. MK5 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri.....	79
Şekil 4.7. MK6 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri.....	79
Şekil 4.8. MK7 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri.....	79
Şekil 4.9. MK8 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri.....	80
Şekil 4.10. MK9 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri	80
Şekil 4.11. MK10 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri	80
Şekil 4.12. MK11 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri	81
Şekil 4.13. MK12 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri	81
Şekil 4.14. MK13 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri	81
Şekil 4.15. MK14 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri	82
Şekil 4.16. Mikrokapsüllerin TG/DTA/DTG eğrileri.....	86
Şekil 4.17. Mikrokapsül applike edilmiş kumaşların SEM görüntüleri	88

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. Mikrokapsülleme yöntemleri	20
Çizelge 3.1. Kumaş özellikleri	53
Çizelge 3.2. Carr indeksi, Hausner oranı ve akışkanlık ilişkisi	61
Çizelge 3.3. Emülsiyon hazırlama reçetesi.....	62
Çizelge 3.4. Mikrokapsül aplikasyon flote içerikleri	64
Çizelge 4.1. Mikrokapsüllerin deneme sonuçları	67
Çizelge 4.3. Mikrokapsüllerin korelasyon analiz çizelgesi	71
Çizelge 4.4. Üretilen mikrokapsüllerin IBM SPSS Statistics 22.0 programında yapılan regresyon analiz sonuçlarının özeti	75
Çizelge 4.5. Mikrokapsüllerdeki fonksiyonel gruplar ve dalga boyları	77
Çizelge 4.6. SEM’de ölçülen mikrokapsül boyutları	83
Çizelge 4.7. Havacıva mikrokapsüllerine ait BET yüzey alanı analizi	84
Çizelge 4.8. Havacıva mikrokapsüllerine ait BET gözenek hacmi analizi	84
Çizelge 4.9. Farklı hammaddelerden üretilen ticari aktif karbonların yüzey alanları	85
Çizelge 4.10. Mikrokapsüllerin TGA analizi sonucu elde edilen veriler	87

EKLER DİZİNİ

Ek A. Mikrokapsül Miktarı İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları	102
Ek B. Mikrokapsül Verimliliği İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları.....	103
Ek C. Su Aktivitesi İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları	104
Ek D. Islanabilirlik İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları	105
Ek E.Kitle Yoğunluğu İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları	106
Ek F. Sıkıştırılmış Kitle Yoğunluğu İle İlgili Regresyon Analizler.....	107
Ek G. Hausner Oranı İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları	108
Ek H. Carr İndeksi İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları.....	109



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

dTGA	: Diferansiyel Termogravimetrik Analiz
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri Analizi
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirmeli Elektron Mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik Analiz
BET	: Yüzey Alanı Ve Mikro Gözenek Boyutu Analizi
FDA	: Amerikan Gıda ve İlaç Dairesi
DE	: Dekstroz Eşdeğeri
HPLC	: Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
GC-MS	: Gaz Kromatografisi- Kütle Spektrometresi
HLB	: Hidrofilik-Lipofilik Denge
FDM	: Faz Değiştiren Madde
PVA	: Polivinil Alkol
PAN	: Poliakrilonitril
CHNS	: Elementel Analiz
UV	: Ultra Viole Işığı
nm	: Nanometre
%CV	: Varyasyon katsayısı
µm	: Mikrometre
a_w	: Su aktivitesi

1. GİRİŞ

Tekstil sektörü ülkemiz ekonomisinin en önemli sektörlerinden birisidir. Ayrıca, Türkiye'nin konum itibarıyla Avrupa ve Orta Doğu pazarlarına yakınlığı, dinamik ve ekonomik işgücü ile her geçen gün büyümesi beklenen önemli bir sektördür. Bu önemi korumak ve arttırmak için ise değişen pazar koşulları ve gelişen teknolojiye ayak uydurmak, beklentilerin ve taleplerin dikkate alınması gerekmektedir (Çakar, 2015).

Değişen dünya düzeninde Türk tekstil ve hazır giyim sektörünün uluslararası pazarlarda rekabet gücünü koruyabilmesi için, katma değeri yüksek, nitelikli, farklılık yaratan ve pazar payını arttıran ürünlerin üretimine yönelmesi bir zorunluluk haline gelmiştir. Bu noktada, estetik ve dekoratif özelliklerinden ziyade, öncelikle teknik performansları ve fonksiyonel özellikleri için üretilen tekstil malzemeleri ve ürünleri önemli bir alternatif haline gelmiştir. Bu ürünlerden insan sağlığını yakından ilgilendiren tıbbi ve hijyen amacıyla kullanılan medikal tekstiller büyük bir öneme sahiptir (Beşen, 2016).

Tekstil ürünleri sadece giyim eşyası olarak değil ev tekstil ürünleri, endüstriyel kullanımlar gibi alanlarda da yerini almış ve ciddi ihtiyaçları karşılamıştır. Bu anlamda tekstil ürünlerinden beklenen özelliklerde farklılıklar ortaya çıkarmıştır. Bu isteklerin tetiklediği araştırmalarla oluşturulan ürünler artık diğer tekstil ürünlerinden farklı olarak akıllı tekstiller veya teknik tekstiller olarak adlandırılmaya başlanmıştır. Akıllı tekstiller değişen çevresel etkileri algılayabilen ve yanıtlayabilen, belli bir koşulu sağlamaya yönelik olarak otomatik değişim özellikleri olan malzemelerdir. Bu bakımdan teknik tekstiller; endüstride, uzay sanayisinde, askeri alanda, denizcilikte, tıpta, inşaatta, jeotekstillerde, ulaşımda ve yüksek teknoloji uygulamalarında kullanılan fonksiyonellik gerektiren tekstil ürünleridir (Çimen, 2007).

Teknik tekstillerin tüm tekstil üretimdeki payı her geçen gün artmaktadır ve artacağı da öngörülmektedir. Tekstil içerisinde gelişen bu sektörün maliyetler olarak değerlendirildiğinde ar-ge ve teknoloji bileşeninin yüksek işçilik bileşeninin düşük olduğu görülmektedir. Teknik tekstil ürünlerin üretiminde çalışan bir kişi ürettiği değer, normal bir tekstil işçisinin ürettiği değer iki katına kadar çıkmaktadır (Çimen, 2007).

1.1. Dünya’da Tekstil Sektörünün Mevcut Durumu ve Eğilimler

Tekstil ürünleri üretiminde meydana gelen ve gelebilecek olan önemli değişiklikler açısından, konfeksiyon dâhil tüm tekstil ürün yelpazesindeki mevcut durum ve olası gelişmeler, ana hatları ile aşağıdaki gibidir (Balcı, 2006);

- Modaya yönelik, parti üretimi yapılan ve sağladığı katma değer daha yüksek olan ürünlerin pazar payı %20 dolaylarındadır.
- Moda-marka ürünlerinin pazar payı %5’i geçmese de, sağladıkları katma değer yüksekliği nedeniyle şu anda bütün tekstilcilerin rüyası olmaya devam etmektedir.
- Ucuz, sıradan, seri üretilen tekstil ürünleri halen hacim olarak pazarın yaklaşık %55-60 kadarını oluşturmaktadırlar. Tekstil sektöründe mevcut kapasite fazlasının hemen hemen tamamı bu gruba aittir. Bir diğer deyişle, bu türden ürünlerin üretimini arttırmaya her an imkân sağlayacak atıl kapasite, dünyanın bir veya birkaç köşesinde mevcuttur.
- Tekstil pazarının geri kalan, yaklaşık %20’sini teknik tekstillerin oluşturduğu söylenebilir. Başlangıçta urgan, halat, çuval, yelken bezi, keçe gibi kısıtlı miktar ve kullanım yeri olan teknik tekstillerin kullanım alanları, ziraattan inşaata kadar her türlü taşıt ve taşıma aracından savunma sanayine, sağlık sektörüne kadar geniş bir alana yayılmaktadır. Önümüzdeki 15-20 yıl içinde teknik tekstillerin miktarının ve öneminin artması beklenmektedir. Buna ilaveten, tekstil elyaf ve malzemelerini diğer polimer ve/veya malzemelerle karıştırılarak oluşturulan kompozit malzemelerin önemi büyük ölçüde artacaktır.
- Gelecekte, giyenlere, kullananlara örtme ve süslemenin ötesinde, başta sağlık, güvenlik ve enformasyon alanlarında olmak üzere, başka hizmetler de sunabilen çok işlevli akıllı tekstil ürünlerinin üretimi ve kullanımını sağlanacak ve gelişecektir.
- Daha uzun vadede çok işlevli akıllı tekstil ürünlerinin ciddi boyutlu pazar payı alacağı beklenmelidir. Ciddi Ar-Ge çalışmaları sonucu geliştirilecek bu ürünlerin üretimi uzun yıllar güçlü Ar-Ge imkânlarına sahip bilgi toplumu ülkelerin tekelinde kalacak ve dolayısıyla sağladıkları katma değer de yüksek olacaktır (https://www.tubitak.gov.tr/tubitak_content_files/vizyon2023/tekstil/tekstil_son_sorum.pdf).

1.2. Çok Fonksiyonlu ve Akıllı Tekstiller

19. yüzyıl başlarında gelişmeye başlayan tekstil endüstrisi nanoteknoloji sayesinde yeni bir döneme girmiş olacak. Tekstil malzemelerine nanometre boyutlarında farklı özellikler kazandırılması önemli gelişmelere yol açacak. Örneğin; mikrop barınmasını ve kokuyu önlemek amacıyla çorap ipliğinin gümüş nano parçacıklarla katkılandırılması, suyu iten kumaşlardan yapılmış giysiler kirlenmeyeceğinden ütü ve yıkama sorunu ortadan kalkmış olacak. Esnek ve yıkanabilen sensörlerin kumaşa aktarılması ile de elbiselerimiz görecek, duyacak, hissedecek, komut verecek, enerji üretecek. Kumaş ipliğine elektronik ve optik özelliklerin kazandırılması ile aydınlatma özelliğine sahip giysiler ve renk değiştiren giysiler elde edilebilecek (Bayındır, 2005). Tekstillerde, life uygulanacak tüm yüzey işlemleri tekstilin özelliğini değiştirebilmektedir. Akıllı tekstiller olarak geliştirilen bu teknoloji ile ıslanmayan yüzeyler veya yüzeye bazı özelliklerin kazandırılması, ısı, kirlilik tutuculuğu, yalıtım vb. özellikler kazandırılmaktadır. Bunların yanı sıra renk değiştirebilen veya ısıya, neme duyarlı olan kıyafetlerin geliştirilmesi konusunda çalışmalar sürdürülmektedir (Şener ve Bulat, 2009). Günümüzde geliştirilen çok işlevli elyaflar, koruyucu hastane elbiseleri, yüksek performanslı spor giysileri, askeri giysiler gibi birçok farklı alanda uygulama bulunmaktadır (Yılıgör, 2006). Ayrıca, çevresel değişimleri algılayarak renk, gözenek ve kalınlık özelliklerini bunlara göre değiştirebilen, mikropları öldüren, cildi besleyip masaj yapabilen, bazı ilaçların deriden vücuda verilmesini sağlayan çok boyutlu ve çok işlevli akıllı tekstillerin üretiminde önemli gelişmeler kat edilmesi beklenmektedir. Bu tür akıllı ve çok fonksiyonlu tekstillerin üretiminde “nonwoven” üretim teknolojileri de daha fazla kullanılmaya başlayacak; fiziksel özellikleri, kullanım özellikleri ve görünüm açısından dokuma ve örme kumaşlara eşdeğer olan “nonwoven” kumaşların üretimi mümkün olacaktır (Şener ve Bulat, 2009). Günümüzde akıllı tekstil ürünlerinin bazıları ticarileşmiştir. Bu akıllı tekstil ürünlerinin bazıları, iklim kontrolü yapabilen giysiler, insana koruma sağlayan giysiler, selülit önleyen çoraplar, bakteri üretmeyen tişörtler, leke tutmayan elbiselerdir (Balcı, 2006).

Nanoteknoloji kullanılarak üretilen ürünler, bu alanda yapılabilecek yenilikler düşünüldüğünde, son derece sınırlıdır. Akıllı tekstillerin son zamanlarda gündeme sıkça gelmesi, öneminin kavranması ve bu yönde ileride güçlü bir talebin oluşacağı beklentisi nedeniyle ülkemizde bu alana girecek firma sayısında artışların olacağı beklenmektedir. Nanoteknoloji kullanılarak elde edilen tekstillerden üretilen bazı hazır giyim ürünlerinin gelecekteki kullanım alanları ile ilgili tahminler şunlardır (Anayurt, 2014):

- Güneşte uzun süre giyilebilir enerji depolayan sensörlerin eklendiği giysiler,
- Bilgi elde edebilen ve iletebilen sensörlerin eklendiği giysiler,
- Çok katlı ve incelikli koruma sağlayan giysiler,
- Suçu ortaya çıkaran giysiler,
- Yaraların iyileşmesine yardımcı olan giysiler,
- Kendi kendini onaran giysiler,
- Yer çekimine karşı koyabilme özelliği olan giysiler de gelecekteki kullanım alanları olarak öngörülmektedir.

Türkiye'deki akıllı tekstil ürünlerinin pazar değeri hakkında herhangi bir veri bulunmamaktadır. Bununla birlikte ülkemizde akıllı tekstil üretimi yapan az sayıda firma bulunmaktadır. Bu araştırma, nanoteknoloji ile üretilmekte olan giyim ürünlerinin ülkemizde, bugünkü talep düzeyini belirlemek, buna bağlı olarak da gelecekte ulaşacağı noktayı tahmin etmeye yönelik olarak planlanıp yürütülmüştür (Anayurt, 2014).

Mikrokapsüller 1930'lu yıllarda başlayarak öncelikli olarak ilaç ve matbaa sektöründe kullanılarak insan hayatına girmiştir. Daha sonraki yıllarda hızla gelişen yeni yöntemler ve uygulama alanlarıyla ilaç ve yiyecek sektörünün vazgeçilmez ögesi haline gelmiştir. Mikrokapsüller 1960'lı yıllarda uzay projeleri kapsamında tekstil ürünleriyle birlikte düşünölmeye başlamıştır; fakat ilk ticari uygulamaları 1990'ların sonuna rastlamaktadır. Özellikle akıllı tekstil ürünleri üretiminde kullanılan mikrokapsül teknolojisi çoğu yönüyle ülkemizde yeni bir sektördür ve dünya piyasasında da hızla gelişmekte olan bir sektördür (Çimen, 2007).

Tüm bu noktalardan bakıldığında mikrokapsül teknolojisiyle konvansiyonel tekstil ürünlerine yeni özellikler katmak, tekstil sektörünün geleceğinin rotasında bulunmaktadır. Bu amaçla bu araştırmada mikrokapsül oluşumu ve bu kapsüllerin kumaşlara katılma olanakları ve kazandırabileceği özellikler hakkında literatür araştırması ve deneysel çalışmalar yapılmıştır (Çimen, 2007).

1.3. Tekstil Sektöründe Tıbbi ve Aromatik Bitkiler

Tıbbi ve aromatik bitkiler, hastalıkları önlemek, sağlığı sürdürmek veya hastalıkları iyileştirmek için ilaç olarak kullanılan bitkilerdir. İnsanların doğala yönelmesi ile birlikte tıbbi ve aromatik bitkilere ilgi gün geçtikçe artmaktadır. Tıbbi aromatik bitkiler, hastalıkları önlemek ve iyileştirmek, sağlığı devam ettirmek için insanlık tarihinin başlangıcından beri

ilaç olarak kullanılan bitkilerdir. Bu bitkilerin kullanımları ilaç, gıda, meşrubat, kozmetik sanayi, sabun ve parfüm üretiminde sınırlı kalmamış, günümüzde organik tarım ve hayvancılıkta kullanımları artış göstermektedir. Ayrıca günümüzde farklı özelliklerinden dolayı birçok sektörde de kullanılmaya başlanmıştır. Bunlardan bir tanesi de tekstil sektörüdür. Tıbbi ve aromatik bitkiler barındırdıkları antibakteriyel özellik sayesinde sentetik tekstil bitim maddelerine alternatif oluşturmaktadır. Tekstilde kullanılacak antibakteriyel maddelerden beklenen en önemli özelliklerden bir tanesi kullanılan maddenin insan ve çevre sağlığını olumsuz etkilememesi ve tekstil mamulünün diğer özelliklerini olumsuz yönde değiştirmemesidir. Bu nedenle son yıllarda çevre dostu ve doğal esaslı antibakteriyel maddelerin eldesi ve tekstil uygulamalarına olan ilgi hızla artmaktadır (Güler ve ark., 2015).

Son yıllarda tıbbi ve aromatik bitkilerin ve bunlardan elde edilen ürünlerin kullanımına olan ilgi hızla artmaktadır. Dolayısıyla gelecek yıllarda sürekli artan talebi karşılamak, standartlara uygun ürün elde etmek için tıbbi ve aromatik bitki üretiminin, bunlardan elde edilen bitki ekstraktlarının ve bu ürünleri işleyen sanayi kollarının büyümesi ve artması beklenmelidir (Güler ve ark., 2015).

Medikal tekstiller, teknik tekstil piyasasında gün geçtikçe gelişen bir sektör haline gelmiştir. Bununla birlikte medikal ve hijyen uygulamaları için kullanılan fonksiyonel tekstiller de dikkat çekici ürünler arasında yer almaktadır. Sonuç olarak araştırmacılar müşterilerin gereksinimlerini karşılamak amacıyla sağlık sektöründe kullanılan tekstil ürünlerini geliştirmeye odaklanmışlardır. Günümüzde, tüketicilerin hijyenin önemi ve mikroorganizmaların zararlı etkilerinin önemini bilmesi tercihlerinin değişmesine neden olmaktadır. Son yıllarda gerçekleşen teknolojik gelişmeler insanların kalite standartlarını arttırmış ve buna paralel olarak günümüzde konfor ve temizlik konusundaki beklentileri de arttırmıştır. İnsanlar günlük yaşamlarında ve evlerinde hijyene daha fazla önem vermeye başlamışlardır (Altınok, 2008).

Özellikle selüloz ve protein gibi doğal lifler içeren tekstil ürünleri mikropları kendine çekme konusunda oldukça yatkındır ki bunun sonucunda kumaşların özelliklerinin olumsuz etkilenmesi, kötü koku oluşumu, deri enfeksiyonları ve rahatsızlıkları meydana gelir. İşte tüm nedenler bakteri ve mantar gibi mikroorganizmalara karşı antimikrobiyal etkiye sahip giyim ürünlerinin gelişmesine neden olmaktadır (Güler, 2015).

Tekstilde kullanılacak antibakteriyel maddelerden beklenen en önemli özellik kullanılan maddenin insan ve çevre sağlığını olumsuz etkilememesi ve tekstil mamulünün fiziksel özelliklerini olumsuz yönde değiştirmemesidir. Öte yandan sektörde kullanılan antibakteriyel maddelerin neredeyse tamamı sentetik olup toksit etkilerinin olduğu belirtilmektedir. Bu nedenle son yıllarda çevre dostu ve doğal bitkisel esaslı antibakteriyel maddelerin eldesi ve tekstil uygulamalarına olan ilgi gün geçtikçe artmaktadır. Bu kapsamda, bitkilerden elde edilen uçucu yağların antibakteriyel aktivitelerinin araştırılması ve tekstil sektöründe kullanımı gün geçtikçe artmaktadır (Güler, 2015).

1.4. Tekstil Ürünlerinde Antibakteriyel Aktivite

Mikroorganizma mikro boyutlu canlılar için kullanılan genel tanımdır. Mikroorganizmalara halk arasında mikrop denilmektedir. Bunlar her ne kadar zararlı olarak bilinse de %99'u sağlık açısından zararsız ve çevreye faydası bulunan canlılardır ve sadece %1'lik kısmı patojenik ve hastalık yapıcı özelliğe sahiptir. Hastalık yapıcı mikroorganizmaların yaşamsal faaliyetlerine olumsuz müdahaleye antimikrobiyal aktivite denilmektedir (Çakar, 2015).

Bakteriler tekstil yüzeyinde uygun sıcaklık, nem ve diğer koşullar sağlandığında çok hızlı bir şekilde üreyebilirler. Tekstil yüzeylerinde bakterilerin üremesi neticesinde iki farklı tehlike ile karşılaşmak mümkündür. Bunlardan ilki, kontrolsüz bakteri üremesi sonucunda kötü koku oluşumu, konfor kayıpları ve insan sağlığına zarar verecek potansiyelde risk oluşmasıdır. İkincisi ise kumaş yüzeyinde meydana gelebilecek leke oluşumu, renk bozulmaları ve performans kayıplarıdır (Toprakkaya ve ark., 2003).

Antibakteriyel özellikli tekstil ürünleri tıbbi tekstiller, kişisel bakım ürünleri, hijyen ve tıbbi teknik tekstiller için ihtiyaç olarak düşünülmeyle birlikte, günümüzde sporcu giysileri ve askeri kıyafetler, döşemelik kumaşlar, iç çamaşırları ve çorap gibi günlük ürünlerde kullanılmaktadır (Güler ve ark., 2015).

Antibakteriyel maddeler ile ilgili önceki yıllarda gerçekleştirilen bilimsel ve AR-GE çalışmalarına bakıldığında, çalışmaların genellikle gümüş, çinko ve bakır gibi metallere ve zeolit gibi maddelere yoğunlaştığı görülmektedir. Ancak günümüzde tüketicilerin doğala yönelmesi ile birlikte tekstil sektörü adına farklı disiplinler tarafından yürütülen çalışmalarda ise bitkisel kaynaklı, doğal esaslı antibakteriyel maddelerin eldesi ile ilgili çalışmalar hızla devam etmektedir. Literatürde, çeşitli solventler ile elde edilen nar kabuğu ekstraktlarının, aleovera, yeşil çay, kırmızıbiber çekirdeği yağının, nane yağının, biberiye yağının, karanfil

yağının antibakteriyel aktivitelerinin olduğu ve bunların direk veya mikrokasüllelenerek tekstil yüzeylerine applike edildiği görülmektedir (Güler ve ark., 2015).

1.5. Havacıva (*Alkanna tinctoria*) Bitkisi

İsmi Alkanet olmakla birlikte Latince *Alkanna tinctoria* ve *Anchusa* isimleriyle de tanınır. Ülkemizde daha çok Havacıva adıyla bilinirken, Anadolu'da Kadirli yöresinde Enik, Elâzığ yöresinde Yerineği adıyla da anılır. Bu bitki Magnoliopsida (iki çenekliler) sınıfında, *Lamiales* takımına ait, *Boraginaceae* (Hodangiller) familyasında yer alan bir bitkidir. *Lamiales*, çok yıllık aromatik kokulu hermafrodit çiçekli bitkiler sınıfıdır. *Boraginaceae*, dünyada 100 tür içinde ortalama 2000 çeşit farklı çalı, ağaç ve herb bitkileriyle tropikal subtropikal ve ılıman bölgelerde yayılmış bir familyadır. Bu familyanın Türkiye'de 34 cinsi ve 300'den fazla türü bulunmaktadır (Öztav, 2009).

Havacıva bitkisine dünyada Doğu Akdeniz kıyılarında, Fransa'nın güneyinde, Britanya'da Hindistan ve Arnavutluk'ta Türkiye'de ise Doğu Karadeniz bölgesinde, Akdeniz bölgesinde ve özellikle İç Anadolu'da Eskişehir, Ankara, Ürgüp, Kayseri ve Divriği'de rastlanmaktadır (Kayabaşı ve ark; 2000; Öztav, 2009).



Şekil 1.1. Havacıva bitkisi

Havacıva bitkisi dik ya da yatık gelişen köseli gövdesi, dar sivri yapraklarıyla, düz ve geniş tek yöne bakan huni şeklindeki taç yapraklardan, daha uzun taçlı çiçeklerden oluşan kısmı ile sık sert tüylü bir bitkidir. Şekil 1.1'de havacıva bitkisi gösterilmiştir.

Nisan ve Temmuz aylarında mavi renkli çiçek açan bitki 10-30 cm arasında boylanır. Çok yıllık, otsu karakterde bir bitkidir (Birinci, 2008). Yetiştigi doğal yerler genelde, denize yakın güneşe bakan taşlıklık kumsallar ve taşlı, kumlu, kalkerli arazilerdir. Nötr ya da alkali iyice sulanmış bir toprağı tercih etmesine rağmen kuraklığa karşıda dayanıklıdır. Ayrıca -10°C' ye kadar soğuklara da dayanabilmektedir. Çok fakir topraklarda da iyi gelişme

göstermesi ve çarpıcı mavi-mor renkte çiçekleriyle öne çıkmaktadır. Çiçeklerinin dikkat çekici renkleri vurgu yapılmak istenen alanlar için uygundur. Ancak yapraklarının gösterişsiz olması ve çok gevsek dokulu bir gövde oluşturması nedeniyle çiçeksiz olduğu dönem etkisizdir. Doğada çam ağaçlarının altında yetişmesi kültürel alanlarda gölgeli ve yarı gölgeli alanlarda rahatlıkla kullanılabileceğini işaret etmektedir (Öztav, 2009). Bitkinin genelde de kökleri kullanılır. Kökler sonbaharda toplanır ve kurutulur. Şekil 1.2’de kurutulmuş havacıva kökleri verilmiştir.



Şekil 1.2. Havacıva kökü

Alkanna tinctoria köklerinin kullanımına dair ilk kayıt, irinli yaraların tedavisi için kullanımlarını tarif eden, Yunanlı doktor ve filozof Hippocrates’in çalışmalarında bulunmuştur (M.Ö. 3. ve 4. yüzyıl). Bitki bilimci ve bilgin Theophrastus’da (M.Ö. 3. ve 4. yüzyıl) boya özelliklerinden ve tıbbi uygulamalarından bahsetmiştir. Ayrıca, Büyük İskender’in, doktorları bitkisel tıp üzerinde çalışmaya yönelttiği bilinmektedir. *Alkanna tinctoria* kökünün tıbbi özellikleri, bu kampanyalarla hastalıkların ve yaraların tedavisinde kullanılmıştır (Sarıkürkcü, 2010).

Alkanin bileşiği, bitkinin köklerinden kolayca ekstre edilen koyu kırmızı pigmentlerin ana bileşenidir. Botanikçilerin ilgisini ilk çeken şey alkaninin son derece renkli doğası olmuştur. Kumaş boya maddesi olarak kullanımını ise hemen hemen M.Ö.’ye dayanmaktadır (Sarıkürkcü, 2010).

1976 yılında Papageorgiou, *Alkanna tinctoria* kök özütlerinin yara iyi edici ve antimikrobiyal özelliklerini yaptığı deneylerle klinik olarak doğrulamıştır ve alkanin türevlerini aktif komponentler olarak ilk tanımlayanıdır. Son zamanlarda, bu gibi bileşiklerin,

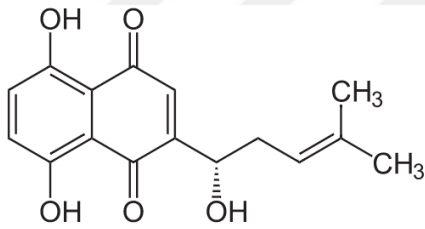
antitümör, antibakteriyel ve antienflamatuvar aktiviteler de sergiledikleri gösterilmiştir (Papageorgiou ve ark., 1999).

Günümüze kadar yapılan fitokimyasal çalışmalarda alkanna türlerinden flavonoidler, pirolizidin alkaloidleri, yağ asitleri ve naftokinon türevi elde edilmiştir. Bu türler arasında özellikle *Alkanna tinctoria* köklerinden elde edilen boyar madde, kozmetik sanayisinde renklendirici olarak kullanılmaktadır (Sarıkürkcü, 2010).

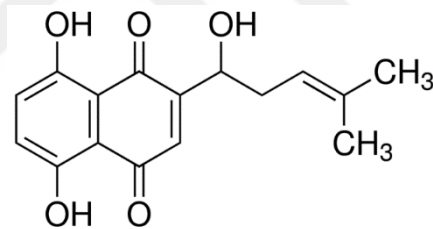
Yapılan farmakolojik aktivite tarama çalışmaları, Alkanna türlerinden elde edilen naftokinonların, yara iyi edici ve antimikrobiyal etkilerinin yanı sıra DNA-topoizomera I ve II enzimlerini inhibe ettiklerini göstermiştir (Sarıkürkcü, 2010).

Ülkemizde, *Alkanna tinctoria* (L.) Tausch ve *Alkanna orientalis*'in (L.) Boiss. kırmızı renkli köklerinden hazırlanan preparatlar kabızlığa karşı, yara iyi edici ve adet kesici olarak halk arasında kullanılmaktadır (Baytop, 1999).

Havacıva bitkisinin kökünde bulunan bileşenler tayin edilmiş olup, bitki kökünde bulunan en önemli 2 bileşik alkannin ve shikonindir (Papageorgiou ve ark., 1999). Şekil 1.3'te alkannin ve Şekil 1.4'de shikonin bileşiklerinin yapıları verilmiştir.



Şekil 1.3. Alkannin



Şekil 1.4. Shikonin

Shikonin bitki hücrelerinden üretilen kırmızı renkli bir naftokinon pigmentidir. Alkannin havacıva bitkisinin kökünden izole edilen ve koyu kırmızı renkli pigmentlerin asıl ögesi olarak kabul edilen ilk pigment maddesidir. 1935 yılında shikonin ve alkannin'den alınan özlerle bu bileşiklerin birbirlerinin enantiomeri olduğu bulunmuştur. Alkannin ve shikonin ile birlikte onların türevlerinin son 25 yıldır, kanser tedavisinde bazı deri kanserlerinde tümör oluşumunu engelleyen anti tümör aktiviteye sahip oldukları bilinmektedir. Havacıva bitkisi ilaç endüstrisinde, kozmetikte ve likörlerin boyanmasında kullanılmaktadır. Ayrıca havacıva otu, rezene, tarçın, biberiye, kimyon, karabiber ve zeytinyağı ile hazırlanan ekstrakt, romatizma hastalıklarında kullanılmaktadır. Bitkisel boyacılıkta havacıva bitkisinin kökleri kullanılmaktadır. Havacıva kökleriyle yün halı

ipliğinde bazı mordanlarla yapılan boyama çalışmalarında güzel renkler elde edilmiştir (Kayabaşı ve ark. 2000; Öztav, 2009).

Shikonin (R enantiyomer), Doğu'da özellikle Çin'de bilinmektedir. Bu molekül, *Lithospermum erythrorhizon* Sieb. Et Zucc. bitkisinin köklerinden izole edilen kırmızı pigmentin ana ögesidir ve Çince'de çeşitli isimleri vardır; "tzu ts'ao", "tzu-ken" (mor kök) ve "hung-tzu ken" (kırmızımsı-mor kök). Shikonin, ipek boyası olarak kullanımı, tıptaki kullanımı kadar eskidir. *Lithospermum erythrorhizon* kökleri için iddia edilen tedavi edici özellikler şunlardır; yanıklar, hemoroid, yatak yarası, harici yaralar ve dermatitler. Bu özellikler, birçok eski metinde *Alkanna tinctoria* için iddia edilen tıbbi özelliklere (birbirlerinden bağımsız olarak) dikkat çekici bir şekilde benzemektedir. Shikonin ve onun türevlerini içeren çeşitli preparatlar, Çin, Japonya ve Kore'de, hala tıbbi amaçlar için kullanılmaktadır. Ayrıca Japonya'da, boya maddesi ve kozmetikte de kullanılmaktadır. Alkanin kadar, Shikonin için de iddia edilen tıbbi özellikler, son zamanlarda bilimsel olarak test edilmiştir (Papageorgiou ve ark., 1999). Şengül ve ark. (2009) içerisinde *Alkanna tinctoria* bitkisinin de bulunduğu bazı bitkilerin metanol özütlerini hazırlayarak bu özütlerin β -karoten-linoleik asit sistemiyle toplam antioksidan aktivitelerini, DPPH serbest radikal giderim aktivitelerini ve toplam fenolik bileşik miktarlarını belirlemişlerdir. Yapılan çalışmada *Alkanna tinctoria* bitkisinin 2 mg ml⁻¹ derişimdeki metanol özütünün β -karoten-linoleik asit sistemiyle toplam antioksidan aktivitesinin %79,80 olarak tespit edildiği rapor edilmiştir (Sarıkürkcü, 2010).

1.5.1. Havacıva yağı

Son yıllarda adını sıklıkla duymamızla beraber Havacıva bitkisi çok çok eski tarihlerden beri insanların çeşitli amaçlar için kullandığı bir bitkidir. İçi mavi, dışı siyaha yakın kırmızı renkteki kökün muhteviyatındaki boyar madde alkanindir. Bazık ortamda mavi renkteki bu madde, ortama asit eklenerek kırmızı renge döner. Alkol, eter ve yağda çözünen alkalın suda çözünmez. Havacıva kökü, bitkisel yağlar, şarap ve diğer alkollü içecekleri renklendirmek için antik çağlardan beri kullanır. Günümüzde bile Avustralya'da gıda boyası olarak kullanılmaktadır. Tekstilde de tercih edilen bir boyar maddedir. Ahşaba koyu kırmızı renk vermek için toz haline getirilerek yağla karıştırılır. Kozmetikte ise özellikle dudak parlaticıları ve rujlarda yaygın olarak tercih edilir (<https://www.arifoglu.com/hava-civa-nedir>, 2019).

Havacıva bitkisinden; havacıva çayı, havacıva yağı (Şekil 1.5.), havacıva tentürü, havacıva ekstresi, havacıva kremi ve merhemi üretilir (<https://www.arifoglu.com/hava-civa-nedir>, 2019).

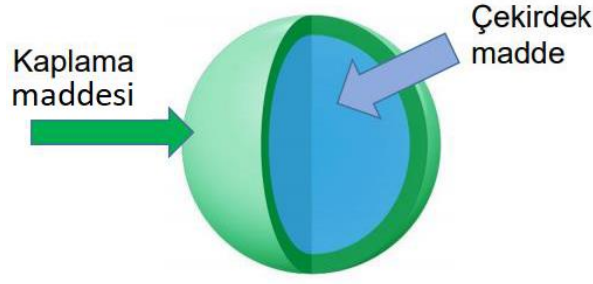


Şekil 1.5. Havacıva yağı

1.6. Mikrokapsül Teknolojisi

Tekstil ürünlerine fonksiyonel özellikler kazandırmada birçok teknik kullanılmaktadır. Bitim işlemleri ile fonksiyonel özelliklerin kazandırılması birçok araştırmacı için en alternatif yaklaşım olarak değerlendirilmektedir. Bu amaçla kullanılan yeni yöntemlerden biri olan mikrokapsülasyon yöntemi çeşitli uygulama alanları ile dikkat çekmektedir (Karagönlü, 2011).

Mikrokapsülleme, bir katı partikülün, sıvı damlasının veya gaz kabarcığının bir film tabaka oluşturacak maddeyle kaplanmasıdır (Çimen, 2007). Mikrokapsül, polimerik bir duvar ve bu duvar içerisinde hapsedilmiş sıvı maddesinden oluşur. Genel olarak kapsüllenen maddeye etkin madde veya çekirdek, kaplama maddesine de çeper, kabuk veya duvar materyali denir. Mikrokapsülasyon sonucu elde edilen ürünlere mikrokapsül adı verilmektedir. Mikrokapsülasyon işlemi genellikle çekirdek maddenin polimer matrisi içerisine yerleştirilmesi amacıyla birbirine karışmayan iki sıvıdan oluşan emülsiyon yapı içerisinde gerçekleştirilir (Alay, 2010). Şekil 1.6'de mikrokapsül yapısı gösterilmiştir.



Şekil 1.6. Mikro kapsül yapısı

Mikrokapsülasyon ile ilgili ilk çalışmalar tabletlerin draje haline getirilmesiyle başlamış, 1924 yılında Almanya’da balık yağı, kalsiyum fosfat gibi bazı maddelerin jelatin ile kapsüllenmesini içeren patent alımı ile devam etmiştir. Mikro kapsül çalışmalarının bugünkü anlamda başlaması Green ve Schleicher’in kompleks koaservasyon metodu ile ürettikleri karbonsuz kopya kâğıt çalışmasına dayanmaktadır (Karagönlü, 2011). Bu çalışmalar ilerleyen zamanlarda kozmetik, ilaç, ziraat ve gıda olmak üzere geniş uygulama alanları bulmuştur. Mikro kapsül çalışmalarının tekstil sektöründeki uygulamaları ise 1990’larda başlamaktadır. Mikro kapsülasyon tekniği ile kalıcı koku veren, güç tutuşur özellikli, sıcaklık ile renk değiştiren, böcek uzaklaştırıcı etkisi olan giysiler ve vücuda nemlendirici, dinlendirici özellik veren, selülit oluşumunu engelleyen, bronzlaşma etkisi veren kozmetik içerikli çorapların üretimi mümkün olmaktadır. Bunun yanı sıra mikro kapsülle tekstili birleştiren akıllı tekstil uygulamaları ile askeri alandan spor giysilerine, ev tekstilinden tedavi edici özellikteki vücut giysilerine kadar daha birçok alanda kullanılmaktadır. Mikro kapsülasyon, tekstil mamullerine diğer yöntemlerle kazandırılmayacak veya yüksek maliyetli bitim işlemlerinin vereceği etkileri sunmasından dolayı ilgi çeken ve kullanımı her geçen gün artan bir teknolojidir (Topbaş, 2011). Bunun yanı sıra mikro kapsülasyon fonksiyonel işlemlerin etkisinin uzun süre korunması için kullanılan önemli bir araçtır (Genç, 2016).

Mikro kapsülasyon teknolojisinin kullanım amaçları arasında şu sebepler yer almaktadır:

- Çekirdek maddenin dış çevre ile ilişkisini keserek maddeyi ışık, nem ve oksijen gibi etkenlerden koruyarak bozulmamasını sağlamak
- Çekirdek maddenin dış çevreye buharlaşmasını azaltarak aroma ve organik çözücülerin kapsüllenmesini sağlamak

- Çekirdek maddenin parçacık formda hazırlanmasını sağlayarak sıvı maddeleri kolay taşınabilir hale getirmek
- Toksik maddeler gibi zararlı maddelerin kapsüllenmesi gerektiğinde çekirdek maddenin daha güvenli olarak kullanılmasını sağlamak
- Çekirdek maddenin varsa kötü tat ve kokusunu maskeleyerek
- Amaca yönelik ve kademeli olarak madde salınımını gerçekleştirmek
- Tekstil yüzey yapısının özelliklerini etkilemeden kolaylıkla uygulanmasını sağlamak (Genç, 2016).

1.6.1. Mikrokapsüllerin yapısı

Mikrokapsüller öz madde ve kabuk ya da kaplama maddesi olarak isimlendirilen iki kısımdan oluşmaktadır. Öz madde aktif içerik ihtiva ederken kabuk maddesi öz maddeyi kapsamakta veya korumaktadır (Karagönlü, 2011).

Öz maddesi kaplanmaya uygun çeşitli katı, sıvı ve gaz maddeler olarak tanımlanabilmektedir. Öz maddesi çeşitli niteliklere sahip olabilir. Sıvı öz madde içinde dağıtılmış veya çözülmüş maddeler içerebilir. Katı öz madde aktif bileşen, stabilizatör, yardımcı madde, salınım hızı yavaşlatıcı veya hızlandırıcı olabilmektedir. Aktif ilaç içerikleri, proteinler, peptitler, uçucu yağlar, gıda maddeleri, pigmentler, boyalar, monomerler, katalizörler, pestisitler, yapışkanlar, faz değiştiren maddeler, yaşam hücreleri, bitki yağları gibi çeşitli maddeler öz maddesi olabilmektedir. Çok çeşitli öz maddelerinin kullanılabilmesi ve kapsüllemeden sonra öz maddenin özelliklerini kaybetmemesi mikrokapsülasyonun yaygın olarak kullanılmasını sağlamaktadır (Bansode ve ark., 2010).

Kabuk maddeleri; öz maddesine bağlanarak film oluşturma yeteneğine sahip fakat öz madde ile reaksiyona girmeyen maddelerdir. Mikrokapsüller, öz maddesini çeşitli kalınlıklarda saran bir veya daha fazla duvardan oluşmaktadır. Diğer isimleri membran, kabuk ya da duvar maddesidir. Kaplama maddelerinin dayanıklılık, esneklik, geçirmezlik ve mukavemet gibi özelliklere sahip olması istenmektedir (Karagönlü, 2011).

Kabuk maddesinin belli başlı özellikleri şunlardır.

- Öz maddeyi dengelemeli.
- Aktif madde ile tepkimeye girmemeli.
- Belirli şartlarda kontrollü salınım sağlamalı.
- Film formu alabilmeli, esnek ve tatsız olmalı ve bozulmamalı.
- Higroskopik olmamalı, yüksek viskoziteye sahip olmamalı.

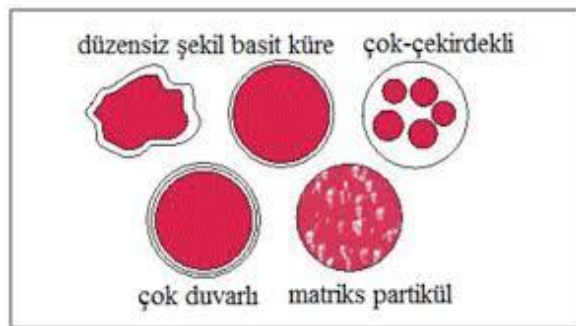
- Ekonomik olmalı.
- Sulu oramda veya çözücüde çözülebilir ya da eriyebilir olmalı.
- Esnek, sert ama kolayca kırılabilir olmalıdır (Bansode ve ark.,2010; Cosco, 2006).

Kabuk maddesi olarak doğal, yarı doğal ve sentetik polimerler kullanılmaktadır. Bu maddeleri şu şekilde sınıflandırmak mümkündür (Karagönlü, 2011):

- Suda çözünebilen reçineler:* Jelatin, arap zamkı, nişasta, polivinil piroidon, karboksimetil selüloz, hidroksietil selüloz, metil selüloz, arabinogalaktan, polivinil alkol, poliakrilik asit.
- Suda çözünmeyen maddeler:* Etil selüloz, polietilen, polimetakrilat, poliamid (nylon), poli (etilen vinil asetat), selüloz nitrat, silikon.
- Vakslar ve yağlar:* Parafin, balmumu, stearik asit, steril alkol, gliseril sterat.
- Enterik reçineler:* Cila, selüloz asetat, fitalat, zein.

Kabuk maddesi seçilirken öz maddenin ne amaçla kaplanacağı, kullanılacak maddenin özellikleri ve mikrokapsülleme hangi yöntemin kullanılacağı göz önünde bulundurulmalıdır.

Mikrokapsüller Şekil 1.7’de gösterildiği gibi dairesel veya düzensiz şekilli olabilirler. Dairesel şekilli mikrokapsüller özü kaplayan devamlı bir duvara sahiptir. Düzensiz şekle sahip olanlar ise mikrokapsül içinde hapsedilmiş daha küçük damlacıklardan oluşmaktadır. Mikrokapsüller yapılarına göre 3 temel sınıfa ayrılabilir (Karagönlü, 2011).



Şekil 1.7. Mikrokapsül morfolojisi

- Tek çekirdekli:* Mikrokapsüllerin en bilinen ve kullanılan çeşididir. Genelde tek çekirdekli mikrokapsüller dairesel veya elips şekline sahiptir.
- Çok çekirdekli:* Mikrokapsüller bir araya gelerek çoklu öz maddeye sahip mikrokapsül yapıları oluşturmaktadır.

c. *Matriks*: Matriks parçası yer fıstığı kümesine benzemektedir. Öz maddesi kabuk maddesinin içeriye doğru kıvrımlar oluşturmaya izin vermektedir.

Mikrokapsül boyutu 1µm'den 1mm'ye (=1000µm) kadar, kapsül hazırlanışı sırasındaki kullanılan materyal ve yonteme göre deęişiklik gösterir. Mikrokapsüllerin boyutları 1-1000 µm arasındadır. 1000 µm'den büyük kapsüllere makro-kapsüller, 1 µm'den küçük olanlara ise nanokapsüller denir (Aksoy, 2015).

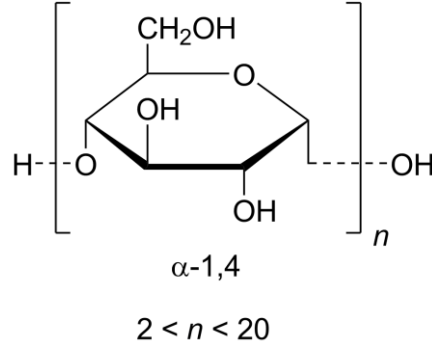
1.6.1.1. Maltodekstrin

Polimer yapıdaki nişastanın çeşitli kimyasal ve enzimatik tepkimeler sonucu yapısı deęiştirilebilmekte ve çok daha farklı yapıda ürünler üretilebilmektedir. Bu ürünlerden biride maltodekstrindir (Kearsley ve Dzedzic, 1995). Nişastanın kendini oluşturan şekerlere parçalanması “Nişastanın Konversiyonu” veya “Nişastanın Hidrolizi” olarak isimlendirilmektedir. Nişasta hidrolizi için; asit, asit-enzim, enzim-enzim dönüşümleri birlikte veya ayrıca kullanılabilir (Söbüçovalı, 2011).

Asit ile dönüştürmede nişasta sütü, hidroklorik asit gibi bir asit ilavesiyle yüksek sıcaklıkta ve basınç altında tutularak, glikoz ve yüksek şekerlere parçalanmaktadır. Nişastaların enzimatik dönüşümünde iki ana basamak vardır. Bunlar; sıvılaştırma (liquefaction) ve şekerleştirme (saccharification)'dir. Sıvılaştırma aşamasında nişastanın yapısındaki α 1,4 glikozidik bağları enzimler tarafından hidrolize edilir; böylece, jelin viskozitesi hızlı bir şekilde düşer ve maltodekstrinler üretilir (Söbüçovalı, 2011).

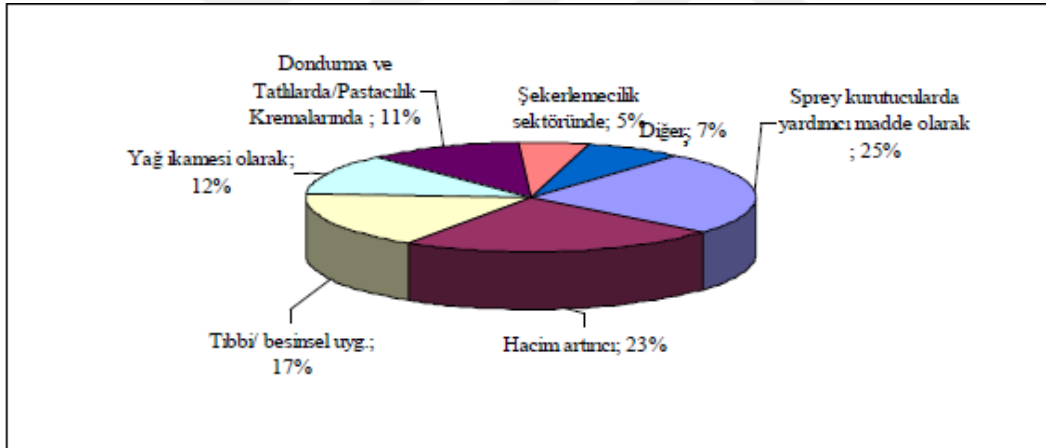
Nişastanın kısmi hidrolizi ile elde edilen maltodekstrin; suda çözünen, tatsız ürünler olup, FDA tarafından 20'den daha düşük DE değerlerine sahip ürünler olarak tanımlanmaktadır (Söbüçovalı, 2011).

Maltodekstrin moleküler büyüklükleri bakımından nişasta ve sakkaroz arasında olan ve (C₆H₁₀O₅)_n-H₂O genel formülü ile ifade edilen bileşiklerdir (Alexander, 1992). Maltodekstrinler, genellikle mısır nişastasının asit ya da enzimlerle parçalanması ile üretilen beyaz toz yapıda, sakkaritlerin karışımı olan bir üründür. Şekil 1.8'de maltodekstrin kimyasal yapısı verilmiştir. Moleküler ağırlığı polisakkaritlerle ile oligosakkaritler arasında deęişmektedir (Söbüçovalı, 2011).



Şekil 1.8. Maltodekstrin kimyasal yapısı

Tatsız veya çok az tatlı, suda kolay çözünen ve kolay absorblanabilen polimer yapıdaki maltodekstrinlerin DE 20'den küçüktür. 2 ile 20 glikoz biriminden oluşurlar ve D-glikoz birimleri birbirine α 1-4 glikozidik bağları ile bağlanmışlardır. Maltodekstrinler, maltooligosakkaritler olarak da adlandırılabilirler (Alexander, 1992). Maltodekstrinler, doğal nişastalardan farklı olarak suda çözünebilirler, yenilebilir hidrokolloidlere göre daha ucuzdurlar ve ağızda yoğun dolgunluk hissi vermektedirler (Söbüçovalı, 2011).

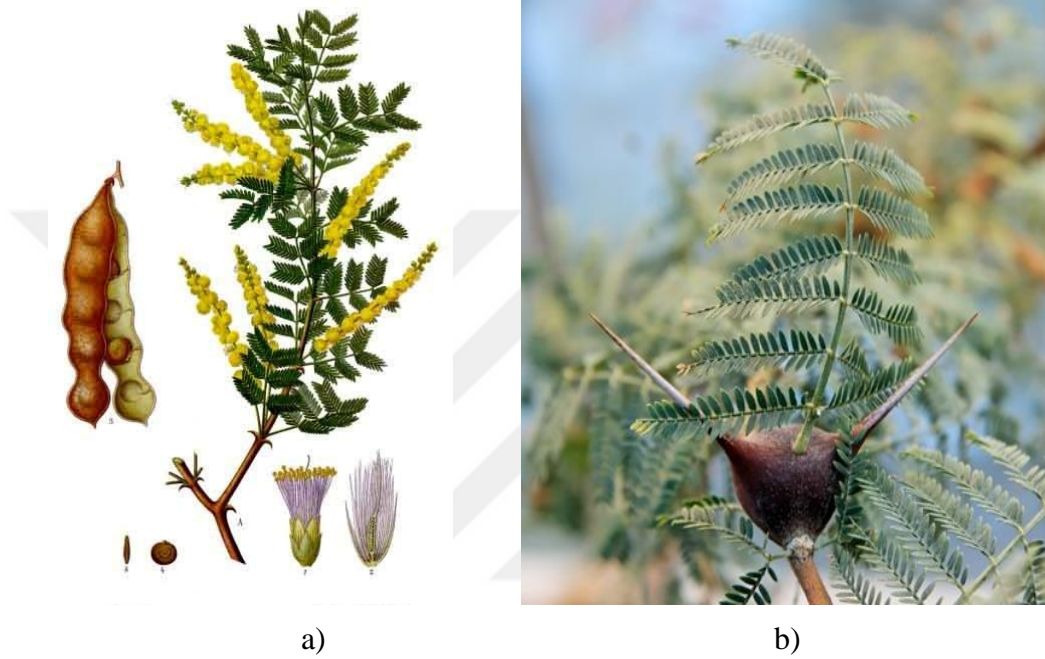


Şekil 1.9. Maltodekstrinlerin kullanım alanları

Maltodekstrinlerin çeşitli sektörlerde kullanımı son otuz yılda hızlı bir büyüme göstermiştir. Maltodekstrinler, özellikle gıda ve ilaç sanayinde geniş bir kullanım alanına sahiptir. Gıda uygulamalarında; kıvam arttırıcı, yapıyı iyileştirici, film oluşturucu, koku ve yağ bağlayıcı, oksijen engelleyici, yüzey gerilimi değiştirici, sulu çözeltilerde donma noktasını kontrol edici, özelliklerinden dolayı maltodekstrinlere ilgi duyulmaktadır. Son dönemlerde maltodekstrinler gıda sanayiinde, plastikleştirici materyal olarak da kullanılabilirler. Ayrıca, vitamin, mineral ve renklendirici gibi tabletlerin yüzey kaplamalarında kullanılmaktadır. Maltodekstrinlerin kullanım alanları Şekil 1.9'da verilmiştir (Söbüçovalı, 2011).

1.6.1.2. Arap Zamkı

Akasya ağacının *Acacia Senegal* ve *Acacia Seyal* türlerinden toplanan doğal bir üründür. Şekil 1.10'da *Acacia Senegal* ve *Acacia Seyal* ağaçlarının yaprakları gösterilmiştir. Ağaçlar Sahra bölgesine özgüdür ve üretimin çoğunu Sudan, Çad, Nijerya, Mali ve Senegal oluşturmaktadır (https://en.wikipedia.org/wiki/Senegalia_senegal, 2019). *Acacia Seyal* ağacından elde edilen arap zamkı, ağacın bitki özünden doğal olarak elde edilmektedir. *Acacia Senegal* ağacından elde edilen arap zamkı, yarıkların elde edilmesiyle oluşmaktadır.



Şekil 1.10. a) *Acacia Senegal*, b) *Acacia seyal*

Acacia Senegal ağacından elde edilen arap zamkı ve toz hali Şekil 1.11'de gösterilmiştir. Ürünün yeri, iklim koşulları, sezonu ve üretimi ürün kalitesini ve zamk kompozisyonunu etkilemektedir (Karagönlü, 2011).

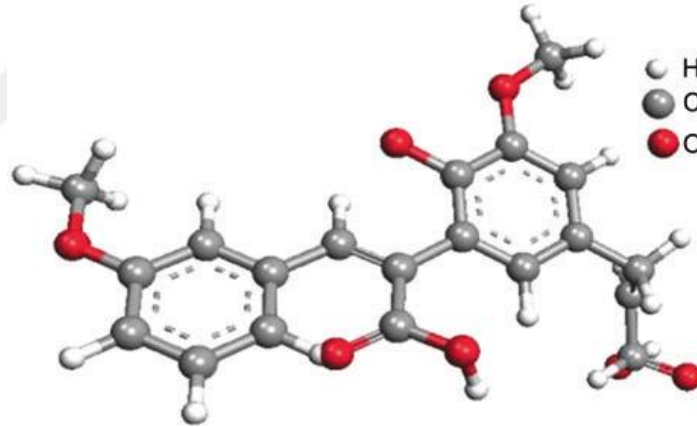


Şekil 1.11. Arap zamkı

Arap zamkı galaktoz, arabinoz, ramnoz ve glukuronik asit ve glukoproteinler içeren polisakkaritlerin bir heteropolimeridir. Arap zamkının yapısı % 39–42 galaktoz, % 24–27

arabinoz, % 12-16 ramnoz, % 15-16 glukuronik asit, % 1.5-6.6 protein, % 0.22-% 0.39 azot ve % 12.5-16.0 nemden oluşmaktadır (Azzaoui, ve ark., 2014). Polisakkarit oranı ve çeşidi yetiştiği yer, iklim koşulu ve ağacın yaşına göre değişmektedir (http://en.wikipedia.org/wiki/Gum_arabic, 2019). Gıda endüstrisinde emülsiyon edici ve stabilizatör olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Karagönlü, 2011).

Arap zamkının koaservasyon için önemli olan temel karakteristiği çözeltideki polimerin (-) yükle yüklenmesini sağlayan polisakkaritlerin ve glikoproteinlerin bulunmasıdır. Arap zamkı suda çözünmekte ve farklı sıcaklıklarda ve düşük konsantrasyonda düşük viskoziteye sahip çözelti oluşturmaktadır. Arap zamkının net (-) yük taşıdığı pH 4-5 arasındadır. Emülsiyon oluşturma özelliği hidrofil polisakkaritlerin ve hidrofobik glikoproteinlerin karışımından gelmektedir. Polisakkaritler emülsiyonu sabit tutarken, polipeptit kısmı ise emülsiyonu yağ-su ara yüzü ile etkileştirmektedir. Koaservasyon adımı boyunca, emülsiyon arap zamkının eklenmesiyle sabitlenir ve sırasıyla jelatinle etkileşir ve kompleks duvar öz yüzeyinde şekil alır (Leclercq, 2008).



Şekil 1.12. Arap zamkı yapısı

Arap zamkı çoklu hidrofil karbonhidrat kısımlarından oluşmaktadır. Bu kısımlar hidrofobik proteine bağlanıp glikoproteini oluşturmaktadır. Karbonhidrat kısmı polisakkarittir ve arap zamkının yaklaşık %98'ini oluşturmaktadır. Protein ile polisakkarit kısımları arasındaki kovalent bağ hidroksipirolin (P) ve serin(S) ile sağlanır (Karagönlü,2011). Şekil 1.12'de Arap zamkının kimyasal yapısı gösterilmektedir.

1.7. Mikrokapsülleme Yöntemleri

Duvar maddesi içine hapsedilmiş öz maddesi taşıyan küçük parçacıkların hazırlanması 1930'larda yapılan sprey kurutma çalışmalarına dayanmaktadır. Fakat bu

alandaki ilk önemli ticari ürün karbonsuz kopya kâğıdıdır. Bu üründe mikrokapsüller faz ayrışması olarak isimlendirilen yöntem ile üretilmiştir. Bundan sonra mikrokapsül üretmek için çeşitli metotlar geliştirilmiş ve mikrokapsül kullanımı önemli ölçüde kuvvetlendirilmiştir. Yöntemlerden bazıları sadece fiziksel olaya dayanmaktadır. Bazıları ise kapsül duvarını üretmek için polimerizasyon reaksiyonu kullanmaktadır. Diğer yöntemler kimyasal ve fiziksel olayların birleşimidir. Mikrokapsül üretme yöntemleri bu ayrıma dayanarak kimyasal ve mekanik ya da fiziksel yöntemler olarak ikiye ayrılmaktadır. Fakat bazı kaynaklarda A tipi ve B tipi olarak da sınıflandırılmaktadır. Çünkü mekanik yöntemler olarak isimlendirilen yöntemler kimyasal reaksiyon içermektedirler ya da kimyasal olarak adlandırılan yöntemler fiziksel bir olaya dayanabilmektedirler. Bu nedenle, kaynaklarda kimyasal yöntemlere A tipi yöntemler, mekanik yöntemlere de B tipi yöntemler adıyla rastlamak mümkündür (Leclercq, 2008). A tipi ya da kimyasal yöntemlerle elde edilen kapsüller, tamamen sıvı dolu bir tankta veya tüp şeklinde bir reaktörde üretilmektedir. B tipi ya da mekanik yöntemle elde edilen kapsüller, kapsülleme işleminin bazı adımlarında gaz fazından yararlanmaktadır. Bazı yöntemlerde, kapsüller ya öz maddesi üstüne kabuk maddesinin püskürtülmesiyle, gaz fazının içinde sıvı damlacıklarının püskürtülerek katılaştırılmasıyla, sıvı bir banyoya püskürtülen damlacıkların jelleşmesiyle ya da katı – gaz ara yüzeyine polimerizasyon reaksiyonu uygulanarak elde edilmektedir (Benita,1996).

Kapsül elde etmek için hangi yöntemin kullanılacağını belirlemek için bazı parametrelere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu parametreler öz ve kabuk maddenin özellikleri ve mikrokapsülün kullanım amacı ile ilgilidir. Bunlar; öz maddenin çözünürlüğü ve fiziksel özellikleri, öz maddenin çözücüler ve kaplama maddesi ile etkileşimi, istenilen kapsül çapı, mikrokapsülün istenen yüzeye bağlanma şekli ve öz maddenin salınım mekanizmasıdır (Karagönlü, 2011).

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

- Mikrokapsül boyutlarının kullanım amacına uygun büyüklükte ve dayanımda elde edilebilmesi,
- Her bir tanecik için kapsülleme veriminin yüksek olması,
- Kabuk maddesi ile kapsülleme metodunun birbiriyle uyumlu olması,

- Mikrokapsülleme için gerekli olan donanımların ve işlem maliyetinin uygunluğu,
- Yüksek hacimlerde mikrokapsül üretimine elverişli olması,
- Mikrokapsülleme sürecindeki parametrelerin kontrol edilebilirliği gibi faktörler göz önünde bulundurulmaktadır. (Beşen, 2016)

Genellikle mikrokapsülleme teknikleri mekanik ve kimyasal olmak üzere iki temel gruba ayrılmaktadır. Çizelge 1.1’de yaygın olarak kullanılan mikrokapsülleme yöntemleri verilmiştir (Aksoy, 2015).

Çizelge 1.1. Mikrokapsülleme yöntemleri

Kimyasal Yöntemler	Mekanik Yöntemler
Ara Yüzey Polimerizasyonu	Püskürterek Kurutma Yöntemi
Emülsiyon Polimerizasyonu	Soğutarak Kurutma Yöntemi
Misel Polimerizasyonu	Sıcak Eriyik Mikrokapsülasyonu
Radikalik Zincir Polimerizasyonu	Santrifuj Yöntemi
In-Situ Polimerizasyonu	Rotasyonel Süspansiyon Ayırma
Faz Ayrımı Metodu (Koaservasyon)	Akışkan Yatak Yöntemi
Süperkritik Akışkan Yöntemi	
Moleküler Kapsülleme Yöntemi	

1.7.1. Kimyasal mikrokapsülleme yöntemleri

1.7.1.1. Ara yüzey polimerizasyonu

Ara yüzey polimerizasyonu iki faz arasındaki yüzeyde meydana gelmektedir. Bu işlemde monomerlerden biri ve çekirdek materyali bir çözücü içerisinde çözülürken diğer monomer de ikinci bir çözücü içerisinde çözülür. Ara yüzey polimerizasyonu, birbirini ile karışmayan iki sıvı fazın ara yüzeyinde çeşitli monomerlerin birbirleri ile reaksiyona girerek dispers fazı hapsedecek şekilde film oluşturması işlemidir. Duvar polimerinin sentezi için genellikle iki reaktif monomer bulunmaktadır. Reaksiyonun başlatılması için katalizör ilave edilir. Ayrıca su/yağ emülsiyonunun oluşması için uygun bir emülgatörün stabilizatör olarak ilavesi gerekmektedir. Monomerler birlikte difüze olup ara yüzeyde ince bir kaplama oluşturacak şekilde polimerleşmektedir. Ortalama polimerizasyon derecesi; monomerlerin reaktifliğine, konsantrasyonlarına, fazları oluşturan maddelere ve ortam sıcaklığına bağlıdır. Polimerizasyon reaksiyonu monomerler tükenince sona ermektedir (Celep, 2007).

1.7.1.2. Emülsiyon polimerizasyonu

Faz deęiřtiren maddelerin kapsüllenmesinde en fazla kullanılan yöntemlerden biri olan emülsiyon polimerizasyonun ilk aşamasında, kapsüllenecek maddenin yapısına göre su içinde yağ veya yağ içinde su emülsiyonu oluşturulur. Çekirdek madde ve monomerlerden oluşan emülsiyon ortamına başlatıcı ilave edilir ve reaksiyon ortamı başlatıcının bozunma sıcaklığına kadar ısıtılır. Bu sırada yüksek devirlerde (2000-3000 d/dk.) mekanik karıştırma yapılmaktadır. Bu emülsiyon stabilizesinin korunması açısından gereklidir (Aksoy, 2015).

Serbest radikal emülsiyon polimerizasyon mekanizması řu şekilde özetlenebilir: Bir monomer bir yüzey aktif madde (emülsiyonlaştırıcı) ile su içerisinde büyük monomer damlaları (monomer droplet) oluşturacak şekilde disperse edilir veya emülsiyonlaştırılır. İlave edilen daha fazla yüzey aktif madde su içinde miselleri oluşturur. Az miktarda monomer, monomer damlasından ayrılarak su içerisinde misellere nüfuz eder. Suda çözünebilen bir başlatıcı su fazına ilave edilir ve miseller içerisindeki monomer ile reaksiyona girer (Smith-Ewart birinci zaman aralığı). Misellerin toplam yüzey alanı, büyük monomer damlalarınınkinden daha büyüktür, bu yüzden başlatıcı büyük monomer damlaları yerine misellerle reaksiyona girer. Misel içindeki monomer çabuk bir şekilde polimerize olur ve zincir büyümesi sonlandırılır. Bu noktada monomer ile şiřirilmiş misel polimer taneciğine dönüşür. Hem monomer damlası hem de polimer taneciğinin sistemde mevcut olduđu zaman aralığı, Smith-Ewart ikinci zaman aralığı olarak değerlendirilir. Monomer damlalarından daha fazla monomer, büyüyen taneciğin içine nüfuz eder ve daha fazla başlatıcı reaksiyona girer. Sonuç olarak, serbest monomer damlaları kaybolur ve kalan tüm monomer tanecik içinde yerleştirilir. Bu aşama üçüncü Smith-Ewart zaman aralığı olarak değerlendirilir. Ürün ve monomere baęlı olarak, ilave monomer ve başlatıcı sürekli olarak ve yavaş bir şekilde ortama ilave edilebilir. Böylece tanecik büyürken bu maddelerin sistemdeki miktarları korunabilir. Son ürün bir polimer taneciğinin sudaki dispersiyonudur. Bu aynı zamanda polimer kolloid, lateks veya yaygın olarak emülsiyon olarak bilinir (Alay, 2010).

1.7.1.3. In-situ polimerizasyon

İřlem sürecinde polimerizasyon, yüzeyler arası polimerizasyon ile benzerlik göstermektedir. Bu yöntem, suda çözünmeyen sıvı çekirdek materyallerinin ve katı çekirdek materyallerinin mikrokapsülasyonunda kullanılmaktadır. Yüzeyler arası polimerizasyonda monomerler her iki fazda bulunmakta ve polimerizasyon reaksiyonu kapsülasyon reaktörünün içerisinde meydana gelmekte iken; iřlem sürecinde polimerizasyonda çekirdek materyalinin olduđu fazda hiçbir reaktif ajan bulunmamaktadır. Bu yöntem sürecinde,

polimerizasyon reaksiyonuna giren monomer ve katalizörler ortamda çözünürken, oluşan polimer çözünmemektedir. Böylece polimerleşme reaksiyonu, çekirdek damlacıklarının yüzeyinde olmakta ve oluşan polimer, çekirdeğin tüm yüzeyini kaplamaktadır (Beşen, 2016).

Bu yöntemde, yüzeyler arası polimerizasyonda olduğu gibi, uygun bir karıştırıcı ve yüzey aktif madde ile çekirdek maddenin sulu emülsiyonu oluşturulmaktadır. Emülsiyon oluştuktan sonra ön polimer ilave edilmekte ve polimerizasyonun devam etmesi için pH ve sıcaklık uygun şartlara getirilmektedir. İşlem sürecinde polimerizasyonda en çok kullanılan monomerler üre-formaldehit, melamin-formaldehit ve üre-melamin-formaldehit monomerleridir (Beşen, 2016).

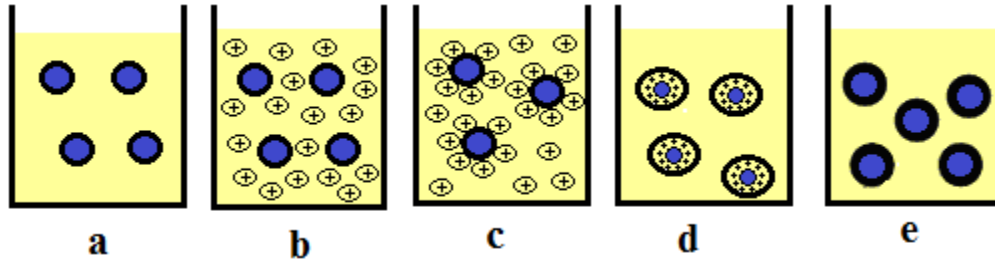
1.7.1.4. Faz ayrımı metodu (koaservasyon)

Fiziko-Kimyasal bir teknik olan koaservasyon metodunun temeli faz ayrımına dayanmaktadır. Faz ayrımının ilk sistematik yaklaşımı Bungenberg ve arkadaşları tarafından 1949 yılında ortaya çıkarılmıştır. Koaservasyon olarak isimlendirdikleri yöntem, polimer-zengin faz (koaservent) ve zayıf polimerik faz (koaservasyon ortamı) içerisinde homojen polimer çözeltisinin kısmi olarak çözünmesidir. Faz ayrımı metodunda çekirdek materyali polimer çözeltisi içerisinde dispers haline getirilmektedir. Polimer çözeltisinin çözülebilirliği karıştırılırken sıcaklığın düşürülmesi, pH'ın değiştirilmesi, iyon gradiyentinin yaratılması vb. yöntemlerle faz ayrımı gerçekleştirilerek çeper materyali oluşturulmaktadır. Birçok doğal polimer bu metoda uygundur (Aksoy, 2015).

Koaservasyon basit ve kompleks olmak üzere iki şekilde gerçekleştirilir. Bu koaservasyon metodları arasındaki tek fark faz ayrımının oluşma şeklidir. Basit koaservasyonda çözücü madde faz ayrımı için ilave edilirken kompleks koaservasyonda zıt yüklü iki polimer ile kullanılmaktadır (Aksoy, 2015).

Basit koaservasyon

Basit koaservasyon, tuz veya alkol gibi suya ilgisi yüksek olan maddelerin eklenmesiyle gerçekleştirilir. Sıcaklık, pH, çözücü ve tuz uygun oranlarda seçilmiş ise herhangi bir sulu polimer çözeltisi basit koaservasyona uğramaktadır. Eklenen maddeler, biri kolloid damlacıklar açısından yoğun, diğeri ise seyreltik, iki fazın oluşmasına neden olmaktadır. Ayrı fazların oluşmasından dolayı polimer katılarak çekirdek maddenin çevresini sarmaktadır. Kullanılan polimere ve sisteme göre ilave çapraz bağlayıcılarla çeperi sertleştirilmektedir (Aksoy, 2015). Basit koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretim aşamaları Şekil 1.13'de gösterilmiştir.



Şekil 1.13. Basit koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretim aşamaları

Tipik bir basit koaservasyon işlemi şu aşamalardan oluşur (Aksoy, 2015);

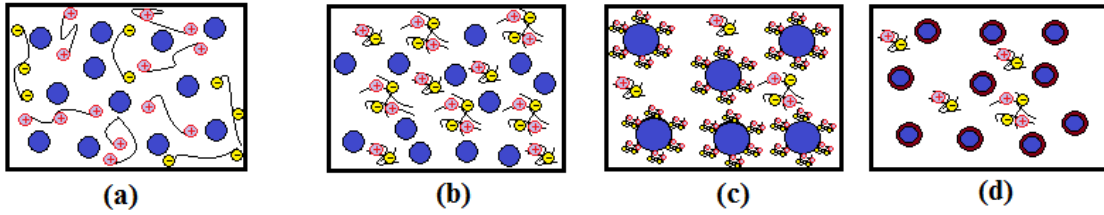
- Çekirdek maddesi polimer çözeltisinde dispers edilir
- Koaservasyonu sağlayacak kolloid faz çözeltiye eklenir
- Koaservat damlacıkları çekirdek partikülünün yüzeyini sarar
- Koaservat damlacıkları kaplama oluşturacak şekilde birleşir
- Çapraz bağlayıcılar ile kaplama sertleşir.

Kompleks Koaservasyon

Bu işlem farklı yüklere sahip iki kolloid kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Hidrofilik kolloidin sulu çözeltisi hazırlandıktan sonra ortama farklı yükteki ikinci kolloid ilave edilmektedir. İkinci kolloidin ilavesinden sonra kolloidler çekirdek madde etrafında toplanmaktadır. Böylece kompleks koaservasyona göre mikrokapsülasyon gerçekleşmektedir. Kompleks koaservasyon yöntemi, dispersiyon veya emülsiyonun hazırlanması, çekirdeğin enkapsülasyonu, kapsüllenmiş partiküllerin stabilizasyonu olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır. İlk aşamada çekirdek madde (genellikle yağ) katyonik polimerin sulu çözeltisi (sulu katyonik polimer) içinde disperse edilmektedir. İkinci aşamada ikinci polimer (anyonik, suda çözünebilen) hazırlanan dispersiyona ilave edilmekte ve iki polimer kompleks oluşturduğunda, duvar maddesi çekirdek madde üzerine depozite olmaktadır. Kompleks oluşumu, tuz ilavesi, pH ve sıcaklık değişimi veya ortamın seyreltilmesiyle başlatılabilmektedir. Ayrıca ikinci polimer ilavesi kontrol edilerek duvar kalınlığı istenilen şekilde ayarlanabilmekte ve son aşamada ise hazırlanan mikrokapsüller çapraz bağlama ile kararlı hale getirilmektedirler. Şekil 1.14’de kompleks koaservasyon yöntemiyle mikrokapsül üretim aşamaları gösterilmektedir (Sarier, N. ve Önder,E., 2012).

Birçok doğal polimer kompleks koaservasyonla kapsül üretimi için kullanılabilir. Kullanılacak olan kabuk malzemesi uygulanacak olan prosese,

istenilen etkilere ve çekirdek maddenin polarizasyonuna, iyon durumuna, reaksiyona girme eğilimine ve parçalanma sıcaklığına göre değişebilmektedir (Aksoy, 2015).



Şekil 1.14. Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretim aşamaları

Tipik bir kompleks koaservasyon aşağıda belirtilen aşamalarda gerçekleştirilir (Aksoy,2015);

- Belirli orandaki polikasyon polimer suda çözünür.
- Belirli sıcaklıkta çekirdek madde bu çözeltiye ilave edilir.
- Yüzey aktif madde ilave edilir
- Belirli orandaki suda çözünmüş olan polianyon polimer ilave edilir.
- İki koloidin zıt yüklü olacağı pH ayarlanır.
- Çözeltideki kapsülleri çözünmez hale getirip ayırabilmesi için çapraz bağlayıcı ilave edilir.
- Oluşan kapsüller yıkanır, kurutulur ve toplanır.

Kompleks koaservasyon yönteminin pahalı bir teknik olmasına rağmen ilaç, gıda ve matbaacılık sektörlerinde kullanılmaktadır. Bu yöntem kullanılırken öz malzeme cinsine ve polimerlerin birbirine göre yük durumu iyi incelenip seçilmelidir. Genellikle yavaş ilerleyen süreçler koaservasyon yönteminde daha iyi sonuç vermektedir. Koaservasyon yöntemi çok yönlü kullanımı ve kapsül malzemelerinin doğallığı ile avantaj sağlarken kullanılan çözücüler ve sertleştiricilerin çevre açısından etkileri ile dezavantaja sahip olmaktadır (Aksoy,2015).

1.7.1.5. Süperkritik akışkan yöntemi

Süperkritik akışkanlar, hem sıvıların hem de gazların özelliklerini gösteren ve çok fazla sıkıştırma kabiliyetine sahip olan gazlar olarak tanımlanmaktadır. Bu akışkanlar ile ilgili son yıllarda çok sayıda araştırma yapılmış ve en sık kullanılan akışkanların CO₂, alkanlar (C₂-C₄) ve azot oksitler (N₂O) olduğu ve hidrojen ve nitrojen gibi gazlarda çözünebildikleri veya bunlarla karıştırılabildikleri belirtilmiştir. Sıcaklık ve basınçta yapılacak olan küçük değişiklikler ile süperkritik akışkanların yoğunluğunda kritik noktaya

ulaşabilecek büyük yoğunluk değişimleri elde edilebilmektedir. Bu özelliklerinden dolayı, süperkritik akışkanlar birçok endüstri uygulamasında kullanılabilir. Süperkritik CO₂, toksik ve yanıcı özelliklerine rağmen, ucuz ve yüksek saflıkta elde edilebilmesinden ve düşük kritik sıcaklık değerine sahip olmasından dolayı en çok kullanılan süperkritik akışkandır. Pestisitler, pigmentler, ecza maddeleri, vitaminler, koku ve tat veren maddeler ile boyarmaddeler bu yöntem ile kapsüllenebilmektedir. Bu yöntemde, çözünen (akrilatlar, polietilen glikol) veya çözünmeyen (proteinler, polisakkaritler) birçok kabuk materyali kullanılabilir (Beşen, 2016).

1.7.1.6. Moleküler kapsülleme yöntemi

Kapsülasyon yöntemlerinden bir diğeri ise içerik (inklüzyon) kompleksleri hazırlanmasıdır. Bu komplekslerin hazırlanmasında genellikle siklodekstrin adı verilen maddeler kullanılmaktadır. Siklodekstrinler, nişastanın enzimatik degradasyonu ile oluşan hidrofobik bir iç boşluk ve hidrofilik dış yüzeye sahip α -D-glukopiranoz ünitelerinden oluşan halkalı oligosakkaritlerdir. Siklodekstrinler boşluklarının şekline uyabilen moleküller ile inklüzyon kompleksleri oluşturmaktadır. Tekstil materyallerine antimikrobiyal etki, has koku gibi özelliklerin kazandırılmasında siklodekstrinlerin bu özelliklerinden yararlanılmaktadır. Siklodekstrinlerin bazı tiplerinin ise, selülozun hidroksil grupları üzerinden herhangi bir bağlayıcıya gerek olmadan bağlanabilmektedir (Aksoy, 2015).

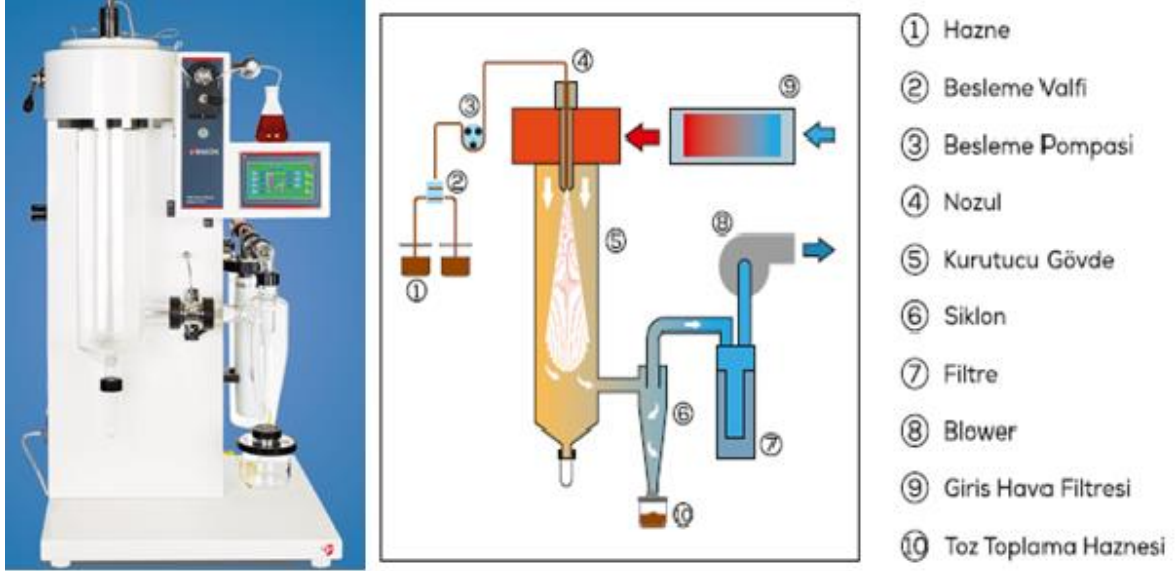
1.7.2. Mekanik mikrokapsülleme yöntemleri

1.7.2.1. Püskürterek kurutma (spray-dry) yöntemi

Mikrokapsülasyon işleminde püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, akışkan yatak kaplama, koaservasyon, ekstrüzyon ve ko-kristalizasyon gibi birçok farklı yöntem kullanılmaktadır. Ancak bu teknikler içinde en yaygın olarak kullanılan yöntem püskürterek kurutma işlemidir. Değişik kapsülleme ajanlarının kullanılabilmesi, yaygın olarak kullanılan işleme ekipmanlarına uyarlanabilir olması, iyi kalitede parçacıklar elde edilmesi, sürekli üretim olanağı sağlaması ve endüstriyel olarak kolayca uygulanabilmesi püskürterek kurutma yönteminin tercih edilme nedenleridir. Ayrıca bu yöntemle mikrokapsülle yapılmış ürünlerin üretim maliyeti diğer yöntemlere göre oldukça düşüktür (Tontul, 2011).

Püskürterek kurutma (spray-dry) bir koruyucu matriks içerisine etkin maddenin hapsedildiği bir kapsülasyon metodudur. Diğer konvansiyonel mikrokapsülasyon teknikleri ile karşılaştırıldığında, daha basit ve sürekli bir süreç ile mikrokapsül üretimi sağlanmaktadır. Püskürterek kurutma yönteminde kapsüllenecek madde bir polimer çözeltisinin içerisinde çözülür. Şekil 1.15'de püskürterek kurutma yönteminin şematik

gösterimi verilmiştir. Elde edilen çözelti sistemi spreyleme ucu içerisinden pompalanarak içinde sıcak hava bulunan bir kabine aerosol halinde püskürtülmektedir. Kabin içerisindeki sıcak hava polimer çözücüsünü uzaklaştırmakta ve mikrokapsül üretimi tamamlanmaktadır. Üretim sürecinde öz madde ve kabuk madde oranı, viskozite, yoğunlaşma ve başlangıç çözeltisinin sıcaklığı mikrokapsüllerin özelliklerini etkilemektedir (Aksoy, 2015).



Şekil 1.15. Püskürterek kurutma cihazı ve şematik gösterimi

Püskürterek kurutma ile mikrokapsülasyon işlemi temel olarak aşağıdaki işlem basamaklarından oluşur (Tontul, 2011):

- Eğer gerekli ise sıvının ön konsantrasyonu (genellikle maliyet düşürmek için düşük konsantrasyonlu sıvılara uygulanır)
- Kapsülleme materyallerinin seçimi
- Homojenizasyon (Emülsiyonlaştırma)
- Atomizasyon (Sıvı zerreciklerinin oluşturulması)
- Sıcak hava veya gaz akımında kurutma, katı toz parçacıkların oluşumu
- Nemli hava/gazdan toz ürünün ayrılması (Siklon ayırma aşaması)

Püskürterek kurutma işlemi için ilk adım uygun kapsülleme materyalinin seçilmesidir (Tontul, 2011). Genellikle yenilebilir özellikte, ucuz ve gıda bileşenleri ile reaksiyon vermeyen, koku ve tadı değiştirmeyen kaplama maddeleri tercih edilmektedir. Karbonhidratlar (nişasta, modifiye nişasta, maltodekstrin, kitosan), gamlar (gam arabik, sodyum aljinat, karragenan, guar gam), selülozlar (karboksilmetil selüloz, metil selüloz) ve proteinler (gluten, kazein, jelatin, peynir altı suyu tozu proteinleri, soya proteinleri)

kullanılmakta olan kaplama materyalleridir. Ancak gam ve protein kaynaklı kaplama materyallerinin pahalı olması ve suda çözünürlüklerinin düşük olması, bu kaplama materyallerine olumsuz bir özellik katmaktadır. Fakat düşük çözünürlüklü bu kaplama materyallerinden düşük miktarlarda kullanılarak stabilite arttırılmaktadır (Çevik, 2017).

Püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsüllemede çekirdek materyalinin korunması yapılacak olan kurutma işlemindeki kullanılan kaplama materyallerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin yanı sıra emülsiyonun kuru madde içeriği, kurutma işleminin sıcaklığı, emülsiyon stabilitesi gibi özellikler elde edilecek toz ürün kalitesini etkilemektedir. Emülsiyon stabilitesini güçlendirmek amacıyla kullanılan stabilizatörler ürün kalitesinde çok etkili olabilmektedir (Çevik, 2017).

Seçilen kapsülleme materyalleri su içerisinde çözündürüldükten sonra içerisine çekirdek materyal eklenerek homojenizasyon işlemi ile karışım emülsiyon edilir. Homojenize edilen karışım atomize edilerek kurutma bölmesine beslenir. Atomizasyon işleminin amacı kuru hava ile atomize edilmiş sıvı parçacıkları arasında maksimum ısı ve kütle transferi sağlamaktır. Atomizasyon işlemi beslenen sıvının tipinden ve viskoziteden etkilenmektedir. Günümüzde yaygın olarak kullanılan eş-yönlü hava akımına sahip püskürtmeli kurutucularda atomizasyon işleminden hemen sonra atomize sıvı parçacığı, 150–220°C sıcaklıktaki sıcak hava ile karşılaşarak ani bir buharlaşma oluşmakta ve kuruyan ürün ıslak termometre sıcaklığında (50–80°C) kalmaktadır (Tontul, 2011). Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilecek mikrokapsüller besleme materyaline ve işlem şartlarına göre çok küçük (10-50 µm) veya çok büyük (2-3 mm) partikül boyutlarında olabilmektedir. Bu yöntem ile üretilen mikrokapsüllerin morfolojileri genellikle küreseldir. Bu yöntem ile üretilen mikrokapsüllerin kalitesi kurutma işlem parametrelerine, özelliklerine ve beslenen emülsiyonun içeriğine bağlıdır (Çevik, 2017).

Püskürterek kurutma (spray drying) yöntemi, gıda, ilaç, kimya, kozmetik, ziraat, metalürji, seramik ve tekstil gibi birçok farklı alanda kullanılmaktadır. Özellikle gıda sanayinde yaygın bir şekilde kullanılan gelişmiş kurutma yöntemlerinden biridir. Gıda sanayinde daha çok kahve, kahve kreması, süt, çorba, bebek besinleri, tatlandırıcılar ve bazen de tozlaştırılmış peynir üretim alanlarında kullanılmaktadır. Günlük hayatta çok karşılaşılan deterjanlar, kozmetikler ve tablet haline getirilmiş ilaçların üretim sürecinde de püskürterek kurutma metodu kullanılmaktadır (<https://docplayer.biz.tr/44991986-Puskurterek-kurutma-prosesi-spray-drying-giris.html>, 2017).

Püskürterek kurutma yöntemi, sıvı çözeltilinin bir atomizerden ince damlacıklar halinde bir silindirik gövde içine püskürtülerek sıcak hava ile karşılaştırılıp, damlacığın içerdiği nemin hızlı bir şekilde uçurulması esasına dayanır (Cemeroğlu, 2004; Koç, 2008). Kütle ve ısı transferinin beraber gerçekleştiği bu işlem sırasında, sıcak havayla damlacıklara ısı aktarılır ve bu ısı sayesinde çözeltideki uçucu maddenin buharlaşarak gaz fazına geçişi sağlanmaktadır. Damlacıklardan suyun buharlaşması çok hızlı bir şekilde gerçekleştiğinden dolayı, 110-200 °C'ye kadar yüksek sıcaklıkta hava kullanılmasına rağmen kuruyan ürünün sıcaklığı 50-70 °C civarında bulunur. Kuruma işlemi genellikle 3-10 saniye gibi kısa bir süre içerisinde gerçekleşmektedir. Kuruyan ve katı hale geçen toz parçacıklar, gaz akımı ile sürüklenerek sistem çıkışında toplanmaktadır (Güner, 2017).

Püskürterek kurutma yöntemi başlıca 4 aşamadan oluşmaktadır:

- Beslemenin kurutma odası içerisinde atomizasyonu,
- Damlacık-hava teması,
- Damlacığın kurumması,
- Kurutulan parçacıkların havadan ayrılması.

Beslemenin kurutma odası içerisinde atomizasyonu

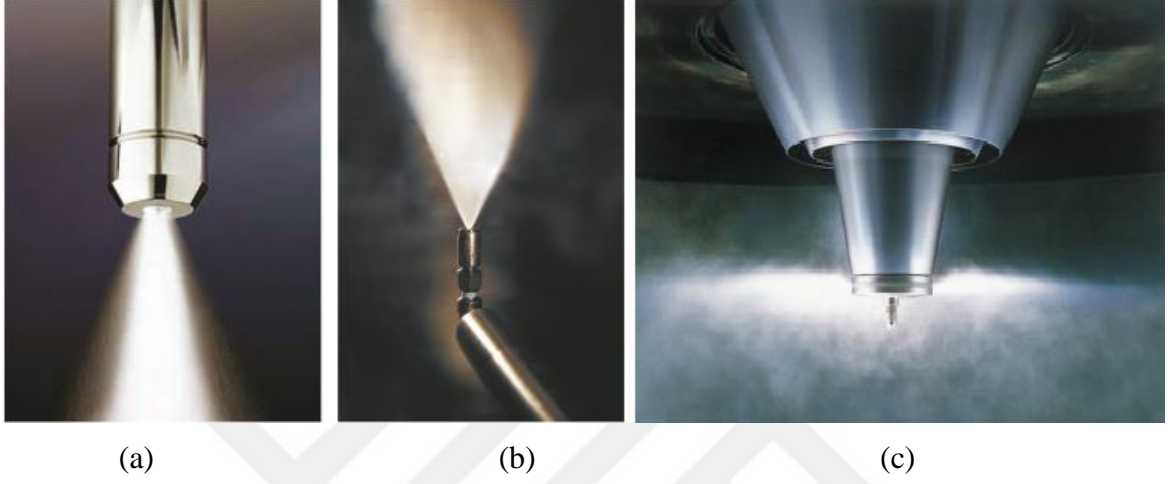
Püskürterek kurutma yöntemindeki en önemli kısım atomizerdir. Atomizer, kurutulacak olan sıvıyı, çeşitli faktörlere bağlı olarak basınç altında 5-100µ (mikron) arasında küçük damlacıklara parçalayan düzendir. Atomizasyon şekil, yapı, hız, boyut dağılımı ve parçacık büyüklüğü üzerinde etkili olup püskürterek kurutmanın en merkezi işlemidir (Güner, 2017). Yüksek kalitede iyi bir ürün üretebilmek için işlem şartları ve atomizör seçimi çok önemlidir (Çevik, 2017).

Püskürterek kurutma yönteminde kullanılacak olan atomizör seçerken;

- Besleme kapasitesi,
- Beslemenin fiziksel özellikleri (yoğunluk, viskozite, vb.),
- Partikül boyutu,
- Partikül boyut dağılımı (homojenlik),
- İşlem esnekliği,
- Kurutma odasının tasarımı dikkate alınmalıdır (Atak, 2018).

İşlemin etkinliği açısından püskürtme özellikleri homojen olmalı ve damlacık boyutu kontrol edilebilir olmalıdır. Kullanılan atomizörler; pnömatik atomizer, basınçlı nozul,

dönen disk nozul ile son yıllarda iki akışlı nozul ve sonik nozul kullanılmaktadır. Şekil 1.16’da kullanılan atomizerlerden bazıları gösterilmiştir. Burada amaç ısı ve kütle transferini optimize ederek sıvının kurutucu hava ile arasında ki ısı transfer katsayısını arttırmaktır. Atomizer seçimi kurutulmuş ürünün karakteristik yapısına ve beslemenin viskozitesine göre seçilmektedir. Sağlanan enerji yüksek olursa elde edilecek ürün boyutu da paralelinde küçülür. Benzer enerjide besleme hızı artarsa ürün boyutu da artmaktadır (Çevik, 2017).



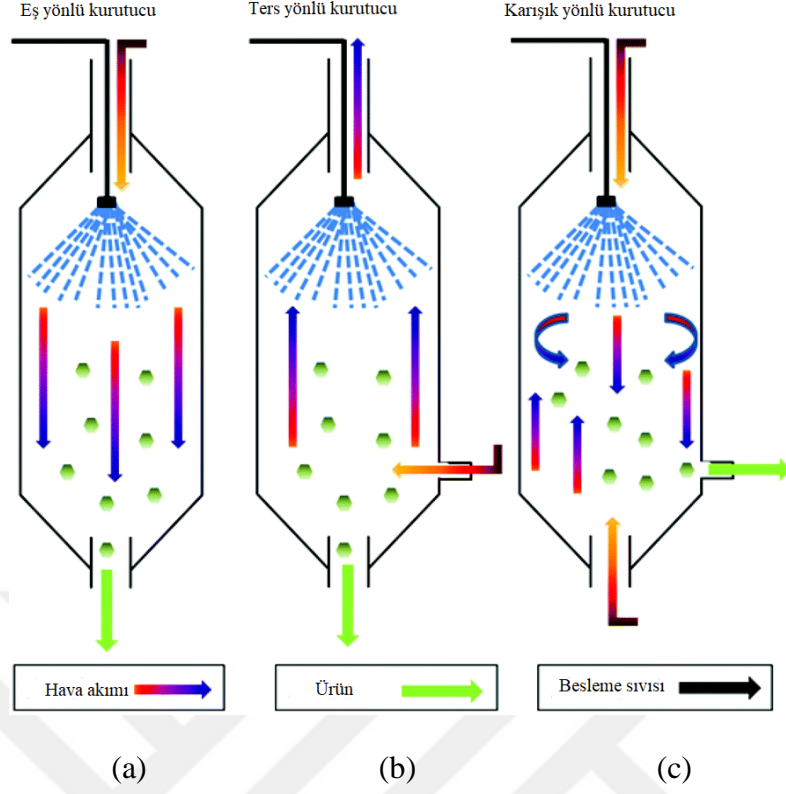
Şekil.1.16. Atomizer çeşitleri a) basınçlı atomizer, b) pnömomatik atomizer, c) santrifüj atomizer

Damlacık ile Sıcak Havanın Buluşması

Damlacık-hava teması aşamasında, sıcak havadan damlacıklara aktarılan termal enerji buharlaşma için kullanılır, ardından buharlaşma nedeniyle hava sıcaklığı anında düşer ve soğutulmuş hava, parçacıkları kurutma sistemi boyunca taşır. Damlacık hava temasından hemen sonra damlacıkların sıcaklığı yaşı termometre sıcaklığına kadar artmaktadır (Yüksel, 2018).

Püskürtmenin hava ile teması, atomizörün kurutucu sıcak hava içerisindeki konumuyla ilişkilidir. Burada püskürterek kurutucunun tasarımı en önemli faktördür. Atomizör üzerine yerleştirilen hava dağıtıcı tasarımı burada diğer önemli bir faktördür. Burada hava akış hızı kurutma esnasında maksimum buharlaşma ve yüksek kalitede ürün elde edilmesi için ana unsurdur. Hava akış hızı damlacıkların hareketini etkileyerek buharlaşma derecesini belirler. Sıvı eş zamanlı olarak hava ile aynı yönde beslenir ve sıcak hava (155-200°C) ile karşılaşarak anında buharlaşma gerçekleşir (Çevik, 2017).

Hava akışına göre püskürterek kurutma yöntemleri eş yönlü akım, ters yönlü akım ve karışık yönlü akım olmak üzere sınıflandırılmaktadır (Şekil 1.17).



Şekil 1.17. Kurutma bölgesinde hava akım yönleri

Eş yönlü akım, damlacık ile kurutucu sıcak hava aynı yönde ortama beslenmesiyle oluşmaktadır ve atomizör ile hava dağıtıcı aynı yerdedir. Eş yönlü akım kurutucu Şekil 1.17 a'da görülmektedir. Atomizör yardımı ile oluşturulan damlacıklar sıcak hava ile temas etmesi sonucunda yapıdan nem (su) hızlı bir şekilde buharlaşır. Bu buharlaşma işlemi hızlıdır ve buharlaşan hava sayesinde kuru havanın sıcaklığı da düşer. Süt ve süt ürünleri gibi ısıya hassas ürünlerin üretilmesinde kullanılmaktadır (Çevik, 2017).

Ters akım, damlacık ile kurutucu sıcak hava ters yönlerden ortama beslenmesiyle oluşmaktadır. Genelde atomizör yukarıda yer alırken kurutucu sıcak hava ortama aşağıdan sisteme girer. Atomizörden çıkan damlacıklar sıcak hava ile temas ederek nem kaybetmeye başlayacaktır. Ancak sonrasında daha sıcak bir havaya maruz kalacağı için ürünün çıkış sıcaklığı yüksek olur. Paralel akıma göre daha hızlı buharlaşma olur fakat ürün çıkış sıcaklığının yüksek oluşu elde edilen üründe bozulmalara neden olabilir. Şekil 1.17 b'de ters akım yönlü kurutucu görülmektedir. Genel olarak sabun ve deterjan üretiminde kullanılmaktadır (Çevik, 2017).

Karışık akım, paralel akım ve ters akımların birleştirilmesi sonucu oluşmaktadır. Sistemin alt kısmında atomizör yer alırken üst kısımdan kurutucu sıcak hava beslenir. Elde

edilen damlacık ile sıcak havanın teması sonucunda buharlaşma meydana gelir. Ancak ters akımdaki gibi ürün sürekli daha yüksek sıcaklıktaki havaya maruz kalmaz. Buharlaşma sonrasında ürün aşağı yönde hareket eder ve daha fazla ısıya maruz kalmadan sistemden çıkarak ürün elde edilir. Şekil 1.17 c’de ters akım yönlü kurutucu görülmektedir. Her ne kadar karışık akım kadar daha fazla sıcak havaya maruz kalmasa da yine de bozulmalara sebebiyet verebilecek derecede sıcaklığa maruz kalmaktadır. Bu sebepten dolayı ısıya duyarlı ürünler için kullanımı kısıtlıdır (Çevik, 2017).

Damlacığın kuruması

Atomizörden çıkan damlacık ile sıcak havanın temas etmesiyle sıcaklık dengelenir ve sıvı ile gaz faz arasında buhar kısmi basıncı oluşur. Oluşan sıcaklık farkından dolayı ürüne ısı transfer geçişi olur ve üründen de nem buharlaşır.

Bu işlem 3 aşamadan oluşmaktadır;

- Kurutucu sıcak hava ile damlacık temas ettiği anda sıcaklık farkından dolayı damlacık ısınır ve sabit bir değere kadar sıcaklığı yükselir. Bu değer yaş termometre sıcaklığı olarak ifade edilir.
- Yaş termometre sıcaklığına ulaşması sonrasında damlacık yüzeyindeki su hızla buharlaşır.
- Son olarak damlacık sıcaklığı kritik değere ulaştığında dış kısımda kabuk oluşarak kuruma hızı azalarak devam eder ve kurutma işlemi sonlanır (Çevik, 2017).

Kurutulan parçacıkların havadan ayrılması

Kurutma işlemi sonrasında elde edilen ürün yer çekiminden dolayı hava akımından ayrılır ve altta bulunan ürün toplama haznesinde birikir. Elde edilen ürünün çok az miktarı havayla beraber kalmaktadır. Kurutulmuş parçacıkların nemli havadan ayrılması, siklonlar, torba filtreler, ıslak gaz temizleyiciler ve elektrostatik çökticiler ile gerçekleştirilmektedir. Burada önemli olan kullanılan havadan gelebilecek nemdir. Çünkü havadan gelebilecek nem, ürün verimi ve kalitesini doğrudan etkilemektedir. Dolayısıyla son ürün nem içeriği istenmeyen seviyelerde olabilir. Kurutma sonrası çıkan hava ise gaz temizleyicilerinden geçirilmesi sonrasında atmosfere salınmaktadır (Çevik, 2017).

Püskürtmeli kurutma işleminde; işlem koşulları (hava giriş sıcaklığı, hava çıkış sıcaklığı, atomizör basıncı, atomizör dönüş hızı, giren hava hızı, giren havanın bağıl nemi), kullanılan taşıyıcı ve konsantrasyonu, besleme hızı, konsantrasyonu ve bileşimi, reolojik ve

termodinamik özellikler ve aspirasyon hızı elde edilen toz ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir (Yüksel, 2018).

Püskürterek kurutma yöntemin avantajları ve dezavantajları aşağıdaki gibidir.

Avantajları

- Düşük işlem maliyeti
- Yüksek verimli kaliteli ürün
- Kapsüllerin çözünürlüğünün iyi olması
- Boyutların küçük olması
- Stabil kapsüller

Dezavantajları

- Homojen ürün üretilmemesi
- Kaplama materyalinin sınırlı olması (yüksek kuru maddede düşük viskozite)
- Gelecek işlemler de ihtiyaç duyulacak çok küçük toz ürün olması
- Sıcaklığa duyarlı materyaller için uygun olmaması (Çevik, 2017).

1.7.2.2. Soğutarak kurutma yöntemi

Püskürterek soğutma yöntemi; çekirdek ve kaplama materyali karışımının soğutulmuş veya dondurulmuş havaya püskürtülmesidir. Bunun sonucunda çekirdeği çevreleyen kaplama materyali soğur ve katılaşır. Püskürterek kurutma yönteminden farkı, bu işlemde su yapıdan uzaklaştırılmamaktadır (Çevik, 2017).

Püskürterek soğutma yöntemi en pahalı mikrokapsülleme yöntemidir. Genel olarak sıcaklığa karşı stabiliteyi arttırmak için aroma maddelerinin kapsüllemesinde kullanılır. Kaplama materyali olarak 45-122 °C ergime noktasına sahip bitkisel yağlar ve 32-42°C ergime noktasına sahip hidrojene veya fraksiyone bitkisel yağlar kullanılmaktadır (Çevik, 2017).

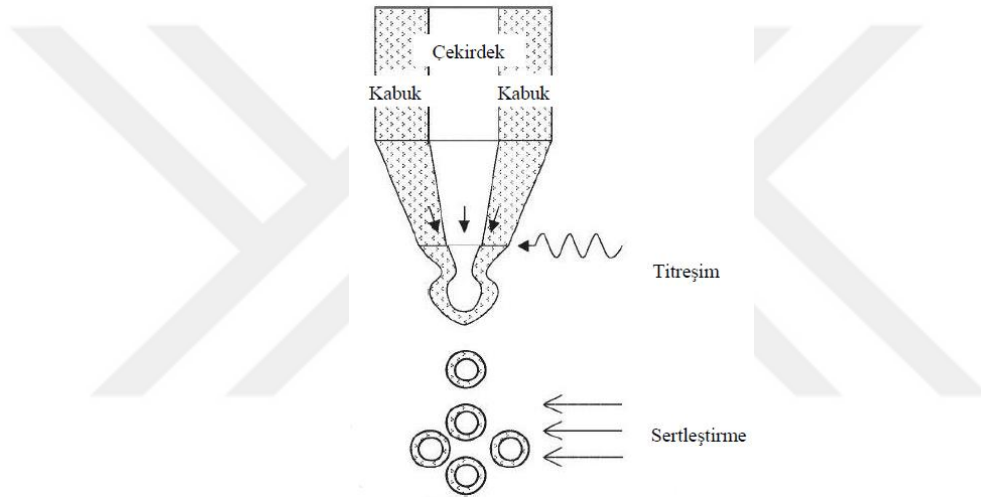
Bu yöntemin dezavantajı özel ambalajlama ve depolama şartları gerektirmesidir. Dondurulmuş sıvılar, sıcaklığa hassas materyaller, kolay çözünemeyen solventler bu yöntemler enkapsüle edilmektedir. Sonrasında kullanılması için bu kaplama materyali eritilirken bu materyaller serbest hale geçer. Kuru çorba karışımları, yüksek katı yağ içeriğine sahip gıdalar ve fırıncılık ürünlerinde uygulamaları mevcuttur (Çevik, 2017).

Yağ içerikli kaplama materyallerinin kullanımından dolayı elde edilen ürünler suda çözünmemektedir. Kullanılacak olan kaplama materyali suda çözünebilir özellikte olursa;

suda çözümlü vitaminler ve bazı aroma bileşikleri de mikrokapsüllenebilmektedir. (Çevik, 2017).

1.7.2.3. Sıcak eriyik mikrokapsülasyonu/ekstrüder yöntemi

Sıcak eriyik yöntemi, çekirdek materyalinin eriyik halindeki polimerin içerisine karıştırılmasıyla gerçekleştirilmektedir. Eriyik polimer, camlaşma sıcaklığının altında soğumaya başlayarak kabuk materyalini oluşturmaktadır, kabuk materyali uygun bir çözümlü içerisinden çözülerek, istenen viskozitede ekstrüdere gönderilmektedir. Bu durumda çözümlü, ekstrüder çıkışında sıcak hava ile uzaklaştırılarak, katılaştırılmakta veya koagülasyon banyosuna aktararak jelleşmesi sağlanmaktadır. Sıcak eriyik yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 1.18’de gösterilmiştir.



Şekil 1.18. Sıcak eriyik yöntemi ile mikrokapsül oluşumu

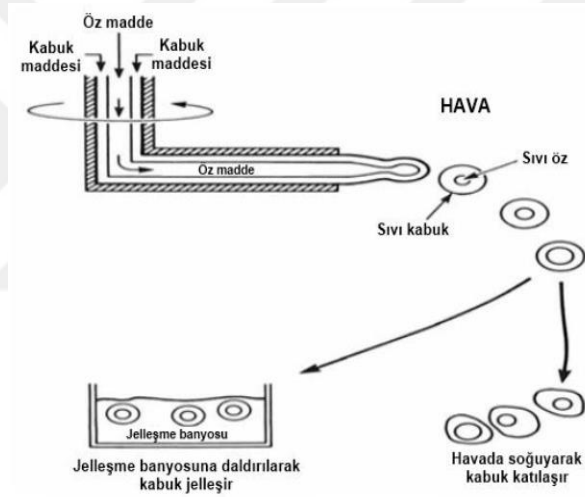
Sıcak eriyik yöntemi ile kapsülasyon işlemi sonucunda, elde edilen partikül boyutu 300 ile 5000 µm arasında değişmektedir. Aroma maddelerini oksidasyona karşı koruması, yöntemin en önemli avantajlarından biridir. Yüksek maliyet, üründe düşük aroma tutunması ve soğuk suda düşük çözünürlük özellikleri göstermesi ise dezavantajlarıdır. Maliyeti püskürtürerek kurutma yöntemine göre yaklaşık iki kat fazladır (Beşen, 2016).

1.7.2.4. Santrifüj yöntemi

Öz ve kabuk maddesi, birbirine karışmayan iki sıvı, ikili akışkan boru sistemi ile pompalanmaktadır. Bu, borudan çıktıktan sonra aniden kendiliğinden dairesel damlacıklar halinde parçalanarak sıvı çubuğu veya devamlı olarak iki akışkan sütunu üretmektedir. Devamlı bir öz bölgesi içeren her bir damlacık sıvı bir kabuk ile kaplanmaktadır. Bu damlacıkların sürekli duvarları kaplama maddesinin özelliklerine ve niteliğine bağlı olarak ya soğutularak ya da bir jelleşme banyosu ile katılaştırılır. Eğer kabuk maddesi

soğutulduğunda kristalleşen oldukça düşük viskoziteye sahip sıcak eriyik (örneğin; vaks veya bir polimerle sertleşmiş vaks) ise, damlacıklar borudan çıktığında katı parçacıklara dönüşmektedir. Vaks gibi sıcak eriyik kabuk maddelerinin bir kısmıyla karışmadığı için uygun öz maddeleri su veya sulu çözeltiler gibi polar sıvılardır. Alternatif olarak, borudan çıkan damlacıklar çabuk jelleşen sulu bir polimer çözeltisi olan kabuğa sahip olabilmektedir. Bu durumda, damlacıklar jel boncuklar haline dönüştükleri jelleşme banyosuna düşmektedir. Üretilen jel boncuklar katı kabuklu kapsüllere dönüştürülmek için kurutulmaktadır. Bu tür kapsül kabukları için uygun öz maddeleri suyla karışmayan yağlardır (Benita, 1996, Karagönlü,2011). Santrifüj yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 1.19’da gösterilmiştir.

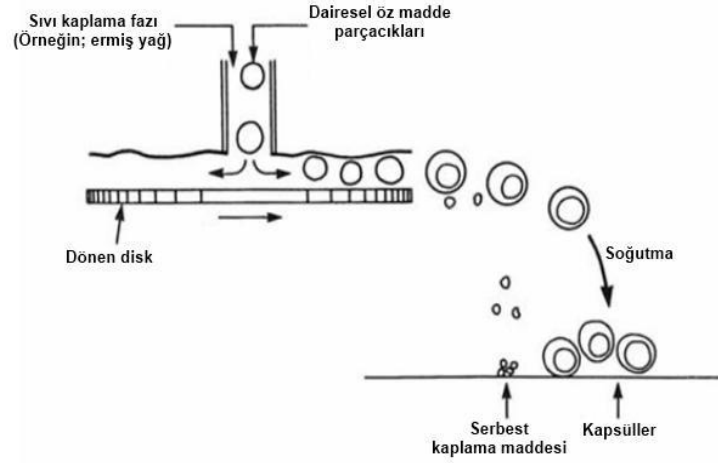
Santrifüj çekme yöntemi ile hazırlanan kapsüller 250 mikron ve daha fazlası çapa sahip olabilmektedirler (Benita, 1996, Karagönlü, 2011).



Şekil 1.19. Santrifüj çekme yöntemiyle mikrokapsülleme işlemi

1.7.2.5. Rotasyonel süspansiyon ayırma /döner disk metodu

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



Şekil 1.20. Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu

Bu kapsülasyon yöntemi hızlı, ucuz, oldukça basit olması ve yüksek verim eldesi sebebi ile sık kullanılmaktadır. Bu yöntem ile 150 μm 'nin altında boyutlara sahip mikrokapsüller elde edilebilmektedir. En iyi kapsülasyon verimi, 100-150 μm çaplı küre formu parçacıkların yüzeyinde, kaplama materyalinin hızlı soğutulması ile elde edilebilmektedir (Beşen, 2016). Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu Şekil 1.20'de gösterilmektedir.

1.7.2.6. Akışkan yatak yöntemi

Bu yöntem aynı zamanda Wurster yöntemi olarak da bilinmektedir. Toz halindeki çekirdek madde akışkan yatak kullanılarak havada süspansiyon edilir ve üzerine kapsül çeperini oluşturacak çözelti, süspansiyon veya emülsiyon halindeki kaplama maddesi püskürtülür. Sonuç olarak çözücü uzaklaştırılarak kaplama maddesinin çekirdek materyalini kaplaması sağlanır. Bu yöntemle etil selüloz, metil selüloz, stearil alkol, selüloz asetat ftalat, zamklar, mumlar ve reçineler kaplama maddesi olarak kullanılabilir. Üretim kapasitesinin yüksek olması, her şekildeki partikülün kapsüllemesine olanak sağlaması ve uygun kurutma koşulları bu yöntemin avantajlarıdır. Ancak 75 μm 'den küçük partiküllerin kaplanmasında dispersiyon güçlüğü bulunmaktadır (Aksoy, 2015).

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR/LİTERATÜR ÖZETİ

Bu tez çalışmasında havacıva otunun yağı püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülleme yapılmıştır. Elde edilen mikrokapsüller pamuklu kumaşlara uygulanmıştır. Bu nedenle literatür çalışmasında, mikrokapsülleme ve havacıva bitkisi üzerine araştırmalar gerçekleştirilmiştir.

Mikrokapsülleme ile ilgili yapılan çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Özkayalar (2019), çalışmasında polimerik duvar yüzeyinde fonksiyonel (kimyasal olarak reaktif) gruplar içeren ve bu yapıları itibari ile tekstil materyallerine kimyasal olarak bağlanabilecek, aynı zamanda yüksek termal ve mekanik dirence sahip çift duvarlı nanokapsül üretimini ve ısı depolama özellikli nanokapsül içeren akıllı tekstil ürünlerinin geliştirilmesini amaçlamıştır. Nanokapsül üretiminde çekirdek madde olarak erime sıcaklıkları sırasıyla 24 °C ve 38 °C olan n-dodekanol ve 1-tetradekanol yağ alkolleri, duvar maddeleri olarak ise metil metakrilat, metakrilik asit ve metakrilamid monomerleri kullanmıştır. Nanokapsülleri su içinde yağ emülsiyon polimerizasyon metodu kullanarak üretmiştir. Emülsiyon polimerizasyonu tek aşamalı ve iki aşamalı olarak modifiye etmiş ve bu prosesler ile üretilen nanokapsülleri sırasıyla tek duvarlı ve çift duvarlı olarak isimlendirmiştir. Çalışmasında, poli(metil metakrilat) iç duvar ve poli(metil metakrilat-ko-metakrilamid) veya poli(metil metakrilat-kometakrilik asit) çift duvarlı nanokapsüller üretmiştir. Tek duvarlı ve çift duvarlı olarak üretilen aynı duvar yapısına sahip nanokapsüllerin özelliklerini karşılaştırmıştır. Üretilen nanokapsüllerin kimyasal yapısını, mikro yapısını, ısıl enerji depolama özelliklerini ve termal stabilitesini sırasıyla Fourier dönüşüm infrared spektroskopisi (FT-IR), geçirimli elektron mikroskobu (TEM), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve termal gravimetrik analiz (TGA) ile analiz etmiştir. Çalışmasının ikinci bölümünde, eş eksenli elektrostatik lif çekim yöntemi ile ısıl enerji depolama özellikli bikomponent nanolif üretimini gerçekleştirmiştir. Nanoliflerin öz kısmına ısıl depolama özellikli nanokapsülleri yerleştirmiştir. Nanoliflerin kimyasal yapılarını, morfolojilerini, ısıl özelliklerini ve nanokapsüllerin lif yapısındaki yerleşimini ve dağılımını sırasıyla FT-IR spektroskopisi, SEM, DSC analizleri ve T-history testi ile incelemiştir. Yapılan analizler ısıl depolama özellikli nanoliflerin başarılı bir şekilde üretildiğini, nanokapsüllerin lif yapısında homojen ve düzenli dağıldığını ve nanoliflerin ısıl düzenleme özelliğine sahip olduğunu ortaya koymuştur. Çalışmasının üçüncü bölümünde, poli(metil metakrilat-ko-metakrilamid) duvarlı nanokapsüller kimyasal olarak modifiye edilmiş pamuklu kumaşlara çektirme metodu kullanarak uygulamıştır. Kapsüllerin kumaş

yüzeyindeki kalıcılığını ve homojen dağılımını SEM görüntüleri ile doğrulamıştır. Nanokapsüllenmiş yağ alkolü tarafından serbest bırakılan enerjiden kaynaklanan kumaş ısı düzenleme özelliği T-History test ile araştırmıştır. Kumaşların yıkama öncesi ve tekrar eden yıkamalar sonrası T-history test sonuçlarına göre, yıkamaya karşı dayanıklı ısı düzenleme özelliğini kanıtlamıştır. Ayrıca, çift duvarlı nanokapsül içeren kumaşlar için, nanokapsüllerin selüloza karşı artan afinitesinden dolayı daha fazla kapsülün kumaşa bağlanmasından kaynaklanan daha gelişmiş ısı düzenleme özelliği elde etmiştir. Dolayısıyla, iki aşamalı emülsiyon polimerizasyonu prosesinin dış yüzeylerinde daha fazla reaktif grup içeren ve daha yüksek ısıl ve kimyasal dirence sahip nanokapsül üretmek için kullanılabilmesi sonucuna ulaşmıştır.

Öge (2017), yaptığı tez çalışmasında spor ve boş zaman giysilerine yönelik rahatlatıcı, dinçleştirici, hoş koku verici ve antibakteriyel özelliklere sahip mikrokapsüllerin üretimi ve tekstil mamulüne aktarımını amaçlamıştır. 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 özelliklerinden yararlanmıştır. 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 üretmiştir. Kapsül duvar materyali olarak etil selüloz kullanmış, kapsül üretimini püskürterek kurutma cihazında gerçekleştirmiştir. Elde edilen kapsüllere kromatografik, spektroskopik termal ve görüntüleme analizleri (SEM, FTIR, TEM, DSC, TGA, HPLC, partikül büyüklüğü ve dağılımı) gerçekleştirmiştir. Elde edilen kapsülleri ticari bir çapraz bağlayıcı ile örme kumaşlara applike etmiştir. Aplikasyon sonrası SEM analizleriyle kumaş yüzeyindeki kapsül varlığını incelemiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlara antibakteriyel testleri uygulamıştır. Ayrıca kumaşlara aktarılan mikrokapsüllerin sürtünmeye ve yıkamaya karşı dayanımlarını incelemiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlardaki uçucu bileşenlerin tespiti amacıyla yıkama öncesi ve 1 yıkama sonrasında GC-MS analizlerini gerçekleştirmiştir.

Dirican (2017), yaptığı çalışmada mikrokapsülleme yöntemi ile dokuma kumaşa koku efekti sağlayarak, yıkama dayanımlarının artırılmasını ve kumaşa fonksiyonel özellik kazandırmayı amaçlamıştır. Mikrokapsülasyon üretiminde öz madde olarak lavanta esanslı yağ, kabuk maddesi olarak sentetik etilen oksit kondesattan elde edilmiş bir emülgatör kullanmıştır. Lavanta esaslı yağdan, ara yüzey polimerizasyon yöntemine göre mikrokapsül elde edilmiştir. Elde ettiği mikrokapsülleri optik mikroskopta incelemiştir. Çalışmasında

ayrıca ticari olarak satılan lavanta kokulu mikrokapsülde kullanmıştır. Elde ettiği mikrokapsülleri ve ticari olarak satın aldığı mikrokapsülleri emdirme yöntemi ile 2 farklı tip (%100 pamuk ve Pes/Vis) dokuma kumaşlara uygulamıştır. Mikrokapsül uyguladığı kumaşların, 1-5-10 yıkamaya ve kokuya karşı dayanımlarını incelemiştir. Satın aldığı lavanta kokulu mikrokapsülü ve elde ettiği lavanta özlü mikrokapsülü aynı tip kumaşlara uygulayarak birbirleri arasında kıyaslama yapmıştır. Yapılan kıyaslamaları mukavemet testleri (kopma-yırtılma), haslık testleri, SEM analizleri, FT-IR analizleri ve renk ölçümleri ile yapmıştır.

Köksal (2016), yaptığı çalışmada kozmetik alanında kullanmak amacıyla E vitamini içeren mikrokapsüllerin üretilmesini hedeflemiştir. Bu amaçla E vitamini yağı jelatin-arap zamkı polimerik duvar malzemesi kullanılarak kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiştir. Deneysel çalışmaları sırasında polimerlerin oranlarının değişimini, çekirdek materyalinin değişimini, yüzey aktif madde çeşidi ve miktarını, karıştırıcının cinsi, çapraz bağlayıcı miktarları gibi birçok parametreyi değiştirerek mikrokapsül üretimi gerçekleştirmiştir. Mikrokapsüllerin oluşma durumunu öncelikle optik mikroskop görüntüleri kullanarak tespit etmiştir. Tarayıcı elektron mikroskobu (SEM) ile de elde edilen mikrokapsüllerin morfolojik görüntülerini incelemiştir. Ayrıca üretimi elde ettiği mikrokapsüllerin FT-IR, TGA ve HPLC analizlerini yapmıştır.

Beşen (2016), çalışmasında, medikal amaçlı kullanılacak, antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirme özelliklerine sahip, biyolojik olarak uyumlu tekstil yüzeylerinin elde edilmesini amaçlamıştır. Çalışmasını ozonlanmış bitkisel yağların eldesi, elde edilen ozonlanmış bitkisel yağların mikrokapsüllemesi ve mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılması olmak üzere üç ana bölümde gerçekleştirmiştir. Çalışmasının birinci bölümü, ozonlanmış yağların üretiminde kullanılacak bitkisel yağların seçilmesi, yağın karakteristik özelliğinin ozon bağlaması üzerindeki etkisinin incelenmesi, yağın ozon bağlama verimliliği ve fonksiyonel özellikleri üzerinde ozonlama süresinin etkisinin belirlenmesi, hedeflenen özelliklere sahip ozonlanmış yağların eldesi ve karakterizasyonu çalışmalarını kapsamaktadır. Çalışmasının ikinci bölümü, ozonlanmış yağların en uygun şekilde mikrokapsüllendiği çalışma yöntem ve reçetesinin belirlenmesi ve hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin karakterize edilmesi çalışmalarını içermektedir. Çalışmasının son bölümü, ozonlanmış yağ mikrokapsüllerinin tekstil yüzeylerine aktarılmasında, en uygun aplikasyon yöntemi ve reçetesinin belirlenmesi, mikrokapsül çözeltilerinin bu yöntem ve reçete ile tekstil yüzeylerine aktarılması ve tekstil yüzeylerinin karakterizasyonu

çalışmalarını kapsamaktadır. Çalışmasında istenilen özelliklere sahip medikal tekstil yüzeylerinin başarılı bir şekilde elde edilebildiğini göstermiştir.

Aksoy (2015), yaptığı çalışmasında hidroksil, amin ve karboksil reaktif grupları bulunan sentetik polimerler ve biyo-uyumlu doğal polimerler kullanarak parafin esaslı faz değiştiren maddeleri kompleks koaservasyon yöntemiyle mikrokapsüllemiştir. Çalışmasında mikrokapsül duvar yapısını oluşturmak için polikatyon olarak kitosan, jelatin polimerleri, polianyon olarak polivinil alkol ve sodyum alginat polimerleri kullanmıştır. Kitosan/sodyum alginat, polivinil alkol/jelatin ve kitosan/polivinil alkol duvarlı, n-eykosan, n-hekzadekan ve n-oktadekan çekirdekli ısı depolama özellikli mikrokapsül üretimini ve karakterizasyonunu gerçekleştirmiştir. Mikrokapsül duvar ve çekirdek madde oranı tüm mikrokapsüller için 1:1,5 olarak kullanmıştır. Emülsiyon oluşturmak için farklı HLB (Hidrofilik-Lipofilik Denge) değerine sahip Span 20, Tween 20, Tween 40 ve Tween 80 yüzey aktif maddeleri kullanmıştır. Çalışması sonunda elde edilen mikrokapsüllerin ısı depolama ve yayma entalpileri ve sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı ile belirlemiş, kimyasal karakterizasyonu FTIR spektroskopisi ile yapmıştır. Mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutu ve parçacık boyut dağılımı parçacık boyutu analiz edici sistem (PSD) kullanılarak belirlemiş, morfolojileri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelemiştir.

Güler (2015), çalışmasında kekik, lavanta ve adaçayı bitkilerinden hidrodestilasyon yöntemi ile uçucu yağ eldesi ve kompleks koaservasyon metodu ile jelatin/sodyum alginat duvar içerisine mikrokapsülasyonunu amaçlamıştır. İlk olarak kekik, lavanta ve adaçayı bitkilerinden uçucu yağ etmiştir. Elde edilen uçucu yağ miktarları kekik için %2,35, lavanta için %1,95 ve adaçayı için %1,65 olarak tespit etmiştir. Elde ettiği uçucu yağların bileşenlerini belirlemek amacıyla GC-MS analizi gerçekleştirmiş ve analiz sonucunda karakteristik ve dominant bileşenleri tespit edilmiştir. Hem uçucu yağ miktarı hem de GC-MS analizi sonuçlarında literatüre paralel bulgular edinmiştir. Hidrodestilasyon sonucu elde edilen uçucu yağlara disk difüzyon metodu kullanarak *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), *Enterococcus faecalis* (ATCC 29212), *Escherichia coli* (ATCC 25933), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853) bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite testi yapmıştır. Test sonucunda çalışmada kullanılan uçucu yağlar içerisinde kekik uçucu yağının en antibakteriyel uçucu yağ, *P. aeruginosa* en dirençli ve *S. aureus* ise en duyarlı bakteri suşu olarak tespit etmiştir. Elde ettiği uçucu yağları kompleks koaservasyon metodu ile jelatin/sodyum alginat polimer yapısı içerisine mikrokapsüllemiştir. Üretilen

mikrokapsüllerin SEM ve optik mikroskop ile morfolojik özelliklerini, FT-IR ile kimyasal yapısını ve disk difüzyon yöntemi ile de antibakteriyel aktivitesini araştırmıştır. Antibakteriyel aktivite testi sonucunda elde edilen uçucu yağların yeterli düzeyde antibakteriyel aktiviteye sahip olduklarını tespit etmiştir.

Mantar (2014), yaptığı çalışmada antibakteriyel ve antibiyotik özelliklerinden faydalanmak amacıyla Aloe vera yaprak jeli kullanmıştır. Aloe vera yaprak jelini basit koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiştir. Elde edilen mikrokapsülleri pamuk kumaşlara uygulamıştır. Kumaş numunelerinin kopma mukavemeti, aşınma dayanımı, su buharı geçirgenliği, kuru ve yaş sürtme haslığı, renk farkı ve antibakteriyel etkinliği gibi özelliklerini belirlemek amacıyla bir dizi test gerçekleştirmiştir.

Göde ve Kebapçı (2014), yaptıkları çalışmada kompleks koaservasyon metodu ile jelatin- arap zankı duvar materyaline sahip çekirdek materyali gül esansı olan mikrokapsüller üretmişlerdir. Çekirdek materyalinin değişimi, esansın markası, polimer oranları, yüzey aktif madde miktarları, yüzey aktif maddenin cinsi, çapraz bağlayıcının cinsi ve miktarı, karıştırıcının tipi ve cinsi, çözelti pH'ı ve proses süresi gibi parametrelerin mikrokapsüllenmeye olan etkilerini araştırmışlardır. Kokulu mikrokapsül üretimi için en uygun çekirdek materyalinin gül esansı, çapraz bağlayıcının glutaraldehit ve en uygun polimer oranlarının 1:1 olduğunu belirlemişlerdir. Üretilen mikrokapsüllerin morfolojini ve oluşumlarını optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmişlerdir. Ayrıca gül kokusunun kapsüllenmesini açıklama ve mikrokapsüllerin yapısını kimyasal olarak incelemek için fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), termogravimetrik analiz (TGA), gaz kromatografisi-kütle spektroskopisi (GC-MS) analizlerini uygulanmışlardır.

Tözüm (2014), çalışmada ısı depolama özellikli mikrokapsüller uygulanmış kumaşların ısı düzenleme ve konfor ile ilişkili özelliklerinin belirlenmesini amaçlamıştır. Bu amaç için erime sıcaklığı 28,2 °C olan oktadekan parafin içeren ticari mikrokapsülleri ve Tübitak Araştırma Projesi kapsamında emülsiyon polimerizasyon yöntemi ile üretilmiş erime sıcaklığı 26,96 °C olan oktadekan içerikli Poli(MMA-ko-AA) duvarlı mikrokapsülleri kullanmıştır. Mikrokapsülleri emdirme yöntemi ile pamuklu kumaşlara uygulamıştır. Mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanmasında glutaraldehit, bütan tetra karboksilik asit ve ticari bir çapraz bağlayıcı olarak Fixapret Resin F-Eco kullanmıştır. Böylece en yüksek ısı depolama kapasitesine sahip kumaş üretimi için uygun çapraz bağlayıcıyı araştırmıştır. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların ısı özelliklerini DSC ile analiz etmiştir. Kumaş

yüzeyindeki mikrokapsül varlığını ve dağılımını taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ile araştırmıştır. Kumaş yapısında mikrokapsüllerin kimyasal olarak varlığının belirlenmesi için Fourier dönüşümlü kızıl ötesi (FT-IR) spektroskopisi yöntemini kullanmıştır. Kumaş yapısında mikrokapsül varlığının kalıcılığını araştırmak için kumaşlara farklı sayıda yıkama ve sürtme testi uygulamıştır. Kumaşların ısı düzenleme özelliklerini sıcaklık ölçüm sensöründen ve veri kaydedici sistemden oluşan düzenek ile (T-history) incelemiştir. Ölçüm sonrası zamana karşı kumaş yüzeylerindeki sıcaklık değişimini belirlemiştir. T-History ölçümlerini sürtme testi ve çok sayıda yıkama sonrası tekrar etmiştir. Çalışmasının son kısmında farklı tür mikrokapsül uygulanmış kumaşların hava geçirgenliği, eğilme direnci, dökümlülük, kumaş-kumaş sürtünmesi vb. özelliklerindeki değişimleri araştırmıştır.

Ömür (2014), çalışmasında mikrokapsülasyon işlemi ile kuşburnu meyvesindeki biyoaktif özelliklerde meydana gelen kayıpların azaltılmasını amaçlamıştır. Mikrokapsülleme için öz madde olarak kuşburnu püresini, kaplama maddesi olarak maltodekstrin kullanmıştır. Püskürterek kurutma yöntemi ile kuşburnu püresini başarılı bir şekilde mikrokapsüllemiştir. Elde edilen mikrokapsüllerde nem, su aktivitesi, yığın yoğunluğu, verim, renk ölçümü ve akabilirlik derecesi analizlerini yapmıştır. Ayrıca elde edilen ürünlerden verimi en fazla olan 5 mikrokapsül örneğinde askorbik asit (C vitamini), toplam fenolik madde içeriği ve antioksidan aktivite analizleri yapmıştır. Kuşburnu meyvesindeki biyoaktif bileşenlerin mikrokapsülasyon sonrası antioksidan aktivitenin %90,2 toplam fenolik madde içeriğinin %65,7 askorbik asitin ise %57,7 oranında korunduğunu tespit etmiştir.

Karagönlü (2011), çalışmasında hastane enfeksiyonlarının önlenmesi için medikal tekstillere uygulanabilecek antimikrobiyal ajan içeren mikrokapsüllerin geliştirilmesi ve tekstil materyaline aktarılmasını hedeflemiştir. Bu amaçla antimikrobiyal özelliğe sahip olduğu yapılan test sonucunda tespit edilen kekik yağı, jelatin-arap zamkı kabuk maddeleri kullanarak kompleks koaservasyon yöntemine göre başarıyla mikrokapsüllemiştir. Mikrokapsül oluşumuna etki eden parametreleri tespit etmiş ve optimum mikrokapsülleme şartlarını belirlemiştir. Elde edilen mikrokapsülleri farklı oranlar kullanarak kumaşlara aktarmış ve ideal miktarı tespit etmiştir. Ayrıca kekik yağının, elde edilen mikrokapsüllerin ve kapsül applike edilmiş kumaşların antimikrobiyal özelliklerini test etmiştir.

Özerdem (2011), yaptığı tez çalışmasında ev tekstilinde kullanılan polyester ve polyester karışımı ürünlere multifonksiyonel özellik kazandırmaya yönelik olarak mikrokapsül elde etmiş ve elde edilen mikrokapsülleri %100 polyester kumaşa aktararak kullanım alanına uygun olarak test etmiştir. Çeper madde olarak jelatin ve arap zamkı seçmiştir. Etken madde olarak Hindistan cevizi yağı, antibakteriyel özelliğinden ve böceksavar özelliklerinden faydalanmak için limon yağı, fesleğen yağı ve kimyon yağı kullanmıştır. Mikrokapsüllerin hazırlanması için koaservasyon yöntemini tercih etmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin erime–donma sıcaklıkları ve bu esnada yaydıkları ve ihtiyaç duydukları enerji miktarlarını DSC cihazında azot gazı altında yapmıştır. Etken maddenin varlığının belirlenmesi ve elde edilen üründe etken maddenin spektrumunun değişiminin gözlenmesi için FTIR analizleri yapmıştır. Elde edilen mikrokapsülleri farklı oranlarda çözeltiler hazırlayarak perdelik yapımında kullanılan %100 polyester kumaşlara emdirme yöntemi ile aktarmıştır. Daha sonra bu kumaşlara bakteri ekimi yapmış ve bakterilerin durumunu gözlemlemiştir. 24 saat sonunda bakterilerin büyük çoğunluğunun yok olduğunu gözlemlemiştir.

Topbaş (2011), çalışmasında antiinflamatuvar etkin madde içeren mikrokapsüllerin elde edilmesini ve bu mikrokapsüllerin ortopedik destek materyaline applike edilmesini amaçlamıştır. Öz madde olarak (Diklofenak sodyum-Antienflamatuvar) ve duvar materyali olarak etil selüloz kullanmıştır. Mikrokapsüllemeyi emülsiyon/solvent uzaklaştırma ve püskürterek kurutma yöntemleri ile yapmıştır. Elde edilen mikrokapsüller üzerinde diferansiyel taramalı kalorimetri, FT-IR (Fouier Transform Kızılötesi Spektroskopisi), X ışını difraktometresi, partikül boyutu analizi ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile karakterizasyon çalışmaları yapmıştır. Uygun niteliğe sahip mikrokapsülleri ortopedik destek materyaline applike etmiştir. Etkin madde miktar tayinlerini ise in-vitro ilaç salım çalışmaları ile belirlemiştir. Aplikasyon ve tekrarlı yıkamalar sonrasında mikrokapsül varlığını ve durumunu taramalı elektron mikroskobu kullanılarak analiz etmiştir.

Tontul (2011), çalışmasında en iyi bitkisel omega-3 kaynaklardan birisi olan keten tohumu yağının mikrokapsüllemesinde kullanılabilecek uygun taşıyıcı ve kombinasyonlarının belirlenmesini amaçlamıştır. Bu amaçla keten tohumu yağını, üç farklı karbonhidrat türevi (maltodekstrin, N-Lok, HiCap 100), iki farklı protein (sodyum kazeinat, peynir altı suyu protein konsantresi) ve arap zamkı kullanılarak, İki farklı emülsifikasyon yöntemini (klasik ve ultrasonik homojenizasyon) homojenize ettikten sonra püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülleme yapmıştır. Her karışımın en yüksek

mikrokapsülasyon etkinliğini sağlayan optimum oranlarını hesaplamıştır. Elde edilen altı farklı karışım ile üretilen mikrokapsüllerin etkinliğini, verimini ve bazı kalite özelliklerini (parçacık büyüklüğü dağılımı, nem miktarı, su aktivitesi, yığın yoğunluğu) belirlemiştir. Optimum şartlarda ürettiği mikrokapsülleri ayrıca hızlandırılmış oksidasyona maruz bırakmış ve bu koşullardaki oksidatif stabilitesini analiz etmiştir. Oksidatif olarak en stabil olan kombinasyonun üretim şartları olan taşıyıcı madde konsantrasyonunu, keten tohumu yağı oranı ve sonikasyon süresi parametrelerini, yanıt yüzey metodu kullanarak optimize etmiştir.

Özdemir (2010), çalışmasında Türkiye’de turunçgiller içerisinde önemli bir yere sahip olan bergamut ve limon meyvelerinin kabuk kısmından (flavedo tabakası) buhar distilasyonu ile uçucu yağlar elde etmiştir. Elde ettiği bu uçucu yağları arap zambak ve maltodekstrin taşıyıcı madde kombinasyonları ile emülsifiye etmiş ve bu emülsiyonlara püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülleme yapmıştır. Elde edilen mikrokapsüllerin fiziksel (nem miktarı, su aktivitesi, yığın yoğunluğu, çözünürlük, bulanıklık, ürün verimi, kapsülleme verimi) ve kimyasal (uçucu yağ bileşimi) kalite özelliklerini belirlemiştir. Ayrıca hammadde ve mikrokapsüllerdeki uçucu yağ bileşenlerinin stabilitesini belirlemek amacıyla, örnekleri 20 gün boyunca oda sıcaklığında ve sabit nemde depolamış. Depolama sonucunda örneklerdeki uçucu yağ miktarlarının ve bileşiminin 20 gün süresince önemli ölçüde değişmediğini belirlemiştir. Bu araştırma sonuçları, mevcut haliyle kullanımında güçlükler yaşanan turunçgil uçucu yağlarının, kullanımı kolay, ve katma değeri daha yüksek daha stabil toz formda ürünlere dönüştürülebileceğini göstermiştir. Bu ürünlerin, gıda sanayinde aroma arttırıcı katkı maddesi olarak kullanım potansiyeli bulunduğunu, ayrıca aroma maddelerinin mikrokapsülasyon işleminde ürün kalitesini arttırmak ve daha stabil ürün elde etmek amacıyla farklı kapsülleyici ajanların kombine olarak kullanımının avantajlı olduğunu göstermiştir.

Alay (2010), doktora tez çalışmasında mikrokapsülenmiş faz değiştiren madde (mikroFDM) içeren ısı depolama özellikli akıllı tekstil ürünlerinin geliştirilmesini amaçlamıştır. Çalışma kapsamında ilk olarak, emülsiyon polimerizasyonu metodu ile allilmetakrilat, etilen glikol dimetakrilat ve glisidil metakrilat çapraz bağlayıcılar kullanılarak, poli(metil metakrilat), poli(etil akrilat) ve poli(bütül akrilat) polimer duvarlı ve n-hekzadekan çekirdekli mikrokapsüller ürettiği. Üretilen mikrokapsüllerin parçacık büyüklüğü ve dağılımını taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile ısıl özelliklerini ise diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yöntemleri ile araştırmıştır. Kimyasal yapılarını

teyit etmek için Fourier dönüşümlü kızıl ötesi (FT-IR) spektroskopisi yöntemini kullanmıştır. Çalışmasının ikinci kısmında, akrilik polimer/hegzadekan mikrokapsülleri pamuk, pamuk/polyester ve polyester dokuma ile viskon ve Lyocell örme kumaşlara emdirme ve kaplama metodu ile uygulayıp kumaşlara ısı depolama özelliği kazandırmıştır. Çalışmasının üçüncü kısmında, ısı enerjisi depolama özellikli nano elyaf üretimini, nano boyutlu kapsüller içeren PAN ve PVA polimer çözeltisinden elektro lif çekim yöntemi ile gerçekleştirmiştir. Mikrokapsül içeren kumaşların ve kompozit nanolif yüzeylerin ısı depolama özelliklerini DSC kullanarak araştırmıştır. Kumaşların yüzeylerindeki mikrokapsüllerin dağılımını, nanoliflerin lif çapı ve çap dağılımındaki değişimlerini SEM ile analiz etmiştir. Çalışmada son olarak, mikrokapsül uygulanmış kumaşların mukavemet, hava ve su buharı geçirgenliği, ısı iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık, kumaş kalınlığı vb. özelliklerini standart test metodlarına göre belirlemiştir.

Erkan (2008), çalışmasında antifungal ajan olan ketokonazol ve terbinafin maddelerini çeşitli yöntemlerle mikrokapsüllenmesini ve tekstil materyaline aktarılmasını amaçlamıştır. Bu amaçla antifungal ajanları melamin-formaldehit reçinesi, etil selüloz polimeri ve siklodekstrin türevleri kullanarak yoğurma, püskürterek kurutma, İn-situ polimerizasyon ve koservasyon yöntemleri ile mikrokapsüllemiştir. Elde ettiği mikrokapsüllerin diferansiyel taramalı kalorimetri, FT-IR, X ışını difraktometresi, partikül boyutu analizi ve taramalı elektron mikroskobu ile karakterizasyonlarını yapmıştır. Elde ettiği mikrokapsülleri ticari çapraz bağlayıcı ürün ile %100 pamuklu kumaşlara aktarmıştır. Mikrokapsül aktarılan kumaşların yıkama dayanımlarını incelemiştir. Test sonucu yıkamaya karşı dayanımları taramalı elektron mikroskobu ve CHNS elementel analizi ile belirlemiştir. Yıkamış ve yıkamamış örneklerin antifungal testlerini gerçekleştirmiştir.

Çimen (2007), çalışmasında, FDM'leri kompleks koservasyon yöntemini kullanılarak mikrokapsüllemiştir. Elde ettiği mikrokapsülleri, % 100 pamuklu dokuma kumaşlara aktararak, kumaşlara ısı performans özelliği kazandırma olanaklarını araştırmıştır. Çalışmasında dış faz olarak, polisakkarit akasya özü ve bitkisel protein; iç faz olarak, 4 farklı hidrokarbon (n-hegzadekan, n-oktadekan, n-nonadekan ve n-eykosan) seçmiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin karakterizasyonunu DSC analizi ile yapmış ve mikrokapsülleri optik mikroskopta incelemiştir. Hazırlanan mikrokapsülleri kumaşlara kaplama yöntemiyle aktarmış ve kaplama yapılan kumaşların da ısınma özelliklerini test etmiştir. Çalışması sonucunda, hidrokarbon mikrokapsülleri aktarılmış kumaşların ısı performans özelliklerinin arttığını görmüştür.

Havacıva bitkisi ile ilgili yapılan çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Gözütok (2107), çalışmasında tekstil malzemelerinin renklendirilmesi yaygın olarak kullanılan sentetik boyalara alternatif olarak kullanılacak doğal boyaların kullanımını araştırmıştır. Doğal boyaların kullanımındaki dezavantajlardan birisi olan düşük ışık haslıklarını çözenin yollarını incelemiştir. Bu amaçla; yünlü kumaşları nar kabuğu, havacıva, fındikkabuğu, ceviz kabuğu, nane ve portakal ağacı yaprağıyla boyamıştır ve daha sonra farklı kimyasal işlemler yapmıştır. Sonuç olarak; kullanılan doğal boyarmadde kaynağı, mordan tipi ve uygulanan kimyasal maddelere göre ışık haslıklarının farklılık gösterebildiğini tespit etmiştir. Ayrıca bu işlemlerin dışında UV ışık ile muamele sonrasında ışık haslıklarının geliştirilebildiğini tespit etmiştir. Bu arada; nar kabuğu, havacıva, fındikkabuğu, ceviz kabuğu, nane ve portakal ağacı yaprağının yünün renklendirilmesi için kullanılacağı ve kullanılan mordan maddeye bağlı olarak farklı renklerin elde edilebileceğini gözlemlemiştir.

Doğan (2017), çalışmasında değişik bitki ekstralarıyla geliştirilen yeni formülasyonları farklı saç tellerine uygulayarak etkinliği In-Vitro metotlarla değerlendirmiştir. Bu amaçla, seçilen bitkilerin toz edilmiş çiçek ve yaprak kısımlarından hazırlanan havacıva kökü, ceviz kabuğu, kara bamyaya çiçeği, kına yaprakları su ekstraları yalnız ve farklı kombinasyonları şeklinde çeşitli renkler elde etmek üzere hazırlamıştır. Doğal ve sentetik boyaların saçtaki performansını ışık mikroskobu, taramalı elektron mikroskobu, mekanik gücün ölçülmesi (Instron cihazıyla), formülasyon çalışması ve mikrobiyal güvenlik testi gibi yöntemlerle değerlendirmiştir. Çalışmasında kullanılan saç örneklerini doğal beyaz, kahverengi, sarı (NW, NB, NY) şeklinde kodlamıştır. Boyalı saçları sırasıyla kahverengi, sarı, kırmızı saçlar (SB, SY ve SR) şeklinde kodlamıştır. Son olarak bitki ekstraları ve onların başarılı kombinasyonlarından yeniden yapılandırılan toz şeklinde bitkisel boya formülasyonunu geliştirmiştir.

Aljesri (2015), çalışmasında bazı tıbbi bitki yağı ve özütlerin sinerjik antimikrobiyal ve antioksidan etkilerinin ölçülmesini amaçlamıştır. Çalışmasında biberiye yağı, zeytinyağında kantoran tentürü, sığla yağı, jojoba yağı, zeytinyağında kudret narı tentürü, aleovera jeli, kudret narı çekirdekleri ve havacıva otunun köklerini kullanmıştır. Antimikrobiyal denemesini yağlar için kuyu difüzyon yöntemi ile ve kombine özütler için disk difüzyon yöntemini kullanarak iki yöntemle yapmıştır. İnhibisyon alanlarının yarıçapını (mm) inkubasyondan sonra ölçmüştür. Sistemik sinerjik antioksidan denemesi referansı olarak BHT ve zeytinyağı kullanarak DPPH radikal süpürücü yöntem ile tespit etmiştir. Bu

araştırmasındaki en önemli adımlar, fitokimyasalların analizi, biberiye yağındaki önemli kimyasalların GC-MS ile miktar analizi ve son olarak sığla yağı, zeytinyağında kudret narı tentürü, havacıva otunun su, metanol ve etanol özütlerinin LC-MS/MS ile analizinden oluşmaktadır. Biberiye yağı ve kudret narı çekirdeklerinin zeytinyağındaki tentüründen oluşan ikili karışım en sinerjik antimikrobiyal etkiyi gösterdiğini, zeytinyağında kudret narı tentürü, sığla yağı ve biberiye yağı üçlü karışımı en sinerjik antibakteriyel aktiviteyi gösterdiğini belirtmiştir. Bütün karışımlar arasında J kombinasyonu (zeytinyağında kudret narı tentürü, biberiye yağı, sığla yağı, zeytinyağında kantoran tentürü, Aloe vera jeli ve Jojoba yağı) en yüksek sinerjik antioksidana sahip olduğunu belirlemiştir.

Gümüş (2015), çalışmasında balmumu, zeytinyağı ve *Alkanna tinctoria* karışımının yanık yarası üzerine etkisini incelemiştir. Araştırmasını Atatürk Üniversitesi Araştırma Hastanesi Yanık Ünitesinde Mayıs 2014- Ağustos 2015 tarihleri arasında 64 hastada (31 deney, 33 kontrol grubu) yapmıştır. Pansuman odasında steril teknik ve aseptik şartları oluşturarak, deney grubunda bulunan hastalara balmumu, zeytinyağı ve *Alkanna tinctoria* karışımından elde edilen pansuman materyalini uyguladı. Kontrol grubunda bulunan hastalara yanık ünitesinde rutininde uygulanan pomat formunda topikal uygulanabilen Nitrofurazon ve ampul formunda olan Rifamisin kullanarak pansuman yaptı. Deney ve kontrol grubu hastalarının yanık yaralarını her pansumandan önce fotoğraf çekimlerini yapmıştır. Çekilen her fotoğrafı, yara alanlarının ölçülmesi amacıyla “image j” programı ile bilgisayar ortamına aktarmıştır. Verilerin değerlendirilmesinde sayı, yüzde Ki Kare ve Mann Whitney U testlerini kullandı. Balmumu, zeytinyağı ve *Alkanna tinctoria* karışımı 2. derece yanık yaraları üzerine uygulandığında yara iyileşmesi için gerekli olan epitelizasyon işlemi hızlandırdığı, pansuman değişimlerinde yaşanan ağrıyı azalttığı ve hastanın hastanede kalma süresini kısalttığını belirlemiştir.

Benli (2015), yaptığı çalışmasında; geleneksel yöntemler kullanılarak yapılan ve yoğun miktarda tehlikeli kimyasal madde, enerji ve su sarfiyatı olan nişasta haşıl esaslı pamuklu dokuma kumaşların tekstil ön terbiye ve boyama işlemlerine alternatif olabilecek yeni ve çevre dostu üretim yöntemlerini tespit etmeyi amaçlamıştır. Çalışmasında; pamuklu kumaşların terbiyesinde çeşitli enzimler kullanarak ön terbiye işlemleri yapmış, sonra ultrasonik enerjinin etkilerini incelemiş, optimize ettiği enzim-ultrason kombinasyonlu bitim işlemleri sonrasında kumaşları aynı banyo içerisinde ayrı ayrı nar kabuğu, fındikkabuğu, portakal ağacı yaprağı ve havacıva bitkisi kullanarak ve farklı mordan maddeleri kullanılarak boyama işlemi gerçekleştirmiştir. Kumaş numunelerinin renk verimlerini, haslık

sonularını ve renk deęişimlerini tespit edilmiştir. Pamuklu kumaşların geleneksel terbiye metotları yerine alternatif ekolojik metotların başarılı bir şekilde kullanılabileceğini tespit etmiştir.

Yılmaz (2015), alışmasında tekstil boyamacılığında önemli bir sorun olan doğal boyaların metamerik özelliklerini araştırmıştır. Bu amaçla, doğal boyarmaddelerle boyanmış olan %100 yünlü kumaş numunelerinin spektral ölçümlerini yaparak, bu konudaki eksikliğin giderilmesini hedeflemiştir. alışmasında yünlü kumaşların boyanmasını nar kabuęu, kökboya bitkisi, havacıva bitkisi, yarpuz bitkisi ve nareeęi bitkisi ile mordanlı ve mordansız olarak yapmıştır. Yaptığı boyama işlemleri sonucunda farklı mordan maddeleri ile mordansıza göre farklı renkler elde etmiştir. Metamerik özellięi açısından boyarmadde cinsinin, boyarmadde konsantrasyonunun, ışık kaynağının ve mordan cinsinin etkili olduklarını görmüştür. En fazla metamerik özellięini kökboya bitkisi gösterirken, en az metamerik özellięini havacıva bitkisi göstermiştir. alışmasında seçilen farklı doğal boyaların ve farklı mordan maddelerinin hangi renkleri verebileceęi ve metamerik özellięini ne ölçüde etkileyeceęini ortaya koymuştur.

akar (2013), alışmasında *Alkanna tinctoria* bitki kökü organik faz ekstraktlarının insan eritrositlerinde bulunan glutasyon redüktaz, 6-fosfoglukonat dehidrogenaz ve glukoz-6-fosfat dehidrogenaz enzimlerinin aktiviteleri üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Enzim aktivitesini Beutler metoduna göre spektrofotometrik yöntem kullanarak ölmüştür. Her enzim için Lineweaver-Burk grafięini çizdi. Bunun için 3 farklı substrat konsantrasyonunda 5 farklı inhibitör (organik faz bitki ekstraktı) konsantrasyonunu alışmıştır. Kontrol grubu da oluşturarak grafik haline geçirmiştir. Bu işlemi her bir enzim için ayrı ayrı uygulayıp, grafikten inhibisyon gösterenlerin inhibisyon türü ve I_{50} deęerlerini buldu. Organik faz bitki ekstraktlarının konsantrasyonu 0,0053 mg/ml-0,021 mg/ml aralığında, 6-fosfoglukonat dehidrogenaz enziminin substratı olan 6-fosfoglukonatın konsantrasyonu 0,15-0,6 mM arasında, glukoz-6-fosfat dehidrogenaz enziminin substratı olan glukoz-6-fosfatın konsantrasyonu 0,36-0,72 mM arasında ve glutasyon redüktaz enziminin substratı olan okside glutasyonun konsantrasyonu 0,2-1 mM arasında seçmiştir. Bu konsantrasyonları en uygun olacak şekilde ön ölçüm işlemleri ile belirlemiştir. *Alkanna tinctoria* bitki kökünün organiz faz ekstraktı, 6-fosfoglukonat dehidrogenaz ve glukoz-6-fosfat dehidrogenaz enzimlerini aktive ettięini, glutasyon redüktaz enzimini inhibe ettięi belirlemiştir. Bitki ekstraktları glutasyon redüktaz enziminin aktivitesi üzerine yarışmasız inhibisyon etkisini gösterdięini ve inhibisyonun I_{50} deęerini 0,0249 mg/ml olarak hesaplamıştır.

Şığva (2012), çalışmasında Androjen bağımsız, androjen bağımlı VCaP prostat kanseri hücre hatlarında anti-kanser etkinliği yüksek üç bitkisel etken maddenin; Sulforafen, Silymarin, Kaempferol ve Türkiye'de yetişen 4 endemik bitki türünden *Alkanna tinctoria subsp. Subleiocarpa* (Havacıva otu), *Lavandula stoechas subsp. Cariensis* (Karabaş Otu), *Phlomis leucophratca* (Çalba otu), *Rubia davisiana* (Boyapürü) farklı polariteye sahip çözücüler ile hazırlanmış bitki ekstralarının Paklitaksel ile kombinasyonlarının sinerjistik etkinliğinin araştırılmasını ve bu kombine dozların sinerjistik etkisinin hücre döngüsü sinyal iletimi ve apoptozis yollarındaki gen ekspresyonları üzerine etkilerinin araştırılmasını amaçlamıştır. Prostat kanseri hücre hatları ve PNT1A (normal prostat epiteli) hücre hattı belirli dozda bitkisel etken maddeler ile endemik bitki ekstraları ile muamele etmiş ve real-time çevrimiçi olarak IC₅₀ dozlarını belirlemiş ve apoptotik etkilerini TUNEL, Aneksin V ve JC-1 yöntemi ile değerlendirmiştir. Bitkisel etken maddelerin ve endemik bitki ekstraları paklitaksel ile kombinasyonlarının etkinliklerini izobologram analizi ile belirlemiştir. Her bir çalışmayı üç kez tekrarlamıştır. Sinerjistik kombinasyonların apoptotik etkileri TUNEL, Aneksin V ve JC-1 yöntemi ile değerlendirmiş ve hücre döngüsü sinyal iletimi ve apoptozis yollarındaki gen ekspresyonları üzerine etkilerinin real time online RT-PCR ile analiz etmiştir. Prostat kanseri hücre hatlarında, endemik bitki ekstralarının (*Alkanna tinctoria subsp. subleiocarpa*, *Phlomis leucophratca* ve *Rubia davisiana*, IC₅₀<220µg/ml) ve bitkisel etken maddelerin (silymarin ve sulforafen IC₅₀<130 µM) anti proliferatif ve apoptotik etki gösterdiğini saptadı. Endemik bitki ekstraları ve bitkisel etken maddeler paklitaksel ile sinerjistik (CI ED₅₀< 0,41) etki göstermiştir. Sinerjistik etki gösteren kombinasyonlar prostat kanseri hücre hatlarında, Bcl-2 gen ekspresyonunu baskılayarak Bax/Bcl-2 oranını arttırmış ayrıca TNFRSF10A, TNFRSF1A, CHEK1, CDKN1A, CDKN2B, CDK8, CDKN3 ve CASP14 ekspresyonlarını arttırmış ve BAD, CDK5RAP1, CDC20, siklin H, CDK5RAP1, CDC20 azalmıştır. Sonuç olarak, Paklitaksel ile sinerjistik etki gösteren endemik bitki ekstraları ve bitkisel etken maddeler, Paklitakselin etkin dozunu azaltmış ve G₂/M arrestini indüklemişlerdir.

Yılmaz (2011), çalışmasında proteinlerin elektroforez jellerinin boyanmasında doğal boyaların kullanılabilirliğini araştırmıştır. Bu amaçla; safran (*Crocus sativus*), narçiçeği (*Punica granatum*), havacıva otu (*Alkana tinctoria*) ve zerdeçal (*Curcuma longa*) bitkilerinden elde ettiği ekstraları kullanmıştır. *Escherichia coli* lizatında oluşan numuneleri SDS-PAGE' de koymuş ve müteakiben bu jellere doğal bitki ekstralarıyla hazırlanan boyaları uygulamış ve Coomassie Brilliant Blue ile boyanmış olan kontrol jeli ile karşılaştırmıştır.

Sonuç olarak; Poliakrilamid Elektroferez jellerinde protein bantlarının gözlenebilmesi için elektroferez jellerinin boyanmasında araştırmasında incelediği Nar-Havacıva-Safran-Zerdeçal bitkilerinden elde edilen doğal boyaların kullanılabilceğini belirtmiştir.

Atıcı (2011), çalışmasında Türkiye'deki yaylı çalgı cilasında kullanılabilir renk verici organik maddeleri ve bu maddelerin cila teknik ve formülasyonlarına uygunluğunu araştırmıştır. Çalışmasında, yaylı çalgıların ilk ortaya çıkışından modern döneme kadar kullanılan cilanın, tarihsel ve teknik gelişimini incelemiştir. Bu incelemeleri esas alarak, alkol bazlı cila içerisinde çeşitli renk denemeleri yapmıştır. Elde edilen cilalarda şeffaflık, parlaklık, renk haslığı, ışık haslığı gibi özellikleri aramıştır. Çalışmasında kullanılacak renk verici organik maddeleri, tarçın, karanfil, aspir, polen, havacıva otu, kantaron, civanperçemi, kethindi, havlucan, yoğurt otu, meyan kökü, yabancı melek otu bitkileri ile sınırlandırmıştır. Bu maddeleri kullanarak elde edilen renk ekstraktları, akçaağaçtan hazırlanan test parçaları üzerine uygulayıp sonuçları incelemiştir. Her bir cila maddesinden elde edilen veriler sonucunda tarçın, karanfil, polen, havacıva otu ve kethindi organik maddelerinin, yaylı çalgıyı cilalama aşamasında kullanımının mümkün olduğu sonucuna varmıştır.

Sarıkürkcü (2010), çalışmasında *Thymus longicaulis* C. Presl subsp. *longicaulis* var. *longicaulis*, *Alkanna tinctoria* (L.) Tausch subsp. *tinctoria* ve Türkiye'ye endemik *Phlomis bourgaei* Boiss. Bitkilerinin hidrodestilasyonla elde edilen uçucu yağlarının kimyasal içeriklerinin ve hem uçucu yağların hem de farklı çözücü özütlerinin In-Vitro antioksidan aktivitelerini belirlemeye çalıştı. Artan polariteyle sırasıyla heksan, etil asetat, metanol ve su kullanılarak takip eden özütlemeye çalıştı. Bitkilerin uçucu yağ bileşenlerini GC ve GC/MS kullanılarak belirledi. *Thymus longicaulis* C. Presl subsp. *longicaulis* var. *longicaulis* bitki uçucu yağında γ -Terpinen (%27.80), Timol (%27.65) ve p-Simen (%19.38), *Alkanna tinctoria* (L.) Tausch subsp. *tinctoria* bitki uçucu yağında pulegon (%22.8), 1,8-sineol (%13.1) ve α -terpinil asetat (%6.9), ve endemik *Phlomis bourgaei* bitki uçucu yağında β -Karyofillen (%37.37), (Z)- β -Farnesen (%15.88) ve Germakren D (%10.97) ana bileşenler olarak tespit etmiştir. Örneklerin antioksidan aktivitelerini, β -karoten/linolik asit model sistem, DPPH serbest radikal giderim, indirgeme gücü ve şelatlama kapasitesini kapsayan dört farklı test sistemiyle belirledi. Ayrıca özütlerin toplam fenolik ve toplam flavonoid bileşik miktarlarını da belirlemiştir.

Öztav (2009), çalışmasında Havacıva bitkisinin (*Alkanna tinctoria*) selülozik ve protein elyaf boyar maddesi olarak kullanılabilirliğini araştırmıştır. Çalışmasında öncelikle havacıva bitkisinin kökündeki total madde miktarını tespit etmiş, daha sonra aseton ve etanol

çözücüleriyle havacıva kökünden kırmızı ve mavi renkli 2 ayrı boyar madde ekstraksiyonu elde etmiştir. Karışımlardaki bazı bileşenlerin yapısını spektroskopik yöntemlerle belirlemiştir. Önce havacıva kökünden elde edilen kırmızı bileşenle sonra da mavi bileşenle boyanmaya hazır 194 adet yün, keten ve pamuklu kumaşı pH: 2, 4, 6 ve 8'de mordanlı ve mordansız boyama yöntemleriyle boyamıştır. Mordanlı boyama $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, $K_2Cr_2O_7$, $AgNO_3$, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ ve Önal-1 mordan sistemi kullanılarak ön, birlikte ve son mordanlama yöntemleriyle gerçekleştirdi. Ayrıca 20 adet Ahşap numune de havacıva kökünden elde edilen bitki ekstraktı ile mordansız ve birlikte mordanlama yöntemiyle $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, $K_2Cr_2O_7$, $AgNO_3$, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, $SnCl_2 \cdot 2H_2O$, $ZnCl_2$, $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ve ÖNAL-1 mordanı kullanılarak boyama yapmıştır. Böylece havacıva kökündeki renk veren maddeler farklı çözücü ortamında kalitatif olarak ayırmış ve elde edilen boyar maddelerle elyaf numunelerini mordanlı ve mordansız boyama yöntemleriyle boyamalarını gerçekleştirmiştir. Toplam 582 adet numune boyamış olup, bu numunelerin ışık, yıkama ve sürtünme haslık değerlerini tespit etmiştir. Numunelerin renk kodları ve haslık analizlerini yaparak optimum boyama reçetelerini elde etmiş ve sonuçları yorumlamıştır. Havacıva köküyle yapılan boyamalar sonucunda haslık analizlerinin yüksek olduğunu, elde edilen renklerin parlak ve canlı olduğunu görmüştür. Böylece havacıva bitkisinin selülozik ve protein elyaf boyar maddesi olarak kullanılabilirliği tespit etmiştir. Sonuçların olumlu çıkmasıyla doğal bitkisel boyar madde olarak kullanılabilir ve ülke ekonomisine katkıda bulunulabilecek bitkilere yeni bir alternatif getirmiştir.

Demir (2007), çalışmasında boya bitkilerinin saç boyası üretiminde değerlendirilip değerlendirilemeyeceğini araştırmıştır. Çalışmasında Kızılağaç, Ceviz, Kök boya, Havacıva ve Muhabbet çiçeği kullanılarak 8 adet doğal saç rengi üretmiştir. Bunlardan Kızılağaç+Ceviz+ $FeSO_4$ ortamında yapılan boyamadan Siyah; Kök boya (15 g) + $CoCl_2$ ortamında yapılan boyamadan Kestane kahvesi; Kök boya (20 g) + $CoCl_2$ ortamında yapılan boyamadan Kızıl; Kök boya + Havacıva + $AgNO_3$ + $CoCl_2$ ortamında yapılan boyamadan Kızıl-kahve; (Muhabbet çiçeği + Şap) ortamında yapılan boyamadan Röfle sarısı; (Ceviz yaprağı + H_2SO_4 + $FeSO_4$) ortamında yapılan boyamadan Siyah; (Ceviz yaprağı + $FeSO_4$) ortamında yapılan boyamadan fındık kabuğu; (Ceviz yaprağı + Muhabbet çiçeği + $FeSO_4$) ortamında yapılan boyamadan açık kestane renklerini elde etmiştir. Elde ettiği doğal boyaları insan saçına uygulama yaparak oda sıcaklığında ve 40 °C'deki minimum boyanma sürelerini belirlemiştir. Buna göre, oda sıcaklığındaki genel boyama sürelerinin 5.30 saatten 8.30 saate

kadar deđiřtiđini, 40 °C'deki boyama srelerinin 2 ile 4 saat arasında olduđunu tespit etmiřtir.

Gitmiřođlu (2005), alıřmasında da, Kahramanmarař yresine ait boya bitkilerinden *Rubia tinctorum L.* (Kk boya) ve *Alkanna tinctoria L.* (Havacıva otu) bitkilerindeki naftakinon grubları, yksek basınlı sıvı kromatografisi ve kolon kromatografisi tekniklerini kullanarak tayin etmiřtir. Ayrıca, bu bitkilerin tekstil boyarmadde kaynađı olarak kullanılma imknlarını ve boyama zelliklerini arařtırmıřtır. Boyarmadde zelliklerini renk haslıklarına gre tespit etmiřtir. Tabii boyaların, el iřlerinde kullanılması amalandıđından, boyama zellikleri yn elyafta istenilen zellikler gz nne alarak deđerlendirmiřtir. Arařtırmasında, elde ettiđi ekstraktları  Őekilde boyamada kullanmıř ve bilinen  mordanlama metodunu uygulamıřtır. Haslık kontrollerini TSE standartlarına gre yapmıř ve sonuta bu bitkilerin iyi birer tekstil boyarmadde kaynađı olarak kullanılabilceđini tespit etmiřtir.

zbek (1996), alıřmasında lkemizde bitkisel boyacılıđın uzun yıllardan beri yapıldıđı, halı ve kilimleriyle nl olan Sivas ve yresinde yetiřen boya bitkilerini arařtırmıřtır. Adaayı, ceviz, havacıva, kadıntuzluđu, kızılam, muhabbet ieđi, sıđırkuyruđu, stleđen bitkilerini yne gre %100 oranında, 1 saat sreyle kaynatılarak sıcak ekstraktlar hazırlamıřtır. Bu ekstraktlarla 5 adet, mordan (kimyasal madde) yne gre %2 ve %4 oranlarında kullanarak 80 adet mordanlı 8 adet mordansız boyama yapmıřtır. Boyanmıř yn ipliklerinden elde edilen renkleri adlandırmıřtır. Bu renkler zerinde ıřık, srtnme, su damlası gibi haslıkları incelemiřtir. Iřık haslıđında 1-7, srtnme haslıđında 1-5, su damlası haslıđında ıslak 3-5, kuru 4-5 arasında deđerren deđerler bulmuřtur. İncelenen bu  haslık deđerlerinde mordan ve mordan oranının etkili olduđunu tespit etmiřtir.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

3.1.1. Kullanılan kimyasal malzemeler

Havacıya yağının püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülasyonu için yapılan bu çalışmada, duvar materyali olarak maltodekstrin ve arap zımkı, etken madde olarak havacıya yağı kullanılmıştır.

Mikrokapsülasyon işlemlerinde kullanılan kimyasallar

Mikrokapsüllemede kabuk maddesi olarak kullanılmıştır. Kullanılan maltodekstrin Smart Kimya Ticaret ve Danışmanlık Limited Şirketinden (İzmir) temin edilmiştir. Toz halde maltodekstrinin DE değeri 18-20'dir.

Sprey tip kurutucularda (sprey dryer), kurutma öncesi hazırlanan karışımlarda, maltodekstrinler, yüzey aktif maddeler ve bitkisel zımkılarla birlikte kullanılır. Bu sayede kurutmanın kolaylaştırılmasının yanı sıra kaplama (kapsülasyon) da sağlanarak ürünün raf ömrü uzatılır, ayrıca çözünürlüğü ve sıvı fazlarda emülsiyon yapma özelliği artırılır. Böylece, kurutma sonrası toz halde ve uzun ömürlü ürünler elde edilebilmektedir. Ürünlerin kapsülendirilmesi ile buharlaşma kayıpları azaltılmakta ve oksitlenmeye karşı kararlı bir yapı oluşturulmaktadır (Söbüçovalı, 2011).

Mikrokapsüllemede maltodekstrin ile beraber kabuk maddesi olarak kullanılmıştır. Kullanılan arap zımkı (Şekil 3.1.) Acros Organics firmasından temin edilmiştir. Kullanılan arap zımkının yoğunluğu 1,35 g/cm³'dir.



Şekil 3.1. Arap zımkı

Arap zankı (akasya gamı) mikrokapsüllemde en sık kullanılan gam kaynaklı kaplama materyalidir. Ayrıca yağların mikrokapsüllemesinde emülsiyon oluşturma özelliği, film oluşturma kapasitesi, düşük viskozite ve çözünürlüğünün yüksek olmasından dolayı geniş bir kullanımı vardır. Arap zankının emülsifiye edici özelliğinin iyi olması, yapısındaki proteinlerden kaynaklanmaktadır (Çevik, 2017).

Mikrokapsüllemde etken madde olarak kullanılmıştır. Havacıya yağı Arzen Kozmetik-Isparta firmasından temin edilmiştir. Havacıya yağı soğuk sıkım yöntemi ile elde edilmiştir.

Aplikasyonda kullanılan kimyasallar ve malzemeler

Mikrokapsüllerin kumaşa aplikasyonunda çapraz bağlayıcı olarak kullanılan glutaraldehit Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir.

Mikrokapsüllerin aktarıldığı örme kumaşların özellikleri Çizelge 3.1.'de belirtilmiştir. Bu çizelgede kumaşlara KS, KL, KR1 ve KR2 şeklinde kodlama yapılmıştır. Bu kodlamada KS süprem (Şekil 3.2. a), KL lakost (Şekil 3.2. b), KR1 ve KR2 ise ribana örme kumaşı (Şekil 3.2.c) ifade etmektedir.

Çizelge 3.1. Kumaş özellikleri

Kumaş kodu	İplik numarası (Ne)	Ham madde	Örgü Tipi	Gramaj (g/m ²)	İlmek çubuk sıklığı (İlmek/cm)	İlmek sıra sıklığı (İlmek/cm)	İlmek yoğunluğu (İlmek/cm ²)
KS	30/1 karde	%100 pamuk	Süprem	166	17	32	544
KL	30/1 penye	%100 pamuk (Lirkalı)	Lakost	230	13	32	416
KR1	30/1 karde	%50 pamuk %50 viskon	Ribana	248	24	17	408
KR2	30/1 karde	%100 pamuk	Ribana	245	26	14	364



a)

b)

c)

Şekil 3.2. Çalışmada kullanılan örme kumaşlar: a) Süprem, b) Lakost ve c) Ribana

3.1.2. Kullanılan cihazlar

Mini Püskürtmeli Kurutucu; Mikrokapsülleme yapımı için Harran Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (HÜBTAM) laboratuvarında bulunan Bakon B 15 mini püskürtmeli kurucu cihaz kullanılmıştır. Şekil 3.3’de mikrokapsül üretimi için kullanılan püskürterek kurutma cihazı gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Püskürterek kurutma cihazı

Hassas terazi; Mikrokapsüllemede kullanılan malzemelerin tartılmasında Şekil 3.4’de gösterilen Radwag WTB 2000 hassas terazi kullanılmıştır.



Şekil 3.4. Hassas terazi

Homojenizatör; Mikrokapsüllemelerde kullanılan sıvı ve katı maddeleri homojen bir şekilde karıştırarak emülsiyon oluşturmak için kullanılmıştır. Çalışmada Şekil 3.5.'de gösterilen Isolab homojenizatör kullanılmıştır. Kullanılan parçalama başlık cinsine göre 10 ml ile 8.000 ml arası numunelerde kısa sürede karıştırmayı sağlamaktadır. 6 aşamalı hız kontrolü ile 10.000, 12.000, 15.000, 18.000, 22.000 ve 30.000 devirlerde çalışmaktadır.



Şekil 3.5. Homojenizatör

3.1.3. Analizlerde kullanılan cihazlar ve test yöntemleri

3.1.3.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Elektron-numune etkileşimlerinden elde edilen sinyaller ile dış morfolojik yapı, kimyasal bileşim ve numuneyi oluşturan kristal yapı hakkında bilgi verir. Çoğu uygulamada,

örnek yüzeyin seçilen bir alanı üzerinden veriler toplanır ve bu özelliklerde mekânsal varyasyonları gösteren iki boyutlu görüntü elde edilir. Genişliği yaklaşık 1 cm ile 5 mikron arasında olan alanlar, klasik SEM teknikleri ile (20X-30.000X aralığında büyütme, 50 ile 100 nm'lik mekansal çözünürlük) tarama modunda görüntülenebilir. SEM, aynı zamanda numune üzerindeki seçilen noktasal yerleri analiz etme yeteneğine sahiptir.

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi ÜSKİM laboratuvarında bulunan Zeiss EVO LS10 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile tez kapsamında üretilen mikrokapsüllerin yüzey görüntülerini incelenmek amacıyla kullanılmıştır (Şekil 3.6.). Görüntüler farklı büyütme oranlarında alınmıştır. Ayrıca daha yüksek bir çözünürlükte görüntü elde edebilmek için numunelere SEM analizinden önce altın kaplama cihazında altın kaplanmıştır.



Şekil 3.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

3.1.3.2. Fourier dönüşüm kızılötesi spektroskopisi (FTIR)

Kızılötesi (IR) absorpsiyon spektroskopisi, IR ışınları molekülün titreşim hareketleri tarafından soğurulmaktadır. FTIR, her dalga boyunu tek tek taramak gerekmediği için spektrum birkaç saniyede kaydedilir ve yarık veya prizma kullanılmadığı için duyarlık değişmeden yüksek ayrılmalı spektrum elde edilir. Bu yöntemde, moleküler bağ karakterizasyonu yapılmaktadır katı, sıvı gaz halindeki organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonel gruplar, iki bileşiğin aynı olup olmadığını, yapıdaki bağların durumu, bağlanma yerleri ve yapının hoş kokulu ya da alifatik olup olmadığını belirler. Üretilen mikrokapsüllerin yapısında bulunan bağları tespit etmek amacıyla kullanılmıştır.

Numunelerin FTIR analizleri Şekil 3.7.'de gösterilen Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi ÜSKİM Laboratuvarında bulunan, Perkin Elmer spektrum 400 ile 4000 cm^{-1} dalga sayısı aralığı taranarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.7. Perkin Elmer spektrum 400 cihazı (FTIR)

3.1.3.3. Yüksek çözünürlüklü yüzey alanı ve mikro gözenek boyutu analiz cihazı (BET)

BET (Brunauer, Emmet ve Teller) cihazı, katı veya toz numunelerde fiziksel adsorpsiyon yöntemiyle yüzey alanı ölçümleri, mikro, mezo ve makro gözenek boyutunu ve gözenek boyut dağılımını düşük basınçlarda ve yüksek çözünürlükte tespit edebilmektedir. Mikrokapsüllerin gözenekli yapıda olup olmadığını anlamak için BET cihazı kullanılarak analiz edilmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin yüzey alanları ve toplam gözenek hacimleri, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi ÜSKİM Laboratuvarında bulunan Micromeritics marka TriStar II 3020 model yüzey alanı ve gözeneklilik ölçüm cihazında azot gazı kullanılarak belirlenmiştir (Şekil 3.8.). Analiz öncesinde numuneler saflaştırma ve sudan arıtma işlemi için vakumlu ısıtma yapan (300 °C'ye kadar) degas ünitesine yerleştirilmektedir. Ardından örnekler sıvı azot sıcaklığında (-196 °C) adsorbat olarak kullanılan azot gazıyla analize tabi tutulmaktadır. Bu deneyler sonucunda maddenin hangi basınçta ne kadar azot tuttuğunu gösteren “adsorpsiyon izotermi” elde edilmektedir. Adsorpsiyon izotermi ortaya çıktıktan sonra elde edilen P/P₀ değerlerine karşın, adsorplanan gazın miktarı n (nmol) değerlerinden yararlanılarak toplam yüzey alan (m^2/g) hesaplanmıştır. BET cihazı toplam gözenek hacmi, ortalama gözenek boyutu gibi parametreleri Brunauer Emmett ve Teller teorisini kullanarak hesaplamaktadır.



Şekil 3.8. Micromeritics TriStar II BET cihazı

3.1.3.4. Termogravimetrik analiz (TGA)

TGA analizi, genel olarak malzemelerde sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak meydana gelen kütle kaybı ve/veya kazanımlarının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Numuneler sabit ısıtma hızında ısıtılır ve kütle değişimi sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülüp kaydedilir. Alternatif olarak, numunenin, uygun bir sabit sıcaklıkta, belli bir zaman aralığında kütle değişimi zamanın bir fonksiyonu şeklinde ölçülüp kaydedilir. Kütlelerin zamana veya sıcaklığa karşı grafiği çizilerek, sıcaklığın fonksiyonu olarak malzemenin kütledeki değişim ve bu değişimin yayıldığı aralık malzemenin termal kararlılığını belirler. Cihazdan alınan veriler, bağıl termal kararlılıkların değerlendirilmesinde, polimer-polimer veya polimer-katkı maddesi etkileşimlerinin incelenmesinde, malzeme içerisindeki nem ve uçucu bileşenlerin ya da katkı maddelerin oranlarının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Termogravimetrik analizinde, numunenin sıcaklığı oda sıcaklığından başlayarak 1300 °C 'ye ulaşan sıcaklıklara kadar arttırılırken; ağırlığı sürekli olarak izlenir. Kütlelerin veya kütle yüzdesinin zamana karşı grafiği termogram veya termal bozunma eğrisi olarak adlandırılır. Tez çalışması kapsamında üretilen mikrokapsüllerin yapısında meydana gelen değişimleri incelemek için kullanılmıştır.

TGA analizi Şekil 3.9.'da gösterilen Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi bünyesinde bulunan ÜSKİM Laboratuvarı'nda Exstar SII TG/TDA 6300 marka cihaz ile

yapılmıştır. Termogravimetrik analizi, 25-900 °C sıcaklık aralığında ve 100 ml/dk. azot çıkış hızında yapılmıştır. Mikrokapsüllerin termogravimetrik analizi 10°C/dk. artış hızında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.9. Exstar TG/DTA 6300 termogravimetrik analizi cihazı

3.1.3.5. Mikrokapsül miktarı ve mikrokapsüllerin verimi

Püskürterek kurutma yönteminde çıkan ürün ile giren ürün arasındaki oran verimliliği belirlemektedir. Verimliliği belirlemek için püskürterek kurutma cihazından elde edilen toz haldeki mikrokapsül numunelerinin ağırlıkları ölçülmüştür. Kapsülleme için kullanılan maddelerin toplam ağırlığı (su hariç) son ürün olarak elde edilen mikrokapsüllerin ağırlığına oranlanarak mikrokapsülleme verimi % olarak hesaplanmıştır. Mikrokapsülleme veriminin hesaplanması aşağıdaki Denklem 3.1 kullanılarak yapılmıştır.

$$\text{Mikrokapsül verimi (\%)} = \frac{\text{Elde edilen mikrokapsül miktarı}}{\text{Emülsiyondaki maddelerin ağırlığı}} \times 100 \quad (3.1.)$$

3.1.3.6. Su aktivitesi

Mikrokapsüllerin yapısında bulunan ve mikroorganizmalar tarafından kullanılabilen su miktarına su aktivitesi (a_w) denilmektedir. Mikrokapsül içinde bulunan suyun buhar basıncının aynı sıcaklıktaki saf suyun buhar basıncına oranı olarak tanımlanmaktadır. Toz haldeki havacıya mikrokapsüllerinin su aktivite değerleri $\pm 0,001 a_w$ hassasiyete sahip Aqualab Pre model su aktivitesi cihazında 25 °C sıcaklıkta ölçülmüştür (Şekil 3.10.). 3-4 gram örnek ölçüm haznesine yerleştirilmiştir ve cihazın göstergesinden su aktivitesi değeri direkt olarak okunup kaydedilmiştir.



Şekil 3.10. Aqualab Pre su aktivitesi ölçme cihazı

3.1.3.7. İslanabilirlik

İslanabilirlik, bir sıvının katı bir yüzeye yayılma derecesi olarak tanımlanabilir. İslanabilirlik derecesi, iki maddenin bağlanma ve yapışma özelliğini gösterir. Mikrokapsüllerin ıslanabilirlikleri 1 gr tozun 25 °C sıcaklıktaki 100 ml saf su yüzeyinden tamamen ıslanıp kaybolmasına kadar geçen zaman olarak hesaplanmaktadır. Örneklerin ıslanıp sıvı içerisinde batmaya başladığı zaman ölçülüp sonuçlar saniye olarak kaydedilmiştir.

3.1.3.8. Kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu

Toz haldeki mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ürünün parçacık çap ve boyutuna göre değişmektedir. Toz ürünlerin depolama şeklini, stabilitesini ve akış davranışlarını etkileyen önemli bir özellik olan kitle yoğunluğu, belli bir ölçü kabındaki sıkıştırılmamış toz kütleinin hacmine bölünmesi ile elde edilen değerdir. Mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu, hacmi bilinen bir kap içerisinde hava boşluğu kalmayacak şekilde ancak her hangi bir basınç uygulamaksızın doldurulmasıyla, kütle/hacim oranından hesaplanmıştır. Mikrokapsüllerin kitle ve sıkıştırılmış kitle yoğunlukları yapılmış çalışmalara göre belirlenmiştir (Tatar ve ark., 2014). Buna göre mikrokapsüllerden 5 gr alınarak 25 ml'lik mezüre belli bir yükseklikten aktarılarak yapılmıştır. Kitle yoğunluğu, toz kapsüllerin kütlesi ile mezürde kapladığı hacim oranlanarak hesaplanmıştır. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ise 5 gr konulan mezürün 200 defa belli bir hızda ve yükseklikte düz bir zemine vurulması ile sıkıştırılır. Sıkıştırılan tozların hacmi, külesine bölünerek hesaplama yapılmıştır. Kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu g/cm^3 olarak verilmiştir.

3.1.3.9. Hausner ve Carr indeks

Carr indeks toz kapsüllerin akabilirliğini gösterirken, yapışkanlık derecesini ise Hausner oranı göstermektedir. Bu nedenle yapışkanlık derecesi yüksek olan toz kapsüllerin akışkanlığı düşüktür (Koç ve ark., 2011). Üretilen mikrokapsüllerin yapışkanlık ve akışkanlığını belirlemek için Carr indeks ve Hausner oranı hesaplanmıştır.

Mikrokapsüllenmiş havacıya yağının Hausner oranının hesaplanması Denklem 3.2’de görüldüğü gibi sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerinin kitle yoğunluğuna oranlanması ile yapılmıştır. Carr indeks ise aşağıda verilen Denklem 3.3’e göre hesaplanmıştır (Turchiuli ve ark., 2005).

$$\text{Hausner Oranı} = \frac{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu}}{\text{Kitle yoğunluğu}} \quad (3.2.)$$

$$\text{Carr indeks} = \frac{(\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu} - \text{Kitle Yoğunluğu})}{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu}} \quad (3.3.)$$

Hausner oranı ve Carr indeks kullanılarak toz ürünlerin akışkanlık ilişkisi Çizelge 3.2.’ye göre belirlenmiştir (Turchiuli ve ark., 2005).

Çizelge 3.2. Carr indeks, Hausner oranı ve akışkanlık ilişkisi

Carr İndeks	Akışkanlık	Hausner Oranı
≤10	Mükemmel	1,00-1,11
11-15	İyi	1,12-1,18
16-20	Orta	1,19-1,25
21-25	Geçerli	1,26-1,34
26-31	Zayıf	1,35-1,45
32-37	Çok zayıf	1,46-1,59
38≥	Çok kötü	1,60≥

3.2. Metot

Bu çalışmada havacıya otu yağının mikrokapsüllenmesi için kabuk maddesi olarak maltodekstrin ve arap zıncığı kullanılmıştır. Mikrokapsülleme işlemi iki aşamada yapılmıştır. Birinci aşama havacıya yağı, maltodekstrin ve arap zıncığı ile emülsiyon hazırlanması, ikinci aşama ise hazırlanan emülsiyonun püskürtürerek kurutma cihazında üretime alınmasıdır. Elde

edilen mikrokapsüller emdirme yöntemi ile laboratuvar tipi yatay fular cihazı ile süprem, tek lakost ve ribana örme kumaşlara aktarılmıştır. Bu kumaşların özellikleri mikrokapsüllerin kumaşa aktarılması kısmında belirtilmiştir.

3.2.1. Emülsiyon hazırlama

Püskürterek kurutma yöntemi için beslenecek emülsiyonu hazırlamak mikrokapsülleme işleminde en önemli basamaklardandır. Bu işlem basamağı elde edilecek son ürün kalitesini doğrudan etkilemektedir. Emülsiyonu hazırlarken karıştırma işlemi emülsifikasyon, homojenizasyon veya karıştırma olarak adlandırılmaktadır (Çevik, 2017). Emülsiyon hazırlamak için önce deiyonize su ile arap zamkı çözündürüldü. Daha sonra maltodekstrin eklenip çözünmesi sağlandı.

Çizelge 3.3. Emülsiyon hazırlama reçetesi

Deney No	Sıcaklık (°C)	Su (ml)	Havacıva yağı (g)	Maltodekstrin (g)	Arap zamkı (g)
MK1	25	200	6	5,4	48,6
MK2	25	200	6	48,6	5,4
MK3	25	200	6	27	27
MK4	25	200	18	21	21
MK5	25	200	30	15	15
MK6	25	200	18	4,2	37,8
MK7	25	200	30	27	3
MK8	25	200	6	48,6	5,4
MK9	25	200	30	3	27
MK10	25	200	6	5,4	48,6
MK11	25	200	18	37,8	4,2
MK12	25	200	18	21	21
MK13	25	200	30	3	27
MK14	25	200	18	21	21

Arap zamkı ve maltodekstrin çözündürüldükten sonra havacıva yağı eklendi. Bu karışım el ile beherde cam çubuk yardımı ile karıştırıldı. Bütün bu işlemler oda sıcaklığında (25 °C) gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan karışım homojenizatöre alındı ve 5 dk. 15.000 devirde karıştırıldı. Bu süre sonunda karışım emülsiyon hale getirildi. Farklı oranlarda arap zamkı, maltodekstrin ve havacıva yağı kullanılarak Çizelge 3.3’de belirtildiği gibi 14 farklı emülsiyon hazırlandı. Üretilecek mikrokapsüllere analiz işlemlerinde kolaylık sağlaması

için MK şeklinde kodlama yapılmıştır. Bu kodlamada MK üretilen mikrokapsül numarasını belirtmektedir.

3.2.2. Püskürterek kurutma

Hazırlanan emülsiyon Şekil 3.11’de gösterilen Bakon B 15 Mini Spray Dryer püskürterek kurutma cihazında kurutulmuş mikrokapsüllere dönüştürülmüştür. Püskürterek kurutma işlemi eş yönlü hava akımında gerçekleştirilmiştir. Farklı hava giriş (120-150-180 °C) ve çıkış sıcaklıkları (95-110 °C) ile farklı aspirator hızlarında (%70-%85) kurutma ön denemeleri yapılarak en uygun kurutma koşulları belirlenmiştir. Hazırlanan emülsiyonlar belirlenen hava çıkış sıcaklığını sağlayacak hızda (450-750 ml/saat) peristaltik pompa yardımıyla atomizere beslenmiştir. Sisteme beslenen bu emülsiyonlar 5 barlık sabit hava basıncı (yaklaşık 500 L/saat hava hızına karşılık gelmektedir) ile döndürülen atomizer yardımıyla kurutma odasına püskürtülerek kurutulmuş ve kuruyan mikrokapsüller siklon seperatörde ayrıldıktan sonra ürün toplama kabına toplanmıştır (Şekil 3.12.). Bu çalışmada 14 farklı deneme yapılarak mikrokapsül elde edilmiştir. Elde edilen mikrokapsüller nem almayacak şekilde ağzı kilitli olan plastik poşetlere doldurulmuş ve analizler gerçekleştirilene kadar 4 °C’de buzdolabında bekletilmiştir. Bu örneklerde üretim ve depolama sonrasında analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.11. Bakon B15 mini spray dryer



Şekil 3.12. Mikrokapsüllerin toplanması

3.2.3. Mikrokapsüllerin kumaşa aktarılması

Elde edilen mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanmasında emdirme yöntemi kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin kumaşlara emdirerek aktarılması işlemi KSÜ, Teknik

Bilimler Meslek Yüksekokulu Tekstil Atölyesinde bulunan Roaches Padder BVP yatay fular cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.13.). Toz haldeki mikrokapsüllerin farklı kumaşlara aktarılması için çeşitli oranlarda flotte hazırlanmıştır. Mikrokapsüllerin kumaşa bağlanması için çapraz bağlayıcı olarak gluteraldehit ve binder kullanılmıştır. Kumaşa aktarılacak mikrokapsüllerin seçiminde Çizelge 4.1.'de belirtildiği gibi verimliliği yüksek olanlar kullanılmıştır. Hazırlanan flottelerin içerikleri, kullanılan kumaşlar ve mikrokapsüller detaylı bir şekilde Çizelge 3.4.'de belirtilmiştir. Bu çizelgede, hazırlanan flottelerin uygulandığı (aplike edildiği) kumaşları ayırdetmek için önce kumaş kodları ve sonra mikrokapsül kodları olacak şekilde kodlama yapılmıştır.

Çizelge 3.4. Mikrokapsül aplikasyon flotte içerikleri

Mikrokapsül Aplike Edilmiş Kumaş Kodları	Mikrokapsül Aplikasyon Flotte İçeriği				Kullanılan Kumaş Kodları	Kullanılan mikrokapsül kodu
	Destile su (mL)	Gluteraldehit (mL)	Binder (mL)	Toz mikrokapsül (g)		
KL- MK3	38,5	1,5	-	2	KL	MK3
KL- MK6	19	1	1	2	KL	MK6
KR1- MK6	19	1	-	3	KR1	MK6
KR1- MK3	19,5	0,5	-	1,5	KR1	MK3
KR2- MK3	19,5	0,5	-	1,5	KR2	MK3
KR2- MK6	97	3	-	3	KR2	MK6
KS- MK3	96	4	-	3	KS	MK3
KS- MK1.1	96	4	-	3	KS	MK1
KS- MK1.2	97	3	-	3	KS	MK1

Hazırlanan flotteler iyice karıştırıldıktan sonra fular cihazının besleme haznesine dökülmüştür. Emdirme işlemi 3 bar sıkma basıncı ve 2,5 m/dk çalışma şartlarında gerçekleştirilmiştir. Emdirme işlemi öncesi ve emdirme sonrası kumaş ağılıkları tartılarak flotte alma oranları tespit edilmiştir. Emdirme işlemi sonunda kumaşın flotte alma oranı %85-%80 arasında olduğu tespit edilmiştir. Bu değerler standart değerler arasında olduğu görülmüştür. Emdirme işlemi sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuş ve SEM analizi için kilitli plastik poşetlere konulmuştur.



Şekil 3.13. Laboratuvar tipi fular cihazı



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Çalışmanın bu bölümünde üretilen mikrokapsüllerin karakterizasyonu ve morfolojik analizleri ile mikrokapsül aplike edilmiş kumaşlarda mikrokapsül varlığı analiz edilmiştir.

4.1. Mikrokapsül Tozların Analizlerin

Mikrokapsül üretiminde kullanılan bütün emülsiyonlar 200 mL su kullanılarak hazırlanmıştır. Hazırlanan emülsiyonlardaki kuru maddelerin miktarları ve elde edilen mikrokapsüllerin miktarları, verimleri, su aktiviteleri, ıslanabilirlik, kitle yoğunlukları, sıkıştırılmış kitle yoğunlukları, Hausner oranı ve Carr indeksi değerleri Çizelge 4.1’de verilmiştir.



Çizelge 4.1. Mikrokapsüllerin deneme sonuçları

Deney no	Mikrokapsül miktarı (g)	Mikrokapsül verimi (%)	Su aktivitesi	Islanabilirlik (s)	Kitle yoğunluğu (g/cm³)	Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/cm³)	Hausner oranı	Carr indeksi
MK1	13,48	22,47	0,213	260	0,33	0,50	1,515	34,00
MK2	7,56	12,60	0,183	160	0,37	0,55	1,486	32,727
MK3	15,58	25,97	0,146	260	0,33	0,50	1,515	34,00
MK4	6,41	10,68	0,169	140	0,27	0,66	2,444	59,090
MK5	0,96	1,60	0,290	-	0,29	0,55	1,896	47,272
MK6	10,2	17,00	0,199	260	0,33	0,66	2,00	50,00
MK7	2,86	4,77	0,205	70	0,40	0,83	2,075	51,807
MK8	12,3	20,50	0,184	120	0,30	0,66	2,2	54,545
MK9	2,19	3,65	0,259	140	0,32	0,90	2,812	64,444
MK10	12,45	20,75	0,084	270	0,25	0,50	2,00	50,00
MK11	4,5	7,50	0,159	140	0,28	0,66	2,357	57,575
MK12	10,23	17,05	0,133	120	0,28	0,66	2,357	57,575
MK13	2,82	4,70	0,232	60	0,33	0,66	2,00	50,00
MK14	6,76	11,27	0,213	180	0,28	0,50	1,785	44,00

4.1.1. Mikrokapsül miktarı ve verimlilik analizi

Deneyle sonuçunda elde edilen kuru mikrokapsül miktarının mikrokapsülleme için kullanılan madde miktarına oranlanmasıyla mikrokapsül verimi hesaplanmıştır. Her deney bitiminde elde edilen toz haldeki mikrokapsüllerin ağırlıkları tespit edilmiştir. Püskürterek kurutma makinesine beslenen emülsiyondaki maddelerin (kabuk maddeleri+ yağ maddesi) ağırlığı, elde edilen mikrokapsüllerin ağırlığına oranlanarak mikrokapsül verimi (%) cinsinden hesaplanmıştır. Mikrokapsülleme veriminin hesaplanması Bölüm 3.1.3.5'te verilen Denklem 3.1'e göre yapılmıştır. Püskürterek kurutma yöntemiyle yapılan mikrokapsülasyon işlemlerinden elde edilen mikrokapsül miktarları ve mikrokapsül verimi değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Püskürterek kurutma yöntemi ile havacıva yağı kullanılarak elde edilen mikrokapsüllerin verimi %25,97 ile %1,60 arasında değişmektedir. Mikrokapsüllerin ortalama veriminin ise %12,89 olduğu bulunmuştur. En yüksek verim MK3 (%25,97), MK1 (%22,47), MK10 (%20,75) ve MK8 (%20,50) mikrokapsüllerinde elde edilmiştir. En düşük verim değerleri ise MK5 (%1,60), MK9 (%3,65), MK13 (%4,70) ve MK7 (%4,77) mikrokapsüllerinde elde edilmiştir.

4.1.2. Su aktivitesi analizi

Toz haldeki mikrokapsüllerin su aktivitesi değeri raf ömrüne etki eden önemli parametredir. Mikrokapsül tozları içindeki suyun yapıya ne şekilde bağlı olduğunu, bazı kimyasal ve enzimatik reaksiyonlarla mikrobiyolojik faaliyetler için kullanılabilme durumunu ve derecesini gösterir. Mikrokapsüllerde bulunan suyun büyük bir kısmının püskürterek kurutma yöntemiyle uzaklaştırılması sonucunda mikroorganizma faaliyeti için elverişsiz ortam oluşturulmaktadır. Mikrokapsüllerin mikrobiyolojik kararlılığı su aktivitesi değeri ile ölçülür. Mikrokapsüller su aktiviteleri açısından yüksek (a_w 0,90-1,00), orta (a_w 0,60-0,90) ve düşük ($a_w < 0,60$) olarak gruplandırılabilir. Toz haldeki mikrokapsüllerde su aktivite değeri 0,40'ın altına düştüğünde herhangi bir mikrobiyolojik faaliyet görülmemektedir (Seçkin ve Taşeri, 2015). Üretilen mikrokapsüllerin su aktivitesi değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Mikrokapsüllerin su aktivitesi değerleri 0,084 ile 0,29 arasında değişmektedir. Mikrokapsüllerin ortalama su aktivitesi 0,19 olarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre üretilen mikrokapsüllerin su aktivitesi değerleri mikrobiyolojik gelişim sınırının altında olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3. Islanabilirlik analizi

Toz haldeki mikrokapsüllerin su veya kuru karışımlarda kullanılması için suda yeniden çözünürlüğü veya karışım yeteneği önemli bir fiziksel özelliktir. Islanabilirlik, bir sıvının katı bir yüzeye yayılma derecesi olarak tanımlanabilir. Islanabilirlik derecesi, iki maddenin bağlanma ve yapışma özelliğini gösterir. Bağlanma arttıkça islanabilirlikte artar. Islanabilirlik partiküllerin parçacık büyüklüğüne, yoğunluğa, poroziteye, yüzey yüküne ve yüzey alanına bağlı olarak değişmektedir. Üretilen mikrokapsüllerin islanabilirlik süreleri Çizelge 4.1’de verilmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin islanabilirlik süreleri en düşük 60 saniye, en yüksek 270 saniye ve ortalama 167,69 saniye olarak bulunmuştur. MK5 kodlu mikrokapsülün miktarı 1 gramın altında olduğundan islanabilirlik değeri ölçülememiştir. Başığit ve Çam (2017), püskürterek kurutma yöntemi ile arap zıncı ve maltodekstrin kullanarak nane esansiyel yağını mikrokapsülleme yapmışlar ve bu kapsüllerin islanabilirlik süresini 297,5-427,5 saniye arasında olduğunu tespit etmişlerdir. Kara (2017), püskürterek kurutma yöntemi ile kemik suyunu mikrokapsüllemiş ve elde ettiği toz kapsüllerin islanabilirlik değerlerini 44,67 -72,7 saniye arasında olduğunu belirlemiştir. Bu nedenle elde edilen değerlerin püskürterek kurutma yöntemi ile üretilen mikrokapsül örnekleriyle benzerlik gösterdiği belirlenmiştir.

4.1.4. Kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu

Toz haldeki mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluğu ürünün parçacık çap ve boyutuna göre değişmektedir. Düşük yığın yoğunluğu paket hacmini artırır ve düşük yığın yoğunluğuna sahip ürünlerin boşlukları arasında daha fazla hava barınır. Bu durumda ürünün oksidasyon riski daha yüksek olur ve depolama süresi kısalmır (Koç ve ark., 2011). Toz haldeki kapsüllerin yığın özellikleri, sahip oldukları parçacık boyutu ve parçacık boyutu dağılımları ile doğrudan ilişkilidir. Tekdüze parçacık boyut dağılımı ve küçük parçacık boyutuna sahip tozların daha yüksek yığın yoğunluğa sahip olduğu bilinmektedir. Toz ürünlerin paketlenmesinde sıkıştırılmış yoğunluk değerleri paket tasarımı ve maliyeti için oldukça önemli bir parametredir ve daha yüksek yoğunluklu tozlar daha küçük paketlerde taşınabilmektedir (İşleroğlu ve ark.,2017). Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerleri Çizelge 4.1’de verilmiştir. Mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu değerleri 0,25-0,40 g/cm³ arasında, sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerleri 0,50-0,90 g/cm³ arasında olduğu belirlenmiştir. Tontul (2011) yaptığı çalışmada püskürterek kurutma yöntemi ile elde ettiği keten tohumu yağı mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu değerlerini 0,367-0,503 g/cm³ arasında olduğunu

tespit etmiştir. Baykal ve ark. (2018) yaptıkları çalışmada tarçın tozu, keçiyoynuzu tozu ve zencefil tozu ile zenginleştirilmiş keçi sütü tozunun kitle yoğunluğu değerini 0,191-0,385 g/cm³ arasında olduğunu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerini 0,364-0,498 g/cm³ arasında olduğunu tespit etmişlerdir. Elde edilen sonuçlar literatür değerleri ile örtüşmektedir. Toz kapsüllerin kitle yoğunluğu, işlem koşulları (hava giriş ve çıkış sıcaklıkları, atomizör basıncı, besleme akış hızı vb.), parçacık boyutu, üründe kalan nem içeriği, ürünün kimyasal kompozisyonu vb. faktörlerden etkilenmektedir (Baykal ve ark., 2018). Elde edilen farklı kitle yoğunluğu değerlerinin farklı işlem koşullarından ve mikrokapsüllerin partikül boyutlarının farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.1.5. Hausner oranı ve Carr indeks

Toz ürünlerin akabilme ve yapışma davranışlarının belirlenmesi depolama, paketleme, ölçme, doz ayarlama, karıştırma, taşıma vb. gibi amaçlar için önemlidir (Çalışkan ve Dirim, 2016). Toz ürünlerin akabilirlik ve yapışkanlık davranışları nem içeriği ve parçacık büyüklüğü gibi faktörlerden etkilenmekte olup Carr indeks değeri ve Hausner oranına göre belirlenmektedirler. Toz ürünlerin akabilirliklerinin iyi olması ve yapışkan olmamaları özellikle toz formundaki karışımlarda kullanımları açısından önemlidir (Baykal ve ark., 2018). Sıkıştırılmış yoğunluk ve kitle yoğunluk arasındaki oran Hausner oranı olarak bilinir ve sıklıkla tozlarda bir iç sürtünme indeksi olarak kullanılmaktadır. Hausner oranı kitle yoğunluk ve sıkıştırılmış yoğunluktan toz akışkanlığını ölçmek için kullanılan bir yöntemdir. Hausner oranı Bölüm 3.1.3.9'da verilen Denklem 3.2'ye göre hesaplanmıştır (Güner, 2017).

Toz haldeki mikrokapsüllerin akışkanlık özelliğinin belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biri Carr tarafından geliştirilen Carr indeks metodudur. Düşük Carr indeksi akabilirlik için istenen bir özelliktir. Bir tozun sıkıştırılabilirlik yüzdesi tozlar arası etkileşimin ve kararlılığın bir ölçüsüdür. Carr indeksi değeri Bölüm 3.1.3.9'da verilen Denklem 3.3'e göre hesaplanmıştır.

Havacıya yağı mikrokapsüllerinin Hausner oranı ve Carr indeks değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Mikrokapsüllerin Hausner oranı 1,486-2,812 arasında olduğu belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin Carr indeks değerleri ise 64,444-32,727 arasında olduğu belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin Hausner oranı ve Carr indeks değerleri Çizelge 3.1'e göre değerlendirildiğinde akabilirliklerinin çok zayıf olduğu, toz kapsüllerin birbirine yapışma

eğilimlerinin fazla olduğu anlaşılmaktadır. Bunun sebebi olarak arap zamkının yapışma özelliğinden olduğu tahmin edilmektedir.

4.1.6. İstatiksel analizler

4.1.6.1. Korelasyon analizi

Üretilen mikrokapsüllerin korelasyon analizleri IBM SPSS Statistics 22.0 programında yapılarak analiz sonuçları aşağıdaki Çizelge 4.2.'de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Mikrokapsüllerin korelasyon analiz çizelgesi

		İşlem Sıcaklığı (İS)	Havacıva Yağı Miktarı (HC)	Malto-dekstrin (MD)	Arap Zamkı (AZ)
Mikrokapsül Miktarı (MM)	Pearson Correlation	,058	-,884**	,111	,460
	Sig. (2-tailed)	,844	,000	,705	,098
	N	14	14	14	14
Mikrokapsül Verimi (MV)	Pearson Correlation	,058	-,884**	,111	,460
	Sig. (2-tailed)	,844	,000	,705	,098
	N	14	14	14	14
Su Aktivitesi (SA)	Pearson Correlation	-,390	,649*	-,229	-,182
	Sig. (2-tailed)	,168	,012	,430	,533
	N	14	14	14	14
İslanabilirlik (I)	Pearson Correlation	-,354	-,661*	-,287	,707**
	Sig. (2-tailed)	,236	,014	,342	,007
	N	13	13	13	13
Kitle Yoğunluğu (KY)	Pearson Correlation	-,117	,162	,166	-,280
	Sig. (2-tailed)	,691	,580	,571	,332
	N	14	14	14	14
Sıkıştırılmış Kitle Yoğunluğu (SKY) (g/cm ³)	Pearson Correlation	,174	,644*	-,071	-,345
	Sig. (2-tailed)	,551	,013	,808	,227
	N	14	14	14	14
Hausner Oranı (HO)	Pearson Correlation	,241	,505	-,142	-,181
	Sig. (2-tailed)	,406	,066	,629	,536
	N	14	14	14	14
Carr İndeks (Cİ)	Pearson Correlation	,372	,538*	-,150	-,193
	Sig. (2-tailed)	,190	,047	,609	,508
	N	14	14	14	14

Mikrokapsül verimliliği ile havacıva yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda negatif yönlü ve yüksek düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r = -0,884$, $p = 0,000$). Verimlilik ile havacıva yağı arasındaki korelasyon ilişkisi %99 güven aralığında istatistiksel açıdan anlamlı çıkmıştır ($p < 0,01$). Bu sonuçlar mikrokapsül üretiminde kullanılan havacıva yağı

miktarının mikrokapsül veriminde çok etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça verimliliğin azaldığını göstermektedir. Verimlilik ile işlem sıcaklığı ($r=0,058$, $p=0,844$) arasında ve verimlilik ile maltodekstrin ($r=0,111$, $p=0,705$) arasında pozitif yönde çok zayıf, verimlilik ile arap zankı arasında ($r=0,460$, $p=0,098$) arasında ise pozitif yönde zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir.

Mikrokapsül miktarına ait korelasyon analiz sonuçları verimlilik analiz sonuçları ile aynı çıkmıştır. Bu nedenle mikrokapsül miktarına ait korelasyon analizi yorumu yapılmamıştır.

Su aktivitesi ile havacıya yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r=0,649$, $p=0,012$). Su aktivitesi ile havacıya yağı arasındaki korelasyon ilişkisi %95 güven aralığında istatistiksel açıdan anlamlı çıkmıştır ($p<0,05$). Bu sonuçlar mikrokapsül üretiminde kullanılan havacıya yağı miktarının su aktivitesinde orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça su aktivitesi değerinin artış eğiliminde olduğunu göstermektedir. Su aktivitesi ile işlem sıcaklığı ($r= -0,390$, $p=0,168$) arasında, su aktivitesi ile maltodekstrin ($r= -0,29$, $p=0,430$) arasında ve su aktivitesi ile arap zankı ($r= -0,182$, $p=0,533$) arasında ise negatif yönde çok zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir.

Islanabilirlik ile arap zankı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve güçlü bir ilişki bulunmuştur ($r=0,707$, $p=0,007$). Islanabilirlik ile arap zankı arasındaki korelasyon ilişkisi %95 güven aralığında istatistiksel açıdan anlamlı çıkmıştır ($p<0,05$). Bu sonuçlar mikrokapsül üretiminde kullanılan arap zankı miktarının mikrokapsüllerin ıslanabilirlik değerine çok etkili bir faktör olduğunu ve arap zankı miktarı arttıkça mikrokapsüllerin ıslanabilirlik değerinin arttığını göstermektedir. Islanabilirlik ile havacıya yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda negatif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r= -0,661$, $p=0,014$). Islanabilirlik ile havacıya yağı arasındaki korelasyon ilişkisi %95 güven aralığında istatistiksel açıdan anlamlı çıkmıştır ($p<0,05$). Bu sonuçlar mikrokapsül üretiminde kullanılan havacıya yağı miktarının ıslanabilirlik değerine orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça ıslanabilirlik değerinin azalma eğiliminde olduğunu göstermektedir. Islanabilirlik ile işlem sıcaklığı ($r= -0,354$, $p=0,236$) arasında ve ıslanabilirlik ile maltodekstrin ($r= -0,287$, $p=0,342$) arasında negatif yönde zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir.

Kitle yoğunluğu ile işlem sıcaklığı ($r = -0,117$, $p = 0,691$) arasında ve kitle yoğunluğu ile arap zankı ($r = -0,280$, $p = 0,332$) arasında negatif yönlü ve çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Kitle yoğunluğu ile havacıva yağ miktarı ($r = 0,162$, $p = 0,580$) arasında ve kitle yoğunluğu ile maltodekstrin ($r = 0,166$, $p = 0,571$) arasında pozitif yönlü ve çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Bulunan ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile havacıva yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r = 0,644$, $p = 0,013$). Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile havacıva yağı arasındaki korelasyon ilişkisi %95 güven aralığında istatistiksel açıdan anlamlı çıkmıştır ($p < 0,05$). Bu sonuçlar mikrokapsül üretiminde kullanılan havacıva yağı miktarının sıkıştırılmış kitle yoğunluğuna orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıva yağ miktarı arttıkça sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerinin artış eğiliminde olduğunu göstermektedir. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile işlem sıcaklığı ($r = 0,174$, $p = 0,551$) arasında pozitif yönlü ve çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile maltodekstrin ($r = -0,071$, $p = 0,808$) arasında ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile arap zankı ($r = -0,345$, $p = 0,227$) arasında ise negatif yönde çok zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Hausner oranı ile işlem sıcaklığı ($r = 0,241$, $p = 0,406$) arasında pozitif yönlü çok zayıf bir ilişki, Hausner oranı ile havacıva yağ miktarı ($r = 0,505$, $p = 0,066$) arasında pozitif yönlü orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur. Hausner oranı ile maltodekstrin ($r = -0,142$, $p = 0,629$) arasında ve Hausner oranı ile arap zankı ($r = -0,181$, $p = 0,536$) arasında negatif yönlü çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Bulunan ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Carr İndeks ile havacıva yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r = 0,538$, $p = 0,047$). Carr İndeks ile havacıva yağı arasındaki korelasyon ilişkisi %95 güven aralığında istatistiksel açıdan anlamlı çıkmıştır ($p < 0,05$). Bu sonuçlar mikrokapsül üretiminde kullanılan havacıva yağı miktarının Carr indekse orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıva yağ miktarı arttıkça Carr indeks değerinin artış eğiliminde olduğunu göstermektedir. Carr indeks ile işlem sıcaklığı ($r = 0,372$, $p = 0,190$) arasında pozitif yönlü ve zayıf bir ilişki bulunmuştur. Carr indeks ile maltodekstrin ($r = -0,150$, $p = 0,609$) arasında ve Carr indeks ile arap zankı ($r = -0,193$, $p = 0,508$) arasında

negatif yönlü çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Bulunan ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir.

4.1.6.2. Regresyon analizi

Üretilen mikrokapsüllerin regresyon analizleri IBM SPSS Statistics 22.0 programında yapılarak analiz sonuçları aşağıdaki Çizelge 4.3.'de özet olarak verilmiştir. SPSS'den elde edilen regresyon analiz sonuçlarının tamamı Ekler bölümünde verilmiştir.

Çizelge 4.4'de İS: İşlem Sıcaklığını ($^{\circ}\text{C}$), HC: Havacıya Yağı Miktarını (g), MD: Maltodekstrin Miktarını (g), AZ: Arap Zamkı Miktarını (g), MM: Mikrokapsül Miktarını (g), MV: Mikrokapsül Verimini (%), SA: Su Aktivitesini, I: İslanabilirlik (s), KY: Kitle Yoğunluğunu (g/cm^3), SKY: Sıkıştırılmış Kitle Yoğunluğunu (g/cm^3), HO: Hausner Oranını, Cİ: Carr İndeksini ifade etmektedir.

Regresyon analizlerinin hepsinde işlem parametreleri (İS, HC, MD ve AZ) bağımsız değişkenler olarak seçilmiştir. Yapılan bütün regresyon analizlerinde SPSS programı maltodekstrin miktarını (MD değişkenini) Regresyon modelinin dışında bırakarak sadece İS, HC ve AZ 'ye bağlı regresyon modelleri vermiştir.

SPSS'in oluşturduğu Regresyon modellerinde mikrokapsül miktarı ($R=0,937$, $p=0,000$), verimlilik ($R=0,937$, $p=0,000$), su aktivitesi ($R=0,805$, $p=0,012$) ve ıslanabilirlik ($R=0,903$, $p=0,001$) değişkenlerinin R değerleri 0,70'den büyük çıktığından (yani $R=0,70-0,90$ kuvvetli korelasyon, $R>0,90$) çok kuvvetli korelasyon), hem de modelin anlamlılık (p-Sig.) değerleri 0,05'den küçük olduğundan %95 güven aralığı için regresyon modeli istatistiksel olarak anlamlı çıkmıştır. Mikrokapsül miktarı, mikrokapsül verimi ve ıslanabilirlik (p-Sig.) değerleri 0,01'den de düşük olduğundan %99 güven aralığı için anlamlı çıkmıştır.

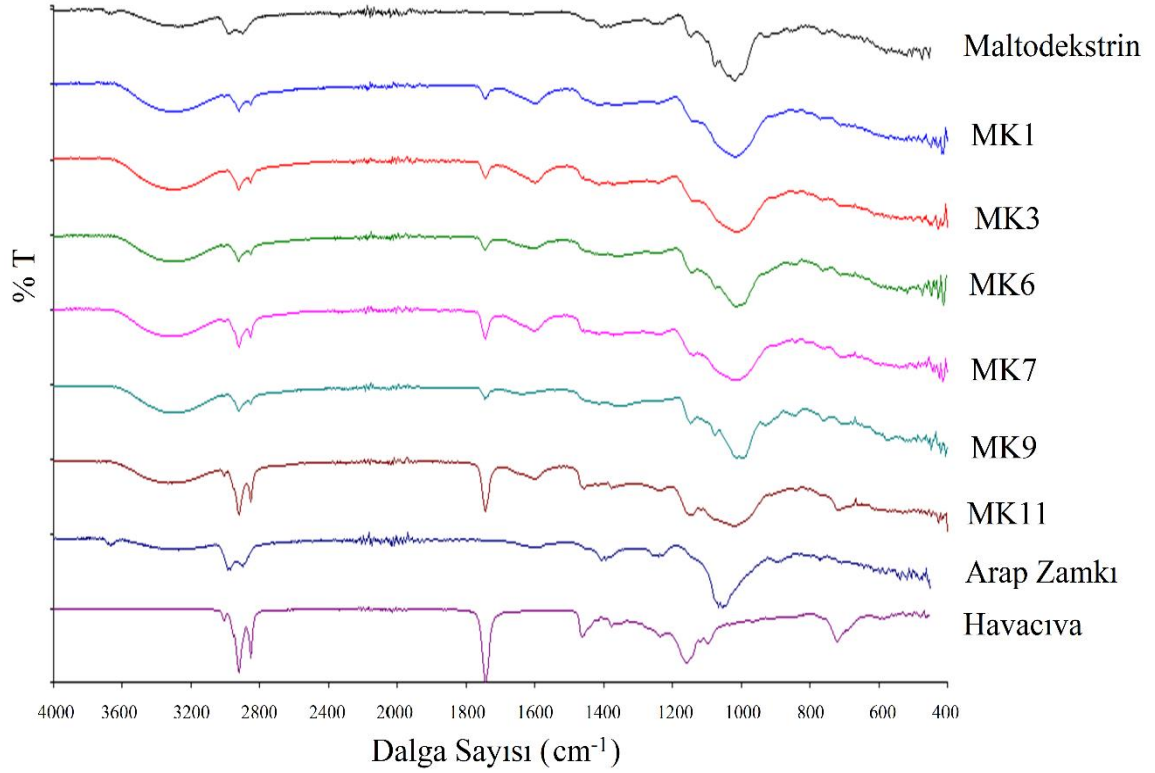
SPSS'in oluşturduğu Regresyon modellerinde kitle yoğunluğu ($R=0,336$, $p=0,739$), sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ($R=0,677$, $p=0,093$), Hausner oranı ($R=0,538$, $p=0,311$) ve Carr İndeks ($R=0,622$, $p=0,164$) değişkenlerinin R değerleri 0,70'den düşük (yani orta veya zayıf korelasyon) çıktığından, hem de modelin anlamlılık (p -Sig.) değerleri 0,05'den büyük olduğundan %95 güven aralığında bu değişkenler için oluşturulan Regresyon modelleri istatistiksel olarak anlamsız çıkmıştır. Dolayısıyla bu regresyon modellerinin kullanılması uygun bulunmamıştır.

Çizelge 4.3. Üretilen mikrokapsüllerin IBM SPSS Statistics 22.0 programında yapılan regresyon analiz sonuçlarının özeti

BAĞIMSIZ DEĞİŞKEN	R	R ²	P (Sig.)					REGRESYON MODELİ
			REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	
MİKROKAPSÜL MİKTARI	0,937	0,879	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$MM = 0,036 * İS - 0,397 * HC + 0,085 * AZ + 7,159$
			0,000	0,117	0,000	0,037	0,068	
MİKROKAPSÜL VERİMİ	0,937	0,879	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$MV = 0,060 * İS - 0,661 * HC + 0,141 * AZ + 11,935$
			0,000	0,118	0,000	0,037	0,068	
SU AKTİVİTESİ	0,805	0,647	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$SA = -0,001 * İS + 0,004 * HC + 0,288$
			0,012	0,030	0,005	0,735	0,002	
ISLANABİLİRLİK	0,903	0,816	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$I = -0,602 * İS - 3,875 * HC + 2,664 * AZ + 261,144$
			0,001	0,176	0,007	0,004	0,004	
KİTLE YOĞUNLUĞU	0,336	0,113	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$KY = -0,001 * AZ + 0,360$
			0,739	0,602	0,719	0,401	0,001	
SIKIŞTIRILMIŞ KİTLE YOĞUNLUĞU	0,677	0,458	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$SKY = 0,007 * HC - 0,002 * AZ + 0,475$
			0,093	0,736	0,035	0,449	0,035	
HAUSNER ORANI	0,538	0,290	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$HO = 0,003 * İS + 0,018 * HC - 0,001 * AZ + 1,317$
			0,311	0,521	0,118	0,881	0,087	
CARR İNDEKSİ	0,622	0,387	REGRESYON MODELİ	İS	HC	AZ	Const.	$Cİ = 0,123 * İS + 0,489 * HC - 0,023 * AZ + 22,476$
			0,164	0,245	0,084	0,894	0,204	

4.2. FTIR Analizi

Bu tez çalışmasında üretilen arap zankı-maltodekstrin kabuk yapısına sahip havacıva yağı içeren mikrokapsüllerin kimyasal karakterizasyonu Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) spektroskopisi yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüller farklı oranlardaki arap zankı, maltodekstrin ve havacıva yağı birleşiminden oluştuğu için, mikrokapsüllerin FTIR spektrumları kabuk ve öz maddelerin spektrumları ile birlikte değerlendirilerek mikrokapsüllerin oluşumu ve öz madde varlığı açıklanmıştır.



Şekil 4.1. Mikrokapsüllere ait FTIR spektrumları

Şekil 4.1. incelendiğinde havacıva yağı, arap zankı, maltodekstrin ve mikrokapsüllere ait fonksiyonel grupların bazılarının çakıştığı görülmektedir.

Mikrokapsüllerin yapısında gözlemlenen fonksiyonel gruplar ve dalga boyları Çizelge 4.4.'de gösterilmiştir.

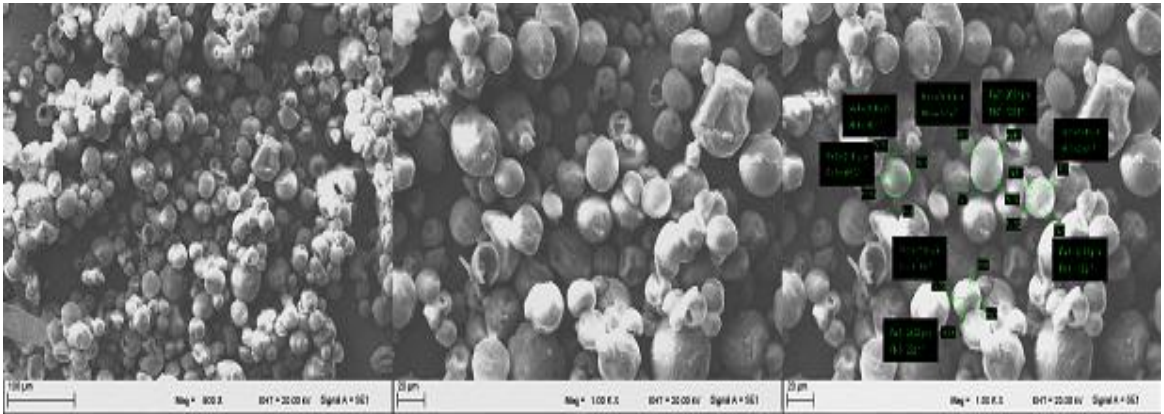
Çizelge 4.4. ve Şekil 4.1. birlikte incelendiğinde 3340-3270 cm⁻¹ dalga boyu aralığında görülen O-H gerilmesi bütün mikrokapsüllerde olduğu görülmektedir. Arap zankı ve maltodekstrin ile ilgili yapılan bir çalışmada fonksiyonel bağların dalga boyları arap zankı için 3413 cm⁻¹ O-H gerilme, 2930 cm⁻¹ C-H gerilme, 1613 cm⁻¹ C=O gerilme, 1141,1070 cm⁻¹ C-O gerilme; maltodekstrin için 3392 cm⁻¹ O-H gerilme, 2925 cm⁻¹ C-H

gerilme, 1653 cm^{-1} C=O gerilme, 1457 cm^{-1} CH₂ eğilme, 1371 cm^{-1} O-H eğilme, 1158 cm^{-1} , 1081 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} C-O gerilme ve C-O-H eğilme olduğu belirtilmiştir (Kang ve ark; 2018). Mikrokapsüllerdeki 3340-3270 cm^{-1} O-H gerilmesinin arap zamkı ve maltodekstrinden kaynaklandığı söylenebilir. Mikrokapsüllerdeki 3015-2850 cm^{-1} C-H gerilmesi arap zamkı, maltodekstrin ve havacıva yağından kaynaklanmaktadır. Mikrokapsüllerdeki 1745 cm^{-1} civarındaki C=O gerilmesi sadece havacıva yağından kaynaklanmaktadır. 1635-1360 cm^{-1} arasındaki C=C gerilmesi ise havacıva yağı ve arap zamkından kaynaklanmaktadır. 1250-920 cm^{-1} arasındaki C-O ve C-O-C gerilme ise havacıva yağı, arap zamkı ve maltodekstrin kaynaklıdır. Bu analiz ile mikrokapsüllerin verdiği spektrumların, mikrokapsülleri oluşturan maddelerin spektrumları ile karşılaştırılarak mikrokapsüllemenin gerçekleştiği görülmüştür.

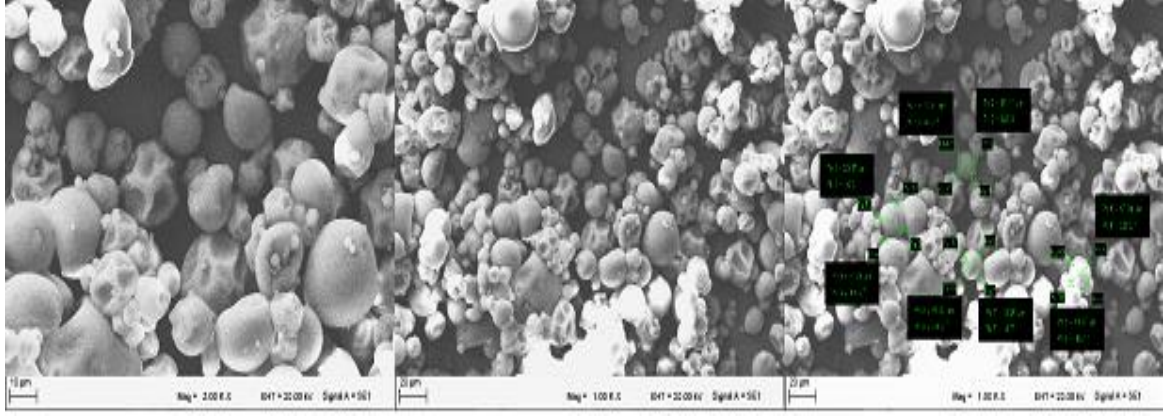
Çizelge 4.4. Mikrokapsüllerdeki fonksiyonel gruplar ve dalga boyları

Fonksiyonel gruplar	Dalga boyu (cm^{-1})
O-H gerilme	3340-3270
CH, CH ₂ , CH ₃	3015-2850
C=O	1745
C=C	1635-1360
C-O, C-O-C	1250-920

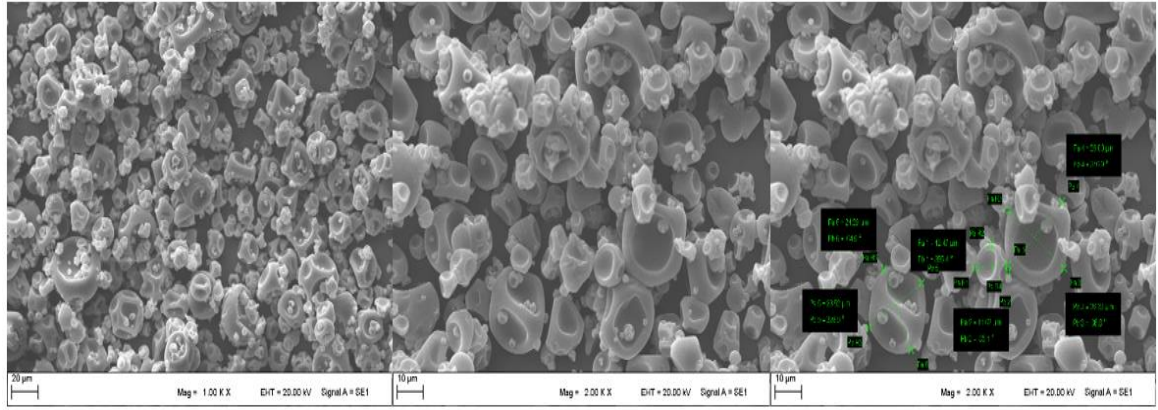
4.3. SEM Analizi



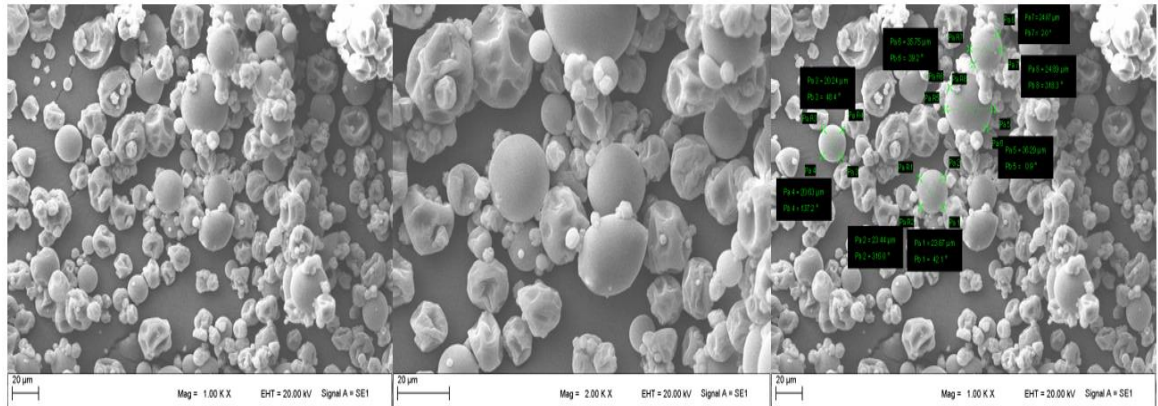
Şekil 4.2. MK1 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



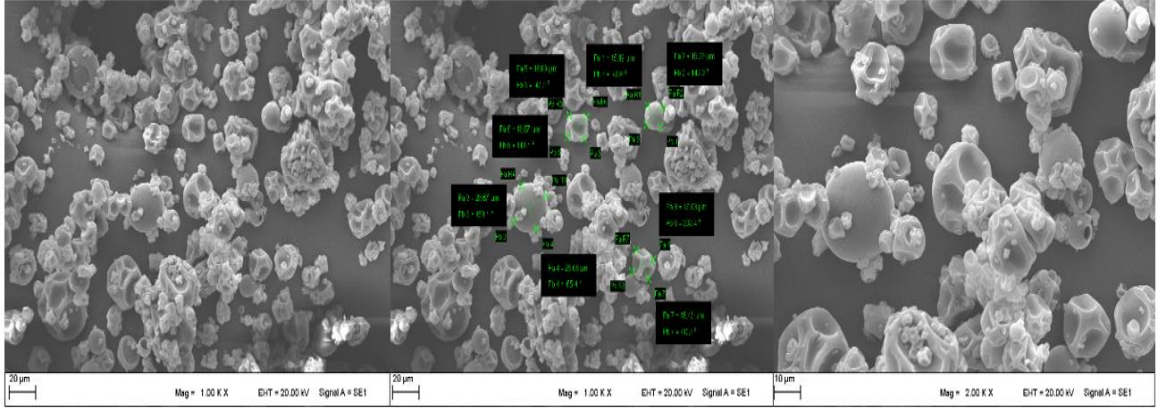
Şekil 4.3. MK2 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



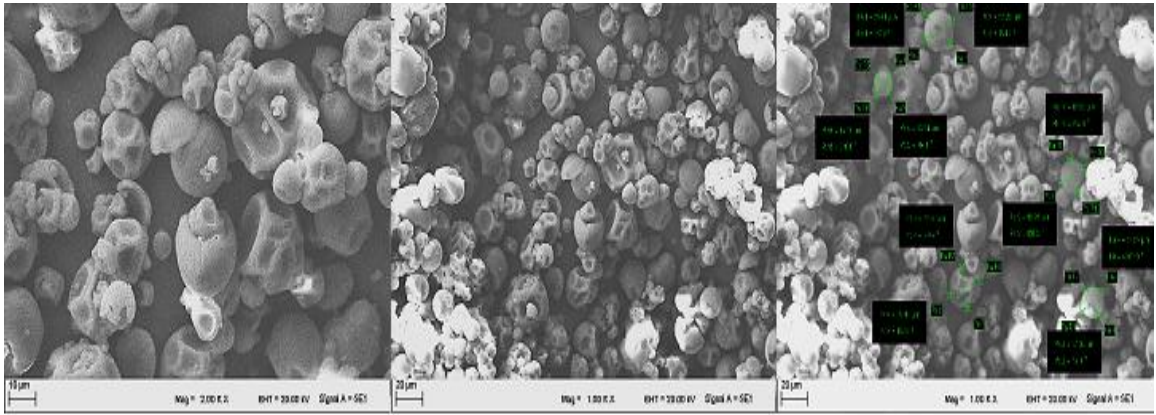
Şekil 4.4. MK3 mikrokapsüllerin SEM görüntüleri



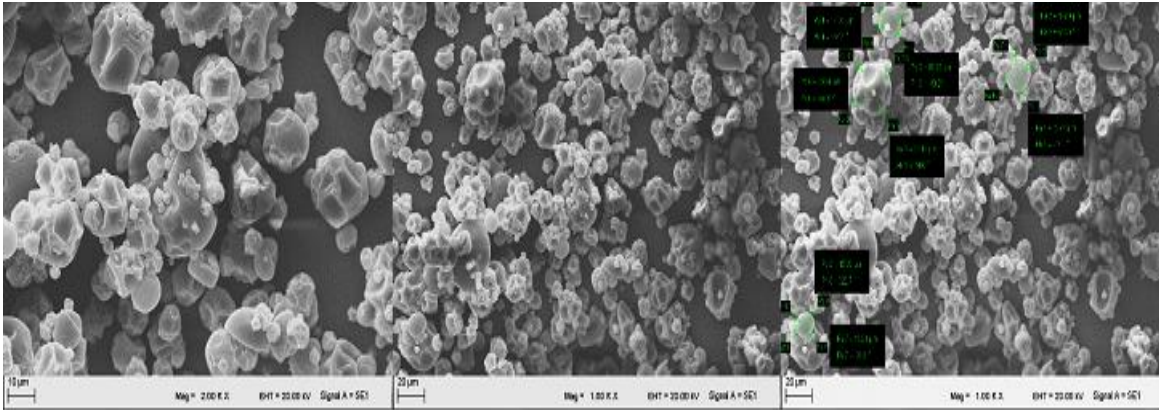
Şekil 4.5. MK4 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



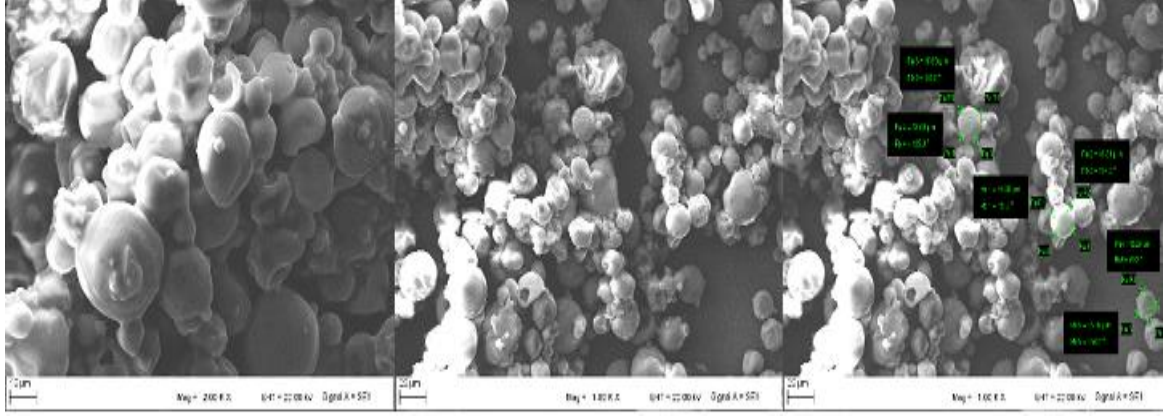
Şekil 4.6. MK5 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



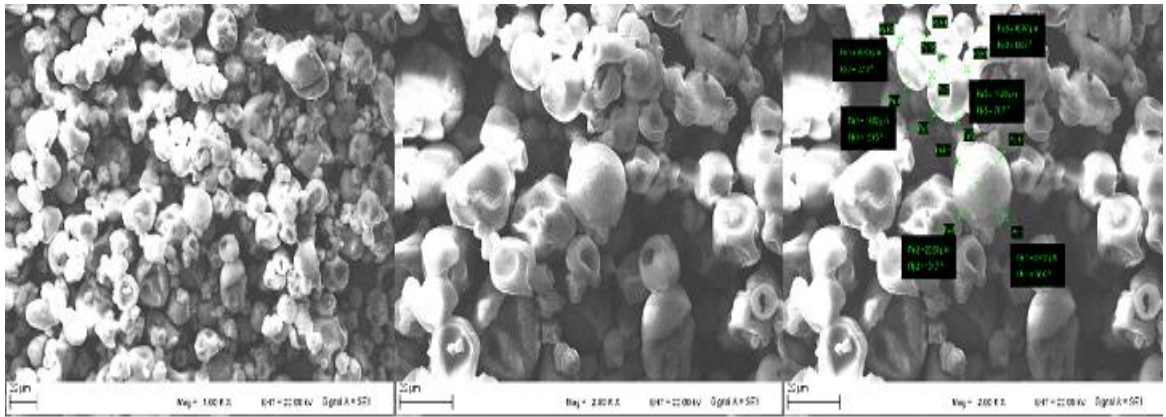
Şekil 4.7. MK6 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



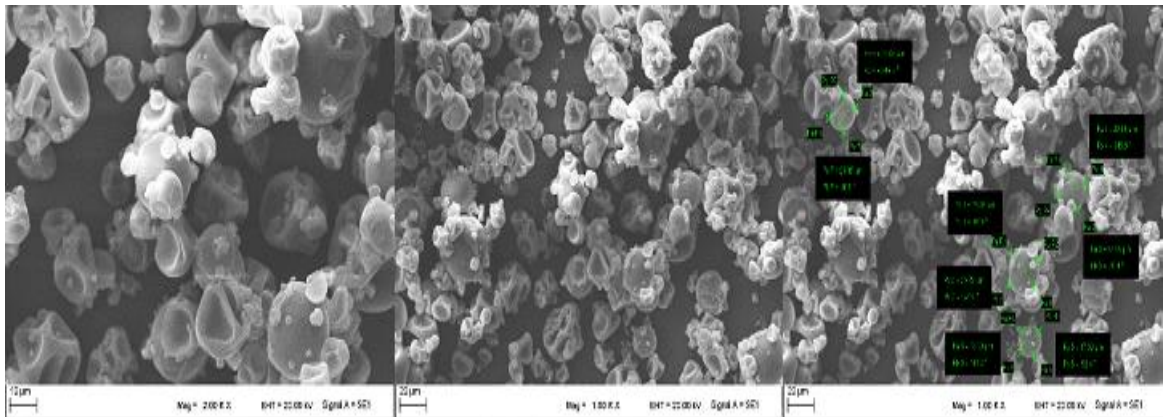
Şekil 4.8. MK7 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



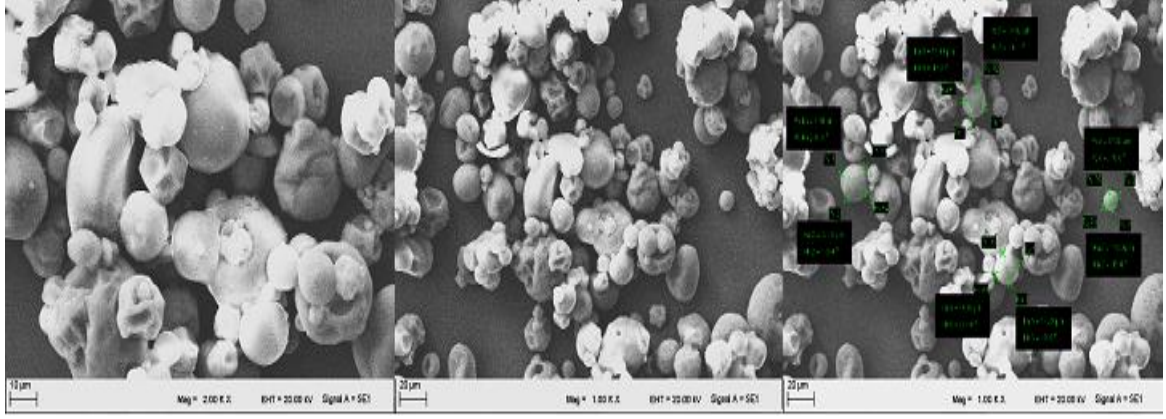
Şekil 4.9. MK8 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



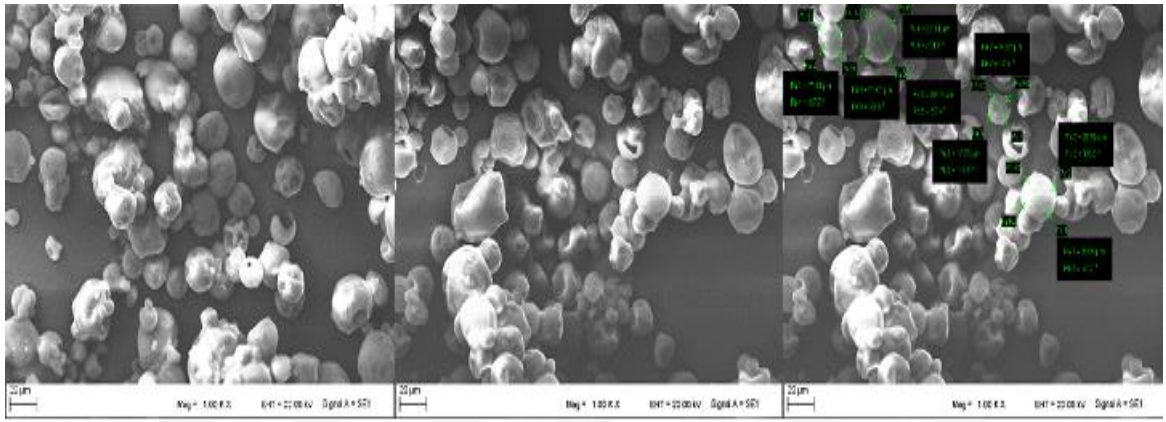
Şekil 4.10. MK9 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



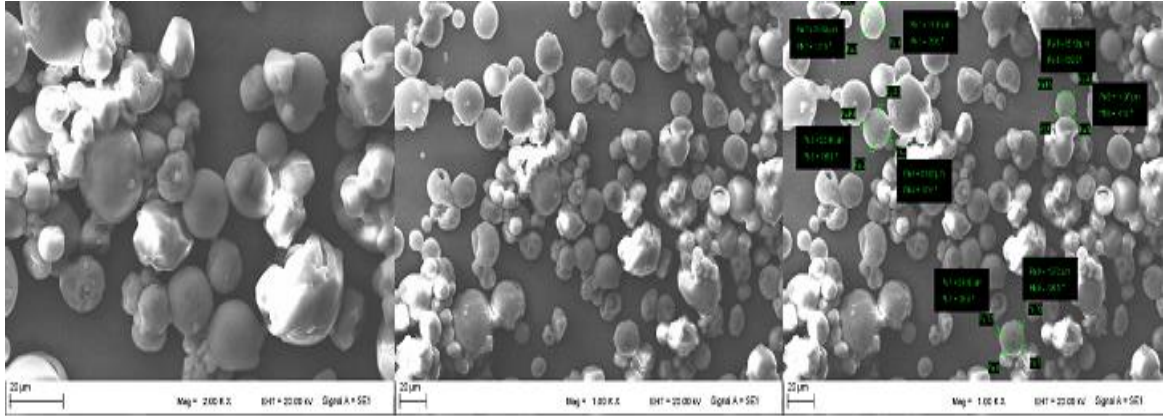
Şekil 4.11. MK10 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



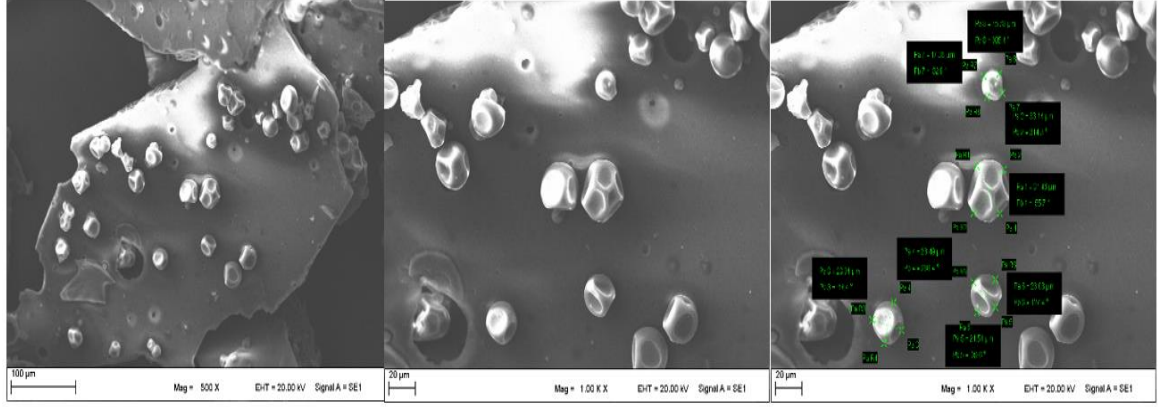
Şekil 4.12. MK11 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



Şekil 4.13. MK12 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



Şekil 4.14. MK13 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



Şekil 4.15. MK14 mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri

Denemelerde üretilen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelendiğinde mikrokapsüllerin hepsinin aynı büyüklükte olmadığı, bazı kapsüllerin daha büyük, bazı kapsüllerin daha küçük olduğu görülmektedir. Mikrokapsüllerin şekli olarak bazılarının yuvarlak, bazılarının buruşuk olduğu görülmektedir. Mikrokapsüllerin büyük çoğunluğunda duvar yapısında çökme meydana geldiği ve bu nedenle yuvarlak şekilde olmadığı anlaşılmaktadır. Duvar yapısında çökme meydana gelmeyen kapsüllerin düzgün yuvarlak şekilde olduğu görülmektedir. Kurutma odasındaki sıcaklık ve atomize damlacıkların büyüklüğüne bağlı olarak mikrokapsül yüzeyinden suyun hızla uzaklaştırılması kapsül yüzeyinde çökmeye neden olduğu tahmin edilmektedir. MK11 kodlu mikrokapsüllerin birbirlerine bitişik halde olduğu görülmüştür. Diğer numunelerde ise mikrokapsüllerin birbirlerinden ayrı oldukları görülmüştür. SEM görüntüsü alınan mikrokapsüllerde en ve boy ölçümleri yapılarak ortalama değerler elde edilmiştir. Ölçüm sonuçlarının Çizelge 4.5.'deki gibi olduğu görülmüştür.

Ölçüm sonuçlarına göre mikrokapsüllerin ortalama eni 21,63 µm ve ortalama boyu 21,56 µm boyutlarında olduğu görülmüştür. Mikrokapsüllerin boyut analizinde ortalama standart sapma değeri 6,46 ve ortalama % CV değeri % 30,27 olarak hesaplanmıştır.

Çizelge 4.5. SEM’de ölçülen mikrokapsül boyutları

Numune Kodu		Ortalama (µm)	Standart Sapma	%CV
MK1	En	27,08	8,51	31,44
	Boy	27,40	9,11	33,23
MK2	En	21,42	7,32	34,17
	Boy	21,11	6,95	32,95
MK3	En	18,13	8,33	45,97
	Boy	17,71	8,07	45,54
MK4	En	19,73	7,60	38,53
	Boy	19,81	7,22	36,43
MK5	En	21,74	8,80	40,47
	Boy	21,31	8,45	39,65
MK6	En	21,87	5,79	26,48
	Boy	21,37	5,82	27,21
MK7	En	19,25	5,38	27,98
	Boy	19,52	5,56	28,48
MK8	En	23,49	6,15	26,18
	Boy	22,95	5,99	26,12
MK9	En	14,80	4,62	31,22
	Boy	14,68	4,61	31,38
MK10	En	23,64	6,20	26,25
	Boy	23,65	6,13	25,93
MK11	En	22,93	6,02	26,26
	Boy	23,07	6,10	26,44
MK12	En	23,90	6,25	26,16
	Boy	25,05	7,50	29,93
MK13	En	20,43	4,67	22,87
	Boy	20,26	4,79	23,62
MK14	En	24,35	4,63	19,00
	Boy	23,98	4,24	17,67

4.4. BET Analizi

BET yüzey analizi sonucunda üretilen mikrokapsüllere ait BET yüzey alanı, Langmuir yüzey alanı, adsorpsiyon ve desorpsiyon toplam gözenek hacmi verileri elde edilmiş olup, veriler literatür verileri ile karşılaştırılmıştır. Tozlara ait BET ve Langmuir yüzey alanları verileri Çizelge 4.6’da, tozlara ait adsorpsiyon ve desorpsiyon gözenek hacimleri analizi Çizelge 4.7’de verilmiştir.

Çizelge 4.6. Havacıva mikrokapsüllerine ait BET yüzey alanı analizi

Mikrokapsül kodu	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Langmuir Yüzey Alanı (m ² /g)
MK1	0,2956	0,4116
MK3	0,0929	0,1384
MK6	0,3567	0,5103
MK7	Sonuç elde edilemedi	Sonuç elde edilemedi
MK9	0,1684	0,2287
MK11	0,0078	0,0094
Ortalama	0,18428	0,25968

Çizelge 4.7. Havacıva mikrokapsüllerine ait BET gözenek hacmi analizi

Mikrokapsül kodu	Adsorpsiyon Toplam Gözenek Hacmi (cm ³ /g)	Desorpsiyon Toplam Gözenek Hacmi (cm ³ /g)
MK1	0,000339	0,000380
MK3	0,000043	Sonuç elde edilemedi
MK6	0,000474	0,000259
MK7	Sonuç elde edilemedi	Sonuç elde edilemedi
MK9	0,000131	0,000153
MK11	0,000432	Sonuç elde edilemedi
Ortalama	0,0002838	0,000264

Analiz sonuçlarına göre en yüksek BET yüzey alanı 0,3567 m²/g'lık yüzey alanı ile MK6 kodlu mikrokapsülden elde edilmiştir. Onu sırasıyla 0,2956 m²/g yüzey alanına sahip MK1 mikrokapsülü, 0,1684 m²/g yüzey alanına sahip MK9 mikrokapsülü, 0,0929 m²/g yüzey alanına sahip MK3 mikrokapsülü ve 0,0078 m²/g yüzey alanına sahip MK11 mikrokapsülü takip etmiştir. MK7 mikrokapsülde sonuç elde edilememiştir. Sonuç elde edilen mikrokapsüllerin ortalama BET yüzey alanı 0,18428 m²/g olarak tespit edilmiştir.

Analiz sonuçlarına göre en yüksek adsorpsiyon toplam gözenek hacmi 0,000474 cm³/g değeri ile MK6 mikrokapsülden elde edilmiştir. Onu sırasıyla 0,000432 cm³/g gözenek hacmi ile MK11 mikrokapsülü, 0,000339 cm³/g gözenek hacmi ile MK1 mikrokapsülü, 0,000131 cm³/g gözenek hacmi ile MK9 mikrokapsülü, 0,000043 cm³/g gözenek hacmi ile

MK3 mikrokapsülü takip etmiştir. MK7 mikrokapsülde sonuç elde edilememiştir. Sonuç elde edilen mikrokapsüllerin ortalama adsorpsiyon toplam gözenek hacmi $0,0002838 \text{ cm}^3/\text{g}$ olarak tespit edilmiştir.

Gözeneklerin boyuta göre mikro gözenekler, mezo gözenekler ve makro gözenekler olarak sınıflandırılması, Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) tarafından önerilmiştir. Çapı 50 nm'den büyük olan gözenekler makro gözenekler, çapı 2-50 nm arasında olan gözenekler mezo gözenekler ve çapı 2 nm'den küçük olan gözenekler mikro gözenekler olarak sınıflandırılmıştır. Makro gözenekli malzemelerin yüzey alanı küçüktür; gram başına birkaç metre kare kadardır. Mikro gözenekli sistemlerin yüzeyi geniş ve gram malzeme başına binlerce metrekareye ulaşabilir. Mikro gözenekli malzemeler olarak, karbon adsorbentler, silika jeller, zeolitler, bazı kil türleri vs. sayılabilir (<http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/porlar-pores.html>, 2019). Linyit kömüründen aktif karbon üretimi ile ilgili yapılan bir çalışmada farklı hammaddelerden üretilen ticari aktif karbonların yüzey alanları (BET) Çizelge 4.8.'de verilmiştir (Karaman, 2010).

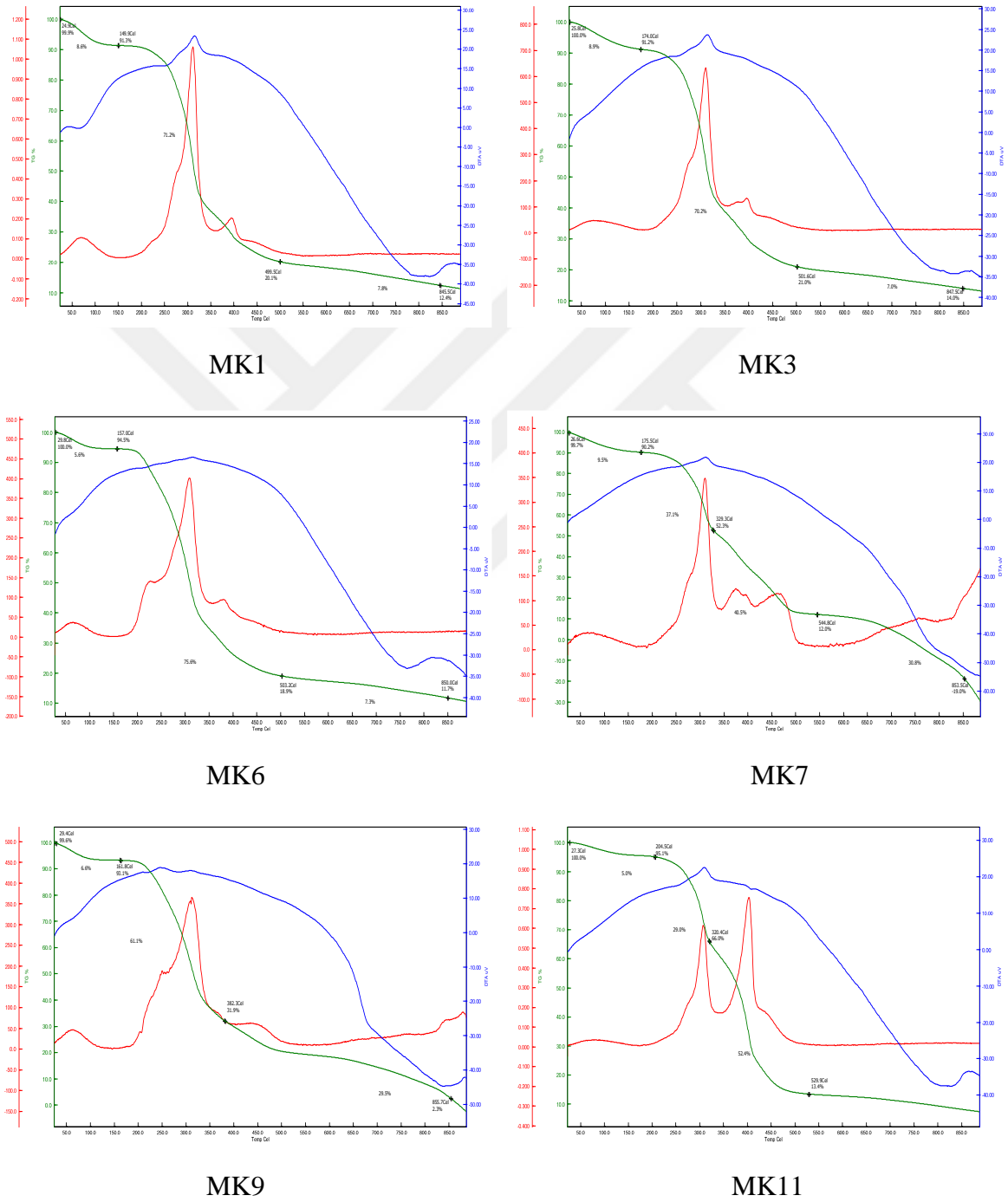
Çizelge 4.8. Farklı hammaddelerden üretilen ticari aktif karbonların yüzey alanları

TİCARİ ADI	HAMMADDE	YÜZEY ALANI (m^2/g)
Darco S 51	Linyit	500-550
Darco G 60	Linyit	750-800
PCCGW	Bitümlü kömür	800-1000
PCCRB	Bitümlü kömür	1200-1400
Columbia AC	Hindistan cevizi	1200-1400
Columbia G	Hindistan cevizi	1100-1150
Darco KB	Odun	950-1000
Norit	Odun	700-1400
Nuchar	Meyve atıkları	500-1400

Çizelge 4.8'de verilen bilgilere göre, üretilen mikrokapsüllerin ortalama yüzey alanı $0,18428 \text{ m}^2/\text{g}$ olduğundan makro gözenekli malzemelerden daha az yüzey alanına sahip oldukları için gözenekli bir yapıda olmadığı sonucuna ulaşılmıştır.

4.5. TGA Analizi

Üretilen mikrokapsüllerin sıcaklık değişimlerine karşı davranışlarını incelemek amacıyla TGA analizi yapılmıştır. MK1, MK3, MK6, MK7, MK9 ve MK11 kodlu mikrokapsüllerin sıcaklık artışı ile kütle değişimlerini gösteren grafikler Şekil 4.16.'da sırasıyla verilmiştir.



Şekil 4.16. Mikrokapsüllerin TG/DTA/DTG eğrileri

Çizelge 4.9. Mikrokapsüllerin TGA analizi sonucu elde edilen veriler

Numune kodu	Bozunma sıcaklık aralığı (°C)	Ağırlık kaybı (%)	Bozunmaya başlama sıcaklığı (°C)	Yarılanma sıcaklığı (°C)	Kalıntı (%)
MK1	25-150	8,6	225-245	314	12,4
	150-500	71,2			
	500-845	7,8			
MK3	26-174	8,9	220-240	315	14
	175-500	70,2			
	500-848	7			
MK6	30-157	5,6	195-210	311	11,70
	157-503	75,6			
	503-850	7,3			
MK7	27-175	8,5	240-260	340	11,4
	175-544	71,6			
	544-853	8,4			
MK9	29-162	6,6	210-220	318	2,3
	162-382	61,1			
	382-856	29,5			
MK11	27-205	5	250-260	380	7,8
	205-320	29			
	320-530	52,4			
	530-855	5,6			

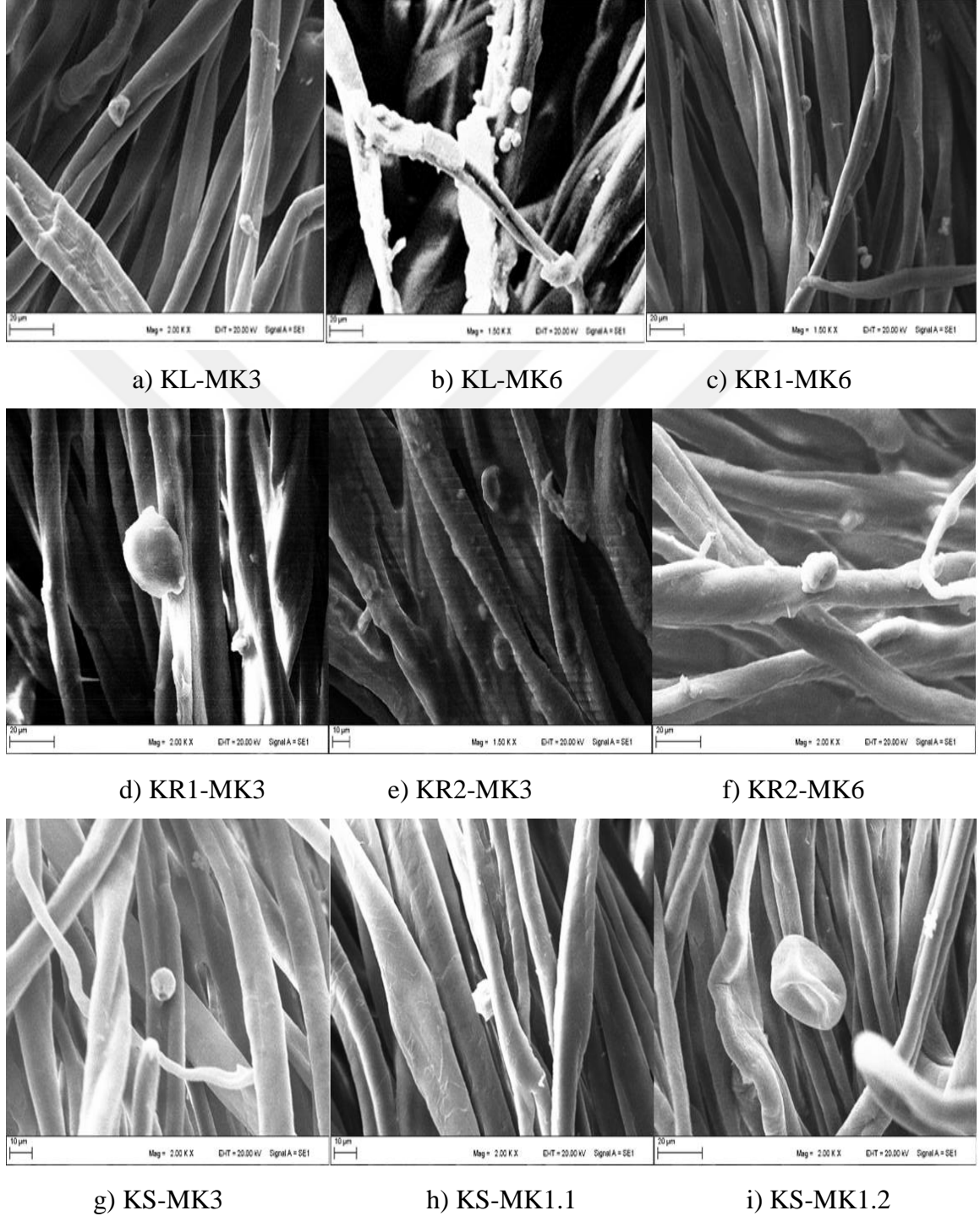
Şekil 4.16.'da verilen mikrokapsüllere ait TGA grafikleri incelendiğinde üç aşamalı bir bozunma tespit edilmiştir. TGA grafiklerinde 25-200 °C, 200-500 °C ve 500-850 °C sıcaklık aralıklarında üç önemli termal bozunma gözlemlenmiştir. TGA eğrilerinden elde edilen bazı parametre değerleri Çizelge 4.9.'da verilmiştir.

Şekil 4.16.'da verilen mikrokapsüllere ait TGA eğrileri incelendiğinde, 25-205 °C sıcaklık aralığında mikrokapsüllerde ortalama %7,2, 200-500 °C sıcaklık aralığında ortalama % 73,7 ve 500-850 °C sıcaklık aralığında ortalama % 8,93 ağırlık kaybı olduğu belirlenmiştir. 850 °C sıcaklıktan sonra ortalama % 9,93 kalıntı kaldığı belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin yarılanma sıcaklığının ortalama 329,6 °C olduğu ve en fazla kütle kaybının ise 200-500 °C sıcaklık aralığında gerçekleştiği tespit edilmiştir.

4.6. Mikrokapsül Aplike Edilmiş Kumaşların SEM Analizi

Mikrokapsül çözeltisi applike edilen kumaşların üzerindeki mikrokapsül varlığı SEM analizi ile araştırılmıştır. Elde edilen mikrokapsüller Çizelge 3.3.'de verilen deney planı

doğrultusunda hazırlanan aplikasyon flotteleri kumaşlara emdirme yöntemi ile applike edilmiştir. Aplikasyon sonrası kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur. Çalışmanın bu kısmında aplikasyonlarda MK1, MK3 ve MK6 kodlu mikrokapsüller kullanılmıştır. Mikrokapsül applike edilmiş kumaşların SEM görüntüleri Şekil 4.17.'de verilmiştir.



Şekil 4.17. Mikrokapsül applike edilmiş kumaşların SEM görüntüleri

Mikrokapsül applike edilmiş kumaşların SEM görüntüleri incelendiğinde, kumaşlar üzerinde mikrokapsül varlığı gözlenmiştir. Mikrokapsüllerin kumaşı oluşturan liflere tutunduğu görülmüştür. Kumaş yüzeyinde mikrokapsüllerin varlığı seyrek olarak görülmüştür. Mikrokapsüllerin seyrek olarak görülmesinin sebebi olarak çapraz bağlayıcı ve mikrokapsül konsantrasyonunun az olması tahmin edilmektedir. Mikrokapsül üretiminde suda çözünmeyen veya daha yüksek sıcaklıkta çözünene başka bir duvar malzemesinin kullanılması önerilmektedir. Kumaş örgülerinin ve kullanılan mikrokapsüllerin farklı olmasına rağmen mikrokapsüllerin kumaşa tutunmasında bariz bir fark görülmemiştir. Mikrokapsüllerin kumaşa tutunması için çapraz bağlayıcı dışında binder kullanılmıştır. SEM görüntüleri incelendiğinde binderli ve bindersiz kumaşlardaki mikrokapsül varlığı arasında belirgin bir fark görülmemiştir.



5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada tekstil ürünlerine fonksiyonellik kazandırmak için havacıva yağı özü içeren mikrokapsüllerin elde edilmesi ve kumaşlara applike edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla havacıva yağı, maltodekstrin-arap zankı polimerik duvar malzemesi kullanılarak püskürterek kurutma yöntemi ile başarıyla mikrokapsüllemiştir. Deneysel çalışmalarda farklı oranlarda havacıva yağı, arap zankı ve maltodekstrin kullanarak mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen mikrokapsüller pamuklu örme kumaşlara emdirme yöntemi ile applike edilmiştir. Çalışma kapsamında üretilen mikrokapsüllerin karakterizasyonu için verimlilik, su aktivitesi, ıslanabilirlik, kitle yoğunluğu, sıkıştırılmış kitle yoğunluğu, Hausner oranı, Carr indeks, istatistiksel analizlerden korelasyon ve Regresyon, FTIR, SEM, BET, TGA analizleri yapılmıştır. Mikrokapsüllerin kumaşlar üzerinde varlığını belirlemek için SEM analizi yapılmıştır.

Havacıva yağının mikrokapsüllemesi işleminin parametrelerini optimize etmek için bir deney tasarımı hazırlanmış ve yağ miktarı ve kabuk maddelerinin konsantrasyonu parametrelerinin kapsülleme verimine etkileri incelenmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin verimi %25,97 ile %1,60 arasında olduğu görülmüştür. Ortalama verim ise %12,89 olduğu belirlenmiştir. Genel olarak kullanılan yağ miktarı arttıkça kapsülleme veriminin azaldığı, yağ miktarı azaldıkça kapsülleme veriminin arttığı görülmüştür.

Mikrokapsüller su aktiviteleri açısından yüksek (a_w 0,90-1,00), orta (a_w 0,60-0,90) ve düşük (a_w <0,60) olarak gruplandırılmaktadır. Mikrokapsüllerin su aktivitesi değerleri incelendiğinde 0,084 ile 0,29 arasında değişmektedir. Mikrokapsüllerin ortalama su aktivitesi değeri 0,19 olarak belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin su aktivitesi değerleri düşük olduğundan mikrokapsüllerdeki mikrobiyolojik gelişim sınırının altındadır.

Elde edilen mikrokapsüllerin ıslanabilirlik değerleri en düşük 60 saniye, en yüksek 270 saniye ve ortalama 167,69 saniye olarak bulunmuştur. MK5 kodlu mikrokapsülün miktarı 1 gramın altında olduğundan ıslanabilirlik değeri ölçülemediği görülmüştür.

Mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu değerleri 0,25-0,40 g/cm³ arasında, sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerleri 0,50-0,90 g/cm³ arasında olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlara göre mikrokapsüllerin kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerlerinin düşük olduğu, bunun sebebi olarak mikrokapsüllerin boyutlarının farklı olmasından ve farklı işlem koşullarından kaynaklandığı tahmin edilmektedir.

Mikrokapsüllerin Hausner oranı 1,486-2,812 arasında olduğu belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin Carr indeks değerleri ise 64,444-32,727 arasında olduğu belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin Hausner oranı ve Carr indeks değerleri Çizelge 3.1'e göre değerlendirildiğinde akabilirliklerinin çok zayıf olduğu, toz kapsüllerin birbirine yapışma eğilimlerinin fazla olduğu anlaşılmaktadır. Bunun sebebi olarak arap zampının yapışma özelliğinden olduğu tahmin edilmektedir.

Yapılan korelasyon analizinde mikrokapsül verimliliği ile havacıya yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda negatif yönlü ve yüksek düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r = -0,884$, $p=0,000$). Kullanılan havacıya yağı miktarının mikrokapsül veriminde çok etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça verimliliğin azaldığı tespit edilmiştir. Verimlilik ile işlem sıcaklığı ($r=0,058$, $p=0,844$) arasında ve verimlilik ile maltodekstrin ($r=0,111$, $p=0,705$) arasında pozitif yönde çok zayıf, verimlilik ile arap zampı arasında ($r=0,460$, $p=0,098$) arasında ise pozitif yönde zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir.

Mikrokapsül miktarına ait korelasyon analiz sonuçları verimlilik analiz sonuçları ile aynı çıkmıştır. Bu nedenle mikrokapsül miktarına ait korelasyon analizi yorumu yapılmamıştır.

Su aktivitesi ile havacıya yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r=0,649$, $p=0,012$). Kullanılan havacıya yağı miktarının su aktivitesinde orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça su aktivitesi değerinin artış eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Su aktivitesi ile işlem sıcaklığı ($r = -0,390$, $p=0,168$) arasında, su aktivitesi ile maltodekstrin ($r = -0,29$, $p=0,430$) arasında ve su aktivitesi ile arap zampı ($r = -0,182$, $p=0,533$) arasında ise negatif yönde çok zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir.

Islanabilirlik ile arap zampı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve güçlü bir ilişki bulunmuştur ($r=0,707$, $p=0,007$). Kullanılan arap zampı miktarının mikrokapsüllerin ıslanabilirlik değerine çok etkili bir faktör olduğunu ve arap zampı miktarı arttıkça mikrokapsüllerin ıslanabilirlik değerinin arttığı tespit edilmiştir. Islanabilirlik ile havacıya yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda negatif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r = -0,661$, $p=0,014$). Kullanılan havacıya yağı miktarının ıslanabilirlik değerine orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça ıslanabilirlik değerinin azalma eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Islanabilirlik ile işlem

sıcaklığı ($r = -0,354$, $p = 0,236$) arasında ve ıslanabilirlik ile maltodekstrin ($r = -0,287$, $p = 0,342$) arasında negatif yönde zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Kitle yoğunluğu ile işlem sıcaklığı ($r = -0,117$, $p = 0,691$) arasında ve kitle yoğunluğu ile arap zımkı ($r = -0,280$, $p = 0,332$) arasında negatif yönlü ve çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Kitle yoğunluğu ile havacıya yağ miktarı ($r = 0,162$, $p = 0,580$) arasında ve kitle yoğunluğu ile maltodekstrin ($r = 0,166$, $p = 0,571$) arasında pozitif yönlü ve çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Bulunan ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile havacıya yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r = 0,644$, $p = 0,013$). Kullanılan havacıya yağı miktarının sıkıştırılmış kitle yoğunluğuna orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerinin artış eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile işlem sıcaklığı ($r = 0,174$, $p = 0,551$) arasında pozitif yönlü ve çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile maltodekstrin ($r = -0,071$, $p = 0,808$) arasında ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ile arap zımkı ($r = -0,345$, $p = 0,227$) arasında ise negatif yönde çok zayıf bir ilişki olduğu ve bu ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Hausner oranı ile işlem sıcaklığı ($r = 0,241$, $p = 0,406$) arasında pozitif yönlü çok zayıf bir ilişki, Hausner oranı ile havacıya yağ miktarı ($r = 0,505$, $p = 0,066$) arasında pozitif yönlü orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur. Hausner oranı ile maltodekstrin ($r = -0,142$, $p = 0,629$) arasında ve Hausner oranı ile arap zımkı ($r = -0,181$, $p = 0,536$) arasında negatif yönlü çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Bulunan ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Carr İndeks ile havacıya yağ miktarı arasında istatistiksel anlamda pozitif yönlü ve orta düzeyde bir ilişki bulunmuştur ($r = 0,538$, $p = 0,047$). Kullanılan havacıya yağı miktarının Carr indekse orta derecede etkili bir faktör olduğunu ve havacıya yağ miktarı arttıkça Carr indeks değerinin artış eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Carr indeks ile işlem sıcaklığı ($r = 0,372$, $p = 0,190$) arasında pozitif yönlü ve zayıf bir ilişki bulunmuştur. Carr indeks ile maltodekstrin ($r = -0,150$, $p = 0,609$) arasında ve Carr indeks ile arap zımkı ($r = -0,193$, $p = 0,508$) arasında negatif yönlü çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Bulunan ilişkilerin istatistiksel açıdan anlamlı olmadığı ($p > 0,05$) tespit edilmiştir.

Regresyon analizlerinin hepsinde işlem parametreleri işlem sıcaklığı, havacıya yağ miktarı, maltodekstrin miktarı ve arap zankı miktarı bağımsız değişkenler olarak seçilmiştir. Yapılan bütün regresyon analizlerinde SPSS programı maltodekstrin miktarını (Regresyon modelinin dışında bırakarak sadece işlem sıcaklığı, havacıya yağ miktarı ve arap zankı miktarına bağlı regresyon modelleri vermiştir.

SPSS'in oluşturduğu Regresyon modellerinde mikrokapsül miktarı ($R=0,937$, $p=0,000$), verimlilik ($R=0,937$, $p=0,000$), su aktivitesi ($R=0,805$, $p=0,012$) ve ıslanabilirlik ($R=0,903$, $p=0,001$) değişkenlerinin R değerleri 0,70'den büyük çıktığından, hem de modelin anlamlılık (p-Sig.) değerleri 0,05'den küçük olduğundan %95 güven aralığı için regresyon modeli istatistiksel olarak anlamlı çıkmıştır.

SPSS'in oluşturduğu Regresyon modellerinde kitle yoğunluğu ($R=0,336$, $p=0,739$), sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ($R=0,677$, $p=0,093$), Hausner oranı ($R=0,538$, $p=0,311$) ve Carr İndeks ($R=0,622$, $p=0,164$) değişkenlerinin R değerleri 0,70'den çıktığından, hem de modelin anlamlılık (p -Sig.) değerleri 0,05'den büyük olduğundan %95 güven aralığında bu değişkenler için oluşturulan Regresyon modelleri istatistiksel olarak anlamsız çıkmıştır. Dolayısıyla bu regresyon modellerinin kullanılması uygun bulunmamıştır.

FTIR analizinde ise havacıya yağı, arap zankı ve maltodekstrindeki fonksiyonel gruplara ait pikler, mikrokapsüllerde bir miktar kayma göstermiştir. Mikrokapsüllerde tespit edilen 1745 cm^{-1} dalga boyundaki C=O gerilmesinin sadece havacıya yağından kaynaklandığı tespit edilmiştir. Bu durum mikrokapsüllemenin gerçekleştiğini göstermektedir. Mikrokapsüllerde görülen $3340\text{-}3270\text{ cm}^{-1}$ O-H gerilmesinin arap zankı ve maltodekstrinden, $3015\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$ C-H gerilmesi arap zankı, maltodekstrin ve havacıya yağından kaynaklandığı tespit edilmiştir. Bu durum mikrokapsüllemenin gerçekleştiğini göstermektedir.

Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelendiğinde büyük çoğunluğunda duvar yapısında çökme meydana geldiği ve bu nedenle düzgün yuvarlak yüzeye sahip olmadıkları görülmüştür. Duvar yapısındaki çökmenin nedeni püskürterek kurutma yönteminde kurutma odasındaki sıcaklık ve atomize damlacıkların büyüklüğüne bağlı olarak mikrokapsül yüzeyinden suyun hızla uzaklaştırılması olduğu tahmin edilmektedir. Elde edilen mikrokapsüllerin eşit boyutlara sahip olmadıkları görülmüştür. SEM görüntülerinde ölçülen mikrokapsüllerin boyutu $6,78\text{-}37,38\mu\text{m}$ arasında olduğu belirlenmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin ortalama $19,25\mu\text{m}$ boyutunda oldukları belirlenmiştir.

Mikrokapsüllerin gözenekli olup olmadığını belirlemek için yapılan BET analizinde, mikrokapsüllerin ortalama BET yüzey alanı 0,18428 m²/g olarak tespit edilmiştir. Makro gözenekli malzemelerin yüzey alanı küçüktür; gram başına birkaç metre kare kadardır (<http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/porlar-pores.html>,2019). Mikrokapsüllerin BET yüzey alanı çok küçük olduğu için gözenekli yapıda olmadığı tespit edilmiştir

Mikrokapsüllerin kütle kaybının belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen TGA analizinde üç aşamada kütle kaybı tespit edilmiştir. Özellikle 200-500 °C ve 500-850 °C sıcaklık aralığında iki önemli kütle kaybı yaşanmıştır. Bu sıcaklık aralığında mikrokapsüllerde yaklaşık %83 kütle kaybı gerçekleşmiştir. Mikrokapsüllerde 850°C sıcaklığından sonra yaklaşık %10 kalıntı kaldığı tespit edilmiştir.

Mikrokapsüller emdirme yöntemi ile kumaşlara applike edilmiş ve SEM görüntüleri incelenmiştir. SEM analizinde kumaşların yüzeyinde mikrokapsüllerin varlığı tespit edilmiştir. Mikrokapsüllerin kumaşların yüzeyinde seyrek olarak tutunduğu görülmüştür. Bunun sebebi olarak çapraz bağlayıcı ve mikrokapsül konsantrasyonunun az olması, maltodekstrinin suda çözünmesinden kaynaklandığı tahmin edilmektedir. Mikrokapsül üretiminde suda çözünmeyen veya daha yüksek sıcaklıkta çözünene başka bir duvar malzemesinin kullanılması önerilmektedir.

Sonuç olarak bu çalışma ile püskürterek kurutma yöntemini kullanarak havacıya yağlı özlü mikrokapsüllerin üretiminin başarılı bir şekilde gerçekleştirilebileceği ve kumaşlara fonksiyonel özellik kazandırılabilceği gösterilmiştir. Havacıya bitkisi halk arasında ve attarlarda yara iyileştirici olarak bilinmektedir. Gümüş (2015)'e göre havacıvanın (*Alkanna tinctoria*) yara iyileşmesi üzerine etkili bir madde olduğu, buna ek olarak antienflamatuar, antibakteriel, antifungal, antitümör, yara iyileşme sürecini hızlandırma gibi birçok farmakolojik özelliğinin olduğunu bildirmiştir. Yapılan bu çalışma ile yara iyileştirme, antienflamatuar, antibakteriel ve antifungal özellikli fonksiyonel tekstil materyallerinin geliştirilmesine yönelik çalışmalara alt yapı olacağı öngörülmektedir.

KAYNAKLAR

- Aksoy, K., (2015). Fonksiyonel Gruplara Sahip Polimerlerin Isıl Enerji Depolama Amaçlı Faz Değişim Maddelerinin Mikrokapsüllenmesinde Kullanılması. Doktora Tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Tokat.197s.
- Alay, S., (2010). Isıl Enerji Depolama Özellikli Mikrokapsüller İçeren Akıllı Tekstil Ürünlerinin Geliştirilmesi. Doktora Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. 202s.
- Alexander, R.J. (1992). Maltodextrins: Production, Properties and Applications in Starch Hydrolysis Products. Worldwide Technology, Production, and Applications (Editörler: Schenck, E. W. and Hebeda R. E.). VCH Publishers, New York. s.233-276.
- Aljesri, Z. B., (2015). A Study On Synergistic Antimicrobial and Antioxidant Activities of Some Pharmaceutical Oils And Herbal Extracts. Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kahramanmaraş. 94s.
- Anayurt, R.A., (2014). Tekstil Uygulamaları İçin Isı Depolama Özellikli ve Etkin Dış Yüzeyle Mikrokapsül Üretimi. Doktora Tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Tokat.182s.
- Arpaş Arifoğlu Pazarlama Dağıtım ve Ticaret A.Ş. (2019). <https://www.arifoglu.com/hava-civa-nedir>. (Erişim tarihi: 21.06.2019)
- Atak, Z., (2018). Vanilya Ekstraktının Püskürterek Kurutma ve Püskürterek Soğutma Yöntemleri İle Enkapsülasyonu ve Model Gıda Sistemi İçerisinde Kullanımı. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 172s.
- Atıcı, H., (2011). Türkiye'deki Renk Verici Organik Maddelerin Cila Yapımındaki Etkileri ve Sonuçları. Yüksek Lisans Tezi. Anadolu Üniversitesi Güzel Sanatlar Enstitüsü. Eskişehir. 100s.
- Azzaoui, K., Hammouti, B., Lamhamdi, A., Mejdoubi, E., Berrabah, M. (2014). The Gum Arabic in The Southern Region of Morocco. *Moroccan Journal Of Chemistry*. 3: 99- 107.
- Balcı, H., (2006). Akıllı (Fonksiyonel) Tekstiller, Seçilmiş Kumaşlarda Antibakteriyel Apre ve Performans Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 251s.
- Bansode, S. S., Banarjee, S. K., Gaikwad, D. D., Jadhav, S. L., and Thorat, R. M. (2010). Microencapsulation: A review, *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 1 (2): 38-43.
- Bayındır, M., (2005). Nano Teknoloji Destekli Akıllı Elbiseler. *Bilim ve Teknik*. Ağustos/2005:11

- Baykal, H., Karais, K., Çalışkan Koç, G., Dirim, S.N. (2018). Tarçın, Keçiboynuzu ve Zencefil İle Zenginleştirilerek Üretilmiş Keçi Sütü Tozlarının Özellikleri. *Gıda /The Journal of Food*. 43 (4): 716-732
- Baytop, T., (1999). Türkiye’de Bitkiler ile Tedavi, Geçmişte ve Bugün. Nobel Tıp Kitabevleri. II. Baskı ISBN: 975-420-021- 1, İstanbul, 480s.
- Benita, S., (1996). Microencapsulation: Methods and Industrial Applications, Marcel Dekker, Inc., New York, United States of America, 640p.
- Benli, H., (2015). Selüloz Esaslı Tekstil Materyalleri İçin Çevre Dostu Terbiye Proseslerinin Oluşturulması: Yeşil Fabrika. Doktora Tezi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kayseri. 264s.
- Beşen, B. S., (2016). Ozonlanmış Bitkisel Yağ İçeren Mikrokapsüllerin Üretilmesi ve Tekstil Yüzeylerine Aktarılması. Doktora Tezi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kahramanmaraş.167s.
- Birinci, S., (2008). Doğu Karadeniz Bölgesinde Doğal Olarak Bulunan Faydalı Bitkiler ve Kullanım Alanlarının Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 204s.
- Celep, Ş., (2007). Nano Teknoloji ve Tekstil Uygulama Alanları. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 182s.
- Cemeroğlu, B., (2004). Meyve Ve Sebze İşleme Teknolojisi. Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü. *Hacettepe Üniversitesi Yayınları*. 627s
- Cheremision, P.N. and Ellerbusch, F., (1980). Carbon Adsorption Handbook. Publisher Inc. *The Butter Worth Group Second Printing*, Michigan.
- Cosco, S., (2006). Polymer Based Microparticles for Advanced Composite Materials Applications. Doktora Tezi. University of Naples Federico II. Department of Materials and Productions Engineering. Italy. 92p.
- Çakar, A., (2015). Antibakteriyel Özellikli Kumaş Üretimi Üzerine Bir Araştırma. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. 118s.
- Çakar, M., (2013). Alkanna Tinctoria (Havacıva Otu) Bitki Kökü Organik Faz Ekstraktının Glutasyon Redüktaz 6-Fosfolukonat Dehidrogenaz ve Glukoz-6-Fosfat Dehidrogenaz Enzimleri Üzerine İn Vitro Etkisinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Van. 62s.
- Çalışkan, G., Dirim, N.S., (2016). The Effect of Different Drying Processes and The Amounts of Maltodextrin Addition on The Powder Properties of Sumac Extract Powders. *Powder Technol*, 287,308–314.
- Çevik. K., (2017). Palm Yağı ve Fraksiyonlarının Püskürtmeli Kurutucu ile Mikroenkapsülasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kayseri. 78s.

- Çimen, E., (2007). Mikrokapsülleme Yöntemiyle Dokuma Kumaşlara Yeni Özellikler Katma Olanakları. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. 62s.
- Demir, B., (2007). Ceviz (*Juglans Regia* L.), Kızılağaç (*Alnus Glutinosa* L.), Havacıva Otu (*Alkanna Tinctoria* L.), Muhabbet Çiçeği (*Reseda Luteola* L.) ve Kök Boya (*Rubia Tinctoria* L.) Ekstraktlarının Doğal Saç Boyama Özelliklerinin İncelenmesi ve Boya Reçetelerinin Hazırlanması. Yüksek Lisans Tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Tokat. 36s.
- Demirbağ, S., (2014). Kompleks Koaservasyon Metodu İle Isı Depolama ve Güç Tutuşur Özellikli Mikrokapsül Üretimi Ve Tekstil Uygulamaları. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. 109s.
- Dirican, Ş., (2017). Koku İçeren Mikrokapsüller İle İşlem Görmüş Kumaşların Performans Özelliklerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kahramanmaraş.76s.
- Doğan, B., (2017). Studies on Herbal Dye Formulations. Yüksek Lisans Tezi. Yeditepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. 61s.
- Erkan, G., (2008). Bazı Antifungal Ajanların Mikrokapsülasyonu ve Tekstil Materyallerine Aplikasyonu. Doktora Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 146s.
- Genç, E., (2016). Tekstil Uygulamaları İçin Fonksiyonel Duvarlı Mikrokapsül Üretimi. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta.137s.
- Gitmişoğlu, D., (2005). Kahramanmaraş Yöresine Ait Boya Bitkilerinden Naftakinon Gruplarının Kromatografik İzolasyonları. Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kahramanmaraş. 84s.
- Göde, F., Kebapçı, K. (2013). Gül Kokusu İçeren Mikrokapsüller. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. Isparta. Sayı 17 (2), s.32-35.
- Gözütok, Z., (2017). Doğal Boyaların Işık Haslıklarının Geliştirilmesine Yönelik Bir Çalışma. Yüksek Lisans Tezi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kayseri. 118s.
- Güler, H. K., (2015). Bazı Bitki Ekstraktlarının Eldesi, Mikrokapsülasyonu ve Pamuklu Kumaşa Aplikasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta.104s.
- Güler, H. K., Dönmez, İ. E., Aksoy, S. A. (2015). Tıbbi ve Aromatik Bitkilerin Antibakteriyel Aktivitesi ve Tekstil Sektöründe Kullanımı. *Süleyman Demirel University Journal of Science (E-Journal)*, Isparta. Sayı 10 (2), s.27-34.
- Gümüş, K., (2015). Balmumu, Zeytinyağı ve *Alkanna Tinctoria* Karışımının Yanık Yarası Üzerine Etkisi. Doktora Tezi. Atatürk Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. Erzurum. 103s.

- Güner, K. Ö., (2017). Fındık Hammaddesinden Püskürtmeli Kurutma ve Dondurarak Kurutma Yöntemleri ile Fındık Sütü Tozu Eldesi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. 64s.
- Kang, Y.R., Lee, Y.K., Kim, Y.J., Chang, Y.H. (2019). Characterization and Storage Stability of Chlorophylls Microencapsulated in Different Combination of Gum Arabic and Maltodextrin. *Food Chemistry*. 272: 337-346.
- Karagönlü, S., (2011). Medikal Tekstil Uygulamaları İçin Antibakteriyel Ajan İçeren Mikrokapsüllerin Hazırlanması. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 116s.
- Karaman, İ., (2010). Soma Linyitinin Fiziksel Aktivasyonu ve Aktiflenmiş Ürüne Boyarmadde Adsorpsiyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 122s.
- Kayabaşı, N, Sanlı H.S., Etikan, S. (2000). Havacıva ve Labada Bitkilerinden Elde Edilen Renkler ve Bu Renklerin Işık ve Sürtünme Haslıkları Üzerine Bir Araştırma. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi*, 10 (1): 7-10.
- Kearsley, M.W., Dziedzic, S.Z., (1995). Handbook of Starch Hydrolysis Products and Their Derivatives. ISBN: 978-1-4615-2159-4, United Kingdom. 270p.
- Koç, M, Koç, B, Ertekin, F.K. (2011). Toz Gıdaların Fiziksel Karakterizasyon Özellikleri. *Akademik Gıda*. 9:4, 60-70
- Koç, B., (2008). Püskürtmeli Kurutma Yöntemi İle Yoğurt Tozu Üretim Koşullarının Optimizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 204s.
- Köksal, E., (2016). Kompleks Koaservasyon Yöntemi İle E Vitamini İçeren Mikrokapsül Üretimi. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta.57s.
- Leclercq, S., (2008). Stability and Release of Model Aroma Compounds. Yüksek Lisans Tezi. Faculty of the Graduate School of The University of Minnesota. USA, 155p
- Mantar, G., (2014). An Investigation About The Application of A Specific Medical Plant in Textile. Yüksek Lisans Tezi. Gaziantep Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Gaziantep.111s.
- Öge, A., (2017). Kapsülasyon Teknolojisi Kullanarak Spor ve Boş Zaman Giysilerinin Fonksiyonelleştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 109s.
- Ömür, S., (2014). Kuşburnu Meyvesinin Biyoaktif Bileşenlerinin Püskürtmeli Kurutucu ile Mikroenkapsülasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Samsun. 65s.

- Özbek, H., (1996). Sivas Ve Yöresinde Yetişen Boya Bitkilerinden Elde Edilen Renkler ve Bunların Yün Halı İplikleri Üzerindeki Haslık Dereceleri Üzerine Bir Araştırma. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 146s.
- Özdemir, K. S., (2010). Bergamut ve Limon Kabuğu Uçucu Yağının Kapsüllemesi ve Elde Edilen Ürünün Özelliklerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Antalya. 90s.
- Özerdem, B., (2011). Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Multifonksiyonel Özellik Sağlayacak Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması. Yüksek Lisans Tezi. Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Bursa. 64s.
- Özkayalar, S., (2019). Çift Duvarlı Faz Değiştiren Madde Çekirdekli Nano ve Mikrokapsüllerin Üretimi ve Tekstil Uygulanması. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. 146s.
- Öztav, F., (2009). Havacıya Bitkisi (Alkanna Tinctoria)'nin Selülozik ve Protein Elyaf Boyarmaddesi Olarak Kullanılabilirliğinin Araştırılması. Doktora Tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Tokat. 108s.
- Papageorgiou, V.P., Assimopoulou, A.N., Couladouros, E.A., Hepworth, D., Nicolaou, K.C. (1999). The Chemistry and Biology of Alkannin, Shikonin and Related Naphthazarin Natural Products. *Angewandte Chemie International*. 38:270–300.
- Prof. Dr. Bilsen Beşergil. (2019). <http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/porlar-pores.html>,2019. (Erişim tarihi: 18.07.2019)
- Sarıer, N., Önder, E. (2012). Organic Phase Change Materials and Their Textile Applications. *Thermochimica Acta*, Volume 540, Pages 7-60.
- Sarıkürkcü, C., (2010). Yaygın Olarak Yetişen Bazı Orman Bitkilerinin (Alkanna Tinctoria (L.) Tausch Subsp. Tinctoria, Thymus Longicaulis C. Presl Subsp. Longicaulis Var. Longicaulis ve Phlomis Bourgaei Boiss.) Kimyasal İçerik Bazında Total Karakterizasyonu. Doktora Tezi. Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Manisa.113s.
- Seçkin, G. U., Taşeri, L. (2015). Yarı Kurutulmuş Meyve ve Sebzeler. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*. 21(9), 414-420.
- Sezik, E., Yeşilada, E., Tabata, M., Honda, G., Takaishi, Y., Fujita, T., Tanaka, T., Takeda, Y. (1997). Traditional Medicine in Turkey VIII. Folk Medicine in East Anatolia; Erzurum, Erzincan, Ağrı, Kars, Iğdır Provinces. *Economic Botany*. 1997-51: 195-211.
- Söbüçovalı, S., (2011). Maltodekstrin Üretiminde Bazı Parametrelerin Kalite Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 96s.
- Susyal, G., (2011). Mikroenkapsüle Edilmiş Yumurta Tozunun Depolanması Sırasında Yağ Asitleri Kompozisyonunda Meydana Gelen Değişimler. Yüksek Lisans Tezi. Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Manisa.128s.

- Şener, H.F., Bulat, F., (2009). Nano Teknoloji İle Üretilen Akıllı Tekstiller ve Tüketici Beklentilerinin Belirlenmesine Yönelik Bir Araştırma. <http://www.sdergi.hacettepe.edu.tr/makaleler/nanotekstil.pdf> (Erişim tarihi: 29.07.2019)
- Şığva, Z. Ö. D., (2012). Prostat Kanseri Hücre Hatlarında Paklitaksel İle Bitkisel Etken Maddelerin ve Endemik Bitki Ekstrelerinin Sinerjistik Etkisinin Hücre Döngüsü ve Apoptoz Sinyal İletim Yolakları Üzerine Etkisinin Araştırılması. Doktora Tezi. Ege Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 278s.
- Tatar, F., (2012). Balık (*Engraulis encrasicolus* L.) Yağının Mikroenkapsülasyonunda Hemiselülozun Kaplayıcı Madde Olarak Kullanımı. Yüksek Lisans Tezi. Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Samsun. 140s.
- Tatar, F., Tunç, M. T., Dervişoğlu, M., Cekmecelioglu, D., Kahyaoğlu, T. (2014). Evaluation of Hemicellulose as A Coating Material With Gum Arabic For Food Microencapsulation. *Food Research International*, 57:168-175.
- Tontul, İ., (2011). Keten Tohumu Yağının Püskürterek Kurutmaya Mikroenkapsülasyonu Üzerine Farklı Taşıyıcı Madde ve Emülsiyon Uygulamalarının Etkilerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Antalya. 85s.
- Topbaş, Ö., (2011). Mikroenkapsülasyon Tekniği İle İyileştirici Bandaj Üretimi. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 90s
- Toprakkaya, D., Orhan, M., Güneşlioğlu, C., (2003). Tekstillerde Hijyen Uygulamaları. 3.Sterilizasyon ve Dezenfeksiyon Kongresi. <https://www.das.org.tr/kitaplar/kitap2003/29.htm> (Erişim Tarihi: 23.05.2019)
- Tözüm, M. S., (2014). Isı Depolama Özellikli Mikroenkapsül Uygulanmış Kumaşların Isı Düzenleme ve Konfor Özelliklerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. 120s.
- Turchiuli, C., Fuchs M., Bohin, M., Cuvelier, E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M.N., Dumoulin E. (2005). Oil Encapsulation by Spray Drying and Fluidised Bed Agglomeration. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 6(1): 29-35.
- Tübitak, (2003). Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu Vizyon 2023 Teknoloji Öngörüsü Projesi Tekstil Paneli Son Rapor. https://www.tubitak.gov.tr/tubitak_content_files/vizyon2023/tekstil/tekstil_son_sorum.pdf (Erişim tarihi: 25.07.2019)
- Wikipedia The Free Encyclopedia, (2019). https://en.wikipedia.org/wiki/Senegalia_senegal 2019 (Erişim tarihi: 20.06.2019)
- Yazdinezhad, A., Esfahani. H.M., Ghahremani, M.H. (2013). Effect Of Alkanna Frigid Extracts On 3t3 Fibroblast Cell Proliferation. *International Journal of Pharmacy and Biological Sciences*, 2010- 3: 212-215.

- Yıldırım, E., (2017). Püskürterek Kurutma Prosesi (Spray Drying). <https://docplayer.biz.tr/44991986-Puskurterek-kurutma-prosesi-spray-drying-giris.html> (Erişim tarihi: 12.11.2018)
- Yılgör, İ., (2006). İşlevsel Polimerik Elyaf ve Akıllı Tekstiller. *Bilim ve Teknik* Aralık/2006:42
- Yılmaz, F., (2015). Doğal Boyaların Metamerik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kayseri. 92s.
- Yılmaz, M., (2011). Safran (*Crocus Sativus*), Nar Çiçeği (*Punica Granatum*), Havacıva Otu (*Alkanna Tinctoria*) ve Zerdeçal (*Curcuma Longa*)'nın, Protein Poliakrilamid Elektroferez Jellerinin Boyanmasında Kullanılabilirliğinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Tokat. 40s.
- Yüksel, H., (2018). Püskürtmeli Kurutma Yöntemiyle Elde Edilmiş Sebze Suyu Tozlarına Aglomerasyon İşleminin Uygulanması. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 142s.

EKLER

Ek A. Mikrokapsül Miktarı İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları

Ek A.1. Mikrokapsül miktarı model özeti

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,937 ^a	,879	,842	1,86720

a. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek A.2. Mikrokapsül miktarı varyans analizi

ANOVA^a

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	252,829	3	84,276	24,173	,000 ^b
	Residual	34,864	10	3,486		
	Total	287,693	13			

a. Dependent Variable: Mikrokapsül Miktarı

b. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek A.3. Mikrokapsül miktarı regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	7,159	3,499		2,046	,068
	İşlem sıcaklığı	,036	,021	,191	1,713	,117
	Havacıva yağı	-,397	,054	-,839	-7,350	,000
	Arap zımkı	,085	,035	,274	2,404	,037

a. Dependent Variable: Mikrokapsül Miktarı

Ek A.4. Mikrokapsül miktarı regresyon analizinde hariç tutulan değişkenler

Excluded Variables^a

Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics
					Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Mikrokapsül Miktarı

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap Zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek B. Mikrokapsül Verimliliği İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları

Ek B.1. Mikrokapsül verimliliği model özeti

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,937 ^a	,879	,842	3,11300

a. Predictors: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek B.2. Mikrokapsül verimliliği varyans analizi

ANOVA^a

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	702,341	3	234,114	24,158	,000 ^b
	Residual	96,908	10	9,691		
	Total	799,249	13			

a. Dependent Variable: Mikrokapsül verimliliği

b. Predictors: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek B.3. Mikrokapsül verimliliği regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	11,935	5,833		2,046	,068
	İşlem sıcaklığı	,060	,035	,191	1,712	,118
	Havacıva yağı	-,661	,090	-,839	-7,347	,000
	Arap zankı	,141	,059	,274	2,403	,037

a. Dependent Variable: Mikrokapsül verimliliği

Ek B.4. Mikrokapsül verimliliği regresyon analizinde hariç tutulan değişkenler

Excluded Variables^a

Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics
					Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Mikrokapsül verimliliği

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek C. Su Aktivitesi İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları

Ek C.1. Su aktivitesi model özeti

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,805 ^a	,647	,541	,035530

a. Predictors: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek C.2. Su aktivitesi için varyans analizi

ANOVA^a

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	,023	3	,008	6,118	,012 ^b
	Residual	,013	10	,001		
	Total	,036	13			

a. Dependent Variable: Su aktivitesi

b. Predictors: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek C.3. Su aktivitesi regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	,288	,067		4,325	,002
	İşlem sıcaklığı	-,001	,000	-,481	-2,532	,030
	Havacıva yağı	,004	,001	,689	3,541	,005
	Arap zankı	,000	,001	-,068	-,349	,735

a. Dependent Variable: Su aktivitesi

Ek C.4. Su aktivitesi regresyon analizinde hariç tutulan değişkenler

Excluded Variables^a

Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics
					Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Su aktivitesi

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek D. Islanabilirlik İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları

Ek D. 1. Islanabilirlik model özeti

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,903 ^a	,816	,755	36,234

a. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek D.2. Islanabilirlik varyans analizi

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	52414,705	3	17471,568	13,308	,001 ^b
	Residual	11816,064	9	1312,896		
	Total	64230,769	12			

a. Dependent Variable: Islanabilirlik

b. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek D.3. Islanabilirlik regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	261,144	67,919		3,845	,004
	İşlem sıcaklığı	-,602	,410	-,213	-1,468	,176
	Havacıva yağı	-3,875	1,122	-,509	-3,453	,007
	Arap zımkı	2,664	,685	,572	3,890	,004

a. Dependent Variable: Islanabilirlik

Ek D.4. Islanabilirlik regresyon analizinde hariç tutulan değişkenler

Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics
					Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Islanabilirlik

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek E.Kitle Yoğunluğu İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları

Ek E.1. Kitle yoğunluğu model özeti

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,336 ^a	,113	-,153	,04394

a. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek E.2. Kitle yoğunluğu varyans analizi

ANOVA^a

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	,002	3	,001	,425	,739 ^b
	Residual	,019	10	,002		
	Total	,022	13			

a. Dependent Variable: Kitle yoğunluğu

b. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek E.3. Kitle yoğunluğu regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	,360	,082		4,375	,001
	İşlem sıcaklığı	,000	,000	-,162	-,538	,602
	Havacıva yağı	,000	,001	,114	,370	,719
	Arap zımkı	-,001	,001	-,271	-,877	,401

a. Dependent Variable: Kitle yoğunluğu

Ek E.4. Kitle yoğunluğu regresyon analizinde hariç tutulan değişkenler

Excluded Variables^a

Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics
					Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Kitle yoğunluğu

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek F. Sıkıştırılmış Kitle Yoğunluğu İle İlgili Regresyon Analizler

Ek F.1. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu model özeti

Model Summary				
Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,677 ^a	,458	,296	,10375

a. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağđ

Ek F.2. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu varyans analizi

ANOVA ^a						
Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	,091	3	,030	2,818	,093 ^b
	Residual	,108	10	,011		
	Total	,199	13			

a. Dependent Variable: Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu

b. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağđ

Ek F.3. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Coefficients ^a						
Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	,475	,194		2,446	,035
	İşlem sıcaklığı	,000	,001	,082	,346	,736
	Havacıva yağđ	,007	,003	,587	2,433	,035
	Arap zımkı	-,002	,002	-,190	-,788	,449

a. Dependent Variable: Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu

Ek F.4. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu regresyon analizinde hariç tutulan deęişkenler

Excluded Variables ^a					
Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağđ

Ek G. Hausner Oranı İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları

Ek G.1. Hausner oranı model özeti

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,538 ^a	,290	,077	,370705

a. Predictors: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek G.2. Hausner oranı varyans analizi

ANOVA^a

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	,561	3	,187	1,360	,311 ^b
	Residual	1,374	10	,137		
	Total	1,935	13			

a. Dependent Variable: Hausner oranı

b. Predictors: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek G.3. Hausner oranı regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	1,317	,695		1,897	,087
	İşlem sıcaklığı	,003	,004	,179	,666	,521
	Havacıva yağı	,018	,011	,473	1,711	,118
	Arap zankı	-,001	,007	-,042	-,154	,881

a. Dependent Variable: Hausner oranı

Ek G.4. Hausner oranı regresyon analizinde hariç tutulan değişkenler

Excluded Variables^a

Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics
					Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Hausner oranı

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap zankı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek H. Carr İndeksi İle İlgili Regresyon Analiz Sonuçları

Ek H.1. Carr indeks model özeti

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	,622 ^a	,387	,203	8,831461

a. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek H.2. Carr indeks varyans analizi

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	491,786	3	163,929	2,102	,164 ^b
	Residual	779,947	10	77,995		
	Total	1271,733	13			

a. Dependent Variable: Carr indeks

b. Predictors: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

Ek H.3. Carr indeks regresyon analizinde elde edilen katsayılar

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	22,476	16,548		1,358	,204
	İşlem sıcaklığı	,123	,100	,309	1,234	,245
	Havacıva yağı	,489	,255	,492	1,917	,084
	Arap zımkı	-,023	,167	-,035	-,137	,894

a. Dependent Variable: Carr indeks

Ek H.4. Carr indeks regresyon analizinde hariç tutulan değişkenler

Model	Beta In	t	Sig.	Partial Correlation	Collinearity Statistics
					Tolerance
1	Maltodekstrin	. ^b	.	.	,000

a. Dependent Variable: Carr indeks

b. Predictors in the Model: (Constant), Arap zımkı, İşlem sıcaklığı, Havacıva yağı

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı, Soyadı : Bekir CANBOLAT

Uyruğu : T.C.

Doğum tarihi ve yeri : 14.12.1970, Niğde

Medeni hali : Evli

Telefon : 0 (344) 300 25 48

Faks : 0 (344) 300 25 02

e-posta : bekircanbolat@ksu.edu.tr, canbolat.bekir@gmail.com

Eğitim

Derece Eğitim Birimi

Mezuniyet tarihi

Yüksek Lisans: KSÜ / Malzeme Bilimi ve Mühendisliği A.B.D

2019

Lisans: Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi
Tekstil Öğretmenliği Pr.

1993

Lise: Adana Merkez Endüstri Meslek Lisesi

1988

İş Deneyimi

Yıl

Yer

Görev

1999-Devam ediyor

KSÜ Teknik Bilimler Melek
Yüksekokulu

Öğretim Görevlisi

1997-1999

Şehit İdari Ataşe Galip Özmen
Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi

Öğretmen

1996-1997

Zeytinburnu Tekstil Meslek Lisesi

Öğretmen

Yabancı Dil

İngilizce (Okuma; İyi - Yazma; İyi - Konuşma; Orta)

Yayınlar

Uluslararası Bildiriler (Abstract – Expanded Abstract)

1. Tiyek, İ., Yazıcı, M., Alma, M. H., Canbolat, B., Önal,Ö., 2018. Havacıva Otu (Alkanna Tinctoria) Özlü Mikrokapsüllerin Hazırlanması. UMTEB III. Uluslararası Mesleki ve Teknik Bilimler Kongresi (Tam Metin Bildiri/Sözlü Sunum) (Yayın No:4654417)
2. Yazıcı, M., Tiyek, İ., Alma, M. H., Önal,Ö., Canbolat, B., 2018. Elektrospinning Yöntemiyle Grafen Katkılı Sıvılaştırılmış Fındık Kabuğu/Polyvinyl Pyrrolidone Nano Yüzeylerin Üretimi ve Karakterizasyonu. UMTEB III. Uluslararası Mesleki ve Teknik Bilimler Kongresi (Tam Metin Bildiri/Sözlü Sunum)(Yayın No:4654357)

Araştırma Alanları

Nano teknoloji, Akıllı tekstiller ve Kumaş tasarımı