

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

AROMATERAPİDE KULLANILACAK
FONKSİYONEL BİR HAVLU TASARIMI

Şennur ASMA

Temmuz, 2011

İZMİR

AROMATERAPİDE KULLANILACAK FONKSİYONEL BİR HAVLU TASARIMI

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi

Tekstil Mühendisliği Bölümü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

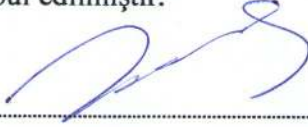
Şennur ASMA

Temmuz, 2011

İZMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

ŞENUR ASMA, tarafından PROF. DR. A. MERİH SARIŞIK yönetiminde hazırlanan “AROMATERAPİDE KULLANILACAK FONKSİYONEL BİR HAVLU TASARIMI” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.



Prof. Dr. A. Merih SARIŞIK

Danışman



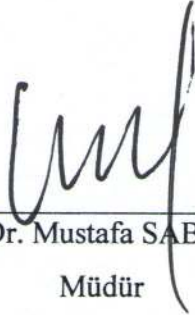
Doç. Dr. Dilek Kut

Jüri Üyesi



Doç. Dr. Aysun Akşit

Jüri Üyesi



Prof. Dr. Mustafa SABUNCU

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans çalışmamın her aşamasında olduğu gibi hayatımın diğer alanlarında da karşılaştığım güçlüklerde yanımda olan danışman hocam Sayın Prof.Dr. A. Merih SARIŞIK'a şükranlarımı sunarım. Tez çalışmam sırasında karşılaştığım sorunlarda her an danışabildiğim ve değerli görüşleriyle tezime katkıda bulunan Sayın Doç. Dr. Salih OKUR'a ve Sayın Prof.Dr. Süheyla KIRMIZIGÜL'e destekleri için teşekkür ederim. Deneysel çalışmalarım esnasında bilgi ve deneyimleriyle bana destek olan Dr. Gökhan ERKAN' a, Dr. Nazlı BÖKE' ye ve Cebail ÖZTÜRK' e teşekkürü borç bilirim. Bu çalışma TÜBİTAK 110M349 nolu proje ile desteklenmiştir. Maddi desteği için TÜBİTAK'a teşekkür ederim. Çalışmam sırasında destekleri ile her zaman yanımda olan çalışma arkadaşlarıma ayrıca teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca maddi, manevi desteğini ve sevgisini benden esirgemeyen sevgili Aileme şükranlarımı sunarım.

Şennur ASMA

AROMATERAPİDE KULLANILACAK FONKSİYONEL BİR HAVLU TASARIMI

ÖZ

Bu çalışmada; aromaterapi ve SPA merkezlerinde veya kişisel bakım amaçlı kullanılmak üzere, birden fazla aromatik yağ ve vitamini bünyesinde bulunduran fonksiyonel bir ürün tasarlanmıştır. Ürünün uzun süreli hoş koku verici, nemlendirici, yaşlanmayı geciktirici, rahatlatıcı ve dinçleştirici etkileri sayesinde kullanıcının yaşam kalitesinde bir artış sağlanması hedeflenmiştir.

Bu amaçla uçucu lavanta ve üzüm çekirdeği yağlarının ve E vitamininin iki tip β -siklodekstrin ile inklüzyon kompleksleri oluşturulmuştur. Elde edilen komplekslerin Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR), Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), X ışını difraktometresi (XRD) ile karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Toz formdaki kompleksler yüzde yüz pamuklu havlu kumaşa applike edilmiş ve kumaşların yıkama dayanımları incelenmiştir. Kompleks applike edilmiş kumaşların beyazlık dereceleri Spektrofotometre ile Stensby formülüne göre hesaplanmıştır. Lavanta yağı ile oluşturulan komplekslerdeki uçucu bileşiklerin yıkamaya bağlı değişimi Gaz Kromatografisi-Kütle Spektroskopisi (GC-MS) ile incelenmiştir. Ayrıca bu çalışmada KKM sensörleri ile koku tayin yöntemi de kullanılmıştır. Kapsül applike edilen havlu materyallerin aktarma sonrası, 10 ve 20 yıkama sonrası koku salım davranışları incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: siklodekstrin, aromaterapi, GC-MS, QCM

A DESIGN OF A FUNCTIONAL TOWEL IN USING AROMATHERAPY

ABSTRACT

In this study, a functional product, which has aromatic oil and vitamins at its structure for using at aromatherapy and spa centers or personal care, has been designed. It's aimed to improve the life quality of user by using good odor, moisturizing effect, relaxation, anti-aging effect of product.

For this purpose, inclusion complexes are formed with volatile grape seed and lavender oil and vitamin E. Obtained complexes characterization studies applied with Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), Differential Scanning Calorimetry (DSC), X-ray diffractometer (XRD). Powder form of complexes are applied to hundred percent cotton towel fabric and washing fastnesses of fabrics are investigated. Whiteness degree of fabrics which are applicated with complexes, are calculated considering Stensby formula with Spectrophotometer. Volatile compounds variations, dependent on washing in complexes which constituted with lavender oil, are investigated with Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS). Also in this study, smell determination technique is used with QCM sensors. The release behavior of towel fabrics are investigated after encapsulation application process, after 10 and 20 washing cycles.

Keywords: cyclodextrine, aromatheraphy, GC-MS, QCM

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZ	iv
ABSTRACT.....	v
BÖLÜM BİR-GİRİŞ.....	1
1.1 Yapay Kapsülleme	2
1.1.1 Mikrokapsülasyon.....	2
1.1.1.1 Mikrokapsülasyon Teknikleri.....	5
1.1.1.2 Mikrokapsülasyon Tekniğinin Tekstil Endüstrisinde Uygulamaları.....	6
1.1.2 Moleküler Kapsülleme.....	7
1.1.2.1 Siklodekstrinler.....	8
1.1.2.1.1 Siklodekstrinlerin Yapısal Özellikleri.....	9
1.1.2.2 İnklüzyon Kompleksi.....	17
1.1.2.2.1 İnklüzyon Kompleksi Oluşumunu Etkileyen Faktörler.	19
1.1.2.2.1.1 Çözelti Dinamiği.	19
1.1.2.2.1.2 Sıcaklık Etkisi	19
1.1.2.2.1.3 Çözücülerin Kullanımı	19
1.1.2.2.1.4 Suyun Etkisi	19
1.1.2.2.2 İnklüzyon Kompleksi Oluşturma Yöntemleri.	20
1.1.2.2.2.1 Yoğurma Yöntemi.....	20
1.1.2.2.2.2 Püskürterek ve Dondurarak Kurutma Yöntemi	20
1.1.2.2.2.3 Çözelti İçerisinde Siklodekstrin Komplekslerinin Hazırlanması	20
1.1.2.2.2.4 Birlikte Çöktürme Yöntemi.....	20
1.1.2.2.2.5 Katı Fazda Kompleks Oluşturma.	21
1.1.2.2.2.6 Nötralizasyon Yöntemi.	21
1.1.2.3 β -Siklodekstrinlerin Tekstil Yüzeyine Uygulanması.....	21
1.1.2.3.1 Tekstil Yüzeyini Modifiye Ederek.....	22

1.1.2.3.2 Siklodekstrini Modifiye Ederek.	22
1.1.2.3.3 Siklodekstrini Bir Çapraz Bağlayıcı ya da Köprü Grubu Kullanarak Tekstil Yüzeyine Bağlamak.	23
1.1.3 Yapay Kapsülleme Konusundaki Önceki Çalışmalar.....	23
1.2 Aromaterapi.....	27
1.2.1 Aromaterapi Uygulama Yöntemleri.....	30
1.2.2 Aromaterapi Konusundaki Önceki Çalışmalar.....	30
1.3 Elektronik Burun.....	34
1.3.1 Memeli Burnu ve Elektronik Burun.....	35
1.3.2 Elektronik Burun’da Kullanılan Sensörler ve Sensör Dizileri.....	39
1.3.2.1 Kuvars Kristal Mikrodenge Sensörleri.....	39
1.3.3 Elektronik Burun Konusundaki Önceki Çalışmalar.....	41
BÖLÜM İKİ-MATERYAL VE METOD	43
2.1 Materyal	43
2.1.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	43
2.1.2 Kullanılan Cihazlar.....	43
2.1.3 Kullanılan Kumaş.....	44
2.1.4 Etken Maddeler.....	44
2.1.4.1 E vitamini.....	45
2.1.4.2 Lavanta Yağı.....	46
2.1.4.3 Üzüm Çekirdeği Yağı.....	46
2.2 Metod	47
2.2.1 Ürünlerin Hazırlanmasında Kullanılan Yöntemler.....	47
2.2.1.1 Yoğurma Yöntemi.....	48
2.2.1.2.1 β -CD Kumaşa Aktarımı	48
2.2.1.2.2 MCT- β -CD Kumaşa Aktarımı	48
2.2.3 Ürünlerin Değerlendirilmesinde Kullanılan Yöntemler.....	48
2.2.3.1 GC-MS ile Uçucu Yağ Analizi.....	48
2.2.3.1.1 GC-MS Analizi Numune Hazırlama.....	49
2.2.3.2 KKM Sensör ile Koku Analizi.....	49
2.2.3.2.1 KKM Sensörün TiO_2 ile Kaplanması.....	50

2.2.3.3 DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri)	51
2.2.3.4 FT-IR (Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi).....	51
2.2.3.5 XRD (X Işını Difraktometresi).....	51
2.2.3.6 Spektrofotometre.....	51
BÖLÜM ÜÇ-ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	52
3.1 β -Siklodekstrin ile Gerçekleştirilen Çalışmalar	52
3.2 MCT- β -Siklodekstrin ile Gerçekleştirilen Çalışmalar	64
BÖLÜM DÖRT-SONUÇLAR VE ÖNERİLER	76
KAYNAKLAR	79

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

Tekstil sektöründe katma değer kazandıran, rekabet ortamı ve farklılık yaratan, pazar payını artıran fonksiyonel işlemlerin önemi gün geçtikçe artmaktadır. Tüketicinin isteklerini sadece estetik özellikler değil aynı zamanda fonksiyonel özellikler de belirlemektedir. Mikrokapsülasyon fonksiyonel bitim işlemlerinde alternatif bir yol olarak kullanılmaktadır. Güç tutuşurluk, koku uygulamaları, kir ve su iticilik vb. gibi özelliklerin tekstil mamulüne kazandırıldıktan sonra kullanım aşamasında uzun süre etkisini koruması önemlidir. Mikrokapsülasyon, fonksiyonel bitim işlemlerinin etkisini uzun süre koruması açısından da önemli bir araçtır. Özellikle kontrollü salım gibi etkiler istenildiğinde rakipsiz olarak gözükmektedir.

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

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

sağlayabilmek için günümüzde tekstil metaryallerini kullanmak mümkündür. Çeşitli kokular vitaminler besleyici yağlar içeren kapsüller tekstil metaryaline apliedilir ve kullanım sırasında deriye nüfuz eder böylece dengeli bir cild bakımı gerçekleştirilmiş olur. Bugün birçok firma kokulu tekstil yüzeylerini ve anti bakteriyel ürünleri tüketiciye sunmaktadır.

1.1 Yapay Kapsülleme

Dayanıklı güzel kokular, faz değıştiren maddeler, ilaç taşıma sistemleri, antimikrobiyal maddeler, tekstil sektöründe kapsülasyon teknolojisine olan ilgiyi artırmaktadır. Yapay kapsülleme iki gruba ayrılır: mikrokapsülleme ve moleküler kapsülleme. Mikrokapsülleme, mikron boyutlu katı partiküllerin veya sıvı damlacıkların ya da gazların inert bir kabuk içerisine hapsedilerek dış çevreden korunması esasına dayanır. Moleküler kapsülleme ise, farklı özelliklere sahip iki veya daha çok molekül arasında kovalent bağlardan daha zayıf etkileşimlerin meydana gelmesi ile çekirdek maddenin, kabuk metaryal tarafından tutulması esasına dayanmaktadır. Bu etkileşimler arasında en önemlisi ev sahibi-misafir tipi etkileşimlerdir. (Akçakoca, 2006; Benita, 2005; Szejtli, 1998; Song, 2009;)

1.1.1 Mikrokapsülasyon

Mikrokapsülleme, katı parçacık, sıvı damlası veya gaz kabarcığının bir kabuk malzeme içerisine hapsedilerek uzun süreli saklanabilmesine ve taşınabilmesine olanak sağlayan bir paketleme tekniğidir (Lin, Yang, Xi, Chen, 2006). Mikrokapsülasyon tekniği ile kaplanacak maddeye çekirdek veya öz madde, kaplama için kullanılan inert monomer veya polimer maddeye ise çeper, kabuk veya duvar materyali denir. Mikrokapsülleme yaşayan hücrenin yaratılması ile başlamıştır (Vandegear, 1973). Tarihsel olarak mikrokapsülleme çalışmaları 19. yüzyılda bazı farmasötik maddelerin draje haline getirilmesi ile başlamıştır (Madan, 1978). 1924 yılında jelatin çözeltisi içinde dağıtılan bazı yağlar soğuk benzen ile katılaştırılarak kapsül oluşturulmuş ve bu çalışma ile patent alınmıştır. İlk olarak 1930'lu yıllarda uygulanmaya başlanan mikrokapsülasyon tekniği, 1950' li yıllarda "karbonsuz kopya kâğıdı" nın geliştirilmesiyle son halini almıştır (De Gennaro, 1975). Bu gün ise farklı

farmakolojik gruplara ait etken maddeler, proteinler, enzimler, hormonlar, bakteriler, antikorlar, hücreler, insektisitler, boyalar, esanslar, pigmentler, polielektrolitler, tarım kimyasalları, besin maddeleri, vitaminler ve fotoğrafçılık maddeleri kapsüllenebilmektedir (Kaş, 2002; Thies, 1996).

Mikrokapsülasyon teknolojisinde, kapsülden beklenen özelliğe bağlı olarak farklı kabuk metaryaller kullanmak mümkündür. Tablo 1.1’de mikrokapsülasyonda kullanılabilecek bazı kabuk maddeler görülmektedir. Kapsül çapı, çekirdek/kabuk oranı, kabuk sertliği, çekirdek maddenin kabuktan salımı gibi birtakım temel özellikler çekirdek ve kabuk maddeye bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Mikrokapsüllerin kabuk inceliği, uygulanan kapsülasyon tekniği ve kapsül malzemesi cinsine bağlı olarak 1–40 μm arasında olabilir (Önder, Sarier, 2005). Ticari olarak üretilen mikrokapsüllerin boyutları 3 – 800 μm arasında değişmektedir. Mikrokapsüller boyutlarına göre iki gruba ayrılır. 1 μm den küçük kapsüller nanokapsüller, 1000 μm den büyük kapsüller ise makrokapsüller olarak adlandırılır. (Thies, 1996).

Tablo 1.1 Bazı kaplama maddeleri (Demirel, 1993)

Suda çözünen kaplama maddeleri	Suda çözünmeyen kaplama maddeleri	Mumlar-lipitler	Barsakta çözünen kaplama maddeleri
Arap zımkı	Etil selüloz	Balmumu	Selüloz asetat butirat
Hidroksi etil selüloz	Poliamid	Gliseril laurat	Selüloz asetat ftalat
Jelâtin	Polietilen	Gliseril miristat	Selüloz asetat süksinat
Karboksi metil selüloz	Polietilen vinil asetat	Gliseril palmitat	Stiran malein anhidrid
Metil selüloz	Polimetakrilat	Gliseril stearat	kopolimeri
Nışasta	Polipropilen	Karnouba mumu	Şellak
Poliakrilik asit	Selüloz asetat	Laurik asit	
Polivinil alkol	Silikonlar	Miristil alkol	
Polivinil pirolidon		Palmitik asit	
		Parafin	
		Stearil alkol	
		Spermaçet	
		Stearik asit	
		Setil alkol	

Kabuk materyalden beklenen özellikler şunlardır:

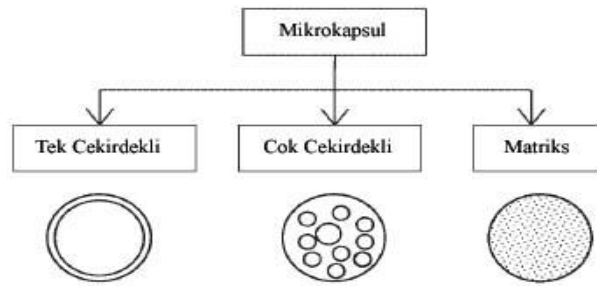
- Çekirdek maddeye yapışabilmeli ve çekirdek madde ile geçirirli olmalı.
- İnce fakat esnek, geçirgen ve dayanıklı bir kaplama yapabilmeli.
- Toksik olmamalı.
- Çekirdek maddeyi dış çevrenin etkilerinden korumasının yanında zehirli çekirdek maddenin dış çevreye zarar vermesini engelleyen güvenli bir paketleme sağlayabilmeli
- Çekirdek maddenin dış çevreye kontrollü salımını sağlamalı.

Çekirdek maddenin mikrokapsülden bırakılması kabuk materyalin cinsine bağlı olarak farklılık göstermektedir:

- Kapsül duvarının mekanik bir etki ile kırılması.

- Kapsül duvarının bir çözücüyle çözünmesi.
- Kapsül duvarının sıcaklık etkisiyle erimesi.
- Çekirdek maddenin kapsül duvarından düşük hızda difüzyonu (Risch, Reineccius, 1989).

Çekirdek maddenin kabuk içindeki dağılımı, çekirdek maddeye ve mikrokapsülasyon işlemine bağlı olarak farklılık göstermektedir (Thies, 1996). Çekirdek maddenin kabuk malzeme içindeki dağılımı Şekil 1.1’de de görüldüğü gibi üç şekilde olabilir. Bunlar;



Şekil 1.1 Mikrokapsüllerin morfolojisi (Ghosh, 2006)

- Tek Çekirdekli: Çekirdek madde, kabuk madde tarafından kesintisiz biçimde sarılmıştır.
- Çok Çekirdekli: Çekirdek madde, kabuk madde içerisinde farklı bölgelerde toplanmıştır.
- Matrisk: Çekirdek madde, kabuk madde içinde homojen bir dağılım gösterir (Ghosh, 2006).

1.1.1.1 Mikrokapsülasyon Teknikleri

Mikrokapsülasyon işlemi çok farklı tekniklerle uygulanabilmektedir. Bu teknikler genel olarak, kimyasal ve fiziksel olmak üzere iki ana başlık altında toplanabilir. Fiziksel yöntemlerle oluşturulan kapsüllerin boyutu kimyasal yöntemlerle oluşturulanlara kıyasla daha büyüktür (Wein, Minor, De Kruif, 2004). Tablo 1.2’de sık kullanılan kimyasal ve fiziksel mikrokapsülasyon teknikleri verilmiştir.

Kullanılacak mikrokapsülasyon tekniğinin seçiminde, elde edilmek istenen kapsül boyutu, kabuk materyalinin geçirgenliği, çekirdek materyalinin tipi, çekirdek materyalinin çözücüler ve kaplama maddesi ile etkileşimi vb. özellikler önemli bir rol oynamaktadır. Kullanım amacı göz önünde bulundurularak mikrokapsülasyon tekniği seçilmelidir (Ghosh, 2006).

Tablo 1.2 Sık kullanılan mikrokapsülasyon teknikleri (Ghosh, 2006)

Kimyasal Yöntemler	Fiziksel Yöntemler
Ara Yüzey Polimerizasyonu	Püskürterek Kurutma Yöntemi
In-Situ Polimerizasyonu	Santrifüj Yöntemi
Kompleks Koaservasyon	Rotasyonel Süspansiyon Ayırma
Basit Koaservasyon	Akışkan Yatak Yöntemi
Süperkritik Akışkan Yöntemi	Elektrostatik Yöntem
	Soğutarak Kurutma
	Sıcak Eriyik Yöntemi

Kullanılan tekniğe bağlı olarak farklı özellikte ve boyutta kapsül oluşturulabilir. Tablo 1.3’ de bazı mikrokapsül teknikleri ile elde edilen kapsüllerin boyut aralıkları görülmektedir.

Tablo 1.3 Bazı mikrokapsülasyon teknikleri ile elde edilen partikül boyutları (Ghosh, 2006)

Mikrokapsülasyon Tekniği	Partikül Boyutu (µm)
Ekstrüder	250–2500
Püskürterek Kurutma	5–5000
<i>in-situ</i> Polimerizasyon	0.5–1100
Ara Yüzey Polimerizasyonu	0.5–1000
Koaservasyon	2–1200
Döner Disk Metodu	5–1500
Akışkan Yatak Mikrokapsülasyon	20–1500

1.1.1.2 Mikrokapsülasyon Tekniğinin Tekstil Endüstrisinde Uygulamaları

Tekstil endüstrisine 1900’lü yıllarda giren mikrokapsüller, günümüzde; kalıcı hoş kokular, boyarmaddeler, antimikrobiyal maddeler, haşere kovucular, vitaminler,

hormonlar, faz deęiřtiren malzemeler gibi birok etken maddenin tekstil yzeyine aktarılmasında kullanılmaktadır.

Gzel kokmak insanoęlunun benimsedięi nemli gereksinimlerindendir. Bu gereksinimini her alanda rettięi, geliřtirdięi rnlere belli oranlarda taşıdıęı grlmektedir. Eski mısır mabetlerinde yakılan ttslerle, eřitli uygarlıkların saraylarında ve tapınaklarında kullandıęı baharat ve ieklerin ztleriyle bařlayan bu serven ok byk ekonomik boyutlara ulařmıřtır (Birimoęlu, 2005).

Yapılan arařtırmalara gre, koku tketicinin satın alma iędsn doęrudan etkilemektedir. Bu nedenle mikrokapslleme gnmzde rekabette nclęn korumak isteyen tekstil ve giysi reticileri iin, nemli bir teknolojik geliřmedir.

Hoř kokulu tekstil yzeyi retmeye ynelik birok alıřma yapılmıřtır. alıřmalarda; kokunun direk tekstil yzeyine uygulanması halinde kalıcılıęın saęlanamadıęı gzlenmiřtir. Oysa kapsller iine hapsedilen kokunun kalıcılıęının 30 yıkamaya kadar dayanabileceęi belirtilmiřtir (Nelson, 2002; Wang, 2005).

1.1.2 Molekler Kapslleme

Supramolekler kimya, molekller arasındaki ve molekller iindeki tm etkileřimleri inceleyen bir kimya disiplindir. Burada molekller, iyonlar ve radikaller arasında hidrojen kprleri, van der waals kuvvetleri ve hidrofobik etkileřim gibi kovalent olmayan fiziksel etkileřimler meydana gelir ve bu etkileřimler kalıcı deęildir. Kompleks oluřumu; konsantrasyona baęlı olarak deęiřiklik gsterir. (Akakoca, 2006; Benita, 2005; Szejtli, 1998; Song, 2009)

Supramolekller ise, farklı zelliklere sahip iki veya daha fazla molekl, iyon veya koordinasyon bileřiklerinin molekl ii etkileřimler ile birleřmesi sonucu oluřan komplekslerdir. Supramolekler kimyada ev sahibi molekller; kriptandlar, ta eterleri, kaliksarenler, siklofanlar ve siklodekstrinler gibi kafes yapısında olan bileřiklerdir (Song, 2009). En nemli ev sahibi molekller siklodekstrinlerdir:

1. Siklodekstrinler yenilenebilir doğal ürünlerden enzimatik reaksiyonlar yoluyla üretilen biyolojik ürünlerdir
2. Çevre dostu teknolojilerle her yıl tonlarca üretilirler.
3. Siklodekstrinlerin inklüzyon kompleksi oluşturma yeteneği, çekirdek maddenin özelliklerini önemli ölçüde değiştirir.
4. Siklodekstrinlerin toksik etkileri, türü, türevi veya uygulama şekline bağlı olarak ortadan kaldırılabilir. (Szejtli, 1998)

1.1.2.1 Siklodekstrin

Siklodekstrinler hakkındaki ilk çalışma Fransız bilim adamı Villier tarafından gerçekleştirilmiştir. Villier 1891 yılında nişastayı, mikroorganizmalar tarafından (*Bacillus amylobakter*) üretilen transglikoz enzimi ile parçalamış, ortaya çıkan nişasta ürünlerini izole ederek ilk siklodekstrinleri üretmiştir. Siklodekstrinlerin selüloza benzerliklerinden dolayı izole ettiği bu maddeleri “selülozin” olarak adlandırmıştır (Helena, Marques, 2010).

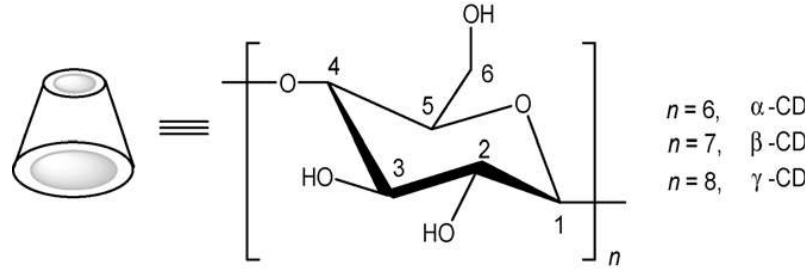
1903–1911 yılları arasında Shardingier siklodekstrinler üzerinde çalışmalar yapmıştır. 1903’de bu maddelerin halkalı oligosakkaritler olduğunu belirtmiştir. 1904’ de ise şeker ve nişasta bulunan bitki materyallerinden aseton ve etilalkol üretmeye uygun yeni bir organizma bulmuştur. 1911 yılında *Bacillus macerans* adındaki bu organizma soyunun, nişastadan büyük miktarda kristalin dekstrinleri (%25–30) de ürettiğini tanımlamıştır. (Akçakoca, 2006) Shardingier yaptığı çalışmalarda Villier’ in izole ettiği kristal yapının, kristalin dekstrin α ve kristal dekstrin β adını verdiği iki siklik oligosakkarit olduğu tespit etmiştir. Bu şeker “Shardingier şekeri” denmiştir (Helena, 2010). 1935 yılına gelindiğinde γ siklodekstrin bulunmuştur. 1911 ve 1933 yılları arasında Peingsheim, Almanya’da bu alandaki en önemli araştırmacı olmuş bu şekerin pek çok kimyasal madde ile stabil sulu kompleksler oluşturduğunu ileri sürmüştür. 1942’de X-ışını kristalografisi çalışmaları yapılarak α ve β siklodekstrinin yapısı tespit edilmiştir, böylece halkalı yapının detayları anlaşılacak siklodekstrinlerin inklüzyon kompleksi oluşturabildikleri saptanmıştır. 1950 yılında siklodekstrinlerin molekül ağırlıkları,

Freudenberg ve Cramer tarafından hesaplanmıştır. (Akçakoca, 2006) 1953 yılında Freudenberg ve Cramer siklodekstrinlerin kimyasal yapısını açıklayarak CD'lerin α - (1-4)-bağlı D-glikopiranoz ünitelerinden oluştuğunu bildirmişler, CD ve komplekslerine ait ilk patenti almışlardır. 6,7,8 glikopiranoz ünitesi içeren, siklik yapıdaki konik şekle sahip oligomerler sırasıyla α (alfa) , β (beta) ve γ (gama) siklodekstrinler olarak adlandırılmıştır. 1957 yılında French ve arkadaşları tarafından başka siklodekstrinlerin varlığı tespit edilmiş ve bu siklodekstrinler glikopiranoz halka sayısına bağlı olarak δ - (delta) ve ϵ - (epsilon) olarak tanımlanmıştır. 1965 yılında ise ve 11 ve 12 glikopiranoz ünitesine sahip ζ - (zeta) ve η - (eta) siklodekstrinler Thoma and Stewar tarafından bulunmuştur (Helena, 2010).

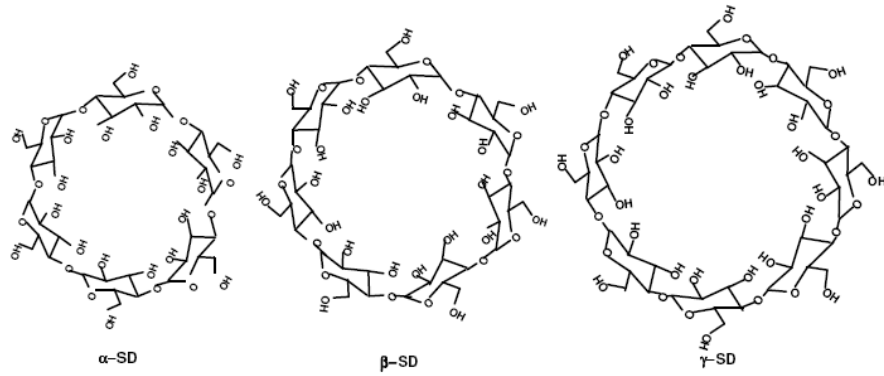
1970 yılına kadar üretim maliyeti yüksek olduğu için siklodekstrin üretimi sınırlı olmuştur. Sonraki yıllarda yaşanan biyoteknolojik gelişmeler sayesinde üretim maliyeti düşürülmüş, Japonya'da ve Macaristan'da endüstriyel siklodekstrin üretimi gerçekleştirilmiştir. 1986 yılının sonuna kadar, siklodekstrin ve uygulamaları ile ilgili 750 patent yayınlanmıştır. 1998'de β -siklodekstrin aroma taşıyıcısı ve koruyucusu olarak, birçok gıda ürününde % 2 oranında kullanılmak üzere GRAS listesine alınmıştır. β -CD üretimi, 1989 yılında 890 ton, 1995 yılında 5600 ton, 1998'de 6000 ton iken günümüzde 10.000 ton civarındadır. Ülkemiz de ise henüz endüstriyel üretimi yapılmamaktadır (Helena, 2010; Ceylan, 2009).

1.1.2.1.1 Siklodekstrinlerin Yapısal Özellikleri. Siklodekstrinler, nişastanın bakteriyel siklodekstrin glukano transferaz (SGTaz), enzimi katalizliğinde parçalanması sonucu oluşan birbirine α -1,4 bağları ile bağlanmış indirgen olmayan, siklik maltooligosakkaritlerdir. Gerçekleşen molekül içi reaksiyon sırasında su açığa çıkmaz (Taneri, 2004; Tonkova, 1998; Frömming, 1988; Szejtli, 1988).

Siklodekstrinler içerdikleri glikoz ünitesi sayısına bağlı olarak isimlendirilirler ve 6'dan az glikoz ünitesi içeren CD'lerin üretimi sterik nedenlerden dolayı mümkün değildir. Ticari olarak 6, 7 ve 8 glikoz ünitesine sahip siklodekstrinler üretilmektedir ve bunlar sırasıyla α , β ve γ siklodekstrin olarak isimlendirilir (Şekil 1.2; Şekil 1.3).

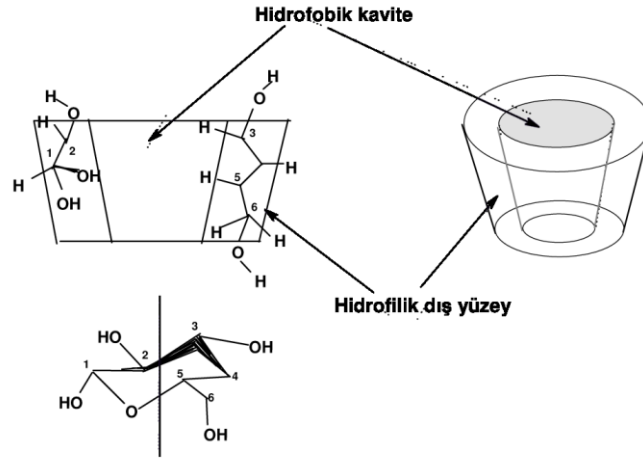


Şekil 1.2 Siklodekstrinin moleküler yapısı (Song, 2009)



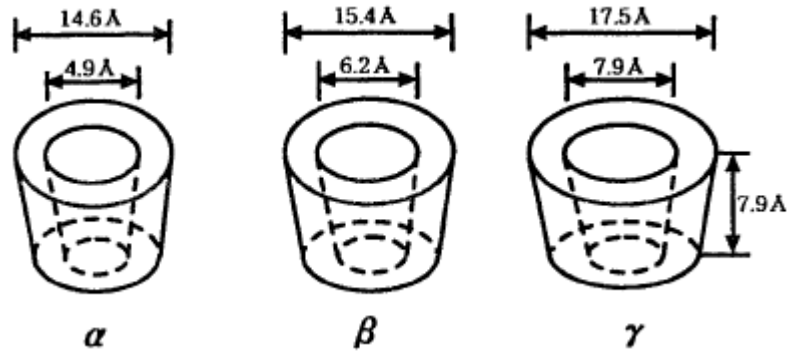
Şekil 1.3 α , β ve γ - siklodekstrinlerin kimyasal yapısı (Szejtli, 2004).

CD'lerin 3 boyutlu yapısı halka şeklindedir ve bu halkalı yapı, tepesi kesik koniğe benzemektedir. Siklodekstrinlerin yapısındaki glikoprinoz ünitelerinin 4C_1 sandalye formunda bulunmasından dolayı bütün hidroksil grupları molekülün dış yüzeyinde toplanmıştır. Sekonder hidroksil grupları (C2 ve C3) halkanın geniş kenarına, primer hidroksil (C6) grupları ise dar kenara yerleşmiştir. Bu durum, C6 karbon atomunun C2 ve C3 hidroksil gruplarına göre rotasyon yeteneğinin fazla olmasından kaynaklanmaktadır. Molekül yüzeyinde toplanan hidroksil grupları sayesinde dış yüzey hidrofilik, molekül boşluğu ise, C3 ve C5 hidrojen atomları ve glikozidik oksijen köprüleri nedeniyle hidrofobik yapıdadır.



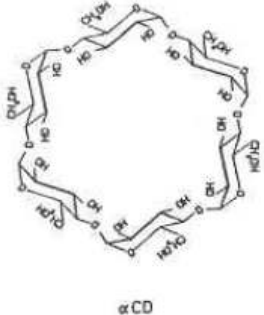
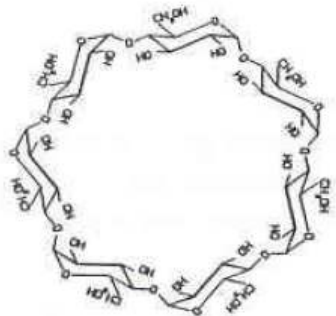
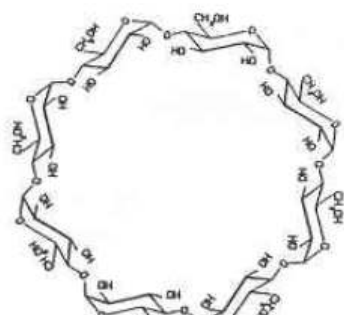
Şekil 1.4 Siklodekstrinlerin 3 boyutlu yapısı (Zhang, Rees, 1999).

Siklodekstrinin molekül içi polaritesi, etanolün polaritesine yakındır. Dekstrin heterojen, amorf ve higroskopik özellikteyken, siklodekstrinler homojen, ve kristal yapılıdır. (Akçakoca, 2006; Avcı, 2010; Erkan, 2008; Buschmann, 1998; Helena, 2010; Taneri, 2004; Szejtli, 1988; Frömming, 1988).



Şekil 1.5 Soldan Sağa α , β ve γ siklodekstrinler ve molekül boyutları (Erkan, 2008).

Tablo 1.4 Siklodekstrinlerin molekül yapıları ve adlandırmaları (Taneri, 2004)

Molekül Yapısı	İsimlendirme
 α CD	α-siklodekstrin, Schradinger's α-dekstrin, siklomaltohekzaaz, siklohekzaglukan, siklohekzaamiloz, α-CD, ACD ve C6A ($C_{36}H_{60}O_{30}$)
 β CD	β-siklodekstrin, Schradinger's β-dekstrin, siklomaltoheptaoz, sikloheptaglukan, sikloheptaamiloz, β-CD, BCD ve C7A ($C_{42}H_{70}O_{35}$)
 γ CD	γ-siklodekstrin, Schradinger's γ-dekstrin, siklomaltooktaoz, siklooktaglukan, siklooktaamiloz, γ-CD, GCD ve C8A ($C_{48}H_{80}O_{40}$)

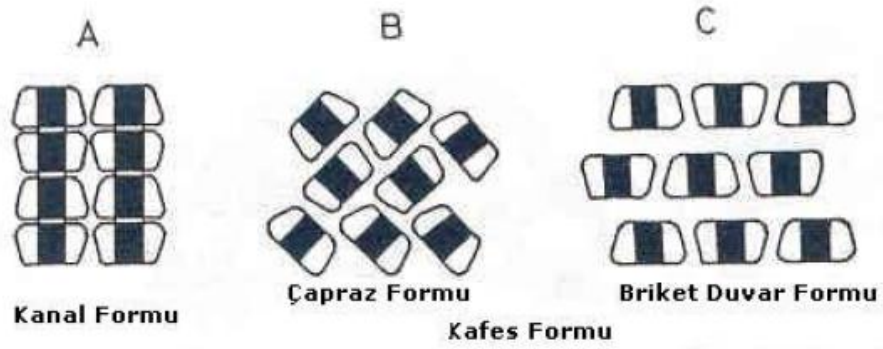
Tablo 1.5 α , β ve γ siklodekstrinlerin özellikleri (Taneri, 2004)

	α	β	γ
Glikoz birimi sayısı	6	7	8
Moleküler Ağırlık	972	1135	1297
Suda Çözünürlük (g/100 ml)	14,5	1,85	23,2
$[\alpha]_D^{25}$	150 $\pm$ 0,5	162,5 $\pm$ 0,5	177,4 $\pm$ 0,5
Boşluk Çapı Å	4,7-5,3	6,0-6,5	7,5-8,3
Torusun Yüksekliği Å	7,9 $\pm$ 0,1	7,9 $\pm$ 0,1	7,9 $\pm$ 0,1
Dış Çap Å	14,6 $\pm$ 0,4	15,4 $\pm$ 0,4	17,5 $\pm$ 0,4
Yaklaşık Boşluk Hacmi Å ³	174	262	427
Yaklaşık Boşluk Hacmi (ml)			
1 Mol Siklodekstrindeki	104	125,7	427
1 Gram Siklodekstrindeki	0,10	0,14	0,20
Kristalografik parametreler:			
$\dot{C}_1-O_4-C_4$ Açısı °	119	117,7	112,6
Φ°/Ψ°	166/-169	169/-172	165/-169
$O_4...O_4$ Mesafesi Å	4,23	4,39	4,48
$O_2...O_3$ Mesafesi Å	3	2,86	2,81
Kristal Suyu Miktarı (ağırlıkça %)	10,2	13,2-14,5	8,13-17,7
Difüzyon Sabiti (40 °C)	3,443	3,223	3,000
<i>A.Oryzae</i> α -amilazı Tarafından Hidrolizi	İhmal edilebilir	Düşük	Hızlı
V_{max} Değeri (dak ⁻¹)	5,8	166	2300
pK Değeri (25°C de)	12,332	12,202	12,081

Tablo 1.5'te görüldüğü üzere β -CD'nin suda çözünürlüğü, α -CD ve γ -CD'ye kıyasla çok düşüktür. (Taneri, 2004; Szejtli, 1988). CD molekülünde bir

glikopiranoz ünitesinin C2 hidroksil gruplarının bitişiğindeki C3 hidroksil grupları ile hidrojen bağları oluşturabildiği ve bu hidrojen bağları ile molekülde sekonder bir hidrojen kemerinin oluştuğu ve bunun da β -CD'ye oldukça sağlam bir yapı kazandırdığı belirtilmiştir. Bu hidrojen bağlarının β -CD'nin ortamda bulunan su molekülleri ile hidrojen bağı oluşturabilme yeteneğini azalttığı ve böylece çözünürlüğünü düşürdüğü bildirilmiştir. β -CD'nin suda çözünürlüğü düşük olduğu için üretim sırasında kolayca çöktürölüp ortamdan ayrılmaktadır. Bu nedenle β -CD, en ucuz, en çok bulunan ve kullanılan CD'dir. α -CD'de ise hidrojen kemeri tamamlanmamış durumdadır, çünkü moleküldeki bir glikopiranoz ünitesi bükülmüş durumdadır. Buna bağlı olarak 6 yerine ancak 4 hidrojen bağı oluşabilmektedir. γ -CD ise oldukça esnek bir yapıya sahip olduğundan çözünürlüğü en yüksek olan CD'dir (Avcı, Dönmez, 2010).

Kristal haldeki siklodekstrinler kanal ya da kafes formunda bulunurlar. Kanal formunda; kafa-kafa ya da kafa-kuyruk diye nitelendirilen bir dizilim söz konusudur. Kafa-kafa tipi dizilimde, bir siklodekstrinin sekonder hidroksil grupları başka bir siklodekstrinin sekonder hidroksil grupları üzerine gelecek şekilde yerleşirken, kafa-kuyruk tipi dizilimde bir siklodekstrinin primer hidroksil grupları diğer siklodekstrinin sekonder hidroksil grupları üstüne yerleşir. Üst üste dizilen siklodekstrinlerin hidrofobik iç yüzeyleri bir kanal meydana getirir ve çekirdek madde bu kanal içine yerleşir. Kafes formu dizilim ise çapraz veya briket duvar formunda olabilir. Bu dizilimlerde bir siklodekstrinin hem primer hidroksil grupları hem de sekonder hidroksil grupları diğer siklodekstrinler tarafından kapatılır. Kafes formu dizilimin en önemli özelliği su moleküllerinin hem siklodekstrin içerisindeki boşlukta hem de kristal yapının iç bölümlerinde bulunmasıdır. Kompleksleşme sırasında çekirdek malzeme ile su molekülleri yer değiştirir (Erkan, 2008; Frömming ve Szejtli, 1988; Taneri, 2004; Szejtli, 1988;).



Şekil 1.6 Siklodekstrinlerin Kristal Yapı Formları (Szejtli, 1988)



Şekil 1.7 Siklodekstrinlerin Kristal Kanal Formundaki Yapıları (Szejtli, 1988)

Siklodekstrinlerin çözelti halindeki konformasyonları, kristal formuyla hemen hemen aynıdır. NMR, IR çalışmaları DMSO ve D₂O da D-glukopiranoz birimlerinin C1 konformasyonunda bulunduğunu göstermektedir. Bu durum primer ve sekonder OH gruplarının kristal ve çözölmüş durumda benzer konformasyonda bulunduklarını işaret etmektedir. Bundan dolayı siklodekstrinler olağan dışı çözünürlüğe sahiptir. Fakat β -siklodekstrin, α -siklodekstrin ve γ -siklodekstrine göre sırasıyla 7 ve 14 kat daha düşük çözünürlüğe sahiptir. β -siklodekstrinin daha rijit yapıya sahip olması ve molekül içerisindeki hidrojen bağlarının molekülü stabilize etmesi sonucu, β -siklodekstrin daha düşük çözünürlüğe sahiptir. Siklodekstrinlerin sıcaklığa bağlı

çözünürlükleri ve değişik çözenlerdeki çözünürlükleri sırasıyla Tablo 1.6 ve 1.7’de verilmiştir (Erkan, 2008).

Tablo 1.6 Siklodekstrinlerin sıcaklığa bağlı çözünürlükleri (Erkan, 2008)

t °C	Suda Çözünürlükleri mg/g		
	A	β	γ
20	90	16,4	185
25	127	18,8	256
30	165	22,8	320
35	204	28,3	390
40	242	34,9	460
45	285	44	585
50	347	52,7	-
55	-	60,5	-
60	-	74,9	-
65	-	101,8	-
70	-	120,3	-
75	-	148	-

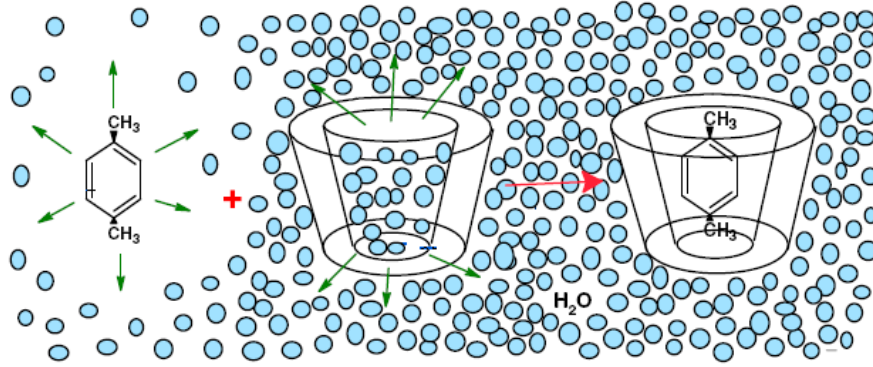
Tablo 1.7 Siklodekstrinlerin deęişik çözenlerdeki çözünürlükleri (Erkan, 2008)

Organik Çözgen	α	β	γ
Metanol %100	Çözünmez	Çözünmez	>0,1
Metanol/Su %50	0,3	0,3	208
Etanol %100	Çözünmez	Çözünmez	>0,1
Etanol/Su %50	>0,1	1,3	2,1
İsopropanol	Çözünmez	Çözünmez	>0,1
Aseton	Çözünmez	Çözünmez	>0,1
Kloroform	Çözünmez	Çözünmez	Çözünmez
Pridin	7	37	
Tetrahidrofuran	Çözünmez	Çözünmez	
Dimetilformamid	54	32	
Dimetilsülfoksit	2	35	
Etilen Glikol	9	21	
Propilen Glikol	1	2	
Gliserin	Çözünmez	4,3	

1.1.2.2 İnklüzyon Kompleksi

İnklüzyon kompleksleri, ev sahibi molekülün, misafir molekülü; hidrojen köprüleri, van der waals kuvvetleri ve hidrofobik etkileşim gibi kovalent olmayan fiziksel etkileşimlerle kavitesinde tutması ile oluşur (Szejtli, 1998)

CD'lerin sulu çözeltilerinde kavitedeki su molekülleri ile kavite arasında apolar polar etkileşim olduğundan ortamın entalpisi yüksektir. Ortama apolar bir bileşik (misafir) ilave edildiğinde su molekülleri kaviteden ayrılır, misafir moleküller kavite ile apolar-apolar etkileşim sağlayarak kavitenin zorlanması azalır ve daha stabil ve düşük enerjili bir yapı oluşur. Kompleks oluşumunun temel itici gücü entalpice zengin su moleküllerinin kaviteden ayrılmasıdır (Avcı, 2010)



Şekil 1.8 p-ksilen ve bir CD molekülünün inklüzyon kompleksi oluşumunun şematik gösterimi (Avcı, 2010).

Siklodekstrinlerin inklüzyon kompleksi oluşturmalarında 2 önemli faktör rol oynamaktadır. Bunlardan birincisi, kompleks oluşturacak kimyasal maddenin boyutu veya misafir moleküldeki fonksiyonel gruplardır. Siklodekstrinler sadece kavitasyon çapına uygun büyüklükteki moleküllerle inklüzyon kompleksi oluşturabilmektedir. İyi bir kompleks oluşumu için bağlanacak molekülün siklodekstrinin boşluğunu doldurması ve boşluğun çeperleri ile temas halinde olması gerekmektedir. İkinci önemli faktör ise; siklodekstrin, misafir molekül ve çözügen arasındaki termodinamiksel etkileşimdir. Kompleks oluşması için misafiri siklodekstrinin içine itecek bir kuvvet olmalıdır (Akçakoca, 2006).

Her üç CD'nin de kavite yükseklikleri aynı olduğu için, glikoz ünitesi sayısı sadece kavitenin çap ve hacmini belirlemektedir. Bu boyutlara göre α -CD'ler tipik olarak düşük moleküllü veya alifatik yan zincirli bileşiklerle, β -CD'ler aromatik ve heterosiklik bileşiklerle, γ -CD ise makrosiklik ve steroidler gibi daha büyük moleküllerle kompleks oluşturabilmektedirler (Avcı, 2010).

Kompleks oluşumu sırasında, dengeyi inklüzyon kompleksi oluşum yönüne kaydırarak, enerji açısından uygun 4 etkileşim bulunmaktadır. Bunlar aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- Apolar siklodekstrin boşluğundan polar su moleküllerinin çıkması
- Su moleküllerin çıkması nedeniyle hidrojen bağlarının sayısındaki artış
- Hidrofobik misafir molekülü ile sulu ortam arasındaki itici etkileşimlerin azaltılması
- Misafir molekülün siklodekstrinin apolar boşluğuna girmesi ile hidrofobik etkileşimlerin artması (Akçakoca, 2006).

1.1.2.2.1 Inklüzyon Kompleksi Oluşumunu Etkileyen Faktörler. Inklüzyon kompleksinin başarılı bir biçimde gerçekleşebilmesi için bazı parametrelerin göz önünde bulundurulması gerekmektedir.

1.1.2.2.1.1 Çözelti Dinamiği. Siklodestinlerin çözelti formları, kristal formlarına kıyasla daha verimli kompleksleşme meydana getirir. Isıtma ile hem misafir hem de ev sahibi molekülün çözünürlüğü yükseleceği için kompleks oluşturma ihtimali yükselmektedir (Akçakoca, 2006).

1.1.2.2.1.2 Sıcaklık Etkisi. Sıcaklığın artması çözünürlüğün artmasına ve böylece stabilitenin azalmasına neden olmaktadır. Bu nedenle çekirdek madde göz önünde bulundurularak sıcaklık artışının ayarlanması oldukça önemlidir (Akçakoca, 2006).

1.1.2.2.1.3 Çözücülerin Kullanımı. Çözücü kullanımı, kompleksleşmeyi hızlandırmaktadır. En çok kullanılan çözücü sudur. Bazı misafir moleküller su içinde çözünmemektedir. Böyle durumlarda etanol ve dietil eter kullanılabilir (Akçakoca, 2006).

1.1.2.2.1.4 Suyun Etkisi. Su miktarı arttıkça siklodekstrin ve misafir molekülün çözünürlüğü artmakta ve böylece kompleksleşme daha kolay oluşmaktadır. Fakat su miktarının çok fazla arttırılması durumunda, siklodekstrin ve misafir molekülün

çözeltileri daha konsantre çözeltilerdeki kadar birbirlerine temas edemeyecek ve kompleksleşme verimi düşecektir. (Akçakoca, 2006).

1.1.2.2.2 İnklüzyon Kompleksi Oluşturma Yöntemleri.

1.1.2.2.2.1 Yoğurma Yöntemi. Misafir molekül ile siklodekstrin karışımına su ve organik çözügen ilave edilmektedir. Elde edilen pasta kıvamındaki preparat organik çözügen uzaklaştırılınca kadar yoğrulmaktadır. Yoğurma işlemi el ile havanda yapılabileceği gibi, bu işlem özel yoğurma cihazlarında da gerçekleştirilebilmektedir.

1.1.2.2.2.2 Püskürterek ve Dondurarak Kurutma Yöntemi. Siklodekstrin ve misafir molekül organik çözügen/su karışımında çözülmekte ve ısıtılmış bir kabine bir memecik vasıtasıyla püskürtülmektedir. Çözügenlerin ortamdan hızlı bir şekilde uzaklaştırılmasıyla inklüzyon kompleksi oluşturulmaktadır. Cihazın iç ve dış sıcaklıkları, pompalama hızı ve memecik büyüklüğü önemli parametrelerdendir. Dondurarak kurutma yönteminde ise çözelti dondurularak (-40 °C) vakum altında kurutulur (Erkan, 2008).

1.1.2.2.2.3 Çözelti İçerisinde Siklodekstrin Komplekslerinin Hazırlanması. Siklodekstrinin sıcak sulu çözeltisi üzerine etken madde ilave edilerek, karışım içerik bileşiği çökene kadar karıştırılmakta, çökmenin olmadığı durumlarda içerik bileşiği parçalanmıyorsa, ortam soğutularak çökme sağlanmaktadır. Bu yöntem suda çözünen misafir maddeler için uygundur (Erkan, 2008).

1.1.2.2.2.4 Birlikte Çöktürme Yöntemi. Laboratuarlarda en yaygın kullanılan yöntemdir. Organik madde içinde çözülmüş konuk maddenin sıcak çözeltisi, su içinde çözülmüş siklodekstrin çözeltisine yavaş yavaş ilave edilir ve bu işlem sırasında siklodekstrin çözeltisi sürekli karıştırılır. Siklodekstrin ile konuk molekül arasında kompleksleşme gerçekleşir ve oluşan kompleks çöker. Çökelti, kaptan kaba aktarma, santrifüjleme ve filtrasyon ile ayrılabilir. Çökelti az miktarda su ile veya etil alkol, metanol, asetat gibi diğer suyla karışabilen solventler ile yıkanabilir (Erkan, 2008).

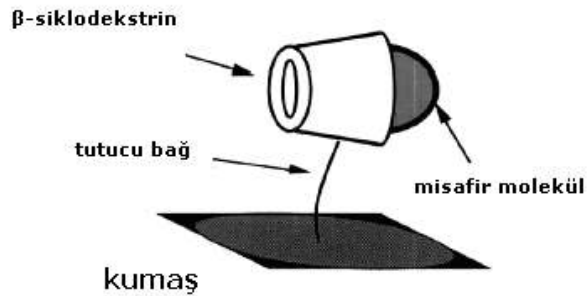
1.1.2.2.5 Katı Fazda Kompleks Oluşturma. Siklodekstrin ve misafir maddenin havanda öğütülmesiyle oluşturulmaktadır (Erkan, 2008).

1.1.2.2.6 Nötralizasyon Yöntemi. Bazik misafir moleküller asidik bir çözeltide, asidik misafir moleküller ise bazik bir çözeltide çözündürülür. Tümü çözündükten sonra, siklodekstrin sürekli karıştırılarak çözeltiye ilave edilir. Berrak bir çözelti oluşturuncaya kadar karıştırılır. Elde edilen berrak çözeltinin pH'ı değiştirilerek misafir molekülün suda çözünürlüğü azaltılır. Böylece kompleksleşme gerçekleştirilir. Elde edilen katı kompleks santrifuj ve filtrasyon ile çözücünden ayrılır (Erkan, 2008).

1.1.2.3 β -siklodekstrinlerin Tekstil Yüzeyine Uygulanması

Siklodekstrinler selüloz makro moleküllerine ve protein liflerine hidroksil grupları yoluyla bağlanmaktadır. Sentetik liflerin yüzeyinde siklodekstrinlerin bağlanmasını sağlayacak gruplar bulunmamaktadır. Siklodekstrinleri lif yüzeyine bağlamak için ya reaksiyona girebilecek gruplar oluşturulmalı ya da çapraz bağlayıcı kullanılmalıdır.

Lif ile siklodekstrin arasındaki bağın yıkama gibi kullanım sırasında oluşabilecek zorlayıcı etmenlere karşı dayanıklı olması gerekmektedir (Şekil 1.9).

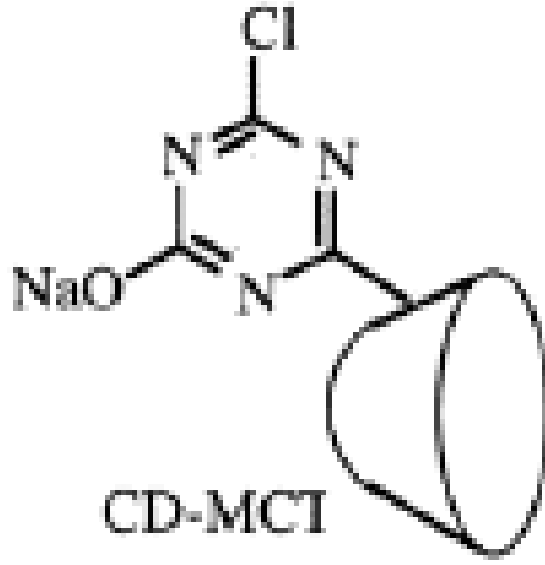


Şekil 1.9 β -siklodekstrinin kumaş yüzeyine bağlanması (Erkan, 2008).

Siklodekstrinler, lif üzerine üç yöntemle bağlanabilmektedir. Bu üç yöntem: tekstil yüzeyini modifiye ederek, siklodekstrini modifiye ederek ve çapraz bağlayıcı veya köprü grubu kullanarak bağlayabilmektir (Erkan, 2008).

1.1.2.3.1 Tekstil Yüzeyini Modifiye Ederek. Tekstil yüzeyi çeşitli yöntemlerle aşıl原因arak epoksi grupları oluşturulur. Bu epoksi grupları siklodekstrin bünyesindeki OH grupları ile reaksiyona girebilmektedir.

1.1.2.3.2 Siklodekstrini Modifiye Ederek. Siklodekstrinin hidroksil grupları ve selülozun hidroksil gruplarıyla reaksiyona girebilen reaktif gruplar bağlayarak gerçekleştirilir. Ticari olarak da piyasada bulunabilen monoklortriazin- β -siklodekstrin (4-klorür-6-hidroksi-S-triazin-2-yl- β -siklodekstrin - MCT- β -CD) bu gruba örnek verilebilir (Şekil 1.10). Monoklortriazin β -siklodekstrin, yapısında bulunan elektron seven gruba bağlı halojenlerin, selüloz makromoleküllerindeki Sel-O⁻ gruplar ile nükleofilik adisyon-eliminasyon (heteroaromatik) substitusyon mekanizmasına göre yer değiştirmesi sonucunda selüloza bağlanmaktadır. Monoklortriazin β -siklodekstrin, β -siklodekstrininin NaOH varlığında 0-5°C de sulu ortamda siyanürik klorür ile kondenzasyonu sonucunda elde edilir. Monoklortriazin β -siklodekstrin, tekstil materyallerine asidik veya bazik ortamda aktarılabilir. Asidik monoklortriazin β -siklodekstrin flotteleri için pH 4-5, bazik flotteler içinse pH 10-11 arasındır. Tekstil materyali içerisinde MCT- β -CD çözeltisi bulunan fulardda emdirilir, ardından sıkma yapılarak buharlayıcıya aktarılır. Buharlayıcıda 150°C de 5 dakika fikse edilir (Erkan, 2008).



Şekil 1.10 Monoklortriazin-β-siklodekstrin (Erkan, 2008).

1.1.2.3.3 Siklodekstrini Bir Çapraz Bağlayıcı ya da Köprü Grubu Kullanarak Tekstil Yüzeyine Bağlamak. Siklodekstrinleri dış yüzeyinde ve selülozda bulunan OH grupları bir çapraz bağlayıcı (Melamin üre, polikarboksilik asitler v.b.) ile tekstil yüzeyine bağlanabilmektedir. (Erkan, 2008).

1.1.3 Yapay Kapsülleme Konusundaki Önceki Çalışmalar

Wang ve Chen (2005), kokulu tekstil yüzeyi oluşturmada, doğrudan aplikasyon ve moleküler boyutta kapsülle aplikasyon arasındaki koku dayanımı sürelerini karşılaştırmışlardır. Pamuklu kumaşa lavanta yağı, sandal ağacı yağı, yasemin yağı, biberiye yağı ve limon yağını, β-siklodekstrin ile kapsülleyerek applike etmişlerdir. Kapsülasyon yöntemi ve doğrudan aplikasyonla elde edilen pamuklu kumaşları birer masa üzerine sererek 5 günlük periyotlarda 30 gün boyunca koku salım miktarlarını kontrol etmişlerdir. İncelemeleri sonunda; limon ve lavanta yağı içerikli kapsüllerin koku tahliyesinin 30 gün sonunda çok azaldığını, biberiye, sandal ağacı ve yasemin yağı kapsüllerinin ise 30. gün sonunda hala koku salmaya devam ettiğini belirlemişlerdir. Doğrudan kumaşa applike edilen yağların ise 2. günde yok olduğu belirtmişlerdir.

Rodrigues ve ark. (2009) ara yüz polimerizasyon yöntemiyle parfümlü poliüretan/üre mikrokapsülleri üreterek erkek takım elbiselerine aplike etmişlerdir. Takım elbiselerin kullanıma bağlı koku dayanımını incelemişler ve beş kuru temizleme yıkamasının ardından koku yaymaya devam ettiğini gözlemlemişlerdir.

Hong ve Park (2000), aromatik yağ içerikli poli(l-laktik) mikrokapsülleri oluşturmuşlar lif yüzeyine akrilik binder aracılığı ile bağlamışlardır. Mikrokapsüllerin yıkama dayanımını artırmada kapsülasyon parametrelerinin etkisini incelemişler ve Poli(L-laktide) mikrokapsüllerinin koruyucu kolloid konsantrasyonu, çözelti miktarı ve karışma zamanı artırılarak, dar alanda küresel ve daha geçirgen membranlı mikrokapsüller elde edilebileceğini belirtmişlerdir.

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

Lee ve ark. (2002), mikrokapsül morfolojisinde pH ve mol oranlarının etkisini incelemek amacıyla floral yağını melamin-formaldehit kabuk malzemesi ile kapsüllemişlerdir. Farklı pH ve mol oranlarında yaptıkları incelemeler sonucunda, mikrokapsül morfolojisinde değişiklik olduğunu belirtmişlerdir.

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

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

Park ve ark. (2004), SiO₂ ve hoş kokulu yağ kullanarak biyobozunur poly(ϵ -kaprolakton) (PCL)/poly(etilen glikol) (PEG) mikrokapsülleri hazırlamışlardır. SiO₂'li yüzeylerin kimyasal etkinliğini, pH, asit-baz değerleri ve N₂/77K gaz adsorbsiyon cinsinden incelemişler ve mikrokapsüllerin ortalama çapı, serbest yüzey enerjisi ve hoş kokulu yağ salım oranının, PEG oranı ile doğru orantılı olduğunu belirtmişlerdir.

Adamiec ve Kalemb (2006), aromatik nane ve elemi yağlarını maltodekstrin kabuk materyali ile kapsüllemişlerdir. Kapsülasyon işlemini püskürterek kurutma yöntemi ile gerçekleştirmişlerdir. Uygun malzeme oranlarını; maltodekstrin-su 30:70, maltodekstrin- uçucu yağ: %10, %20, %30 olarak belirlemişlerdir. Ürün kalitesini oluşturulan kapsüllerin şekline ve boyutuna, nem içeriğine bağlı olarak değerlendirmişlerdir.

Voncina ve ark (2009), mikrokapsülasyon işleminde karıştırıcı dönüş hızının kapsül çapı üzerine etkisini incelemek amacıyla biberiye yağını etil selüloz duvar malzemesi ile kapsüllemişlerdir. Hazırladıkları mikrokapsülleri Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ile incelemiş ve 10–90 μ m çaplı düzgün küresel şekilli mikrokapsüller elde edildiği sonucuna varmışlardır. Mikrokapsüllerin içindeki

biberiye yağı miktarını Konfokal Lazer Tarama Mikroskopisi (CLSM) ve ultra ses metoduyla incelemişlerdir. Etil selüloz mikrokapsüllerini kumaşa formaldehitsiz çapraz bağlayıcı olan bütan tetra karboksilik asit (BTCA) kullanarak applike etmişlerdir. Kumaşa emdirilen kapsüllerin biberiye yağı içeriğini tespit etmek için dolu ve boş kapsül applike ettikleri kumaşı floresan bir boyar madde içine yatırmışlar ve işlem sonunda biberiye yağı içerikli kapsüllerin renk değiştirmedığını, boş kapsüllerin ise sarı renge boyandığını gözlemlemişlerdir.

Hsieh ve ark (2006), uzun salım dayanımına sahip mikrokapsüller oluşturmada termal ön terbiyenin etkisini araştırmışlardır. Aromatik sitronella yağını, kitosan duvar materyali ile kapsüllemişlerdir. Hazırladıkları mikrokapsülleri sarı bir boya ile boyayarak optik mikroskop ile incelemişlerdir. Yapılan tüm değerlendirmeler sonunda; küçük boyutlu ve kalın duvarlı mikrokapsüllerin daha uzun salım dayanımına sahip olduğu sonucuna varmışlardır. Termal ön terbiye ise, 80°C 'den düşük sıcaklıklarda birbirine yakın davranışlara neden olurken bu sıcaklıkta gözeneklerin kapanmasından dolayı mikrokapsüllerin salım yapamadığı sonucuna varmışlardır.

Badulescu ve ark. (2007), biberiye yağını, etil selüloz kabuk maddesi ile koaservasyon yöntemi esasına göre kapsüllemişlerdir. Elde ettikleri mikrokapsülleri siyanamit ve *N,N* disikloheksilkarbodiimid katalizatörleri varlığında 1,2,3,4-bütan tetra karboksilli asit ile pamuk lifine aktarmışlardır. Katalizatörlerin çeşitli süre ve sıcaklıklardaki etkilerini incelemişlerdir. 1,2,3,4-bütan tetra karboksilli asit ile işlem sırasında etil selülozun selüloza bağlanmasını, selülozda bulunan hidroksil gruplarının birbiriyle çapraz bağlanmasını ve etil selülozda bulunan hidroksi gruplarının birbiriyle çapraz bağlanmasını eş zamanlı gerçekleştirdiğini ifade etmişlerdir.

Monllor ve ark. (2007), 5-10 µm boyutunda, aromatik nane yağı içerikli melamin/formalin mikrokapsülleri ve %100 pamuklu kumaşa emdirme ve çektirme yöntemlerine göre aktarmışlardır. İncelemeleri sonunda emdirme yönteminin, çektirme yönteminden daha verimli olduğu sonucuna varmışlardır. Kumaşın yıkama

sonrası koku salım davranışlarını incelemişler ve 10. yıkama sonunda kokunun %80 oranında kaybolduğunu belirtmişlerdir.

1.2 Aromaterapi

İnsanoğlu, aromatik yağların faydalarını 5000 yıl önce keşfetmiştir. Mezopotamya’da arkeologlar, 5000 yıllık distilasyon cihazı bulmuşlardır. Aromatik yağlar binlerce yıllık geçmişi ile insanlığa şifa dağıtan iyileştirici özelliği olan yağlardır. Bu yağlar çiçeklerden, köklerden, ağaç ve meyve kabuklarından, yapraklardan damlacıklar halinde elde edilip, bitkilere hayat ve koku veren tüm özellikleri taşırlar.

Saf koku bileşikleri ve esansiyel yağlar uzun yıllar halk hekimleri tarafından geleneksel tedavi yöntemi olarak kullanılmıştır. Bu tedavi yöntemi, holistik farmasötik etkileri ve tıp tedavisindeki doğal ilaç trendi nedeniyle günümüzde yeniden tartışılmaktadır. Bilimsel gelişmeler, günümüzde bitkilerin önemli tedavi potansiyeli bulunduğunu ortaya koymakta ve bu tür tedavi yöntemlerinden de “tamamlayıcı tedavi” olarak söz edilmektedir.

Aromaterapi terimi ilk defa, Fransız biyokimyacı R.M. Gattefosse tarafından 1920’lerin sonunda kullanılmıştır. Gattefosse, esansiyel yağların mükemmel antiseptik özelliklerini ve cilt tarafından kolaylıkla emildiklerini ortaya koymuştur. Ünlü, modern bir aromaterapist olan Dr. G. Bauchbauer aromaterapiyi şu şekilde tanımlamaktadır: “Enfeksiyon ve rahatsızlıkları, inhalasyon yolu ile azaltan ya da tamamen ortadan kaldıran bir tedavi yöntemidir” (Wang, 2005).

En genel tanımı ile aromaterapi; terapötik etkileri nedeniyle bitkisel kaynaklardan (yapraklar, çiçekler, ağaç kabukları, meyveler, kökler) çeşitli yöntemlerle elde edilen yağların kullanıldığı doğal bir tedavi yöntemidir (Buckle, 2003).

Esans yağları elde etmek için değişik metotlar kullanılmaktadır. Bu metotlardan en sık kullanılanı ilk olarak İbn-i Sina tarafından uygulanan buhar damıtma

yöntemidir. Ayrıca soğuk pres, CO₂ yüksek basınç ve eriyik öz çıkartma yöntemleri ile de esans yağları elde edilebilmektedir. Esans yağlarının buharlaşabilme özelliğinden dolayı, aromaterapi uygulamaları genellikle solunum yoluyla yapılmaktadır. Solunum yoluyla uygulamanın yanı sıra ağız yoluyla ve deri yolu ile de kullanılabilir. Dışardan alınan esans yağlarının vücuttan atılımı solunum, ter ve idrar yoluyla olmaktadır.

Saf esans yağlarının canlı organizmalar üzerinde çeşitli etkileri bulunmaktadır. Emosyon ve duygu-durum kontrolü, anksiyolitik, antidepresan, uyarılmışlık, hafızanın artırılması, demansiyel hastalıklarda kognitif bozukluğun düzeltilmesi gibi birçok etkilere sahiptir. Bu etkiler, başlıca koku yolu olan tractus olfactorius üzerinden limbik sistem ve hipotalamusa kadar uzanan bağlantılar vasıtasıyla gerçekleşmektedir (Köse, Sarsılmaz, Ögetürk, Kuş, Kavaklı, Zararsız, 2007)

1982 yılında keşfedilen aromakoloji terimi ise psikoloji ve koku teknolojisi arasındaki ilişkiyi, beyindeki koku yollarının uyarılması ile ortaya çıkan rahatlama, canlılık, duygusallık, mutluluk ve esenlik gibi çeşitli spesifik his ve duyguları inceleyerek açıklamaya çalışan bilim dalıdır. Aromakoloji ve aromaterapi arasında kesin bir fark bulunmamakla birlikte, araştırma ve çalışma metodları birbirinden farklıdır. 1980'lerden sonra aromaterapi dört ana konu üzerine yayılmıştır.

1. Medikal aromaterapi Fransa' da çalışılmıştır.
2. Popüler ve kişiye özel aromaterapi batı dünyasındaki tüm yayınlarda ve uygulamalarda bulunabilir.
3. Masaj ile uygulanan aromaterapi ağırlıklı olarak İngiltere' de görülür.
4. Kokuların insanlar üzerindeki etkilerinin incelendiği bilimsel çalışmalar, Koku Araştırma Fonu tarafından desteklenir (Wang, 2005).

Lavanta aromaterapide en çok kullanılan faydalı yağdır. Diğer faydalı yağların farmasötik ve duygusal etkileri Tablo 1.8 ve Tablo 1.9' da verilmiştir.

Tablo 1.8 Faydalı yağların farmasötik etkileri

Etki	Faydalı Yağ
Yatıştırma	Soğan, Limon, Nane
Birleştirme	Çam, Lavanta, Soğan, Kekik, Karanfil
Diüretik	Çam, Lavanta, Soğan, Kekik, Limon
Adet düzenleyici	Çam, Lavanta, Nane, Limo, Tarçın, Fesleğen
Unutkanlık Azaltıcı	Soğan, Turunç, Kekik
Heyecan Yatıştırıcı	Limon, Zencefil, Padişah Otu
Uyku Getirici	Lavanta, Fesleğen, Mercanköşk
Tansiyon Düşürücü	Lavanta, Padişah Otu, Limon
Mide Rahatlatıcı	Çam, Zencefil, Karanfil, Nane, Soğan, Turunç, Kekik, Padişah Otu, Fesleğen
Ter Attırıcı	Çam, Lavanta, Kekik
Yel Alıcı	Zencefil, Karanfil, Soğan, Turunç, Padişah Otu, Limon
Kilo Azaltıcı	Soğan, Limon
Ağrı Kesici	Vanilya, Lavanta, Nane, Soğan, Turunç, Limon
Toksik Giderici	Lavanta
Diyabet İyileştirici	Vanilya, Soğan, Limon
Nezle İyileştirici	Çam, Lavanta, Nane, Soğan, Kekik
İshal Giderici	Vanilya, Zencefil, Karanfil, Lavanta, Nane, Soğan, Mercanköşk, Kekik, Limon
Romatizma İyileştirici	Lavanta, Soğan Turunç, Kekik
Seks Arzusu Artıran	Çam, Zencefil, Karanfil, Nane, Soğan, Kekik, Padişah Otu, Fesleğen
İştah Açıcı	Karanfil, Lavanta, Nane, Soğan, Turunç, Padişah Otu, Limon

Tablo 1.9 Faydalı yağların duyguları yatıştırıcı etkileri

Gerginlik	Kafur, Selvi, Vanilya, Yasemin, Oğulotu, Lavanta, Sandal Ağacı
Melankoli	Fesleğen, Limon, Vanilya, Yasemin, Lavanta, Nane, Gül
Histeri	Oğulotu, Lavanta, Jasmine
Güvensizlik	Lavanta
Çılgınlık	Oğulotu, Yasemin, Çam
Sinirlilik	Kafur, Selvi, Lavanta
Yalnızlık	Yasemin, Çam, Silhat
Bezgincilik	Nane, Fesleğen, Selvi, Silhat
Alerji	Yasemin, Oğulotu
Kızgınlık	Oğulotu, Gül
Titreme	Oğulotu, Kafur
Matem	Gül
Anksiyete	Limon, Gül, Karanfil, Yasemin, Kakule

1.2.1 Aromaterapi Uygulama Yöntemleri

Esansiyel yağlar vücut tarafından 3 yolla absorbe edilmektedir.

- a) Kapsül biçiminde oral yol ile
- b) İnhalasyon yolu ile
- c) Masaj, kompres veya banyo yolu ile

a) Oral Yolla: Aromatik ilaç olarak adlandırılan ve jelatin kapsül içinde uygulanan esansiyel yağlar, gastrointestinal problemlerin çözümü, dental bakımın sağlanması, çeşitli ağız enfeksiyonlarının tedavisi amacıyla kullanılmaktadır.

b) İnhalasyon yolu ile: Esansiyel yağlarda bulunan çeşitli maddeler, psikolojik, fiziksel ve hücresel düzeylerde etki gösterirler. İnhalasyon yoluyla aromaterapi masajı uygulaması, alt ve üst solunum yolu enfeksiyonları, astım, yüksek ateş, baş ağrısı, depresyon, yorgunluk, uykusuzluk gibi durumların tedavi edilmesi ve ayrıca çapraz enfeksiyonun yayılmasının önlenmesi amacıyla kullanılmaktadır

c) Deri Yolu ile: Basınç bölgelerine ve enfekte alanlara kompres uygulanması, çeşitli türlerde aromatik banyolar (ayak, el, oturma banyosu) ve masaj bu uygulamalar arasında yer almaktadır (Çetinkaya, 2007).

1.2.2 Aromaterapi Konusundaki Önceki Çalışmalar

Köse ve ark (2007), aromatik gül yağının öğrenme davranışı üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla 14 adet Wistar cinsi erkek sıçana labirent testi uygulamışlardır. Deneme periyodundan sonra, 8 gün boyunca Wistar cinsi sıçanların hedef bölmeye konan yiyeceği bulmak için harcadıkları süreleri kaydetmişlerdir. Daha sonra sıçanları deney ve kontrol grubu olarak rastgele ikiye ayırmış, kontrol grubunu normal hava ortamında bırakırken, deney grubuna inhalasyon yolu ile aromatik gül yağı uygulamışlardır. Labirent testini 8 gün boyunca her iki gruba tekrar tekrar

yaparak, sıçanların hedefi bulma sürelerini kaydetmişlerdir. Sonuç olarak aromatik gül yağının öğrenme davranışı üzerinde etkili olduğunu ortaya koymuşlardır.

Heuberger ve ark (2001), hoş kokulu limon ve karvon yağının insan otonomik sinir sistemi üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. 20 sağlıklı gönüllüye; hoş kokulu yağ içindeki etken maddeleri 4 oturumda ayrı ayrı uygulamışlardır. Deneye başlamadan önce otonomik sinir sistemi (ANS) parametrelerini (deri sıcaklığı, deri iletkenliği, solunum sıklığı, nabız, kan oksijen doygunluğu, sistolik ve diyastolik kan özellikleri) kayıt etmişlerdir. Sonuç olarak; hoş kokulu yağların inhalasyon yoluyla uygulanmasının zihinsel ve duygusal koşullara ek olarak otonomik sinir sistemi parametrelerini etkilediğini belirtmişlerdir.

Edge (2003), endişe ve depresyonda aromaterapi masajının pozitif etkilerini incelemek amacıyla; şizofreni (1), depresyon (1) ve endişe-depresyon (6) teşhisi konmuş 8 gönüllü katılımcı üzerinde haftada bir gün aromaterapi masajı uygulamıştır. Deneklerin endişe ve depresyon düzeylerini her masajdan önce ve sonra ve son masajdan 6 hafta sonra görsel bir benzerini kullanmak amacıyla endişe ve depresyon hastanesinde (HAD), Görsel Değerlendirme Ölçeği ile ölçerek kaydetmiştir. 8 ay devam eden çalışmada aromaterapinin endişenin ve depresyonun tedavisinde etkili bir yöntem olabileceğini savunmuştur.

Bastard ve Tiran (2006), gebelikte yaşanan aşırı endişe ve huzursuzluğun giderilmesinde psikoterapi ve antidepresan ilaç tedavisine alternatif olarak aromaterapi masajının etkisini incelemişlerdir. Masaj endopsin salımını uyararak kan basıncını azaltmış ve böylece parasempatik sinir sistemini olumlu yönde etkilemiştir. Masaj sırasında kullanılan aromatik yağların bebeğe ulaşmasının mümkün olduğu ancak bunun hiçbir zararlı etkisi olmadığını kaydetmişlerdir.

Imura ve ark (2006), postpartum (doğum sonrası) annelerde normal postpartum tedavisi ve aromaterapi masajının etkilerini kıyaslamışlardır. Deneye gönüllü 36 postpartum anne katılmış ve gönüllüler 16'sı deney grubu ve 20'si kontrol grubu olacak şekilde ayrılmıştır. Deney grubundaki annelere doğumun 2. gününden

itibaren her gün 30 dakika aromaterapi masajı, kontrol grubuna ise standart postpartum bakım uygulamışlardır. Deneye başlanmadan önce ve deney sonunda postpartum annelere; durumluluk-kaygı endişesi envanteri (STAI), duygu durum profili skalası (POMS), annelik hüznü skalası (MBS) ve bebeğe davranış skalası standart ölçekleri uygulamışlardır. Aromaterapi masajının fiziksel ve ruhsal durumu olumlu etkilediği, annenin fiziksel değişikliklerini daha kolay kabullendiği ve anne-bebek arasındaki etkileşimi kolaylaştırdığını göstermişlerdir.

Kutlu ve ark (2008), öğrencilerin sınav endişesinin giderilmesinde aromatik kokuların etkilerini araştırmışlardır. 96 öğrenci üzerinde uyguladıkları deneyde öğrencileri rastgele 50'si deney grubu ve 46'sı kontrol grubu olacak şekilde ayırmışlardır. Deney grubundaki 50 öğrenciye inhalasyon yoluyla lavanta yağı kokusu uygularken, kontrol grubundaki öğrencileri kokusuz sınıf ortamında tutmuşlardır. Çalışmada öğrencilerin sınav endişelerini Kruskal–Wallis analizi ve Mann–Whitney U testi ile ölçmüşlerdir. Bu çalışmayla aromaterapinin pozitif psikolojik etkileri olduğunu kanıtlamışlar, inhalasyon yoluyla uygulanan aromaterapinin sınav endişesi üzerinde olumlu etkiler yarattığını göstermişlerdir.

Norrish ve Dwyer (2004), gündüz uykululuk durumunun giderilmesinde aromatik nane yağının canlandırıcı etkisini incelemişlerdir. Coventry Üniversitesinden 20 öğrenci üzerinde yaptıkları deneyde öğrencileri rasgele deney ve kontrol grubu olarak ikiye ayırmış ve her katılımcıyı günde 11 dakika karanlık bir odada bekletmişlerdir. Deney grubundaki öğrencilere karanlık odada inhalasyon yoluyla aromatik nane yağı uygularken, kontrol grubunu kokusuz bir odada tutmuşlardır. Katılımcılara deneye başlamadan önce ve deney sonunda “Standfort Uykuluk Skalası” (SSS) uygulamışlardır. Karanlık odada bekleme süresi içinde göz bebeği hareketlerini PM-SCAN ile izleyerek “Gözbebeği rahatsızlık indeksi” (PUI) grafiği elde etmişlerdir. Deney ve kontrol grubunun ölçüm sonuçlarını değerlendirerek inhalasyon yolu ile uygulanan nane yağının gündüz uykululuğunu giderici, canlandırıcı etkiye sahip olduğu sonucuna varmışlardır.

Hur ve ark (2007), kadınlarda menopoz döneminde kan basıncını ve lipid profilini düşürmede aromaterapi masajının etkilerini incelemişlerdir. 45- 54 yaş arası gönüllü 58 kadını 8 haftalık bir deneye tabii tutmuşlardır. Deney grubundaki 30 kadına 8 hafta boyunca haftada bir kez 30 dakika aromaterapi masajı uygulamışlar, kontrol grubunun ise günlük hayatına devam etmesini sağlamışlardır. Aromaterapi masajında; gül kokulu sardunya, lavanta, gül ve yasemin yağı kullanmışlardır. Deneye başlamadan önce ve başladıktan sonra kontrol ve deney grubundaki kadınların kan basıncını ve lipid profillerini, Sigmastat soft ware analizi ve Mann-Whitney U-testi kullanarak ölçmüşlerdir. Kontrol ve deney grubunun ölçüm sonuçlarını değerlendirmiş ve aromaterapi masajının menopoz döneminde sistolik kan basıncını düşürdüğünü ancak lipid mekanizmasını etkilemediğini belirtmişlerdir.

Kyle (2006), ağır hastalıklara bağlı olarak gelişen negatif psikolojiyi gidermede farklı aromaterapi metotlarının etkilerini kıyaslamıştır. 2 yıl süreyle 4 farklı şehirden toplam 750 hastaya 3 farklı aromaterapi masajı uygulamıştır. Katılımcıları rasgele A, B ve C grubu olarak ayırmıştır. A grubuna yatıştırıcı etkisi olduğu bilinen esansiyel sandal ağacı yağı ile aromaterapi masajı, B grubuna hiç kokusu olmayan ve nemlendirici etkiye sahip taşıyıcı tatlı badem yağı ile aromaterapi masajı, C grubuna da aroma taş masajı uygulamıştır. Deneklerin hepsine masajlar sırasında müzik dinletmiştir. Deneye başlamadan önce ve deneyden sonra hastalara durumluluk-kaygı envanteri (STAI) uygulamıştır. Deney sonunda hoş kokulu sandal ağacıyla aromaterapi masajı uygulanan hastaların durumluluk-kaygı envanteri değerlerinin azaldığını belirtmiştir. B ve C grubu hastaların durumluluk-kaygı envanteri değerlerinde ise belirgin bir değişiklik gözlememiştir.

Lis-Balchin ve Hart (1997), aromaterapik yağların farmakolojik etkilerini incelemişlerdir. Denek olarak sıçan ve Gine domuzu, aromatik yağ olarak; adaçayı, rezene, dereotu, hindistan cevizi, lavanta, kafur, kekik, melekotu kökü yağlarını kullanmışlardır. Aromatik yağları 2.10^{-5} ve 2.10^{-4} şeklindeki konsantrasyonlarda banyo suyuna ekleyerek iskelet-kas sistemi üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Bu çalışmalarıyla aromatik yağların (kullanılan aromatik yağa bağlı olarak) iskelet-kas sistemi üzerinde etkili olduğunu sonucuna varmışlardır.

Çetinkaya (2007), kolik tedavisinde aromaterapi masajının etkisini incelemiştir. Araştırmasının örnekleri 20 deney, 20 kontrol grubu olmak üzere 40 kolikli bebek ve anneleri oluşturmuştur. Bebeklere koliğin başlamasından itibaren 20 ml badem yağına 1 damla lavanta yağı damlatılarak hazırlanan solüsyonun 1 mililitresi ile 5-15 dakika el ile karın masajı uygulanmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda bebeklerde koliğin giderilmesinde aromaterapi masajının uygun bir tedavi olduğu sonucuna varmıştır.

1.3 Elektronik Burun

Koku alma, ortamdaki moleküllerin yapılarından kaynaklanan kimyasal bir duyu algısıdır. Kokunun algılanması, koku kaynağı olan maddenin koku molekülleri ile koku almaçlarının (reseptör) uyumlu olmasına bağlıdır. Bu uyum anahtar-kilit uyumuna benzer ve koku molekülü ancak kendisine uyumlu almaç tarafından tutulursa algılama gerçekleşir. İnsan burnu, değişik hassasiyet sınırlarında 10.000 çeşit kokuyu ayırt edebilmektedir. Bu 10.000 çeşit koku birkaç ana kokunun kombinasyonu şeklindedir. Burunda her biri bir protein reseptörüne karşılık gelen 10.000 adet koku geni bulunmaktadır. İnsan burnu, birçok endüstri alanında yiyeceklerin ve kozmetiklerin kalite ölçümünde kullanılmaktadır. Günümüzde analiz cihazı olarak insanın kullanıldığı olfaktometri tekniğinde; kokulu gaz kontrollü bir biçimde insan burnuna sunulur ve insanın koku alma duyusu üzerinde yarattığı etki ölçülür. Bu kolay ve ucuz bir teknik olmasına rağmen uygulama alanı sınırlıdır ve kişisel tercihler, fiziksel, zihinsel sağlık ve de diğer çevresel etkilerin ölçüm sonuçlarını etkilemesinden dolayı subjektiftir. Bu nedenle, ürünlerin koku kalitesini değerlendirmek ve daha tutarlı sonuçlar elde etmek için gaz kromatografisi ve kütle spektrometresi analizi yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntem kesin sonuçlar verir ancak numune hazırlama süresi uzundur ve pahalı bir tekniktir.

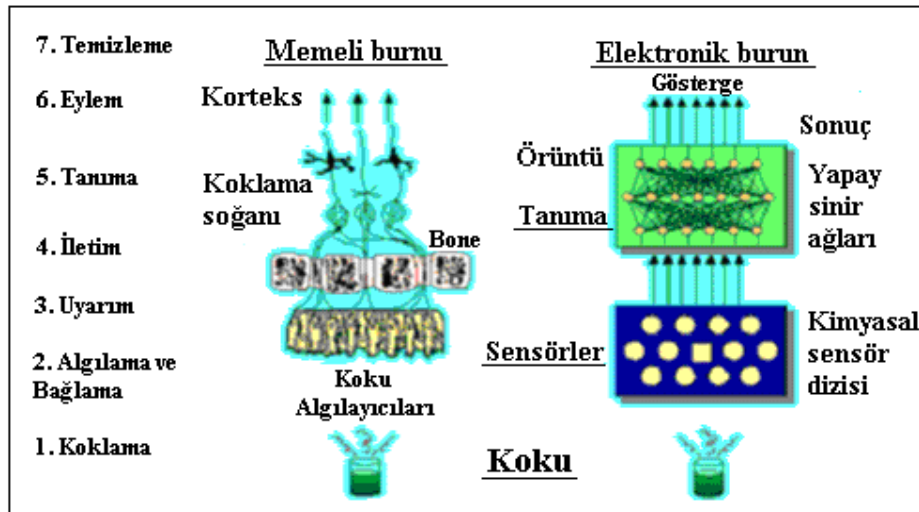
Biyolojik koku ve algı mekanizmalarını taklit eden elektronik burun, yapısındaki kimyasal sensör dizisi sayesinde insan burnunun algılayamayacağı seviyedeki kokuları algılayan, tanımlayan, kompleks bir koku içinde, her bir kokudan ne oranda

bulunduğunu belirleyen ve hatta kokuların hangi sınıflara dahil olduğunu da tespit edebilen cihazdır.

Elektronik Burun’la ilgili ilk araştırmalar 1970 yılında İngiltere’de Warwick Üniversitesi’nde başlamıştır. Bu üniversitede başlayan araştırma ve bir burun taklidi makine icadı çalışmaları tüm dünyada devam etmiş ve “Elektronik Burun” terimi literatüre ilk olarak 1990’da girmiştir. İlk prototip sistemleri 1993’de üretilen E-burun, 1995’ de Lennartz Electronic tarafından ticari olarak piyasaya sunulmuştur (Saraoğlu, 2008; Kara, 2004).

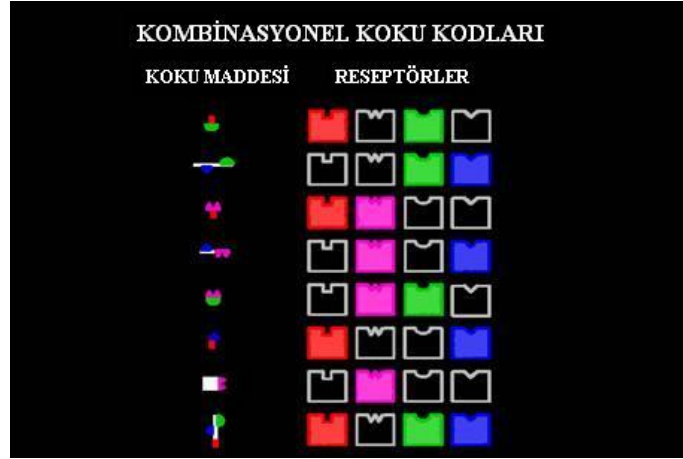
1.3.1 Memeli Burnu ve Elektronik Burun

Elektronik burun, memeli burnu taklit edilerek üretilmiştir. Şekil 1.11’ de memeli burnu ile elektronik burun arasındaki benzerlik gösterilmektedir.



Şekil 1.11 Memeli burnu ile Elektronik burun arasındaki benzerlikler (Saraoğlu, 2008).

Memeliler bir kokuyu kokladıklarında, burna giren koku molekülleri koku reseptörleri bağlanarak algılanır. Bu bağlanmanın gerçekleşmesi reseptör/koku molekülü uyumuna bağlı olarak gerçekleşmektedir.



Şekil 1.12 Koku maddesi ile reseptörler arasındaki uyum
(Öztürk, 2005)

Koku algılayıcılarının tepkileri paralel olarak iletilir ve kombinasyonel olarak kodlanır. Bu uyarım sonunda oluşan sinyal koku soğanına iletilir. Uyarım sinyali daha önce rastlanmış ve bilinen bir uyarım sinyali ise beyinde tanıma gerçekleşir. İlk defa karşılaşılan bir uyarım ise bir ilk olarak tanımlanıp beyne kaydedilir.

Elektronik Burun'da ise koku algılayıcılarının yerini kimyasal sensörler, koklama soğanı ve beyinin yerini yapay sinir ağı alır. Koku molekülleri farklı yöntemlerle kimyasal sensör dizisine gönderilir. Koku molekülleri ile sensörün etkileşimi sonucu oluşan elektriksel sinyaller muhtelif örüntü tanıma yöntemleriyle işlenerek koku tanınır. Koku ilk defa verilmişse oluşan sinyal tepkileri bu koku adına kaydedilir. İkinci bir koklatmada sistem bu kokuyu tanır (Saraoğlu, 2008; Kara, 2004; Pardo, 1999; Öztürk, 2005).

Tablo 1.10 İnsan burnu parametreleri ve elektronik burun parametreleri (Öztürk, 2005)

İnsan Burnu	Elektronik Burun
Alıcı nöron	Sensör / TranCDuser
Koku alma genleri	Kaplama maddesi
10.000.000 reseptör	6-30 sensör
Grameruli	Sinyal işleme modülü
Beyin	Tanımlama modülü
Duyarlılık: ppt	Ppm
Seçicilik: 10000- 20000 koku	<50 koku

Tablo 1.10 incelendiğinde insan burnu elektronik burundan birçok özelliği bakımından üstün olduğu görülmektedir, ancak insan burnu bazı kokuları hiç algılayamamakta (karbonmonoksit, karbondioksit vb.) ya da duyarlılığı ilk koklamadan sonra azalmakta ve bir süre sonra aynı şiddetdeki kokuya duyarsız hale gelmektedir.

Elektronik Burun; belirli kokuların sayısal parmak izlerini üretebilen, uzun yıllar aynı işi yapabilen ve objektif tekrarlanan sonuçlar verebilen bir aygıt olarak tanımlanabilir. Sensör sinyalleri bir elektronik devre yardımıyla bir mikroprosesöre veya bilgisayara iletilir. Nöronların yerini elektronik; beynin yerini de bilgisayar alır. Bilgisayara iletilen sinyaller özel tanıma yazılımı ile tanınır. Reseptörler yerine bir dizi kimyasal sensör kullanılır. Koku veya gazlara sensörlerin her biri farklı cevap verir (Öztürk, 2005)

Bir kimyasal sensör sistemi dört birimden oluşmaktadır. Bunlar; Algılama Birimi, TranCDuser Birimi, Elektronik Birim ve Örüntü Tanıma Birimidir.

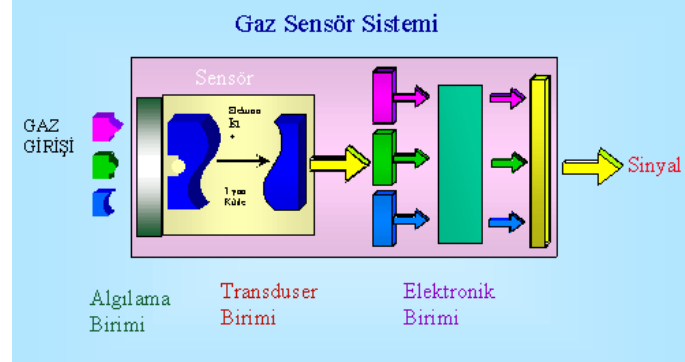
Algılama Birimi: Ortamda bulunan ve algılanmak istenen kimyasal maddeyle etkileşerek gerekli sinyalin oluşmasına neden olan "kimyasal arayüzey" olarak tanımlanmaktadır. Bu birimin seçici ve kararlı olması son derece önemlidir.

Dönüştürücü (TranCDuser) Birimi: Kimyasal sensör tasarımında algılama biriminin niteliklerine göre dönüştürücü teknolojisini üretmek gerekmektedir. Bu teknolojiler, iletkenlik, potansiyel, kapasite, ısı, kütle ve optik gibi özelliklerin kimyasal etkileşim sonucu değişimine uygun olarak seçilmektedir.

Elektronik Birim: Dönüştürücülerin elektrik sinyal üretmesi için gerekli osilatör, fark devresi, yükselteç devresi, besleme devresi gibi devrelerdir.

Örüntü Tanıma Birimi: Bir mikrokontrolör ünitesi ve bilgisayar ile algılanan kokuların sinyal seviyeleri ve değerler topluluğunu yapay sinir ağları (artificial neural network), temel bileşen analizi (principal component analysis) gibi muhtelif

örüntü tanıma teknikleriyle işleyen birimdir. Şekil 1.13 kimyasal sensör sisteminin yapısını göstermektedir.



Şekil 1.13 Kimyasal sensör sistemi

Sensör dizisinin çeşitliliğine göre; frekans, direnç, ısı ve kütle değişimi şeklinde veri sinyalleri üretilmekte ve her sensörde bu tepkiler farklı olmaktadır. Bu sensör tepkileri; sensör dizisine, kaynaktan kokuyu taşıyan akışın hızına, kokunun kimyasal özelliğine, aktif sensör maddeleriyle kokunun reaksiyonuna, difüzyonu ve basıncına, ısı, nem gibi birçok fiziksel parametreye bağlı olmaktadır. Bu tür kompleks bilgilerin işlenmesi bilgisayar sınıflandırması bölümünde olmakta, bunun için de karmaşık bir yazılım gerekmektedir. Bu tür yazılımlar da, örneği tanımlaması için güçlü bir algoritmaya dayanmaktadır (Öztürk, 2005; Saraoğlu, 2008).

Elektronik Burun günümüzde; tıpta, gıda kontrolünde, çevresel denetlemede, kimyasal algılama uygulamalarında, anestezi gazı uygulamalarında (askeri alanda ve uzay araştırmaları gibi birçok alanda kullanılmaktadır (Saraoğlu, Edin, 2007).

Hastalıkların teşhis edilmesinde vücudumuzda meydana gelen değişiklikler yol göstericidir. Elektronik burun kullanılarak hastalıkların teşhisine yönelik çalışmalar yapılmış ve bu çalışmalardan olumlu sonuçlar elde edilmiştir. Bunlardan bazıları: diyabetli hastaların nefeslerindeki aseton miktarı ile hastalığın teşhisi (Öztürk, 2008; Ping ve ark., 1996; Ryabtsev ve ark., 1999), uçucu organik bileşiklerin incelenmesi ile akciğer kanseri ve karaciğer siroz hastalığı teşhisi (Philips, Gleeson, Hughes, Greenberg, Catoneo, Baker, 1999), böbrek yetmezliğinde nefes kokusunun incelenmesi, hemodiyalizin nefes üzerinde yarattığı etkinin incelenmesi (Fend,

Bessant, Williams, Woodman 2003), astımlı hastaların nefeslerinin incelenmesidir (Ryabtsev, Shaposhnick, Lukin, Domashevskaya, 1999).

Gıdaların kalite kriterlerinin incelenmesi gıda sektörü için oldukça önemlidir. Bu alanda yapılmış bazı çalışmalara örnek olarak; Kaju çekirdeklerinin kavrulma derecesinin incelenmesi (Mohapatra, 2003), Colombiya Kahvesinin kalite kontrol çalışmaları; kahve kokusunun algılanması ve kahvenin sınıflandırılması (Rodriguez, 2010), meyvelerin kokularının incelenmesi, olgunlaşıp olgunlaşmadığının belirlenmesi ve gıdaların tazeliğinin kontrolü (Spangler ve ark., 2001) verilebilir.

Bunların dışında; zehirli gazların tespitinde, karışım haldeki gazların tek tek tesbitinde (Özmen, Ebeoğlu, Tekce, Taşaltın, Öztürk, 2006), benzen, toluen etilbenzen ve ksilen gibi organik buharların tespitinde (Mirmohseni ve Hassanzadeh, 2000), sulu çözelti içindeki katı yağların yüzey aktif maddeler ile giderilmesinde (Shimomura ve ark., 2003) de kullanılmaktadır.

1.3.2 Elektronik Burun'da Kullanılan Sensörler ve Sensör Dizileri

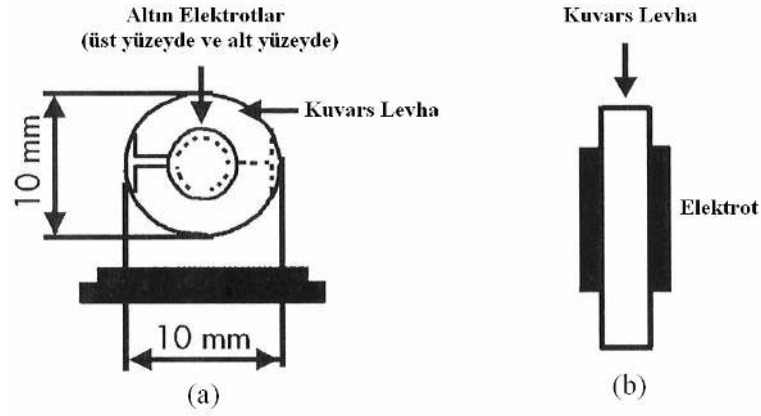
Sensörler, çeşitli fiziksel ve kimyasal büyüklükleri algılayıp bunlardan ölçülebilir çıktılar üreten elemanlardır. Analiz edilecek maddeye bağlı olarak farklı sensörler tasarlanabilir. Elektronik Burun'da kullanılan sensör çeşitleri:

- Kuartz Kristal Mikrobalans Sensörler (QCM)
- Yüzey Akustik Dalga Sensörleri (Surface Acoustic Wave Devices) (SAW)
- Metal Oksit yarı iletkenleri (Metal Oxide Semiconductors) (MeOX)
- IDT (Inter Digital TranCDucer)
- Optik Sensörler (optical sensors)

1.3.2.1 Kuvars Kristal Mikrobalans Sensörler (KKM)

Kuartz kristal mikrodenge (KKM) gaz algılayıcı dizisi, değişik tip kimyasal gaz ve kokuların tespiti için gaz/koku algılama sistemlerinde (elektronik burun) yaygın

olarak kullanılmaktadır. KKM algılayıcı, gazın kütlesine/konsantrasyonuna göre frekans değişiminin ölçüldüğü bir kütle algılayıcıdır. KKM, belirli bir yönde kesilip çıkartılmış ve her iki yanında bir elektrot bulunan kuvars kristal puldudur. Şekil 1.14 KKM yapısının önden ve yandan görünüşü gösterilmiştir. Elektrotlar altındır ve altın elektrodun kuvarsa yapışmasını sağlamak amacı ile altın ve kuvars arasında krom ara katman bulunmaktadır (Banhegyi, 2004).



Kuvars kristaller piezoelektrik aygıtlardır ve sabit sıcaklıkta rezonans frekansları sabittir. KKM' ler kimyasal maddeler ile kaplanarak analizi yapılacak maddeye duyarlı hale getirilirler. Kimyasal madde ile kaplandıklarında rezonans frekansları değişmektedir. Kristalin yüzeyi üstündeki kimyasal kaplama ile bir gaz etkileştiğinde, etkileşen gazın artan kütlesine bağlı olarak rezonans frekansı 10 Hz'den birkaç yüz kHz'e kadar azalmaktadır. (Mumyakmaz, Özmen, Ebeoğlu, Tasaltın, 2008)

Gaz moleküllerinin KKM sensör tarafından algılanması ile oluşan Δm kütle değişimleri Sauerbey Eşitliği kullanılarak Δf frekans değişimlerine bağımlı olarak hesaplanabilmektedir.

$$\Delta f = -\frac{C_f \cdot C_0^2}{A} \cdot \Delta m$$

Burada;

A : Algılama yüzey alanı (cm^2)

C_f : Kuvars kristalin kütle algılama sabiti

Δf : Frekans değişimi (Hz)

Δm : Kütle değişimi (g)'dir.

1.3.3 Elektronik Burun Konusundaki Önceki Çalışmalar

Consales ve ark. (2003) SWCNTs ile kaplanmış silika optik fiber ve kuvars kristal mikro denge uçucu organik bileşik sensörlerinin oda sıcaklığında toluene ve benzen buharına gösterdikleri performansı analiz etmişlerdir. Karbon nano tüplerinin doğrudan optik ve akustik sensör substratları üzerinde biriktirilmesinde Langmuir-Blodgett (LB) tekniği kullanılmıştır. Test odasında eş zamanlı olarak 8 tane SOF ve KKM kimyasal sensör kullanılmıştır. Çok düşük konsantrasyonlarda bile hassas tekrarlanabilir sonuçlar elde edilebildiği belirtilmiştir.

Wang ve ark. (2000), tek piezoelektrik kuvars kristal mikrobals p-tert-butyl-calix[6]arene ile modifiye ederek uçucu organik buharın tesbit edilmesini sağlamışlardır. Modifikasyon işleminde kaplama yaparak absorpsiyon ve deabsorpsiyonun kinetik karakterini belirlemeye çalışmışlardır. Kullanılan uçucu organik bileşikler kloroform, benzen ve toluenedir. İncelemeleri sonunda kloroformun deabsorpsiyonunun benzen ve tolueneden farklı olduğunu belirtmişlerdir. İyi akış analizi ile kombine edilmiş sistemin ikili karışım buharlarının algılanmasında (kloroform/benzen, kloroform/toluene) avantaj sağladığını belirtmişlerdir.

Filenko ve ark. (2005), kesikli altın kaplı dielektrik substratın iletkenlik modülasyonuna dayanan gelişmiş kimyasal sensörler üretmişler ve bu sensörlerin performanslarını ölçmüşlerdir. Çalışmaları sonunda geliştirdikleri sensörlerin kimyasal algılama ve tanıma için uygun olduğu belirtmişlerdir.

Turon ve ark. (2006), Piezoelektrik Algılama Aygıtı (Kuvars Kristal Mikrodenge, KKM) ve Yüzey Plazmon Rezonans (SPR) teknolojisi kullanarak ince selüloz film

üzerinde enzimatik parçalanmayı izlemişlerdir. Yaptıkları incelemeler sonucunda her iki teknolojinin de selülozun bozulmasının incelenmesinde kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

Koshets ve ark. (2005), Kuvars Kristal Mikrodenge sensörlerini calixarene ile kaplamışlardır. Calixarenin hassasiyetini ve seçiciliğini değişen her bir aril parça ve uçucu organik bileşikler içindeki fonksiyonel gruplar (aromatikler, klororganikler, ketonlar ve alkoller) için incelemişlerdir. Calixarene molekülünün makrohalkasındaki (macrocycle) çeşitli fonksiyonel grupların içeriklerin farklı organik moleküllere etkilerini analiz etmişlerdir. Fosfor içeren calixaren ile kaplı sensörlerin maksimum hassasiyet gösterdiğini belirtmişlerdir.

BÖLÜM İKİ

MATERYAL VE METOD

2.1 Materyal

2.1.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Beta-Siklodekstrin	Wacker, İstanbul, Türkiye
Beta-Siklodekstrin monoklortriazin	Wacker, İstanbul, Türkiye
E vitamini içerikli Beta-Siklodekstrin	Wacker, İstanbul, Türkiye
Lavanta yağı	Sigma-Aldrich, Taufkirchen, Almanya
Üzüm çekirdeği yağı	Sigma-Aldrich, Taufkirchen, Almanya
Etil alkol	Merck, Darmstadt, Almanya
Hegzan	Merck, Darmstadt, Almanya
Titanyum dioksit	Merck, Darmstadt, Almanya

2.1.2 Kullanılan Cihazlar

GC-MS	Thermo Fisher Scientific, Austin, USA
QCM	CHI, Austin, ABD
FT-IR Spektrofotometre	PerkinElmer, Massachusetts, ABD
Diferansiyel Tarama Kalorimetresi	PerkinElmer, Massachusetts, ABD
X ışını difraktometresi	Rigaku, Tokyo, Japonya
UV-Vis Spektrofotometre	PerkinElmer, Massachusetts, ABD
Yıkama Haslığı Test Cihazı CDL	Atlas, Stockport, İngiltere
Spektrofotometre	Minolta, New Jersey, United States
Akışmetre	MKS Instruments, Massachusetts, ABD
Sokslet	Elektro-mag, İstanbul, Türkiye
Ramöz	Xiamen, Fujian, Çin
Fulard	Xiamen, Fujian, Çin
Etüv	Nüve, Ankara, Türkiye
Manyetik Karıştırıcı	ISOLAB, Wertheim Almanya

Su Banyosu	Memmert, Schwabach, Almanya
pH Metre	WTW, Weilheim, Almanya
Hassas Terazı	Ohaus, Nänikon, İsviçre
Ters Ozmoz Saf Su Cihazı	EUROSAN, İstanbul, Türkiye

2.1.3 Kullanılan Kumaş

Çalışmada %100 pamuklu havlu kumaş kullanılmıştır. Kullanılan kumaş özellikleri Tablo 2.1’de gösterilmiştir.

Tablo 2.1 Kullanılan kumaş özellikleri

Kumaş Cinsi	% 100 Pamuk
İplik Numarası (Atkı-Gövde)	16/1 Ne (OE)
İplik Numarası (Atkı-Bordür)	20/2 Ne (Karde)
İplik Numarası (Çözü-Zemin)	20/2 Ne (OE)
İplik Numarası (Çözü-Hav)	16/1 Ne (Karde)
Atkı sıklığı (Atkı/cm)	18
Çözü sıklığı (Zemin) (Çözü/cm)	12
Çözü sıklığı (Hav) (Çözü/cm)	12
Gramaj (g/m^2)	550

2.1.4 Etken Maddeler

Çalışmada koku verici madde olarak lavanta yağı, antioksidan ve nemlendirici özelliği nedeniyle üzüm çekirdeği yağı, cildi besleyen ve yaşlanma geciktirici etkileri nedeniyle E vitamini kullanılmıştır. Lavanta yağı ve üzüm çekirdeği yağı etken maddeleri Sigma Aldrich’ ten temin edilmiş inklüzyon kompleksleri laboratuvar ortamında hazırlanmıştır. E vitamini ise Wacker Chemie AG’den sağlanmıştır.

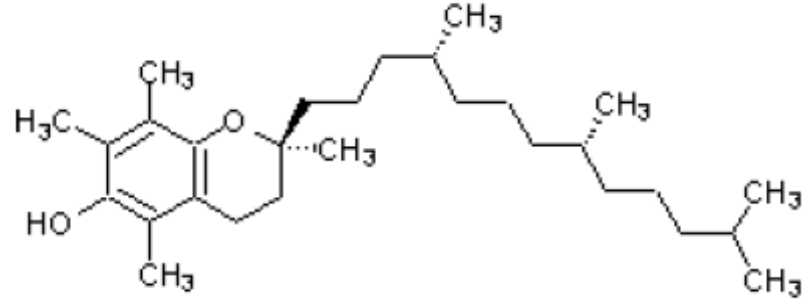
2.1.4.1 E vitamini

E vitamini tokoferol ve tokotrienoller için kullanılan genel bir terimdir. Fizyolojik olarak en aktif ve doğal formu α -tokoferoldur. E vitamini yağda çözünebilen 8 doğal antioksidan formunu içine alır; α -, β -, γ - ve δ -Tokoferol ve tokotrienoller. Vitamin E geniş yörüngede oksijen süperoksit ve hidroksil radikallerini de içeren serbest radikallere karşı temizleyici etki gösterirler.

İnsan vücudunda tokoferol sentezlenemediği için dışarıdan alınmak zorundadır. Vücuda alınan tokoferol incebağırsakta emilir ve lenf yolu ile dolaşıma katılır. E vitamininin antioksidan özelliği, serbest radikallerin başlattığı lipid peroksidasyonunu inhibe etmesinden ileri gelir.

Özellikle α -tokoferol çok çabuk oksitlenebilme özelliğine sahiptir. E vitamininin biyolojik ortamda gerçekleştirdiği işlevler büyük oranda bu özelliğe dayanır. Günümüzde E vitamininin biyolojik bir antioksidan işlevi görerek hücre membranını koruyan, yağda çözünebilir bir vitamin olduğu kabul edilmektedir.

E vitamini deride doğal olarak bulunan en önemli lipofilik antioksidandır. Stratum korneum da dahil olmak üzere, derinin bütün tabakalarında bulunan bu yapı biyolojik moleküllerin, özellikle lipitlerin, oksidatif bozulmaya karşı korunmasında temel bir işleve sahiptir. Antioksidan olması nedeniyle foto-yaşlanma ve UV maruziyeti sonrası derideki olası hasarın önlenmesi amacıyla kullanılır. Derinin en dış tabakası olan stratum korneumdaki E vitamini miktarı dermisteki miktarın yaklaşık iki katı kadardır. Derideki E vitamininin çok büyük bir kısmı alfa-tokoferol şeklindedir. Bu nedenle cilt bakım ürünlerinde de kozmesotik madde olarak alfa-tokoferol kullanılmaktadır. Deri yüzeyine uygulanmasından sonra E vitamininin kolayca emildiği bilinmektedir. α -tokoferol kimyasal olarak dayanıksız bir yapıya sahiptir; bu nedenle aktif hidroksil grubu esterleştirilerek (asetat, suksinat, linoleat, nikotinat) korunur (Tırnaksız, 2010).



Şekil 2.1. Alfa-Tokoferol (Tırnaksız,2010)

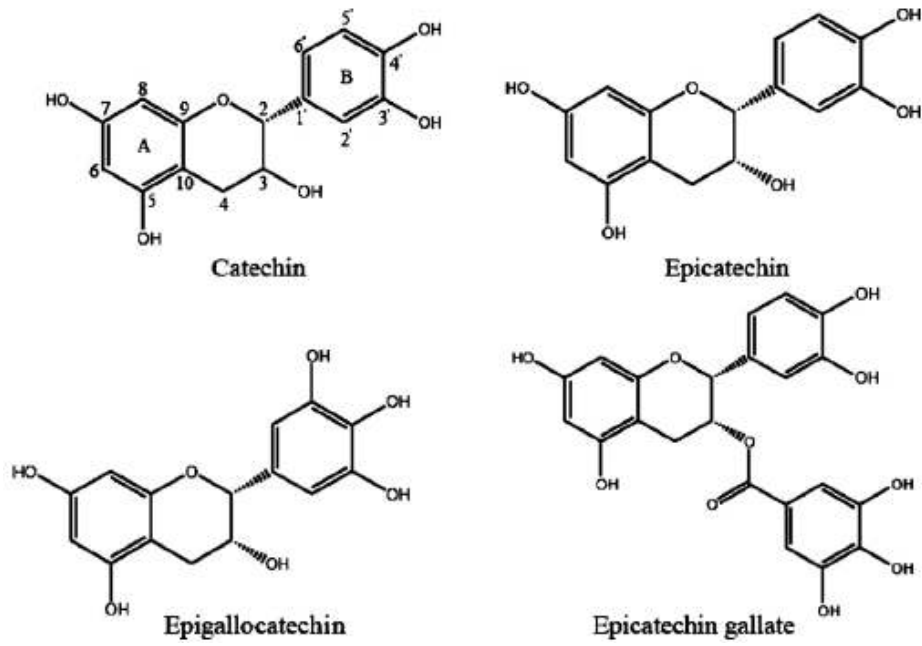
2.1.4.2 Lavanta Yağı

Labiatae familyasından çok yıllık çalimsı görünümlü ve kazık köklü bir bitkidir. Lavantanın keskin bir kokusu vardır ve bitkinin çiçekleri ve yeşil aksamı uçucu yağ eldesinde kullanılır. Anavatanı Fransa, İtalya, Yugoslovya gibi akdeniz ülkeleri olan lavanta, uçucu yağ elde etmek amacıyla yetiştirilmektedir.

Uçucu yağında; α , β - pinen, fenchon, sabinen, carven, 1,8-cineol, linalool, camfor, isoborneol, 4-methyl-1-(methylethyl)-3-cyclohexen-1-ol, terpineol gibi bileşikler bulunur (Ceylan, 1987)

2.1.4.3 Üzüm Çekirdeği Yağı

Üzüm çekirdeği yağı; yağ asitleri, linoleik asit ve tanen bakımından oldukça zengindir. Trombosisin önlenmesi, kardiovasküler hastalıkların inhibisyonu, serum kolesterolünde düşüş, kan damarlarını genişlemesi ve otonom sinir sisteminin düzenlenmesine yönelik çalışmalar üzüm çekirdeği yağının farmasötik aktivitesi olduğunu göstermektedir. Üzüm çekirdeği yağı aynı zamanda tokoferol içermektedir (900-1200 ppm). Tokoferoller yağda çözünebilen en güçlü antioksidanlardır (Özgan, 2008).



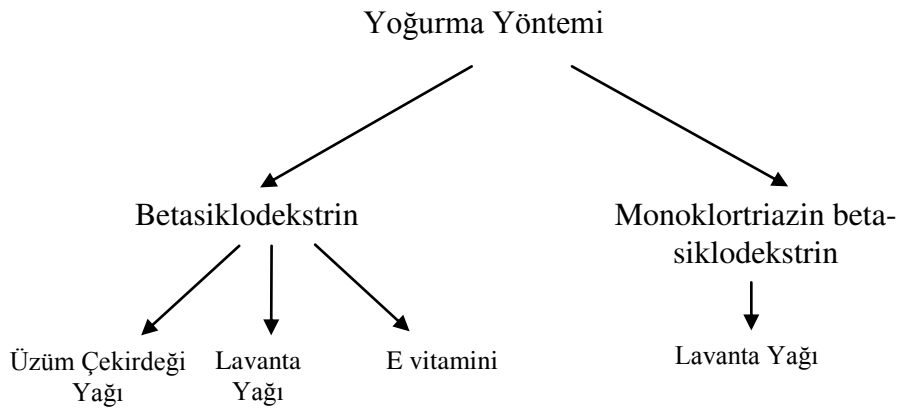
Şekil 2.1 Üzüm çekirdeği yağı içindeki tanenler (Hasni, 2010).

Lavanta yağı ve üzüm çekirdeği yağı içeren moleküler boyutlu kapsülü laboratuvar ortamında hazırlanmış, E vitamini içerenler ise hazır preparat olarak Wacker Chemie AG' den sağlanmıştır.

2.2 Metod

2.2.1 Ürünlerin Hazırlanmasında Kullanılan Yöntemler

Ürünlerin hazırlanmasında kullanılan yöntemler Şekil 2.1'de gösterilmiştir



Şekil 2.1 Ürünlerin hazırlanmasında kullanılan yöntemler

2.2.1.1 Yoğurma Yöntemi

Çalışma kapsamında ilk olarak Üzüm çekirdeği yağı ve lavanta yağı etken maddeleri yoğurma yöntemine göre 2:1 etken madde:beta siklodekstrin (β -CD) ve etken madde :monoklortriazin beta siklodekstrin (MCT- β -CD) molar oranlarında çalışılarak inklüzyon kompleksleri gerçekleştirilmiştir.

Yoğurma yönteminin prosedürü şu şekildedir: etken madde-siklodekstrin türevi karışımı porselen havanda yoğurulmuş ve kuru toz elde edilmiştir.

2.2.1.2.1 β -CD Kumaşa Aktarımı. β -CD esaslı kapsüllerin kumaşa aktarma işlemi emdirme yöntemine göre fularda aşağıdaki reçete kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

40g/l β -CD esaslı kapsül
40 g/l BAYPRET nano PU

AF = %85

60 °C’de kurutma ardından 130 °C’de 3 dakika fiksaj

2.2.1.2.2 MCT- β -CD Kumaşa Aktarımı. MCT- β -CD esaslı kapsüllerin kumaşa aktarma işlemleri emdirme yöntemine göre fularda aşağıdaki reçete kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

40g/l MCT- β -CD esaslı kapsül
pH 10 (0,5 N NaOH)

AF = %85

60 °C’de kurutma ardından 130 °C’de 3 dakika fiksaj

2.2.3 Ürünlerin Değerlendirilmesinde Kullanılan Yöntemler

2.2.3.1 GC-MS Spektroskopisi ile Uçucu Yağ Analizi

Elde edilen inklüzyon komplekslerinin gerçekleşme dereceleri ve inklüzyon komplekslerinin içerdiği uçucu bileşiklerin tespit edilmesinde C-MS analizi

kullanılmıştır. GC-MS kromatogramları Thermo Scientific marka cihazda gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.1.1 GC-MS Analizi Numune Hazırlama. Bu çalışmada, MCT- β -siklodekstrin ve β -siklodekstrin ile inklüzyon kompleksi oluşturmuş lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklerin belirlenmesinde soxhlet aparatı kullanılmıştır. MCT- β -siklodekstrin ve β -siklodekstrin toz örnekleri 2g tartılıp süzgeç kağıtlarına sarılarak soxhlet aparatına yerleştirilmiştir. Yıkanmamış kumaş örnekleri ile 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örnekleri ise 5cm x 5cm boyutunda hazırlanmış ve süzgeç kağıtlarına sarılarak soxhlet aparatına yerleştirilmiştir. Ekstraktöre, içinde çözücü olarak kullanılan *n*-hegzan bulunan balon ve geri soğutucu takılmıştır. Balon ısıtılarak çözgenin buharlaşması ve kağıda sarılı örnek üzerinden geçerek yoğunlaşması sağlanmıştır. Bu uygulamaya her bir örnek için 8 saat süre ile devam edilmiştir.

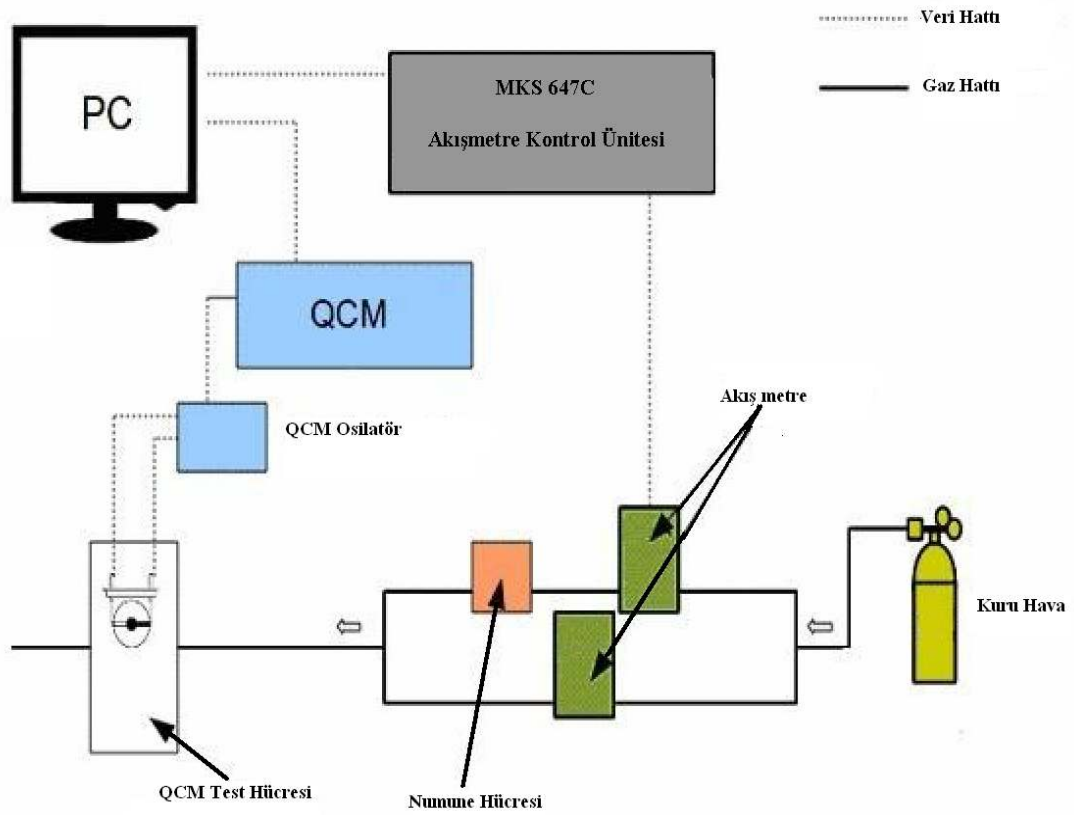
Lavanta yağı içindeki uçucu bileşikler ekstraksiyon yöntemi ile elde edilmiştir. Uçucu bileşiklerin elde edilmesinde Clevenger yöntemi ile daha verimli sonuçlar elde edilmesine rağmen, ekstraksiyon yöntemi tercih edilmiştir. Böylece tekstil materyalinin üretim ve kullanım sırasında maruz kaldığı etkiler taklit edilmiştir. Kullanım esnasında hızla kompleksleşmeden ayrılacak uçucu bileşikler, ekstraksiyon işlemi sırasında uzaklaşmış böylece GC-MS analizine dahil olmamış ve kokulu tekstil materyalinin koku salım dayanımı hakkında daha doğru sonuçlar elde etmemizi sağlamıştır.

2.2.3.2 KKM Sensör ile Koku Analizi

Lavanta yağı- β -siklodekstrin kompleksi aplike edilmiş numunelerin yıkamaya bağlı koku salım davranışlarının incelenmesinde KKM sensör düzeneği kullanılmıştır. Bu çalışma için özel olarak tasarlanan düzenek Şekil 2.2’de görülmektedir. Sistemin çalışma prensibi şu şekildedir;

Kuru hava tüpü 1000 sccm debiye sahip iki akış metreye bağlıdır. Akışmetrelerden biri doğrudan KKM sensörün bulunduğu hücreye bağlanmıştır. Buradan geçen kuru hava sensör yüzeyine tutunmuş moleküllerin uzaklaştırılmasını sağlamaktadır. Diğer

akışmetre ise numune hücreğine bağlıdır. Numunenin bulunduğu hücre içerisindeki koku moleküllerinin KKM sensöre iletilmesini sağlar. Her iki akışmetre MKS 647C Kontrol ünitesine bağlıdır. KKM sensör hücreğine 500 sccm debi ile 200 saniye kuru hava gönderilerek sensör yüzeyi temizlendikten sonra 500 sccm debi ile 200 saniye de numune hücresindeki koku molekülleri taşınmaktadır. TiO_2 ile koku molekülleri arasında kurulan zayıf bağlar sayesinde koku molekülleri sensör yüzeyine tutunmaktadır. Absorbsiyon/Desorpsiyon farkına bağlı olarak KKM sensörün frekans değeri değişmektedir. Ölçümlerde elde edilen tüm veriler sistemdeki bilgisayara aktarılarak incelenmektedir.



Şekil 2.2 KKM sensör ile koku analizinde kullanılan sistem

2.2.3.2.1 KKM Sensörün TiO_2 ile Kaplanması. KKM sensör TiO_2 ile kaplanarak uçucu koku bileşiklerine duyarlı hale getirilmiştir. Kaplama işlemi için 40 mg TiO_2 40 ml saf su içinde çözünmüş ve 60 dakika ultrasonik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Hazırlanan homojen çözeltiden 10 μ l alınarak KKM sensörün her iki yüzüne damlatılmıştır. Çözelti içindeki su buharlaştırılarak KKM sensörün TiO_2 ile ince film kaplaması gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.3 DSC (*Diferansiyel Taramalı Kalorimetri*)

DSC ise fazların dönüşüm ısılarını kantitatif olarak saptamaktadır. Elde edilen inklüzyon komplekslerinin gerçekleşme derecelerinin belirlenmesinde DSC analizi kullanılmıştır. DSC (Perkin Emler Diamond DSC) çalışmaları azot gazı altında (30 ml/dakika) alüminyum referans materyali alınarak gerçekleştirilmiştir. -70 °C - +300 °C sıcaklık aralığında, 10 °C/dakika ısıtma hızı uygulanmıştır.

2.2.3.4 FTIR (*Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi*)

Etken maddenin sistemdeki varlığının belirlenmesi ve elde edilen üründe etken maddenin spektrumunun değişimini gözlenmesi için FTIR analizleri gerçekleştirilmiştir. FTIR çalışmaları Perkin-Elmer Spectrum BX cihazında KBr pellet yöntemi ile gerçekleştirilmiştir.

2.2.3.5 XRD (*X Işını Difraktometresi*)

Elde edilen inklüzyon komplekslerinin gerçekleşme derecelerinin belirlenmesinde XRD analizi kullanılmıştır. XRD patternleri Rigaku D/Max-2200 marka XRD cihazında gerçekleştirilmiştir. Cihaz Cu ışın kaynağına ve grafit monokromatöre sahiptir.

2.2.3.6 Spektrofotometre

Kumaşların aplikasyon öncesi ve sonrası beyazlık dereceleri Minolta CM-3600d marka spektrofotometre ile Stensby formülüne göre hesaplanmıştır.

BÖLÜM ÜÇ

ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

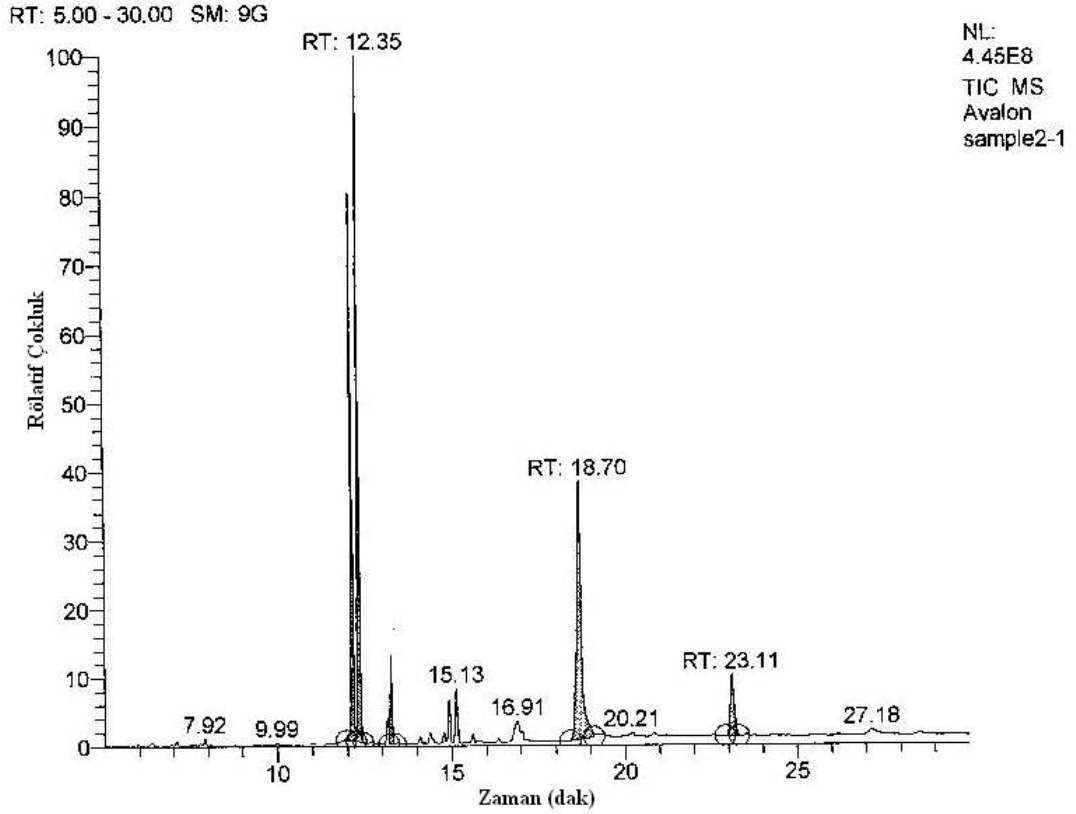
3.1 β-Siklodekstrin ile Gerçekleştirilen Çalışmalar

Lavanta yağı: B-CD kompleksi, 2:1 etken madde: B-CD mol oranında, yoğurma yöntemi esasına göre hazırlanmıştır. Lavanta yağı etken maddesi ile kompleks oluşturmuş B-CD'nin toz örneği ve toz örnek aplike edilmiş; yıkanmamış kumaş ile 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine ait GC-MS bulguları Tablo 3.1' de görülmektedir. Tablo incelendiğinde lavanta yağı içindeki uçucu bileşikler (linalol, linalil asetat, trans-karyofilen, borneol ve beta-fençil alkol) farklılık gösteren zamanlarında tespit edilmiştir.

Tablo 3.1 GC-MS yöntemi sonucu örneklerde bulunan uçucu bileşikler ve % oranları

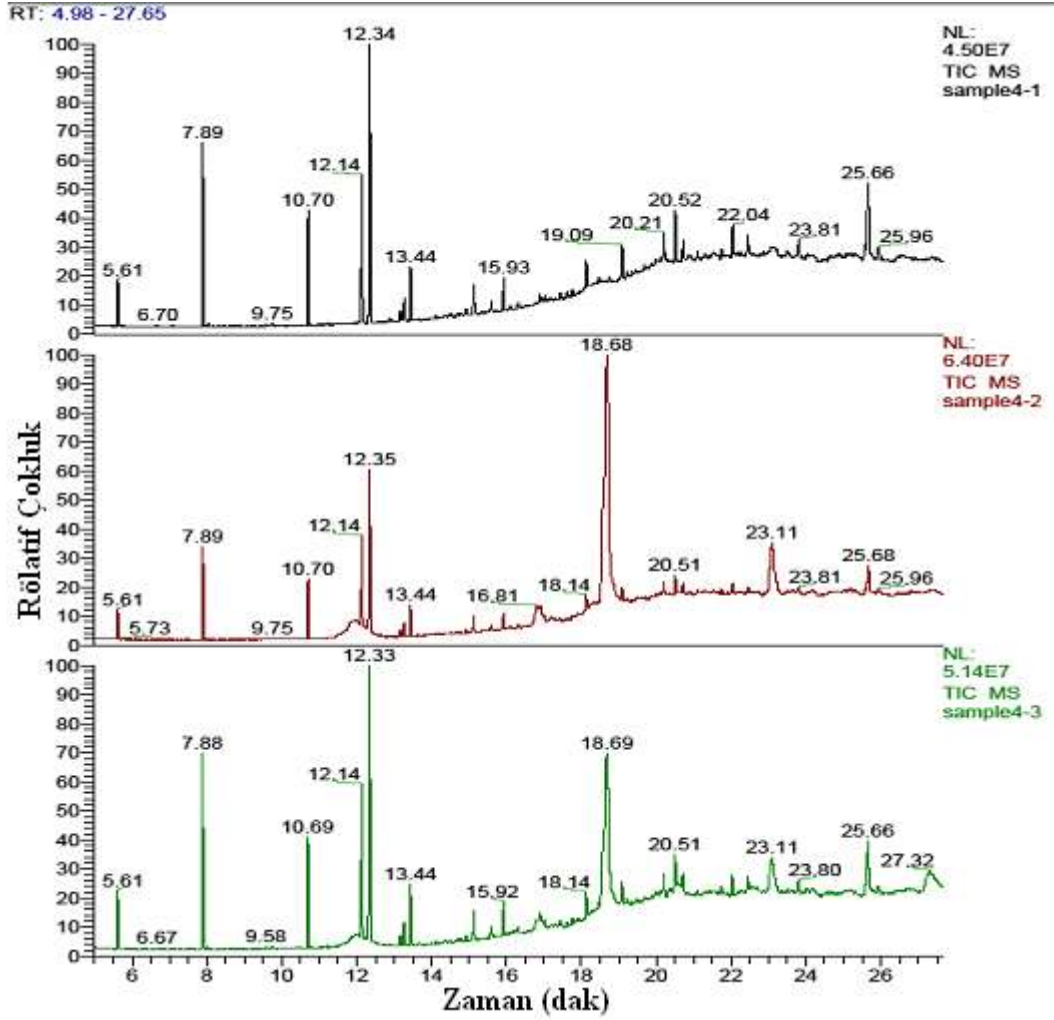
R _T	İSİM	YÜZDELER							
		B-CD				MCT-B-CD			
		1	2	3	4	5	6	7	8
12.14	Linalool	26.54	13.91	1.24	-	39.59	7.41	-	-
12.35	Linalil asetat	31.63	25.92	0.62	-	44.28	1.85	-	-
13.26	Trans-karyofillen	4.23	3.97	0.30	-	7.79	2.8	-	-
14.90	Borneol	2.40	5.46	-	-	3.61	5.05	-	-
15.13	Beta-fençil alkol	4.27	-	-	-	4.73	1.20	-	-
18.70	Oleil alkol	26.66	-	-	33.68	-	43.66	8.10	-
19.09	Dokosan	-	4.03	-	-	-	3.54	8.86	6.74
20.52	Oktadekan	-	5.08	2.64	-	-	6.75	15.09	11.05
23.11	Dibutil fitalat	4.27	-	9.04	10.46	-	8.38	15.94	9.99
23.81	Dotriakosan	-	10.55	0.95	-	-	-	5.37	4.12
25.66	1-Hegzadekanol	-	16.04	3.18	-	-	12.38	6.71	21.79
TOPLAM		100	84.96	17.97	44.14	100	93.02	60.07	53.69

1. Lavanta yağı- β-CD toz örnek, 2. Lavanta yağı- β-CD kapsülleri aplike edilmiş, yıkanmamış kumaş, 3. Lavanta yağı- β-CD kapsülleri aplike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaş, 4. Lavanta yağı- β-CD kapsülleri aplike edilmiş, 20 defa yıkanmış kumaş, 5. Lavanta yağı MCT-β-CD toz örnek, 6. Lavanta yağı-MCT-β-CD kapsülleri aplike edilmiş, yıkanmamış kumaş, 7. Lavanta yağı MCT- β-CD kapsülleri aplike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaş, 8. Lavanta yağı MCT-β-CD kapsülleri aplike edilmiş, 20 defa yıkanmış kumaş.



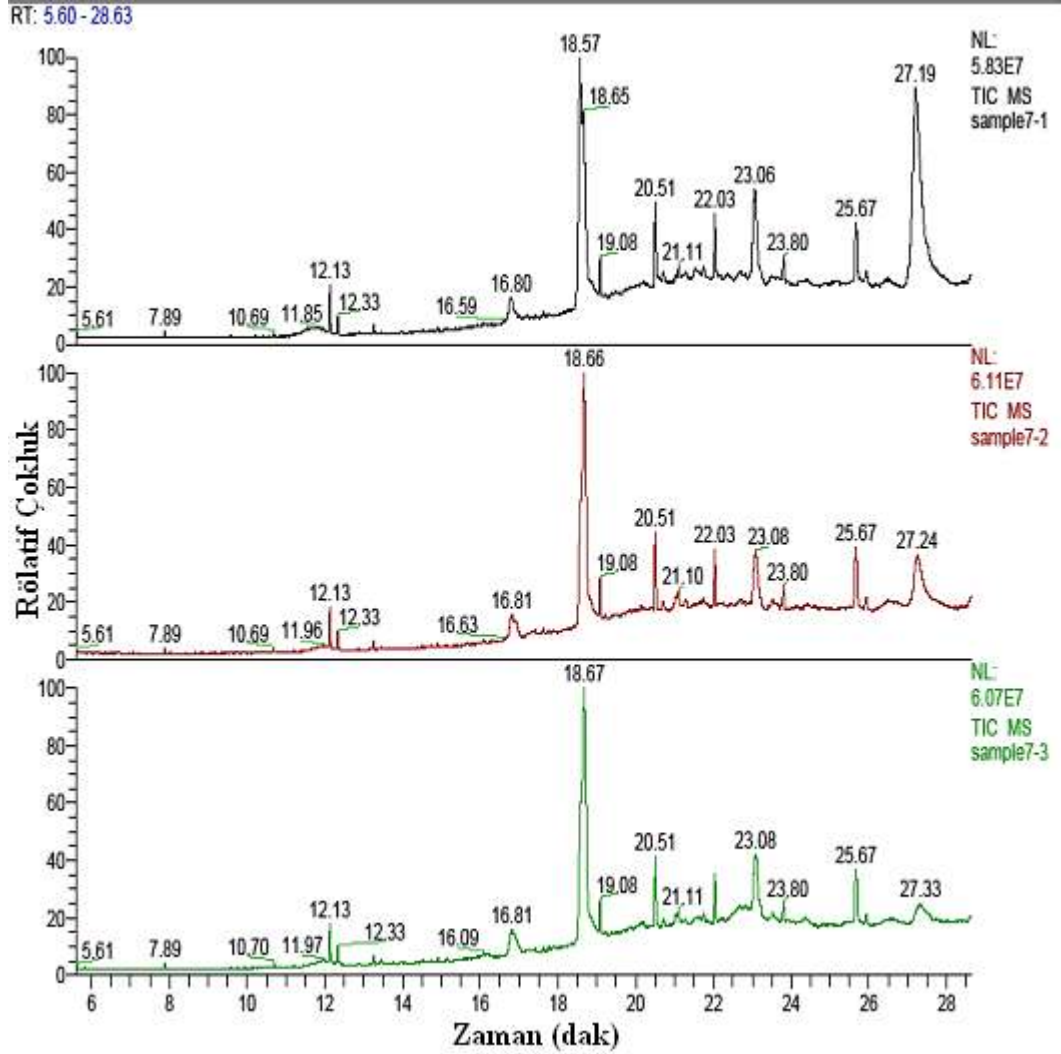
Şekil 3.1 Lavanta yağı:β-CD kompleksi toz örneğinin 1 enjeksiyon için GC-MS kromotogramı.

Lavanta yağı: β-CD kompleksi toz örneğine ait GC-MS kromotogramı incelendiğinde, 12.14 ile 15.13 dak.alıkonma zamanlarında lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklerin (linalol, linalil asetat, trans-karyofilen, barneol ve beta-fençil alkol) pikleri görülmektedir. Piklerin yüzde değerleri rölatif olarak hesaplanmıştır. Kromotoğramda görülen 18.70 ve 23.11 piklerinin ise β-CD ye ait olduğu düşünülmektedir.



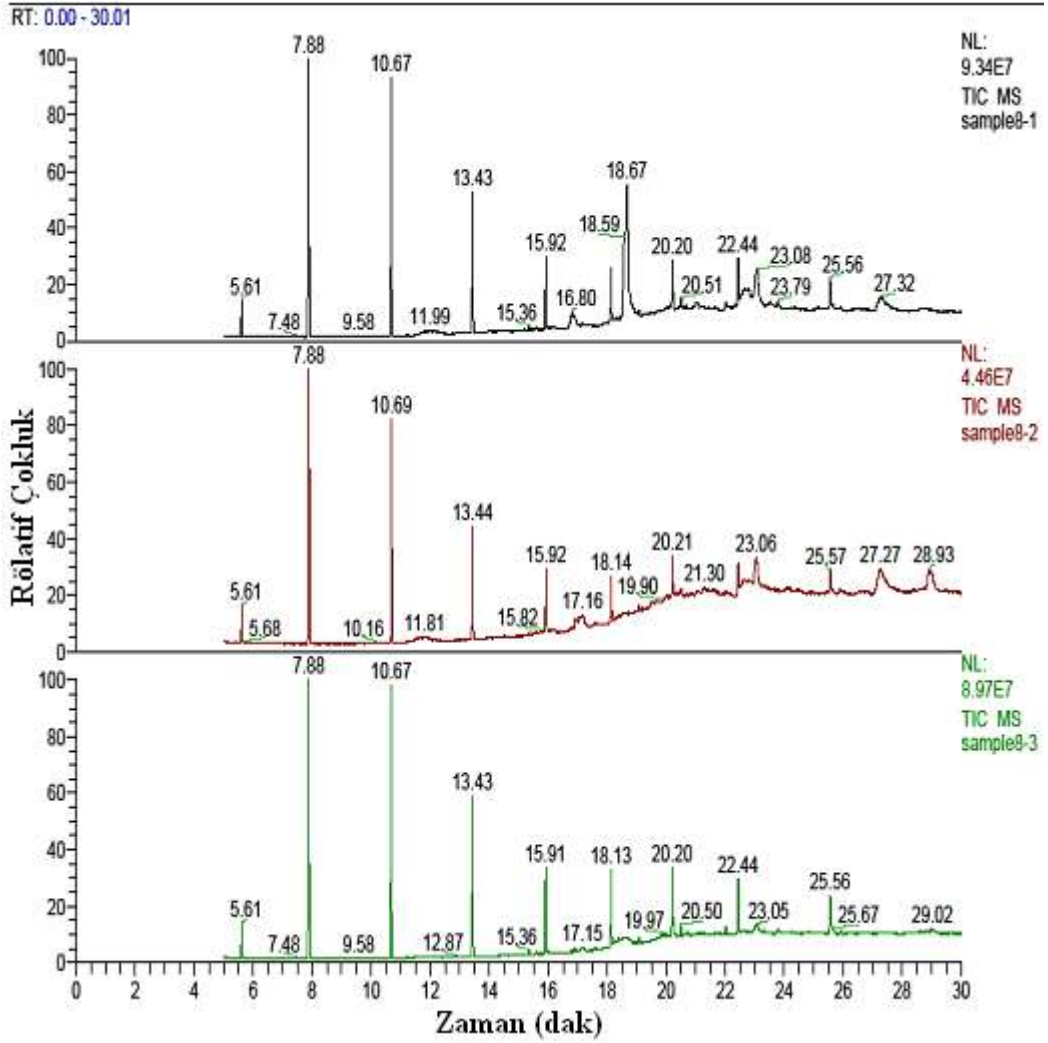
Şekil 3.2 Lavanta yağı:β-CD kompleksi aplike edilmiş, yıkanmamış kumaşın 3 enjeksiyon için GC-MS kromotogramları.

Lavanta yağı: β-CD kompleksi aplike edilmiş, yıkanmamış kumaşın GC-MS kromotogramı incelendiğinde, 12.14 ile 14.90 dak.alı konma zamanları arasındaki piklerin lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklere ait olduğu görülmektedir. Lavanta yağı:β-CD kompleksi, kumaşa nano poliüretan binder kullanılarak aktarılmıştır. Kumaşa aktarılmış lavanta yağı: β-CD' B-CD örneği ile lavanta yağı: β-CD' β-CD toz örneğine ait kromatogramlar kıyaslandığında 19.09 ile 25.66 dak.alı konma zamanları arasındaki piklerin binder ve kumaşa ait olduğu sonucuna varılmıştır. Tablo 3.1 incelendiğinde toplam kütle 100 olmadığı görülmektedir. Bu durum kumaştan ve deterjandan gelen bazı bileşiklerin hesaplama dahil edilmesinden kaynaklanmaktadır.



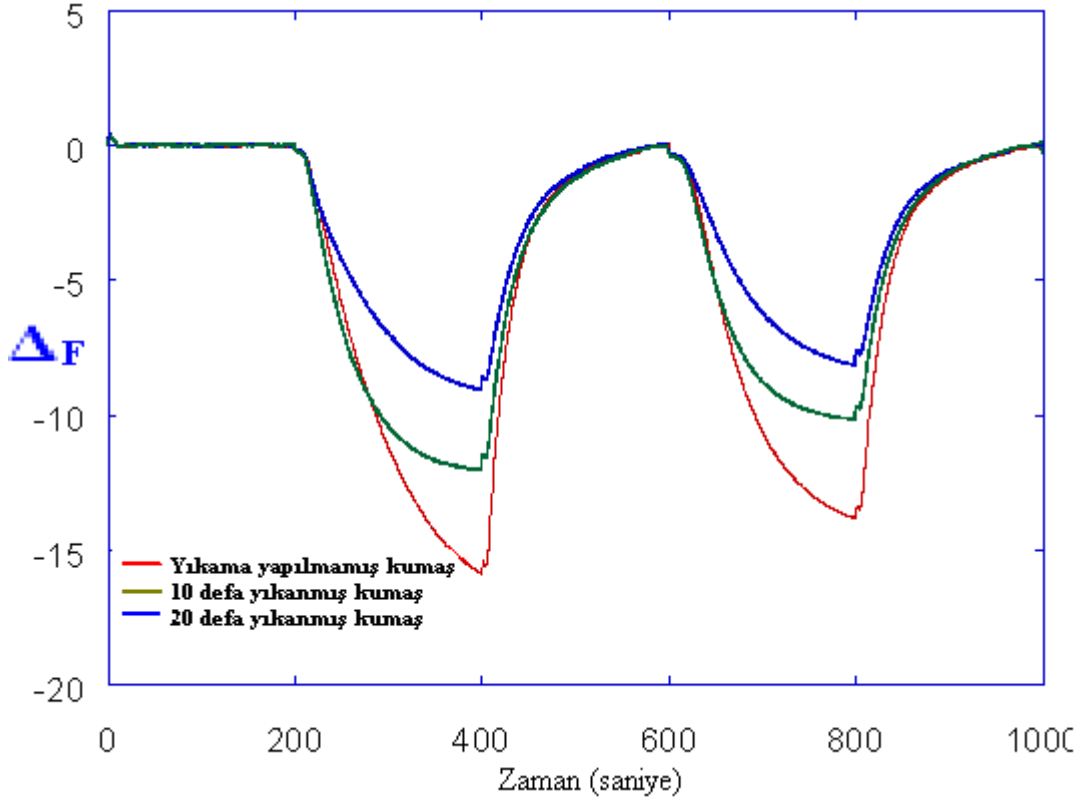
Şekil 3.3 Lavanta yağı:β-CD kompleksi aplike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaşın 3 enjeksiyon için GC-MS kromotogramları.

Lavanta yağı: β-CD kompleksi aplike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaşın GC-MS kromotogramı incelendiğinde, 12.14 ile 13.20 dak.alı konma zamanları arasındaki piklerin lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklere ait olduğu görülmektedir. 14.90 ile 15.13 dak.alı konma zamanlarındaki pikler, 10 yıkama sonrasında görülmemektedir. Bilindiği gibi GC-MS kromatoğramlarında pikler rölatif % olarak hesaplanmaktadır. 10 yıkama sonrası lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklerin oranı belirgin şekilde azalmış ve toplam kütle deterjan artıkları dahil olmuştur. 14.90 ve 15.13 dak.alıkonma zamanlarında pik veren bileşiklerin, toplam kütle içindeki oranları çok düşük olduğu için gözlenemedikleri sonucuna varılmıştır. 10 yıkama sonunda lavanta yağı:β-CD kompleksi aplike edilmiş kumaş örneğinin uçucu bileşik içerdiği tespit edilmiştir.



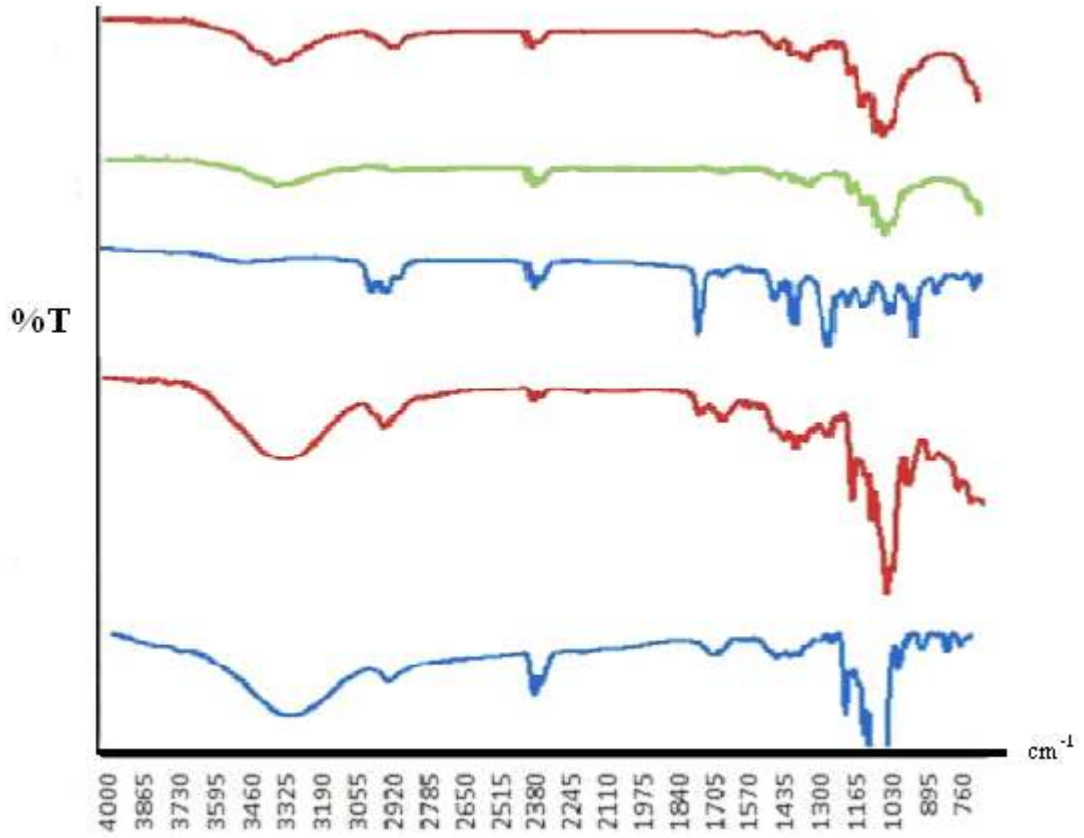
Şekil 3.4 Lavanta yağı: β -CD kompleksi aplike edilmiş, 20 defa yıkanmış kumaşın 3 enjeksiyon için GC-MS kromotogramları.

Lavanta yağı: β -CD kompleksi aplike edilmiş 20 defa yıkanmış kumaşın GC-MS kromotogramı incelendiğinde, 20 yıkama sonrası kumaş üzerinde lavanta yağına ait uçucu bileşiklerin toplam kütleyle dahil edilemeyecek kadar azaldığı görülmektedir. Lavanta yağı: β -CD toz örneğine ait kromatogram ile lavanta yağı: β -CD aplike edilmiş kumaş örneğinin kromatogramı karşılaştırıldığında, 18.70 ve 23.11 dak.alı konma zamanlarında görülen piklerin β -CD' ye ait olduğu sonucuna varılmıştır. Toplam kütleyle dahil edilmeyen kimyasalların ise deterjan artığı olduğu belirlenmiştir.



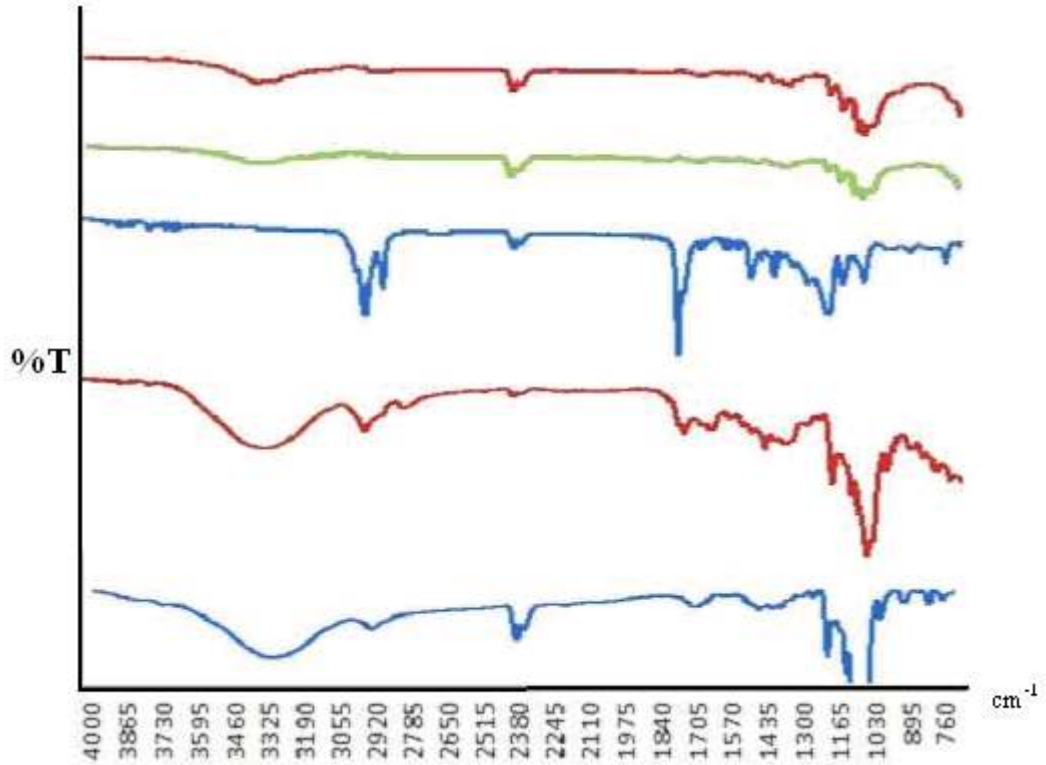
Şekil 3.5 Lavanta yağı:β-CD kompleksi aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine ait QCM grafikleri.

Şekilde lavanta yağı:β-CD kompleksi aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine ait QCM grafikleri görülmektedir. Grafik incelendiğinde yıkanmamış kumaş örneğinin 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine kıyasla daha büyük frekans değişimi verdiği görülmektedir. Yıkama sonrasında lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklerin miktarı azalmakta ve böylece sensör yüzeyine tutunan kütle azalmaktadır. Lavanta yağı:β-CD kompleksi aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerin GC-MS kromatogramları ile QCM grafikleri arasında bir uyum söz konusudur.



Şekil 3.6 Aşağıdan yukarıya doğru β -CD, lavanta yağı: β -CD kompleksi toz örneği, lavanta yağı, lavanta yağı: β -CD kompleksi aplike edilmiş yıkanmamış kumaş ve lavanta yağı: β -CD kompleksi aplike edilmiş 10 defa yıkanmış kumaş örneklerine ait FT-IR spektrumları görülmektedir.

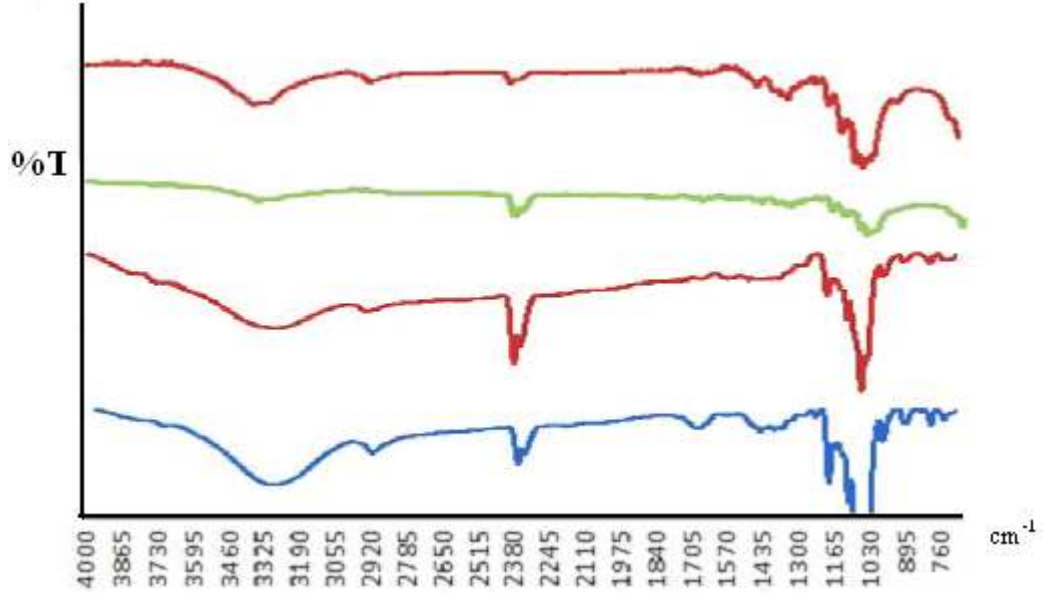
FTIR analizi kompleks oluşturma hakkında kesin bir bilgi vermemektedir. Fakat kompleks oluştuğunda bazı bantların kaydığı gözlenmektedir. Şekil 3.6 β -CD ait FT-IR spektrumları incelendiğinde β -CD'e ait OH gerilme vibrasyonu $3300-3600\text{ cm}^{-1}$ 'daki karakteristik pikleri görülmektedir. $1000-1260\text{ cm}^{-1}$ de ise C-O gerilme vibrasyonuna ait karakteristik pikler mevcuttur. Lavanta yağının C=O ve C-O gerilme bantlarındaki karakteristik pik değerleri sırası ile 1740 cm^{-1} ve 1200 cm^{-1} dir. Lavanta yağı: β -CD kompleksi toz örneği ve kompleks aplike edilmiş kumaş örneklerine ait FT-IR spektrumu incelendiğinde lavanta yağının 1740 cm^{-1} C=O gerilme bandının β -CD' ile oluşan kompleksleşme sonucunda 1735 cm^{-1} e ve 1200 cm^{-1} 'deki C-O gerilme bandının ise 1205 cm^{-1} 'e kaydığı görülmektedir. FT-IR spektrumu değerlendirildiğinde lavanta yağı ile β -CD'nin kompleks oluşturduğu sonucuna varılmaktadır.



Şekil 3.7 Aşağıdan yukarıya doğru β -CD, üzüm çekirdeği yağı: β -CD kompleksi toz örneği, üzüm çekirdeği yağı, üzüm çekirdeği yağı: β -CD kompleksi aplike edilmiş yıkanmamış kumaş ve üzüm çekirdeği yağı: β -CD kompleksi aplike edilmiş 10 defa yıkanmış kumaş örneklerine ait FT-IR spektrumları görülmektedir.

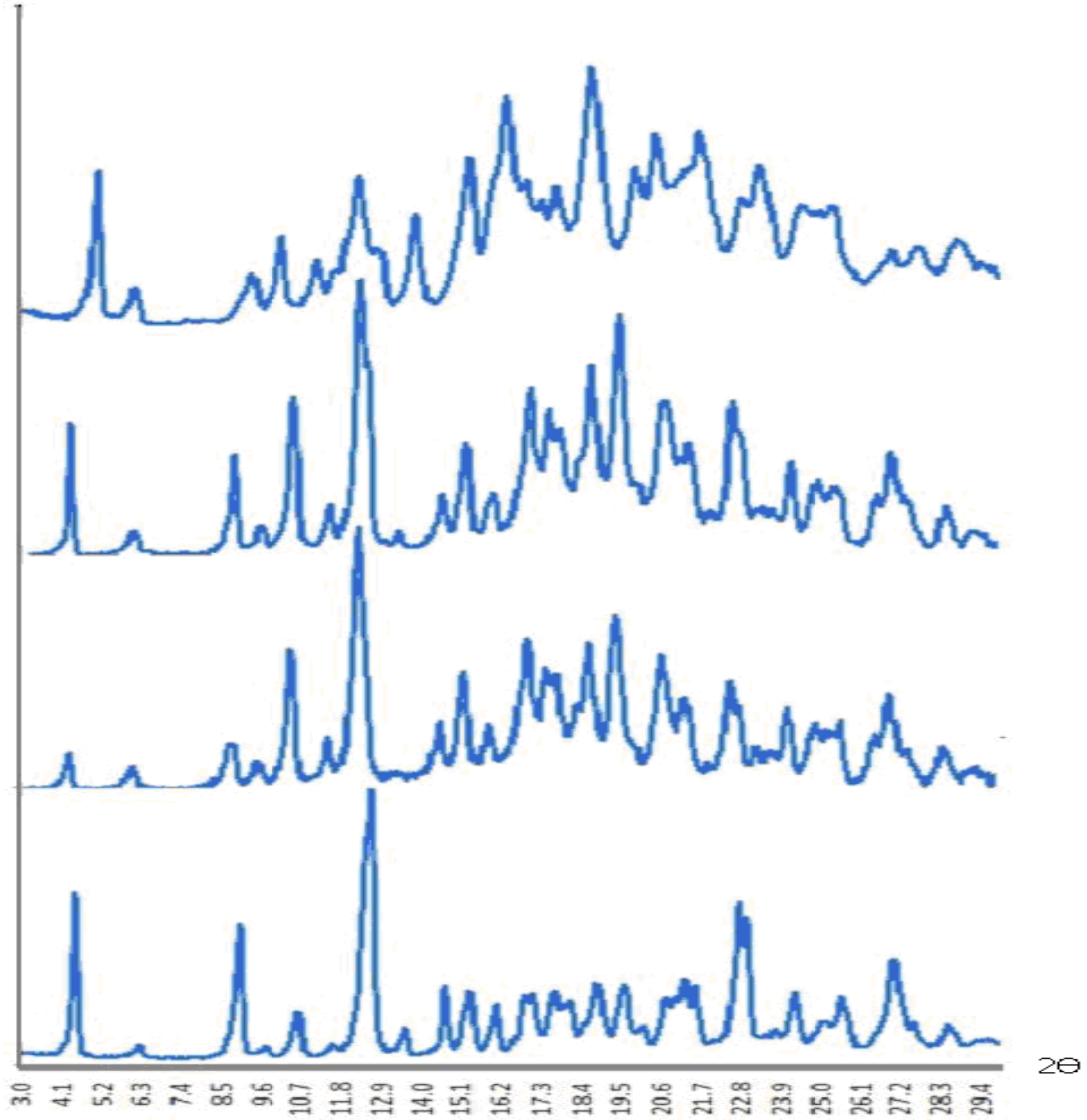
Şekil 3.7 incelendiğinde $1744,88 \text{ cm}^{-1}$ 'deki absorpsiyon bandı epikateşhin gallatın karbonil grubundaki $\text{C}=\text{O}$ bağına ait olabilir. Fenolik gruplardaki karbon-karbon arasındaki vibrasyon deformasyonu $1457,88 \text{ cm}^{-1}$ 'deki absorpsiyonu vermektedir. Üzüm çekirdeği bünyesinde bulunan taninlerin B halkasındaki hidroksilasyon durumları 720 cm^{-1} civarında görülmektedir. Bu adsorpsiyon aromatik halkaların bünyesindeki hidrojen atomlarının düzlemden dışarı deformasyonlarından kaynaklanmaktadır. 3300 cm^{-1} civarında oluşan pikler OH gruplarından kaynaklanmaktadır. 1026 cm^{-1} 'deki adsorpsiyon C-OH bağından kaynaklanmaktadır. β -siklodekstrindeki 1418 cm^{-1} 'de görülen C-H vibrasyonu, üzüm çekirdeğindeki fenolik grupların karbon-karbon vibrasyonu tarafından örtülmüştür. 2920 cm^{-1} civarında CH_2 gruplarına bağlı olarak gerilme vibrasyonu adsorpsiyon vermektedir. Üzüm çekirdeği yağı ile oluşan kompleks sonucunda bu adsorpsiyon daha keskin olmaktadır. 1080 cm^{-1} ve 1077 cm^{-1} 'deki adsorpsiyon hem şeker halkasındaki 5. ve 4. karbon arasında hem de tanenlerdeki A halkasında bulunan 2. ve 9. karbonlar

arasındaki C-O-C vibrasyonunu işaret etmektedir. 1152 cm^{-1} 'de görülen C-O gerilmesi, inkülüzyon kompleksi sonunda 1155 cm^{-1} 'e kaymıştır.



Şekil 3.8 Aşağıdan yukarıya doğru β -CD, E vitamini- β -CD kompleksi toz örneği, E vitamini- β -CD kompleksi aplike edilmiş yıkanmamış kumaş ve E vitamini- β -CD kompleksi aplike edilmiş 10 defa yıkanmış kumaş örneklerine ait FT-IR spektrumları görülmektedir.

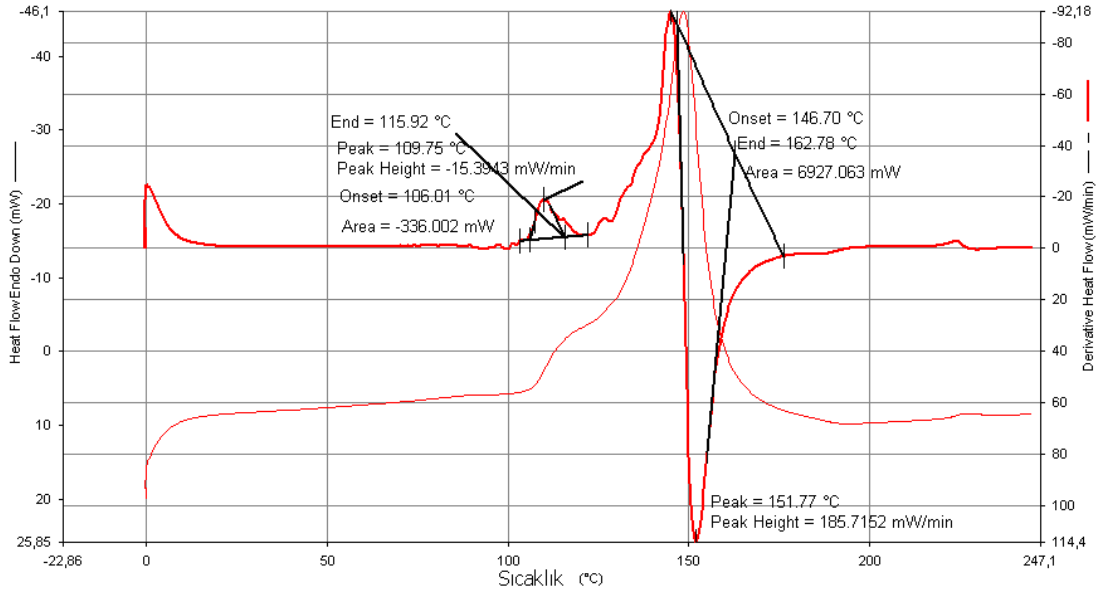
Şekil 3.8' de β -CD ait FT-IR spektrumları incelendiğinde β -CD'e ait OH gerilme vibrasyonu 3300-3600 cm^{-1} 'daki karakteristik pikleri görülmektedir. 1000-1260 cm^{-1} 'de ise C-O gerilme vibrasyonuna ait karakteristik pikler mevcuttur. E vitamini- β -CD kompleksine ait spektrumlarda ise 1600-1700 cm^{-1} 'de C=C bandına ve 900-1200 cm^{-1} 'de ise C-O bandına ait karakteristik pikler görülmektedir. Bu durum E vitamini ile β -CD'nin inklüzyon kompleksi oluşturduğunu göstermektedir.



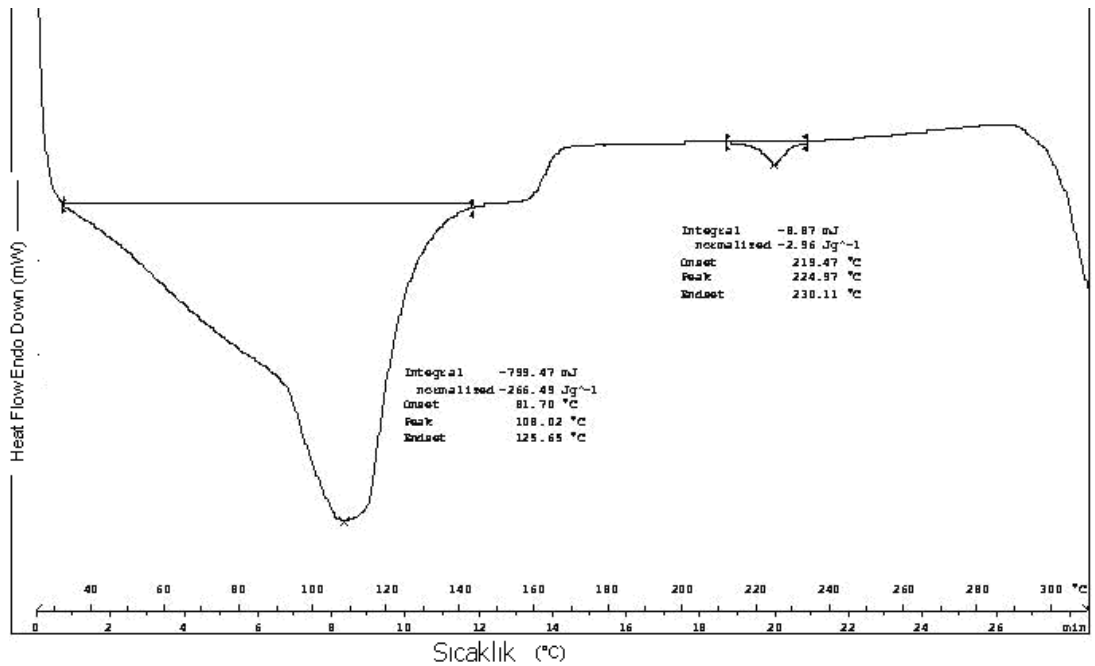
Şekil 3.9 Aşağıdan yukarıya doğru β -CD, lavanta yağı- β -CD kompleksi, üzüm çekirdeği yağı- β -CD kompleksi ve E vitamini- β -CD kompleksine ait toz örneklerin XRD grafikleri görülmektedir.

Şekil 3.9’ da β -CD, lavanta yağı- β -CD kompleksi, üzüm çekirdeği yağı- β -CD kompleksi ve E vitamini- β -CD kompleksine ait toz örneklerin XRD grafikleri görülmektedir. Boş β -CD’ e ait grafik incelendiğinde β -CD’nin kristalin yapıda olduğu görülmektedir. β -CD’e ait karakteristik pikler $2\theta = 12^\circ$ ve $2\theta = 22^\circ$ de görülmektedir. Lavanta yağı- β -CD ve üzüm çekirdeği yağı- β -CD komplekslerine ait grafikler incelendiğinde grafiğin $2\theta = 14^\circ$ ve $2\theta = 26^\circ$ ler arasında kristalin piklerin altında kalan alanın bir tümsek oluşturduğu görülmektedir. Bu tümsek yapı organik yağlar içindeki amorf yapıyı temsil etmektedir. Organik yağlar içindeki kristalin yapıli bileşiklere ait pikler ise $2\theta = 17^\circ$ ve $2\theta = 18.8^\circ$ de görülmektedir. E vitamini- β -

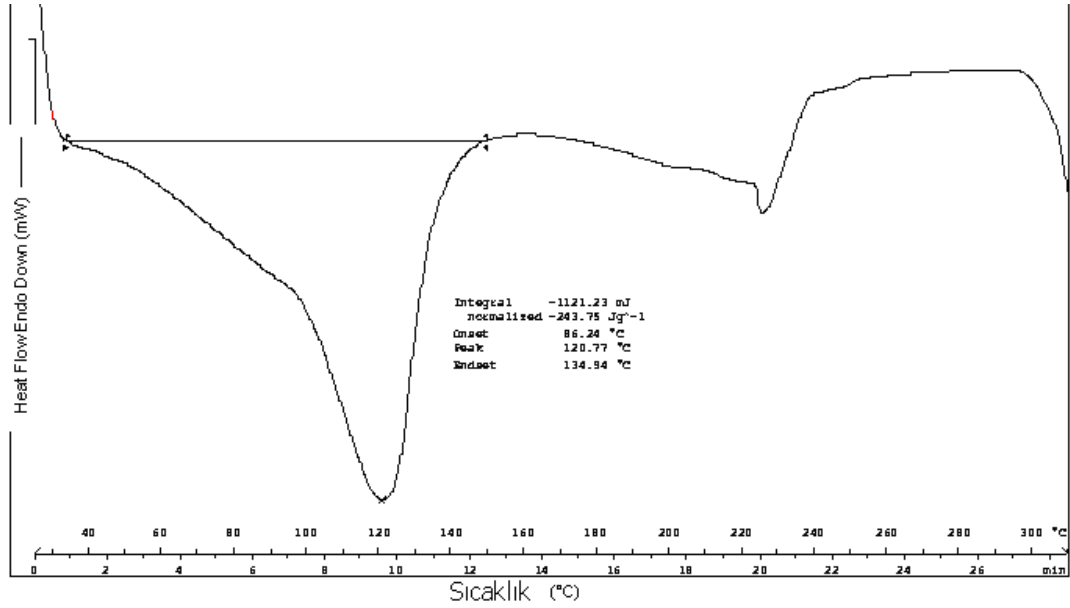
CD kompleksine ait grafik incelendiğinde ise β -CD'e ait piklerin şiddetinde bir azalma olduğu görülmektedir. Ayrıca E vitaminine ait karakteristik pikler ise $2\theta = 16.2^\circ$ ve $2\theta = 18.6^\circ$ de görülmektedir. $2\theta = 14^\circ$ ve $2\theta = 26^\circ$ ler arasında kristalin piklerin altında kalan alanın bir tümsek yapı ise E vitamini içindeki amorf yapıları göstermektedir.



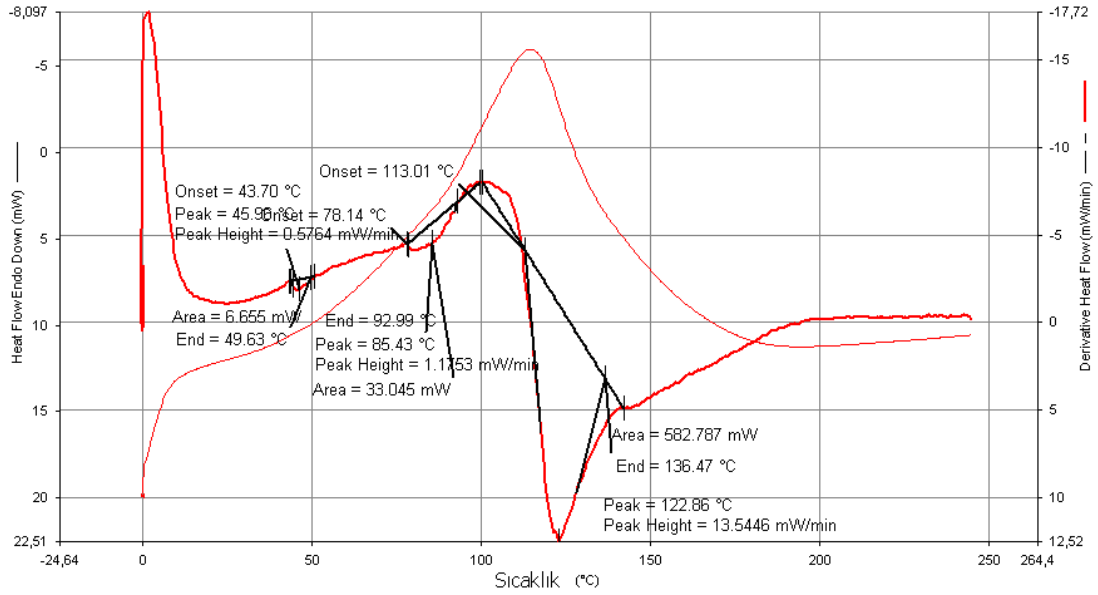
Şekil 3.10 β -CD'e ait DSC termogramı.



Şekil 3.11 Lavanta yağı: β -CD kompleksine ait DSC termogramı.



Şekil 3.12 Üzüm çekirdeği yağı: β -CD kompleksine ait DSC termogramı.



Şekil 3.13 E vitamini- β -CD kompleksine ait DSC termogramı.

β -CD, Lavanta yağı- β -CD, üzüm çekirdeği yağı- β -CD ve E vitamini- β -CD komplekslerine ait DSC termogramları incelendiğinde kompleksleşmenin gerçekleştiği görülmektedir. β -CD'nin DSC grafiğinde oldukça belirgin bir deformasyon görülmektedir.

3.2 MCT- β -Siklodekstrin ile Gerçekleştirilen Çalışmalar

Lavanta yağı etken maddesi ile MCT- β -CD'nin yoğurma yöntemi esasına göre inklüzyon kompleksi hazırlanmıştır. Kompleksleşme, lavanta yağı-MCT- β -CD'nin 2:1 mol oranında gerçekleştirilmiştir. FT-IR XRD ve DSC analizleri yapılarak kompleksleşme dereceleri incelenmiştir. Ayrıca lavanta yağı-MCT- β -CD kompleksi toz örneğinin ve kompleks aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerinin koku salım davranışları GC-MS ve KKM analizleri ile gerçekleştirilmiştir.

Lavanta yağı etken maddesi ile kompleks oluşturmuş MCTB-CD'nin toz örneği ve toz örnek aplike edilmiş; yıkanmamış kumaş ile 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine ait GC-MS bulguları Tablo 3.2' de görülmektedir. Tablo incelendiğinde lavanta yağı içindeki uçucu bileşikler (linalol, linalil asetat, trans-karyofilen, barneol ve beta-fençil alkol) farklılık zamanlarında tespit edilmiştir.

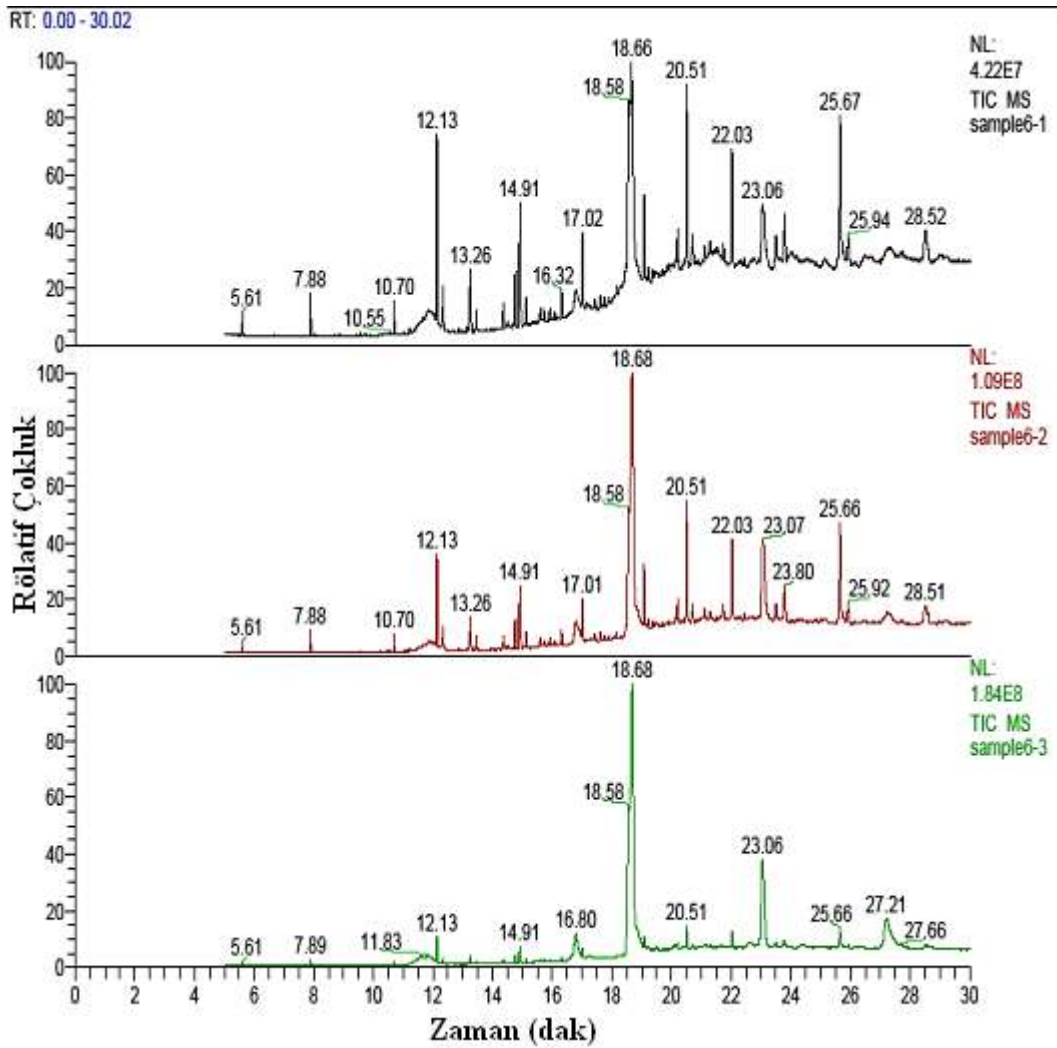
Tablo 3.2 GC-MS yöntemi sonucu örneklerde bulunan uçucu bileşikler ve % oranları

R _T	İSİM	YÜZDELER							
		B-CD				MCT-B-CD			
		1	2	3	4	5	6	7	8
12.14	Linalool	26.54	13.91	1.24	-	39.59	7.41	-	-
12.35	Linalil asetat	31.63	25.92	0.62	-	44.28	1.85	-	-
13.26	Trans-karyofillen	4.23	3.97	0.30	-	7.79	2.8	-	-
14.90	Borneol	2.40	5.46	-	-	3.61	5.05	-	-
15.13	Beta-fençil alkol	4.27	-	-	-	4.73	1.20	-	-
18.70	Oleil alkol	26.66	-	-	33.68	-	43.66	8.10	-
19.09	Dokosan	-	4.03	-	-	-	3.54	8.86	6.74
20.52	Oktadekan	-	5.08	2.64	-	-	6.75	15.09	11.05
23.11	Dibutil fitalat	4.27	-	9.04	10.46	-	8.38	15.94	9.99
23.81	Dotriakosan	-	10.55	0.95	-	-	-	5.37	4.12
25.66	1-Hegzadekanol	-	16.04	3.18	-	-	12.38	6.71	21.79
TOPLAM		100	84.96	17.97	44.14	100	93.02	60.07	53.69

1. Lavanta yağı- β -CD toz örnek, 2. Lavanta yağı- β -CD kapsülleri aplike edilmiş, yıkanmamış kumaş, 3. Lavanta yağı- β -CD kapsülleri aplike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaş, 4. Lavanta yağı- β -CD kapsülleri aplike edilmiş, 20 defa yıkanmış kumaş, 5. Lavanta yağı MCT- β -CD toz örnek, 6. Lavanta yağı-MCT- β -CD kapsülleri aplike edilmiş, yıkanmamış kumaş, 7. Lavanta yağı MCT- β -CD

kapsülleri aplike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaş, **8.** Lavanta yağı MCT- β -CD kapsülleri aplike edilmiş, 20 defa yıkanmış kumaş.

Lavanta yağı etken maddesi MCT- β -CD ile yoğurma yöntemi esasına göre inklüzyon kompleksi oluşturmuştur. Kompleksleşme, lavanta yağı: MCT- β -CD 2:1 mol oranında gerçekleştirilmiştir. GC-MS kromotogramı, FT-IR spektrumu, XRD ve DSC termogramları ile inklüzyon kompleksi oluşturma dereceleri incelenmiştir.

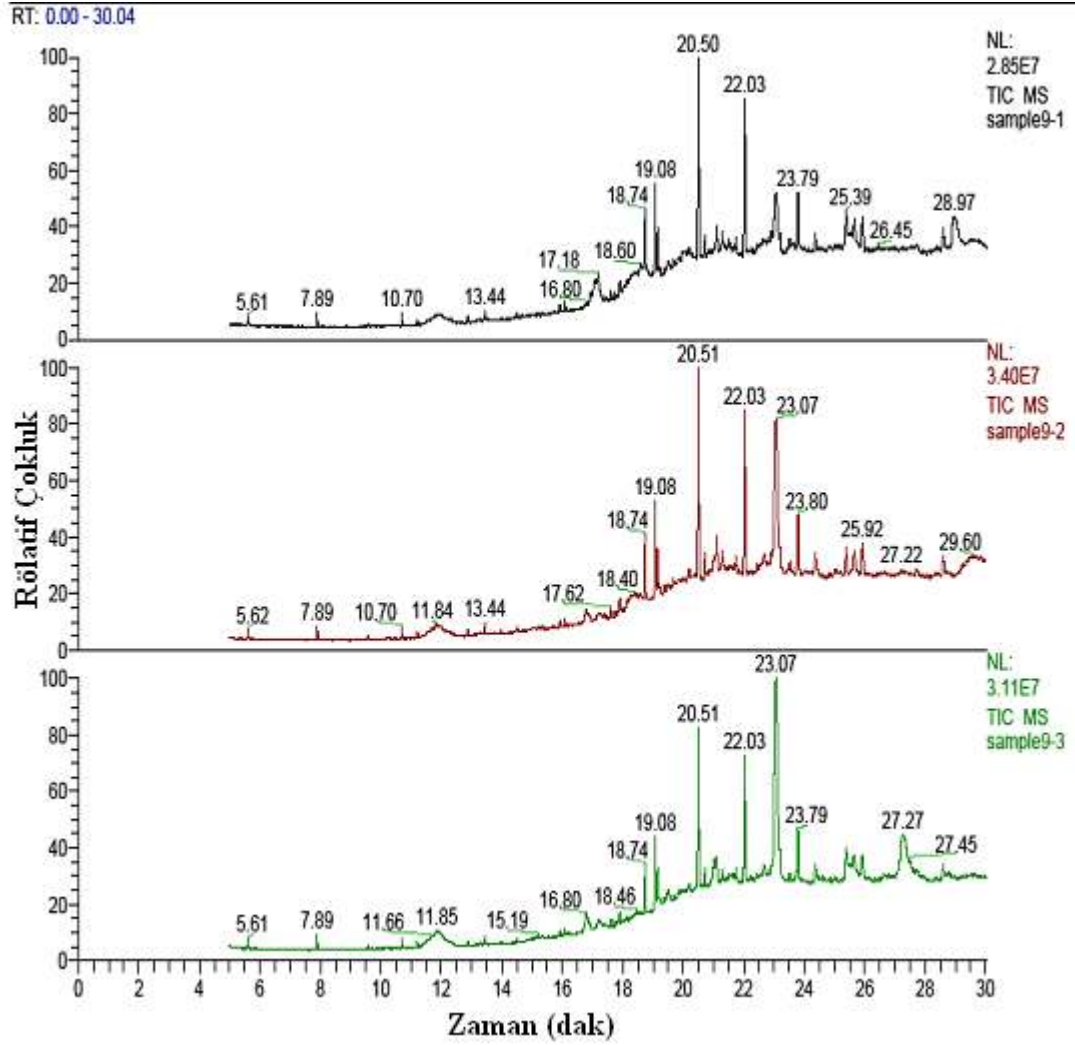


Şekil 3.14 Lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi aplike edilmiş, yıkanmamış kumaşın 3 enjeksiyon için GC-MS kromotogramları.

Lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi aplike edilmiş, yıkanmamış kumaşın GC-MS kromotogramı incelendiğinde, 12.14 ile 14.90 dak. alıkonma zamanları arasındaki piklerin lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklere ait olduğu görülmektedir.

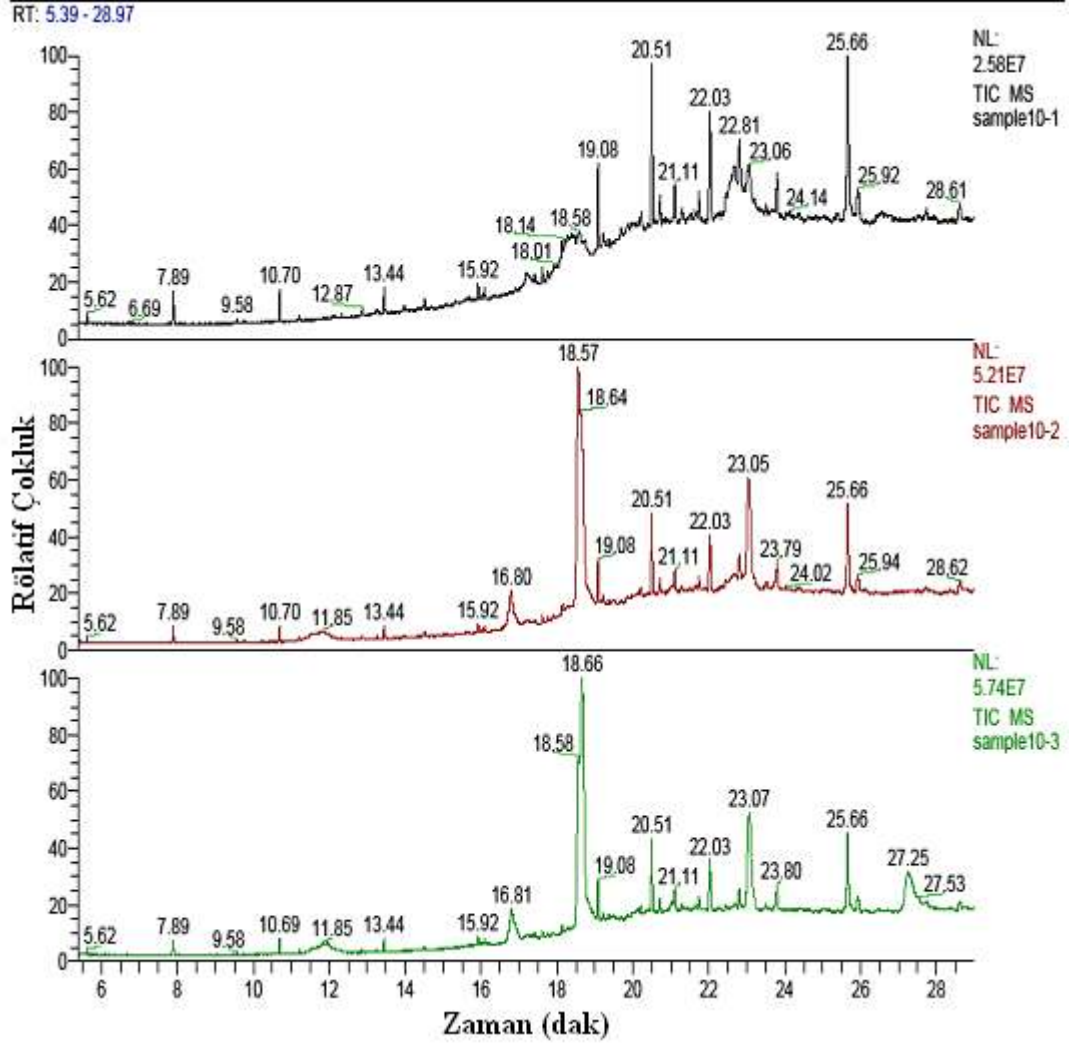
Lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi kumaşa herhangi bir bağlayıcı kullanılmadan aktarılmıştır. Lavanta yağı: MCT- β -CD toz örneğine ait kromotoğram incelendiğinde lavanta yağının, MCT- β -CD ile başarılı bir kompleks oluşturduğu sonucuna varılmıştır. Lavanta yağı içindeki uçucu bileşiğe ait 12.14 dak. alıkonma zamanındaki pik, 1 ve 5 numaralı örnekler için değerlendirildiğinde lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksinin, lavanta yağının: β -CD kompleksinden daha başarılı olduğu görülmektedir. Lavanta yağı içindeki uçucu bileşiğe ait 12.14 dak. alıkonma zamanında görülen pik, 2 ve 6 numaralı örnekler için değerlendirildiğinde ise β -CD'nin kumaş üzerinde kalma başarısının MCT- β -CD' ye kıyasla daha iyi olduğu sonucuna varılmıştır.

18.70 ile 25.66 dak. alıkonma zamanları arasındaki piklerin değerlendirilmesinde 5 ve 6 numaralı örneklere ait kromotogramlar kıyaslanmış ve piklerin kumaştan gelen kimyasallara ait olduğu sonucuna varılmıştır.



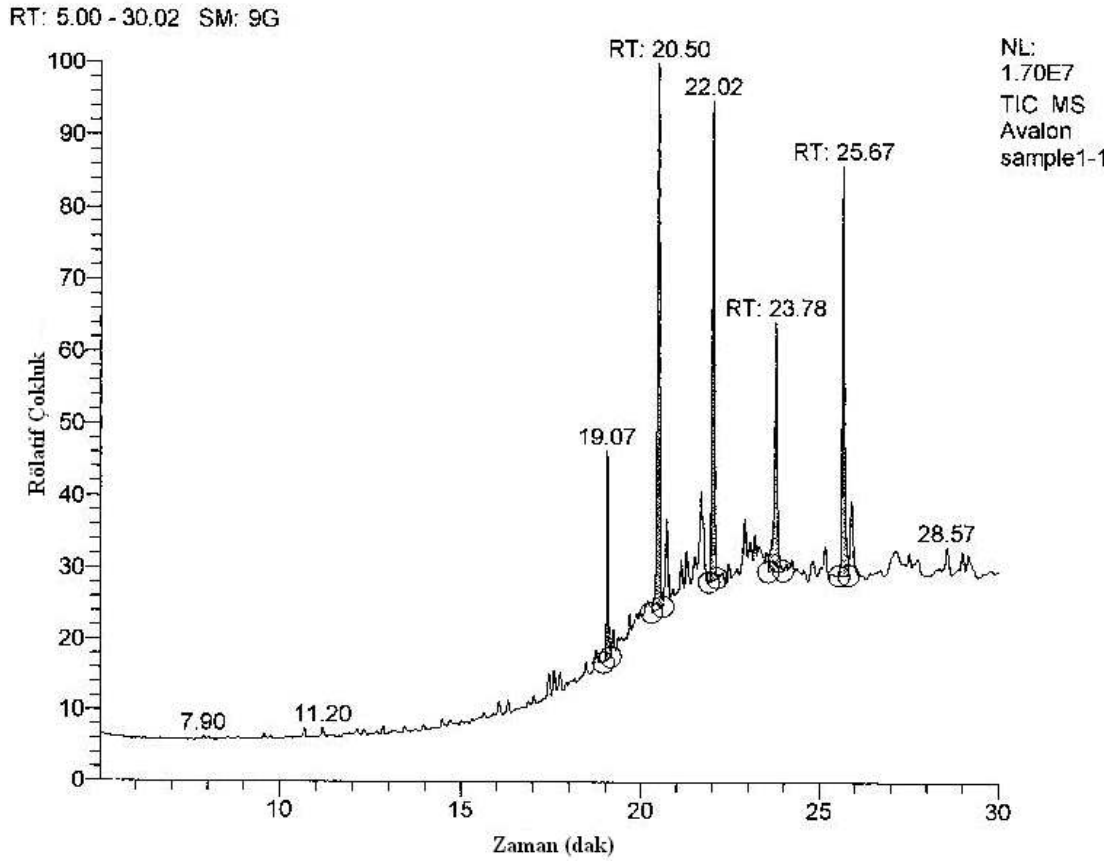
Şekil 3.15 Lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaşın 3 enjeksiyon için GC-MS kromotogramları.

Lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş, 10 defa yıkanmış kumaşın GC-MS kromotogramı incelendiğinde lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklere ait 12.14 ve 15.13 pikleri görülmemektedir. 18.70 ile 25.66 dakalı konma zamanları arasındaki pikler kumaştan ve yıkama sonrası kumaş üzerinde kalan deterjan artıklarından kaynaklanmaktadır. 12.14 ve 13.26 dak. alıkonma zamanları arasındaki pikler 3 ve 7 numaralı örnekler için karşılaştırıldığında β -CD'nin kumaş üzerine aplikasyonunun MCT- β -CD' den daha başarılı olduğu sonucu bir kez daha netlik kazanmıştır. Toplam kütleyi oluşturan bazı deterjan artığı bileşikler bulgu tablosunda gösterilmemektedir.



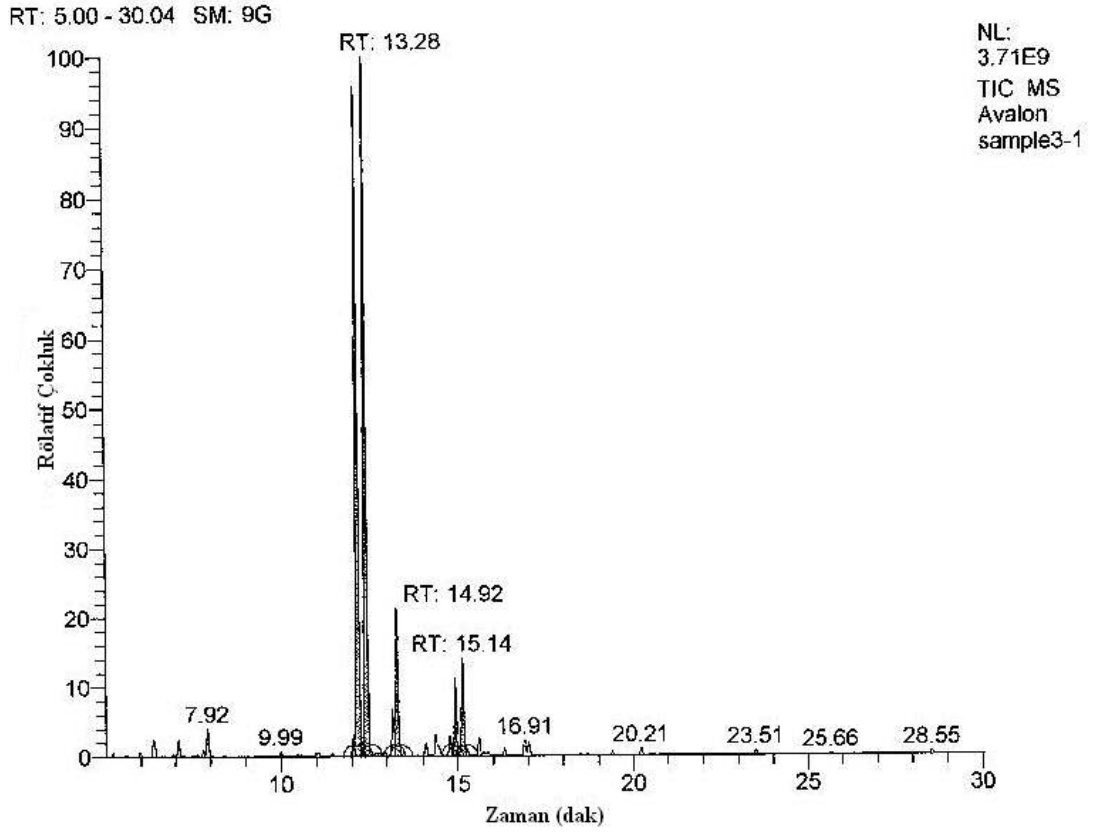
Şekil 3.16 Lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi aplike edilmiş 20 defa yıkanmış kumaşın 3 enjeksiyon için GC-MS kromotogramları.

Lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi aplike edilmiş 20 defa yıkanmış GC-MS kromotogramı incelendiğinde lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklere ait 12.14 ve 15.13 dak.alı konma zamanları arasında pikler görülmemektedir. Hem 8 hem de 7 numaralı örneklere ait kromotogramlarda da görüldüğü üzere lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi aplike edilmiş kumaş örneklerinin yıkama dayanımları yoktur.



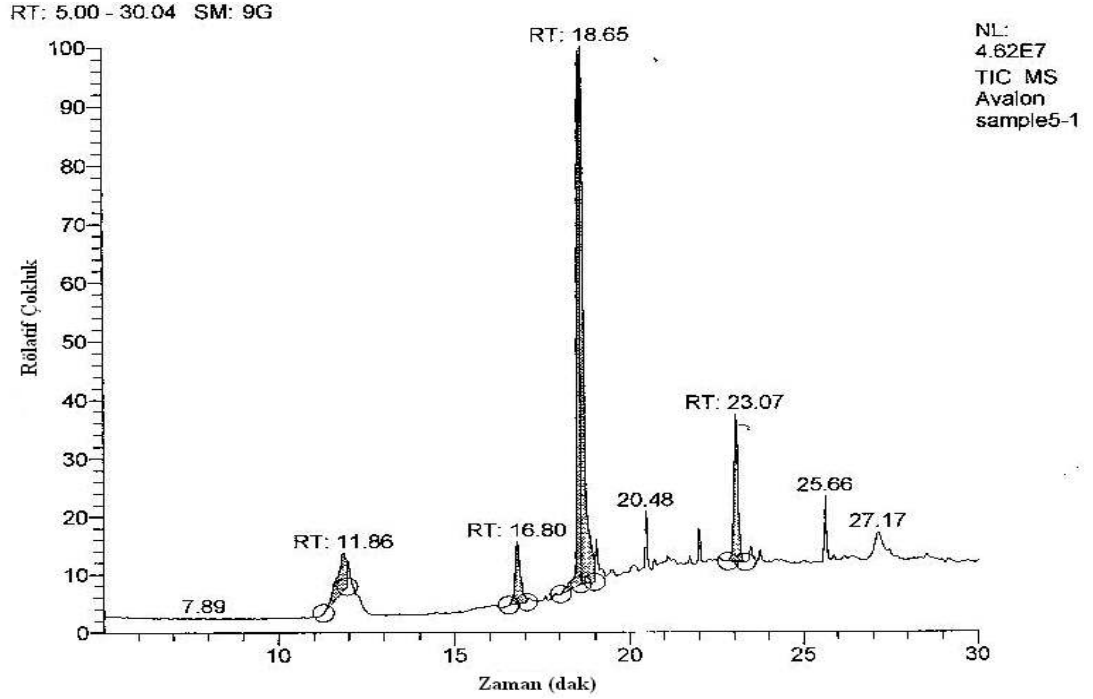
Şekil 3.17 İşlem gyoğurmamış kumaşın 1 enjeksiyon için GC-MS kromatogramı.

İşlem görmemiş kumaşa ait GC-MS kromatoğramı, lavanta yağı: β -CD ve lavanta yağı: MCT- β -CD kromatoğramları değerlendirilirken kumaştan gelen bileşiklerin belirlenmesinde kullanılmıştır. Kromatoğram incelendiğinde Lavanta yağına ait uçucu bileşiklerin gözlemlendiği 12.15 ve 15.13 dak. alıkonma zamanlarında herhangi bir pik görülmemektedir. Lavanta yağı: β -CD ve lavanta yağı: MCT- β -CD komplekslerinin apliedildiği kumaşlarda görülen bu pik değerlerinin lavanta yağına ait olduğu konusundaki sonucu desteklemektedir. 19.07 ve 28.57 dakikalari arasındaki piklerin kumaştan ve ekstraksiyon sırasında kullanılan kimyasallardan geldiği sonucuna varılmıştır.



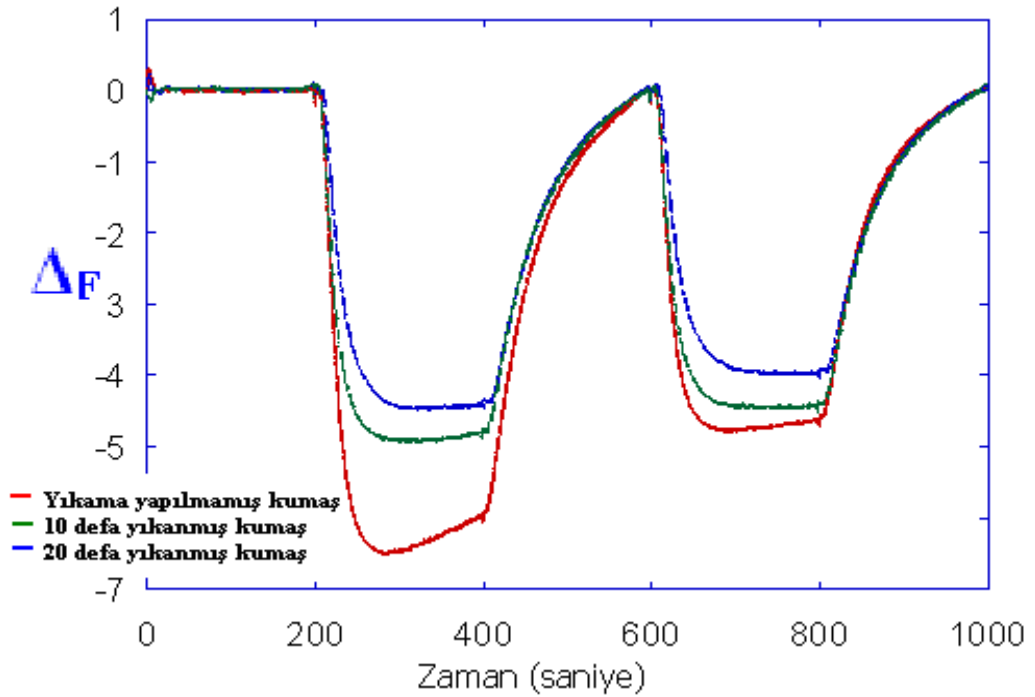
Şekil 3.18 Lavanta yağı: MCT- β -CD kompleksi toz örneğinin 1 enjeksiyon için GC-MS kromotogramı.

Lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi toz örneğinin GC-MS kromotogramı incelendiğinde, 12.14 ile 15.13 dak.alı konma zamanlarında lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklere ait pikler görülmektedir. Toplam kütlenin tamamının 12.14 ile 15.13 alıkonma zamanlarında görülmesi MCT- β -CD'nin lavanta yağıyla oldukça başarılı bir kompleksleşme meydana getirdiğini göstermektedir.



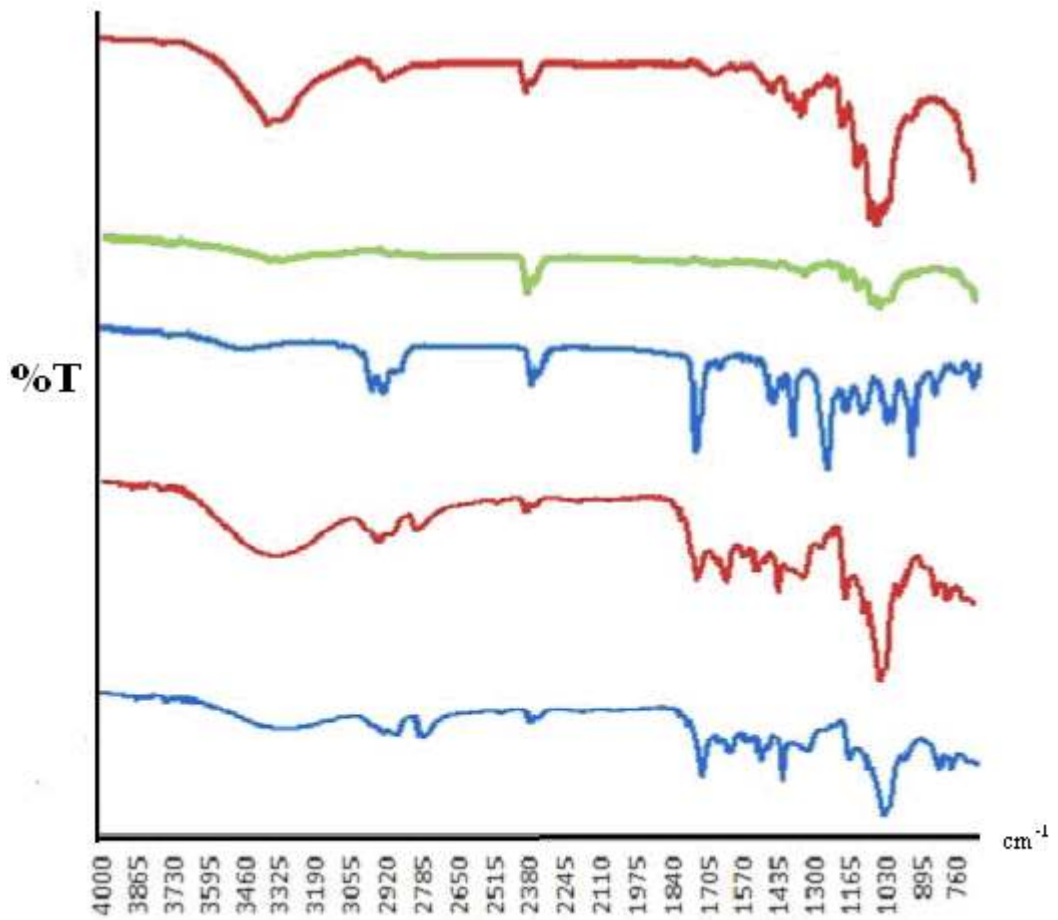
Şekil 3.19 β -CD aplike edilmiş kumaş örneğinin 1 enjeksiyon için GC-MS kromatogramı.

β -CD aplike edilmiş kumaş örneğinin GC-MS kromatogramı incelendiğinde 18.65 ile 23.07 dak.alı konma zamanları arasında görülen piklerin kumaşa ait olduğu yönündeki görüş kesinlik kazanmaktadır.



Şekil 3.20 Lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine ait QCM grafikleri.

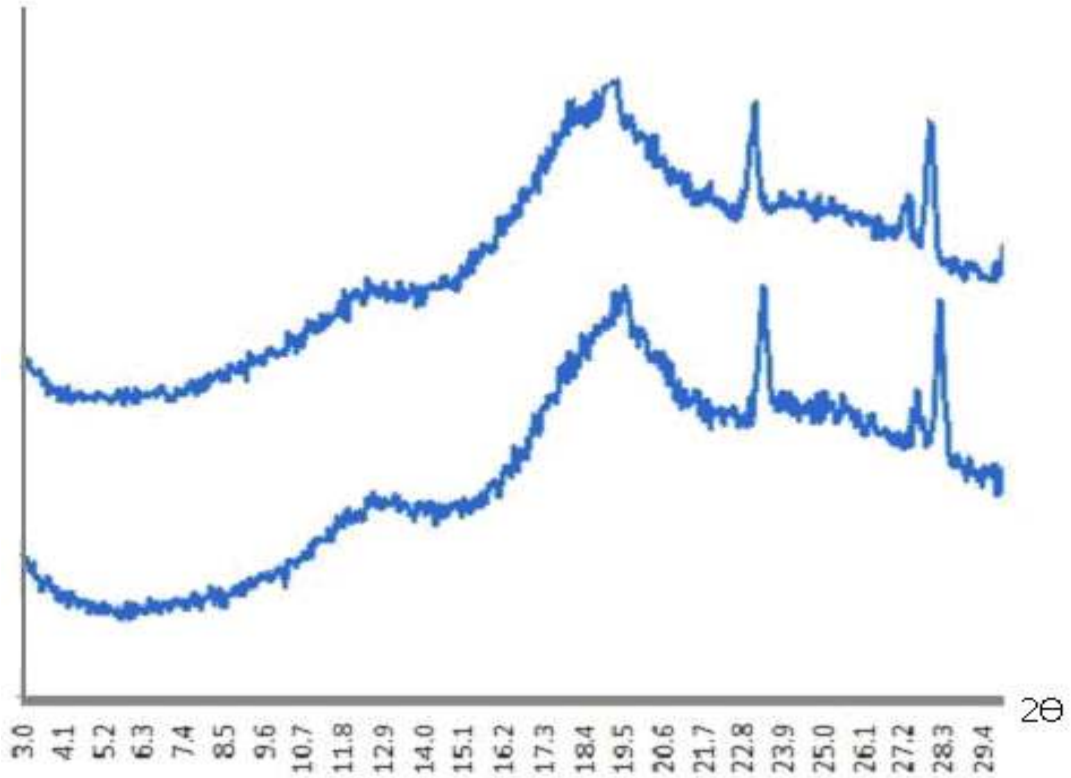
Şekil 3.20' de lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine ait QCM grafikleri görülmektedir. Grafik incelendiğinde yıkanmamış kumaş örneğinin 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerine kıyasla daha büyük frekans değişimi verdiği görülmektedir. Yıkama sonrasında lavanta yağı içindeki uçucu bileşiklerin miktarı azalmakta ve böylece sensör yüzeyine tutunan kütle azalmaktadır. Lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaş örneklerin GC-MS kromatogramları ile QCM grafikleri arasında bir uyum söz konusudur.



Şekil 3.21 Aşağıdan yukarıya doğru MCT- β -CD, lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi toz örneği, lavanta yağı, lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş yıkanmamış kumaş ve lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş 10 defa yıkanmış kumaş örneklerine ait FT-IR spektrumları görülmektedir.

Şekil 3.21' deki MCT- β -CD, lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi toz örneği, lavanta yağı, lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş yıkanmamış kumaş ve lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi applike edilmiş 10 defa yıkanmış kumaş

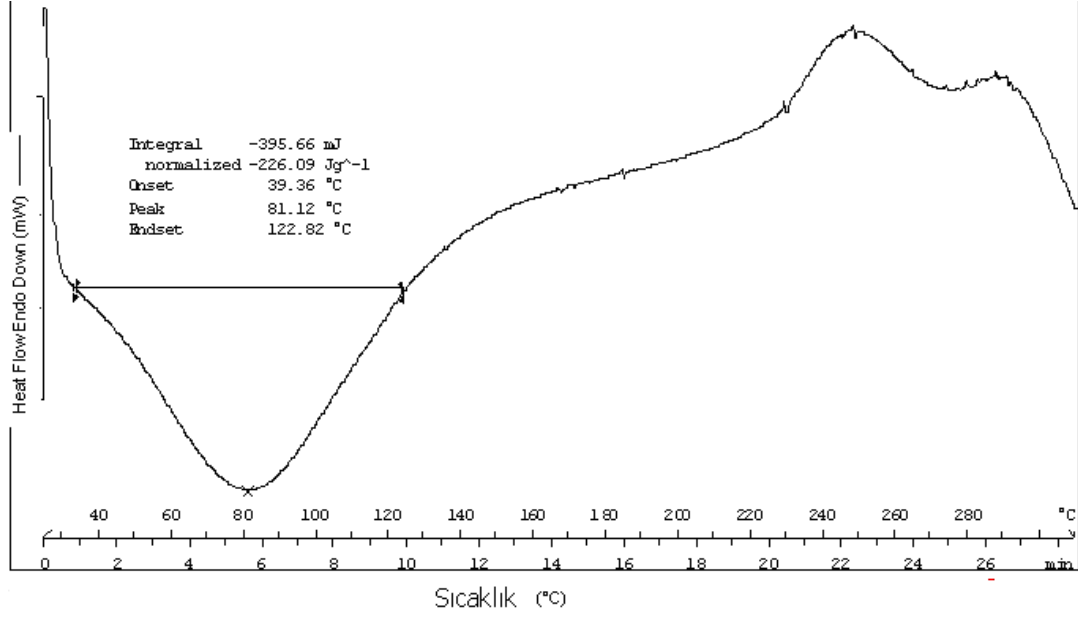
örneklerine ait FT-IR spektrumları görülmektedir. Lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi toz örneğine ait spektrum incelendiğinde lavanta yağının 1300-1000 cm^{-1} deki C-O bandına ait karakteristik pikin MCT- β -CD tarafından absorblandığı görülmektedir. MCT- β -CD' nin C=O bandına ait pikler 1820-1670 cm^{-1} görülmemektedir. Lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi aplike edilmiş kumaş örneklerine ait spektrumlar incelendiğinde ise belirgin bir pik görülmemektedir. Bu durumun lavanta yağı:MCT- β -CD komplekslerinin kumaşa yeterince bağlanamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Örneklere ait FT-IR spektrumları ile GC-MS kromatogramları karşılaştırıldığında veriler birbirini destekler niteliktedir.



Şekil 3.22 Aşağıdan yukarıya doğru MCT- β -CD, lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi toz örneklerine ait XRD termogramları

Şekil 3.22'de MCT- β -CD, lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksi toz örneklerine ait XRD termogramları görülmektedir. Termoğramlar incelendiğinde MCT- β -CD, lavanta yağı:MCT- β -CD komplekslerinin amorf yapıda oldukları görülmektedir. $2\theta=23^\circ$ ve $2\theta=28.3^\circ$ de görülen piklerin MCT- β -CD'den kaynaklandığı

düşünülmektedir. Kompleksleşme sonunda lavanta yağına ait karakteristik pikler gözlenememektedir.



Şekil 3.23 Lavanta yağı:MCT-β-CD kompleksine ait DSC termogramı

Lavanta yağı:MCT-β-CD kompleksine ait DSC termogramı şekil 3.23’ de görülmektedir. Termogram incelendiğinde lavanta yağı:MCT-β-CD kompleksleşmenin gerçekleştiği görülmektedir. Termogram FT-IR, GC-MS ve KKM analizleri ile aynı doğrultuda sonuç vermiştir.

Tablo 3.3 Spektrofotometre yöntemi ile kompleks applike edilmiş kumaşların sarılık-beyazlık değerleri

Kumaşlar	Sarılık (ASTM D 1925), (C-10°)	Beyazlık (Stensby), (D-65°)
İşlem görmemiş kumaş	7.029	87.227
Lavanta yağı:β-CD (Y)	4.306	87.068
Lavanta yağı:β-CD (10)	4.384	85.925
Lavanta yağı:β-CD (20)	5.137	85.870
Üzüm çekirdeği yağı:β-CD (Y)	3.959	87.072
Üzüm çekirdeği yağı:β-CD (10)	4.933	87.200
Üzüm çekirdeği yağı:β-CD (20)	4.477	87.115
Lavanta yağı:MCT-β-CD (Y)	5.561	84.526
Lavanta yağı:MCT-β-CD (10)	4.174	84.985
Lavanta yağı:MCT-β-CD (20)	5.493	84.093
E vitamini (Y)	5.481	83.100
E vitamini (10)	3.956	85.560
E vitamini (20)	5.661	83.537

Lavanta yağı-β-CD, üzüm çekirdeği yağı-β-CD, lavanta yağı-MCT-β-CD, ve E vitamini-β-CD inklüzyon kompleksleri applike edilmiş kumaşların yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış örneklerin aplikasyon öncesi ve sonrası sarılık-beyazlık dereceleri Minolta CM-3600d marka spektrofotometre ile Stensby formülüne göre hesaplanmıştır.

Tablo 3.3 incelendiğinde kompleks applike edilmiş kumaşların sarılık-beyazlık değerlerinde büyük bir fark gözlenmemektedir.

BÖLÜM DÖRT

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tez kapsamında koku metaryali olarak lavanta yağı (Sigma Aldich), antioksidan ve yaşlanma geciktirici olarak üzüm çekirdeği yağı (Sigma Aldich) ve nemlendirici, besleyici ve yaşlanma geciktirici olarak da E vitamini- β -CD (Wacker Chemie AG) etken maddeleri kullanılmıştır. Lavanta yağı ve üzüm çekirdeği yağı etken maddelerinin β -CD ve MCT- β -CD ile 2:1 mol oranında yoğurma yöntemi esasına göre inklüzyon kompleksleri hazırlanmıştır. E vitamini- β -CD kompleksi ise ticari olarak (Wacker Chemie AG) temin edilmiştir. Kompleksler %100 pamuklu havlu kumaşa aplike edilmiştir.

Lavanta yağı- β -CD, üzüm çekirdeği yağı- β -CD ve E vitamini- β -CD komplekslerinin fourier transform kızılötesi spektroskopisi, X ışını difraktometresi ve diferansiyel taramalı kalorimetri analizleri ile kompleksleşme dereceleri incelenmiştir. Kumaşa aplike edilmiş komplekslerin aplikasyon sonrası davranışları yıkanmamış ve 10 defa yıkanmış kumaşlar üzerinde fourier transform kızılötesi spektroskopisi ile incelenmiştir. Lavanta yağı- β -CD kompleksi ve kompleks aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaşların koku salım davranışları GC-MS ve KKM analizleri ile incelenmiştir.

Lavanta yağı-MCT- β -CD kompleksinin fourier transform kızılötesi spektroskopisi, X ışını difraktometresi ve diferansiyel taramalı kalorimetri analizleri ile kompleksleşme derecesi incelenmiştir. Kumaşa aplike edilmiş kompleksin aplikasyon sonrası davranışları fourier transform kızılötesi spektroskopisi ile incelenmiştir. Lavanta yağı-MCT- β -CD kompleksi ve kompleks aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaşların koku salım davranışları GC-MS ve KKM analizleri ile incelenmiştir.

Çalışma kapsamında seçilen aromatik yağların ve vitaminin β -CD ve MCT- β -CD ile yoğurma yöntemi esasına göre inklüzyon kompleksleri oluşturulmuştur.

Kompleksleşmenin etken madde/ β -CD ve etken madde/MCT- β -CD maddeleri ile 2:1 mol oranında başarı ile gerçekleştirildiği görülmektedir.

GC-MS çalışmaları sonucunda, ilgili örneklerin GC kromatogramları ve bu kromatogramlarda yer alan her pikin kütle spektrumlarının literatür verileri ve çalışmanın yapıldığı aletin kütüphane verileriyle karşılaştırılarak yapılan değerlendirmelerde, lavanta yağının MCT- β -CD ile kompleksleşme başarısının β -CD'den daha yüksek olduğu sonucuna varılmıştır. Ancak kumaşa aplike edilen lavanta yağı: β -CD komplekslerinin yıkama dayanımlarının lavanta yağı:MCT- β -CD kompleksinden çok daha başarılı olduğu tespit edilmiştir. Daha uzun ömürlü kokulu tekstil yüzeyi oluşturmada β -CD ile inklüzyon kompleksi oluşturmanın uygun bir yöntem olduğu sonucuna varılmıştır.

Çalışmada lavanta yağı- β -CD ve lavanta yağı-MCT- β -CD kompleksleri aplike edilmiş yıkanmamış, 10 ve 20 yıkama yapılmış kumaşların koku salım davranışları KKM sensör ile incelenmiştir. Yapılan incelemeler lavanta yağı içerikli kapsüllerin yıkama sonrasında koku salım davranışlarında azalma olduğunu göstermiştir. Lavanta yağı- β -CD aplike edilmiş 20 defa yıkanmış kumaş örneğine ait grafik incelendiğinde kumaşın koku yaymaya devam ettiği görülmüştür. KKM sensör ile tekstil metaryallerinden koku analizi yapılabileceği belirlenmiştir.

Kompleks aplike edilmiş kumaşların sararma dereceleri incelenmiş ve aplikasyon işleminin tekstil metaryalinde belirgin bir sararmaya neden olmadığı görülmüştür. Aromatik yağların ve vitaminlerin β -CD ve MCT- β -CD ile hazırlanan inklüzyon komplekslerinin tekstil yüzeylerine aplike edilmesinin kumaş yüzeyinde sararmaya neden olmayacağı sonucuna varılmıştır.

Saf esans yağlarının canlı organizmalar üzerinde çeşitli etkileri bulunmaktadır. Emosyon ve duygu-durum kontrolü, anksiyolitik, antidepresan, uyarılmışlık, hafızanın arttırılması, demansiyel hastalıklarda kognitif bozukluğun düzeltilmesi gibi birçok etkiye sahiptir. İlaçların yan etkileri son yıllarda doğal ilaç trendinin oluşmasına neden olmuş ve tamamlayıcı tedavinin önemi daha da artırmıştır.

Aromatik yağlar çeşitli farmasötik etkilerinin yanında duygular üzerinde de oldukça etkilidir. Uzun yaşam beklentisi bireylerde genç görünme isteği yaratmıştır. Yaşlanmaya bağlı etkiler kişinin genetik yapısıyla ilgili olduğu kadar yaşam koşullarına ve bedenine gösterdiği hassasiyete de bağlıdır. Bu nedenle kişisel bakımın önemi her geçen gün daha fazla anlaşılmaktadır. Cildimizin nem dengesini korumak büyük bir hassasiyet gerektirmektedir. Günümüzde kişisel bakım ürünleri krem, losyon ve maske benzeri ürünlerden oluşmaktadır. Bu ürünlerin düzenli kullanılması tempolu yaşam koşullarında oldukça zordur. Birçok insan kişisel bakımı için yeterli zamana ya da gelir düzeyine sahip değildir.

Bugün dünyada birçok firma kokulu tekstil yüzeyi üretmektedir. Ancak aromaterapik tekstil yüzeyi üretmeye yönelik çalışmalar yalnızca Japonya’da yürütülmektedir. Tamamlayıcı tedavi yöntemlerinin önem kazandığı şu günlerde aromatik yağ ve vitamin içeren tekstil ürünlerinin hem kullanıcılar hemde üretici firmalar açısından önemli olacağı düşünülmektedir.

Bu çalışma kişisel bakım ürünlerinin daha geniş bir kullanıcı kitlesinin hizmetine sunulması ve kullanımının kolaylaştırılması amacıyla gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada; aromaterapi ve SPA merkezlerinde veya kişisel bakım amaçlı kullanılmak üzere, birden fazla aromatik yağ ve vitamini bünyesinde bulunduran fonksiyonel bir ürün tasarlanmıştır. Ürünün uzun süreli hoş koku verici, nemlendirici, yaşlanmayı geciktirici, rahatlatıcı ve dinçleştirici etkileri sayesinde kullanıcının yaşam kalitesinde bir artış sağlanması hedeflenmiştir.

KAYNAKLAR

- Adamiec, J. ve Kalem, D. (2006). Analysis of microencapsulation ability of essential oils during spray drying. *Drying Technology*, 24, 1127-1132.
- Akçakoca, E.P. (2006). Siklodekstrinlerin İnküzyon Kompleksleri. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 2, 94-99
- Arshak, K., Moore, E., Lyons, G.M., Harris, J. ve Clifford, S. (2004). A review of gas sensors employed in electronic nose applications. *Sensor Review*, 24 (2), 181-198.
- Avcı, A., Dönmez, S. (2010). Siklodekstrinler ve Gıda Endüstrisinde Kullanımları. *Gıda*, 35(4), 305-312
- Badulescu, R., Vivod, V., Jausovec, D. ve Voncina, B. (2007). Grafting of ethylcellulose microcapsules on to cotton fibers. *Carbohydrate Polymers*, 71, 85-91.
- Banhegyi, Gy. (2004). Special polymers in sensorics - the “electronic nose, *Pro Quest Science Journals*, 4, 153.
- Bastard, J. ve Tiran, D. (2006). Aromatherapy and massage for antenatal anxiety: Its effect on the fetus. *Complementary Therapies in Clinical Practice*, 12, 48-54.
- Benita, S. (2005). *Microencapsulation Methods and Industrial Applications* (2nd ed.) Newyork: Taylor&Francis.
- Bhesh, R. ve Bhandari, B. (1998). Lemon oil to B-Cyclodextrin ratio effect on the inclusion efficiency of β -cyclodextrin and the retention of oil volatiles in the complex. *J. Agric. Food Chem.*, 46 (4), 1494-1499.
- Birimoğlu, T. (2005). *Tekstil & Teknik, Mart*, 194-198.
- Buckle, S. (2003). Aromatherapy and Massage. *Paediatric Nursing*, 15(6), 24-27.

- Buschmann, H.J., Knittel, P., Schollmeyer, E. (1996). Mglichkeiten des Einsatzes von Cyclodextrin-Farbstoff Komplexen In Farbeprozessen. *Tekstilveredlung*, 31(5/6), 115-117.
- Ceylan, A.,(1987). *Tıbbi Bitkiler 2*. Ege niversitesi Ziraat Fakltesi Yayınları. No:481. İzmir.
- Ceylan, D., (2009). *Bazı Bacillus İzolatlarının Siklodekstrin Glukanotransferaz Enzimin Saflaştırılması ve Karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Ankara niversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mhendisliği Anabilim Dalı, Trkiye.
- Chao, W.X. ve Shui, C.L. (2003). Alternative route to fragrant fabrics. *International Dyer*, August, 14-19.
- Consales, M., Campopiano, S., Cutolo, A., Penza, M., Aversa, P., Cassano, G., Giordano, M., Cusano (2006). Carbon nanotubes thin films fiber optic and acoustic VOCs sensors: Performances analysis. *Sensors and Actuators B*, 118 (1-2), 232-242.
- etinkaya, B. (2007). *Aromaterapi masajının bebeklerde koliğın giderilmesi zerine etkisinin incelenmesi*. Doktora Tezi, İzmir: Ege niversitesi, Saėlık Bilimleri Enstitüsü, Programı Çocuk Saėlığı ve Hastalıkları Hemşireliği Anabilim Dalı.
- Deggennaro, M.D., Luzzi, L.A. (1975). Microencapsulation and Cosmetics. *Cosm. Perf.*, 90, 25-32.
- Del Valle, E.M.M. (2004). Cyclodextrins and their uses. *Process Biochem*, 39, 1033-1046.
- Demirel, M. G., (1993). *Salbutamol slfat mikrokapslleri zerinde alıřmalar*, Anadolu niversitesi Saėlık Bilimleri Ens. Yüksek Lisans Tezi, 59 s.
- Edge, J. (2003). A pilot study addressing the effect of aromatherapy massage on mood, anxiety and relaxation in adult mental health. *Comp. Therapies in Nursing & Midwifery*, 9, 90-97.

- Erkan, G. (2008). *Bazı anifungal ajanların mikrokapsülasyonu ve tekstil materyallerine uygulaması*. DEÜ Fen Bilimleri Ens. Doktora Tezi, 146 s.
- Fend, R., Bessant, C., Williams, A.J., Woodman, A.C. (2003). Monitoring haemodialysis using electronic nose and chemometrics. *Biosens and Bioelectronics*, 19 (12), 1581-1590.
- Filenko, D., Gotszalk, T., Kazantseva, Z., Rabinovich, O., Koshets, I., Shirshov, Yu., Kalchenko, V. ve Rangelowb I.W. (2005). Chemical gas sensors based on calixarene-coated discontinuous gold films. *Sensors and Actuators B* 111–112 , 264-270.
- Frömming, K.H. ve Szejtli, J. (1988). *Cyclodextrins in pharmacy*, Dordrecht, Netherland, Kluwer Academic Science.
- Ghosh, S.K. (2006). *Functional coatings and microencapsulation: A general perspective*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA.
- Hasni, I., Philippe, B., Saber, H., Guy, S., Carpentier, R., Tajmir-Riahi, H.A. (2010). Interaction of milk α - and β -caseins with tea polyphenols. *Food Chemistry*, 126 (2), 2630-639
- Helena, M. ve Marques, C. (2010). A review on cyclodextrin encapsulation of essential oils and volatiles. *Flavour Fragr. J.*, 25, 313-326.
- Heuberger, E., Hongratanaworakit, T., Böhm, C., Weber, R. ve Buchbauer, G. (2001). Effects of chiral fragrances on human autonomic nervous system parameters and self-evaluation, *Chem. Senses*, 26, 281-292.
- Hong K. ve Park, S. (1999c). Preparation and characterization of poliurea microcapsules with different diamines. *Materials Research Bulletin*, 34 (6), 963–969.

- Hong, K. ve Park S. (1999b). Preparation of polyurethane microcapsules with different soft segments and their characteristics. *Reactive & Functional Polymers* 42, 193–200.
- Hong, K. ve Park, S. (1999a). Melamine resin microcapsules containing fragrant oil: synthesis and characterization. *Materials Chemistry and Physics*, 58 (2), 128–131.
- Hong, K., ve Park, S. (2000). Preparation of poly(L-Lactide) microcapsules for fragrant fiber and their characteristics. *Polymer*, 41(12), 4567–4572.
- Hsieh, W. C. ve Chang, Y. G. (2006). Controlled release properties of chitosan encapsulated volatile citronella oil microcapsules by thermal treatments. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 53 , 209–214.
- Hur, M. H., Oh, H., Lee, M. S., Kim, C. C., A. N. ve Shin, G. R. (2007). Effects of aromatherapy massage on blood pressure and lipid profile in Korean climacteric women. *Int J Neurosci.* 117 (9), 1281-1287.
- Imura, M., Misao, H. ve Ushijima, H. (2006). The psychological effects of aromatherapy-massage in healthy postpartum mothers. *J Midwifery Womens Health*, 51, 21–27.
- International Textile Conference on the New Millennium of Textiles, AATCC IC&E, Winston-Salem, NC.
- Kara, S., Kemaloğlu, S. ve Belen, Y. Ş. (2004). En sistemi kullanılarak bakteri ve mantar türlerinin sınıflandırılması, *Biyomut, National Meeting On Biomedical Engineering*, İstanbul – Türkiye.
- Kaş, S. (2002). *İlaç Taşıyıcı Sistemler, Kontrollü Salım Sistemleri*. İstanbul: Kontrollü Salım Sistemleri Derneği Yayınları, No:1.
- Koshets, I. A., Kazantseva, Z.I., Shirshov, Yu. M., Cherenok, S.M. ve Kalchenko, V.I. (2005). Calixarene films as sensitive coatings for KKM-based gas sensors. *Sensors and Actuators B* ,106 (1), 177–181.

- Köse, E., Sarsılmaz, M., Öğetürk, M, Kuş, İ., Kavaklı, ve Zararsız,A.İ. (2007). Öğrenme davranışlarında gül esans yağ aromasının rolü. *Fırat Tıp Dergisi*, 12 (3), 159-162.
- Kutlu, A.K.,Yılmaz, E.ve Çeçen, D. (2008). Effects of aroma inhalation on examination anxiety. *Teaching and Learning in Nursin* , 3, 125–130.
- Küthe, T. (2005). Body ve çoraplarda koku önleyici ve bakterilerden koruyucu terbiye. *Tekstil Maraton Dergisi*, Eylül-Ekim, 5.
- Kyle, G. (2006). Evaluating the effectiveness of aromatherapy in reducing levels of anxiety in palliative care patients: Results of a pilot study. *Complementary Therapies In Clinical Practice*, 12 (2), 148–155.
- Lee, H. Y., Lee, S. J., Cheong I. W. ve Kim, J. H. (2002). Microencapsulation of fragrant oil via in situ polymerization: Effects of Ph and melamine-formaldehyde molar ratio. *Journal of Microencapsulation*, 19 (5), 559-569.
- Lin M., Yang Y., Xi P. ve Chen S. (2006). Microencapsulation of water-soluble flame retardant containing organophosphorus and its application on fabric. *Journal of Applied Polymer Science*, 102(5), 4915-4920.(1997).
- Lis-Balchin, M., Hart, S. (1997). A Preliminary Study of the Effect of Essential Oils on Skeletal and Smooth Muscle in vitro. *Journal of Ethnopharmacology*, 58, 183-187.
- Madan, P.L. (1978). Microencapsulation, *Drug Cosm. Ind.*, 122, 47-52.
- Mirmohseni, A. ve Hassanzadeh, V. (2001). Application of polymer-coated Quartz Crystal Microbalance (KKM) as a sensor for BTEX compounds vapors. *Journal of Applied Polymer Science*, 79 (6), 1062-1066.
- Mohapatra, P. (2003). *Evaluation of an electronic nose for monitoring roasting of cashew kernels*. School of Environment Resources and Development, Thesis.

- Moldenhausser, J.P. ve Hohberg, T. (2004). Cyclodextrins basic properties and selected applications, *Wacker Silicones Eğitim Semineri*.
- Monllor, P., Bonet, M.A. ve Cases, F. (2007). Characterization of the behaviour of flavour microcapsules in cotton fabrics. *European Polymer Journal*, 43 (6), 2481–2490.
- Mumyalmaz, B., Özmen, A., Ebeoğlu, M. A. ve Tasaltın, C. (2008). Predicting gas concentrations of ternary gas mixtures for a predefined 3-D sample space. *Sensors and Actuators B*, 128 (2), 594-602.
- Nelson, G. (2002). Application of Microencapsulation in Textiles. *International Journal of Pharmaceutics*, 242(1-2), 55-62.
- Norrish, M.I.K. ve Dwyer K. L. (2004). Preliminary investigation of the effect of peppermint oil on an objective measure of daytime sleepiness. *International Journal of Psychophysiology*, 55, 291– 298.
- Önder E. ve Sarier N. (2005). A comparative study of thermally enhanced fabrics based on the microencapsulation techniques used. *Proceedings of Intelligent Ambience and Well-Being*, Tampere University of Technology, Finlandiya, 19-20 Eylül, 14,20.
- Övez, B. ve Yüksel, M. (2002). Parfümlerin çapraz bağlı mikrokapsüllerden yavaş salgılanmaları. *Ekoloji Dergisi*, 10 (43), 26-29.
- Özgan, A., (2008). *Fonksiyonel yumurta eldesinde üzüm çekirdeği yağının kullanım olanakları*. Çukurova Üniversitesi Fen bilimleri Ens. Yüksek Lisans Tezi. 58 s.
- Özmen, A., Ebeoğlu, M.A., Tekce, F., Taşaltın, C. ve Öztürk, Z.Z. (2006). Finding the composition of gas mixtures by a phthalocyanine coated KKM sensor array and an artificial neural network. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 115 (1), 450-454.

- Öztürk, H. (2008). *Sentetik diyabetli efesindeki aseton miktarının elektronik burun ve yoğunlaştırıcı kullanılarak belirlenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı.
- Öztürk, Z. Z. (2005). Yeni bir bilim dalı: Koku ölçümü? *Gyte E-bülten*, Sayı 9.
- Pardo, M., Niederjaufner, G., Comini, E., Faglia, G. ve Sberveglieri, G. (1999). Use a electronic nose to classify different types of Italian cheeses. *Proceedings of the 5th International Symposium On Olfaction and The Electronic Nose*, Technomic Publishing Company Inc., 43-50.
- Park, S., Yang, Y. ve Lee, H. (2004). Effect of acid–base interaction between silica and fragrant oil in the Pcl/Peg microcapsules. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 38 (1–2), 35–40.
- Phillips, M., Gleeson, K., Hughes, J. M., Greenberg, J., Catoneo, N. R. ve Baker, L. (1999). Volatile organic compounds in breath as markers of lung cancer: a cross-sectional study. *The lancet*, 353, 9168, 1897-1898.
- Ping, W., Yi, T., Haibao X. ve Farong, S. (1996). A novel method for diabetes diagnosis based on electronic nose. *Biosens and Bioelectronics*, 12, 9-10, 1031-1036.
- Podhaisky H.P., Wohlrab W., (2002). Is the photoprotective effect of vitamin E based on its antioxidative capacity, *Journal of Dermatological Science* 28 (2002) 84–86
- Rigotti A.,(2007). Absorption, transport, and tissue delivery of vitamin E, *Molecular Aspects of Medicine* 28 (2007) 423–436
- Risch S.J., Reineccius G.A. (1989). *Flavor encapsulation*. American Chemical Society, Washington DC, USA.

- Rodrigues, S.N., Martins, I.M, Fernandes, I.P., Gomes, P.B., Mata, V.G., Barreiro, M.F. ve Rodrigues, A.E (2009). Scentfashion: Microencapsulated perfumes for textile application. *Chemical Engineering Journal*, 149, 1–3, 463–472.
- Rodriguez, J., Duran, C. ve Reyes, A. (2010). Electronic nose for quality control of colombian coffee through the detection of defects in “Cup Tests”. *Sensor*, 10 (1), 36-46.
- Ryabtsev, S.V., Shaposhnick, A.V., Lukin, A.N. ve Domashevskaya, E.P., (1999). Application of semiconductor gas sensors of medical diagnostics. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 59 (1), 26-29.
- Saraoglu, H. M. ve Edin, B. (2007). E-nose system for anesthetic dose level detection using artificial neural network. *Journal of Medical Systems*, 31 (6), 475–482.
- Saraoğlu, H. (2008). Elektronik burun teknolojisi ve uygulama alanları. *Akademik Bilişim*, Çanakkale 18 Mart Üniversitesi 30 Ocak-1 Şubat.
- Savarino, P., Parlati, S., Buscaino, R., Piccinini, P., Degani, I. ve Barni, E. (2004). Effects of additives on dyeing of polyamide fibres, Part I: β -cyclodextrin. *Dyes and Pigments*, 60, 223-232.
- Shao, Y., Martel, B., Morcellet, M. ve Weltrowski, M. (1996). Interactions between β -cyclodextrin and water-soluble dyes. *Canadian Textile Journal*, 113 (5), 53-58.
- Shimomura, K., Onozawa, H., Komiyama, J. ve Sehata, A. (2003). Lipid detergency as observed by the Quartz Microbalance Method. *Textile Research Journal*, 73 (6), 509-514.
- Song, L.X., Bai, L., Xu, X.M., He, J. ve Pan S.Z. (2009). Inclusion complexation, encapsulation interaction and inclusion number in cyclodextrin chemistry. *Coord Chem Rev*, 253, 1276-1284.

- Spangler, D. B., Wilkinson E. A., Murphy J. T. ve Tyler, B. J. (2001). Comparison of the preeta surface plasmon resonance sensor and a KKM for detection of escherichia coli heat-labile enterotoxin. *444*, 149-161.
- Sricharussin, W., Sopajaree, C., Maneerung, T. ve Sangsuriya, N. (2009). Modification of cotton fabrics with β -cyclodextrin derivative for aroma finishing. *The Journal of The Textile Institute*, 100 (8), 682–687.
- Szejtli, J. (1988). Cyclodextrin technology. J.E.D. Davies (Ed.), *Topics in inclusion science* (186-334). Dordrecht, Netherland: Kluwer Academic Science.
- Szejtli, J. (1998). Introduction and general overview of cyclodextrin chemistry. *Chem. Rev.*, 98, 1743-1753.
- Szejtli, J. (2003). Cyclodextrins in the textile industry. *Starch/Staerke*, 55 (5), 191-196.
- Szejtli, J. (2004). Past, present, and future of cyclodextrin research. *Pure Appl Chem*, 76, 1825-1845.
- Taneri, F. (2004). *Bazı mikrobiyal madelerin siklodekstrin komplekslerinin hazırlanması ve bunların farmasötik formülasyonlarda kullanımı*, Doktora tezi, İzmir: Ege Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü.
- Thies, C. (1996). *Microencapsulation methods and industrial application*. S. Benita, (Ed.), Marcel Dekker, New York:
- Tırnaksız, F. (2010). *Antioksidanların cilt bakım ürünlerinde kullanımı* 2011. http://www.teb.org.tr/images/upld2/ecza_akademi/makale/20110113035937kozmetik2.pdf
- Tonkova, A. (1998). Bacterial cyclodextrin glucanotransferase. *Enzyme and Microbial Technology*, 22, 678-686.

- Turon, X., Spence, K. ve Rojas, O. J. (2006). Cellulase activity on thin films of cellulose by KKM and SPR. *Forest Biomaterials Science and Engineering College of Natural Resources , NC State University, Raleigh, USA*.
- Uyar, T., Hacaloglu, J., Flemming ve Besenbacher. (2009). Electrospun polystyrene fibers containing high temperature stable volatile fragrance/flavor facilitated by cyclodextrin inclusion complexes. *Reactive & Functional Polymers*, 691, 45–50.
- Vandegear, J. E. (1973). *Microencapsulation*, New York: Plenum Press.
- Voncina, B., Kreft, O., Kokol, V. ve Chen, V.T. (2009). Encapsulation of rosemary oil in ethylcellulose microcapsules. *Textile and Polymer Journal*, 1 (1), 13-18.
- Wang, C., Chen, F. ve He, X.W. (2002). Kinetic detection of benzene/chloroform and toluene/chloroform vapors using a single quartz piezoelectric crystal coated with calix[6]arene. *Analytica Chimica Acta*, 464, 57–64.
- Wang, C.X. ve Chen, L. (2005). Fragrance-release property of β -cyclodextrin inclusion compounds and their application in aromatherapy. *Journal of Industrial Textiles*, 34 (3).
- Wang, C.X., ve Chen, L. S. (2005b). Aromachology and its application in the textile field. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 13, 41-54.
- Wein Breck, F., Minor, M. ve De Kruif, C.G. (2004). Microencapsulation of oils using whey protein/gum arabic coacervates. *Journal of Microencapsulation* 21, 667-679.
- Zhang, M.Q ve Rees, D. (1999). A review of recent applications of cyclodextrins for drug discovery. *Expert Opin Ther Pat*, 9 (2), 1697-1717.