

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**E VİTAMİNİNİN ELEKTRODÖNDÜRME YÖNTEMİYLE ENKAPSÜLASYONU
VE ELEKTRODÖNDÜRMEYİ ETKİLEYEN PARAMETRELERİN
İNCELENMESİ, NANOLİFLERİN KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tuğba YILMAZ

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Gıda Mühendisliği Programı

MAYIS 2015

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**E VİTAMİNİNİN ELEKTRODÖNDÜRME YÖNTEMİYLE ENKAPSÜLASYONU
VE ELEKTRODÖNDÜRMEYİ ETKİLEYEN PARAMETRELERİN
İNCELENMESİ, NANOLİFLERİN KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Tuğba YILMAZ
(506131541)**

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Gıda Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Filiz ALTAY

MAYIS 2015

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506131541 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Tuğba YILMAZ, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “E VİTAMİNİNİN ELEKTRODÖNDÜRME YÖNTEMİYLE ENKAPSÜLASYONU VE ELEKTRODÖNDÜRMEYİ ETKİLEYEN PARAMETRELERİN İNCELENMESİ, NANOLİFLERİN KARAKTERİZASYONU” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Doç. Dr. Filiz ALTAY**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Yrd. Doç. Dr. Funda KARBANCIOĞLU GÜLER**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. M. Zeki DURAK
Yıldız Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : 4 Mayıs 2015
Savunma Tarihi : 22 Mayıs 2015

Sevgili aileme ve deęerli dostlarıma,

ÖNSÖZ

Nanoteknolojinin diğer alanlardaki uygulamalarıyla karşılaştırıldığında gıdalardaki uygulamalarının daha az olmasının başlıca nedeni nano boyuttaki materyaller hakkında bilgilerin ve uygulamaların yeterli düzeyde olmamasıdır. Bu çalışma ile gıda alanında nanoteknoloji uygulamalarına katkıda bulunmak hedeflenmiştir. Bu çalışma aynı zamanda, ‘Kontrollü salım yapan nanolifli enkapsülasyon: nanolif karakterizasyonu, ısıt işlemlerin enkapsülasyon ve kontrollü salıma etkileri’ başlıklı, ‘1130491’ kodlu COST projesinin bir kısmını kapsamaktadır.

Bana bu tezi hazırlarken esirgemediği yardımı, motivasyonu, destek ve içtenliği için, kendisinden akademik ve sosyal anlamda çok şey öğrendiğim değerli tez danışmanım Doç. Dr. Filiz ALTAY’a içten teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarına yardımcı olan doktora öğrencisi Nagihan OKUTAN’a esirgemediği yardımı için teşekkür ederim. Ayrıca bu çalışma için gösterdiği motivasyonu ve arkadaşlığı için değerli arkadaşım Sena BAKIR’a ve değerli dostlarıma çok teşekkür ederim.

Son olarak, bu süreçte yanımda olarak, desteklerini esirgemeyen aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Mayıs 2015

Tuğba Yılmaz
(Gıda Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
SEMBOLLER	xiii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xv
ŞEKİL LİSTESİ.....	xvii
ÖZET	xix
SUMMARY	xxi
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı.....	2
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	3
2.1 Nanoteknoloji ve Gıdalarda Kullanım Alanları	3
2.2 E Vitamini	4
2.2.1 E vitamini yapısı	4
2.2.2 E Vitamininin önemi.....	5
2.2.3 E vitamininin gıdalarda kullanırken karşılaşılan problemler.....	6
2.2.4 E Vitamininin enkapsüle edilme sebepleri	8
2.3 Enkapsülasyon	8
2.3.1 Mikroenkapsülasyon.....	10
2.3.2 Nanoenkapsülasyon	12
2.3.2.1 Nanoenkapsülasyon yöntemleri	13
2.4 Nanolif Üretim Yöntemleri.....	14
2.5 Elektrodöndürme Yöntemiyle Enkapsülasyon.....	15
2.5.1 Elektrodöndürme tekniğinin tarihçesi.....	16
2.5.2 Elektrodöndürme işlemi.....	17
2.5.2.1 Çift eksenli elektrodöndürme işlemi.....	20
2.5.3 Elektrodöndürmeyi etkileyen faktörler	21
2.5.3.1 Çözelti özellikleri.....	21
Viskozite	21
Konsantrasyon.....	22
Moleküler ağırlık	22
Yüzey gerilimi	22
İletkenlik	23
Dielektrik özellik	24
2.5.3.2 Proses Parametreleri.....	24
Pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin etkisi	24
Voltajın etkisi.....	24
Çözelti debisi	25
Toplayıcı plakaya ait özellikler.....	25
2.5.3.3 Çevresel faktörler.....	26
2.5.4 E vitamininin jelatin ile enkapsülasyonunda kullanılan malzemeler.....	27

2.5.4.1 Jelatin	27
2.5.4.2 Asetik asit.....	28
2.6 Nanoliflerin karakterizasyonu	29
2.6.1 Zeta potansiyeli.....	29
2.6.2 Temas açısı	29
2.7 Hipotez	30
3. MATERYAL VE METOD	31
3.1 Materyal	31
3.2 Metod	31
3.2.1 Elektro cihazına beslenecek çözeltilerin hazırlanması	31
3.2.2 Çözelti özelliklerinin ölçülmesi	32
3.2.2.1 Çözeltilerin elektriksel iletkenliklerinin ölçülmesi	32
3.2.2.2 Çözeltilerin yüzey gerilimlerinin ölçülmesi.....	32
3.2.2.3 Çözeltilerin reolojik karakterizasyonu	32
3.2.2.4 Çözeltilerin dielektrik sabitlerinin ölçülmesi.....	33
3.2.3 E vitamini-Jelatin çözeltisi ile tek eksenli nanolif üretimi	34
3.2.4 Nanoliflerin karakterizasyonu.....	35
3.2.4.1 Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	35
3.2.4.2 Nanolifin temas açısı ölçümü.....	35
3.2.4.3 Nanolifin Zeta potansiyelinin ölçümü	36
3.2.4.4 Nanolifin difüzyon katsayısı ve partikül boyutu ölçümü.....	36
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	37
4.1 Çözelti Özellikleri	37
4.2 Çözeltilerin Dielektrik Sabiti Ölçüm Sonuçları	40
4.3 Nanoliflerin Karakterizasyonuna Dair Deney Sonuçları	41
4.3.1 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüsü	41
4.3.2 Nanolifin temas açısı ölçümü	42
4.3.3 Nanolifin Zeta potansiyeli	43
4.3.4 Difüzyon katsayısı	44
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	45
KAYNAKLAR	47
EKLER	55
ÖZGEÇMİŞ	89

KISALTMALAR

cm	: Santimetre
dk	: Dakika
DSC	: Diferansiyel tarama kalorimetresi
EVOH	: Etilen vinil alkol kopolimer
m	: Metre
mg	: Miligram
NaCl	: Sodyum klorür
nm	: Nanometre
PEO	: Polietilen oksit
PEO	: Polietilen oksit
PVA	: Polivinil asetat
s	: Saat
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
TEM	: Geçişli elektron mikroskobu
WAXD	: Geniş açılı X-ışını kırınımı

SEMBOLLER

K	: Kıvam indeksi
n	: Akış davranış indeksi
μ	: Viskozite
ϵ	: Dielektrik Sabiti
τ	: Kayma gerilmesi
γ	: Kayma hızı

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3.1 : Jelatin çözeltisi ve E vitamini-jelatin çözeltisi hazırlanması	31
Çizelge 4.1 : Çözeltilerin özellikleri.....	37
Çizelge 4.2 : Jelatin çözeltisi dielektrik sabiti ölçüm sonuçları	40
Çizelge 4.3: Jelatin çözeltisi-E vitamini karışım çözeltisinin dielektrik sabiti ölçüm sonuçları	40

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : E Vitamini ailesinin üyelerinin moleküler yapıları.....	5
Şekil 2.2 : α - tokoferolün kimyasal yapısı.....	5
Şekil 2.3 : Polimer çözeltisi damlasının artan voltaj etkisiyle yarı küresel damladan (a), Taylor konisine geçişi (b,c), Taylor konisindeki şekli (d) ve Taylor konisinden bir jet halinde çıkışı.....	17
Şekil 2.4 : Whipping kararsızlığı ve Taylor konisi.....	18
Şekil 2.5 : Elektrodöndürme yöntemi ile nanolif üretiminin şematik gösterimi.	19
Şekil 3.1 : Elektrik iletkenliği ölçüm cihazı.	32
Şekil 3.2 : Reoloji ölçüm cihazı.	33
Şekil 3.3 : Dielektrik sabiti ölçüm cihazı.	34
Şekil 3.4 : Elektrodöndürme cihazı.	35
Şekil 3.5 : Yüzey gerilimi ve temas açısını ölçme cihazı.....	36
Şekil 4.1 : E Vitamini- Jelatin nanolifinin 5000 kere büyütülmüş SEM görüntüsü..	41
Şekil 4.2 : E Vitamini- Jelatin nanolifinin 50000 kere büyütülmüş SEM görüntüsü.	42

E VİTAMİNİNİN ELEKTRODÖNDÜRME YÖNTEMİYLE ENKAPSÜLASYONU VE ELEKTRODÖNDÜRMEYİ ETKİLEYEN PARAMETRELERİN İNCELENMESİ, NANOLİFLERİN KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Nanobilim ve nanoteknoloji çağımızın en önemli araştırma ve uygulama alanlarından biri olarak hızla gelişmektedir. Yeni teknikler kullanılması ve daha yüksek standartta ürünler üretilmesine olanak sağlayan nanoteknoloji son yıllarda dünya çapında büyük rağbet görmektedir. Nanoteknolojinin küresel ekonomiyi 2020 yılı itibarıyla en az 3 trilyon dolar etkileyeceği tahmin edilmektedir. Nanoteknoloji disiplinlerarası bir bilim olduğu için biyoloji, kimya, mühendislik ve fizik alanlarındaki araştırmalarda birçok bilim adamı ve çalışmayı bir araya getirmiştir. Ayrıca, bu durum sektörde yeni iş sahalarının açılmasına ve işveren talebinin artmasına sebep olmaktadır.

Nanoteknoloji, boyutları 0.1 ile 100 nm arasında değişen son derece küçük boyutlardaki malzeme ve aygıtların üretimini ve kullanımını içerir. Nanomateryaller nano ölçekli boyutlarından dolayı çok geniş bir yüzey-hacim oranına ve yüzey etkinliğine sahip olduğu için bu durum bulundukları malzemelere önemli özellikler kazandırmaktadır. Bulunduğu nano boyutlarından dolayı cisme önemli özellikler kazandıran nanopartikül içeren malzemelerin gelişimi, son yıllarda bir çok sektörde araştırılmaktadır ve bu durum kozmetik, gıda ve içecek, tekstil, ilaç, elektronik, bilgisayar araç gereçleri, yemek pişirme aletleri gibi çoğu endüstriye büyük avantaj sağlamaktadır. Gıda endüstrisinde nanoteknolojik uygulamalara bakıldığında nanoteknolojinin bir çok konuda potansiyel uygulama alanı olduğu görülmektedir. Gıda işleme, yeni fonksiyonel ürünlerin geliştirilmesi, biyoaktif maddelerin taşınması ve kontrollü salınımı, patojenlerin tesbiti, yeni paketleme ürünlerinin geliştirilerek raf ömrünün uzatılması bunlardan birkaç tanesidir. Son yıllarda fonksiyonel gıdaların geliştirilmesinde nanoteknolojik uygulamalardan faydalanılmaktadır. Yapılan çalışmalarda, nanoteknolojik yöntemlerin uygulanmasıyla, ürünlerin fonksiyonelliği ve fonksiyonel öğelerin vücut içinde gerekli noktalara dağıtımının etkinliği artırılması amaçlanmıştır.

E vitamini gıdaların fonksiyonelliğini artırmak için gıdalara eklenen bir vitamin çeşididir. Kendisi doğal antioksidan olduğu için bozunmaya eğilimlidir ve biyoyararlılıkları salım/dağıtım sırasında, bozunma ve düşük absorpsiyon nedeniyle sınırlanır. Bu gibi problemleri gidermek adına son yıllarda E vitamini gibi aktif maddeleri nano boyutta enkapsüle etme üzerine çalışmalar yapılmaktadır.

Bir biyoaktif maddenin başka bir madde içinde hapsedildiği bir işlem olarak tarif edilen enkapsülasyon işlemiyle birkaç nanometreden birkaç milimetreye kadar partüküller üretilmektedir. Enkapsülatların gıdanın yapısı ve görünüşü üzerindeki muhtemel etkisini minimum seviyeye düşürmek amacıyla son zamanlarda boyut küçültmeye artan bir ilgi mevcuttur (mikro boyuttan nano boyuta). Enkapsülatların

boyutunun küçültülmesi, spesifik fonksiyonel gıda uygulamaları üzerinde bazı ek yararlar sağıdır. Enkapsülasyon, biyoaktif maddenin stabilizasyonunun korunması, aroma gibi uçucu maddelerin hapsedilmesi, kimyasal reaksiyonlara karşı direnç sağlanması gibi faydalar sağlamaktadır. Ayrıca, E vitamininin polimerik nano partiküllerin içinde enkapsüle edilmesi çeşitli faydalara sahiptir. Bunlar; biyoaktif bileşenin korunması, biyoyararlılığın artırılması, kontrollü bir şekilde etki yerine bileşenin iletimi şeklinde sıralanabilir. Gıda maddelerini enkapsüle etmek için çeşitli yöntemler vardır. Bu çalışmada ise, polimer/biyopolimer bazlı nano boyutta liflerin üretilmesinde kullanılan, yüksek elektrik alanlarına dayalı yeni bir üretim teknolojisi olan elektrodöndürme tekniğı kullanılmıştır.

Yaptığımız çalışmada E vitamininin nanolif üretme yoluyla enkapsüle edilmesi gerçekleştirilmiştir. Doğal ve gıdalarda kullanımı uygun olan bir polimer olan jelatin ile kapsüllenen E vitamini-jelatin nanoliflerinin daha sonra karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. 22 kV, 0.5 ml/h debi, 10 cm plaka mesafesi koşullarında, E vitamini, jelatin polimeri içine nanoboyutlarda enkapsüle edilmiş ve nanolifler üretilmiştir. Çalışmada hazırlanan jelatin ve jelatin-E vitamini çözeltilerinin elektriksel iletkenliğı, yüzey gerilimi, dielektrik sabiti ve reolojik özellikleri belirlenmiştir. Daha sonra, elektrodöndürme yöntemiyle elde edilen nanoliflerin karakterizasyon amacıyla SEM görüntüleri alınmış, temas açısı, zeta potansiyeli, difüzyon katsayısı ve partikül boyutu ölçülmüştür. Ölçüm sonuçları literatür çalışmalarında elde edilen sonuçlar ile kıyaslanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, elektrodöndürme yöntemiyle 45 nm-300nm boyut aralğında nanolifler elde edilmiştir. Temas açısı ölçüm sonuçlarından ise E vitamininin, elde edilen nanolife hidrofilik karakter kazandırdığı görülmüştür. E vitamininin jelatine katılmasıyla elde edilen nanolifle, literatürden jelatin nanolifi kıyaslanmış ve E vitamininin nanolifin difüzyon yeteneğini artırdığı sonucuna varılmıştır. Zeta potansiyeli ölçüm sonuçlarından ise, E vitamini-jelatin nanolifinin literatürdeki jelatin nanolifi sonuçlarıyla kıyaslandığında, jelatin nanolifinin daha stabil olduğu görülmüştür. Elde edilen sonuçlar, proje kapsamında daha sonra gerçekleştirilecek olan E vitamininin kontrollü salımını incelemek için gerçekleştirilecek çalışmalara temel teşkil etmektedir.

NANOENCAPSULATION OF VITAMIN E VIA ELECTROSPINNING AND THE INVESTIGATION OF FACTORS AFFECTING ELECTROSPINNING, CHARACTERIZATION OF NANOFIBERS

SUMMARY

In today's world, nanoscience and nanotechnology researches and applications that are some of the most important studies has been developing rapidly. Due to using of new techniques and allowing the production of higher quality products, nanotechnology has caused a tremendous interest in research and commercial attention over the past decade. Nanotechnologies are estimated to impact at least \$3 trillion across the global economy by 2020. Since nanotechnology is an interdisciplinary area, it enables lots of scientist to be together from different disciplines such as biology, chemistry, engineering and physics. This situation causes that nanotechnology industries worldwide may require at least 6 million workers to support them by the end of the decade.

Nanotechnology includes the production and use of extremely small size of the materials and devices size ranging from 0.1 to 100 nm described as nanoplates, nanofibers and nanodots. Because it has a very large surface to volume ratio and surface activity due to their nanoscale size, it brings important features to the materials included. Development of materials containing nanoparticles have been investigated in many sectors in recent years and this provide great benefits to the industries like cosmetic, food and beverage, textile, pharmaceutical, electronics. Considering the technological applications in the food industry, it appears to have very potential applications in many aspects. Food processing, development of new functional products, transportation and controlled release of bioactive agents, detection of pathogens, extending the shelf life via developing new packaging products are some of the potential applications. In recent years, in order to improve the functional food products, scientists have been taking advantage of nanotechnology. In some studies, it is aimed to increase the effectiveness of the functionality of the products and distribution of these products to the required point in the body via implementation of nanotechnological methods.

The Vitamin E is a vitamin that is added to food products to enrich the functionality of food. Since Vitamin E is a natural and sensitive antioxidant to some conditions like heat, enzyme etc., it tends to be corrupted. Because of this situation its bioavailability is limited with corruption and lower absorption during the release/distrupction. In order to prevent the such problems, studies are conducted including nanoencapsulation of active materials like vitamin E.

The encapsulation procedure is defined as capturing of a bioactive material into another and with this procedure production of particules from nanometers to milimeters make possible. In recent years, there is an increasing interest about downsizing-from micrometers to nanometers- due to the aim of minimizing the

possible effect of encapsulated materials on the food structure and appearance. Downsizing the dimensions of the encapsulated materials has its own additional benefits on specific functional food practise. The encapsulation provides the protection of the stabilization of bioactive materials, imprisonment of volatile compound such as aroma, obtainment the resistance towards chemical reactions. Besides these, encapsulation of vitamin E into the polymeric nanoparticles has its advantages too. These advantages are preservation of bioactive component, enrichment of bioavailability and targeted delivery.

There are several ways for encapsulation of food materials. In this study, a new production technique called electrospinning technique which is based on high electric field was used. This technique is used to make production of polymer/biopolymer based nanofibers possible. Nanofibers are called as fibers with diameters from 1 to 100 nanometers. Several techniques were reported in early literature for the laboratory preparation of nanofibers. However, electrospinning is easier and more economical method comparing to other methods for obtaining nanomaterials and used in tissue engineering, biosensors, filtration, wound dressings, drug delivery, and enzyme immobilization. Electrospinning which renders electrostatic fiber formation utilizes electrical forces to produce polymer fibers with diameters ranging from 2 nm to several micrometers using polymer solutions of both natural and synthetic polymers. However, in food related studies, generally natural biopolymers are used.

In our study, nanoencapsulation of vitamin E by producing nanofibers was carried out. Then, it was carried out that vitamin E-gelatin nanofibers producing by using gelatin that is natural and suitable to use in foods were characterized. In study, vitamin E, which is encapsulated in gelatin polymer and nanoscale nanofibers were produced with these conditions: 22 kV voltage, 0.5 ml / h flow rate, 10 cm plates distance from syringe. Electrical conductivity, surface tension, dielectric constant and rheological properties of gelatin and vitamin E-gelatin solutions which are prepared before electrospinning process were determined. Then, SEM images, contact angle, zeta potential, diffusion coefficient and particle size was measured, which is required for the characterization of nanofibers producing by electrospinning method. The measurement results were compared with the results obtained in the literature.

According to SEM results, it was observed that production of nanofibers occurred ranging from 45 nm to 300 nm. These results have shown we achieved decreasing the size of materials. The zeta potential values of nanofibers obtained at 22kV were -1.16 ± 0.314 mV. Since this result is in the range between +25 and -25, these nanofibers are not stable in ethanol. Because of this reason, we decided vitamin E-gelatin nanofibers are not stable in ethanol. If we would like to see the nanofibers are stable in ethanol, it should have been out of this ranges. Also, according to the studies conducted by Okutan et al. (2014) under 28 kV, 1 ml/s flow rate and 10 cm plate distance, the zeta potential of gelatin nanofibers are $+12,40 \pm 0,00$. Comparing this result with our results, it can be seen gelatin nanofibers are more stable than our results. After contact angle experiments, it was shown that vitamin E added hydrophilic character to gelatin nanofibers when comparing to the conducted studies. Also, when comparing with our diffusion constant value ($0.223 \pm 0.015 \mu\text{m}^2/\text{s}$) with the experimental values ($0,65 \pm 0,04$) under 28 kV, 1 ml/s flow rate and 10 cm plate distance conditions, conducted by Okutan et al., 2014, it can be seen that E vitamin

has increased the diffusion ability of gelatin nanofibers. The obtained results are fundamental to the studies to investigate controlled release of vitamin E in the future projects.

1. GİRİŞ

Vitamin kelimesi, latince ‘yaşam’ anlamına gelen ‘vita’ sözcüğünden gelmektedir (Yazgünoğlu, 2002). İnsan vücudu vitaminlere çok küçük miktarlarda ihtiyaç duyar; bu durum onların ‘mikrobesin’ olarak adlandırılmalarının da sebebidir (Marcus, 2013).

Vitaminlere vücuttaki proseslerin çoğunda kimyasal reaksiyonları düzenlemek ve teşvik etmek amacıyla ihtiyaç duyulur. Onlar kemiklerin, bağ dokusu, diş ve kanın oluşmasında, vücut savunmasında ve iyileşmesinde yardımcı olurlar. Büyüme ve üremeye yardımcı olmaları ve merkezi sinir sistemini muhafazadaki etkileri diğer fonksiyonları arasındadır (Marcus, 2013). Vitaminlerin protein, karbonhidrat ve yağlarda olduğu gibi enerji sağlama özellikleri yoktur fakat bu bileşenlerin enerji açığa çıkaran reaksiyonlarında katalizör olarak görev almak vitaminlerin ana işlevidir. Vitaminler yağda eriyen (A, D, E ve K) ve suda eriyenler (B grubu vitaminleri, C vitamini, niasin, pantotenik asit, folik asit) olarak iki gruba ayrılır (Güngör, 2003).

Fonksiyonel gıda kategorisinde, vitamince zenginleştirilmiş gıdalar üretilmektedir (Marcus, 2013). E vitamini gibi doğal antioksidanlar bozunmaya eğilimlidir ve biyoyararlılıkları salım/dağıtım sırasında, bozunma ve düşük absorpsiyon nedeniyle sınırlanır. Antioksidan ve vitaminlerin, polimerik nano partiküllerin içinde enkapsüle edilmesi bu bileşenlerin biyoyararlılığını artırmada gelecek vaat eden bir yöntemdir (Sabliov, 2008). Nanomateriyaller nano ölçekli boyutlarından dolayı çok geniş bir yüzey-hacim oranına ve yüzey etkinliğine sahiptir ve bu durum bulundukları malzemelere önemli özellikler kazandırabilir (Uskokovic, 2007).

Nanoenkapsülasyon terimi; filmler, katmanlar, kaplamalar ya da sadece mikro dispersiyon ile nanometre ölçeğinde enkapsülasyon uygulanmasını açıklar (Khare ve Vasisth, 2014). Ayrıca enkapsülasyon katı, sıvı veya gaz malzemelerin; içindeki malzemeyi belli bir süreçte ve belli koşullar altında kontrollü olarak salan küçük kapsüller içinde paketlenmesi olarak tanımlanmaktadır (Nedovic, 2011). Vitaminler

iin geleneksel salım metodları zerinde nanoparacıklar eřitli avantajlara sahiptir. Bunlar; biyoaktif bileřenin korunması, biyoyararlılıėın artırılması, kontroll bir řekilde etki yerine bileřeninin iletimi ve geliřmiř gıda kalitesi iin eřitli gıdalara biyoaktif bileřenin katılması řeklinde sayılabilir (Sabliov, 2008).

Elektrodndrme mikro-nano boyutlarda liflerin eldesi iin kullanılan basit, kurulumu hızlı, ucuz ve kolay, eřitli polimerlerden nanolif eldesine ve ticari retime uygun bir iřlemdir (İkiz, 2009). Elektrodndrme tekniėinin en byk avantajlarından birisi nihai rn ok farklı morfolojik yapılarda elde edebilmektir. Bu teknikle elde edilen yapıların morfolojileri iřlem parametrelerinin farklı dzenlemeleriyle kontrol edilir. Belirli bir malzeme iin boyutu kltlmř kapsller polimer konsantrasyonunun dřrlmesi ve\veya toplayıcı u mesafesinin arttırılması ile elde edilebilir (Moheman, 2016).

1.1 Tezin Amacı

Bu alıřmada elektrodndrme yntemiyle E vitamininin enkapsle edilmesi ve elektrodndrmeyi etkileyen parametrelerin incelenmesi ve elde edilen E vitamini ieren jelatin nanoliflerinin karakterizasyonu amalanmıřtır.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1 Nanoteknoloji ve Gıdalarda Kullanım Alanları

Nanoteknoloji, boyutları 0.1 ile 100 nm arasında değişen son derece küçük boyutlardaki malzeme ve aygıtların üretimini ve kullanımını içerir. Bir nanometre, bir mikrometrenin binde birine veya bir milimetrenin milyonda biri büyüklüğüne tekabül eder. Bir nano-nesne, boyutu 100 nm den az olan, en az bir boyutlu bir malzemedir. Bu tanımdan yola çıkarak; nanoplakalar (100 nm'den küçük bir boyutlu), nanolifler (100 nm'den küçük iki boyutlu), nanopartiküller (100 nm' den küçük tüm üç boyutlular) tanımlanabilir (Ramsden, 2014).

Nanoteknoloji, yenilikçi ürünlerin geliştirilmesi için disiplinler arası güçlü bir araçtır. Nanoteknolojinin çeşitli sektörlerde 6 milyon işveren talebi yaratarak, 2020 yılı itibariyle küresel ekonomiyi en azından 3 trilyon \$ etkileyeceği tahmin edilmektedir (Duncan, 2011). Nanoteknoloji gıda biliminin en hızlı büyüyen alanlarından bir tanesidir (Huang, 2013).

Nanomateriyaller nano ölçekli boyutlarından dolayı çok geniş bir yüzey-hacim oranına ve yüzey etkinliğine sahiptir ve bu durum bulundukları malzemelere önemli özellikler kazandırabilir. Bulunduğu nano boyutlardan dolayı cisme önemli özellikler kazandıran nanopartikül içeren malzemelerin gelişimi; kozmetik, gıda ve içecek, tekstil, ilaç, elektronik, bilgisayar araç gereçleri, yemek pişirme aletleri gibi çoğu endüstriye büyük avantaj sağlamaktadır (Hannon ve diğ., 2015).

Gıda endüstrisinde nanoteknolojik uygulamalara bakıldığında, ambalaj uygulamalarına ek olarak birçok farklı konuda nanoyapılar kullanılmaktadır. Bileşen üretimi için yeni ekipman aletlerinin geliştirilmesi, bulaşan ve patojen tespiti için sensör ve nanopartiküllerin kullanılması, besin maddelerinin biyoyararlılığını geliştirmek için daha iyi iletim sistemlerinin geliştirilmesi bunlardan birkaç tanesidir (Huang, 2013). Bu uygulamalar miseller, lipozomlar, nanoemülsiyonlar, biyopolimerik nanopartiküller gibi nanopartiküllerin kullanımını içermektedir (Sözer ve Kokini, 2009).

Gıda uygulamalarında nanoteknoloji iki farklı yaklaşımla kullanılabilir (Huang, 2013). Bunlar 'bottom up' (aşağıdan yukarıya) ve 'top down' (yukarıdan aşağıya) yaklaşımlarıdır. Yukarıdan-aşağıya üretim yaklaşımı, yani büyük maddelerden küçük moleküllerin elde edilmesi tekniği maddenin boyutlarının küçültülmesi işlemlerini içerir. Elektrodöndürme yöntemi ile nanolif üretimi bu grup içinde yer almaktadır. Bu teknik, gıda malzemelerine fiziksel işlem uygulanması yoluyla uygulanır. Örneğin, yüksek su tutma kapasitesine sahip, küçük boyutlu buğday unu elde etmek için kuru öğütme işlemi uygulanır (Sözer ve Kokini, 2009). 'Aşağıdan yukarıya' yaklaşımı ise moleküllerin kendiliğinden örgütlenmesine dayanır ve daha kompleks bir yaklaşımdır. Gıda bilimi, proses sırasında nano-mikro boyutlu birçok yapısal değişikliğin meydana geldiği bu yaklaşıma oldukça aşinadır (Sözer ve Kokini, 2012).

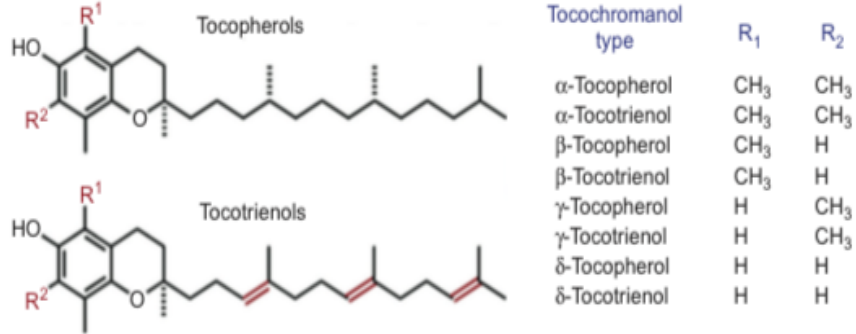
Nanoyapılar nanokapsüller, nanotüpler ve nanolifler olmak üzere temelde üç gruba ayrılmaktadır. Nanokapsüller, milimetrenin binde biri büyüklüğünde, ince ve içi boş kapsüllerdir. İlaç kozmetik ve tekstil endüstrisinde istenen belirli bir fonksiyonel bileşenin salınımı gibi konularda yaygın olarak kullanılmaktadır. Nanotüpler uzunlukları mikron, çapları ise nanometre boyutlarında olan yapılardır. En çok bilineni gıda dışı uygulamalara sahip olan karbon nanotüplerdir. Karbon nanotüpler ambalaj materyallerinde elektronik bileşenler ile birleştirilerek kullanılmaktadırlar. Nanolifler ise çapları bir mikronun altında olan yapılardır. Başta elektrodöndürme yöntemi olmak üzere çeşitli tekniklerle üretilebilmektedirler. Elektrodöndürme yöntemi ile üretilen nanolifler uzay uygulamaları, savunma endüstrisi, ilaç endüstrisi, hava ve su filtrasyon uygulamaları ve tarım uygulamaları gibi alanlarda kullanılmaktadır (Bonino ve diğ., 2011).

2.2 E Vitamini

2.2.1 E vitamini yapısı

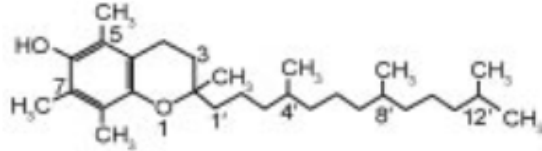
E vitamini doğal olarak oluşan 8 bitki lipit ailesini tanımlamak için kullanılan ortak bir terimdir. Kemirgen doğurganlığı için gereksiniminin bir sonucu olarak, E vitamini, tokoferol olarak adlandırılır (Grekçede *tokos* 'doğum', *pherin* ise ayı anlamına gelir). Yapısal olarak, tüm aile üyeleri ortak bir kromanol kafa grubu ve hidrofobik karbon yan zinciri paylaşmaktadır. Yan zincirin doyma derecesi, molekülleri bir tokoferol ya da tokotrienol olarak tanımlamaktadır. Ayrıca kromanol halkası üzerinde metilleme deseni, aile üyelerini α -, β -, γ - ve δ -tokoferol veya

tokotrienol olarak ayırmaktadır. Şekil 2.1’ de E vitamini ailesi üyelerinin moleküler yapısı gösterilmiştir (Ulatowski ve Manor, 2015).



Şekil 2.1: E Vitamini ailesinin üyelerinin moleküler yapıları (Ulatowski ve Manor, 2015).

Alfa tokoferol E vitamininin biyolojik olarak en aktif olan (Yang ve McClements, 2012) ve doğada en çok bulunan formudur. Bir alfa tokoferol molekülü, lipid oksidasyonun başlamasından sorumlu iki tane peroksil radikali yakalayabilir. Bu yüzden, bu molekül oksidasyona karşı membran lipidlerini korur ve Van der Waals etkileşimleri sayesinde, membranları mekanik olarak dengeler (Gonnet ve diğ., 2010). Şekil 2.2’ de alfa tokoferolün kimyasal yapısı gösterilmiştir (Sabliov, 2008).



Şekil 2.2: α- tokoferolün kimyasal yapısı (Sabliov, 2008).

2.2.2 E vitamininin önemi

E vitamini kaynakları buğday tohumu yağı, ayçiçeği tohumu, badem, tahıllar vb. olarak sayılabilir. Alfa tokoferolün yetişkinler için günlük önerilen alım miktarı yetişkinler için 22.7 mg, emziren kadınlar için ise 18.7 mg’ dır (Sabliov, 2008).

Vitaminlerin insan vücudundaki bazı metabolik süreçlerde önemli fonksiyonları vardır. Hücre zarını ve diğer lipidleri oksidatif hasara karşı koruduğu için E vitamini veya α-tokoferol vücuttaki yağda çözünen, en önemli antioksidanların başında gelir (Atkinson ve diğ., 2007). E vitamini hidroperoksitlerin oluşumunu azaltır ve

oksidatif sürecinin ilk aşamasını geciktirir (Marsanasco ve diğ., 2011). Ayrıca, doğurganlık üzerine olumlu etkisi vardır (Gonnet ve diğ., 2010).

Kardiyovasküler hastalıklar gibi hastalıklarda E vitamini hastalık riskini azaltan önemli bir antioksidandır (Somchue ve diğ. 2009). Ayrıca arterosklerosis, kanser, eklem iltihabı, Alzheimer ve Parkinson gibi çoğu hastalığı önlemede E vitamininin rolü kanıtlanmış ve bu etki onun peroksil radikallerini tutma ve lipit peroksidasyonun zincir reaksiyonunu kırmasıyla ilişkilendirilmiştir. E vitamininin polimerik nanopartiküller ile sitoplazmik bölümlere hedeflenmiş salımı onun antioksidan olarak etkilerliğini artırabilir ve oksidatif stress ilişkili hastalıkların tedavisi ve önlenmesine yardımcı olabilir (Sabliov, 2008).

E vitamini eksikliği insanlarda nadiren görülsede, pankreas hastalıkları, safra tıkanıklığı, çölyak hastalığı gibi bazı hastalıklara sahip hastaların E vitamini emilimi azalır. Bu yüzden, bazı durumlarda E vitamini takviyesi gerekebilmektedir (Somchue ve diğ. 2009). Kişi dengeli bir diyet ile yeterli E vitamini alarak, ya da E vitamini tabletleri ve E vitamini takviyeli yiyecek veya içecekler kullanarak vitamin eksikliğini giderebilir. Son on yılda fonksiyonel içeceklerin kullanımı hızlı bir şekilde artış göstermiştir ve içecek uygulamaları için uygun olan bir E vitamini ürününe gittikçe artan bir talep vardır (Chen ve Wagner, 2004).

2.2.3 E vitaminini gıdalarda kullanırken karşılaşılan problemler

E vitamini suda çözünür olmadığı için, içecek kuvvetlendirilmesinde kullanılan bir E vitaminini, kullanılmadan önce emülsiyon haline getirmek gerekir. Birçok E vitamini ürünü piyasada mevcuttur, bunların çoğu toz biçimindedir, bir kısmı ise sıvı haldedir (Chen ve Wagner, 2004).

Toz formunda olan E vitaminleri içecekler için özel olarak tasarlanmadığı için, içeceklere uygulandığında çeşitli problemler ortaya çıkmaktadır. Büyük problemlerden biri zayıf fiziksel stabildir. İçeceklerde, E vitamini emülsiyon damlacıkları günler içinde yavaş yavaş tepeye doğru yükselir ve şişenin boyun kısmında ‘ringing’ diye adlandırılan bir halka meydana getirir. Bir diğer problem ise içekte bulanıklığın artması ve bunun bir sonucu olarak içeceğin görünüşündeki değişiktir. Bu durum özellikle berrak içecekler için kritiktir (Chen ve Wagner, 2004).

İçecek uygulamalarında çoğunlukla vitaminin sıvı formları kullanılır. Sıvı formlar genellikle su içinde kararludur, fakat meyve suyu ihtiva eden içeceklerde stabilite problemlerine sebep olabilir. Müşteri ihtiyaçlarını karşılamak için, içecekler için ideal bir E vitamini ürünü, sıvı içinde yeterli fiziksel stabilitede olmalı, içecek görünümünü değiştirmemeli ve duyuşal endişelere sahip olmamalıdır. Mevcut ürünlerin hiçbirini tamamıyla bu beklentileri karşılamamaktadır ve mevcut arayışlar devam etmektedir (Chen ve Wagner, 2004).

Günümüzde, ticari fonksiyonel gıdaların çoğunluğu ile uyumlu olan gıdalar içinde bulunan biyoaktif bileşenler, ürünlerin işleme ve imalatı sırasında gıda endüstrisi için çeşitli sınırlamalar ve komplikasyonlar oluşturmaktadır. Fonksiyonel gıda ürünlerinin geliştirilmesinde sanayiciler tarafından karşılaşılan teknik zorlukların bazıları (Lopez-Rubio ve diğ., 2011) şunlardır:

- İşleme, depolama ve / veya ticarileştirilmesi sırasında ürün işlevselliği kaybı.
- Fonksiyonel madde, genellikle gıda matrisi ile uyumlu olmayabilir. Örneğin yağda çözünen vitaminlerin, sulu gıdalarda bulunması durumu.
- Ürüne eklenen biyoaktif bileşiklerin üründe istenmeyen tat veya garip koku gelişimine sebep olabilir.
- Enzimler hassasiyetleri yönünden, üretim safhasında olumsuz etkilenebilir. Çözülmüş halde bulunanlar operasyonel olarak kısa ömürlü olma durumuna maruz kalabilir.

Temel mikro besinlerin ve nutrasötiklerin tüketim avantajlarından yararlanabilmek için, belli eylemler gerekir. Bunlar:

- İşleme, depolama, taşıma sırasında ve mide bağırsak sisteminde bileşiklerin stabilitesinin sağlandığından emin olunmalı
- Gastrointestinal bölgede uygun absorpsiyonun gerçekleşmesi için kontrollü salım kolaylaştırılmalı (Champagne and Fustier, 2007).

Bununla birlikte, bu bileşiklerin çoğu kısıtlı çözünürlük ve stabiliteye sahiptir veya son derece tepkindirler ve birçok diğ er gıda bileşenleri ile etkileşebilirler. Ayrıca, birçoğu, gıdanın çekiciliğinin azalmasına yol açan hoş olmayan lezzet, tat ya da rene sahiptir. Bahsi geçen faktörler, gıdalara mikro besinlerin ve nutrasötiklerin doğrudan katılması konusunda bazı sınırlamalara sebep olur. Bu nedenle etkili

dağıtım sistemlerinin geliştirilmesi gıda endüstrisinde artan aciliyet kazanmıştır (Li ve diğ., 2013).

2.2.4 E vitamininin enkapsüle edilme sebepleri

Doğal antioksidanlar bozunmaya eğilimlidir ve biyoyararlılıkları salım/dağıtım sırasında, bozunma ve düşük absorpsiyon nedeniyle sınırlanır. Antioksidan ve vitaminlerin, polimerik nano partiküllerin içinde enkapsüle edilmesi bu bileşenlerin biyoyararlılığını artırmada gelecek vaat eden bir yöntemdir (Sabliov, 2008).

Nanopartiküller, dağıtım sırasında biyoaktif bileşenin minimal bozulmayla, vitaminlerin spesifik etki yerine dağıtılması için tasarlanabilir. Antioksidan / vitamin daha sonra polimerin parçalanma profili kontrol edilerek ya da hücre çevresi (sıcaklık, pH, enzimler, iyonik kuvvet) ile etkileşimli 'akıllı' polimerler kullanılarak, imkan dahilinde kontrollü bir şekilde serbest bırakılır (Sabliov, 2008).

Enkapsülasyon sayesinde çeşitli gıdalara, biyoaktif bileşenlerin katılması mümkün olmaktadır. Ayrıca enkapsülasyon sayesinde, sert koşullara (düşük mide pH'ı, enzimatik bozulma vb.) karşı antioksidan korunur (Sabliov, 2008).

2.3 Enkapsülasyon

Enkapsülasyon, bir maddenin başka bir madde içinde hapsedildiği bir işlem olarak tarif edilebilir böylece birkaç nanometreden birkaç milimetre aralığında çapa sahip partiküller üretilir (Dordevic ve diğ., 2014). Kaplanan madde çekirdek, dolgu, aktif veya iç faz olarak adlandırılırken; kaplama maddesi genellikle, kaplama, zar, kabuk, kapsül, taşıyıcı materyal, dış faz veya matriks olarak adlandırılmaktadır. Çoğu durumda, enkapsülasyon biyoaktif bileşenlerin fiziksel bir bariyer ile tamamen sarıldığı, kaplandığı ve korunduğu bir teknoloji anlamına gelir (Nedovic ve diğ., 2011).

Aktif maddelerin enkapsüle edilme işleminin en önemli sebeplerinden birisi işleme sırasında ve son üründe gelişmiş stabilite sağlamaktır (Nedovic ve diğ., 2011). Enkapsülasyon işleminin kullanımı ile biyoaktif bileşenler korunur ve bu bileşenler çevrenin olumsuz etkilerinden kurtarılır (Gouin, 2004; Nedovic ve diğ., 2011). Ayrıca enkapsülasyonla gıda maddesinin stabilizasyonu sağlanırken, enkapsüle edilen maddenin yavaş salımı da gerçekleştirilebilir (Gökmen ve diğ., 2012).

Enkapsülasyonun bir başka yararı, genellikle uçucu ve kokulu organik moleküllerin bir karışımı olan aroma gibi uçucu aktif maddelerin daha az buharlaşması ve kaybıdır. Enkapsülasyon sayesinde aroma gibi gıda maddeleri koruyucu bir kabuk maddesiyle kaplanır ve buharlaşmaya, kimyasal reaksiyonlara (oksidasyon vb.) veya gıdaya migrasyona karşı koruma altına alınır (Nedovic ve diğ., 2011).

Gıdaların raf ömrünü artırmak, sindirilebilir olmasını sağlamak, besin değerini artırmak, olgunlaşma süresini kısaltmak gibi amaçlarla enkapsülasyon işlemi uygulanmaktadır. Bunlara ek olarak, gıdaların doğallığını korumak veya gıda çeşitliliğini arttırmak amacıyla da enkapsülasyon yapılabilmektedir (Gökmen ve diğ., 2012).

Enkapsülasyon sadece biyoyararlılığı artırmakla kalmaz daha da önemlisi enkapsüle edilen maddeye fonksiyonellik sağlar. Enkapsülasyon sisteminin seçimi önemlidir çünkü enkapsülasyon etkili olmalı ve gıdanın tadını ve dokusunu değiştirmeden kolayca gıdaya katılabilmelidir (Nedovic ve diğ., 2011).

İstenilen özellikleri elde etmek için enkapsülasyon uygulaması tasarlanırken bazı parametreler gözönünde bulundurulmalıdır. Bunlar aşağıdaki şekilde sıralanabilir:

- Kapsüle edilen maddenin fizikokimyasal özellikleri
- Üretim ve işlem esnasında ki parametreler
- Enkapsüle edilecek materyalin saklanma süresi
- Depolama şartları
- İçlerinde bulunacakları maddenin hangi parçacık boyutu ve yoğunluğunda olduğu
- Maliyet beklentileri (Gökmen ve diğ., 2012).

Kaplama maddesi seçilirken gözönünde bulundurulması gereken kriterler vardır. Kapsüllerin koruyucu kabuğu için kullanılan malzeme biyolojik olarak parçalanabilmeli, yiyecek cinsi olmalı ve iç faz ve çevre arasında bir bariyer oluşturacak nitelikte olmalıdır. Gıda sektöründe kapsülleme için kullanılan malzemelerin çoğunluğu biyomoleküllerdir. Doğal olması dışında, malzeme yüksek yoğunlukta iyi reolojik özelliklere sahip olmalı, kapsüllenmiş malzeme ile reaksiyona girmemeli, çeşitli koşullar altında işleme ya da depolama sırasında

kapsüller, içindeki aktif maddelerini tutabilmeli, evresel koşullara karşı aktif malzemeye maksimum düzeyde koruma sağlamalıdır (Nedovic ve diğ., 2011).

Enkapsülasyon 3 farklı boyutta yapılabilir bunlar; nanoenkapsülasyon (200 nm=0.2 µm'den küçük), mikroenkapsülasyon (0.2-5,000 µm) ve makroenkapsülasyon (5,000 µm'den büyük) olarak sınıflandırılabilir (Gökmen ve diğ., 2012).

2.3.1 Mikroenkapsülasyon

Mikroenkapsülasyon işlemi eski zamanlarda gıdanın kötü tadının maskeleyerek ve sıvının katı maddelere dönüşümü işlemleri sırasında kullanılmaktaydı. Fakat son zamanlarda, enkapsüle edilmiş içeriklerin kontrollü salımı için kullanılmaktadır. İçeriklerin kontrollü salımı gıda katkılarının etkisini artırır ve gıda içeriklerinin uygulanma aralığını genişletir (Gouin, 2004).

Mikroenkapsülasyon yöntemleri;

- Püskürterek kurutma: Yağların aromasının oksidasyon/bozunmaya karşı korunması ve tozların sıvı hale dönüştürülmesinde 1950' den beri kullanılmaktadır (Gouin, 2014). Donanım temininin kolay ve işlem maliyetinin diğer yöntemlere göre nispeten daha düşük düzeyde olması sprey kurutmanın avantajlarından biridir. İşlemin teknik olarak tekrarlanabilmesine olanak sağlar ve endüstriyel uygulamalar için uygundur. Dezavantajı, uygulama alanının küçük olmasıdır (Özcan ve Altun, 2013).
- Püskürterek dondurma yöntemi: Yapısal ingrediyepler, enzimler, aromalar ve diğer fonksiyonel ingrediyeplerin yanı sıra organik ve inorganik tuzların enkapsülasyonunda, ısı stabilitesini artırmak, nemli ortamlarda yayılmayı geciktirmek ve/veya sıvı hidrofilik bileşenleri serbest akışlı tozlara dönüştürmek için rutin olarak kullanılan en ucuz enkapsülasyon teknolojisidir (Gouin, 2014). Dondurarak kurutma yönteminin avantajları; aroma kaybının çok düşük olması ve çözünen maddelerin gıda içerisindeki hareketi nedeniyle kayıpların minimum olmasıdır. Dezavantajları ise; yüksek enerji kullanımı ve uzun işleme süresinden dolayı sprey kurutmadan 30-50 kat daha fazla maliyet gerektirmesi olarak sayılabilir (Özcan ve Altun, 2013).
- Ekstrüzyon mikroenkapsülasyon: Hidrokolloitlerin kaplama materyali olarak kapsül yapımında kullanıldığı en eski ve en yaygın yöntemdir (Gökmen ve

diğ., 2012). Bu yöntemin en önemli avantajı, oksidasyona eğilimli lezzet bileşenlerine normalden daha uzun bir raf ömrü sağlamasıdır. Camsı karbonhidrat matrislerdeki uçucu ve kararsız aromaların enkapsüle edilmesi için kullanılan neredeyse tek tekniktir (Gouin, 2014). Avantajları ucuz, basit ve verimli bir yöntem olması, teknolojisinin zararlı çözücüler içermemesi ve aerobik ve anaerobik koşullar altında uygulanabilir olmasıdır. Dezavantajı ise, malzemenin mikrobeyutta oluşumunun yavaş olması nedeniyle büyük ölçekli üretimlerde kullanımının zorluğudur (Burgain ve diğ., 2011).

- Akışkan yataklı kurutma: Genellikle katı materyalleri enkapsüle edebilmek amacıyla kullanılır. Çeşitli bir çok iç faz malzemesine uygulanabilir olmasından dolayı gıda ingredientleri üretiminde başarıyla kullanılmaktadır ve enkapsüle ürünler üretiminde gıda endüstrisinde ticari olarak kullanılan ikinci en yaygın üretim yöntemidir (Gökmen ve diğ., 2012).
- Faz ayrımı yöntemi (koazervasyon): Bu yöntem, kaplama materyaline ait sıvı fazın polimer özellik gösteren bir çözeltiden ayrılması ve bu fazın asılı çekirdek partikülleri etrafında düzgün bir tabaka halinde tutulmasını içermektedir (Desai ve Park, 2005). Bu yöntemde kaplama materyali olarak suda çözünen polimerler kullanılır. Yöntemde, çekirdek ve kaplama materyalinin yüzey enerjileri, sıcaklık, pH ve bileşimleri gibi bazı sistem özellikleri değiştirilerek kümeleşmeleri sağlanmaktadır. İşlem tamamlandıktan sonra mikrokapsüller, filtrasyon ve santrifüjle ayırma gibi ayırma tekniklerinden biri kullanılarak ortamdan ayrılmakta ve daha sonra standart bir teknik kullanılarak partiküller tek tek kurutulmaktadır (Kailasapathy, 2002). Pahalı ama etkili bir enkapsülasyon tekniğidir bu yüzden kullanımı gıda endüstrisinde kısıtlanmaktadır (Gökmen ve diğ., 2012). Faz ayrımı yöntemi genellikle aroma yağlarını enkapsüle etmek için kullanılır fakat balık yağı, vitamin, enzim ve koruyucuları enkapsüle etmek için uyarlanabilir (Gouin, 2014).
- Döner süspansiyon seperasyon yöntemi: Bu yöntemde öz parçacıkları sıvı kaplama materyali ile süspanse edilir ve döner disk atomizerden geçirilir. Rotasyonel süspansiyon seperasyon olarak da adlandırılmaktadır. Özün saniyelerle ifade edilebilecek sürede kaplanması sağlanabildiği için üretim oranı yüksek bir yöntemdir. Özellikle püskürterek kurutulmuş aroma

maddelerinin uzun süreli depolanmaları halinde, sahip olduğu uçucu bileşenlerin kaybını önlemek amacıyla tercih edilmektedir (Gökmen ve diğ., 2012).

- Santrifüj ile suyun uzaklaştırılması yöntemi: Bu yöntem bir çeşit sıvı ekstrüzyon yöntemidir. İşlemden konsantrik memeler içeren döner ekstrüzyon başlığı kullanılmaktadır. Yöntem, 400-2000 µm çapında partiküllerin üretimi için etkili ve ucuz bir yöntemdir (Gökmen ve diğ., 2012).
- Lipozomlar: Fosfolipidler suda dağıtıldığında, kendiliğinden oluşan küre şeklindeki kabarcıklara lipozom adı verilmektedir (Teschke ve Souza, 2002). Lipid ve sulu fazlara sahip olması nedeniyle lipozomlar, yağda ve suda çözünür ve amfifilik materyallerin kapsüllenmesi ile salımında kullanılabilir (Özcan ve Altun, 2013). Lipozomlar ve nanolipozomların oluşum mekanizmasında fosfolipidler ve su molekülleri arasındaki hidrofilik-hidrofobik etkileşimler yer almaktadır. Başlıca avantajları; enkapsüle edilmiş materyalin uygun yer ve zamana kadar saklanabilmesi ve salım oranının kontrol edilebilir olmasıdır (Gökmen ve diğ., 2012). Lipozomlar içerisinde enkapsüle edilen biyoaktif ajanlar midede sindirimden korunabilmekte ve bağırsaklarda biyoaktivite ve biyoyararlılık sağlayabilecek şekilde gastrointestinal sistemde önemli oranda absorbe edilebilmektedir (Jafari ve ark., 2008). Enkapsülasyonda kullanılan lipozomla, tadın stabilizasyonunu sağlamada ve depolama stabilitesinin artırılmasında etkili olmaktadır. Lipozomlar sağlığa faydası olan bileşenleri kapsüle ederek gıdaların biyoyararlılıklarını ve dolayısıyla besinsel özelliklerini artırmaktadırlar (Özcan ve Altun, 2013).

2.3.2 Nanoenkapsülasyon

Nanoenkapsülasyon terimi; filmler, katmanlar, kaplamalar ya da sadece mikro dispersiyon ile nanometre ölçeğinde enkapsülasyon uygulanmasını açıklar. Enkapsülasyon katmanı, yiyecek veya aroma molekülleri /ingrediyenler üzerinde nanoboyutta bir koruyucu tabaka oluşturur. Aktif madde genellikle bir molekül içindedir veya nanoboyutlu bir durumdur. Başlıca yarar, nanoboyutun verdiği homojenliktir ki bu durum malzemede daha iyi bir enkapsülasyon etkinliği yanı sıra daha iyi fiziksel ve kimyasal özelliklere sebep olur (Khare ve Vasisth, 2014).

Enkapsülatların gıdanın yapısı ve görünüşü üzerindeki muhtemel etkisini minimum seviyeye düşürmek amacıyla son zamanlarda boyut küçültmeye artan bir ilgi mevcuttur (mikro boyuttan nano boyuta). Enkapsülatların boyutunun küçültülmesi, spesifik fonksiyonel gıda uygulamaları üzerinde bazı ek yararlar sağlanmaktadır. Bu durum üretilen partiküllerin daha büyük spesifik yüzeye sahip olmalarından kaynaklanır (örneğin, gelişmiş adhezyon özellikleri) (Fabra ve diğ., 2014).

Bu teknoloji, üretim, depolama ve sindirim esnasında vitamin gibi hassas bileşiklerin stabilitesini artırmak için, aroma gibi uçucu biyoaktiflerin buharlaşmasını ve bozulmasını azaltmak için, polifenoller gibi istenmeyen/ hoş olmayan tatları maskeleyerek için veya doymamış yağ asitleri gibi bileşenlerin oksijen, su veya ışıığa olan maruziyetini sınırlandırmak için kullanılmaktadır (Fathi ve diğ., 2014).

Kapsülleyici malzeme gıda cinsinden olmalı, biyolojik olarak parçalanabilmeli ve işleme, depolama ve tüketim sırasında gıda sistemleri içinde kararlı olmalıdır. Gıda uygulamaları için en uygun nanoboyutlu taşıyıcı malzemeler karbonhidrat, protein ve lipit bazlı olanlardır (Fathi ve diğ., 2014).

2.3.2.1 Nanoenkapsülasyon yöntemleri

Mikroenkapsülasyon yöntemleri için çeşitli yöntemler geliştirilmiş ve kullanılmıştır. Aşağıdaki teknikler 10- 1,000 nm boyutlarında kapsül oluşturabildikleri için ‘nanoenkapsülasyon teknikleri’ olarak düşünülmektedir (Ezhilarasi ve diğ., 2012)

- Emülsifikasyon: Nanoemülsiyonlar üretme yoluyla biyoaktif bileşenleri sulu çözeltilerde enkapsüle etmek için kullanılır. Nanoemülsiyonlar, iki karışmayan sıvı içeren kolloidal dispersiyonlardır; bunlardan birisi diğeri içinde 50-1000 nm boyut aralığındaki damlacıklar şeklinde dağılır (Ezhilarasi ve diğ., 2012).
- Faz ayrımı yöntemi (koaservasyon): Koaservasyon, kaplama materyalinin sıvı fazının polimerik çözeltilerden ayrılması ile birlikte kaplama materyalinin çekirdek materyali etrafında homojen bir tabaka oluşturarak çekirdeği sarması sonucunda gerçekleşmektedir (Desai ve Park, 2005).
- İnklüzyon kompleks oluşturma: İnklüzyon kompleks oluşturma yöntemi, bir ligantın (iç faz) oyuk içeren bir substrat maddeye(kabuk) hidrojen bağlar, van

der Waals kuvveti veya entropi odaklı hidrofobik etki aracılığıyla enkapsülasyonunu ifade eder (Ezhilarasi ve diğ., 2012).

- Emülsifikasyon-çözücü buharlaşması: Bu teknik, çözgen buharlaştırma yönteminin modifiye edilmiş versiyonudur. Teknik, sulu faza polimer çözeltisinin emülsifiye edilmesini ve polimer çözücü maddesinin buharlaşması sayesinde polimerin nanokürecikler olarak çökmesini içerir (Reis ve diğ., 2006).
- Nanoçöktürme metodu: Çözgenin yer değiştirmesi diye adlandırılır. Bu teknik, çözünmüş polimer, ilaç ve organik çözücü içeren organik iç fazın, sulu harici faza spontane emülsifikasyonuna dayanır (Galindo-Rodriguez et al. 2004).
- Süperkritik akışkan tekniği: Bu teknik, spreyci kurutmaya benzer bir prosesdeki termal olarak hassas bileşenleri enkapsüle etmek için kullanılır. Bu teknikte, biyoaktif bileşik ve polimer süper kritik akışkan içinde çözünür ve çözelti bir meme boyunca genişletilir. Daha sonra, süper kritik akışkan püskürtme işleminde buharlaştırıldı ve çözünen parçacıklar sonunda çöker (Reis ve diğ., 2006). Bu teknik, düşük kritik sıcaklık ve minimum organik çözücü kullanım gerektirdiğinden dolayı geniş kullanım alanına sahiptir (Ezhilarasi ve diğ., 2012).

Bu nanoenkapsülasyon teknikleri çeşitli hidrofilik ve lipofilik karakterdeki biyoaktif bileşikler için kullanılabilir. Emülsifikasyon, faz ayrımı ve süperkritik akışkan tekniği, hem hidrofilik hem de lipofilik bileşikler için kapsüllerken kullanılmaktadır. Fakat, içine alıp kompleks oluşturma, emülsifikasyon-çözücü buharlaşması ve nanoçöktürme teknikleri çoğunlukla lipofilik bileşenler için kapsüllemek için kullanılır (Ezhilarasi ve diğ., 2012).

2.4 Nanolif Üretim Yöntemleri

Nanolifler aşağıdaki yöntemlerle üretilmektedir:

Fibrilasyon ile nanolif üretimi: Selüloz gibi lineer moleküler yapıya sahip liflerin nano boyutlu daha ince lifçikler haline getirilmesi işlemidir. Bu işlem çözünme, jelleşme, farklı çözücüler kullanarak üretim, dondurma ve nano gözenekli köpük oluşturacak şekilde kurutmayı içerir. Bu yüzden, işlem zaman alıcı bir süreçtir

(Erkan ve diğ., 2005). Bu yöntem özellikle mikrobiyolojik alanda kullanılan filtrelerin üretiminde kullanılmaktadır (Süpüren ve diğ., 2007).

Eriyikten nanolif üretimi: Bu teknik küçük çaplı lif üretimi için kullanılan, termoplastik polimerlerin kullanımına imkan veren ucuz bir üretim tekniğidir. Kullanılan polimlerin 1000 veya üzerinde MFI değerinde olması gerekmektedir (Hagewood, 2004).

Çiftbileşenli nanolif üretimi: Nanoliflerin üretimi için, üçüncü bir yöntem olarak ayrıştırılabilen veya çözülebilen çift bileşenli lifler kullanılmaktadır. Bu yöntemde, çift bileşenli lif, aynı lifi oluşturacak iki farklı polimerin aynı metal uçtan akıtılması ile üretilmektedir. Ortalama lif çapı 0,5-2 mikron arasında değişmektedir. Bu sistemde poliamid, polyester, PVA ve EVOH gibi kolay hidrolize olabilen polimerler kullanılabilir (Kılıç, 2008).

Elektrodöndürme (elektrospinning) yöntemiyle nanolif üretimi: Elektrodöndürme yöntemi, polimerler, kompozitler ve seramikler gibi çok çeşitli materyallerden ultra ince lifler oluşturmak için kullanılan sıvı polimerlerin topraklanmış bir yüzey üzerinde sürekli lif formunda toplanması esasına dayanır (Huang ve diğ., 2013).

2.5 Elektrodöndürme Yöntemiyle Nanoenkapsülasyon

Elektrodöndürme; nanolifler veya başka nanoyapılardan oluşan polimer/ biyopolimer bazlı hasırların üretilmesinde kullanılabilen, yüksek elektrik alanlarına dayalı yeni bir üretim teknolojisidir. Elektrodöndürme tekniğinin en büyük avantajlarından birisi nihai ürünü çok farklı morfolojik yapılarda elde edebilmektir. Bu teknikte elde edilen yapıların morfolojileri işlem parametrelerinin farklı düzenlemeleriyle kontrol edilir. Belirli bir malzeme için boyutu küçültülmüş kapsüller polimer konsantrasyonunun düşürülmesi ve/veya toplayıcı uç mesafesinin arttırılması ile elde edilebilir. Elektrospun nanoliflerin çok geniş yüzey-hacim oranlarından kaynaklanan, fonksiyonel ve / veya yenilenebilir polimerlerin kullanımı ya da biyoaktif polimer harici maddelerin kapsüllenmesi gibi benzersiz işlemlere sahip olduğu gösterilmiştir (Giner, 2011).

Elektrodöndürme mikro-nano boyutlarda liflerin eldesi için kullanılan basit, kurulumu hızlı, ucuz ve kolay, çeşitli polimerlerden nanolif eldesine ve ticari üretime uygun bir işlemdir (İkiz, 2009).

Elektrodöndürme yöntemi ile üretilen nanolifler yaygın olarak;

- İlaçların kaplanması
- Kontrollü salım
- Membran üretimi
- İzolasyon
- Elektro-magnetik sistemler
- Medikal ürünlerle ilgili alanlarda kullanılmaktadır (Gemci ve diğ., 2011).

2.5.1 Elektrodöndürme tekniğinin tarihçesi

Uygulanabilir bir lif döndürme tekniği olan elektrodöndürmenin kökeni 1930'ların başında kadar uzanmaktadır. 1934 yılında, Formhals, elektrik yükler kullanılarak suni ipliklerin imal edilmesine yönelik işlem ve bir aparat ile ilgili ilk buluşunun patentini almıştır (Subbiah ve diğ., 2005).

Formhals tarafından benimsenen ilk döndürme yönteminin bazı teknik dezavantajları vardı. Döndürme ve toplama bölgeleri arasındaki kısa mesafe nedeniyle döndürme sonrası liflerin tamamen kurumaması zordu ve bu durum daha az toplanmış ağ-yapısı ile sonuçlanmıştır. Bir sonraki patentte, Formhals bahsedilen dezavantajların üstesinden gelmek için daha önceki yaklaşımını düzeltmiştir (Subbiah ve diğ., 2005).

Ardından 1940' ta Formhals, hareket eden bir taban madde üzerinde elektrostatik olarak dönen polimer lifler aracılığıyla çeşitli polimer ve lif substratlarından kompozit lif ağları üretmek için gereken bir diğer yöntemin patentini almıştır (Subbiah ve diğ., 2005).

1960'larda, jet oluşturma süreci üzerine temel çalışmalar Taylor tarafından başlatılmıştır. 1969 yılında Taylor, bir elektrik alanı uygulandığında, iğnenin ucunda üretilen polimer damlacığının şeklini incelemiş ve koni şeklinde olduğunu ve jetlerin koninin köşelerinden püskürtüldüğünü göstermiştir. Bu jetin konik şekli, daha sonra diğer araştırmacılar tarafından sonraki literatürde 'Taylor Konisi' olarak ifade edilmiştir (Subbiah ve diğ., 2005).

Daha sonraki yıllarda, odak noktası nanoliflerin yapısal morfolojisini çalışmaya kaymıştır. Araştırmacılar liflerin yapısal karakterizasyonu ve yapısal özellikler ve proses parametreleri arasındaki ilişkilerin anlaşılması ile meşgul olmuşlardır. Geniş

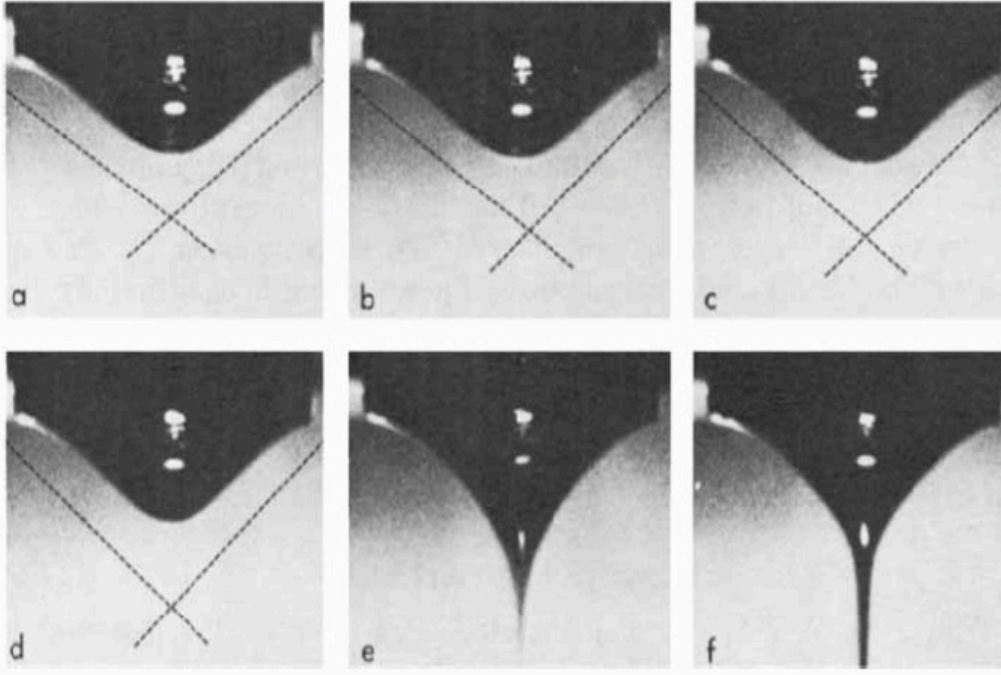
açılı X-ışını kırınımı (WAXD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçişli elektron mikroskobu (TEM) ve diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC), elektrodönmüş nanolifleri karakterize etmek için araştırmacılar tarafından kullanılmıştır (Subbiah ve diğ., 2005).

Bu erken keşiflere rağmen, prosedür ticari olarak kullanılamamıştır. 1970'lerde, Sim ve arkadaşları 1 mm'den daha küçük çapa sahip liflerin üretiminin patentini almıştır. Ancak, diğer patentlerin kendisini izlediği bu çalışma, aynı zamanda farkedilmemiş olarak kalmıştır. Elektrospun lifler ilk olarak, dokunmamış kumaş sanayiinin bir parçası olarak, filtre uygulamaları için ticari hale getirilmiştir (Greiner ve Wendorff, 2007).

Elektrodöndürme 1990' larda önemli ölçüde akademik olarak dikkat çekmiştir. Bu durum kısmen Reneker grubunun çalışmalarıyla başlamıştır (Greiner ve Wendorff, 2007). Doshi ve Reneker çözelti yoğunluğunu ve uygulanan elektrik potansiyelini çeşitlendirerek, polietilen oksit (PEO) nanoliflerin özellikleri üzerine çalışmıştır. Jet çapı koninin tepe noktasından uzaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülmüş ve mesafe artışıyla birlikte bu jet çapının azaldığı gözlenmiştir (Greiner ve Wendorff, 2007).

2.5.2 Elektrodöndürme işlemi

Uygun bir polimer çözeltisi, polimer çözeltisi ile temas halinde bulunan bir elektrot, yüksek gerilim sağlayan düz akım güç kaynağı ve topraklanmış toplayıcı plaka elektro döndürme yönteminin gerçekleştirilmesi için gereken en basit bileşenlerdir (Andrady, 2008). Bu yöntemde, polimer uygun bir çözücünde çözülür ve ucunda küçük bir delik bulunan cam bir pipetin veya şırınganın içine yerleştirilir. Daha sonra polimer çözeltisi/eriyiği ile pipetin açık ucunun karşısındaki bir toplayıcı levha arasına yüksek gerilim potansiyeli uygulanır. Besleyici ünitadaki iğnenin ucunda yarımküre şeklinde asılı durumda duran polimer çözelti damlası kritik bir voltaj değerine kadar küresel bir biçimde bulunur. 30 kV a kadar potansiyel uygulanabilir (Weiss ve diğ., 2012). Uygulanan potansiyel fark bir eşik değerine ulaştığı anda, elektrostatik kuvvetler yüzey gerilimi kuvvetlerine eşitlenir. Bu noktada polimer damlası şekil değiştirerek koni biçimini alır. Bu koniye Taylor konisi denir (Subbiah ve diğ., 2005). Yüzey gerilimi ile elektriksel kuvvetler arasındaki denge, polimer çözeltisinin düzenin ucunda başlangıçta aldığı şekli belirleyen en önemli faktördür (Can ve Duran, 2009). Şekil 2.3' de Taylor konisi gösterilmiştir (Çakmak, 2011).



Şekil 2.3: Şekilde polimer çözeltisi damlasının artan voltaj etkisiyle yarı küresel damladan (a), Taylor konisine geçişi (b,c), Taylor konisindeki şekli (d) ve Taylor konisinden bir jet halinde çıkışı verilmiştir.

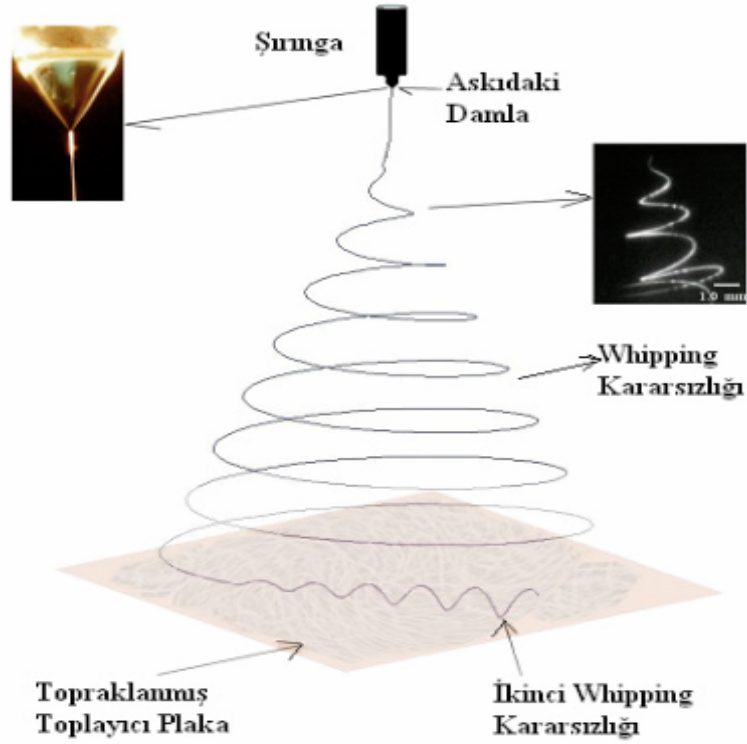
Polimer damlası Taylor konisi halini aldıktan sonra voltajdaki çok küçük bir artışla birlikte koni ucundan bir fiskiye (jet) şeklinde fışkırır. Oluşan jet, elektrik alandaki birbirine ters etkiyen kuvvetler nedeniyle kararsız hale gelebilir. Yüzey gerilimi kuvveti, fiskiyei stabilize edip yüzeyi küçültürken, elektriksel yükler arasındaki itici kuvvet fiskiyei kararsız hale getirir ve yüzeyi artırır. Oluşabilecek kararsızlıklardan biri Whipping kararsızlığı (bending instability) veya kıvrılma/bükülme kararsızlığıdır. Elektrik alanda hızla kıvrılan fiskiye gerilerek çok küçük çaplı lifler oluşturur. Başlangıçta tek olan fiskiye, daha küçük filamentlere (iplik) ayrılarak, nano çaplı liflerin oluşmasına neden olmaktadır (Heikkilä ve diğ., 2007).

Bu yöntemle üretilen lifler küçük delik çapına ve yüksek yüzey alanına sahiptirler. Jet, toplayıcıya giderken atmosfer ortamında seyahat eder ve bu sırada çözücü madde buharlaşarak, toplayıcı levha üzerinde kuru bir lif bırakır. Jet, yüksek viskoziteli solüsyonlar için lif jeti olarak kolektöre seyahat ederken, düşük viskoziteli çözeltiler için jet, damlacıklar halinde ayrılır (Subbiah ve diğ., 2005).

Jetten uzaklaşan çözücü sayesinde nanolifler kuru şekilde toplayıcı plaka üzerinde toplanmaktadır. Burada en önemli faktör çözücünün uçuculuğudur. Bu nedenle polimer çözeltisi hazırlanırken yüksek uçuculuğa sahip çözücüler seçilmelidir. Çözücünün tam olarak sistemden uzaklaşabilmesi için besleme ucu ve toplayıcı

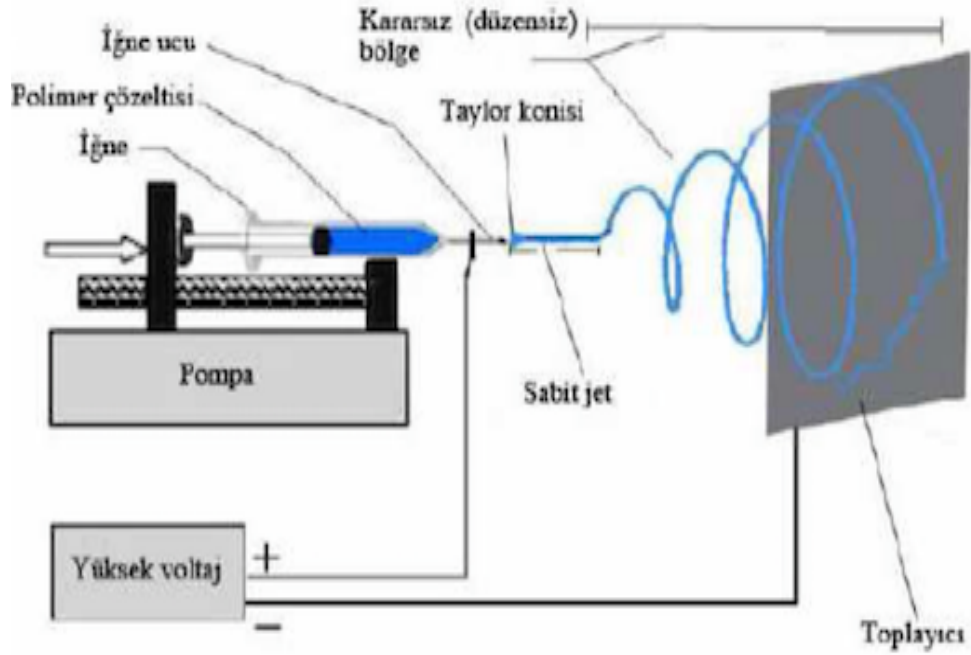
plaka arasındaki mesafe ve ortam sıcaklığı optimum koşullarda olmalıdır. Aksi halde nanolifler eriyik şeklinde morfolojik yapı kazanmaktadır. En iyi elektrodöndürme şartlarında nanolifler toplayıcı plakada birbirlerine çapraz şekilde ve damlacıksız yapıda toplanmaktadır (Andrady, 2008).

Jet toplayıcı levha ile metal iğne ucu arasında ilerlerken farklı yollar izler. Yüklenen jet Taylor konisinden çıktıktan sonra belli bir mesafede kararlı bir şekilde hareket eder. Daha sonra jette kararsızlık hali meydana gelir. Kullanılan polimerin çözeltisi veya eriyiğinin özelliğine ve sistem değişkenlerine bağlı olarak değişebilen üç kararsızlık hali mevcuttur. Jet bu kararsızlık hallerinden sadece birini gösterebileceği gibi üç kararsızlık halini de gösterebilir (Subbiah ve diğ, 2005). Bu kararsızlık halleri (Subbiah ve diğ, 2005); Klasik Rayleigh hali (asimetrik) kararsızlığı, Asimetrik iletkenlerin sebep olduğu hal ve Whipping iletkenliği kararsızlık halidir. Şekil 2.4’ de kararsızlık şekilleri gösterilmiştir.



Şekil 2.4: Whipping kararsızlığı ve Taylor konisi (Çakmak, 2011).

Elektro üretim cihazı, genel olarak Şekil 2.5’de görüldüğü üzere yüksek voltaj güç kaynağı, besleme ünitesi ve topraklanmış bir toplayıcıdan oluşmaktadır (Gemci ve diğ, 2011).



Şekil 2.5: Elektrodöndürme yöntemi ile nanolif üretiminin şematik gösterimi (Gemci ve diğ., 2011).

2.5.2.1 Çift eksenli elektrodöndürme işlemi

Çift eksenli elektrodöndürme, canlı organizmalar da dahil olmak üzere hassas, suda çözünür biyoaktif maddelerin, tek aşamalı bir kapsülasyon ile bir kaplama materyali içine hapsedildiği sağlam bir tekniktir. Çift eksenli elektrodöndürme işlemi, ajanların organik çözücülerle doğrudan temasından kaynaklanan veya emülsifikasyon sırasındaki sert koşullardan kaynaklanan zararlı etkileri ortadan kaldırır. Kabuk tabaka suda çözünür çekirdek içeriğinin zamanından önce salınmasını önlemek için bir bariyer olarak hizmet eder. Nanoliflerin yapısı ve bileşimi çeşitlendirilerek, kapsüllenmiş maddelerin salımını kontrol etmek mümkündür (Jiang ve diğ., 2014).

Eş eksenli elektrodöndürme işlemi elektrodöndürme işlemine benzer biçim de polimer çözeltisine uygulanan elektrik kuvvetinin yüzey gerilimini aşması ve böylece jetin elektrik ile yüklenmesi işlemi ile gerçekleştirilir. İçeride bulunan sıvı için beslenen kanalın yapısı bir adet tüp ve çok ince kılcal borulu yapılar içerir. Dışarıda ki sıvı iğne özüne doğru hareket eder. Bu işlem neticesinde ortaya çıkan iplik borusu eşsiz özelliklere sahiptir. Bunlar (Song ve diğ., 2005);

- En iyi eş merkezlilik;
- İç ve dış katmanlarda kontrol edilebilir akış

- Eksen boyunca uyarlanabilir ince borunun kurulumu
- İğne özeleri arasında değişebilen bulunan fark olarak belirlenebilir.

2.5.3 Elektrodöndürmeyi etkileyen faktörler

Elektrodöndürme yöntemiyle, belirli bir polimerden nanolif üretmek için; uygun çözelti özellikleri (polimer konsantrasyonu ve moleköl ağırlığı, viskozite, elektriksel iletkenlik, yüzey gerilimi), işlem koşulları (voltaj, tabaka arası mesafe ve akış debisi) ve çevresel özellikler dahil olmak üzere çok sayıda özel koşulun karşılanması gerekir (Reneker ve diğ., 2000). Aşağıdaki parametrelerden her birinin elektrodöndürme yöntemi ile üretilen nano liflerin morfolojisini değıştirdiğı belirlenmiştir (Gemci ve diğ., 2011).

2.5.3.1 Çözelti özellikleri

Viskozite

Viskozite, bir polimer çözeltisinin elektrodöndürülebilirliğini ve elde edilen liflerin morfolojisini etkileyen en önemli değışkenlerden biridir. Polimer çözeltisinin viskozitesi de; polimer konsantrasyonu, çözücü tipi, çözülmüş iyonların varlığı ve sıcaklığın bir fonksiyonudur ve bu faktörler de elektro işlemini etkilemektedir (Theron ve diğ., 2004). Çözelti viskozitesindeki değışim sadece polimer tipi ile ilgili olmayıp çözelti özelliklerine de bağılıdır (Andrady, 2008).

Yapılan bazı çalışmalarda çözelti viskozitesinin, oluşan liflerin çapı, başlangıçtaki damlanın şekli ve polimer jetinin izlediğı yörünge üzerinde etkisi olduğı gösterilmiştir. Viskozitenin artmasıyla birlikte lif çapında artış olduğı; fakat viskozitenin çok yüksek veya düşük olduğı durumlarda lif düzgünsüzlüğünün kötü etkilendiğı, boncuklar ve damlacıkların oluştuğı gösterilmiştir (Can ve Duran, 2009).

Katı miktarının fazla olduğı yüksek konsantrasyonlu çözeltilerde besleme ucunun tıkanması gibi nedenlerle elektro döndürme işleminin aksayabilmekte ve nanoliflerin toplayıcı plaka üzerinde daha küçük alanda toplanabilmektedir. Bu gibi durumlarda polielektrolitlerin eklenmesi çözelti içindeki katı miktarını arttırmadan viskoziteinin yükselmesini sağlayabilmektedir. Bu yöntem floküle olabilecek materyaller ve süspansiyonlardan da nanolif üretimini sağlayabilmektedir (Andrady, 2008).

Konsantrasyon

Çözelti konsantrasyonun, lifli yapıyı sabit tutma açısından temel bir görevi vardır. Çünkü çözelti viskozitesi de, yüzey gerilimi ve iletkenlik gibi diğer çözelti özelliklerini etkilemektedir (Yener ve diğ., 2011).

Düzgün lif oluşumunu için çözelti konsantrasyonunun belli bir seviyede olması gerekir. Konsantrasyon çok yüksek olduğunda elektriksel kuvvetler yüzey gerilimini ve viskoziteyi yenemediğinden polimer akışı sağlanamamakta; konsantrasyon çok düşük olduğunda ise polimer lif haline gelmeden yüzeye damlacıklar halinde düşebilmektedir (İkiz, 2009).

Kullanılan çözücü diğer önemli bir faktördür. Çözücü özelliği yüzey gerilimini ve buharlaşma işlemini belirler. Uçucu çözücüler lifin yüzey morfolojisini ve lifli yapıyı etkiler (Yener ve diğ., 2011)

Moleküler Ağırlık

Çözelti molekül ağırlığının, çözeltinin reolojik ve elektriksel özellikleri üzerinde önemli bir etkisi vardır. Molekül ağırlığı, elektrospun nanoliflerin morfolojisini etkileyen önemli bir parametredir ve elektrodöndürme yönteminde genellikle yüksek molekül ağırlığına sahip polimer çözeltileri tercih edilir çünkü bunlar lif oluşumu için arzu edilen viskoziteyi sağlar (Bhardwaj ve Kundu, 2010; Weiss ve diğ., 2012).

Çok düşük molekül ağırlıklı çözeltinin lifler oluşturmak yerine boncuklanma eğiliminde olduğu gözlemlenmiştir. Yüksek moleküler ağırlıklı bir çözeltinin ise büyük ortalama çapa sahip lifler oluşturduğu görülmüştür (Bhardwaj ve Kundu, 2010). Eğer polimer karışımları kullanılırsa, polimer konsantrasyonundaki kısmi artış tüm karışımın elektrodöndürülebilirliğini artırabilir (Weiss ve diğ., 2012).

Yüzey gerilimi

Yüzey gerilimi, bir sıvının yüzey katmanının esnek bir tabakaya benzer özellikler göstermesinden kaynaklanan etkiye verilen addır. Yüzeyde birim başına düşen enerjiyi ifade eder ve birimi mN/m (milinewton/ metre)' dir (Rubinstein ve Colby, 2003). Yüzey gerilimi, bileşimin bir fonksiyonudur ve elektrodöndürme işleminde kritik bir rol oynar (Bhardwaj ve Kundu, 2010). Yüzey gerilimi elektrodöndürme işleminde gerilime karşı uygulanan temel kuvvettir ve çözeltinin elektrodöndürülebilirliğini belirler (Andrady, 2008). Düşük yüzey gerilimine sahip

besleme çözeltilerinden boncuklanma olmaksızın lif üretilir fakat bu düşük yüzey gerilimine sahip bütün çözeltilerin elektrodöndürülebilir olduğu anlamına gelmemektedir. Nanoliflerin üretilmesi için gereken minimum gerilim, çözeltinin yüzey gerilimi ile orantılı olarak artar ama bu artış her zaman doğrusal (lineer) olmaz (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

Polimer çözeltisinin yüzey gerilimi; konsantrasyon, kimyasal bileşenler ve sıcaklığın değişmesi ile değişir (Andrady, 2008). Genel olarak yüzey gerilimi polimer konsantrasyonunun artışıyla birlikte azalmaktadır. Düşük miktarlarda surfaktanların eklenmesi çözeltinin yüzey gerilimini önemli ölçüde azaltarak nanolif üretimi için gerekli voltaj değerini düşürmekte ve üretimin daha kolay yapılabilmesini sağlamaktadır. Çözeltinin yüzey geriliminin düşük olması daha ince ve damlacıksız nanolif oluşumunu sağlamaktadır (Andrady, 2008).

İletkenlik

Çözelti iletkenliği çözeltinin elektriği iletme yeteneğinin sayısal ifadesidir. Çözelti iletkenlik değeri Siemens (S) birimi ile belirtilmektedir ve 1 Siemens = 1 Amper/Volt değerindedir. Elektrodöndürme yönteminin temeli elektrotlardan besleme çözeltisine elektriksel yüklerin iletimine dayanır. Bu nedenle, az bir elektrik iletkenliği bile nanolif oluşumu için gereklidir. Sıfır iletkenliğe sahip çözeltiler nanoliflere, elektrodöndürme ile döndürülemez. Elektrik iletkenliği; polimer ve çözücü tipi, polimer konsantrasyonu ve sıcaklıktan etkilenir. Polimerin iyonik fonksiyonlara sahip olduğu yerde çözelti iletkenliği konsantrasyona bağlıdır (Andrady, 2008).

Polimerlerin çözücü içersinde çözünmesi sırasında iyonik bileşenlerin açığa çıkmasıyla çözeltinin iletkenlik değeri artmaktadır. Konsantrasyonun artışıyla elektriksel iletkenliğin artışı genel olarak doğrusal bir ilişki göstermektedir. Ancak bünyesinde iyonik bileşenler içermeyen polimer yapıları için bu durum tam tersidir. Bu tip çözeltilerde elektriksel iletkenliği yükseltmek için sodyum klorür (NaCl) gibi inorganik tuzlar eklenmektedir. İyonik katkı maddelerinin eklenmesi daha stabil jet oluşumu sağlamakta ve nanolif miktarını artırmaktadır. Çözeltilerin iletkenliği aynı zamanda farklı çözücü kombinasyonları kullanılarak da değiştirilebilmektedir. Çözelti iletkenliğinin belirli bir seviyeye kadar artışı daha ince nanolif oluşumunu sağlamaktadır. 5 mS/cm değerinden daha yüksek iletkenliğe sahip çözeltilerle ise nanolif üretimi mümkün olmamaktadır (Andrady, 2008).

Dielektrik Özellik

Çözeltilerin dielektrik sabiti ne kadar elektriksel yükü bünyesinde barındırabileceğini, tutabileceğini belirlemektedir. Birimi F/m (Farad/metre)' dir. Dielektrik sabiti çözücüye ve çözünen polimere göre değişmektedir. Yüksek dielektrik sabiti besleme çözeltisi içerisinde elektriksel yüklerin daha eşit şekilde dağılımını, bu da daha yüksek oranda daha kaliteli nanolif üretimini sağlar. Bir başka deyişle dielektrik sabitinin yükselmesi birim alanda daha fazla oranda nanolifin toplanmasını sağlamaktadır. Dielektrik sabitini değiştirmek için katkı maddeleri eklenebilmekte veya farklı çözücüler kullanılabilmektedir. Ancak bunlar yapıldığında lif morfolojisindeki değişim sadece dielektrik sabitindeki değişime bağlanamamaktadır. Çünkü bu işlemler aynı zamanda iletkenliği, yüzey gerilimini ve polimer zincirlerinin çözelti içindeki dağılımını da etkilemektedir (Andrady, 2008).

2.5.3.2 Proses parametreleri

Pipet Ucu ile Toplayıcı Arasındaki Mesafenin Etkisi

Pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin artmasıyla, liflerin havada kalma süreleri artar ve bu durum life uygulanan kuvvetlerin etki sürelerinin artmasına sebep olur. Böylelikle çözücü daha fazla buharlaşır, lif çapları azalır. Azalan lif çapları ise elektriksel kuvvetlerin güçlenmesine sebep olur ve bu durum liflerin daha küçük parçalara ayrılmasını sağlar (İkiz, 2009).

Uç ve toplayıcı plaka arasındaki mesafe, fiber çapları ve morfolojisini kontrol etmek için başka bir yaklaşım olarak incelenmiştir. Liflerin toplayıcıya ulaşmadan önce kurumada gereken yeterli zaman için minimum bir uzaklık değeri olmalıdır. Aksi takdirde toplayıcı plakada nanolifler yaş şekilde toplanmakta ve eriyik şeklinde nanolif ağları oluşmaktadır. Mesafenin kısa oluşu aynı zamanda Taylor Konisinde kararsızlığa ve bunun sonucunda kusurlu morfolojik yapılar oluşmasına neden olmaktadır (Andrady, 2008). Diğer yandan, çok yakın ve çok uzak mesafelerde, liflerde boncuklanmalar gözlenmiştir (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

Voltajın Etkisi

Uygulanan gerilim elektrodöndürmede kritik unsurdur çünkü fiskiyenin yüzey yükünü sağlar ve bu durum nanolif çapını etkiler (Andrady, 2008; Bhardwaj ve Kundu, 2010). Uygulanan voltaj işlem esnasında besleme çözeltisinin elektriksel

yüklerle yüklenmesini sağlamaktadır. Voltajın artması ile birlikte çözelti daha fazla yüklenmekte, oluşan jet uzunluğu artmakta ve daha kararsız bir yapı kazanmaktadır. Bu nedenle plakada toplanan nanolifler daha düşük çaplara sahip olmaktadır. Yani genel olarak nanolifler uygulanan voltajın artması ile birlikte daha ince yapıda toplanmaktadır (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

Ancak literatürdeki bazı çalışmalar sonucun her zaman aynı olmadığını göstermektedir. Voltaj değerinin nanolif çapları üzerindeki etkisi belirsizdir. Bazı durumlarda voltaj arttıkça lif çapı artarken, bazı durumlarda da azalmaktadır. Fakat kesin olan durum artan voltaj değeri ile lif çap değişkenliğinin arttığıdır. Fakat yüksek voltaj değerlerinde polimer akışının daha düzensiz olmasından dolayı boncuklanmalar oluşmaktadır (İkiz, 2009; Andradı, 2008; Bhardwaj ve Kundu, 2010). Ayrıca çok yüksek voltaj değerleri daha fazla polimer püskürmesinden dolayı daha büyük çaplı nanolifler oluşmasına sebep olabilir (Bhardwaj ve Kundu, 2010). Bazı durumlarda voltajın yüksek değerlerde oluşu Taylor konisinin dışa dönük değil içe dönük bir yapı kazanmasına neden olmaktadır. Bu da damlacıklı ve düzensiz yapıda nanoliflerin oluşması ile sonuçlanabilmektedir (Andradı , 2008).

Çözelti debisi

Besleme çözeltisinin oranı, fıskiye hızı ve çözeltinin aktarım hızını etkiler. Çözücünün buharlaştırılması ve katı nanolifler elde edilmesi için daha düşük besleme oranları tercih edilir (Bhardwaj ve Kundu, 2010). İdeal olan durum debi besleme ucundan plakaya doğru hareket eden polimer çözeltisinin, oluşan nanolif miktarı ile eşdeğer olmasıdır. Aksi takdirde sürekli ve orantılı çap dağılımına sahip nanolif oluşumu gerçekleşmemektedir. Çok düşük debiler, Taylor Konisinin oluşmasını bunun sonucunda da elektrodöndürmenin gerçekleşmesi engellemekteyken (Andradı, 2008); yüksek besleme debilerinde, toplayıcıya ulaşmadan önce çözeltinin buharlaşması için gereken zamanın yetersizliğinden boncuklu büyük çaplı lif oluşumu gözlenir. Yüksek debi Taylor Konisi'nde elektriksel yüklenmeyi de azaltmaktadır bunun sonucunda ise nanolif çaplarında artış olmakta veya nanolif oluşumu tamamen durmaktadır (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

Toplayıcı plakaya ait özellikler

Elektro işleminin önemli özelliklerinden biri, kullanılan kolektör türüdür. Elektrodöndürme işleminde, toplayıcı tabaka nanoliflerin toplandığı iletken bir

substrat olarak hizmet eder (Bhardwaj ve Kundu, 2010). Toplayıcı plakanın üretildiği materyal ve geometrik şekli nanolif morfolojisini etkileyen iki önemli parametredir. Nanoliflerin topraklanmış toplayıcı plakaya temas etmesiyle sahip oldukları elektriksel yükler sıfırlanmaktadır (Andrady, 2008).

Genel olarak toplayıcı plaka olarak alüminyum folyo kullanılır fakat biriken nanolifleri folyo üzerinden almanın zorluğundan ve çeşitli uygulamalara uygun lif elde etmek için iletken kağıt, iletken kumaş, tel örgü, iğne, döner çark gibi toplayıcı materyaller son zamanların yaygın toplayıcı tabakalarıdır (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

Oluşturulan nanolifler çok yüklenmiş jetin bükülme istikrarsızlığı sebebiyle rastgele bir kitle olarak kollektör üzerine birikir (Reneker ve diğ., 2000). Çeşitli araştırma grupları, elektrospun liflerin daha az ya da çok şekilde birbirine paralel uzanması için, toplayıcı olarak; dönen bir tamburun kullanılabileceğini, bobin gibi dönen bir tekerlek veya metal çerçeve şeklinde bir yapının kullanılabileceğini göstermiştir (Fong ve diğ., 2002). Toplayıcı geometrileri nanoliflerin ne şekilde toplanacağını belirlemekte, hareketli toplayıcılar ise birim alanda istenilen yoğunlukta nanolif birikimini sağlamaktadır. İstenilen yoğunlukta nanolif toplanması lif ağının daha orantılı dağılımını ve gözenekli yapının daha kontrollü gelişmesini sağlamaktadır (Andrady, 2008). Ayrık (split) elektrotların birkaç çeşidi hizalanmış nanolifler elde etmek için kullanılmaktadır ve bu tip toplayıcılar nanoliflerin biriktiği bir boşluk ile ayrılmış iki iletken yüzeyden oluşur (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

2.5.3.3 Çevresel faktörler

Çözelti özellikleri ve proses parametreleri dışında sıcaklık ve nem gibi çevresel faktörler de elektrodöndürme işlemini etkilemektedir. Ortam koşullarının elektrodöndürme üzerindeki etkisini incelemek için çeşitli araştırmalar yapılmıştır (Bhardwaj ve Kundu, 2010). Mit-Uppatham ve diğ. (2004) tarafından yapılan bir çalışmada sıcaklık artışı ile birlikte azalan çapa sahip lif oluşumu gözlenmiştir, ve çaptaki bu azalma, daha yüksek sıcaklıklarda polimer çözeltilerinin viskozitesindeki azalma ile ilişkilendirilmiştir. Viskozite ve sıcaklık arasında ters bir ilişki vardır (Bhardwaj & Kundu, 2010). Diğer yandan, sıcaklıktaki artış, levha ile şırınga ucundaki çözelti damlacığı arasında mesafe sağlayan ortama çözücünün buharlaşmasını arttırabilir (Weiss ve diğ., 2012).

Yapılan bir çalışmada bulunan sonuçlara göre; ortam rutubeti lif çekim performansını, lif çapını ve yüzey özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Lif oluşma performansı, çap düzgünlüğü ve yüzey morfolojisi açısından en uygun rutubet değerinin % 27 olduğu tespit edilmiştir (Cengiz ve diğ., 2009).

2.5.4 E vitamininin jelatin ile enkasülasyonunda kullanılan malzemeler

2.5.4.1 Jelatin

Günümüzde çoğu elektrodöndürme işlemiyle ilgili endüstriyel uygulamalar sentetik olanlardan ziyade doğal biyopolimerlerin (örneğin polisakkaritler ve proteinler) elektrodöndürülmesini içerir. Bunun sebebi nanoliflerin mevcut ana kullanım alanının biyomedikal ve ilaç uygulamaları olmasıdır. Gıda biliminde, gıda veya gıda ile temas eden yüzeylerde kullanılabilecek çok ince elektrospun liflerin üretiminde biyopolimerlerin kullanılması bir ön koşuldur (Weiss ve diğ., 2012).

Jelatin, elektro üretim yöntemiyle nanolif elde edilen polimerlerden bir tanesidir. Fonksiyonel özelliklere sahip bir maddedir. Jelatin, karbonhidrat kaynaklı kıvam artırıcılara göre belli üstünlükleri ve avantajları olan bir proteindir (Boran, 2011). Jelatin, kollajenden ya asidik (Jelatin A) ya da alkali (Jelatin B) ekstraksiyonla ve ısı denatürasyonu ile elde edilebilir (Weiss ve diğ., 2012).

Doğal polimerler arasında, kolajenin denatürasyonu ile elde edilebilen jelatin, çok bilinen bir yapıdır. Jelatinin kolajene benzer şekilde biyoyuymululuk ve biyobozunur kabiliyetinde olduğu bilinmektedir. Jelatin deri, kas ve kemik gibi hayvan dokularından kolayca ekstrakte edilebilir. Ayrıca jelatin, ucuz bir biyopolimer olması açısından önemlidir. Bu nedenlerden dolayı, çoğu farklı uygulama için farklı formlarda jelatin kullanımını içeren birçok çalışma vardır (Moon ve Farris, 2009).

Jelatin ılık suda iyi çözünürken, yoğun polimer-polimer etkileşimleri nedeniyle elektrodöndürülebilirliği aslında çok zayıftır. Bu etkileşimler, jelatinin elektrodöndürme işleminde kılcallarda jelleşmesine sebep olur (Weiss ve diğ., 2012). Jelatinle nanolif eldesinde karşılaşılan sorun, yüksek sıcaklıkta hazırlanan jelatin çözeltisinin elektro üretim işlem sıcaklığında (oda sıcaklığı), soğuyarak neredeyse katı bir hale gelmesidir (Moon ve Farris, 2009). Elektrospun jelatin nanolifler çeşitli farklı çözenler kullanılarak elde edilebilmektedir (Weiss ve diğ., 2012).

Kullanılacak olan jelatin çözeltisinin konsantrasyonu da oldukça önemlidir. Yüksek konsantrasyonlu jelatin kullanımı uzun jelatin polimer zincirinin oluşmasına neden olur. Fakat uzun jelatin polimeri daha yüksek bir erime noktasına sahiptir. Bu durum elektrodöndürme işleminde yüksek sıcaklığa ihtiyaç duyulmasına sebep olur. Yüksek sıcaklıklar ise enkapsüle edilen materyal protein gibi bir maddeyse denaturasyon tehlikesine sebep olur ve Taylor konisinin çok hızlı kurumasına sebep olur. Düşük konsantrasyonlu jelatin polimeri ise elektrodöndürme işlemini kararsız olmasına sebep olur. Bunlarda dolayı elektrodöndürme işleminde orta uzunlukta jelatin polimeri tercih edilir (Heuvel ve diğ, 2013).

2.5.4.2 Asetik asit

Elektrodöndürme işlemi temel olarak uygun bir polimer ve çözücü bileşimine dayanır (Bosworth ve Downes, 2012). Elektrodöndürme işleminin ilk ve en önemli aşaması, uygun bir çözücü içinde polimerin çözünmesidir, çünkü polimer çözeltileri hazırlamak için kullanılan çözücünün elektrodöndürme üzerinde önemli bir etkisi vardır. Çözgenlerin, iyi bir uçuculuk, buhar basıncı, kaynama noktası gibi bazı özelliklere sahip olması gerekir ve polimer çözeltisinin bütünlüğünü korumalıdır. Dolayısıyla uygun bir çözücü sisteminin başarılı seçimi, elektrodöndürme işlemi için vazgeçilmezdir. Bir polimer-çözücü sistemindeki (ikili sistem) moleküller arası etkileşim, çekici veya itici olarak ayrılmaktadır ki bu durum yalnızca çözücü türüne bağlıdır (Zhang ve diğ., 2002).

Çözücü faktörü önemli faktörlerin başında gelir. Çözücünün uçuculuk özelliği etkili bir faktördür (Megelski ve diğ, 2002). Ayrıca asetik asit oldukça uçucu bir kimyasaldır (İnce ve Dramur, 2000). Asetik asit ile hazırlanan çözeltilerde, asetik asit konsantrasyonunun artması ile birlikte çözeltinin yüzey geriliminin düştüğü bildirilmektedir. Yüzey geriliminin düşmesi, elektrodöndürme işlemini kolaylaştıran bir etkidir (Geng ve diğ., 2005). Asetik asit çözücüsü içinde bulunan lifler dönebilen bir morfolojiye sahiptirler (Selling ve diğ, 2007).

Boncuklu lif yapısı, artan asetik asit konsantrasyonu ile düzgün bir yapı haline gelir, ayrıca elektrodöndürme işlemi için gerekli olan alanı azaltır (Geng ve diğ., 2005). Ayrıca asetik asit polimerin stabilizasyonunun sağlaması açısından da önemlidir. Kolajen ile yapılan bir nanolif üretiminde asetik asidin işlemin stabilizasyonunu sağladığı deney sonuçları ile doğrulanmıştır (Chakrapani ve diğ, 2012).

2.6 Nanoliflerin Karakterizasyonu

2.6.1 Zeta potansiyeli ve difüzyon katsayısı

Zeta potansiyeli yüzeye sıkıca bağlı tabaka yüzeyi yani kayma tabakası yüzeyi ile, çözeltinin elektrikçe nötral bölgesi arasındaki potansiyel farkıdır. Zeta potansiyeli, dispers sistemlerin stabilitesinin belirlenmesinde kullanılmaktadır. Kullanılan sisteme dayalı olarak eğer zeta potansiyeli, belli bir değerin altına düşürülürse, çekme kuvvetleri, itme kuvvetlerinden üstün gelir ve partiküller biraraya gelir. Bu olay flokülasyon olarak bilinir. Kararlı süspansiyon ve emülsiyonların ölçümü için zeta potansiyel değerleri önemlidir. Zeta potansiyel değerinin +25 mV' un üstünde ya da -25mV' un altında olduğu değerler süspansiyon ve emülsiyonların kararlı olduğu bölgeyi göstermektedir. Bu değerler aralığında değilse kararsızdır ve kolloidal sistemler topaklaşarak çökme eğilimindedir. Örneklerin yüzey yüklerinin araştırılması zeta potansiyellerinin hesaplanması ile gerçekleştirilmiştir (Wei, 2009). Zeta potansiyeli ne kadar yüksek olursa, kolloidal dağılımların stabilitesi de o kadar iyidir demektir. Sıfır noktası proteinler için izoelektrik noktayı temsil etmektedir. Zeta potansiyelinin sıfıra ulaştığı pH değerinde proteinlerin stabilitesi bozulmakta ve çökelmeler gerçekleşmektedir. Zeta potansiyelinde eksi ve artı yöndeki artış emülsiyon kararlılığında artışı göstermektedir (Srinisavan ve diğ., 2010).

2.6.2 Temas açısı

Yüzey özelliklerini belirlemek için yapılan ölçümlerden birisi yüzeyin su tutma (hidrofob), su emme (hidrofil) gibi özelliklerinin belirlenmesidir. Polimerik maddelerin hidrofob veya hidrofil özellikte olup olmadığının anlaşılması temas açısı ölçümü ile mümkün olmaktadır (Ersoy ve Kuntman, n.d.).

Tekstil nanoteknolojisinde küçük temas açıları ($\ll 90^\circ$) kumaşın yüksek su tutma özelliğine sahip yani ıslanabilirliğinin fazla olduğu anlamına gelirken, büyük temas açıları kumaşın ıslanabilirliğinin ($\gg 90^\circ$) düşük olduğu anlamına gelir. Temas açısının 90° 'den küçük olması, yüzeyin ıslanabilirliği iyi yani sıvının yüzeyde geniş bir alana yayılacağı anlamına gelir; diğer yandan, 90° 'den büyük temas açıları ise yüzeyin ıslanabilirliğe elverişli olmadığı yani sıvının yüzeyle temasının minimum olacağı ve küçük sıvı damlacıklar oluşacağı anlamına gelir. Temas açısının 150 dereceden büyük olduğu süperhidrofobik yüzeylerde ise sıvı damlası yüzeyle

neredeyse etkileşim kurmuyor gibidir. Temas açısı 0 olduğunda ise yüzey tamamen ıslanmıştır denilebilir (Yuan ve Lee, 2013)

2.7 Hipotez

Bu çalışmanın birinci hipotezi E vitamininin doğal polimer olan jelatin ile elektrodöndürme yöntemiyle enkapsüle edilebileceğidir. İkinci olarak ise, elektrodöndürme cihazına beslenecek E vitamini-Jelatin karışım çözeltisinin sahip olduğu elektriksel iletkenlik, yüzey gerilimi, dielektrik sabiti gibi özelliklerin çözeltiyi nanolif haline getirmek için uygun olduğudur.

3. MATERYAL VE METOD

3.1 Materyal

Deneylerde nanolif çözeltileri ve enkapsüle edici çözelti olarak kullanılmak üzere;

- B tipi jelatin (Sigma- Aldrich, G9382-500G, ABD)
- %100 asetik asit (Sigma- Aldrich, 27225, ABD)
- %100 asetik asiti %20 oranına seyreltmek için saf su kullanılmıştır.

Deneylerde E vitamini olarak; Evicap marka 400 mg lık E vitamini kapsülleri, E vitaminini içinde bulunduğu kapsülün dışına, şırınga ile alma şeklinde kullanılmıştır. Kullanılan Etanol, AYS Ltd. Şti. (Turkey)' den temin edilmiştir.

3.2 Metod

3.2.1 Elektrodöndürme cihazına beslenecek çözeltilerin hazırlanması

Jelatini çözmek için %20' lik (v/v) asetik asit çözeltisi kullanılmıştır. %100 asetik asit saf su ile %20 oranına seyreltilmiştir (v/v). Çizelge 3.1' de çözelti karışımlarının nasıl hazırlandığı gösterilmiştir.

Çizelge 3.1: Jelatin çözeltisi ve E vitamini-jelatin çözeltisi hazırlanması.

Karışım Çözeltisi	Polimer	Biyoaktif Madde	Çözelti	Yardımcı Madde	Sıcaklık- Süre	Hız
Jelatin çöz.	Jelatin	-	%20'lik asetik asit-su çöz.	Yok	60 C 2 saat	300 rpm
E vitamin-Jelatin çöz.	Jelatin	E vitamini	%20'lik asetik asit-su çöz.	Yok	Oda sıcaklığı 3 dak.	1500 rpm

3.2.2 Çözelti özelliklerinin ölçülmesi

3.2.2.1 Çözeltilerin elektriksel iletkenliklerinin ölçülmesi

E vitamini, jelatin-asetik asit çözeltisi (%20, w/v) ve jelatin çözeltisi- E vitamini (3:1, v/v) çözeltilerinin oda sıcaklığında iki tekrarlı olacak şekilde elektriksel iletkenlikleri ölçülmüştür (WTW LF95, Almanya). Şekil 3.1’ de kullanılan cihaz gösterilmiştir.



Şekil 3.1: Elektrik iletkenliği ölçüm cihazı.

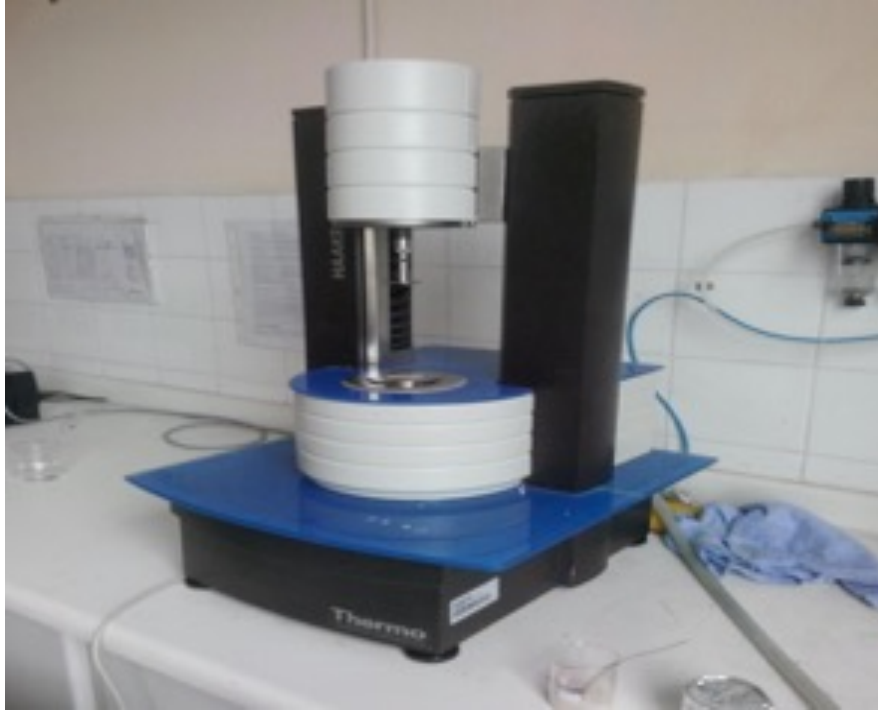
3.2.2.2 Çözeltilerin yüzey gerilimlerinin ölçülmesi

E vitamini, jelatin-asetik asit çözeltisi (%20, w/v) ve jelatin çözeltisi- E vitamini (3:1, v/v) çözeltilerinin oda sıcaklığında yüzey gerilimleri tensiyometre (Dataphysics DCAT, Almanya) ile ölçülmüş, sonuçlar Dataphysics SCAT (Almanya) yazılımı ile değerlendirilmiştir. Kullanılan teknik ‘Wilhelmy plate’ tekniğidir.

3.2.2.3 Çözeltilerin reolojik karakterizasyonu

E vitamini, jelatin-asetik asit çözeltisi (%20, w/v) ve jelatin çözeltisi-E vitamini (3:1, v/v) çözeltilerinin 25° C’de, 0 ile 300 s⁻¹ kayma hızı aralığında ve paralel plaka sensörü (Platte PP35 Ti, çap = 35 mm) ile iki tekrarlı olacak şekilde reolojik karakterizasyonu yapılmış, sonuçlar yazılım ile değerlendirilmiştir. Değerlendirmede

kullanılan denklem Power law'dır. Makinanın markası, HAAKE RheoStress'tir. Şekil 3.2' de kullanılan cihazın fotoğrafı görülmektedir.



Şekil 3.2: Reoloji ölçüm cihazı.

3.2.2.4 Çözeltilerin dielektrik sabitlerinin ölçülmesi

Jelatin-asetik asit çözeltisi (%20, w/v) ve jelatin çözeltisi- E vitamini (3:1, v/v) çözeltilerinin oda sıcaklığında iki tekrarlı olacak şekilde dielektrik sabitleri Şekil 3.3' de gösterilen cihazla ölçülmüş, sonuçlar Network Analyser 85070 yazılımı ile değerlendirilmiştir.

Cihazı kullanmadan önce kalibre etme: Cihazı kullanmadan önce önce havanın dielektrik sabitini ölçerek, 'shorting block' taktıktan sonra yapılan ölçümün ardından ise suyun dielektrik sabitini ölçerek makina kalibre edilmiştir.

Kalibrasyonun ardından cihazın probu E vitamini-jelatin çözeltisine daldırılarak çözeltinin dielektrik sabiti ölçülmüştür.

Çözeltiye 1 MHz ve 3 GHz aralığında elektrik akımı uygulanarak, 101 ölçüm sayısı ile sonuçlar belirlenmiştir.



Şekil 3.3: Dielektrik sabiti ölçüm cihazı.

3.2.3 E vitamini-Jelatin çözeltisi ile tek eksenli nanolif üretimi

E vitamini-jelatin çözeltisi bir şırıngaya alınmıştır. Şırınga, çözeltinin Şekil 3.4’ de gösterilen elektrodöndürme cihazındaki plakaya ulaşmasını sağlayan pompaya yerleştirilmiştir. Böylelikle, E vitamini-jelatin çözeltisi nanolif üretimi için elektrodöndürme cihazına beslenmiştir (İnovento, NE100, Türkiye).

Nanoliflerin oluşması için çözeltilerin besleme hızı yani debisi 0.5 ml/h olarak ayarlanmıştır. Uygulanan voltaj değeri ise 22 kV olarak belirlenmiştir.

Nanoliflerin toplanacağı plakanın besleme ucuna uzaklığı 10 cm olarak ayarlanmıştır.

Nanoliflerin toplandığı plaka üzeri alüminyum folyo ile kapatılmıştır. Daha sonra üretilen nanolijler bu alüminyum folyodan ayrılarak buzdolabında saklanmıştır.



Şekil 3.4: Elektrodöndürme cihazı.

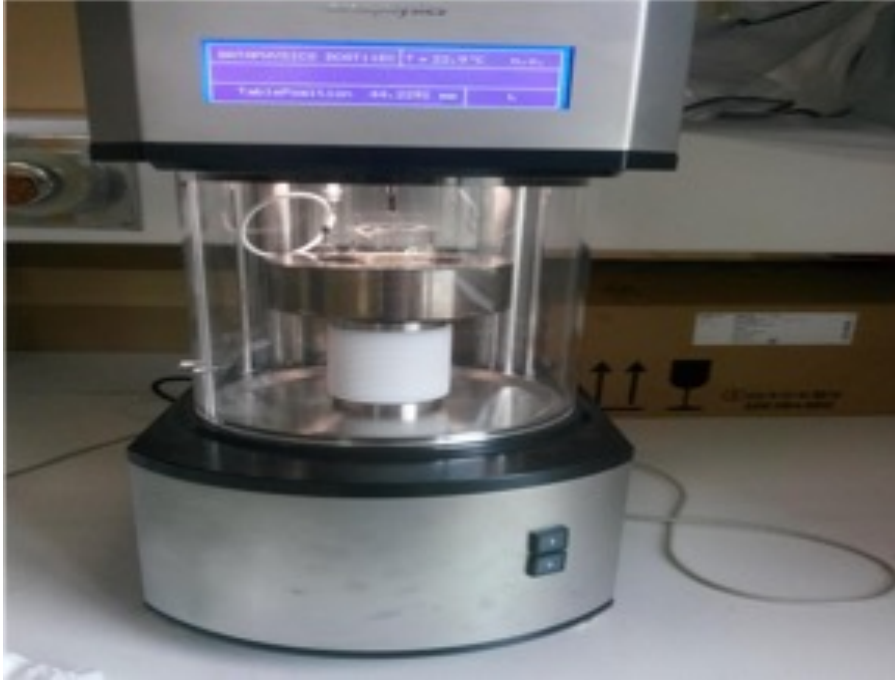
3.2.4 Nanoliflerin karakterizasyonu

3.2.4.1 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Elde edilebilen nanoliflerin morfolojik özellikleri ve çaplarının belirlenmesi, SEM (Jeol JSM- 7000F, Japonya) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.2.4.2 Nanolifin temas açısı ölçümü

Oda sıcaklığında nano boyutta enkapsüle E vitamini içeren nanoliflerin Şekil 3.5’ deki tensiyometre (Dataphysics DCAT, Almanya) ile temas açısı ölçülmüş, sonuçlar Datatphysics SCAT (Almanya) yazılımı ile değerlendirilmiştir. ‘Dinamik temas açısı’ tekniği kullanılmıştır (filmlerde kullanılan teknik, mesela tozlarda farklı bir teknik kullanılmaktadır).



Şekil 3.5: Yüzey gerilimi ve temas açısını ölçme cihazı.

3.2.4.3 Nanolifin Zeta potansiyelinin ölçümü

1 mg nanolif 10 ml etanol içinde 0.1% (w/v) oranında disperse edildi. Elde edilen çözeltiden nanolifin Zeta potansiyeli, Malvern Nano-Zetasz (İngiltere) cihazı kullanılarak ölçüldü ve sonuçlar Zetasizer yazılımı ile değerlendirildi. Ölçüm oda sıcaklığında gerçekleştirildi (25⁰ C).

3.2.4.4 Nanolifin difüzyon katsayısı ve partikül boyutu ölçümü

1 mg nanolif 10 ml etanol içinde 0.1% (w/v) oranında disperse edildi . Elde edilen çözeltiden nanolifin Zeta potansiyeli, Malvern Nano-Zetasz (Worcestershire, İngiltere) cihazı kullanılarak, iki tekrarlı olarak ölçüldü ve sonuçlar Zetasizer yazılımı ile değerlendirildi. Ölçüm oda sıcaklığında gerçekleştirildi (25⁰ C).

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Çözelti Özellikleri

Çözeltilerin özelliklerine dair sonuçlar Çizelge 4.1’ de verilmiştir.

Çizelge 4.1: Çözeltilerin özellikleri.

Çözelti	Elektriksel İletkenlik (mS/cm)	Yüzey Gerilimi (mN/m)	K (Pa.S ⁿ)	n	μ (Pa.s)
Jelatin çözeltisi	3.925±0.07	34.792±0.026	0.80±0.06	0.71±0.03	0.210
E vitamin	0.01±0.00	32.363±0.030	0.77	0.67	
E vitamin-Jelatin çöz.	1.32±0.01	35.691±0.025	3.22±0.07	0.80±0.005	1.28

Doğal polimerlerde dallanmış zincir yapısı olduğundan nanolif eldesi kolay olmamaktadır. Jelatini elektrodöndürülebilir hale getirmek için, bu dallanmış yapıları hidroliz etmek gerekmekte veya nanolif elde edilen polimer çözeltisi ile tek başına nanolif elde edilemeyen polimer çözeltisiyle karıştırılmalıdır. Bu durumda, elde edilen karışımın homejen yapıda olması ve viskozitelerinin elektrodöndürme yöntemine göre uygun aralıkta olması gerekmektedir. Jelatin oda sıcaklığında suda çözünebilir. Sahip olduğu iyonize olabilen yan zincirlere sulu çözeltilerde kümelenmeyi bir araya getirdiği için elektrodöndürme işlemi öncesi yüksek polaritede organik çözücüde çözülmesi gerekir (Dhan ve diğ., 2012). Bizim deneylerimiz sonucunda elde edilen değerlere bakıldığında ise jelatin ile üretimin gerçekleştirilebildiği görülmektedir. Bunun nedeni jelatinlerin %20 asetik asit-su (v/v) çözeltisi içinde çözündürülmesi ve asetik asit sayesinde jelatinin hidrolize edilerek elektrodöndürme tekniğinde kullanıma uygun hale getirilmesidir.

Elektriksel iletkenlik deneyleri, iki tekrarlı olarak oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Jelatin çözeltisi elektriksel iletkenliği 3.925± 0.07 mS/cm olarak bulunmuştur. Literatürde, B tipi jelatinin formik asit içindeki %7.5 ve %20’ lik

oranlar oluşturduğu zaman ki elektriksel iletkenliği sırasıyla 2.91 mS/cm ve 4.74 mS/cm olduğu gösterilmiş, ayrıca 7.5%` luk jelatin çözeltisinin, 20 kV voltaj altında nanolif oluşturmadığı ifade edilmiştir (Ratanavaraporn et al., 2010). Okutan ve diğ. (2014)' nin yaptığı çalışmaya göre, %20' lik asetik asit-jelatin çözeltisinin elektriksel iletkenliği 4.77 ± 0.04 bulunmuştur. Literatürde elde edilen %20'lik formik asit-jelatin çözeltisinin elektriksel iletkenlik değeri bizim bulduğumuz değere yakın bulunmuştur. Literatürde bu değerin, jelatinin elektrodöndürme işlemi için yeterli bir elektriksel iletkenlik ifade edilmiştir (Okutan ve diğ., 2014). Yaptığımız ölçüm sonucu elde edilen, E vitamininin elektriksel iletkenliğinin 0 olması, elektrodöndürme işleminin başlamasını zorlaştırmıştır.

Elektrodöndürme işlemi, çözelti üzerindeki yüklerin birbirlerini itmesiyle polimer jetin gerilmesi ve uzaması prensibine dayanır. Dolayısıyla eğer çözeltinin iletkenliği artarsa, oluşan jet tarafından daha fazla yük taşınır. Çözelti tam olarak gerilemediğinde boncuk oluşumu gerçekleşecektir (Çakmak, 2011).

Yüzey gerilimi deneyleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Jelatin çözeltisi yüzey gerilimi SCAT yazılımı ile 34.792 ± 0.026 mN/m bulunmuştur. Okutan ve diğ. (2014)' nin yaptığı çalışmada, %20' lik asetik asit-jelatin çözeltisinin yüzey gerilimi 34.91 mN/m bulunmuştur. Permprasert and Devahastin (2005)' in yaptığı çalışmaya göre %3' lük su-jelatin çözeltisinin yüzey gerilimi 63 mN/m bulunmuştur. Ayrıca Song ve diğ. (2008), elektrodöndürme işleminde jelatin çözeltisinde çözgen olarak su kullanmak yerine (yüzey gerilimi: 74.2 mN/m), etil asetat ve asetik asit karışımı kullanılmasının (yüzey gerilimi: 28.8 mN/m) jelatinin elektrodöndürülebilirliğini artırdığını ifade etmiştir. Ki ve diğ.(2005)'e göre, nanolif haline gelecek olan çözelti fiskeyi, çok yüksek yüzey geriliminden dolayı çözeltinin çıktığı ucun sonunda şeklini koruyamayıp, nanolifler arasında damlacık oluşturmaktadır. Bizim çalışmalarımız sonucunda bulduğumuz değerin 28.8 mN/m'in, elektrodöndürme işlemi için uygun bir yüzey gerilim değeri olduğu gösterilmiştir.

Konsantrasyonun artışıyla elektriksel iletkenliğin artışı genel olarak doğrusal bir ilişki göstermektedir. Çözelti iletkenliğinin belirli bir seviyeye kadar artışı daha ince nanolif oluşumunu sağlamaktadır. 5 mS/cm değerinden daha yüksek iletkenliğe sahip çözeltilerle ise nanolif üretimi mümkün olmamaktadır (Andrady, 2008). Elde edilen verilere göre, jelatin çözeltisine E vitamininin eklenmesi, E vitamininin elektriksel

iletkenliğinin 0 civarında olması sebebiyle, oluşan E vitamini-jelatin çözeltisinin elektriksel iletkenliğini azalmasına sebep olmuştur.

Reoloji davranış biçimleri kayma hızı ve zamana bağlı olarak sınıflandırılmaktadır. Buna göre reolojik sınıflandırmada genel olarak iki tipte sıvı bulunmaktadır. Bunlar Newtonyen ve Newtonyen dışı viskoelastik akışkanlardır. Nonnewtonyen davranış gösteren gıdalarda, yapıda kayma hızıyla ve/veya zamanla meydana gelen değişimler viskoziteyi etkiler. Bir başka deyişle, bu grubun ortak özelliği viskozitenin sabit olmamasıdır. Ancak, düşük ve yüksek kayma hızı bölgelerinde bazen sabit viskozite gözlemlenebilir (Ak, 1997). Bir nonnewtonyen davranış biçimi olan Psödoplastik tipteki akışkanlarda kayma hızı arttıkça viskozite-kayma hızı eğrisinin eğimi azalmaktadır yani kayma hızıyla birlikte viskozite düşmektedir (McKenna ve Lygn, 2003). Yaptığımız reoloji deneyleri sonucunda aşağıda verilen denklem kullanılarak sistem çözeltinin viskozitesini bulunmaktadır. Denklem ‘Power Law’ eşitliği olarak bilinmektedir. Psödoplastik davranış gösteren çözeltilerin viskoziteleri hesaplanırken genellikle Power law eşitliği kullanılmaktadır.

$$\mu = k \cdot \dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (4.1)$$

Denklemde K kıvam indeksini (Pa.sn) ve n akış davranış indeksini (boyutsuz) göstermektedir. n değeri 1’ e eşit olduğunda newtonian, 1’ den küçük olduğunda ise nonnewtonyen akış göstermektedir. Reolojik ölçümlerin sonuçlarına göre hem Jelatin çözeltisi hemde Jelatin-E vitamini çözeltisinin psödoplastik davranış (n<1) gösterdiği görülmektedir.

Kayma hızını 100 1/s olarak kabul ederek yaptığımız viskozite hesabı sonucunda viskozite değeri %20’ lik jelatin çözeltisi için 0.210 Pa.s, Jelatin- E vitamini karışım çözeltisi için ise 1.28 Pa.s olduğu bulunmuştur. Jelatin- E vitamini karışım çözeltisinin “n” değeri 1’ e daha yakın olduğundan bu çözeltinin % 20’ lik jelatin çözeltisine göre newtonyen akış davranışına (n=1) daha yakın akış davranışı gösterdiği gözlemlenmiştir. Deneyde kayma hızı aralığı 0-300 1/s aralığında alınmıştır. Jelatin çözeltisine E vitamini eklendiğinde K ve n değerinin arttığı görülmektedir. Elde edilen sonuçlara göre beklendiği gibi, E vitamininin jelatin çözeltisinin viskozitesini artırdığı görülmektedir.

Viskozitenin artmasıyla birlikte lif çapında artış olduğu; fakat viskozitenin çok yüksek veya düşük olduğu durumlarda lif düzgünsüzlüğünün kötü etkilendiği,

boncuklar ve damlacıkların oluştuğu gösterilmiştir (Can ve Duran, 2009). Deitzel ve ark.(2001), düşük viskozite değerlerinde ($n < 1$ P) yüzey gerilimi kuvvetlerinin lif morfolojisi üzerinde baskın bir etkiye sahip olduğu ve belli viskozite değerleri altında toplayıcı plakada lif birikmesi yerine, damlacık oluşumunun gözlemlendiğini ifade etmişlerdir. Okutan ve diğ.(2014)' nin %20 lik ve %7' lik jelatin çözeltilerinin özelliklerini kıyasladığı çalışmada, %20' lik çözeltinin viskozitesi 1.27 bulunmuştur. Bu sonuç bizim E vitamini- Jelatin çözeltisi için bulduğumuz 1.28 Pa.s değeriyle uyumludur ve düzgün nanolif oluşumu gözlenmiştir.

4.2 Çözeltilerin Dielektrik Sabiti Ölçüm Sonuçları

Ölçüm sonunda çıkan frekans-dielektrik sabiti (ϵ') ve frekans-kayıp faktörü (ϵ'') grafiğindeki değerler Çizelge 4.2 ve Çizelge 4.3' de verildiği gibidir.

Çizelge 4.2: Jelatin çözeltisi dielektrik sabiti ölçüm sonuçları.

Frekans	ϵ'	ϵ''
1 GHz	40.28 $\pm$ 2.32	11.94 $\pm$ 0.95
2 GHz	37.10 $\pm$ 2.24	11.68 $\pm$ 0.81
3 GHz	34.51 $\pm$ 2.03	12.49 $\pm$ 0.73
En düşük: 31.74 MHz	26.77 $\pm$ 1.87	244.11 $\pm$ 2.4

Çizelge 4.3: Jelatin çözeltisi-E vitamini karışım çözeltisinin dielektrik sabiti ölçüm sonuçları.

Frekans	ϵ'	ϵ''
500 MHz	19.81 $\pm$ 2.20	7.46 $\pm$ 0.97
1 GHz	18.91 $\pm$ 2.08	5.66 $\pm$ 0.63
2 GHz	17.45 $\pm$ 1.90	5.32 $\pm$ 0.56
3 GHz	16.21 $\pm$ 1.8	5.01 $\pm$ 0.45

Genellikle, yüksek dielektrik sabitine sahip bir çözücünün kullanılması boncuk oluşumunu ve elde edilen lifin çapını azaltır. Bazen daha düzgün morfolojide nanolif elde etmek için polimer çözeltisine dielektrik sabiti yüksek çözücüler eklenebilir. Yüksek dielektrik sabitine sahip çözücüler kullanıldığında jetin bükülme kararsızlığı

da artar. Böylece polimer jetinin kat edeceği yol artar ve oluşacak liflerin çapları küçülür. Literatüre göre, bizim deneylerimizde kullandığımız asetik asitin dielektrik sabiti 6.15' tir (Çakmak, 2011).

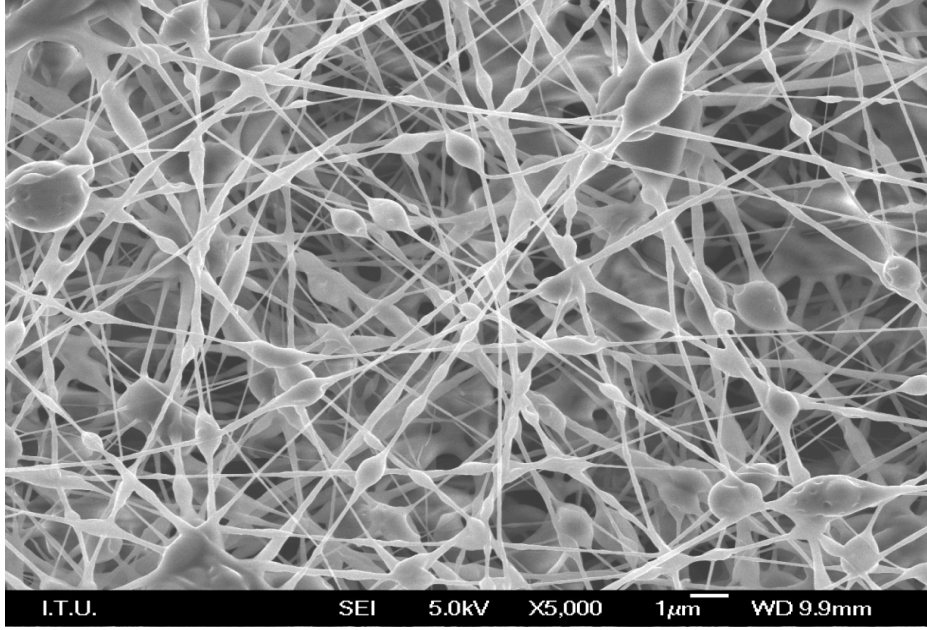
Malzemeye, dışardan bir elektrik alan uygulandığı zaman enerji depolama yeteneğine sahipse “dielektrik” olarak sınıflandırılır. Dielektrik katsayısı (ϵ'), moleküllerin nasıl polarize olduğunu ve elektriğe karşı nasıl tepki verdiğini gösterir. Dielektrik katsayısı ne kadar yüksekse malzeme o kadar fazla polarize olur ve elektrodöndürmede elde edilen üretim verimi artar.

Bu çalışmada kullanılan çözeltilerin (Jelatin, Jelatin-E vitamini) dielektrik sabitlerinin, artan frekansla azaldığı görülmüştür. Bunun nedeni, polarizasyon etkisidir. Frekans arttıkça dipollerin de etkisi artacağından polarizasyon meydana gelmiş ve dielektrik sabitinde düşme görülmüştür. Dielektrik sabitindeki bu düşüş o noktada bir yüzeysel polarizasyon olduğunu göstermektedir (İyibakanlar, 2007). Ayrıca jelatin çözeltisine E vitamininin eklenmesi, artan frekansla birlikte jelatin çözeltisinin dielektrik sabitini azaltmıştır. Aynı zamanda dielektrik kayıplarda da belli oranlarda azalma görülmüştür.

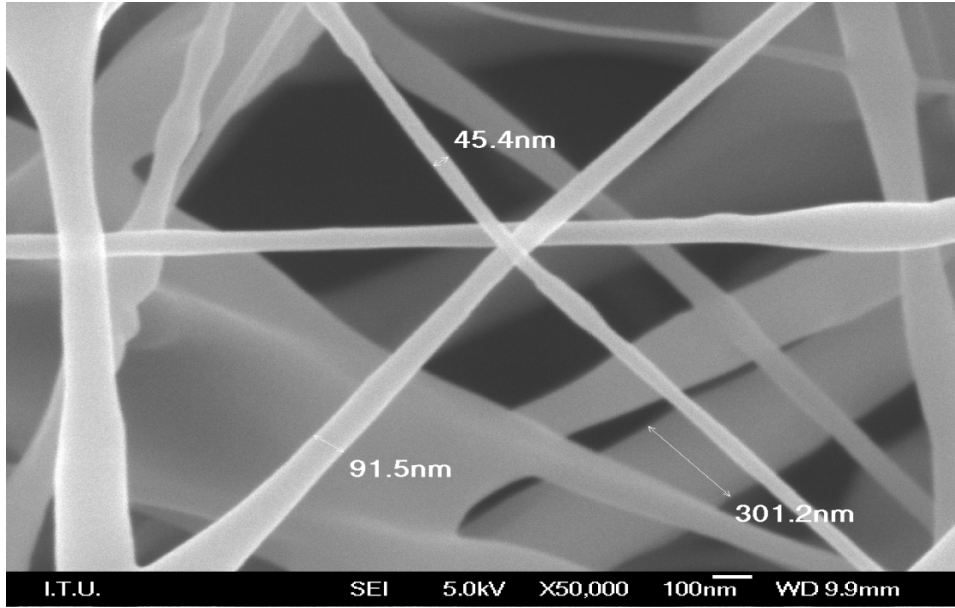
4.3 Nanoliflerin Karakterizasyonuna Dair Deney Sonuçları

4.3.1 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüsü

Şekil 4.1' de, jelatinle enkapsüle edilmiş e vitamini nanoliflerinin SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 4.2' de ise E Vitamini- Jelatin nanolifinin 50000 kere büyütülmüş SEM görüntüsü verilmiştir. Elde edilen sonuçlarda jelatin-E vitamini nanolif boyutlarının 45 ve 300 nm arasında değiştiği gözlenmiştir.



Şekil 4.1: E Vitamini- Jelatin nanolifinin 5000 kere büyütülmüş SEM görüntüsü.



Şekil 4.2: E Vitamini- Jelatin nanolifinin 50000 kere büyütülmüş SEM görüntüsü.

4.3.2 Nanolifin temas açısı ölçümü

Temas açısı; nanolifin bir sıvı içinde çözünür olup olmadığını anlamak için ölçülen bir değerdir. Eğer bulduğumuz değer 90 dan büyük çıkarsa malzemenin hidrofobik özellik; eğer bulduğumuz değer 90 dan küçük çıkarsa hidrofilik özellik gösterdiği düşünülür yani sıvı içinde rahatça çözündüğü kabul edilir. 0 değeri en çok çözündüğü değer kabul edilip, 0 dan uzaklaştıkça çözünmesi azalıyor demektir. E vitamini hidrofobik karakterdedir ve temas açısı değerinin 90' dan büyük çıkması beklenir.

23 cm kenara sahip kare şeklindeki enkapsüle E vitamini içeren jelatin nanolifini kullanarak yapılan ölçüm sonucu nanolife ait temas açısı değeri 82.244 ± 16.244 olarak bulunmuştur. Elde edilen sapma değerine bakarak E vitamininin Jelatin nanolifi içinde homojen dağılmadığı söylenebilir.

Gomes ve ark.(2014)' larının yaptığı araştırmada da gösterildiği gibi jelatin 0 teması açısı değerine sahip olarak hidrofilik karakter sergilemektedir. Bu bilgiler ışığında, deney sonucunda elde edilen 82.244 ± 16.244 temas açıcı değerine bakılarak, jelatinin, oluşan E vitamini-jelatin nanolifine hidrofilik karakter kazandırdığı ve teması açısının 90' dan az olmasına sebep olduğu söylenebilir.

4.3.3 Nanolifin Zeta potansiyeli

Partikül yüzeyi ve dispersiyon sıvı arasında meydana gelen potansiyel, zeta potansiyel olarak tanımlanmaktadır. Zeta potansiyel kolloidal sistemin kararlılığı hakkında bilgi vermektedir (Bouyer ve diğ., 2012). Yaptığımız deneyde, enkapsüle E vitamini içeren jelatin nanolifinden 1 mg alınarak etanol içinde çözüldükten sonra, elde edilen zeta potansiyeli değeri -1.16 ± 0.314 mV olarak bulunmuştur. Buradan hareketle nanolifin sahip olduğu yükün cinsi eksi (-), yükün büyüklüğü ise 1.16' dır denilmektedir. Zeta potansiyelinin yükü elektriksel tabakanın yüküne, büyüklüğü ise elektriksel tabakanın kalınlığına bağlı olduğu bilinmektedir (Srinivasan ve diğ., 2010).

Okutan ve diğ.(2014)' lerinin yaptığı çalışmada, %20' lik jelatin çözeltisinden elde edilen nanoliflerin zeta potansiyelinin $+12,40 \pm 0,00$ olduğu görülmektedir. Buradan hareketle kattığımız E vitaminin jelatin nanoliflerinin işaretini + dan – ye çevirdiği görülmektedir. Stabil bir sistemde zeta potansiyeli +25 mV üstünde ya da -25mV altında olmalıdır. Bu iki değer arasındaki bölge kararsızlık bölgesi olarak adlandırılmaktadır (Srinivasan ve diğ., 2010). Zeta potansiyelinde eksi ve artı yöndeki artış emülsiyon kararlılığında artışı göstermektedir. Zeta potansiyelindeki bu artış elektriksel tabakanın kalınlaştığını göstermektedir. Bu da damlacıkların biraraya gelip floküle olmasını engellemekte ve emülsiyonun daha uzun süre stabil kalmasını sağlamaktadır (Srinisavan ve diğ., 2010).

Bu bilgiye dayanarak, deneylerden elde ettiğimiz sonuca göre E vitamini- Jelatin nanoliflerinin zeta potansiyeli değeri +25 mV üstünde ya da -25mV altında olmadığı için, etanol içerisinde kararsız durumdadır. Okutan ve diğ.(2014)' leri tarafından 28

kV, 1 ml/s debi ve 10 cm plaka mesafesi koşullarında üretilen jelatin nanolifinin +12,40±0,00 zate potansiyeline sahip olduğu ve kararlı bölgeye daha yakın olduğu; böylece Jelatin-E vitamini nanolifine göre daha stabil davranış gösterdiği düşünülmektedir.

4.3.4 Difüzyon katsayısı

Yapılan deney sonucu E vitamini- Jelatin nanoliflerinin difüzyon katsayısı değeri, $0.223 \pm 0.015 \mu\text{m}^2/\text{s}$ olarak bulunmuştur. Okutan ve diğ.(2014)' lerinin yaptığı çalışmada, %20' lik jelatin çözeltisinden, 28 kV, 1 ml/s debi ve 10 cm plaka mesafesi koşullarında elde edilen nanoliflerin difüzyon katsayısı değerinin $0,65 \pm 0,04$ olduğu görülmektedir. Yaptığımız çalışma sonucunda elde edilen değerleri literatürdeki jelatin nanolifinin difüzyon katsayısı değeriyle kıyasladığımızda, E vitamininin, jelatin nanolifine katılmasıyla birlikte nanolifin difüzyon katsayısıyla birlikte difüzyon yeteneğinin arttığı görülmektedir. Enkapsüle E vitamini içeren jelatin nanolifi partikül boyutu ise 873.5 ± 45.00 nm olarak bulunmuştur.

Yapılan bir çalışmada, normal jelatin ve elektrodöndürme yöntemiyle farklı proses parametreleri denenerek elde edilen jelatin nanolif örneklerinin difüzyon katsayılarının normal jelatine göre daha yüksek olduğu görülmüştür. Elektrodöndürme yönteminin örneği nano boyutlara indirgemesi nedeni ile difüzyon yeteneğini artırdığı düşünülmektedir. (Okutan, 2013).

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada elektrodöndürme yöntemi ile uygun koşullar altında, E vitamininin jelatin polimeriyle nanoenkapsüle edilmesinin mümkün olacağı anlaşılmaktadır.

Bu çalışmada elektrodöndürme yöntemi ile jelatin- E vitamin karışım çözeltisinden nanolif eldesi çalışması yapılmıştır. Elektrodöndürme yönteminde besleme çözeltisi için etkili olan parametrelerden elektriksel iletkenlik, yüzey gerilimi, reolojik özellikler ve dielektrik özellikler ölçülmüştür. Jelatin çözeltisi ve E vitamin-Jelatin karışım çözeltisinin özellikleri karşılaştırılmış, E vitamininin çözeltinin özelliklerini ne yönde etkilediği tartışılmıştır.

Besleme çözeltisinin reolojik davranışını anlamak için Power Plate modeli uygulanmıştır. Jelatin- E vitamini karışım çözeltisinin, % 20' lik jelatin çözeltisine göre newtonyen akış davranışına (n=1) daha yakın akış davranışı gösterdiği gözlemlenmiştir. E vitamininin jelatin çözeltisine eklenmesiyle, jelatin çözeltisinin dielektrik sabiti azalmıştır. Aynı zamanda dielektrik kayıplarda da belli oranlarda azalma görülmüştür. Hidrofobik özellikteki E vitamini jelatinle enkapsüle edildiğinde, jelatinin oluşan E vitamini-jelatin nanolifine hidrofilik karakter kazandırdığı ve teması açısının 90' dan az olmasına sebep olduğu gösterilmiştir.

Partikül yüzeyi ve dispersiyon sıvı arasında meydana gelen potansiyel, zeta potansiyel olarak tanımlanmaktadır. E vitamini- Jelatin nanoliflerinin zeta potansiyeli değeri +25 mV üstünde ya da -25mV altında olmadığı için, etanol içerisinde kararsız durumda olduğu gösterilmiştir. E vitamininin, jelatinin nanolifinin elektriksel özelliklerini değiştirmiş olabileceği düşünülmektedir.

Bu çalışma ile nanoteknolojik gelişmelerin gıda alanlarında da kullanımının mümkün olabileceğini ve E vitamininin enkapsüle edilebileceği gösterilmiştir. Yapılan çalışma gelecekte yapılması düşünülen, nanoenkapsüle edilmiş E vitamininin kontrollü salımı araştırmalarına teşkil etmektedir.

KAYNAKLAR

- A., Jeffery, F.E., Raquel, M.E.,Richard.** (2008). Tocopherols and tocotrienols in membranes: A critical review, *Free Radical Biology & Medicine*, 44, 739–764.
- Ak, M.** (1997). Reoloji bilim dalı ve Gıda Endüstrisi, *Gıda ve Teknoloji*, 2(4), 36-46.
- Atkinson, J., Epand, R.F., & Epand, R.M. (2008). Tocopherols and tocotrienols in membranes: a critical review. *Free radical biology and medicine*, 44(5), 739-764.
- Bhardwaj, N. & Kundu, S.C.** (2010). Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique, *Biotechnology Advances* 28, 325–347.
- Boninoa, C.A., Krebs, M.D., Saquinga, C.D., Jeong, C., Shearer, K.L., Alsberg, E., & Khan, S.A.** (2011). Electrospinning alginate-based nanofibers: From blends to crosslinked low molecular weight alginate-only systems. *Carbohydrate Polymers*, 85(1), 111–119.
- Boran, G.** (2011). Bir Gıda Katkısı Olarak Jelatin: Yapısı, Özellikleri, Üretimi, Kullanımı ve Kalitesi. *Gıda Dergisi*, 36(2), 97-104.
- Bosworth, L. A., & Downes, S.** (2012). Acetone, a sustainable solvent for electrospinning poly (ϵ -caprolactone) fibres: effect of varying parameters and solution concentrations on fibre diameter. *Journal of Polymers and the Environment*, 20(3), 879-886.
- Bouyer, E., Mekhloufi, G., Rosilio, V., Grossiord, J.L. & Agnely, F.** (2012). Proteins, polysaccharides and their complexes used as stabilizers for emulsions: Alternatives to synthetic surfactants in the pharmaceutical field, *Intenational Journal of Pharmaceutics*, 436, 359-378.
- Burgain, J., Gaiani, C., Linder, M., & Scher, J.** (2011). Encapsulation of probiotic living cells: From laboratory scale to industrial applications. *Journal of Food Engineering*, 104(4), 467–483.
- Can, C.A., & Duran, D.** (2009). Doku Mühendisliği Uygulamalarında Tekstil Materyal Ve Teknolojilerinin Kullanımı. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3 (1), 77-86.
- Cengiz, F. , Jırsak, O. , & Dayık, M.** (2009). Ortam Rutubetinin Silindirli Elektro Lif Çekim Yöntemi ile Nano Lif Üretimi Üzerine Etkilerinin İncelenmesi. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3 (3), 24-32.

- Cengiz, F., Jırsak, O., & Dayık, M.** (2009). Ortam Rutubetinin Silindirik Elektro Lif Çekim Yöntemi ile Nano Lif Üretimi Üzerine Etkilerinin İncelenmesi. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3(3), 24-32.
- Chakrapani, V.Y., Gnanamani, A., Giridev, V.R., Madhusoothanan, M., & Sekaran, G.** (2012). Electrospinning of type I Collagen and PCL Nanofibers Using Acetic Acid. *Journal of Applied Polymer Science*, 125(4), 3221-3227.
- Champagne, C. P., & Fustier, P.** (2007). Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. *Current Opinion in Biotechnology*, 18(2), 184–190.
- Chen, C., & Wagner, G.** (2004). Vitamin E Nanoparticle For Beverage Applications. *Chemical Engineering Research and Design*, 82 (11), 1432–1437.
- Corredig, M.** (2013). Nanotechnology in the food, beverage and nutraceutical industries. *Trends in Food Science & Technology*, 2(33), 146.
- Çakmak, S.** (2011). Elektroegirme. *Nanobülten*, 13, 33.
- Desai, K.G.H. & Park, H.J.** (2005). Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. *Drying Technology*, 23(7), 1361–1394.
- Dorđević, V., Balanč, B., Belščak-Cvitanović, A., Lević, S., Trifković, K., Kalušević, A., ... Nedović, V.** (2015). Trends in encapsulation technologies for delivery of food bioactive compounds. *Food Engineering Reviews*, 7(4), 452-490.
- Duncan, T.V.** (2011). Applications of nanotechnology in food packaging and food safety: Barrier materials, antimicrobials and sensors. *Journal of colloid and interface science*, 363(1), 1-24.
- Erkan, G., Erdoğan, Ü.H. & Kayacan, O.** (2005). Tekstil Sektöründe Nano-Teknoloji Uygulamaları, *Tekstil Teknolojileri ve Tekstil Makinaları Kongresi*, Gaziantep, 19-27.
- Ezhilarasi, P. N., Karthik, P., Chhanwal, N., & Anandharamakrishnan, C.** (2013). Nanoencapsulation techniques for food bioactive components: a review. *Food and Bioprocess Technology*, 6(3), 628-647.
- Fathi, F., Mart, A., & McClements, D.J.** (2014). Nanoencapsulation of food ingredients using carbohydrate based delivery systems, *Trends in Food Science & Technology*, 39(1), 18-39.
- Fong, H., Liu, W., Wang, C.S., & Vaia, R.A.** (2002). Generation of electrospun fibers of nylon 6 and nylon 6-montmorillonite nanocomposite, *Polymer*, 43(3), 775-880.
- Galindo-Rodriguez, S., Allemann, E., Fessi, H., & Doelker.** (2004). Physicochemical parameters associated with nanoparticle formation in the salting-out, emulsification–diffusion and nanoprecipitation methods. *Pharmaceutical Research*, 21(8), 1428–1439.
- Galindo-Rodriguez, S., Allemann, E., Fessi, H., & Doelker.** (2004). Physicochemical parameters associated with nanoparticle formation

- in the salting-out, emulsification–diffusion and nanoprecipitation methods. *Pharmaceutical Research*, 21(8), 1428–1439.
- Gemci, R., Yener, F., & Solak, H.** (2011). Uygulanan Voltaj Değeri İle Pvb Nanolif Çapı Arasındaki İlişki, *KSU Mühendislik Dergisi*, 14 (1), 31-34.
- Geng, X., Kwon, O.H., & Jang, J.** (2005). Electrospinning of chitosan dissolved in concentrated acetic acid solution. *Biomaterials*, 26(27), 5427-5432.
- Gonnet, M., Lethuaut, L., & Boury, F.** (2010). New trends in encapsulation of liposoluble vitamins. *Journal of Controlled Release*, 146(3), 276–290.
- Gouin, S.** (2004). Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in food science & technology*, 15(7), 330-347.
- Gökmen, S., Palamutoğlu, R., ve Sarıçoban, C.** (2012). Gıda Endüstrisinde Enkapsülasyon Uygulamaları, *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 7(1), 36-50.
- Greiner, A. & Wendorff, J.H.** (2007). Electrospinning: a fascinating method for the preparation of ultrathin fibers. *Angewandte Chemie International Edition*, 46(30), 5670-5703.
- Güngör, K.** (2003). Vitamin ve Minerallerin Dişhekimliğindeki Önemi. *Acta Odontologica Turcica*, 20(3), 51-56.
- Hagewood, J.** (2004). Production of Polymeric Nanofibres. *International Fiber Journal*, 2: 11-14.
- Hannon, J. C., Kerry, J., Cruz-Romero, M., Morris, M., & Cummins, E.** (2015). Advances and challenges for the use of engineered nanoparticles in food contact materials. *Trends in Food Science & Technology*, 43(1), 43-62.
- Heikkilä, P., Söderlund, L., Uusimäki, J., Kettunen, L., & Harlin, A.** (2007). Exploitation of electric field in controlling of nanofiber spinning process. *Polymer Engineering & Science*, 47(12), 2065-2074.
- İkiz, Y.** (2009). Elektro çekim yöntemi işlem parametrelerinin PVA nanolif morfolojisine etkileri. *Pamukkale University Journal of Engineering Sciences*, 15(3), 363-369.
- İnce, E., & Dramur, U.** (2001). Asetik asit-Su-Siklopentanol üçlü sisteminin çözünürlük dengesinin incelenmesi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 7(1), 111-115.
- Jafari, S. M., Assadpoor, E., He, Y., & Bhandari, B.** (2008). Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying, *Drying Technology*, 26(7), 816-835.
- Jiang, H., Wang, L., & Zhu, K.** (2014). Coaxial electrospinning for encapsulation and controlled release of fragile water-soluble bioactive agents. *Journal of Controlled Release*, 193, 296-303.
- Kailasapathy, K.** (2002). Microencapsulation of probiotic bacteria: technology and potential applications. *Current issues in intestinal microbiology*, 3(2), 39-48.

- Khare, A.R., & Vasisht, N.** (2014). Nanoencapsulation in the Food Industry: Technology of the Future. In Gaonkar, A.G., Vasisht, N., Khare, A.R., & Sobel, R. (Eds.). *Microencapsulation in the food industry: a practical implementation guide*. (Part III, pp.151-155). Retrieved from doi:10.1016/B978-0-12-404568-2.00014-5
- Ki, C. S., Baek, D. H., Gang, K. D., Lee, K. H., Um, I. C., & Park, Y. H.** (2005). Characterization of gelatin nanofiber prepared from gelatin-formic acid solution. *Polymer*, 46, 5094-5102.
- Li, Y.O., González, V.P.D., Diosady, L.L.** (2014). Microencapsulation of Vitamins, Minerals, and Nutraceuticals for Food Applications. In Gaonkar, A.G., Vasisht, N., Khare, A.R., & Sobel, R. (Eds.). *Microencapsulation in the food industry: a practical implementation guide*. (Part VII, pp.501-522). Retrieved from doi:10.1016/B978-0-12-404568-2.00038-8
- López-Rubio, A., Sanchez, E., Wilkanowicz, S., Sanz, Y., & Lagaron, J. M.** (2012). Electrospinning as a useful technique for the encapsulation of living bifidobacteria in food hydrocolloids. *Food Hydrocolloids*, 28(1), 159-167.
- Marcus, J.B.** (2013). Vitamin and Mineral Basics: The ABCs of Healthy Foods and Beverages, Including Phytonutrients and Functional Foods: Healthy Vitamin and Mineral Choices, Roles and Applications in Nutrition, Food Science and the Culinary Arts. In Marcus, J. B. *Culinary nutrition: the science and practice of healthy cooking*. Academic Press. (Chapter 7, pp.279-331). Retrieved from doi:10.1016/B978-0-12-391882-6.00007-8
- Marsanasco, M., Márquez, A. L., Wagner, J. R., Alonso, S. D. V., & Chiaramoni, N. S.** (2011). Liposomes as vehicles for vitamins E and C: An alternative to fortify orange juice and offer vitamin C protection after heat treatment. *Food research international*, 44(9), 3039-3046.
- Megelski, S., Stephens, J. S., Chase, D. B., & Rabolt, J. F.** (2002). Micro-and nanostructured surface morphology on electrospun polymer fibers. *Macromolecules*, 35(22), 8456-8466.
- Mit-uppatham, C., Nithitanakul, M., & Supaphol, P.** (2004). Ultrafine electrospun polyamide-6 fibers: effect of solution conditions on morphology and average fiber diameter. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 205(17), 2327-2338.
- Moheman, A., Alam, M. S., & Mohammad, A.** (2015). Recent trends in electrospinning of polymer nanofibers and their applications in ultra thin layer chromatography. *Advances in Colloid and Interface Science*.
- Moon, S., & Farris, R. J.** (2009). Electrospinning of heated gelatin-sodium alginate-water solutions. *Polymer Engineering & Science*, 49(8), 1616-1620.

- Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S., & Bugarski, B.** (2011). An overview of encapsulation technologies for food applications. *Procedia Food Science*, 1, 1806-1815.
- Okutan, N.** (2013). *Elektrodöndürme yöntemiyle elde edilen jelatin nanoliflerinin emülsiyonlarda stabilize edici olarak kullanılması* (Yüksek lisans tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Okutan, N., Terzi, P., & Altay, F.** (2014). Affecting parameters on electrospinning process and characterization of electrospun gelatin nanofibers. *Food Hydrocolloids*, 39, 19-26.
- Özcan, T., & Altun, B.** (2013). Süt ürünlerinde probiyotik bakterilerin mikrokapsülasyonu I: enkapsülasyon teknikleri. *Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 27(2).
- Permpasert, J., & Devahastin, S.** (2005). Evaluation of the effects of some additives and pH on surface tension of aqueous solutions using a drop-weight method. *Journal of Food Engineering*, 70, 219-226.
- Ramsden, J.** (2014). What is Nanotechnology? In Ramsden, J. *Applied nanotechnology: The conversion of research results to products*. William Andrew. (2nd ed., Part 1, pp.3-12). University of Buckingham, Buckingham, UK.
- Ratanavaraporn, J., Rangkupan, R., Jeeratawatchai, H., Kanokpanont, S., & Damrongsakkul, S.** (2010). Influences of physical and chemical crosslinking techniques on electrospun type A and B gelatin fiber mats. *International journal of biological macromolecules*, 47(4), 431-438.
- Regismond, S. T. A., Policova, Z., Neumann, A. W., Goddard, E. D., & Winnik, F. M.** (1999). Static and dynamic surface tension of dilute polyelectrolyte solutions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 156(1), 157-162.
- Reis, C. P., Neufeld, R. J., Ribeiro, A. J., & Veiga, F.** (2006). Nanoencapsulation I. Methods for preparation of drug-loaded polymeric nanoparticles, *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 2, 8-21.
- Reneker, D. H., & Yarin, A. L.** (2008). Electrospinning jets and polymer nanofibers. *Polymer*, 49(10), 2387-2425.
- Reneker, D. H., Yarin, A. L., Fong, H., & Koombhongse, S.** (2000). Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning. *Journal of Applied physics*, 87(9), 4531-4547.
- Sabliov, C. M., Astete, C. E., & Garti, N.** (2008). Encapsulation and controlled release of antioxidants and vitamins. *Delivery and controlled release of bioactives in foods and nutraceuticals*, 297-330.
- Selling, G. W., Biswas, A., Patel, A., Walls, D. J., Dunlap, C., & Wei, Y.** (2007). Impact of solvent on electrospinning of zein and analysis of resulting fibers. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 208(9), 1002-1010.
- Somchue, W., Sermsri, W., Shiowatana, J., & Siripinyanond, A.** (2009). Encapsulation of α -tocopherol in protein-based delivery particles. *Food Research International*, 42(8), 909-914.

- Song, T., Zhang, Y., Zhou, T., Lim, C. T., Ramakrishna, S., & Liu, B.** (2005). Encapsulation of self-assembled FePt magnetic nanoparticles in PCL nanofibers by coaxial electrospinning. *Chemical Physics Letters*, 415(4), 317-322.
- Sozer, N. & Kokini, J.L.** (2012). The applications of nanotechnology. In Picó, Y. Chemical analysis of food: Techniques and applications. Academic Press. (Chapter 6, pp.171-176.) Retrieved from doi:10.1016/B978-0-12-384862-8.00006-6
- Sozer, N., & Kokini, J. L.** (2009). Nanotechnology and its applications in the food sector. *Trends in biotechnology*, 27(2), 82-89.
- Srinivasan, S., Barbhuiya, S.A., Charan, D. & Pandey, S.P.,** (2010). Characterising cement-superplasticiser interaction using zeta potential measurements, *Construction and Building Materials*, 24, 2517-2521.
- Srinivasan, S., Barbhuiya, S.A., Charan, D. & Pandey, S.P.,** (2010). Characterising cement-superplasticiser interaction using zeta potential measurements. *Construction and Building Materials*, 24, ss. 2517-2521.
- Subbiah, T., Bhat, G. S., Tock, R. W., Parameswaran, S., & Ramkumar, S. S.** (2005). Electrospinning of nanofibers, *Journal of Applied Polymer Science*, 96(2), 557-569.
- Süprüen, G., Çay, A., Kanat, E., Kırıcı, T., Gülümser, T. & Tarakçıoğlu, I.** (2007). Nano Lifler (Bölüm 2), *Tekstil ve Konfeksiyon*, (2), 83-89.
- Teschke, O., & De Souza, E. F.** (2002). Liposome structure imaging by atomic force microscopy: verification of improved liposome stability during adsorption of multiple aggregated vesicles. *Langmuir*, 18(17), 6513-6520.
- Theron, S. A., Zussman, E., & Yarin, A. L.** (2004). Experimental investigation of the governing parameters in the electrospinning of polymer solutions. *Polymer*, 45(6), 2017-2030.
- Ulatowski, L. & Manor, D.** (2014). Vitamin E Status in Niemann–Pick Type C. In Martin, C.R., & Preedy, V.R. (Eds.). Diet and nutrition in dementia and cognitive decline. Academic Press. (Part III, pp.709-716.) Retrieved from doi:10.1016/B978-0-12-407824-6.00065-3
- Uskoković, V.** (2007). Nanotechnologies: What we do not know. *Technology in society*, 29(1), 43-61.
- Wei, H. T.** (2009). *Rheology and Stability Of Olive Oil Cream Emulsion Stabilized by Sucrose Fatty Acid Esters Nonionic Surfactants*. Yüksek Lisans Tezi, Malaya Kuala Lumpur Üniversitesi, Malezya.
- Weiss, J., Kanjanapongkul, K., Wongsasulak, S., & Yoovidhya, T.** (2012). Electrospun fibers: fabrication, functionalities and potential food industry applications. *Nanotechnology in the food, beverage and nutraceutical industries*, 1, 362-397.
- Weiss, J., Kanjanapongkul, K., Wongsasulak, S., & Yoovidhya, T.** (2012). Electrospun fibers: fabrication, functionalities and potential food

industry applications. Nanotechnology in the food, beverage and nutraceutical industries, 1, 362-397.

- Yang, Y., & McClements, D. J.** (2013). Encapsulation of vitamin E in edible emulsions fabricated using a natural surfactant. *Food Hydrocolloids*, 30(2), 712-720.
- Yazgünoğlu, Y.** (2002). Retrieved April 2002, Vitamin nedir? <http://bilheal.bilkent.edu.tr/aykonu/AY2002/April2002/vitaturk.htm>
- Yener, F., Jırsak, O., & Yalçınkaya, B.** (2011). Materyal Parametrelerinin Elektro Lif Çekim Yöntemiyle Oluşturulan Polivinil Butiral Nano Lifleri Üzerindeki Etkisi. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 5(2), 26-34.
- Yuan, Y., & Lee, T. R.** (2013). Contact angle and wetting properties. In *Surface science techniques* (pp. 3-34). Springer Berlin Heidelberg.
- Zhang, Y., Qian, J., Ke, Z., Zhu, X., Bi, H., & Nie, K.** (2002). Viscometric study of poly (vinyl chloride)/poly (vinyl acetate) blends in various solvents. *European polymer journal*, 38(2), 333-337.

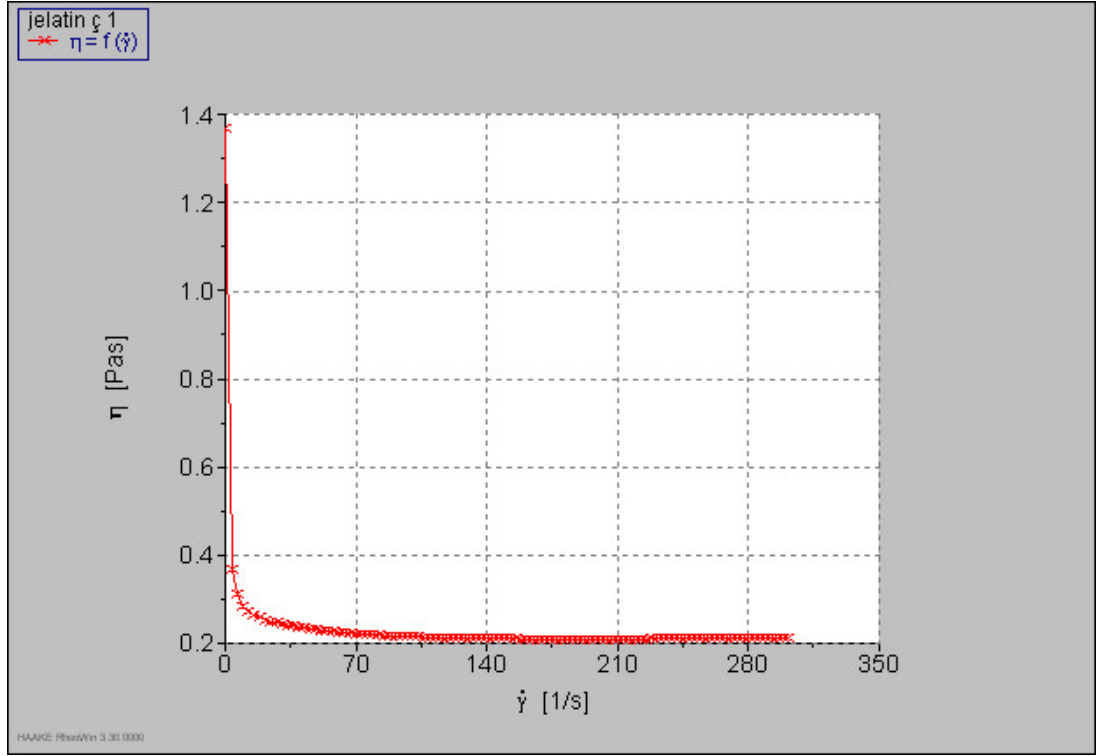
EKLER

EK A: Jelatin çözeltisi reolojik ölçümleri

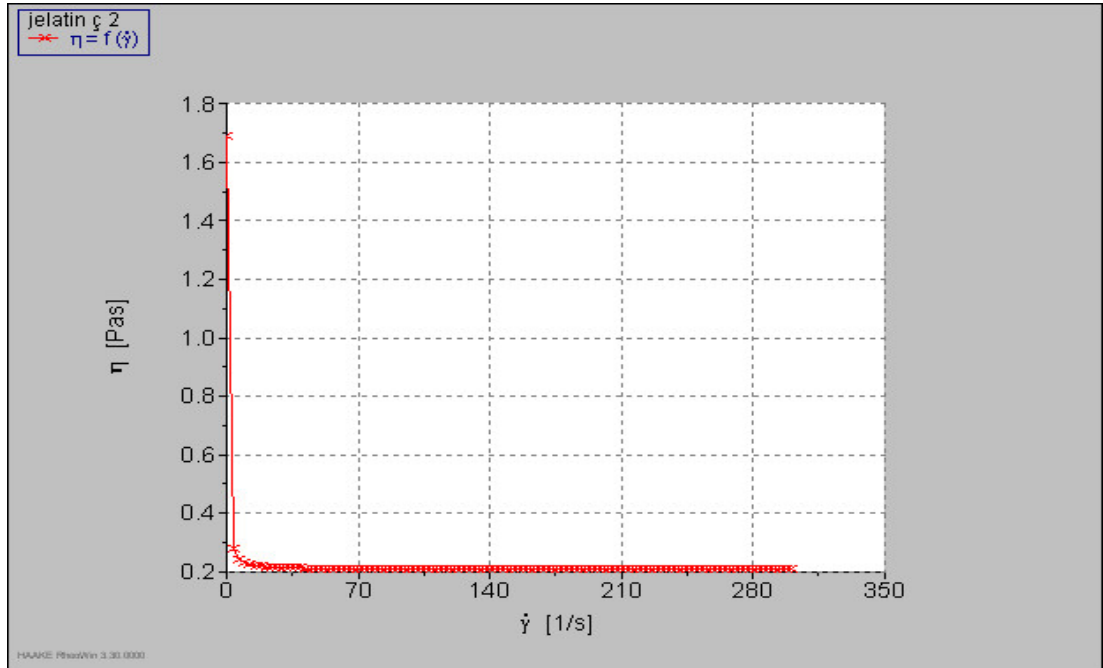
EK B: Jelatin-E vitamini karışım çözeltisi reoloji ölçümleri

EK C: Nanoliflerin Zeta potansiyel ve boyut dağılımı ölçümleri

EK A

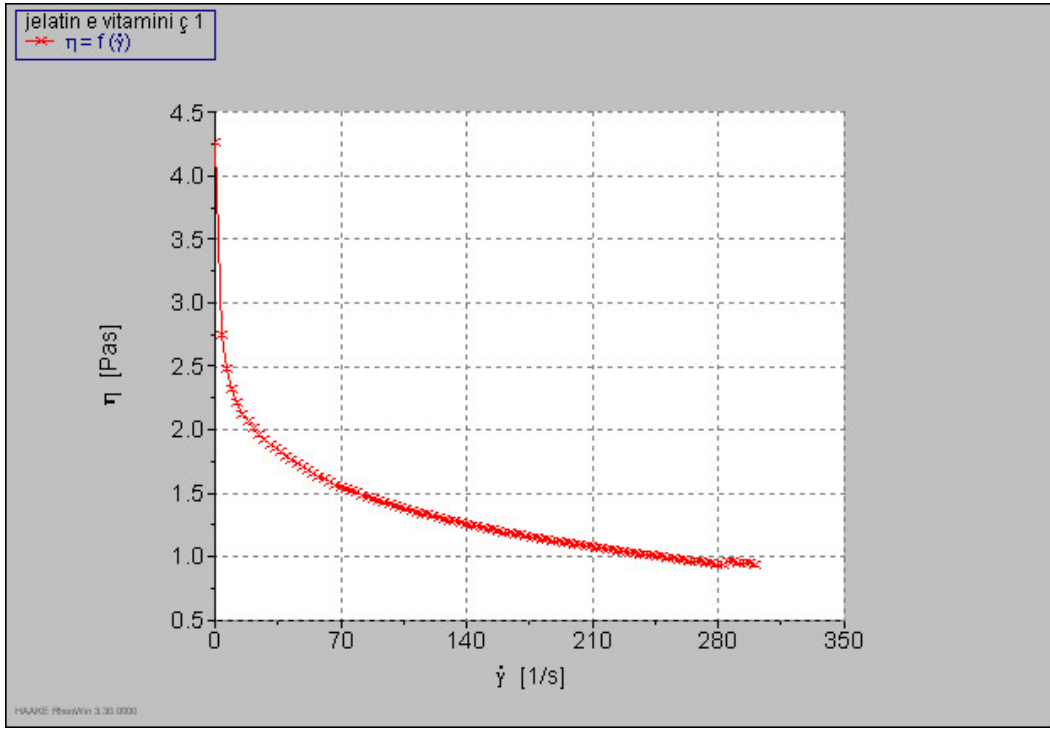


Şekil A.1: Jelatin Çözeltilisi 1. Tekrar Reolojik Değerleri

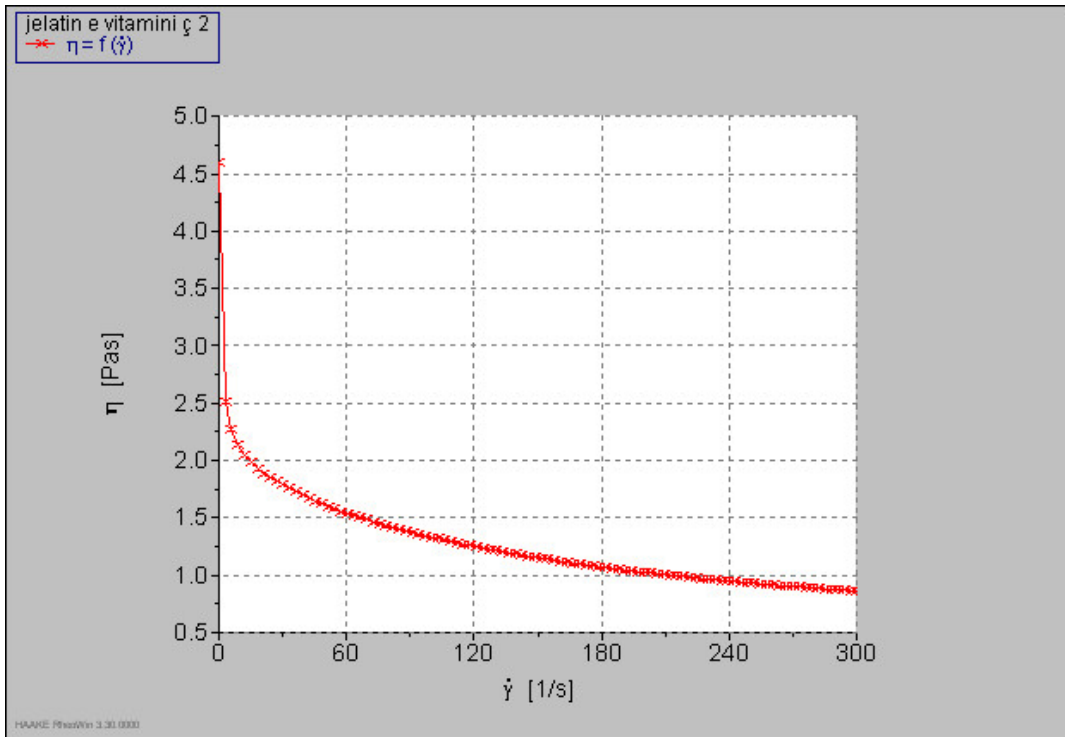


Şekil A.2: Jelatin Çözeltilisi 2. Tekrar Reolojik Değerleri

EK B

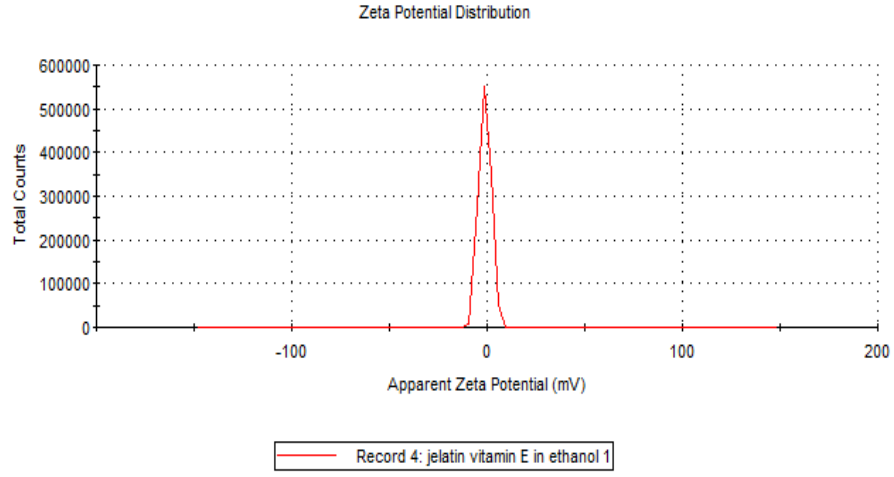


Şekil B.1: Jelatin-E vitamini Karışım Çözeltisi 1. Tekrar Reolojik Değerleri

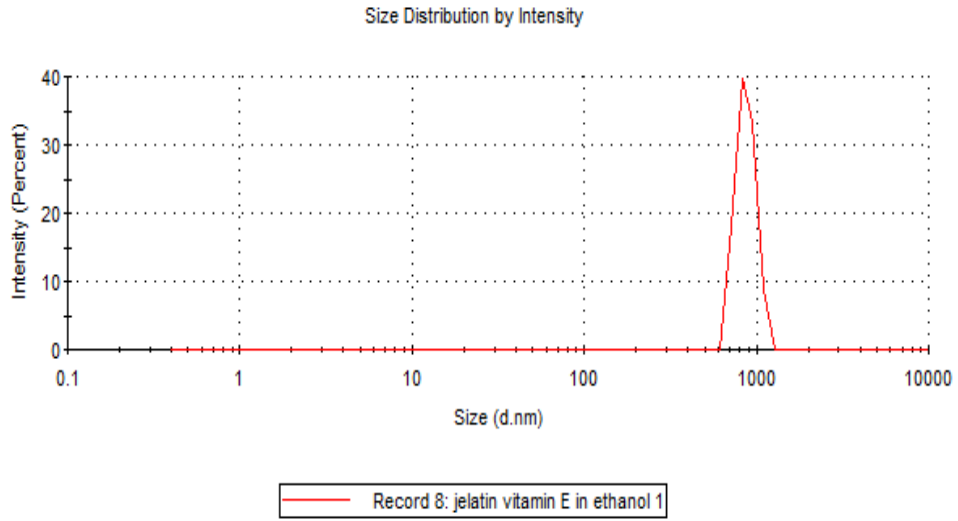


Şekil B.2: Jelatin-E vitamini Karışım Çözeltisi 2. Tekrar Reolojik Değerleri

EK C

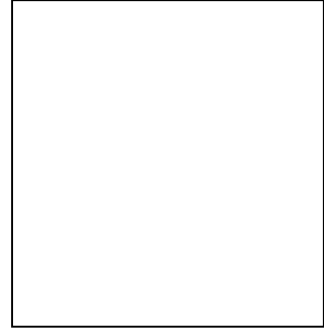


Şekil C.1: Jelatin-E vitamini karışım çözeltisi Zeta potansiyeli ölçüm grafiği



Şekil C.2: Jelatin-E vitamini karışım çözeltisi boyut dağılımı grafiği

ÖZGEÇMİŞ



Ad-Soyad : Tuğba YILMAZ
Doğum Tarihi ve Yeri : 02.02.1989 NİĞDE
E-posta : yilmaztug@itu.edu.tr

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2013, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Gıda Mühendisliği
- **Yükseklisans** : 2016, İstanbul Teknik Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Gıda Mühendisliği Programı