

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TIBBİ NANE (*Mentha piperita*) YAĞININ MİKROKAPSÜLLENEREK DENİM KUMAŞA
AKTARILMASI İLE KUMAŞA ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK KAZANDIRILMASININ
ARAŞTIRILMASI**

MERVE DOĞAN

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

HAZİRAN 2019

Tezin Bařlıđı: Tıbbi Nane (*Mentha piperita*) Yađının Mikrokaps llenerek Denim Kumařa Aktarılması ile Kumařa Antibakteriyel  zellik Kazandırılmasının Arařtırılması

Tezi Hazırlayan: Merve DOĐAN

Sınav Tarihi: 26.06.2019

Yukarıda adı ge en tez j rimizce deđerlendirilerek Kimya M hendisliđi Ana Bilim Dalında Y ksek Lisans olarak kabul edilmiřtir.

Tez Danıřmanı: Prof. Dr. Adıg zel Mehmet Y CEER
 n n   niversitesi

Sınav J ri  yeleri

Prof. Dr. Adıg zel Mehmet Y CEER
 n n   niversitesi

Prof. Dr. Ayře SARIMEŐEL  PA ACI
 n n   niversitesi

Prof. Dr. Muhammet řaban TANYILDIZI
Fırat  niversitesi

Prof. Dr. Halil  brahim ADIG ZEL
Enstit  M d r 

ONUR SÖZÜ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Tıbbi Nane (*Mentha piperita*) Yağının Mikrokapsüllenenerek Denim Kumaşa Aktarılması ile Kumaşa Antibakteriyel Özellik Kazandırılmasının Araştırılması” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığını ve yararlandığım bütün kaynakların, hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuğunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.

Merve DOĞAN



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TIBBİ NANE (*Mentha piperita*) YAĞININ MİKROKAPSÜLLENEREK DENİM KUMAŞA AKTARILMASI İLE KUMAŞA ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK KAZANDIRILMASININ ARAŞTIRILMASI

Merve DOĞAN

İnönü Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

70+xi sayfa

2019

Danışman: Prof. Dr. A. Mehmet YÜCEER

Endemik bitkiler ve bu bitkilerden elde edilen uçucu yağlar başta bilimsel ve ticari olmak üzere pek çok kullanım alanına sahiptir. Günümüz dünyasında doğal olana yönelik ilgi ve talep artışıyla uçucu yağların kullanım alanı genişlemektedir. Bu çalışmada nane bitkisinden elde edilen nane uçucu yağı mikrokapsüllerinin oluşturulması ve denim kumaşa aplikasyonu sonucu kumaşın çeşitli performans özelliklerinin ve antibakteriyel özelliğinin değişiminin araştırılması amaçlanmıştır. Çalışma kapsamında '*mentha piperita*' uçucu nane yağı basit koaservasyon, arayüzey polimerizasyonu ve mikroakışkan cihazı olmak üzere üç farklı metot kullanılarak mikrokapsüllenmiştir. Elde edilen nane yağı mikrokapsülleri apreleme, kaplama, kaplama-yıkama olmak üzere üç farklı şekilde 3/1 Z, %100 pamuk, denim kumaş üzerine applike edilmiştir. Denim kumaş numunelerinin kopma mukavemeti, aşınma dayanımı, kuru ve yaş sürtme haslığı, renk farkı gibi performans özellikleri ve antibakteriyel aktivitesi çeşitli testler yardımıyla belirlenmiştir. Ayrıca kumaşlara 1-5-10 ev yıkamaları yapılarak antibakteriyel özelliğın sürekliliğı gözlenmiştir. Analizler

sonucunda, uçucu nane yağı mikrokapsüllerinin her üç yöntemde de başarılı olarak elde edildiği optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu görüntülerinden anlaşılmıştır. Yukarıda belirtilen performans özellikleri için, işlem görmemiş kumaş ile birbirine yakın sonuçlar elde edilmiş ve değerler kabul edilebilir seviyededir. Kumaşların mamül ve 1ev yıkamalarında %100 antibakteriyel etki gösterdiği ancak yıkama döngülerine bağlı olarak azalma eğiliminde olduğu saptanmıştır ve 1-5-10 ev yıkamaları dikkate alındığında en yüksek antibakteriyel aktiviteyi mikroakışkan cihaz yardımıyla elde edilen nane yağı mikrokapsüllerinin sağladığı görülmüştür.

ANAHTAR KELİMELEER: Mikrokapsülasyon, Nane Yağı, *Mentha piperita*, Denim, Antibakteriyel aktivite.

ABSTRACT

MSc. Thesis

RESEARCH OF ANTIBACTERIAL PROPERTIES OF DENIM FABRIC TREATED WITH MICROENCAPSULATION OF MEDICAL MINT OIL (*Mentha piperita*)

Merve DOĞAN

İnönü University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemical Engineering

70+ xi pages
2019

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. A. Mehmet YÜCEER

Endemic plants and essential oils have many uses, mainly in scientific and commercial areas. In today's world, the use of essential oils is expanding with the increase in interest and demand for the naturalness. In this study, it is aimed to investigate the various performance properties and antibacterial features of the fabric by application of volatile peppermint oil microcapsules to denim fabrics. '*Mentha piperita*' volatile oil is used as mint oil and three different microencapsulation techniques which are simple coaservation, interfacial polymerization and microfluidic device. The performance characteristics such as tensile strength, abrasion resistance, dry and wet rubbing fastness, color difference, and also antibacterial activity of denim fabric samples were determined with the help of various tests. In addition, 1, 5 and 10 home washings were performed on fabrics to observe the continuity of antibacterial properties. When the results were analyzed, it was understood from the optical microscope and scanning electron microscope images that the volatile mint oil microcapsules were obtained successfully in all of the three methods. For the

forementioned performance characteristics, results obtained close to each other with untreated fabric and also the values are acceptable. It has been found that the fabrics have 100% antibacterial effect on the finished and 1 household washings but have a tendency to decrease depending on washing cycles. When the 1, 5 and 10 household washes were taken into consideration, the highest antibacterial activity was obtained by the mint oil microcapsules obtained using the microfluidic device.

KEYWORDS: Microencapsulation, Mint Oil, *Mentha piperita*, Denim, Antibacterial Activity.



TEŞEKKÜR

Tez konumun belirlenmesi ve yürütülmesi süresince desteğini, ilgisini, yardımını ve hoşgörüsünü esirgemeyen değerli danışmanım Prof. Dr. Mehmet YÜCEER'e, deneysel çalışmaların antibakteriyel özelliklerinin teşhisindeki katkılarından dolayı Fırat Üniversitesi Biyomühendislik Bölümü Öğretim üyesi Prof. Dr. Muhammet Şaban TANYILDIZI ve İnönü Üniversitesi Gıda Mühendisliği Dr. Okan LEVENT'e

Tez çalışmalarım kapsamında şirket olanaklarından ve laboratuvarlarından yararlanmamı sağlayan Çalık Denim A.Ş.'ye,

Süreç boyunca yanımda olan, yardımlarını esirgemeyen ve deney yapımı hakkında destek veren değerli arkadaşım Gülizar MANTAR'a,

Tüm hayatım boyunca olduğu gibi yüksek lisans çalışmalarım sürecinde de benden destek ve yardımlarını esirgemeyen ve her zaman yanımda olan çok kıymetli aileme ve bugüne kadar olan eğitimimde emeği olan tüm hocalarıma teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
1.1. Antibakteriyel Aktivite	2
1.1.1. Çalışmada Kullanılan Bakteri Türü ve Özellikleri	3
1.2. Uçucu Yağlar ve Antibakteriyel Etkileri	4
1.2.1. Çalışmada Kullanılan Nane Türü ve Özellikleri	5
2. KURAMSAL TEMELLER	9
2.1. Mikrokapsülasyon	9
2.2. Mikrokapsüllerin Morfolojisi	10
2.3. Mikrokapsülasyon Teknolojileri	11
2.3.1. Kimyasal Prosesler.....	13
2.3.1.1. Arayüzey Polimerizasyonu	13
2.3.1.2. Yerinde Polimerizasyon.....	17
2.3.1.3. Süspansiyon Polimerizasyonu	17
2.3.2. Fizikokimyasal Prosesler	18
2.3.2.1. Koaservasyon	18
2.3.2.2. Çözücü Buharlaşması	21
2.3.3. Diğer Mikrokapsülleme Yöntemleri	21
2.3.3.1. Mikroakışkan Cihazı ile Mikrokapsülasyon	21
2.4. Mikrokapsülasyonun Avantajları.....	24
2.5. Mikrokapsülasyon Teknolojilerine Ait Önceki Çalışmalar	24
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	30
3.1. Materyal	30
3.1.1. Kumaş Örnekleri	30
3.1.2. Nane Yağı	30
3.1.3. Kimyasal Malzemeler	31
3.1.4. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihaz, Araç ve Gereçler	31
3.1.4.1. SEM Cihazı.....	31
3.1.4.2. FTIR Cihazı	32
3.1.4.3. Optik Mikroskop	32

3.2.	Yöntem.....	33
3.2.1.	Basit Koaservasyon ile Mikrokapsülleme	35
3.2.2.	Arayüz Polimerizasyonu ile Mikrokapsülleme	37
3.2.3.	Mikroakışkan Cihazı Yardımıyla Mikrokapsülleme.	40
3.2.4.	Kumaşın Antibakteriyel Aktivitesinin Belirlenmesi	40
3.2.5.	Kumaşın Performans Testleri	41
3.2.5.1.	Aşınma Direnci	41
3.2.5.2.	Kopma Dayanımı	42
3.2.5.3.	Spektrofotometrik Ölçüm	43
3.2.5.4.	Kuru ve Yaş Sürtme Haslığı	44
4.	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	45
4.1.	Mikrokapsül Karakterizasyonu	45
4.1.1.	Optik Mikroskop Görüntüleri	45
4.1.2.	SEM Görüntüleri	46
4.1.3.	FTIR Spektrumları	51
4.1.4.	Performans Testleri.....	52
4.1.5.	Antibakteriyel Aktivite	55
5.	SONUÇ VE ÖNERİLER	61
	KAYNAKLAR	64
	EKLER.....	68
	ÖZGEÇMİŞ	70

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

B1	Basit Koaservasyon yöntemi 1 numaralı reçete.
B2	Basit Koaservasyon yöntemi 2 numaralı reçete.
B3	Basit Koaservasyon yöntemi 3 numaralı reçete.
BKC	Benzalkonyum Chloride.
CFU	Koloni oluşturma birimi.
<i>E. coli</i>	<i>Escherichia Coli</i> .
FTIR	Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi.
GC-MS	Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi.
M	Mikroakışkan cihaz yöntemi reçetesi.
N	Maksimum kuvvet.
OM	Optik mikroskop.
PCM	Faz değiştirme malzemeleri.
R	Antibakteriyel aktivite % indirgenme.
RA1	Arayüz polimerizasyonu-apre uygulaması 1 numaralı reçete.
RA2	Arayüz polimerizasyonu-apre uygulaması 2 numaralı reçete.
RK1	Arayüz polimerizasyonu-kaplama uygulaması 1 numaralı reçete.
RK1Y	Arayüz polimerizasyonu-kaplama+yıkama uygulaması-1 numaralı reçete.
RK2	Arayüz polimerizasyonu-kaplama uygulaması 2 numaralı reçete.
RK2Y	Arayüz polimerizasyonu-kaplama+yıkama uygulaması-2 numaralı reçete.
SEM	Taramalı elektron mikroskobu.
UV	Ultraviyole.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.	<i>E. coli</i> bakterisi.....	4
Şekil 1.2.	Nane bitkisi	6
Şekil 1.3.	<i>Mentha piperita</i>	7
Şekil 1.4.	Nane yağının önemli kimyasal bileşenleri	8
Şekil 2.1.	Bir mikrokapsülün yapısı ve oluşumu	9
Şekil 2.2.	Olası mikrokapsül yapıları	11
Şekil 2.3.	Ham kabuk materyalinden mikrokapsül oluşturma metotları	13
Şekil 2.4.	Arayüzey polimerizasyon tekniği ile mikrokapsül oluşumu.....	16
Şekil 2.5.	Basit koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu	20
Şekil 2.6.	Çözücü buharlaştırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu.....	21
Şekil 2.7.	Mikroakışkanlaştırıcı.....	22
Şekil 2.8.	Mikro akışkan sistemin şematik gösterimi	23
Şekil 2.9.	a) Y tipi ve b) Z tipi etkileşim odası	23
Şekil 3.1.	Deneylerde kullanılan nane yağı görselleri.....	30
Şekil 3.2.	Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	31
Şekil 3.3.	Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)	32
Şekil 3.4.	Optik mikroskop.....	32
Şekil 3.5.	Atac-Rgk40 Laboratuar tipi rakle.	34
Şekil 3.6.	Mathis CH-8156 Pad batch ünitesi ve iki silindirli yatay fulard şematik çizimi	34
Şekil 3.7.	Martindale Abrazyon cihazı.....	42
Şekil 3.8.	Kopma dayanımı test cihazı	43
Şekil 3.9.	Spektrofotometre	43
Şekil 3.10.	Kuru ve yaş haslık cihazı, grey skala	44
Şekil 4.1.	Basit koaservasyon yöntemine ait mikrokapsül görüntüleri	45
Şekil 4.2.	Arayüz polimerizasyonu reçete 1'e ait mikrokapsül görüntüsü	45
Şekil 4.3.	Arayüz polimerizasyonu reçete 2'ye ait mikrokapsül görüntüsü	46
Şekil 4.4.	Mikroakışkan yöntemine ait mikrokapsül görüntüsü	46
Şekil 4.5.	İşlem öncesi kumaşa ait SEM görüntüleri	47
Şekil 4.6.	Basit koaservasyon-B1 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.....	47

Şekil 4.7.	Basit koaservasyon-B2 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	47
Şekil 4.8.	Basit koaservasyon-B3 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	48
Şekil 4.9.	Mikroakışkan cihazı-M ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.....	48
Şekil 4.10.	Arayüz polimerizasyonu-RA1 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	48
Şekil 4.11.	Arayüz polimerizasyonu-RA2 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	49
Şekil 4.12.	Arayüz polimerizasyonu-RK1 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	49
Şekil 4.13.	Arayüz polimerizasyonu-RK2 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	49
Şekil 4.14.	Arayüz polimerizasyonu-RK1Y ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	50
Şekil 4.15.	Arayüz polimerizasyonu-RK2Y ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri.	50
Şekil 4.16.	Çalışmada kullanılan nane yağlarına ait FT-IR spektrumu	51
Şekil 4.17.	Farklı metotlarla hazırlanan mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş ve işlem görmemiş kumaş numunelerine ait FTIR spektrumları.....	52
Şekil 4.18.	Aşınma direnci test sonrası denim kumaş görüntüleri	53
Şekil 4.19.	Atkı-çözgü kopma değerleri	53
Şekil 4.20.	Atkı-çözgü yırtılma değerleri	54
Şekil 4.21.	Basit koaservasyon yöntemi ile hazırlanmış nane yağı yağı içeren mikrokapsüller ile işlem görmüş kumaş numunelerinin antibakteriyel aktivitesi.	56
Şekil 4.22.	Arayüz polimerizasyonu ile hazırlanmış nane yağı içeren mikrokapsüller ile işlem görmüş kumaş numunelerinin antibakteriyel aktivitesi.....	56
Şekil 4.23.	Mikroakışkan yöntemi ile hazırlanmış nane yağı içeren mikrokapsüller ile işlem görmüş kumaş numunesinin antibakteriyel aktivitesi.	57
Şekil 4.24.	Çalışma kapsamında kullanılan yöntemlere ait antibakteriyel aktivite eğrileri.	58

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1.	Esansiyel yağ eldesinde kullanılan yöntemler.....	5
Çizelge 2.1.	Arayüzey polimerizasyonunda kullanılan kabuk ve iç faz materyalleri	15
Çizelge 2.2.	Tekstil uygulamaları için, basit koaservasyonda kullanılan kabuk ve çekirdek örnekleri	18
Çizelge 2.3.	Bazı mikrokapsülasyon prosesleri	22
Çizelge 3.1.	İç faz reçeteleri	35
Çizelge 3.2.	Arayüz polimerizasyonunda uygulanan reçeteler	38
Çizelge 4.1.	Abrasyon değerleri	53
Çizelge 4.2.	Kuru ve yağ haslık sonuçları	54
Çizelge 4.3.	Renk ölçüm sonuçları	55
Çizelge 4.4.	Farklı yöntemler yardımıyla elde edilen mikrokapsüllerin antibakteriyel aktivitelerin ev yıkamalarına bağlı değişimi	60

1. GİRİŞ

Tekstil endüstrisinde gün geçtikçe pazar payını artıran fonksiyonel işlemlerin, katma değer kazandırdığı, rekabet ortamı ve farklılık yarattığı bilinmektedir. Tüketiciler kullandıkları ürünlerde estetik özelliklerin yanı sıra fonksiyonel özellikler de aramaktadırlar. Kişisel konfor, bakım ve hijyen sektörü, tekstil endüstrisinin önemli ve büyüyen alanlarından birisidir. Tekstil endüstrisinde önemli bir yere sahip olan denim üretimi, için de aynı durum geçerlidir.

18. yüzyılın sonlarında tarih yolculuğu başlamış olan denim kumaşlar, ilk olarak çiftçiler ve kovboylar tarafından giysi olarak kullanılmış ve zaman içerisinde yediden yetmişe ve farklı bütçelere hitap eden giysiler haline gelmişlerdir. İnsanların yaşam tarzları da zaman içinde değiştikçe, denim giysiler yeni kalınlık ve ağırlıklarda, farklı lifler, yeni boya terbiye teknikleri ve yeni nihai kullanımlar ile beraber önemli miktarda değişmişlerdir. Dayanıklı ve rahat olmaları denim kumaşlara katma değer kazandırmış, her tüketicinin gardırobunda kendilerine yer bulmalarını sağlamıştır. Böylelikle kullanım alanı kısıtlı olan denim giysiler, zaman içerisinde bütün yaş gruplarının severek giydiği çok yönlü kıyafetler olma özelliği kazanmışlardır. Denim giysilerin öne çıkan özelliği, pazar koşullarına bağlı kalmaksızın, daima talep edilen özgün, önemli bir hazır giyim kategorisinde olmasıdır. Dünyanın önde gelen denim üreticileri, denim giysilere yeni fonksiyonlar kazandırmayı ve yeni pazarlar yaratmayı amaç edinmişlerdir [1].

Bu kapsamda sürdürülebilirlik için teknik tekstiller, üzerinde yoğunlaşılması, çalışılması ve tekstil endüstrisinin geleceği için bir gelişim politikası olarak düşünülmesi gereken konudur. Teknik tekstillerin gelecekte tüketim hacminin ve katma değerinin önemli bir yere sahip olacağı beklenmektedir. Teknik tekstiller gün geçtikçe hayatımızda daha çok yer almakta, fonksiyonel ihtiyaç ve beklentilerin karşılanma yolu olarak sadece tekstil endüstrisinde değil aynı zamanda diğer sektörlerdeki kullanım oranı da yükselmektedir. Bu özelliklerin elde edilmesi için farklı maddelerin tekstil ile birleştirilmesi gerekmekte ve bu noktada mikrokapsülleme tekniği konuya dâhil olmaktadır. Akıllı tekstil ürünleri üretiminde kullanılan mikrokapsülasyon teknolojisi, ülkemizde yeni ve dünya da hızla gelişmekte olan bir alandır [2].

Mikrokapsül teknolojisi konvansiyonel tekstil ürünlerine yeni özellikler katmak için tekstil sektörünün geleceği olarak görülmektedir. Mikrokapsülleme işlemi, katı partikülün, sıvı damlasının ya da gaz kabarcığının bir film tabakası ile ufak parçacıklar

şeklinde kaplanması olarak özetlenebilir [3]. Mikrokapsülleme, iç malzemenin kaplanmasını, iyi muhafaza edilerek çevre şartlarından korunmasını sağlayan özel bir paketleme tekniğidir. Mikrokapsül içindeki malzemenin kısa süreli etkin olması halinde büyük önem arz etmektedir. Katı ve sıvılar için çok küçük boyutlarda paketleme yapabilen mikrokapsül teknolojisi hazır giyim sektörü için yeni fırsatlar yaratmaktadır. Mikrokapsülleme, rekabette öncülüğü korumak isteyen tekstil ve giysi üreticileri için, önemli bir teknolojik gelişmedir. Tekstil alanında uygulamalar günümüzde haşere kovucular, boyalar, vitaminler, antimikrobiyal malzemeler, faz değiştiren malzemeler ve uçucu endemik bitkilerin uçucu yağları uygulamaları üzerinde yoğunlaşmıştır [4].

Endemik bitkiler açısından Türkiye, dünyada önemli bir yere sahiptir. Türkiye'de 3 bini endemik olmak üzere 9 bin bitki yetişmektedir ve Avrupa'nın tamamı 2 bin 750'si endemik olmak üzere 12 bin bitki türüne sahiptir. Kültür ve Turizm Bakanlığı'nın verilerine göre, Türkiye'nin, üç kıta arasında köprü konumunda olması, türlü coğrafi özellikleri ve farklılıklarının getirdiği iklim çeşitliliği sebebiyle dünyada ender bulunan bir bitki çeşitliliğine ev sahipliği yaptığı görülmektedir. Endemik bitkilerden elde edilen bileşiklerin başında da uçucu yağlar gelmektedir [5].

Bitkilerin yaprak, meyve, kabuk veya kök kısımlarından elde edilen, oda sıcaklığında sıvı halde bulunan, kolayca kristalleşebilen, genellikle renksiz veya açık sarı renkli, uçucu, keskin kokulu doğal ürün uçucu yağ olarak isimlendirilir. Hoş bir kokuya sahip olmasından dolayı esans veya eterik yağ olarak da bilinmektedir. Yağ olarak tanımlanmalarının nedeni su ile karışmadıkları içindir ancak sabit yağlardan farklı özelliktedirler [6].

Bu çalışmanın amacı, endemik bitki uçucu yağlarından birisi olan nane uçucu yağı mikrokapsüllerinin denim kumaşa aktarılması sonucu kumaşın çeşitli performans özelliklerinin değişimi, işlenmiş kumaşa antibakteriyel özellik kazandırılması ve bu özelliğin yıkama dayanımının araştırılmasıdır.

1.1. Antibakteriyel Aktivite

Mikro boyutlu canlılar, mikroorganizma olarak adlandırılır. Halk arasında mikrop olarak bilinen bu canlıların %99'u sağlık açısından zararsız ve çevreye faydalıdır. Yalnızca %1'lik bölümü patojenik olup hastalık yapıcı özelliktedir. Hastalık yapıcı mikroorganizmaların yaşamsal faaliyetlerine olumsuz müdahale antimikrobiyal aktivite olarak adlandırılır. Eğer bu müdahale bakterilere karşı olursa antibakteriyel, mantarlara karşı olur ise antifungal (antimantar) aktivite olarak ifade edilir. Uygun

koşullar oluştuğunda, bu mikroorganizmalar kontrolsüz ve hızlı bir şekilde çoğalmaya başlar ve patojenik tehlikeler ortaya çıkar. Bu durum göz önüne alındığında, antibakteriyel aktivitenin hassasiyet gerektiren bir konu olduğu anlaşılr [7].

Tekstil yüzeyinde uygun koşullar (sıcaklık, nem vb.) oluştuğunda bakteriler çok hızlı bir şekilde çoğalabilirler. Bakterilerin bu yüzeylerde üremesi sonucunda iki farklı tehlike ortaya çıkmaktadır. Kontrolsüz bakteri üremesinin ardından ilk tehlike, kötü koku oluşması ve konfor kayıpları olup bu durum insan sağlığına zararlı olabilecek potansiyel risk olarak değerlendirilmektedir. İkinci tehlike ise kumaş yüzeyindeki leke oluşumları, renk bozulmaları ve performans kayıplarıdır [7,8].

Tıbbi tekstil adı verilen antibakteriyel özellik taşıyan tekstil ürünleri, öz bakım, hijyen ve tıp alanında kullanılan teknik tekstiller için ihtiyaç olarak görülmektedir. Günümüz dünyasında sporcu kıyafetleri ve askeri giysiler, döşemede kullanılan kumaşlar, iç çamaşırları ve çorap gibi günlük kullanım ürünlerde de kullanılmaktadırlar.

Geçmiş yıllarda gerçekleştirilen, antibakteriyel maddeler ile ilgili bilimsel ve Ar-Ge çalışmalarına bakıldığında, yapılan çalışmaların genellikle gümüş, çinko, bakır ve zeolit gibi maddelerde yoğunlaştığı anlaşılmıştır. Fakat günümüz tüketicilerinin doğal arayışı ile beraber, farklı disiplinlerin tekstil alanında yürüttüğü bitkisel kökenli, doğal esaslı antibakteriyel maddelerin eldesi ile ilgili çalışmaların sayısı gün geçtikçe artmaktadır. Literatürde, değişik solventlerden elde edilmiş yeşil çay, aleovera, nane yağının, kırmızıbiber çekirdeği yağının, karanfil yağının, biberiye yağının antibakteriyel etkilerinin olduğu belirtilmiş ve bunların doğrudan ya da mikrokapsüllenenek tekstil yüzeylerine uygulandığı görülmüştür [9].

1.1.1. Çalışmada Kullanılan Bakteri Türü ve Özellikleri

Escherichia Coli

Escherichia coli (*E. coli*), *Enterobacteriaceae* familyasından gram negatif bir bakteridir. Çubuk şeklinde olup, boyutları 2-6 µm uzunluğunda ve 0.1-0.5 µm enindedir. Gram negatif bir bakteri olduğundan endospor oluşturmayıp, pastörizasyon veya kaynatma ile kolayca ölmektedirler. Memeli hayvanların bağırsaklarında büyümeye adapte olmuşlardır. 37 °C’de ve ortalama pH 7-7.2’de çoğalırlar. Isıya dayanıksız bir bakteri türüdür. Normal bağırsak florasına aittir ve burada dengede kaldığı sürece hastalıklara neden olmaz. Fakat belirli şartlar altında bağırsak kanalı

dışına çıkıp diğer dokulara yerleşerek enfeksiyonlar oluşturabilirler [10]. Şekil 1.1’de *E. coli* bakterisine ait örnek bir görüntü verilmiştir [11].



Şekil 1.1. *E. coli* bakterisi [11].

1.2. Uçucu Yağlar ve Antibakteriyel Etkileri

Uçucu yağ, aromatik yağ, eterik yağ, esans yağı gibi isimlendirilen bitki esansiyel yağları, bitki kimyasının önemli bileşenleri arasında yer almaktadır. Uçucu yağlar geleneksel farmakopinin (kodeks) önemli bir bölümünü oluşturmakta ve genellikle sıcak tropik ülkelerle, ılıman Akdeniz bölgesi ülkeleri arasında yer alan coğrafyada yetişen çeşitli aromatik bitkilerden elde edilmektedir. Bu yağlar su destilasyonu, su buharı destilasyonu, veya farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak bitkilerin yaprak, çiçek, kabuk, tohum ve köklerinden elde edilirler. Oda sıcaklığında genellikle sıvı halde ve kolayca kristalleşebilme özelliğine sahip olup, çoğunlukla renksiz veya açık sarı renkteki yağimsı karışımlar olarak bilinirler. Ayrıca bu bileşenlerin en baskın özellikleri oda sıcaklığında kokulu ve uçucu olmalarıdır. Suda çözünmezler ve organik çözücülerde çözündükleri için yağ olarak bilinirler ancak sabit yağlardan farklı özelliktedirler.

Esas olarak bileşimlerinde terpenoidler, asitler, alkoller, aldehytler, ketonlar, asiklik esterler, laktonlar, daha az olarak da azotlu ve kükürtlü bileşikler, kumarinler ve fenil propanoidlerin homologları bulunur. Bitkinin cinsine, bitkinin hangi kısmından elde edildiğine, üretim şekline, yetiştirildiği bölgenin coğrafi yapısına ve iklime bağlı olarak uçucu yağların bileşim ve miktarları değişkenlik gösterir. Son yıllarda aromatik bitkilerden esansiyel yağ elde etme yöntemleri üzerine araştırmalar yapılmaktadır ve mevcut kullanılan yöntemler Çizelge 1.1’de verilmiştir [12].

Çizelge 1.1. Esansiyel yağ eldesinde kullanılan yöntemler [12]

1. Damıtma (destilasyon) yöntemi:	a) Su ile damıtma
Bileşenleri kaynama noktaları arasındaki farklardan yararlanarak ayırma işlemidir.	b) Su buharında damıtma
	c) Vakum altında damıtma
2. Ekstraksiyon yöntemi:	a) Çözücü ekstraksiyonu
Uçucu yağın bir çözücü içerisinde çözündürülerek alınması işlemidir.	b) Süperkritik sıvı ekstraksiyonu
	c) Mikrodalga yardımıyla ekstraksiyon
	d) Sıkıştırılmış çözücü ekstraksiyonu
	e) Katı faz mikro ekstraksiyon
	f) Çok yönlü ekstraksiyon
3. Presleme yöntemi (mekanik ekstraksiyon):	İlgili ürünün bez bir torba içerisine konulup hidrolik pres yardımıyla sıkılıp uçucu yağlarının elde edilmesidir.

Antimikrobiyal aktivite esansiyel yağ araştırmalarında ilk sırada gelmektedir. Farklı bileşenleri içeren, kompleks karışımlar olan bu yağların etki dereceleri, içerdikleri etken maddelerin tür ve miktarına bağlı olarak değişkenlik gösterir [12]. Etki mekanizmaları hakkında kısıtlı bilgi sahibi olmakla birlikte, bu durumun yağların lipofilik özelliklerinden ve kimyasal yapılarından kaynaklandığı ileri sürülmektedir. Esansiyel yağların Gram (-) ve Gram (+) bakteriler de dâhil olmak üzere, birçok mikroorganizma üzerinde, antibakteriyel etkisinin olduğu bilinmektedir [12].

1.2.1. Çalışmada Kullanılan Nane Türleri ve Özellikleri

Aromatik bir bitki olan nane (Şekil 1.2) *mentha* cinsine ve *Lamiaceae* familyasına aittir. Genel olarak ılıman ve tropik / subtropik bölgelerde yetişen 30'dan fazla tür içerir. Çoğu tür uzun ömürlüdür ve hemen hemen hepsi esansiyel yağlar içerir [13].

Mentha, esansiyel yağı için yaygın olarak yetiştirilen bir endüstriyel üründür ve temel bileşeni monosiklik bir monoterpenik alkol olan l-mentol dür. *Mentha* 'nın esansiyel yağı, mentol ve diğer kimyasal bileşenleri, gıda, parfümeri ve ilaç endüstrisinde çeşitli amaçlar için kullanılmaktadır [13].



Şekil 1.2. Nane bitkisi [13].

En yaygın ve ticari olarak kullanılan nane çeşitleri aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

1. *Mentha arvensis* (Pepper mint/Corn mint): Tatlı, güçlü nane aroması. Gıda ve aromalarda yaygın olarak kullanılır.
2. *Mentha spicata* (Spear mint): Koku özelliği ve çeşitli biyolojik etkileri nedeniyle gıda, içki, parfümeri, kozmetik ve ilaç endüstrilerinde yaygın olarak yararlanılan ticari bir uçucu yağdır.
3. *Mentha piperita* (Pepper mint): Güçlü nane aromalı hibrit bir nanedir. Şeker, sakız, diş macunu vb. için kullanılır.
4. *Mentha pulegium* (Pennyroyal): Ezildiğinde güçlü nane benzeri lezzet verir. Geçmişte daha çok yemeklerde kullanılırken, günümüzde aromaterapi alanında kullanılmaktadır.
5. *Mentha requienii* (Corsican mint): Nane ile birlikte likörlerin tadına bakmak için kullanılır.

Nane türleri, hem toprak altında hem de üstünde büyüyen ve dik, kare, dallı saplara sahip, geniş yayılma alanları ile karakterize edilir. Yapraklar mızrak şeklinde, ters olarak düzenlenmiş, kenarları tırtıklı ve sık tüylüdür. Koyu yeşil, gri-yeşil, mor-mavi ve ara sıra soluk sarı gibi çeşitli renkler de olabilirler [13].

Tez kapsamında, İnönü Üniversitesi Kimya mühendisliği Laboratuvarı'nda su distilasyonu yöntemi ile elde edilen '*mentha piperita*' uçucu yağı ve ticari bir markaya ait '*mentha piperita*' uçucu yağı kullanılmıştır.

Mentha Piperita

Mentha piperita (Şekil 1.3) 30-90 cm boyunda, yumuşak saplı, çok yıllık otsu bir rizomatous bitkidir. Yapraklar, 4-9 cm uzunluğunda ve 1.5-4 cm genişliğinde, kırmızımsı damarlı, koyu yeşil renkli, kaba dişli kenarlara sahiptir ve hafif tüylüdür. Çiçekler 6 ile 8 mm uzunluğunda mor, dört loblu bir korolla yaklaşık 5 mm çapındadır. Kök etrafındaki verticillaslarda üretilirler, kalın keskin sivri uçlar oluştururlar. Çiçeklenme genellikle yaz ortasından, yaz sonuna kadar gerçekleşir [13].



Şekil 1.3. *Mentha piperita* [13].

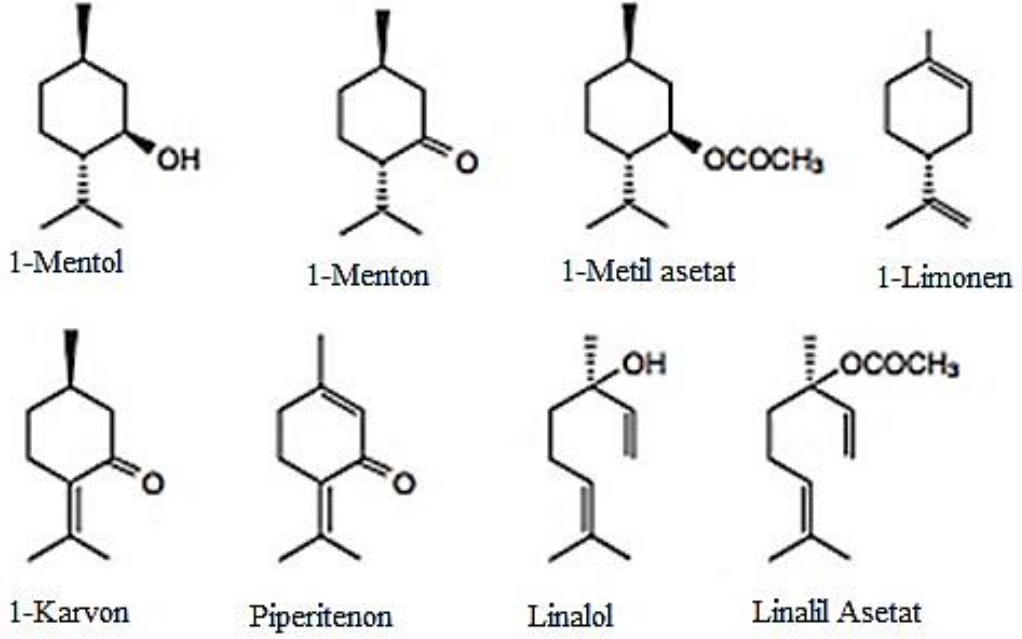
***Mentha* türlerinin kimyasal bileşimi**

Nane yağı, türlere, çeşitlere, iklim koşullarına, bitkinin coğrafi konumuna ve ekstraksiyon yöntemine bağlı olarak 200'den fazla bileşen içerir. Nane yağının en yaygın bileşenlerinden bazıları mentol, neo-mentol, mentol asetat, neomentil asetat, limonen, karvon, menfon, izomenthone, oktan-3-ol, piperitenon, p-siyen, dekanol, piperitenon oksit, linalol, linalil, pulegon, menthofuran, sis-3-heksenil asetat ve sis-3-heksenoldür. Çalışmada kullanılan '*mentha piperita*'lar için kimyasal belirleyiciler / ana kimyasal bileşenler aşağıda belirtilmiştir.

İnönü Üniversitesi Kimya Mühendisliği Laboratuvarı'nda su distilasyonu yöntemi ile elde edilen '*mentha piperita*' uçucu yağının gaz kromatografisi-kütle spektrometresi (GC-MS) sonuçlarına göre kimyasal bileşimi EK-1'de yer almaktadır. Buna göre nane yağındaki baskın bileşenlerin aşağıdaki gibi olduğu söylenebilir.

Isomenthone % (40-45), Pulegone (%16-18), Mentol (% 5-6), 1,8-Cineole (%6-8) olarak belirlenmiştir.

Ticari '*mentha piperita*' uçucu yağının büyük kısmını oluşturan bileşiğin Mentol olduğu ilgili markadan öğrenilmiştir. Şekil 1.4'te nane yağlarının önemli bileşenleri gösterilmektedir [13].



Şekil 1.4. Nane yağının önemli kimyasal bileşenleri [13].

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Mikrokapsülasyon

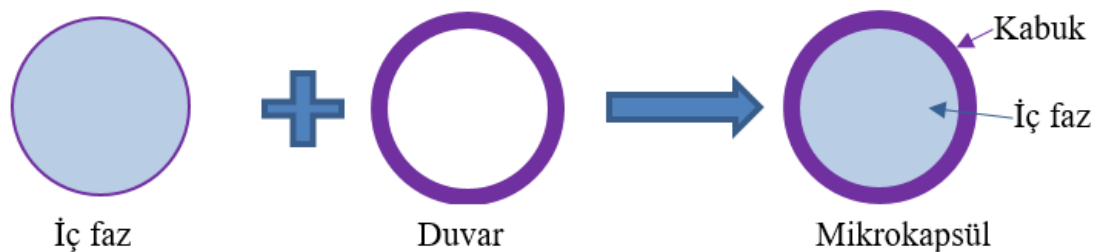
Tekstil endüstrisinde, terbiye işlemleri geniş kapsamlıdır. Bu nedenle, tekstil malzemeleri yeni pazarlar bulabilmek için sürekli olarak yeni fikirler ve yenilikçi uygulama alanları aramaktadır [14].

Bu açıdan bakıldığında, mikrokapsülleme, çeşitli sektörlerde fonksiyonel ürünler yaratma konusunda çok iyi bir seçimdir [15]. Aslında, bu yöntem yıllarca, karbonsuz fotokopi kâğıdı, sıvı kristaller, yapıştırıcılar, makyaj ürünleri, böcek kovucular, böcek ilaçları, renklendiriciler, vitaminler, antimikrobiyal maddeler, faz değiştirici malzemeler, tıbbi aparatlar, ilaçlar, farmasötikler ve benzeri farklı amaçlar için kullanılmıştır. Tekstilde mikrokapsülleme uygulamaları, tıbbi tekstilleri, halıları, astarları, battaniyeleri, kurdeleleri, eşarpları, mendilleri, perdeleri, giysileri vb eşyaları içerir [16, 17].

Son on yılda, mikrokapsülasyon; koku, boya, antimikrobiyal ve PCM'ler (faz değiştirme malzemeleri) gibi yeni bileşenlerin uygulanmasıyla hızla büyüyen teknolojisi ve tekstillerde artan fizibilite nedeniyle oldukça popüler hale gelmiştir [17, 18]. Buna ek olarak, ekonomikliği, enerji tasarrufu, çevre dostu olması ve bileşenlerin kontrollü salınımları sayesinde mikrokapsülasyon yöntemi geleneksel tekniklere göre daha faydalıdır [15, 18]. Aynı zamanda uyumsuz bileşenlerin karışmasını sağlamakla birlikte çözünürlüğü, dağılıbilirliği ve akışkanlığı artırır [21].

Mikrokapsülleme

Mikrokapsülleme, küçük kapsüllere birçok faydalı özellik kazandırmak için mikroskobik miktarda parçacık ya da damlacıkların çevrelendiği ya da sürekli bir polimerik madde filmi ile kaplandığı bir işlem türüdür. Başka bir deyişle, bir mikrokapsül, homojen bir kabukla çevrenmiş küçültülmüş bir kaptır [15, 19, 20].



Şekil 2.1. Bir mikrokapsülün yapısı ve oluşumu

Genellikle, kapsüller iki farklı katmandan oluşur. Kapsülün içindeki madde, iç faz, çekirdek malzeme, taşıma yükü veya dolgu maddesi olarak adlandırılır. Kapsül kabuğuna ise dış tabaka, kaplama, duvar veya membran denir. Mikrokapsüllerin boyutları birkaç mikrometreden birkaç milimetreye kadar değişmektedir. Mikrokapsüllemeyi etkileyen faktörler, çözücü uzaklaştırma oranı, polimer konsantrasyonu, polimerin çözücü içinde çözünürlüğü ve organik çözücünün su içinde çözülebilirliği, vb. olarak sıralanabilir.

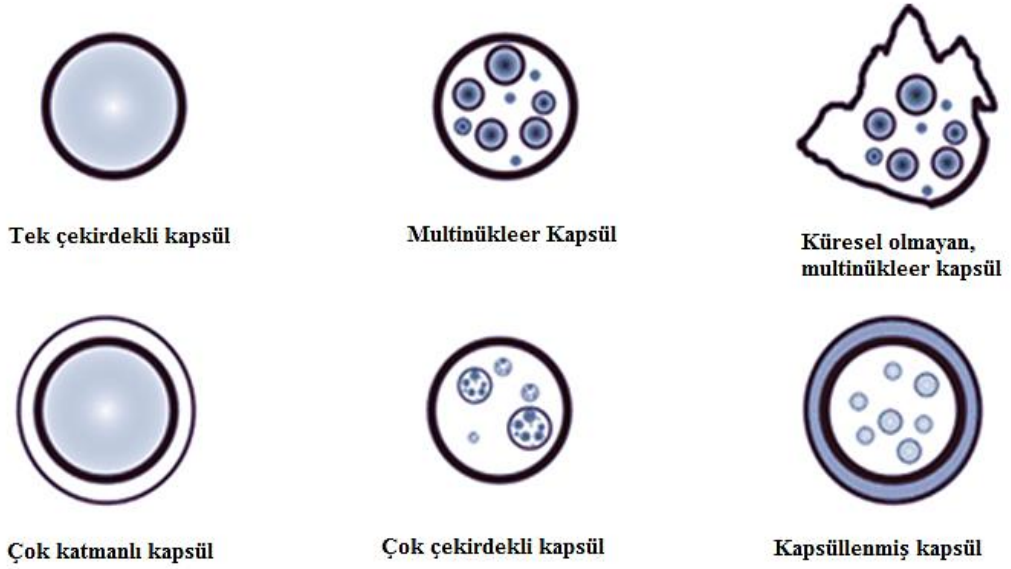
Kabuğun amacı, çekirdeği harici hasara, buharlaşmaya ve kirlenmeye karşı koruyarak çekirdek malzemelerini paketleme, ayırma ve depolama aracı sağlamaktır. Aslında, bu teknik çekirdek için tam bir izolasyon önermez. Sadece çekirdek malzemenin kontrollü bir şekilde salınmasını sağlar ve böylece dayanıklılığını artırır. İç fazı bir mikrokapsülden salmanın birçok yolu vardır ve bunlar şu şekilde sıralanabilir;

- kapsül kaplamanın mekanik olarak kırılması
- duvarın çözünmesi veya erimesi ve duvardan difüzyon,
- aşınma,
- deformasyon ve sürtünme,
- biyolojik bozunma
- pH.

Çeşitli maddeler katı, sıvı ve veya gaz halinde kapsüllenebilir. Etken maddeler; katalizörler, vitaminler, ilaçlar, biyoaktif maddeler, proteinler, deodorantlar ve faz değişim malzemeleri (PCM'ler) iken, polisakkaritler, selülozlar, zamklar (arap zımkı, sodyum aljinat), lipitler (balmumları), proteinler (jelatin, albümin) ve sentetik polimerler, sıklıkla kullanılan temel duvar malzemeleridir. Mikrokapsüller tekstil malzemelerine emdirme, püskürtme, tükenme vb. ile uygulanabilir. [15,17,18,19,21].

2.2. Mikrokapsüllerin Morfolojisi

Mikrokapsüllerin morfolojisi genellikle çekirdek maddeye ve duvar malzemesinin şekillendirme işlemine dayanır. Mikrokapsüller normal veya düzensiz tasarım şeklinde olabilir. Genellikle mononükleer, polinükleer ve matris türleri olarak sınıflandırılırlar [22].



Şekil 2.2. Olası mikrokapsül yapıları [22]

Mononükleer mikrokapsüller, kapsülün etrafındaki tek bir duvardan oluşur. Polinükleer kapsüller, duvarla çevrili birkaç çekirdeğe sahiptir ve son olarak matris tipi mikrokapsüller, kaplama malzemesine dahil edilmiş aktif maddeye sahiptir. Bu ana yapıların yanı sıra, mononükleer mikrokapsüller birden fazla duvara da sahip olabilirler veya mikrokapsül grupları şeklinde olabilirler [22].

2.3. Mikrokapsülasyon Teknolojileri

Her ne kadar bilimsel literatürde ve patentlerde 200'den fazla mikrokapsülleme metodu tanımlanmış olsa da, bunlardan birçoğu üç temel adımı içerir:

- çekirdek bileşenlerin çevrilmesi,
- mikro partiküllerin oluşumu,
- sertleşme.

Bu yöntemler genellikle mekanik, kimyasal ve fizikokimyasal işlemler gibi mikro partikül mekanizmalarının oluşumuna dayanarak üç ana gruba ayrılmaktadır. Bir yöntemin diğerine göre seçilmesi, işlem maliyetine ve organik çözücülerin, sağlık ve çevre sorunları için kullanılmasına dayanır. Mikrokapsülleme işleminde meydana gelen polimer çözücü etkileşimleri muhtemelen ortaya çıkan parçacıkların morfolojisi ve özellikleri üzerinde daha güçlü bir etkiye sahiptir. Bu nedenle, her bir kapsülleme aşaması, yağ fazının çözünürlüğünden etkilenir ve bu nedenle, ayrı bir membran veya

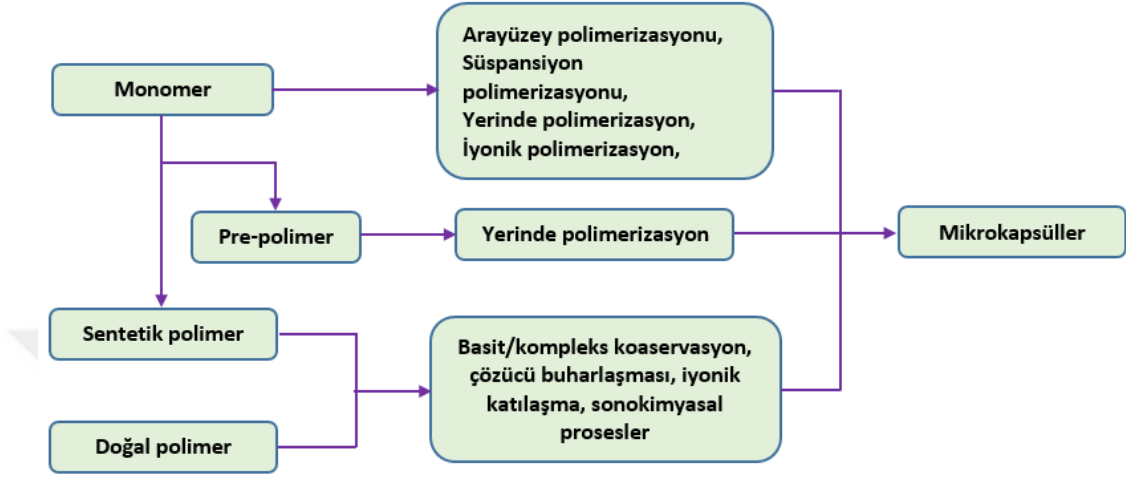
kabuk oluřturmak iin, kullanılan solvent, reaksiyonun erken ařamasında polimerin ökelmesini desteklemeli ve monomerlerin difüzyonu boyunca devam etmesine izin vermelidir. Bununla birlikte, tekstil endüstrisinde kullanılan mikrokapsülleme prosesleri genel olarak kimyasal ve fizikokimyasal metotlara odaklanmaktadır, ünkü mekanik prosesler bir tekstil uygulaması iin ortalama apı ok yüksek olan partiküllerin oluřumuna neden olmaktadır. Ortalama ebat dağılımı 20 - 40 mm arasında olan mikropartiküller tekstil uygulamaları iin yararlı olsa da, ok küçük mikropartiküller (ortalama apı 1 - 10 mm) tercihen tekstil elyaflarına dahil edilir ancak ortalama apı 1 mm'den az olan paracıklar elyaf eğıirme iin uygundur ve köpükler veya kaplanmış formülasyonlar iin daha büyük mikrokapsüller (ortalama apı 100 mm) kullanılmalıdır. Bütün bunlar iin, bu kapsüllerin ortalama apı, tekstil yüzeylerinde son iřlem basamağı sırasında kırılmayı önlemek iin üst sınır olan birkaç yüz nanometre ile 40 mm arasında değıřmelidir [23].

Bu nedenle, kimyasal iřlemler iin arayüzey, yerinde ve süspansiyon polimerizasyon yöntemleri ve fizikokimyasal iřlemler iin basit veya karmařık faz koaservasyonu (řekil 2.3) en uygun yöntemler arasında gösterilebilir. Mekanik iřlemler iin püskürtme ile kurutma, özel uygulamalar iin veya kurutulmuş toz elde etmek iin de kullanılabilir. Her durumda, mikrokapsülleme iřlemi mikrokapsüllerin boyut ve boyut dağılımını belirleyen emülsiyonlařtırma ve kapsüllerin oluřumu olmak üzere iki ana adım ierir. Emülsiyonlařtırma ařaması, bir kerede aparat konfigürasyonu, karıřtırma hızı ve iki fazın hacim oranı gibi fiziksel parametreler ve ara yüzey gerilimi, viskoziteler, yoğunluklar ve iki fazın kimyasal bileřimleri gibi fizikokimyasal özellikler tarafından etkilenebilir. Mikrokapsüllerin oluřumu, sadece ortalama apı değıl, aynı zamanda dispersiyonun kararlılığını etkileyen yüzey aktif maddeden büyük ölçüde etkilenir. Sistemde kullanılan yüzey aktif cisimlerinin iki rolü vardır. Birincisi, daha küçük mikrokapsüllerin oluřumunu sağılayan yağı ve sulu fazlar arasındaki ara yüz gerilimini azaltmaktır.

İkincisi ise, yağı-su ara yüzünde adsorpsiyonla birleřmeyi önlemek, böylece yağı damlacıklarının etrafında (veya sulu dağılmıř fazın etrafında) bir tabaka oluřturmaktır.

İkinci adım veya bir ekirdek / kabuk partikülünün veya diğerk olası morfolojilerin sentezi esas olarak kinetik faktörler, yani monomerlerin, prepolimer veya polimerin reaksiyona girme veya apraz bağılanma ve termodinamik faktörler, yani minimum sistemdeki toplam serbest enerji değıřimi tarafından yönetilirler [23]. Yayılma katsayısı, aktif maddenin polimer iinde sürekli karıřmayan bir fazda tutulmasını

öngörmek için kullanılmalıdır. Ayrıca, mikrokapsüllerin kabuk sentezi için polimer seçimi, istenen malzeme işlemlerinin yanı sıra, dikkate alınan uygulamaya bağlıdır. Bir tekstil uygulaması için, bu kabuk polimerleri, uygulama işlemi sırasında ve tüketicinin günlük kullanımı sırasında ısı ve mekanik talebe karşı koymak için yeterli termomekanik özelliklere sahip olmalıdır [23].



Şekil 2.3. Ham kabuk materyalinden mikrokapsül oluşturma metotları [23]

2.3.1. Kimyasal Prosesler

2.3.1.1. Arayüzey Polimerizasyonu

Polikondensasyon, poliadison, *In situ* polimerizasyon ve diğer hetero faz polimerizasyon işlemleri de dâhil olmak üzere arayüzey polimerizasyonu, kapsül kabuğunun bir damlacıkta veya parçacıkların üzerinde reaktif monomerlerin polimerizasyonu ile oluşturulmasıyla tanımlanır. Bu teknoloji, sulu çözeltiler, suyla karışmayan sıvılar ve katı parçacıklar gibi çok çeşitli çekirdek malzemelerinin kapsüllemesine izin verir. Her durumda, çekirdek maddeyi içeren faz, sürekli bir fazda istenen damlacık boyutuna ulaşana kadar dağılır. Kapsüllemenin temel bir özelliği, reaktiflerin tepkimeye girecek ara yüze difüzyonu; duvar oluşumu sırasında, polimerik türler difüzyona engel oluşturur ve arayüzey polimerizasyon reaksiyonunun hızını sınırlamaya başlar.

Arayüzey polimerizasyonu yöntemi, elde edilen mikropartiküllerin yüksek gerilme ve stabiliteye sahip olması ve membran geçirgenliğinin uygun monomer veya çapraz bağlama maddesi kombinasyonları seçilerek ayarlanabilmesi veya modifiye edilebilmesiyle karakterize edilen yaygın olarak kullanılan bir mikrokapsülleme yöntemidir. Bu yöntemin kullanımı genellikle, güçlü koruma sağlamak ve bu

parçacıkların termal stabilitesini arttırmak için ortalama çapı 1 ve 30 mm olan parçacıklar elde edecek şekilde yapılır. Bu işlem, yüksek aktif yükleme içeriği konsantrasyonuna sahip mikrokapsülleri kolayca üretmez. Polimerik kabuk, kapsül ağırlığının sadece % 5-15'ini temsil eder ve geçirgenlik özelliklerini kontrol etmek için gözenekliliği ve sonra kabuğun işlevselliğini ayarlamak mümkündür [23].

Bu işlemin emülsiyonlaştırma aşaması, genellikle kullanılan çarkın tipinden, ajitasyon hızından ve emülgatörün, sıcaklığın, vb. konsantrasyonundan etkilenen geniş bir boyut dağılımı verir. Ayrıca, aktif maddenin kimyasal yapısı mikro kapsülleme prosesini tasarlamak için önemli bir faktördür. Sentezlerin çoğu suda çözünmeyen aktif maddelerle ilgili olsa da, ikincisi monomerlerle reaksiyondan kaçınmak için bazı kararsız hidrojenlere sahip değildir. Yüzey aktif madde seçiminin, birleştirilmiş veya birleştirilmiş bir yapının oluşumunu sınırlamak için kilit bir parametre olduğu görülmektedir. Patent literatüründe açıklanan bir strateji, düşük erime noktalı aktif bir maddeyle bir sıvıyı veya katıyı kapsüllemek için yüzey aktif madde olarak stiren maleik anhidrit kopolimerinin kısmi ester tuzunun kullanılmasıdır.

Bir aktif maddenin ara yüz polimerizasyonu ile mikrokapsüllemesi, aktif maddenin çözünürlüğüne bağlı olarak ve ayrıca polimerik malzemelerin çökmesini sağlamak için yağda çözünebilir (liposoluble) fazın sulu bir sürekli fazda veya organik bir ortamda hidrosolde edilebilir bir fazda dağılmasını içerir. Her faz, diğer fazdaki ile reaksiyona girmeye uygun çözünmüş spesifik bir monomer içerir. Dağılmış faz, monomerler için iyi bir çözücü görevi görür, fakat aynı zamanda oluşturulan polimer için çözücü olmayan olarak da işlev görür. Bu nedenle polimerizasyon sırasında, sistem karşılıklı olarak karışmayan üç fazdan oluşur. İlk olarak, çeşitli monomerler sisteme ilave edilir, reaksiyonlar arayüzde meydana gelir, bu da damlacıklarda çözünmeyen oligomerlerin oluşumu ile sonuçlanır ve arayüzde damlacıkların çevresinde bir birincil kabuk oluşturmak üzere çökme eğilimi gösterir. Büyüme sırasında, oluşan polimer dağınık fazda ve sürekli fazda çözünür değildir ve arayüzde çöker. Damlacıkların etrafındaki zarın oluşumu, her iki fazın da şişme gücüyle yönetilir; polimer için ortamın çözünürlüğü düşük olduğunda gözenekli bir yapı elde edilebilir [23].

Diğer çapraz bağlama reaksiyonları, monomerlerin difüzyonu ile büyüyen bir kabuk oluşumuna yol açar. Çok fonksiyonlu monomerler kullanıldığında, üç boyutlu çapraz bağlı bir sistem elde edilir. Bununla birlikte, kabuğun büyüme hızı, katman morfolojisinde değişikliklere neden olan başlangıç monomerlerinin kısıtlı difüzyonu

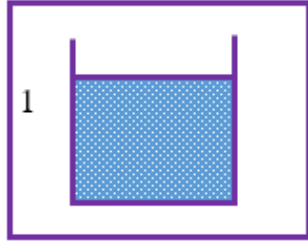
nedeniyle nispeten yavaştır. Kapsüllerin gözenekliliği, polimerin arayüzde çökmesi ve çözücü molekülün duvar boyunca difüzyonu ile artar. Bu tekniğin ana dezavantajı, karmaşıklığı, reaksiyonun yavaşlığı, sistemi bozabilecek ve bazı istenmeyen reaktif taraflar yaratabilecek, organik bir çözücü kullanımı ve bazı durumlarda biyouyumsuz taşıyıcı maddeler oluşturabilecek parazit veya ikincil reaksiyonların varlığıdır. Mikropartiküllerin morfolojisi temel olarak dağılmış fazda oluşturulan polikondensat moleküllerinin veya oligomerlerin çözünürlüğü ile belirlenir.

Gerçekten de, akıllı tekstiller için çözünmeyen oligomerler, bir mikrokapsül oluşumuna yol açar, çünkü onlar bir primer kabuk oluşturmak için kendilerini damlacıkların etrafına biriktirirler; dağılmış damlacıklarda çözünür. Yüksek polimer çöktürme hızı, daha az düzgün ve daha gözenekli bir zar oluşumunu teşvik eder. Arayüzey polikondensasyon metodu kullanılarak, aktif çekirdek bileşikler çoğunlukla bir tekstil uygulaması için poliüre, poliüretan (PU) ve poli (üre-üretan) duvar polimerleri (Çizelge 2.1) ile kapsülendir [25].

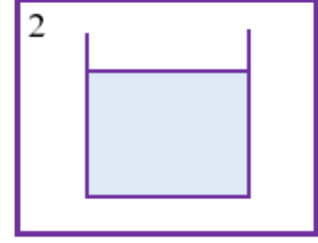
Arayüz polimerizasyonuna ait şematik diyagram Şekil 2.4'te gösterilmiştir [26]. Rapor edilen yöntemlerin çoğu, yağ içinde su veya su içinde yağ sistemleri kullanır, ancak yağda yağ sistemleri de, özellikle PU ve poliüre mikrokapsülleri için mikrokapsüllerin hazırlanmasında kullanılabilir. [23].

Çizelge 2.1. Arayüzey polimerizasyonunda kullanılan kabuk ve iç faz materyalleri [25]

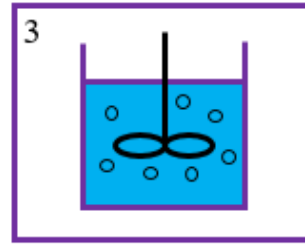
Arayüzey Polimerizasyonu	
Polimer	Aktif Madde
Poli(Üre Ürethan)	Boya
Poli(Üre Ürethan)	Soğutucu Madde
Poli(Üre Ürethan)	Koku
Poliüre	Boya
Poliüre	Koku
Poliüre	Ateş Geciktirici
Poliürethan/poliüre	Antibakteriyal Madde
Poliürethan-Kitosan	Termokromik
Poliüretan	Kozmetik Madde
Selüloz/PU	PCM



1
**Organik monomer
çözünür+aktif**

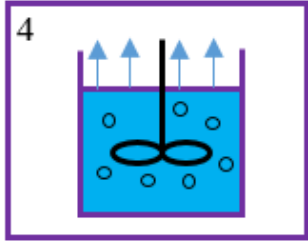


2
**Emülsiyonlaştırıcı
+sulu monomer
çözücü**

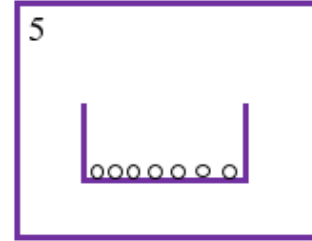


3
**İki fazın
emülsiyonu
gerçekleşir.**

**Çapraz bağlayıcı
eklenir.**



4
**Çözücü madde vakum,
ısıtma ve karıştırma ile
uzaklaştırılır.**



5
**Yıkandıktan ve kurutulduktan
sonra filtreleme ve santrifüj ile
mikrokapsüller geri kazanılır.**

Şekil 2.4. Arayüzey polimerizasyon tekniği ile mikrokapsül oluşumu [26]

2.3.1.2. Yerinde Polimerizasyon

In situ polimerizasyon ile gerçekleştirilen bir kapsülleme, monomer veya prepolimerin tek bir fazda, sürekli bir ortamda veya dağılmış bir ortamda varlığına dayanır. Monomere göre, sürekli ortamdaki prepolimer ve sonuçta ortaya çıkan polimer çözünürlükleri, üç farklı polimerizasyon tipini belirtir:

- (1) başlangıç monomerinin polimerizasyon ortamında çözünmediği zaman süspansiyon polikondenzasyonu,
- (2) sürekli faz sırasıyla monomer ve polimer için bir çözücü ve bir çökeltici ise çökeltme polikondenzasyonu,
- (3) polimerizasyon ortamı sırasıyla monomer ve polimer için iyi ve zayıf bir çözücü olduğunda, bir sistem için dispersiyon polikondensat iyonu.

Mikrokapsüller duvarları, sadece süreksiz fazda veya sürekli fazda bulunan başlangıç monomerlerinden veya ön kondensatlardan oluşturulabilir [23].

Yerinde polimerizasyon işlemi koku veya uçucu yağlar, böcek kovucular, alev geciktiriciler, boyalar ve faz değiştirme malzemeleri (PCM'ler) gibi çeşitli uygulamalarda mikrokapsüller üretmek için kullanılmıştır. Yerinde polimerizasyon, geliştirilmiş mekanik özelliklere ve termal kararlılığa sahip, suyla karışmayan dağılmış faz içeren mikrokapsüllerin oluşumuna izin verir. Melamin formaldehit reçinesi kullanımı, mikro kapsüllenmiş çekirdek bileşiğin termal stabilitesini geliştirmek için birçok araştırmacının dikkatini çekmiştir.

Ayrıca, melamin formaldehit prepolimerleri, mikrokapsüllerin sentezi için, yüksek reaktivlikleri nedeniyle bazı avantajlar sunar ve bu nedenle, iyi bir termal ve depolama stabilitesine sahip, yüksek yükleme içerikli bir kabuk oluşturmak için kısa reaksiyon süresi ve kontrollü miktarda bir polimer gereklidir [23].

2.3.1.3. Süspansiyon Polimerizasyonu

Süspansiyon polimerizasyonu tekniği, başlangıçtaki damlacıklara yakın, ortalama çapı 10 mm ile 2 mm arasında olan parçacıkların oluşumuna yol açar. Çoğu zaman, bu işlem boncuk polimerizasyonu veya inci polimerizasyonu anlamına gelir. Sulu ortamda damlacık olarak süspansiyon edilen dağılmış faz, suda çözünmeyen bir monomer ve aktifleştirici içerir.

Başlatıcı veya monomerde çözünebilir veya sürekli faza sokulabilir. Sürekli ortamdaki bu damlacıkların stabilizasyonu, poli (vinil alkol) (PVA), selülozik türev veya polivinil pirolidon gibi kuvvetli çalkalama ve hidrofilik polimerik

stabilizatörlerin kullanılmasıyla sağlanır. Sulu faz ayrıca dolgu maddeleri, tamponlar veya elektrolitler içerebilir. Partiküllerin geri kazanılması için işlem tamamlandıktan sonra bir yıkama aşaması gerekir.

Esas olarak stiren, metil metakrilat monomerler için kullanılan bu yöntemin avantajları sürekli faz tarafından polimerizasyon emiliminin ısısı, boyut olarak tekdüze küresel boncuk oluşumu ve salınım özellikleridir. Bununla birlikte, polimerizasyon prosesi sırasında partiküllerin birleşmesi ana dezavantajdır [20].

2.3.2. Fizikokimyasal Prosesler

2.3.2.1. Koaservasyon

Faz koaservasyonu, en eski ve en yaygın kullanılan mikrokapsülleme tekniklerinden biridir ve basit ve karmaşık koaservasyon olmak üzere iki gruba ayrılır. Jelatin, kitosan vb. gibi bir kolloidal çözünen maddenin kullanılmasını gerektiren basit koaservasyon (Çizelge 2.2), sulu polimerik çözelti, jelatin (arap zımkı veya ipek fibroin kitosan) gibi karşılıklı olarak yüklü iki kolloidin etkileşmesinden hazırlanır [25].

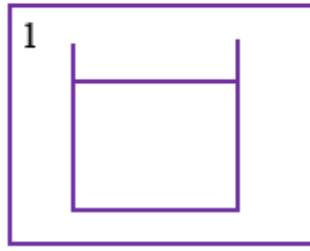
Çizelge 2.2. Tekstil uygulamaları için, basit koaservasyonda kullanılan kabuk ve çekirdek örnekleri [25]

Basit Koaservasyon		
Polimer	Koaservasyon ajanı	Aktif madde
Bovin serum, albumin	Etanol	Antibakteriyel ajan
Kitosan	NaOH	Esansiyel yağ
Kitosan	Sodyum dodesil sülfat	Bezir yağı
Kitosan	Sodyum tripoli fosfat	Koku
Etil selüloz	Su	Koku
Brezilya balmumu, polietilen	Etanol/petrol eteri	Boya
Jelatin	—	Parazit öldürücü ajan
Jelatin	Aseton	C vitamini

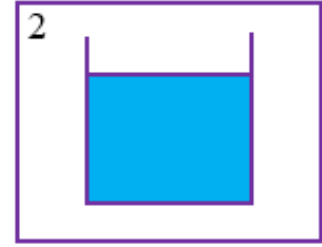
Koaservasyon, bir makromoleküler çözeltinin, karışmayan iki sıvı faza ayrılması olarak tanımlanabilir: yoğun bir koaservat fazı ve seyreltik bir denge fazı. Bu yöntemin genel ana hatları karıştırma altında gerçekleştirilen dört ardışık adımdan oluşur:

- (1) Aktif maddenin bir yüzey aktif hidrokolloit çözeltisine dağılması,
- (2) Hidrokolloidin çözünürlüğünü azaltarak (çözücü olmayan, pH değişimi, sıcaklık veya elektrolit), hidrokolloidin dağılmış damlacıklar üzerine çökeltilmesi,
- (3) Polimer-polimer kompleksini indüklemek için ikinci bir hidro kolloidin eklenmesi, karmaşık koaservasyon durumu,
- (4) Formaldehit, glutaraldehit veya transglütaminaz gibi bir çapraz bağlama maddesi ekleyerek mikrokapsüllerin stabilizasyonu ve sertleştirilmesi.

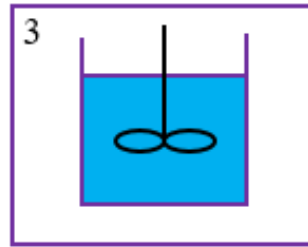
Aktif maddelerin kapsüllenmesinin en sık kullanılan ve en yaygın yollarından biri koaservasyon yöntemidir. Basit ve kompleks koaservasyon yöntemlerinin her ikisinde, tamamen çözünmüş polimer sıcaklık değiştirilerek, elektrolit etkisiyle veya suda karışabilen, çözünmeyen bir çözücünün eklenmesiyle kademeli olarak çözünür. Basit koaservasyonda, sadece bir polimer kullanılırken, karmaşık kaplamada karşılıklı olarak iki tane yüklü polimer kombinasyon halinde kullanılır. Koaservasyon yönteminde, pH, iyon gücü, sıcaklık, moleküler ağırlık ve konsantrasyon önemli bir rol oynar. Bu çalışmada, mikrokapsül oluşturmak için basit koaservasyon yöntemi kullanılmıştır ve şematik diyagram Şekil 2.5'te gösterilmiştir.



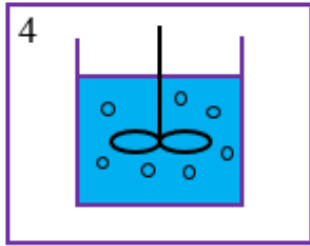
1
İç faz
(kapsüllenmesi
istenen materyal)



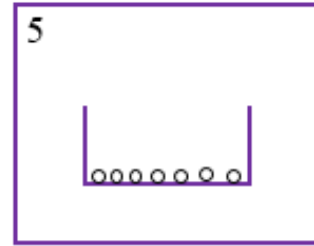
2
Dış faz çözeltisi



3
İç faz ve dış faz
karışım çözeltisi



4
pH yükseltmek için
kimyasal ilavesi,
partikül eldesi için
çözeltinin soğutulması

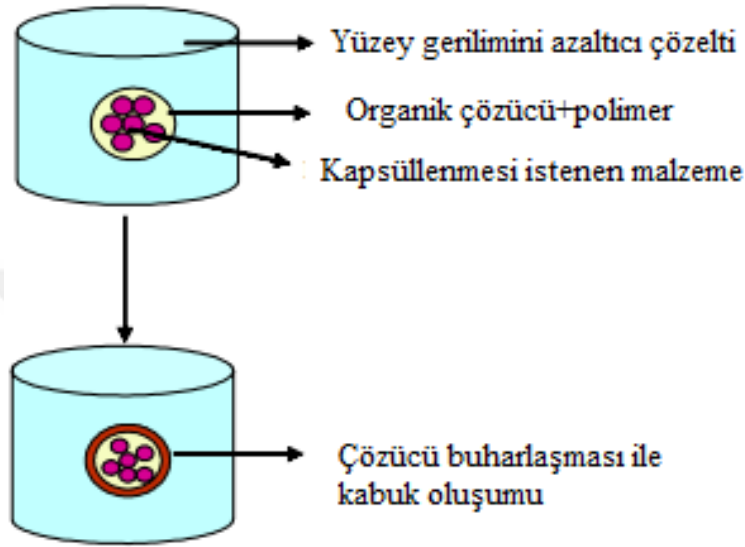


5
Oluşan kapsüllerin
stabilizasyonu için
formaldehit eklenmesi

Şekil 2.5. Basit koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [26]

2.3.2.2. Çözücü Buharlaşması

Çözücü buharlaştırma tekniği ile mikrokapsülleme, ilaç endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Suda çözünmeyen polimerler, bu tekniği kapsülleme matrisi olarak kullanılırlar. Biyobozunur polimer PLGA (poli (laktik-ko-glikolik asit)) enkapsülasyon materyali olarak sıklıkla kullanılmakta ve yönteme ait şematik diyagram Şekil 2.6 'da gösterilmektedir [27].



Şekil 2.6. Çözücü buharlaştırma yöntemi ile mikrokapsül oluşumu [27]

2.3.3. Diğer Mikrokapsülleme Yöntemleri

Tekstilde çeşitli alternatif mikrokapsülleme teknikleri de kullanılabilir ve bu teknikler Çizelge 2.3'te yer almaktadır. Bunlar arasında, siklodekstrinlerin veya bunların türevlerinin kullanımı, özellikle terbiye ve boyama işlemleri için artan ilgi kazanmıştır. Çoğu uygulama kontrollü koku salınımı etrafındadır. Sol jel bazlı işlemler de aynı şekilde büyük ilgi görmüştür ve aynı garantileri vermeseler bile melamin, formaldehit reçinesini kullanmaya alternatif olarak düşünülebilir [23].

2.3.3.1. Mikro-Akışkanlaştırma Cihazı Yardımı ile Mikrokapsülasyon

Mikroakışkanlaştırma, 10-100 mikrometre arasında değişen ince sahip kanallar vasıtasıyla, sıvıları düşük bir boyut dağılımına indiren bir tür sistem veya teknolojidir. Özellikle boyut küçültme ve dispersiyon için kullanılmıştır. Bu işlemde, işleme sıvısı yüksek basınç altındaki küçük kanallar aracılığıyla bir etkileşim odasından yüksek hızda pompalanarak (40.000 psi veya 2750 bara kadar) hızlandırılır. Bu noktada, sıvının hızı yaklaşık 400-500 m/s'ye ulaşabilir. Bu, oda içindeki sıvıya maruz kalan

eşit bir yüksek kayma gerilimi sağlar, partikül boyutunda küçülmeye neden olur. Mikroakışkan cihazlar işlemin tekrarlanabilirliğini sağlar. Tekrar sayısı ve basınç değeri, malzemeye ve veya kullanıcıya göre değişebilir [28].

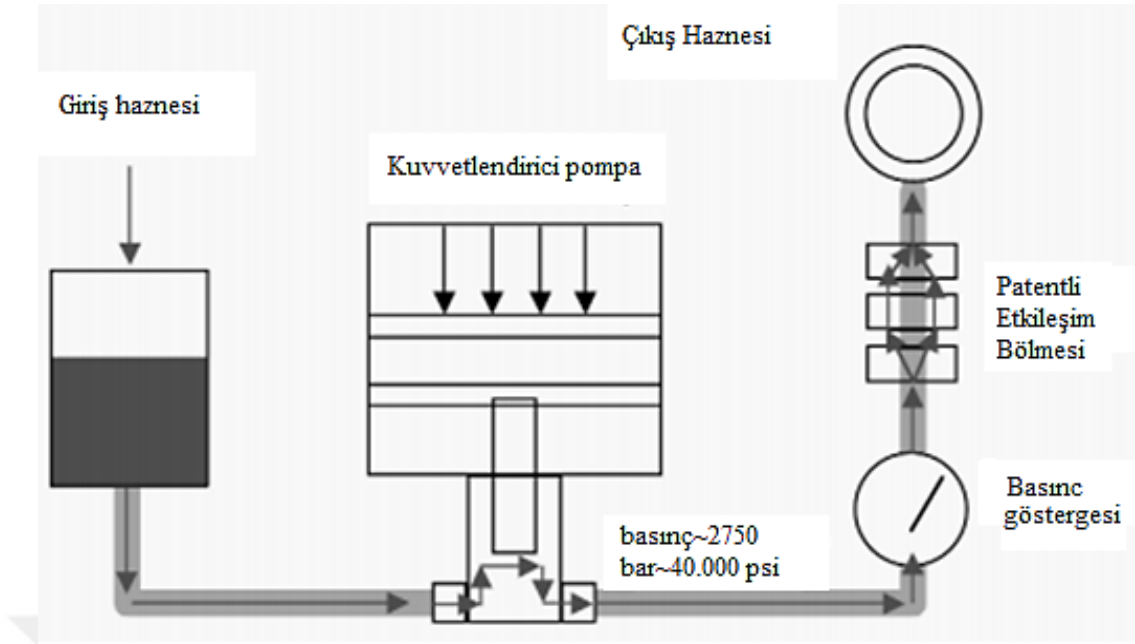
Çizelge 2.3. Bazı mikrokapsülasyon prosesleri [23]

Diğer Yöntemler		
Yöntemler	Polimer	Uygulama
Sonokimyasal	Hayvan serumu, albümin	Antibakteriyel
İyonik polimerizasyon	Polibütilsiyanoakrilat	Koku
İyonik jelleşme	Aljinat	Böcek kovucu
Sol-jel	Silika	PCM, FR, Böcek kovucu
Enklüzyon	β -Siklodekstrin	Böcek kovucu, Böcek ilacı, Antibakteriyel, Boya
Koagülasyon	PVA, Gluteraldehit	FR

Bu çalışmada, Şekil 2.7'de gösterildiği gibi M-110 L modelinde hava tahrikli bir mikro-akışkanlaştırıcı kullanılmıştır. Pnömatik bir pompa, bir filtre ve bir etkileşim odasından oluşmaktadır ve diyagram Şekil 2.8'de yer almaktadır [28].

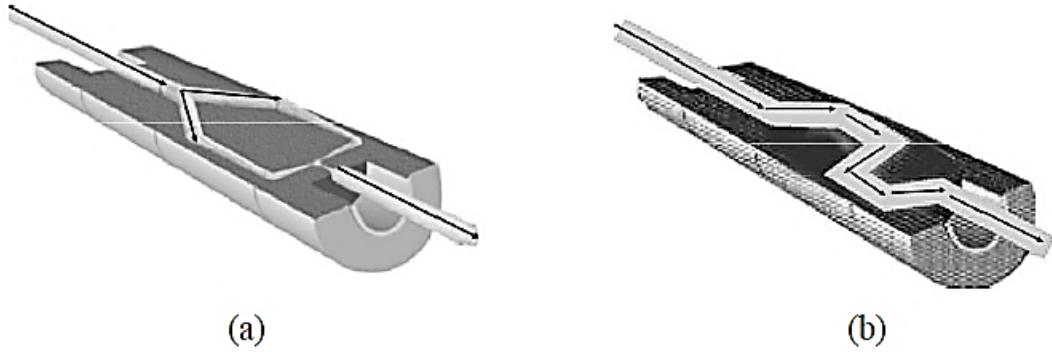


Şekil 2.7. Mikroakışkanlaştırıcı (model M-110L) [28]



Şekil 2.8. Mikro akışkan sistemin şematik gösterimi [28]

Etkileşim odası çeşitli tiplere sahiptir, ancak esas olarak Y tipi ve Z tipi odalar kullanılır ve şematik gösterimleri Şekil 2.9'da yer almaktadır. Y-tipi odada, ürünün akışı önce 2 kanala ayrılır ve daha sonra birleşir, Z-tipi odalarda ise ürün akışı etkileşim odasından zikzak şeklinde bir yol izler. Çalışmada Z tipi etkileşim odasına sahip mikroakışkan cihaz kullanılmıştır.



Şekil 2.9. a) Y tipi ve b) Z tipi etkileşim odası [27]

Literatürde, mikroakışkanlaştırmanın kullanıldığı birçok çalışma örneği bulunmaktadır. Jafari ve arkadaşları, mikroakışkanlaştırma yoluyla balık yağı ve d-limonen içeren bir nano emülsiyon üretmeye çalışmışlardır. Başka bir çalışmada, hücre içeren hidrojel parçacıkları kullanılarak, hücre bazlı ilaç dağıtımı yoluyla kanser tedavisi ile ilgilidir. Bu hidrojel parçacıklarını sentezlemek için mikroakışkan yaklaşımlar incelenmiştir [28].

2.4. Mikrokapsülasyonun Avantajları

Mikrokapsülleme işleminin çeşitli faydaları bulunmaktadır. En önemli avantajları aşağıdaki şekilde listelenmiştir.

- Aktif bileşenlerin kontrollü ve hedefli salınımı,
- Birbirlerine zıt malzemelerin karışmasının sağlanması,
- Isıya, UV'ye, oksidasyona, asitlere ve bazlara karşı koruma,
- Yükseltgenme ve dehidrasyon gibi bozucu reaksiyonların önlenmesi ile uzun raf ömrü,
- Koku ve veya tadın maskeleyme özelliği,
- Çözünürlüğü, dağılabilirliği ve akışkanlığı arttırmak,
- Sıvıların katı gibi kullanılabilmesi [29].

2.5. Mikrokapsülasyon Teknolojilerine ait Önceki Çalışmalar

Literatür araştırması yapılmış ve elde edilen antibakteriyel özellikli uçucu yağların tekstil yüzeylerine farklı yöntemler ile uygulandığı ve bu sayede antibakteriyel özellik kazandırılmış tekstil yüzeyleri elde edildiği görülmüştür.

2013 yılında Chinta ve arkadaşları tarafından mikrokapsülleme süreci ile ilgili bir çalışma yapılmıştır. Aktif maddeler olarak neem yağı, karanfil yağı, Aloe vera tozu ve Benzalkonyum Chloride (BKC) kullanılarak mikrokapsülleme yapılmıştır. Antimikrobiyal özellik kazandırmak, fiziksel ve performans özelliklerini karşılaştırmak için daha sonra bu mikrokapsül çözeltilerini dokuma pamuk ve P/C harman kumaşına ve dokumasız polipropilen kumaşa uygulamışlardır [12].

Başka bir çalışma, çekirdek malzeme olarak neem ve Meksika papatya özleri ve duvar malzemesi olarak akasya kullanarak koaservasyon yöntemiyle pamuklu kumaşa antimikrobiyal özellik kazandırmaktır. Yıkama döngülerinden sonra dayanıklılık açısından bir karşılaştırma yapmak için ekstraktlar da doğrudan kumaşa uygulanmıştır. Mikrokapsüllenmiş formdaki ekstraktların 15 yıkama döngüsünden sonra bile mikroplara karşı iyi bir dayanıklılığa sahip olduğu kanıtlanmıştır [1].

Mikrokapsülleme hakkında bir çalışma daha Sathianarayanan ve arkadaşları tarafından yapılmıştır. Tulsi yaprağı ve nardan elde edilen ekstraktlar, kumaşa antibakteriyel özellik kazandırmak için mikrokapsülleme, reçine çapraz bağlanma, doğrudan uygulama ve bunların kombinasyonlarını içeren çeşitli usullerle pamuklu kumaşa uygulanmıştır. Numunelerin, ekstraktlarla doğrudan işleminden geçirilmiş

numuneler dışında 15 yıkama döngüsüne kadar iyi antibakteriyel özellik gösterdiği tespit edilmiştir [2]. Mikrokapsülleme işlemi, alkolde çözünür ve güçlü bir tada sahip, antioksidan ve antimikrobiyal özellikli olan propolis özünü ile ilgili bazı zorlukları ortadan kaldırmak için kullanılmıştır. Bu amaçla, duvar malzemesinde izole edilmiş soya proteini ve pektin kullanılarak kompleks koaservasyon işlemi gerçekleştirilmiştir [29].

Mikrokapsüllemenin bir başka kullanımı, balık yağının iç faz olarak kullanılıp, oksidatif stabilitesinin geliştirilmesini içerir. Bu çalışmada basit koaservasyon tekniği ve ardından spreyle kurutma kullanılmıştır. Maltdekstrin, hidroksipropil metilselülozu (HPMC) ve balık yağı çözeltisine ilave edilmiştir. Optimum HPMC konsantrasyonu, dekstroz eşdeğeri malt dekstrin değeri ve mikrokapsüllerdeki balık yağı yüzdesi sırasıyla % 5, % 20 ve % 40'dan fazla değildir [30].

Mikrokapsülleme ile ilgili bir çalışmada, dağılmış bir yağ fazı olan heksadekanı kapsüllemek için duvar malzemesi olarak soya glisinin kullanıldı. Amaç, bir yağın protein tarafından kapsüllemesi yeteneğini gözlemlenmesidir. Bu amaçla, çekirdeğin etrafındaki duvar oluşumunu desteklemek için optimum koşullara (pH ve sıcaklık) karar verilmiştir [31]. Çekirdek materyali olarak antimikrobiyal aktiviteye sahip limon otu yağı kullanılması, basit koaservasyon tekniği ile yapılan bir başka mikrokapsülleme çalışmasıdır. Bu çalışmada duvar malzemesi olarak Poly (vinil alkol), çapraz bağlayıcı madde olarak glutaraldehit kullanılmıştır. Proses parametrelerinin mikrokapsüller ve yağın antimikrobiyal özellikleri üzerindeki etkileri ölçülmüştür [32].

Benzer şekilde, *Zanthoxylum limonella* yağı koaservasyon yöntemi ile kapsüllemeye çalışılmıştır. Duvar oluşturma materyali olarak jelatin ve çapraz bağlama maddesi olarak glutaraldehit kullanılmıştır. Jelatin konsantrasyonu, yağ yükleme ve çapraz bağlama miktarı gibi proses parametrelerinin mikrokapsüllerin salınım hızı üzerindeki etkisi değerlendirilmiştir [33].

Türkoğlu ve arkadaşlarına ait bir çalışma da kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak yapılmıştır. A-Tokoferol de dâhil olmak üzere mikrokapsül üretmeyi ve dolgu yöntemiyle pamuklu kumaşa uygulamayı hedeflemişlerdir. Nihai ürün antioksidan özelliği bakımından incelenmiştir. [34]

Yapılan diğer bir çalışma da Varona ve arkadaşlarının yaptığı [35] lavanta uçucu yağının kendisinin ve mikrokapsüllemiş halinin üç farklı patajoneik bakteriye karşı antimikrobiyal etkisinin incelenmesidir. Mikrokapsülleri spray kurutma yöntemi

kullanarak oluşturmışlardır. Yapılan analiz ve değerlendirmeler sonucunda, bu yöntemin uçucu yağı koruduğu ve kontrollü salınım sağladığı görülmüş ve lavanta uçucu yağının antimikrobiyal etkisini sürekli kıldığını tespit edilmiştir.

Boh ve Knez [36] lavanta, biberiye ve adaçayı uçucu yağlarını polimerizasyon metodu kullanarak mikrokapsüllemiş ve elde ettikleri mikrokapsülleri ayakkabı iç tabanı olarak kullanılan dokusuz yüzeylere uygulamışlardır. Mikrokapsül emdirilmiş ayakkabı iç tabanlarının antibakteriyel aktivitesini incelemişler ve mekanik analizler yapmışlardır. Mekanik testler 80 kg ağırlığındaki bireylerin günde 3 km yürümesi ve toplamda 50 km yol katetmesi ile tamamlanmıştır ve ayakkabı iç tabanlarının basınca maruz kalan kısımlarında salınımın diğer bölgelere göre daha yoğun olduğunu, 50 km'lik yürüyüş sonunda ayakkabı iç tabanlarının hala yüksek oranında aktif mikrokapsüller içerdiğini ve mikrokapsüllerin basınç meydana gelene kadar antimikrobiyal uçucu yağları hapsedtiklerini anlaşılmıştır. Antimikrobiyal aktivite analizi için üç farklı bakteri türü kullanılarak standart metoda göre uçucu yağların %10 ve %40 oranında seyreltilmesiyle yapılmıştır ve kullanılan çözücünün herhangi bir antimikrobiyel etki göstermemiş, fakat kazanılan uçucu yağların farklı oranlarda antibakteriyel etki sağlamıştır.

Thilagavathi vd. [37] neem bitkisinin ve meksika papatyasının metanollü ekstraktını elde etmiş ve neem yağını pamuklu kumaşa uygulamışlardır. Bunun yanı sıra bu ekstraktlar ve neem yağını iç faz, arap zatkını ise dış faz olarak kullanıp mikrokapsülleyerek kumaşa uygulamışlardır. Sonrasında işlem görmüş bu pamuklu kumaşların yıkama haslığını ve antibakteriyel aktivitesini incelemişlerdir. Ayrıca mikrokapsüllerin fiziksel yapısını araştırmışlardır. Yapılan analiz sonuçlarına göre mikrokapsül emdirilmiş kumaş, 15 yıkamaya kadar antibakteriyel aktivitesini sürdürmüştür. Direkt ekstrakt aplike edilmiş kumaşların mikrokapsül uygulanmış kumaşlara göre yıkamaya daha az dayanıklı olduğunu, üretilen mikrokapsüllerin küresel ve homojen parçacık boyut dağılımına sahip olduklarını vurgulamışlardır.

Sathianarayanan vd. [38] fesleğen ve nar kabuğu ekstraktını pamuklu kumaşa direk olarak, mikrokapsüllemiş ve çapraz bağlayıcı kullanarak 3 farklı şekilde aplike etmişlerdir. İlk olarak fesleğen ve nar kabuğunu soxhlet cihazında ekstrakte etmişler ve elde ettikleri metanollü ekstraktların GC-MS analizini yapmışlardır. Yapılan analiz sonucunda, antibakteriyel aktiviteye neden olan ana bileşenlerin eugenol, germacrene ve phytol olduğunu belirtmişlerdir. İşlem görmüş kumaşlara iki farklı standart bakteri suşlarını kullanarak antibakteriyel aktivite testi uygulamışlardır. Test sonucunda

direk aplikasyonun diğer yöntemlere göre daha fazla zon çapı oluşturduğunu ancak yıkama haslığı sonuçlarına göre de haslığı en düşük yöntemin direk aplikasyon, yıkamaya en dayanıklı yöntemin ise mikrokapsülasyon olduğunu saptamışlardır.

Koatsahal ve arkadaşları [39] siyah zencefil uçucu yağını emülsiyon tekniğini kullanarak mikrokapsüllemişlerdir. Elde edilen mikrokapsülleri pamuk, polyester ve naylon kumaşlara emdirme-kurutma-fiksaj metodu ile uygulamışlardır. İlk olarak hidrodestilasyon metodu ile üretilen siyah zencefil uçucu yağının disk difüzyon yöntemi ile antibakteriyel aktivitesini tayin etmişlerdir. Yapılan analiz sonucunda siyah zencefil uçucu yağının '*Staphylococcus aureus*' bakterisine karşı oluşturduğu zon çapı 41 mm olarak belirlenmiş ancak '*Klebsiella pneumonia*' bakterisine karşı herhangi bir antibakteriyel etki sağlamadığı görülmüştür. Üretilen mikrokapsüllerin parçacık boyutlarının 10-150 µm arasında değiştiğini ve ortalama parçacık boyutunu 23.88 µm olduğu görülmüştür. Bunun yanı sıra üç farklı kumaşa aplike edilmiş mikrokapsüllerin SEM görüntülerini incelemişler ve naylon kumaşın diğer kumaşlara göre içerdiği mikrokapsül miktarının daha fazla olduğunu, ayrıca diğer kumaşlara kıyasla mikrokapsüllerin kumaş yapısında daha düzenli dağıldığını belirtmişlerdir.

Dadalioglu ve arkadaşları [40] yayla kekiği, akdeniz defnesi, karabaş otu ve rezene uçucu yağın buhar destilasyonu yöntemi kullanarak elde etmişler ve bu uçucu yağlara GC-MS analizi ve antibakteriyel etki testi yapmışlardır. Yapılan GC-MS analizi sonuçlarına göre sırasıyla yayla kekiği, akdeniz defnesi, karabaşotu ve rezenenin majör bileşenlerini carvacrol, cineole, fenchone ve *trans*-anethole olarak tespit etmişlerdir. Antibakteriyel aktivite testi için 4 farklı bakteri türü kullanılmışlardır. 0 (kontrol), 5, 10, 20, 30, 40, 50 ve 80 µL/mL gibi farklı dozlarda uçucu yağ aplike edildikten sonra, hayatta kalan bakterileri saymış antibakteriyel etki sonucunu hesaplamışlardır. Bütün uçucu yağların test sırasında kullanılan tüm bakterilere karşı güçlü bir antibakteriyel aktivite gösterdiğini saptamışlardır.

Peng ve arkadaşları, hardal tohumundan elde edilen uçucu yağı, eş zamanlı buhar damıtma ve özütleme (SDE) gaz kromatografisi-kütle spektrometresi (GC-MS) ile analiz etmişlerdir. Hardal tohumu esansiyel yağında on dört bileşen tanımlamış ve allil izotiyosiyanat ana bileşen (% 71.06) olarak saptamışlardır. Esansiyel yağın, sırasıyla 9.68-15.57 mm ve 128-512 µg / mL aralığında inhibisyon bölgeleri ile geniş spektrumlu bir antimikrobiyal aktiviteye sahip olduğu görmüşlerdir. Esansiyel yağ daha sonra doğal, suda çözünür bir çapraz bağlayıcı olan genipin ile kompleks koaservasyon yöntemine göre mikrokapsüllemişlerdir. Genipin ile sertleştirilmiş

esansiyel yağ mikrokapsüllerinin sertleşme etkinliği için optimum parametreler, 40 ° C'de 8 saat ve 0.075 g / g jelatin bir genipin konsantrasyonuyla pH 10.0 olarak belirlemişlerdir. Genipin ile sertleştirilmiş mikrokapsüller, esas olarak 5-10 µm'lik bir partikül büyüklüğüne ve gıda korunmasında uygulama potansiyeli olan güçlü bir kimyasal stabiliteye sahip olduğu bulunmuştur [41].

Yong Bing vd. antibakteriyel özelliklere sahip karanfil yağı içeren çift katmanlı poliüretan/poli (üre-formaldehit) (PU/PUF) kabuklu mikrokapsülleri, situ ve arayüzey polimerizasyon yöntemlerini kullanarak başarılı bir şekilde sentezlemişlerdir. Mikrokapsüllerin morfolojileri, çekirdek kabuk yapıları ve bileşimlerini sistematik olarak incelenmişlerdir. Ek olarak, farklı reaksiyon parametreleri altında sentezlenen mikrokapsüllerin salınım davranışlarını incelenmişlerdir. Serbest bırakma profilinin, birincil serbest bırakma mekanizması olarak difüzyonu gösteren 'Baker-Lonsdale' modeline uyduğunu belirtmişlerdir. ASTM E2315 testine dayanan deneysel sonuçlar, üretilen mikrokapsüllerin, denizdeki bakteri '*Vibrio coralliilyticus*', '*Escherichia coli*', yerinde kontamine olmuş örneklerden izole edilen deniz bakterileri ve deniz biyofilm oluşturuıcı bakterilere karşı büyük antibakteriyel etkinliklere sahip olduğunu saptamışlardır [42].

Piletti ve arkadaşları, sarımsak yağını siklodekstrin (βCD) ile mikrokapsüllemiş ve βCD-sarımsak yağ kompleksinin '*Escherichia coli*' ve '*Staphylococcus aureus*' bakterilerine karşı antibakteriyel özelliklerini araştırmışlardır. Kapsülleme yöntemi, sarımsak yağının termal stabilitesini artırmış ve kapsülleme işleminin başarısını doğrulamıştır. Taramalı elektron mikroskobu analizi, βCD-sarımsak yağı yapılarının boyutlarının 5 ile 10 µm arasında değişen değerlere sahip olduğunu göstermiştir. βCD-sarımsak yağı kompleksini 60 ° C'de 1 saat süreyle ısıtılma işlemine tabi tutmuşlar ve kompleksin antibakteriyel etkisinin önemli ölçüde azaldığını görmüşlerdir. Minimum inhibitör konsantrasyonu (MIC) ve agar difüzyon sonuçları, 81.73 mmol·L⁻¹ sarımsak yağı içeren mikrokapsüllerin mükemmel antibakteriyel etkiye sahip olduğunu göstermiştir [43].

Ghayempour ve arkadaşları kapsülleme ve depolama sırasında aljinat biyopolimerinde nane yağının lezzet tutma ve özellikleri incelemiştir. Bu amaçla, mikro-nanokapsüller, taramalı elektron mikroskobu (SEM) tekniği kullanılarak yapılarına, ortalama partikül boyutuna ve boyut dağılımına göre üreterek, karakterize etmişlerdir. Kapsülleme prosesi sırasında uçucu yağın stabilitesi, ince tabaka kromatografisi (TLC), gaz kromatografisi-kütle spektrometrisi (GC-MS),

termogravimetrik analiz (TGA) ve clevenger kullanılarak deęerlendirmişlerdir. Mikro-nanokapsüllerin antimikrobiyal aktivitesini, gram negatif bakteri '*Escherichia coli*' ve gram pozitif bakteri '*Staphylococcus aureus*' kullanılarak deęerlendirmişlerdir [44].

Singh ve arkadaşları lavanta yaęını siklodekstrin, kitosan sitrat ve β -siklodekstrin/Grafted kitosan kullanarak mikrokapsüllemişlerdir. Lavanta esansiyel yaęı mikrokapsüllerini pamuk kumaşıa aplike etmiş, koku ve antimikrobiyal bitim işleminin kombine etkisini araştırmışlardır. Tüm bitmiş kumaş numuneleri için koku salma hızı performansı ve antimikrobiyal özellikler standart test yöntemleri ile ölçülmüştür. Sonuçlar CD-CD'nin 0.6 gpl NaOH çözeltisinde oldukça çözünür olduğunu ve 80 gpl β -CD'nin% 6 oranında esansiyel lavanta yaęı çözeltisinin koku ve antimikrobiyal terbiye için en uygun kombinasyon olduğunu ortaya koymuştur [45].

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu bölümde, kumaş ve nane yağı temini, deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasal maddeler, araç ve gereçler ile kullanılan yöntemler ayrıntılı bir biçimde anlatılmıştır.

3.1. Materyal

3.1.1. Kumaş Örnekleri

Bu çalışmada % 100 pamuklu dokuma denim kumaş (3/1 Z, 373 g / m², 28 x 21) kullanılmıştır. Kumaşlar ön işlemleri tamamlanmış olarak Çalık Denim A.Ş. Malatya'dan temin edilmiştir.

3.1.2. Nane Yağı

Çalışma kapsamında iç faz olarak nane yağı kullanılmıştır ve kullanılan yağlar aşağıdaki gibi listelenebilir.

- 1) İnönü üniversitesi, Kimya Mühendisliği laboratuvarında distilasyonu yöntemiyle elde edilen '*Mentha Piperita*'
- 2) Distilasyon ile elde edilmiş ticari nane yağı '*Mentha Piperita*'



Şekil 3.1. Deneylerde kullanılan nane yağı görselleri

3.1.3. Kimyasal Malzemeler

Bu çalışma boyunca kullanılan kimyasal maddeler aşağıdaki şekilde listenebilir;

Arap Zamkı (CAS Numarası: 9000-01-5)

Sodyum Sülfat (Na_2SO_4) (CAS Numarası: 7757-82-6)

Formaldehit (CAS Numarası: 50-00-0)

Sodyum hidroksit (NaOH) (CAS Numarası: 1370-73-2)

Emülsifier WN (CAS Numarası: 104376-72-9)

Denimcol fix (CAS Numarası: 68603-87-2)

Ongronat (CAS Numarası: 101-68-8)

Pva (CAS Numarası: 9003-20-7)

Peg 400 (CAS Numarası: 75-21-8)

Adocat 201 (CAS Numarası: 77-58-7)

EDTA (CAS Numarası: 6381-92-6)

Romapol 1496 (CAS Numarası: 9043-30-5)

Fixapret Resin (CAS Numarası: 136-84-5)

Curite 5184 (CAS Numarası: 50-00-0)

3.1.4. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihaz, Araç ve Gereçler

3.1.4.1. SEM Cihazı

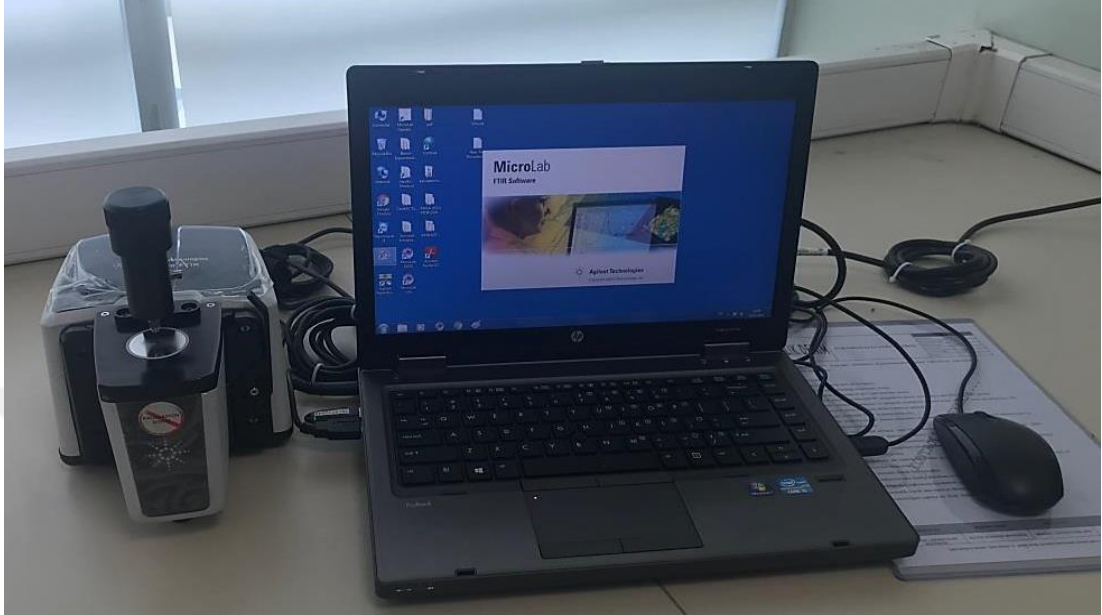
Nane yağı mikrokapsülleri applike edilmiş kumaş, HITACHI markalı SEM cihazında görüntülenmiştir. Analizler, Çalık Denim A.Ş.'de yapılmıştır ve ilgili cihaz Şekil 3.2'de görülmektedir.



Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

3.1.4.2. FTIR Cihazı

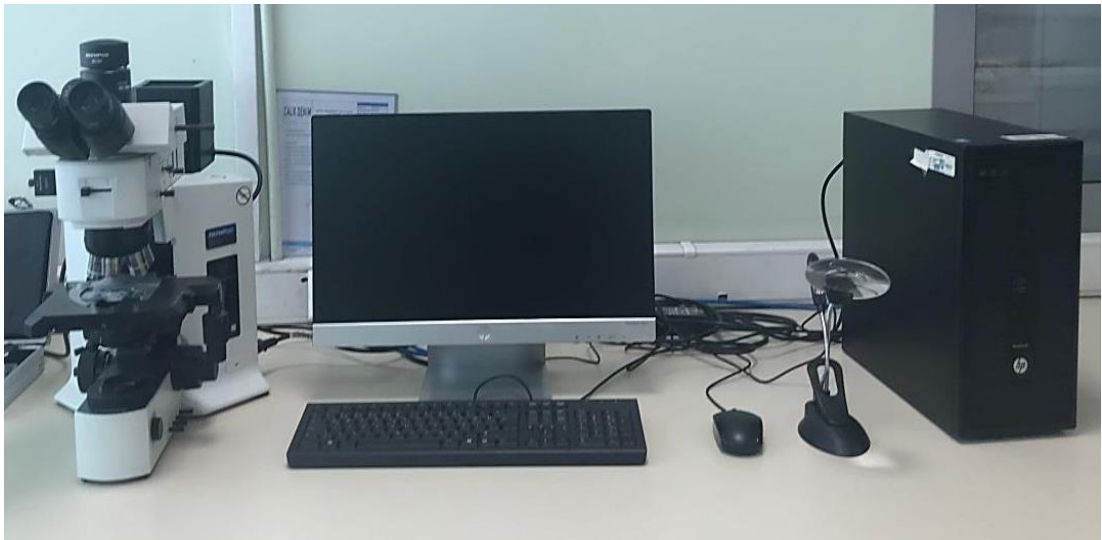
Nane yağları ve kumaş numunelerinin analizi Agilent tech- Cary 630 FTIR cihazında gerçekleştirilmiştir. Analizler, Çalık Denim A.Ş’de yapılmıştır ve ilgili cihaz Şekil 3.3’te görülmektedir.



Şekil 3.3. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)

3.1.4.3. Optik Mikroskop

Nane yağı mikrokapsülleri, optik mikroskopta görüntülenmiştir ve Çalık Denim A.Ş’de yer alan ilgili cihaz Şekil 3.4’te görülmektedir.



Şekil 3.4. Optik mikroskop

Kullanılan diğer cihaz ve aletler:

- Mekanik Karıştırıcı
- Hassas Terazî
- Saf Su Cihazı
- pH Ölçer
- Isıtıcı ve Soğutucu
- Orbital Karıştırıcı

3.2. Yöntem

Mikrokapsülasyon, mikrokapsül oluşturmak için küçük sıvı damlacıklarının veya katı parçacıkların polimerik film ile kaplanmasını içeren, yeni tekstil teknolojilerinden birisidir. Bu çalışmada, basit koaservasyon, arayüz polimerizasyonu ve mikroakışkan cihazı yardımıyla mikrokapsülasyon olmak üzere üç farklı yöntem kullanılmıştır. Ayrıca kumaş üzerine aplikasyon işleminde, arayüz polimerizasyonu ile mikrokapsülasyonda kaplama, kaplama + yıkama ve apre uygulaması olarak üç farklı şekilde gerçekleştirilmiştir. Çalışma kapsamında tercih edilen aplikasyon uygulamaları aşağıda kısaca özetlenmiştir.

Kaplama

Kaplama yöntemleri arasından bıçaklı (rakleli) kaplama ile aplikasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Rakleli kaplama bilinen en eski yöntemlerden biridir. Kaplama maddesi, kumaşa direkt olarak aktarılarak sabit bir rakle ile üniform bir şekilde sürülmektedir. Genellikle düzgün, üniform dokuma kumaşlara uygulanmaktadır. Deney kapsamında kullanılan cihaz Şekil 3.5’te gösterilmektedir.

Kaplama+Yıkama

Yukarıda belirtilen şekilde kaplama gerçekleştirilmiş ve ardından su kumaşa direkt olarak aktarılmış ve rakle yardımıyla sürülmüştür ve böylece kumaş yüzeyinde kalan safsızlıkların kalıntıların giderilmesi amaçlanmıştır.

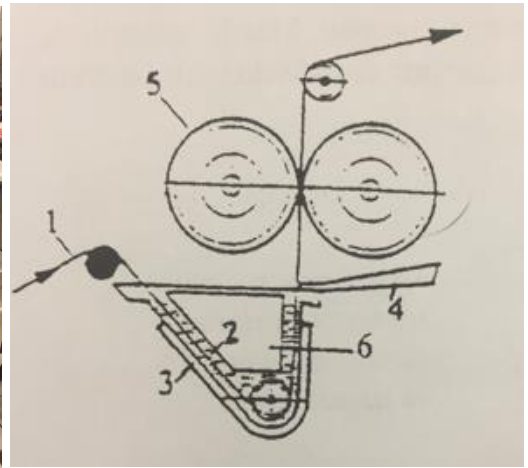
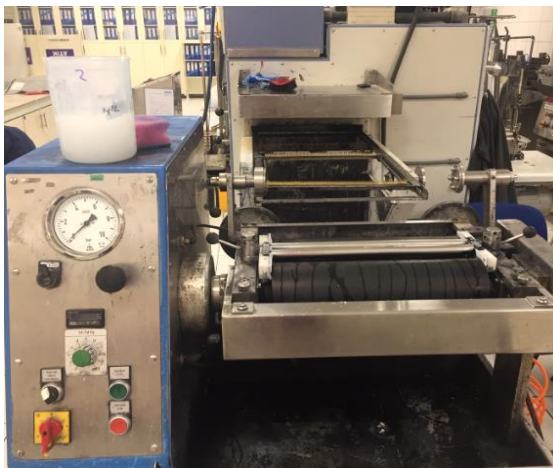
Apreleme

Emdirme yöntemi kullanılarak nane yağı mikrokapsülleri kumaş üzerine aplike edilmiştir. Bu yöntemde göre denim kumaş, çözelti (*‘flotte’*) ile emdirilir. Emdirilen kumaştaki flottenin fazlası, tekne çıkısındaki silindirler arasından sıkılarak

uzaklaştırılır ve yeniden emdirme teknesine döner. Genelde kesintisiz (kontinü) ve açık en çalışılmaktadır ve emdirme yönteminin klasik makinası fularddır. Deney kapsamında kullanılan cihaz ve şematik fulard Şekil 3.6’da gösterilmektedir.



Şekil 3.5. Atac-Rgk40 Laboratuar tipi rakle



Şekil 3.6. Mathis CH-8156 Pad batch ünitesi ve iki silindirli yatay fulard şematik çizimi

3.2.1. Basit Koaservasyon ile Mikrokapsülleme

Çekirdek malzemesi olarak nane yağı ve duvar malzemesi olarak arap zambk kullanılmıştır. Duvar oluşturmak için; 100 gram arap zambk 1000 mL sıcak, damıtılmış suda çözünmüştür. Sıcaklık 55 ° C ile 60 ° C arasında tutularak 2 saat boyunca 1000 rpm'de karıştırılmıştır. Belirli aralıklarla arap zambkının oluşturduğu köpük alınmıştır. Çekirdek materyali olarak 3 farklı iç faz hazırlanmıştır. İç faz çözeltisi 1 ve 2'de ticari nane yağı, çekirdek çözeltisi 3'te ise İnönü Üniversitesi Kimya Mühendisliği Laboratuvarı'nda elde edilen uçucu nane yağı kullanılmıştır. Çekirdek çözeltisini oluşturan madde ve miktarlar Çizelge 3.1'de verilmektedir. Çekirdek:duvar oranı deney ön çalışmaları esnasında 1:2 olarak belirlenmiştir. Çekirdek çözeltilerine 2 katı miktarında dış faz çözeltisi yavaş yavaş eklenerek mekanik karıştırıcıda 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Arap zambk bazık ortamda şiştiği için NaOH eklenerek pH ayarlaması yapılmıştır ve 1000 rpm de 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. (pH, mikrokapsülleme işlemi için en önemli parametrelerden biridir, çünkü işlemin en vazgeçilmez ve temel aşaması olan faz ayrımı yapabilme yeteneğine sahiptir.

Çalışma boyunca, arap zambk, bilindiği gibi, duvar malzemesi olarak kullanılmıştır. Arap zambkının, pH 9.2-9.3 aralığında en yüksek şişme derecesini gösterdiği ve çözünürlüğünün, sıcaklık artışı ile doğru orantılı olduğu iyi bilinmektedir.) Son olarak, iç faz miktarının yarısı miktarında formaldehit eklenerek oluşan kapsüllerin stabilizasyonu amaçlanmıştır ve çözelti 30 dakika daha karıştırılmıştır. Mikrokapsüllerin oluşumunu desteklemek ve arttırmak için buzdolabında dondurulmuştur. Mikrokapsüller daha sonra optik mikroskop altında gözlenmiştir. Çizelge 3.1'de yer alan çekirdek çözeltilerine ait basit koaservasyon reçete ve denim kumaş üzerine aplikasyonları sırasıyla aşağıda yer almaktadır.

Çizelge 3.1. İç faz reçeteleri

	Çekirdek çözeltisi-1	Çekirdek çözeltisi-2	Çekirdek çözeltisi-3
Nane yağı (ml)	3	3	3
Su (ml)	60	150	60
Emülsifier WN (ml)	6	15	6

a) Basit Koaservasyon yöntemi 1 numaralı reçete (B1)

İç faz olarak ticari '*mentha piperita*' uçucu nane yağı ve duvar malzemesi olarak arap zankı kullanılmıştır. Duvar ('wall') oluşturmak için; 100 gram arap zankı 1000 mL sıcak, damıtılmış suda çözünmüştür ve %10'luk arap zankı çözeltisi hazırlanmıştır. Sıcaklık 55 ° C ile 60 ° C arasında tutularak 2 saat boyunca 1000 rpm'de karıştırılmıştır. Belirli aralıklarla arap zankının oluşturduğu köpük alınmıştır. İç faz oluşturmak için 3 ml nane yağı, 60 ml su ve 6 ml Emülsifier WN 1 saat boyunca mekanik karıştırıcı yardımıyla karıştırılmıştır. İç faz : dış faz (çekirdek:duvar) oranı deney ön çalışmaları esnasında 1:2 olarak belirlenmiştir. Çekirdek çözeltisine 2 katı miktarında dış faz çözeltisi (138 ml) yavaş yavaş eklenerek mekanik karıştırıcıda 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Arap zankı bazik ortamda şiştiği için % 1'lik NaOH eklenerek pH ayarlaması yapılmıştır ve 1000 rpm de 30 dakika boyunca karıştırılmıştır.

Son olarak, iç faz miktarının yarısı kadar (34.5 ml) formaldehit eklenerek oluşan kapsüllerin stabilizasyonu amaçlanmıştır ve çözelti 30 dakika daha karıştırılmıştır. Mikrokapsüllerin oluşumunu desteklemek ve arttırmak için buzdolabında dondurulmuştur. Mikrokapsüller daha sonra optik mikroskop altında gözlenmiştir. Elde edilen mikrokapsüller apreleme ile denim kumaş üzerine applike edilmiştir.

b) Basit Koaservasyon yöntemi 2 numaralı reçete (B2)

İç faz olarak ticari '*mentha piperita*' uçucu nane yağı ve duvar malzemesi olarak arap zankı kullanılmıştır. Duvar ('wall') olarak B1 reçetesinde hazırlanan %10'luk arap zankı çözeltisi kullanılmıştır. B1 reçetesinden farklı olarak iç faz oluşturmak için 3 ml nane yağı, 150 ml su ve 15 ml Emülsifier WN 1 saat boyunca mekanik karıştırıcı yardımıyla karıştırılmıştır. İç faz : dış faz (çekirdek:duvar) oranı deney ön çalışmaları esnasında 1:2 olarak belirlenmiştir. Çekirdek çözeltisine 2 katı miktarında dış faz çözeltisi (336 ml) yavaş yavaş eklenerek mekanik karıştırıcıda 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Arap zankı bazik ortamda şiştiği için % 1'lik NaOH eklenerek pH ayarlaması yapılmıştır ve 1000 rpm de 30 dakika boyunca karıştırılmıştır.

Son olarak, iç faz miktarının yarısı kadar (84 ml) formaldehit eklenerek oluşan kapsüllerin stabilizasyonu amaçlanmıştır ve çözelti 30 dakika daha karıştırılmıştır. Mikrokapsüllerin oluşumunu desteklemek ve arttırmak için buzdolabında dondurulmuştur. Mikrokapsüller daha sonra optik mikroskop altında gözlenmiştir. Elde edilen mikrokapsüller apreleme ile denim kumaş üzerine applike edilmiştir.

c) Basit Koaservasyon yöntemi 3 numaralı reçete (B3).

İç faz olarak İnönü Üniversitesi Kimya Mühendisliği Laboratuvarı'nda elde edilen '*mentha piperita*' uçucu nane yağı ve duvar malzemesi olarak arap zımkı kullanılmıştır. B3 reçetesi B1 reçetesi ile aynı şekilde hazırlanmış, sadece uçucu yağ değiştirilmiştir. Duvar ('wall') olarak B1 reçetesinde hazırlanan %10'luk arap zımkı çözeltisi kullanılmıştır. İç faz oluşturmak için 3 ml nane yağı, 60 ml su ve 6 ml Emülsifier WN 1 saat boyunca mekanik karıştırıcı yardımıyla karıştırılmıştır. Çekirdek:duvar oranı deney ön çalışmaları esnasında 1:2 olarak belirlenmiştir. Çekirdek çözeltisine 2 katı miktarında dış faz çözeltisi yavaş yavaş eklenerek mekanik karıştırıcıda 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Arap zımkı bazik ortamda şiştiği için % 1'lik NaOH eklenerek pH ayarlaması yapılmıştır ve 1000 rpm de 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. Son olarak, iç faz miktarının yarısı kadar (34.5 ml) formaldehit eklenerek oluşan kapsüllerin stabilizasyonu amaçlanmıştır ve çözelti 30 dakika daha karıştırılmıştır. Mikrokapsüllerin oluşumunu desteklemek ve arttırmak için buzdolabında dondurulmuştur. Mikrokapsüller daha sonra optik mikroskop altında gözlenmiştir. Elde edilen mikrokapsüller apreleme ile denim kumaş üzerine applike edilmiştir.

3.2.2. Arayüz Polimerizasyonu ile Mikrokapsülleme

2.5 g nane yağı ve 50 ml saf su 10 dakika boyunca 80°C sıcaklıkta ve 2000 devir/dakika hızda karıştırılmıştır. Hazırlanan karışıma 2.5 g denimcol fix ve 10 ml saf su eklenerek aynı hızda karıştırılmaya devam edilmiştir. Ardından 50 ml su ve 10 g ongronat karışımı mevcut karışıma eklenmiş ve aynı hızda karıştırma işlemi 10 dakika daha sürdürülmüştür. 5.2 gr PVA (Poli Vinil Alkol) ve 320 ml saf su 3 dakika boyunca 80°C sıcaklıkta karıştırılmış ve karışıma eklenmiştir. 32 ml su, 14 ml PEG-400 (polietilen-glikol-400) ve 0.5 gr Adocattan oluşan karışım daha önce hazırlanan karışıma ilave edilmiştir. Bu işleme 1 saat boyunca ve 80°C sıcaklıkta mevcut hız korunarak devam edilmiştir. Daha sonra, 13 ml su ve 2.6 ml EDTA (Etilen Diamin Tetra Asetik Asit) karışımı mevcut karışıma eklenmiş ve bu işlem de 1 saat boyunca sürdürülmüştür. Bu işlemlerin ardından kapsül çözeltisi elde edilmiştir.

Arayüz polimerizasyonu sonucu hazırlanan kapsül çözeltisi, 2 farklı reçete (Çizelge 3.2) ile hazırlanmış ve kumaşa 2 farklı yöntem (kaplama ve apre) ile uygulanmıştır.

Çizelge 3.2. Arayüz polimerizasyonunda uygulanan reçeteler

	Reçete 1	Reçete 2
Kapsül çözeltisi (gr)	80	160
Romapol 1496 (gr)	2	2
Fixaprete Resin-NF(gr)	20	20
Currite 5184(gr)	5	5

a) Arayüz polimerizasyonu-apre uygulaması 1 numaralı reçete (RA1)

2.5 g ticari ‘*mentha piperita*’ uçucu nane yağı ve 50 ml saf su 10 dakika boyunca 80°C sıcaklıkta ve 2000 devir/dakika hızda karıştırılmıştır. Hazırlanan karışıma 2.5 g denimcol fix ve 10 ml saf su eklenerek aynı hızda karıştırılmaya devam edilmiştir. Ardından 50 ml su ve 10 g ongronat karışımı mevcut karışıma eklenmiş ve aynı hızda karıştırma işlemi 10 dakika daha sürdürülmüştür. 5.2 gr PVA (Poli Vinil Alkol) ve 320 ml saf su 3 dakika boyunca 80°C sıcaklıkta karıştırılmış ve karışıma eklenmiştir. 32 ml su, 14 ml PEG-400 (polietilen-glikol-400) ve 0.5 gr Adocattan oluşan karışım daha önce hazırlanan karışıma ilave edilmiştir. Bu işleme 1 saat boyunca ve 80°C sıcaklıkta mevcut hız korunarak devam edilmiştir. Daha sonra, 13 ml su ve 2.6 ml EDTA (Etilen Diamin Tetra Asetik Asit) karışımı mevcut karışıma eklenmiş ve bu işlem de 1 saat boyunca sürdürülmüştür ve bu işlemlerin ardından kapsül çözeltisi elde edilmiştir. Hazırlanan kapsül çözeltisinden 80 gram alınmış üzerine 2 gr Romapol 1496, 20 Fixaprete Resin-NF ve 5 gr Currite 5184 eklenmiştir. Hazırlanan çözelti 10 dakika boyunca 2000 devir/dakika hızda karıştırılmıştır. 2 farklı reçete ile hazırlanmış ve kumaşa 2 farklı yöntem (kaplama ve apre) ile uygulanmıştır. Soğutulan mikrokapsül çözeltisi denim kumaş üzerine aprenilmiş ve 150°C de 2 dakika boyunca fikselenmiştir.

b) Arayüz polimerizasyonu-apre uygulaması 2 numaralı reçete (RA2)

RA2 reçetesi aynı şekilde kapsül çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan kapsül çözeltisinden 160 gram alınmış üzerine 2 gr Romapol 1496, 20 Fixaprete Resin-NF ve 5 gr Currite 5184 eklenmiştir. Hazırlanan çözelti 10 dakika boyunca 2000 devir/dakika hızda karıştırılmıştır. 2 farklı reçete ile hazırlanmış ve kumaşa 2 farklı yöntem (kaplama ve apre) ile uygulanmıştır. Soğutulan mikrokapsül çözeltisi denim kumaş üzerine aprenilmiş ve 150°C de 2 dakika boyunca fikselenmiştir.

c) Arayüz polimerizasyonu-kaplama uygulaması 1 numaralı reçete (RK1)

RA1 reçetesi ile aynı şekilde hazırlanan mikrokapsül çözeltisi denim kumaş üzerine rakleli kaplama tekniği yardımıyla applike edilmiştir.

d) Arayüz polimerizasyonu-kaplama+yıkama uygulaması-1 numaralı reçete (RK1Y)

RA1 reçetesi ile aynı şekilde hazırlanan mikrokapsül çözeltisi denim kumaş üzerine rakleli kaplama tekniği yardımıyla applike edilmiştir. Kaplama işleminin ardından su ile rakle yardımıyla yıkama yapılmıştır.

e) Arayüz polimerizasyonu-kaplama uygulaması 2 numaralı reçete (RK2)

RA2 reçetesi ile aynı şekilde hazırlanan mikrokapsül çözeltisi denim kumaş üzerine rakleli kaplama tekniği yardımıyla applike edilmiştir.

f) Arayüz polimerizasyonu-kaplama+yıkama uygulaması-2 numaralı reçete (RK2Y)

RA2 reçetesi ile aynı şekilde hazırlanan mikrokapsül çözeltisi denim kumaş üzerine rakleli kaplama tekniği yardımıyla applike edilmiştir. Kaplama işleminin ardından su ile rakle yardımıyla yıkama yapılmıştır.

İlgili kimyasalların, kullanım amaçları aşağıda belirtilmiştir.

Polivinil Alkol (PVA): Partikül boyutu dağılımını ayarlamak için kullanılmıştır.

Poli(etilenglikol) (PEG 400): Mikrokapsül duvarını oluşturmak için kullanılmıştır.

Currite: katalizör olarak kullanılmıştır

EDTA: Reaksiyona girmeden kalan izosiyanat guruplarını sonlandırmak için kullanılmıştır.

Fixaprete resin NF: Mikrokapsülasyon işlemi sırasında karışıma ilave edilen reaktif yapılı madde, bağlayıcı olarak kullanılmıştır. Bu madde, mikrokapsüllerin sentezi esnasında uygun fonksiyonel grupları üzerinden küreciklerin yüzeyine kimyasal bağlarla bağlanmıştır. Bağlayıcı moleküller daha sonra kumaşa uygulama esnasında fonksiyonel grupları üzerinden mikrokapsüllerin selüloz esaslı kumaş yüzeyine bağlanmasını sağlamıştır. Bu çalışmada kullanılan mikrokapsüller, bağlayıcı molekülleri yüzeylerinde taşımaktadırlar. Bu nedenle ikinci bir komponente gerek duyulmadan mikrokapsüllerin direkt olarak kumaşa uygulanma kolaylığı sağlanmıştır.

3.2.3. Mikroakışkan Cihaz Yardımıyla Mikrokapsülleme

Mikroakışkan cihaz kullanılarak mikrokapsülleme işlemi gerçekleştirilerek mikrokapsül üretimi hedeflenmiştir. Mikroakışkanlaştırma prensibine göre çalışan cihazda partikül boyut küçültme, hücresel kesinti, emülsiyonlar yapılabilir. Çalışmada, mikroakışkanlaştırıcı işlemcisinin M-110L modeli kullanılmıştır. Yaklaşık 200 ml çözelti için, makineden geçiş süresi sadece birkaç dakikadır. Bu süre, saatlerce manyetik karıştırıcı içeren karışımlar düşünüldüğünde çok avantajlı bir durum oluşturmaktadır. Diğer bir avantaj ise daha küçük ve daha homojen mikrokapsüllerin elde edilebilmesidir. Mikroakışkan cihazındaki kapsülleme için, basit koaservasyonda kullanılan 1 numaralı reçete kullanılmıştır ve reçete detayları aşağıda yer almaktadır.

Mikroakışkan Yöntemi Reçetesi (M)

Mikroakışkan cihaz kullanılarak uçucu nane yağı mikrokapsülleri üretiminde, B1 reçetesinde belirtildiği gibi, stabilizasyon aşamasına kadar aynı şekilde hazırlık yapılmış ve aynı oranlar kullanılmıştır. % 1'lik NaOH çözeltisinin eklenmesinin ardından 1000 rpm de 30 dakika boyunca mekanik karıştırma gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan karışım mikroakışkan cihazı çözelti haznesine boşaltılmıştır. Karışım 20 psia basınçta, ince kanallardan 2 tur geçirilmiş ve mikrokapsül çözeltisi elde edilmiş ve soğumaya bırakılmıştır. 2 saat sonra mikrokapsüller optik mikroskop altında gözlenmiştir ve elde edilen mikrokapsüller apreleme ile denim kumaş üzerine applike edilmiştir.

3.2.4. Kumaşın Antibakteriyel Aktivitesinin Belirlenmesi (ASTM E2149-01)

Ön deneylerden elde edilen veriler yardımıyla, deney tasarımı yapılmış ve reçeteleri belirtilmiş olan asıl denemelere ait antibakteriyel özellik tayini İnönü Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü'nde *E.Coli* bakterileri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Antibakteriyel aktivite tayininde ASTM E2149-01 test standardı kullanılmıştır ve yönteme dair detaylı bilgi aşağıdaki gibidir.

İşlem görmüş örneklerin antibakteriyel aktivitesi, ASTM E2149-01 yöntemine göre belirlenmiştir. Öncelikle kültürler, nutrient broth besiyerinde inkübe edilmiş ve inkübasyon sonrası plate count tekniği kullanılarak kültürlerin CFU (koloni oluşturma birimi)/ml belirlenmiştir. Kültürler, koloni sayısı 3×10^8 CFU/ml olacak şekilde 0.3 mM potasyum fosfat tamponu (pH 6.8) ile seyreltilerek standart kültür solüsyonları oluşturulmuştur. Çalışmanın diğer aşamalarında da 0.3 mM potasyum fosfat tamponu

(pH 6.8) kullanılmıştır. Steril edilen 50 ml tampon içeren erlenlere 1 ml standart kültür solüsyonu eklenmiştir. Erlenlere 1 gr işlem görmüş kumaş örnekleri ve 1 gr işlem görmemiş kumaş örneği (kontrol numunesi) eklenmiştir. Kültürler 37°C ve 150 rpm şartlarında 24 saat inkübe edilmiştir. İnkübasyon sonrası kültürlerden seri seyreltmeler yapılarak plate count tekniği ile petrilere ekim yapılmış ve 24 saat sonra koloni sayımı gerçekleştirilmiştir. Antibakteriyel aktivite % indirgenme (%R) ile hesaplanmıştır. % indirgenme aşağıdaki formüle göre (Eşitlik 3.1) hesaplanmıştır:

$$\%R = \left(\frac{B - A}{B} \right) \cdot 100 \quad (3.1)$$

A: belirlenmiş temas süresi sonunda test numunesindeki bakteri sayısı (CFU/ml)

B: belirlenmiş temas süresi sonunda kontrol numunedeki bakteri sayısı (CFU/ml)

R: % indirgenme

3.2.5. Kumaşın Performans Testleri

ASTM D 4966, ASTM D 5034, ASTM D 1224, AATCC 173, TS EN ISO 105-X12 standartlarına uygun olarak laboratuvar koşullarında aşınma direnci, kopma mukavemeti, spektrofotometrik ölçüm, kuru / ıslak haslığı laboratuvar koşullarında uygulanmıştır.

3.2.5.1. Aşınma Direnci

Örneklerin aşınma direncini belirlemek için Martindale aşınma test cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.7). Her kumaş numunesi için 38 mm çapında üç dairesel numune kesilmiştir. Kütle ölçümünün yanı sıra, her kumaş aşındırma döngüsünden sonra Baker Kumaş Kalınlığı Ölçer ile kumaş kalınlığı da ölçülmüştür. Numuneler de 2000 sürtünme döngüsünde test edilmiştir.



Şekil 3.7. Martindale Abrazyon cihazı

3.2.5.2. Kopma Dayanımı

Kopma mukavemeti James H. Heal Titan Universal Strength Tester-2 ile ölçülmüştür (Şekil 3.8). 3 çözgü ve 3 atkı yönü test numuneleri için 50x300 mm boyutlarında hazırlanmıştır.

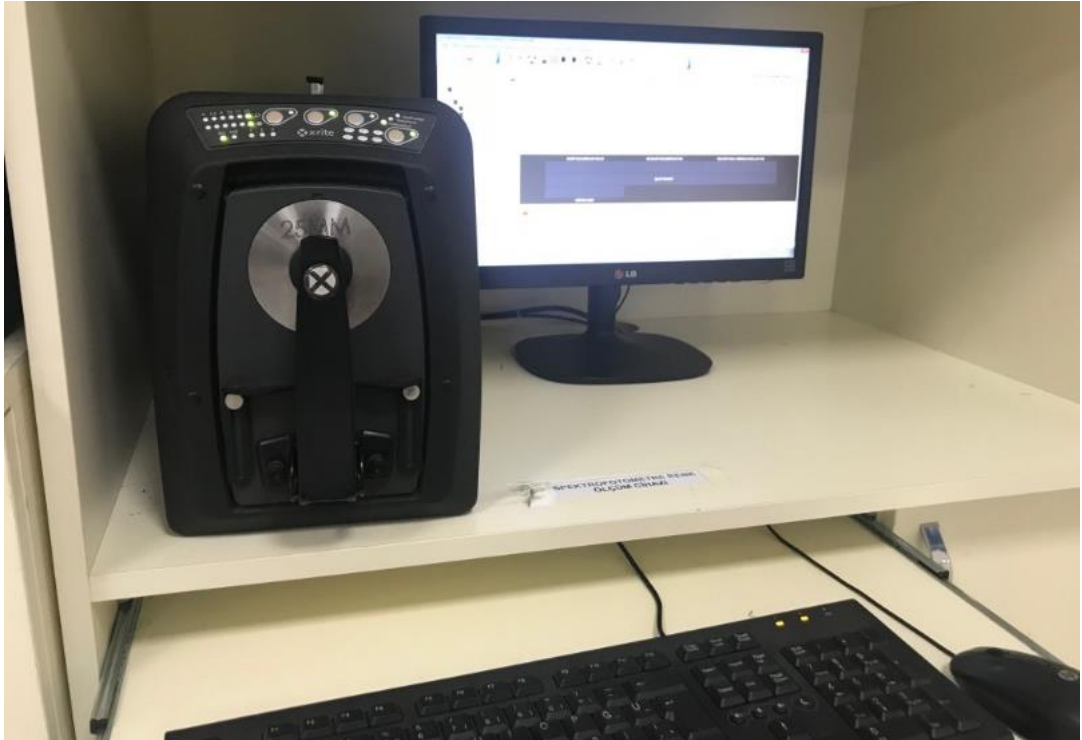
T1 çeneleri ve 3000 N yük hücresi, 100 mm / s'lik bir çene hızında tercih edilmiştir. Test sonuçları maksimum kuvvet (N) olarak kaydedilmiştir. Burada, test numunesini kırmak için gereken kuvvet maksimum kuvvettir. Uzatma, test numunesinin uzunluğundaki artış miktarıdır.



Şekil 3.8. Kopma dayanımı test cihazı

3.2.5.3. Spektrofotometrik Ölçüm

Test numuneleri, Datacolor 650 spektrofotometre kullanılarak L, a, b ve Δ değerleri açısından değerlendirilmiştir. Ölçümler 100'de D65 aydınlatıcı altında uygulanmıştır. Sonuçlar dört ölçümün ortalamasıdır ve numuneler her ölçümden sonra 90° döndürülmüştür. İlgili cihaz Şekil 3.9'da görülmektedir.



Şekil 3.9. Spektrofotometre

3.2.5.4. Kuru ve Yaş Sürtme Haslığı

Test numunelerinin kuru ve ıslak sürtme haslıklarını belirlemek için Atlas CM-5 kroketmetre (Şekil 3.10. a) kullanılmıştır. 5x14 cm test numunesi kesilmiş ve karşılık gelen bölüme yerleştirilmiştir. Test numunesi ile standart bir test kumaşı on kez ovulmuştur. Islak sürtme haslığı ölçümünde standart test kumaşı distile su ile ıslatılmıştır. Değerlendirme standart gün ışığı altında 45° de gri skala (Şekil 3.10. b) ile yapılmıştır.



Şekil 3.10. a) Kuru ve yaş haslık cihazı b) gri skala

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Çalışmada ‘*mentha piperita*’ nane türünden elde edilen uçucu yağlar kullanılarak mikrokapsül eldesi ve denim kumaş üzerine uygulanması ile kumaşa antibakteriyel özellik kazandırılması amaçlanmıştır. Ayrıca 1, 5, 10 ev yıkamaları yapılarak, antibakteriyel özelliğin devamlılığı gözlenmiştir. Bu bölümde, farklı yöntemler kullanılarak elde edilen nane yağı mikrokapsüllerinin ve antibakteriyel aktivitelerinin belirlendiği analiz sonuçlarına yer verilmiştir.

4.1. Mikrokapsül Karakterizasyonu

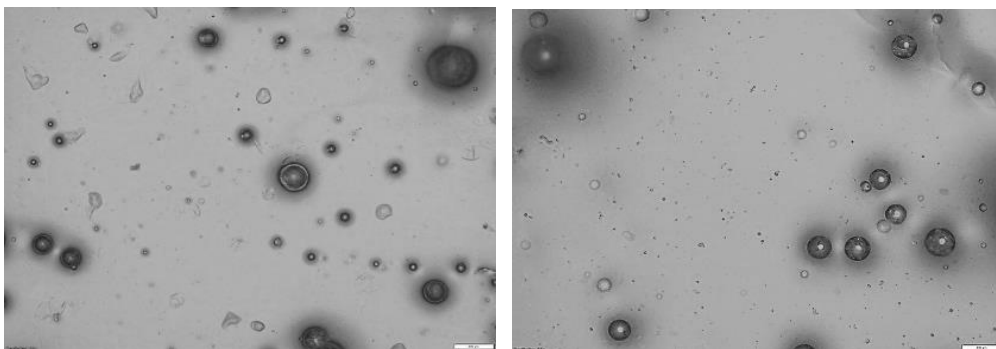
Üretilen mikrokapsüllerin morfolojilerini belirlemek amacıyla Optik mikroskop (OM) ve Taramalı Elektron Mikroskop görüntüleri (SEM) alınmış, kimyasal yapısını belirlemek amacıyla Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spektroskopisi analizleri gerçekleştirilmiştir.

4.1.1. Optik Mikroskop Görüntüleri

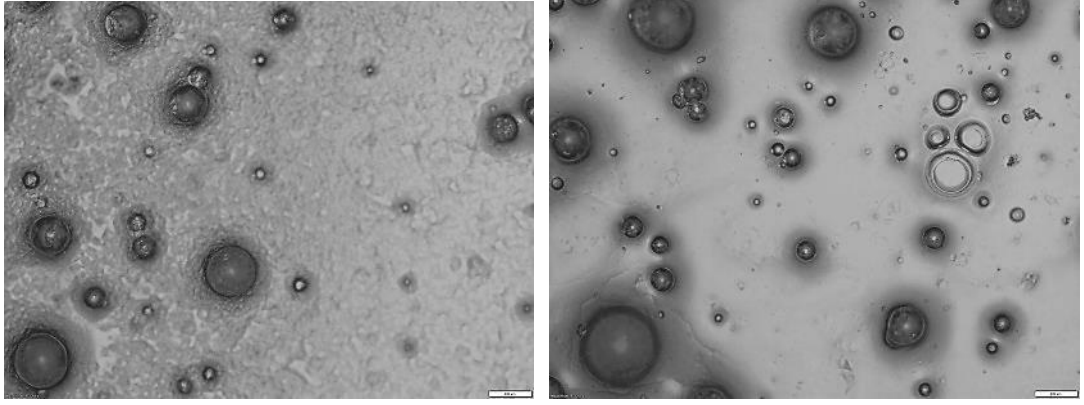
Basit koaservasyon, arayüz polimerizasyonu ve mikroakışkan cihazı yardımıyla elde edilen mikrokapsüllere ait görüntüler aşağıda sırasıyla Şekil 4.1, Şekil 4.2, Şekil 4.3 ve Şekil 4.4 te yer almaktadır. Üç farklı yöntemde de nane yağı mikrokapsüllerinin başarılı olarak elde edildiği görülmektedir.



Şekil 4.1. Basit koaservasyon yöntemine ait mikrokapsül görüntüleri (sırasıyla B1, B2, B3)



Şekil 4.2. Arayüz polimerizasyonu reçete 1’e ait mikrokapsül görüntüsü



Şekil 4.3. Arayüz polimerizasyonu reçete 2'ye ait mikrokapsül görüntüsü



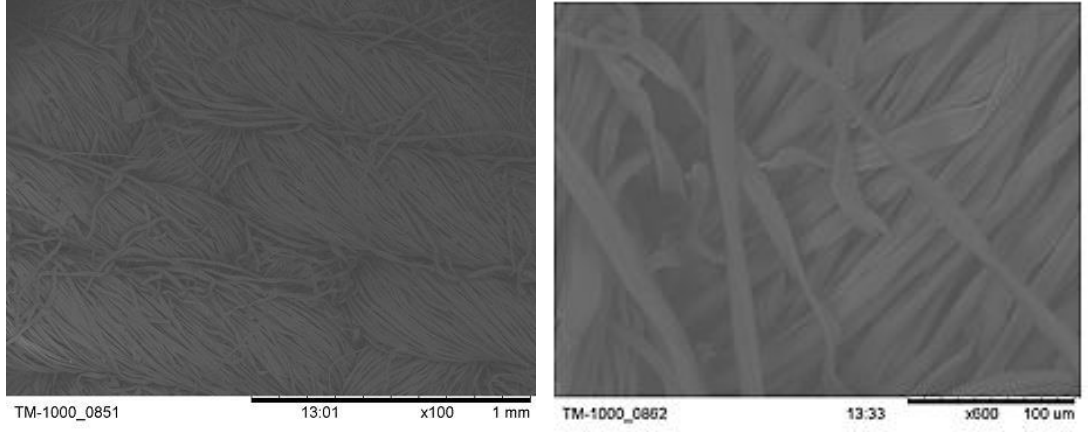
Şekil 4.4. Mikroakışkan yöntemine ait mikrokapsül görüntüsü

Mikroskop görüntüleri incelendiği zaman, arayüz polimerizasyonu metodu ile yapılan mikrokapsülleme çalışmasında mikrokapsül yoğunluğunun diğer 2 metoda göre daha fazla olduğu söylenebilir. Kendi içerisinde kıyaslama yapıldığında ise arayüz polimerizasyonu reçete 2'nin reçete 1'e göre mikrokapsül yoğunluğunun daha fazla olduğu söylenebilir.

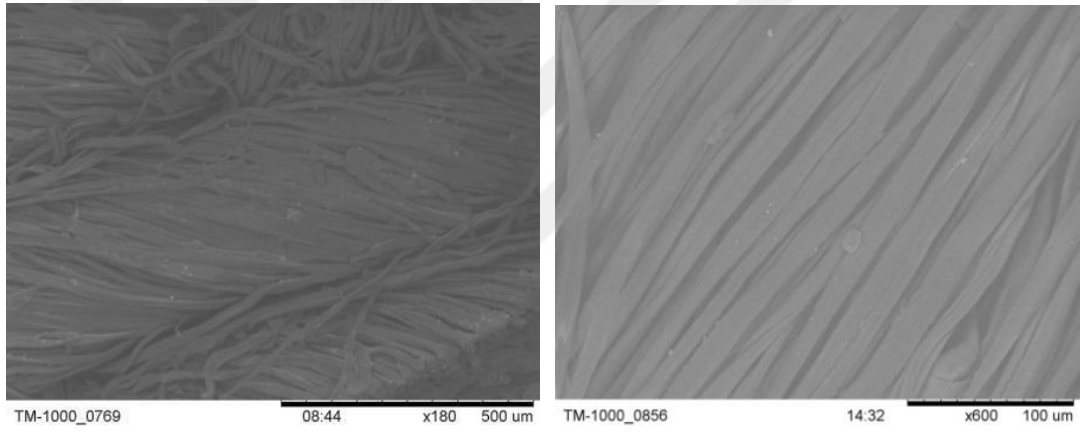
4.1.2. SEM Görüntüleri

Mikrokapsüllerin kumaş yüzeyine tutunmasını, tutunma yoğunluğunu ve kumaş yüzeyindeki lokasyonunu görsel olarak izleyebilmek için SEM görüntüleri alınmıştır. Her bir yöntem ve uygulamaya ait alınan görüntüler Şekil 4.5-4.15 'te gösterilmiştir. Her bir şekilde ilk görüntü mikrokapsül çözeltisi ile işlem görmüş olan kumaşa, ikinci görüntü ise aynı kumaşın 5 ev yıkaması sonrasında aittir. 5 ev yıkama yapılmış kumaşta SEM görüntüsünün alınma nedeni, mikrokapsül kalıcılığının antibakteriyel testi yanı sıra SEM görüntüsü ile desteklenmesidir. İlgili görüntüler incelendiğinde nane yağı

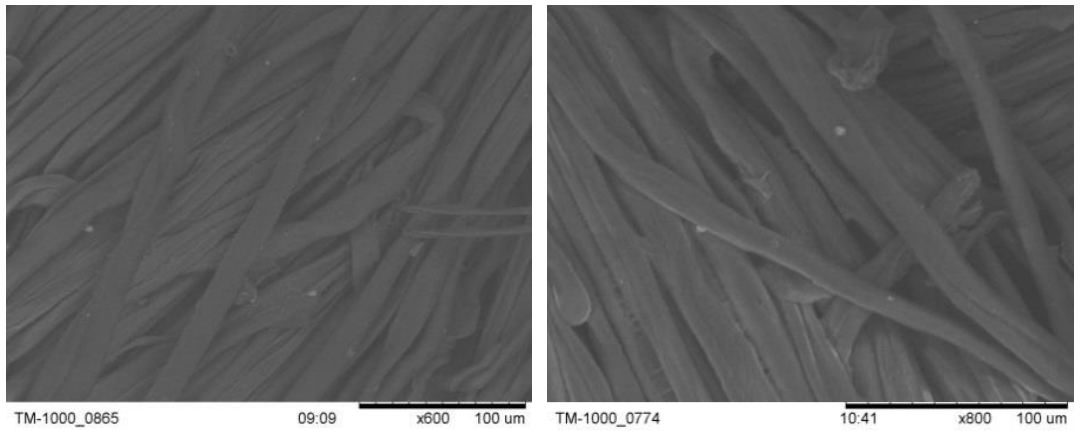
içeren mikrokapsüller hem yıkama öncesi hem de yıkanmış kumaşa kolaylıkla görülmektedir.



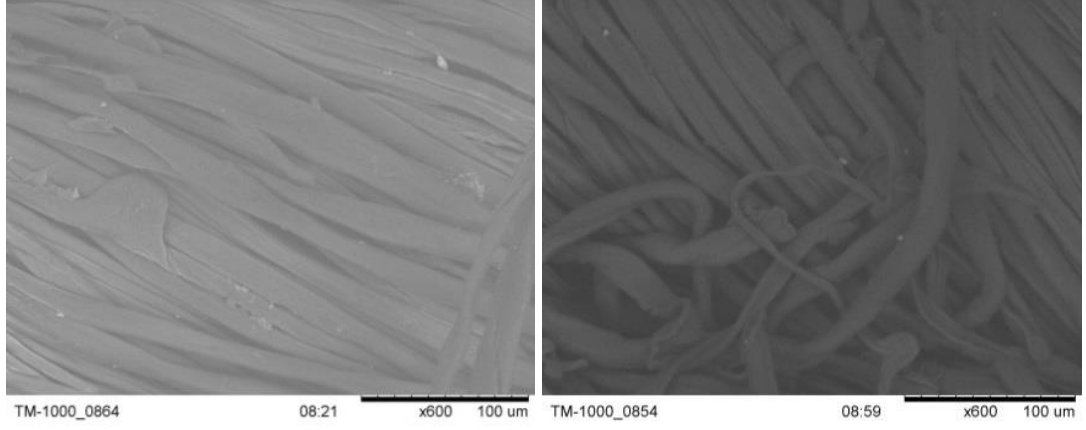
Şekil 4.5. İşlem öncesi kumaşa ait SEM görüntüleri



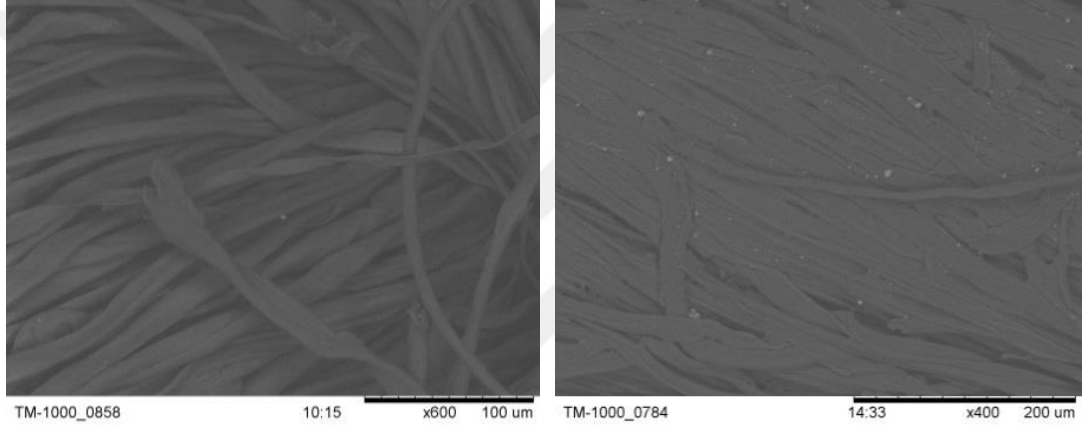
Şekil 4.6. Basit koaservasyon-B1 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



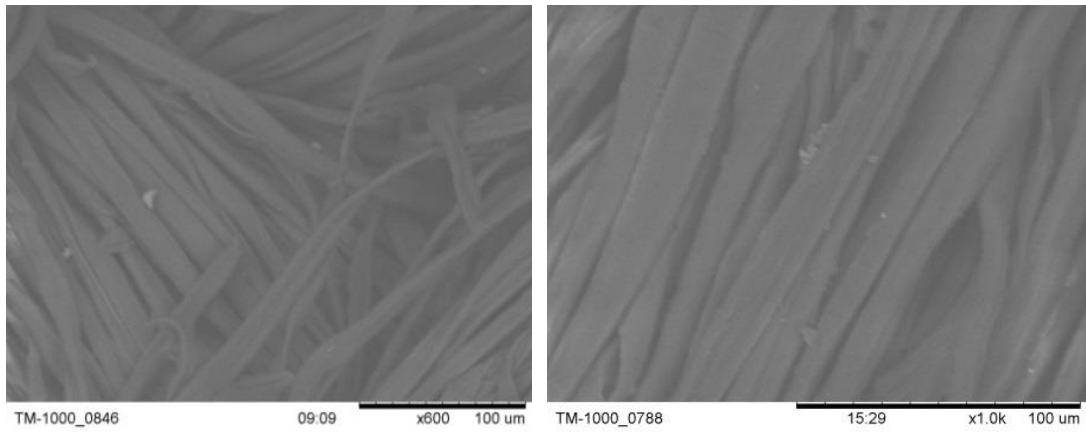
Şekil 4.7. Basit koaservasyon-B2 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



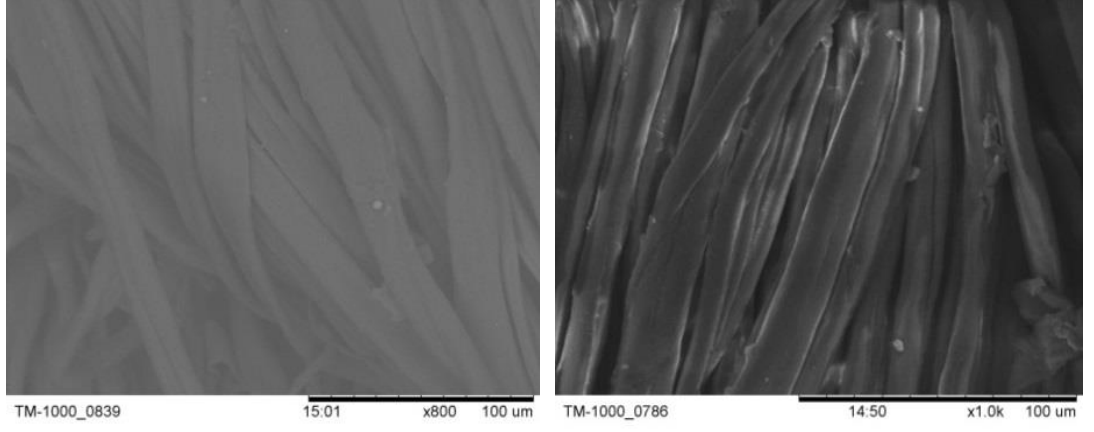
Şekil 4.8. Basit koaservasyon-B3 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



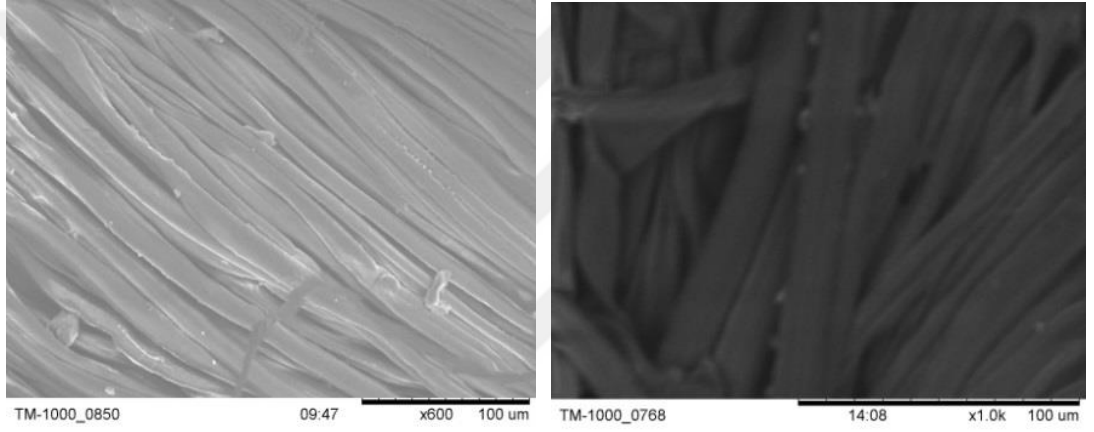
Şekil 4.9. Mikroakışkan cihazı-M ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



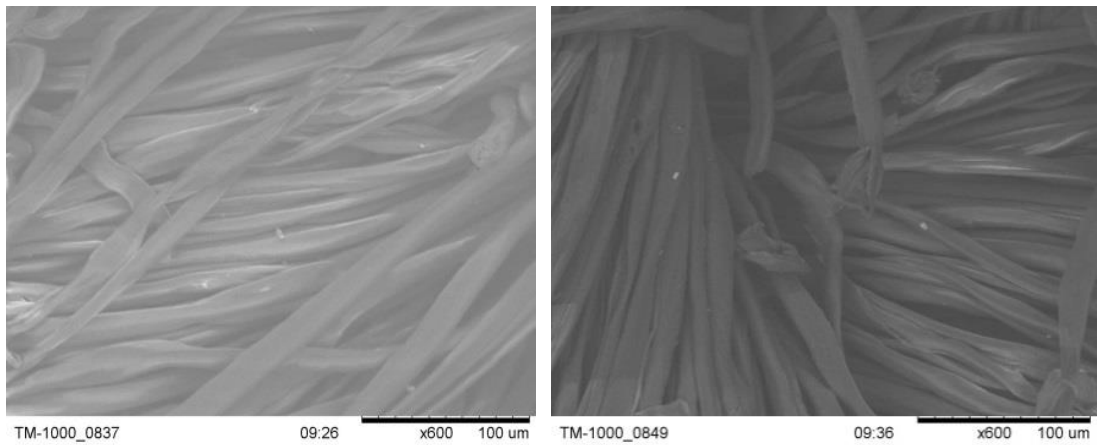
Şekil 4.10. Arayüz polimerizasyonu RA1 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



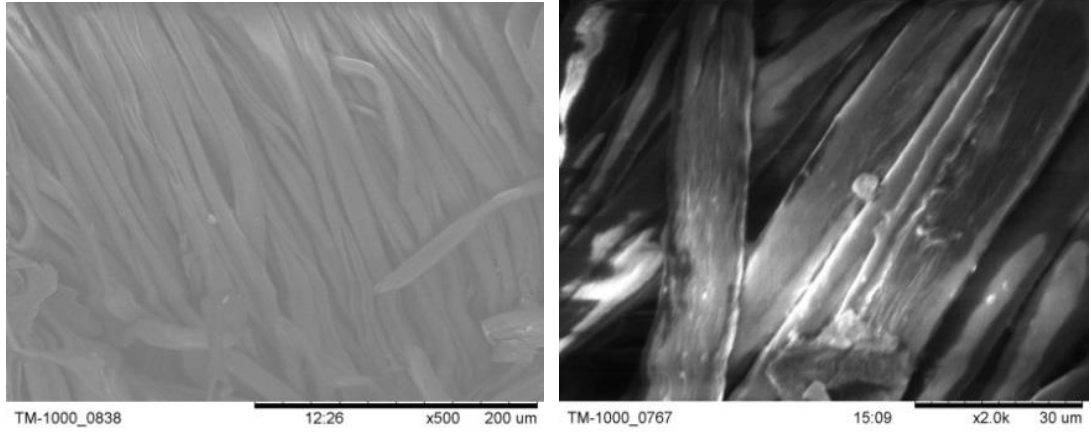
Şekil 4.11. Arayüz polimerizasyonu RA2 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



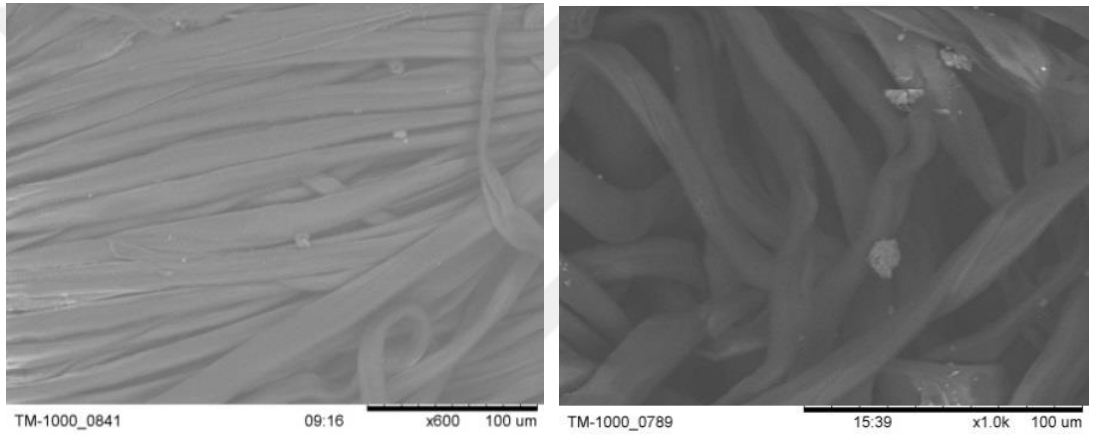
Şekil 4.12. Arayüz polimerizasyonu RK1 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



Şekil 4.13. Arayüz polimerizasyonu RK2 ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



Şekil 4.14. Arayüz polimerizasyonu RK1Y ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri



Şekil 4.15. Arayüz polimerizasyonu RK2Y ile işlem görmüş kumaşa ait yıkama öncesi ve sonrası SEM görüntüleri

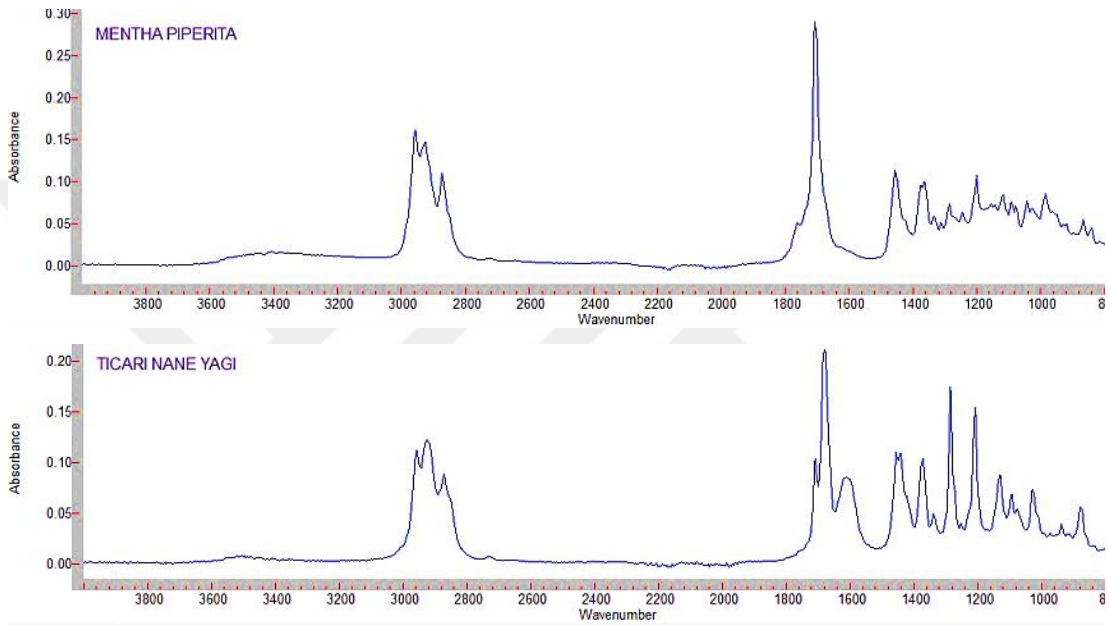
Görüntüler incelendiği zaman her üç metot ile hazırlanan mikrokapsüllerin kumaşa tutunduğunu görülmektedir. Mikrokapsül çözeltilerindeki mikrokapsül yoğunluğunun en fazla arayüz polimerizasyonunda olduğu bir önceki bölümde belirtilmişti. Aynı şekilde kumaşa tutunan mikrokapsül yoğunluğunun arayüz polimerizasyonu ile hazırlanmış mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş kumaşlarda diğer metotlar ile hazırlanmış mikrokapsül çözeltisi ile işlem görmüş kumaşlara göre daha fazla olduğu görülmektedir. 5 yıkama sonrası durum da yıkama öncesi duruma paraleldir.

Mikrokapsül yoğunluğunun arayüz polimerizasyonu ile hazırlanan mikrokapsül çözeltisi ile işlem görmüş kumaşta daha fazla olmasının sebebi, çözelti içerisindeki mikrokapsül yoğunluğunun diğer metotlarla hazırlanan çözeltilere göre daha fazla olmasıyla ilişkilendirilebilirken, yıkama sonrasında daha fazla mikrokapsülün kumaş

yüzeyinde tutunmaya devam etmesi arayüz polimerizasyonu ile hazırlanan mikrokapsül çözeltisinin kumaş yüzeyiyle daha sağlam bağ yapmasının bir sonucu olarak görülmektedir.

4.1.3. FTIR Spektrumları

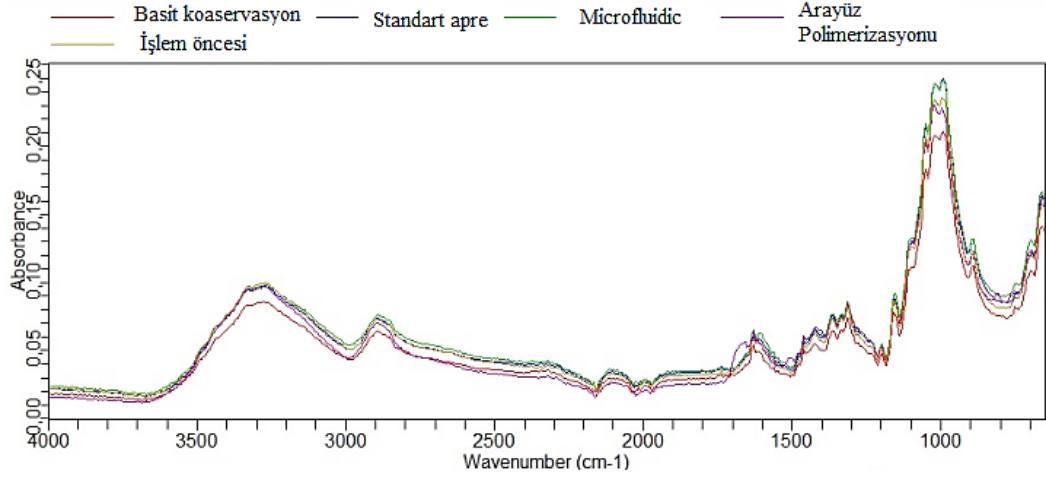
Çalışma kapsamında kullanılan, İnönü Üniversitesi Kimya Mühendisliği Labratuvarında elde edilen '*mentha piperita*' uçucu nane yağı ve ticari bir '*mentha piperita*' uçucu nane yağı ait FTIR spektrumları sırasıyla Şekil 4.16 'da yer almaktadır.



Şekil 4.16. Çalışmada kullanılan nane yağlarına ait FT-IR spektrumu

FTIR spektrumlarına bakıldığında 2900 cm^{-1} dalga boylarındaki pik C–H stretch bağlarının varlığını gösterirken 1380 cm^{-1} dalga boylarında C–H bending bağlarının varlığı görülmektedir. Bu durum '*mentha piperita*' içerisinde C–H bağların farklı enerji seviyelerinde mevcut olduğunu göstermektedir. $1050\text{--}1250\text{ cm}^{-1}$ dalga boylarında ise C–O stretch bağlarının varlığından söz edilebilir.

Basit koaservasyon, standart apre, mikroakışkan ve arayüz polimerizasyonu metotları ile hazırlanan mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş kumaşlar ve işlem görmemiş kumaşa ait FTIR spektrumları Şekil 4.17 'de verilmiştir.



Şekil 4.17. Farklı metotlarla hazırlanan mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş ve işlem görmemiş kumaş numunelerine ait FTIR spektrumları

FTIR spektrumlarına bakıldığında 3350 cm^{-1} dalga boylarında pamuk için karakteristik olan OH stretch bağlarını ve 2900 cm^{-1} dalga boylarında C-H stretch bağları görülmektedir. Yine 1050 cm^{-1} dalga boylarında C-O stretch bağlarının varlığından bahsetmek mümkündür. Farklı metotlarla hazırlanan mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş %100 pamuk kumaş numunelerinin FTIR spektrumları kendi içinde kıyaslandığı zaman yapısal bir farklılık görülmemektedir. Tüm spektrumlar benzer davranış sergilemiştir. Absorbans değerlerinde az da olsa farklılıklar görmek mümkündür.

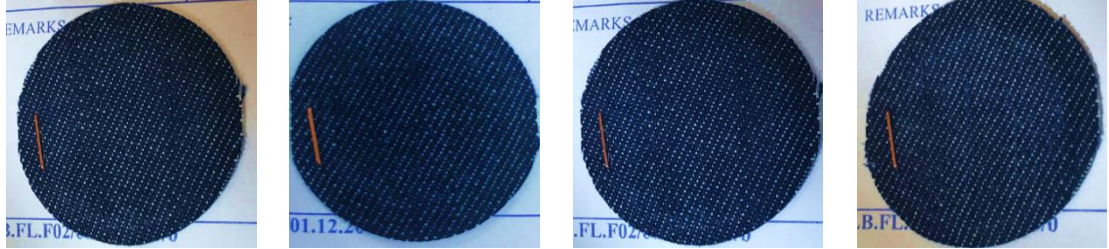
4.1.4. Performans Testleri

Aşınma direnci, kopma-yırtılma mukavemeti, spektrofotometrik ölçüm, kuru/ıslak haslığı sırasıyla ASTM D 4966, ASTM D 5034, ASTM D 1224, AATCC 173, ve TS EN ISO 105-X12 standartlarına uygun olarak laboratuvar koşullarında uygulanmıştır.

Aşınma dayanımını görmek için işlem öncesi ve üç farklı metot ile hazırlanan mikrokapsül çözeltileri aplike edilmiş kumaşlar 2000 devirde test edilmiş ve Çizelge 4.1’de yer alan sonuçlar elde edilmiştir. İlgili çizelge ve Şekil 4.18 göz önüne alındığında sonuçların yakın olduğu hatta mikroakışkan ve arayüz polimerizasyonunun bir miktar iyileştirme sağladığı düşünülebilir.

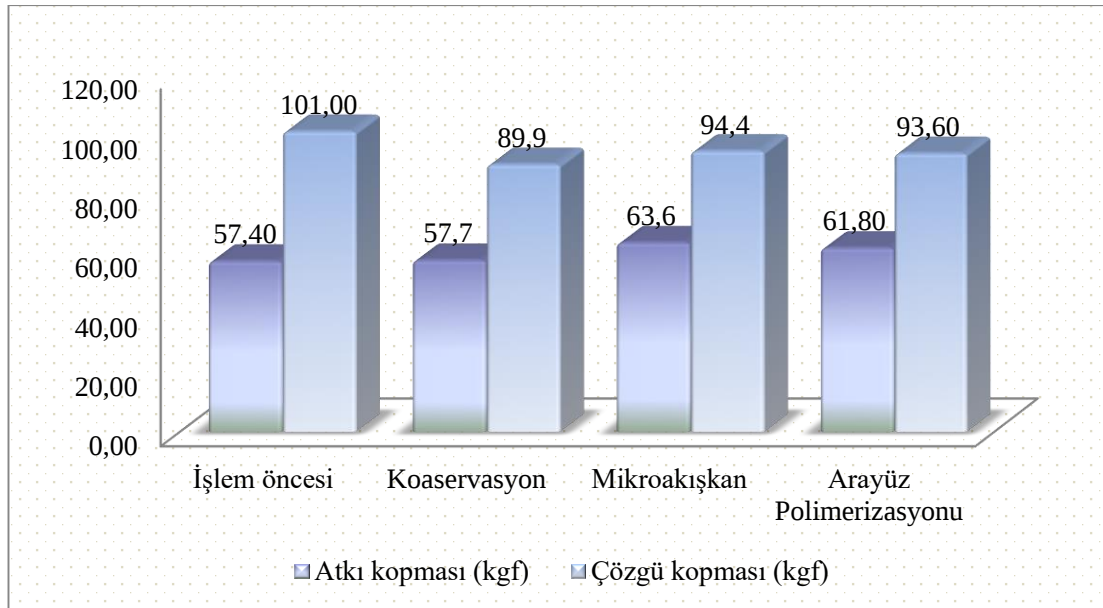
Çizelge 4.1. Abrazyon değerleri

Fiziksel özellik	İşlem öncesi	Basit Koaservasyon	Microfluidik	Arayüz Polimerizasyonu
Abrazyon (2000 devir)	4	4	4-5	4-5



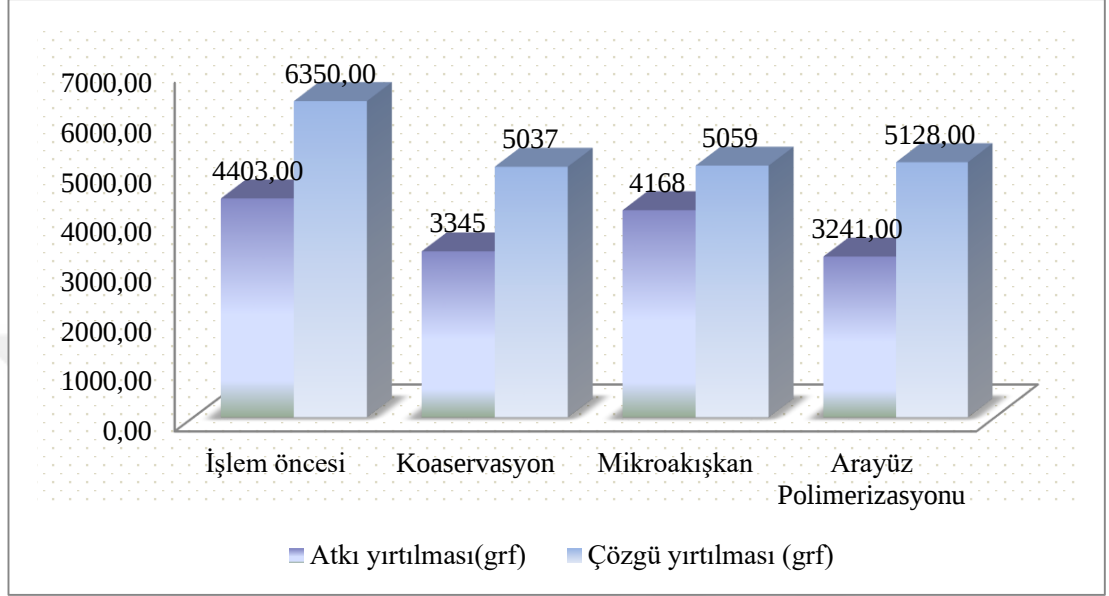
Şekil 4.18. Aşınma direnci test sonrası denim kumaş görüntüleri

Aynı kumaşların atkı-çözü kopma değerleri Şekil 4.19’da görülmektedir. İşlem görmüş kumaşların atkı kopma değeri, işlem öncesi ile benzer değerler göstermesine rağmen çözgü kopma değerlerinde %5 ile %10 arasında bir düşüş görülmektedir. Bunun nedeni apre ve kaplama uygulamalarının çözgü baskın-ön yüz tarafında uygulanması ve atkının yapılan işlemlerden daha az etkilenmesi şeklinde açıklanabilir. Fakat bu düşüş kumaş performansında kullanımı etkileyebilecek derecede bir düşüş değildir.



Şekil 4.19. Atkı-çözgü kopma değerleri

Benzer şekilde, atkı-çözümlü yırtılma değerleri Şekil 4.20'de yer almaktadır. İşlem öncesi ile kıyaslandığında hem atkı hem de çözgü yönünde bir miktar düşüş olmuştur. Standart apre uygulamaları sonrası ortalama %15 mukavemet kaybı olduğu bilinmektedir ve bu nedenle elde edilen değerler normal kabul edilebilir.



Şekil 4.20. Atkı-çözgü yırtılma değerleri

Bu çalışma kapsamında kumaşlara kuru ve yaş haslık değerlendirilmesi yapılmış olup Çizelge 4.2'de verilen sonuçlar elde edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde mikrokapsül çözeltisi aplike edilen ve edilmeyen kumaşlarda renk haslığı bakımından bir fark görülmemiş olup aynı zamanda farklı yöntemler ile elde edilen mikrokapsül çözeltilerinin kumaş numunelerinde haslık değerlerini etkilemediğini göstermektedir.

Çizelge 4.2. Kuru ve yaş haslık sonuçları

Fiziksel özellik	İşlem öncesi	Basit Koaservasyon	Mikroakışkan	Arayüz Polimerizasyonu
Kuru haslık	4-5	4-5	4-5	4-5
Yaş haslık	1-2	1-2	1-2	1-2

Ayrıca yapılan uygulamaların kumaşın rengine herhangi bir değişikliğe neden olup olmadığı gözlenmek istenmiş ve renk ölçümü yapılmıştır. Ölçümlerde işlem görmemiş kumaş referans olarak alınmıştır. Çizelge 4.3'te görüldüğü gibi nane yağı

kullanılarak farklı metotlar ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildikleri kumaş numuneleri arasında kayda değer bir renk farklılığı bulunmamıştır.

Çizelge 4.3. Renk ölçüm sonuçları

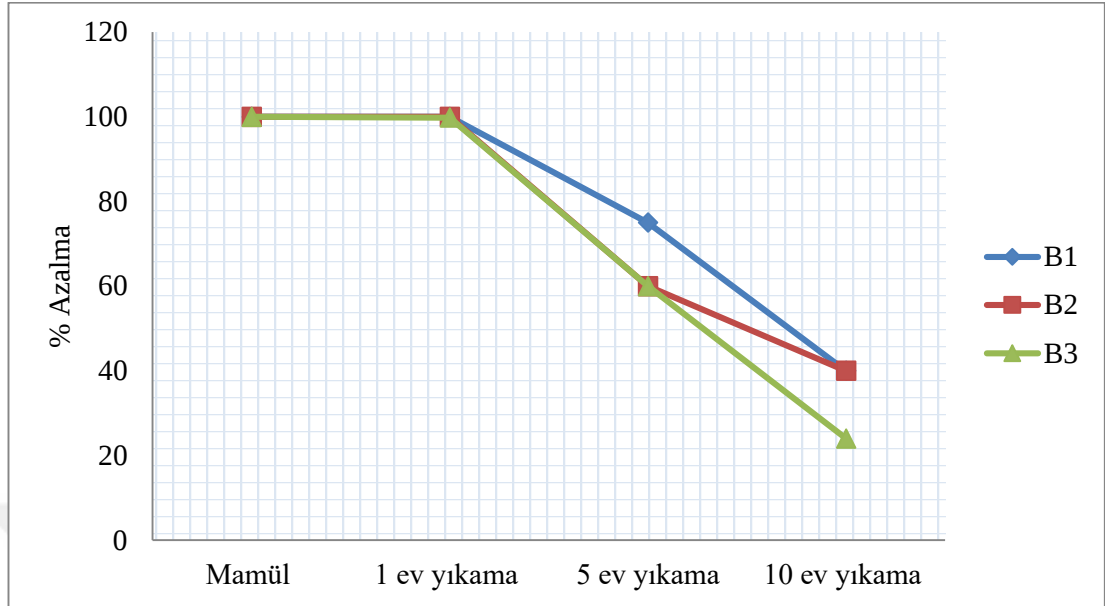
	L*	a*	b*	Δ
İşlem öncesi	27,55	0,83	-7,85	-
Basit koaservasyon	27,62	0,76	-7,83	0,47
Mikroakışkan	26,50	0,93	-7,82	1,06
Arayüz polimerizasyonu	28,70	0,71	7,76	1,19

4.1.5. Antibakteriyel Aktivite

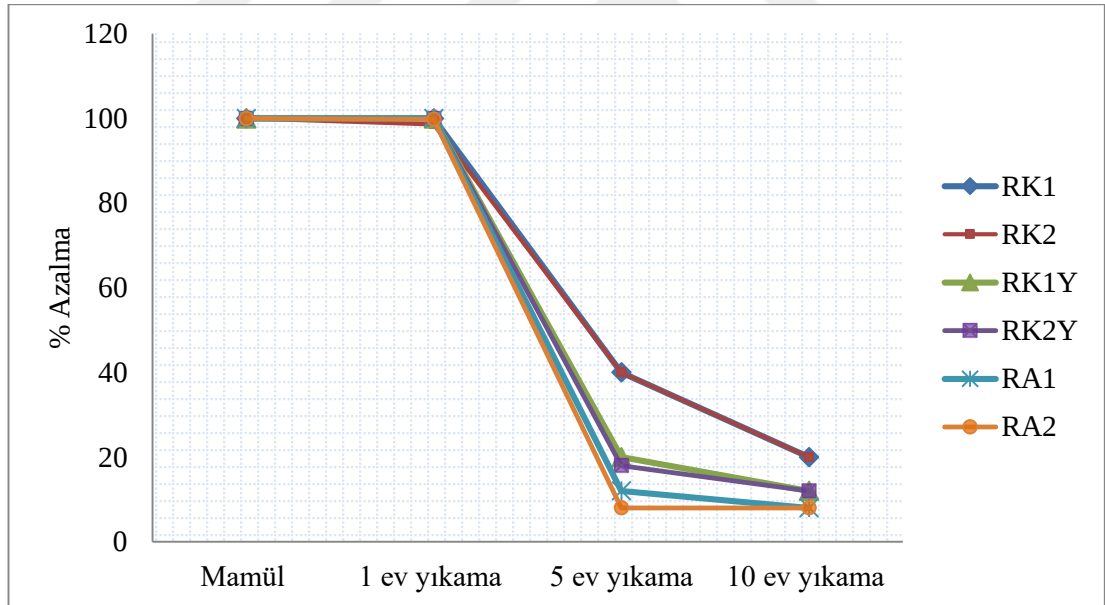
Farklı yöntemler kullanılarak elde edilen nane yağı mikrokapsüllerinin antibakteriyel aktiviteleri yıkama yapılmamış ve 1-5-10 ev yıkaması yapılmış denim kumaşlarda test edilmiştir. Şekil 4.21’de basit koaservasyon yöntemi kullanılarak 3 farklı reçete (B1, B2, B3) ile işlem görmüş kumaş numunelerinin yıkama öncesi ve 1 ev yıkamada %100 antibakteriyel etki gösterdiği, fakat bu etkinliğin 5 ve 10 ev yıkama sonrası sırasıyla B1 için %75 ve %40’a, B2 ve B3 içinse %60 ve %20 değerlerine doğru düştüğü görülmektedir. B1 ve B2 reçetelerinde ticari ‘*mentha piperita*’ yağı kullanılırken, B3 reçetesinde İnönü üniversitesi kimya mühendisliği laboratuvarında elde edilen ‘*mentha piperita*’ yağı kullanılmıştır. Aynı yıkama döngüsünde nane yağları arasında görülen bu antibakteriyel etkinlik farklarının nane türünün yetiştiği bölge koşullarına bağlı olarak, yapısındaki küçük değişimlerden kaynaklandığı düşünülmektedir. B2 reçetesinde B1 reçetesine göre antibakteriyel aktivitede daha hızlı düşüş görülmesinin nedeni mikrokapsül çözeltisinde kullanılan nane yağı miktarının değerine göre daha az olması olarak değerlendirilmiştir.

Arayüz polimerizasyonu yöntemi ile mikrokapsül eldesi için 2 farklı reçete kullanılmış ve mikrokapsül çözeltisinin kumaşa uygulaması emdirme, kaplama ve kaplama+yıkama olmak üzere 3 farklı şekilde gerçekleştirilmiştir. Yapılan analiz sonucu yıkama yapılmamış ve 1 ev yıkaması yapılmış kumaş numunelerinde %100 antibakteriyel etkinlik görülmüş, devam eden yıkama döngüleri sonrasında ise bu etkinlik hızla azalmıştır. Şekil 4.22’ye bakıldığında en iyi antibakteriyel etkinlik değerlerinin 1 ve 2 numaralı reçetelere ait kaplama uygulaması ile aplike edilmiş kumaş numunelerine ait olduğu görülmektedir. Buradan kaplama uygulamasının

emdirme ve kaplama+yıkama aplikasyonlarına göre daha yüksek oranda mikrokapsüllerin kumaş yüzeyine tutunmasını sağladığı yorumu yapılabilir.

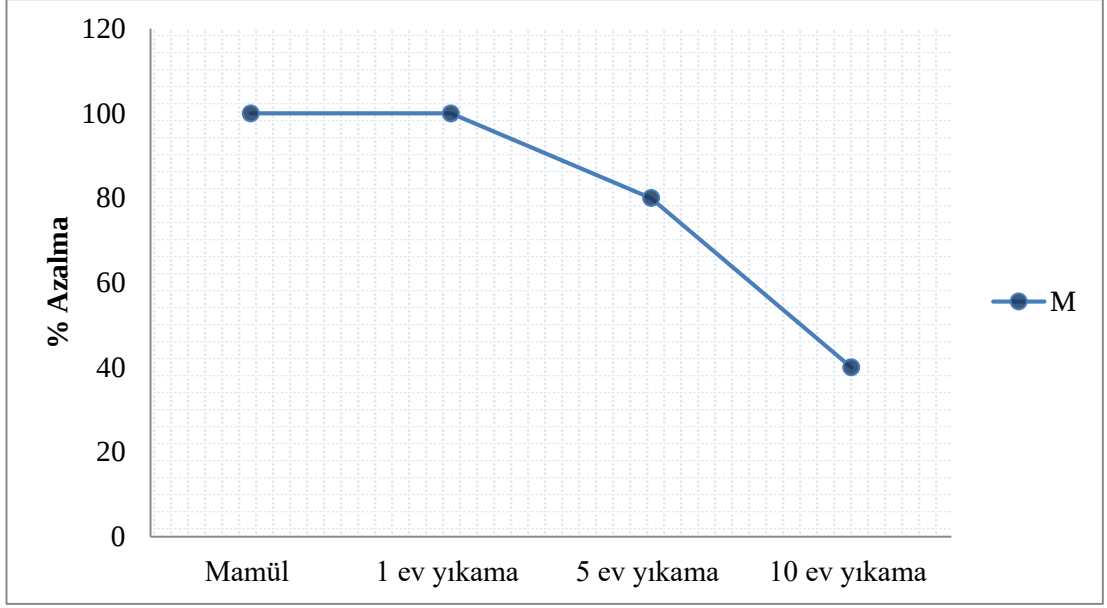


Şekil 4.21. Basit koaservasyon yöntemi ile hazırlanmış nane yağı içeren mikrokapsüller ile işlem görmüş kumaş numunelerinin antibakteriyel aktivitesi



Şekil 4.22. Arayüz polimerizasyonu ile hazırlanmış nane yağı içeren mikrokapsüller ile işlem görmüş kumaş numunelerinin antibakteriyel aktivitesi

Mikroakışkan cihazı yardımıyla elde edilen mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş olan kumaş numunelerine ait antibakteriyel etkinlik Şekil 4.23.'te görülmektedir. Yıkama yapılmamış ve 1 ev yıkaması yapılmış kumaş numunelerinde %100 olarak ölçülen antibakteriyel etkinlik 5 ev yıkamasında %80 olarak aktivitesini korumuş ve 10 ev yıkamasında %40'a varan oranda azalmıştır.

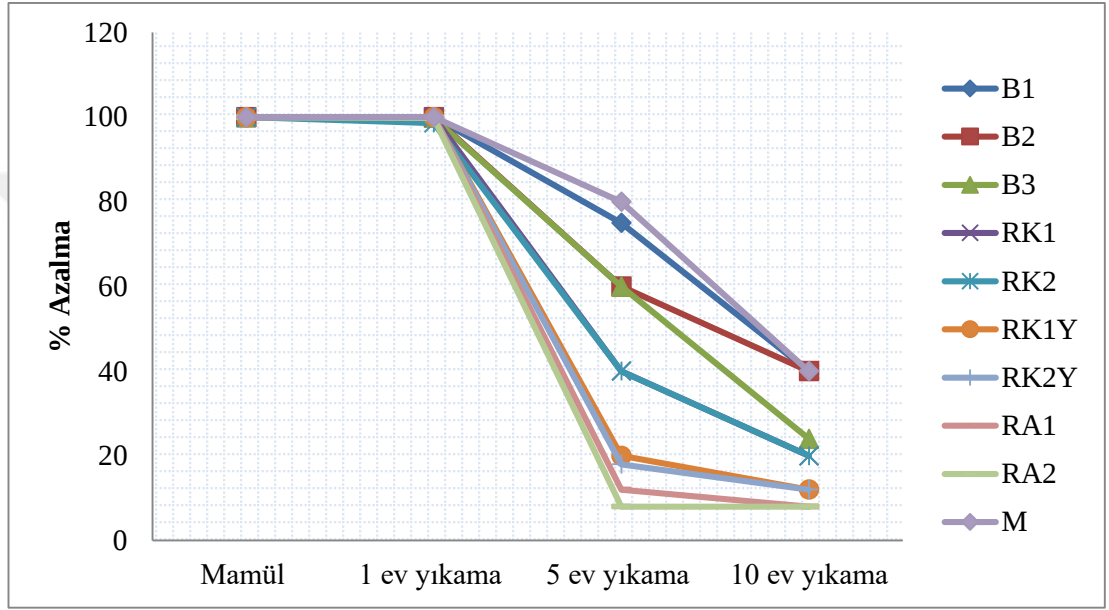


Şekil 4.23. Mikroakışkan yöntemi ile hazırlanmış nane yağı içeren mikrokapsüller ile işlem görmüş kumaş numunesinin antibakteriyel aktivitesi

Çalışma kapsamında elde edilen tüm numuneler için yıkama öncesi, 1-5-10 ev yıkamaları sonrasına ait antibakteriyel etkinlik değerleri toplu olarak Şekil 4.24'te gösterilmiş olup sayısal değerler Çizelge 4.4'te verilmiştir. Şekil 4.24'e bakıldığında, genel olarak yıkama öncesi ve 1 ev yıkamalarında 3 farklı yöntem ile elde edilen mikrokapsüllerin %100 antibakteriyel etki gösterdiği ve devam eden yıkama döngülerine bağlı olarak bu etkinliğin azaldığı görülmektedir.

Bölüm 4.1.1 ve 4.1.2'de optik mikroskop ve SEM ile alınan görüntülerde mikrokapsül yoğunluğunun en fazla arayüz polimerizasyonu metodu ile elde edildiğinden ve 1 yıkama sonrası yüzeyde tutunmaya devam eden mikrokapsül miktarının yine en fazla arayüz polimerizasyonu metodu ile sağlandığı belirtilmiştir. Antibakteriyel etkinlik anlamında 1 ev yıkama sonuçları her 3 metodun farklı reçetelerinde benzer davranış göstermiştir. Devam eden yıkama döngülerine bakıldığında ise her ne kadar kumaş yüzeyine tutunan mikrokapsül miktarı arayüz polimerizasyonun da fazla olsa da 5 yıkama itibariyle antibakteriyel etkinliğin en fazla düşüş yaşandığı metot olmuştur. Burada mikrokapsül yoğunluğunun fazla olmasının mikrokapsül ile kumaş arasında yapılan bağın kuvvetini etkilemediği sonucu çıkarılabilir. Benzer şekilde, mikrokapsül yoğunluğunun az ama mikrokapsül ile kumaş arasındaki bağın kuvvetli olduğu durumlarda ki basit koaservasyon ve mikroakışkanlaştırma yöntemleri buna örnek verilebilir, tekrarlı yıkamalarda antibakteriyel etkinliğin daha iyi korunduğu görülmektedir. Fakat mikrokapsül

yoğunluğu kadar önemli olan bir diğer faktör de kullanılan aktif madde (nane yağı) miktarıdır. Mikrokapsül yoğunluğu fazla fakat mikrokapsül içerisindeki nane yağı miktarı az olan durumlarda yine daha az antibakteriyel etkinlik beklemek normaldir. Önemli olan her zaman için optimum şartları saptamaktır. Bu anlamda en başarılı yöntemin 5 ev yıkamasında %80 antibakteriyel etkinliği korumaya devam eden, mikroakışkan cihazı yardımıyla elde edilen mikrokapsüllerin (M) sağladığı görülmektedir.



Şekil 4.24. Çalışma kapsamında kullanılan yöntemlere ait antibakteriyel aktivite eğrileri

B1 ve B3 reçetelerinde kullanılan malzemeler ve miktarlar aynı olmakla birlikte, tek fark B1 reçetesinde ticari '*mentha piperita*' uçucu nane yağı, B3'te ise İ.Ü Kimya mühendisliği laboratuvarında elde edilen '*mentha piperita*' uçucu nane yağı kullanılmış olmasıdır. Çizelge 4.4 B1 ve B3 % azalma değerlerine bakıldığında zaman, mamülde %100 antibakteriyel etki ile benzer sonuç göstermelerine rağmen, 1 ev yıkaması ile birlikte, B3'te antibakteriyel etkinin zayıflamaya başladığı görülmektedir. 5 ev yıkaması için ticari nane yağı %75 oranında bakterilerde azalma sağlarken, üniversitede elde edilen yağın %60 azalma sağladığı görülmektedir. Buradan ticari nane yağının, üniversite labratuvarında elde edilen nane yağına kıyasla antibakteriyel aktivitesinin daha etkili olduğu görülmektedir. Deneylerin aynı şartlarda gerçekleştirildiği göz önüne alındığında zaman, bu durumun nane yağlarının % bileşimleri arasındaki farktan kaynaklandığı düşünülebilir. Ticari nane yağının büyük

çoğunluğunun mentol bileşeninden oluştuğu ve labratuvarda elde edilen yağın büyük çoğunluğunun (%40-45) isomenton bileşeninden oluştuğu düşünüldüğü zaman, mentol bileşeninin isomentondan daha iyi bir antibakteriyel özellik taşıdığı söylenebilir.

Arayüz polimerizasyonu yönteminde 2 farklı reçete ile (1 ve 2) ile mikrokapsül eldesi gerçekleştirilmiş ve kumaş üzerine Kaplama (K), kaplama+yıkama (KY) ve apreleme (A) olmak üzere üç farklı şekilde applike edilmiştir. Çizelge 4.4 RK1 ve RK2 % azalma değerlerine bakıldığı zaman 1. ve 2. Reçetenin kaplama uygulaması için bakterilerin % azalma değerlerinin benzer olduğu, kayda değer bir fark ortaya çıkarmadığı görülmektedir. Aynı reçetelerin kaplama+yıkama ve apreleme teknikleri için de benzer sonuçlar verdiği görülmektedir. Buradan yola çıkılarak 1 ve 2 numaralı reçetelerdeki kapsül çözeltisi miktarı farkının, antibakteriyel aktivite açısından dikkate değer bir farklılık oluşturmadığı söylenebilir.

Bunun yanı sıra 1 numaralı reçete ile elde edilen mikrokapsüllerin kumaş üzerine uygulaması için tercih edilen kaplama (RK1), kaplama+yıkama (RKY1) ve apreleme (RA1) sonuçlarına bakıldığında her üç uygulama için mamül ve 1 ev yıkamada %100 antibakteriyel etki sağladığı, 5 ev yıkamada ise kaplamanın %40 antibakteriyel etki gösterirken kaplama+yıkama %20 ve aprelemede %12 olduğu görülmektedir. Buradan kaplama uygulamasının başarılı olduğu söylenebilir. Kaplama ile mikrokapsüllerin diğer iki uygulamaya göre kumaş yüzeyine daha iyi bir tutunma sağladığı, emilim gösterdiği yorumu yapılabilir. Kaplama+yıkama uygulamasında kumaş yüzeyine aktarılan suyun henüz tutunmamış kapsülleri uzaklaştırdığı bu nedenle kumaş yüzeyindeki kapsül miktarını azalttığı düşünülebilir. Reçete 1 için en düşük antibakteriyel etkiyi apreleme yönteminin sağladığı Çizelge 4.4'ten görülmektedir. Burada kumaşın fular içinde kalma süresinin etkili olduğu, kumaşın fular içinde hızlı geçmesi ve bu nedenle yeterli emilim sağlamamış olmasının bu sonuca neden olduğu söylenebilir. 2 numaralı reçete içinde üç farklı yöntem ile uygulama gerçekleştirilmiştir ve elde edilen veriler reçete 1 sonuçlarını doğrulamaktadır. Bu deney için uygulama arasında kaplama yönteminin en başarılı ve apreleme yönteminin en başarısız teknik olduğu yorumu yapılabilir.

Çizelge 4.4. Farklı yöntemler yardımıyla elde edilen mikrokapsüllerin antibakteriyel aktivitelerin ev yıkamalarına bağlı değişimi

Kumaş Türü	Mamül % azalma	1 ev yıkama % azalma	5 ev yıkama % azalma	10 ev yıkama % azalma
B1	100	100	75	40
B2	100	100	60	40
B3	100	99,8	60	24
RK1	100	100	40	20
RK2	100	98,6	40	20
RK1Y	100	100	20	12
RK2Y	100	100	18	12
RA1	100	100	12	8
RA2	100	99,8	8	8
M	100	100	80	40

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında uçucu endemik bitki yağlarından birisi olan ‘*mentha piperita*’ nane yağı basit koaservasyon, arayüz polimerizasyonu ve mikroakışkan cihazı kullanılarak mikrokapsüllenmiş ve denim kumaşa uygulanması sonucu kumaşın çeşitli performans özellikleri ve antibakteriyel özelliği araştırılmıştır. Ayrıca 1, 5, 10 ev yıkamaları yapılarak, antibakteriyel özelliğin devamlılığı gözlenmek istenmiştir.

Optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelendiği zaman 3 yöntemde de nane yağı mikrokapsüllerinin başarılı olarak elde edildiği ve hazırlanan mikrokapsüllerin kumaşa tutunduğunu görülmektedir. Mikrokapsül çözeltilerindeki mikrokapsül yoğunluğunun en fazla arayüz polimerizasyonunda olduğu bir önceki bölümde belirtilmişti. Aynı şekilde kumaşa tutunan mikrokapsül yoğunluğunun arayüz polimerizasyonu ile hazırlanmış mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş kumaşlarda diğer metotlar ile hazırlanmış mikrokapsül çözeltisi ile işlem görmüş kumaşlara göre daha fazla olduğu görülmektedir. 5 yıkama sonrası durum da yıkama öncesi duruma paraleldir. Mikrokapsül yoğunluğunun arayüz polimerizasyonu ile hazırlanan mikrokapsül çözeltisi ile işlem görmüş kumaşta daha fazla olmasının sebebi, çözelti içerisindeki mikrokapsül yoğunluğunun diğer metotlarla hazırlanan çözeltilere göre daha fazla olmasıyla ilişkilendirilebilirken, yıkama sonrasında daha fazla mikrokapsülün kumaş yüzeyinde tutunmaya devam etmesi arayüz polimerizasyonu ile hazırlanan mikrokapsül çözeltisinin kumaş yüzeyiyle daha sağlam bağ yapmasının bir sonucu olarak görülmektedir. Arayüz polimerizasyonu yönteminde, diğer yöntemlerden farklı olarak ıslatıcı ve çapraz bağlayıcı kullanımı gerek kapsüller arasında gerekse kapsül kumaş tutunması arasındaki bağların hem daha fazla hem de daha sağlam olmasını sağlamış yorumu yapılabilir.

Aşınma direnci, kopma mukavemeti, spektrofotometrik ölçüm, kuru / ıslak haslığı sırasıyla ASTM D 4966, ASTM D 5034, ASTM D 1224, AATCC 173, ve TS EN ISO 105-X12 standartlarına uygun olarak laboratuvar koşullarında uygulanmıştır.

Aşınma dayanımını görmek için işlem öncesi ve 3 farklı metot ile hazırlanan mikrokapsül çözeltileri applike edilmiş kumaşlar 2000 devirde test edilmiş ve sonuçların yakın olduğu hatta mikroakışkanlaştırma ve arayüz polimerizasyonun bir miktar iyileştirme sağladığı düşünülebilir.

Atkı-çözgü kopma değerlerine bakıldığı zaman, işlem görmüş kumaşların atkı kopma değeri, işlem öncesi ile benzer değerler göstermesine rağmen çözgü kopma değerlerinde %5 ile %10 arasında bir düşüş görülmektedir. Bunun nedeni apre ve

kaplama uygulamalarının çözgü baskın-ön yüz tarafında uygulanması ve atkının yapılan işlemlerden daha az etkilenmesi şeklinde açıklanabilir. Fakat bu düşüş kumaş performansında kullanımı etkileyebilecek derecede bir düşüş değildir.

Benzer şekilde, atkı-çözgü yırtılma değerleri incelenmiş, işlem öncesi ile kıyaslanmış hem atkı hem de çözgü yönünde bir miktar düşüş olduğu görülmüştür. Standart apre uygulamaları sonrası ortalama %15 mukavemet kaybı olduğu bilinmektedir ve bu nedenle elde edilen değerler normal kabul edilebilir seviyededir.

Kuru ve yaş haslık sonuçları incelendiğinde mikrokapsül çözeltisi aplike edilen ve edilmeyen kumaşlarda renk haslığı bakımından bir fark görülmemiş olup aynı zamanda farklı yöntemler ile elde edilen mikrokapsül çözeltilerinin kumaş numunelerinde haslık değerlerini etkilemediği anlaşılmıştır.

İşlem görmemiş kumaş referans alınarak yapılan renk ölçümlerinde, nane yağı kullanılarak farklı metotlar ile hazırlanan mikrokapsül çözeltilerinin aplike edildikleri kumaş numuneleri kayda değer bir renk farklılığı göstermemiştir.

Farklı yöntemler kullanılarak elde edilen nane yağı mikrokapsüllerinin antibakteriyel aktiviteleri yıkama yapılmamış ve 1-5-10 ev yıkaması yapılmış denim kumaşlarda test edilmiştir. Çalışma kapsamında elde edilen tüm numuneler için, yıkama öncesi ve 1 ev yıkamalarında 3 farklı yöntem ile elde edilen mikrokapsüllerin %100 antibakteriyel etki gösterdiği ve devam eden yıkama döngülerine bağlı olarak bu etkinliğin azaldığı görülmektedir. Devam eden yıkama döngülerine bakıldığında ise her ne kadar kumaş yüzeyine tutunan mikrokapsül miktarı arayüz polimerizasyonun da fazla olsa da 5 yıkama itibariyle antibakteriyel etkinliğin en fazla düşüş yaşandığı metot olmuştur. Burada mikrokapsül yoğunluğunun fazla olmasının mikrokapsül ile kumaş arasında yapılan bağın kuvvetini etkilemediği sonucu çıkarılabilir. Benzer şekilde, mikrokapsül yoğunluğunun az ama mikrokapsül ile kumaş arasındaki bağın kuvvetli olduğu durumlarda ki basit koaservasyon ve mikroakışkanlaştırma yöntemleri buna örnek verilebilir, tekrarlı yıkamalarda antibakteriyel etkinliğin daha iyi korunduğu görülmektedir. Fakat mikrokapsül yoğunluğu kadar önemli olan bir diğer faktör de kullanılan aktif madde (nane yağı) miktarıdır. Mikrokapsül yoğunluğu fazla fakat mikrokapsül içerisindeki nane yağı miktarı az olan durumlarda yine daha az antibakteriyel etkinlik beklemek normaldir. Önemli olan her zaman için optimum şartları saptamaktır. Bu anlamda en başarılı yöntemin 5 ev yıkamasında %80 antibakteriyel etkinliği korumaya devam eden,

mikroakışkan cihazı yardımıyla elde edilen mikrokapsüllerin (M) sağladığı görülmektedir.

Bu tez çalışması sonucunda ülkemizde ve dünyada yaygın olarak kullanılan ve önemli bir tıbbi ve aromatik bitki olan *Mentha piperita*'dan uçucu yağı mikrokapsüllerinin denim kumaş üzerinde antibakteriyel etkiye sahip olduğu görülmüştür. Böylece nane yağından, tekstil sektöründe kullanılan sentetik antibakteriyel bitim maddelerine alternatif oluşturabilecek potansiyele sahip mikrokapsül üretiminin gerçekleştirilebileceği düşünülebilir. Ancak elde edilen bulgular değerlendirildiğinde, üretilen mikrokapsüllerin antibakteriyel aktivitelerinin geliştirilebilmesi için iç faz: dış faz oranları değiştirilerek en verimli kapsül üretiminin gerçekleştirilmesi, üretilen mikrokapsüllerin farklı pH ortamlarında ve sıcaklıklarda denemeler yaparak optimum değerler yakalanabileceği düşünülmektedir. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların antibakteriyel aktivitelerinin ve yıkama dayanımının artırılması ile ilgili çalışmalar yapılabilir. Çalışma kapsamında en başarılı yöntem olan mikroakışkan cihazında, farklı basınç değerlerinde çalışmalar yapılarak daha iyi sonuçlar elde edilebilir.

KAYNAKLAR

- [1] T. Bayraktar Taşbaşı, (2016). *İstatistiklerle Türkiye ve Dünya’da Denim Konfeksiyon ve Kumaş Dış Ticareti*. İTKİB, İstanbul.
- [2] Erhan Çimen. *Mikrokapsülleme yöntemiyle dokuma kumaşlara yeni özellikler katma olanakları*. Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Türkiye, 2007.
- [3] C. X.Wang ve Sh.L. Chen, *Aromachology and its application in the Textile Field, Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 13 (2005) 41-44.
- [4] G. Nelson, *Application of microencapsulation in textiles*, **International Journal of Pharmaceutics**, 242 (2002) 55–62.
- [5] Kemal Cellat. *Bazı Endemik Bitkilerin Uçucu Yağ Bileşenlerinin Ekstrakte Edilmesi ve İçeriklerinin Araştırılması*, Yüksek lisans tezi, Çukurova Üniversitesi Türkiye, 2011.
- [6] A. Ceylan, *Tıbbi Bitkiler-II*, Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları, 1997, p.500.
- [7] Umut Burak Altınok. *Tekstil Yüzeylerinin Antibakteriyel Özelliklerinin Araştırılması*, Yüksek lisans tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Türkiye, 2008.
- [8] D. Toprakkaya, M. Orhan, C. Güneşoğlu, *Tekstillerde Hijyen Uygulamaları*, 3. *Sterilizasyon ve Dezenfeksiyon Kongresi*, Samsun,02-04. Ekim 2003.
- [9] H. K. Güler, *Tıbbi ve aromatik bitkilerin antibakteriyel aktivitesi ve tekstil sektöründe kullanımı*, **Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fen Dergisi**, 10(2) (2015).
- [10] Sema Çakmaktepe Bekki. *Kekik yağı, Yaban mersini suyu, lahana suyu ve brokoli suyunun in vitro koşullarda antibakteriyel ve sitotoksik etkilerinin araştırılması*, Yüksek lisans tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Türkiye, 2010.
- [11] Anonim. (2019). <http://www.tgw1916.net/Staphylococcus/chromogenes.html> (Erişim tarihi: 17 Nisan, 2019).
- [12] M.Bayaz, *Esansiyel Yağlar: Antimikrobiyal, antioksidan ve antimutajenik aktiviteleri*, **J. Academic Food**, 12(3) (2014) 45-53.
- [13] S.C. Taneja, S. Chandra, *Mint, technology and nutrition*, Woodhead Publishing Series in Food Science, Cambridge, 2012,ss.366-387.
- [14] P. Monllor, P. Diaz, I. Montava, J.Gisbert ve A. Bonet, *Beta radiation on flavour microcapsules*, The International Scientific Symposium, Spain, (2007) 24-28.

- [15] M. P. Sathianarayanan, N. V. Bhat, S. S. Kokate ve V. Walunj, *Antibacterial finish for cotton fabric from herbal products*, **Indian Journal of Fibre and Textile Research**, 35:1 (2010) 50-58.
- [16] R. Dubey, *Microencapsulation technology and applications*, **Defence Science Journal**, 59:1 (2009) 82-95.
- [17] Teresa Sofia Sousa Cardoso. *Microencapsulation of perfumes for application in textile industry*. Ph.D. Thesis, University of Porto, Porto(Portekiz), 2010.
- [18] G. Thilagavathi, B. S. Krishna, *Microencapsulation of herbal extracts for microbial resistance in healthcare textiles*, **Indian journal of fibre & textile research**, 32(2007) 351-354.
- [19] S. S. Marinković ve P. Škundrić, *Microencapsulation in the textile industry*, **Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly**, 12:1 (2006) 58-62.
- [20] S. K. Chinta ve M. P. P. Wane, *Imparting antimicrobial finish by microencapsulation Methods*, **International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology**, 2:6, (2013) 2326-2336.
- [21] S. K. Ghosh, *Functional coatings: by polymer microencapsulation*, John Wiley & Sons, Germany, 2006.
- [22] A. Kondo, *Microcapsule processing and technology*, Marcel Dekker, New York, 1979.
- [23] F. Salaun, *Microencapsulation technology for smart textile coatings*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2016, 179-220.
- [24] L. Sanchez, P. Sanchez, M. Carmona, A. Lucas ve J. F. Rodríguez, *Influence of operation conditions on the microencapsulation of PCMs by means of suspension-like polymerization*, **Colloid & Polymer Science**, 286:8 (2008) 1019-1027.
- [25] S. Deveci, G. Basal, *Preparation of PCM microcapsules by complex coacervation of silk fibroin and chitosan*, **Colloid and Polymer Science**, 287:12 (2009) 1455-1467.
- [26] D. J. Wedlock, *Controlled particle, droplet and bubble formation*, Butterworth-Heinemann, Oxford 2012.
- [27] R. Dubey ve T.C. Shami, *Microencapsulation technology and applications*, **Defence Science Journal**, 59 (2009) 82-95.

- [28] Gülizar Mantar. *An investigation about the application of a specific medical plant in textile*, Yüksek Lisans Tezi, Gaziantep Üniversitesi Türkiye, 2014.
- [29] M.P. Nori, C. S. F. Trindade, vd..., *Microencapsulation of propolis extract by complex coacervation*, **LWT-Food Science and Technology**, 44:2 (2011) 429-435.
- [30] K. G. Wu ve Q. Xiao, *Microencapsulation of fish oil by simple coacervation of hydroxypropyl methylcellulose*, **Chinese Journal of Chemistry**, 23:11 (2005) 1569-1572.
- [31] J. Lazko, Y. Popineau ve J. Legrand, *Soy glycinin microcapsules by simple coacervation method*, **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, 37:1 (2004) 1-8.
- [32] F. V. Leimann, O. H. G. Ricardo, A. F. Machado ve A. Bolzan, *Antimicrobial activity of microencapsulated lemongrass essential oil and the effect of experimental parameters on microcapsules size and morphology*, **Materials Science and Engineering: C**, 29:2 (2009) 430-436.
- [33] T.K. Maji, I. Baruah, S. Dube ve M.R. Hussain, *Microencapsulation of Zanthoxylum limonella oil (ZLO) in glutaraldehyde crosslinked gelatin for mosquito repellent application*, **Bioresource technology**, 98:4 (2007) 840-844.
- [34] G. Türkoğlu, *Textiles carrying α -Tocopherol capsules for long lasting cosmetic effect*, The International Istanbul Textile Congress, İstanbul 30-05, 2013.
- [35] S. Varona, S. Rodríguez R. A. Martín, vd..., *Antimicrobial activity of lavandin essential oil formulations against three pathogenic food-borne bacteria*, **Industrial Crops and Products**, 42:1 (2013) 243-250.
- [36] B. Boh ve E. Knez, *Microencapsulated antimicrobials on non-woven textiles for shoe insoles*, XVth International Workshop on Bioencapsulation, Vienna, 06-09, Eylül, 2007.
- [37] G. Thilagavathi ve S. K. Bala, *Microencapsulation of herbal extracts for microbial resistance in healthcare textiles*, **Indian Journal of Fibre and Textile Research**, 32:1, (2007) 351 -354.
- [38] M. P. Sathianarayanan, N. V. Bhat, S. S. Kokate ve V. Walunj, *Antibacterial finish for cotton fabric from herbal products*, **Indian Journal of Fibre and Textile Research**, 35:1 (2010) 50-58.
- [39] J. Koatsaha, S. Chulacupt, S. Chonsakorn, S. Teepoo ve R. Mongkhorrattanasit, *Antibacterial activity by kaempferia parviflora microencapsulation and*

- applications for textile industry, in: RMTUP International Conference: Textiles & Fashion, Bangkok, 3-4, (2012), ss. 1-6.
- [40] I. Dadalioglu, ve G. A. Evrendilek, *Chemical compositions and antibacterial effects of essential oils of turkish oregano (Origanum Minutiflorum), bay laurel (Laurus Nobilis), spanish lavender (Lavandula Stoechas L.), and fennel (Foeniculum Vulgare) on common foodborne pathogens. Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52 :26 (2004) 8255-8260.
- [41] C. Peng, S.Q. Zhao, J. Zhang, G.Y. Huang ve L.Y. Chen, *Chemical composition, antimicrobial property and microencapsulation of Mustard (Sinapis alba) seed essential oil by complex coacervation, Food Chemistry*, 165 (2014) 560-568.
- [42] Y. B. Chong, H. Zhang, C. Y. Yue, ve J. Yang, *Fabrication and release behavior of microcapsules with double-layered shell containing clove oil for antibacterial applications, Applied Materials & Interfaces*, 10:18 (2018) 15532-15541.
- [43] R.Piletti, M. Zanetti, G. Jung, J. Maria ve M. Mello, *Microencapsulation of garlic oil by β -cyclodextrin as a thermal protection method for antibacterial action, Materials Science and Engineering*, 94(2019) 139-149.
- [44] S. Ghayempour ve S.M. Mortazavi, *Antibacterial activity of peppermint fragrance micro–nanocapsules prepared with a new electrospraying method, Journal of Essential Oil Research*, 26:6 (2014) 492-498.
- [45] S. Nagender, Y. Manisha, K. Shelly ve S. Omprakash, *Sustainable fragrance cum antimicrobial finishing on cotton: Indigenous essential oil, Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 5, (2017) 22–29.

EKLER

EK 1. '*Mentha piperita*' Nane uçucu yağının bileşimi

Bileşen	RT	RI	% Bileşim
(-)-alpha-Pinene	12.686	1008	1,59
beta-Pinene	16.591	1094	2,08
Sabinene	17.247	1108	1,26
beta-Myrcene	19.346	1150	1,26
Limonene	21.078	1185	2,26
1,8-Cineole	21.800	1200	7,26
(E)-2-Hexenal	21.983	1204	0,13
trans-alpha-Ocimene	22.781	1220	0,20
para-Cymene	24.498	1256	0,47
2-methylbutyl-2-methyl-Butyrate	25.100	1268	0,22
Pentyl 3-methylbutanoate	25.836	1283	0,20
3-Octanol	30.381	1380	0,72
cis-d-Isomenthone	34.225	1467	34,71
Menthofuran	34.569	1475	4,38
trans-d-Isomenthone	35.120	1487	5,91
beta-Bourbonene	36.126	1511	0,16
Dihydroedulan I	36.199	1513	0,15
Linalool	36.974	1531	1,00
Pinocamphone	37.273	1538	0,46
l-Menthyl acetate	37.859	1553	0,50
cis-Isopulegone	38.323	1564	1,11
trans-Isopulegone	38.750	1574	0,69
beta-Elemene	39.047	1581	0,39
(+)-Neomenthol	39.301	1587	1,97
trans-beta-Caryophyllene	39.495	1592	2,38
Neoisopulegol	39.731	1598	0,10
Menthol	41.126	1633	6,15
Pulegone	41.651	1646	16,16
(E)-beta-Farnesene	41.745	1648	0,12
Verbenol	42.540	1668	0,26

Bileşen	RT	RI	% Bileşim
alpha-Terpineol	43.170	1684	0,59
Sabinyl acetate	43.310	1688	0,13
endo-Borneol	43.424	1691	0,10
Germacrene-D	43.776	1700	0,65
Piperitone	44.553	1720	1,80
Piperitenone	51.646	1915	0,50
Caryophyllene oxide	53.503	1969	0,16
(-)-Caryophyllene oxide	53.846	1979	0,72
Viridiflorol	57.029	2077	0,28
Spathulenol	58.215	2114	0,26
Thymol	59.733	2162	0,11
Menthallactone	64.102	2306	0,45

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: Merve DOĞAN

Doğum Yeri ve Tarihi: Doğanşehir, 11.11.1991

Adres: Bostanbaşı mahallesi, Çiftlik caddesi Altinkum sitesi A-4
Yeşilyurt/MALATYA

E-Posta: mervedogan@gmail.com

Lisans: Ankara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü
(2010-2014)

Yüksek Lisans: İnönü Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği
ABD (2016-)

Mesleki Deneyim ve Ödüller: Çalık Denim A.Ş. Ürün Geliştirme Mühendisi
(2016-)