



MEDİKAL TEKSTİLER İÇİN ANTİMİKROBİYEL AJAN İÇEREN MİKROKAPSÜLLERİN HAZIRLANMASI

PREPARATION OF ANTIMICROBIAL AGENT LOADED MICROCAPSULES FOR MEDICAL TEXTILES

Güldemet BAŞAL^{1*}, Senem KARAGÖNLÜ²

^{1,2}Tekstil Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Ege Üniversitesi, 35100, İzmir.

guldemet.basal@ege.edu.tr

²Hugo Boss Tekstil San. Ltd. Şti, 35410, Gazıemir, 35410, İzmir.

senem.karagonlu@gmail.com

Geliş Tarihi/Received: 19.07.2012, Kabul Tarihi/Accepted: 25.12.2012

doi: 10.5505/pajes.2013.44153

*Yazışılan yazar/Corresponding author

Özet

Bu çalışmanın amacı, medikal amaçlı tekstil ürünlerine uygulanabilecek antimikrobiyal ajan içeren mikrokapsüllerin geliştirmektir. Bu amaçla kabuk maddesi olarak jelatin ve arap zamkı kullanılarak, antimikrobiyal özelliği olan sarı kantaron yağı kompleks koaservasyon yöntemi ile kapsüllenmiştir. Yağ miktarı, surfaktan miktarı ve kapsüllerin sertleştirilmesi aşamasındaki karıştırma hızının kapsüllenme verimi, parçacık boyut dağılımı ve mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarına etkileri araştırılmıştır. Genel olarak yüksek yağ miktarında kapsüllenme verimi, kapsül boyutu ve kapsüllerin yağ içeriği artmıştır. Beklenildiği gibi surfaktan miktarındaki artış kapsül boyutunu küçültmüştür. Bu durumda kapsüllerin içerdiği yağ miktarı da düşük olmuştur. Yüksek karıştırma hızı kapsüllenme verimliliğini ve kapsül büyüklüğünü artırmıştır.

Anahtar kelimeler: Mikrokapsülasyon, Kompleks koaservasyon, Sarı kantaron yağı, Jelatin, Arap zamkı.

Abstract

The aim of this work is to develop microcapsules loaded with antimicrobial agent to apply medical textile products. For this purpose St. John's Wort oil (*Hypericum perforatum*) with antimicrobial activity was encapsulated by complex coacervation method using gelatin (GE) and gum arabic (GA) as wall material. The effect of various processing parameters, including the amount of oil, amount of surfactant and stirring rate at hardening stage on the encapsulation yield, particle size distribution and capsule loading was investigated. In general, at high oil content the encapsulation yield, capsule size and oil loading increased. As expected an increase in the amount of surfactant decreased the capsule size. In this case, the loading was low, as well. High stirring rate increased the encapsulation yield and capsule siz.

Keywords: Microencapsulation, Complex coacervation, St. John's Wort oil, Gelatin, Gum arabic.

1 Giriş

Tekstil endüstrisi son yıllarda fonksiyonel özelliğe sahip tekstil ürünleri üretmek için yoğun bir çaba içerisinde girmiştir. Bu kapsamda antimikrobiyel tekstiller büyük ilgi görmüştür. Bu tekstillere olan talebin özellikle hastaneler, oteller ve okullarda artması beklenmektedir. Tekstil materyalleri çeşitli yöntemlerle antimikrobiyel hale getirilebilmektedir. Bu yöntemlerden biri de mikrokapsüller içerisine hapsedilmiş antimikrobiyel ajanların tekstil materyaline aktarılmasıdır. Mikrokapsüller çok küçük boyuttaki sıvı damlacıklarının, katı parçacıkların ya da gazların etrafının devamlı bir film ya da polimer materyali ile sarılması ile elde edilmektedirler [1],[2],[3]. Mikrokapsüllenmiş materyaller ziraat, eczacılık, gıda, kozmetik ve tekstil başta olmak üzere pek çok alanda kullanılmaktadır [1],[4].

Mikrokapsüller çeşitli tekniklerle üretilebilmektedir [5],[6],[7]. Bunlar içinde kompleks koaservasyon en eski ve en çok kullanılan yöntemdir. İlk olarak karbonsuz kopya kağıdında kullanılmıştır [8]. Suda çözünebilen katyonik ve anyonik polimerlerin suda birbirlerini etkilemesi yeteneğine dayanmaktadır. Bu etkileşimin sonucu olarak iki faz oluşmaktadır. Polimerce zengin faz kompleks koaservat olarak adlandırılmaktadır. Polimerce daha seyreltik olan çözeltiye denge fazı denilmektedir. Bu iki fazlı sistemde denge fazı devamlı faz olarak, kompleks koaservat ise yayılan faz olarak davranmaktadır. Suda çözünmeyen bir öz maddesi polimer

inde yayılırsa, yayılan öz maddenin her bir damlacığı ya da parçacığı polimer maddelerden oluşan ince film tabakasıyla kaplanmaktadır. Sıvı film katılaştığı zaman mikrokapsüller oluşmaktadır [2],[9],[10],[11].

Jelatin ve arap sakızı toksik olmadığı, doğal ve biyobozunur olduğundan kompleks koaservasyon yöntemiyle mikrokapsüllenmede geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Kong v.d. [12] bu yöntemle dodekanol (C₁₂OH)'u kapsüllemişler ve çapraz bağlayıcı olarak kullanılan formaldehit ve glutaraldehitin kapsülleme üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Huang v.d. [6] ilaç aktarımı amacıyla şikonini jelatin/arap sakızı koaservasyon sistemini kullanarak kapsüllemişler ve surfaktan ve jelatin konsantrasyonu ile ortam pH'ının kapsülleme verimliliği ve partikül büyüklüğü üzerindeki etkisine bakmışlardır. Dong v.d. [13] nane yağını kapsüllemişler ve öz/kabuk oranı, kabuk materyali konsantrasyonu, pH değeri ve karıştırma hızının mikrokapsüllerin morfolojisi, partikül büyüklüğü, mikrokapsülleme verimi ve öz yükleme kapasitesine olan etkisini çalışmışlardır.

Sarı kantaron yağı halk arasında yaraların ve birincil derece yanıkların tedavisinde kullanılmaktadır. Sarı kantaron yağının antimikrobiyel etkisi bir çok araştırmacı tarafından araştırılmıştır. Barbafallo v.d. [14] Sarı kantaron bitkisinde bulunan hiperforinin *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus oxford*, *Streptococcus sanguis*, *Streptococcus mutans*, *Proteus vulgaris*, *Escheria coli*, *Pseudomonas aeruginosa* da içeren gram

negatif ve gram pozitif bakterilere karşı etkili olduğunu göstermiştir. Avato v.d. [15] Sarı kantaron özütünün *Bacillus subtilis*, *B. cereus*, *Staphylococcus aureus*, *Enterococcus faecalis* gibi gram pozitif bakterilere karşı antimikrobiyel etkisinin olduğunu ortaya koymuştur.

Bu çalışmada Sarı kantaron yağı kompleks koaservasyon yöntemiyle jelatin/arab zamkından oluşan kabuk materyali içine hapsedilmiştir. Yağ miktarı, surfaktan miktarı ve kapsüllerin sertleştirilmesi aşamasındaki karıştırma hızının kapsüllenme verimi, parçacık boyut dağılımı ve mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarına etkileri araştırılmıştır.

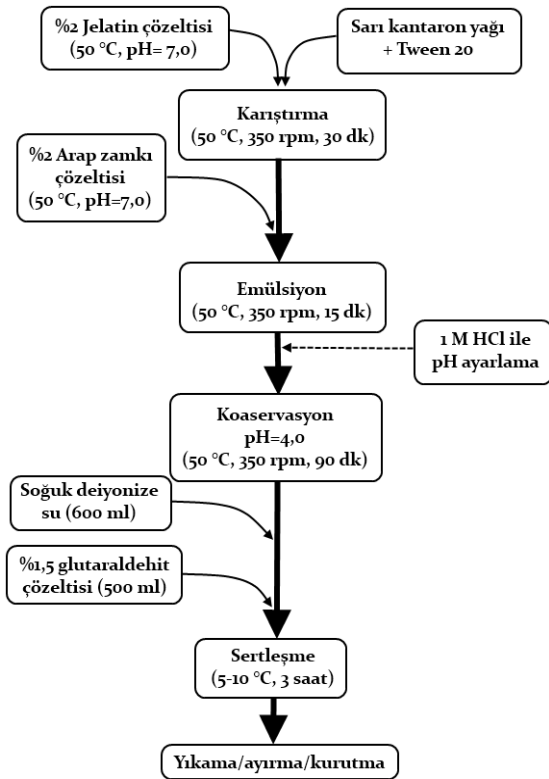
2 Deneysel Çalışmalar

2.1 Jelatin ve Arap Zamkı Zamkı Çözeltilerinin Hazırlanması

Jelatin ve arap zamkı polimerlerinin çözeltilerinin hazırlanması aynı işlem basamaklarından oluşmaktadır. İlk olarak, polimer oda sıcaklığında deiyonize su içine konulup, manyetik karıştırıcı ile homojen karışım elde edilmesi için 30 dakika karıştırılmıştır. Daha sonra, çözeltinin sıcaklığı yavaş bir şekilde 50°C'ye yükseltilmiştir. İstenen sıcaklığa ulaşıldığında çözeltinin pH'ı 3M NaOH ile 7,0'ye ayarlanmıştır. Sıcaklık sabit kalacak şekilde 15 dakika süresince sistem karışmaya devam etmiştir.

2.2 Mikrokapsülleme İşleminin Yapılması

Mikrokapsülleme işlemi kompleks koaservasyon yöntemine göre yapılmıştır. Literatürde bahsedilen çalışmalar incelenerek ve ön denemelerden yola çıkılarak mikrokapsülleme işleminde Şekil 1'deki akış şeması izlenmiştir.



Şekil 1: Mikrokapsülleme işleminin şematik olarak gösterimi.

Jelatin ve arap zamkı çözeltilerinin hazırlanmasının ardından jelatin çözeltisi 3 boyunlu reaksiyon şişesine alınmıştır. Reaksiyon şişesinde karışmaya devam ederken sarı kantaron

yağı çözeltiliye damlalar halinde eklenmiştir. Mekanik karıştırıcı vasıtasıyla yağ fazının su fazında damlacıklar halinde dağılması sağlanmıştır. Yağ eklemesi bittikten hemen sonra surfaktan (Tween® 20) sisteme eklenmiştir. Surfaktan ile yağ damlacıklarıyla su fazının stabil hale gelmesi sağlanmıştır. Emülsiyonun karıştırma hızı 350 rpm olarak ayarlanmıştır. Daha sonra arap zamkı çözeltisi su-içinde-yağ sistemine eklenmiştir. Arap zamkı da yine yağ gibi damlalar halinde sisteme dahil edilmiştir. 15 dakika karıştırmanın ardından emülsiyonun pH değeri 1M HCl ile 4,0'e ayarlanmıştır. Bu pH değeri jelatinin izoelektronik noktası göz önünde bulundurularak belirlenmiştir. pH 4,0 değerinde jelatin net (+) yükle, arap zamkı ise net (-) yükle yüklenmektedir. Bu yüklenme işleminin tamamlanması yani koaservat oluşumunun gerçekleşmesi için 90 dakika süresince sabit sıcaklıkta karıştırmaya devam edilmiştir. pH değerinin ayarlanmasıyla koloitce zengin faz yağ damlacıklarının çevresini kaplamış ve böylece faz ayrışması meydana gelmiştir [16]. Koaservasyon işleminin sonunda ısıtıcı kapatılmıştır. Sistemin sıcaklığının oda sıcaklığına düşmesi ve seyrelterek aglomerasyon oluşmasını önlemek için 600 ml soğuk deiyonize su eklenmiştir. Oda sıcaklığına soğutma adımından sonra sistem tekrar 5-10 °C 'ye soğutulmuştur. Böylece yağ damlacıklarının etrafını saran jelatin ve arap zamkının katılarak yağ etrafında sabitlenmesi sağlanmıştır. Soğuyan sisteme glutaraldehit eklenmiştir. Glutaraldehit eklemesi bitince sistemin sıcaklığı sabit tutularak 3 saat boyunca karıştırmaya devam edilmiştir. Böylece glutaraldehit ile jelatin arasında çapraz bağlar oluşarak glutaraldehitin kabuğu sertleştirilmesi sağlanmıştır. 3 saatin sonunda karıştırıcı kapatılmış ve oluşan mikrokapsüller oda sıcaklığında bir gece bekletilmiştir. Yıkama, ayırma ve kurutma işlemlerine ertesi gün devam edilmiştir. Öncelikle mikrokapsüller toplanarak sıvısından ayrılmıştır. Toplanan mikrokapsüller 2-propanol ile yıkanmıştır. Yıkama işlemiyle varsa kapsüllenmeyen yağ ve glutaraldehitin uzaklaştırılması amaçlanmaktadır. Yıkanan kapsüller süzülerek kurumaya bırakılmıştır. Daha sonra kuruyan kapsüller toplanmıştır.

2.3 Deney Tasarımı ve Verilerin İstatistiksel Analizi

Çalışılacak parametreler ön çalışmalardan ve literatürden yola çıkılarak belirlenmiştir. Seçilen parametreler için üst ve alt değer olmak üzere iki değer belirlenmiştir. Seçilen parametreler için optimum değerleri tespit etmek için 2³ faktöriyel deney tasarımı uygulanmıştır. Deneyler 2 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Tablo 1'de çalışılan parametreler ve seçilen alt ve üst noktaları gösterilmektedir.

Tablo 1: Çalışılan parametreler ve alt ve üst değerleri.

Parametreler	Alt Değer	Üst Değer
Yağ miktarı (ml)	10	15
Surfaktan miktarı (ml)	0,8	1,6
Karıştırma hızı (rpm)	100	350
(sertleşme adımı boyunca)		

Deneyler sonucunda elde edilen kapsülleme verimi, kapsül boyutu ve kapsüllerin içerdiği yağ oranı değerleri SPSS 15.0 istatistiksel veri analizi programı kullanılarak analiz edilmiştir. Sonuçların değerlendirilmesi %95 güven aralığında yapılmıştır.

2.4 Optik Mikroskop ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle Görüntü Analizi

Deneyler sırasında belirli aşamalardan örnekler alınmış ve alınan örneklerin morfolojisi ve boyutları Bresser® LCD Micro

model optik mikroskop ile incelenmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin morfolojileri ve kabuğa ait yüzey karakteristikleri Philips (FEI) XL30-SFEG model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiştir. Görüntü çekimlerinden önce numuneler argon gazının bulunduğu koşullar altında 60sn süreyle altın kaplanmak suretiyle hazırlanmıştır.

2.5 Mikrokapsülleme Veriminin Belirlenmesi

Mikrokapsülleme veriminin belirlenmesi için her deney bitiminde mikrokapsüller kurutulduktan sonra ağırlıkları (W_1) ölçülmüştür. Giren maddelerin (polimer maddeler + yağ maddesi) ağırlığı (W_2) son ürün olarak elde edilen mikrokapsüllerin ağırlığına oranlanarak mikrokapsülleme verimi (%) hesaplanmıştır.

Mikrokapsülleme veriminin formülü aşağıdaki gibidir:

$$\text{Mikrokapsülleme verimi: } MV(\%) = (W_1/W_2) \cdot 100$$

2.6 Ortalama Tanecik Boyutunun Belirlenmesi

Tanecik boyutu dağılımının belirlenmesinde optik mikroskop aracılığıyla alınan görüntülerden yararlanılmıştır. Mikrokapsül boyutlarını tespit etmek için Image J programı kullanılmıştır. Mikrokapsül boyutları bu program ile piksel olarak ölçülmüş bu ölçüm uzunluğu daha sonra mikron değerine çevrilmiş ve boyut dağılımı bu değerlerden elde edilmiştir. Her deney seti için toplam olarak 200 adet mikrokapsül çapı ölçümü yapılmıştır. Sonuç olarak elde edilen değerler SPSS 15.0 istatistik programı yardımıyla analiz edilmiş ve aynı program ile boyut dağılımı eğrileri oluşturulmuştur.

2.7 Mikrokapsül Yağ İçeriğinin Belirlenmesi

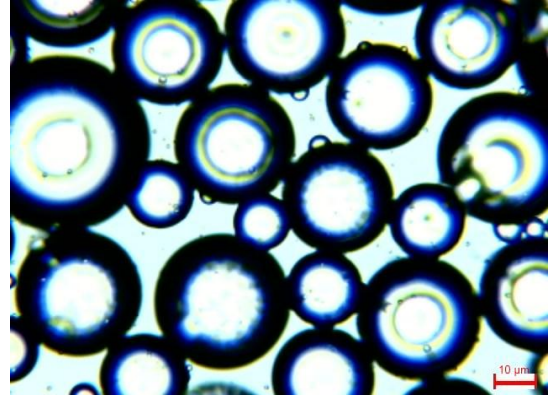
Mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarını tespit etmek için UV-VIS spektrofotometreden yararlanılmıştır. Öncelikle mikrokapsüllerin 0,05 gramı alınmış ve 750 µl 2-propanol içine konulmuştur. Propanol içindeki kapsüller BioSpec mini bead beater cihazı ile kırılmış ve içindeki yağın tamamının kabuktan dışarı salınması ve propanol içinde çözünmesi sağlanmıştır. Daha sonra her bir deney setinden 3 adet örnek alınmış ve UV-VIS spektrofotometre yardımı ile içerdiği yağ miktarı ölçülmüştür. Ölçümler 270 nm değerinde yapılmıştır. Önce kalibrasyon eğrisi oluşturulmuş ve ölçümlerin sonuçları kalibrasyon eğrisi ile elde edilmiştir. Kalibrasyon eğrisi oluşturmak için öncelikle 750 µl 2-propanol içinde sırayla 5, 10, 12, 14 ve 18 µl sarı kantaron yağı çözülerek ölçüm yapılmıştır.

3 Bulgular ve Tartışma

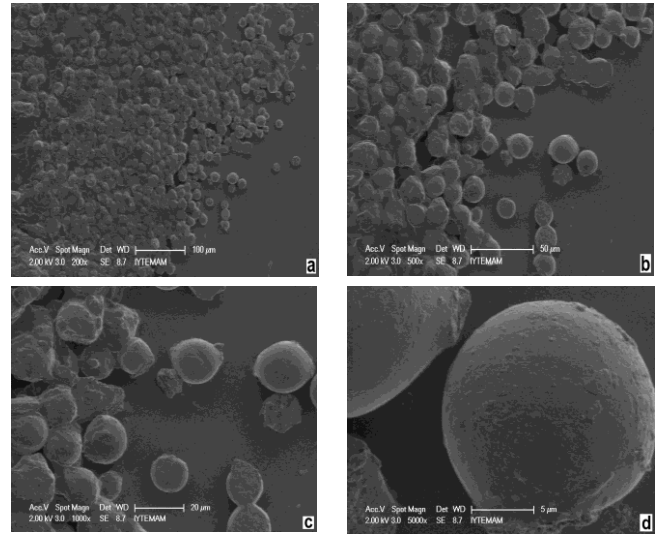
3.1 Optik Mikroskop ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle Elde Edilen Bulgular

Elde edilen mikrokapsüllerin optik mikroskop ve SEM görüntüleri alınarak mikrokapsüllerin kabuk ve öz yapıları, şekilleri ve yüzeyleri hakkında gözlemler yapılmıştır. Şekil 2'de yağ miktarının 10 ml, surfaktan miktarının 1,6 ml, çapraz bağlayıcı ekledikten sonraki karıştırma hızının 350 rpm olduğu deney setinden elde edilen mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüleri görülmektedir. Şekilde siyah renkle çevrili olarak görülen dairesel yapılar mikrokapsüllerdir. Dıştaki siyah renkli kısım mikrokapsüllerin kabuk kısmı, kabuğun çevrelediği beyaz renkli kısım ise öz kısmıdır. Elde edilen mikrokapsüller tek ve devamlı bir öze sahiptir ve mikrokapsüller dairesel yapıdadır. Şekil 3'de ise yağ miktarının 10 ml, surfaktan miktarının 1,6 ml, çapraz bağlayıcı ekledikten sonraki karıştırma hızının 350 rpm olduğu deney

setinden elde edilen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 2: Mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüsü (Yağ Miktarı: 10 ml, Surfaktan Miktarı: 1,6 ml, Çapraz Bağlayıcı Ekledikten Sonraki Karıştırma Hızı: 350 rpm; 100x).



Şekil 3: Mikrokapsüllerin SEM Görüntüleri (a) 200x (b) 500x (c) 1000x (d) 5000x (Yağ Miktarı: 10 ml, Surfaktan Miktarı: 1,6 ml, Çapraz Bağlayıcı Ekledikten Sonraki Karıştırma Hızı: 350 rpm).

Şekil 3'de görüldüğü gibi mikrokapsüllerin yüzeyleri pürüzsüzdür. Mikrokapsüller kurutulduktan sonra da dairesel yapılarını korumuştur.

3.2 Mikrokapsülleme Verimi

Kapsülleme verimi, deney sonucunda elde edilen kuru mikrokapsül miktarının mikrokapsülleme için kullanılan madde miktarına oranlanmasıyla hesaplanmıştır. Mikrokapsülleme verimine yağ miktarı, surfaktan miktarı ve karıştırma hızı parametrelerinin tek başına ve etkileşimlerinin etkileri incelenmiştir.

İstatistiksel analiz sonucunda yağ miktarı, surfaktan miktarı ve karıştırma hızı parametrelerinin ve bu parametrelerin etkileşimlerinin mikrokapsülleme verimine istatistiksel olarak önemli bir etkisinin olmadığı sonucu elde edilmiştir. Şekil 4'de deney setlerinden elde edilen mikrokapsülleme verimi değerleri gösterilmektedir.

Seçilen parametrelerin mikrokapsülleme verimine etkisi istatistiksel olarak değerlendirildiğinde parametrelerin etkilerinin olmadığı sonucu ortaya konmuştur; ancak

Şekil 4'de kapsülleme verimi ile ilgili elde edilen ortalama değerler göz önünde bulundurulduğunda yağ miktarı arttıkça kapsülleme veriminin arttığı gözlemlenmiştir. Düşük yağ oranında ortamda kabuk materyalinin kapsülleyeceği yeterli miktarda yağ damlacığı olmadığından bir kısım kabuk materyalinin kapsülleme işlemine giremediği, fakat yağ miktarı arttığında daha fazla kabuk materyali kapsülleme işlemine girdiği için verimin arttığı sonucuna varılmıştır. Ayrıca, Şekil 4'de surfaktan miktarı arttıkça verimin düştüğü gözlemlenmiştir. Surfaktan miktarı arttığında boyut küçüldüğü için filtrasyon işlemi sırasında kayıpların meydana geldiği ve bunun da verimi olumsuz yönde etkilediği düşünülmektedir. Yağ miktarının 15 ml, surfaktan miktarının ise 0,8 ml olduğu durum haricinde karıştırma hızı arttıkça verimin arttığı gözlemlenmiştir. Artan karıştırma hızıyla beraber çapraz bağlayıcının etkisinin artmış olabileceği bu nedenle de daha sağlam kapsüller elde edildiği ve bunun verimliliğe olumlu bir etki şeklinde yansıdığı sonucuna varılmıştır.

3.3 Mikrokapsül Boyutları

Her deney setinden belli aşamalarda örnekler alınmış ve optik mikroskop ile alınan örneklerden mikrokapsüllerin morfolojisi incelenmiştir. Her deney toplam 200 adet ölçüm yapılmıştır. Ölçümler SPSS 15.0 programıyla değerlendirilerek ortalama boyut değerleri bulunmuş ve boyut dağılımları saptanmıştır.

Mikrokapsül boyutuna yağ miktarı, surfaktan miktarı ve karıştırma hızı parametrelerinin tek başına ve etkileşimlerinin etkileri incelenmiştir. Surfaktan miktarı ve karıştırma hızının mikrokapsül boyutuna etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Yağ miktarının ise boyut üzerinde önemli bir etkisi yoktur. Ayrıca yağ miktarı-surfaktan miktarı, yağ miktarı-karıştırma hızı ve yağ miktarı-surfaktan miktarı-karıştırma hızının mikrokapsül boyutuna beraber etkisi incelendiğinde bu etkileşimlerin istatistiksel olarak önemli olduğu sonucu elde edilmiştir. Surfaktan miktarı-karıştırma hızının etkileşiminin ise istatistiksel olarak boyuta önemli bir etkisinin olmadığı gözlemlenmiştir. Burada ilgi çekici bir nokta yağ miktarının boyut üzerinde tek başına etkisi yokken, surfaktan miktarı ve karıştırma hızıyla etkileşiminin boyut üzerinde etkisinin olmasıdır. Şekil 5'de deney setlerinden elde edilen mikrokapsül boyutları verilmektedir.

Surfaktan miktarı arttığında mikrokapsüllerin boyutları küçülmüştür. Bu beklenen bir sonuçtur. Surfaktanın görevi yağ damlacıklarını daha küçük zerreciklere ayırmak olduğu için artan surfaktan miktarıyla beraber daha küçük mikrokapsüller elde edilmiştir. Xing v.d. [17] surfaktan miktarının mikrokapsül boyutuna etkisini incelediği çalışma da artan surfaktan miktarının kapsül boyutunu küçülttüğünü desteklemektedir. Karıştırma hızı arttığında ise mikrokapsüllerin boyutları artmıştır.

İstatistiksel analiz sonucunda yağ miktarının mikrokapsül boyutuna etkisi olmadığı sonucu elde edilmiştir. Ancak Şekil 5'de görüleceği gibi yağ miktarı arttıkça mikrokapsüllerin boyutlarının arttığı gözlemlenmiştir. Büyük ihtimale yağ miktarı arttığında daha büyük yağ damlacıkları oluşmakta ve buna bağlı olarak daha büyük boyutlarda mikrokapsüller elde edilmektedir. Hem yağ miktarı hem de karıştırma hızının artması ile yine mikrokapsül boyutlarının büyüdüğü gözlemlenmiştir. Yağ miktarı ve surfaktan miktarının beraber etkisine bakıldığında en büyük mikrokapsüllerin yağ miktarı artıp surfaktan miktarı azaldığında elde edildiği görülmektedir. Bunun sebebi ise yüksek yağ miktarında

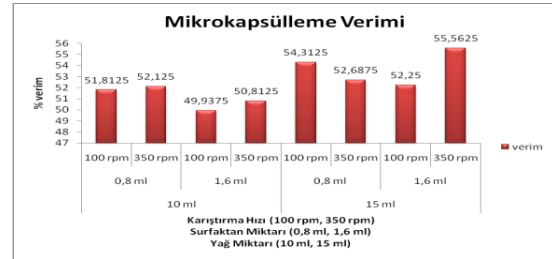
ortamdaki yağ damlacıklarını daha küçük zerreciklere ayırmak için yeterli surfaktanın olmamasıdır.

3.4 Mikrokapsüllerin İçerdiği Yağ Miktarı

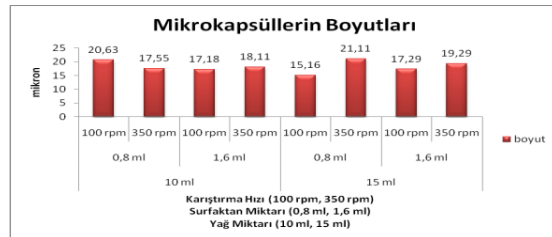
Mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarını belirlemek için spektrofotometre ile ölçüm yapılmıştır. Her deney setinden 6 adet ölçüm yapılmış ortalaması alınarak mikrokapsüllerin yağ içeriği tespit edilmiştir. Mikrokapsülleme yağ içeriğine yağ miktarı, surfaktan miktarı ve karıştırma hızı parametrelerinin tek başına ve etkileşimlerinin etkileri incelenmiştir.

İstatistiksel olarak yağ miktarı, surfaktan miktarı ve karıştırma hızının ve bu parametrelerin etkileşimlerinin yağ içeriğine önemli bir etkisinin olmadığı sonucu elde edilmiştir.

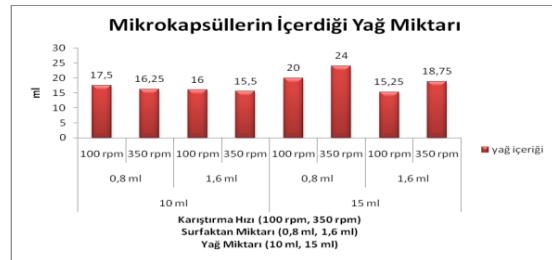
Şekil 6'da deney setlerinden elde edilen mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarı değerleri görülmektedir. İstatistiksel analiz sonucunda yağ ve surfaktan miktarının mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarına etkisi olmadığı sonucu elde edilmiştir. Ancak, Şekil 6'da görüleceği gibi kullanılan yağ miktarı arttıkça mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarının arttığı gözlemlenmiştir. Yağ miktarı arttığında birim yağ miktarı başına düşen surfaktan miktarı azaldığından daha büyük yağ damlacıkları oluşmakta ve buna bağlı olarak da kabuk materyalinin etrafını saracağı toplam yüzey alanı azaldığından elde edilen kapsüllerde yağ/kabuk oranı artmaktadır. Aynı şekilde düşük surfaktan miktarında mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarı artmıştır. Bunun sebebi ise düşük surfaktan miktarında daha büyük yağ zerreciklerinin elde ediliyor olması bunun sonucunda da yukarıda açıklandığı gibi yağ /kabuk oranının artmasıdır.



Şekil 4: Mikrokapsülleme verimi ile ilgili elde edilen verilerin grafiği.



Şekil 5: Mikrokapsülboyutu ile ilgili elde edilen verilerin grafiği.



Şekil 6: Mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarı ile ilgili elde edilen verilerin grafiği.

4 Sonuçlar

Bu çalışmada, medikal tekstillerde kullanmak amacıyla antimikrobiyel ajan içeren mikrokapsüllerin üretilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla antimikrobiyel özelliğe sahip sarı kantaron yağı jelatin-arap zamkı sistemiyle kompleks koaservasyon yönteminin temel ilkeleri kullanılarak başarıyla mikrokapsüllenmiştir. Mikrokapsüllerin oluşma durumu optik mikroskop görüntüleri kullanılarak tespit edilmiş ve tarayıcı elektron mikroskopu (SEM) ile elde edilen mikrokapsüllerin morfolojileri ortaya konulmuştur. SEM analizi mikrokapsüllerin şekillerinin küresel olduğunu ve pürüzsüz düz bir kabuk yapısına sahip olduklarını göstermiştir. Sarı kantaron yağının mikrokapsüllenmesi işleminin parametrelerini optimize etmek için bir deney tasarımı hazırlanmış ve yağ miktarı, surfaktan miktarı ve sertleştirme adımındaki karıştırma hızı parametrelerinin kapsülleme verimi, ortalama mikrokapsül boyutu ve mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarına etkileri incelenmiştir. Genel olarak yağ miktarı ve karıştırma hızı arttıkça kapsülleme veriminin arttığı, surfaktan miktarı arttıkça ise azaldığı gözlemlenmiştir. Bu parametrelerin mikrokapsül boyutuna etkisine bakıldığında surfaktan miktarındaki artışın beklenildiği gibi kapsül boyutunu küçülttüğü, yağ miktarındaki artışın ise kapsül boyutunu büyüttüğü bulunmuştur. Mikrokapsüllerin içerdiği yağ miktarı ise, yüksek miktarda yağ ve düşük miktarda surfaktan kullanıldığında artış göstermiştir. Bu sonuçlardan yola çıkıldığında çalışılan işlem koşullarında en yüksek kapsülleme veriminin elde edildiği 15 ml yağ miktarı, 1,6 ml surfaktan miktarı ve 35 rpm karıştırma hızının optimum şartlar olduğu gözükmektedir.

5 Teşekkürler

Bu çalışma Ege Üniversitesi BAP-09/TKUAM/005 No'lu bilimsel araştırma projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir. Yazarlar, Ege Üniversitesi'ne sağladığı destek için teşekkür ederler.

6 Kaynaklar

- [1] Augustin, M. A., Hemar, Y., "Nano- and Micro-Structured Assemblies for Encapsulation of Food Ingredients", *Chem. Soc. Rev.*, 38: 902-912, 2009.
- [2] Benita, S., *Microencapsulation: Methods and Industrial Applications*, Marcel Dekker, Inc., New York, USA, 1996.
- [3] Liu, S., Low, N. H., Nickerson, M. T., "Entrapment of Flaxseed Oil Within Gelatin - Gum Arabic Capsules", *Journal of the American Oil Chem. Soc.*, 87 (7): 809-815, 2010.
- [4] Yeo, Y., Bellas, E., Firestone, W., Langer, R., Kohane, D. S., "Complex Coacervates for Thermally Sensitive Controlled

- Release of Flavor Compounds", *J. Agric. Food Chem.*, 53: 7518-7525, 2005.
- [5] Aguilera, J. M., Lillford, P. J., 2, *Food Materials Science: Principles and Practice*, Food Engineering Series, Springer Science+Business Media, LLC, New York, USA, 2008.
- [6] Huang, Y-I., Cheng, Y-H., Yu, C-C., Tsai, T-R., Cham, T-M., "Microencapsulation of Extract Containing Shikonin Using Gelatin - Acacia Coacervation Method: A Formaldehyde-free Approach", *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 58: 290-297, 2007.
- [7] Vahapzadeh, F., Zivdar, M., Najafi, A., "Microencapsulation of Orange Oil By Complex Coacervation and Its Release Behavior", *IJE Transactions B: Applications*, 17 (4): 333-342, 2004.
- [8] Green, B. K. , Oil-Containing Microscopic Capsules and Method of Making Them, *U. S. Patent*, US 2,800,457, U. S. A., 1957.
- [9] Bansode, S. S., Banarjee, S. K., Gaikwad, D. D., Jadhav, S. L., Thorat, R. M., "Microencapsulation: A Review", *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 1 (2): 38-43, 2010.
- [10] Cosco, S., *Polymer Based Microparticles for Advanced Composite Materials Applications*, Ph. D. Thesis, University of Naples 'Federico II' Department of Materials and Productions Engineering, Italy, 2006.
- [11] Harrington, J. C., Morris, E. R., "Conformational Ordering and Gelation in Mixtures with Soluble Polysaccharides", *Food Hydrocolloids*, 23: 327-336, 2009.
- [12] Kong, X. Z., Gu, X., Zhu, X., Zhang, Z., "Spreadable Dispersion of Insect Sex Pheromone Capsules, Preparation Via Complex Coacervation And Release Control of The Encapsulated Pheromone Component Molecule", *Biomed Microdevices*, 11: 275-285, 2009.
- [13] Dong, Z. J., Touré, A., Jia, C. S., Zhang, X. M., Xu, S. Y., "Effect of Processing Parameters on the Formation of Spherical Multinuclear Microcapsules Encapsulating Peppermint Oil By Coacervation", *Journal of Microencapsulation*, 24 (7): 634-646, 2007.
- [14] Barbafallo, C., Chisari, G., "Antimicrobial activity of three Hypericum species", *Fitoterapia*, 58: 175-177, 1987.
- [15] Avato, P., Raffo, F., Guglielmi, G., Vitali C., Rosato A., "Extracts From St. John's Wort and Their Antimicrobial Activity", *Phytotherapy Research*, 18: 230-232, 2004.
- [16] Övez, B., Yuksel, M., "Parfümlerin Çapraz Bağlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları", *Ekoloji Issue*, 10 (43): 26-29, 2002.
- [17] Xing, F., Cheng, G., Yang, B., Ma, L., "Microencapsulation of Capsaicin by the Complex Coacervation of Gelatin, Acacia and Tannins", *Journal of Applied Polymer Science*, 91: 2669-2675, 2004.