



Kompleks Koaservasyon Yöntemi ile E Vitamini İçeren Mikrokapsül Üretimi

Elif KÖKSAL^{*1}, Fethiye GÖDE²

¹ Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Bölümü, 32260, Isparta, Türkiye

² Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 32260, Isparta, Türkiye

*Yazışılan yazar e-mail :elfkoksall@hotmail.com

(Alınış / Received: 17.01.2017, Kabul / Accepted: 29.05.2017)

Özet: Son yıllarda katı partiküller ve sıvıların kaplanması için çeşitli metotlar yayınlanmaktadır. Mikrokapsülleme işlemi de bu metotlar arasında yer almaktadır. Mikrokapsülleme, sıvı ya da katı partikül ya da damlacıklarının polimer bir film malzemesi ile kaplanması işlemidir. Mikroenkapsülasyon teknolojisi yaygın olarak ilaç, gıda, tarım pestisit, kozmetik, tekstil ve diğer ilgili alanlarda uygulanmaktadır. Bu çalışmada, α - tokoferol (E vitamini) içerikli mikrokapsüller, jelatin ve arap zamkı polimer karışımları kullanılarak kompleks koaservasyon yöntemi ile oluşturulmuştur. Emülsiyonu oluşturmak için yüzey aktif madde ve mikrokapsül duvarına çözünmezlik özelliği kazandırmak için çapraz bağlayıcı kullanılmıştır. Polimer oranı, yüzey aktif maddenin miktarı, çapraz bağlayıcı miktarı gibi parametrelerin mikrokapsülasyona etkileri incelenmiştir. Mikrokapsüllerin morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile karakterize edilmiştir. Mikrokapsülasyonu açıklamak ve kimyasal yapısını araştırmak için Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), termogravimetrik analiz (TGA), yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) gibi analizler yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Mikrokapsül, Kompleks Koaservasyon, E Vitamini, Jelatin, Arap Zamkı

Production Of Microcapsule Containing Vitamin E By Complex Coacervation Method

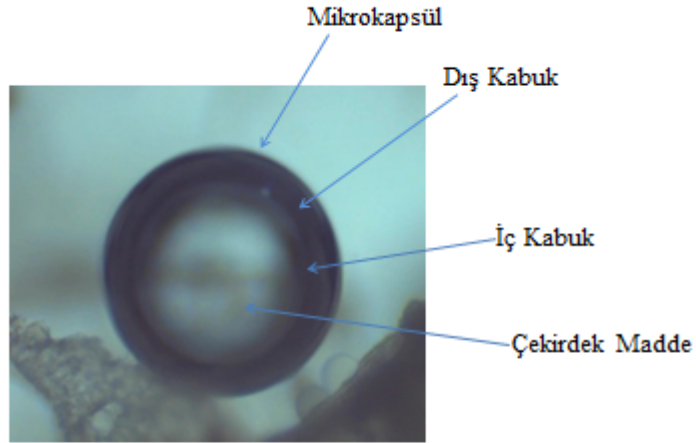
Abstract: Several methods are published for the coating of solid particles and liquid in recent years. The microencapsulation process is also included in these methods. Microencapsulation is a process by which droplets or particles of liquid or solid material are coated with a film of polymeric material. Microencapsulation technology is widely applied in pharmaceutical, food, agricultural pesticide, cosmetic, textile and other related fields. In this study, tocopherol (vitamin E) microcapsules were formed by complex coacervation method using gelatin and gum arabic polymer mixtures. To form

the emulsion as a surfactant and the microcapsule wall to impart insolubility property as crosslinker was used. The effects of the parameters such as polymer ratio, surfactant quantity, cross-linker quantity on microencapsulation were investigated. Microcapsules morphology was characterized by scanning electron microscopy (SEM). Fourier transformation infrared spectroscopy (FT-IR), thermogravimetric analysis (TGA), high performance liquid chromatography (HPLC) analysis were carried out to explain the microcapsulation mechanism and investigate the microcapsule structure chemically.

Keywords: Microcapsule, Complex Coacervation, Vitamin E, Gelatin, Gum Arabic

1.Giriş

Vitaminler sağlıklı bir yaşam için vazgeçilmez olan organik bileşiklerdir. Vücutta sentezlenmeleri az olduklarından dışarıdan temin edebildiğimiz vitaminlerin her biri vücudumuzdaki pek çok hayati fonksiyonlar için büyük önem taşımaktadır. Tıbbi çalışmaların yanı sıra son yıllarda özellikle kozmetik alanında da cilt sağlığı için büyük önem taşıyan vitaminlerin kullanımı yaygınlaşmıştır. Vücudun yağ fazındaki başlıca antioksidanı olan E vitamini de bu kullanım arasında yer almaktadır. Çeşitli alanlarda kullanım olanağı bulunan vitaminler, mikrokapsülleme tekniği ile küçük kapsüller içerisine alınıp, arzu edilen özellikteki maddelerin oluşumu, kontrollü, amaca yönelik madde salınımı gibi çeşitli amaçlar için kullanım olanağı sağlanabilmektedir. Mikrokapsülleme katı, sıvı veya gaz halinde olan aktif maddeleri polimerik bir malzeme içinde dış çevre ortamından koruma amacıyla çevreleyen ve yeni, değerli özelliklere sahip malzemelerin üretimine yönelik bir yöntemdir [1,2,3]. Malzemelerin mikrokapsüllemesine, etken maddenin çevre tarafından olumsuz etkilenmeden kapsüllenmiş malzemeyi istenilen amaç doğrultusunda kullanımını sağlamak için başvurulur [1]. En basit haliyle bir mikrokapsül etrafında muntazam bir duvar ile çevrili bir küçük küredir. Şekil 1’de belirtildiği gibi mikrokapsül içindeki malzeme etken madde, çekirdek madde veya iç faz, dış kısmı ise duvar, membran veya kaplama olarak adlandırılır.



Şekil 1. Mikrokapsül yapısı

Mikrokapsülleme ve mikrokapsülleme sonucu elde edilen kapsüllerin partikül büyüklüğü 1µm ile 1000 µm ye kadar hatta daha büyük olmaktadır. Mikro kelimesinin uygulandığı yerlere göre partikül büyüklüğünde farklılaşma olmaktadır [4]. Mikrokapsülleme teknolojisi birçok farklı karakteristikleri, özellikleri ve kapsül yapıları içerisinde oluşabilecek fiziksel durumları içerisine alabilecek kadar geniştir. Bu durum elde edilmesi diğer metotlarla kolay olmayan veya imkansız olan ürünlerin ve arzu edilen özellikteki maddelerin elde edilmesini de sağlamaktadır. Bu nedenle mikrokapsülleme tekniğine olan ilgi yaygın olarak gelişmiştir [4]. Mikrokapsülasyon

teknolojisi aşağıdaki amaçlarla çeşitli uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır.

- Etken maddeyi çevrelerindeki reaktif maddelerden koruma
- Çekirdek maddenin buharlaşma ve difüzyon hızını düşürme
- Kontrollü ve zamanlanmış bir salınım gerçekleştirme
- Zararlı, toksik maddelerin uygun ve güvenli muhafaza edilmesi
- İstenmeyen koku veya tatları önleme
- Sıvı damlacıklarını katı partiküller haline dönüştürme
- Maddelerin depolama ömürlerini arttırma
- Nem ve ışığa duyarlı etken maddelerin korunması
- Etken maddelerin fiziksel özelliklerinin modifikasyonu için kolloidal ve yüzey özelliklerini değiştirme [1,4].

Mikrokapsüller duvar özelliklerinin değiştirilmesi ile günümüzde çeşitli alanlarda kullanılmaya başlanmıştır (örneğin, jelatin, arap zankı gibi insan vücudu için zararsız doğal polimerli mikrokapsüllerin yapımında, tadı ve kokusu güzel olmayan ilaç tabletlerinin kaplanması gibi) [5,6]. Duvar kalınlığı artırılarak ya da tane boyutu artırılarak yüzey alanının artırılması ile duvar malzemesinin salgılama özelliklerinin artırılabilmesi insan vücuduna yavaş verilmesi ya da uzun sürede yayılması istenen ilaçlar için mikrokapsüllerin kullanılması gerekliliği ortaya çıkmıştır. Böylece eczacılıkta, sağlıkla ilgili ilaç, vitamin, krem, kozmetik gibi bütün ürünlerde, mikrokapsüller kullanılmaya başlanmıştır [6]. Bunların yanı sıra mikrokapsülleme işlemlerinden tekstil, gıda sektörü, tatlar ve esanslar, yapıştırıcılar gibi birçok alanlarda faydalanılmaktadır.

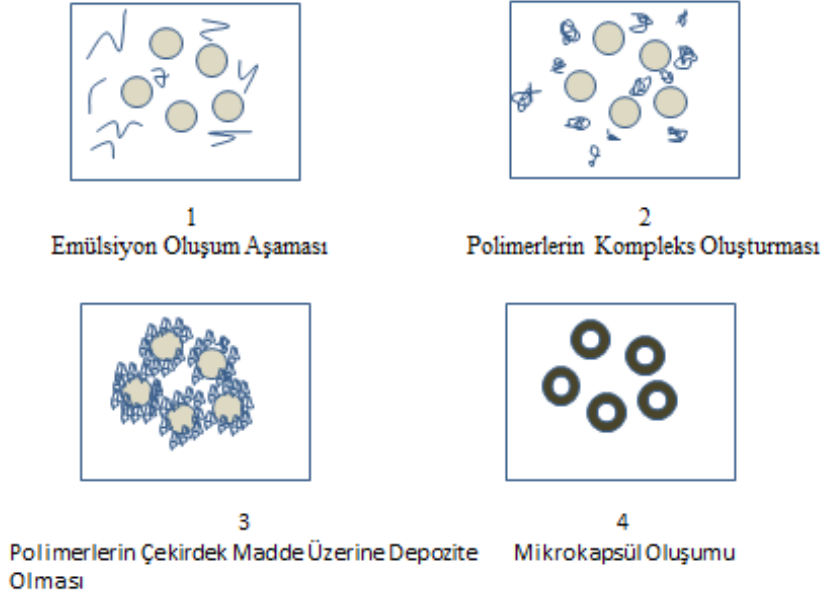
Temel malzemelerin kapsüllenmesi için çeşitli teknikler kullanılmaktadır. Çekirdek malzemesinin fiziksel özelliklerine bağlı olarak mikrokapsülleme teknikleri de değişmektedir. Bunlar içerisinde koaservasyon yöntemi en eski ve sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Koaservasyon yöntemi enkapsülasyon teknolojisinin orijinal yöntemi olarak bilinen fizikokimyasal bir yöntemdir [7]. Koaservasyon, sıcaklık değişmesi, non-solvent ya da tuz eklenmesi, başka bir polimerin eklenmesi ya da polimer-polimer etkileşimi sonucu oluşmaktadır. En sık kullanılan koaservasyon yöntemi kompleks koaservasyondur. Polimer-polimer fazının beraberce ayrıldığı koaservasyon metodu olan bu yöntem suda çözünebilir 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 [6]. Bu iki fazlı sistemde denge fazı devamlı faz olarak, kompleks koaservat ise yayılan faz olarak davranmaktadır. Suda çözünmeyen bir öz maddesi polimer içinde yayılırsa, yayılan öz maddenin her bir damlacığı ya da parçacığı polimer maddelerden oluşan ince bir film tabakasıyla kaplanmaktadır. Film tabakası kalınlaştığı zaman mikrokapsüller oluşmaktadır [8]. Bu yöntem karşı yüklü polielektrolitlerin birbirleriyle etkileşmesiyle, çözünürlüğün azalarak kompleks oluşumunu sağlaması ve faz ayrışması meydana gelmesi şeklinde açıklanmaktadır. Bu etkileşme pH ve sıcaklık değişmesiyle olmaktadır [9]. Koaservasyon metodu ile mikrokapsül hazırlanması genel olarak dört adımda bahsedilecek olunursa;

- 1.Adım: Emülsiyon Oluşumu
- 2.Adım: Polimerlerin Kompleks Oluşturması
- 3.Adım: Kaplamanın Oluşması

4.Adım: Kaplama Sertleşmesi-Mikrokapsül Oluşumu

Adım1 ve Adım2 birbirleriyle karışmayan üç kimyasal fazın olduğu adımdır. Bu fazlar; etken madde (çekirdek materyali), duvar materyali, içerisinde diğer yüzey aktif madde gibi kimyasalların bulunduğu solüsyondur.

Adım3, kaplama materyalinin bir sıvı içerisinde çekirdek materyal ile birlikte fiziksel olarak karıştırılarak çekirdek üzerinde biriktirdiği adımdır. Son adımda ise oluşan mikrokapsüllerin termal çapraz bağlanmasıyla sertleşmesidir (Şekil 2) [10].



Şekil 2. Mikrokapsül oluşum basamakları

Bu yöntemde önemli nokta, sistem pH ının kullanılan iki polimerin zıt yüklü olacağı pH aralığında olmasıdır. Çekirdek etrafında duvar oluşumu bu pH ayarı ile sağlanır. Nötral pH' daki jelatin ve arap zambının birlikte kullanımı bu yöntemde iyi bir örnektir. Jelatin-arap zambkı, polivinilalkol-kitosan, jelatin-sodyumaljinat, polivinilalkol-sodyumaljinat gibi zıt yüklü polimerlerle kompleks koaservasyona göre mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmektedir.

2. Materyal ve Metot

2.1. Mikrokapsülleme İşleminde Kullanılan Kimyasallar ve Cihazlar

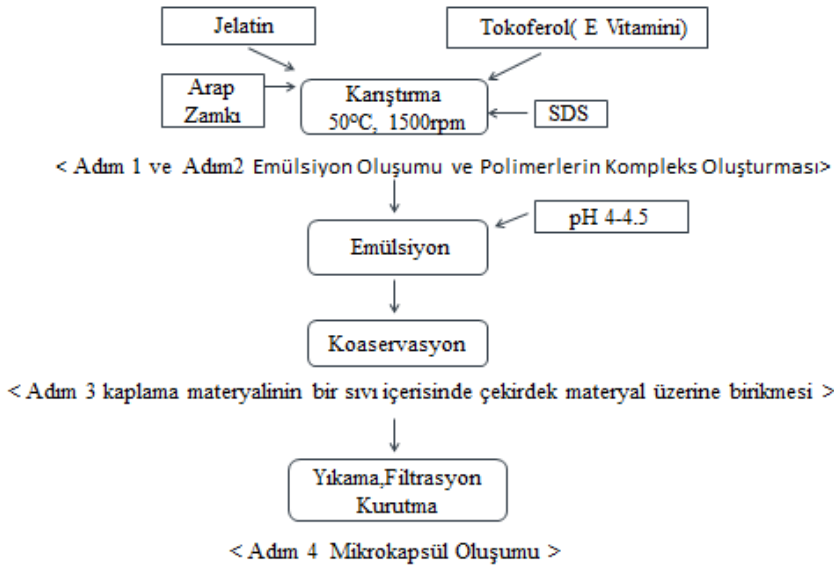
Bu çalışma kapsamında α -tokoferollerin, kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllemesi gerçekleştirilmiştir. Deneylerde duvar yapısı için birbirleriyle uyumlu doğal polimerler olan jelatin-arap zambkı (Merck), emülsiyon oluşturmak için yüzey aktif madde olarak sodyum deodesil sülfat (SDS), çapraz bağlayıcı olarak glutraldehit çözeltisi (%25) ve pH ayarlaması için asetik asit ve sodyum hidroksit kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan kimyasallar E.Merck firmasından temin edilmiştir.

Mikrokapşüllenen etken madde olan alfa- tokoferol asetat (E vitamini) Evin markası olarak eczaneden temin edilmiştir.

Oluşturulan mikrokapşüllerin karakterizasyonu için SEM (Taramalı Elektron Mikroskopu; Zeiss EVO Ls10), FT-IR (Fouier Transform Kızılötesi Spektroskopisi; Perkin Elmer, Massachusetts), TGA (Termogravimetrik analiz; Perkin Elmer Diamond TG/DTA) ve HPLC (Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi; RF -10AXL Fluorescence Dedektör (Ex 295nm- Em 330 nm)) kullanılmıştır.

2.2. Mikrokapşüllerin Hazırlanması

Şekil 3’de mikrokapşülasyon akış şeması yer almaktadır.



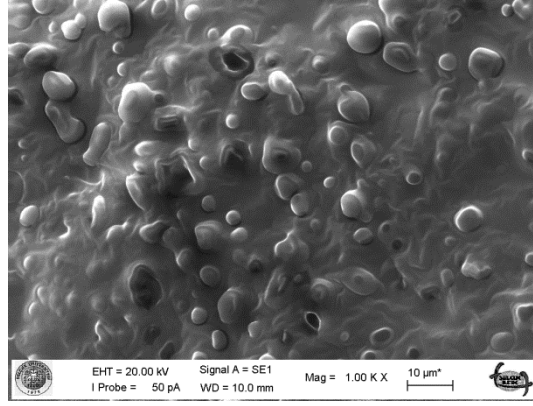
Şekil 3. Mikrokapşülasyon Akış Şeması

Hazırlanmasındaki ilk adım sürekli faz olan jelatin- arap zamkı çözeltisi içinde yağ fazı (etken madde) damlalar halinde dağıtılarak emülsiyon elde etmektir. Bunun için %12,5 oranlarında jelatin ve arap zamkı çözeltisi hazırlandı. Jelatin çözeltisi bulunan behere E vitamini damlalar halinde eklenerek 1500 rpm de karıştırıldı. Karıştırıcı vasıtasıyla yağ fazın su fazında damlacıklar halinde dağılması sağlandı. Yağ fazının eklenmesinden sonra yüzey aktif madde (surfaktan) eklenerek karışımın emülsiyonu sağlandı. Daha sonra önceden hazırlanan arap zamkı çözeltisi sisteme eklendi ve 1500 rpm de 15 dakika daha karıştırılmaya devam edildi. Bu sürenin sonunda karışımın pH' ı asetik asit (CH₃COOH) ile 4-4,5 arasına ayarlandı ve 90 dakika karışıma bırakıldı. Bu pH değeri jelatinin izoelektronik noktası göz önüne alınarak belirtildi. Karışımın seyrelmesi için saf su ilave edildi ve bundan sonra karışıma manyetik karıştırıcıda devam edildi. Daha sonra karışıma soğuk su eklendi. Çapraz bağ oluşumu için gluteraldehit ilave edildi. 2 saat, 500 rpm de karıştırılmaya bırakıldı. Bu sürenin sonunda karışımın pH'ı sodyum

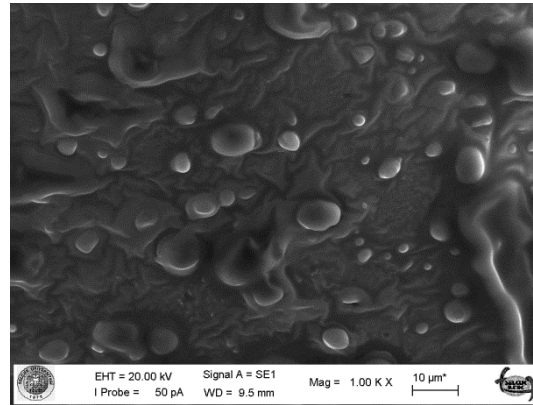
hidroksit ile (NaOH ile) 9-10 arasına ayarlanarak 1 saat daha karışıma bırakıldı. Karışımın sonunda işleme son verilerek kapsüller süzülerek yıkandı ve kurumaya bırakıldı.

3. Bulgular

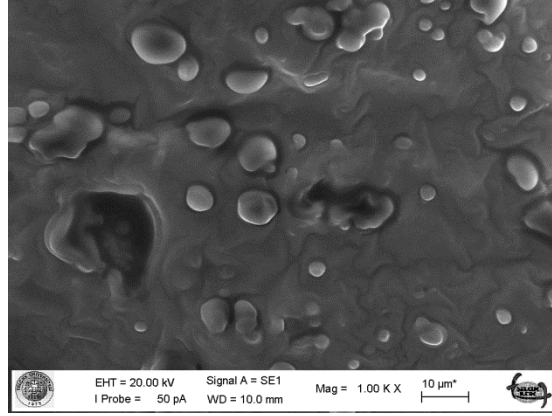
Bu çalışmada, α - tokoferol (E vitamini) mikrokapsüller, jelatin ve arap zıncı polimer karışımları kullanılarak kompleks koaservasyon yöntemi ile oluşturulmuştur. Emülsiyonu oluşturmak için yüzey aktif madde (SDS) ve mikrokapsül duvarına çözünmezlik kazandırmak için çapraz bağlayıcı (gluteraldehit) duvar materyallerine eklenmiştir. Polimer oranı, yüzey aktif maddenin miktarı, çapraz bağlayıcı miktarı gibi parametreler değiştirilerek bunların mikrokapsülasyona etkileri analiz sonuçlarıyla incelenmiştir. Literatürdeki bazı mikrokapsülasyon çalışmalarında çapraz bağlayıcı olarak formaldehit de çalışılmıştır. Ancak formaldehit sağlık açısından zararlı olduğu için bu tez çalışmasında çapraz bağlayıcı olarak gluteraldehit kullanılmıştır. Şekil 4, şekil 5 ve şekil 6'da farklı miktarlarda gluteraldehit kullanılarak yapılan çalışmalara ait SEM görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 4. 3 mL glutaraldehit kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin SEM görüntüsü



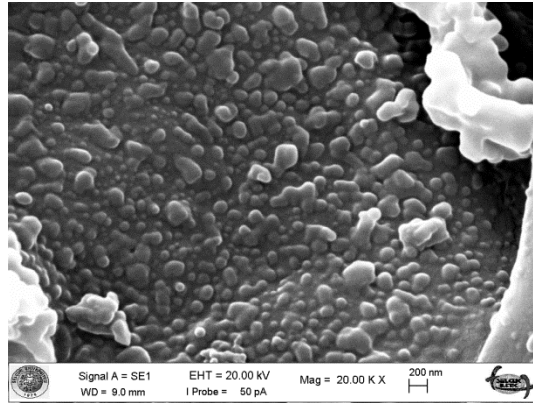
Şekil 5. 5 mL glutaraldehit kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin SEM görüntüsü



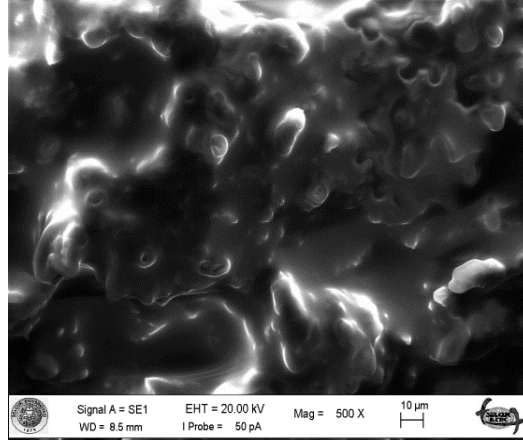
Şekil 6. 7 mL glutaraldehit kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin SEM görüntüsü

SEM görüntüsü incelendiğinde glutaraldehit miktarı değişiminin mikrokapsül morfolojisine çok fazla bir etkisinin olmadığı; ancak son yıkama işleminin iyi yapılamamasından kaynaklı kapsüllenmemiş yağ fazlarının ve kullanılan polimerik malzemelerin arındırılmadığı, oluşan birçok mikrokapsüllerin de bu yapıların altında kaldığı gözlenmiştir. Gerçekleştirilen deneyler sonucunda mikrokapsül üretimi için en uygun çapraz bağlayıcının glutaraldehit ve en uygun miktarın ise 3 mL olarak belirlenmiştir. Şekil 4’ de 3 mL glutaraldehit kullanılarak deney sonunda elde edilen kapsülün SEM görüntüsü yer almaktadır.

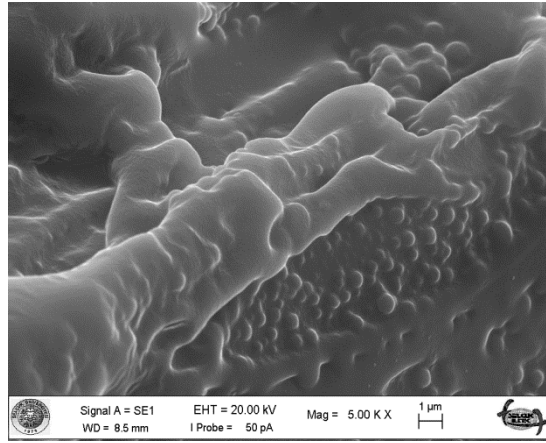
Mikrokapsülleme işleminde duvar materyallerinin (jelatin:Arap zankı) birbirine oranları olan polimer oranları 1:1, 1:2 ve 2:1 olarak çalışılmıştır. Şekil 7, şekil 8 ve şekil 9’da farklı polimer oranlarında mikrokapsülasyon çalışmalarına ait SEM görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 7. Polimer oranı 1:1 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü



Şekil 8. Polimer oranı 2:1 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü

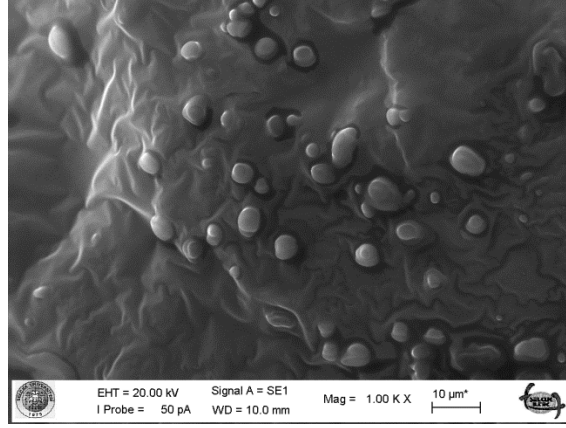


Şekil 9. Polimer oranı 1:2 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü

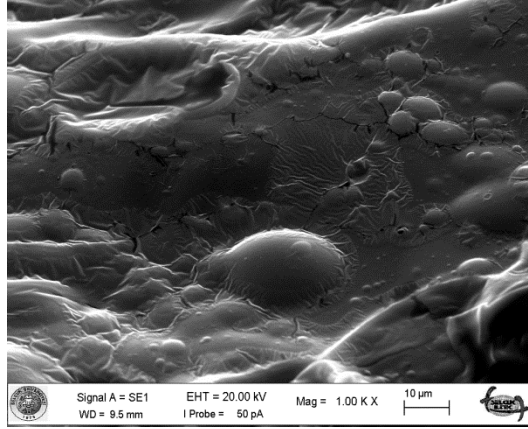
SEM görüntüleri incelendiğinde yer yer mikrokapsül oluşumu gözlemlenmesine rağmen jelatin miktarını arttırdığımızda (Şekil 8) homojen boyutlarda mikrokapsüller istenildiği şekillerde gözlemlenememiştir. Bunun sebebinin jelatinin molekül yapısından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Yapısı itibariyle de son yıkama işleminde tam olarak jelatinin arındırılmamasından dolayı kapsüller tam olarak ayrılamamıştır.

SEM görüntüleri incelendiğinde en iyi, homojen kapsül oluşumu 1:1 çalışılan polimer oranlarında gözlemlenmiştir (Şekil 7).

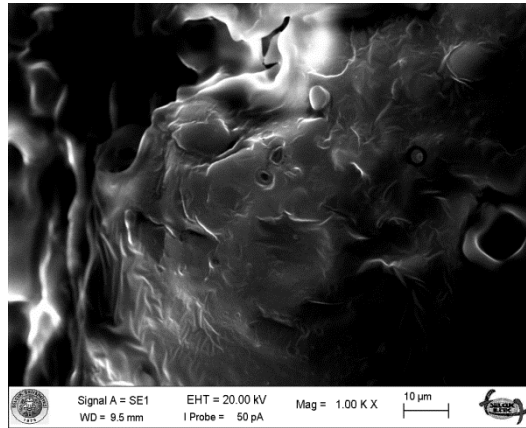
Mikrokapsül üretiminde sodyum dodesil sülfat (SDS) yüzey aktif madde olarak kullanılmıştır. Yüzey aktif madde miktarı olarak %0.3, %0.5 ve %0.7 çalışılmıştır. Çalışılan parametrelere ait SEM görüntüleri şekil 10, şekil 11 ve şekil 12’de verilmiştir. Mikrokapsül üretiminde, deneylerin SEM görüntülerinden yola çıkılarak en uygun SDS miktarı % 0,5 olarak belirlenmiştir. Şekil 10’ da yüzey aktif madde miktarı % 0,5 olan mikrokapsülün SEM görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 10. Yüzey aktif madde miktarı % 0,5 olan mikrokapşülün SEM görüntüsü



Şekil 11. Yüzey aktif madde miktarı % 0,3 olan mikrokapşülün SEM görüntüsü



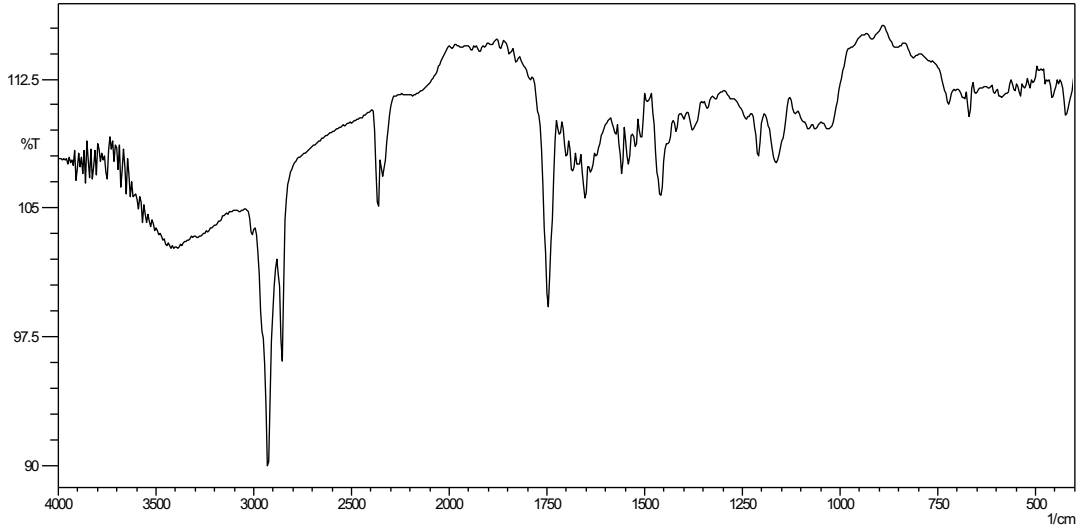
Şekil 12. Yüzey aktif madde miktarı % 0,7 olan mikrokapşülün SEM görüntüsü

Görüntüler incelendiğinde yer yer mikrokapşül oluşumunun gözlemlendiği; ancak surfaktan miktarının artışının mikrokapşül morfolojisinde bozulmalara neden olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 12). Literatürdeki benzer çalışmalar incelendiğinde surfaktan miktarındaki artış etken maddenin daha küçük zerreciklere kadar parçalanmasına neden olduğu; bu

durumdan kaynaklı olarak da polimerik malzemelerin etken maddeyi kapsülleyemediği ya da mikrokapsüllerin çok kısa sürede patlayıp parçalanmış olabileceği düşünülmektedir [10,11]. Mikrokapsül üretiminde, deneylerin SEM görüntülerinden yola çıkılarak en uygun SDS miktarı % 0,5 olarak belirlenmiştir (Şekil 10).

Çalışılan parametreler doğrultusunda optimum koşulların sağlandığı 1:1 polimer oranlı mikrokapsüllerin (şekil 7) TGA, HPLC ve FT-IR analizleri de yapılmıştır.

Şekil 13’de üretilen E vitamini mikrokapsüle ait FT-IR verilmektedir.



Şekil 13. E Vitamini İçerikli Mikrokapsülün FT-IR Spektrumu

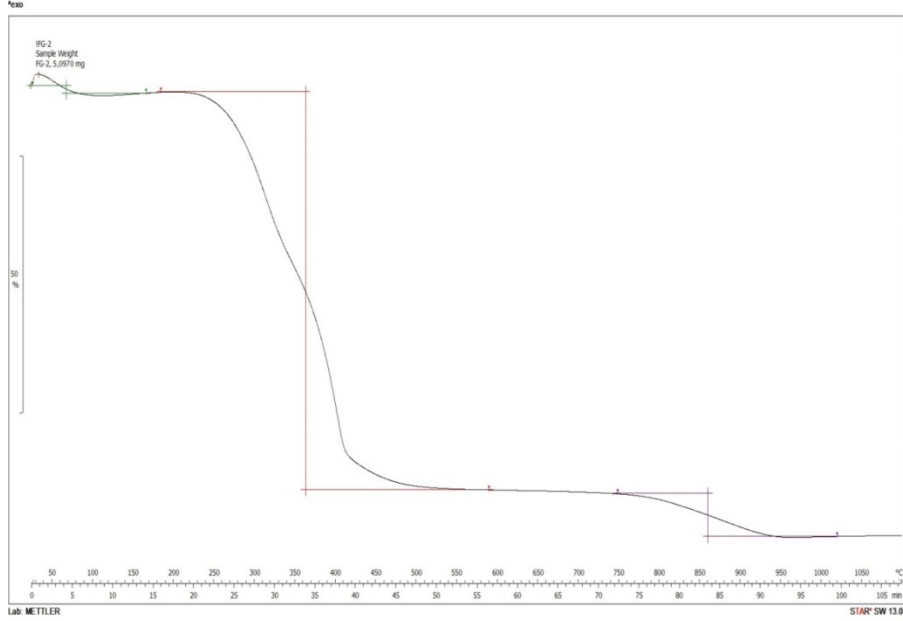
E vitamini içerikli mikrokapsüllerin FT-IR spektrumundan elde edilen sonuçlar, Jelatin ve Arap zamkına ait FT-IR spektrumundan elde edilen sonuçlarla karşılaştırılarak değerlendirme yapılmıştır. Burada E vitamini içerikli mikrokapsüllerin FT-IR spektrumu (Şekil 13) verilirken Jelatin ve Arap zamkına ait FT-IR spektrumları literatür bilgilerinden yararlanarak değerlendirilmiştir. Verilen FT-IR analiz sonuçlarına göre;

Şekil 13’deki mikrokapsüllerin spektrumunda 3412 ve 2924 cm^{-1} dalga boyları arasındaki büyük ve geniş pikler jelatindeki C-N gerilme piklerinin ve arap zamkındaki -OH gerilme piklerinin birleşimidir [10].

Mikrokapsülün spektrumuna bakıldığında $\sim 1028 \text{ cm}^{-1}$ ’deki bant arap zamkına ait banttır. Mikrokapsülün yapısına arap zamkının girdiği görülmektedir.

Mikrokapsülün FT-IR spektrumundaki 1747-1078 cm^{-1} aralığı jelatine ait karakteristik pik olan C-N gerilme pikine aittir. Mikrokapsülün yapısına jelatinin girdiği görülmektedir. Arap zamkına ait spektrum incelendiğinde $\sim 3414 \text{ cm}^{-1}$ de görülen pikin OH gerilimine, $\sim 2931 \text{ cm}^{-1}$ de görülen pikin C-H gerilimine, $\sim 1610 \text{ cm}^{-1}$ de görülen pikin C=O gerilimine ait olduğu spektrumda görülmektedir. Jelatine ait spektrum incelendiğinde $\sim 3500 \text{ cm}^{-1}$ de görülen pikin yapıda yer alan OH bağına, $\sim 1678 \text{ cm}^{-1}$ de yer alan pik topluluğunun yapıdaki C=O gruplarının varlığını göstermektedir [10,12].

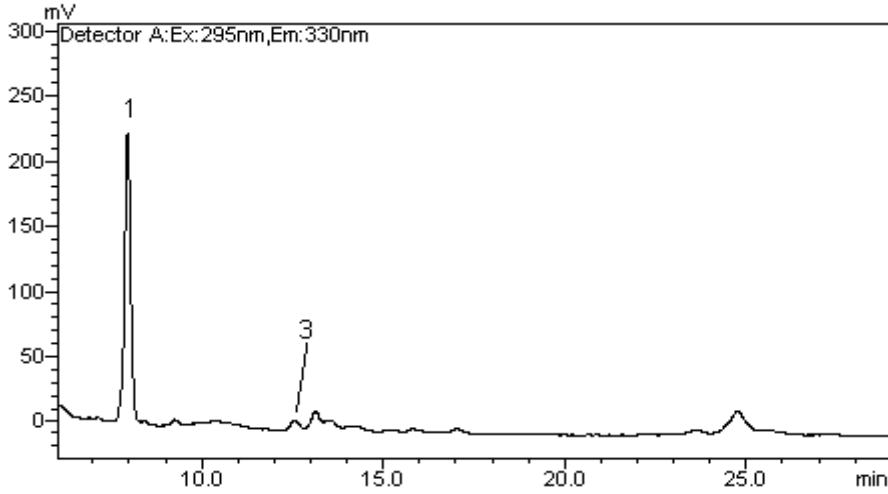
Çalışılan parametrelerden yola çıkılarak optimum koşulların sağlandığı en iyi kapsül oluşumunun gözlemlendiği numunenin TGA analizi yapılarak termal kararlılıkları belirlenmiştir. Şekil 14’de polimer oranı 1:1 olan mikrokapsülün TGA diyagramı yer almaktadır.



Şekil 14. Polimer oranı 1:1 olan mikrokapsülün TGA diyagramı

TGA eğrisi incelendiğinde mikrokapsül ayrışmasının üç aşamada gerçekleştiği ve ilk ayrışmanın 27-162°C aralığında olduğu görülmektedir. Bu aşamada gerçekleşen kütle kaybı yaklaşık %2 olup bu durum kapsül yapısındaki suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. İkinci ayrışma 180-586°C aralığında gerçekleşmekte olup bu adımda toplam kütle kaybı yaklaşık %77 olarak belirlenmiştir. Literatür çalışmaları incelendiğinde bu aralıktaki kütle kaybının nedeninin mikrokapsülasyonda kullanılan etken maddenin ortamdan uzaklaşmasından dolayı kaynaklandığı belirlenmiştir. Son kütle kaybının ise 741-1008°C aralığında gözlenmiştir. Bu aralıkta duvar materyalleri parçalanmaya başlamıştır. 1008°C sonunda mikrokapsül kütlelerinin %12 sinin kaldığı gözlenmiştir.

Bu çalışmada optimum koşulların sağlandığı en iyi kapsül oluşumunun gözlemlendiği numunede E vitaminin kapsül içerisindeki oluşumu ve miktarını HPLC analizi ile incelenmiştir. Analiz sonucu ve uygulama verileri aşağıda verilmiştir (Şekil 15; Tablo 1).



Şekil 15. Numune kromatogramı

Tablo 1. HPLC analiz sonucu

	alfa	beta	gama	delta
Numune	13,85	*	2,04	*

Analiz iki defa gerçekleştirilmiştir ve burada ortalama sonuçlar kullanılmıştır. Her iki analizde de E vitaminin alfa tokoferol ve küçük miktarda gama tokoferol formlarında verilere rastlanılmıştır ve bizim için önemli olan, çalışmada kullandığımız, alfa değerleri de her iki analizde de benzer değerler göstermiştir. Sonuç olarak, HPLC analizi ile etken maddenin kapsül içerisindeki varlığı teyit edilmiştir.

4.Sonuç ve Yorum

Bu çalışmada, kozmetik alanında kullanmak amacıyla α -tokoferol içeren mikrokapsüllerin üretilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla α -tokoferol yağı jelatin-arap zankı polimerik duvar malzemesi kullanılarak kompleks koaservasyon yöntemi ile başarıyla mikrokapsüllenmiştir. Deneysel çalışmalar sırasında polimerlerin oranlarının değişimi, yüzey aktif madde miktarı, çapraz bağlayıcı miktarları gibi parametreler değiştirilerek mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Tarayıcı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilen mikrokapsüllerin morfolojik görüntüleri alınmıştır. Ayrıca üretimi yapılan mikrokapsüllerin FT-IR, TGA, HPLC analizleri yapılmıştır. Genel olarak karıştırma karıştırıcı türünün kapsüllenme verimi üzerinde önemli olduğu gözlemlenmiştir. Çalışılan parametreler doğrultusunda E vitaminli mikrokapsül üretimi için en uygun yüzey aktif miktarının (SDS) %0.5, glutaraldehit miktarının 3 mL ve en uygun jelatin / arap zankı oranının 1:1 olduğu belirlenmiştir. SEM görüntüleri ile de mikrokapsüllerin şekillerinin küresel olduğunu ve pürüzsüz düz bir kabuk yapısına sahip olduklarını göstermiştir. En iyi kapsül oluşumunun gözlendiği numunenin FT-IR analizi ile mikrokapsüllerin kimyasal karakterizasyonu, TGA analizi ile termal kararlılıkları ve HPLC analizi ile de E vitaminin kapsül içerisindeki oluşumu ve miktarı belirlenmiştir. Sonuç olarak, kompleks koaservasyon yöntemi ile α -tokoferol içeren mikrokapsül üretiminin başarılı bir şekilde gerçekleştirilebileceği gösterilmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma, Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından 4198-YL2-14 nolu proje ile desteklenmiştir.

Kaynakça

- [1] R. Dubey, T.C. Shami ve Rao K.U Bhasker, “Microencapsulation Technology and Applications” *Microencapsulation Technology and Application. Defence Science Journal*, 59(1), 82-95, 2009.
- [2] N.V. Jyothi, P.M. Prasanna, S.N. Sakarkar, K.S. Prabha, P.S. Ramaiah, P.S. Srawan “Microencapsulation Techniques, Factors Influencing Encapsulation Efficiency” *Journal of Microencapsulation*, 27(3), 187–197, 2010.
- [3] H. Umer, H. Nigam, A.M. Tamboli, M.S. Nainar, “Microencapsulation: Process, Techniques and Applications” *International Journal of Research in Pharmaceutical and Biomedical Sciences*, vol. 2 (2), 474-481, 2011.
- [4] A. Karataş, “Asetaminofenin Koaservasyonu-Faz Ayrışması Yöntemiyle Mikrokapsüllerinin Hazırlanması” Ankara Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 143s, Ankara, 1989.
- [5] E. Genç, “Tekstil Uygulamaları için Fonksiyonel Duvarlı Mikrokapsül Üretimi”, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi,137, Isparta, 2016.
- [6] B. Övez, M. Yüksel “Parfümlerin Çapraz Bağlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları” *Ekoloji Dergisi*, 43(10), 26-29, 2002.
- [7] M. Koç, M. Sakin ve F. Kaymak “Mikroenkapsülasyon ve Gıda Teknolojisinde Kullanımı” Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 16(1), 77-86, 2010.
- [8] S. Alay “Isıl Depolama Özellikli Mikrokapsüller İçeren Akıllı Tekstil Ürünlerinin Geliştirilmesi” Süleyman Demirel Üniversitesi, Doktora Tezi, 203s, Isparta, 2010.
- [9] A. Bozkır, A. Karataş , C.Hasçiçek, , K. Canefe, M. Kılıçarslan, N. Tarımcı, N. Yüksel, N. Gönül, N. Özdemir, T. Baykara, T. Kılınç, Ş.T. Çomoğlu “Farmasötik Teknoloji” Ankara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Yayınları 330s, Ankara.
- [10] K. Kebapçı “Kokulu Mikrokapsüller” Süleyman Demirel Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 55s, Isparta, 2012.
- [11] G. Başal, ve S. Karagönlü, “Medikal Tekstiller için Antimikrobiyel Ajan İçeren Mikrokapsüllerin Hazırlanması” Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 19(4), 174-1782012.
- [12] S. Demirbağ, “Kompleks Koaservasyon Metodu ile Isı Depolama ve Güç tutuşur Özellikli Mikrokapsül Üretimi ve Tekstil Uygulamaları” Süleyman Demirel Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 109, Isparta, 2014.