

RESVERATROL YÜKLÜ SELÜLOZ ASETAT LİFLERİNİN KARAKTERİZASYONU

Fahriye Ceyda Dudak*

Hacettepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Ankara, Türkiye

Geliş / Received: 01.07.2019; Kabul / Accepted: 23.07.2019; Online baskı / Published online: 23.08.2019

Dudak, F. C. (2019). Resveratrol yüklü selüloz asetat liflerinin karakterizasyonu. GIDA (2019) 44 (5): 810-818 doi: 10.15237/gida.GD19098

Dudak, F. C. (2019). Characterization of resveratrol loaded cellulose acetate fibers. GIDA (2019) 44 (5): 810-818 doi: 10.15237/gida.GD19098

ÖZ

Bu çalışmada, selüloz asetat çözeltisinden elektroçirme prosesi ile enkapsülasyon matrisleri üretilmiş ve bu matrislerin resveratrolün enkapsülasyonundaki performansları incelenmiştir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendiğinde, selüloz asetat liflerinin düzgün yüzeyli olduğu ve damlacık içermediği görülmüştür. Resveratrol yüklü liflerin ve yüksüz liflerin ortalama çapları sırasıyla 493 nm ve 478 nm olarak belirlenmiştir. Resveratrolün enkapsülasyon etkinliği %94.5 olarak bulunmuştur. Antioksidan aktivite analizi, depolama sırasında elektroçirilmiş liflere enkapsülasyon ile biyoaktif bileşimin bozunmasının azaldığını ortaya koymuştur. *In vitro* salınım çalışması, 20 saat içerisinde başlangıçtaki resveratrolün %11'inin tampon ortamına salındığını ve sonrasında salınımın durduğunu göstermiştir. Sonuç olarak, elektroçirilmiş selüloz asetat liflerinin resveratrol için etkin enkapsülasyon matrisleri olarak kullanılma potansiyeli olduğu belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Resveratrol, selüloz asetat, elektroçirme, lif, enkapsülasyon

CHARACTERIZATION OF RESVERATROL LOADED CELLULOSE ACETATE FIBERS

ABSTRACT

In this work, encapsulation matrices were fabricated by electrospinning of cellulose acetate solution and their performance for the encapsulation of resveratrol was evaluated. Scanning electron microscopy (SEM) results showed that cellulose acetate fibers were bead-free and smooth. The mean diameters of resveratrol loaded and unloaded fibers were found to be 493 nm and 478 nm, respectively. Encapsulation efficiency of resveratrol was 95%. Antioxidant activity assay confirmed that the encapsulation via electrospun fibers reduced the degradation of bioactive compounds during storage. *In-vitro* release study showed that 11% of the resveratrol in cellulose acetate fibers was released into buffer medium within 20 h and after that, the release reached plateau. Therefore, electrospun cellulose acetate fibers are promising to be used as an efficient encapsulating matrices for resveratrol.

Keywords: Resveratrol, cellulose acetate, electrospinning, fiber, encapsulation

* Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author;

✉ ceyda@hacettepe.edu.tr,

☎ (+90) 312 297 7103

☎ (+90) 312 299 2123

GİRİŞ

Biyoaktif gıda bileşenlerinin bazı hastalıkların önlenmesi veya tedavi edilmesinde etkili olduğu ortaya konmuştur. Bunlar arasında, resveratrol (3,5,4'-trihidroksi-trans-stilben) antioksidan, antikanserojen, antiinflatuar ve antiviral etkilerinden dolayı oldukça ilgi görmektedir (Rauf vd., 2017). Resveratrol yer fıstığı, üzüm, erik ve kırmızı şarap gibi birçok gıdada bulunan doğal bir polifenolik bileşiktir (Penalva vd., 2015). Son yıllarda yapılan çalışmalar sonucunda resveratrolün düşük yoğunluklu lipoprotein (LDL) peroksidasyonunu engellediği, ventriküler aritmiyi azalttığı, kan basıncını düşürdüğü, trombosit agregasyonunu ve çözünür adhezyon moleküllerinin oluşumunu engelleyerek kardiyovasküler hastalıkların önlenmesinde yardımcı olabileceği ortaya konmuştur (Orallo vd., 2002). Buna ek olarak, resveratrolün diyabete karşı koruyucu etkisi ve obezitenin tedavisinde etkili bir rol alabileceği gösterilmiştir (Palsamy ve Subramanian, 2011; Alves vd., 2012; Timmers vd., 2011). Sağlık üzerindeki tüm bu olumlu etkilerin sonucu olarak resveratrolün gıdalara katılması gündeme gelmiştir. Ancak, bu koşullarda düşük çözünürlüğü, kimyasal kararsızlığı ve hızlı metabolize olması nedeniyle resveratrolün *in-vivo* etkinliği azalmaktadır (Ricciello vd., 2018). Bu nedenle, resveratrolün *in-vitro* koşullarda stabilitesinin artırılması ve oral tüketimi sonrasında biyoyararlılığının iyileştirilmesi amacıyla enkapsülasyon sistemlerinin geliştirilmesi önemlidir.

Bu çalışmada, resveratrolün elektroğirme yöntemi ile liflerin içerisine enkapsülasyonu amaçlanmıştır. Elektroğirme yöntemi farklı polimerlerin kullanılabilirdiği, mikrometre ve nanometre ölçekte liflerin üretiminde etkin bir teknik olarak karşımıza çıkmaktadır (Ghorani ve Tucker, 2015). Son yıllarda, bu teknik biyoaktif bileşiklerin liflere enkapsülasyonunda da sıklıkla kullanılmaya başlanmıştır (Aceituno-Medina vd., 2015). Elektroğirilmiş liflerin yüksek yüzey-hacim oranına sahip olması, porlu yapıda olmaları, düşük sıcaklıkta üretimlerinin mümkün olması ve farklı polimer karışımlarının kullanımına imkan tanınması sayesinde her geçen gün kullanım alanı artmaktadır (Aytac vd., 2017). Birçok farklı

biyoaktif bileşikte olduğu gibi, elektroğirme yöntemi resveratrolün enkapsülasyonu için başarılı bir şekilde kullanılmıştır. Resveratrol yüklü polikaprolakton ve polilaktik asit polimerlerinden elde edilen lifler ile resveratrolün kontrollü salınımı gerçekleştirilmiş ve osteoblast üzerine etkileri incelenmiştir (Ricciello vd., 2018). Resveratrol içeren polikaprolakton liflerin periyodontal hastalıkların tedavisinde de kullanılabileceği gösterilmiştir (Zupančić vd., 2015). Başka bir çalışmada, yara pansuman malzemesi olarak kitosan ve polikaprolakton koaksiyel elektroğirilmiş nanolifler ile ferulik asit ve resveratrolün enkapsülasyonu gerçekleştirilmiş ve salınım özellikleri incelenmiştir (Poornima ve Korrapati, 2017). Benzer şekilde, polikaprolakton ve jelatin ile oluşturulan koaksiyel lifler ile resveratrolün lokal salınımı amaçlanmış ve lösemi hücreleri üzerindeki terapötik etkileri araştırılmıştır (Al-Attar ve Madihally, 2018). Ancak yapılan bu çalışmalarda, resveratrol için tasarlanan taşıyıcı sistemler farklı hastalıkların tedavisi için geliştirilmiştir. Taşıyıcı sistemlerin gıdalarda kullanımı söz konusu olduğunda enkapsülasyon materyalinin gıdalarda kullanılabilir ve genellikle güvenilir kabul edilen (generally recognized as safe) sınıfta olması, üretiminin ucuz olması, gıda ürününün görünüşü, yapısı, tadı ve kokusu üzerinde olumsuz etkisi olmaması ve gıdanın depolanması sırasında stabilitesini koruması gibi ek gereksinimlere ihtiyaç duyulmaktadır (Davidov-Pardo ve McClements, 2014). Elektroğirme yöntemi ile enkapsülasyonda sıklıkla kullanılan polimerlerden biri olan selüloz asetat toksik olmaması, yüksek ısı ve mekanik stabiliteye sahip olması, biyoçözünür olması ve kimyasal dirence sahip olması gibi avantajları sayesinde bu gereksinimleri büyük oranda karşılamaktadır (Han vd., 2008). Elektroğirilmiş selüloz asetat lifleri *Acanthos ebracteatus Vahl* ekstraktı, 6-gingerol, kurkumin ve asiaticosid gibi farklı biyoaktif bileşiklerin enkapsülasyonunda başarıyla kullanılmıştır (Vongsetskul vd., 2016; Chantarodsakun vd., 2014; Suwantong vd., 2007; Suwantong vd., 2008).

Bu çalışmada, literatürde ilk defa resveratrol ilave edilmiş selüloz asetat polimeri kullanılarak

elektroegirme yöntemi ile lifler elde edilmiş ve geliştirilen taşıyıcı sistemin biyoaktif bileşik enkapsülasyonu için performansı incelenmiştir. Çalışma kapsamında lifler taramalı elektron mikroskobu (SEM, scanning electron microscope) ve Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR, Fourier transform infrared) spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. Resveratrol yüklü liflerin zamana ve sıcaklığa bağlı antioksidan aktiviteleri 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) analizi ile belirlenmiştir. Ayrıca, tampon çözelti içerisinde elektroegirilmiş liflerden resveratrolün salınımı incelenmiştir.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Selüloz asetat (moleküler ağırlığı ~ 30000 Da), asetik asit (99.8-100%), etanol (saflık, ≥ 99.8%), potasyum fosfat monobazık, sodium fosfat dibazık heptahidrat ve 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA) firmasından temin edilmiştir. Trans-resveratrol (ResVida®) DSM Nutritional Products Ltd. (Kaiseragust, Switzerland) firmasından alınmıştır.

Elektroegirme Prosesi

Elektroegirme prosesi için %15 (a/a) selüloz asetat çözeltisi asetik asit:etanol (8:2, h/h) içerisinde hazırlanmıştır. Resveratrol stok çözeltisi 50 mg/mL derişimde etanol içerisinde hazırlanmış ve polimerin ağırlıkça %1.5'i olacak şekilde çözeltiye ilave edilmiştir.

Elektroegirme prosesi yüksek voltaj güç kaynağına ve dönen kollektöre sahip Electrospinning ESM 1100 (Solvay A.Ş., Ankara, Türkiye) cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Resveratrol içermeyen ve resveratrol yüklü selüloz asetat çözeltileri 21G başlıklı plastik şırıngalara yüklenmiş ve şırıngalar dijital kontrollü şırınga pompasına (New Era NE-1000, Scientific Instrument Services, Ringoes, NJ, ABD) yerleştirilmiştir. Çözeltiler 35 kV potansiyelde, uç-kollektör mesafesi 10 cm olacak şekilde, 3 mL/saat akış hızında beslenmiştir. Yüklü ve yüksüz lifler aynı işlem parametreleri ile üretilmiştir.

Elektroegirilmiş liflerin karakterizasyonu

Resveratrol, selüloz asetat lifleri ve resveratrol yüklü selüloz asetat liflerinin kimyasal yapısı tekli elmas kristal ve triglisin sülfat dedektöre sahip Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektroskopisi (Thermo Nicolet IS50, Thermo Fisher Scientific Co., Waltham, MA, ABD) ile analiz edilmiştir. Ölçümler için 4000-400 cm⁻¹ dalga sayısı aralığında, 4 cm⁻¹ çözünürlükte 32 taramanın ortalaması alınarak kızılötesi spektrumları elde edilmiştir.

Elektroegirilmiş liflerin morfolojileri ve çapları emisyon taramalı electron mikroskobu (ESEM) (FEI-Quanta 200 FEG, Thermo Fisher Scientific Co., Waltham, MA, ABD) ile belirlenmiştir. Bunun için örnekler püskürtmeli kaplama cihazı (Precision Etching and Coating System (PECS) 682, Gatan Inc., Pleasanton, CA, USA) kullanılarak ince altın-paladyum tabakası ile kaplanmıştır. Örneklerin ESEM görüntüleri 5000x yakınlaştırma ile elde edilmiştir. Ortalama lif çapları ve çap histogramları ImageJ yazılımı (NIH, Maryland, ABD) ile hesaplanmıştır.

Enkapsülasyon etkinliği

Liflerin enkapsülasyon etkinliğinin belirlenmesi için resveratrol yüklü liflerden 1 mg alınarak 5 mL 0.05 M fosfat tampon çözeltisi (pH 7.4) ile karıştırılmış ve oda sıcaklığında 30 saniye boyunca karıştırılmıştır. Daha sonra çözeltiler 10000 xg'de 5 dakika santrifüjlenmiş ve supernatantın absorbans değeri 310 nm dalgaboyunda Agilent 8453 UV-Visible spektrofotometresi (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, ABD) ile ölçülmüştür. Supernatanta geçen resveratrol miktarı standart kalibrasyon eğrisinden bulunmuştur. Enkapsülasyon etkinliği (%EE) Eşitlik 1'e göre hesaplanmıştır:

$$\%EE = \left[\frac{\text{Teorik toplam resveratrol konsantrasyonu} - \text{enkapsüle olmayan resveratrol konsantrasyonu}}{\text{teorik toplam resveratrol konsantrasyonu}} \right] \times 100 \quad (1)$$

Resveratrolün salınımının incelenmesi

Resveratrol yüklü selüloz asetat liflerden alınan 10 mg, 500 µL 0.05 M fosfat tampon çözeltisi (pH 7.4) içerisine alınmış ve oda sıcaklığında orbital karıştırıcıda inkübe edilmiştir. İnkübasyon

başlangıcından itibaren 1., 2., 4., 8., 16., 20., 22., ve 24. saatlerde tampon çözeltiden örnek alınarak 310 nm dalgaboyunda spektrofotometre ile salınan resveratrol miktarı belirlenmiştir.

Antioksidan aktivite

Örneklerde antioksidan aktivite analizi DPPH analizi ile gerçekleştirilmiştir (Serpen vd., 2007). Resveratrol yüklü lifler 4°C ve 25°C olmak üzere iki farklı sıcaklıkta depolanmış ve belirli zaman aralıklarından liflerden 10 mg alınarak 100 µL asetik asit içerisinde çözünmesi sağlanmıştır. Elde edilen bu çözeltiye 10 mL DPPH çözeltisi ilave edilmiş ve 1 saat boyunca orbital çalkalayıcıda karıştırılmıştır. İnkübasyon sonunda çözeltiler 10000 ×g'de 5 dakika santrifüj edilmiş ve supernatantların absorpsiyon değerleri 310 nm dalgaboyunda spektrofotometre ile ölçülmüştür. Negatif kontrol olarak resveratrol yüklenmemiş liflere de aynı işlem uygulanmıştır. Enkapsüle resveratrol ile karşılaştırmak amacıyla serbest resveratrolün antioksidan aktivitesi de incelenmiştir. Örneklere ait antioksidan aktivite Eşitlik 2'ye göre hesaplanmıştır. Eşitlikte $A_{kontrol}$ lif içermeyen DPPH çözeltisinin absorpsiyon değerini, $A_{örnek}$ ise lif içeren reaksiyon ortamının absorpsiyon değerini ifade etmektedir.

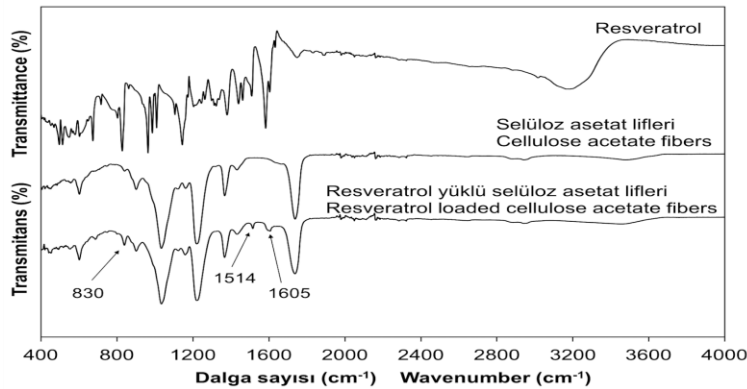
$$\% \text{ antioksidan aktivite} = [(A_{kontrol} - A_{örnek}) / A_{kontrol}] \times 100 \quad (2)$$

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Elektroergilmiş liflerin karakterizasyonu

Resveratrolün, yüksüz selüloz asetat liflerinin ve resveratrol yüklü liflerin ATR-FTIR spektrumları

Şekil 1'de görülmektedir. Selüloz asetat spektrumunda C=O esnemesi ile ilgili 1735 cm⁻¹ ve C-H eğilmesi ile ilgili 1366 cm⁻¹ dalga sayısında karakteristik pikler görülmektedir. Bunun yanında, 1214 cm⁻¹ ve 1030 cm⁻¹ dalga sayısında görülen pikler ise C-O esnemesi ile ilişkilendirilmektedir (Keun vd., 2004). Resveratrole ait karakteristik parmak izi bölgesi 600 ile 1630 cm⁻¹ arasında görülmektedir. Resveratrolün spektrumunda 1605 cm⁻¹, 1583 cm⁻¹ ve 1380 cm⁻¹ dalga sayısında görülen pikler sırasıyla, C-C aromatik çift bağ esnemesi, C-C olefinik esnemesi ve C-C esnemesiyle ilişkilendirilmekte ve 964 cm⁻¹ dalga sayısında görülen pik ise resveratrolün trans formundan kaynaklanmaktadır (Kumpugdee-Vollrath vd., 2012). Resveratrol yüklü selüloz asetat liflerine ait spektrum yüksüz liflere ait spektrumla büyük oranda benzerlik göstermekle birlikte, yüksüz liflerden farklı olarak 1605 cm⁻¹, 1514 cm⁻¹ ve 830 cm⁻¹ dalga sayısında görülen pikler resveratrol varlığını işaret etmektedir. Resveratrol içeren liflere ait spektrumda yeni oluşan bir pik veya pik dalga sayılarında önemli bir kayma görülmemesi resveratrolün selüloz asetat içerisinde sadece fiziksel olarak tutunduğunu düşündürmektedir. Resveratrol ve polimer arasında herhangi bir kimyasal bağın oluşmamasının, biyoaktif bileşiğin salınımını kolaylaştıracağı ve tüketim sonrasında da aktivitesinde önemli bir değişikliğe yol açmayarak biyoyararlılığını arttırabileceği düşünülmektedir.

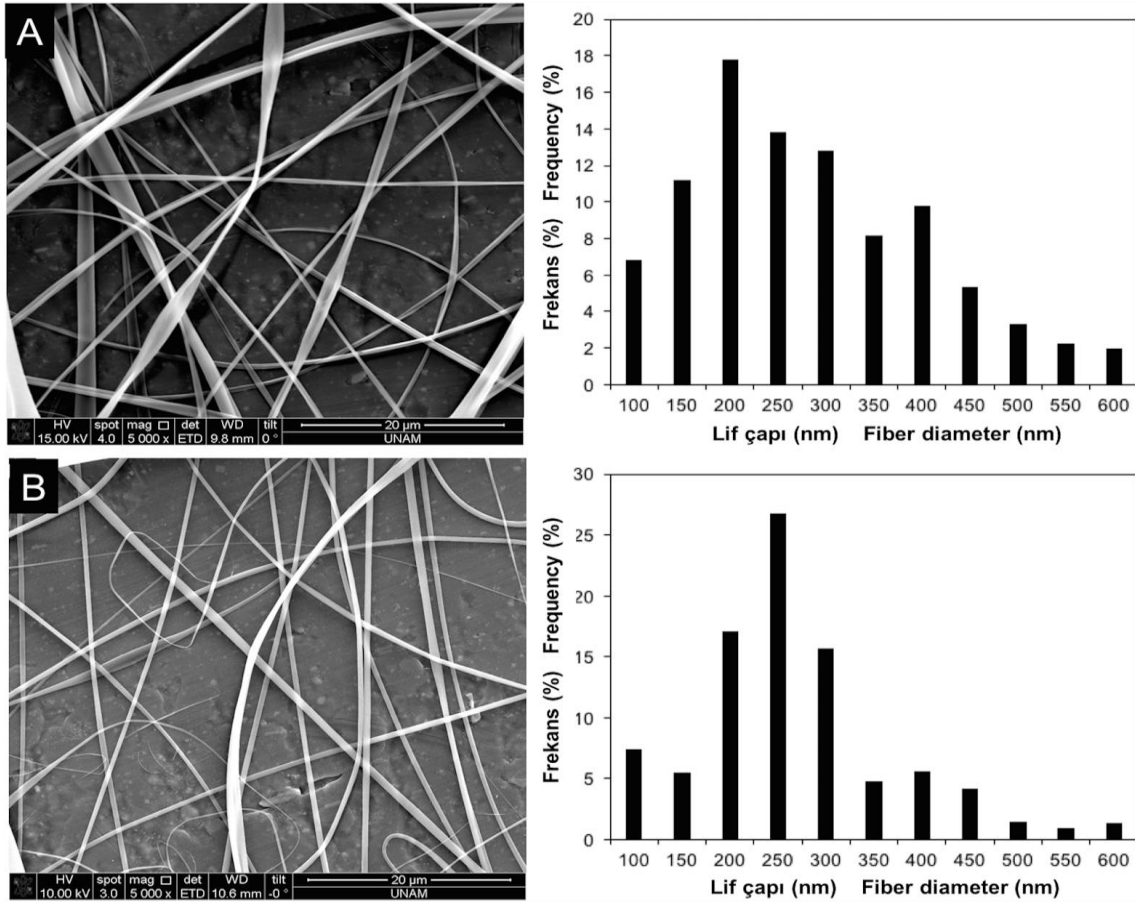


Şekil 1. Resveratrole, selüloz asetat liflerine ve resveratrol yüklü selüloz asetat liflerine ait ATR-FTIR spektrumları

Figure 1. ATR-FTIR spectra of resveratrol, cellulose acetate fibers and resveratrol loaded cellulose acetate fibers

Resveratrol yüklü ve yüksüz selüloz asetat liflerinin morfolojileri ESEM ile incelenmiştir. Liflere ait temsili ESEM görüntüleri ve çap histogramları Şekil 2'de verilmiştir. Elde edilen tüm liflerin düzgün yüzeyli olması ve damla içermemesi elektroğirme prosesinin başarılı bir

şekilde gerçekleştirildiğini göstermiştir. Yüklü ve yüksüz liflerin ortalama çapları sırasıyla, 493 nm ve 478 nm olarak bulunmuş ve resveratrol ilavesiyle lif çaplarında önemli bir değişim saptanmamıştır.



Şekil 2. Resveratrol içermeyen (A) ve resveratrol yüklü (B) selüloz asetat liflerine ait ESEM görüntüleri ve çap histogramları

Figure 2. ESEM images and diameter histograms of unloaded (A) and resveratrol loaded (B) cellulose acetate fibers

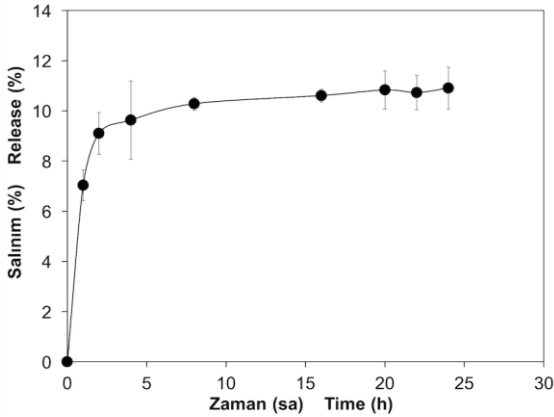
Elektroğrılmış liflerin enkapsülasyon etkinliği ve resveratrolün salınımı

Elektroğrılmış selüloz asetat liflerinin resveratrol için enkapsülasyon etkinliğinin belirlenmesi amacıyla lifler tampon çözelti içerisine alınmış ve liflere yüklenen resveratrol miktarından tampon çözeltisine geçen resveratrol miktarının çıkarılması ile enkapsülasyon miktarı belirlenmiştir. Polimer ağırlığının %1.5'i kadar yüklenen resveratrol için enkapsülasyon etkinliği 94.5 ± 0.6 olarak bulunmuştur. Elde edilen

yüksek enkapsülasyon etkinliğinin selüloz asetatın tampon çözeltisindeki düşük çözünürlüğünden kaynaklandığı düşünülmektedir (Jyothi vd., 2010).

Tampon çözelti içerisinde liflerden salınan resveratrol miktarı 310 nm dalgaboyunda absorbans ölçümü ile belirlenmiştir. Selüloz asetat liflerinden resveratrolün salınım profili Şekil 3'te gösterilmektedir. Resveratrol başlangıçta çok hızlı bir salınım göstermiş ve 1 saat sonunda liflerdeki resveratrolün %7'si salınmıştır. Başlangıçtaki bu

ani salınımın lif yapılarının yüzeyinde yer alan veya yüzeye yakın moleküllerin hızlı bir şekilde çözeltiye geçmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Başlangıçtaki ani salınım sonrasında resveratrol kademeli bir salınım göstermiş, 20. saatten sonra salınan miktar sabit değere ulaşmıştır. 36 saatin sonunda liflere yüklenen resveratrolün %11'i salınmıştır. Selüloz asetat liflerinin sulu çözeltilerdeki düşük çözünürlüğü ve porsuz bir yapıya sahip olması, bu liflere yüklenen bileşiklerin kısmi salınımına neden olmaktadır (Yan vd., 2014). Bu durum kontrollü salınım sistemleri için tasarlanan liflerde büyük bir sorun olarak karşılanırken, gıdalara katılacak olan biyoaktif bileşiklerin enkapsülasyonu için önemli bir avantaj sağlamaktadır. Böylece gıdaların depolama süresi boyunca bileşiklerin korunması sağlanabilmektedir. Ancak bu durumda enkapsülasyon sisteminin tüketim sonrasında sindirim sistemindeki salınım özellikleri büyük önem kazanmakta ve sindirim sonrasında da bileşiğin tamamen salınmaması olumsuz bir durum olarak değerlendirilmektedir (Kiatyongchai vd., 2014). Bu nedenle, sulu ortamdaki salınım özellikleri incelendiğinde, selüloz asetat lifleri resveratrolün enkapsülasyonu için umut vadetse de, sindirim sistemindeki salınım özellikleri de mutlaka incelenmelidir.



Şekil 3. Selüloz asetat liflerinden resveratrolün salınım profili

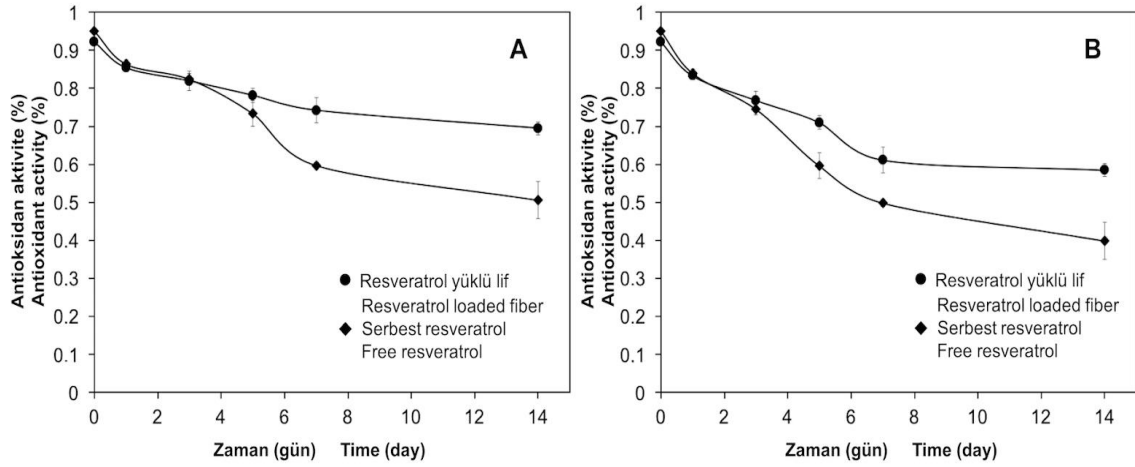
Figure 3. Release profile of resveratrol from cellulose acetate fibers

Antioksidan aktivite

Serbest resveratrol, resveratrol yüklü lifler ve yüksüz lifler iki farklı sıcaklıkta (4°C ve 25°C) 14 gün boyunca depolanmış ve belli zaman

aralıklarında antioksidan aktiviteleri DPPH analizi ile belirlenmiştir (Şekil 4). Resveratrol içermeyen selüloz asetat lifleri antioksidan aktivite göstermemişlerdir. Depolamanın başlangıcında serbest resveratrolün ve resveratrol yüklü liflerin benzer antioksidan aktivite göstermeleri resveratrolün antioksidan özelliklerinin elektroçirme prosesinden etkilenmediğini ortaya koymuştur. Depolama sıcaklığının 4°C olduğu durumda (Şekil 4a), ilk 3 gün boyunca serbest resveratrolün ve resveratrol yüklü liflerin antioksidan aktivitelerinde benzer düşüş görülmüştür. Sonrasında, serbest resveratrolün antioksidan aktivitesinde hızlı bir düşüş gözlenirken enkapsüle resveratrolün antioksidan aktivitesinde daha yavaş bir azalış meydana gelmiştir. Depolama süresinin sonunda, serbest resveratrol antioksidan aktivitesi %51'e düşerken, resveratrol yüklü liflerin aktivitesi %70'e düşmüştür. Depolama sıcaklığının 25°C olduğu durumda da benzer bir eğilim görülmüş (Şekil 4b) ve depolama süresinin sonunda, serbest resveratrol antioksidan aktivitesi %40 ve resveratrol yüklü liflerin aktivitesi %59 olarak belirlenmiştir.

Son yıllarda elektroçirme prosesi farklı biyoaktif bileşiklerin liflere enkapsülasyonu amacıyla sıkça kullanılmaya başlanmıştır. Bu çalışmada, elektroçirme ile antioksidan aktiviteye sahip resveratrolün düzgün ve tekdüze selüloz asetat liflere enkapsülasyonu gerçekleştirilmiştir. Resveratrolün liflerden salınım özellikleri incelendiğinde ise bileşiğin salınımının 20 saatten sonra durduğu ve başlangıçta yüklenen resveratrolün %89'unun lif içinde kaldığı görülmüştür. Son olarak, üretilen liflerin resveratrolün enkapsülasyonu için kullanılabilirliğini ortaya koymak için iki farklı sıcaklıkta depolama esnasındaki antioksidan aktivitedeki değişim incelenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde serbest resveratrolle kıyaslandığında, elektroçirilmiş lifler ile enkapsülasyonun resveratrolün antioksidan kapasitesini arttırdığı görülmüştür. Çalışmanın sonucunda, üretilen selüloz asetat liflerinin gıda endüstrisinde antioksidan maddelerin enkapsülasyonunda etkin bir şekilde kullanılabileceği ortaya konmuştur.



Şekil 4. Serbest resveratrol ve resveratrol yüklü selüloz asetat liflerinin 4°C (A) ve 25°C'de (B) depolama sırasındaki antioksidan aktiviteleri

Figure 4. Antioxidant activity of free resveratrol and resveratrol loaded cellulose acetate fibers during the storage at 4°C (A) and 25°C (B)

KAYNAKLAR

Aceituno-Medina, M., Mendoza, S., Lagaron, J.M., Lopez-Rubio, A. (2015). Photoprotection of folic acid upon encapsulation in food-grade amaranth (*Amaranthus hypochondriacus* L.) protein isolate-Pullulan electrospun fibers. *Lebensm-Wiss Technol* 62: 970-975, doi: 10.1016/j.lwt.2015.02.025.

Al-Attar, T., Madihally, S.V. (2018). Influence of controlled release of resveratrol from electrospun fibers in combination with siRNA on leukemia cells. *Eur J Pharm Sci* 123: 173-183, doi: 10.1016/j.ejps.2018.07.043.

Alves, N.E.G., Valdés, S.T., Silveira, C.M.M., Martino, H.S.D.D., Milagro, F.I., Moreno-Aliaga, M.J., Ribeiro, S.M.R. (2012). Studies on mechanistic role of natural bioactive compounds in the management of obesity an overview. *Open Nutraceuticals J* 5: 193-206, doi: <http://dx.doi.org/10.2174/1876396001205010193>.

Aytac, Z., Yildiz, Z.I., Kayaci-Senirmak, F., Tekinay, T., Uyar, T. (2017). Electrospinning of cyclodextrin/linalool-inclusion complex nanofibers: Fast-dissolving nanofibrous web with prolonged release and antibacterial activity. *Food Chem* 231: 192-201, doi: 10.1016/j.foodchem.2017.03.113

Chantarodsakun, T., Vongsetskul, T., Jangpatrapongsa, K., Tuchinda, P., Uamsiri, S., Bamrungrachoen, C., Kumkate, S., Opaprakasit, P., Tangboriboonrat, P. (2014). [6]-Gingerol-loaded cellulose acetate electrospun fibers as a topical carrier for controlled release. *Polym Bull* 71: 3163-3176, doi: 10.1007/s00289-014-1243-x.

Davidov-Pardo, G., McClements, D.J. (2014). Resveratrol encapsulation: Designing delivery systems to overcome solubility, stability and bioavailability issues. *Trends Food Sci Tech* 38: 88e103, 10.1016/j.tifs.2014.05.003.

Ghorani, B., Tucker, N. (2015). Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology. *Food Hydrocoll* 51: 227-240, doi: 10.1016/j.foodhyd.2015.05.024

Han, S.O., Youk, J.H., Min, K.D., Kang, Y.O., Park, W.H. (2008). Electrospinning of cellulose acetate nanofibers using a mixed solvent of acetic acid/water: Effects of solvent composition on the fiber diameter. *Mater Lett* 62: 759-762, doi: 10.1016/j.matlet.2007.06.059

Jyothi, N.V., Prasanna, P.M., Sakarkar, S.N., Prabha, K.S., Ramaiah, P.S., Srawan, G.Y. (2010). Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. *J*

- Microencapsul* 27: 187-197, doi: 10.3109/02652040903131301
- Keun, S.W., Ho, Y.J., Seung, L.T., Ho, P.W. (2004). Electrospinning of ultrafine cellulose acetate fibers: Studies of a new solvent system and deacetylation of ultrafine cellulose acetate fibers. *J Polym Sci Pol Phys* 42: 5-11, doi: 10.1002/polb.10668.
- Kiatyongchai, T., Wongsasulak, S., Yoovidhya, T. (2014). Coaxial Electrospinning and Release Characteristics of Cellulose Acetate–Gelatin Blend Encapsulating a Model Drug. *J Appl Polym Sci* 131: 40167, doi: 10.1002/app.40167
- Kumpugdee-Vollrath, M., Ibold, Y., Sriamornsak, P. (2012). Solid state characterization of trans resveratrol complexes with different cyclodextrins. *JAAASP* 1(2): 125–136.
- Orallo, F., Alvarez, E., Camina, M., Leiro, J. M., Gomez, E., Fernandez, P. (2002). The possible implication of trans-Resveratrol in the cardioprotective effects of long-term moderate wine consumption. *Mol Pharmacol* 61: 294–302, doi: 10.1111/j.1749-6632.2010.05843.x
- Palsamy, P., Subramanian, S. (2011). Resveratrol protects diabetic kidney by attenuating hyperglycemia-mediated oxidative stress and renal inflammatory cytokines via Nrf2–Keap1 signaling. *Biochim Biophys Acta* 1812: 719–731, doi: 10.1016/j.bbadis.2011.03.008.
- Penalva, R., Esparza, I., Larraneta, E., González-Navarro, C.J., Gamazo, C., Irache, J.M. (2015). Zein-based nanoparticles improve the oral bioavailability of resveratrol and its anti-inflammatory effects in a mouse model of endotoxic shock. *J Agric Food Chem* 63: 5603–5611, doi: 10.1021/jf505694e.
- Poornima, B., Korrapati, P.S. (2017). Fabrication of chitosan-polycaprolactone composite nanofibrous scaffold for simultaneous delivery of ferulic acid and resveratrol. *Carbohydr Polym* 157: 1741-1749, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.11.056.
- Rauf, A., Imran, M., Suleria, H.A.R., Ahmad, B., Peters, D.G., Mubarak, M.S. (2017). A comprehensive review of the health perspectives of resveratrol. *Food Funct* 8: 4284–4305, doi:10.1039/c7fo01300k.
- Riccitiello, F., De Luise, A., Conte, R., D'Aniello, S., Vittoria, V., Di Salle, A., Calarco, A., Peluso, G. (2018). Effect of resveratrol release kinetic from electrospun nanofibers on osteoblast and osteoclast differentiation. *Eur Polym J* 99: 289-297, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2017.12.035
- Serpen, A., Capuano, E., Fogliano, V., Gökmen, V. (2007). A New Procedure To Measure the Antioxidant Activity of Insoluble Food Components. *J Agric Food Chem* 55: 7676-7681, doi: 10.1021/jf071291z
- Suwantong, O., Opanasopit, P., Ruktanonchai, U., Supaphol, P. (2007). Electrospun cellulose acetate fiber mats containing curcumin and release characteristic of the herbal substance. *Polymer* 48: 7546-7557, doi: 10.1016/j.polymer.2007.11.019
- Suwantong, O., Ruktanonchai, U., Supaphol, P. (2008). Electrospun cellulose acetate fiber mats containing asiaticoside or Centella asiatica crude extract and the release characteristics of asiaticoside. *Polymer* 49: 4239-4247, doi: 10.1016/j.polymer.2008.07.020.
- Timmers, S., Konings, E., Bilet, L., Houtkooper, R.H., van de Weijer, T., Goossens, G.H., Hoeks, J., van der Krieken, S., Ryu, D., Kersten, S., Moonen-Kornips, E., Hesselink, M.K., Kunz, I., SchrauwenHinderling, V.B., Blaak, E.E., Auwerx, J., Schrauwen, P. (2011). Calorie restriction-like effects of 30 days of resveratrol supplementation on energy metabolism and metabolic profile in obese humans. *Cell Metab* 14: 612–622, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cmet.2011.10.002>.
- Vongsetskul, T., Phurayar, P., Chutimasakul, T., Tuchinda, P., Uamsiri, S., Kumkate, S., Pearngam, P., Jitpibull, J., Samphaongern, C., Tangboriboonrat, P. (2016). Acanthus ebracteatus Vahl. extract-loaded cellulose acetate ultrafine fibers as a topical carrier for controlled-release applications. *Polym Bull* 73: 3319-3331, doi: 10.1007/s00289-016-1658-7

Yan, J., White, K., Yu, D.G., Zhao, X.Y. (2014). Sustained-release multiple-component cellulose acetate nanofibers fabricated using a modified coaxial electrospinning process. *J Mater Sci* 49: 538–547, doi: 10.1007/s10853-013-7733-7.

Zupančič, Š., Baumgartner, S., Lavrič, Z., Petelin, M., Kristl, J. (2015). Local delivery of resveratrol using polycaprolactone nanofibers for treatment of periodontal disease. *J Drug Deliv Sci Tec* 30: 408–416, doi: 10.1016/j.jddst.2015.07.009.