

**AKILLI TEKSTİL ÜRÜNLERDE KULLANILMAK ÜZERE HALFETİ GÜL
(*R. ODORATA 'LOUIS IV'*) YAĞI İÇEREN MİKROKAPSÜLLERİN
GELİŞTİRİLMESİ**

HALFATI ROSE FOR USE IN SMART TEXTILE PRODUCTS

*DEVELOPMENT OF MICROCAPSULES CONTAINING (*R. ODORATA 'LOUIS IV'*) OIL*

Rahan GÜL

Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, rahan.47gul@gmail.com,
<https://orcid.org/0009-0000-6546-7902>

Yayın Tarihi: 28.03.2024

ÖZ

Mikroenkapsülasyon, aktif maddelerin etrafını bir ya da birden çok kaplama maddesi ile sarılmasını sağlayan teknolojidir. Günümüzde daha çok katı ve sıvı yağlar, esanslar, aromalar, vitaminler mikroenkapsüle edilmektedir. Mikroenkapsülasyon teknolojisinin gıda, ilaç, tarım, tekstil, kozmetik gibi endüstrilerde kullanımı artmaktadır. Kozmetik ürünlerde kullanılan gül yağı, şeffaf bir renge sahip antioksidan, antiseptik, mikrop kırıcı olmakla birlikte cilt lekelerini temizler. Halfeti gülü, Şanlıurfa civarında doğal yayılış gösteren Liliaceae familyasına (karagül) ait anatomik özellikteki *Scilla mesopotamica speta* ve *Asphodeline damascena* subsp. *gigantea* taksonları endemik, *Tulipa aleppensis* ise Suriyede yetişen endemik olmayan nadir türlerdir. Son yıllarda yapılan araştırmalar sonucu ise Liliaceae familyası (karagül) popülasyonunda bir hayli azalma olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma kapsamında da karagül yağının önemi ve kullanım alanları araştırılarak karagülün korunma altına alınması ve üretimine ağırlık verilmesi gerektiği vurgulanacaktır. Siyahi güllerin yetişme ortamları ve yayılış alanları gözlemlendiğinde; habitatu, ışık şiddeti, yıllık güneşli gün sayısı ve sıcaklığın fazla olduğu ortamlar olduğu görülür. Çiçek rengi sıcaklık ve ışıklanma arttıkça çiçek rengi siyaha; ışıklanma süresi ve sıcaklık azaldıkça vişne rengine ve kırmızıya dönüşmektedir. Adaptasyon başarısı, renk düzeni ve koku üretme kabiliyeti diğer güllerden daha yüksektir. Bundan dolayı siyahi güllerin ekolojik özelliklerini tam anlamıyla karşılayan Güneydoğu Anadolu bölgesidir. Ayrıca halfeti gülünün sadece Türkiye’de yetişiyor olması ticari açıdan ülkemize büyük kazanç sağladığı görülmektedir. Ancak gül yağı diğer uçucu yağlardan farklı olarak 20°C’nin altında katılaşmaya başlar, 16°C’nin altında ise tamamen katılaşır ve kristalleşir. Hidrokarbon grubu bileşenlerin (parafinler ve stearoptenler) oranının artmasıyla gül yağı oda sıcaklığında bile katılaşmaya başlar ve karakteristik kokusunu kaybeder. Bu nedenle yapılacak proje çalışmasında gül yağının mikroenkapsülasyon yöntemi ile korunması ve dayanıklı hale getirilmesi amaçlanmıştır.

Mikroenkapsülasyon yönteminde kaplama malzemesi olarak kozmetikte sıklıkla kullanılan, biyoyumluğu yüksek, toksik olmayan, alerjik reaksiyonlar göstermeyen, karbonhidrat esaslı bir polimer olan jelatin kullanılacaktır. Dış kaplama malzemesi; mikrokapsüllerin morfolojik ve yapısal özelliklerini ve buna bağlı işlevsel performanslarını önemli ölçüde etkilemektedir. Bu nedenle gül yağının mikroenkapsülasyonunda jelatin ile yapılan kaplamanın yeterli olamayacağından, ikinci bir kaplama malzemesi olarak kolaylıkla elde edilebilmesi ve ayrıca biyobozunur, biyoyumlu, antibakteriyel doğal bir polimer olması nedeniyle sodyum aljinat tercih edilmiştir. Proje çalışmasında ilk olarak farklı jelatin/sodyum aljinat oranlarında gül yağının içeren mikrokapsüller sentezlenecektir.

Sentezlenen mikrokapsüllerin morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve yapısal analizleri için Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA-TG) kullanılacaktır. Ayrıca, sentezlenen mikrokapsüllerin antibakteriyellik testleri için Gram negatif bakteri *Escherichia coli* (*E. Coli*) ve Gram pozitif bakteri *Staphylococcus aureus* (*S. Aureus*) kullanılacak olup, sodyum aljinat ve jelatinin gül yağı enkapsülasyonu için antimikrobiyal etki gösterip göstermediği ortaya konacaktır. Proje kapsamında üretilecek gül yağını içeren jelatin ve sodyum aljinat mikrokapsüllerin; kozmetik ve tekstil sektöründe önemli kullanım alanları bulması amaçlanmıştır. Ayrıca, ülkemiz için ticari bir önemi olan gül yağının yeni kullanım alanlarının oluşturulmasının ülke ekonomisine katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Anahtar kelimeler: Mikrokapsülasyon, jelatin, sodyum aljinat, kozmetik, kontrollü salınım

ABSTRACT

Microencapsulation is a technology that supplying the coatings of the active materials around them with more than one number of the coating substances. Nowadays most useful are fats, the oils essential oils, aromatics and the vitamins are encapsulated. There is increase in microencapsulation of the food, the medicals, the cultivars, the textiles and in the cosmetic industry. The rose oil utilised at cosmetics products has a transparent color, it is antioxidant, antiseptic and antibacterial, although it can remove the skin spots, too. The rose of the Halfeti, was spread naturally next to Şanlıurfa, anatomical properties are from Liliaceae family like *Scilla mesopotamica* and *Asphodeline damascena* subsp. *gigantea* taxonomical is endemic species, *Tulipa aleppensis* is harvesting in Syria, this last is nonendemic rare occurring species. There is seen that researcher shows the meaningful decrease of the Liliaceae family (black rose) population. At its study and their scope were investigated the importance and beneficence fields of the black rose, there will recommend the safety and the increase of production. When it is observing the harvesting mediums and the spreading fields of the black roses; the habitat, the light brightness, the annual sunny days number and the medium temperature must be higher. When temperature and light are arise the color of the rose turn to the black; contrary the color changes to the sour cherry and to the red color. This rose has more higher adaptation success, color order and odor production capability than other roses. Because last reasons the Southeast Anatolian region can supply all ecological properties of black roses. Another word Halfeti rose grows only in Turkey this is great profit economical opportunity for our country. But the rose oil is different from other roses oils and become to solidification under 20 °C below 16 °C is full solidified and crystalline. When we are increasing of the hydrocarbons ratios (paraffines and sterolens) the rose oil become to be harder ever at the room temperature and lost their characteristic odor. For this reason, in this work microencapsulation method can supply protection and durability of the oil.

For microencapsulation purpose here will benefit from frequently utilised at cosmetic, biocompatible, the nontoxic and nonallergical protein based polymer is gelatine. Outer coating material can effecting on important degree the morphological and structural properties of the microencapsulation. For that reason microencapsulation of the rose oil performed with gelatine and the second coating material are chosen biodegradable, biocompatible and antibacterial natural polymer like sodium alginate was preferred. The project studies there will synthesise rose oil containing microcapsules due to different gelatine/sodium alginate ratios. For determination of morphology of the synthesized

microcapsulation there useful Scanning Electron Microscop(SEM) and for structural studies have of use the FTIR and Differential Thermal Analysis (DTA-TG) method, other than for impore the antibacterial effects of mikrocapsules the tests for Gram(-) *Escherichia coli*(*E.Coli*) and Gram(+) bacterium is *Staphylococcus aureus* (*S. Aureus*) will be treated; there will obderving and will insights, for sodium alginate and gelatine coated microcapsules antimicrobial effects. There is purpose to research the possibility for benefication of the gelatine and sodium alginate coated and rose oil containing microcapsules. Again there is aim to research newest areas for utilisation of the cummercial important rose oil for our chontry.

Key Words: Microcapsulation, gelatine, sodium alginate, cosmetic, controlled release.

GİRİŞ

Gül, gülgiller familyasından, güzel görünümlü bir bitkidir. Yıllardır evlerde, bahçelerin en güzel yerlerinde yetiştirilmiş, güzel görünümlü ve genellikle hoş kokulu çiçek çeşitlerindedir. Geçmişten günümüze kadar sadece süs ve estetik amaçlı değil, aynı zamanda ekonomik, dini, sosyal, sağlık ve kültürel anlamda hayatımızda büyük önem taşıyan güller en gözde bitkilerin başında gelmektedir. Dünyada 150-200 arasında doğal türü olduğu düşünülen dikenli ve odunsu bitkilerdir. Gülün anavatanı Anadolu, İran ve Çin topraklarıdır fakat bu coğrafi bölgeler dışında da birçok yerde yetiştirilmektedir. Türkiye’de Trakya’da da bol miktarda gül bulunur. Ancak gül denince akla gelen ilk şehir Isparta’dır (Özçelik ve Orhan, 2014).

Ülkemizde yaklaşık olarak 25 kadar gül türünün doğal olarak yetiştiği bilinmektedir. Geçmişten beridir çiçeklerin sultanı olarak kabul edilen güllerin günümüzde doğal türlerinin dışında 45000’i aşan türü ve melezleri bulunmaktadır. Bu türler genelde ticari marka isimleri ile adlandırılmakta ve bunların çok az bir kısmı ülkemizde bilinmekte ve kullanılmaktadır (Özçelik ve Orhan, 2014).

Türkiye dünyadaki en büyük gül yağı üreticisidir ve uçucu yağ üretiminin büyük bir kısmını gül yağının oluşturduğu bilinmektedir.

Gül çiçeği üretiminde, dünyada lider konumdaki Isparta yöresinde 2017 yılında yaklaşık 30 bin dekarda üretilen gül çiçeğinden elde edilen gül yağı ve gül konkretinin (katı gül yağı) neredeyse tamamı ihraç edilmiştir. Isparta gülünün Türkiye ekonomisine katkısının yıllık 40 milyon euro olduğu bilinmektedir (Web-1). **Yapılacak bu proje çalışması sonucunda gül yağının mikroenkapsülasyonu ile yeni kullanım alanları oluşturulmuş olunacaktır. Bu nedenle yapılacak proje çalışması sonucu elde edilecek mikrokapsüllerin ticarileştirilmesinin ülke ekonomisine katkı sağlayacağı düşünülmektedir.**

Gül bitkisi yapısında; geraniol, rodino, citronel, pektin ve nikotinamid gibi maddeleri içermektedir. Ayrıca yapılan arařtırmalar sonucunda, gln ieriğinde yksek miktarlarda protein, karbonhidrat, omega-3 ve omega-6 yaę asidi, zellikle indirgenmiř fruktoz ve glikoz bulunduęu gzlemlenmiřtir. Bunların dıřında bitkinin; myrcene, C vitamini, kaempferol, kuarsen, tanin maddesi ve organik asitler ierdięi bilinmektedir. Yapılan alıřmalar, fenolik yapıların rosaceae ailesine ila zellięi kazandırdıęı belirlenmiřtir. Bu fenolik zellik; anoksidan, serbest yok edici, anti kanser, anti-inflanmatuar, anti-mutagenik ve antideprasan gibi birok farmolojik aktiflięe sahiptir (Apaydın Demir, 2017).

Bu farmakolojik zellięi nedeniyle gl yaęı ieren mikrokapsllerin kozmetik ve tekstil rnlerinde geniř kullanım olanaęı bulacaęı dřnlmektedir.

“Siyahi gl” siyah ve siyaha yakın iek renkleri olan gllerin grup adını ifade eder (Grsel 1). “Siyahi Gller” gllerin efendisi olarak bilinir. Bu řu řekilde aıklanabilir; siyah renk tm renklerin bileřiminden oluřur, aıldıķa dięer renkler ortaya ıkar. Gllerde her rengin bir anlamı vardır; genel olarak mutluluk simgesidir, ařk, huzur ve gzelliktir. Ama siyah renk genel olarak hzn ve asaleti temsil eder. Siyahi Yediveren gller Trkiye’nin eski bahe gllerindedir. Trkiye’de en ok dikkat eken ve tercih edilen gl grubudur (zelik, zgke, nal, Korkmaz, 2012). “Karagl, siyah gl” denince akla ilk gelen Halfeti ilesidir. “Karagl /Siyah Gl” Halfeti’nin semboldr ve yrede ok eski zamanlardan bu yana yetiřtirilmektedir. Bu gller Halfeti ilesi ile adeta zdeřleřmiřtir. Siyah gl grubu Gneydoęu Anadolu blgesi iin bir coęrafi iřaret deęerindedir (zelik ve Orhan, 2014). Halfeti gl “Louis XIV” adıyla Avrupa’da tescil ettirilerek ticarileřtirilmiřtir (Baytop, 2001).



Grsel 1. Siyah gl

Türkiye'deki yerel, kokulu, siyahi yediveren güller genellikle R. odorata; az miktarda da R. borboniana ve R.chinensis türlerine aittir. Genotip sayısı 16-20 civarındadır. Bunlardan 5'i; Bursa (Kestel), Isparta (Atabey) ve Şanlıurfa'da (Halfeti) bulunur ve ticari önemi yüksek, yerel genotiplerdir. Siyahi güllerin yetiştirme ortamları ve yayılış alanları gözlemlendiğinde; habitatu, ışık şiddeti, yıllık güneşli gün sayısı ve sıcaklığın fazla olduğu ortamlar olduğu görülür. Çiçek rengi sıcaklık ve ışıklanma arttıkça çiçek rengi siyaha; ışıklanma süresi ve sıcaklık azaldıkça vişne rengine ve kırmızıya dönüşmektedir. Bu nedenle uzun gün bitkileri olarak kabul edilir. Siyahi güllerin ekolojik özelliklerini tam anlamıyla karşılayan Güneydoğu Anadolu bölgesidir. Bunu Akdeniz ve Ege bölgeleri takip eder. Yayılış alanlarına ve ekolojik özellikleri açısından bakıldığında siyahi güllerin gen merkezi Güneydoğu Anadolu bölgesi ve çevresi olarak kabul edilebilir (Özçelik, 2018). Siyah gül dünya üzerinde sadece Türkiye'de Şanlıurfa'nın Halfeti ilçesi üzerinde yetişen bir gül türüdür. Bölgede bulunan mikro klima iklimi sayesinde sadece burada yetişmektedir (Görsel 2).



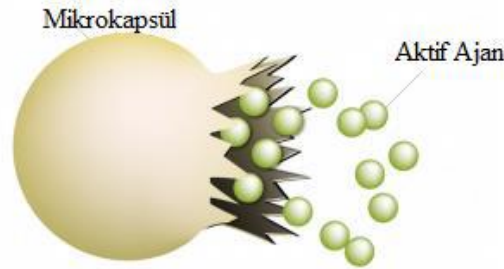
Görsel 2. Halfeti gülü

Siyahi güllerin R. odorata ve kısmen de R. borboniana türlerine ait genotiplerine bakıldığında, bu güllerde ışıklanma ve ısının etkisinin az olduğu belirlenmiştir. **Adaptasyon başarısı, renk düzeni ve koku üretme kabiliyeti diğer güllerden daha yüksektir.** Bu özelliklerin genetik yapıdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Güllerin adaptasyonda en güçlü grubu olarak tanımlanabilir. Bundan dolayı bu iki tür (eski bahçe gülleri), diğer güllerin ataları sayılabilir (Özçelik, 2018). Siyah gül (kara gül) yağı günümüzde el ve vücut kremlerinde, parfümlerde, kolonyalarda ve araç kokusu gibi kozmetik ürünlerde kullanılmaktadır (Görsel 3) (Sisley Black Rose Precious Face Dry Oil, 2018; Karagül, 2018).



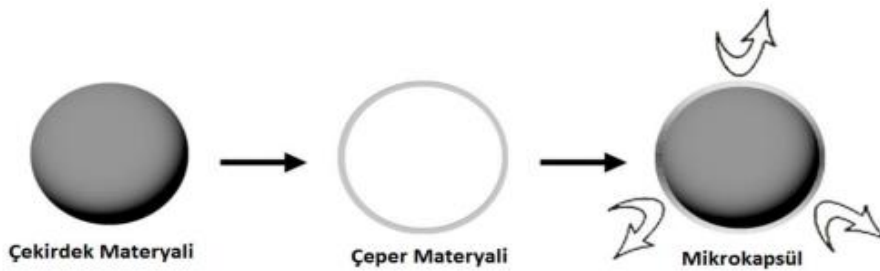
Görsel 3. Siyah gül yağı içeren ticari ürün (Sisley Black Rose Precious Face Dry Oil)

Mikrokapsülasyon; sıvı, katı ve gaz formdaki partiküllerin bir film içerisinde ya da polimer bir çeper ile mikro boyutta kapsül şeklinde muhafaza edilmesidir (Şekil 1).



Şekil 1. Mikrokapsül yapısı (Eyüpoğlu ve Kut, 2016)

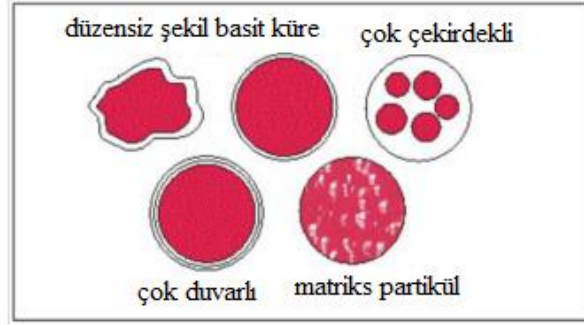
Mikrokapsülasyon tekniği, çevre şartlarından kolaylıkla etkilenen vitaminler, doymamış yağ asitleri, uçucu özellikte yağ, mineraller, enzimler, parfüm gibi maddelerin muhafaza edilmesinde kullanılır. Mikrokapsülde yer alan madde ve maddeler dolgu, çekirdek, iç faz olarak adlandırılırken dış kısımda yer alan duvar ise, kaplama, duvar ve çeper materyali olarak adlandırılır (Şekil 2) (Güngör, Zungur, Koç ve Kaymak-Ertekin, 2011).



Şekil 2. Mikrokapsül yapısı

Mikrokapsüllerin morfolojisi temel olarak çekirdek maddeye ve kapsülasyon işlemine bağlı olarak değişir. Küre şeklinde veya düzensiz oluşabilirler, tek veya çok çekirdekli yapıda bulunabilirler (Şekil 3). Tek çekirdekli mikrokapsülde çekirdek materyali

ceper tarafından sürekli bir şekilde sarılmaktadır. Çok çekirdeklide ise çekirdek materyali mikrokapsül içinde farklı yerlerde toplanmış çevresi kabuk materyali tarafından sarılmıştır (Eyüpoğlu ve Kut, 2016).



Şekil 3. Mikrokapsül yapıları (Eyüpoğlu ve Kut, 2016)

Mikrokapsülasyon tekniği ile çekirdek madde zararlı çevre ve reaktiviteden korunması, raf ömrünün artması, tehlikeli ve toksin materyallerin güvenli bir şekilde taşınabilmesi, tat ve kokuların gizlenebilmesi, sıvı maddelerin katı halde taşınabilmesi ve kontrollü salınımın yapılabilmesi sağlamaktadır (Eyüpoğlu ve Kut, 2016). Mikrokapsülasyon aşağıdaki amaçlar için yapılabilmektedir:

- Sıvıların kolay taşınmasını sağlamak için katı hale getirmek
- Uçucu maddelerin buharlaşma kaybını önlemek
- İstenmeyen tat ve kokuyu gizlemek
- Atmosfer koşullarından korumak
- Stabilitayı arttırmak
- Etki süresini uzatmak
- Kontrollü salım yapan sistemler hazırlamaktır.

Yapılacak bu proje çalışması ile mikrokapsülasyon yöntemi kullanılarak gül yağının daha düzenli salınımını sağlayıp daha uzun süreli kalıcı koku oluşturmasını sağlanacaktır.

Başlangıçta sınırlı sayıda kullanım alanı olan mikrokapsülasyon kavramı, son yıllarda gerek ilaç ve kozmetik endüstrisinde gerekse gıda, boya sanayi ve tekstil endüstrisi gibi daha birçok alanda kullanılmaktadır.

Mikrokapsüller ilaç endüstrisinde çeşitli dozajlar şeklinde kullanılabilirler: tozlar, sert jelâtin kapsüller, sıvı oral süspansiyonlar, sert veya çiğneme tabletleri, merhemler, kremler, losyonlar, plâsterler, supazituarlar ve uzun etkili preparatlar.

Kozmetik endüstrisindeki kullanım alanları arasında şampuanlar, kremler, sabunlar, deodorantlar, rujlar, tırnak cilasını çıkarmak için kullanılan preparatlar, depilatuarlar, saç boyamak ve kıvırmak için kullanılan preparatlar, makyaj çıkarıcılar ve köpüklü banyo yağları vardır.

Tekstil endüstrisinde mikrokapsül uygulamaları 1900'larda başlamıştır. Tekstil alanında uygulamalar günümüzde özellikle tuşe ve kalıcı kokular üzerine yoğunlaşmış ayrıca, haşere kovucular, boyar maddeler, vitaminler, antimikrobiyel malzemeler, faz değiştiren malzemeler, hormonlar, antibiyotikler ve çeşitli ilaç uygulamaları üzerinde de çalışılmaktadır.

Mikrokapsüllerin diğer uygulama alanları arasında tıp, veterinerlik, tarım, besin endüstrisi, yapıştırıcı madde endüstrisi, fotoğraf endüstrisi, baskı ile kayıt işlemleri, roket yakıtları, boya ve kauçuk sanayi yer almaktadır (Gönülşen, 2013).

Mikrokapsülasyon üretiminde birçok kimyasal ve mekanik yöntem kullanılmaktadır (Çizelge 1). Bunlar arasından püskürtmeli kurutma yöntemi en çok kullanılan mikrokapsülasyon yöntemidir (Eyüpoğlu ve Kut, 2016).

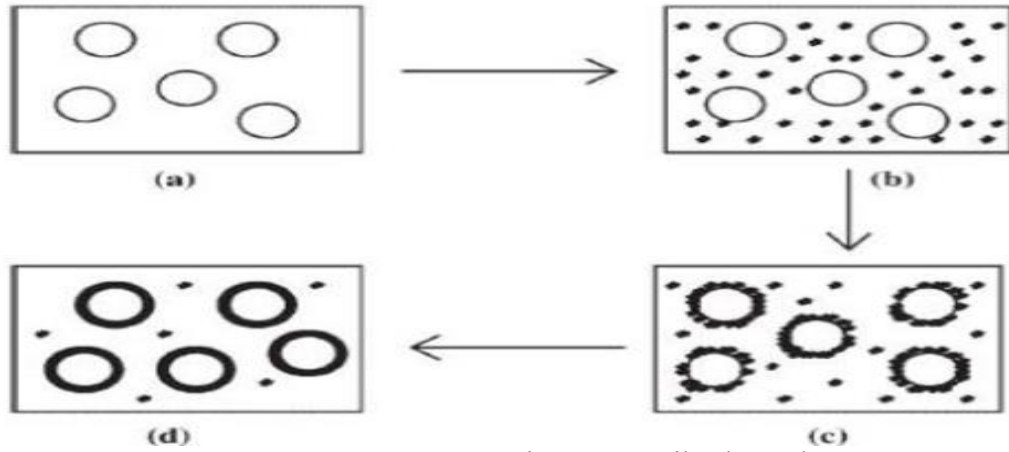
Çizelge 1. Mikrokapsülasyon üretim yöntemleri

| Kimyasal Yöntemler | Mekanik Yöntemler |
|-----------------------------|-------------------------------|
| Ara Yüzey Polimerizasyonu | Püskürterek Kurutma Yöntemi |
| İn-situ Polimerizasyonu | Santrifüj Yöntemi |
| Kompleks Koaservasyon | Rotasyonel Süspansiyon Ayırma |
| Basit Koaservasyon | Akışkan Yatak Yöntemi |
| Süperkritik Akışkan Yöntemi | Elektrostatik Yöntem |
| | Soğutarak Kurutma |
| | Sıcak Eriyik Yöntemi |

Püskürterek Kurutma: Bu yöntem suyun uzaklaştırılması için kullanılan bir mühendislik uygulamasıdır. Püskürterek kurutma yöntemiyle su miktarının ve su aktivitesinin azaltılması ile ürünlerin mikrobiyolojik stabilitelerinin sağlanması, kimyasal ve/veya mikrobiyolojik bozulmaların önlenmesi, depolama ve taşıma maliyetlerinin azaltılması ve ürünlerin spesifik özelliklerinin korunması sağlanmaktadır.

Faz Ayrımı (Koaservasyon) Yöntemi: Koaservasyon, sıcaklık değişmesi, non-solvent ya da tuz eklenmesi, polimer-polimer etkileşimi sonucu oluşmaktadır.

a) Basit Koaservasyon: Sıcaklık, pH, çözücü (alkol) ve tuz uygun oranlarda kullanıldığında, herhangi bir sulu polimer çözeltisi basit koaservasyona uğrar. İşlem 4 adımda oluşur.



Şekil 4. Koaservasyon Yöntemine Göre Mikrokapülasyon

1. kabuk polimer çözeltisi içerisinde çekirdek materyalin dispersiyonu
2. çözeltiden koaservasyonun ayrılması
3. çekirdek materyalinin koaservat mikrodamları tarafından kaplanması
4. koaservatın çekirdek malzeme etrafında kabuk oluşturacak halde çökmesi (Ghosh, 2006).

b) Kompleks Koaservasyon: Genellikle pH'a ve koloit yüklerinin nötralizasyonuna bağlı olarak gerçekleşir. Farklı yükte iki koloit kullanılmaktadır. Bu etkileşme pH ve sıcaklık değişmesiyle olmaktadır. Nötral pH'daki jelatin ve sodyum aljinatın birlikte kullanımı bu yöntemde iyi bir örnektir (Gökmen, Palamutoğlu ve Sarıçoban, 2012).

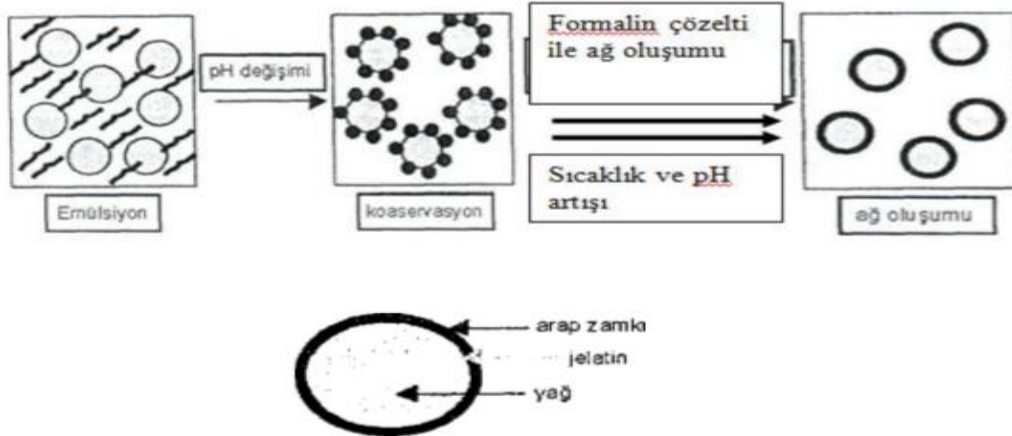
Bu yöntemde mikrokapülasyonun aşamaları;

1. Hidrofilik koloit çözeltisinin hazırlanması,
2. Koaservasyon oluşturulması için gereken zıt yüklü ikinci hidrofilik koloit çözeltisinin eklenmesi,
3. Çekirdeğin bileşen etrafında toplanması,
4. Jel haline gelen duvar madde çapraz bağlayıcılar ile sertleştirilmesidir (Eyüpoğlu ve Kut, 2016).

Yapılması planlanan bu proje çalışmasında gül yağı içeren mikrokapsüllerin sentezinde kompleks koaservasyon yöntemi tercih edilmiştir. Diğer mikrokapsülasyon yöntemleri de Çizelge 2’de özetlenmiştir.

Çizelge 2. Bazı mikrokapsülasyon teknikleri ve süreçleri

| Mikroenkapsülasyon Tekniği | Önemli Aşamaları |
|----------------------------|---|
| Püskürtmeyle Kurutma | 1- Dispersiyon Hazırlama |
| | 2- Dispersiyon Homojenleştirme |
| | 3- Besleyici Dağılım Atomizasyonu |
| | 4- Atomize Parçacık Dehidrasyonu |
| Lipozom Sıkışması | 1- Mikroakışkanlaştırma |
| | 2- Ultrasonifikasyon |
| | 3- Ters Fazlı Buharlaştırma |
| Liyofilizasyon | 1- Çekirdeğin Bir Kaplama Çözeltisi İçinde Karıştırılması |
| | 2- Karışımın Dondurularak Kurutulması |
| Püskürtme-Soğutma | 1- Dispersiyon Hazırlama |
| | 2- Dispersiyon Homojenleştirme |
| | 3- Besleyici Dağılım Atomizasyonu |
| Akışkan Yataklı Kaplama | 1- Kaplama Çözeltisinin Hazırlanması |
| | 2- Çekirdek Parçacıklarının Akışkanlaştırılması |
| | 3- Çekirdek Parçacıklarının Kaplanması |



Şekil 5. Koaservasyon Yönteminin Prensipleri (Madene, Jacquot, Scher ve Desorbry, 2006).

Mikroenkapsülasyon yönteminde kaplama malzemesinin aşağıdaki özellikleri taşıması beklenmektedir:

- Yüksek derişimler de yapısal özellikleri iyi olmalı ve kapsülleme işleminde kolay işlenmeli,

- Çekirdek madde ile kaplama işlemi ve depolama sırasında çekirdek madde özelliğini bozacak şekilde reaksiyon oluşturmamalı,
- Çekirdek materyalini kaplayabilmeli,
- İstenilen çözücü de çözünebilmelidir (Güngör, Zungur, Koç ve Kaymak-Ertekin, 2011).

Bu özellikler dikkate alındığında gül yağının mikroenkapsülasyonu için jelatin ve sodyum aljinatın uygun kaplama materyali olacağı düşünülmüştür.

Jelatin; hem tek başına hem de kombinasyon halinde diğer bileşikler ile mikroenkapsülleme için kullanılabilir. Biyouyumluluğu yüksek, toksik olmayan karbonhidrat esaslı doğal bir polimerdir. Jelleştirici, kıvam artırıcı, emülsifiye edici, köpük önleyici ve film oluşturucu olarak kullanılmakta ayrıca kozmetik endüstrisinde krem ve losyonlarda koruyucu katman oluşturduğu bilinmektedir. Jelatin esansiyel yağlar, vitaminler gibi bileşiklerin mikroenkapsülasyonuna uygun bir çeper maddesidir. **Bu nedenle gül yağının enkapsülasyonunda jelatin kullanılacaktır** (Boran, 2012; Altun ve Özcan, 2013).

İkinci çeper maddesi olarak kullanılacak aljinat katyonik özelliğe sahip, hücre kapsülasyonunda yaygın olarak kullanılan doğal polimerlerdir. Aljinat mikrokapsülasyon sonrası tekrar şişebilme özelliğine sahip oldukları için kontrollü salım sistemleri olarak görev yapabilirler. Sodyum aljinat kolay uygulanabilirliği, toksik olmayışı, aljinatın boncuklarının asidik ortama karşı duyarlılığı, biyolojik uyumluluğu, adsorplama kapasitesi, doğal antibakteriyal aktiviteleri ve düşük maliyeti nedeniyle tercih edilmektedir (Girgin, 2016).

Akıllı tekstiller, fonksiyonel nitelikleri ile sadece sağlık, savunma, güvenlik, iletişim vb. alanlar olmak üzere birçok alanda kullanılabilirlerinin yanı sıra estetik ve görsel etkilerin de yaratılabildiği ürünlerdir. Bilimsel ve teknolojik gelişmelerin, tekstil alanında gerçekleştirilebilmesi uzak gibi görünen birçok projeyi hayata geçirebilecek potansiyele sahip olduğu söylenebilir. Bu kapsamda, daha önce denenmemiş uygulamalar sayesinde katma değeri yüksek tekstil ürünleri elde etmek amacıyla yapılan araştırmalar giderek artmaktadır. Yeni ve modern bakış açıları ile tasarlanan tekstil ürünlerinin daha fazla önem kazanarak kullanımlarının artması, yaşantımızın ve beklentilerimizin de değişime girdiğinin bir göstergesidir (İşmal ve Yüksel, 2016). **Dolayısıyla bu proje kapsamında sentezlenecek gül yağı mikroenkapsülasyonunun ileri teknolojiler ile**

üretmiş gelecek vaat eden tekstil ürünlerinin günlük moda akımları içerisinde daha çok yer bulacağı öngörülebilir.

Kozmetik tekstil; insan vücudunun büyük bir kısmını kaplayan deriye, belirli zamanlarla bir madde veya çözelti salımı yaparak parfüm etkisi yaratma, koruma, vücut kokularını giderme gibi özelliklere sahip tekstil ürünleridir (Yılmaz ve Öndoğan, 2014). Tekstil üründen kontrollü salınım gibi etki istendiğinde, mikroenkapsülasyon tekstil ürüne bitim aşamasında uygulanan rakipsiz bir yöntemdir. Son yıllarda yapılan çalışmalarda da; vitaminleri içeren polimerik mikrokapsüllerin tekstil ürünlerine yeni özellikler kazandırdığı görülmüştür (Erikci ve Kalaoğlu, 2011). **Bu proje kapsamında sentezlenecek gül yağı içeren mikrokapsüllerin tekstil sektörünün dışında sağlık ve kozmetik sektöründe de kullanılabilir özelliklere sahip olması beklenmektedir.**

Esansiyel yağlar; bitkinin çeşitli kısımlarından elde edilen uçucu ve aromatik bileşiklerdir. Günümüzde yaklaşık 3000 adet esansiyel yağın 300 tanesi ilaç, gıda, kozmetik ve parfüm endüstrisinde kullanılmaktadır (Başyigit, Hayoğlu ve Atasoy, 2017). **Bu proje kapsamında geliştirilecek mikroenkapsülasyon yönteminin, diğer esansiyel yağların mikroenkapsülasyonu için de kullanılabilir özellikte bir yöntem olacağı düşünülmektedir.**

PROJEDE KULLANILAN YÖNTEM VE METODLAR

Proje kapsamında yapılacak çalışmalarda kullanılacak kimyasallar ve kullanım amacı Çizelge 3’de verilmiştir.

Çizelge 3. Deneysel çalışmalarda kullanılacak kimyasal malzemeler

| Kimyasal İsmi | Kullanım Amacı |
|------------------|--|
| Sodyum aljinat | Mikroenkapsülasyonda kaplama malzemesi |
| Jelatin | Mikroenkapsülasyonda kaplama malzemesi |
| Gül yağı | Mikroenkapsülasyonda çekirdek malzeme |
| Halfeti gül yağı | Mikroenkapsülasyonda çekirdek malzeme |
| Glutaraldehit | Mikrokapsüllerin çapraz bağlanması |
| Asetik asit | Mikroenkapsülasyonda pH ayarlanması |

Proje kapsamında yapılacak sentez ve analizlerde kullanılacak cihazlar ve kullanım amaçları Çizelge 4’de verilmiştir.

Çizelge 4. Deneysel çalışmalarda kullanılacak cihazlar

| Cihaz Adı/Modeli | Kullanım Amacı |
|---|--|
| Saf Su Cihazı / Nüve, NS 108 | Çözelti hazırlama, yıkama işlemleri |
| Analitik Terazı / Ohaus, PA214C | Kimyasal tartımı |
| Manyetik Karıştırıcı / Heidolph | Çözelti hazırlama, mikrokapsül sentezi |
| pH Metre / Ohaus, Starter 3000 | Mikrokapsül sentezinde çözelti pH’ının ayarlanması |
| Etüv / Jeio Tech, OF-11E | Mikrokapsüllerin kurutulması |
| Buz makinesi / Uğur | Mikrokapsüllerin sentezi |
| Homojenizatör / WiseTis Homogenizer HG-15D | Mikrokapsül sentezi |
| Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)* | Morfolojik karakterizasyon |
| Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)* | Yapısal karakterizasyon |
| Diferansiyel Termal Analiz (DTA-TG)* | Yapısal karakterizasyon |

*Ücretli analiz hizmeti alınacaktır.

Gül Yağı İçeren Jelatin/Sodyum Aljinat Mikrokapsüllerin Sentezi

Gül yağı içeren mikrokapsüllerin sentezinde kompleks koaservasyon yöntemi kullanılacaktır (de Matos, Scopel ve Dettmer, 2018). En iyi kompleks koaservasyon koşullarının tespit edilebilmesi için deneysel çalışmalar Çizelge 5’de verilen jelatin, sodyum aljinat ve gül yağı konsantrasyonlarında gerçekleştirilecektir.

Yapılması planlanan deneysel ön çalışmalarda, ilk olarak Halfeti gül yağının maliyetinin yüksek ayrıca hasat mevsiminin nisan ayı olması nedeniyle Isparta Bölgesinden temin edilen gül yağı kullanılacaktır. Gül yağı içeren jelatin/sodyum aljinat mikrokapsüllerin sentezi için optimum deneysel koşullar belirlenecektir. Çalışmaların ikinci aşamasında ise belirlenen optimum koşullar altında Halfeti gül yağı içeren jelatin/sodyum aljinat mikrokapsülleri sentezlenecektir.

Sentez sırasında ilk olarak Çizelge 5’de verilen oranlarda jelatin çözeltileri hazırlanacak ve hazırlanan 200 mL jelatin çözeltisi içerisine gül yağı eklenecektir. Karışımlar daha sonra homojenizatör ile oda sıcaklığında (25°C) 11,000 rpm’de 15 dakika dispers edilecek ve yağ damlacıklarının sulu faz içerisinde dağılımı sağlanacaktır. Bu işlemden sonra, elde edilen karışım içerisine 50 mL sodyum aljinat çözeltisi (% 2 w/v) ilave edilmesi ile farklı oranlarda jelatin/sodyum aljinat/gül yağı koaservasyonları oluşturulacaktır. pH değeri asetik asit (% 10 v/v) kullanılarak 4,5-5’e ayarlanacaktır. Koaservasyon süresince sistem sıcaklığı buz banyosu kullanılarak 10°C’e düşürülecektir. Oluşan mikrokapsüllerin çapraz bağlanması için glutaraldehit çözeltisi (% 50 w/v) damlatılarak eklenecek ve çözelti manyetik karıştırıcı altında 1000 rpm’de karıştırılarak parçacıkların çapraz bağlanması sağlanacaktır. Son olarak elde edilen mikrokapsüllerin 25°C ve 1500 rpm’de 5 dakika santrifüjleme ile ayrılması sağlanacak ve elde edilen mikrokapsüller 30°C etüvde kurutulacaktır.

Çizelge 5. Mikrokapsül sentezinde kullanılan jelatin, sodyum aljinat ve gül yağı oranları

| Mikrokapsül Numunesi | Jelatin Konsantrasyonu (% w/v) | Sodyum Aljinat Konsantrasyonu (% w/v) | Gül Yağı Konsantrasyonu (% v/v) |
|----------------------|--------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------|
| 3J/2A/10GY | 3 | 2 | 10 |
| 4J/2A/10GY | 4 | 2 | 10 |
| 5J/2A/10GY | 5 | 2 | 10 |
| 6J/2A/10GY | 6 | 2 | 10 |

Çözeltilerin Hazırlanması

- Asetik Asit Çözeltisinin Hazırlanması:** Deiyonize su kullanılarak 100 mL % 10 (h/h)’lik asetik asit çözeltisi hazırlandı.
- 0.1 M NaOH Çözeltisinin Hazırlanması:** Deiyonize su ve 0.4 gr NaOH kullanılarak 100 mL 0.1M’lik NaOH çözeltisi hazırlandı.
- 1 M NaOH Çözeltisinin Hazırlanması:** Deiyonize su ve 4 gr NaOH kullanılarak 100 mL 1M’lik NaOH çözeltisi hazırlandı.
- Jelatin Çözeltisinin Hazırlanması:** Jelatin çözeltisinin hazırlanmasında ısıtıcı manyetik karıştırıcı kullanılmış olup, 900-1000 rpm ve ısıtıcı kapalı halde 250 mL saf su içerisinde 7.5, 10, 12.5, 15 gr jelatin çözündürülerek sırasıyla % 3, % 4, % 5 ve % 6 (a/h)’luk jelatin çözeltileri elde edilmiştir.



Görsel 3. Jelatin çözeltisi hazırlama aşaması.

(e) **Sodyum Aljinat Çözeltisinin Hazırlanması:** Sodyum aljinat çözeltisinin hazırlanmasında ısıtıcı manyetik karıştırıcı kullanılmış olup, 900-1400 rpm ve ısıtıcı kapalı halde 250 mL deiyonize su içerisinde 5 g sodyum aljinat çözündürülerek % 2 (a/h)'lik sodyum aljinat çözeltisi elde edilmiştir.



Görsel 4. Sodyum aljinat çözeltisi.

Gül Yağı İçeren Mikrokapsül Formülasyonu ve Sentezi

Hazırlanan 250 mL %4'lük jelatin çözeltisinden 200 mL alınarak manyetik karıştırıcı üzerindeyken içerisine 3 mL gül yağı yavaş yavaş eklendi. Karışım daha sonra ultrasonikör yardımıyla oda sıcaklığında (25°C) 20 dakika dispers edilerek homojenizasyonu dolayısıyla yağ damlacıklarının sulu faz içerisinde dağılımı sağlandı.



Görsel 5. Ultrasonikör işlemi.

Bu işlemden sonra, elde edilen karışım içerisine 50 mL sodyum aljinat çözeltisi (% 2 w/v) ilave edilmesi ile farklı oranlarda jelatin/sodyum aljinat/gül yağı koaservasyonu elde edildi. pH değeri test ölçüm kâğıdı ile 8 olarak belirlendi ve asetik asit (% 10 v/v) kullanılarak pH metre ile 4,6'ya ayarlandı.



Görsel 6.pH ayarlaması

Koaservasyon süresince sistem sıcaklığı 1 gün önceden hazırlanmış buz banyosu kullanılarak çeker ocakta manyetik karıştırıcı altında 10°C'e düşürüldükten sonra oluşan mikrokapsüllerin çapraz bağlanması için 10 mL glutaraldehit çözeltisi (% 50 w/v) damlatılarak eklendi ve çözelti manyetik karıştırıcı altında 1000 rpm'de karıştırılarak parçacıkların çapraz bağlanması sağlandı.



Görsel 7.Buz banyosu

Son olarak elde edilen mikrokapsüller 6 adet plastik tüpe eşit olarak dağıtıldı. Ardından 25°C ve 1500 rpm'de 5 dakika santrifüjleme ile ayrılması sağlandı. Elde edilen mikrokapsüller 30°C etüvde 9-10 gün kurutuldu.

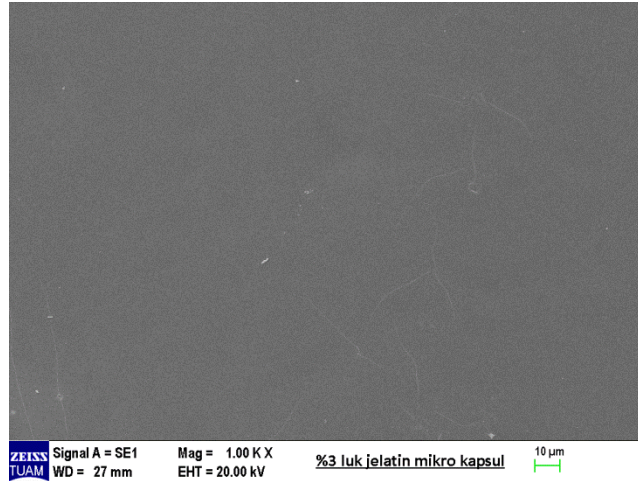


Görsel 8. Santrifüj ve kurutma işlemi

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

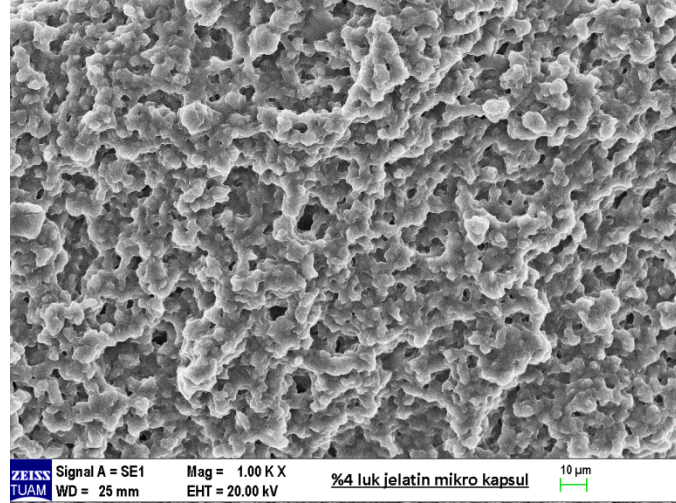
Elde edilen mikrokapsüllerin morfolojileri ve farklı oranlarda jelatin/sodyum aljinat kaplamalarına ait yüzey karakteristikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiştir.

- %3'lük jelatin koaservatında mikrokapsül gözlemlenememiştir. Sebep olarak ya jelatinin molekül yapısından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Yapısı itibariyle de son yıkama işleminde tam olarak jelatinin arındırılmamasından dolayı kapsüller tam olarak ayırlanamamıştır. Ya da 3:2 polimer oranı ile çalışıldığında çözelti fazlasıyla seyreltik kalmıştır. Buda kapsül oluşumunu engellemiştir.



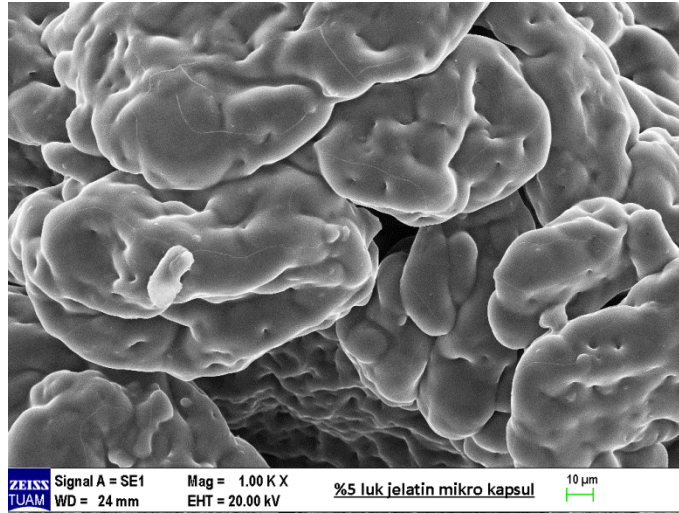
Şekil 6. Polimer oranı 3:2 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü

- %4'lük koaservatında mikrokapsül oluşumu başlamış ancak polimer oranı yetersiz kalmış olabileceğinden SEM fotoğrafları incelendiğinde tam küresel mikrokapsül olmadığından aglomerasyon oluşumu gözlemlenmiştir. Ayrıca %5-%6'luk jelatin koaservatlarına göre polimer miktarı daha az olduğundan mikrokapsül tane boyutu küçük olmuştur.



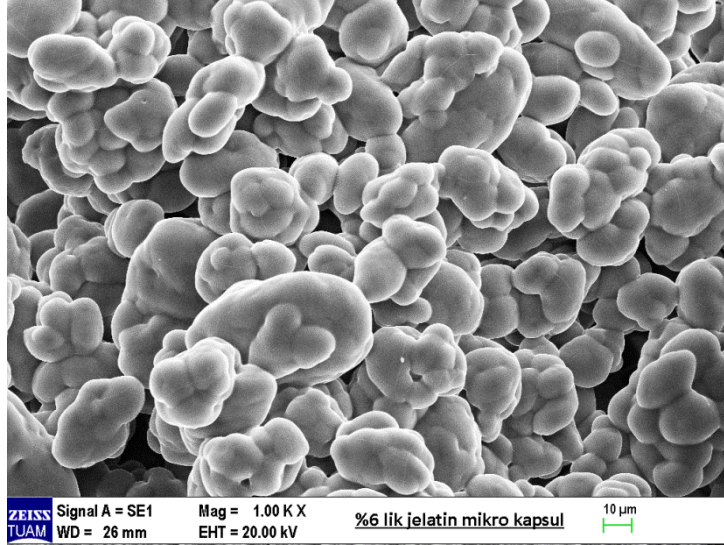
Şekil 7. Polimer oranı 4:2 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü

- %5' lik koaservatında mikrokapsül oluşumu gözlemlenmiştir. Fakat tam simetrik, küresel mikrokapsüller oluşmamıştır.



Şekil 8. Polimer oranı 5:2 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü

- %6' lık koaservatında mikrokapsül oluşumu gözlemlenmiştir. Şekil 9'da SEM fotoğrafları incelendiğinde de %5'lik koaservata göre daha iyi sonuç vermiştir. 6:2 jelatin:sodyum aljinat oranında çalışılmış kapsüllerin şekillerinin en düzgün olduğu ve aglomerasyonun en az olduğu görülmüştür.



Şekil 9. Polimer oranı 6:2 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü

- SEM görüntüleri karşılaştırıldığında en iyi, homojen kapsül oluşumu 6:2 çalışılan polimer oranlarında gözlemlenmiştir (Şekil 9).
- Jelatin miktarı arttıkça daha iyi sonuç elde edildiği saptanmıştır.

Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizleri

FTIR analizi ile sentezlenen mikrokapsüllerin moleküler bağ karakterizasyonu yapılarak, mikrokapsüllerin yapılarındaki fonksiyonel gruplar ve çapraz bağlar belirlenecektir.

Diferansiyel Termal Analiz (DTA-TG)

DTA-TG analizi ile mikrokapsül kütleindeki değişim miktarı, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak kaydedilip, çizilen termogramlar ile istenen sıcaklık aralığındaki % ağırlık kaybından mikrokapsülasyon içeriği hesaplanacaktır. Ayrıca, mikrokapsüllerin ısı karşısında gösterdiği endotermik ve ekzotermik reaksiyonlar tespit edilecektir.

Mikroenkapsülasyon Veriminin Belirlenmesi

Mikroenkapsülleme veriminin belirlenmesi için aşağıdaki eşitlik kullanılacaktır (de Matos, Scopel ve Dettmer, 2018):

$$\% \text{ Mikroenkapsülasyon Verimi} = \frac{W_m}{W_{NS}} \times 100 \quad (1)$$

W_m sentez sırasında elde edilen mikrokapsül miktarını (g), W_{NS} (g) ise sisteme beslenen uçucu olmayan jelatin ve sodyum aljinat miktarını (g) göstermektedir.

Yüzey Yağı Oluşumunun Belirlenmesi

Yapılan mikrokapsül işleminde numunelerin ne kadar yağı kapsüle ettiğinin anlaşılması için yüzeyde kalan yağ miktarı hesaplanmıştır.

- 20 mL petrol eteri ile 1,5 g mikrokapsül numunesi falcon tüp içerisinde 5 dakika boyunca oda sıcaklığında çalkalandı. Karışım fitre kâğıdından süzildükten sonra süzüntü 10 mL petrol eteri ile yıkandı. 70 °C ye kadar ısıtılmış sıcak su banyosunda petrol eteri tamamen buharlaşıp süzüntü sabit tartıma gelene kadar ısıtıldı. Son tartımdan boş beher ağırlığı çıkarılarak yüzey yağ miktarı belirlendi.

$$\text{Yüzey Yağ Miktarı} = (\text{Beher} + \text{Yağ Ağırlığı}) - \text{Boş Beher Ağırlığı} \quad (2)$$

$$\% \text{ Yüzey Yağı} = \frac{\text{Yüzey Yağ Miktarı}}{1,5} \times 100 \quad (3)$$

| Numuneler | Yüzey Yağı Miktarı | % Yüzey Yağı |
|--------------------|--------------------|--------------|
| %3'lük mikrokapsül | 0,0516 g | %3.44 |
| %4'lük mikrokapsül | 0,0011 g | %0.07 |
| %5'lik mikrokapsül | 0,0009 g | %0.06 |
| %6'lık mikrokapsül | 0,0005 g | %0.03 |

Çizelge 6. Mikrokapsüllerdeki yüzey yağı oluşum verileri

Yapılan SEM analiz sonuçlarından da anlaşılacağı üzere yüzey yağı miktarı %6'kıl numunede daha az olduğu görülmektedir. Buda %6'lık numunede mikrokapsül oluşumunun daha iyi olduğunu gösterir.

SONUÇ

Proje kapsamındaki çalışmalarda; akıllı tekstil ürünlerde kullanılmak üzere Halfeti gül yağı içeren mikrokapsüllerin üretilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla Halfeti gül yağı, jelatin ve sodyum aljinat polimerik kaplama malzemeleri kullanılarak kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllenecektir. Jelatin/sodyum aljinat oranının; mikrokapsüllerin morfolojik ve yapısal özellikleri ile mikroenkapsülasyon verimi üzerine etkisi incelenecektir. Proje kapsamında elde edilecek Halfeti gül yağı içeren mikrokapsüller tekstil sektöründe kullanımına yönelik olduğundan antimikrobiyel özellikleri belirlenecektir.

Bu proje kapsamında geliştirilecek makrokapsüller; tekstil sektörünün yanı sıra sağlık ve kozmetik sektörü için de kullanılabilecek özellikte olduğundan büyük önem taşımaktadır.

KAYNAKÇA

- Altun, B. ve Özcan, T. (2013). Süt ürünlerinde probiyotik bakterilerin mikroenkapsülasyonu II: Kaplama materyalleri ve süt ürünlerinde uygulamalar. *Ziraat Fakültesi Dergisi*, 27(2), 105-114.
- Başığit, B., Hayoğlu, İ. ve Atasoy, F. (2017). Kekik esansiyel yağı ve mikroenkapsülasyon uygulamaları. *Batman Üniversitesi Yaşam Bilimleri Dergisi*, 7, 63-70.
- Baytop, T. (2001). *Türkiye’de eski bahçe gülleri*. Ankara: T.C. Kültür Bakanlığı Yayınları.
- Boran, G.(2011). *Gelatin as a food additive: Structure, Characteristics, production, application and quality*. Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van.
- de Matos, E. F., Scopel, B. S., Dettmer, A. (2018). Citronella essential oil microencapsulation by complex coacervation with leather waste gelatin and sodium alginate. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(2), 1989-1994.
- Erikci, T. ve Kalaoğlu, F. (2011). Mikrokapsül uygulanmış kumaşı Chitosan ile kaplamanın mikrokapsüllerin yıkama dayanımı üzerine etkileri. *İTÜDERGİSİ/d*, 9(2), 135-146.
- Eyüpoğlu, Ş. ve Kut, D. (2016). Mikrokapsülasyon teknolojisi ve tekstil sektöründe kullanımı. *İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 29, 09-28.
- Ghosh, S.K. (2006). Functional coatings and microencapsulation: A General Perspective, Functional. *Coatings*, 3-527-31296.
- Girgin, B. (2016). *Melatonin yüklü aljinat/gam arabik kürelerin üretimi ve ilaç salım özelliklerinin araştırılması*. Adnan Menderes Üniversitesi, Aydın.
- Gökmen, S., Palamutoğlu, R. ve Sarıçoban, C. (2012). Gıda endüstrisinde enkapsülasyon uygulamaları. *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 7, 36-50.
- Gönülşen, İ. (2013). *Portakal yağı içeren mikro ve moleküler kapsüllerin salım davranışlarının incelenmesi*. Yüksek lisans tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.

- Güngör, Ö., Zungur, A., Koç, M. ve Kaymak-Ertekin, F. (2011). Mikroenkapsülasyon amaçlı klasik ve ultrasonik yöntemlerle emülsifikasyon: Emülsiyon stabilitesi, reolojik özellikler ve damlacık boyutu. 7. *Gıda Mühendisliği Kongresi*, 24-26 Kasım, Ankara.
- İşmal E. ve Yüksel, E. (2016). Tekstil ve moda tasarımına teknolojik bir yaklaşım: Akıllı ve renk değiştiren tekstiller. *Yedi: Sanat, Tasarım, Bilim Dergisi*, 16, 87-98.
- Karagül, E. (2018). El ve vücut kremi, Elruha Karagül araç kokusu, Elruha Karagül kolonyası. <http://www.el-ruha.com/elruha-karagul-el-vucut-kremi/>
- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J., & Desorbry, S. (2006). Flavour encapsulation and controlled release-a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 41, 1-21.
- Özçelik, H. (2018). Türkiye'nin siyahi yediveren güllerinin tanıtımı. *KSÜ Tarım ve Doğa Dergisi*, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta.
- Özçelik, H., Özgökçe, F., Ünal, M. ve Korkmaz, M. (2012). The diversity centers and ecological characteristics of Rosa L. (Rosaceae) Taxa in Türkiye. *International Research Journal of Plant Science*, 3(10), 230-237.
- Sisley Black Rose Precious Face Dry Oil. (2018). <https://www.sevil.com.tr/sisley-black-rose-precious-face-dry-oil.html>
- Yılmaz, E. ve Öndoğan, Z. (2014). Fonksiyonel tekstillerde yükselen trend kozmetik tekstiller. *XIII. Uluslararası İzmir Tekstil ve Hazır Giyim Sempozyumu*, 2-5 Nisan.
- Web-1. Isparta gülünün Türkiye ekonomisine katkısı yıllık 40 milyon euro! (11.10.2017) <http://www.milliyet.com.tr/isparta-gulunun-turkiye-ekonomi-2535014>