

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**MİKROKAPSÜLASYON VE SOL-JEL TEKNOLOJİLERİ
KULLANILARAK KOKU SALINIMLI VE
ANTİBAKTERİYEL KUMAŞ GELİŞTİRİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İLKER KANDEMİR

DENİZLİ, OCAK - 2020

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



MİKROKAPSÜLASYON VE SOL-JEL TEKNOLOJİLERİ
KULLANILARAK KOKU SALINIMLI VE
ANTİBAKTERİYEL KUMAŞ GELİŞTİRİLMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İLKER KANDEMİR

DENİZLİ, OCAK - 2020

KABUL VE ONAY SAYFASI

İlker KANDEMİR tarafından hazırlanan “**MİKROKAPSÜLASYON VE SOL-JEL TEKNOLOJİLERİ KULLANILARAK KOKU SALINIMLI VE ANTİBAKTERİYEL KUMAŞ GELİŞTİRİLMESİ**” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 15.01.2020 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman

Doç. Dr. Nurhan Onar ÇAMLIBEL
Pamukkale Üniversitesi

.....

Üye

Prof. Dr. Necip ATAR
Pamukkale Üniversitesi

.....

Üye

Prof. Dr. Mustafa ERSÖZ
Selçuk Üniversitesi

.....

Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
..... tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

.....

Prof. Dr. Uğur YÜCEL

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Bu tez çalışması Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından 2019FEBE059 nolu proje ile desteklenmiştir.

Bu tezimin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđini beyan ederim.

İlker KANDEMİR

ÖZET

**MİKROKAPSÜLASYON VE SOL-JEL TEKNOLOJİLERİ
KULLANILARAK KOKU SALINIMLI VE ANTİBAKTERİYEL KUMAŞ
GELİŞTİRİLMESİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
İLKER KANDEMİR
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
(TEZ DANIŞMANI: DOÇ. DR. NURHAN ONAR ÇAMLİBEL)
DENİZLİ, OCAK - 2020**

Bu tez çalışmasında pamuklu kumaşlara mikrokapsülasyon ve sol-jel teknolojileri kullanarak antibakteriyel ve koku salım özelliklerinin kazandırılması amaçlanmıştır. Bu amaç için aloe vera içerikli mikrokapsüller kompleks koaservasyon yöntemi ile üretilmiş, kahve kokulu mikrokapsüller hazır olarak alınmış ve titanyum katkı ve katkısız silika esaslı nanosoller-oluşturarak sol-jel yöntemi ile pamuklu kumaşlara aktarılmıştır. Böylece pamuklu kumaşın antibakteriyel ve koku salım özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Hazırlanan nanosoller ve mikrokapsüller emdirme, kurutma ve fiksaj işlemleri kaplama yöntemiyle kumaşlara apliance edilmiştir. Mikrokapsüllerin karakterizasyonu optik mikroskop, üretim verimi ve yağ içeriği hesabı ile gerçekleştirilmiştir. Kaplanmış kumaşların morfolojik yapılarının belirlenmesi için FTIR-ATR ve SEM-EDS cihazları kullanılarak analizler yapılmıştır. Çalışma yapılan kumaşların antibakteriyel özelliklerini belirlemek için antibakteriyel aktivite analizleri yapılmıştır. Kullanılan mikrokapsüllerin koku salım özelliklerinin belirlenmesi için subjektif koku salım analizleri yapılmıştır. Ayrıca kaplanmış kumaşların fiziksel özelliklerini incelemek için kütleli artış, beyazlık, sarılık, buruşmazlık açısı, aşınma dayanımı ve eğilme uzunlukları incelenmiştir.

ANAHTAR KELİMELELER: Mikrokapsülasyon, sol-jel teknolojisi, antibakteriyel aktivite, nanoteknoloji, koku salım, pamuklu kumaş

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF ODOR-RELATED AND ANTIBACTERIAL FABRICS USING MICROCAPSULATION AND SOL-GEL TECHNOLOGIES

MSC THESIS

İLKER KANDEMİR

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

TEXTILE ENGINEERING

(SUPERVISOR:ASSOC. PROF. DR. NURHAN ONAR CAMLIBEL)

DENİZLİ, JANUARY 2020

In this thesis, it is aimed to give antibacterial activity and odour release properties to cotton fabrics by using microcapsulation and sol-gel technologies. For this purpose, microcapsules containing aloe vera were prepared by complex coacervation process aloe vera and commercial microcapsules containing coffee oil were purchased and silica based nanosols with and without titanium based precursors were prepared and then transfer them to cotton fabrics by sol-gel method. Hence our goal was to improve the antibacterial and odour release properties of cotton fabric. The the cotton fabrics were coated via nanosols containing microcapsules with impregnation, drying and fixing processes. The characteriastion of microencapsules were carried out by optical microscope, production yield, oil content. FTIR-ATR and SEM-EDS analysis were used to determine the morphological structure of the coated fabrics. Antibacterial activity analyzes were performed to determine antibacterial properties of the fabrics. Odour release properties of coated fabrics were determine via the subjective odour release test. In addition, mass increase, whiteness, yellowness, crease resistance, abrasion resistance and bending lengths were examined to examine the physical properties of coated fabrics.

KEYWORDS: Microencapsulation, sol-gel technology, antibacterial activity, nanotechnology, odour release, cotton fabric

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	v
TABLO LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ.....	viii
ÖNSÖZ.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Mikrokapşülasyon Teknolojisi.....	1
1.2 Mikrokapşüller	2
1.2.1 Mikrokapşülasyonun Amaçları.....	3
1.2.2 Mikrokapşüllerin Uygulama Alanları.....	4
1.2.3 Mikrokapşül Üretim Yöntemleri	4
1.2.3.1 Kimyasal Mikrokapşül Üretim Yöntemleri	5
1.2.3.2 Fiziksel Mikrokapşül Üretim Yöntemleri	9
1.3 Uçucu Yağların Mikrokapşülasyonu	12
1.3.1 Uçucu Yağ Maddelerinin Kullanım Alanları.....	12
1.3.2 Mikrokapşüllerin Tekstil Yüzeylerine Aktarılması	13
1.3.3 Lif Çekimi Esnasında Aktarma	13
1.3.4 Bitim İşlemi ile Aktarma	14
1.4 Sol-Jel Yöntemi	16
2. LİTERATÜR ÖZETLERİ	26
3. YÖNTEM 1	36
3.1 Materyal ve Metot.....	36
3.2 Kapşülasyon İşleminde Kullanılan Maddeler	37
3.2.1 Kılıf Oluşturucu Maddeler.....	37
3.2.2 Öz Maddesi	38
3.2.3 Çapraz Bağlayıcı.....	38
3.2.4 Yüzey Aktif Madde	38
3.2.5 Sitrik Asit.....	38
3.2.6 Nanosol Çözeltileri Bileşenleri.....	39
3.2.7 Glisidil Oksipropil Trimetoksisilan (GPTMS)	39
3.2.8 Tetraetil-Orto Silikat (TEOS).....	39
3.2.9 Sülfürik Asit.....	40
3.3 Konvansiyonel Çözelti Bileşenleri	40
3.4 Sol-Jel Yöntemi	40
3.5 Konvansiyonel Çapraz Bağlama Yöntemi.....	41
3.6 Uygulanan Karakterizasyon ve Test Yöntemleri.....	42
3.7 Mikrokapşüllerin Yağ İçeriğinin Hesaplanması	42
3.8 Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Subjektif Değerlendirmesi: ..	42
3.9 Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Yıkama Dayanımının Değerlendirilmesi.....	43
3.10 Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Aşındırma Dayanımının Değerlendirilmesi.....	43
4. BULGULAR 1	44

4.1	Mikrokapsülasyon Karakterizasyonu.....	44
4.2	Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların Karakterizasyonu	46
4.2.1	Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların SEM Analizi	46
4.2.1	Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların Antibakteriyel Aktivite Test Sonuçları	46
4.2.2	Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların Koku Salım Özellikleri	47
5.	YÖNTEM 2	51
5.1	Materyal Metot.....	51
5.2	Değerlendirmede Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri	52
5.2.1	Kütlesel Artış Tespiti	52
5.2.2	pH Ölçümü.....	53
5.2.3	Beyazlık ve Sarılık Değerlerinin Ölçümü.....	53
5.2.4	Buruşmazlık Açısı.....	53
5.2.5	Aşınma Direnci	53
5.2.6	Eğilme Uzunluğu Ölçümü	54
5.2.7	Yıkama Dayanımı Analizi	54
5.2.8	Kantitatif Antibakteriyel Aktivite Analizi	54
5.2.9	FTIR-ATR Analizi.....	55
5.2.10	Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Subjektif Değerlendirmesi.....	55
6.	BULGULAR 2	56
6.1	Kumaşların Kütlesel Artış Değerleri	57
6.2	Kumaşların Beyazlık ve Sarılık İndeksleri	57
6.3	Kumaşların Eğilme Uzunluğu Test Sonuçları	58
6.4	Buruşmazlık Açısı Sonuçları	59
6.5	Aşınma Dayanımı Sonuçları	60
6.6	Antibakteriyellik Analiz Sonuçları	60
6.7	FTIR-ATR Analizi Sonuçları	60
6.8	SEM-EDS Analizi.....	64
6.9	Kumaşların Koku Salım Tespit Analizi.....	69
7.	SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	70
8.	KAYNAKLAR.....	72
9.	ÖZGEÇMİŞ	84

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Mikrokapsül yapıları.....	3
Şekil 1.2: Emülsiyon polimerizasyonu ile kapsülleme işlemi	6
Şekil 1.3: In-situ polimerizasyonu ile kapsülleme işlemi	8
Şekil 1.4: Kompleks koaservasyon yöntemi	11
Şekil 1.5: Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretimi.....	11
Şekil 1.6: Mikrokapsül içerikli akrilik lifleri	14
Şekil 1.7: Emdirme yöntemi ile mikrokapsül aktarımı	15
Şekil 1.8: Sol-jel prosesi aşamaları	17
Şekil 1.9: Sol ve jel oluşumunun şematik gösterimi	17
Şekil 1.10: Sol-jel prosesinde kullanılan katalizörler	19
Şekil 1.11: Sol-jel prosesinin a) asidik ve b) bazik hidroliz reaksiyon adımlarının gösterimi	19
Şekil 1.12: Hidroliz (a) , (b) ve (c) metal alkoksitlerin kondenzasyonu.....	20
Şekil 1.13: Başlatıcı olarak TEOS kullanılarak elde edilen 3 boyutlu ağ oluşumu.	21
Şekil 1.14: Sol-jel yöntemi ile farklı formlarda malzeme üretimi	21
Şekil 1.15: Polimerik jel ve koloidal jel ile farklı formlarda materyaller eldesi.....	22
Şekil 1.16: Çeşitli tekstil yüzeyleri ile başlatıcıların reaksiyonu	23
Şekil 1.17: Nanosollerin farklı yöntemlerle uygulaması; a) kumaş aplikasyon yöntemi ve b) sol-jel işleminin tekstil materyaline aktarılması yöntemi	24
Şekil 1.18: Tekstil materyalleri için sol-jel uygulamaları.....	25
Şekil 1.19: Tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin uygulama olanakları	25
Şekil 3.1: Jelatin toz açık formül.....	37
Şekil 3.2: Arap zıncı açık formül	37
Şekil 3.3: Gluteraldehit kapalı formül.....	38
Şekil 3.4: GPTMS açık formül	39
Şekil 3.5: Teos açık formül	39
Şekil 4.1: Üretilen mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüsü.....	44
Şekil 4.2: Aloe vera ile elde 200-700 nm bölgesinde elde edilen absorpsiyon eğrileri	45
Şekil 4.3: 280 nm’de elde edilen absorpsiyon değerleri için kalibrasyon eğrisi grafığı	45
Şekil 4.4: Mikrokapsüllerin aktarılan kumaşların SEM görüntüleri.....	46
Şekil 4.5: <i>E.coli</i> (a) <i>S. aureus</i> (b) bakterileri için antibakteriyel aktivite testi görüntüleri	47
Şekil 6.1: Beyazlık indeksi analizi	58
Şekil 6.2: Sarılık indeksi analizi	58
Şekil 6.3: Eğilme uzunluğu (yıkamadan önce)	59
Şekil 6.4: Eğilme uzunluğu (yıkamadan sonra)	59
Şekil 6.5: FTIR-ATR grafiği.....	62
Şekil 6.6: FTIR-ATR grafiği 2.....	63

Şekil 6.7: İşlemsiz kumaş ve kaplanmış kumaş örneklerinin 2000x büyütmede SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) T1G1, c) T1G2, d) T2G1 ve e) T2G2.....	65
Şekil 6.8: Kaplanmış kumaş örneklerinin 10 yıkamadan sonra 2000x büyütmede SEM görüntüleri a) T1G1, b) T1G2, c) T2G1 ve d) T2G2.....	66
Şekil 6.9: Kaplanmış kumaş örneklerinin aşındırmadan sonra 1000x büyütmede SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) T1G1, c) T1G2, d) T2G1 ve e) T2G2.....	67
Şekil 6.10: Kumaşların koku salım tespit analizi grafiği	69

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1: Mikrokapsül üretim yöntemleri	5
Tablo 1.2: Kimyasal mikrokapsül üretim yöntemleri	8
Tablo 1.3: Metal alkoksitlerin adlandırılması	18
Tablo 3.1: Mikrokapsül üretim reçetesi	40
Tablo 3.2: Nanosol çözeltilerinin hazırlanmasından kullanılan reçete	41
Tablo 3.3: Sırasıyla işlem basamakları	41
Tablo 3.4: Konvansiyonel yöntem için işlem reçetesi	42
Tablo 4.1: E.coli ve S.aureus bakterisi için antibakteriyel aktivite sonuçları ...	47
Tablo 4.2: Sol-jel yöntemi ve konvansiyonel yöntemle işlem gören kumaşların 1., 2. , 3. ve 4. hafta sonrası subjektif koku değerlendirme sonuçları	48
Tablo 4.3: Sol-jel yöntemi ve konvansiyonel yöntemle işlem gören kumaşların aşındırma testi sonrası 1., 2. , 3. ve 4. Hafta sonrası subjektif koku değerlendirme sonuçları	49
Tablo 4.4: Sol-jel yöntemi ve konvansiyonel yöntemle işlem gören kumaşların aşındırma testi sonrası 1., 2. , 3. ve 4. hafta sonrası subjektif koku değerlendirme sonuçları	50
Tablo 5.1: Denemeler ve kullanılan reçeteler	52
Tablo 6.1: (%) Kütlesel artış, buruşmazlık açısı, eğilme uzunluğu, beyazlık ve sarılık indeksi verileri	56
Tablo 6.2: <i>Staphylococcus aureus</i> antibakteriyellik aktivite testi.....	57
Tablo 6.3: <i>Escherichia coli</i> antibakteriyellik aktivite testi	57
Tablo 6.4: Kumaş örneklerinin EDS analizi tablosu (ağırlıksal %)	68

SEMBOL LİSTESİ

°C	:	Santigrat derece
FTIR	:	Fouirer Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
GPTMS	:	Glisidiloksipropil Trimetoksi Silan
g	:	gram
g/s	:	gram / saniye
gr	:	gram
gr/m²	:	gram / metre kare
H₂O₂	:	Hidrojen Peroksit
kg	:	Kilogram
kg/kg	:	Kilogram / Kilogram
m²	:	metre kare
m²/m²	:	metre kare / metre kare
m²/s	:	metre kare / saniye
m²/kg	:	metre kare / kilogram
ML	:	Kütle kaybı
MLR	:	Kütle kayıp oranı
SDS	:	Sodyumdodesil Sülfat
SEM	:	Taralamalı Elektron Mikroskobu
TEOS	:	Tetraetoksisilan
TIPT	:	Titanyum (IV) İzopropoksit

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın her aşamasında beni cesaretlendiren, yardımcı olan ve desteğini esirgemeyen değerli danışman hocam Sayın Doçent Doktor Nurhan Onar Çamlıbel'e teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Sanayi danışmanlığımı yürüttüğüm Tübitak BİDEB 2209-B Sanayiye Yönelik Lisans Araştırma Projeleri Destekleme Programı kapsamında desteklenen projenin (1139B411801841) yürütücüsü Murat Can Berberoğlu ve tez çalışmalarında yardımlarını esirgemeyen lisans öğrencisi Mehtap Şahin arkadaşşıma yardım ve desteklerinden dolayı çok teşekkür ederim.

Son olarak hayatımın her döneminde yanımda olan ve sonsuz desteğinden dolayı değerli eşim Av. Fersu Ege Kandemir'e ve güzel dileklerini benden hiç esirgemeyen annem Meral Kandemir'e, babam Adnan Kandemir'e ve kardeşim Seçkin Kandemir'e sonsuz teşekkür ederim.

1. GİRİŞ

Bu tez çalışmasında sol-jel ve mikrokapsülasyon teknolojileri kullanarak pamuklu kumaşlara antibakteriyel aktivite ve koku salım özellikleri kazandırılması amaçlanmıştır. Bu amaçla bu bölümde özellikle sol-jel ve mikrokapsülasyon teknolojileri ve mikrokapsüllerin aplikasyon yöntemleri hakkında genel bilgi verilecektir.

Pamuklu mamullerden üretilmiş kumaşlar hava geçirgenliği, sıvı emiciliği, konforlu ve yumuşak tuşe olması gibi özelliklerinden dolayı medikal tekstiller, ev tekstilleri ve günlük kullanıma uygun şekilde geniş bir alanda kullanım bulmaktadır. Fakat kiri ve mikrobik yapıları tutması, bitkisel yapısı dolayısıyla bakteriler için besin kaynağı olması nedeniyle kullanım alanı sınırlanmaktadır. Dolayısıyla pamuklu kumaşların antibakteriyel özelliklerini geliştirmek için yapılan çalışmalar hem akademik hem de endüstriyel alanda ilgi görmektedir. Pamuklu kumaşlara antibakteriyel özellik kazandırmak için günümüzde araştırılan çeşitli teknikler yüzey aşılama işlemi, ultraviyole fiksaj, plazma işlemi, sol-jel işlemi, mikrokapsül kaplama yöntemidir. Fakat çok adımlı karmaşık fiziksel ve kimyasal prosesler bu işlemin endüstriyel olarak uygulanmasını zorlaştırmaktadır. Antimikrobiyel tekstil ürünleri; virüs, bakteri, mantar, spor vb. enfeksiyöz mikroplara karşı direnç gösterme, onları öldürme yeteneğine sahiptir.

Ayrıca aromaterapik tekstillerin geliştirilmesinde çeşitli yağların mikrokapsül teknolojisi ile tekstillere aktarılması araştırılmıştır.

1.1 Mikrokapsülasyon Teknolojisi

Günümüzde artan müşteri ve toplum baskısı dolayısıyla diğer sektörlerde olduğu gibi tekstil sektöründe de teknolojinin gelişmesi artarak devam etmektedir. Bu nedenle ürünlerin dış görüntüsünün yanında teknolojik fonksiyonelliği, konfor

özellikleri ve değışenleri, kullanıcı odaklı zararsız ve ekonomik olması tüketicilerin taleplerindedir. Ayrıca enerji kaynaklarının giderek daha pahalı ve limitli hale gelmesi, çevre bilincinin giderek gelişmesi hayatın her alanında olduğu gibi tekstil sektöründe de çevresel ve önemi; enerji ve su tasarrufunu zorunlu hale getirmiştir.

Tekstil ürün çıktılarına fonksiyonellik; iplik üretim teknolojisinde kazandırılabilirdiği gibi çoğunlukla da bitim (finish) işlemlerinde kazandırılmaktadır. Bitim işlemleri en basit tabiri ile tekstil malzemelerinin tuşe, döküm, görünüm ve uygulama özelliklerini geliştirmek amacıyla uygulanan işlemlerdir. Bitim işlemlerinde emdirme yöntemine göre aplikasyonlar sıklıkla kullanılmaktadır. Bunun haricinde; sprey, köpüklü ve kaplama yöntemlerinin kullanımı da gelişerek devam etmektedir.

1.2 Mikrokapsüller

Mikrokapsül, bir çekirdeğin zarla kaplanması sonucu oluşturulan, 5-500 µm arasında partikül büyüklüğü olan dozajlama şeklidir. Mikrokapsülleme işlemi ise, katı, sıvı veya gaz formundaki maddelerin atıl durumda olan polimerik bir madde ile bir jel (film) şeklinde kaplanması işlemidir. Genel olarak etken madde "çekirdek", kaplama maddesi de "çeper" adını alır.

Mikrokapsülasyon tekniği kapsüllenen materyalin fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlıdır. Mikrokapsül yapıları birden çok duvar yapısında olmaktadır. Mikrokapsül içerisindeki malzeme öz çekirdek (*core*), iç faz veya dolgu olarak ifade edilir, bununla birlikte duvar bazen kabuk, kaplama veya membran olarak da adlandırılır. Öz madde bir kristal, bir pürüzlü absorban partikül, bir emülsiyon, katıların bir süspansiyonu veya küçük kapsüllerin bir süspanse edilmiş hali olabilir. Çoğu mikrokapsülün çapı birkaç mikrometre ile birkaç milimetre arasındadır (Gökmen ve diğ. 2012).

Mikrokapsüller, yapılarına göre üç ana sınıfa ayrılabilir. Dış çeper maddesi ile tek çekirdekli, sürekli faz değıştiren birden fazla çekirdekten oluşmaktadır. Çekirdek ve duvar arasında homojen bir dağılım sağlayan matriks mikrokapsüller bulunmaktadır (Giro-Paloma ve diğ. 2016). Mikrokapsül yapıları

ürün geliştirme sistemi ile birlikte; madde, duvar ve duvar kalınlığına bağılı olarak deęişkenlik gösterebilir. Mikrokapsüllerin yapılarına göre sınıflandırılması Şekil 1.1’de gösterilmiştir.



Şekil 1.1: Mikrokapsül yapıları (Giro-Paloma ve dię. 2016)

Mikrokapsüllerin oluşumunda önemli rol oynayan çekirdek ve duvar, mikrokapsüllerin kullanım amacına göre tercih edilmektedir. Genellikle kokular, kozmetikler, aktif enzimler, faz deęiştiren maddeler, ilaçlar ve gıda maddelerinde kullanılmaktadır.

1.2.1 Mikrokapsülasyonun Amaçları

Mikrokapsülasyon yapılarında çekirdek ve öz maddesi bulunduğundan; katı, sıvı, gaz, emülsiyon ve süspansiyon çekirdek içinde olabilmektedir. Tıbbi ürünler; antibiyotik, analjezik, vitamin, hormon, enzim gibi maddeler ile antikor, bakteri, esanslar, boyalar, pestisit gibi kimyevi maddelerde kapsüllenebilmektedir.

- Likit maddelerin kolay taşınması için katı fazda aktive etmek
- Süblimasyon kaybını önlemek
- İstenmeyen maddelerin gizlenmesi

- Dış etkilerden korumak
- Stabilizasyonu arttırmak
- Etki-Tepki süresini arttırmak
- Salınımın kontrollünü sağlamak

Çeper maddeleri doğal ve sentetik, hidrofil ve hidrofob özellikteki polimerler arasından seçilmektedir. Kullanılan doğal polimerlere örnek olarak albumin, aljinat, arap zamkı, jelatin, dekstran, kitosan, kollajen, nişasta, pektin, zein, vb.; sentetik polimerlere örnek olarak da akrilik polimerler, polietilen glikol (PEG), alifatik poliesterler, poliortoesterler, poliüretanlar, polistiren, polivinil piroolidon (PVP), polivinilalkol (PVA), selüloz ve türevleri, silikonlar, şellak vb verilebilir (Gönülşen 2013).

1.2.2 Mikrokapsüllerin Uygulama Alanları

Mikrokapsülasyon son yıllarda ilaç, kozmetik, gıda, boya, tekstil dahil bir çok alanda kullanılmaktadır.

Mikrokapsüllerin farmakolojik olarak çeşitli dozlarda, jelatin kapsüller, tozlar, oral süspansiyonlar, yumuşak tabletler, kremler, losyon gibi kullanım yerleri mevcuttur.

Kozmetik sektöründeki kullanım alanlarında ise sabun, şampuan, krem, roll-on, deodorant, ruj gibi ürünler haricinde tekstil ile paralel çalışmaları mevcuttur. Hollandalı Tanatex tekstil kimyasal firmasının; içerisinde Q10, zeytinyağı, shae fıstığı yağı vb yaygın olarak kullanılmakta ve geliştirilmeleri sağlanmaktadır.

1.2.3 Mikrokapsül Üretim Yöntemleri

Mikrokapsül teknolojisi aslında bilinenlerin aksine ortalama 100 yıldır hayatımızda bulunmaktadır. Sürekli gelişmeye açık olan bu teknolojiyi üretim yöntemleri anlamında 2'ye ayırabiliriz. Mikrokapsül üretim yöntemlerinde, çekirdeğin polimer ürününün içinde dağılmasını sağlayarak birbirlerinden ayrıştırılan

iki sıvının iki aşamalı sisteminin oluşturulması ilk adımıdır (Ömeroğulları ve diğ. 2012). Tablo 2.1’de mikrokapsül üretim yöntemleri gösterilmiştir. Bu teknikte seçimin kullanılmasında çekirdek ve duvar maddelerinin özellikleri, istenilen kapsülün çapı, duvar materyalin ozmotik etkisi ve kullanım amaçlarına göre bazı parametreler esas alınmaktadır.

Tablo 1.1: Mikrokapsül üretim yöntemleri (Ömeroğulları ve diğ. 2012)

Kimyasal yöntemler	Fiziksel yöntemler	
	Fiziko-kimyasal yöntemler	Fiziko-mekanik yöntemler
<ul style="list-style-type: none"> - Süspansiyon polimerizasyonu -Emülsiyon polimerizasyonu -Dispersiyon polimerizasyonu -Ara yüzey polikondenzasyonu -In-situ polimerizasyonu 	<ul style="list-style-type: none"> -Kompleks koaservasyon yöntemi -Süperkritik akışkan yöntemi -Fotoelektrolit çok tabaka yöntemi 	<ul style="list-style-type: none"> -Sprey kurutma yöntemi -Santrifuj yöntemi -Akışkan yatak yöntemi -Elektrostatik yöntem -Sıcak eriyik yöntemi -Soğutarak kurutma

1.2.3.1 Kimyasal Mikrokapsül Üretim Yöntemleri

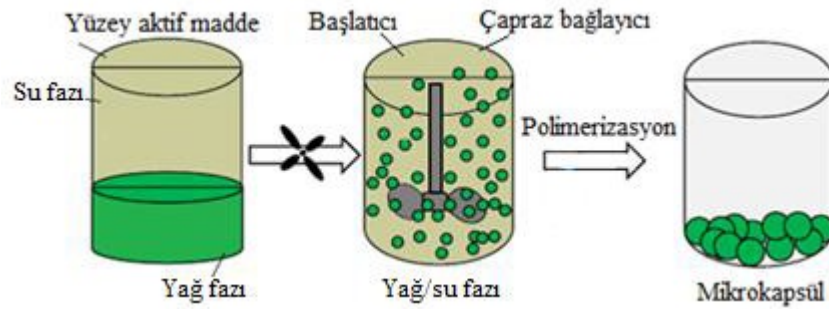
Süspansiyon polimerizasyonu

Süspansiyon polimerizasyonu heterojen polimerizasyon yöntemi olup, polimerizasyonun başlaması için yağda çözünen başlatıcının kullanıldığı parçacık birleşmesine dayanan kimyasal mikrokapsül yöntemidir (Giro-Paloma ve diğ. 2016). Süspansiyon hazırlamak için suda düşük çözünürlüğe sahip monomerler su içerisinde emülsiyonlaştırıcı ile karıştırılarak dağıtılırlar. Bu metot ile üretilen mikrokapsüller 100 µm’den daha büyük çapa sahip olurlar (Kebapçı 2012). Şekil 1.2’de süspansiyon polimerizasyonu ile mikrokapsül üretimine ait şema verilmiştir. Literatürde son yıllarda süspansiyon polimerizasyonu ile özellikle parafinik faz değiştiren maddelerin kapsüllendiği çalışmalar mevcuttur (Ai ve diğ. 2007; Fang ve diğ. 2008; Sánchez-Silva ve diğ. 2010).

Emülsiyon polimerizasyonu

Heterojen polimerizasyon yöntemi olan emülsiyon polimerizasyonunda reaksiyon ortamının her yerinde tekdüze oluşum söz konusu değildir (Alay 2010). Reaksiyon ortamında başlatıcı başlangıçta sulu fazda yer almaktadır. Yüzey aktif madde konsantrasyonu çok yüksek olan bu yöntemde reaksiyon sıcaklığı zamanla azalmaktadır. Bu metotta karıştırma hızı mikrokapsül çapını belirleyen en önemli etken olup mikrokapsüller 100 µm'nin altında çapa sahiptir (Özerdem 2011). Şekil 1.3.'de emülsiyon polimerizasyonu ile mikrokapsül üretimine ait şema verilmiştir.

Emülsiyon polimerizasyonu kimyasal mikrokapsül üretim yöntemleri arasında halen çok kullanılan yöntemlerin başında gelmektedir. Bu yöntem kullanılarak mikrokapsül üretiminin gerçekleştirildiği çalışmalarda poli(metil metakrilat) polimer duvarlı n-alkan veya yağ asidi çekirdekli mikrokapsül üretimi ile ilgili çalışmaların yoğun olarak devam ettiği dikkat çekmektedir (Alkan ve diğ. 2009; Chang ve diğ. 2009; Sarı ve diğ. 2009; Shan ve diğ. 2009; Sarı ve diğ. 2010; Alkan ve diğ. 2011; Shirin-Abadi ve diğ. 2011; Wang ve diğ. 2014; Qiu ve diğ. 2012^a; Qiu ve diğ. 2012^b; Sarı ve diğ. 2014; Alkan ve diğ. 2015; Al-Shannaq ve diğ. 2015; Sarı ve diğ. 2015; Shi ve diğ. 2015). Literatür incelendiğinde, akrilik reçine grubunda yer alan poli(metil metakrilat)'ın iyi tanımlanmış çekirdek/duvar yapı sergilediği görülmüştür. Faz değiştiren materyallerin polimetil metakrilat ile kapsüllemesinde polimerin şeffaf olması, hafiflik, kolay elde edilebilirlik, çevre dostu uygulama, toksit madde içermemesi ve düşük maliyet gibi özellikler yer almaktadır (Wang ve diğ. 2012; Shi 2015).



Şekil 1.2: Emülsiyon polimerizasyonu ile kapsülleme işlemi (Özerdem 2011)

Dispersiyon polimerizasyonu

Dispersiyon polimerizasyonunda başlatıcının üzerinde polimerizasyon başlar ve polimerizasyon ilerlerken oluşan oligomerler çökerek bir araya gelirler. Biraraya gelerek oluşturdukları tanecikler yüzey aktif madde kullanılarak stabilize edilirler. Emülsiyon polimerizasyonundan farkı, monomerin sürekli fazda çözünmesi fakat oluşan polimerin çözünmemesidir. Dispersiyon polimerizasyonu sonucunda üniform tanecik boyutu ile 1-20 µm arasında çapa sahip mikrokapsüller üretilmektedir (Alay 2010). Bu yöntemde başlatıcı monomer, yüzey aktif madde konsantrasyonu, reaksiyon hızı gibi parametreleri kontrol etmek önemlidir (Giro-Paloma ve diğ. 2016). Wang ve diğ. dispersiyon polimerizasyonu yöntemi ile stearik asit içeren poli(metil metakrilat) mikrokapsüller üretmişlerdir (Wang ve diğ. 2011).

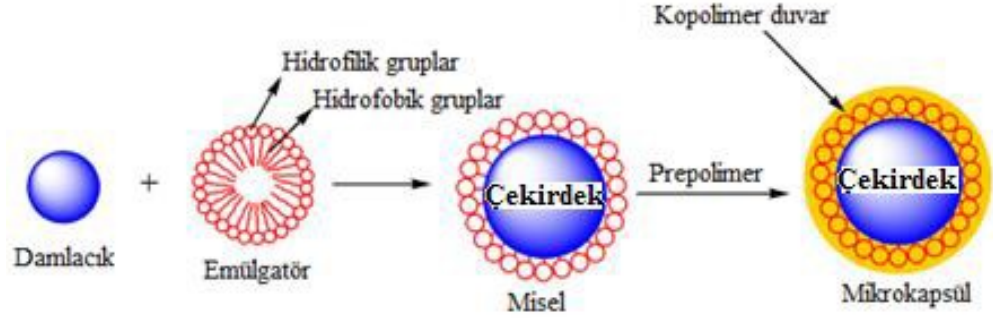
Ara yüzey polikondenzasyonu

Mikrokapsül üretiminde kullanılan kimyasal yöntemlerden ara yüzey polikondenzasyon metodunda öncelikle sulu bir faz içinde, yağ fazında çözünebilir reaktif bir monomer ve çekirdek maddesi içeren organik fazın emülsiyonlaştırılması ile damlalar oluşturulur. Bu ortama sulu fazda çözünebilir farklı bir monomer ilave edilerek, iki farklı monomerin duvar maddesi oluşturmak için misel ara yüzeyinde birbiri ile reaksiyona girmesi sağlanmaktadır (Kebapçı 2012). Kardar 2015 yılındaki çalışmasında izoforon diizosiyonat içeren mikrokapsül üretimini ara yüzey polikondenzasyon yöntemi ile gerçekleştirmiştir. Ayrıca literatürde ara yüzey polikondenzasyon polimerizasyonu ile poliüre duvarlı parafin ve yağ asidi kapsüllenmesi ile ilgili çalışmalara rastlanmaktadır (Cho ve diğ. 2002; Zou ve diğ. 2004; Liang ve diğ. 2009; Zhang ve diğ. 2009^a)

In-situ polimerizasyonu

Bu yöntemde mikrokapsül üretilirken ilk olarak uygun bir yüzey aktif madde ile karıştırıcı eşliğinde çekirdek maddenin sulu emülsiyonu oluşturulur. Emülsiyon oluşumundan sonra belirli pH ve sıcaklık şartlarında ön polimer ilavesi gerçekleştirilir. İşlem sürecinde ön polimerin polimerleşmesiyle boyutu büyür ve

sürekli fazda dispers çekirdek maddenin üzerine çökerek mikrokapsülasyon gerçekleştirilir (Erkan 2008). Literatür incelendiğinde *in-situ* polimerizasyonunda en çok kullanılan monomerlerin üre formaldehit, melamin formaldehit ve üre-melamin formaldehit monomerleri olduğu görülmüştür (Zhang ve diğ. 2004^a; Zhang ve diğ. 2004^b; Fan ve diğ. 2005; Zhang ve diğ. 2005^a; Li ve diğ. 2007; Zhang ve diğ. 2008; Salaün ve diğ. 2009). Şekil 1.4'te *in-situ* polimerizasyonu ile mikrokapsül üretimine ait şema verilmiştir.



Şekil 1.3: *In-situ* polimerizasyonu ile kapsülleme işlemi

Kimyasal mikrokapsül üretim yöntemlerinin avantaj ve dezavantajları Tablo 1.2'de özet halinde verilmiştir.

Tablo 1.2: Kimyasal mikrokapsül üretim yöntemleri (Giro-Paloma ve diğ. 2016)

Yöntem	Avantaj	Dezavantaj
Süspansiyon polimerizasyonu	Reaksiyon ısısının kontrolü Düşük maliyet	Büyük parçacık boyutu Birden fazla monomerin suda çözünmesi
Emülsiyon polimerizasyonu	Yüksek polimer hızı	Yüksek konsantrasyonda reaksiyona girmemiş monomer
Dispersiyon polimerizasyonu	Mikron boyut dağılımı Tek bir işlem adımı	
Ara yüzey polikondenzasyonu	İyi mekanik direnç	Büyük parçacık boyutu
<i>İn-situ</i> Polimerizasyonu	Mikron ve homojen boyut dağılımı Sıkı kabuk İyi stabilite	Reaksiyon sıcaklık kontrolü Reaksiyon pH ayarı

1.2.3.2. Fiziksel Mikrokapsül Üretim Yöntemleri

Sprey kurutma yöntemi

Fiziksel yöntemle mikrokapsül üretiminin en eski yöntemi olan sprej kurutmada kapsüllemenin ilk adımı çekirdek maddesini duvar madde çözeltisinde dağıtmaktır. Çekirdek maddesi olarak suda çözünmeyen yağ, duvar maddesi olarak da suda çözünen polimerler kullanılmaktadır. Mikrokapsül üretiminde emülsiyon eldesinden sonraki adım ise elde edilen emülsiyonun sprej kurutucunun ısıtılmış bölmesine damla formunda beslenmesi adımıdır. Daha sonra damlacıkların ısıtılmış bölgede hızlı bir şekilde kurutularak mikrokapsül şeklini alması sağlanmaktadır (Karagönlü 2011). Bu yöntemle 10-300 µm arasında çapa sahip mikrokapsüller üretilebilmektedir. Sprej kurutma yöntemi uygulama olarak kolay fakat yüksek ham madde ve işlem maliyeti gerektirmektedir (Çimen 2007).

Dima ve diğ. (2016) yaptıkları çalışmada kitosan, alginat, kitosan/alginat ve kitosan/inülin malzemelerinin uçucu yağ ile sprej kurutma metoduyla kapsüllemesini incelemişlerdir. Mikrokapsül üretiminde sprej kurutma işlemini emülsiyonların hazırlanmasından altı saat sonra gerçekleştirmişlerdir ve püskürterek kurutma işleminde giriş hava sıcaklığını 120 °C, çıkış hava sıcaklığını da 70 °C olarak kullanmışlardır. Çalışma sonucunda aljinat ve kitosan/aljinat duvar yapıları mikrokapsüllerin sprej kurutma metodu ile başarılı bir şekilde üretildiği görülmüştür.

Süperkritik akışkan yöntemi

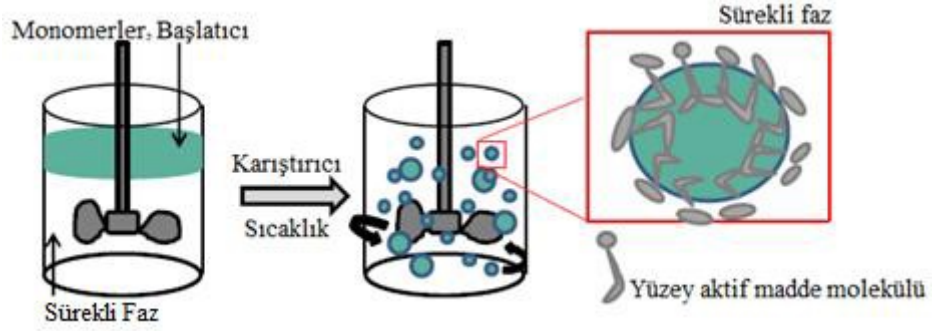
Geleneksel işleme alternatif olarak ilgi çeken süperkritik akışkan yöntemi ile mikrokapsül üretiminde en çok kullanılan akışkan bileşikleri CO₂, alkanlar ve azot oksitlerdir. Bu bileşikler içerisinde CO₂, yüksek saflıkta elde edilebilmesi, düşük kritik sıcaklık değerine sahip olması, toksit ve yanıcı özelliklerinden dolayı en çok tercih edilen süperkritik akışkandır. Süperkritik akışkanlar, hem sıvıların hem de gazların özelliklerini gösteren ve yüksek sıkıştırılma kabiliyetine sahip gazlardır. Bu yöntem ile pigmentler, koku ve tat veren maddeler, vitaminler ve boyalar kapsüllenebilmektedir (Cak 2010).

Kompleks koaservasyon yöntemi

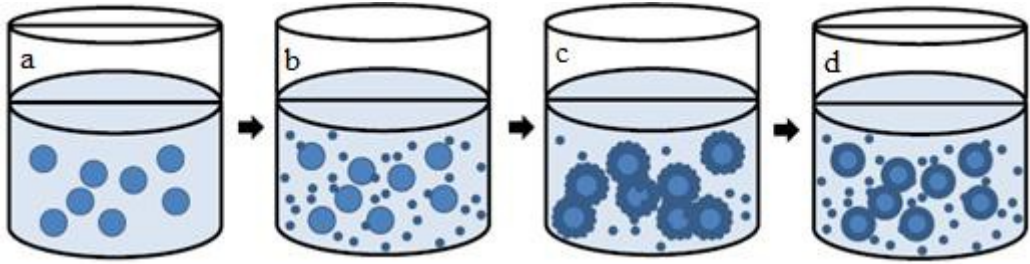
Mikrokapsül üretim yöntemlerinin en eskisi olarak bilinen kompleks koaservasyon yöntemi suda çözünmeyen yağların kapsüllemesinde kullanılan en uygun yöntem olarak görülmektedir. Kompleks koaservasyon, zıt yükler taşıyan hidrofil polimerlerin birbiri ile etkileşimiyle çözünürlüğün azalarak kompleks oluşumu sağlanması ve faz ayrışması meydana gelmesi şeklinde açıklanmaktadır. Zıt yükler taşıyan polimerlerin etkileşimi pH ve sıcaklık değişimiyle olmaktadır (Güler 2010). Bu yöntemdeki en önemli nokta sistemin pH'nın iki koloidin zıt yüklü olacağı pH aralığında olmasıdır.

Kompleks koaservasyon yöntemi temel olarak üç aşamadan oluşmaktadır. İlk olarak koaservasyonun oluşmayacağı pH değerinde ve polimerin jelleşme sıcaklığı üzerindeki bir sıcaklık değerinde taşıyıcı polimer çözeltisi hazırlanır. Çekirdek madde bu sulu polimer çözeltisi içerisinde dağılır. İkinci aşamada sulu polimer çözeltisi içinde çekirdek madde damlacıkları emülsiyon oluşturmaktadır. Emülsiyon oluşumu mekanik karıştırma ile sağlanmaktadır. Bir polianyon (negatif yüklerle yüklenen polimer) emülsiyona eklenir ve emülsiyonun iki polimer tarafından dengelenmesi sağlanır. Karıştırma devam ederken polimerlerin elektrostatik etkilerle polimer kompleksi oluşturması için pH ayarlanır. pH ayarlamasıyla sistem kendiliğinden iki sıvı faza ayrılmaktadır. İlk faz koaservat olarak adlandırılır ve iki polimerden dolayı oldukça yüksek konsantrasyona sahiptir. İkinci faz denge çözeltisi olup düşük polimer konsantrasyonuna sahiptir. Bu aşamada polimerler küçük damlacıklar halindeki çekirdek maddenin yüzeyinde toplanarak mikrokapsül formunu alırlar ve sıvı koaservat oluştururlar. Bu aşamadan sonra kapsül duvarının katılaşmasını sağlamak için sistem önce oda sıcaklığına ardından da kabuğun dayanımını artırmak ve jel bir yüzey oluşturmak için 5-10 °C'ye soğutulmaktadır. Yöntemin son aşamasında üretilen mikrokapsüller yıkanarak çözeltilerden ayrılır ve kurutulur. Kompleks koaservasyonun oluşmasını sağlayan elektrostatik olmayan etkileşimler hidrojen bağları, hidrofob etkileşimler ve kovalent bağlardır (Karagönlü 2011; Giro-Paloma ve diğ. 2016). Kompleks koaservasyon yöntemiyle mikrokapsül üretiminde kullanılacak polimerlerin birbirine göre yük durumu ve karıştırma hızı dikkate

alınması gereken parametlerdir. Şekil 1.4'te kompleks koaservasyon metoduyla kapsülleme işleminin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 1.4: Kompleks koaservasyon yöntemi (Kebapçı 2012)



Şekil 1.5: Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretimi a) emülsiyon oluşum aşaması, b) zıt yüklü polimerlerin kompleks oluşturması, c) polimerlerin çekirdek madde yüzeyinde toplanması, d) mikrokapsüllerin stabilizasyonu (Giro-paloma ve diğ. 2016)

Literatür çalışmaları incelendiğinde kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretimi gıda, ilaç, tekstil, kozmetik ve matbaa sektörleri gibi birçok alanda kullanıldığı görülmüştür. Bu çalışmada mikrokapsül üretimi için kompleks koaservasyon yöntemi kullanılmış olup konu ile ilgili literatür çalışmaları 2. bölümde ayrıntılı olarak verilmiştir.

1.3 Uçucu Yağların Mikrokapsülasyonu

Uçucu yağlar, aromatik bitkilerde bulunan güçlü kokularıyla bilinen; doğal, uçucu, antibakteriyel özellik gösterebilen ve kompleks bileşikler olup, bitkilerden elde edilen bileşenlerdir. Son yıllarda uçucu yağlar, gıdanın kalitesini arttırmak, aroma vermek ve oksidasyon veya mikrobiyal aktivite sonucu meydana gelebilecek istenmeyen etkileri minimize etmek amacıyla kullanılmaktadır. Çevre koşullarına karşı kimyasal olarak stabil olmayan uçucu yağlar, hızlı 12 mikrokapsülasyon teknolojisi ile uçucu yağların uygun özellikteki katmanlar aracılığıyla kaplanarak uçuculuklarının geciktirilmesi ile içerdiği bileşenlerin korunması, sıvı gıda formunun kuru toz formlara dönüştürülmesi, raf ömrünün uzatılması, işleme, depolama ve taşıma süreçlerinde karşılaşılabilecek olası problemlerin azaltılması sağlanmaktadır (Lee ve diğ. 1991).

Uçucu yağların mikroenkapsülasyonu ile hedeflenen değişimlerin gerçekleştirilebiliyor olması, bu yöntemin giderek artan bir öneme sahip olmasına yol açmaktadır.

1.3.1 Uçucu Yağ Maddelerinin Kullanım Alanları

Uçucu yağ maddeleri yenilenebilir esans kaynakları içerisinde oldukça kullanılan malzemelerdir. Uçucu yağ maddelerinin hem koku verme hem de mikrokapsül sistemlerinde kullanılmaya elverişli olması uçucu yağların kullanımının geniş alana yayılmasını sağlamıştır. Bu sistemin ilk kullanım yeri kozmetik sektöründe olduğu bilinmektedir. Günümüzde uçucu yağ maddeleri birçok alanda kullanılmaktadır.

- Gıda sektöründe
- Tarım sektöründe
- Kaplama sistemlerinde
- Tıbbi ve endüstriyel uygulamalarda
- Kozmetik uygulamalarında
- Tıbbi konfor sağlanmasında
- Tekstil ürünlerinde (Okçu 2011).

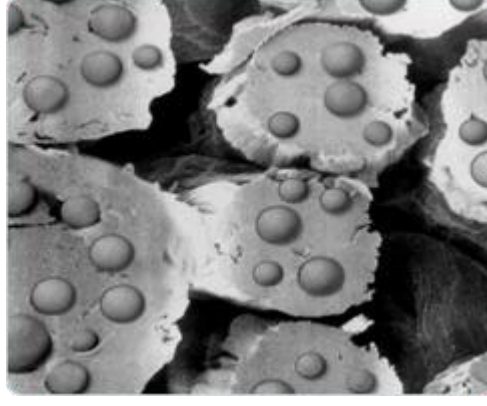
Mikrokapsüllerin tekstillere aplikasyonu için bazı yöntemler geliştirilmiştir ve bu yöntemlerin geliştirilmesi için araştırmalar sürdürülmektedir (Ceylan 2010; Güler 2010, Chen ve diğ. 2014, Fang ve diğ. 2014).

1.3.2 Mikrokapsüllerin Tekstil Yüzeylerine Aktarılması

Mikrokapsüllerin tekstil yüzeylerine aktarılması lif çekimi esnasında veya kumaş yüzeyine bitim işlemleri ile gerçekleştirilmektedir.

1.3.3 Lif Çekimi Esnasında Aktarma

Lif çekimi sırasında mikrokapsülleri polimer çözeltisine ilave edilmekte ve lif çekim yöntemlerinden kuru veya yaş çekim yöntemleri kullanılarak mikrokapsül içeren lif üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu tür uygulamaların elde edilen etkinin kalıcı olması ve ard işlem ve proseslerde modifikasyona gerek duyulmaması gibi avantajları mevcuttur. Çalışmalar incelendiğinde mikrokapsül ihtiva eden liflerin Outlast™ firması tarafından üretildiği ve piyasaya sunulduğu görülmektedir. Bu lif üretiminde akrilik ve viskon lifleri ile yaş çekim yöntemine göre çalışılmıştır. Akrilik liflerine aktarılan mikrokapsüllenmiş maddeler %5-10 yükleme limitinde kullanılmıştır. Bu limit değerinin üzerine çıktığında liflerin fiziksel özelliklerinde düşüş yaşandığı tespit edilmiştir. Lif arasına yerleştirilen mikrokapsüllerin sınırlı olmasından dolayı liflerin ısı kapasiteleri de belli bir sınırdadır kalmıştır. Şekil 1.6'de Outlast™ firması tarafından üretilen mikrokapsül içeren akrilik lifleri görülmektedir (Bryant ve Colvin 1988).

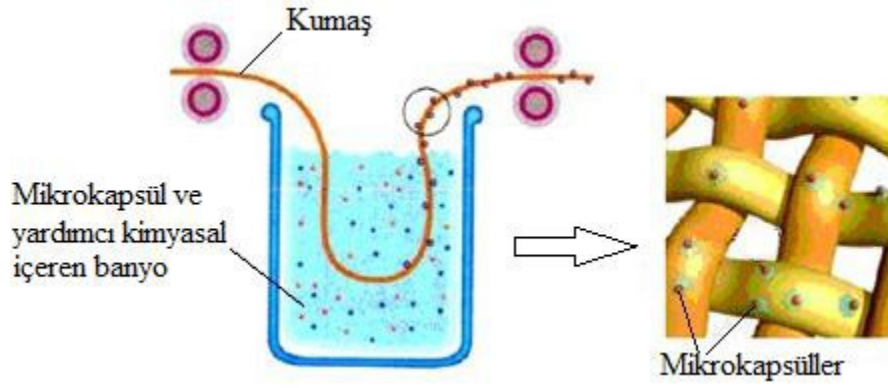


Şekil 1.6: Mikrokapsül içerikli akrilik lifleri

1.3.4 Bitim İşlemi ile Aktarma

Mikrokapsüller çeşitli aplikasyon yöntemleri ile dokuma, örme, dokusuz yüzeyli kumaşlar ve giysi formuna aktarılabilir. Kapsüllerin tekstil materyaline aktarılabilmesi için en çok kullanılan yöntemler emdirme ve kaplama yöntemi olup, çektirme ve püskürtme yöntemleri de kullanılabilir. Bu yöntemlerde genel olarak uygulama çözeltisi içerisinde mikrokapsüllenmiş madde yanında bağlayıcılar, yumuşatıcılar, pigmentler, köpük gidericiler gibi yardımcı kimyasallar ilave edilmektedir. Yardımcı kimyasallar arasında en çok kullanılan maddeler bağlayıcı maddeler olup bunların görevi mikrokapsüllerin kumaş yapısına tutunmasını ve kumaş yüzeyinden kolayca uzaklaşmasını engellemektir. Mikrokapsüller tekstil materyaline aktarıldıktan sonra kurutma ve/veya fikse işlemine tabi tutulmaktadır.

Emdirme yöntemi: Emdirme yönteminde mikrokapsül ve bağlayıcı gibi yardımcı kimyasal maddelerin bulunduğu banyo içerisinde tekstil materyalinin serbest halde geçirilip ardından materyal üzerindeki fazla çözeltinin sıkma silindirleriyle uzaklaştırılması ile mikrokapsüllerin kumaşa aktarılması gerçekleştirilmektedir. Mikrokapsüllerin kumaşa aktarılmasından hemen sonra kurutma işlemi gerçekleştirilir. Emdirme yöntemi ile mikrokapsül aktarmada öncelikle tekstil materyalinin üzerine hangi konsantrasyonda mikrokapsül çözeltisi aktarılacağı tespit edilmelidir. Bunun yanı sıra tekstil materyalinin fulardan geçirme hızı ve silindir basıncı da hesaplanmalıdır. Şekil 1.7’de emdirme yöntemi ile mikrokapsül aplikasyonu verilmektedir.



Şekil 1.7: Emdirme yöntemi ile mikrokapsül aktarımı (Salaün ve diğ. 2010)

Literatür incelendiğinde farklı tür mikrokapsüllemiş kumaşlara emdirme metodu ile uygulanması konusunda çalışmaların mevcut olduğu görülmektedir (Shin ve diğ. 2005; Salaün ve diğ. 2010; Alay ve diğ. 2011^a; Alay ve diğ. 2011^b).

Püskürtme yöntemi

Bu yöntem mikrokapsülleri içeren çözeltinin basınçlı hava ile birlikte düzelerden direkt olarak tekstil materyali üzerine püskürtülmesini içermektedir. Püskürtme işleminden sonra kurutma işlemi gerçekleştirilir. Mikrokapsüllerin yüzeye düzgün bir şekilde yayılmaması bu yöntemde karşılaşılan bir dezavantajdır (Deveci 2009).

Kaplama yöntemi

Kaplama yöntemi ile mikrokapsül aktarımında iki farklı yol izlenmektedir. Bu metotlardan ilki mikrokapsüllerin kaplama çözeltisi içerisine ilave edilmesi ve ardından tekstil materyaline aktarılması şeklindedir. İkinci metot ise önce kaplama çözeltisi ile kaplanan tekstil yüzeyine daha sonra kapsüllerin toz formunda aktarılmasıdır. Çalışmalar incelendiğinde bu yöntemde emdirme ve püskürtme yöntemlerine nazaran daha fazla mikrokapsül aktarılmasının mümkün olduğu ancak hava geçirgenliği ve nem buharı gibi parametrelerde daha fazla düşüş yaşandığı görülmüştür (Deveci 2009). Kaplama metodu ile mikrokapsül kumaşlara mikrokapsül uygulamasının yaygın bir metot olduğu literatür incelemesi

sonucunda görülebilmektedir (Kim ve Cho 2002; Chung ve Cho 2004; Choi ve diğ. 2004; Önder ve diğ. 2008; Koo ve diğ. 2008). Bu tez çalışmasında bir kaplama yöntemi olarak sol-jel teknolojisi kullanılmıştır. Aşağıdaki bölümde sol-jel yöntemi hakkında ayrıntılı bilgi verilmiştir.

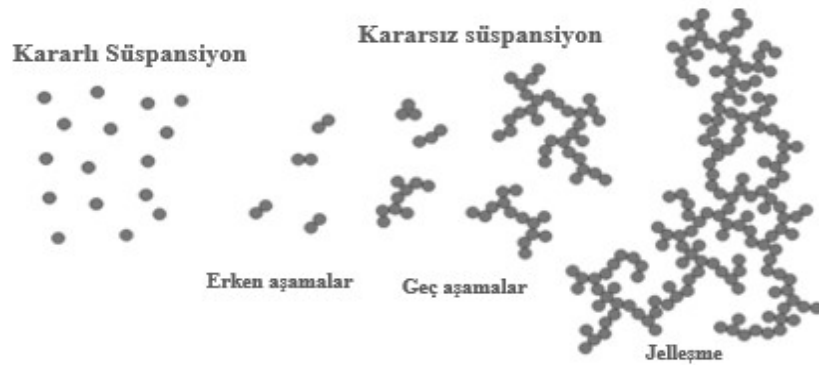
1.4 Sol-Jel Yöntemi

Tekstil bitim işlemleri ile tekstil materyallerine çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılmaktadır. Son yıllarda tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin kullanımı ile tekstil materyallerine fonksiyonel özellikler kazandırmak üzerine çok sayıda araştırma yapılmıştır. Sol-jel teknolojisinin bitim işlemlerinde kullanılması daha düşük konsantrasyonda kimyasal madde kullanımı, daha düşük sıcaklıkta çalışma, düşük maliyet, yüksek etkinlik ve dayanıklılık, çevre dostu uygulama olması, tek adımda pek çok fonksiyonel özelliğin tekstil materyaline kazandırılabilmesi, kolay aplikasyon ve tekstil işletmelerinde kolay uygulanabilirlik ve özel ekipman gerektirmeme gibi avantajlara sahiptir (İsmail 2016; Gashti 2016). Bununla birlikte başlatıcı maddelerin fiyatlarının yüksek olması bu işlemin bir dezavantajı olması karşın, nanoteknolojik bir uygulama olan sol-jel prosesinde kimyasal maddelerin düşük konsantrasyonda kullanarak yüksek etkinlik sağlaması bu dezavantajını ortadan kaldırmaktadır. Sol-jel prosesinin tanımına geçmeden önce sol ve jelin tanımını yapmakta fayda vardır. Sol, bir sıvı ile kolloidal katı partiküllerin stabil süspansiyonuna denir. 3-boyutlu olarak birbirine bağlanmış inorganik ağ yapısı jeli oluşturur. Jel, sıvı ile katı arasında bir formdur. Polimerik yapıda ya da sol partikülleri ile kolloidal yapıda jel üretmek mümkündür. Sol- jel prosesi ise sıvı bir “sol” fazdan katı bir “jel” faza sol bileşiminin geçişini içerir (Şekil 1.8).



Şekil 1.8: Sol-jel prosesi aşamaları

Sol-jel prosesinde kullanılan bileşenler, başlatıcılar (prekürsör) (tetraetoksi silan (TEOS), titanyum isopropoksit, vb.) çözücüler (metanol, etanol, su) ve katalizörlerdir (HCl, NaOH, vb.). İnorganik sol veya jelde bir metal (M) katyonu içeren başlatıcı, kimyasal ön başlatıcı olarak adlandırılır. (Metal tuzu, metal alkoksiti). Jel oluşum reaksiyonları ile sol içindeki yoğun kolloidal parçacıkların kontrollü dağılımı ve belirli bir polimerizasyon derecesinden sonra jel oluşumu sağlanır (Şekil 1.9). Metal tuzlarının genel formülü M_mX_n şeklindedir. Burada M metal, X bir anyonik grup, m ve n de stokiyometrik sabitlerdir. Metal tuzlarına örnek olarak alüminyum klorür ($AlCl_3$), $AgNO_3$, indiyum sülfat verilebilir (Pierre 1998). Metal alkoksitler $M(OR)_n$ genel formülü ile ifade edilirler. Metal alkoksitlere alüminyum etoksit ($Al(OC_2H_5)_3$), tetraetoksi silan (TEOS), titanyum isopropoksit, vb. örnek olarak verilebilir (Kloskowski 2010; Pinna 2009; Livage 1997; Ganguli 2001). $M(OR)$, OR: alkoksi grubu. Metal alkoksitlerin adlandırılması Tablo 1.3'te gösterilmiştir.



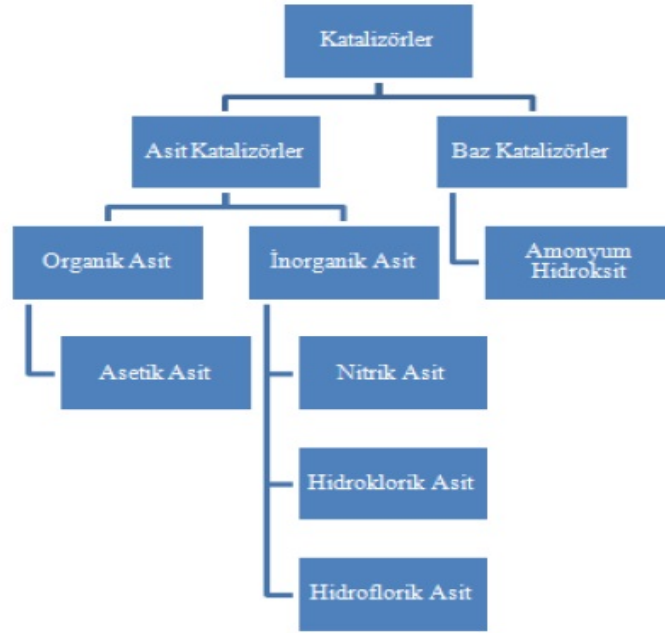
Şekil 1.9: Sol ve jel oluşumunun şematik gösterimi

Tablo 1.3: Metal alkoksitlerin adlandırılması (Pierre 1998; Toygun 2013)

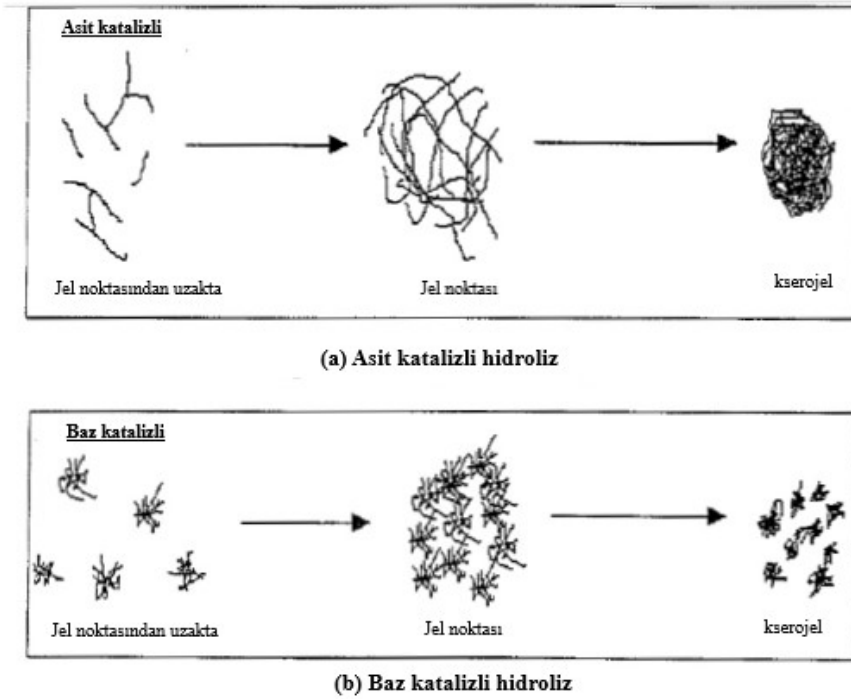
Alkol R(OH)	Alkoksit	“OR” kısaltması
Metanol CH ₃ OH	Metoksit	OMe
Etanol C ₂ H ₅ OH	Etoksit	OEt
1, propanol (n- propanol) C ₃ H ₇ OH	1-propoksit (n- propoksit)	OPr ¹
2, propanol (izo- propanol) C ₃ H ₇ OH	2- propoksit (izo-propoksit)	OPr ^s
1, butanol (n-butanol) C ₄ H ₉ OH	1 bütoksit (n- bütoksit)	OBu ⁿ
2, butanol C ₄ H ₉ OH	2 bütoksit (sec- bütoksit)	OBu ^s
2, metil propanol (izo- bütanol) C ₄ H ₉ OH	2, metil propoksit (izo- bütoksit)	OBu ⁱ
2, metil- prop,2,ol (tertio- bütanol) C ₄ H ₉ (OH)	Tertio bütoksit	OBu ^t

Metal tuzları ve metal alkoksitlerin çözelti kimyası oldukça farklı olduğundan ön başlatıcının türüne göre çözücü seçimi yapılmalıdır. Çözücü, su veya bir organik çözücü olabilir. Alkoksit ve su birbiri ile karışmadığından sol-jel prosesinde reaksiyonların gerçekleşmesi için uygun bir çözücüye ihtiyaç vardır. Çözücü olarak metal tuzları için su, metal alkoksitler için alkoller kullanılır. CH₃OH (metanol), C₂H₅OH (etanol), C₃H₇OH (propanol), C₄H₉OH (butanol) gibi alkoller sol-jel yönteminde çözücü olarak kullanılırlar ve metal alkoksitlerle reaksiyona girerler (Brinker ve Scherer 1989).

Sol-jel prosesinde asit veya baz katalizörler kullanılabilir (Şekil 1.10). Sol-jel prosesinde hidroliz kullanılan katalizöre bağlı olarak asidik hidroliz ve bazik hidroliz reaksiyonları şekilde gerçekleşebilmektedir. Asidik hidrolize uğrayan nanosoller, daha yoğun bir tabaka yapısı ve çapraz bağlanan kondenzasyon ürünleri verir. Bazik hidrolize uğrayan nanosoller ise, daha büyük gözenekler ile partikül agregatları oluşturur (Şekil 1.11).



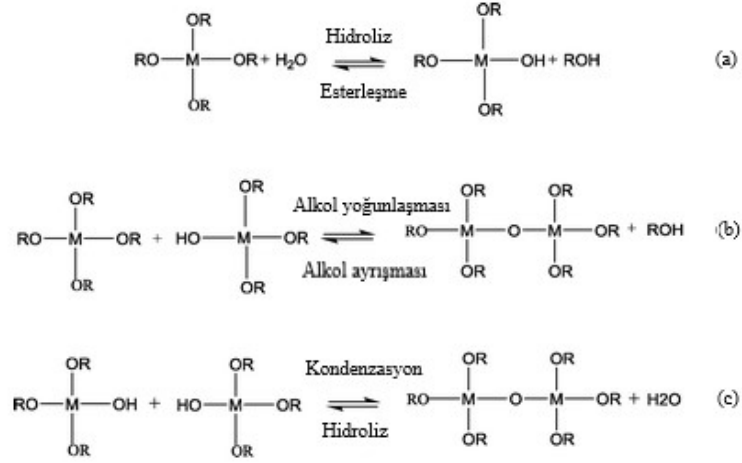
Şekil 1.10: Sol-jel prosesinde kullanılan katalizörler (Toygun 2013)



Şekil 1.11: Sol-jel prosesinin a) asidik ve b) bazik hidroliz reaksiyon adımlarının gösterimi (Toygun 2013).

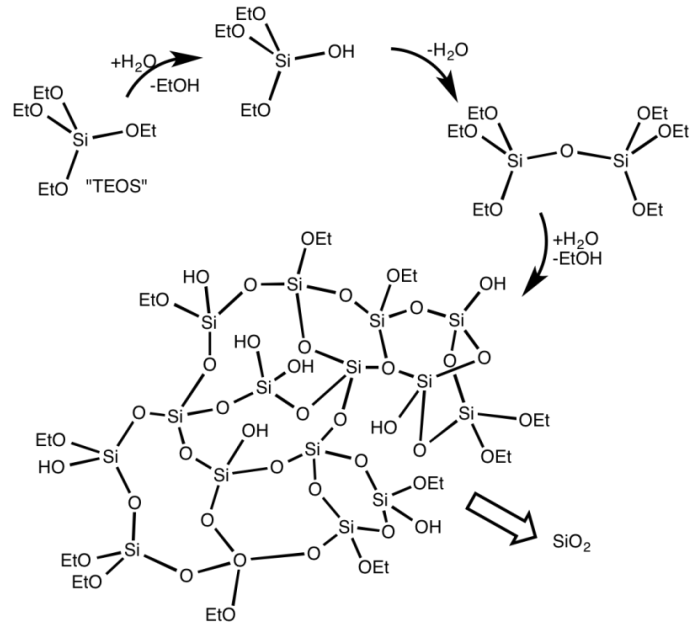
Reaktif alkoksit grupları (-OR) içeren metal alkoksitler, bir inorganik asit veya katalizör varlığında suda kolayca hidroliz reaksiyonları gerçekleştirebilirler. Hidroliz reaksiyonunda alkoksit grupları ile hidroksil (-OH) veya (-O-) ile yer değiştirir. Daha sonra gerçekleşen kondenzasyon reaksiyonuyla metaloksan bağları

(M-O-M) oluşur (Şekil 1.12). Polimerler tüm çözelti boyunca genişlediğinde, polimerler geri dönüşümsüz olarak jel formunu alırlar. Daha sonra jel kurutularak amorf kserojel gözenekli yapı (kuru jel) elde edilir (Nalwa 2003).

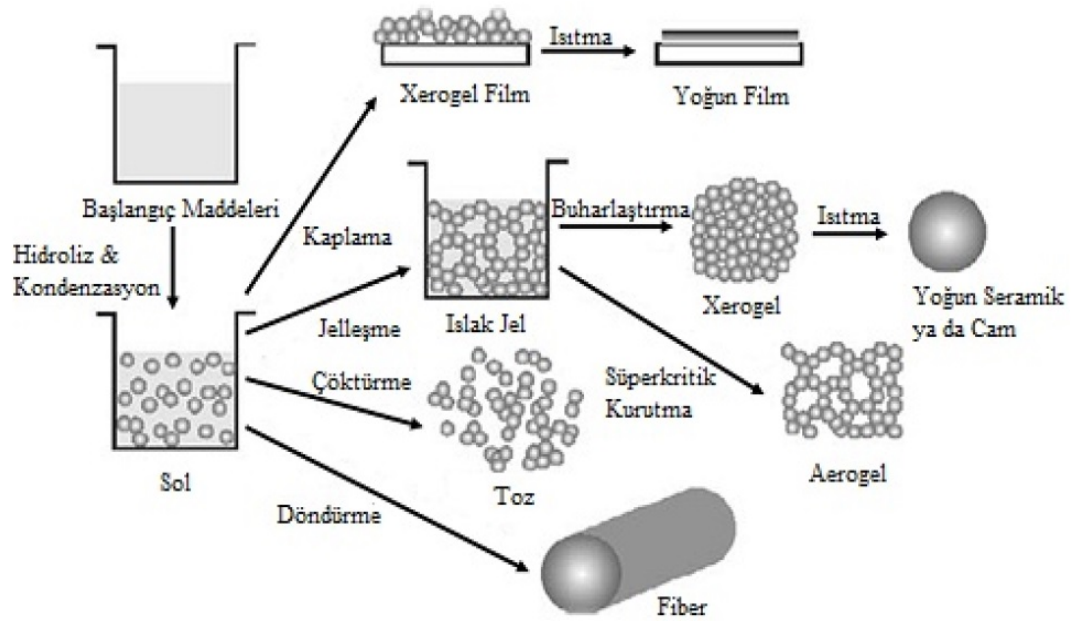


Şekil 1.12: Hidroliz (a) , (b) ve (c) metal alkoksitlerin kondenzasyonu (Liao 2013)

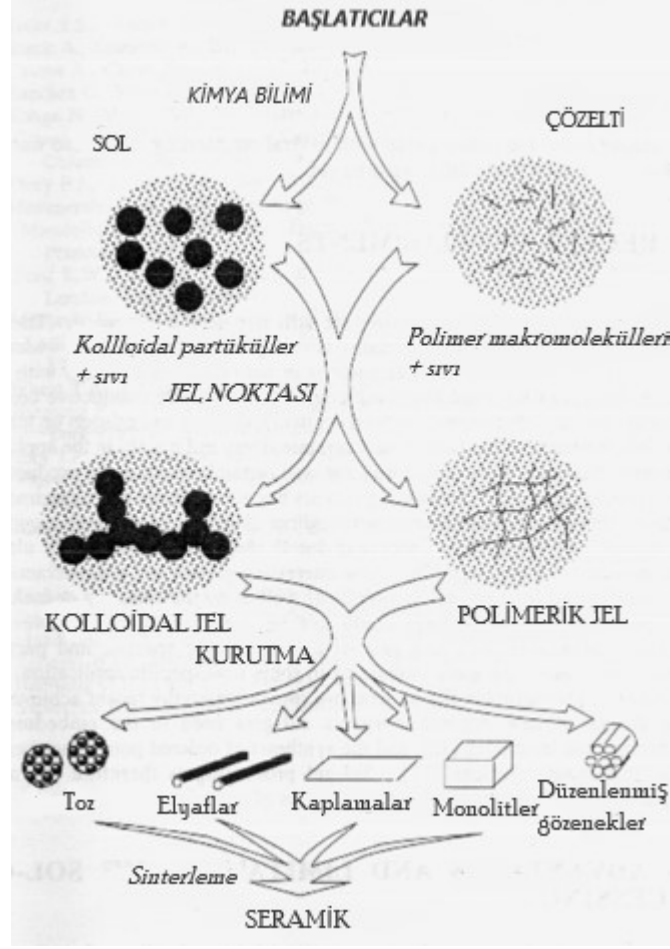
Sol-jel teknolojisi ile üç boyutlu ağ oluşumu Şekil 1.13’da gösterilmiştir. Sol-jel prosesi sonucu film, kaplama, seramik, cam, toz, lif veya arojel formunda malzeme üretmek mümkündür (Şekil 1.14 ve 1.15). Sol-jel teknolojisi ile film, toz vb. üretiminde temel proses parametreleri başlatıcı/su molar oranı, pH (asidik ve bazik koşullar), sıcaklık ve termal işlem süresi, nem, sol-jel başlatıcılarının kimyasal yapısı (yani; zincir uzunluğu ve hidrolize edilebilir grup sayısı), başlatıcı tipi olarak sayılabilir (Alongi 2014).



Şekil 1.13: Başlatıcı olarak TEOS kullanılarak elde edilen 3 boyutlu ağ oluşumu.

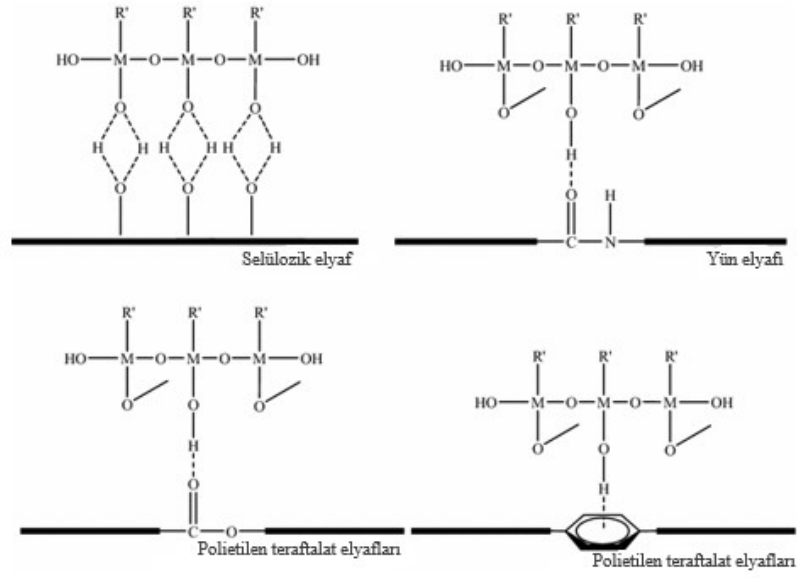


Şekil 1.14: Sol-jel yöntemi ile farklı formlarda malzeme üretimi

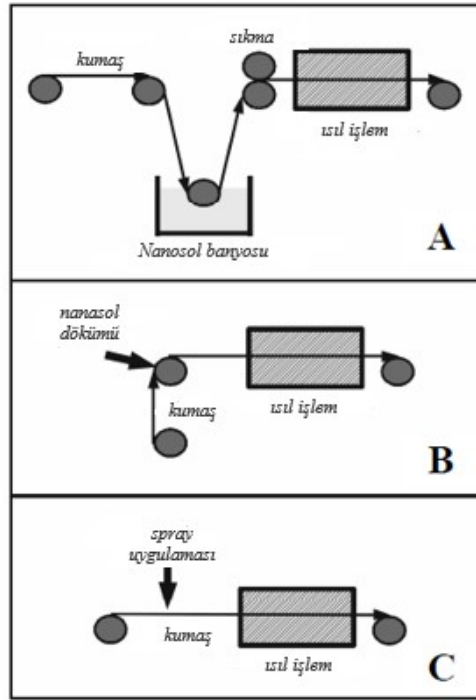


Şekil 1.15: Polimerik jel ve koloidal jel ile farklı formlarda materyaller eldesi (Pierre 1998)

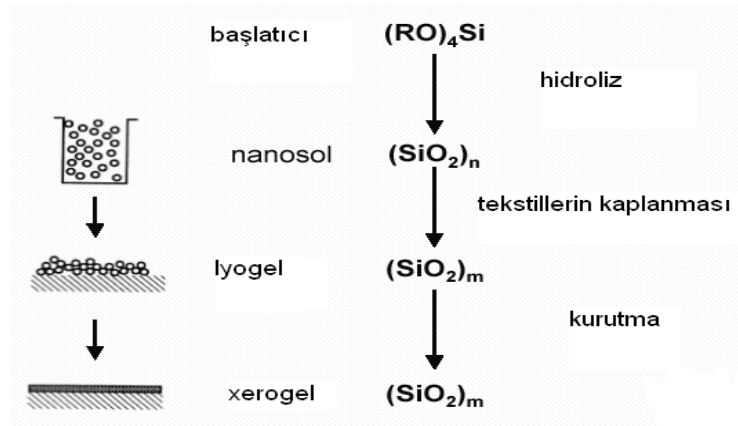
Kondenzasyon reaksiyonunda çeşitli tekstil lifleri ile başlatıcının M-OH grubu arasında gerçekleşen kovalent bağ reaksiyonu Şekil 1.16’da gösterilmiştir. Şekil 1.17’de ise nanosollerin tekstile aktarılması için farklı yöntemler gösterilmiştir.



Şekil 1.16: Çeşitli tekstil yüzeyleri ile başlatıcıların reaksiyonu (Ismail 2016)



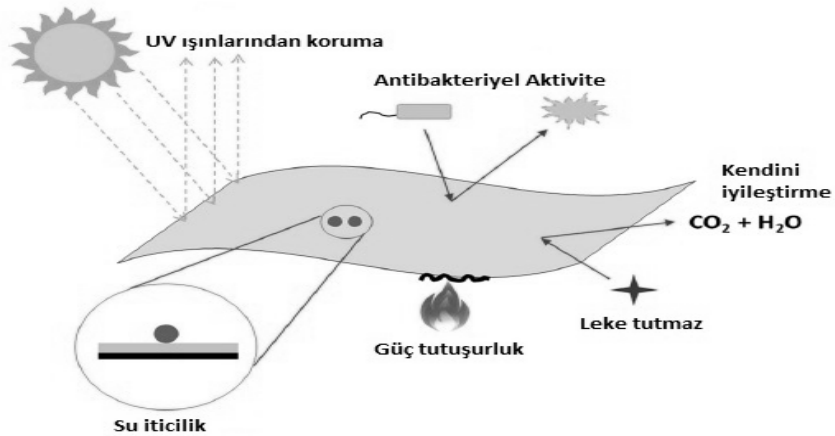
(a)



(b)

Şekil 1.17: Nanosollerin farklı yöntemlerle uygulaması; a) kumaş aplikasyon yöntemi ve b) sol-jel işleminin tekstil materyaline aktarılması yöntemi (Mahlitig 2008)

Sol-jel teknolojisi ile tekstil materyallerine güç tutuşurluk, su, yağ ve kir iticilik (Colleoni 2015), antibakteriyel etkinlik (Poli 2015), böcek iticilik (Ardanuy 2014), buruşmazlık, kolay bakım özellikleri (Huang 2006), UV-koruyuculuk, kendi kendini temizleme, fotokatalitik etki (Colleoni 2012), haslık geliştirme, aşınma dayanımı, kopma dayanımı gibi mekanik özelliklerin geliştirilmesi gibi çok çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılabilir (Şekil 1.18, Şekil 1.19).



Şekil 1.18: Tekstil materyalleri için sol-jel uygulamaları (Ismail 2016)



Şekil 1.19: Tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin uygulama olanakları (Mahltig 2005^b)

2. LİTERATÜR ÖZETLERİ

Literatürde farklı kullanım alanlarına yönelik tasarlanmış farklı türde çekirdek madde içeren mikrokapsüllerin üretiminin, mikrokapsül üretim yöntemleri arasında oldukça tercih edilen kompleks koaservasyon metodu ile gerçekleştirildiği görülmektedir. Bu bölümde kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsülleme çalışmalarına odaklanılmıştır. Yapılan çalışmaların incelenmesi sonucunda farklı etken madde içeren mikrokapsüllerin üretimine ait literatür özeti verilmiştir.

İzgü ve diğ. 1976 yılında yaptıkları çalışmada B tipi jelatin ve bu jelatinin amin gruplarının süksinik asit anhidriti vasıtasıyla kapatılmasından elde edilen türevini kullanarak basit koaservasyon ve faz ayrışması koşullarının incelenmesi ile mikrokapsül üretimi amaçlanmıştır. Elde edilen mikrokapsüllerin çeşitli özellikleri ve etken maddeyi verme yetenekleri incelenmiş, etken madde olarak sulfisoksazol kullanılmıştır. Koaservatların oluşması için sistemde bulunması gereken komponentlerin oranlarını belirlemek için belirli oranda jelatin içeren çözeltiye % 20'lik sodyum sülfat çözeltisi ilave edilerek 40 °C'de bulanıklığın başlangıcı gözlenmiştir. Bu işlemler jelatinle çalışmada pH 5.8, 5.2'de ve 4.0'da, jelatin türevi ile çalışmada 4.0 yapılmıştır. Elde edilen mikrokapsüllerin partikül büyüklükleri optik mikroskopta tayin edilmiştir ve jelatin türevi ile yapılan mikrokapsüllerin daha küresel, daha akıcı ve daha tek biçim görünümde olduğu saptanmıştır. Çalışmanın neticesinde, jelatin molekülleri arasında aldehitlerin yaptığı çapraz bağ oluşumu, jelatine kıyasla daha az olduğundan jelatin türevinden yapılan mikrokapsüllerde etken madde çıkışının daha hızlı olduğu gözlemlenmiştir.

Hawlder ve diğ. (2000) çalışmalarında kompleks koaservasyon metodu ile jelatin/arap zankı polimerlerinden oluşan duvar yapı içerisine kapsüllenmişlerdir. Çalışmada çapraz bağlayıcı madde olarak ise formaldehit kullanmışlardır. Kapsüllenmiş kumaşların performansını kapsülasyon oranı, hidrofilitite, parçacık boyutu ve enerji depolama kapasitesi açısından değerlendirilmiştir. Polimerin

çekirdek maddeye oranı arttıkça kapsüllenme oranının arttığını belirlemişlerdir. Daha yüksek bir çekirdek/duvar madde oranının ise hidrofilliği düşürdüğü sonucuna ulaşmışlardır. Çalışmada üretilen mikrokapsüllerin parçacık boyutunun 50-100 µm arasında değiştiği ve kapsüllenme oranına göre yüksek ısı depolama ve yayma kapasitesine (20-90 J/g) sahip oldukları belirtilmiştir. Araştırmacılar, mikrokapsüllerin özelliklerine periyodik çalışmanın etkisini araştırdıkları diğer bir çalışmalarında ise basit koaservasyon metodu ile mikrokapsül üretmişlerdir. Çalışmanın sonucunda, mikrokapsüllenmiş parafin vaksların boyutlarının yaklaşık 500 µm, enerji depolama kapasitelerinin 56-58 J/g olduğu ve 100 ısı devir sonrasında söz konusu mikrokapsüllerin yapılarını, kimyasal özelliklerini ve ısı depolama kapasitelerini koruduklarını belirlemişlerdir. Çalışma neticesinde elde ettikleri bulgulara göre mikrokapsüllerin çabuk boşalan ve dolan solar enerji depolama sistemleri için uygun olduğunu ifade etmişlerdir.

Övez ve diğ. 2002 yılında yaptıkları çalışmada jelatin ve arap zıncı polimer karışımları kullanarak koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretimi gerçekleştirmişlerdir. Mikrokapsül duvar yapısı için doğal polimer olan jelatin-arap zıncı ve çapraz bağlayıcı olarak da formaldehit ve formaldehit/üre kullanılmıştır. Çalışma kapsamında mikrokapsüllerin formaldehit ve formaldehit/üre ile çapraz bağlı jelatin ve arap zıncı koaservatları ortamındaki davranışları, menekşe, limon ve şeftali parfümleri kullanılarak ve yalnızca çapraz bağlayıcıların cins ve miktarları değiştirilerek incelenmiştir. Mikrokapsül çap dağılımını etkileyen parametrelerden, karıştırma hızı, yağ/su oranı, pH, seyreltme suyu miktarı ve süresi gibi parametreler sabit tutulmuştur. Yapılan incelemede, parfümlerin mikrokapsül duvarından zamana bağlı olarak karbon tetra klorür ortamına salınan konsantrasyonları ölçülmüştür. Çalışma neticesinde elde edilen bulgulara göre, mikrokapsül sisteminde çekirdek maddeyi oluşturan parfümlerin cinsleri değiştikçe, mikrokapsüllerden karbon tetra klorür içine salınan parfüm konsantrasyonlarının da zamana bağlı olarak değiştiği görülmüştür. Formaldehit ve formaldehit/üre çapraz bağlayıcıları ortamında yağ cinsine göre karşılaştırıldığında yağ salınımının en fazla menekşe parfümü ile hazırlanmış mikrokapsüllerde en az ise şeftali parfümüyle hazırlanmış mikrokapsüllerde olduğu görülmüştür. Bu yapıyla mikrokapsüllenmiş parfümlerin, kapalı ortamlarda, kirlenmiş havanın hissedilmesinin istenmediği yerlerde kullanımının uygun olabileceği saptanmıştır.

Hawlder ve diğ. (2002) yaptıkları çalışmada olarak parafinin kapsülasyonu için kompleks koaservasyon metodunu kullanmışlardır. Mikrokapsül duvar madde olarak akasya ve jelatini, çapraz bağlayıcı olarak ise formaldehit kullanmışlardır. Çalışma kapsamında yüksek bir parafin oranıyla çalışıldığında yüksek kapsülleme verimliliği sağlandığı fakat hidrofilliğin azaldığını gözlemlemişlerdir. Çalışmada sonuç olarak ısı depolama amacıyla kapsüllenen parafinin yüksek derecede ısı yayma ve depolama kapasitesine sahip olduğu verilmiştir.

Hawlder ve diğ. 2003 yılındaki çalışmalarında ise güneş enerjisi depolama maddesi olarak kullanmak üzere erime sıcaklığı 60-62 °C olan parafinin kompleks koaservasyon ve sprey-kurutma metotları ile mikrokapsülasyonunu gerçekleştirmişlerdir. Koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyonda duvar maddesi olarak jelatin ve arap zankı, çapraz bağlayıcı madde olarak ise formaldehit veya glutraldehit kullanmışlardır. Sprey kurutma yöntemiyle mikrokapsülasyonda ise 25,000 devirde çalışan Buchi 191 Mini-Spray Dryer kullanılmıştır. Kullanılan çapraz bağlayıcı maddenin mikrokapsülasyon verimliliğini etkileyen en önemli faktör olduğu tespit edilmiştir. Sonuçlar 8 ml'nin üzerindeki miktarlarda çapraz bağlayıcı maddenin kapsülasyon verimliliğini azalttığını göstermiştir. Duvar/çekirdek madde oranının artmasının kapsülasyon verimliliğini arttırdığı görülmüştür. Emülsiyonun homojenleşme süresinin kritik bir noktaya (10 dakika) kadar artmasıyla da kapsülasyon verimliliğinin arttığı görülmüştür. İki farklı metotla üretilen mikrokapsüllerin ısı depolama ve yayma kapasiteleri DSC ile yüzey morfolojileri SEM ile analiz edilmiştir. SEM sonuçları iki yöntemle de elde edilen mikrokapsüllerin üniform bir yapıya ve küresel şekle sahip olduklarını göstermiştir. DSC sonuçlarında ise sprey kurutma metodu ile elde edilen mikrokapsüllerin koaserve edilmiş örneklerle göre daha düşük bir ısı kapasitesine sahip oldukları görülmüştür. Her iki yöntem kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin çekirdek/duvar oranına bağlı olarak ısı depolama/yayma değerlerinin 145-240 J/g aralığında yer aldığı belirlenmiştir.

Özonur ve diğ. 2006 yılında yaptıkları çalışmada termal enerji depolamak amacıyla hindistan cevizi ve yağ asidi karışımının mikrokapsülasyonu için

koaservasyon yöntemini kullanmışlardır. Mikrokapsül üretiminde üre formaldehit, melamin formaldehit, b-naftol formaldehit reçineleri ve arap zankı/jelatin kullanılmıştır. Mikrokapsüllenmiş faz değıştiren maddenin 29-31 °C sıcaklık aralığında eridiđi ve bu aralıkta mikrokapsüllenmemiş hindistan cevizi-yađ asidi karışımı için faz geçişı olmadıđı görülmüştür. Çalışmanın sonucunda jelatin/arap zankının hindistan cevizi ve yađ asidi karışımı için en iyi duvar materyali olduđu sonucuna varılmıştır.

Deveci ve Bařal çalışmalarında (2009) kompleks koaservasyon metodunu kullanarak ipek fibroin ve kitosan ile faz değıştiren madde içeren mikrokapsüller hazırlamışlardır. Faz değıştiren madde olarak n- eykosan, emülsiyonlařtırıcı olarak Span 20, çapraz bađlayıcı olarak ise glutraldehit kullanmışlardır. Mikrokapsül üretiminde kullanılan ipek proteini/kitosan (SF/CHI) oranının, çapraz bađlayıcı maddenin yüzdesinin ve n-eykosan maddenin mikrokapsülasyon verimliliđi üzerine etkisini incelemişlerdir. Mikrokapsüllerin boyut dađılımı ve yüzey morfolojisi optik ve taramalı elektron mikroskobu ile karakterize edilmiştir. En yüksek mikrokapsülasyon verimliliđinin % 1.5 n-eykosan maddesi, % 0.9 çapraz bađlayıcı madde ve SF/CHI oranının 20 olduđu durumda elde edildiđi gözlenmiştir. SF/CHI oranının 5'ten düşük olduđunda mikrokapsüllerin yoğun, homojen ve gözeneksiz bir duvara sahip oldukları, SF/CHI oranının 20'den yüksek olduđunda ise mikrokapsüllerin süngerimsi, kaba bir dıř yüzeye ve pürüzsüz bir iç yüzeye sahip oldukları görülmüştür. SF/CHI oranının ve n-eykosanın artmasının hem mikrokapsülasyon verimliliđini hem de mikrokapsül boyutunu arttırdıđı sonucuna varılmıştır. Kapsül duvarının mekanik dayanımını arttırmak için ekstra bir tabakanın gerektiđi belirtilmiştir. Düşük n-eykosan içeriđinde çapraz bađlayıcı madde ilavesindeki artışın mikrokapsül boyutu ve mikrokapsülasyon verimliliđinde pozitif bir etkiye sahip olduđu görülmüştür. Sonuç olarak çalışmada SF/CHI duvar sisteminin faz değıştiren bir maddeyi kapsüllemek için kullanılabileceđi kanıtlanmıştır.

Bayes-Garcia ve diđ. (2010) yaptıkları çalışmada ısı depolama amacıyla maddelerin mikrokapsüllenmesinde koaservasyon yöntemini kullanmışlardır. İlk koaservasyonda jelatin-arap zankı, ikinci koaservasyonda sterilize edilmiş jelatin-arap zankı ve üçüncü koaservasyonda agar-agar ve arap zankı kullanarak üç farklı

metotla koaservasyon yöntemini çalışmışlardır. Ürettikleri mikrokapsülleri DSC, SEM ve optik mikroskop ile incelemişlerdir. SEM sonuçları üretilen tüm mikrokapsüllerin küresel bir şekle sahip olduklarını fakat agar-agar/arap zankı ile elde edilen mikrokapsüllerin diğer uygulanan metotlara göre daha pürüzsüz ve kompakt bir yüzeye sahip olduklarını göstermiştir. Bunun da mikrokapsüllerin kurutulma işleminin dondurularak yapılmasından kaynaklandığı kanısına varmışlardır. DSC sonuçlarından sterilize edilmiş jelatin/arap zankı ve agar-agar/arap zankı ile mikrokapsüllemiş faz değıştiren maddelerin aynı entalpi değerlerine sahip olduklarını çıkarmışlardır. Çalışmanın sonucunda üç yöntemde de hazırlanan mikrokapsüllerin enerji depolama için kullanılabilirleri tespitine varılmıştır.

Güler ve diğ. 2011 yılında yaptıkları çalışmada kompleks koaservasyon metodunu kullanarak doğal polimerik malzeme olan jelatin-arap zankı duvar materyali içerisine yağ asidi ötektik karışımları (kaprik asit-palmitik asit) hapsederek mikrokapsül eldesi sağlamışlardır. Mikrokapsüllemiş faz değıştiren maddelerin ev tekstili amaçlı kullanılacak %100 poliester perdelik kumaşa emdirme yöntemi ile uygulaması gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada ortamın ısıtma-soğutma yükünün azaltılması amaçlanmıştır. Çalışmanın devamında mikrokapsüllerin morfolojik ve kimyasal yapıları ile termal özellikleri SEM, FT-IR ve DSC ile karakterize edilmiştir. DSC analizleri, %12.5 konsantrasyona sahip jelatin-arap zankı duvar maddesinin yeterli derecede enerji depolama maddesini hapsedebileceğini ortaya koymuştur. Erime sıcaklığı aralığı (-20)-30 °C ve erime ısısı -272.9 J/g ± 4.7 J/g'dır. FT-IR spektrumları da kompleks koaservasyon işleminin başarı ile gerçekleştiğini ortaya çıkarmıştır. Çalışmanın neticesinde mikro faz değıştiren madde uygulanmış kumaşların kullanıldığı iç ortamda, işlem görmemiş kumaşların kullanıldığı ortama nazaran 0.5-1.5 °C arasında daha iyi ısı konfor sağladığı sonucuna varılmıştır.

Dong ve diğ. 2011 yılında yaptıkları çalışmada jelatin ve arap zankını duvar materyali olarak kullandıkları çalışmalarında nane yağın kompleks koaservasyon metoduyla kapsüllemişler ve farklı dispersiyon ortamlarında mikrokapsüllerin salınım oranını araştırmışlardır. Sıcak suda mikrokapsüller önce hızlı bir salınım yaparken daha sonra yavaş bir salınım yaptıkları ve bunun

çekirdek/ duvar materyali oranı ile ilişkili olduğunu bulmuşlardır. Mikrokapsüllerin soğuk suda ise 40 gün boyunca sadece nane yağının % 7'sinin salındığını belirlemişlerdir.

Jun-Xiaa ve diğ. 2011 yılında yapmış oldukları çalışmalarında tatlı portakal yağını kapsüllemek için kompleks koaservasyon metodunu kullanmıştır. Çalışmada duvar materyali olarak soya proteini izolatu (SPI) ve arap zımkı kullanılırken pH, iyoniklik gücü, SPI/arap zımkı oranı, çekirdek materyalin kapsüllemesi araştırılmıştır. Analizler sonucunda SPI/arap zımkı koaservasyonu optimum pH 4 olarak bulunurken iyonik güç arttıkça bu iki biopolimer arasındaki koaservasyonun azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca en yüksek koaservat verimliliği SPI/arap zımkı oranı 1:1 iken olduğu belirlenmiştir. SEM görüntü sonuçlarına göre ise boşluksuz küresel yapıda mikrokapsüllerin üretildiği görülmüştür.

Li ve diğ. (2012) yaptıkları çalışmada, jelatin-arap zımkı, poliüretan ve stiren esaslı kopolimer kabuklar ile çekirdek madde olarak n-oktadekan içeren mikrokapsüller üretmişlerdir. Mikrokapsüller sırasıyla kompleks koaservasyon, ara yüzey polimerizasyonu ve süspansiyon polimerizasyonu ile üretilmiştir. Ayrıca dış duvar olarak poliüretan ve iç duvar olarak stiren-divinilbenzen kopolimer yapısına sahip yeni bir mikrokapsül üretimi araştırılmıştır. Çalışmada ayrıca mikrokapsüllemiş kumaşları bu çalışmada stiren ve divinil-benzeni hem yardımcı çözücü hem de duvar oluşturucu monomer olarak kullanmışlardır. Mikrokapsüllerin ve makrokapsüllerin morfolojileri ve yapıları taramalı elektron mikroskop ve optik mikroskop ile karakterize edilmiştir. Farklı kopolimer duvarlarının kimyasal yapılarını belirlemek için FT-IR analizi kullanılmıştır. Sıcaklıklarını ve entalpilerini ölçmek için DSC analizi kullanılmıştır. Mikrokapsül duvarı olarak poliüretan sentezinde 2.4-diizosiyanat toluen kullanıldığında mikrokapsüllerin erime entalpilerinin 60 J/g'dan düşük olduğu belirlenmiştir. Öte yandan izoporen diizosiyanat monomeri kullanılarak sentezlenen PU duvarlı mikrokapsüller ile jelatin/arap zımkı duvarlı mikrokapsüllerin mekanik özelliklerinin zayıf olduğu belirlenmiştir. Mikrokapsül duvar olarak stiren divinilbenzen esaslı kopolimer (PSD) ve PU dış duvarlı, stiren divinilbenzen kopolimer iç duvarlı kompozit (PUSD) yapı oluşturulduğunda mikrokapsül erime ısılarında çok az fark olduğu ancak morfolojik özellikler açısından PUSD duvarlı

mikrokapsüllerin avantajlı olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Sonuç olarak PSD duvarlı mikrokapsüllerin ısı düzenleyici tekstil ve giyim, ısı enerji depolama alanlarında umut verici olacağı sonucuna ulaşılmıştır.

Başal ve diğ. (2013) çalışmalarında antimikrobiyel ajan içeren mikrokapsüllerin medikal tekstil ürünlerinde kullanımını geliştirmeyi amaçlamışlardır. Bu amaç doğrultusunda antibakteriyel özellikteki sarı kantaron yağını kompleks koaservasyon yöntemi ile kapsüllemişlerdir. Çalışmada duvar materyali olarak ise jelatin ve arap zankı kullanılmıştır. Mikrokapsül üretimi sonunda kapsülleme verimi, kapsül boyutu ve kapsüllerin içerdikleri yağ miktarının etkisini araştırmışlardır. Kapsülleme verimi ile ilgili olarak sonuçlar değerlendirildiğinde kullanılan yağ miktarının artması ile kapsülleme veriminin arttığı sonucuna varılmıştır. Kapsül boyutları yağ miktarı arttıkça daha büyük yağ damlacıklarının oluşmasına bağlı olarak büyüme göstermiştir. Bunun yanı sıra SEM analizi ile mikrokapsüllerin küresel şekilde ve pürüzsüz kabuk yapısına sahip oldukları tespit edilmiştir. Çalışmanın neticesinde işlem koşullarında en yüksek kapsülleme veriminin elde edildiği 15 ml yağ miktarı, 1.6 ml surfaktan miktarı ve 35 devir/dakika karıştırma hızının optimum şartlar olduğu tespit edilmiştir.

Butstraen ve diğ. 2013 yılında yaptıkları çalışmada kompleks koaservasyon tekniğini kullanarak mikrokapsülleme gerçekleştirmişlerdir. Mikrokapsüllerin hazırlanmasında kabuk maddeleri olarak kitosan ve arap zankı, çekirdek maddesi olarak ise yağda çözünen kırmızı boya kullanılmıştır. Çalışmada, mikrokapsül üretiminde emülsiyon oluşumu sırasında etkili faktörleri araştırmışlardır. Bu faktörleri karıştırma süresi ve hızı, çapraz bağlayıcı etkisi, polimer oranı ve ortam pH'ı olarak belirlemişlerdir. Çalışma kapsamında gerçekleştirilen analizler sonunda optimum emülsiyon koşullarının 11.000 devir/dakika hızında ve 15 dakika süresinde ve pH 3.6'da gerçekleştiğini tespit etmişlerdir. Bunun yanı sıra yüksek kapsülleme verimi elde etmek için kitosan/arap zankı oranının 0.25 olması gerektiği sonucuna varmışlardır. Çalışmada kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsülleme işlemi gerçekleştirilmiş ve üretim parametrelerine etki eden faktörler araştırılmıştır.

Demirbağ ve diğ. (2013^b) yaptıkları çalışmada kompleks koaservasyon metodunu kullanarak ısı depolama özellikli mikrokapsül üretimini

amaçlamışlardır. Çalışma kapsamında jelatin/nanokil duvar materyaline sahip n-eykosan içerikli mikrokapsül üretimi ve üretilen mikrokapsüllerin termal stabilitesinin araştırılması hedeflenmiştir. Üretilen mikrokapsülün ısı depolama özelliğini belirlemek amacıyla DSC analizi, mikrokapsülün morfolojisini belirlemek için ise optik mikroskop ve SEM analizi yapılmıştır. Mikrokapsüllerin üretimi sırasında ilk olarak çekirdek madde olan n-eykosan yüzey aktif madde yardımıyla jelatin-su polimer çözeltisi (% 2.5) içerisinde dağıtılarak emülsiyon oluşturulmuştur. Çalışmanın devamında anyonik karakterli nanokil sulu dispersiyonu emülsiyona ilave edilerek kompleks oluşumu başlatılmıştır. Son aşamada çapraz bağlama prosesi ile mikrokapsüller stabil hale getirilmiştir. Mikrokapsülleme sırasında çekirdek/duvar madde oranı 1.5:1 olarak alınmış, üretim hızı 1500 devir/dakika olarak ayarlanmıştır. SEM analiz sonuçlarına göre küresel taneciklerin oluştuğu görülmüştür. DSC eğrisi incelendiğinde ise mikrokapsüllerin -91.4 J/g ısı yayarken 103.0 J/g ısı depoladığı görülmüştür. DSC analizi sonuçlarına göre kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsül üretiminin başarılı bir şekilde gerçekleştiği ve mikrokapsüllerin 103.0 J/g gibi yüksek ısı depolama kapasitesinin olduğu saptanmıştır.

Kayahan ve diğ. 2013 yılında yaptıkları çalışmada antibakteriyel çekirdek ve duvar maddeleri içeren mikrokapsüllerin hazırlanması ve tekstil yüzeylerine uygulanabilirliğini araştırmışlardır. Bu doğrultuda kompleks koaservasyon metodu ile kitosan ve arap zamkı polimerlerini duvar maddesi olarak kullanarak antibakteriyel özellikte olan karanfil yağını kapsüllemeyi amaçlamışlardır. Mikrokapsül üretiminde ayrıca çapraz bağlayıcı olarak gluteraldehit ve yüzey aktif madde olarak Span 20 kullanılmıştır. Çalışmada üretilen mikrokapsüllerin kimyasal yapıları FT-IR analizi, morfolojileri optik mikroskop ve SEM analizi ile incelenmiştir. Mikrokapsüllerin antibakteriyel aktivitesi disk difüzyon metodu ile araştırılmıştır. Araştırmalar sonucunda üretilen mikrokapsüllerin düzgün küresel şekil ve nano boyutlara sahip oldukları tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra mikrokapsüllerin gram pozitif bakterilerine karşı antibakteriyel özellikte oldukları sonucuna varmışlardır. Çalışmanın neticesinde kitosan/arap zamkı duvar yapıları antibakteriyel mikrokapsül üretiminin kompleks koaservasyon metodu ile başarılı bir şekilde gerçekleştiği görülmüştür.

Demirbağ ve diğ. (2014) yaptıkları çalışmada, kompleks koaservasyon metodunu kullanarak, nano kil ve nano alüminyum oksit (Al_2O_3) katkılı jelatin/arap zımkı ve jelatin/sodyum alginat duvarlı, ısı depolama özellikli mikrokapsül üretimini amaçlamışlardır. Çalışma kapsamında üretilen mikrokapsüllerin termal stabilitesinin araştırılması hedeflenmiştir. Üretilen mikrokapsülün ısı depolama özelliğini belirlemek amacıyla DSC analizi, mikrokapsülün morfolojisini belirlemek için ise optik mikroskop ve SEM analizi yapılmıştır. SEM analiz sonuçlarına göre küresel taneciklerin oluştuđu görülmüştür. DSC analizi sonuçlarına göre kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsül üretiminin başarılı bir şekilde gerçekleştiđi ve mikrokapsüllerin ısıl stabilitelerinin nano materyal katkısız mikrokapsüllere göre daha yüksek olduđu belirlenmiştir. Ayrıca nano materyal katkılı mikrokapsül uygulanmış kumaşların güç tutuşur özelliđe sahip oldukları tespit edilmiştir.

Yang ve diğ. 2015 yılında yaptıkları çalışmada kompleks koaservasyon metodunu kullanarak haşhaş tohumu yađını kapsüllemeyi amaçlamışlardır. Çalışma kapsamında duvar materyali olarak arap zımkı ve jelatin bunların yanı sıra mikrokapsül üretiminde sodyum hidroksit, asetik asit, glutraldehit ve etanol kullanılmıştır. Yang ve diğ. bu çalışmada üç farklı duvar oranı (arap zımkı/jelatin) ile kapsülleme verimliliđini incelemişlerdir. Ayrıca ürettikleri mikrokapsülleri SEM, FT-IR, DSC, TGA ve X-ışını kırınım (XRD) analizleri ile karakterize etmişlerdir. Çalışma neticesinde arap zımkı/jelatin oranının 1:3 olarak kullanıldığında mikrokapsüllerin küresel şekle ve pürüzsüz yüzeye sahip oldukları tespit edilmiştir. Sonuç olarak kompleks koaservasyon metodu ile kapsüllenen haşhaş tohumu yađının uzun süreli depolamada kapsül içerisinde korunduđu sonucuna varılmıştır.

Xioa ve diğ. 2015 yılında yaptıkları çalışmada kompleks koaservasyon yöntemini kullanarak stirallil asetat çekirdek maddesini, jelatin ve arap zımkı duvar maddelerini kullanarak kapsüllemeyi amaçlamışlardır. Ayrıca analiz sonuçlarının kıyaslanması adına stirallil asetat çekirdek, jelatin/arap zımkı duvar yapıda mikrokapsül ile sadece duvar yapıdan oluşun çekirdek madde ilavesiz mikrokapsül üretimini gerçekleştirmişlerdir. Mikrokapsüller, çağraz bağlayıcı olan transglutaminaz kullanılarak ve duvar madde oranları 1:1 alınarak üretilmiştir.

Üretimini gerçekleştirdikleri mikrokapsüllerin morfolojilerini optik mikroskop ve SEM, termal özelliklerini TGA analizi ile incelemişlerdir. Ayrıca FT-IR analizi ve XRD yöntemi ile mikrokapsül çekirdek ve duvar yapılarındaki değişimleri araştırmışlardır. Çalışma sonucunda % 1.35 duvar konsantrasyonu ile 2.23 g stirallil asetat kullanıldığında kapsülleme verimliliğinin % 80.6, yağ yükleme kapasitesinin de % 66.2 olduğu tespit edilmiştir. TGA analiz sonuçlarına göre üretilen mikrokapsüllerin yüksek ısıl stabiliteye sahip oldukları, SEM analiz sonuçlarına göre de küresel formda ve pürüzsüz yüzeye sahip oldukları görülmüştür. Ayrıca FT-IR analiz sonuçlarına göre mikrokapsül yapısındaki jelatin, arap zankı ve stirallil asetatın yapılarında değişim olmadığı, XRD analizi ile de çekirdek maddenin duvar materyalleri ile kaplandığı belirlenmiştir. Çalışma neticesinde jelatin ve arap zankının kompleks koaservasyon yöntemi ile mikroenkapsülasyonunda yüksek kapsülleme verimliliği ile ısıl kapasite elde edilebileceği sonucuna varmışlardır.

Bezerra ve diğ. 2016 yılında yaptığı çalışmada kompleks koaservasyon yöntemine göre (Wang 2014; Piacentini 2013; Lv 2013; Leclercq 2009 ve Desai ve diğ. 2005) iki farklı biyopolimerin çapraz bağlayıcılar yardımıyla pH doğrulaması yaparak uygulamıştır. Bu çalışmada sulu çözelti içerisine ayrı ayrı hazırlanan üç emülsiyonun oluşumu ile başlanmıştır. Birinci işlemde 50 °C'de 50 ml su ile 3 g jelatin karışımı yapılmıştır. İkinci işlemde emülsiyon 5 ml sitronella esans yağı ile 0,3 g sodyum lauril sülfat (SLS) ile karıştırılarak 50 °C'de tamamlanmıştır. Üçüncü emülsiyon işleminde oda sıcaklığında 100 ml su içerisine 3 g arap zankı ile karıştırılmıştır. Birinci ve ikinci emülsiyonlar çözülene kadar karıştırılması devam ettirilerek yağların tamamen homojenize olması için karıştırma 500 rpm'e yükseltilmiştir. Üçüncü aşamada sitrik asit kullanılmasıyla pH 4'e kadar düşürülmüştür. Daha sonra stabilizasyonun tamamlanması için hazırlanan numuneler 90 dakika bekletilmiştir. Çalışma neticesinde elde edilen düşük difüzyon katsayıları, kinetik yağ salımı, lif tipinden etkilendiği görülmüştür. Polyester polimer zincirinin yağı tam olarak hapsedemediği fakat selülozik olan pamuğun liflerinin arasına hapsoldüğü, yüksek yoğunluklu hidrofillik yapısında ektisinin olduğu belirtilmiştir. Farklı koku salım özelliklerinin belirlenmesinde başta pamuk daha sonra sentetik liflerin tercih edilmesi hakkında bilgiler verilmiştir.

3. YÖNTEM 1

Bu tez çalışmasının ilk bölümü mikrokapsül üretimi ve mikrokapsüllerin sol-jel yöntemi ile kumaşa aktarılması aşamalarından oluşmaktadır. İlk aşamada mikrokapsüller; öz maddesi olarak Aloe vera yağı, kılıf maddesi üretiminde katyonik polimer olarak jelatin, anyonik polimer olarak arap zankı, yüzey aktif madde olarak sodyumdodesil sülfat (SDS) ve çapraz bağlayıcı olarak gluteraldehit kullanarak kompleks koaservasyon yöntemine göre üretilmiştir.

3.1 Materyal ve Metot

Bu tez çalışmasında haşılı sökülmiş, kasarlanmış ve ağartılmış 20/10 kanvas, panama %100 pamuklu kumaş (239 g/m², 22 tel/cm çözgü sıklığı, 22 tel/cm atkı sıklığı) kullanılmıştır. Bu pamuklu kanvas kumaş Yeniçeri Tekstil A.Ş. firmasından temin edilmiştir. Çözgü yönündeki kumaş mukavemeti (ASTM D5035-90 (sökülmiş şerit), 94.23 kgf ve kumaş uzaması %23.71'dir.

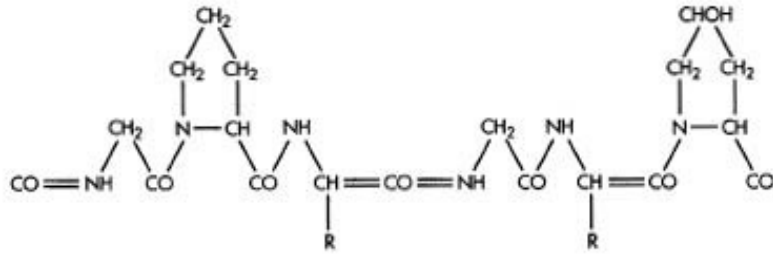
Mikrokapsül üretiminde kompleks koaservasyon yöntemi kullanılmıştır. Bu amaç için kılıf maddesi olarak katyonik polimer olarak jelatin ve anyonik polimer olarak arap zankı kullanılmıştır. Öncelikle 3 gram jelatin 50 ml su içinde 50°C sıcaklıkta manyetik karıştırıcıda çözünmeye bırakılmıştır. Sonraki aşamada 5 ml Aloe vera yağı, 0,3 g sodyum dodesil sülfat (SDS) ve 50 ml su 50 °C sıcaklıkta manyetik karıştırıcıya bırakılmıştır. Karışımlar homojen hale geldiğinde aloevera yağı içeren çözelti damlatma hunisi aracılığı ile damla formunda jelatin çözeltisine ilave edilmiştir. Daha sonra bu karışıma tekrar damlatma hunisi aracılığı ile 3 g arap zankı ve 100 ml sudan oluşan homojen haldeki çözelti damla formunda eklenmiştir. Bu aşamada sitrik asit ile pH 4 seviyesine getirilmiş ve 90 dakika boyunca stabil hale gelene kadar manyetik karıştırıcıda karışmaya bırakılmıştır. Bekleme süresi sonunda çözelti buz banyosuna alınmıştır ve 5-10 °C sıcaklıkta 1 saat manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Bekleme süresi sonunda 1 M NaOH kullanılarak çözelti pH'ı 8-9

seviyesine getirilmiş ve 1 g gluteraldehit damla formunda ilave edilmiştir. Çözelti gün aşırı karışmaya bırakılmıştır. Oluşan çözelti santrifüj tüplerine doldurulmuş ve birer defa su ve etanol ile yıkama yapılmıştır.

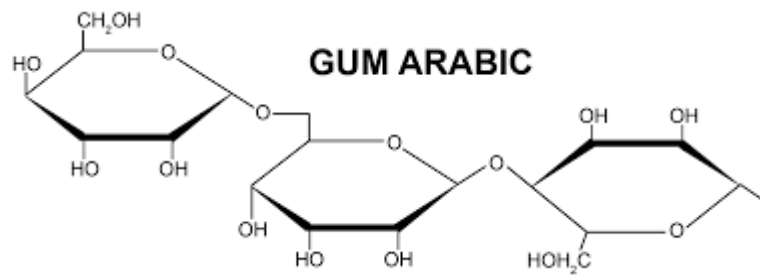
3.2 Kapsülasyon İşleminde Kullanılan Maddeler

3.2.1 Kılıf Oluşturucu Maddeler

Çalışmada kabuk maddesi üretiminde protein esaslı kationik polimer jelatin ($C_6H_{12}O_6$, A Neogen Company, MC-015 Birleşik Krallık) ve polisakkarit esaslı anyonik polimer arap zamkı ($C_{15}H_{20}NNaO_4$, Carlo Erba, Gum Arabic, Fransa) kullanılmıştır.



Şekil 3.1: Jelatin toz açık formül



Şekil 3.2: Arap zamkı açık formül

3.2.2 Öz Maddesi

Öz Maddesi olarak Aloe vera yağı (Sarı sabır yağı, Kırıntı Baharat Ltd. Şti., Kocaeli) kullanılmıştır. Aloe vera yağı hakkında daha önce yapılan araştırmalarla ilgili şu ifadelere rastlanmıştır. Aloe veranın yoğunluğu ($d = 4,94229/5 = 0,988458$ g/ml) 0,996 g/ml olarak bulunmuştur.

Aloe vera yağının antibakteriyel özelliği bilinmektedir [Joshi ve diğ. 2009].

3.2.3 Çapraz Bağlayıcı

Gluteraldehit ($C_5H_8O_2$, Merck, %25 sulu solüsyon, De) bu tez çalışmasında çapraz bağlayıcı olarak kullanılmıştır. Literatürde toksik özelliklerinden ve çözeltilinin sarı renge dönüşmesine neden olmasından dolayı bu çapraz bağlayıcı yerine daha çevre dostu bağlayıcılar araştırılmaktadır. Gluteraldehitin kimyasal formülü Şekil 3.3'te verilmiştir.



Şekil 3.3: Gluteraldehit kapalı formül

3.2.4 Yüzey Aktif Madde

Mikrokapsül üretiminde yüzey aktif madde olarak SDS ($C_{18}H_{35}O_2$, %98, MERCK, Germany) kullanılmıştır.

3.2.5 Sitrik Asit

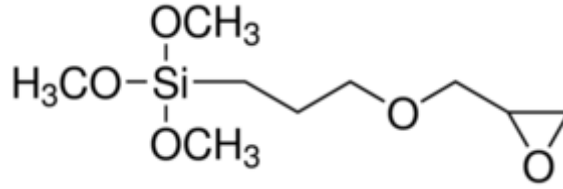
Sitrik Asit (Emir KİMYA, Ankara/Türkiye) Koaservat oluşumunda pH'ın 4'e ayarlanması için kullanılmıştır.

3.2.6 Nanosol Çözeltileri Bileşenleri

Bu tez çalışmasınca oluşturulan mikrokapsüller sol-jel yöntemi ile hazırlanan silan esaslı nanosol çözeltileri ile bağlanmıştır. Nanosol çözeltileri hidroliz ve kondenzasyon esasına dayanarak polimerize olmakta ve oluşan silan ağ yapısı içerisine mikrokapsül partikülleri hapsolmaktadır. Böylece uzun süre koku salım özelliği göstermektedir.

3.2.7 Glisidil Oksipropil Trimetoksisilan (GPTMS)

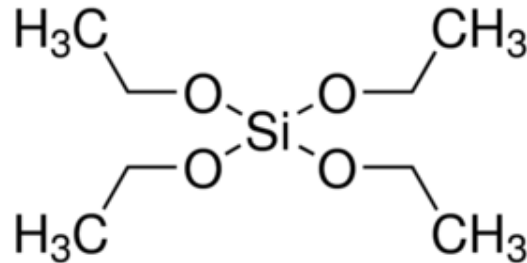
3-Glisidil oksipropil trimetoksisilan ($C_9H_{20}O_5Si$, %98, Sigma-Aldrich, Germany), nanosol çözeltilerinde kullanılan silan esaslı başlatıcı maddedir.



Şekil 3.4: GPTMS açık formül

3.2.8 Tetraetil-Orto Silikat (TEOS)

TEOS ($Si(C_2H_5)_4$, %98, Sigma-Aldrich, Germany) silan esaslı başlatıcı maddedir. Molekül formülü Şekil 5’de gösterilmiştir.



Şekil 3.5: Teos açık formül

3.2.9 Sülfürik Asit

Sülfürik asit (H_2SO_4 , %95-98, Tekken Kimya, Türkiye) nanosol çözeltilerinin asidik hidroliz esasına göre hidroliz aşamasının gerçekleştirilmesi için kullanılmıştır.

3.3 Konvansiyonel Çözelti Bileşenleri

Konvansiyonel çarpaz bağlayıcı içerikli çözeltilerin hazırlanmasında dimetildihidroksietilen üre (DMDHEU) esaslı RUCON FAS ticari çarpaz bağlayıcı Rudolf Duraner A.Ş. firmasından temin edilmiştir.

Tablo 3.1: Mikrokapsül üretim reçetesi

Kimyasal maddeler	Miktar
Jelatin	%1.5
Arap zamkı	%1.5
Aloe vera	10 ml
SDS	0.8 ml
Sitrik asit	0.26 g
NaOH (1M)	5.5 ml
Gluteraldehit (%25)	0.6 ml

3.4 Sol-Jel Yöntemi

Nanosol çözeltilerinin hazırlanmasında silan esaslı başlatıcılar olarak GPTMS ve TEOS kullanılmıştır. Nanosol çözeltilerinin hazırlanmasında kullanılan reçeteler ve işlem akışı sırasıyla Tablo 3.1 ve Tablo 3.2’de gösterilmiştir.

5 ml TEOS 100 ml su içerisine ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırıcıda 10 dk karıştırılmıştır, homojen çözelti eldesinden sonra çözeltiliye 5 ml GPTMS ilave edilmiştir. Sonraki aşamada H_2SO_4 çözeltisi eklenerek çözelti pH’ı 3.4’e ayarlanmıştır. Mikrokapsüller hazırlanan nanosol çözeltisine 50 g/l konsantrasyonunda ilave edilmiştir.

Tablo 3.2: Nanosol çözeltilerinin hazırlanmasından kullanılan reçete

Kimyasal madde	Miktar
TEOS, ml	5 ml
GPTMS, ml	5 ml
H2SO4 (5 mol/l)	2.8 ml
Mikrokapsül	5 g
Su	100 ml

Tablo 3.3: Sırasıyla işlem basamakları

Sırasıyla İşlem Basamakları
<ul style="list-style-type: none">• 5 ml TEOS + 100 ml Su• 5 ml GPTMS ilavesi• 2.8 ml H2SO4 (5 mol/l) ile pH ayarlaması yapılır.• 5 gr. mikrokapsül ilavesi• Homojen çözelti elde edilinceye kadar karıştırılır.• Emdirme Af= %88• 100 C'de 5 dk. kurutma 3 tekrar yapılır• 120 C'de 4 fiksaj işlemine tabi tutularak sonlandırılır.

3.5 Konvansiyonel Çapraz Bağlama Yöntemi

Karşılaştırma amaçlı olarak hazırlanan mikrokapsüller pamuklu kumaşlara konvansiyonel çapraz bağlayıcı olarak dimetildihidroksietilen (DMDHEU) üre içerikli ticari çapraz bağlayıcı olan RUCON FAS kullanarak aktarılmıştır. Konvansiyonel çapraz bağlayıcı kumaşa aktarılması için hazırlanan çözeltilerin reçeteleri Tablo 3.4'te verilmiştir.

10 g Rucon FAS, 100 ml su içerisinde çözülmüştür ve 5 gram aloe vera yağı içeren mikrokapsül eklenmiştir. Çözelti tamamen homojen hale gelene kadar bekletilmiştir. Çözelti homojen hale geldikten sonra pamuklu kumaşa emdirilmiştir. Emdirilen kumaş 100' °C de kurutulup 120'°C de fikse edilmiştir.

Tablo 3.4: Konvansiyonel yöntem için işlem reçetesi

Kimyasal madde	Miktar
Rucon Fas	10 g
Su	100 ml
Mikrokapsül	5 g

3.6 Uygulanan Karakterizasyon ve Test Yöntemleri

Optik mikroskop ile mikrokapsüllerin boyutlarının ve yoğunluğunun ölçülme işlemidir. Elde edilen mikrokapsüllerin üretim verimi aşağıdaki denklem 3.1'e göre hesaplanmıştır (Türkoğlu 2013).

$$(\%) \text{ Verim} = \frac{\text{Kapsül içindeki gerçek madde miktarı}}{\text{Kapsül içindeki teorik madde miktarı}} \times 100 \quad (3.1)$$

3.7 Mikrokapsüllerin Yağ İçeriğinin Hesaplanması

UV-Vis spektrofotometre (Perkinelmer, lambda 25, Amerika Birleşik Devletleri) ile aloe vera yağının kalibrasyon eğrisi 280 nm dalga boyunda elde edilmiştir ve üretilen kapsüllerin absorbans değeri spektrofotometrede ölçülerek, karşılık gelen konsantrasyon değeri belirlenmiş ve böylece mikrokapsüllerin yağ konsantrasyonları belirlenmiştir.

3.8 Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Subjektif Değerlendirmesi:

Kumaşların koku salım özellikleri her hafta 1 kere olmak üzere 3 hafta boyunca 5 kişi tarafından test edilmiş ve raporlanmıştır. 10x10 cm numune alınmıştır. Plastik bir çubuk veya tırnak ile numune üzerinde "x" (3x3cm) kazandıktan sonra numune 5 paneliste koklatılmıştır. Panelistler açık bir koridorda 3-

4 defa numuneleri koklamıştır. Her koklatma aralığında 15 dakika beklenmiş ve aralarda panelistler önceki kokuyu nötralize etmek için kahve çekirdeği koklamışlardır. Kokular 1 (koku yok) - 5 (mükemmel koku) aralığında değerlendirilmiştir. Panelistlerin verdiği puan ortalaması geçer not olarak kabul edilmiştir.

3.9 Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Yıkama Dayanımının Değerlendirilmesi

Kumaşların yıkama dayanımları TS EN ISO 105-C06 standardına göre 4x10 cm boyutlarında kumaşın 5 g/l Ece deterjanı içeren 150 ml su içerisinde 40°C’de 30 dk Linitest cihazında (SDL ATLAS, M228 Rotawash, ABD) yıkama işlemi ile gerçekleştirilmiştir.

3.10 Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Aşındırma Dayanımının Değerlendirilmesi

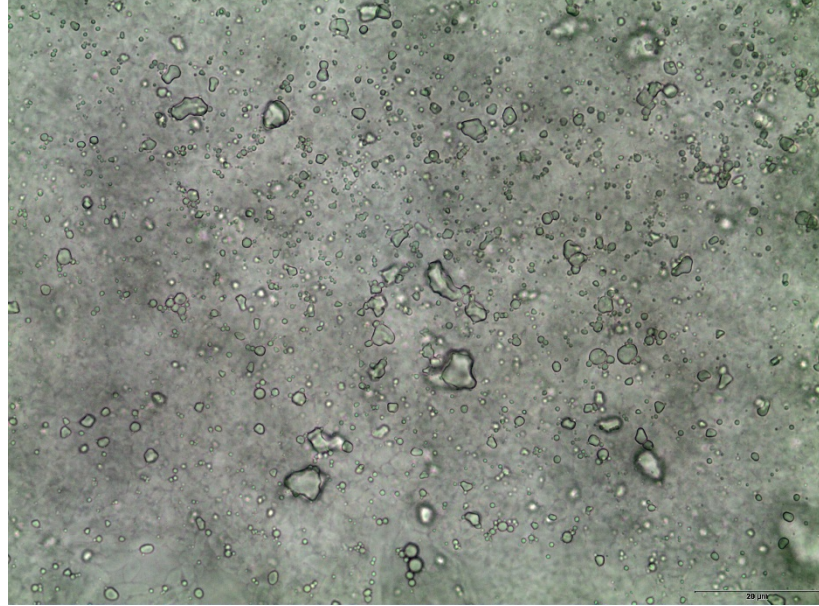
Mikrokapsül aktarılan kumaşların koku salım özellikleri Martindale cihazında ASTM D4966 standartlarında (Martindale, m235, ABD) 3000 devir aşındırma sonrası değerlendirilmiştir.

4. BULGULAR 1

4.1 Mikrokapsülasyon Karakterizasyonu

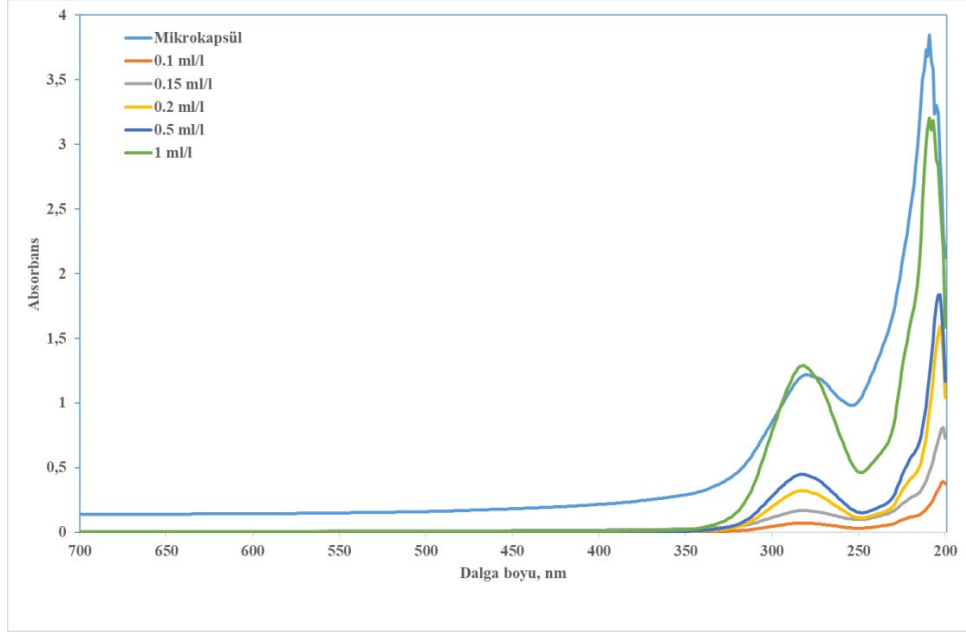
Üretilen mikrokapsüllerin kapsül verimi %92 olarak bulunmuştur.

Hazırlanan mikrokapsüllerin optik mikroskopta görüntüleri alınmıştır. Aşağıdaki şekilde kompleks koaservasyon yöntemine göre üretilen mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüleri verilmiştir.

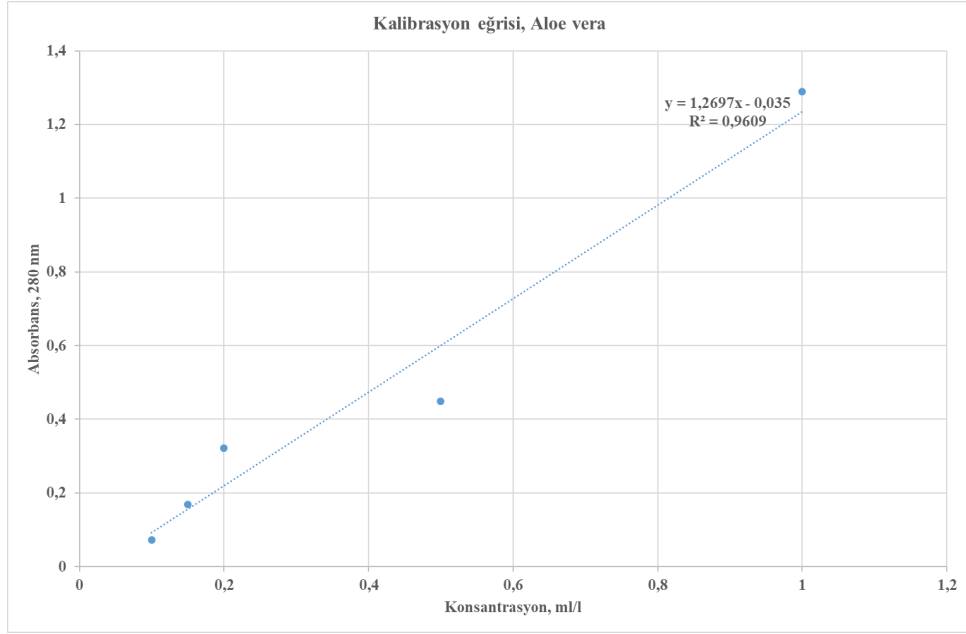


Şekil 4.1: Üretilen mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüsü

Aloe vera yağı için absorbands eğrileri ve kalibrasyon eğrisi oluşturulmuş ve Şekil 4.2 ve Şekil 4.3'te verilmiştir. Bu kalibrasyon eğrisi kullanarak mikrokapsülün yağ içeriği 1 ml/L olarak bulunmuştur.



Şekil 4.2: Aloe vera ile elde 200-700 nm bölgesinde elde edilen absorbans eğrileri

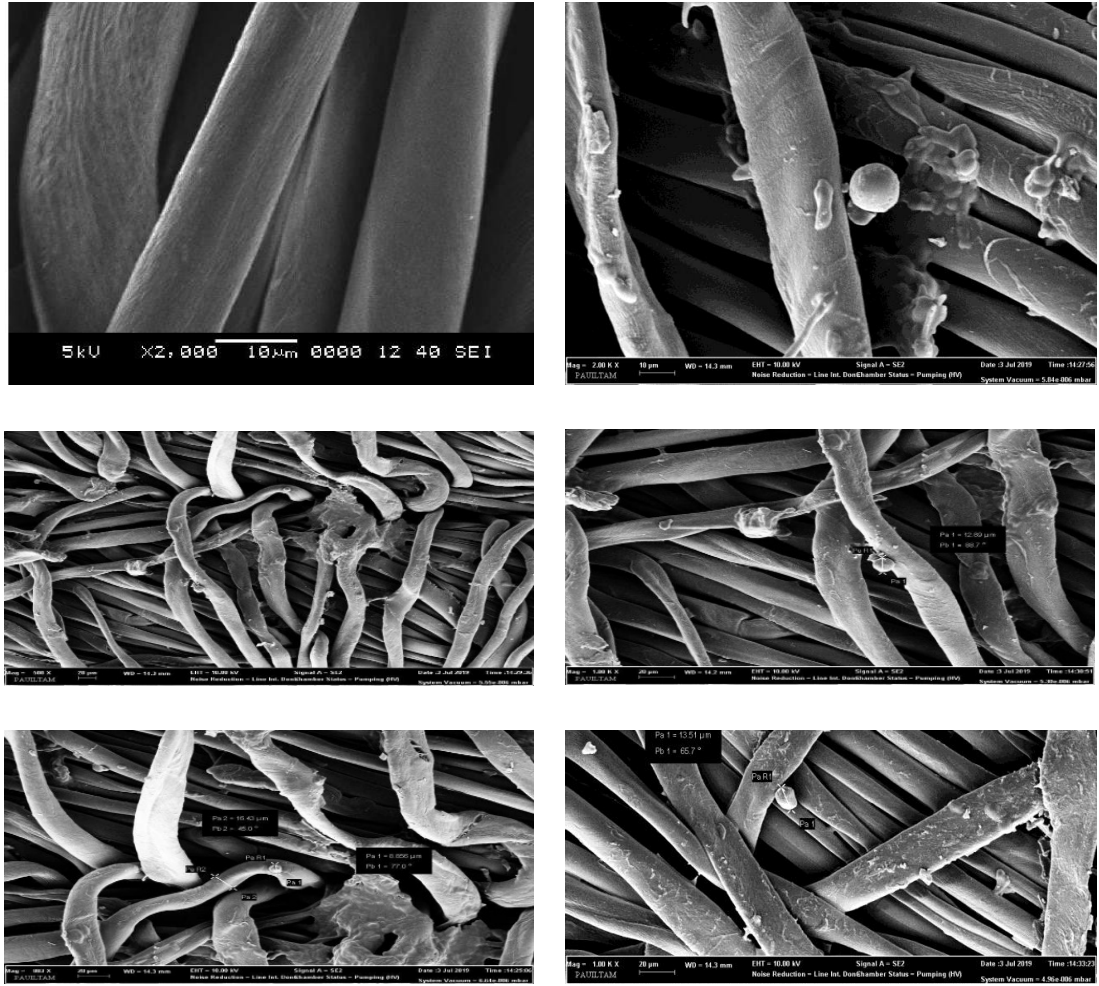


Şekil 4.3: 280 nm'de elde edilen absorbans değerleri için kalibrasyon eğrisi grafiği

4.2 Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların Karakterizasyonu

4.2.1 Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların SEM Analizi

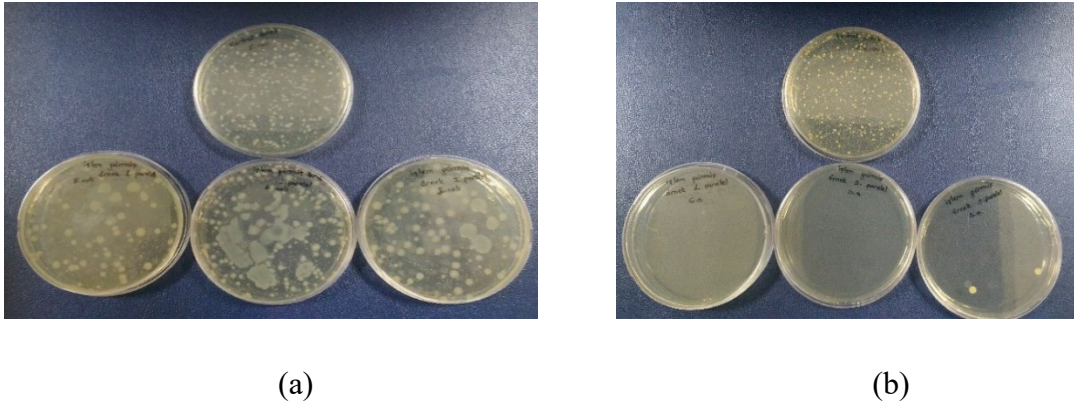
Pamuklu kumaş üzerinde mikrokapsüllerin SEM görüntüleri Şekil 4.4'te verilmiştir. Buna göre mikrokapsüllerin ortalama boyutunun $[(8,856+12,89+13,51)/3]=11,752 \mu\text{m}$, işlem görmemiş kumaşın lif çapı $12 \mu\text{m}$ iken işlem gören kumaşın lif çapının $16,43 \mu\text{m}$ olduğu bulunmuştur. SEM görüntüleri ile kumaşlar üzerinde mikrokapsül varlığı kanıtlanmıştır. Ayrıca kaplama tabakasının varlığı (500x büyütme) da ispatlanmıştır.



Şekil 4.4: Mikrokapsüllerin aktarılan kumaşların SEM görüntüleri

4.2.2. Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların SEM Analizi

Mikrokapsül aktarılan kumaşların *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite test sonuçları sırasıyla Tablo 4.1'te ve antibakteriyel aktivite testi görüntüleri Şekil 4.5'te verilmiştir. Bu sonuçlara göre işlem gören kumaşlar *S.aureus* bakterisine karşı yüksek bir etkinlik gösterirken, *E.coli* bakterisine karşı yeterli etkinlik gösterememiştir.



Şekil 4.5: *E.coli* (a) *S. aureus* (b) bakterileri için antibakteriyel aktivite testi görüntüleri

Tablo 4.1: *E.coli* ve *S.aureus* bakterisi için antibakteriyel aktivite sonuçları

	Ortalama bakteri sayısı (adet)		Bakteri Azalması (%)	
	<i>E.coli</i>	<i>S.aureus</i>	<i>E.coli</i>	<i>S.aureus</i>
İşlemsiz Kumaş	245000	255000	-	-
Kaplanan Kumaş	143500	2.5	41.43	99.99

4.2.3. Mikrokapsül Aktarılan Kumaşların Koku Salm Özellikleri

Koku değerlendirme sonuçları aşağıdaki tablolarda verilmiştir. Genel olarak subjektif koku değerlendirme sonuçları incelendiğinde sol-jel yönteminin konvansiyonel yöntemle göre koku dayanımını arttırdığı ve aşındırma ve yıkama sonrası kumaştaki koku miktarının azaldığı, fakat özellikle aşındırma testi sonrası

koku dayanımının sol-jel yöntemi ile işlem gören kumaşlarda daha yüksek olduğu bulunmuştur. Yıkama testi sonrası koku dayanımında ise sol-jel yöntemi konvansiyonel yöntemle göre gelişme sağlamamıştır.

Tablo 4.2: Sol-jel yöntemi ve konvansiyonel yöntemle işlem gören kumaşların 1., 2., 3. ve 4. hafta sonrası subjektif koku değerlendirme sonuçları

Hakem no	Hafta	Yöntem	Koku Şiddeti	Yöntem	Koku Şiddeti
1	1	Sol-Jel	3	Konvansiyonel	2
2	1	Sol-Jel	3	Konvansiyonel	2
3	1	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	1
4	1	Sol-Jel	2.5	Konvansiyonel	3
5	1	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
Ort.			2.5		2
1	2	Sol-Jel	3	Konvansiyonel	2
2	2	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
3	2	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	1
4	2	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	3
5	2	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
Ort.			2.2		2
1	3	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
2	3	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
3	3	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
4	3	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	1.5
5	3	Sol-Jel	1.5	Konvansiyonel	1.5
Ort.			1.9		1.8
1	4	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
2	4	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	2
3	4	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	1.5
4	4	Sol-Jel	2	Konvansiyonel	1.5
5	4	Sol-Jel	1.5	Konvansiyonel	1.5
Ort.			1.9		1.7

Tablo 4.3: Sol-jel yöntemi ve konvensiyonel yöntemle işlem gören kumaşların aşındırma testi sonrası 1., 2., 3. ve 4. Hafta sonrası subjektif koku değerlendirme sonuçları

Hakem no	Hafta	Yöntem	Koku Şiddeti	Yöntem	Koku Şiddeti
1	1	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
2	1	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	1	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	2
4	1	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	1	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	2
Ort.			1.6		1
1	2	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
2	2	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	2	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	1
4	2	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	2	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	2
Ort.			1.4		0.8
1	3	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
2	3	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	3	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
4	3	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	3	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
Ort.			1.4		0.4
1	4	Sol-Jel	1.5	Konvensiyonel	1
2	4	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	4	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
4	4	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	4	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
Ort.			1.3		0.4

Tablo 4.4: Sol-jel yöntemi ve konvensiyonel yöntemle işlem gören kumaşların aşındırma testi sonrası 1., 2., 3. ve 4. hafta sonrası subjektif koku değerlendirme sonuçları

Hakem no	Hafta	Yöntem	Koku Şiddeti	Yöntem	Koku Şiddeti
1	1	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
2	1	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	1	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	2
4	1	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	1	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	2
Ort.			1.6		1
1	2	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
2	2	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	2	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	1
4	2	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	2	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	2
Ort.			1.4		0.8
1	3	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
2	3	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	3	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
4	3	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	3	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
Ort.			1.4		0.4
1	4	Sol-Jel	1.5	Konvensiyonel	1
2	4	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
3	4	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
4	4	Sol-Jel	1	Konvensiyonel	0
5	4	Sol-Jel	2	Konvensiyonel	1
Ort.			1.3		0.4

5. YÖNTEM 2

5.1 Materyal Metot

Bu tez çalışmasında kasar ve ağartma işlemi görmüş bezayağı dokuma %100 pamuklu kumaş (30x40 cm, gramaj: 110 g/m²) altlık malzeme olarak kullanılmıştır. Pamuklu kumaşların atkı sıklığı 22 atkı/cm ve çözgü sıklığı 32 çözgü/cm'dir. Tüm kimyasallar reaktif derecede kullanılmıştır. Tüm denemeler 2 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Kahve içerikli hazır kapsül (AromaBall, Insilico, South Korea), 3-Glisidil oksipropil trimetoksisilan (GPTMS, Sigma-Aldrich, Germany), Titanyum (IV) izopropoksit (TIPT, VERTEC, +97%, Alfa Aesar), hidrojen peroksit (Gökşin Kimya, Türkiye), tetraetoksisilan (TEOS, Si(OC₂H₅)₄, (%98, Sigma-Aldrich, Germany), etanol (C₂H₅OH, Carlo Erba, Spain) ve sodyum hidroksit (Emboy, Türkiye) kimyasal maddeleri kullanılmıştır.

20 ml etanol ile içerisinde farklı konsantrasyonlarda TIPT ultrasonik homojenizatörde 1 dakika karıştırılmıştır. 5 ml TEOS farklı konsantrasyonlarda GPTMS ve 20 ml etanol eklenerek 1 dakika daha karıştırılmıştır. pH kontrolü yapılmıştır. pH ≈4 seviyesine getirmek için 4.5 ml asetik asit eklenmiştir. 3 g kahve içerikli kapsül eklenerek 15 dakika manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır ve pamuklu kumaşa emdirilmiştir. Ramöz 100 °C'de 3 dakika kurutulmuş ve ramözün derecesi 120 °C'de 20 dakika fikse işlemi yapılmıştır. Yapılan bu çalışmalarda uyguladığımız farklı denemelerde kullanılan reçeteler Tablo 5.1'de gösterilmiştir.

Tablo 5.1: Denemeler ve kullanılan reçeteler

REÇETE	T1G1	T2G1	T1G2	T2G2
TIPT, g	1	2	2	2
Etanol, ml	20	20	20	20
1. Aşama	Ultrasonik Homojenizatörde 1 dk karıştırma			
TEOS, ml	5	5	5	5
GPTMS, ml	5	10	5	10
Etanol, ml	20	20	20	20
pH	4.11	4.09	4.05	4.08
2. Aşama	Manyetik karıştırıcıda 15 dk karıştırma			
Asetik Asit, ml	4.5	6	5.5	6.5
Kapsül, g	3	3	3	3
3. Aşama	Ramöz 100 °C'de 3 dk kurutma			
4. Aşama	Ramöz 120 °C'de 20 dk kurutma			

5.2 Değerlendirmede Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri

Bu tez çalışmasında kumaşların karakteristik özelliklerini tespit etmek için fiziksel, termal analizler, morfolojik analizler yapılmıştır. Nanosol çözeltilerin pH değerleri ölçülmüştür. Kumaşların fiziksel özellik analizleri için kütleli artış değerleri hesaplanması, beyazlık ve sarılık ölçümü karşılaştırması yapılmıştır. Kaplanmış kumaşların morfolojik analizleri için fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FTIR-ATR) analizi yapılmıştır. Ayrıca aplikasyon sonucunda antibakteriyel aktivite testi yapılmıştır.

5.2.1 Kütleli Artış Tespiti

Kaplama yapılmış kumaşların kütleli artış değerlerini tespit etmek için kumaşlar 105 °C'de 5 saat etüvde (Binder, Binder GmbH Bergstr, Germany) bekletilip, desikatörde 1 saat bekletilerek sabit ağırlığa getirildikten sonra hassas terazi (Radwag, Wagi Elektronikze, Polonya) ile tartım yapıp aşağıdaki denklem 5.1 kullanılarak kütleli artış değerleri elde edilmiştir.

$$W_{\text{artış}} (\%) = \frac{W^2 - W^1}{W^1} \times 100 \quad (5.1)$$

Denklem 5.1’de W_1 , işlem görmemiş kumaşın kuru ağırlığını ve W_2 işlem görmüş kumaşın kuru ağırlığını göstermektedir.

5.2.2 pH Ölçümü

Çözeltilerin pH’sı pH metre (HI 221, Hanna Instrument, Romania) kullanılarak ölçülmüştür.

5.2.3 Beyazlık ve Sarılık Değerlerinin Ölçümü

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların beyazlık (CIE Whiteness ve Stenby’ya göre) ve sarılık değerleri (ASTM E313’e göre) spektrofotometre (Datacolor 600, Datacolor Applied Color Systems, Inc., USA) kullanılarak UV-included, Spec excluded, USAV kalibrasyon modunda, örnekler 4 kat katlanarak sarılık değerleri ölçümü için C lambası 10° bakış açısı altında ölçülmüştür. Beyazlık değerlerini ölçmek için ise D65 lambası 10° bakış açısı altında ölçülmüştür.

5.2.4 Buruşmazlık Açısı

Buruşmazlık açısı BS EN 22313:1192 standartına göre çözgü ve atkı yönündeki örneklerin buruşmazlık açıları tek tek ölçülmüş ve ardından her iki yönden elde edilen ortalama değerler toplanmış ve toplam buruşmazlık açısı hesaplanmıştır.

5.2.5 Aşınma Direnci

Mikrokapsül aktarılan kumaşların aşınma dayanımı Martindale cihazında ASTM D4966 standartlarında (Martindale, m235, Amerika Birleşik Devletleri) değerlendirilmiştir.

5.2.6 Eğilme Uzunluğu Ölçümü

Eğilme uzunluğu değerleri (Shirley Stiffness Tester, SDL Atlas Textile Testing Solutions, England) kullanarak BS 3356, 1992 standardına göre tespit edilmiştir.

5.2.7 Yıkama Dayanımı Analizi

Rotawash yıkama cihazı (SDL Atlas, Etki Ltd.Şti) cihazında “*Heals’s Ece Formulation non-phosphate reference detergent (A) without optical brightening agent*” kullanarak 40°C’de 30 dk. 150 ml suda 5 g/l deterjan çözülerek yapılmıştır. Standart ISO 105 C06-A1S 10 yıkama yapılmıştır.

5.2.8 Kantitatif Antibakteriyel Aktivite Analizi

Kumaşların antibakteriyellik özellikleri kumaşlar su itici özellik gösterdikleri için AATCC 100 standardı ile analiz edilememiş, onun yerine ASTM 2149 standardında uygun olarak EGE MİKAL laboratuvarlarında (İzmir) analiz edilmiştir. % Bakteri azalması işlemsiz kumaşla karşılaştırılarak hesaplanmıştır. % bakteri azalması formülü aşağıdaki gibidir. (Durán, Nelson ve diğ. 2007).

$$R(\%) = \left[\frac{(A-B)}{A} \right] \times 100 \quad (5.2)$$

R: Azalma oranı

A: İşlemsiz kumaşlardaki bakteri kolonileri sayısı

B: İşlemlenmiş kumaşlardaki bakteri kolonileri sayısı

5.2.9 FTIR-ATR Analizi

FTIR-ATR Analizleri FTIR-ATR spektrofotometresi, Hyperion 1000 (Bruker Optik GmbH) birleşik cihazı ile ASTM E168, ASTM E1252 standartlarına uygun olarak Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma Merkezinde (Denizli, Türkiye) gerçekleştirilmiştir. Ölçümler 400-4000 cm^{-1} aralığında (MIR) ATR modunda ve transimiyon spektrumu olarak ölçülmüştür.

5.2.10 Kumaşların Koku Salım Özelliklerinin Subjektif Değerlendirmesi

Kumaşların koku salım özellikleri 6 panelist tarafından 60 gün sonunda test edilmiş ve raporlanmıştır. 10x10 cm numune alınmıştır. Plastik bir çubuk veya tırnak ile numune üzerinde "x" (3x3cm) kazandıktan sonra numune 5 paneliste koklatılmıştır. Panelistler açık bir koridorda 3-4 defa numuneleri koklamıştır. Her koklatma aralığında 15 dk beklenmiş ve aralarda panelistler önceki kokuyu nötralize etmek için kahve çekirdeği koklamışlardır. Kokular 1 (koku yok)- 5 (mükemmel koku) aralığında değerlendirilmiştir. Panelistlerin verdiği puan ortalaması geçer not olarak kabul edilmiştir.

6. BULGULAR 2

Kumaş örneklerinin kütleli artış, beyazlık ve sarılık indeksi değerlerinin ortalaması, eğilme uzunlukları ortalaması, mikrokapsül ve sol-jel işlemleri sonucunda atkı ve çözgü yönünde kumaşın; buruşmazlık açısı ortalama değerlerinin yıkama sonundaki ve öncesinde bulguları Tablo 6.1’de verilmiştir.

Tablo 6.1: (%) Kütleli artış, buruşmazlık açısı, eğilme uzunluğu, beyazlık ve sarılık indeksi verileri

Deneysel Bulgular / Numuneler			T0G0	T1G1	T1G2	T2G1	T2G2
Buruşmazlık Açısı	Yıkamadan Önce	Atkı	84	90.5	79.5	87	94
	Yıkamadan Önce	Çözgü	83.5	93	89	88	100
	Yıkamadan Önce	Toplam	167.5	183.5	168.5	175	194
	Yıkamadan Sonra	Atkı	61	65	66	70	65
	Yıkamadan Sonra	Çözgü	68	74.5	70	70	75
	Yıkamadan Sonra	Toplam	129	139.5	136	140	140
Eğilme Uzunluğu	Yıkamadan Önce	Atkı	1.12	3.025	3.69	3.52	4.02
	Yıkamadan Önce	Çözgü	1.59	5.14	4.72	5.17	6.36
	Yıkamadan Sonra	Atkı	1.005	1.99	2.3	2.02	2.76
	Yıkamadan Sonra	Çözgü	1.41	3.05	3.16	2.75	3.69
(% Kütlesel Artış)			-	11	11	16	18
Stensby, Beyazlık İndeksi			82.03	60.15	63.605	59.455	60.685
E313, Sarılık İndeksi			6.9	21.12	18.495	21.415	20.475

Mikrokapsülasyon ve Sol-jel işlemleri tamamlanan kumaşların son aşamasında antimikrobiyellik testi için ASTM 2149 metoduna gör göre *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli* bakterileri ile antibakteriyel aktivite testi yapılmıştır. Bulgular Tablo 6.2 ve Tablo 6.3'te verilmiştir.

Tablo 6.2: *Staphylococcus aureus* antibakteriyellik aktivite testi

ÖRNEK NO	KONTROL 24.SAAT (ORTALAMA)	ÖRNEK 24. SAAT (ORTALAMA)	% AZALMA
T1G1	153500	129500	15.64
T1G2	153500	525000	34.13
T2G1	153500	54500	61.68
T2G2	153500	75500	50.90

Tablo 6.3: *Escherichia coli* antibakteriyellik aktivite testi

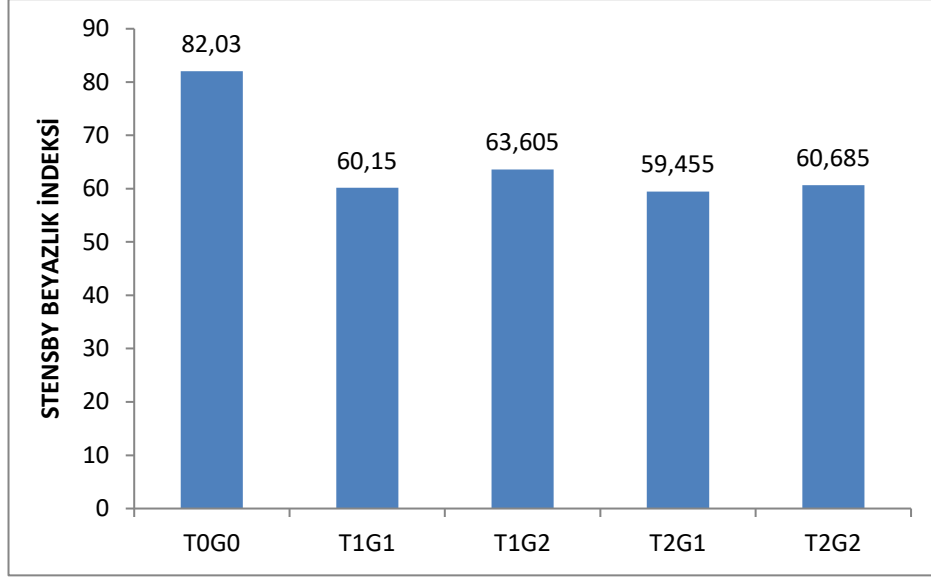
ÖRNEK NO	KONTROL 24.SAAT (ORTALAMA)	ÖRNEK 24. SAAT (ORTALAMA)	% AZALMA
T1G1	240000	224000	6.67
T1G2	240000	175000	27.08
T2G1	240000	132000	45.00
T2G2	240000	107000	55.42

6.1 Kumaşların Kütlesel Artış Değerleri

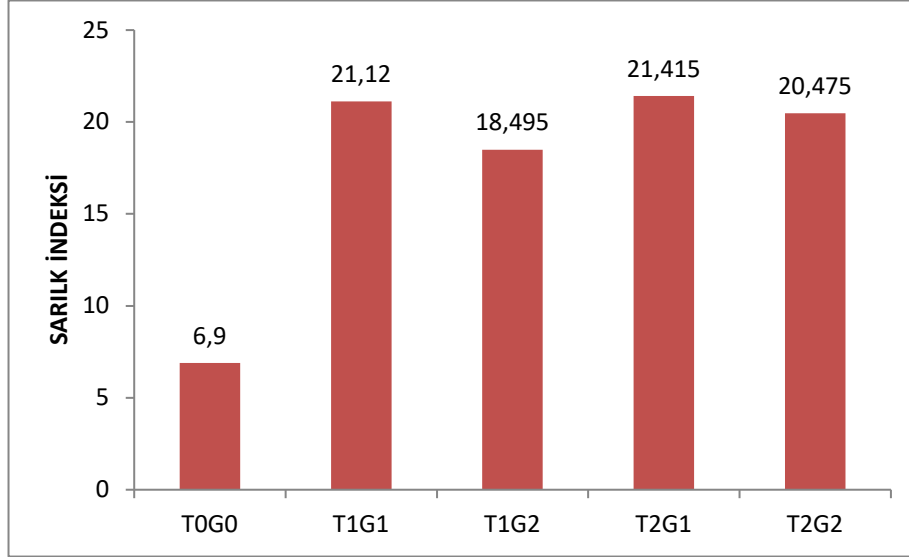
Tablo 6.1'de görüldüğü gibi işlem yapılmış bütün kumaşlarda kütle artışı gözlemlenmiştir. TIPT konsantrasyonu artırıldığında ve GPTMS konsantrasyonu artırıldığında kütlesel artış değerleri %11'de %16 ve %18'e artmıştır.

6.2 Kumaşların Beyazlık ve Sarılık İndeksleri

İşlemsiz ve kaplanmış kumaşların beyazlık ve sarılık indeksleri Tablo 6.1 ve Şekil 5.3'te verilmiştir. Kaplanan kumaşların beyazlık değerleri düşmüş, sarılık değerleri ise artmıştır. GPTMS konsantrasyonunun artışı beyazlık değerlerini önemli miktarda deęiřtirmezken, TIPT miktarının artışı beyazlık deęerlerini 60.15'ten 59.46 'ya ve 63.61'den 60.69'a düşürmüştür.



Şekil 6.1: Beyazlık indeksi analizi

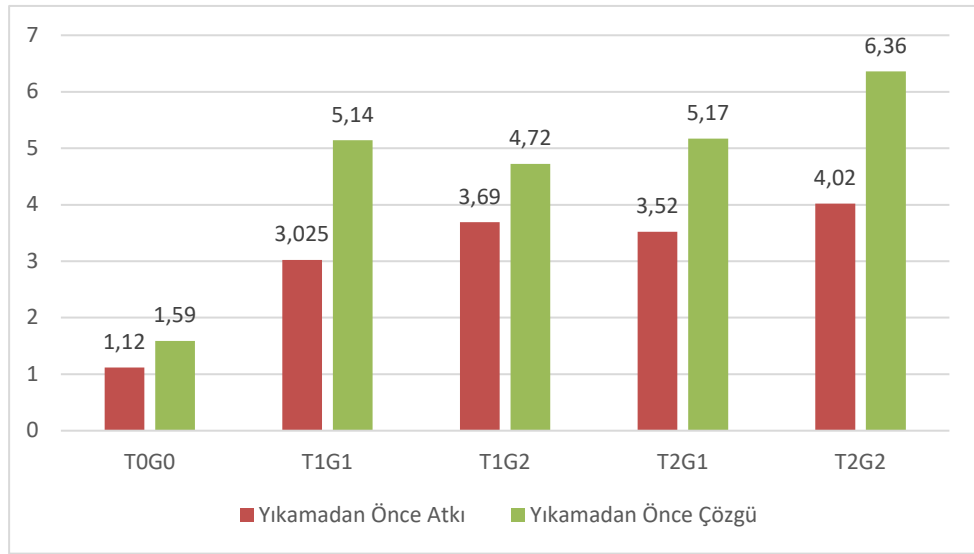


Şekil 6.2: Sarılık indeksi analizi

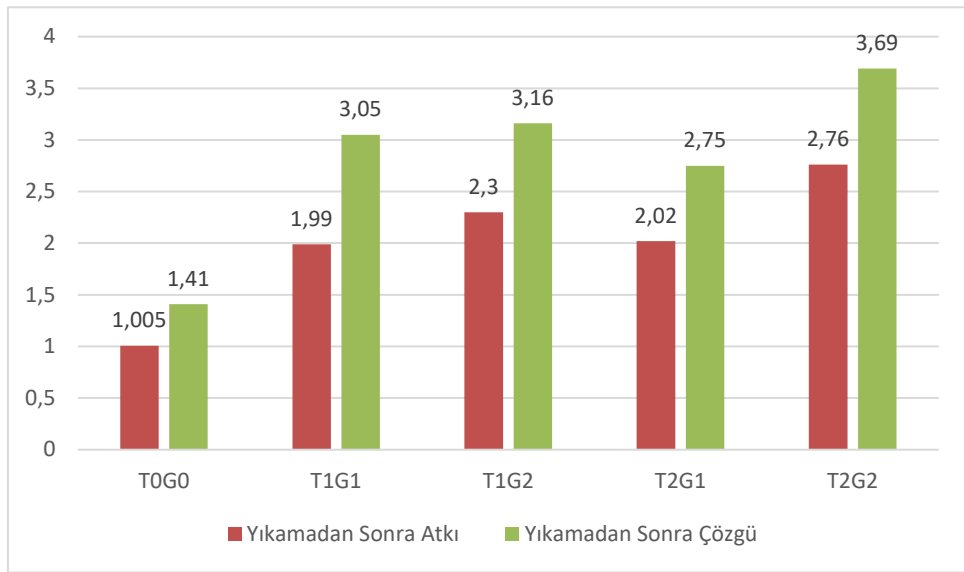
6.3 Kumaşların Eğilme Uzunluğu Test Sonuçları

Şekil 6.2 ve şekil 6.3'te örneklerin yıkamadan önce ve sonra eğilme uzunluğu değerleri verilmiştir. Tüm kaplanan kumaş örneklerinin eğilme uzunluğu değerleri artmıştır. Yıkamadan sonra ise eğilme uzunluğu değerlerinde bir miktar düşme olmuştur. GPTMS konsantrasyonu artırıldığında kaplamaların yıkama dayanımının arttığı ve eğilme uzunluğu değerlerinin düşük konsantrasyonda GPTMS kullanılan

örneklere göre daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Bunun GPTMS başlatıcı maddesinin çapraz bağlayıcı etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 6.3: Eğilme uzunluğu (yıkamadan önce)



Şekil 6.4: Eğilme uzunluğu (yıkamadan sonra)

6.4 Buruşmazlık Açısı Sonuçları

Buruşmazlık açısı değerleri Tablo 6.1’de verilmiştir. Kumaşların buruşmazlık açısı değerleri artmıştır. İşlem gören kumaşlar buruşmaz özellik kazanmıştır. Fakat bu özellik yıkamaya dayanıklı değildir. En yüksek buruşmazlık açısı değeri T2G2 örneğinde elde edilmiştir. Bunun GPTMS’nin çapraz bağlayıcı özelliğinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

6.5 Aşınma Dayanımı Sonuçları

İşlemsiz kumaş 250 devir sonrası kopma gösterirken işlem gören kumaşlar özellikle T1G1 ve T2G1 örnekleri sırasıyla 200,000 ve 500,000 devir aşınma dayanımı göstermiştir. Diğer kumaş örnekleri ise 100,000 devir aşınma dayanımı göstermiştir. Dolayısıyla kumaş örneklerinin aşınma dayanımı arttığı sonucuna varılmıştır. Bunun GPTMS'nin çapraz bağlayıcı etkisinden kaynaklandığı düşünülmüştür ve kumaş üzerinde dayanıklı bir film tabakası oluşturduğu gözlenmiştir.

6.6 Antibakteriyellik Analiz Sonuçları

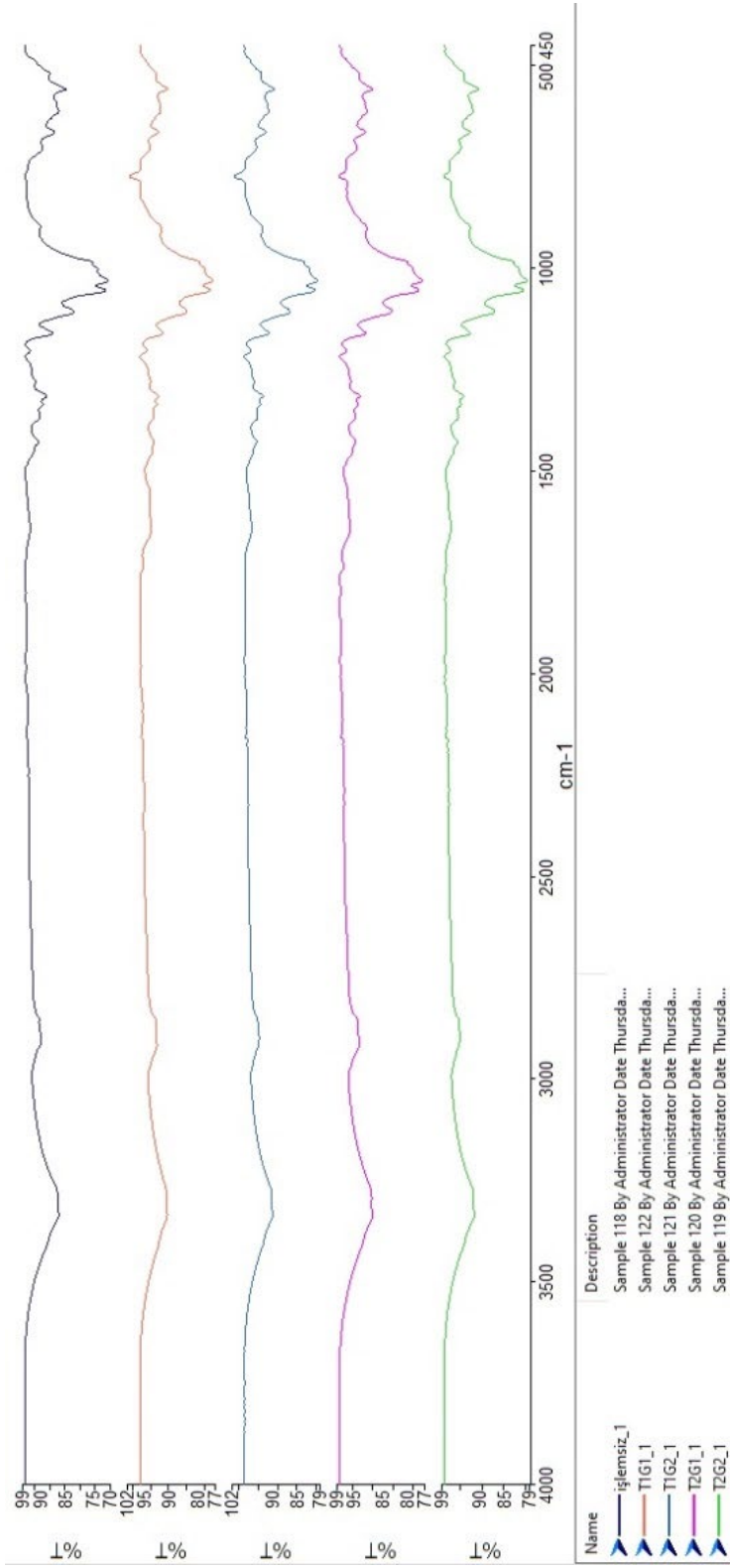
ASTM 2149 metoduna göre *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli* bakterileri ile antibakteriyel aktivite testi yapılmıştır. Bu teste göre sonuçlar Tablo 6.2 ve Tablo 6.3'de verilmiştir.

Her iki bakteri türü için kumaş örneklerinin antibakteriyel aktivitesinin düşük olduğu gözlenmiştir. TIPT konsantrasyonunun artışının kaplanan kumaş örneklerinin antibakteriyel aktivitesini artırdığı GPTMS konsantrasyonunun artışının ise antibakteriyel aktivite üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Bu titanyum esaslı başlatıcı maddelerin antibakteriyel aktivitesinden kaynaklanmaktadır. Fakat TIPT konsantrasyonunun çok düşük olması nedeniyle antibakteriyel aktivitenin düşük bulunduğu düşünülmektedir. 10 yıkama sonrasında yapılan antibakteriyel aktivite testleri sonucunda ise kullanılan yıkama deterjanındaki antibakteriyel etkinlik gösteren maddeler nedeniyle antibakteriyel aktivitelerin arttığı gözlenmiştir. Bu nedenle bu sonuçlar tabloda verilmemiştir.

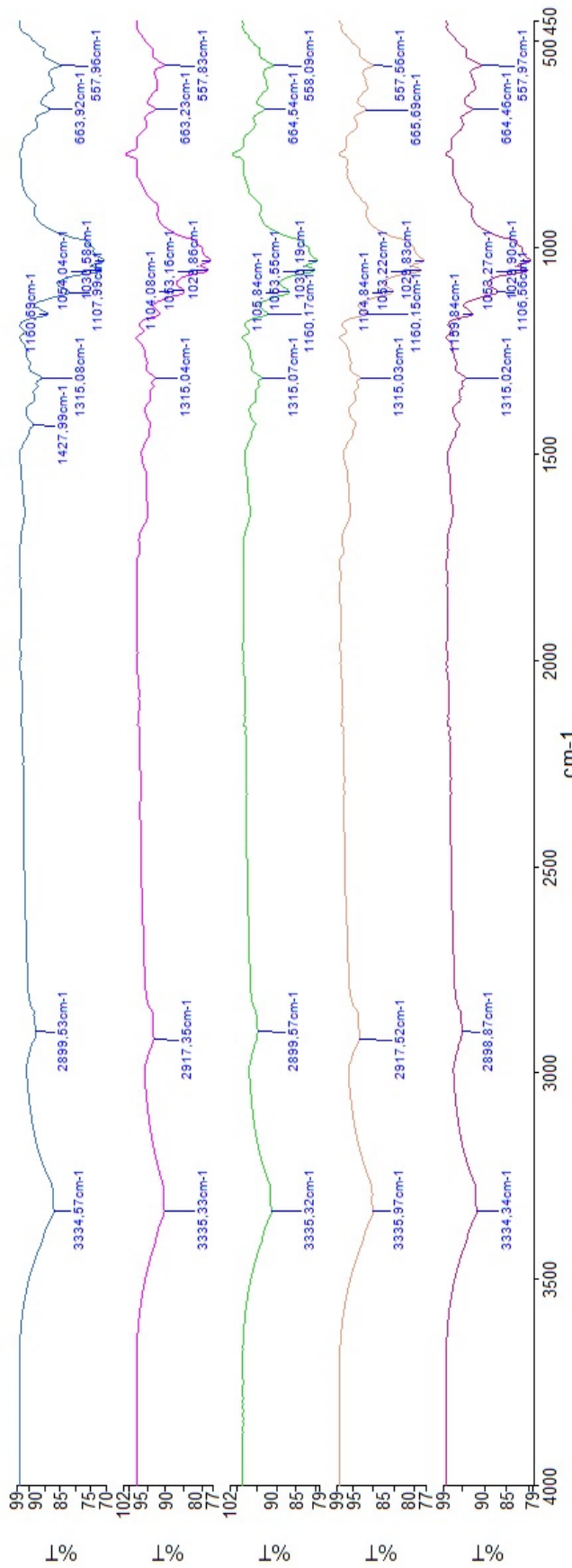
6.7 FTIR-ATR Analizi Sonuçları

Kaplama yöntemiyle sol-jel uygulanmış olan kumaşların FTIR spektrumu 4 farklı deneme için overlay formatta gösterilmiştir.

Ayrıca oluşan pikleri rahat görebilmek için başlatıcı silanlarına göre numuneler sınıflandırılıp kaplama yapılmayan (işlemsiz) numune ile beraber ayrı ayrı grafiklerde gösterilmiştir (Şekil 6.4, Şekil 6.5). Bu grafikte selüloza ait C-O-C gerilme titreşimini 1053 cm^{-1} civarında (Grancaric ve diğ. 2017), selüloz zincirinin C-O-C bağları 1160-1035 cm^{-1} aralığında (Lin ve diğ., 2019; Liu ve diğ., 2018), C-H eğilme titreşiminin 1370 cm^{-1} civarında (Grancaric ve diğ., 2017), $-\text{CH}_2-$ 'nin deformasyon titreşiminin 1427.99 cm^{-1} civarında (Liu ve diğ., 2018), alkil zincirindeki C-H gruplarının gerilme titreşiminin 2900 cm^{-1} civarında (Carosio ve diğ., 2012; Liu ve diğ., 2018), OH gerilmesinin 3000-3600 cm^{-1} arasında ve 3333 cm^{-1} (Lin ve diğ., 2019) karakteristik $-\text{OH}$ gerilme tepe noktası olarak gözlenmiştir. 1030, 1050 ve 1100 cm^{-1} 'deki Si-O-C ve Si-O-Si'nin karakteristik pikleridir ve selülozun pikleri ile çakışmaktadır (Onar 2016; Qian 2014). Dolayısıyla bu pikler selülozun pikleri ile üst üste binmiştir. Silisyum içerikli başlatıcıların varlığı kanıtlanmıştır.



Şekil 6.5: FTIR-ATR grafiği



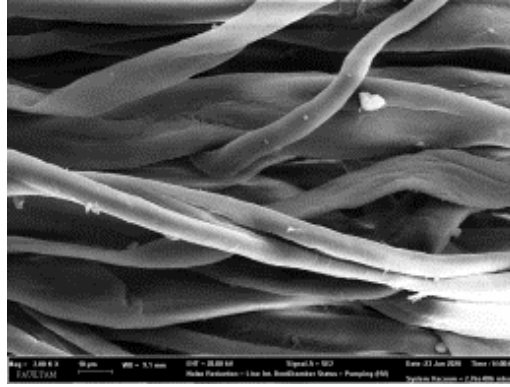
Name	Description
işlemsiz_1	Sample 118 By Administrator Date Thursda...
T1G1_1	Sample 122 By Administrator Date Thursda...
T1G2_1	Sample 121 By Administrator Date Thursda...

Şekil 6.6: FTIR-ATR grafiği 2

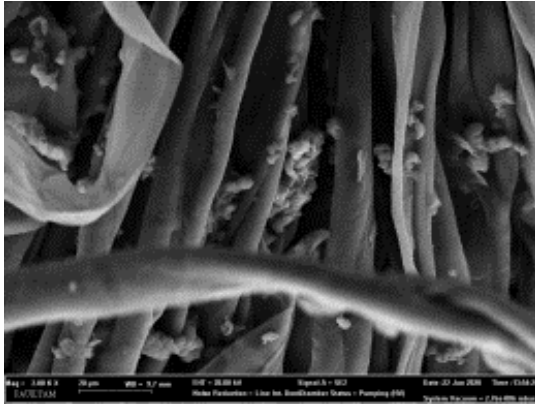
6.8 SEM-EDS Analizi

Kumaş örneklerinin SEM görüntüleri Şekil 6.7, Şekil 6.8 ve Şekil 6.9'de gösterilmiştir. SEM görüntülerine göre kumaş örneklerinde mikrokapsüllerin ve kaplamaların varlığı kanıtlanmıştır. Mikrokapsüller yoğun olarak kumaş yüzeyinde ve lif aralarında bulunmuştur. Yıkamadan ve aşındırmadan sonra da kapsüllerin varlığı gösterilmiştir.

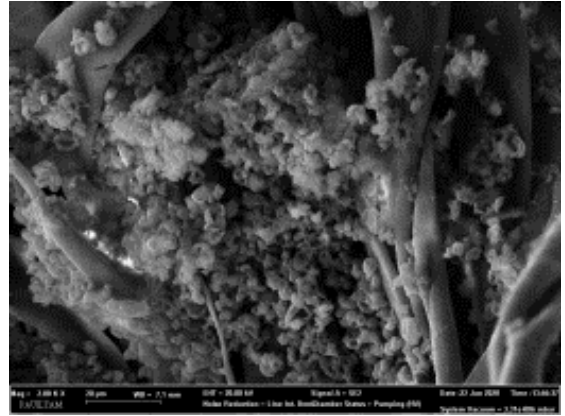
EDS sonuçlarına (Tablo 6.4) göre kumaş numuneleri üzerinde Si ve Ti varlığı kanıtlanmıştır ve TIPT konsantrasyonunun ve GPTMS konsantrasyonunun artışı ile sırasıyla Ti ve Si konsantrasyonu artmıştır. 10 yıkama sonrasında ise yalnızca T1G1 numunesinde hem Si hem Ti varlığı gözlenirken, diğer örneklerde Si varlığı gözlenirken Ti varlığı gözlenmemiştir. Aşındırmadan sonra ise kaplamalarda hala Si ve Ti varlığı kanıtlanmıştır ve bu kaplamaların aşınmaya dayanıklı olduğunu göstermiştir ve Si ve Ti konsantrasyonunun artışı ile Si ve Ti oranları artmıştır. Si ve Ti oranları aşındırmadan öncesine göre artmıştır. Bu liflerin arasındaki kaplama malzemesinin aşınma etkisiyle yüzeye çıkmasıyla açıklanabilir.



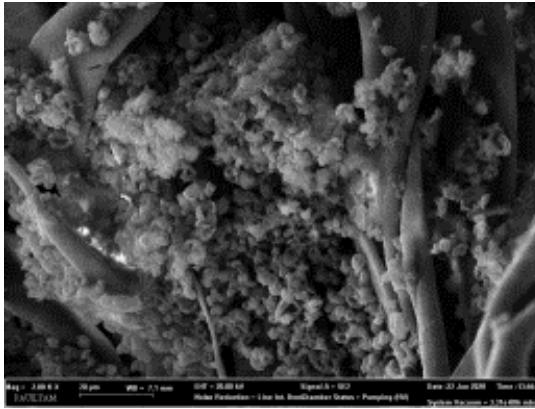
(a)



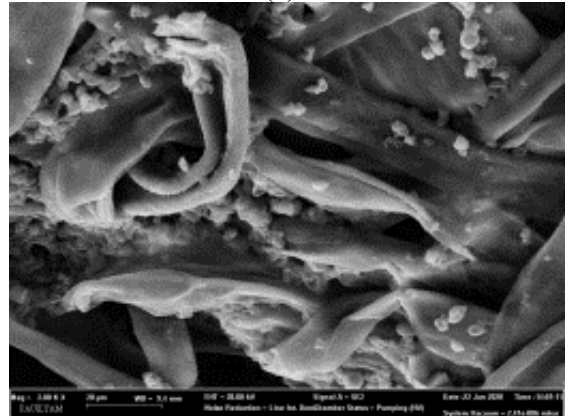
(b)



(c)

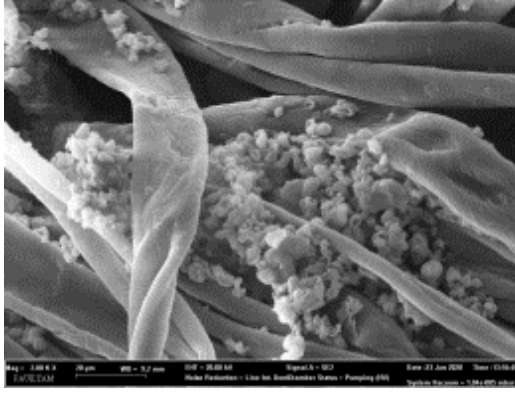


(d)

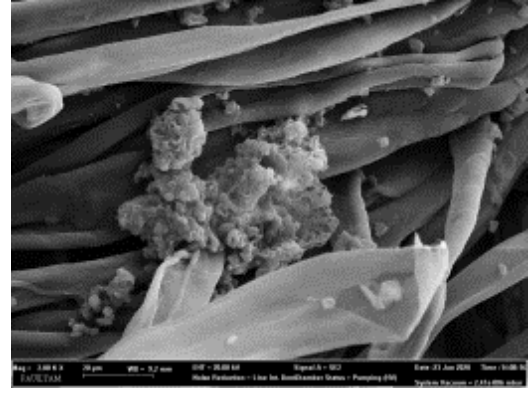


(e)

Şekil 6.7: İşlemsiz kumaş ve kaplanmış kumaş örneklerinin 2000x büyütmede SEM görüntüleri
a) İşlemsiz kumaş, b) TIG1, c) TIG2, d) T2G1 ve e) T2G2



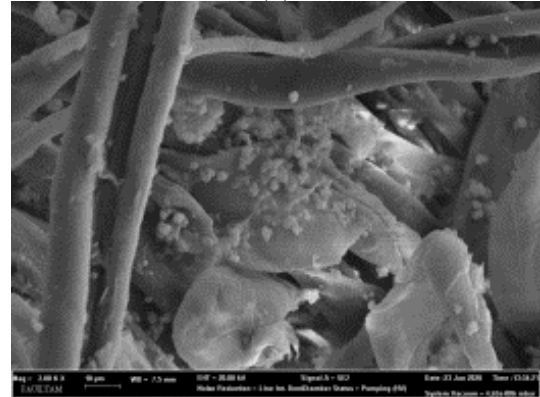
(a)



(b)

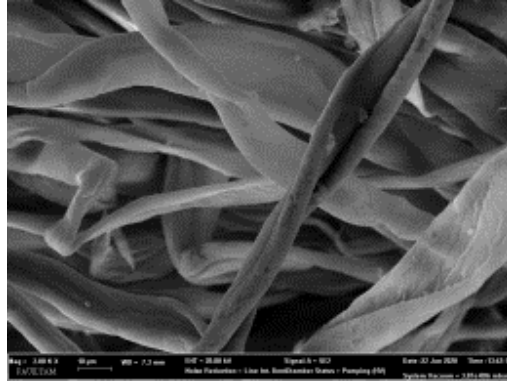


(c)



(d)

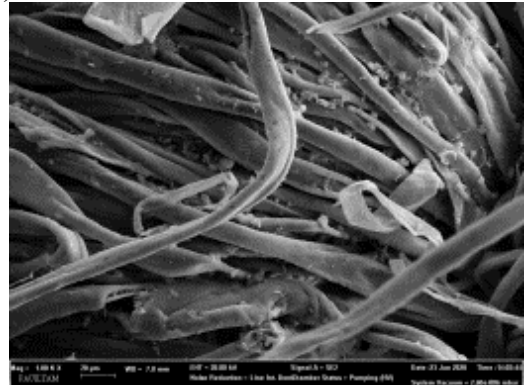
Şekil 6.8: Kaplanmış kumaş örneklerinin 10 yıkamadan sonra 2000x büyütmede SEM görüntüleri
a) T1G1, b) T1G2, c) T2G1 ve d) T2G2



(a)



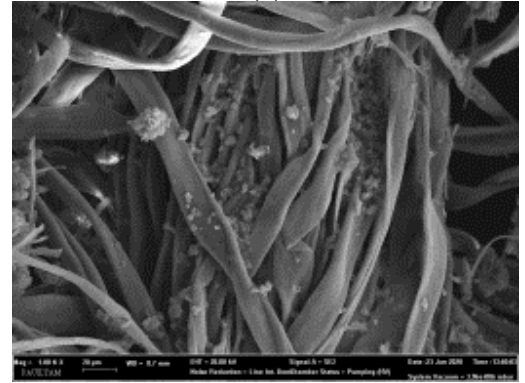
(b)



(c)



(d)



(e)

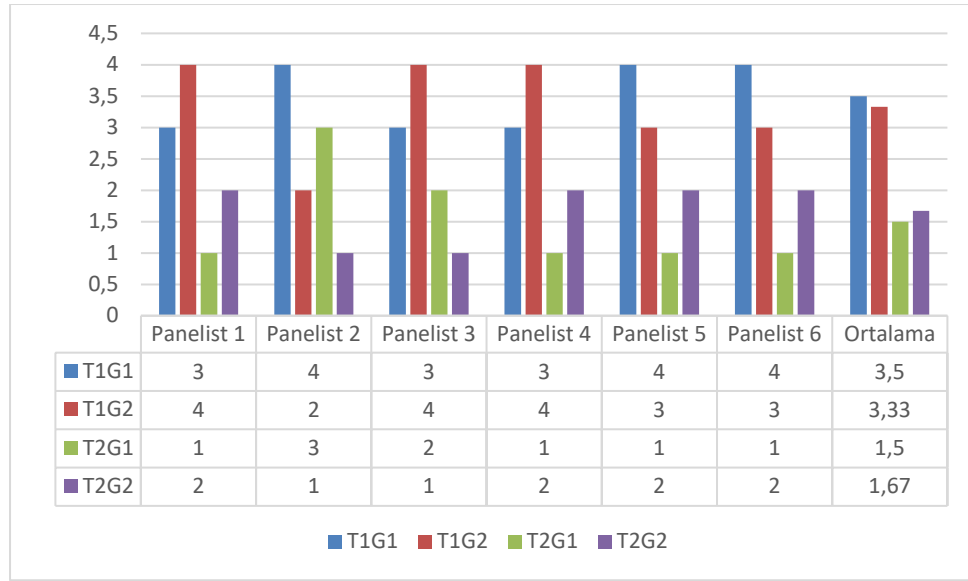
Şekil 6.9: Kaplanmış kumaş örneklerinin aşındırmadan sonra 1000x büyütmede SEM görüntüleri
a) İşlemsiz kumaş, b) T1G1, c) T1G2, d) T2G1 ve e) T2G2

Tablo 6.4: Kumaş örneklerinin EDS analizi tablosu (ağırlıksal %)

	Kaplanmış kumaş örnekleri					10 yıkamadan sonra kaplanmış kumaş örnekleri				100 devir aşındırmadan sonra kaplanmış kumaş örnekleri			
	İşlemsiz	T1G1-1	T1G2-1	T2G1-1	T2G2-1	T1G1-2	T2G1-2	T1G2-2	T2G2-2	T1G1-3	T1G2-3	T2G1-3	T2G2-3
O	53,16	46,43	40,71	42,29	38,81	44,36	47,22	41,99	52,28	42,04	30,8	37,17	32,39
C	46,84	47,78	49,26	46,71	43,68	46,58	47,78	50,48	32,13	47,41	45,55	47,12	49,43
Si		3,14	8,1	4,72	9,1	3,91	5	7,54	5,04	6,14	18,68	7,07	11,38
Ti		2,65	1,93	6,29	8,41	5,16				4,42	4,97	8,04	6,8

6.9 Kumaşların Koku Salım Tespit Analizi

Çalışması gerçekleştirilen T1G1, T1G2, T2G1 ve T2G2 numunelerin 6 paneliste koklatılması sonucunda şekilde verilmiştir. TIPT konsantrasyonunun artışının koku salım değerlerini önemli miktarda düşürdüğü bulunmuştur. Bunun nedeninin organik kahve yağı içerikli mikrokapsüllerin TiO_2 'nin fotokatalitik etkisi ile parçalanması sonucu hızlı koku kaybına neden olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 6.10: Kumaşların koku salım tespit analizi grafiği

7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında mikrokapsülasyon ve sol-jel teknolojilerinin güncel durumları hakkında bilgiler verilmiştir. Mikrokapsül ve sol-jel yönteminin entegre bir şekilde kullanılması sağlanmış kumaşlara antibakteriyel aktivite ve koku salım özelliği kazandırılması amaçlanmıştır. Titanyum katkılı silika esaslı nanosoller oluşturarak sol-jel yöntemi ile pamuklu kumaşlara aktarılması ve pamuklu kumaşın antibakteriyel özelliklerinin daha da geliştirilmesi amaçlanmıştır.

İki farklı yöntemle çalışılmıştır. İlk yöntemde mikrokapsüller kompleks koaservasyon yöntemine göre üretilmiş, kumaşa nanosol çözeltileri içerisinde emdirme, kurutma ve fiksaj işlemleri ile uygulanmıştır. Mikrokapsül üretiminde kompleks koaservasyon yöntemi kullanılmıştır ve koaservat oluşumu için kılıf maddesi üretiminde anyonik polimer olarak arap zamkı ve katyonik polimer olarak jelatin ve öz maddesi olarak Aloe Vera yağı kullanılmıştır. Faz ayrılması esasına dayanarak kapsül üretimi gerçekleştirilmiş ve üretilen kapsüller kurutulduktan sonra yeterli konsantrasyonda silan içerikli nanosol ve DMDHEU içerikli konvansiyonel çapraz bağlayıcı çözeltileri içerisine ilave edilmiştir ve emdirme yöntemine göre kumaşlara aktarılmıştır. Kumaşların sübjektif değerlendirme yöntemine göre koku salım özellikleri, koku salım özelliklerinin evsel yıkamalara ve aşınmaya dayanımı test edilerek sonuçlar karşılaştırılmıştır. Böylece konvansiyonel yöntemlere göre daha uzun süre etkili koku salım, yıkama ve aşınma dayanımına sahip ve antibakteriyel özellik gösteren kumaşlar geliştirilmesi amaçlanmıştır.

Bu sayede koku içerikli ve antibakteriyel kumaş elde edilmiştir. Elde edilen kumaşların mikrokapsül ve sol-jel aplikasyonun başarılı bir şekilde gerçekleştiği SEM-EDS analizi sonuçlarından görülmektedir. Yağ içerik tespiti de yapılmıştır.

Kullanılan ikinci yöntemde titanyum ve silisyum esaslı başlatıcılar farklı konsantrasyonlarda kullanılarak hazır mikrokapsüller 4 farklı deneme ile kumaşlara kaplanmıştır. Kaplanan kumaşların antibakteriyel aktivite ve koku salım özellikleri

analiz edilmiştir. TIPT konsantrasyonunun artışının kumaşların koku salım özelliklerini olumsuz etkilediği tespit edilmiştir. Bunun TIPT'ın fotokatalitik etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kumaşların beklenenden düşük antibakteriyel aktivite gösterdiği bunun TIPT konsantrasyonunun düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

FTIR-ATR ve SEM-EDS analizleri ile kumaşların yapısal ve morfolojik analizleri gerçekleştirilmiş ve bu analizler sonucu kumaşların üzerinde kaplamaların varlığı kanıtlanmıştır.

Kumaşların kaplama sonrasında kütlelerinin arttığı, sararma gözlemlendiği, eğilme uzunluklarının arttığı gözlenmiştir. Ayrıca buruşmazlık açısı değerleri artmış, kumaşlar buruşmazlık özelliği göstermiş ve yüksek aşınma dayanımı kazanmıştır. Bu yöntemle mikrokapsülasyon ve sol-jel yöntemleri kullanarak çoklu fonksiyonel kumaş üretilmiştir. İleri ki çalışmalarda TIPT konsantrasyonu artırılarak antibakteriyel aktivitenin artırılması ve farklı antibakteriyel etkili başlatıcılar (gümüş, çinko esaslı başlatıcılar gibi) kullanarak TIPT'ın koku salım mekanizmaları üzerindeki olumsuz etkisinin giderilmesi araştırılabilir.

Tüm bu sonuçlar dikkate alındığında hem mikrokapsül ve sol-jel işlemlerinin birlikte kullanılması ile koku yayılımı ve antibakteriyel özellik kazandırılması işlemleri başarılı bir şekilde sonuçlanmıştır. Bu işlemlerin boya veya baskı bitim işlemlerinde de uygulanabilmesi ve endüstriyel boyutta çalışılması; standart kullanılan antibakteriyel apre bitim işlemlerinin hem yerini alabilir hem de maliyet olarak daha uygun gelebilecektir.

8. KAYNAKLAR

Ahn, Jae-Soon, Hoo-Kyun Choi, and Chong-Su Cho. "A novel mucoadhesive polymer prepared by template polymerization of acrylic acid in the presence of chitosan." *Biomaterials*, 22(9), 923-928, (2001).

Akçalı, K., ve Oktav Bulut, M., "Plazma Teknolojilerinin Yün Elyafı Üzerindeki Etkileri Üzerine Bir İnceleme." *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 2(1), 65-72 (2012).

Aksit, A., Onar, N., Kutlu, B., Sergin, E., and Yakin, I. "Synergistic effect of phosphorus, nitrogen and silicon on flame retardancy properties of cotton fabric treated by sol-gel process." *International Journal of Clothing Science and Technology*, 28(3), 319-327, (2016).

Alay Aksoy, S., Alkan, C., Tözüm, M. S., Demirbağ, S., Altun Anayurt, R., and Ulcay, Y. "Preparation and Textile Application of Poly(Methyl Methacrylate-Co- Methacrylic Acid)/ N-Octadecane and N-Eicosane Microcapsules." *The Journal Of Textile Institute*, 108(1), 30-41, (2017).

Alongi, J., Fabio, C., Federico, C., and Serge, B., "How much the fabric grammage may affect cotton combustion?." *Cellulose*, 22(5), 3477-3489, (2015).

Alvim, I. D., and Grosso C. R. F., "Microparticles obtained by complex coacervation: influence of the type of reticulation and the drying process on the release of the core material." *Food Science and Technology*, 30(4), 1069-1076, (2010).

Amaral, I. F., Granja, P. L., and Barbosa, M. A., "Chemical modification of chitosan by phosphorylation: an XPS, FT-IR and SEM study." *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, 16(12), 1575-1593 (2005).

Apaydin, K., Laachachi, A., Ball, V., Jimenez, M., Bourbigot, S., and Ruch, D., “Layer-by-layer deposition of a TiO₂-filled intumescent coating and its effect on the flame retardancy of polyamide and polyester fabrics”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 469, 1-10, (2015).

Ardanuy, M., Faccini, M., Amantia, D., Aubouy, L., and Borja, G. “Preparation of durable insecticide cotton fabrics through sol–gel treatment with permethrin.” *Surface and Coatings Technology*, 239, 132-137, (2014).

Aydın, N., Öztürk, C. G., Karaboyacı, M., ve Alay, A., Koku İçeren Mikrokapsül Uygulanmış AkriklikEl Örgüsü İpliklerden Örülen kumaşların Karakterizasyonu.” *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 15(1), 67-74, (2011).

Bansode, S. S., Banarjee, S. K., Gaikwad, D. D., Jadhav, S. L., and Thorat, R. M., "Microencapsulation: a review." *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 1(2), 38-43, (2011).

Başal, G., ve Karagönlü, S., “Medikal Tekstiller İçin Antimikrobiyel Ajan İçeren Mikrokapsüllerin Hazırlanması.” *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19(4), 174-178, (2013)

Benfer, S., Boehm, S., Hübner, R., Schmalz, E., and Tomardl, G., “Surface modification of a textile filter medium by deposition of an oxide layer by sol-gel treatment using a colloidal or polymeric sol based on metal or silicon ions, useful in filtration processes.”, *German Patent*, DE10209667, (2002)

Bosco, F., Casale, A., Mollea, C., Terlizzi, M. E., Gribaudo, G., Alongi, J., and Malucelli, G., “DNA coatings on cotton fabrics: effect of molecular size and pH on flame retardancy.” *Surface and Coatings Technology*, 272, 86-95, (2015).

Boukhriss, A., Gmouh, S., Hannach, H., Roblin, J. P., Cherkaoui, O., and Boyer, D. (2016). Treatment of cotton fabrics by ionic liquid with PF₆⁻ anion for enhancing their flame retardancy and water repellency. *Cellulose*, 23(5), 3355-3364, (2016).

Brinker, C. J., Scherer, G. W., *Sol-gel science- the physics and chemistry of sol-gel processing*, New York: Academic Press, 1989.

Butstraen, C., and Salaün, F., “Preparation of Microcapsules by Complex Coacervation of Gum Arabic and Chitosan”, *Carbohydrate Polymers*, 99, 608- 616 (2013).

Car, C.M., *Chemistry of Textile Industry*, Cambridge: Printed in Great Britain by University Press, (1995).

Ceylan, S., “Mikrokapsül Üretimiyle Tekstil Yüzeylerinin Isıl Özelliklerini İyileştirme Olanakları”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2010).

Chen, L., Wang, T., Zhao, Y., and Zhang, X., R., “Characterization of thermal and hydrodynamic properties for microencapsulated phase change slurry (MPCS)”, *Energy Conversion and Management*, 79, 317-333, (2014).

Çimen, E., “Mikrokapsülleme Yöntemiyle Dokuma Kumaşlara Yeni Özellikler Katma Olanakları”, Doktora Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2007).

Colleoni, C., Guido, E., Migani, V., and Rosace, G., “Hydrophobic behaviour of non-fluorinated sol-gel based cotton and polyester fabric coatings”, *J. Ind. Text.*44(6), 815–834, (2015).

Cosco, S., “Polymer Based Microparticles for Advanced Composite Materials Applications”, Ph. D. Thesis, *University of Naples “Federico II” Department of Materials and Productions Engineering*, Italy, (2006).

Cox, R., “Repositioning Acrylic Fibres for The New Millenium”, *Chemical Fibers International*, 51 (2), 118-120, (2001).

Damjana C., “Influence of Phase-Change Materials on Thermo-Physiological Comfort in Warm Environment”, *Journal of Textiles*, 2013, 1-9, (2013).

Dikici D., ”Dođal Sođuk Kaynaklardan Yararlanan Yer Altı Kanallarında Termal Enerji Depolanması”, Doktora Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Adana, (2004).

Dima, C., Patraşcu, L., Cantaragiu, A., Alexe, D., and Dima, Ş., “The Kinetics of the Swelling Process and the Release Mechanisms of *Coriandrum Sativum* L. Essential Oil from Chitosan/Alginate/Inulin Microcapsules”, *Food Chemistry*, 195, 39-48, (2016).

Dong Z., Maa Y., Hayatc K., Jiab C., Xiab S., and Zhangb X., “Morphology and Release Profile Of Microcapsules Encapsulating Peppermint Oil By Complex Coacervation”, *Journal of Food Engineering*, 104(3), 455–460, (2011).

Durán, N., Marcato, P. D., De Souza, G. I., Alves, O. L., and Esposito, E., ”Antibacterial effect of silver nanoparticles produced by fungal process on textile fabrics and their effluent treatment.” *Journal of biomedical nanotechnology*, 3(2), 203-208, (2007).

Erkan, G., “Bazı Antifungal Ajanların Mikrokapsülasyonu ve Tekstil Materyallerine Aplikasyonu”, Doktora Tezi *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, (2008).

Erkmen, Ş., “Tekstil Terbiyesinde Mikrokapsüllendirilmiş Kimyasalların Kullanımı”, Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2013).

Fang, F., Xiao, D.Z., Zhang, X. ve diđ. “Construction of intumescent flame retardant and antimicrobial coating on cotton fabric via layer-by-layer assembly technology” *Surf Coat Technol*, (276), 726–734, (2015^a).

Gayen, R., N., Sarkar, K., Hussain, S., Bhar, R., and Pal, A., K., “ZnO Films Prepared by Modified Sol-Gel Technique”, *India Journal of Pure and Applied Physics*, 49, 470-477, (2011).

Giro-Paloma, J., Martínez, M., Cabeza, L. F., and Fernández, A. I., "Types, methods, techniques, and applications for microencapsulated phase change materials (MPCM): A review." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 53, 1059-1075, (2016).

Gökmen, S., Palamutoğlu, R., ve Sarıçoban, C. “Gıda endüstrisinde enkapsülasyon uygulamaları.”, *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 7(1), 36-50, (2012).

Gönülşen, İ. “Portakal yağı içeren mikro ve moleküler kapsüllerin salım davranışlarının incelenmesi”, Doktora Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, (2013).

Güler, Z., “Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Isıl Regülasyon Sağlamaya Yönelik Mikrokapsül Hazırlanması Ve Uygulanması”, Yüksek Lisans Tezi, *Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Bursa, (2010).

Güllük Demirel M., “Salbutamol Sülfat Mikrokapsülleri Üzerinde Çalışmalar”, Yüksek Lisans Tezi, *Anadolu Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, (1993).

Hawllader, M. N. A., Uddin, M. S., and Zhu, H.J., “Preperation and Evaluation of A Novel Solar Storage Material: Microencapsulated Parafin”, *International Journal of Sustainable Energy*, 20(4), 227-238, (2000).

Ismail, W. N. W. “Sol-gel technology for innovative fabric finishing-A Review.”, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 78(3), 698-707, (2016).

İzgi, E., and Doğanay, T., “Investigation Of Microencapsulation By Means Of Coaservation Using Gelatin Succinate and The Rate Of Release Of

Sulfisoxazole From That Kind Of Microcapsules.”, *Ankara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Dergisi*, 6(1), (1976).

Jun-xiaa, X., Hai-Yana, Y., and Jiana Y., “Microencapsulation Of Sweet Orange Oil By Complex Coacervation With Soybean Protein İsolate/Gum Arabic” *Food Chemistry*, 125(4), 1267–1272, (2011).

Karagönlü, S., “Medikal Tekstil Uygulamaları için Antibakteriyel Ajan İçeren Mikrokapsüllerin Hazırlanması”, Yüksek Lisans Tezi, *Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, (2011).

Kardar, P., “Preparation of Polyurethane Microcapsules with Different Polyolscomponent for Encapsulation of Isophorone Diisocyanate Healing agent”, *Progress in Organic Coatings*, 89, 271–276, (2015).

Kayahan, E., Aksoy, K., and Önem, E., “Preparation of Antibacterial Microcapsules Containing Clove Oil for Textile Applications”, *8th International Conference TEXSCI*, Liberec, Czech Republic. (2013).

Kebapçı, K., “Kokulu Mikrokapsüller”, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Isparta, (2012).

Kılıç, B., G., ve Karahan, A., G., “Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi ve Laktik Bakterilerinin Tanısında Kullanılması”, *Gıda Teknolojisi Derneği*, 35(6), 445-452, (2010).

Kloskowski A., Pilarczyk M., Chrzanowski W., ve diğ., “Sol-Gel Technique - A Versatile Tool for Adsorbent Preparation”, *Analytical Chemistry*, 40, 172–186, (2010).

Leskovšek, M., Jedrinovic, G., and Stankovic-Elseni, U., “Properties of Propylene Fibres with Incorporated Microcapsules”, *Acta Chimica Slovenica*, 51(4), 699-715, (2004).

Li, F., Wang, X., and Wu, D., “Fabrication of Multifunctional Microcapsules Containing N-Eicosane Core and Zinc Oxide Shell for Low-Temperature

Energy Storage, Photocatalysis and Antibiosis”, *Energy Conversion and Management*, 106, 873-885, (2015).

Li, H., and Peng, L., “Antimicrobial and antioxidant surface modification of cellulose fibers using layer-by-layer deposition of chitosan and lignosulfonates”, *Carbohydrate polymers*, (124), 35-42, (2015).

Liao, Y., Xu, Y., and Chan, Y., “Semiconductor nanocrystals in sol-gel derived matrices.”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 15(33), 13694-13704, (2013).

Livage J., “Sol-gel processes”, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2, 132-138, (1997).

Livage J., and Ganguli D., “Sol-gel electro chromic coatings and devices: A review” *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 68, 365-381, (2001).

Ma, Y., Chu, X., Li, W., Tang, G., “Preparation and Characterization of Poly(Methyl Methacrylate-Co-Divinylbenzene) Microcapsules Containing Phase Change Temperature Adjustable Binary Core Materials”, *Solar Energy*, 86(7), 2056–2066, (2012).

Mahltig, B., Audenaert, F., and Böttcher, H., “Hydrophobic Silica Sol Coatings on Textiles – the Influence of Solvent and Sol Concentration”, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 34, 103-109, (2005^a).

Mahltig, B., Haufe, H., and Böttcher, H., “Functionalisation of textiles by inorganic sol-gel coatings”, *Journal of Materials Chemistry*, 15, 4385-4398, (2005^b).

Mondal, S., “Phase Change Materials for Smart Textiles an Overview”, *Thermal Engineering*, 28, 1536-1550, (2008).

Nelson G., “Application of Microencapsulation in Textiles”, *International Journal of Pharmaceutics*, 242, 55–62, (2002).

Ocak, B., “Antifungal Ayakkabı Üretiminde Mikrokapsülasyon Yönteminin Kullanımı Üzerine Araştırmalar”, Doktora Tezi, *Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, (2010).

Okçu, M., “Faz Değiştiren Maddelerde Erime ve Katılma Sürecinin Sayısal Olarak İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 84, Elazığ, (2011).

Omerogullari, Z, ve Kut, D, “Tekstilde Güç Tutuşurluk”, *Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 17(1), 27-41, (2012).

Onar, N., and Mete, G. “Development of water-, oil-repellent and flame-retardant cotton fabrics by organic-inorganic hybrid materials.” *The Journal of The Textile Institute*, 107(11), 1463-1477, (2016).

Onar, N., Ebeoglugil, M. F., Kayatekin, I. and Celik, E. “Low-temperature, sol-gel synthesized, silver-doped titanium oxide coating to improve ultraviolet-blocking properties for cotton fabrics.”, *Journal Applied Polymer Science*, 106, 514-525, (2007).

Outlast[online], (27.09.2019), <http://www.outlast.com/en/>, (2014).

Övez, B., ve Yüksel, M., “Parfümlerin Çapraz Bağlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları.”, *Ekoloji Çevre Dergisi*, 10, 26-29, (2002).

Özerdem, B., “Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Multifonksiyonel Özellik Sağlayacak Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması”, Yüksek Lisans Tezi, *Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Bursa. (2011).

Pause, B., “Nonwoven Protective Garments with Thermo-Regulating Properties”, *Journal Of Industrial Textiles*, 33, 93, (2003).

Pérez, O. P., "Synthesis, characterization, and assessment of the antimicrobial activity of MgO–calcium alginate porous beads." *Revista Científica Tecnica*, 26, (2017).

Qian, X., Song, L., Bihe, Y. Yu, B. Shi, Y. Hu, Y., and Yuen, R.K.K. , “Organic/inorganic flame retardants containing phosphorus, nitrogen and silicon: Preparation and their performance on the flame retardancy of epoxy resins as a novel intumescent flame retardant system”, *Mater. Chem. Phys.* 143 1243–1252, (2014).

Qiu, X., Li, W., Song, G., Chu, X., and Tang, G., “Fabrication and Characterization Of Microencapsulated N-Octadecane with Different Crosslinked Methylmethacrylate-Based Polymer Shells”, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 98, 283–293, (2012^a).

Salaun, F., Devaux, E., Bourbigot, S., and Rumeau, P., “Influence of Process Parameters on Microcapsules Loaded with N-Hexadecane Prepared by In-Situ Polymerization”, *Chemical Engineering Journal*, 155(1-2), 457-465, (2009).

Salaun, F., Devaux, E., Bourbigot, S., and Rumeau, P., “Thermoregulating Response of Cotton Fabric Containing Microencapsulated Phase Change Materials”, *Thermochimica Acta*, 506, 82-93, (2010).

Sánchez-Silva, L., Sánchez, P., Rodríguez, J.F., “Effective Method of Microcapsules Production for Smart Fabrics”, Bernardes, M., A., D., S., (ed) *Developments in Heat Transfer*, 650-666, Intech, 688s, Croatia (2011).

Sarı, A., Alkan, C., Biçer, A., Altuntas, A., and Bilgin, C., “Micro/Nanoencapsulated N-Nonadecane with Poly(Methyl Methacrylate) Shell for Thermal Energy Storage”, *Energy Conversion And Management*, 86, 614–621, (2014).

Shi, J., Wu, X., Fu, X., and Sun, R., “Synthesis and Thermal Properties of a Novel Nanoencapsulated Phase Change Material with Pmma and SiO₂ As Hybrid Shell Materials”, *Thermochimica Acta*, 617, 90–94, (2015).

Shime, H., Mcculloughahn, E.A., Jones, B.W., 2001. Using Phase Change Materials in Clothing, *Textile Research Journal*, 71(6), 495-502.

Süpüren, G., “Faz Degistiren Maddelerle Kombine Edilen Tekstil Ürünlerinin Geliştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, (2007).

Topa, E., H., “Thermal Characterization and Kinetics of Diesel, Methanol Route Biodiesel, Canola Oil and Diesel-Biodiesel Blends at Different Blending Rates by Tga And Dsc”, Msc Thesis, *Middle East Technical University, Master of Science in Petroleum and Natural Gas Engineering Department*, Ankara, (2010).

Topbaş, Ö., “Mikrokapsülasyon Tekniği ile İyileştirici Bandaj Üretimi”, Yüksek Lisans Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, (2011).

Tözüm, M.S., Demirbağ, S., ve Alay Aksoy, S., “Isı Depolayan Mikrokapsül Uygulanmış Kumaşların Isı Düzenleme Özelliklerinin Araştırılması”, *Tekstil ve Mühendis Dergisi*, 18 (84), 8-14, (2011).

Turhan, O., “Bazı Organik Reaksiyonların ve Metal Ligant Etkileşimlerinin FT- IR ile Eş Zamanlı İncelenmesi”, Doktora Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Balıkesir, (2008).

Türkiye Atom Enerjisi Kurumu (TAEK), Taramalı Elektron Mikroskobu Nasıl Çalışır [online], (27.11.2019), <https://www.taek.gov.tr/tr/malzeme-teknolojisi/595-taramali-elektron-mikroskobu-sem-nasil-calisir.html>, (2018).

Uçan, F., ve Mercimek, H., A., “Gıda Endüstrisinde Kitosan Filmlerin Önemi”, *Türk Tarım-Gıda Bilim ve teknoloji Dergisi*, 1(2), 79-85, (2013).

Uğur Ş.S., Sarıışık M., Aktaş A.H., Uçar M.Ç., and Erden E., “Modifying of Cotton Fabric Surface with Nano-ZnO Multilayer Films by Layer-by-Layer Deposition Method”, *Nanoscale Research Letters*, 5, 1204–1210, (2010).

Uğur, S., Ş., Sarıışık, M., and Aktaş, A., H., “Nano-Al₂O₃ Multilayer Film Deposition on Cotton Fabrics by Layer-by-Layer Deposition Method”, *Materials Research Bulletin*, 46, 1202-1206, (2011).

Wang, Y., Shi, H., Xia, T.D., Zhang, T., and Feng, H.X., “Fabrication and Performances of Microencapsulated Paraffin Composites with Polymethylmethacrylate Shell Based on Ultraviolet Irradiation-Initiated”, *Materials Chemistry And Physics*, 135(1), 181–187, (2012).

Wang, Y., Zhang, Y., Xia, T.D., Zhao, W.J., and Yang, W.H., “Effects of Fabricated Technology on Particle Size Distribution and Thermal Properties of Stearic–Eicosanoic Acid/Polymethylmethacrylate Nanocapsules.” *Solar Energy Materials And Solar Cells*, 120, 481–490, (2014).

Xiao, Z., Li, W., and Zhu, G., “Effect of Wall Materials and Core Oil on The Formation and Properties of Styralyl Acetate Microcapsules Prepared by Complex Coacervation”, *Colloid Polym Sci* , 293, 1339–1348, (2015).

Yaldızlı, E., ve Gürdağ, G., S., “Sodyum Alginat-Poli (İtakonik Asit) Aşı Kopolimerlerinin Hazırlanması ve Ağır Metal İyonlarının Uzaklaştırılmasında Kullanımı”, *11. Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi*, (2014).

Yamamoto, O., ve diğ. "Antibacterial characteristics of CaCO₃–MgO composites." *Materials Science and Engineering: B* (173) 208-212, (2010).

Yang, X., Gao, N., Hu, L., Li, J., and Sun, Y., “Development and Evaluation of Novel Microcapsules Containing Poppy-Seed Oil Using Complex Coacervation”, *Journal of Food Engineering*, 161, 87-93, (2015).

Zhang, H., and Wang, X., “Synthesis and Properties of Microencapsulated N-Octadecane with Polyurea Shells Containing Different Soft Segments for Heat Energy Storage and Thermal Regulation”, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 93 (8), 1366-1376, (2009^b).

Zhang, Q., Zhang, W., Huang, J., Lai, Y., Xing, T., Chen, G., Jin, W., Liu, H., and Sun, B., “Flame Retardance and Thermal Stability of Wool Fabric Treated by Boron Containing Silica Sols”, *Materials and Design*, 85, 796–799, (2015).

Zhang, X.X., Fan, Y.F., Tao X.M., and Yick, K.L., “Crystallization and Prevention of Supercooling of Microencapsulated N-Alkanes”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 281 (2), 299-306, (2005^a).

Zhang, X.X., Fan, Y.F., Tao, X.M., and Yick, K.L., “Fabrication and Properties of Microcapsules and Nanocapsules Containing N-Octadecane.” *Materials Chemistry And Physics*, 88 (2-3), 300-307, (2004^a)

Zhang, X.X., Tao, X.M., Yick, K.L., and Wang, X.C., “Structure and Thermal Stability of Microencapsulated Phase-Change Materials”, *Colloid and Polymer Science*, 282 (4), 330-336, (2004^b).

Zhang, X.X., Wang, X.C., Tao, X.M., and Yick, K.L., “Structures and Properties of Wet Spun Thermo-Regulated Polyacrylonitrile-Vinylidene Chloride Fibers”, *Textile Research Journal*, 76 (5), 351-359, (2006).

Zou, G.L., Tan, Z.C., Lan, X.Z., Sun, L.X., and Zhang, T., “Preparation and Characterization of Microencapsulated Hexadecane Used for Thermal Energy Storage”, *Chinese Chemical Letters*, 15 (6), 729–732, (2004).

9. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : İlker KANDEMİR

Doğum Yeri ve Tarihi : İzmir, 23.04.1989

Lisans Üniversite : Süleyman Demirel Üniversitesi (2013)

Elektronik posta : ilkerkand@gmail.com

İletişim Adresi : Zeytinköy Mah. No:17B/14 Denizli

İş Deneyimi : Küçüker Tekstil Ön Terbiye Şefi (2013)
Küçüker Tekstil Kalite Güv. Md. (2016)
Küçüker Tekstil Ar-Ge Md. (2017)
Gamateks Tekstil Ar-Ge Md. (2019)