

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

**NANE YAĞININ MİKROKAPSÜLASYONU VE FARKLI  
APLIKASYON YÖNTEMLERİ İLE PAMUK VE POLYESTER  
KUMAŞLARA AKTARILMASI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**PERİNUR KOPTUR TASAN**

**DENİZLİ, EYLÜL - 2021**

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



**NANE YAĞININ MİKROKAPSÜLASYONU VE FARKLI  
APLİKASYON YÖNTEMLERİ İLE PAMUK VE POLYESTER  
KUMAŞLARA AKTARILMASI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**PERİNUR KOPTUR TASAN**

**DENİZLİ, EYLÜL - 2021**

**Bu tezin 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 atfedildiđine beyan ederim.**

**PERİNUR KOPTUR TASAN**

## ÖZET

**NANE YAĞININ MİKROKAPSÜLASYONU VE FARKLI APLİKASYON  
YÖNTEMLERİ İLE PAMUK VE POLYESTER KUMAŞLARA  
AKTARILMASI  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
PERİNUR KOPTUR TASAN  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. NECİP ATAR)**

**DENİZLİ, EYLÜL - 2021**

Günümüzde, kullanıcıların konfor ve güvenliğini olumlu yönde etkileyen fonksiyonel özellikli ve katma değeri yüksek tekstil ürünlerine olan ilgi artmaktadır. Bu ürünlere bir örnek de aromatik mikrokapsüller içeren güzel kokulu tekstil ürünleridir. Bu tez çalışmasında mikroemülsiyon yöntemi kullanılarak üretilen doğal yağ içerikli mikrokapsüllerin, farklı aplikasyon yöntemleri kullanılarak pamuk ve polyester kumaşlara applike edilmesi amaçlanmıştır. Doğal yağ olarak aromatik içerikli nane yağı kullanılmış, tekstil kumaşlarına aplikasyon yöntemleri olarak da emdirme ve çektirme metotları uygulanmıştır. Farklı aplikasyon yöntemlerinin mikrokapsüllerin kumaşlara bağlanmasındaki etkinliğinin ölçülmesinin yanında, mikrokapsül applike edilmiş kumaşların koku salım özelliklerinin geliştirilmesi de amaçlanmıştır. Parçacık boyut analizi ile mikrokapsüllerin karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsül applike edilmiş kumaşların morfolojik yapıları FTIR ve SEM analizleri ile belirlenmiştir. Ayrıca mikrokapsül içerikli kumaşların koku özelliklerinin belirlenmesi için subjektif koku analizi yapılmıştır. Analizler sonucunda, uçucu nane yağı mikrokapsüllerinin her üç prosesinde de başarılı olarak elde edildiği taramalı elektron mikroskobu görüntülerinden anlaşılmıştır.

**ANAHTAR KELİMELER:** Mikrokapsülasyon, nane yağı, mikroemülsiyon, aromatik koku

## **ABSTRACT**

### **MICROCAPSULATION OF PEPPERMINT OIL AND TRANSFERRING TO COTTON AND POLYESTER FABRICS WITH DIFFERENT APPLICATION METHODS**

**MSC THESIS**

**PERİNUR KOPTUR TASAN**

**PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE**

**CHEMISTRY ENGINEERING**

**(SUPERVISOR:PROF. DR. NECİP ATAR)**

**DENİZLİ, SEPTEMBER 2021**

Nowadays, there is an increasing interest in textile products with functional properties and high added value that positively affect the comfort and safety of users. In this thesis, it is aimed to apply microcapsules containing natural oil, produced using the microemulsion method, to cotton and polyester fabrics by using different application methods. Peppermint oil with aromatic content was used as natural oil, and impregnation and extraction methods were applied to textile fabrics as application methods. In addition to measuring the effectiveness of different application methods in binding microcapsules to fabrics, it is also aimed to improve the odor release properties of microcapsule-applied fabrics. The characterization of the microcapsules was performed by particle size analysis and optical microscope images. Morphological structures of microcapsule-applied fabrics were determined by FTIR and SEM analysis. In addition, subjective odor analysis was performed to determine the odor properties of fabrics containing microcapsules.

**KEYWORDS:** Microencapsulation, peppermint oil, aromatic fragrance, microemulsion

# İÇİNDEKİLER

Sayfa

<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>ii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>iii</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	<b>v</b>
<b>TABLO LİSTESİ</b> .....	<b>viii</b>
<b>SEMBOL LİSTESİ</b> .....	<b>ix</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>x</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
<b>2. DOĞAL İÇERİKLİ- AROMATİK KOKULU NANE YAĞI</b> .....	<b>2</b>
<b>3. MİKROKAPSÜLASYON VE MİKROKAPSÜLLER HAKKINDA GENEL BİLGİLER</b> .....	<b>3</b>
3.1 Mikrokapşülasyon Teknolojisi .....	3
3.2 Mikrokapşülasyon Üretim Yöntemleri.....	5
3.2.1 Kimyasal Mikrokapşülleme Yöntemleri.....	5
3.2.2 Fiziksel Mikrokapşülleme Yöntemleri .....	6
<b>4. MİKROKAPSÜLLERİN TEKSTİL ÜRÜNLERİNE APLİKASYONU</b> <b>10</b>	
4.1 Lif Çekimi İle Aplikasyon.....	10
4.2 Bitim İşlemleri ile Aplikasyon .....	10
4.2.1 Emdirme Yöntemi.....	11
<b>5. KAYNAK ÖZETLERİ</b> .....	<b>12</b>
<b>6. MATERYAL VE METOT</b> .....	<b>19</b>
6.1 Materyal.....	19
6.1.1 Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Maddeler .....	19
6.1.2 Etken Madde (Çekirdek Madde) Nane Yağı .....	19
6.1.3 Çeper (Duvar) Malzemesi.....	20
6.1.4 Yüzey Aktif Madde .....	20
6.1.5 Çapraz Bağlayıcı.....	21
6.1.6 Asetik Asit .....	22
6.1.7 Kalsiyum Klorür .....	22
6.1.8 Vanilin .....	22
6.2 Mikrokapşül ve Kumaş Karakterizasyonu .....	23
6.2.1 Parçacık Boyut Analizi (PSD) .....	23
6.2.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi .....	23
6.2.3 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopi Analizi .....	24
6.2.4 Mikrokapşül İçerikli Kumaşların Koku Salım Analizi (Subjektif Test) .....	25
6.3 METOT .....	25
6.3.1 Mikrokapşül Üretimi.....	26
6.3.2 Üretilen Mikrokapşüllerin Pamuk ve Polyester Tekstil Ürünlerine Aktarılması .....	31
<b>7. BULGULAR ve TARTIŞMA</b> .....	<b>33</b>
7.1 FT-IR Analizi Sonuçları .....	33

7.1.1	FT-IR Analizi Sonuçlarının Değerlendirilmesi .....	45
7.2	SEM Analizi Sonuçları ve Değerlendirmeleri.....	47
7.3	Parçacık Boyut Analizi Sonuçları ve Değerlendirmeleri .....	53
7.4	Subjektif Koku Analizi Sonuçları ve Değerlendirmeleri .....	55
<b>8.</b>	<b>SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....</b>	<b>58</b>
<b>9.</b>	<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>60</b>

# ŞEKİL LİSTESİ

## Sayfa

<b>Şekil 3.1:</b> Mikrokapsül yapısının şematik gösterimi .....	4
<b>Şekil 3.2:</b> Koaservasyon sürecinin şematik gösterimi. (a) Kabuk polimer çözeltisi içinde çekirdek malzeme dağılımı; (b) koaservatın çözeltiden ayrılması; (c) çekirdek malzemenin mikro damlacıkları ile kaplanması; (d) koaservatın çekirdek parçacıklarının etrafında dayanıklı kabuk oluşturmak için birleşmesi (Ghosh 2006).....	7
<b>Şekil 3.3:</b> Faz özelliklerine göre emülsiyonların gösterimi. (a) yağ içinde su emülsiyonu- (b) su içinde yağ emülsiyonu .....	8
<b>Şekil 3.4:</b> Mikrokapsül üretim aşamaları.....	9
<b>Şekil 4.1:</b> Emdirme yöntemi şematik gösterimi .....	11
<b>Şekil 6.1:</b> Arap zıncı açık formül.....	20
<b>Şekil 6.2:</b> Triton X-100 açık formül .....	20
<b>Şekil 6.3:</b> Yüzey aktif maddelerin şematik gösterimi.....	21
<b>Şekil 6.4:</b> Gluteraldehit kapalı formül .....	22
<b>Şekil 6.5:</b> Asetik asit açık formül .....	22
<b>Şekil 6.6:</b> Vanilin açık formül .....	23
<b>Şekil 6.7:</b> SEM analiz cihazı.....	24
<b>Şekil 6.8:</b> FT-IR spektrum cihazı .....	25
<b>Şekil 6.9:</b> Deney setinin şematik gösterimi .....	26
<b>Şekil 6.10:</b> Birinci deney setinden üretilen mikrokapsül çözeltisi (1/2 Duvar/çekirdek).....	28
<b>Şekil 6.11:</b> İkinci deney setinden üretilen mikrokapsül çözeltisi (1/3 Duvar/çekirdek).....	29
<b>Şekil 6.12:</b> Üçüncü deney setinden üretilen mikrokapsül çözeltisi (1/5 Duvar/çekirdek).....	30
<b>Şekil 6.13:</b> Mikrokapsüllerin kumaşlara aplikasyonunda kullanılan dikey fulard makinesi (Ozanteks Tekstil Laboratuvarı) .....	31
<b>Şekil 6.14:</b> Mikrokapsüllerin kumaşlara aplikasyonunda kullanılan boyama makinesi (Ozanteks Tekstil Laboratuvarı) .....	32
<b>Şekil 7.1:</b> Çekirdek malzeme olan nane yağının FT-IR spektrumları .....	34
<b>Şekil 7.2:</b> 1/2 duvar/çekirdek oranı ile üretilmiş mikrokapsül çözeltisinin FT-IR spektrumları (1.numune) .....	34
<b>Şekil 7.3:</b> 1/3 duvar/çekirdek oranı ile üretilmiş mikrokapsül çözeltisinin FT-IR spektrumları (2.numune) .....	35
<b>Şekil 7.4:</b> 1/5 duvar/çekirdek oranı ile üretilmiş mikrokapsül çözeltisinin FT-IR spektrumları (3.numune) .....	35
<b>Şekil 7.5:</b> Mikrokapsül aplikasyonu öncesi herhangi bir işlem uygulanmamış pamuk kumaşın FT-IR spektrumları .....	36
<b>Şekil 7.6:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları .....	36
<b>Şekil 7.7:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları .....	37
<b>Şekil 7.8:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları .....	37



<b>Şekil 7.9:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları .....	38
<b>Şekil 7.10:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları .....	38
<b>Şekil 7.11:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları .....	39
<b>Şekil 7.12:</b> Mikrokapsüllü çözeltilerin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları....	39
<b>Şekil 7.13:</b> Mikrokapsüllü çözeltilerin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları....	40
<b>Şekil 7.14:</b> Mikrokapsül aplikasyonu öncesi herhangi bir işlem uygulanmamış polyester kumaşın FT-IR spektrumları .....	40
<b>Şekil 7.15:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları .....	41
<b>Şekil 7.16:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları .....	41
<b>Şekil 7.17:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları .....	42
<b>Şekil 7.18:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları .....	42
<b>Şekil 7.19:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları .....	43
<b>Şekil 7.20:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları .....	43
<b>Şekil 7.21:</b> Mikrokapsüllü çözeltilerin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları	44
<b>Şekil 7.22:</b> Mikrokapsüllü çözeltilerin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları	44
<b>Şekil 7.23:</b> Polimer malzeme Arap zamkına ait FT-IRspektrumları .....	45
<b>Şekil 7.24:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin çektirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri .....	47
<b>Şekil 7.25:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin çektirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri .....	48
<b>Şekil 7.26:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin çektirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri .....	48
<b>Şekil 7.27:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri .....	49
<b>Şekil 7.28:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri .....	49
<b>Şekil 7.29:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri .....	50
<b>Şekil 7.30:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri.....	50
<b>Şekil 7.31:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri.....	51
<b>Şekil 7.32:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri.....	51
<b>Şekil 7.33:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltilisinin çektirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri.....	52

<b>Şekil 7.34:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çekirme yöntemi kullanılarak aplike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri.....	52
<b>Şekil 7.35:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çekirme yöntemi kullanılarak aplike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri.....	52
<b>Şekil 7.36:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım diyagramları .....	53
<b>Şekil 7.37:</b> 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım hacimleri .....	53
<b>Şekil 7.38:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım diyagramları .....	54
<b>Şekil 7.39:</b> 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım hacimleri .....	54
<b>Şekil 7.40:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım diyagramları .....	54
<b>Şekil 7.41:</b> 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım hacimleri .....	55

## TABLO LİSTESİ

### Sayfa

<b>Tablo 3.1:</b> Mikrokapsül üretim yöntemleri (Ghosh 2006) .....	5
<b>Tablo 6.1:</b> Mikrokapsül üretimi birinci deney seti proses şartları ve kimyasal miktarları .....	27
<b>Tablo 6.2:</b> Mikrokapsül üretimi birinci deney seti proses şartları ve kimyasal miktarları .....	28
<b>Tablo 6.3:</b> Mikrokapsül üretimi birinci deney seti proses şartları ve kimyasal miktarları .....	30
<b>Tablo 7.1:</b> Emdirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül applike edilmiş pamuk kumaşların subjektif koku analiz sonuçları .....	56
<b>Tablo 7.2:</b> Çektirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül applike edilmiş pamuk kumaşların subjektif koku analiz sonuçları .....	56
<b>Tablo 7.3:</b> Emdirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül applike edilmiş polyester kumaşların subjektif koku analiz sonuçları .....	57
<b>Tablo 7.4:</b> Çektirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül applike edilmiş polyester kumaşların subjektif koku analiz sonuçları .....	57

## SEMBOL LİSTESİ

<b>°C</b>	: Santigrat derece
<b>FTIR</b>	: Fouirer Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
<b>g</b>	: gram
<b>kg</b>	: Kilogram
<b>SEM</b>	: Taralamalı Elektron Mikroskobu
<b>µm</b>	: mikrometre
<b>BKC</b>	: Benzalkonyum Chloride
<b>TGA</b>	: Termal Gravimetrik Analiz
<b>TEM</b>	: Geçirimli elektron mikroskobu
<b>DSC</b>	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Cihazı
<b>HPLC</b>	: Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
<b>GC-MS</b>	: Gaz kromatografisi-kütle spektroskopisi
<b>CaCl<sub>2</sub></b>	: Kalsiyum klorür
<b>DEET</b>	: N,N-dietil m-toluamid
<b>PSD</b>	: Parçacık boyut analizi

## ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca, beni yönlendiren, her aşamada bilgi birikimi, düşünce ve katkıları ile bana yol göstererek çalışmamın başarı ile sonlanmasını sağlayan çok değerli hocam Prof. Dr. Necip ATAR'a saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışmasının bir bölümü, TÜBİTAK-TEYDEB tarafından desteklenen 3190195 nolu proje kapsamında Ozanteks Tekstil Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Tez çalışmamın tüm aşamalarında her türlü bilgi ve veri paylaşımı sağlayarak benimle birlikte emek sarf eden Ozanteks Tekstil San.ve Tic. A.Ş Ar-Ge Merkezi çalışanlarına ve tüm maddi ve manevi desteklerinden dolayı yöneticim Sayın Mustafa ÇÖREKCİOĞLU'na sevgi ve saygılarımı sunar, teşekkür ederim.

Gerçekleştirdiğim araştırmalarda ve laboratuvar çalışmalarımda bilimsel katkılarıyla yol gösteren ve yardımcı olan çok kıymetli hocam Doç. Dr. Sennur ALAY AKSOY ve Dr. Kimyager Kasım AKSOY'a teşekkür ederim.

Tez çalışmam boyunca ve hayatımın her alanında yanımda olan ve desteğini esirgemeyen çok değerli arkadaşlarım Merve ASLAN ve Aslı ÖZMEN SELÇUK'a çok teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca olduğu gibi yüksek lisans çalışmalarım sürecinde de benden destek ve yardımlarını esirgemeyen ve her zaman yanımda olan, varlığına minnettar olduğum annem İlksen KOPTUR ve babam İlker KOPTUR'a, çok kıymetli eşim Ferat TASAN'a, sonsuz teşekkür ederim.

Son olarak tez çalışmam sırasında küçük veya büyük yardımını esirgemeyen herkese teşekkürü bir borç bilirim.

# 1. GİRİŞ

Küresel rekabetin yoğunlaşmasıyla birlikte gelişmiş ülkelerden tekstil üretimi yapan firmalar, yeni teknolojiler veya yeni ürünler geliştirerek küresel pazarın önemli bir bölümüne sahip olmak için rekabet ediyor.

Tüketici taleplerinin çeşitliliği ile birlikte pazar rekabet gücünün artması tekstil sektörü sektöründe zorlu bir ortam yaratmıştır. Bu durum ergonomiyi, sağlığı ve güvenliği artıran gelişmiş özelliklere sahip yenilikçi tekstil ürünlerinin üretilmesine yol açmıştır. Günümüzde tekstillerdeki yenilikçi teknolojiler, benzeri görülmemiş işlevlere sahip çok çeşitli kumaşlar sunmayı başarmıştır. Fonksiyonel tekstillerin en yaygın uygulamaları faz değiştiren maddeler, böcek kovucular, antimikrobialer, kokular, boyalar ve renklendiriciler, cilt yumuşatıcılar ve nemlendiriciler, bazı ilaçlar ve alev geciktiricilerin kullanımını içerir.

Tekstil üreticileri, ürünlerini belirli ve özel işlevlerle farklılaştırmaya çalışıyorlar. Araştırmacılar, çok işlevli tekstiller olarak bilinen ürünleri elde etmek için birçok girişimde bulunmaktadır.

Fonksiyonel tekstillerin tek kullanımlık olmaması ve kullanımdan sonra yıkanması gerektiği için dayanıklılığını artırmak ve kullanım ömrünü uzatmak tekstil üreticileri için her zaman en zorlu görevlerden biri olmuştur. Bu bağlamda, mikrokapsülleme tekniklerinin tekstillere uzun ömürlü özellikler ve katma değer sağladığı bilinmektedir.

## 2. DOĐAL İÇERİKLİ- AROMATİK KOKULU NANE YAĐI

Uçucu yağlar, güçlü bir koku ile karakterize edilen aromatik bitkilerden oluşturulan doğal karmaşık yapılu bileşiklerdir. Genellikle su buharı destilasyonu veya hidro damıtma yöntemiyle elde edilirler. Doğal aromatik yağlar, oksijene, ışığa, neme ve ısıya duyarlı uçucu maddelerdir (Goto 1993).

Nane yađı, nane yapraklarının su buharı ile damıtılmasıyla üretilir ve ana bileşenleri oksijenli monoterpenlerdir: alkoller, esterler ve ketonlar (Adamiec 2006). Nane yađı, nane otundan elde edilen, geleneksel tıpta kullanılan önemli uçucu yađdır. Nane kokusu ve aroması, doğal bir siklik terpen alkol veya mentolden kaynaklanmaktadır. Nane yađı ihtiva ettiđi bileşimi itibari ile antimikrobiyal (antibakteriyel) özellik sunmaktadır (Liakos 2014).

Nane tüm dünyada gıda, kozmetik ve ilaçlarda kullanılmaktadır. Nananın sivrisinek kovucu, antiviral, antifungal gibi özellikleri literatürde incelenmiştir (Kayahan ve diđ. 2013). Yađın yapısında bulunan limonen, 1958 yılında pestisit, 1971 yılında ise antimikrobiyal olarak tescil edilmiştir.

Aromatik yağların içerdiđi bileşenlerin tedavi edici özellikleri ile insan sađlığına pozitif etkileri bulunmaktadır. Nane bitkisinin, gaz söktürücü, bulantı kesici, serinletici, burun açıcı gibi özelliklerinden literatürde bahsedilmektedir. Ayrıca nane yağının içerdiđi mentol; kaşıntıya karşı olarak deri hastalıklarında ve ansiteptik olarak solunum yolu rahatsızlıklarında kullanılmaktadır (Özgün 2015)

Uçucu yağların stabilitesi mikroenkapsülasyon teknolojisi kullanılarak artırılabilir. Normal şartlarda uçucu yağlar dış etkenlerden olumsuz etkilendikleri için içerdikleri özelliklerin etkileri kısıtlanmaktadır. Bu nedenle yağların uçucu özelliklerini azaltabilmek, uzun süreli kullanımlarını artırabilmek adına çekirdek malzeme olarak uçucu yağların kullanılması ile doğal yağ içerikli mikrokapsül üretimleri yapılmaktadır.

### **3. MİKROKAPSÜLASYON VE MİKROKAPSÜLLER HAKKINDA GENEL BİLGİLER**

#### **3.1 Mikrokapsülasyon Teknolojisi**

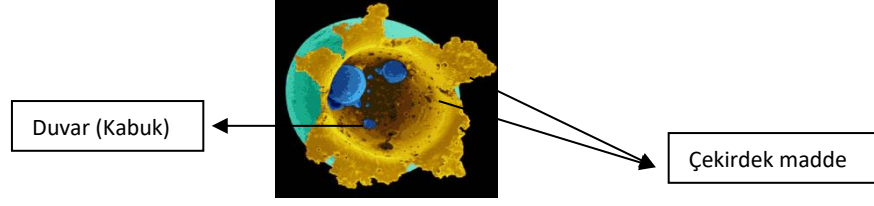
Mikrokapsülasyon bir kabuk materyali içerisine katı, sıvı veya gaz fazında bulunan çekirdek maddenin mikro boyutlu olarak kapsüllemesidir. Kapsülleme işlemi aslında mikro paketleme tekniğidir. Mikrokapsülasyon işleminde elde edilen tanecikli küresel yapılara mikrokapsül adı verilir (Aydın 2011). Mikrokapsüller, boyutları 1 ile 500 µm arasında olan, doğal veya sentetik bir aktif madde içeren polimerik küçük parçacıklardır.

Kapsülleme, kokuları veya diğer aktif maddeleri, ısı, ışık, nem ve diğer olumsuz koşullara karşı korumak ve izole etmek için kullanılır. Ayrıca uçucu bileşiklerin buharlaşmasını önlemek ve salım hızını kontrol etmek için de kullanılmaktadır. Kapsüllemiş ajan (çekirdek madde), mekanik, sıcaklık, difüzyon, pH, biyolojik bozunma ve çözünme araçları gibi birçok faktörle salınabilir.

Mikro ve makro boyutta olmakla birlikte doğada da kapsül örneklerine rastlanmaktadır. Hücrelerimiz mikro boyuttaki, yumurta ve tohum ise makro boyuttaki kapsüllere örnek olarak verilebilir. Mikrokapsüller çekirdek madde ve duvar malzemenin oluşmaktadır. Çekirdek aktif maddeyi içerirken kabuk da çekirdeğin dış etkilerden, olumsuz çevre şartlarından korumaktadır. Mikrokapsüllerin kalitesinin ve uygulanabilirliğinin değerlendirilmesi esnasında mikrokapsüllerin morfolojisi oldukça büyük öneme sahiptir. Morfoloji için en önemli nokta; mikrokapsüllerin küresel ve tanecikli olmasıdır. Ayrıca bu taneciklerin ortalama boyutu ve homojen boyut dağılımı da çok önemlidir. Tekstil sektöründe kullanılmak üzere üretilen mikrokapsüllerin boyut aralığı ise 1 – 50 µm' dir (Rodrigues 2008).

Mikrokapsüller duvar ve çekirdek madde olmak üzere iki kısımdan oluşmaktadır. Şekil 3.1'de mikrokapsül yapısı şematik olarak gösterilmiştir.





Şekil 3.1: Mikrokapsül yapısının şematik gösterimi

Çekirdek madde mikrokapsülün öz maddesini içermektedir. Çekirdek madde kaplanmaya uygun her türlü katı, sıvı ve gaz madde olabilmektedir. Bu doğrultuda amaca uygun olarak proteinler, enzimler, hormonlar, bakteriler, antikorlar, hücreler, insektisitler, boyalar, esanslar, pigmentler, polielektrolitler, tarım kimyasalları, besin maddeleri, vitaminler, fotoğrafçılık maddeleri, farklı farmakolojik gruplara ait etken maddeler, uçucu yağlar, katalizörler, faz değiştiren maddeler, yapışkanlar kapsüllenebilmektedir.

Mikrokapsülasyon teknolojisi farmakoloji, tarım, fotoğrafçılık, gıda, kozmetik, tekstil, kimya endüstrisi, elektronik vb. gibi farklı alanlarda kullanılmaktadır. Tekstil sektöründe boya, pigment, monomer, katalizör, güç tutuşur madde, antimikrobiyal madde, faz değiştiren madde, canlı hücre vb. pek çok çekirdek maddesi kapsüllenebilmektedir.

Mikrokapsülasyon teknolojisinin kullanım amaçları;

- Aktif bileşenleri oksidasyon, ısı, asitlik, alkalilik, nem veya buharlaşmadan korumak
- Bozulma veya polimerizasyona neden olabilecek bileşenlerin sistemdeki diğer bileşiklerle etkileşmesini önleme
- Hoş olmayan tatların veya kokuları maskeleyerek
- Aktif kimyasalların kontrollü ve zamanlanmış bir şekilde salınımı
- İşçileri veya son kullanıcıları tehlikeli maddelere maruz kalmaktan korumak
- Daha iyi işlenebilirlik (geliştirilmiş çözünürlük, disper edilebilirlik, akışkanlık vb. ) sağlamak,
- Parçalayıcı reaksiyonları (oksidasyon, dehidrasyon) önleyerek kullanım ömrünü uzatmak,
- Kontrollü ve amaca yönelik ilaç salınımı gerçekleştirmek,
- Enzim ve mikroorganizmaları hareketsizleştirmektir (immobilize).

### 3.2 Mikrokapsülasyon Üretim Yöntemleri

Mikrokapsülasyon tekniği yeni olmamakla birlikte uzun süredir kullanılan bir teknolojidir. Mikrokapsülasyon üretim yöntemleri fiziksel ve kimyasal üretim olmak üzere iki temel gruba ayrılmaktadır.

**Tablo 3.1:** Mikrokapsül üretim yöntemleri (Ghosh 2006)

Fiziksel Yöntemler		Kimyasal Yöntemler
Fiziko-kimyasal yöntemler	Fiziko-mekanik yöntemler	
-Koaservasyon yöntemi -Süperkritik akışkan yöntemi -Fotoelektrolit çok tabaka yöntem	-Sprey kurutma yöntemi -Santrifuj yöntemi -Akışkan yatak yöntemi -Elektrostatik yöntem -Sıcak eriyik yöntemi -Soğutarak kurutma	-Süspansiyon polimerizasyonu -Emülsiyon polimerizasyonu -Dispersiyon polimerizasyonu -Ara yüzey polikondenzasyonu -In-situ polimerizasyonu

#### 3.2.1 Kimyasal Mikrokapsülleme Yöntemleri

##### *Süspansiyon Polimerizasyonu*

Süspansiyon polimerizasyonu yöntemi, ortalama çapı 10 mm ile 2 mm arasında değişen parçacıkların oluşumunu sağlar. Bu yöntemle üretilmiş mikrokapsül çözeltisi, sulu ortamda damlacık olarak dağılmış faz, suda çözünmeyen bir monomer ve aktifleştirici içerir.

##### *Emülsiyon Polimerizasyonu*

Bu yöntem, sistem, bir emülgatör ekleyerek polimerin yağlı bir sıvı içinde karıştırılmasından oluşur. Bundan sonra, bir su/yağ emülsiyonu oluşturmak ve çapraz bağlı bir sistem (kimyasal, termal veya enzimatik bir şekilde) oluşturmak için bir emülsiyonlaştırma gereklidir. Son adım, izole mikrokapsülleri oluşturmak için emülsiyonun yıkanmasıdır.

### 3.2.2 Fiziksel Mikrokapsülleme Yöntemleri

Fiziksel yöntemler kullanılarak üretilen kapsüllerin boyutları kimyasal yöntemle üretilen kapsüllere oranla daha büyüktür. Fiziksel kapsülleme yöntemleri fiziko kimyasal ve fiziko-mekanik yöntemler olmak üzere iki ana başlığa ayrılmaktadır.

#### *Sprey Kurutma Yöntemi*

Püskürterek kurutma ile mikroenkapsülasyon, çoğunlukla kokuların, yağların ve aromaların kapsüllemesi için kullanılan düşük maliyetli bir ticari işlemdir. Çekirdek parçacıklar bir polimer çözeltisi içinde dağıtılır ve sıcak bir bölgeye püskürtülür. Kabuk malzemesi, elde edilen mikrokapsüller polinükleer veya matris tipinde olacak şekilde çözücü buharlaştıkça çekirdek parçacıkları üzerinde katılır. Çoğunlukla kapsüllemiş parçacıklar kümelenir ve yüksek miktarlarda çekirdek malzeme kullanılması sebebiyle kaplanmamış parçacıklara yol açabilir. Suda çözünür polimerler esas olarak kabuk malzemeleri olarak kullanılır, çünkü solvent kaynaklı bir sistem hoş olmayan kokular ve çevre sorunlarına yol açabilir (Ghosh 2006).

#### *Koaservasyon Yöntemi*

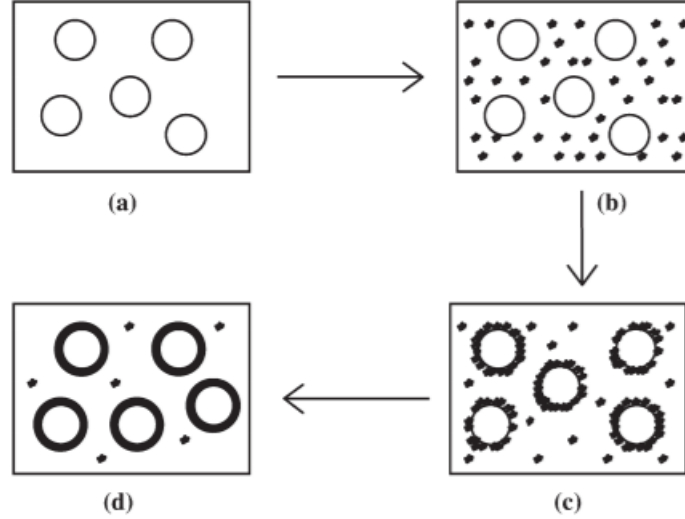
Koaservasyon yöntemi için basit ve kompleks olmak üzere iki yöntem mevcuttur. Her iki işlem için mikrokapsül oluşum mekanizması, faz ayrımının gerçekleştirilme şekli dışında aynıdır. Basit koaservasyonda, faz ayrımı için bir polimer ajanı eklenirken, kompleks koaservasyon iki zıt yüklü polimer arasındaki kompleksleşmeyi içerir.

Kompleks koaservasyon fiziksel mikrokapsülleme yöntemleri arasında en yaygın kullanılan yöntemlerdendir. Bu yöntemde sıklıkla çözücü olarak su kullanılmaktadır.

Kompleks koaservasyonda üç temel adım vardır;

- Dispersiyon veya emülsiyonun hazırlanması;
- Çekirdeğin kapsüllemesi
- Kapsüllemiş partikülün stabilizasyonu.

İlk olarak, çekirdek malzeme (genellikle bir yağ) bir polimer çözeltisi içerisine (örneğin, bir katyonik sulu polimer) dağıtılır. Daha sonra hazırlanan dispersiyona ikinci polimer (anyonik, suda çözünür) solüsyonu eklenir. Kabuk malzemesinin çekirdek parçacıkları üzerine birikmesi, iki polimer bir kompleks oluşturduğunda meydana gelir. Bu işlem, tuzun eklenmesiyle veya pH, sıcaklık değiştirilerek veya ortamın seyreltilmesiyle tetiklenir.



**Şekil 3.2:** Koaservasyon sürecinin şematik gösterimi. (a) Kabuk polimer çözeltisi içinde çekirdek malzeme dağılımı; (b) koaservatın çözeltilerden ayrılması; (c) çekirdek malzemenin mikro damlacıkları ile kaplanması; (d) koaservatın çekirdek parçacıklarının etrafında dayanıklı kabuk oluşturmak için birleşmesi (Ghosh 2006).

### ***Mikroemülsiyon Yöntemi***

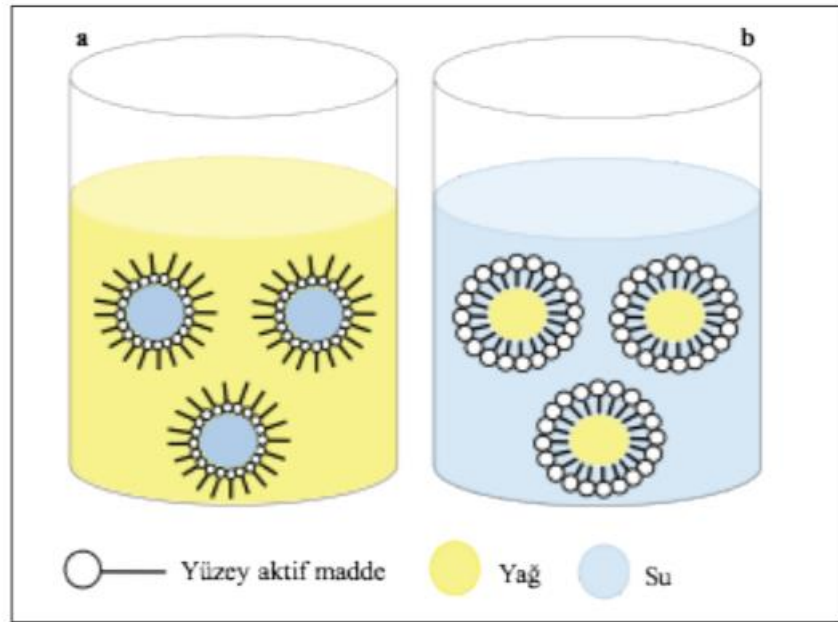
Birbiri içinde çözünmeyen iki sıvının karışması ile oluşan yapılara emülsiyon adı verilir. Emülsiyon oluşma sürecine emülsifikasyon denir. Emülsiyonu kararlı kılan, genelde sürfaktant özellikli maddeler emülgatörlerdir. Gündelik yaşamda karşımıza çıkan emülsiyonların çoğu, yağ/su emülsiyonudur, örneğin, tereyağ, margarin, süt, krema. Yağ içinde su emülsiyonuna tereyağ ve margarin örnek verilebilir, su damlacıkları yağ ile çevrilidir. Su içinde yağ emülsiyonlarında ise yağ damlacıkları su ile çevrilidir. Süt ve kremada su içinde yağ emülsiyonlarına örnektir.

Emülsiyon içinden geçen ışık, çok sayıda faz ara yüzünden (iki faz arasındaki sınıra arayüz denir) geçerken saçıldığı için emülsiyonlar genelde bulanık bir görüntüye sahiptir. Emülsiyonlar kararlı değildir ve kendiliklerinden oluşmazlar.

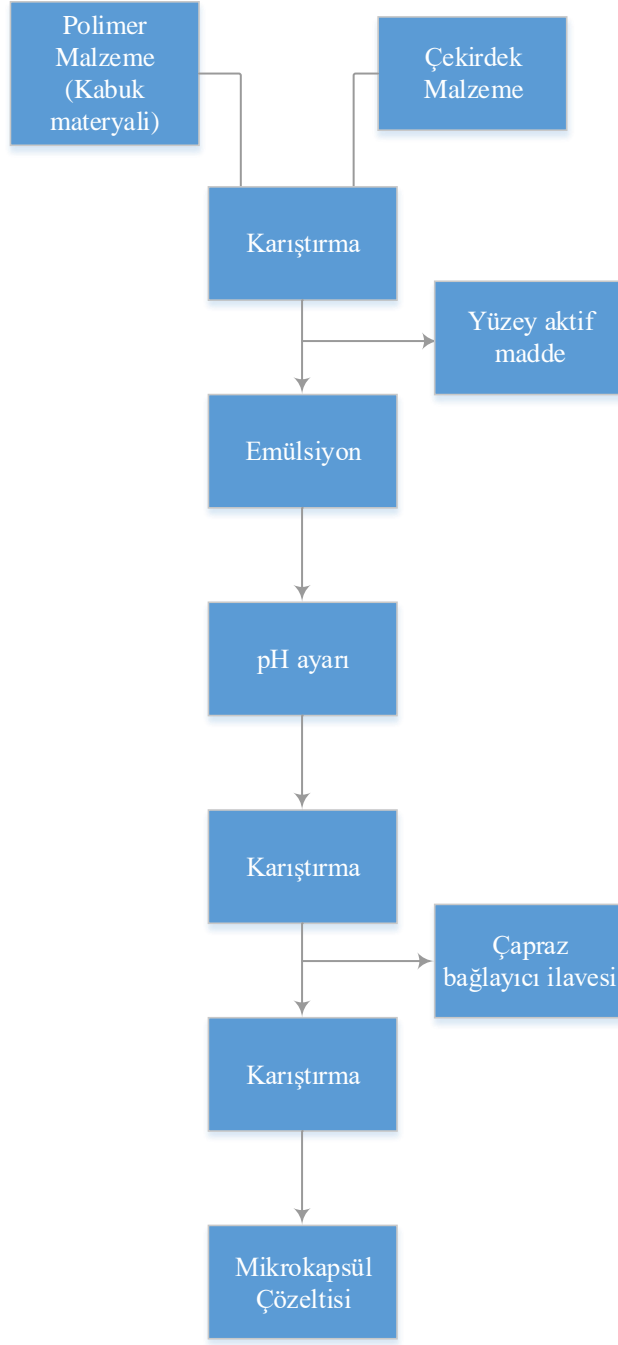
Emülsiyon oluşumu için karıştırma, çalkalama, homojenizasyon veya spreyleme gibi bir işlemle karışıma enerji vermek gerekir. Emülsiyonların temel rengi beyazdır.

Mikroemülsiyonlar makroskopik olarak homojen yağ, su, yüzey aktif madde ve/veya yardımcı yüzey aktif madde karışımlarıdır, oysa mikroskopik düzeyde bunlar, tek bir yüzey aktif madde ve/veya yardımcı yüzey aktif madde ile ayrılmış ayrı ayrı yağ ve su alanlarından oluşur.

Mikroemülsiyon yöntemini, bir elektrolit özellikteki polimerin sulu çözeltisi içerisine çekirdek maddenin emülsiyonlaştırılması ve ardından iyonik durumdaki polimerin bir tuz ilavesi ile (kalsiyum klorür vb) çekirdek madde üzerine çöktürülmesi işlemi olarak açıklayabiliriz. Yağ damlaları etrafında polimer madde, katı faz olarak bir duvar yapı oluşturmaktadır. Duvar yapının stabilitesini arttırmak için uygun çapraz bağlayıcı ile duvar polimer molekülleri arasında çapraz bağlar oluşturulabilmektedir.



**Şekil 3.3:** Faz özelliklerine göre emülsiyonların gösterimi. (a) yağ içinde su emülsiyonu- (b) su içinde yağ emülsiyonu



**Şekil 3.4:** Mikro kapsül üretim aşamaları

## **4. MİKROKAPSÜLLERİN TEKSTİL ÜRÜNLERİNE APLİKASYONU**

Mikrokapsüllerin tekstil ürünlerine aktarılması lif çekimi ve terbiye proseslerinde bitim işlemleri ile gerçekleştirilmektedir.

### **4.1 Lif Çekimi İle Aplikasyon**

Kapsülleme adımı, mikrokapsülleri kumaş içerisine sabitlemek için çeşitli yollar kullanılması ile mikrokapsül içerikli tekstil üretimine imkân sağlar. Lif yapısına kalıcı olarak gömülmüş mikrokapsüller, hem lif hem de mikrokapsül duvar materyali olmak üzere iki tabaka tarafından korunduğu için olumsuz ortam şartlarına karşı daha dayanıklı olduğu gözlemlenmiştir (Çimen 2007).

Lif çekimi esnasında mikrokapsüllerin polimer yapıdaki eriyik elyaf çözeltisine ilave edilmesi ile kuru veya yaş lif çekim yöntemleri kullanılarak mikrokapsül içeren lif üretimi gerçekleştirilmektedir. Lif çekimi esnasında tekstil ürününe applike edilen mikrokapsüller ile elde edilen etkinin kalıcı olması bu yöntemin avantajlarından biridir.

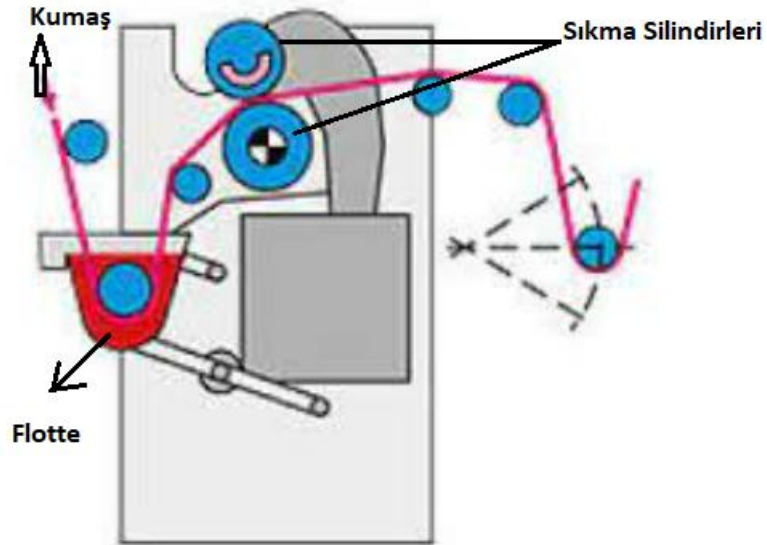
### **4.2 Bitim İşlemleri ile Aplikasyon**

Mikrokapsüller farklı bitim işlemleri ile dokuma, örme, dokusuz yüzeyli kumaşlara applike edilebilmektedir. En çok kullanılan bitim işlemleri emdirme ve kaplamı yöntemi iken, çektirme ve püskürtme yöntemleri de kullanılmaktadır. Bu yöntemlerle terbiye proseslerinde flotte içerisine mikrokapsülenmiş maddelerin yanında bağlayıcılar, yumuşatıcılar ve köpük giderici gibi yardımcı maddeler de ilave edilmektedir. Mikrokapsüllerin kumaşlara aplikasyonunda bağlayıcı maddeler yardımcı kimyasallar içinde en çok kullanılanlardır. Bağlayıcı madde kullanılmadığında mikrokapsüller sadece kumaş yüzeyinde bağlanmadan kalacak ve kumaş yapısına tutunamayacaktır. Bu sebeple mikrokapsüller ile kumaşa

kazandırılmak istenen özellikler kalıcı olamayacaktır. Mikrokapsüllerin tekstil yüzeylerine aplikasyonu ıslak işlemleri yapılmaktadır, bu nedenle aplikasyon sonrası kurutma ve/veya fikse işlemleri yapılmaktadır.

#### 4.2.1 Emdirme Yöntemi

Emdirme yönteminde, tekstil materyalinin mikrokapsül ve bağlayıcı gibi yardımcı kimyasal maddelerin bulunduğu flotte içerisinden geçirilip ardından kumaş üzerindeki fazla çözeltinin sıkma silindiriyle uzaklaştırılması ile mikrokapsüllerin kumaşa aktarılması gerçekleştirilmektedir. Mikrokapsüllerin kumaşa aktarılmasından hemen sonra kurutma ve/veya fixe işlemi gerçekleştirilir. Emdirme yöntemi ile mikrokapsül aktarmada öncelikle tekstil materyalinin üzerine hangi konsantrasyonda mikrokapsül çözeltisi aktarılacağı tespit edilmelidir. Bunun yanı sıra tekstil materyalinin fularddan geçirme hızı ve silindir basıncı da hesaplanmalıdır. Şekil 4.1’de emdirme yöntemi ile mikrokapsül aplikasyonu gösterilmiştir.



Şekil 4.1: Emdirme yöntemi şematik gösterimi



## 5. KAYNAK ÖZETLERİ

Bu tez çalışmasında nane uçucu yağı mikroemülsiyon yöntemi ile mikrokapsüllenmiştir. Elde edilen mikrokapsüller emdirme ve çektirme yöntemleri ile pamuk ve polyester kumaşlara aktarılmıştır. Bu nedenle çalışmalara kaynak oluşturması için literatürde farklı kullanım alanlarına yönelik tasarlanmış farklı türde çekirdek madde içeren mikrokapsüllerin üretimi ve mikrokapsül üretim yöntemleri ile ilgili çalışmalara ait özet bilgiler verilmiştir.

Chinta ve arkadaşları çekirdek madde olarak neem yağı, karanfil yağı, aloe vera tozu ve Benzalkonyum Chloride (BKC) kullanılarak mikrokapsülleme yapılmıştır. Çalışmanın amacı dokuma pamuk ve P/C harman kumaşına ve dokumasız polipropilen kumaşa antimikrobiyal özellik kazandırmaktır. Mikrokapsüllerin kumaşlara aktarılması sonrasında fiziksel ve performans özelliklerini karşılaştırmak için analizler uygulamışlardır.

Sathianarayanan ve arkadaşları çekirdek malzeme olarak Tulsi yaprağı ve nardan elde edilen ekstraları kullanarak üretilen mikrokapsüller, kumaşa antibakteriyel özellik kazandırmak için pamuklu kumaşa uygulanmıştır. Duvar malzemesinde izole edilmiş soya proteini ve pektin kullanılarak kompleks koaservasyon işlemi gerçekleştirmişlerdir.

Bir başka çalışmada; Maji ve arkadaşları Zanthoxylum limonella yağını koaservasyon yöntemi kullanarak kapsüllemişlerdir. Duvar materyali olarak jelatin, çapraz bağlayıcı olarak da glutaraldehit kullanılmışlardır. Mikrokapsül üretim prosesindeki parametrelerin (jelatin konsantrasyonu, yağ yükleme ve çapraz bağlama miktarı gibi) mikrokapsüllerin salınım hızı üzerindeki etkisi değerlendirilmiştir.

Varona ve arkadaşlarının yaptığı bir diğer çalışmada, lavanta uçucu yağının kendisinin ve mikrokapsüllenmiş halinin üç farklı patajoneik bakteriye karşı antimikrobiyal etkisi incelenmiştir. Bu çalışmada mikrokapsülasyon tekniğinin avantajları test edilmiştir. Mikrokapsülleme tekniği olarak sprey kurutma yöntemi kullanmışlardır. Yapılan analiz ve değerlendirmeler sonucunda, mikrokapsülleme

yöntemin uçucu yağı koruduğu ve kontrollü salınım sağladığı görülmüş ve lavanta uçucu yağının antimikrobiyal etkisini sürekli kıldığını gözlemlenmiştir.

Thilagavathi ve arkadaşları ilk olarak neem bitkisinin ve meksika papatyasının metanollü ekstraktını elde etmiş ve saf olarak neem yağını pamuklu kumaşa aktarmışlardır. Bunun yanında bu ekstraktları çekirdek malzeme, arap zamkını ise duvar materyali olarak kullanıp mikrokapsülleyerek kumaşa uygulamışlardır. Sonrasında işlem görmüş bu pamuklu kumaşların yıkama haslığını ve antibakteriyel aktivitesini incelemişlerdir. Ayrıca mikrokapsüllerin fiziksel yapısını araştırmışlardır. Yapılan analiz sonuçlarına göre mikrokapsül emdirilmiş kumaş, 15 yıkamaya kadar antibakteriyel aktivitesini sürdürürken direkt ekstrakt applike edilmiş kumaşların mikrokapsül uygulanmış kumaşlara göre yıkamaya daha az dayanıklı olduğu, üretilen mikrokapsüllerin küresel ve homojen parçacık boyut dağılımına sahip oldukları tespit edilmiştir.

Koatsaha ve diğ. siyah zencefil uçucu yağını emülsiyon yöntemini kullanarak mikrokapsüllemişlerdir. Elde edilen mikrokapsülleri pamuk, polyester ve naylon kumaşlara emdirme-kurutma-fiksaj metodu ile aktarmışlardır. İlk olarak siyah zencefil uçucu yağının antibakteriyel aktivitesini analiz etmişlerdir. Yapılan analiz sonucunda siyah zencefil uçucu yağının 'Staphylococcus aureus' bakterisine karşı oluşturduğu zon çapı 41 mm olarak belirlenmiş ancak 'Klebsiella pneumonia' bakterisine karşı herhangi bir antibakteriyel etki sağlamadığı görülmüştür. Üretilen mikrokapsüllerin parçacık boyutlarının 10-150 µm arasında değiştiğini ve ortalama parçacık boyutunu 23,88 µm olduğu görülmüştür. Bunun yanı sıra üç farklı kumaşa applike edilmiş mikrokapsüllerin SEM görüntülerini incelemişler ve naylon kumaşın diğer kumaşlara göre içerdiği mikrokapsül miktarının daha fazla olduğunu, ayrıca diğer kumaşlara kıyasla mikrokapsüllerin kumaş yapısında daha düzenli dağıldığını belirtmişlerdir.

Diğer bir çalışmada etil selüloz duvar malzeme kullanılarak limonen ekstraktı koerservasyon tekniğine göre mikrokapsülenmiştir. Duvar ve çekirdek malzeme oranları 1:1, 2:1, 3:1 ve 4:1 olarak belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin tanecik boyutu, ısıya karşı fiziksel ve kimyasal değişimleri (TGA ile incelenmiş) ve mikroskop görüntüleri incelenmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin emdirme yöntemi ile kumaşa aktarılmıştır. Çekirdek malzeme olan limonenin böcek kovucu özelliği

mikrokapsüllü kumaşlar için test edilmiştir. Böcek kovuculukta en iyi sonucu 1:4 oranda alınan mikrokapsüller vermiş ve elde edilen kumaşların böcek kovma özelliği 20 yıkama sonunda kaybolmuştur (Türkoğlu ve ark., 2013).

Öge 2017 yılında yaptığı tez çalışmasında spor ve boş zaman giysilerine yönelik rahatlatıcı, dinçleştirici, hoş koku verici ve antibakteriyel özelliklere sahip mikrokapsüllerin üretimi ve tekstil mamulüne aktarımını amaçlamıştır. Bu kapsamda mandalina uçucu yağının dinçleştirici, sandal ağacı uçucu yağının rahatlatıcı, yasemin uçucu yağının güzel koku verici, jojoba yağının cilt bakımı sağlayıcı ve sarı kantaron yağının da antibakteriyel özelliklerinden yararlanmıştır. Mandalina yağı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüller, sandal ağacı yağı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüller ve yasemin yağı, jojoba yağı ve sarı kantaron yağı içeren kapsüller olmak üzere üç farklı çeşitte kapsül üretmiştir. Kapsül duvar materyali olarak etil selüloz kullanırken kapsül üretimini püskürterek kurutma yöntemi ile gerçekleştirmiştir. Elde edilen kapsüllere kromatografik, spektroskopik termal ve görüntüleme analizleri (SEM, FTIR, TEM, DSC, TGA, HPLC, partikül büyüklüğü ve dağılımı) gerçekleştirmiştir. Elde edilen kapsülleri ticari bir çapraz bağlayıcı ile örme kumaşlara applike etmiştir. Aplikasyon sonrası SEM analizleriyle kumaş yüzeyindeki kapsül varlığını incelemiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlara antibakteriyel testleri uygulamıştır. Ayrıca kumaşlara aktarılan mikrokapsüllerin sürtünmeye ve yıkamaya karşı dayanımlarını incelemiştir. Mikrokapsül aktarılmış kumaşlardaki uçucu bileşenlerin tespiti amacıyla yıkama öncesi ve 1 yıkama sonrasında GC-MS analizlerini gerçekleştirmiştir.

Dong ve arkadaşları 2007 yılında yaptıkları çalışmada nane yağını jelatin ve arap zıncı kullanarak koaservasyon yöntemi ile kapsüllemişlerdir. Çekirdek/duvar oranı, duvar malzemesi konsantrasyonu, pH değeri ve ayrıca karıştırma hızı gibi çeşitli proses parametrelerinin kapsül morfolojisi, parçacık boyutu dağılımı ve verim üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Duvar malzemesi konsantrasyonu veya çekirdek/duvar oranı arttığında, mikrokapsüllerin morfolojisinin küreselden düzensize değiştiği ve ortalama parçacık boyutunun arttığı belirtilmiştir. İstenen ortalama parçacık boyutuna sahip çok çekirdekli küresel mikrokapsüllerin ideal hazırlama koşullarının, 400 rpm karıştırma hızında pH 3.7 olduğundan bahsedilmiştir.

Diğer bir çalışmada Sharkawy ve arkadaşları pamuk kumaşlara koku ve antibakteriyel özellik kazandırmak için doğal ajanları kompleks koaservasyon yöntemi ile kapsüllemişlerdir. Limonen ve vanilin mikrokapsülleri, kabuk malzemesi olarak kitosan/arap zamkı ve sertleştirici madde olarak tannik asit kullanılarak kompleks koaservasyon ile üretilmiştir. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların antibakteriyel aktiviteleri ölçülmüştür.

Pakzad ve diğerleri, nane yağını içine alan jelatin/arap zamkı mikrokapsüllerini, sertleştirme maddesi olarak tannik asit kullanılarak kompleks koaservasyon ile hazırlamışlardır. Duvar malzemesi, çekirdek malzemesi, tannik asit ve Tween 80 konsantrasyonu gibi çeşitli parametrelerin partikül boyutu ve kapsülleme verimliliği üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Hazırlanan küresel mikrokapsüllerin boyutunun 19-66 mikrometre olduğu belirtilmiştir. Sonuçlar, çekirdek ve duvar konsantrasyonunun artmasıyla partikül boyutunun arttığını ve artan tannik asit ve Tween 80 konsantrasyonu ile azaldığını göstermiştir.

Tözüm ve arkadaşları 2011 yılında yaptıkları çalışmada, lavanta yağı içeren poliüretan mikrokapsülleri akrilik el örgüsü lif ve ipliklerine çektirme ve emdirme yöntemleri ile uygulanmışlardır. Mikrokapsül içerikli örme kumaşlarda yıkama, kuru ve yaş sürtme işlemleri sonrası mikrokapsül miktarındaki değişim araştırılmıştır. Mikrokapsül miktarındaki değişim SEM ve FT-IR analiz yöntemleri ile araştırılmıştır. Kumaş yapısındaki mikrokapsül miktarının beş yıkama sonrası önemli seviyede azaldığı belirtilmiştir. Emdirme metodu ile mikrokapsül uygulama prosesinin hem verimlilik hem de maliyet açısından daha avantajlı olduğundan bahsedilmiştir.

Eyüpoğlu 2018 yılında yaptığı tez çalışmasında doğal ve sentetik etken maddelerin mikrokapsüllemesi ile arı kovucu kumaş üretimi üzerine çalışmıştır. Çalışmasında; N,N-dietil m-toluamid (DEET), lavanta, rezene ve defne yağı etken maddeler arap zamkı duvar maddesi kullanılarak kapsüllemişlerdir. Farklı çekirdek/duvar madde oranlarında basit koaservasyon yöntemi ile kapsülleme gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüllerin ışık mikroskobu ve Fourier dönüşümlü infrared spektrometre (FTIR) ile karakterizasyon analizleri yapılmış ve partikül boyutu dağılımı görüntü işleme tekniği ile analiz edilmiştir. Mikrokapsüllerin pamuk ve pamuk/polyester kumaşlara aplikasyonu daldırma yöntemi ile yapılmıştır.

Mikrokapsülleri kumaş numuneleri üzerinde analiz etmek için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Çalışma sonuçlarına göre doğal yağlardan elde edilen ekstraktların arı kovuculuk özelliklerinin umut vaat edici olduğundan bahsedilmiştir.

Özerdem, 2011 yılında yaptığı tez çalışmasında ev tekstilinde kullanılan polyester ve polyester karışımı ürünlere multifonksiyonel özellik kazandırmak için mikrokapsül elde etmiş ve elde edilen mikrokapsülleri %100 polyester kumaşa aktararak kullanım alanına uygun olarak analizler gerçekleştirmiştir. Çeper madde olarak jelatin ve arap zankı kullanmıştır. Çekirdek madde olarak Hindistan cevizi yağı, antibakteriyel özelliğinden ve böceksavar özelliklerinden faydalanmak için limon yağı, fesleğen yağı ve kimyon yağı kullanmıştır. Elde edilen mikrokapsülleri farklı oranlarda çözeltiler hazırlayarak perdelik yapımında kullanılan %100 polyester kumaşlara emdirme yöntemi ile aktarmıştır. Ayrıca mikrokapsül içerikli polyester kumaşlara bakteri ekimi yapmış ve bakterilerin durumunu gözlemlemiştir. 24 saat sonunda bakterilerin büyük çoğunluğunun yok olduğunu gözlemlemiştir.

Mantar 2014 yılında yaptığı çalışmasında antibakteriyel ve antibiyotik özelliklerinden faydalanmak amacıyla aloe vera yaprak jelini kullanarak basit koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllemiştir. Elde edilen mikrokapsülleri pamuk kumaşlara aktarmıştır. Kumaş numunelerine kopma mukavemeti, aşınma dayanımı, su buharı geçirgenliği, kuru ve yaş sürtme haslığı, renk farkı gibi fiziksel testler ile birlikte antibakteriyel test analizi yapmıştır.

Göde ve Kebapçı yaptıkları çalışmada gül esansını çekirdek malzeme olarak kullanarak kompleks koaservasyon metodu ile jelatin- arap zankı duvar materyaline sahip mikrokapsüller üretmişlerdir. Çekirdek materyalinin değişimi, esansın markası, polimer oranları, yüzey aktif madde miktarları, yüzey aktif maddenin cinsi, çapraz bağlayıcının cinsi ve miktarı, karıştırıcının tipi ve cinsi, çözelti pH'ı ve proses süresi gibi parametrelerin mikrokapsüllenmeye olan etkilerini araştırmışlardır. Kokulu mikrokapsül üretimi için en uygun çapraz bağlayıcının glutaraldehit ve en uygun duvar/çekirdek oranının 1:1 olduğunu belirlemişlerdir. Üretilen mikrokapsüllerin morfolojini optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmişlerdir. Ayrıca gül kokusunun kapsüllenmesini açıklama ve mikrokapsüllerin yapısını kimyasal olarak incelemek için fourier transform kızılötesi

spektroskopisi (FT-IR), termogravimetrik analiz (TGA), gaz kromatografisi-kütle spektroskopisi (GC-MS) analizlerini uygulanmışlardır.

Kesici, yaptığı tez çalışmasında, jelatin ve arap zıncı polimerleri kullanımı ile Citrus aurantium yağının kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülendirilerek pamuk, polyester ve akrilik kumaşlara aktarımlarını gerçekleştirmiştir. Gaz kromatografisi- kütle spektrometresi (GC-MS) analizleri ile Citrus aurantium yağı içeren kapsüllerin uçucu yağ bileşen ve oranları belirlenmiştir. Citrus aurantium yağı içeren mikrokapsüllerin Fourier Transform İnfrared Spektrofotometresi (FTIR) analizleri gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüleri alınıp ortalama çap ve çap dağılımları ölçülüp, çektirme yöntemi ile kumaşa aktarımları yapılmıştır. Mikrokapsül içerikli kumaşların elektron mikroskopu- enerji dağıtıcı X-ışını (SEM-EDX) analizleri ile Fourier Transform İnfrared Spektrofotometresi (FTIR) analizleri gerçekleştirilmiştir. Citrus aurantium yağı kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin ortalama çapları  $68,3\pm 34,2$   $\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Mikrokapsüllerin kumaş yüzeyine bağlanma durumlarının incelendiği SEM+EDX ve FTIR analizlerinde mikrokapsüllerin kumaşlara başarılı bir şekilde tutunduğu kanıtlanmıştır.

Doğan 2019 yılında yaptığı tez çalışmasında, nane bitkisinden elde edilen nane uçucu yağı mikrokapsüllerinin oluşturulmasını ve denim kumaşa aplikasyonu sonucu kumaşın çeşitli performans özelliklerinin ve antibakteriyel özelliğinin değişiminin araştırmıştır. Çalışmasında 'mentha piperita' uçucu nane yağının basit koaservasyon, arayüzey polimerizasyonu ve mikroakışkan cihazı olmak üzere üç farklı yöntem kullanılarak mikrokapsüllemiştir. Elde ettiği nane yağı mikrokapsüllerini apreleme, kaplama, kaplama-yıkama olmak üzere üç farklı şekilde 3/1 Z, %100 pamuk, denim kumaş üzerine applike etmiştir. Denim kumaş numunelerinin kopma mukavemeti, aşınma dayanımı, kuru ve yaş sürtme haslığı, renk farkı gibi performans özellikleri ve antibakteriyel aktivitesini analizlerle belirtmiştir. Ayrıca kumaşların antibakteriyel özelliğini gözlemlemek için 1-5- 10 ev yıkamaları yapmıştır. Analizler sonucunda, uçucu nane yağı mikrokapsüllerinin her üç mikrokapsülasyon yönteminde de başarılı olarak elde edildiği optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskopu görüntüleri ile gösterilmiştir.

Övez ve arkadaşları yaptıkları çalışmada jelatin ve arap zankı polimer karışımları kullanarak koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretimi gerçekleştirmişlerdir. Mikrokapsül duvar malzemesi için doğal polimer olan jelatin-arap zankı ve çapraz bağlayıcı olarak da formaldehit ve formaldehit/üre kullanılmışlardır. 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 değıştikçe, mikrokapsüllerden karbon tetra klorür içine salınan parfüm konsantrasyonlarının da zamana bağlı olarak değıştiđi görülmüştür. Mikrokapsüllenmiş parfümlerin, kapalı ortamlarda, kirlenmiş havanın hissedilmesinin istenmediđi yerlerde kullanımının uygun olabileceđi saptanmıştır.

## **6. MATERYAL VE METOT**

Bu bölümde, deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasal maddeler, kumaş çeşitleri, araç ve gereçler ile kullanılan yöntemler ayrıntılı bir biçimde anlatılmıştır.

### **6.1 Materyal**

#### **6.1.1 Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Maddeler**

Bu tez çalışmasında haşılı sökülmiş, kasarlanmış, ağartılmış %100 pamuklu havlu ve %100 polyester welsoft kumaş kullanılmıştır. Bu pamuklu ve polyester kumaşlar Ozanteks Tekstil A.Ş. firmasından temin edilmiştir.

#### **6.1.2 Etken Madde (Çekirdek Madde) Nane Yağı**

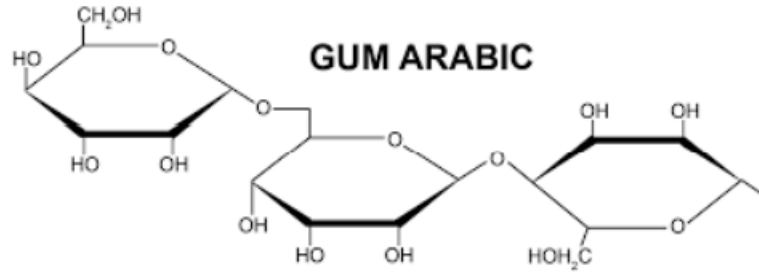
Çalışma kapsamında iç faz olarak distilasyon ile elde edilmiş ticari nane yağı kullanılmıştır. Nane yağı Ephesus Spice and Essential Oil firmasından temin edilmiştir.

Nanenin ticari yetiştiriciliğinin ana nedenlerinden biri baharat olarak kullanılması ve bir diğeri ise uçucu yağının elde edilerek kullanılmasıdır. Uçucu yağının en önemli bileşeni doğal mentoldür. Bunun yanında menton, metil asetat, terpenler gibi diğerkimyasallar da nane uçucu yağının önemli bileşenleridir. Bu bileşenler gıda, eczacılık, kozmetik ve tıbbi amaçlarla kullanılmaktadır. (Chattopadhyay ve diğ. 2011). Aromatik bitkilerin kimyasal bileşiminde terapötik özellik taşıyan bileşenler olduğundan bu bitkilerin insan sağlığına pozitif etkileri de bilinmektedir.



### 6.1.3 Çeper (Duvar) Malzemesi

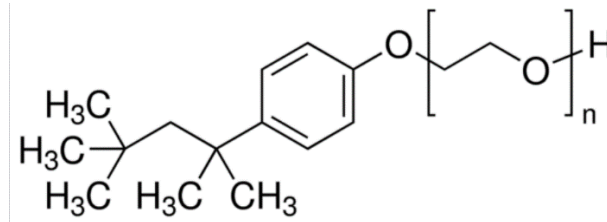
Çalışmada çeper (duvar) maddesi olarak polisakkarit esaslı anyonik polimer arap zamkı ( $C_{15}H_{20}NNaO_4$ ) kullanılmıştır.



Şekil 6.1: Arap zamkı açık formül

### 6.1.4 Yüzey Aktif Madde

Mikrokapsül üretiminde yüzey aktif madde olarak Triton X-100 ( $C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n$  (n=9-10)) kullanılmıştır.



Şekil 6.2: Triton X-100 açık formül

Yüzey aktif madde, suda veya sulu bir çözeltide çözüldüğünde yüzey gerilimini etkileyen (çoğunlukla azaltan) kimyasal bileşiktir. Yüzey aktif maddeler aynı zamanda iki sıvı arasındaki yüzeyler arası gerilimi de etkiler. Su içerisinde kendi kendine "oto-organize" olabilen yüzey aktif maddeler suyu seven (hidrofilik) ve suyu sevmeyen (hidrofobik) kısımlardan oluşur. Aşağıdaki Şekil 6.3'de surfaktanın kısımları gösterilmiştir.

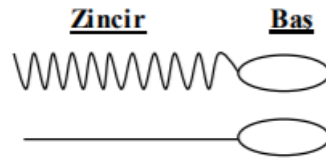
Surfektanlar genellikle amfifilik organik bileşiklerdir yani hidrofobik kuyruk (uç) kısımları ve hidrofilik baş kısımları bulunur. Bundan dolayı bir surfaktan hem

suda çözünmeyen (veya yağda çözünebilen) bileşen hem de suda çözünen bileşen içerir. Sürfaktanlar su içinde dağılır ve hava ile suyun arasındaki arayüze yapışır veya yağ ile suyun karışmış olduğu durumda su ve yağ arasındaki yüzeye yayılarak adsorbe olurlar. Suda çözünen baş gruplar su fazının içinde kalırken suda çözünmeyen hidrofobik gruplar yoğun su fazının üzerinden yağ fazının içine uzanabilir. Yüzeydeki surfaktanların bu uzanmaları, su/yağ veya yağ/su arayüzeyinde suyun yüzey özelliklerini düzenler.

Sürfaktanlar baş ve zincir olmak üzere iki kısımdan oluşur. Baş kısmı polar veya iyonik olup hidrofilik karakter gösterir. Zincir kısmı (lineer veya dallanmış hidrokarbon veya florokarbon) bir hidrokarbondur ve hidrofobik özeliğe sahiptir.

Sistemde kullanılan yüzey aktif maddelerin iki rolü vardır. Birincisi, daha küçük boyutlu mikrokapsüllerin oluşumunu sağlayan yağ ve sulu fazlar arasındaki ara yüz gerilimini azaltmaktır. İkincisi ise, yağ-su ara yüzünde adsorpsiyonla birleşmeyi önlemek, böylece yağ damlacıklarının etrafında (veya sulu dağılmış fazın etrafında) bir tabaka oluşturmaktır.

Mikroemülsiyonda yüzey aktif maddeler, ürünü koruma, kararlı hale getirme ve fonksiyonelleştirme görevi üstlenirler.



Şekil 6.3: Yüzey aktif maddelerin şematik gösterimi

### 6.1.5 Çapraz Bağlayıcı

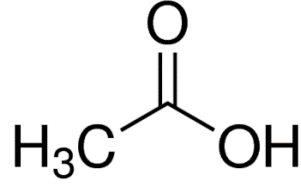
Bu tez çalışmasında çapraz bağlayıcı olarak Gluteraldehit ( $C_5H_8O_2$ ) kullanılmıştır. Gluteraldehitin kimyasal formülü Şekil 6.4'te verilmiştir.



**Şekil 6.4:** Gluteraldehit kapalı formül

### 6.1.6 Asetik Asit

Çözelti pH'nı ayarlamak için %2'lik asetik asit ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) kullanılmıştır.



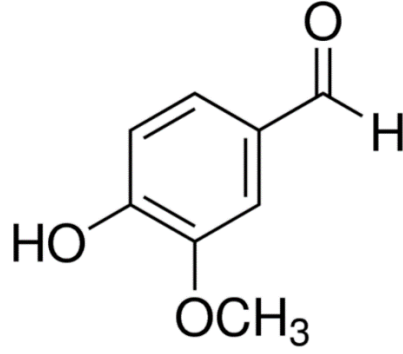
**Şekil 6.5:** Asetik asit açık formül

### 6.1.7 Kalsiyum Klorür

Çözelti halinde, askıdaki katı polimeri çekirdek madde üzerine çöktürmek için kalsiyum klorür ( $\text{CaCl}_2$ ) kullanılmıştır.

### 6.1.8 Vanilin

Çekirdek malzeme olan nane yağının koku kalıcılığını sağlamak için çekirdek malzeme ile birlikte vanilin kullanılmıştır.



Şekil 6.6: Vanilin açık formül

## 6.2 Mikrokapsül ve Kumaş Karakterizasyonu

Çalışmada mikrokapsül ve mikrokapsül aplike edilmiş kumaşların karakterizasyonu için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), parçacık boyutu analizi, Fourier Dönüşüm Infrared Spektroskopisi (FT-IR) analizi olmak üzere üç farklı analiz uygulanmıştır.

### 6.2.1 Parçacık Boyut Analizi (PSD)

Çözelti halinde olan mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutları ve parçacık boyut dağılım diyagramları, ODTÜ Merkezi Laboratuvarında Malvern Mastersizer 2000 cihazı ile analiz edilmiştir.

### 6.2.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Çalışmada üretilen mikrokapsüllerin yüzey morfolojilerini incelemek için SEM analizi kullanılmıştır. SEM analizinde sıvı ölçüm yapılamadığı için üretilen mikrokapsüller öncelikle kumaşlara aplike edilmiş ve kumaşların elektron mikroskobu görüntüleri alınmıştır. Çalışmadaki analizler Pamukkale Üniversitesi, İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde Sem cihazı ile hizmet alımı karşılığında yapılmıştır. Analizler öncesi numunelerin yüzeyini iletken hale getirmek için C-Au-Pd alaşımı ile kaplanmıştır. SEM, yüksek enerjili elektron bombardımanı ile yüzeyi tarayarak, mikro veya nano boyutta numune yüzey görüntüsünü veren bir

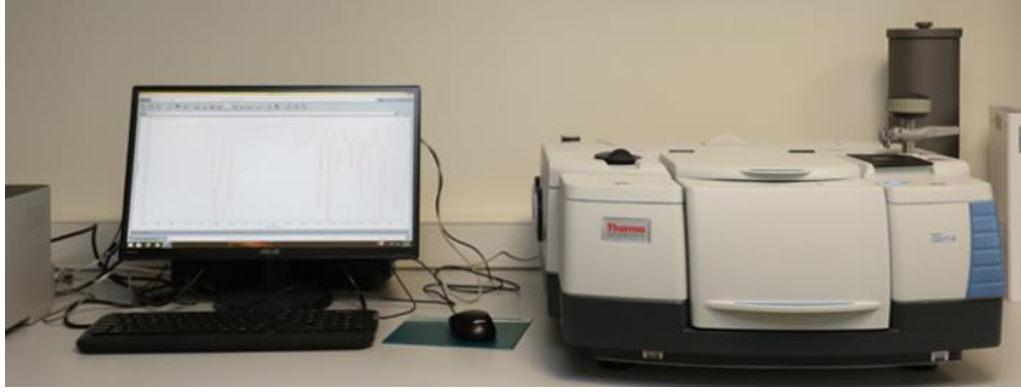
tür elektron mikroskobudur. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune yapısındaki atomlarla etkileşimi sonucu numunenin yüzey topografyası, bileşimi ve elektrik iletkenliği gibi özellikleri hakkında da bilgi verici sinyaller alınmaktadır. Bu 42 sinyallerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla görüntü elde edilmektedir (Aksoy 2015).



Şekil 6.7: SEM analiz cihazı

### 6.2.3 Fourier Dönüştümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopi Analizi

IR spekturumuda elde edilen bilgiler genellikle maddenin yapısındaki kimyasal grupların varlığını belirlemede kullanılmaktadır. Bu çalışmada üretilen mikrokapsüllerin çekirdek madde varlığını ve duvar madde kimyasal yapılarını analiz etmek için FT-IR spektroskopisi kullanılmıştır. Üretilen mikrokapsül çözeltilerinin ve mikrokapsül aplike edilmiş kumaşların olmak üzere iki farklı şekilde FT-IR-ATR analizi yapılmıştır. Analizler Pamukkale Üniversitesi, İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde hizmet alımı karşılığında yapılmıştır.



Şekil 6.8: FT-IR spektrum cihazı

#### 6.2.4 Mikrokapsül İçerikli Kumaşların Koku Salım Analizi (Subjektif Test)

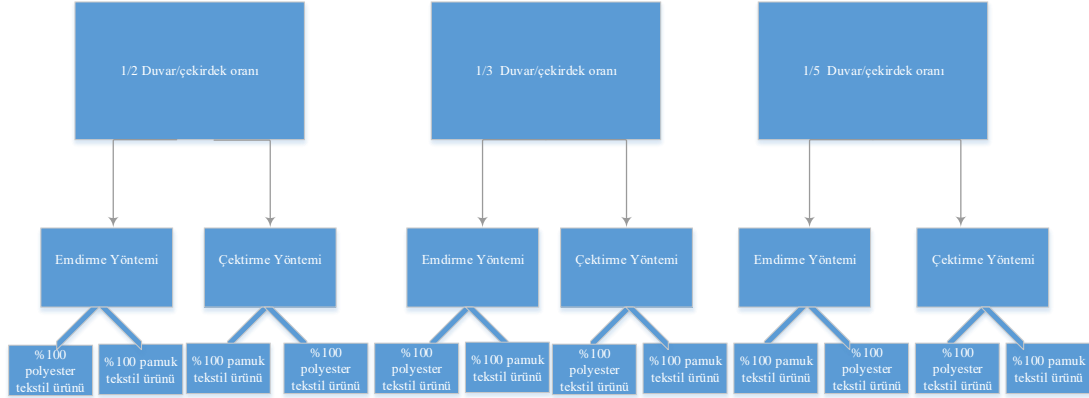
Çekirdek miktarının arttırılması ve aplikasyon yönteminin farklılığının mikrokapsüllerin koku salım özelliklerinin değişimleri ile ilgili sonuçları değerlendirmek için yapılmıştır. 5 farklı kişi belirli ortam şartlarında mikrokapsül applike edilmiş 20x20 boyutunda polyester ve pamuk kumaşları test etmiştir. Her bir kişi aynı kumaşı 3 farklı günde aynı şartları sağlayarak koklamıştır. Kokular 1: koku yok- 5: mükemmel koku aralığında numaralandırılarak kişiler tarafından not edilmiştir. 12 farklı kumaş için 3 farklı zamanda not edilen puanlamaların her bir kumaş için ortalaması alınarak o kumaşa ait puan hesaplanmıştır.

### 6.3 METOT

Mikrokapsülasyon işlemi mikroemülsiyon yöntemine göre yapılmıştır. Literatürde benzer çalışmalar incelenip değerlendirilerek ve ön çalışmalardan yola çıkılarak mikrokapsülleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

Çalışma öncesi hazırlanan plana göre 3 farklı mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu üç farklı çözeltide duvar/çekirdek oranları hariç diğer tüm proses şartları sabit tutularak üretim yapılmıştır. Böylece mikrokapsül üretiminde istenilen şartlarda mikrokapsüllerin elde edilmesi için gerekli duvar/çekirdek oranı belirlenmiştir.

Ayrıca üretilen mikrokapsüller iki farklı aplikasyon yöntemi ve iki farklı kumaş içeriği kullanılarak kumaşlara applike edilmiştir. Bu nedenle, 3 farklı mikrokapsül üretimi sonucunda emdirme ve çektirme yöntemleri kullanılması ile pamuk ve polyester kumaşlara aplikasyonun sağlanması ile toplam 12 farklı deney numunesi elde edilmiştir.



Şekil 6.9: Deney setinin şematik gösterimi

### 6.3.1 Mikrokapsül Üretimi

#### *Birinci Deney Seti (1/2 Duvar/Çekirdek Oranı)*

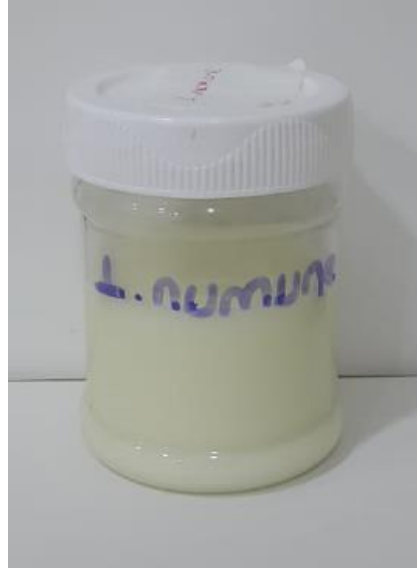
Yapılan ilk denemede kullanılan kimyasal miktarları ve proses şartları Tablo 6.2'de verilmiştir.

**Tablo 6.2:** Mikrokapsül üretimi birinci deney seti proses şartları ve kimyasal miktarları

MİKROKAPSÜL ÜRETİMİ DENEY KAYIT FORMU	
Polimer türü - miktarı (ağırlık)	Arap zankı / 6 g
Polimer konsantrasyonu ağırlık/hacim (g/ml)	6 g/100ml
Duvar çekirdek oranı	1/2
Çekirdek türü - miktarı (uçucu yağ miktarı)	Nane yağı/12 g
Vanilin miktarı	0,6 g
Yüzey aktif madde (emülsiyonlaştırıcı) türü - miktarı	Triton X-100/ 1,5 ml
CaCl <sub>2</sub> (Kalsiyum klorür) miktarı	1,5 g
Reaksiyon hızı - süresi	500 rpm
Sıcaklık	40 <sup>0</sup> C
Çapraz bağlayıcı türü - miktarı	Gluteraldehit/1,5 ml
Çapraz bağlama sıcaklığı	Oda sıcaklığı
Çapraz bağlama pH	3

Öncelikle polimer madde olan arap zankı 100 ml saf su içerisinde eklenerek 40<sup>0</sup>C’de mekanik karıştırıcı yardımı ile karıştırılarak çözünmesi sağlanmıştır. Eş zamanlı olarak nane yağı ve vanilin karıştırılmış ve çözünen arap zankı içerisine damla damla eklenmiştir. Bu çözelti içerisine yüzey aktif madde olan Triton X-100 ilave edilmiştir. Yüzey aktif maddenin ilavesi ile birlikte su içinde yağ emülsiyonu oluşturulmuştur. Yüzey aktif madde ilavesi ile birlikte çözeltide beyaz renk oluşumu gözlemlenmiştir. Gözlemlenen süt rengi literatürdeki çalışmalarda da bahsedilen mikrokapsül oluşumunu kanıtlar niteliktedir. Arap zankının çekirdek malzeme üzerine çöktürülmesini sağlamak için saf su içerisinde çözdürülmüş CaCl<sub>2</sub> çözeltiye damla damla ilave edilmiştir. Bu işlemler 40<sup>0</sup>C’de gerçekleştirilmiştir. Bu işlemler sonrasında çekirdek malzeme ve duvar malzeme arasındaki bağlayıcılığı sağlayabilmek için çapraz bağlayıcı olan gluteraldehit ilavesi için çözelti oda sıcaklığına alınarak karıştırılmaya devam edilmiştir. Ayrıca gluteraldehit ilavesi öncesi çözelti pH’ı ölçülmüş ve asetik asit ilavesi ile pH asidik hale getirildikten sonra gluteraldehit ilave edilmiştir. Şekil 6.10’da üretilen mikrokapsül çözeltisinin görseli verilmiştir.





**Şekil 6.10:** Birinci deney setinden üretilen mikrokapsül çözeltisi (1/2 Duvar/çekirdek)

Çekirdek malzeme miktarının mikrokapsüllerin etkinlikleri üzerindeki etkisini inceleyebilmek için iki farklı mikrokapsül üretimi daha yapılmıştır.

#### ***İkinci Deney Seti (1/3 Duvar/Çekirdek Oranı)***

Birinci deney setinde izlenen üretim basamakları ve proses şartları aynı şekilde uygulanarak mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir.

Tablo 6.3’de kullanılan kimyasal miktarları ve proses şartları verilmiştir.

**Tablo 6.3:** Mikrokapsül üretimi birinci deney seti proses şartları ve kimyasal miktarları

MİKROKAPSÜL ÜRETİMİ DENEY KAYIT FORMU	
Polimer türü - miktarı (ağırlık)	Arap zambak / 6 g
Polimer konsantrasyonu ağırlık/hacim (g/ml)	6 g/100ml
Duvar çekirdek oranı	1/3
Çekirdek türü - miktarı (uçucu yağ miktarı)	Nane yağı/18 g
Vanilin miktarı	0,9 g
Yüzey aktif madde (emülsiyonlaştırıcı) türü - miktarı	Triton X-100/ 2 ml
CaCl <sub>2</sub> (Kalsiyum klorür) miktarı	2 g
Reaksiyon hızı - süresi	500 rpm
Sıcaklık	40 <sup>0</sup> C
Çapraz bağlayıcı türü - miktarı	Gluteraldehit/ 2 ml
Çapraz bağlama sıcaklığı	Oda sıcaklığı
Çapraz bağlama pH	3

Birinci deney setinde kullanılan kimyasal maddelerin oranları çekirdek miktarı arttırıldığı için aynı oranda değiştirilerek kullanılmıştır. Örneğin; çekirdek malzeme nane yağına ilave edilerek kullanılan vanilin çekirdek madde miktarının %5'i olarak kullanılmıştır ve bu nedenle birinci deney setinde 0,6 g vanilin kullanırken, ikinci deney setinde 0,9 g kullanılmıştır. Aynı değişimler yüzey aktif madde, çapraz bağlayıcı gibi kimyasal maddeler içinde kullanılmıştır. Proses şartları ise birinci deney seti ile aynıdır.



**Şekil 6.11:** İkinci deney setinden üretilen mikrokapsül çözeltisi (1/3 Duvar/çekirdek)

### ***Üçüncü Deney Seti (1/5 Duvar/Çekirdek Oranı)***

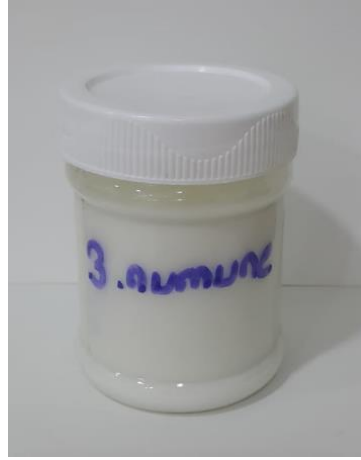
Birinci ve ikinci deney setinde izlenen üretim basamakları ve proses şartları aynı şekilde uygulanarak mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir.

Tablo 6.4'de kullanılan kimyasal miktarları ve proses şartları verilmiştir.

**Tablo 6.4:** Mikrokapsül üretimi birinci deney seti proses şartları ve kimyasal miktarları

MİKROKAPSÜL ÜRETİMİ DENEY KAYIT FORMU	
Polimer türü - miktarı (ağırlık)	Arap zımkı / 6 g
Polimer konsantrasyonu ağırlık/hacim (g/ml)	6 g/100ml
Duvar çekirdek oranı	1/5
Çekirdek türü - miktarı (uçucu yağ miktarı)	Nane yağı/30 g
Vanilin miktarı	1,5 g
Yüzey aktif madde (emülsiyonlaştırıcı) türü - miktarı	Triton X-100/ 3 ml
CaCl <sub>2</sub> (Kalsiyum klorür) miktarı	2,5 g
Reaksiyon hızı - süresi	500 rpm
Sıcaklık	40°C
Çapraz bağlayıcı türü - miktarı	Gluteraldehit/ 3 ml
Çapraz bağlama sıcaklığı	Oda sıcaklığı
Çapraz bağlama pH	3

Birinci ve ikinci deney setinde kullanılan kimyasal maddelerin oranları çekirdek miktarı arttırıldığı için aynı oranda değiştirilerek kullanılmıştır.



**Şekil 6.12:** Üçüncü deney setinden üretilen mikrokapsül çözeltisi (1/5 Duvar/çekirdek)

### 6.3.2 Üretilen Mikrokapsüllerin Pamuk ve Polyester Tekstil Ürünlerine Aktarılması

#### *Emdirme Yöntemi*

Üretilen mikrokapsüller çözelti halinde herhangi bir kurutma işlemi yapılmadan flotte çözeltisi içerisine eklenerek kumaşlara applike edilmiştir. Mikrokapsüllerin pamuk ve polyester olmak üzere iki farklı yapıdaki kumaşa aktarılması sağlanmıştır.

Emdirme yönteminde mikrokapsül flotte oranı 100 g/l olarak kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin kumaşlara aplikasyonun sağlanması için Rudolf Duraner'den temin edilen Tanapur One binderi kullanılmıştır. Binderin flotte oranı 25 g/l olarak kullanılmıştır.

Hazırlanan flotte dikey fulard yardımı ile emdirme yöntemi ile kumaşa applike edilmiştir. Binderin etkinliğinin sağlanması ve kumaşın kurutulması için kumaşlar 125<sup>0</sup>C'de 1,5 dk fixelenmiştir.



**Şekil 6.13:** Mikrokapsüllerin kumaşlara aplikasyonunda kullanılan dikey fulard makinesi (Ozanteks Tekstil Laboratuvarı)

## Çektirme Yöntemi

Mikrokapsül aplikasyonu için kullanılacak pamuk ve polyester kumaşlar çektirme yöntemi için 10'ar gramlık parçalara ayrılmıştır. 3 farklı mikrokapsül çözeltisi olduğu için pamuk ve polyester kumaşlar için toplam 6 adet flotte hazırlanmıştır. Kullanılan flotte emdirme yönteminde kullanılan flotte oranları ile aynıdır, yani 100 g/l mikrokapsül çözeltisi, 25 g/l binder. Flotte boyama makinesi tüplerine aktarılmadan önce 0,1 M sodyum hidroksit ile pH 4,5- 5 aralığına getirilmiştir.

Hazırlanan flotte boyama makinesinin tüplerine 1/20 kumaş/flotte oranına göre eklenmiştir. Kumaşlar 10 gram olduğu için her boyama tüpüne 200 ml mikrokapsül içerikli flotte eklenmiştir. Ozanteks Tekstil laboratuvarında boyama makinesinde 40°C'de 30 dk çalışılarak çektirme işlemi tamamlanmıştır.

Çektirme işlemi tamamlanan polyester ve pamuk kumaşlar tüplerden çıkarıldıktan sonra mikrokapsüllere olumsuz etki oluşturmamak için yıkama ve sıkma işlemi yapılmadan asarak kurutulmuştur.



Şekil 6.14: Mikrokapsüllerin kumaşlara aplikasyonunda kullanılan boyama makinesi (Ozanteks Tekstil Laboratuvarı)

## **7. BULGULAR ve TARTIŞMA**

Çalışmada aromaterapi etkisi olan ferahlatıcı kokuya sahip nane yağının arap zamkı polimeri ile mikrokapsülenmesi ve farklı yapıdaki kumaşlara aplikasyonu ile nane yağının etkisinin arttırılması amaçlanmıştır.

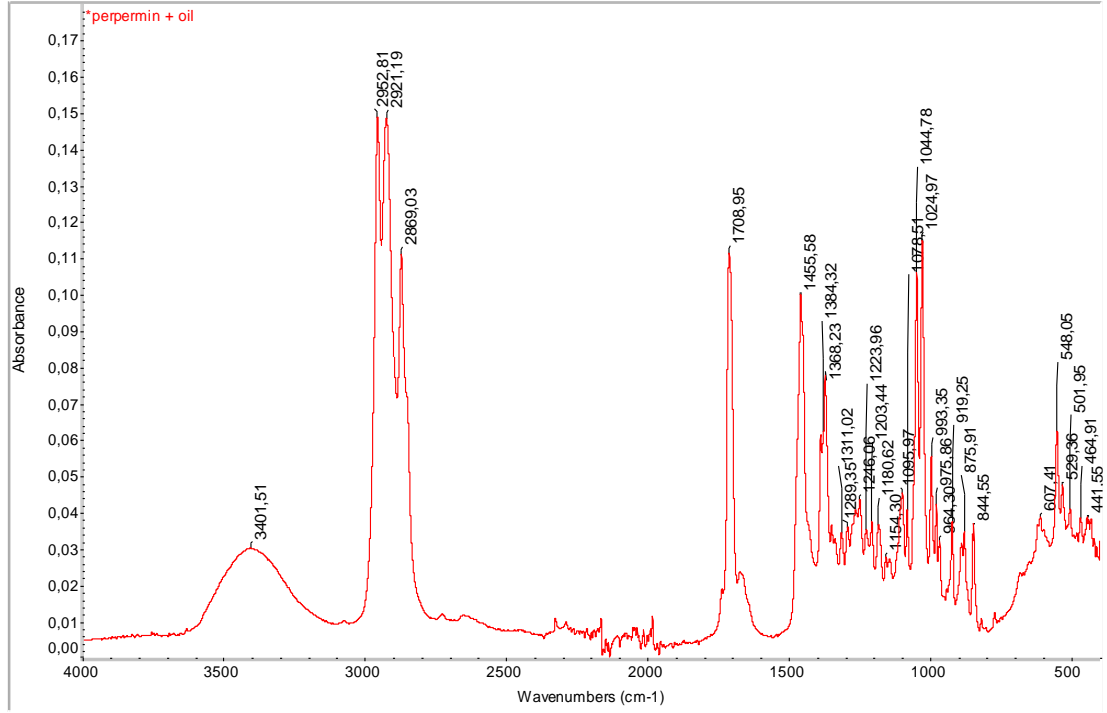
Çekirdek malzeme miktarının arttırılması ile mikrokapsüllerin koku etkinliğinin nasıl değiştiği, kumaş içeriğinin mikrokapsüllerin aplikasyonunda nasıl bir etki gösterdiği ve farklı aplikasyon yöntemlerinin karşılaştırılması sağlanmıştır.

Bu bölümde, çalışma kapsamında üretilen 3 farklı nane yağı içerikli mikrokapsüllerin morfolojilerini tanecik boyutlarını ve kimyasal yapılarını belirlemek için uygulanan analiz sonuçları verilmiştir.

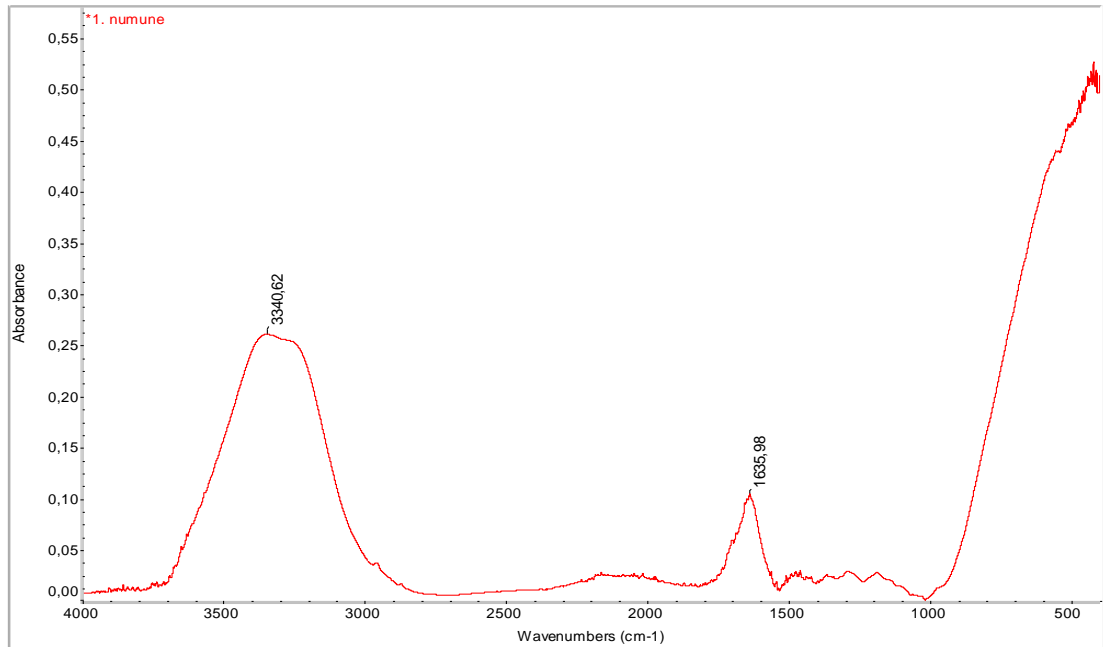
### **7.1 FT-IR Analizi Sonuçları**

FT-IR spektroskopisi ile kimyasal yapı analizinde mikrokapsüller, mikrokapsül üretiminde kullanılan duvar materyalleri çekirdek maddelere ait spektrumlar incelenmiş ve mikrokapsül yapısında nane yağı ve duvar polimerlerin mevcut olup olmadığı araştırılmıştır.

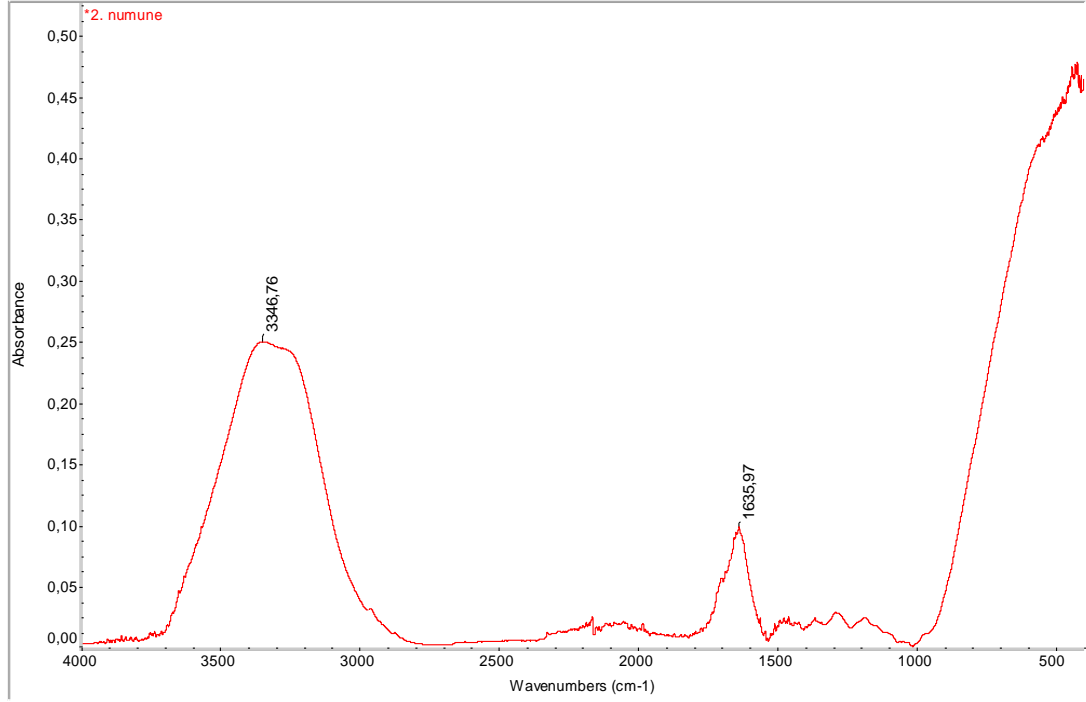
## Mikrokapsül Çözeltilerinin ve Çekirdek Malzeminin FT-IR Analizleri



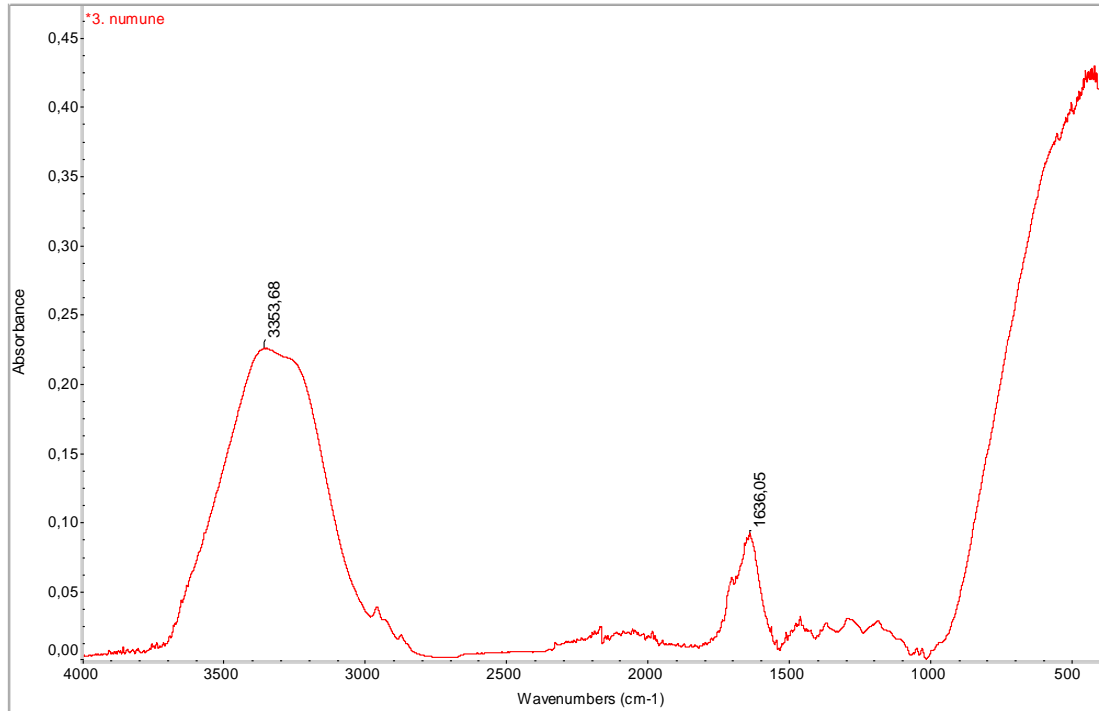
Şekil 7.1: Çekirdek malzeme olan nane yağının FT-IR spektrumları



Şekil 7.2: 1/2 duvar/çekirdek oranı ile üretilmiş mikrokapsül çözeltisinin FT-IR spektrumları  
(1.numune)



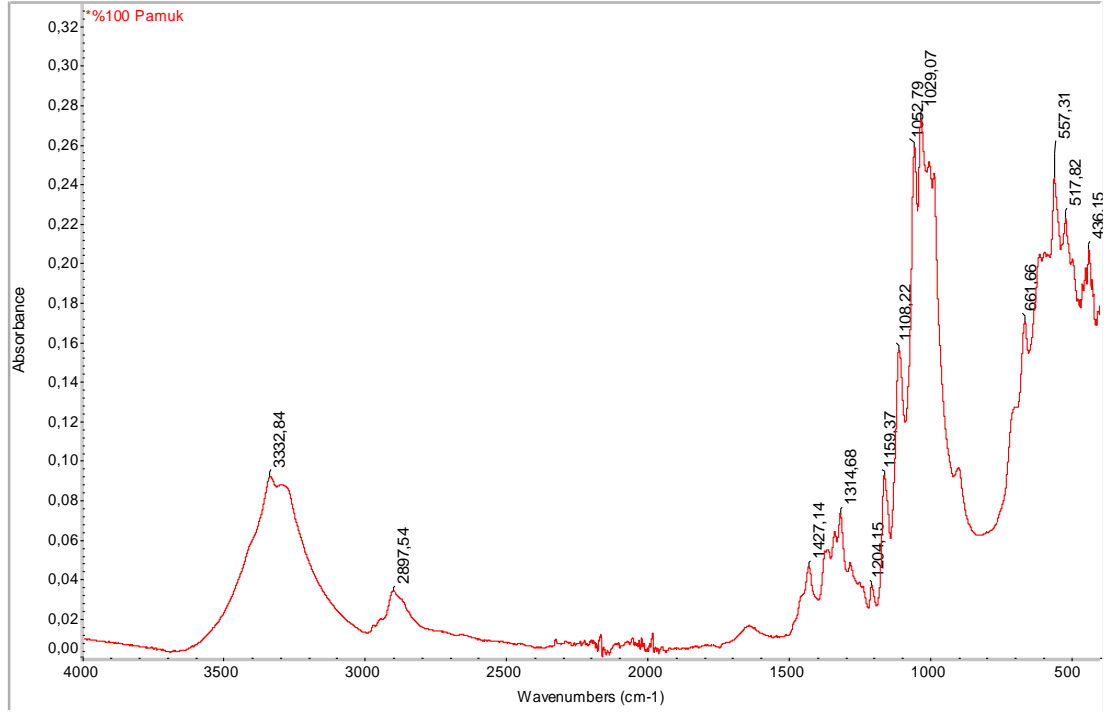
**Şekil 7.3:** 1/3 duvar/çekirdek oranı ile üretilmiş mikrokapsül çözeltisinin FT-IR spektrumları (2.numune)



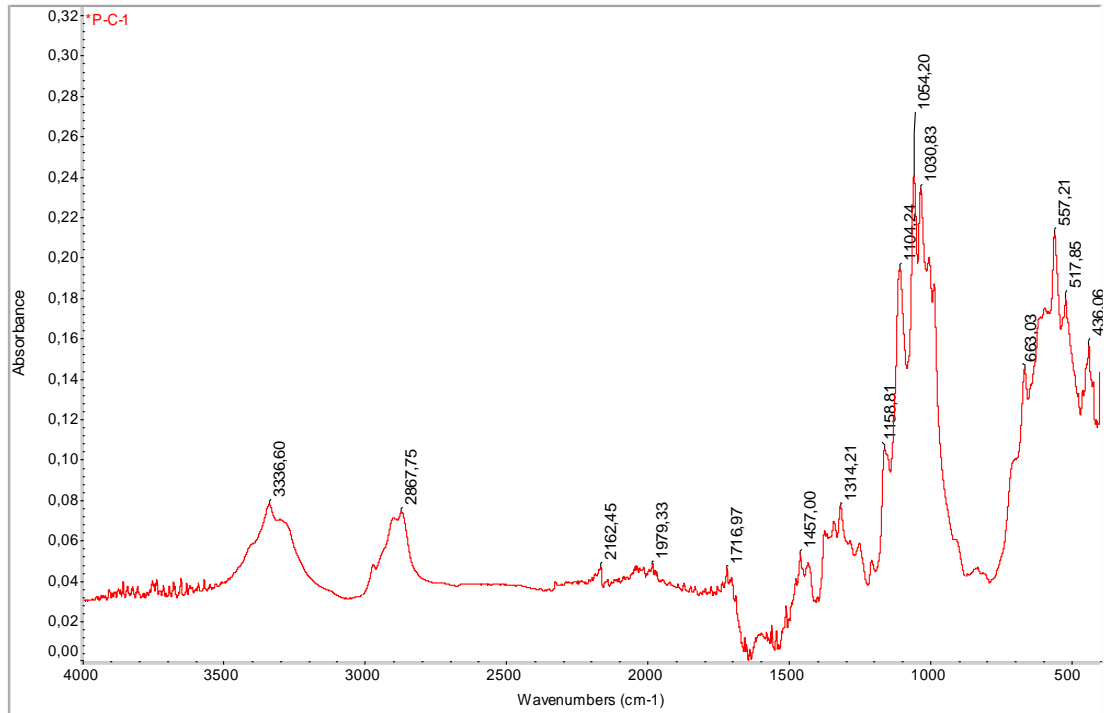
**Şekil 7.4:** 1/5 duvar/çekirdek oranı ile üretilmiş mikrokapsül çözeltisinin FT-IR spektrumları (3.numune)



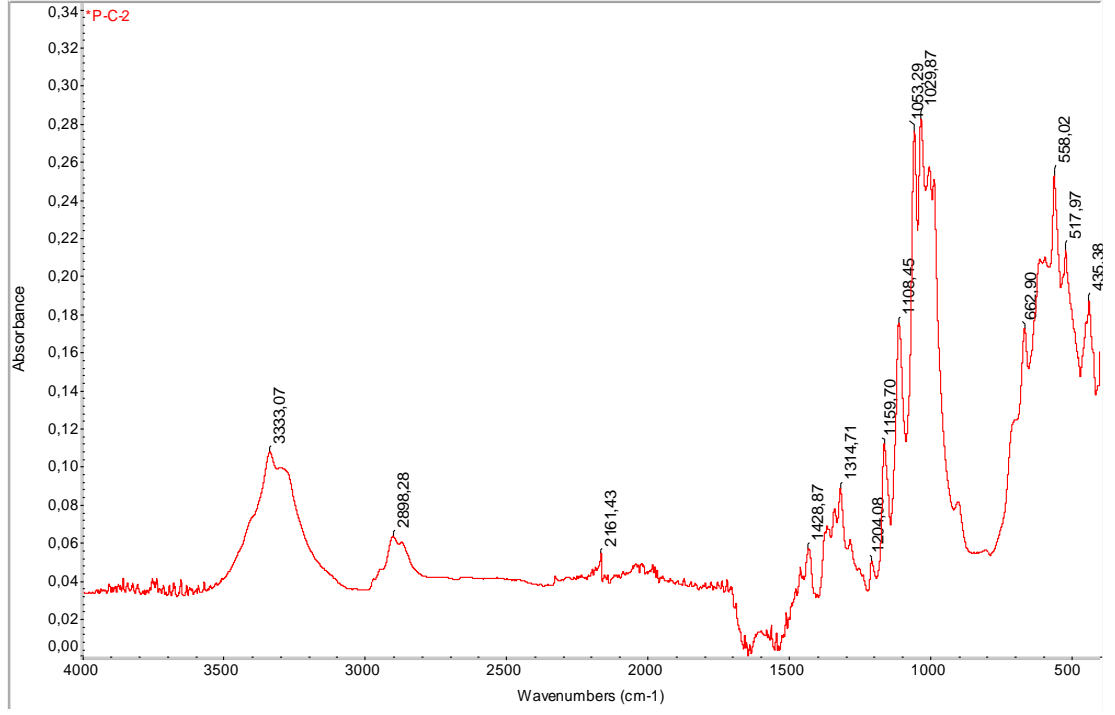
## Pamuk Kumaşların FT-IR Analizleri



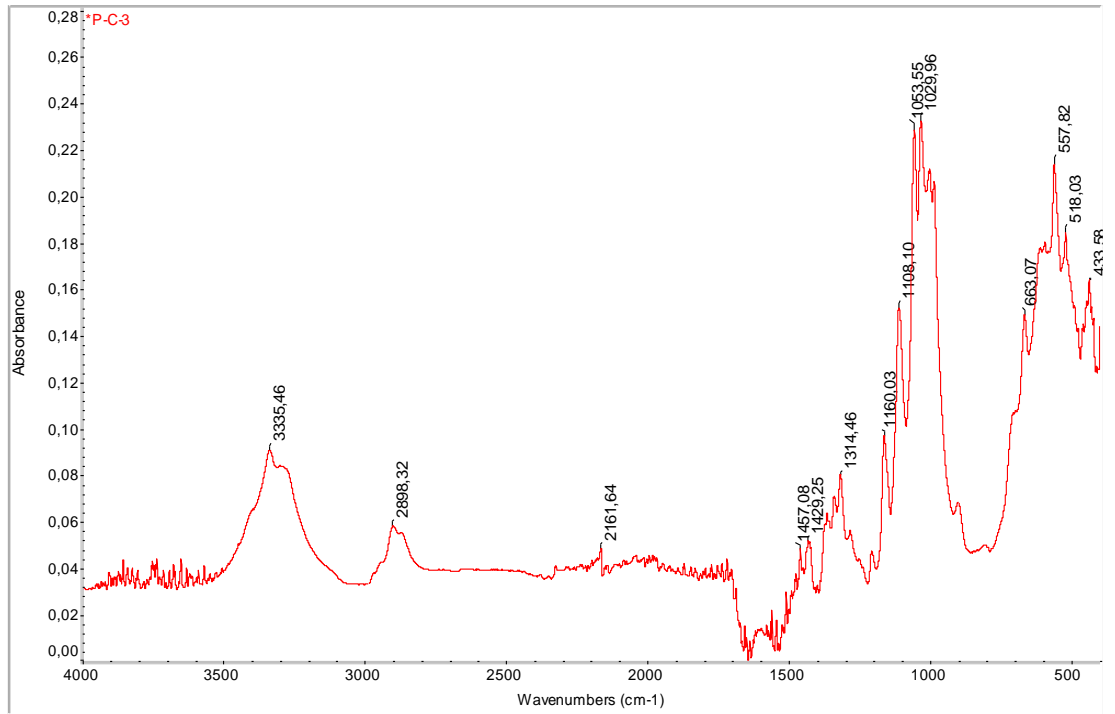
**Şekil 7.5:** Mikroapsül aplikasyonu öncesi herhangi bir işlem uygulanmamış pamuk kumaşın FT-IR spektrumları



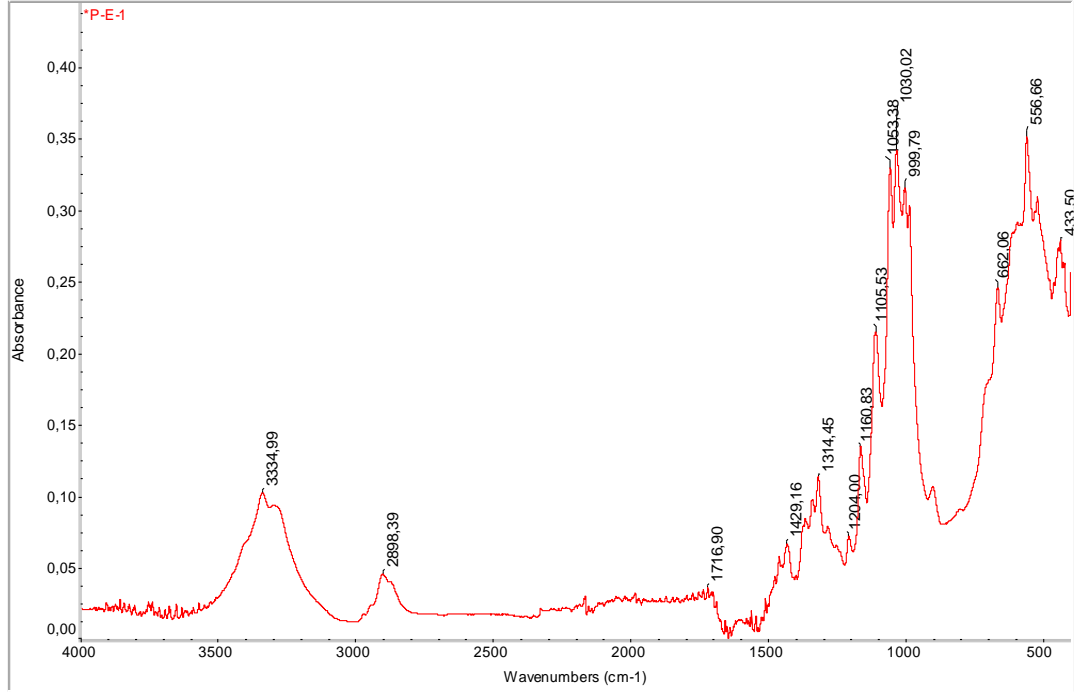
**Şekil 7.6:** 1 no'lu mikroapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları



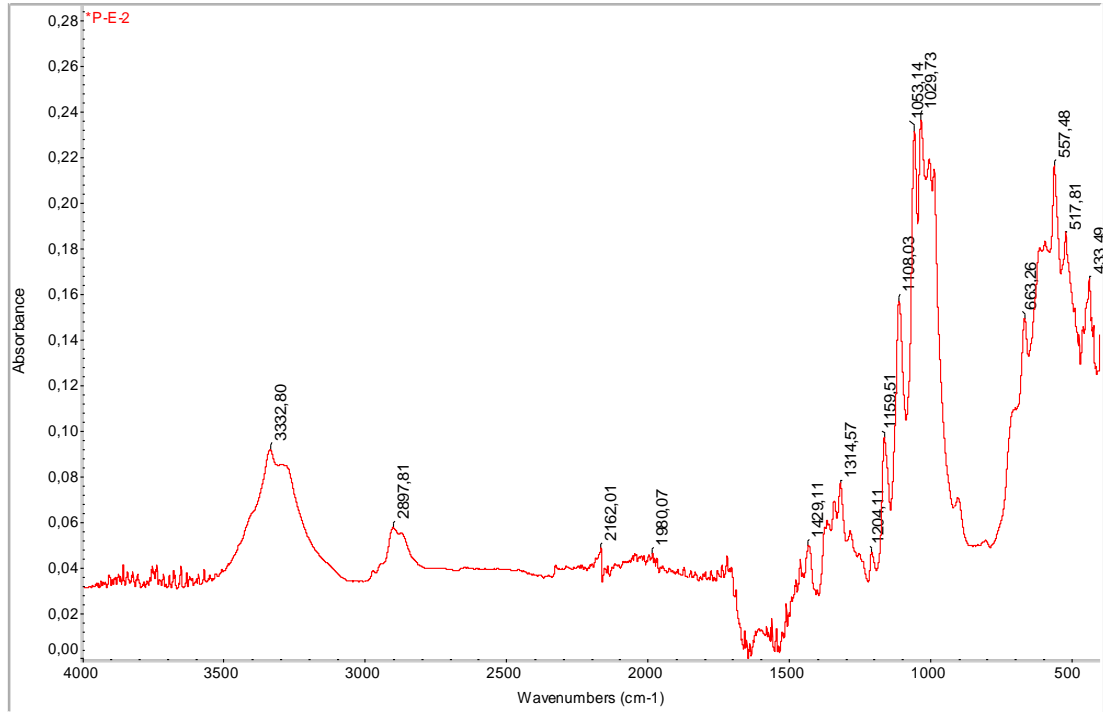
**Şekil 7.7:** 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları



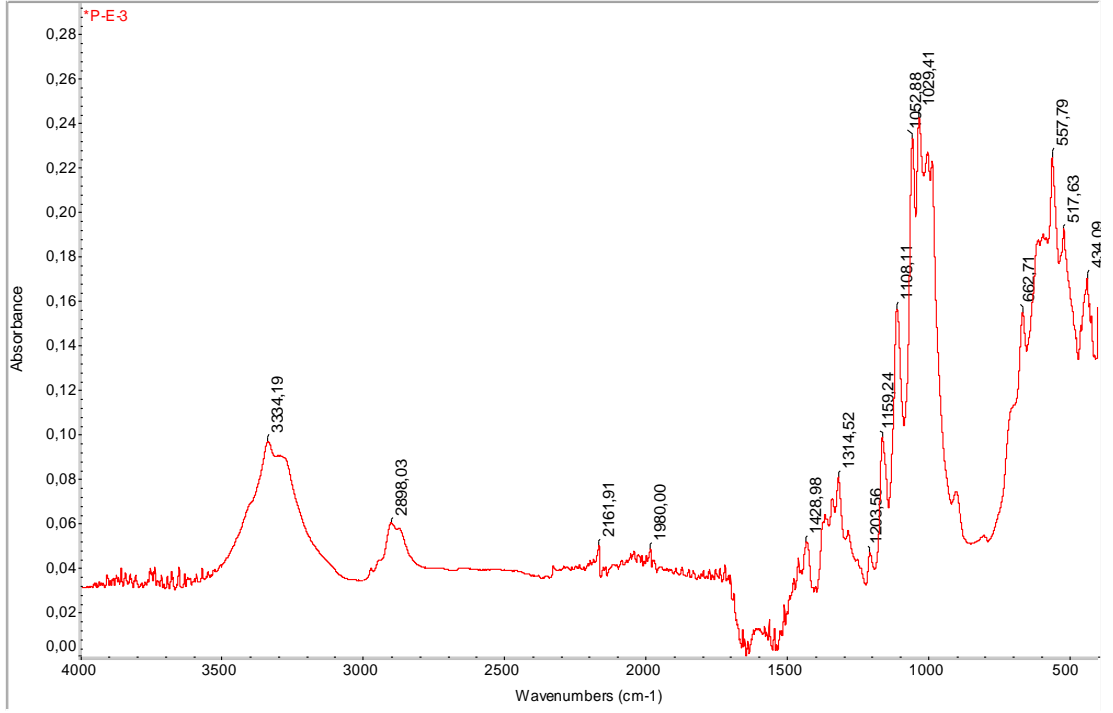
**Şekil 7.8:** 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları



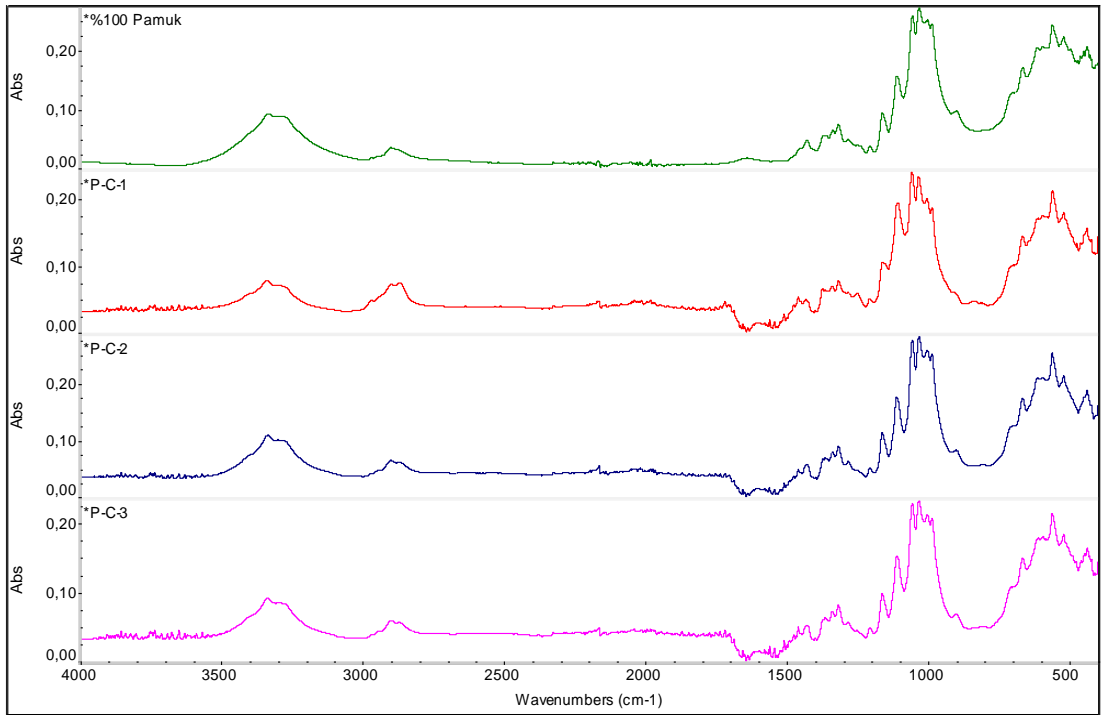
**Şekil 7.9:** 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları



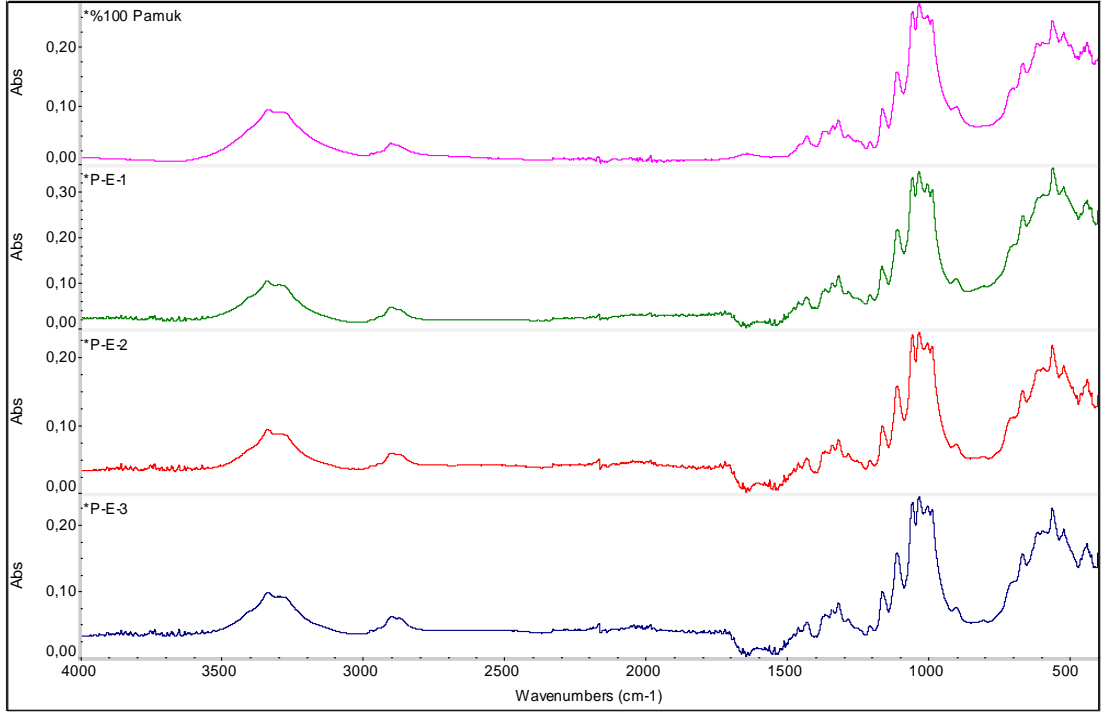
**Şekil 7.10:** 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları



**Şekil 7.11:** 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşın FT-IR spektrumları

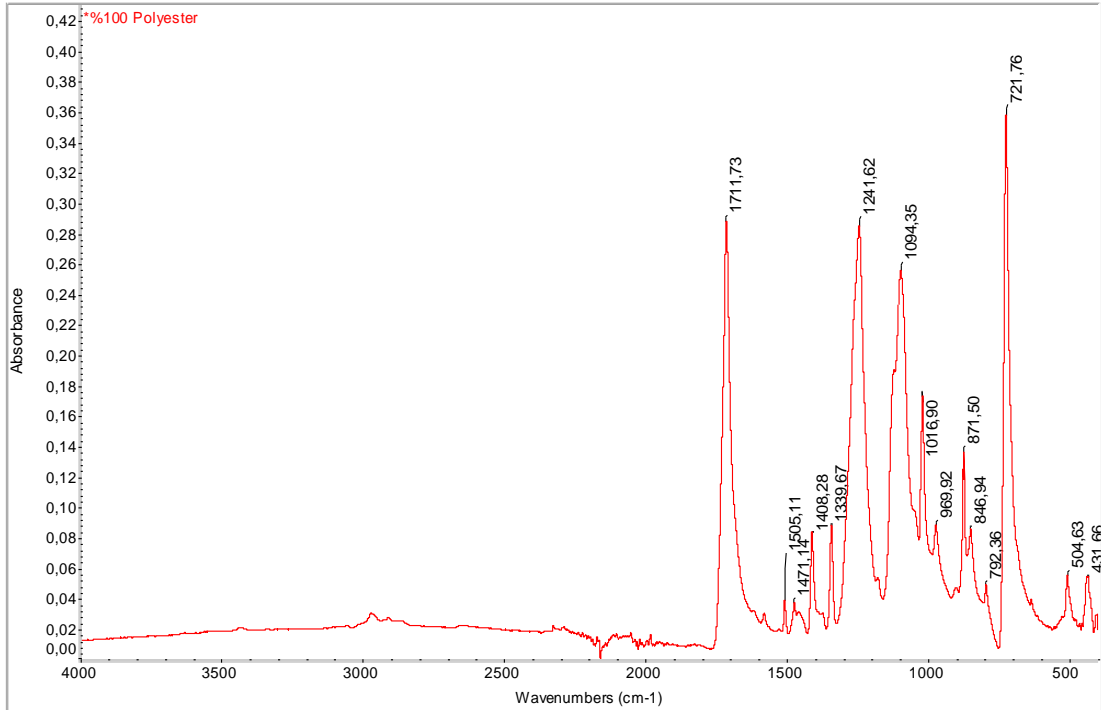


**Şekil 7.12:** Mikrokapsüllü çözeltilerin çektirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları

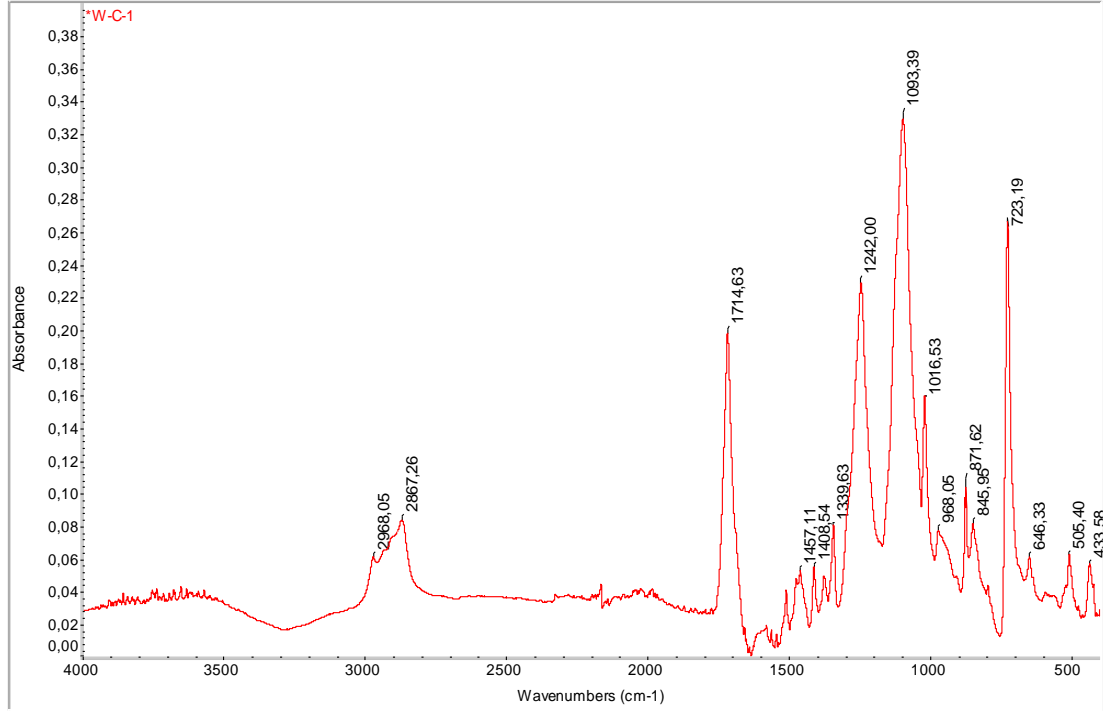


**Şekil 7.13:** Mikrokapsüllü çözeltilerin emdirme yöntemi ile applike edildiği pamuk kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları

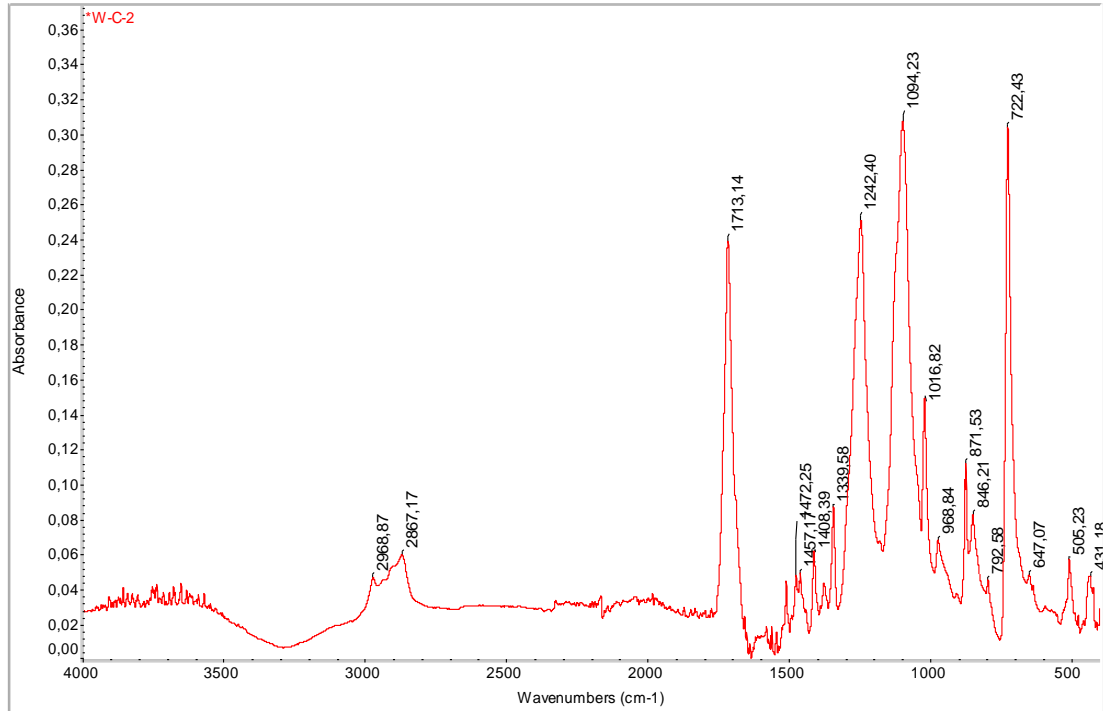
### *Polyester Kumaşların FT-IR Analizleri*



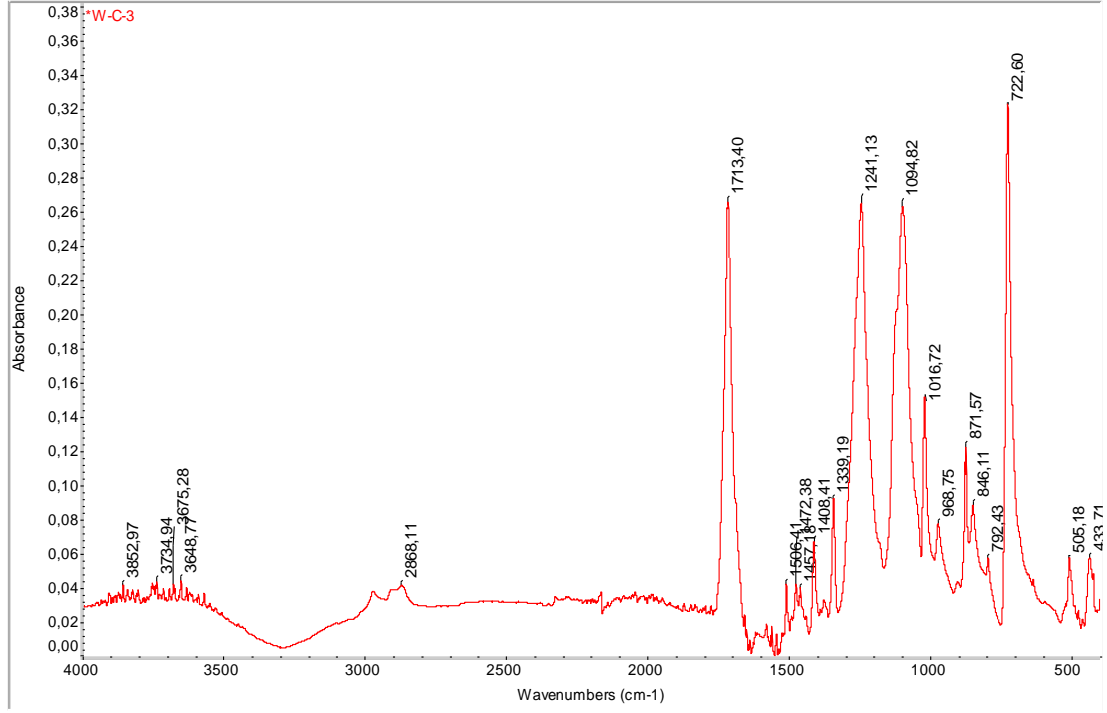
**Şekil 7.14:** Mikrokapsül aplikasyonu öncesi herhangi bir işlem uygulanmamış polyester kumaşın FT-IR spektrumları



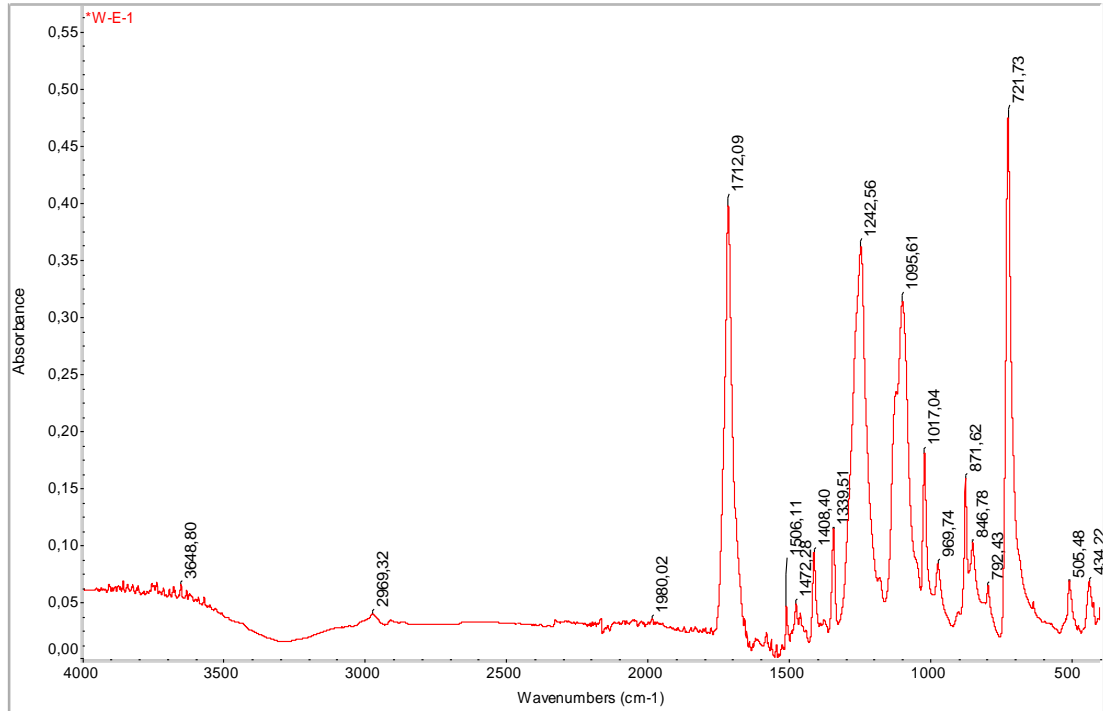
Şekil 7.15: 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları



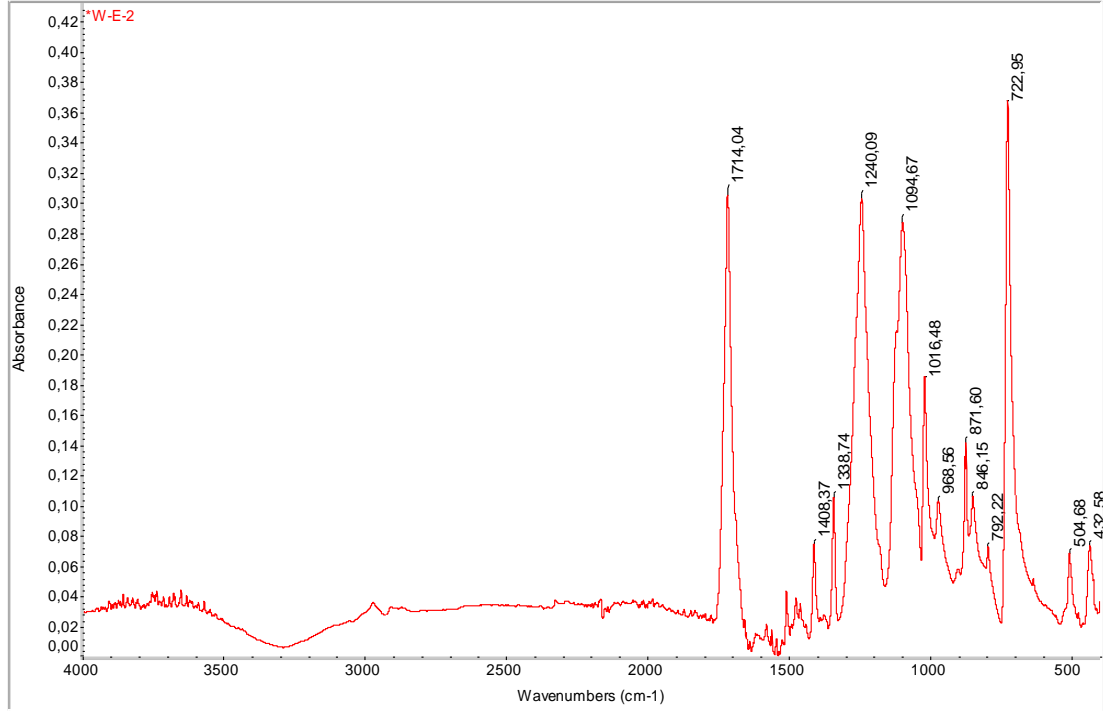
Şekil 7.16: 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları



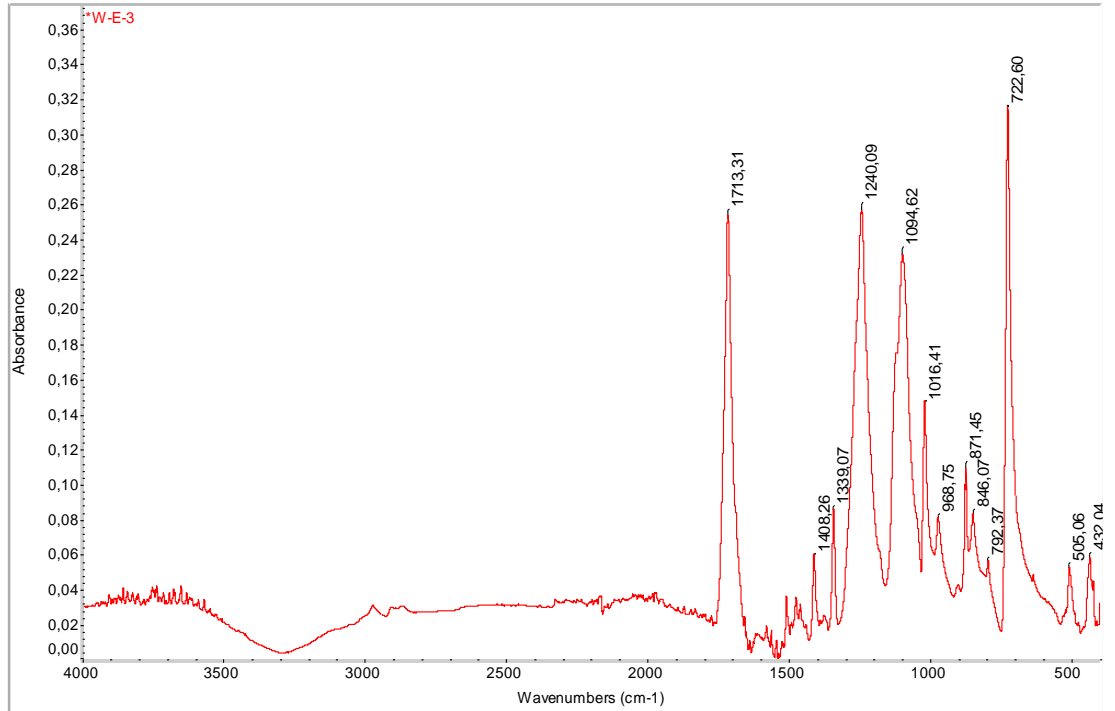
Şekil 7.17: 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları



Şekil 7.18: 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları

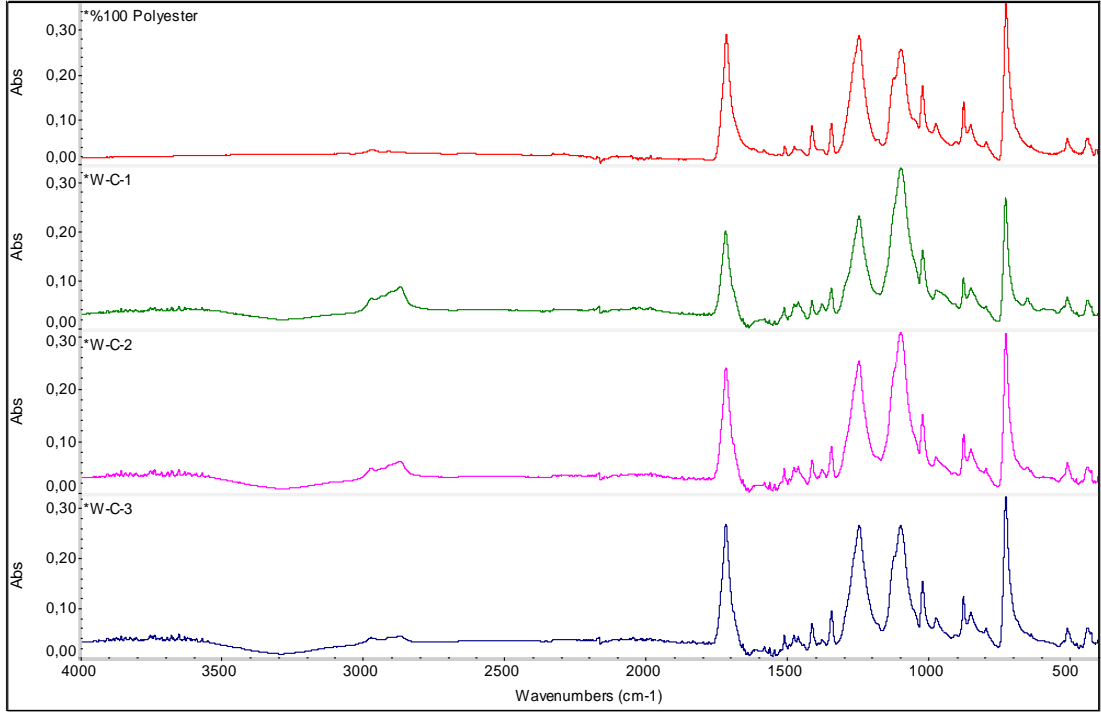


**Şekil 7.19:** 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları

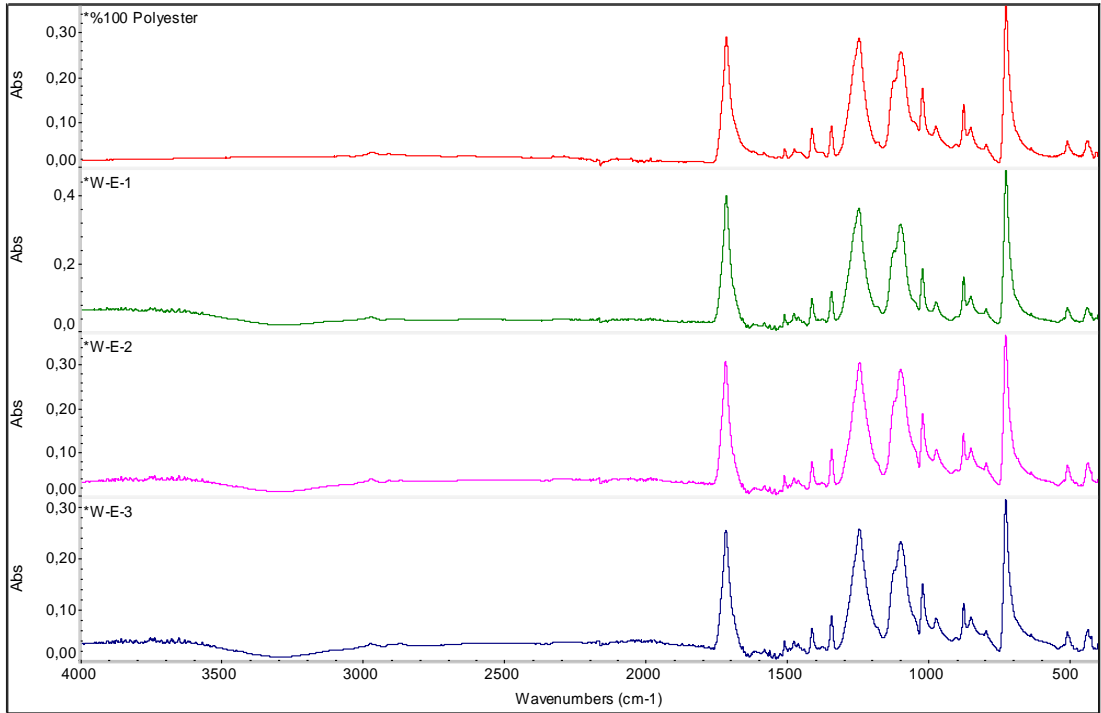


**Şekil 7.20:** 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşın FT-IR spektrumları

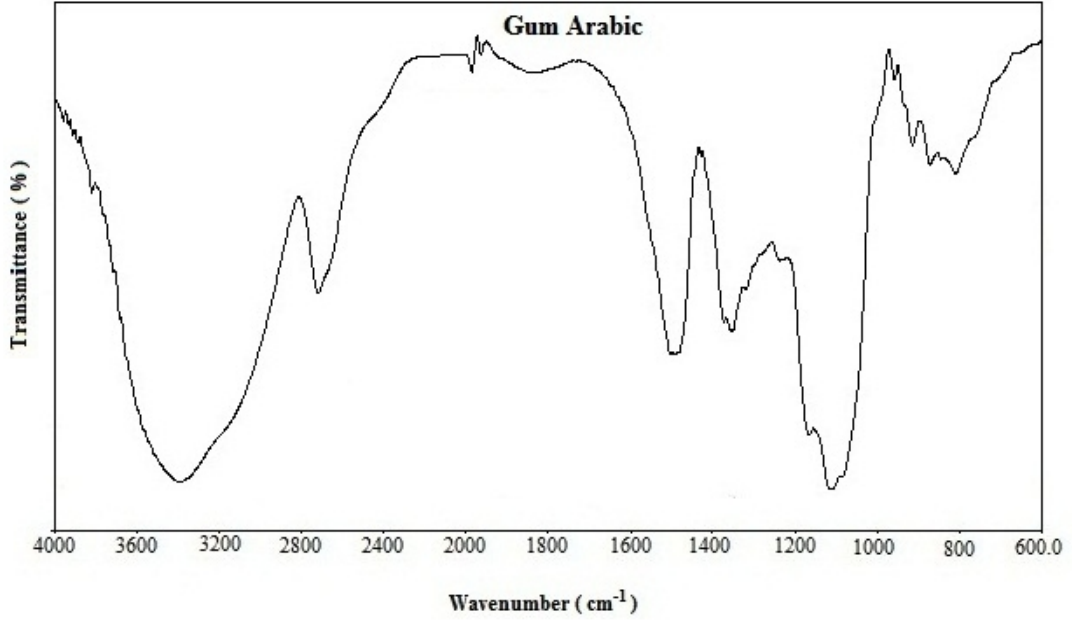




**Şekil 7.21:** Mikrokapsüllü çözeltilerin çektirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları



**Şekil 7.22:** Mikrokapsüllü çözeltilerin emdirme yöntemi ile applike edildiği polyester kumaşların tek grafikte gösterilmiş FT-IR spektrumları



Şekil 7.23: Polimer malzeme Arap zamkına ait FT-IRspektrumları

### 7.1.1 FT-IR Analizi Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Pamuk kumaşların FTIR spektrumlarına bakıldığında  $3350\text{ cm}^{-1}$  dalga boylarında pamuk için karakteristik olan  $\text{-OH}$  stretch bağlarını ve  $2800\text{-}2900\text{ cm}^{-1}$  dalga boylarında  $\text{C-H}$  stretch bağları görülmektedir. Yine  $1050\text{ cm}^{-1}$  dalga boylarında  $\text{C-O}$  stretch bağlarının varlığından bahsetmek mümkündür. Farklı miktarlarda hazırlanan mikrokapsül çözeltileri ile işlem görmüş %100 pamuk kumaş numunelerinin FTIR spektrumları kendi içinde kıyaslandığı zaman yapısal bir farklılık görülmemektedir. Tüm spektrumlar benzer davranış sergilemiştir. Transmittans değerlerinde az da olsa farklılıklar görmek mümkündür.

Şekil 7.23'de Arap zamkı polimerine ait IR spektrumu verilmiştir. Bu spektrumda  $3330\text{ cm}^{-1}$  dalga boyu civarında ortaya çıkan pik hidrojen bağlı  $\text{-OH}$  grubu gerilme pikidir.  $2920\text{ cm}^{-1}$  civarında ortaya çıkan pik yapıdaki  $\text{C-H}$  gerilme pikleridir.  $1600\text{ cm}^{-1}$ 'de ve  $1420\text{ cm}^{-1}$ 'de ortaya çıkan pikler  $\text{COO-}$  (karboksilik asit tuzu, karboksilat anyonu) asimetrik ve simetrik gerilme pikleridir.  $1458\text{ cm}^{-1}$ 'deki pik aromatik halkadaki  $\text{C-C}$  gerilme pikidir.  $1280\text{ cm}^{-1}$  ve  $1020\text{ cm}^{-1}$ 'deki pikler  $\text{C-O}$  bağına ait gerilme pikleridir (Stamatis 2016).

Arap zamkı polimerine ait spektrum bilgileri ile mikrokapsül uygulanmış kumaşa ait IR spektrumu birlikte değerlendirildiğinde, işlemsiz (mikrokapsül uygulanmamış, ham kumaş) kumaş spektrumundan farklı olarak; arap zamkına ait pikler (Şekil 7.23) pamuk selüloz pikleri ile örtüşmekte yani yapıdaki arap zamkını net olarak ayırt etmemiz olası görülmemektedir. Arap zamkı polimerine ait  $1640\text{ cm}^{-1}$  dalga boyu civarında ortaya çıkan COO- pikinin pamuk kumaşına ait spektrumda ortaya çıkmamasının ise bu pikin kumaş yapısındaki suya ait pik ile örtüşmesinden veya düşük mikrokapsül varlığından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Yağ maddesine ait spektrumda (Şekil 7.1)  $2900\text{ cm}^{-1}$  dalga boylarında ortaya çıkan C-H gerilme pikleri pamuklu kumaş spektrumunda bu bölgede mevcut C-H gerilme pikleri ( $2897\text{-}2897\text{-}2899\text{ cm}^{-1}$ 'de ortaya çıkan pik C-H pikleri) ile örtüşmektedir.

$1711\text{ cm}^{-1}$  dalga boyundaki pik karbonil (C=O) grubu gerilme pikidir.  $1016\text{ cm}^{-1}$ ,  $871\text{ cm}^{-1}$  ve  $721\text{ cm}^{-1}$  dalga boyundaki pikler PET polyester yapısındaki halkalı yapının varlığından kaynaklanmaktadır (Abdolahifard, vd., 2011).

Arap zamkı polimeri FT-IR spektrumunda  $3330\text{ cm}^{-1}$ 'de ortaya çıkan pik –OH gerilme pikini temsil etmektedir. Arap zamkı FT-IR spektrumunda  $1732\text{ cm}^{-1}$  dalga boyundaki pik aldehit fonksiyonel grubundaki C=O bağına ait gerilme titreşimidir.  $1600$  ve  $1420\text{ cm}^{-1}$  dalga boylarında ortaya çıkan pikler ise arap zamkı polimerinin yapısındaki karboksilik asit tuzlarının (COO-) asimetric ve simetric gerilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır.  $1280\text{ cm}^{-1}$  ve  $1020\text{ cm}^{-1}$  civarında ortaya çıkan pikler ise C-O bağlarına ait gerilme pikleridir (Espinosa-Andrews vd, 2010; Bilal vd, 2015 ve Cai, vd, 2019).

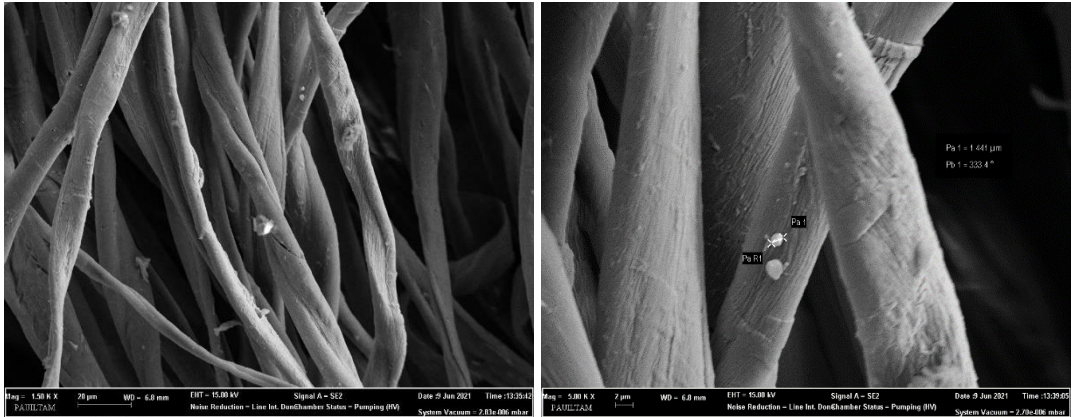
Nane yağına ait FT-IR spektrumundaki  $3437\text{-}3470\text{ cm}^{-1}$  aralığında ortaya çıkan pik OH grubuna ait gerilme pikidir.  $2924$  ve  $2854\text{ cm}^{-1}$  dalga boylarında çıkan pikler  $\text{CH}_3$  ve  $\text{CH}_2$  gruplarındaki C-H gerilme piklerini temsil etmektedir. Genellikle  $1700\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$  aralığında çıkan pikler C=O (karbonil) grubu gerilme pikidir (Deka vd, 2016; Yılmaztekin vd, 2019).

Yukarıdaki bilgiler ve Şekil 7.1'de verilen FT-IR spektrumu birlikte değerlendirildiğinde, ham polyestere ait karakteristik pik dışında  $2960\text{-}2970\text{ cm}^{-1}$

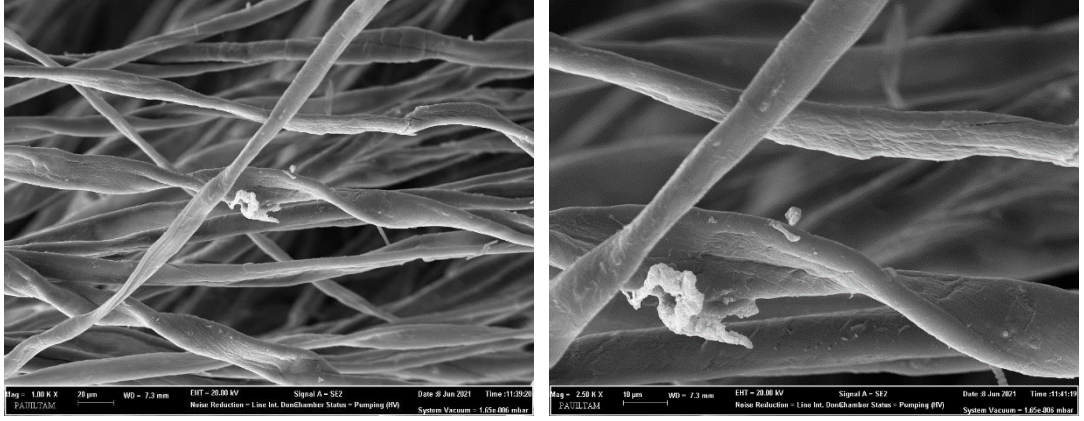
dalga boyu arasında ortaya çıkan pik nane yağına ait karakteristik C-H gerilme pikidir. Bu pikin varlığı kumaş yapısındaki mikrokapsülün dolayısıyla içerdiği çekirdek maddenin (nane yağının) varlığını ortaya koymaktadır. Arap zamkı polimerinin yapısındaki aldehit fonksiyonel grubundaki karbonil piki genellikle  $1730\text{ cm}^{-1}$  dalga boyu civarında ortaya çıkmaktadır (Bilal ve diğerleri, 2015). Nane yapısına ait C=O gerilme piki ise genellikle  $1700\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$  dalga boyu aralığında orta çıkmaktadır. Kumaş yapısındaki  $1711\text{-}1715\text{ cm}^{-1}$  dalga boyu aralığında çıkan pikin PET polyester, nane yağı ve arap zamkı polimerine ait C=O gerilme piklerinin birleşiminden kaynaklandığı sonucuna varılmıştır. Bu piklerin varlığı da kumaş yapısındaki selüloz dışında mevcut arap zamkı polimerinin ve nane yağının varlığını ortaya koymaktadır.

## 7.2 SEM Analizi Sonuçları ve Değerlendirmeleri

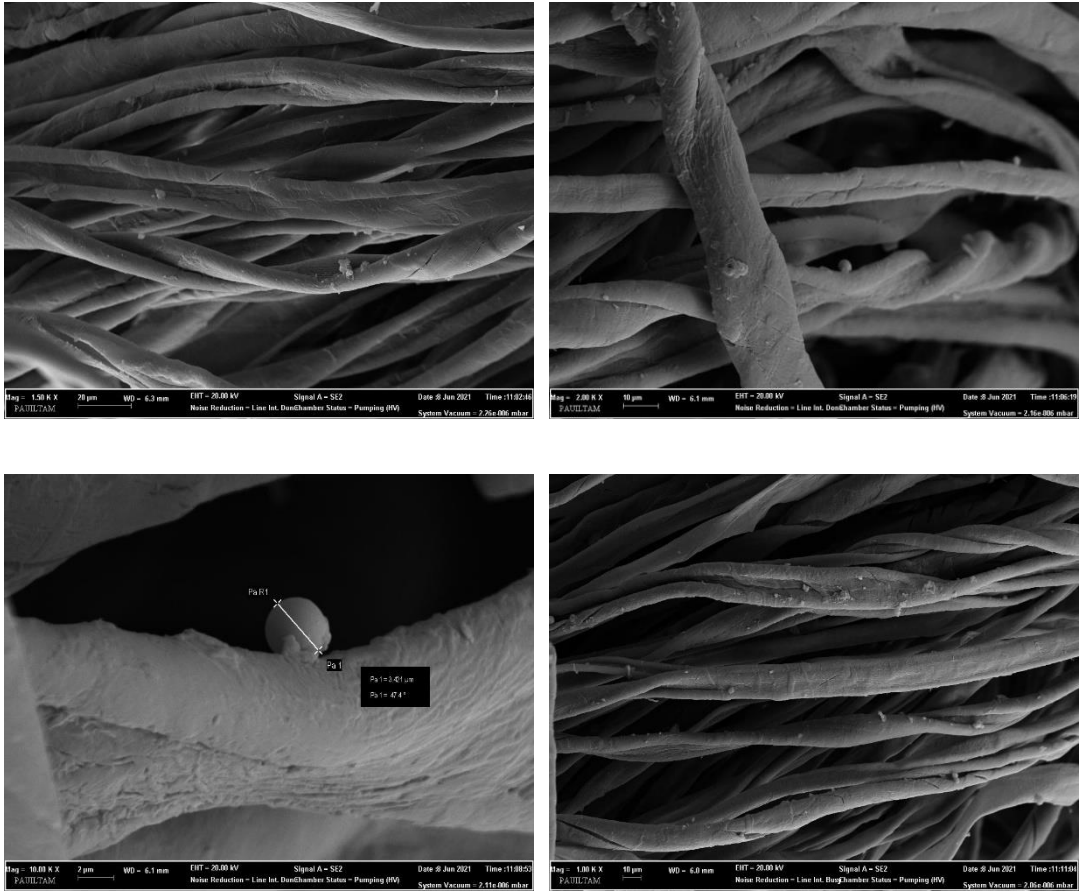
Pamuklu ve polyester kumaş üzerinde mikrokapsüllerin SEM görüntüleri aşağıdaki şekillerde verilmiştir. Buna göre mikrokapsüllerin ortalama boyutlarının  $1,9\text{-}5\text{ }\mu\text{m}$  olduğu gözlemlenmiştir. SEM görüntüleri ile kumaşlar üzerinde mikrokapsül varlığı kanıtlanmıştır.



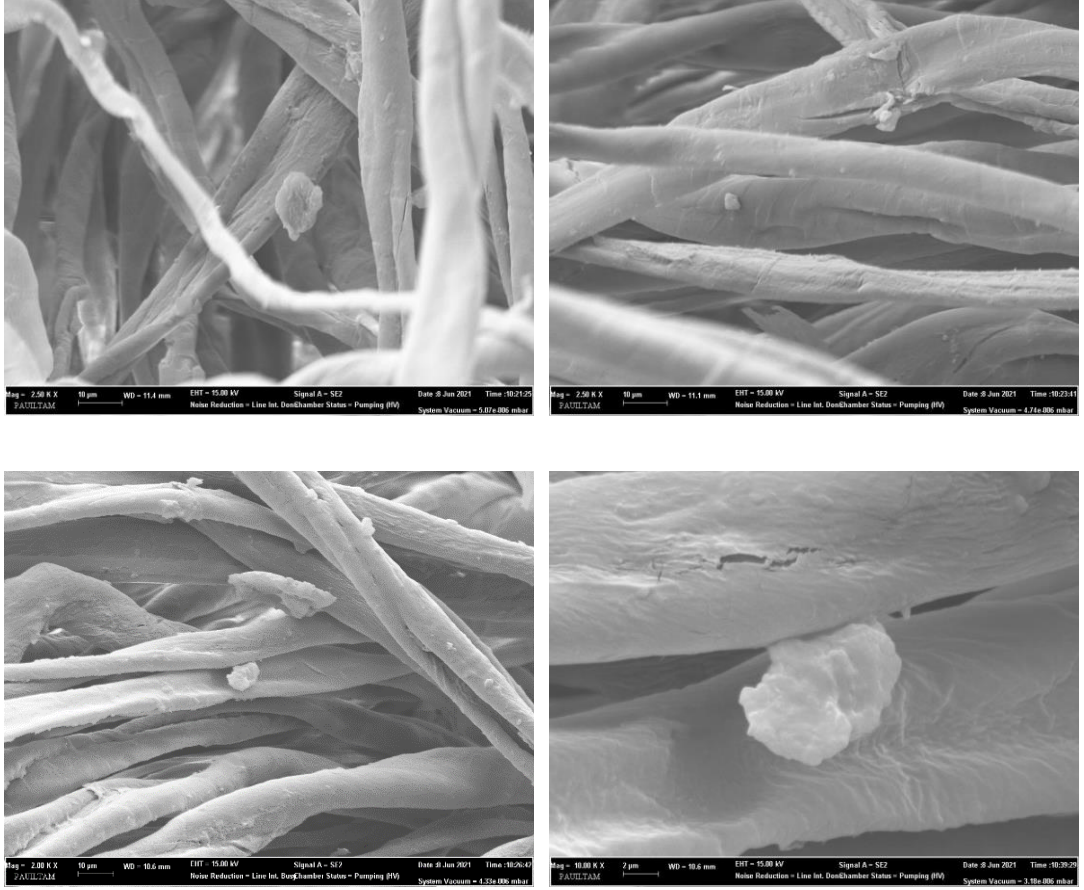
**Şekil 7.24:** 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri



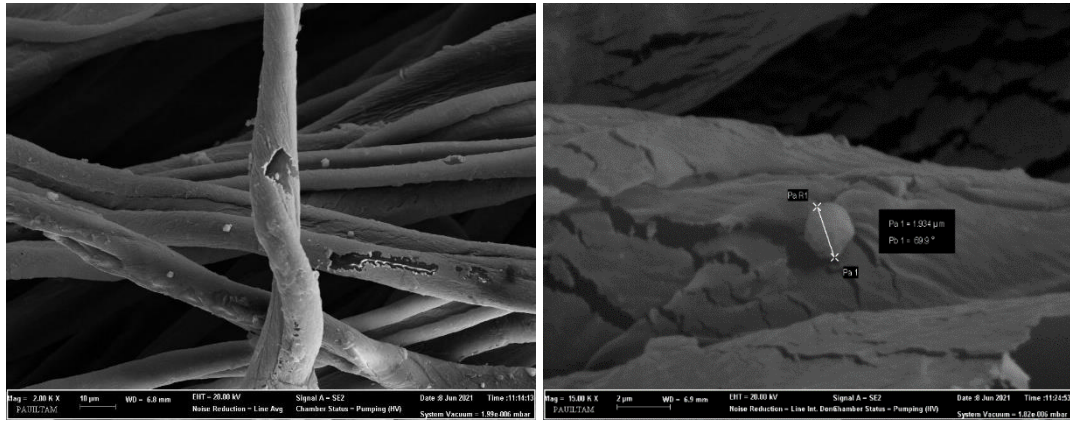
**Şekil 7.25:** 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri



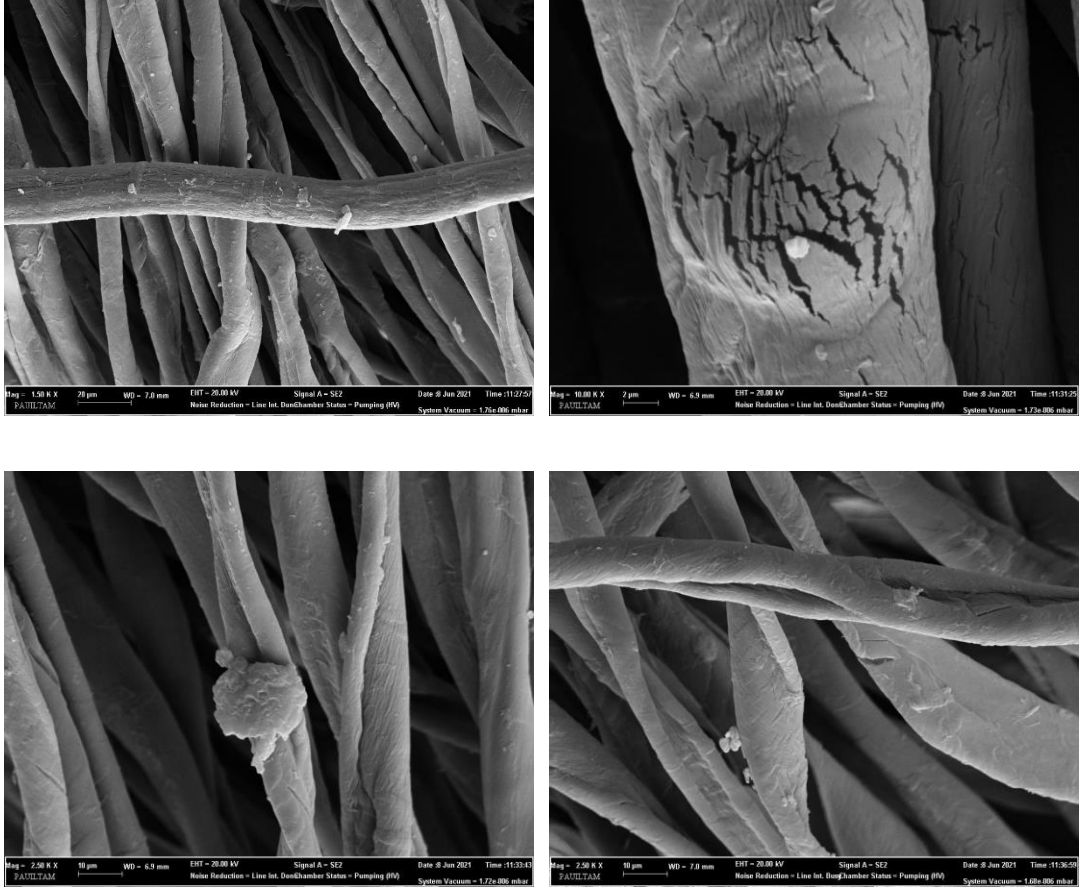
**Şekil 7.26:** 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çektirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri



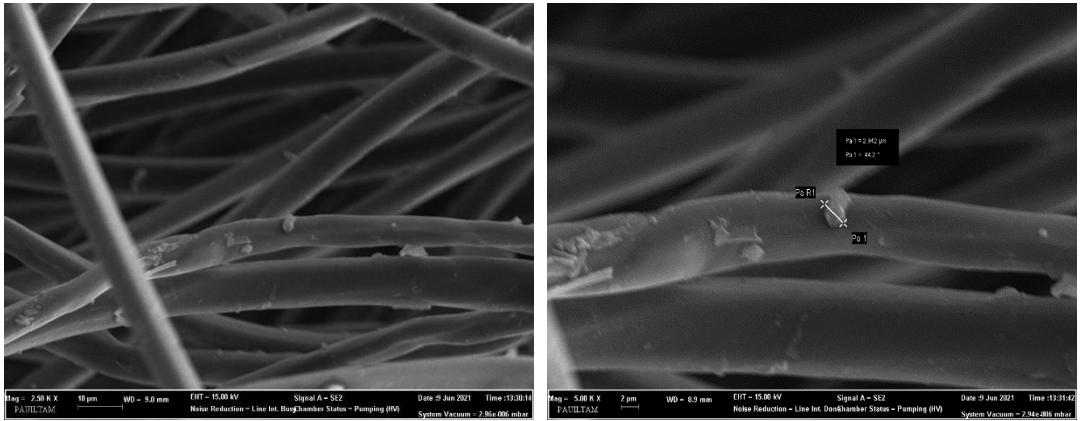
Şekil 7.27: 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri



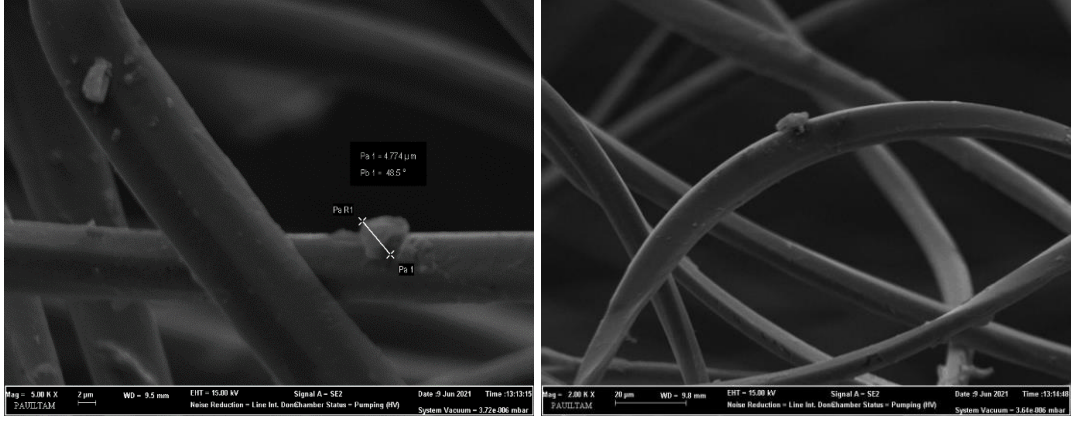
Şekil 7.28: 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri



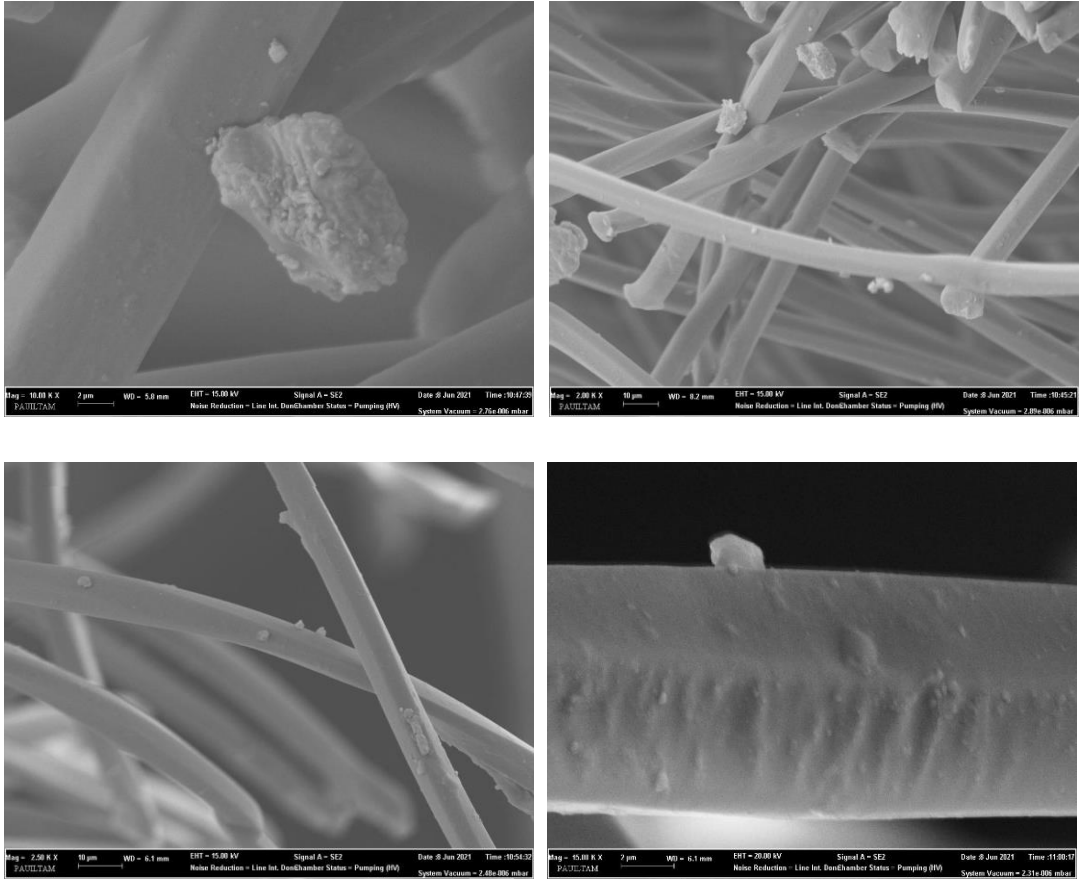
Şekil 7.29: 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği pamuk kumaşın SEM görüntüleri



Şekil 7.30: 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri

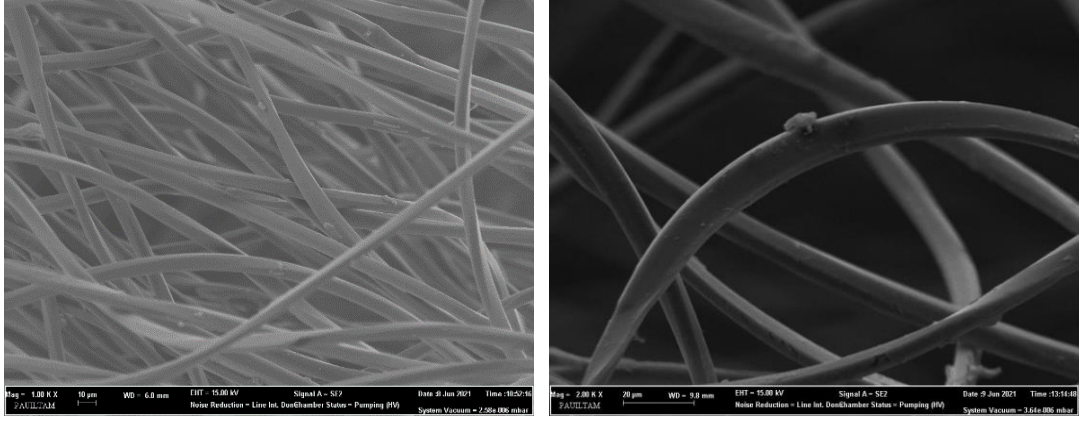


Şekil 7.31: 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri

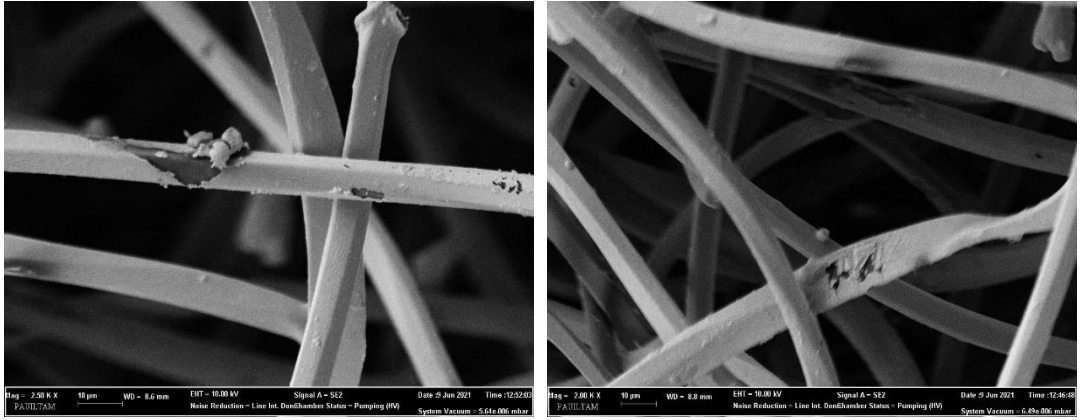


Şekil 7.32: 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin emdirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri

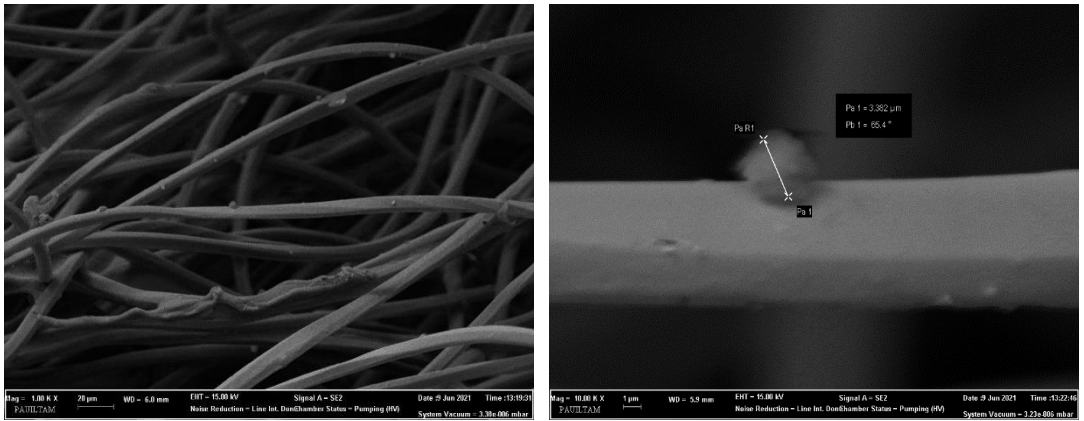




**Şekil 7.33:** 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çekirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri



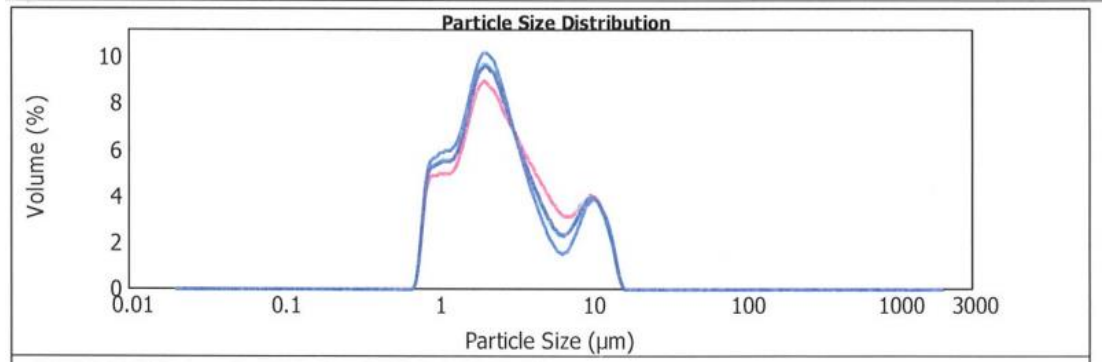
**Şekil 7.34:** 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çekirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri



**Şekil 7.35:** 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin çekirme yöntemi kullanılarak applike edildiği polyester kumaşın SEM görüntüleri

### 7.3 Parçacık Boyut Analizi Sonuçları ve Değerlendirmeleri

Çekirdek malzeme miktarı değiştirilerek üretilmiş üç farklı mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyut analizleri Mastersizer2000 cihazı ile ıslak ortamda ölçülmüştür.

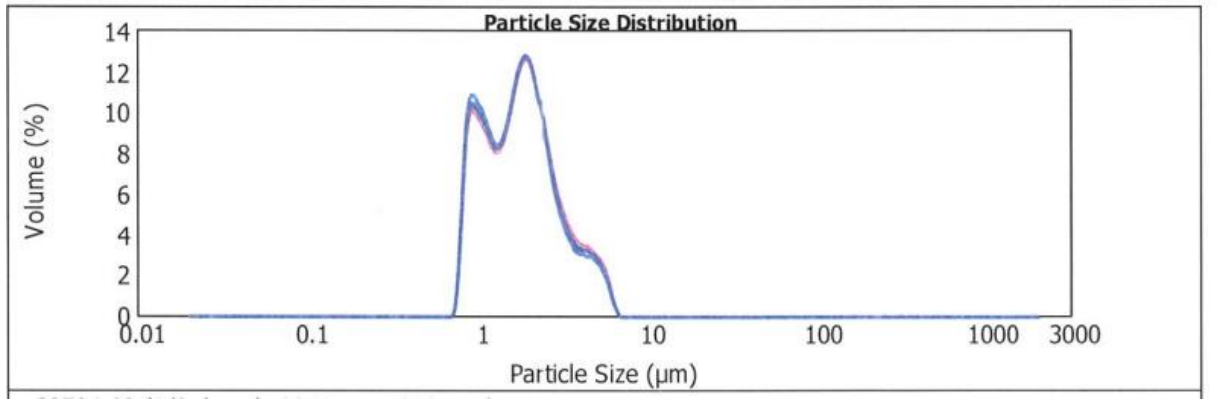


Şekil 7.36: 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım diyagramları

Şekil 7.36 incelendiğinde 1 numaralı mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu 1,070 ve 9,353 µm aralığında değişmektedir. Mikrokapsüllerin çoğunluğunun boyut ortalamasının 2,422 µm olduğu belirtilmiştir. Mikrokapsüllerin boyut dağılımlarının hacimsel oranları aşağıdaki görselde verilmiştir.

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.095	4.92	11.482	2.91	120.226	0.00	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	5.20	13.183	1.74	138.038	0.00	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	5.35	15.136	0.15	158.489	0.00	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	7.83	17.378	0.00	181.970	0.00	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	8.64	19.953	0.00	208.930	0.00	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	8.30	22.909	0.00	239.883	0.00	2511.885	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	7.32	26.303	0.00	275.423	0.00	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	6.25	30.200	0.00	316.228	0.00	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	5.24	34.674	0.00	363.078	0.00	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	4.31	39.811	0.00	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	3.46	45.709	0.00	478.630	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	2.71	52.481	0.00	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	2.17	60.256	0.00	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	2.11	69.183	0.00	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	1.47	7.586	2.64	79.433	0.00	831.764	0.00	8709.635	0.00
0.079	0.00	0.832	4.56	8.710	3.34	91.201	0.00	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	4.84	10.000	3.52	104.713	0.00	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096		11.482		120.226	0.00	1258.925	0.00		

Şekil 7.37: 1 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım hacimleri

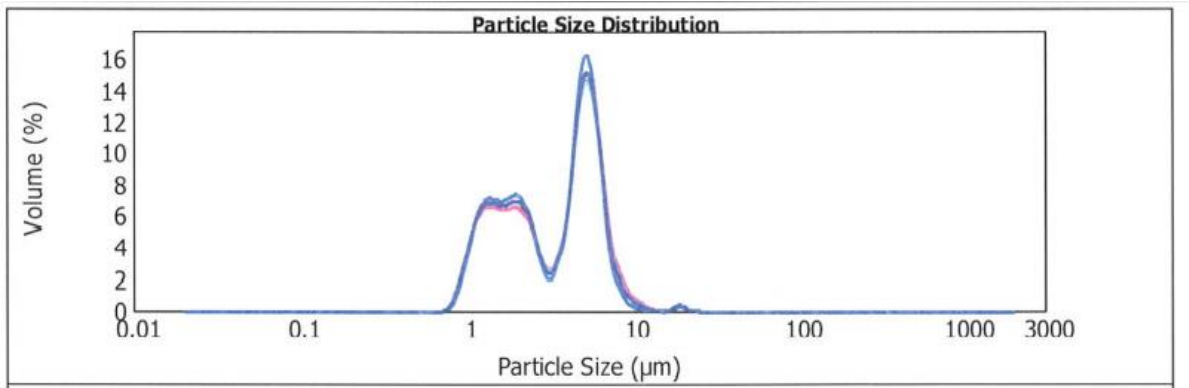


Şekil 7.38: 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım diyagramları

Şekil 7.38 incelendiğinde 2 numaralı mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu 0,920 ve 3,524 µm aralığında değişmektedir. Mikrokapsüllerin çoğunluğunun boyut ortalamasının 1,747 µm olduğu belirtilmiştir. Mikrokapsüllerin boyut dağılımlarının hacimsel oranları aşağıdaki görselde verilmiştir.

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	7.93	11.482	0.00	120.226	0.00	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	7.51	13.183	0.00	138.038	0.00	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	9.09	15.136	0.00	158.489	0.00	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	11.14	17.378	0.00	181.970	0.00	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	11.27	19.953	0.00	208.930	0.00	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	9.01	22.909	0.00	239.883	0.00	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	6.27	26.303	0.00	275.423	0.00	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	4.45	30.200	0.00	316.228	0.00	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	3.35	34.674	0.00	363.078	0.00	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	2.95	39.811	0.00	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	2.73	45.709	0.00	478.630	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	2.13	52.481	0.00	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.66	60.256	0.00	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.00	69.183	0.00	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.00	79.433	0.00	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	3.16	8.710	0.00	91.201	0.00	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	9.39	10.000	0.00	104.713	0.00	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096	8.95	11.482	0.00	120.226	0.00	1258.925	0.00		

Şekil 7.39: 2 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım hacimleri



Şekil 7.40: 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım diyagramları

Şekil 7.40 incelendiğinde 3 numaralı mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu 1,234 ve 6,477  $\mu\text{m}$  aralığında değişmektedir. Mikrokapsüllerin çoğunluğunun boyut ortalamasının 3,861  $\mu\text{m}$  olduğu belirtilmiştir. Mikrokapsüllerin boyut dağılımlarının hacimsel oranları aşağıdaki görselde verilmiştir.

Size ( $\mu\text{m}$ )	Volume In %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Volume In %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Volume In %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Volume In %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Volume In %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	5.49	11.482	0.15	120.226	0.00	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	6.18	13.183	0.04	138.038	0.00	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	6.06	15.136	0.03	158.489	0.00	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	6.08	17.378	0.30	181.970	0.00	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	6.25	19.953	0.15	208.930	0.00	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	5.39	22.909	0.01	239.883	0.00	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	3.39	26.303	0.00	275.423	0.00	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	2.10	30.200	0.00	316.228	0.00	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	3.21	34.674	0.00	363.078	0.00	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	6.01	39.611	0.00	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	11.65	45.709	0.00	478.630	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	13.61	52.481	0.00	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	10.35	60.256	0.00	630.957	0.00	6606.634	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	4.81	69.183	0.00	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.20	7.586	2.05	79.433	0.00	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	1.52	8.710	0.88	91.201	0.00	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	3.65	10.000	0.44	104.713	0.00	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096		11.482		120.226		1258.925			

Şekil 7.41: 3 no'lu mikrokapsül çözeltisinin parçacık boyutu dağılım hacimleri

#### 7.4 Subjektif Koku Analizi Sonuçları ve Değerlendirmeleri

Nane yağı içerikli mikrokapsül applike edilmiş pamuk ve polyester kumaşların koku değerlendirme sonuçları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Mikrokapsül içeriğindeki çekirdek miktarının artışı ile kumaşların koku özelliklerinin karşılaştırılması öncelikli olarak araştırıldığı için yöntemler ve kumaş tipi aynı olan tekstil ürünleri ile kapsül içeriklerinin değişimi aynı tabloda verilmiştir.

**Tablo 7.1:** Emdirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül applike edilmiş pamuk kumaşların subjektif koku analiz sonuçları

Hakem no	Gün	Aplikasyon yöntemi	Kumaş	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti
1	1	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
2	1	Emdirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	1	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3,5
4	1	Emdirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3
5	1	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3,5
Ortalama					1		1,9		3,3
1	2	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
2	2	Emdirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	2	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	1,5	1/5	3,5
4	2	Emdirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3
5	2	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
Ortalama					1		1,8		3,2
1	3	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
2	3	Emdirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	3	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	1,5	1/5	3,5
4	3	Emdirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3
5	3	Emdirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
Ortalama					1		1,8		3,2

**Tablo 7.2:** Çektirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül applike edilmiş pamuk kumaşların subjektif koku analiz sonuçları

Hakem no	Gün	Aplikasyon yöntemi	Kumaş	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti
1	1	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
2	1	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3
3	1	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3,5
4	1	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3
5	1	Çektirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
Ortalama					1,1		1,9		3,2
1	2	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
2	2	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
3	2	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3,5
4	2	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	2	Çektirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
Ortalama					1,1		1,7		3,2
1	3	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
2	3	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
3	3	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	2	1/5	3
4	3	Çektirme	Pamuk	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	3	Çektirme	Pamuk	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3
Ortalama					1,1		1,7		3

**Tablo 7.3:** Emdirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül aplike edilmiş polyester kumaşların subjektif koku analiz sonuçları

Hakem no	Gün	Aplikasyon yöntemi	Kumaş	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti
1	1	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	2	1/5	3
2	1	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	1	Emdirme	Polyester	1/2	1,5	1/3	1,5	1/5	3,5
4	1	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	1	Emdirme	Polyester	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3,5
Ortalama					1,2		1,7		3,3
1	2	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	2	1/5	3
2	2	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	2	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
4	2	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	2	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
Ortalama					1		1,6		3,2
1	3	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	2	1/5	3
2	3	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	3	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
4	3	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	3	Emdirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
Ortalama					1		1,6		3,2

**Tablo 7.4:** Çektirme yöntemi kullanılarak mikrokapsül aplike edilmiş polyester kumaşların subjektif koku analiz sonuçları

Hakem no	Gün	Aplikasyon yöntemi	Kumaş	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti	Mikrokapsül duvar/çekirdek oranı	Koku Şiddeti
1	1	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	2	1/5	3
2	1	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	1	Çektirme	Polyester	1/2	1,5	1/3	1,5	1/5	3,5
4	1	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	1	Çektirme	Polyester	1/2	1,5	1/3	2	1/5	3,5
Ortalama					1,2		1,7		3,3
1	2	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	2	1/5	3
2	2	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	2	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
4	2	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	2	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
Ortalama					1		1,6		3,2
1	3	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	2	1/5	3
2	3	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
3	3	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3,5
4	3	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
5	3	Çektirme	Polyester	1/2	1	1/3	1,5	1/5	3
Ortalama					1		1,6		3,2

## 8. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında mikrokapsülasyon yöntemleri, mikrokapsüllerin kumaşlara aplikasyonu ile ilgili bilgiler verilmiştir.

Nane yağı içerikli mikrokapsüllerin üretilmesi ve tekstil ürünlerine aktarılması ile kumaşlara koku salım özelliği kazandırılması amaçlanmıştır. Ayrıca farklı aplikasyon yöntemleri ile çalışılarak, aplikasyon yöntemlerinin mikrokapsüllerin kumaşlara bağlayıcılığı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Bunlarla birlikte nane içerikli mikrokapsüllerin pamuk kumaşta mı yoksa polyester kumaşta mı daha iyi bağlayıcı olduğu karşılaştırması yapılmıştır.

Mikroemülsiyon yöntemi kullanılarak mikrokapsülleme işlemi ile üç farklı mikrokapsül üretim denemesi gerçekleştirilmiştir. Her birinde çekirdek malzeme olarak nane yağı, polimer malzeme olarak da arap zamkı kullanılmıştır. Ayrıca nane yağının uçucu özelliğinden dolayı olumsuz etkiyi ortadan kaldırmak, koku kalıcılığı sağlayabilmek için nane yağına vanilin eklenerek mikrokapsül çekirdek yapısı oluşturulmuştur.

Çekirdek malzeme miktarının artırılması ile üretilen üç farklı mikrokapsül çözeltisinin kumaşlara aktarılması sonucunda bu farklılığın nane yağının aromatik koku şiddetindeki etkisi araştırılmıştır.

Üç farklı mikrokapsül çözeltisinin üretilmesi sonrası bu çözeltiler emdirme ve çektirme olmak üzere iki farklı aplikasyon yöntemi ile pamuk ve polyester kumaşlara aktarılmıştır.

Üretilen mikrokapsüllerin emdirme ve çektirme yöntemi ile aplikasyonun başarılı bir şekilde gerçekleştiği SEM ve FT-IR analizi sonuçlarından görülmektedir.

Aplikasyon yönteminin farklılığının mikrokapsüllerin kumaşlara bağlanmasında büyük bir farklılık yaratmadığı gözlemlenmiştir.

Fakat mikrokapsüllerin pamuk kumaşlara aplikasyonu sonrası yapılan karakterizasyonlarında daha başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Yani mikrokapsüllerin pamuklu kumaşlarda daha iyi bağlayıcılık gösterdiği söylenebilir.

Kumaşların subjektif değerlendirme yöntemine göre koku salım özellikleri değerlendirilmiştir. Bu değerlendirmelere göre çekirdek malzeme miktarı arttıkça kumaşların koku özelliğinin ve koku kalıcılığının arttığı gözlemlenmiştir.

Çekirdek malzeme miktarının artması ile mikrokapsüllerin parçacık boyutlarında beklenen artış parçacık boyut analizleri ile birbirini doğrulamıştır.

Nane yağı içerikli kumaşların üretilmesi ile yetişkinlerde ve çocuklarda ferahlatıcı koku etkili tekstil ürünlerinin üretimine katkı sağlanması istenmektedir.

Sonuçlar incelendiğinde kumaş yapısındaki mikrokapsüllerin yoğunluğunun az olduğu görülmüş ve flotte oranlarının artırılması ile bu durumun geliştirilmesi ön görülmektedir.

Endüstriyel boyutta, işletmelerde kullanılan mikrokapsül çözeltileri ithal edilmektedir. Bu ve benzeri çalışmaların geliştirilmesi ile mikrokapsüllerin yerli üretimlerinin yapılması ve dışa bağımlılığın azaltılacağı düşünülmektedir. Bu durum hem ithal ürünlerin miktarını azaltacak hem de maliyet olarak daha uyguna gelebilecektir.



## 9. KAYNAKLAR

Abdolahifard, M., Bahrami, S. H., & Malek, R. M. A., “Surface modification of PET fabric by graft copolymerization with acrylic acid and its antibacterial properties”, *International Scholarly Research Notices*, (2011).

Adamiec, J., Kalembe, D., “Analysis of microencapsulation ability of essential oils during spray drying”, *Drying Technology*, 24(9), 1127-1132, (2006).

Aksoy, K., “Fonksiyonel Guruplara Sahip Polimerlerin Isıl Enerji Depolama Amaçlı Faz Değişim Maddelerinin Mikrokapsüllenmesinde Kullanılması”, Doktora Tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Ana Bilim Dalı, Tokat, (2015).

Alemzadeh, I., “Encapsulation of peppermint oil with arabic gum-gelatin by complex coacervation method., *International Journal of Engineering*, 26(8), 807-814, (2013).

Alemzadeh, I., Encapsulation of peppermint oil with arabic gum-gelatin by complex coacervation method. *International Journal of Engineering*, 26(8), 807-814, (2013).

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

Bilal, S., Mohammed, D. I., Dewu, B. B. M., Momoh, O. R., Abubakar, S., “Refining and characterisation of gum arabic using vacuum filtration method for application in oil and gas drilling fluid formulation”, (2015).

Cai, C., Ma, R., Duan, M., & Lu, D., “Preparation and antimicrobial activity of thyme essential oil microcapsules prepared with gum arabic”. *RSC advances*, 9(34), 19740-19747, (2019).

Chattopadhyay, S., “Efficiency of Indian garment manufacturing units in the post MFA period”, *J Ind Stat*:58–75, (2015).

Chinta, S. K., & Wane, P. P., “Imparting antimicrobial finish by microencapsulation technique”, *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 2(6), 2326-2336, (2013).

Çimen, E., “Mikrokapsülleme Yöntemiyle Dokuma Kumaşlara Yeni Özellikler Katma Olanakları”, Yüksek Lisans Tezi”, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı, İstanbul, (2007).

Deka, C., Deka, D., Bora, M. M., Jha, D. K., & Kakati, D. K., “Synthesis of peppermint oil-loaded chitosan/alginate polyelectrolyte complexes and study of their antibacterial activity”, *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 35, 314-322, (2016).

Dong, Z., Ma, Y., Hayat, K., Jia, C., Xia, S., & Zhang, X., “Morphology and release profile of microcapsules encapsulating peppermint oil by complex coacervation”, *Journal of Food Engineering*, 104(3), 455-460, (2011).

Eripci, T., “Microencapsulation Of Coconut Oil / Vitamin E And Enhancing The Washing Durability Of Microcapsules”, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı, İstanbul, (2007).

Espinosa-Andrews, H., Sandoval-Castilla, O., Vázquez-Torres, H., Vernon-Carter, E. J., & Lobato-Calleros, C., “Determination of the gum Arabic–chitosan interactions by Fourier Transform Infrared Spectroscopy and characterization of the microstructure and rheological features of their coacervates”, *Carbohydrate Polymers*, 79(3), 541-546, (2010).

Eyüpoğlu, Ş., "Bazı Doğal ve Sentetik Ürünlerin Mikrokapsülasyon Tekniği İle Hazırlanarak, Arılara Karşı Kovucu Özelliğe Sahip Kumaş Eldesinin Araştırılması", Doktora Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Bursa, (2018).

Ghosh, S. K., “Functional coatings and microencapsulation: a general perspective”, *Functional coatings*, 1-28, (2006).

Goto, M., Sato, M., & Hirose, T., “Extraction of peppermint oil by supercritical carbon dioxide”, *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 26(4), 401-407, (1993).

Göde, F., Kebapçı, K., “Gül Kokusu İçeren Mikrokapsüller”, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi. Isparta. Sayı 17 (2), s.32-35, (2013).

Kandemir, İ., “Mikrokapsülasyon Ve Sol-Jel Teknolojileri Kullanılarak Koku Salınımlı Ve Antibakteriyel Kumaş Geliştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Denizli, (2020).

Kayahan, E., Aksoy, K., & Önem, E., “Microencapsulation of Peppermint Oil by the Complex Coacervation of Chitosan and Sodium Alginate for Antibacterial Applications”, In *13th Autex World Textile Conference. Germany* (pp. 1-5), (2013).

Kesici Ş., “Sinek Ve Haşere Kovucu Citrus Aurantium Yağı Eldesi, Mikrokapsülasyonu ve Kumaşlara Aplikasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Uşak Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Uşak, (2020).

Koatsahal, J., Chulacupt, S., Chonsakorn, S., Teepoo, S., & Mongkhohrattanasit, R., "Antibacterial activity by kaempferia parviflora microencapsulation and applications for textile industry", (2012).

Liakos, I., Rizzello, L., Scurr, D. J., Pompa, P. P., Bayer, I. S., & Athanassiou, A., “All-natural composite wound dressing films of essential oils encapsulated in sodium alginate with antimicrobial properties”, *International journal of pharmaceuticals*, 463(2), 137-145, (2014).

Maji, T. K., Baruah, I., Dube, S., & Hussain, M. R., “Microencapsulation of Zanthoxylum limonella oil (ZLO) in glutaraldehyde crosslinked gelatin for mosquito repellent application”, *Bioresource Technology*, 98(4), 840-844, (2007).

Mantar, G., “An Investigation About The Application of A Specific Medical Plant in Textile”, Yüksek Lisans Tezi. Gaziantep Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Gaziantep.111s, (2014).

Doğan, M., “Tıbbi Nane Yağının Mikrokapsülünerek Denim Kumaşa Aktarılması İle Kumaşa Antibakteriyel Özellik Kazandırılmasının Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi. İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Malatya, (2019).

Öge, A., “Kapsülasyon Teknolojisi Kullanarak Spor ve Boş Zaman Giysilerinin Fonksiyonelleştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İzmir. 109s, (2017).

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, 64s, (2011).

Özgün, N., “Nane Uçucu Yağının Siklodekstrinler ile Mikroenkapsülasyonu”, Yüksek Lisans Tezi”, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Ankara, (2015).

Pakzad, H., Alemzadeh, I., Kazemi, A., “Encapsulation of Peppermint Oil with Arabic Gum-Gelatin by Complex Coacervation Method”, *Int. J. Eng.* 26, 807, (2013).

Rodrigues, S. N., Fernandes, I., Martins, I. M., Mata, V. G., Barreiro, F., & Rodrigues, A. E., “Microencapsulation of limonene for textile application” *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 47(12), 4142-4147, (2008).

Sathianarayanan, M. P., Bhat, N. V., Kokate, S. S., & Walunj, V. E., "Antibacterial finish for cotton fabric from herbal products", (2010).

Sharkawy, A., Fernandes, I. P., Barreiro, M. F., Rodrigues, A. E., & Shoeib, T., "Aroma-loaded microcapsules with antibacterial activity for eco-friendly textile application: synthesis, characterization, release, and green grafting", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 56(19), 5516-5526, (2017).

Stamatis, C., "A Study of The Deterioration of Aged Parchment Marked with Laboratory Iron Gall Inks Using FTIR-ATR Spectroscopy and Micro Hot Table", *Heritage Science*, (2016).

Thilagavathi, Gm, and Krishna B., "Microencapsulation of herbal extracts for microbial resistance in healthcare textiles" (2007).

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).

Turkoglu, G.C., Sarıısık, A.M., Erkan, G., Deveci, O., Yıkılmaz, M.S., Kontart, O., Oztuna, S., "Microencapsulated limonene loaded textile and its insect repellent 166 behaviour", 14. National&1.International Recent Developments, Textile Technology and Chemistry Symposium, Bursa, (2013).

Varona, S., Rojo, S. R., Martín, Á., Cocero, M. J., Serra, A. T., Crespo, T., & Duarte, C. M., "Antimicrobial activity of lavandin essential oil formulations against three pathogenic food-borne bacteria", *Industrial Crops and Products* 42, 243-250, (2013).

Yasak, S., & Telci, İ., "Nane türlerinde (Mentha arvensis L. ve Mentha x piperita L.) Destilasyon Atıklarının Yün Boyama Potansiyelinin Belirlenmesi", *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 57(4), 571-577.

Yilmaztekin, M., Lević, S., Kalušević, A., Cam, M., Bugarski, B., Rakić, V., & Nedović, V., “Characterisation of peppermint essential oil encapsulates. *Journal of microencapsulation*”, 36(2), 109-119, (2019).