



T.C.
Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü

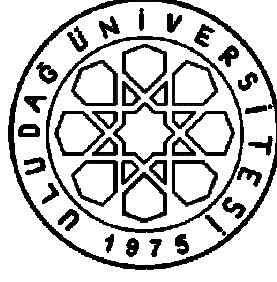
**EV TEKSTİLİNDE KULLANILACAK MATERYALLERDE
MULTİFONKSİYONEL ÖZELLİK SAĞLAYACAK
MİKROKAPSÜL HAZIRLANMASI VE UYGULANMASI**

Bilun ÖZERDEM

Yüksek Lisans Tezi

**EV TEKSTİLİNDE KULLANILACAK MATERYALLERDE
MULTİFONKSİYONEL ÖZELLİK SAĞLAYACAK
MİKROKAPSÜL HAZIRLANMASI VE UYGULANMASI**

Bilun ÖZERDEM



T.C.

ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

EV TEKSTİLİNDE KULLANILACAK MATERYALLERDE
MULTİFONKSİYONEL ÖZELLİK SAĞLAYACAK
MİKROKAPSÜL HAZIRLANMASI VE UYGULANMASI

Bilun ÖZERDEM

DOÇ.Dr. Dilek KUT

(Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA-2011

Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

Bilun ÖZERDEM tarafından hazırlanan 'EvTekstilinde Kullanılacak Materyallerde Multionksiyonel Özellik Sağlayacak Mikrokapsül Hazırlanması Ve Uygulanması' adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman :Doç.Dr.Dilek KUT

Başkan : Doç.Dr.Dilek KUT İmza
U.Ü. Mühendislik- Mimarlık Fakültesi
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye : Doç.Dr.Naciye TÜRKEL İmza
U.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi
Kimya Bölümü Anabilim Dalı

Üye : Doç.Dr.Hüseyin Aksel EREN İmza
U.Ü. Mühendislik- Mimarlık Fakültesi
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof.Dr. Kadri ARSLAN

Enstitü Müdürü

.../.../2011 (Tarih)

U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

.../.../...

İmza

Bilun ÖZERDEM

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

EV TEKSTİLİNDE KULLANILACAK MATERYALLERDE MULTİFONKSİYONEL
ÖZELLİK SAĞLAYACAK MİKROKAPSÜL HAZIRLANMASI VE UYGULANMASI

Bilun ÖZERDEM

Uludağ Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç.Dr. Dilek KUT

Bu projede, ev tekstilinde kullanılan polyester ve polyester karışımı ürünlere multifonksiyonel özellik kazandırmaya yönelik olarak mikrokapsül hazırlanmış ve hazırlanan mikrokapsüller kumaşa aktarılarak kullanım alanına uygun olarak test edilmiştir.

Mikrokapsül hazırlamada optimum sonuçlar sağlandıktan sonra, kapsül içeriği farklılaştırılarak, koku oluşumunu önleyen veya koku veren, sinek/böcek savar, antibakteriyel gibi multifonksiyonel özellikler kazandırılması hedeflenmektedir. Bu özellikler günümüzde çeşitli kimyasal bitim işlemleri ile uygulanmakta ve çokta başarılı sonuçlar elde edilmektedir.

Ancak bu özelliklerin mikrokapsülleme tekniği ile elde edilmesinin hem üreticiye hem tüketiciye hem de yaşadığımız çevreye çok büyük katkıları olacaktır. Çünkü mikrokapsülleme yöntemi ile su, enerji ve kimyasal sarfiyatı büyük ölçüde azalmakta, elde edilen özelliklerin kalıcılıkları artmaktadır. Böylelikle üreticinin gider kalemleri azalmakta bunun sonucu olarak da tüketiciye daha uygun ve daha uzun ömürlü ürünler sunulabilmektedir.

Anahtar Kelimeler: Mikrokapsül, Multifonksiyonel özellik, uçucu yağlar

2011, v + 59 sayfa

ABSTRACT

MSc Thesis



MULTIFUNCTIONAL MATERIALS TO BE USED IN HOME TEXTILES MICROCAPSULE PROVIDE THE PREPARATION AND IMPLEMENTATION OF FEATURE

Bilun ÖZERDEM

Uludağ Üniversitesi

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Textile Engineering

Supervisor: Doç.Dr. Dilek KUT

In this project, polyester and polyester blend used in home textile products in order to acquire property multifunctional microcapsule prepared microcapsules were prepared and tested in accordance with the application area is transferred to the fabric.

After obtaining the optimum results for the preparation of microcapsule, capsule content, diversifications, prevent the formation of odor or fragrance, fly/insect repellent, antibacterial multifunctional properties such as the expected gain. These features are currently implemented by various methods, and professional helpers successful results are obtained.

But these features to be extracted with both the producer and consumer microencapsulation technique as well as the environment we live in is very large contributions. Because the method microencapsulaion with water, greatly decreasing the energy and chemical consumption, increasing the permanency of the features obtained. Thus, decreasing the manufacturer's expense items as a result, more convenient and more durable products can be offered to consumers.

Keywords: Microcapsule, multifunction features, essential oils

2011, v + 59 pages

ÖNSÖZ VE/VEYA TEŞEKKÜR

Tez konumun belirlenmesinde ve çalışmaların yürütülmesinde yardımlarını ve bilgisini esirgemeyen danışmanım sayın Doç. Dr. Dilek Kut'a teşekkür ederim. Deney çalışmalarım esnasında laboratuvarını kullanmama izin veren ve malzeme teğmini konusunda yardımcı olan Berteks firmasına ve sayın Ekrem Akbulut'a teşekkür borçluyum. Elde edilen malzemelerin testlerinin yapılması aşamasında ve malzeme temininde yardım eden Öğr.Gör.Dr. Mehmet Orhan'a ve Araş.Gör.Dr. Hasene Mutluya teşekkür ederim. Çalışmalarım sırasında destekleri ile her zaman yanımda olan çalışma arkadaşım Zeliha Güler'e teşekkürü bir borç bilirim. Ayrıca hiçbir zaman maddi ve manevi desteğini esirgemeyen aileme de çok teşekkür ederim.

Bilun ÖZERDEM
Şubat 2011

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ VETEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	3
2.1. Mikrokapsülasyon.....	3
2.1.1. Mikrokapsülasyon Teknikleri	4
2.1.1.1. Ara Yüzey Polimerizasyonu.....	6
2.1.1.1.1. Emülsiyon Polimerizasyonu.....	6
2.1.1.1.2. Misel Polimerizasyonu.....	6
2.1.1.1.3. Radikal Zincir Polimerizasyonu.....	7
2.1.1.1.4. Polikondenzasyon Polimerizasyonu.....	7
2.1.1.2. İn-situ Polimerizasyonu.....	7
2.1.1.3. Koaservasyon.....	8
2.1.1.3.1. Basit Koaservasyon.....	9
2.1.1.3.2. Kompleks Koaservasyon.....	9
2.1.1.4. Süperkritik Akışkan ile Mikrokapsülasyon.....	10
2.1.1.4.1. Süperkritik Çözeltinin Hızlı Genişlemesi.....	10
2.1.1.4.2. Gaz Antisolvent Prosesi.....	11
2.1.1.4.3. Gaz ile Doyurulmuş Çözeltiden Partiküller.....	11
2.1.1.5. Püskürterek Kurutma.....	11
2.1.1.6. Soğutarak Kurutma.....	11
2.1.1.7. Sıcak Eriyik Mikrokapsülasyonu–Ekstrüder Yöntemi.....	12
2.1.1.8. Santrifüj Yöntemi.....	13
2.1.1.9. Rotasyonel Süspansiyon Ayırma–Döner Disk Metodu.....	14
2.1.1.10. Akışkan Yatak Yöntemi.....	15

2.2. Mikrokapsülasyonun Tekstil Endüstrisinde Uygulamaları.....	17
2.2.1. Faz Değiştiren Materyaller.....	17
2.2.2. Koku ve Kozmetik.....	24
2.2.3. Güç Tutuşurluk Uygulamaları.....	28
2.2.4. Boya, Baskı ve Ağartma Uygulamaları.....	29
2.2.5. Diğer Uygulamalar.....	31
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	33
3.1. Çeper Maddeler.....	33
3.1.1. Jelatin.....	33
3.1.2. ArapZamkı.....	34
3.2. Core Madde.....	35
3.3. Yöntem.....	36
3.4. Kullanılan Cihazlar.....	37
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	40
4.1. DSC Sonuçları.....	40
4.2. Mikrokapsüllerin Mikroskop Görüntüleri.....	42
4.3. SEM Görüntüleri.....	44
4.4. Mikrokapsüllerin FTIR Görüntüleri.....	45
4.5. Antibakteriyel Testlerin Yapılması.....	48
4.5.1. Antibakteriyel Test İçin Kumaş Parçalarının Hazırlanması.....	48
4.5.2. Antibakteriyel Test Sonuçları.....	49
5.SONUÇ.....	51
6. KAYNAKLAR.....	54
7. ÖZGEÇMİŞ.....	58

1. GİRİŞ

90'lı yıllardan itibaren çok sık şekilde duyulmaya başlayan kelimelerden biri de “ekoloji” kelimesidir. Ekoloji daha temiz bir çevre ve daha güvenli bir yaşam demektir.

Gelişen teknoloji çevre kirliliğini yanında getirmiştir. Yapılan araştırmalar ile, kirllettikten sonra temizlemenin maliyetinin, kirlletmeden önce alınacak tedbirlerin maliyetinden daha fazla olduğu, ayrıca bozulan ekolojik dengenin tekrar eski haline getirilmesinin mümkün olmadığı görülmüştür. Enerji kaynaklarının giderek çok daha pahalı ve sınırlı hale gelmesi, çevre bilincinin giderek gelişmesi hayatın her alanında enerji tasarrufunu bir zorunluluk haline getirmiştir. Tekstil ve özellikle terbiye işletmelerini bu yaklaşımın dışında tutmak mümkün değildir.

Enerji giderlerinin ve çevre kirliliğinin minimize edilmesi için farklı yöntemler uygulanmaktadır. Tekstilde hem sanayileşmeyi sürdürmek hem de çevreyi koruyabilmek için konvansiyonel yöntemlere alternatif yöntem arayışları hız kazanmıştır. Bu yöntemlerin arasından mikrokapsülleme uygulamaları özellikle sağladığı çevresel ve ekonomik avantajlar açısından diğer metodlardan bir adım öne çıkmaktadır. Ayrıca sürekli bir arayış içinde olan tüketicinin isteklerini estetik özelliklerin yanı sıra fonksiyonel özelliklerde belirlemektedir.

Bitim işlemleri tekstil mamullerine uygulanan son işlemlerdir. Bu yüzden tüketicinin güç tutuşurluk, su iticilik, antibakteriyellik, koku gibi isteklerinin karşılandığı bir aşamadır. Bu özellikler tekstil mamülüne kazandırıldıktan sonra kullanım ömrünün uzun olması istenmektedir. Mikrokapsülasyon, fonksiyonel bitim işlemlerinin etkisini uzatması bakımından önemli bir yöntemdir. Özellikle kontrollü salınım gibi etkiler istendiğinde rakipsiz görülmektedir. Mikrokapsülasyon aynı zamanda boya, baskı gibi diğer yaş işlemlere de uygulanabilmektedir. Yıkama şartları, kullanım koşulları gibi çevresel etkilere dayanıksız maddelerin uzun ömürlü kullanımları sınırlıdır. Bu tür maddeler mikrokapsülason ile bir kabukla koruma altına alınır. Bu yüzden çevresel etkilere dayanıksız maddelerin aplikasyonunda önemli olmaktadır (ERKAN, 2008).

Tüm bu sebeplerden ötürü bu çalışmada mikroapsülasyon tekniği incelenmiştir. Elde edilen kapsüllerin antimikrobiyel özellikleri incelenmiştir. Çalışmalar esnasında biyolojik olarak parçalanabilir olmaları nedeniyle çeper madde de arap zamkı ve jelatin kullanılmıştır. Core

madde olarakta yine dođal madde olan aromatik yağlar tercih edilmiştir. Limon yađı, ve kimyon yađı antibakteriyel özellikleri incelenmek üzere, fesleđen yađıda böcek savarlık özelliđi incelenmek için tercih edilmiştir. Bunların yanı sıra Uludađ Üniversitesi Kimya bölümü öğretim görevlilerinden Dr. Hasena Mutlu'nun sentezlediđi HL (2-fenil1,2,3,4-tetrahidrokinazolin-2-karbaldehidoksim) maddesinde mikrokapsülasyon elde edilebilirliđi ve antibakteriyel özellikleri açısından incelenmiştir.

2. Kaynak Araştırması

2.1. Mikrokapsülasyon

Mikrokapsülasyon, ilaç, protein, boya, veya kozmetikler gibi çeşitli kimyasallann sıvı, gaz veya katı halde uygun bir kabuk içerisinde hapsedilmesidir. Kapsüllenen maddeye çekirdek, kaplama maddesine de çeper, kabuk veya duvar materyali denir.

Koruyucu kabuk monomerler kullanarak çekirdek materyali etrafında polimerik bir zarın oluşturulması ile veya hazır polimer maddeler ile oluşturulabilmektedir. Mikrokapsülasyonda kullanılacak polimerlere ait bazı örnekler Tablo 2.1'de görülmektedir (Kaş, S.H., 2002).

Kabuk materyali, elde edilmek istenen etkiye, işlem şartlarına ve çekirdek materyaline göre değişmektedir. Birçok araştırmacı 1µm den küçük kapsülleri nanokapsüller, 1000 µm den büyük kapsülleri makrokapsüller olarak ifade etmektedirler. Genellikle ticari kapsüller 3 ile 800 µm arasında boyuta ve % 10-90 çekirdek materyaline sahiptir (Thies, 1996).

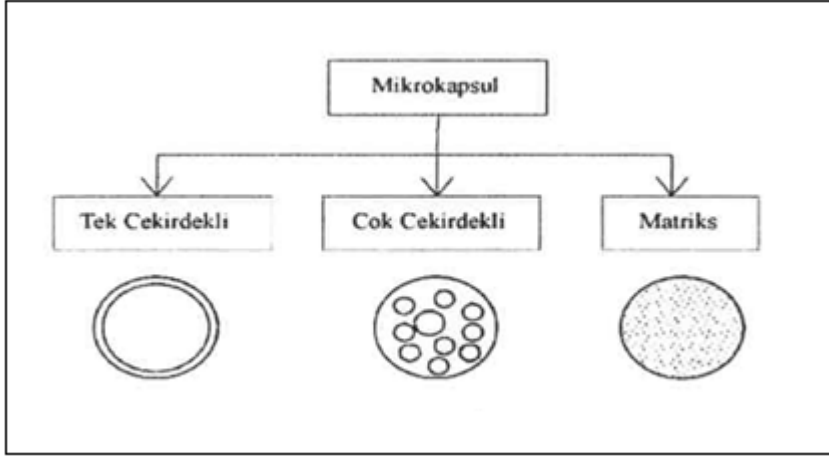
Doğal Polimerler		Sentetik Polimerler	
Ağar	Selüloz	Akrilik polimerler	Polistiren
Albumin	Kazein	Alifatik polimerler	Polivinil alkol
Alginat	Pektin	Polietilen glikol	Silikonlar
Arap zamkı	Kitosan	Poliamidler	Selüloz türevleri
Nişasta	Dekstran	Poliüretanlar	Polilizin
Jelatin			

Tablo 2.1 Mikrokapsüllemeye kullanılan polimerlere örnekler (Kaş 2002)

Farklı farmakolojik gruplara ait etken maddeler, proteinler, enzimler, hormonlar, bakteriler, antikorlar, hücreler, insektisitler, boyalar, esanslar, pigmentler, polielektrolitler, tarım kimyasalları, besin maddeleri, vitaminler fotoğrafçılık maddeleri kapsüllenebilmektedir (Kaş, 2002; Thies 1996).

Mikrokapsüllerin morfolojisi esas olarak çekirdek materyaline ve mikrokapsülasyon işlemine bağlı olarak değişmektedir. Mikrokapsüller küre şeklinde veya düzensiz şekilde meydana gelebilirler (Thies, 1996). Tek çekirdekli, çok çekirdekli veya matris yapıda olabilirler (Şekil 2.1). Tek çekirdekli mikrokapsüllerde çekirdek materyali bir kabuk tarafından kesintisiz bir şekilde

sarılmaktadır. Çok çekirdekli mikrokapsüllerde ise çekirdek materyali mikrokapsül içerisinde farklı kısımlarda toplanmış olup etrafı kabuk materyali tarafından sarılmaktadır. Matriks tipi mikrokapsüllerde çekirdek materyali kabuk materyali içerisinde homojen olarak dağılmıştır (Ghosh, 2006).



Şekil 2.1 Mikrokapsüllerin Morfolojisi (Ghosh, 2006)

Mikrokapsülasyon sayesinde çekirdek materyal reaktif, korozif ve zararlı çevreden korunabilmekte, daha iyi işlenebilirlik kazanabilmekte (çözünürlüğün, akışkanlığın artması v.b.), raf ömrü artmakta, tehlikeli ve toksik materyaller güvenli bir şekilde taşınabilmekte, enzim ve mikroorganizma immobilizasyonu gerçekleştirilebilmekte, tat ve kokular gizlenebilmekte, sıvı maddeler katı halde taşınabilmekte ve salımı kontrol altında tutulabilmektedir.

2.1.1. Mikrokapsülasyon Teknikleri

Literatürde birçok mikrokapsülasyon tekniği bulunmaktadır. Mikrokapsülasyon teknikleri kimyasal ve mekanik olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Tablo 2.2. de sık kullanılan kimyasal ve mekanik mikrokapsülasyon teknikleri verilmiştir.

Mikrokapsülasyon tekniğinin seçiminde, çekirdek materyalin tipi, istenilen partikül boyutu, kabuk materyalinin geçirgenliği vb. özellikler önemlidir. Hedeflenen etkiye göre mikrokapsülasyon tekniği seçilmelidir. Tablo 2.3. de mikrokapsülasyon tekniklerine göre elde edilebilecek partikül boyutları verilmiştir (Ghosh, 2006).

Kimyasal Yöntemler	Mekanik Yöntemler
<ul style="list-style-type: none"> • Ara yüzey polimerizasyonu 	<ul style="list-style-type: none"> • Püskürterek kurutma yöntemi
<ul style="list-style-type: none"> • in-situ polimerizasyonu 	<ul style="list-style-type: none"> • Santrifüj yöntemi
<ul style="list-style-type: none"> • Kompleks koaservasyon 	<ul style="list-style-type: none"> • Rotasyonel süspansiyon ayırma
<ul style="list-style-type: none"> • Basit koaservasyon 	<ul style="list-style-type: none"> • Akışkan yatak yöntemi
<ul style="list-style-type: none"> • Süperkritik akışkan yöntemi 	<ul style="list-style-type: none"> • Elektrostatik yöntem
	<ul style="list-style-type: none"> • Soğutarak kurutma
	<ul style="list-style-type: none"> • Sıcak eriyik yöntemi

Tablo 2.2. Sık Kullanılan Mikrokapsülasyon Teknikleri (Ghosh, 2006)

Mikrokapsülasyon Tekniği	Partikül Boyutu (µm)
Ekstrüder	250-2500
Püskürterek Kurutma	5-5000
in-situ Polimerizasyon	0.5-1100
Ara Yüzey Polimerizasyonu	0.5-1000
Koaservasyon	2-1200
Döner Disk Metodu	5-1500
Akışkan Yatak Mikrokapsülasyon	20-1500

Tablo 2.3. Bazı Mikrokapsülasyon Teknikleri ile Elde Edilen Partikül Boyutları (Ghosh, 2006)

2.1.1.1. Ara Yüzey Polimerizasyonu

Ara yüzey polimerizasyonu birbiri ile karışmayan iki sıvı fazın ara yüzeyinde çeşitli monomerlerin birbiri ile reaksiyona girerek dispers fazı hapsedecek şekilde film oluşturmasıdır. Genellikle iki reaktif monomer bulunmaktadır. Bunlardan biri çekirdek materyalin çözeltisini veya dispersiyonunu içeren sulu fazda çözülmüş, diğeri ise emülsifiye adımıdan sonra sulu olmayan fazda çözülmektedir. Su/yağ (W/O) emülsiyonun oluşması için uygun bir emülgatörün stabilizatör

olarak ilavesi gerekmektedir. Monomerler birlikte difüze olup ara yüzeyde ince bir kaplama oluşturacak şekilde polimerleşmektedirler. Ortalama polimerizasyon derecesi monomerlerin reaktifliğine, konsantrasyonlarına, fazları oluşturanlara ve ortam sıcaklığına bağlıdır (Deasy, 1984; Kaş, 2002).

2.1.1.1.1. Emülsiyon Polimerizasyonu.

Emülsiyon polimerizasyonu, süspansiyon polimerizasyonuna benzer ise de üç farklı noktası vardır: Başlatıcı başlangıçta sulu fazda yer alır, daha şiddetli karıştırma uygulanması sonucunda partikül büyüklüğü genellikle 100 µm'nin altında çoğu kez de 1 µm'nin altında yani nanometre bölgesindedir, yüzey aktif madde konsantrasyonu çok daha fazladır ve genellikle karboksimetil selüloz'un çok üstündedir.

Emülsiyon polimerizasyonunun; çok yüksek hızda yüksek moleküler ağırlıklı polimerizasyon olması, reaksiyonun sıcaklığının reaksiyon sırasında azalması diğer polimerizasyon yöntemlerine göre üstün taraflardır. Dezavantajı ise yüksek konsantrasyonda reaksiyona girmemiş monomer bulunabilir (Deasy, 1984).

Karıştırma hızı, mikrokapsüllerin çaplarını belirlemede en önemli etmendir. (Holme, 2003; Lykke, Mistry, Simonsen, ve Symes, 2001).

2.1.1.1.2. Misel Polimerizasyonu.

Monomer ve çekirdek materyali polimerizasyon başlamadan önce karboksimetil selüloz' dan çok daha yüksek konsantrasyondaki misellerin içerisinde. Dıştaki çözgen olmayan faz tarafından, monomerin misellerden difüzyonu engellenir. Bu sayede partikül boyutları oldukça küçük olur.

2.1.1.1.3. Radikal Zincir Polimerizasyonu.

Akrilik temelli ürünler radikal zincir polimerizasyonunda çok kullanılmaktadır. Bunların başında akrilik asit, metakrilik asit, krotonik (Crotonic) asit, akrilamid, akrilik ve metakrilik asidin ester türevleri (etil akrilat, metil metakrilat v.b.) oldukça kullanılmaktadır. Başlatıcı

olarak benzoil peroksit, azobisisobutironitril (azobisisobutyronitrile), amonyum persülfat kullanılabilir. Radikal zincir polimerizasyonu bir poliadsyon polimerizasyonudur ve bundan dolayı reaksiyon ortamında yan ürün bulunmaz. Reaksiyon monomerlerden birinde bulunan çift bağın açılması ve diğer monomerin açılan çift bağa katılmasıyla oluşur.

2.1.1.1.4. Polikondenzasyon Polimerizasyonu

Polimerizasyon sırasında yan ürünler ortaya çıkmaktadır. Poliamid 6.6 ve polietilenterftalat (PET) üretimi sırasında kullanılmaktadır.

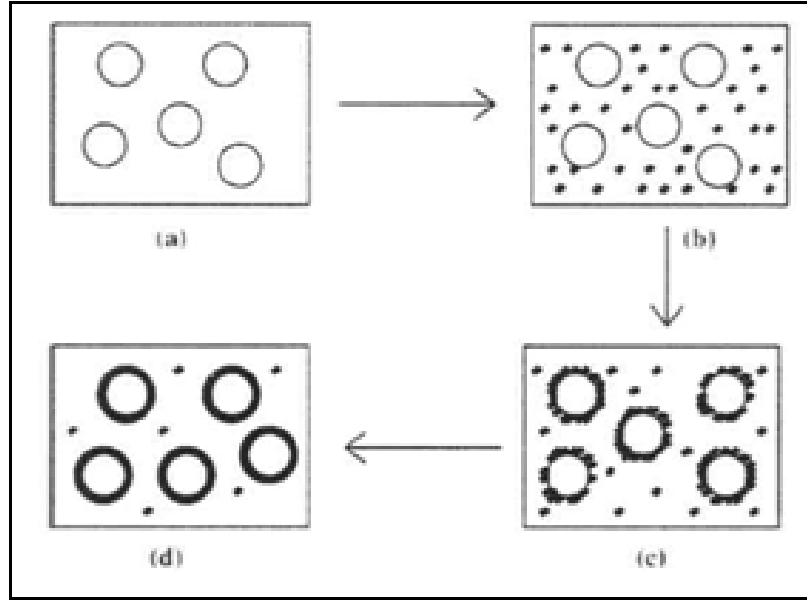
2.1.1.2. İn-situ Polimerizasyon

İn-situ polimerizasyonu, arayüzey polimerizasyonuna oldukça benzemektedir. Arayüzey polimerizasyonunda monomerler her iki fazda bulunmaktadır ve polimerizasyon reaksiyonu kapsülasyon reaktörünün içerisinde meydana gelmektedir. Fakat in-situ polimerizasyonunda çekirdek materyalinin olduğu fazda hiçbir reaktif ajan bulunmamaktadır. Polimerizasyon sadece sürekli fazda ve dispers çekirdek materyali ile sürekli fazın oluşturduğu arayüzeyin devamlı faz kısmında gerçekleşir. Düşük moleküler ağırlıklı ön polimerin polimerleşmesiyle boyutu büyümekte ve sürekli fazdan dispers çekirdek materyalin üzerine çökmekte ve böylece mikrokapsülasyon gerçekleşmektedir, in-situ polimerizasyonunda en çok kullanılan monomerler üre-formaldehit, melamin-formaldehit ve üre-melamin-formaldehit monomerleridir. Bunlar suda çözünmeyen sıvı çekirdek materyallerinin ve katı çekirdek materyallerinin mikrokapsülasyonunda kullanılır. Arayüzey polimerizasyonunda olduğu gibi, uygun bir karıştırıcı ve yüzey aktif madde ile çekirdek maddenin sulu emülsiyonu oluşturulur. Emülsiyon oluştuktan sonra ön polimer ilave edilir ve polimerizasyonun devam etmesi için pH ve sıcaklık uygun şartlara getirilir.

2.1.1.3. Koaservasyon

Koaservasyon metodunda çekirdek materyali polimer çözeltisi içerisinde dispers haline getirilmektedir. Polimer çözeltisinin çözülebilirliği karıştırılırken sıcaklığın düşürülmesi, pH'nın değiştirilmesi, iyon gradiyentinin yaratılması vb. yöntemlerle faz ayrımı gerçekleştirilerek kabuk materyali oluşturulmaktadır. Bir çok doğal polimer bu metoda uygundur (Örnek olarak alginat, Ca⁺ iyonlarına karşı hassastır) (Holme, 2003; Aggarwal, Dayal, ve Kumar, 1998).

Bu yöntem sulu ve organik faz ayrımı olmak üzere iki grup altında incelenmektedir. Sulu çözücünden faz ayrımı ise, basit ve kompleks koaservasyon olmak üzere ikiye ayrılmaktadır (Kaş, 2002). Şekil 2.2. de koaservasyon yöntemine göre mikrokapsülasyon prosedürü şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.2. Koaservasyon Yöntemine Göre Mikrokapsülasyon

(a) kabuk polimer çözeltisi içerisinde çekirdek materyali dispersiyonu (b) çözeltilerden koaservasyonun ayrılması (c) çekirdek materyalinin koaservat mikrodamları tarafından kaplanması (d) koaservatın çekirdek materyali etrafında kabuk oluşturacak şekilde çökmesi (Ghosh, 2006)

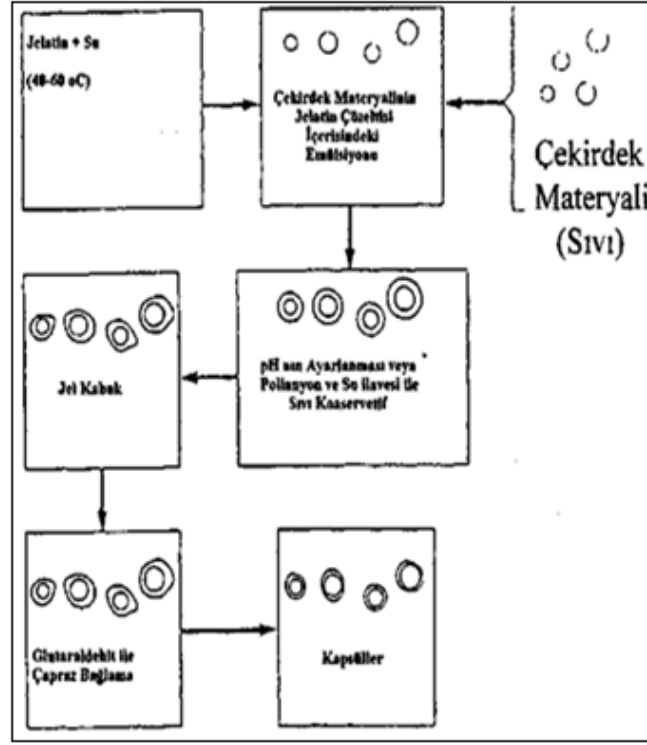
2.1.1.3.1. Basit Koaservasyon

Basit koaservasyon, tuz veya alkol gibi suya ilgisi yüksek olan maddelerin eklenmesiyle gerçekleştirilir. Sıcaklık, pH, çözücü ve tuz uygun oranlarda seçilmiş ise herhangi bir sulu polimer çözeltisi basit koaservasyona uğramaktadır. Eklenen maddeler, biri kolloid damlacıklar açısından yoğun, diğeri ise seyreltik, iki fazın oluşmasına neden olmaktadır. Ayrı fazların oluşmasından dolayı polimer katılarak çekirdek maddenin çevresini sarmaktadır. Kullanılan polimere ve sisteme göre ilave çapraz bağlayıcılarla kabuk sertleştirilmektedir (Kaş, 2002).

2.1.1.3.2. Kompleks Koaservasyon

Farklı yüklere sahip iki kolloid kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Hidrofilik kolloidin sulu çözeltisi hazırlandıktan sonra ortama farklı yükteki ikinci kolloid ilave edilmektedir. İkinci kolloidin ilavesinden sonra kolloidler çekirdek madde etrafında toplanmaktadır. Böylece kompleks

koaservasyona göre mikrokapsülasyon gerçekleşmektedir (Kaş, 2002). Şekil 2.3. de kompleks koaservasyon yöntemine göre mikrokapsülasyonun şematik akış diyagramı verilmiştir.



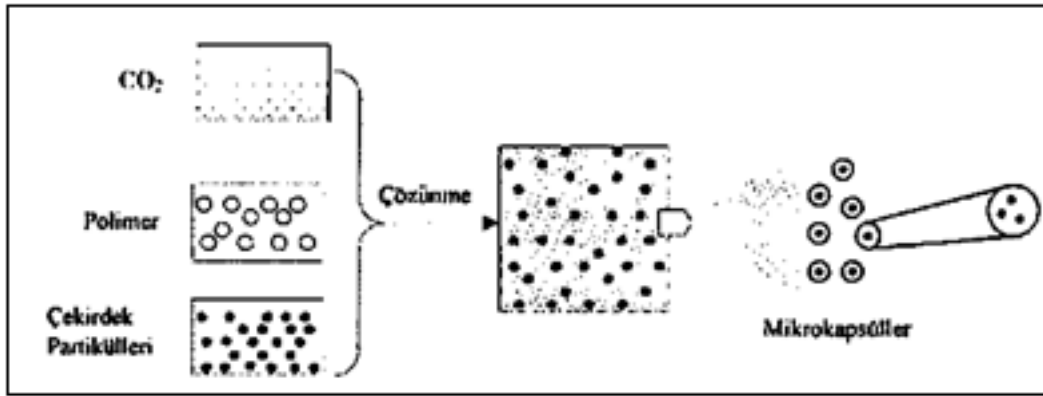
Şekil 2.3. Kompleks koaservasyon yöntemine göre mikrokapsülasyonun şematik gösterimi

2.1.1.4. Süperkritik Akışkan ile Mikrokapsülasyon

Süperkritik akışkanlar, hem sıvıların hem de gazların özelliklerini gösteren ve çok fazla sıkıştırılma kabiliyetine sahip gazlardır. En çok kullanılan bileşikler CO₂, alkanlar (C₂ - C₄) ve azot oksitlerdir (N₂O). Sıcaklıkta veya basınçtaki çok küçük değişimler süperkritik akışkanların yoğunluğunda çok büyük değişikliklere yol açtığından birçok endüstri uygulamasında kullanılmaktadır. Süperkritik CO₂, toksik ve yanıcı özelliklerine rağmen, ucuza ve yüksek saflıkta elde edilebilmesinden ve düşük kritik sıcaklık değerine sahip olmasından dolayı en çok kullanılan süperkritik akışkandır. Pestisitler, pigmentler, ecza maddeleri, vitaminler, koku ve tat veren maddeler ve boyalar bu yöntem ile kapsüllenebilmektedir. Çözünen (akrilatlar, polietilen glikol) veya çözünmeyen (proteinler, polisakkaritler) birçok kabuk materyali kullanılmaktadır.

2.1.1.4.1. Süperkritik Çözeltinin Hızlı Genişlemesi

Bu işlemde, çekirdek ve kabuk materyalleri içeren süperkritik akışkan basınca maruz bırakılır. Basınç altında bulunan bu karışım bir memecik yardımıyla atmosfer basıncının olduğu bir ortama gönderilir. Basıncıdaki bu düşüş kabuk materyalinin akışkan içerisindeki çözünürlüğünü azaltmakta ve çekirdek materyalinin etrafını kaplamasını sağlamaktadır. Şekil 2.4 de bu yöntemle göre mikrokapsülasyon işlemi şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.4. Süperkritik çözeltinin hızlı genişlemesi ile mikrokapsülasyon (Ghosh, 2006)

2.1.1.4.2. Gaz Antisolvent Prosesi

Bu yöntemde süperkritik akışkan, kabuk ve çekirdek materyalinin olduğu çözeltiye ilave edilir ve yüksek basınca maruz bırakılır. Yüksek basınç, yüksek doygunluğa yol açan hacimdeki genişlemeyi sağlamaktadır. Yüksek doygunluk sonucunda çökeltme meydana gelir.

2.1.1.4.3. Gaz ile Doyurulmuş Çözeltiden Partiküller

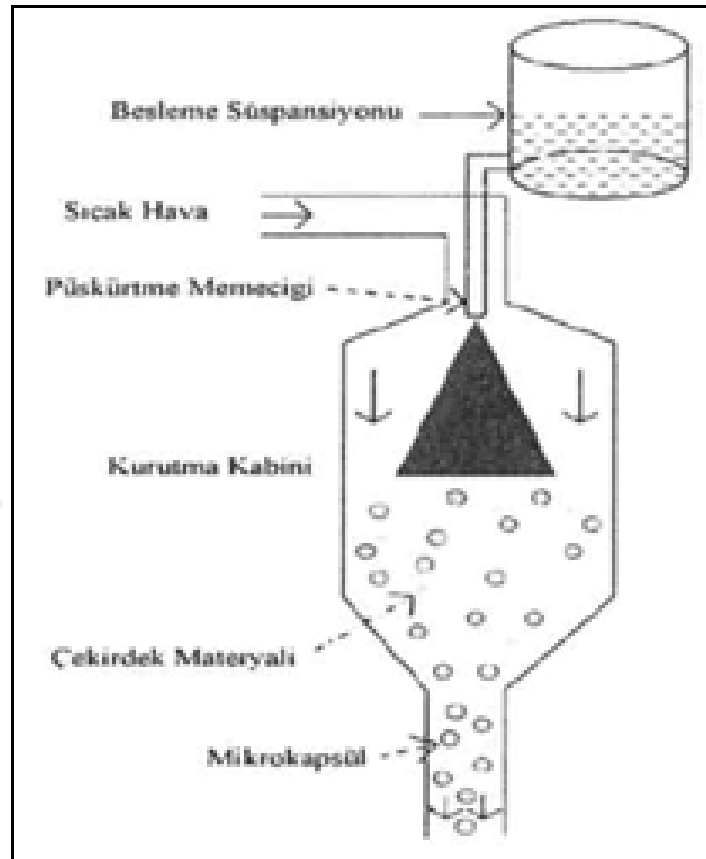
Bu proseste kabuk ve çekirdek materyali yüksek basınç altında süperkritik akışkan ile birlikte bulunur. Süperkritik akışkan kabuk materyaline nüfuz eder ve şişirir. Karışım kabuk materyalinin camlaşma noktasının üstüne kadar ısıtılarak kabuk materyalinin oluşturulacak olan polimer sıvılaşır. Basıncının bırakılmasıyla kabuk materyal çekirdek materyalin üzerine katılarak çöker.

2.1.1.5. Püskürterek Kurutma

Püskürterek kurutmada kabuk materyal bir polimer çözeltisinin içerisinde çözülür. Elde edilen çözelti sistemi memeciğin içerisinde pompalanarak içinde sıcak hava bulunan bir kabine aerosol halinde püskürtülmektedir (Şekil 2.5). Kabin içerisindeki sıcak hava nedeniyle çözgen uzaklaştırılmakta ve mikrokapsül oluşturulmaktadır. Çekirdek-kabuk materyal oranı, viskozite, konsantrasyon ve başlangıç çözeltisinin sıcaklığı mikrokapsüllerin özelliklerini etkilemektedir (Mathiowitz, Chickering, Jong, ve Jacop, 2000; Agganval, Dayal, ve Kumar, 1998, Ghosh, 2006; Thies, 1996).

2.1.1.6. Soğutarak Kurutma

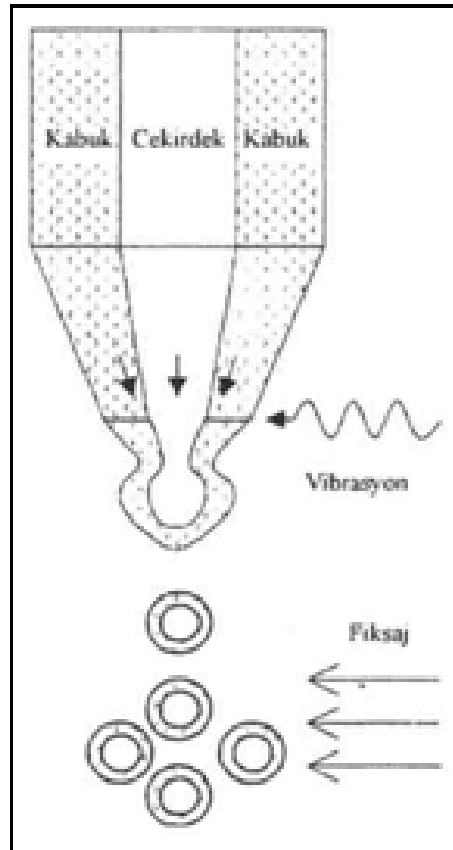
Prensip olarak püskürterek kurutma ile aynıdır. Kurutma işlemi sıcak hava yerine soğutularak yapılır.



Şekil 2.5. Püskürterek kurutma yöntemine göre mikrokapsülasyon (Ghosh,2006)

2.1.1.7. Sıcak Eriyik Mikroapsülayonu - Ekstrüder Yöntemi

Sıcak eriyik mikroapsülayonu, çekirdek materyalinin, eriyik halindeki polimerin içerisine karıştırılmasıyla gerçekleştirilmektedir. Eriyik polimer cam sıcaklığının altında soğumaya başlayarak kabuk materyalini oluşturur (Mathiowitz, 2000). Kabuk materyali uygun bir solvent içerisinde çözülerek istenen viskozitede ekstrüdere gönderilebilir. Bu durumda çözgen ekstrüder çıkışında sıcak hava ile uzaklaştırılarak katılaştırılır veya kogülayon banyosuna aktarılarak jelleşmesi sağlanır (Thies, 1996; Ghosh, 2006). Şekil 2.6 da yöntemin şematik gösterimi verilmiştir.

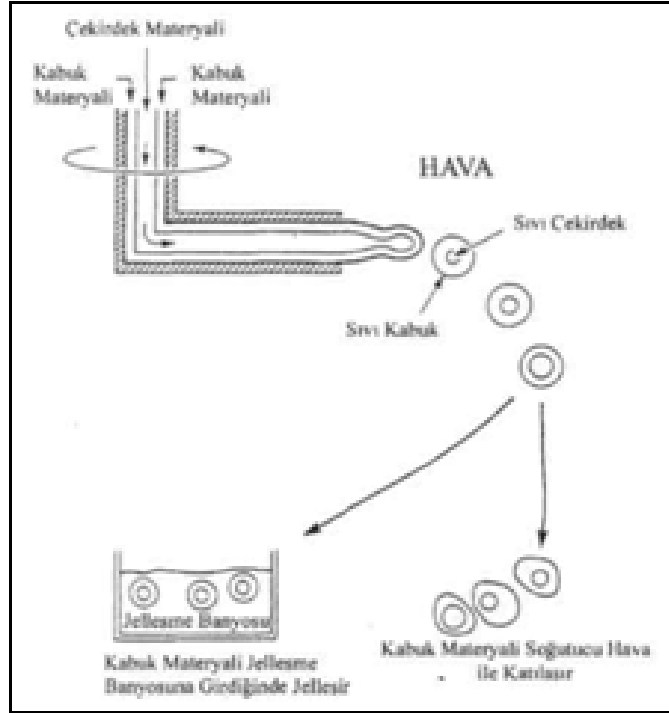


Şekil 2.6 Ekstrüder Yöntemine Göre Mikroapsülayon (Ghosh, 2006)

2.1.1.8. Santrifüj Yöntemi

Yöntem olarak ekstrüder yöntemine benzemektedir. Birbiriyle karışmayan iki sıvıyı dönen memeciklerden geçirerek mikroapsülayon sağlanır. Şekil 2.7 de yöntemine ait şematik gösterim bulunmaktadır. Memecikten çıkan kabuk materyali hızla soğuyarak katılaştır ve çekirdek materyalinin etrafını kaplar. Kabuk materyalinin eriyik halde göreceli olarak düşük

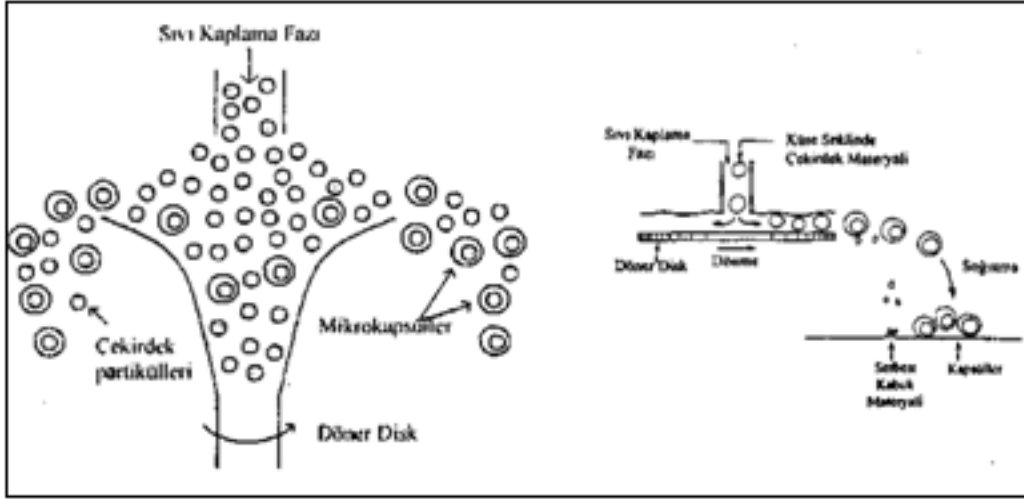
viskoziteye sahip olması, soğutma sırasında hızlı kristalizasyonunu sağlar. Çekirdek madde olarak en uygun olanlar sulu çözeltiler gibi polar yapıdaki çözeltilerdir.



Şekil 2.7. Santrifuj yöntemine göre mikrokapsülasyon (Ghosh,2006)

2.1.1.9. Rotasyonel Süspansiyon Ayırma - Döner Disk Metodu

Bu yöntem ekstrüder, püskürterek kurutma ve santrifüj yöntemine oldukça benzemektedir. Çekirdek materyali, kabuk formülasyonu içerisinde dispers halde birlikte döner disk üzerine beslenir. Diskin kenarında kabuk materyali ile fırlayan çekirdek materyali, kabuk materyalinin soğutulup katılmasıyla kapsül içerisine hapsedilir (Şekil 2.8). Düz, konik veya kase şeklinde diskler kullanılabilir. Bu yöntemin düşük maliyetli, hızlı ve yüksek besleme hızlarıyla çalıştığı ve elde edilen mikrokapsüllerin 150 µm altında boyutlara sahip olduğu belirtilmektedir. Bu metotta iyi sonuç alınabilmesi için çekirdek materyalinin küre formunda cihaza verilmesi gerekmektedir. Kabuk materyalinin viskozitesi önemlidir. Sıcak eriyik halindeki birçok kabuk materyali ile çalışılabilmesine rağmen, viskozitenin 5000 cP den düşük olması gerekmektedir (Thies, 1996).

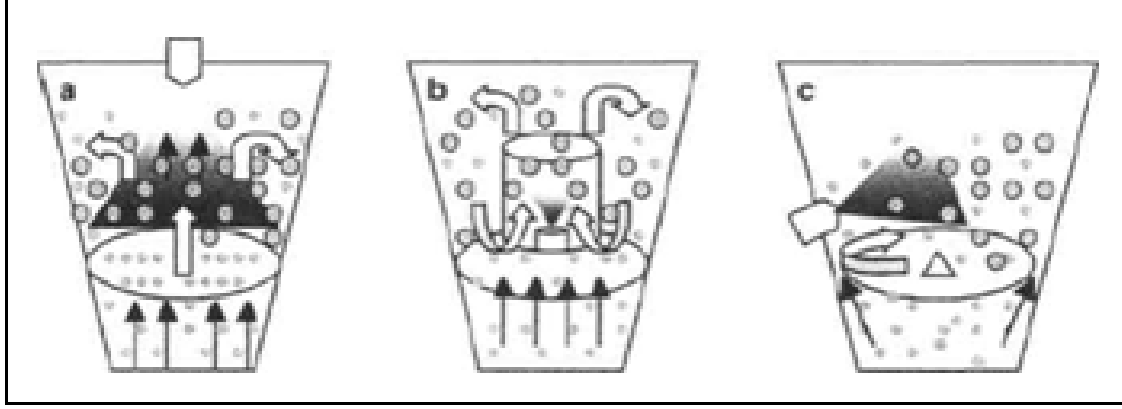


Şekil 2.8 Döner Disk Metoduna Göre Mikrokapsülasyon (Ghosh, 2006)

2.1.1.10. Akışkan Yatak Yöntemi

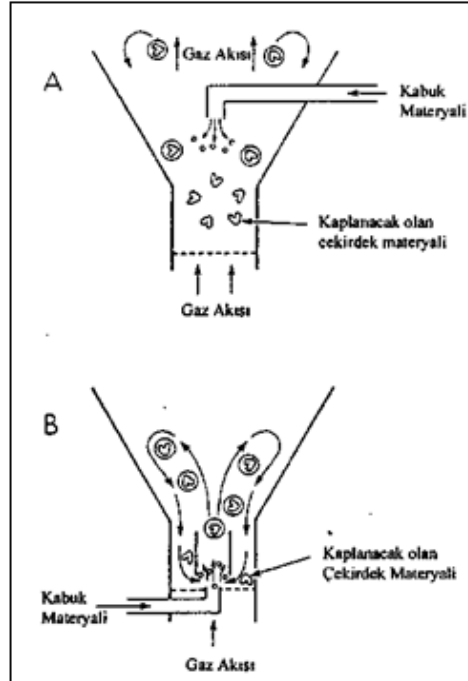
Bu yöntem aynı zamanda Wurster yöntemi olarak da adlandırılmaktadır. Toz halindeki çekirdek madde akışkan yatak kullanılarak havada süspansiyon edilir ve üzerine kapsül çeperini oluşturacak çözelti, süspansiyon veya emülsiyon halindeki kabuk maddesi püskürtülür. Çözücü uzaklaştırılarak kabuk maddesinin çekirdek materyalini kaplaması sağlanır. Bu yöntemle etil selüloz, metil selüloz, stearil alkol, selüloz asetat ftalat, zamklar, mumlar ve reçineler kabuk maddesi olarak kullanılabilir. Üretim kapasitesinin yüksek olması, her şekildeki partikülün kapsüllemesine olanak sağlaması ve uygun kurutma koşulları bu yöntemin avantajlarıdır. Ancak 75 µm'den küçük partiküllerin kaplanmasında dispersiyon gücü bulunmamaktadır. (Kaş, 2002).

Yukarıdan püskürtmeli, aşağıdan püskürtmeli ve teğetsel püskürtmeli olmak üzere üç farklı akışkan yatak kaplayıcı kullanılmaktadır.(Şekil 2.9 ve 2.10) Yukarıdan püskürtmeli akışkanlaştırıcı yatak kaplayıcıda, püskürtme hava akımına karşı gerçekleştirilir. Diğer iki yöntemde göre daha fazla kapsüllemiş partikül elde edilir (Thies 1996, Ghosh, 2006).



Şekil 2.9 Farklı Tipteki Akışkanlaştırıcı Yataklar (a) yukarıdan püskürtmeli (b) aşağıdan püskürtmeli (c) teğetsel püskürtmeli (Ghosh, 2006)

Aşağıdan püskürtmeli akışkan yatak kaplayıcılarda, püskürtme hava akımıyla aynı yönde gerçekleştirilmektedir. Bu yöntem aynı zamanda Wurster yöntemi olarak da adlandırılmaktadır. Kaplama kabininin içerisinde delikli bir plaka bulunmakta ve bu plakanın ortasında silindirik bir memecik yer almaktadır. Kaplanacak olan partiküller delikli plakadan yukarı doğru hareket ettirilir. Püskürtme bölgesine gelen partiküller, püskürtülen kaplama maddesi ile temas eder. Sıcak veya soğuk hava kullanılarak kaplama maddesinin partiküller üzerine çökmesi sağlanır. Bu sayede mikrokapsülasyon gerçekleşmiş olur (Ghosh, 2006).



Şekil 1.10. Yukarıdan (A) ve aşağıdan (B) püskürtmeli akışkanlaştırıcı yatakların çalışma prensibi (Gosh,2006)

Teğetsel püskürtmeli sistemde ise, kabin ile aynı çapta kabinin alt kısmında döner bir disk bulunmaktadır. Proses sırasında döner disk, kabinin kenarı ile aralık yaratacak şekilde yükselir.

Bu aralıktan kaplanacak olan çekirdek materyali gönderilir. Diske teğet memecikten püskürtülen kaplama maddesi (kabuk), çekirdek maddesi ile temas ettiğinde mikrokapsülasyon tamamlanmış olur (Ghosh, 2006).

2.2. Mikrokapsülasyonun Tekstil Endüstrisinde Uygulamaları

2.2.1. Faz Değiştiren Materyaller

Faz değiştiren maddelerin kullanımı ile ilgili olarak, bir çok farklı uygulama alanına yönelik yapılan çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Son yıllarda bu konuda yapılan çalışmaların büyük bir çoğunluğu ise tekstil materyalleri üzerine yoğunlaşmıştır. Aşağıda, yapılan çalışmalar hakkında kısa kısa bilgiler verilmiştir.

FDM için ilk büyük ölçekli uygulama, İngiliz demiryollarının yolcu konforu sağlamak için koltuklara FDM eklemesi olarak kabul edilir. Bu uygulamada erime noktası 44,4°C olan sodyum tiyosülfat pentahidrat kullanılmıştır. (Dinçer ve Rosen, 2002)

Daha yakın bir zamanda NASA tarafından yapılan bir çalışmada; elektronik ortamlar için ısı kararlı bir ortam sağlamak amacıyla FDM kullanılmıştır. (Dinçer ve Rosen, 2002)

Bina uygulamalarında FDM kullanımı ilk olarak 1970'lerde Dr. Maria Telkes tarafından üniversite içindeki bir binada denenmiştir. Bu çalışmada tuz hidratları kullanılmıştır. 1970–1980 arasında bu konuda çalışmalar artmıştır. İlk çalışmalar daha çok bu sistemi güneş enerjisi sistemlerinde kullanmak amaçlıdır. Bu çalışmalar sırasında ticari değerde ilk ürün 27,2°C erime aralıklı bir FDM olup Dow Chemical tarafından üretilmiştir. (Dinçer ve Rosen, 2002).

Sarı ve Kaygusuz (2002), Stearik, palmitik, miristik ve laurik asit yağ asitlerini kullanarak uzun erime donma döngüleri boyunca gösterdikleri kararlılıkları incelemiş 0, 120, 560, 850 ve 1200 erime/donma çevrimi gerçekleştirmiş, belirtilen aralıklarda alınan örneklerin DSC değerlerini belirlemiştir. Sonuçlara göre erime/donma aralığı 0,07–7,87 °C, ergime gizli ısısı -%1 / -%27,7'lik bir değişim göstermekle birlikte değişim çevrim sayısına bağlı düzenli bir değişim şeklinde değildir.

Qingwen ve arkadaşları (2007), FDM kapsüllerinde nano boyutta gümüş parçacıkları kullanmış ve insitu polimerizasyonu ile çekirdekte bromo-hexadecane (% 99 saflıkta, 16-18 °C erime noktasında) ve kabukta aminoplasta yer vermişlerdir. 130 °C lik kurutma işleminden sonra, mikrokapsüller SEM ve TG ile test edilmişlerdir. Nanoparçacıklar, dielektrik ve kuantum hapsedilme etkileri olarak farklıdır. Bu durum termal stabiliteyi daha iyi hale getirmiş, ayrıca gümüş nanoparçacıkları, tekstil ürünlerine antimikrobiyel, mantara karşı olma özelliklerini katmıştır. Duvar dayanımını da arttırmaktadırlar.

Sharma ve ark. (2002), ticari ölçekte (teknik) asetamid, stearik asit ve parafin kullanarak 1500 erime/donma döngüsü gerçekleştirmiş ve bu döngüler boyunca erime aralığı ve erime gizli ısısını kontrol edecek deneyler yapmışlardır. Sonuçta stearik asitin çok geniş bir aralıkta eriyerek iki bölgede erime aralığı gösterdiği belirlenirken, parafin ve asetamidin erime aralığında iyi ısıl kararlılığa ve gizli ısı kapasitesine sahip oldukları kaydedilmiştir.

Dimaano ve Ark. (2002) soğutma uygulamaları için kaprik-laurik asit karışımını kullanmış, önce farklı oranlarda (90:10, 70:30, 50:50) karışımlar hazırlanarak DSC değerlerine bakılmıştır. DSC sonuçlarına göre % 65 mol kaprik %35 mol laurik asit karışımı yüksek kararlık göstermesine rağmen erime noktası 18 °C olduğundan düşük sıcaklık uygulamaları için geliştirilmeye ihtiyaç duyduğu belirlenmiştir. Erime aralığını daha aşağı çekmek için karışıma %10 oranında pentadekan (e.n: 9.9°C) eklenmiştir. Ekleme sonrası düşük sıcaklıklarda soğutma amaçlı kullanılabilir bir karışım elde edilmiştir. Bu çalışmada elde edilen karışımın radyal ve aksiyal ısı dağılımı incelenmiştir.

Feldman ve ark. (1986), farklı yağ asidi karışımları hazırlayarak bunların ısı depolama açısından özelliklerini incelemiş ve yağ asitlerinin alan ısıtma için FDM olarak önerilebileceğini belirtmiştir. Bu çalışmada kullanılan yağ asidi karışımlarının (Kaprik, laurik, palmitik ve stearik) erime aralıkları 30 °C' den 65 °C' ye ergime gizli ısıları 153 J/g 'dan 182 J/g' a kadar çeşitlilik göstermiştir. Ayrıca bu çalışmada yağ asitlerinin ikili karışımlarının ötektik noktalarında belirlenmiştir.

Mehling ve ark. (1999), FDM olarak kullanılacak maddelerde önemli bir problem olan düşük ısı iletkenliği üzerine çalışmışlar ve FDM'in ısıl iletkenliğini bir destek madde üzerinden gerçekleştirerek yeni bir teknik geliştirmişlerdir. FDM grafit içine emdirilerek ısıl iletkenliğin önemli oranda geliştirildiğini rapor etmişlerdir. Çalışmalarında grafitin %80 oranında FDM absorplayabildiği ve 0.2-0.5 (W/mK) dolayında olan FDM ısıl iletkenliğini, grafitin hacimsel

yoğunluđuna bađlı olarak 25- 30 (W/mK) kadar ıkardıklarını ve buna karřılık gizli ısı depolama kapasitesindeki azalışın sadece % 20 civarında olduđunu rapor etmişlerdir.

Xiao ve ark. (2002), termoplastik elastomer içine parafin emdirmiş ve bu yolla FDM'nin ısı iletkenliğini arttırmaya çalışmışlardır. Bu şekilde hazırlanmış FDM'ye grafit eklendiğinde ısı iletkenliđin önemli oranda arttığını kaydetmişlerdir.

Shilei ve arkadaşları (2006) erime noktası 31,4⁰C olan Kaprik asit (Capric Acid; CA) ile erime noktası 44⁰C olan Laurik asit (Lauric Acid; LA)'tin %65:%35; CA: LA ötektik karışımları hazırlanarak erime noktası 19,6 ⁰C olan ötektik bir karışım elde edilmiştir. Bu karışım alçıtaşı ile karıştırılarak 150 mm * 150 mm * 9,5 mm' lik bir duvar numunesi elde edilmiştir. Bu numune 120, 240, 360 termal çevrim sonucu DSC analizleri yapılmış ve çevrim döngüsünün gizli ısı kapasitesine etkisi incelenmiştir. Erime noktasında ve gizli ısı kapasitesinde fark gözlemlenmeyen CA: LA karışımının bina uygulamaları için uygun olduđuna karar verilmiştir.

Özonur ve ark. (2003) termal enerji depolama için kompleks koaservasyon yöntemleri ile parafinin mikrokapsülleri hazırlamışlardır. Bu çalışmada, mikrokapsülleme verimini etkileyen parametreler üzerinde durulmuştur. Kapsül boyutunu etkileyici parametrelerin, karıştırma hızı, süresi ve dış duvar materyallerinin sıcaklığı olduđu gözlemlenmiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin erime-donma çevrimi sırasında fiziksel olarak bozulmadığı gözlemlenmiştir.

Hawlder ve ark. (2002) sprey kurutma ve kompleks koaservasyon yöntemleri ile elde edilen mikrokapsüllerin karşılaştırmalarını içeren bir çalışma yapmıştır. Bu çalışmada farklı parametrelerin kapsülleme üzerindeki etkileri incelenip kapsülleme verimi enerji depolama geri salınma kapasiteleri incelenmiştir. Farklı oranlardaki parafin: dış duvar materyallerinin enerji depolama ve geri kazanma kapasiteleri DSC yardımı ile izlenmiştir. Kullanılan termal enerji depolama materyali parafin olduđundan, parafin miktarı arttıkça enerji depolama ve geri kazanma kapasitesinde bir artış olduđu gözlemlenmiştir.

Özonur (2004) "Düşük sıcaklıkta termal enerji depolamasına uygun faz deđiřtiren maddelerin mikrokapsüllemesi" adlı bir araştırma yapmıştır. Bu çalışmada PCM olarak parafin ve koko yağ asidi karışımları kullanılmıştır. Hazırlanan koko yağ asidi kapsüllerinin 50 erime donma döngüsü sonucunda, erime ve donma noktası aralıklarının deđiřmediđi ve kapsül

yapısının bozulmadığı belirlenmiştir. Erime aralığı 22-24⁰ C olan koko yağ asidi, bina yalıtımında kullanılabilecek uygun bir materyal olarak önerilmiştir.

Özonur ve arkadaşları (2005), hindistan yağ asitleri karışımını, termal enerji depolamada faz değiştiren materyaller olarak kullanmış ve mikrokapsülleme koaservasyon yöntemi kullanmışlardır. Kapsül çeperi için çok fazla alternatif denenmiştir. Mikrokapsüller geometrik şekillerine, faz değiştirme sıcaklıklarına, ortalama partikül boyutuna, kimyasal stabilitesine ve ısıl döngülerine göre nitelendirilmiştir. Jelatin + arap zankı karışımı, Hindistan yağı asitleri karışımı için en uygun çeper malzeme bulunmuştur. Elde edilen kapsüller bina alanında uygulanmıştır.

Schossig ve arkadaşlarının mikrokapsüllenmiş PCM'leri bina yapı maddelerine eklendiği bir uygulamada (2005) öncelikle teorik olarak bir modelleme yapılmış bu modellemeye göre bina uygulamalarına uygun olarak erime noktası 25⁰C PCM' nin kullanılmasına karar verilmiştir. PCM sıva içerisine karıştırılarak ofis uygulamasında denendiğinde, gündüzleri iç ortam sıcaklığını düşürdüğü geceleri ise sıcaklığı arttırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca bu çalışma mikrokapsüllerin bina uygulamalarındaki kullanım kolaylığı üzerinde duruyor.

Faz değiştiren materyaller (FDM), ismin absorblanmasında ve gerektiğinde absorblanan ısının açığa çıkarılmasında kullanılmaktadırlar. Faz değiştiren materyal olarak birçok maddeden faydalanabilmektedir. Tekstil uygulamalarında faz değişim sıcaklığının vücut sıcaklığı civarında olan maddeler tercih edilmektedir. Tekstilde en çok kullanılan faz değiştiren materyaller polietilenglikol ve parafinlerdir. Literatürde inorganik tuzlar kullanılarak yapılan çalışmalar da mevcuttur (Bryant ve Colvin., 1998, 1994). Polietilenglikolün moleküler ağırlığı ve parafinin karbon sayısı faz değiştirme sıcaklığını etkilemektedir (Zhang, 2001).

Tekstil üretimi için ilk yol faz değiştiren materyali lif içerisine hapsedmektir. Bunun için çok çeşitli yöntemler bulunmaktadır:

Polipropilen içerisine polietilen glikol hapsedilebilmektedir.

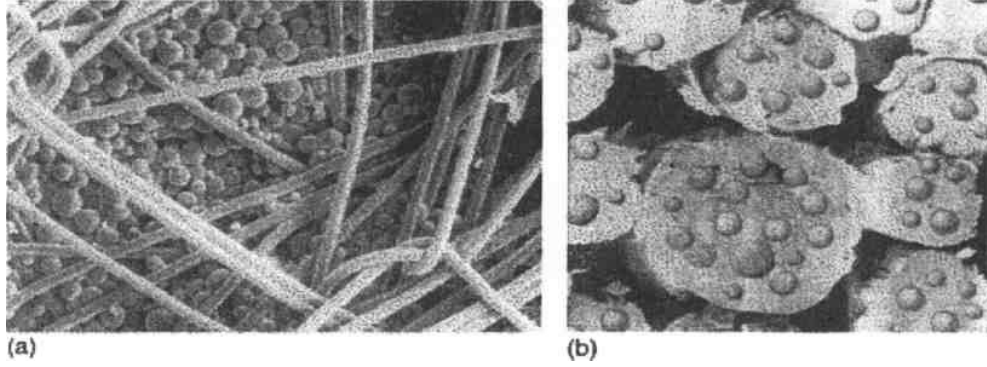
Polietilen içerisine parafin hapsedilebilmektedir.

Akrilik lifleri içerisine parafin hapsedilebilmektedir (Outlast lifleri) (www.outlast.com).

ikinci yol ise faz değiştiren materyal poliüretan içerisine mikrokapsülünerek, tekstil yüzeyine kaplanmasıdır.

Faz değiştiren materyal çapraz bağlayıcı matriks arasında tutuklanarak hem mikrokapsülasyonu hem de tekstil yüzeyine fiksajı gerçekleştirilir (Zhang, 2001).

Şekil 2.11'de lif içerisine ve çapraz bağlayıcılarla kumaş içerisine applike edilmiş faz değıştiren materyal içeren mikrokapsüller görölmektedir.



Şekil 2.11 Faz Değıştiren Materyal İçeren Mikrokapsüllerin (a) Çapraz Bağlayıcılarla (b) Lif içeriside Tekstil Materyaline Uygulanması (www.outiast.com).

FDM içeren tekstiller ve giysiler üzerine arařtırmalar hala devam etmektedir. Zhang (2001) tarafından açıklanan olası uygulamalar Tablo 2.1' de özetlenmiştir.

Nuckols (1999), mikrokapsüllenmiş FDM'ler ile desteklenmiş dalgıç kıyafetinin analitik modeli üzerinde çalışmıştır. Mikrokapsüllenmiş FDM içeren Comfortemp köpüklerin dalışm başlangıç anında dalgıcın ısı kaybını düşürebileceğini göstermiştir. FDM'nin görevi soğuk etkisinin dalgıç giysisi içerisine işlemlerini geciktirmektir. Bu gecikme FDM katılışmcaaya kadar devam eder. FDM katılıştıđında Comfortemp köpük klasik izolasyon ile aynı şekilde davranmaktadır.

Pause (2003) nonwoven koruyucu giysinin ısı etkisinin FDM'nin ince bir polimer filmin içerisine konularak ve kumaşın iç kısmına laminasyon ile uygulanması ile azalacağını göstermiştir.

Uygulama	Kısa Tanımı
Günlük Giyim	İç çamaşın Ceket Spor Giysileri Kayak Giysisi
İş Kıyafetleri	İtfaiyeci Üniforması Kurşun Geçirmez Yelek Dalgaç Giysisi Uzay Giysisi Pilot Giysisi Denizeci Kıyafeti vb.
İç Dekorasyon ve Nevresim	Perdeler Yorganlar Uyku Tulumları
Ayakkabı Astarları	Kayak Ayakkabısı Golf Ayakkabısı
Tıbbi Kullanım	Cerrahi Tül (gazlı bez) Bandaj Bebek Bezleri
İnşaat Elemanları	Çatılarda Çimentonun İçerisinde
Diğer Kullanımları	Otomotiv İçi Pil, Akü Tarım Jeotekstiller

Tablo 2.4. Faz Değiştiren Materyallerin Tekstilde Uygulamaları

Colvin ve Bryant (1995), bir mikro-iklim soğutmalı giysi icat etmişlerdir. Bu giysi, parafinik hidrokarbon esaslı FDM'li cepler içeren ağırlı yelek formundadır. Yeleğin altı adet cebi bulunmaktadır. Kapsüllenmiş FDM'ler bal peteği formunda cepler içerisine yerleştirilmiştir.

Pause (2001), üç tabakadan oluşan bir giysi sistemi bulmuştur. İlk tabaka FDM içeren 10 mikron çapında mikroküreciklere sahip 0.1 mm kalınlığında poliüretan köpük ile kaplanmış poliamiden oluşur. İkinci tabaka yaklaşık %10 ağırlığı kadar parafinik hidrokarbon mikroküreciklerden oluşan akrilik liflerdir. Üçüncü tabaka ise poliamid dokumadır. Pause ayrıca basit termel izolasyon etkisini (BTR), dinamik izolasyon etkisini (DTR) ve BTR ile DTR'nin toplamından elde edilen toplam izolasyon etkisini de (TTR) hesaplamıştır.

Doherty (2001) iki ana kısımdan oluşan bir giysi tasarlamıştır. Dış kısımdaki ilk bölüm ışığı ve ısıyı yansıtan metalik bir deridir. İkinci kısım ise cepler içeren esnek kumaştan (aramid, pamuk, Co/PES vb.) oluşmaktadır. Her bir cepte FDM (n-alkan) içeren keseler bulunmaktadır.

Pause (2002) FDM içeren tekstillerin termal rahatlığı arttırmak için otomobillerde kullanılabileceğini belirtmiştir. FDM içeren tekstillerin otomotivlerin halı ve üst döşemelerine uygulamıştır.

Pause (1999) FDM'ler içeren tekstillerin ameliyat elbisesi, yatak ve yoğun bakım materyali gibi medikal uygulamalar için de kullanılabileceğini göstermiştir.

Salyer (1998) FDM, silika ve karbon siyahı karışımının tekstillerde, ambalajlarda mikrodalga termal enerji depolayan materyal olarak kullanılabileceğini işaret etmiştir.

Su ve arkadaşları (2005) in-situ polimerizasyonu ile FDM içeren, melamin formaldehit kabuklu mikrokapsüller üretmiştir. FDM nin erime sıcaklığı 24 C dir ve faz geçiş ısısı 225 j/g dır. Kabuk materyalinde optimal özelliklere 0.5 ml/dk damlamalarla ve 2°C/10 dk şartlarıyla ulaşılmıştır. Mikro FDMler, üre-formaldehit, çapraz bağlı naylon, melamin-formaldehit, jelatin-formaldehit ve poliüretan gibi kabuk malzemelerle (150°C nin altındaki sıcaklıklarda) işlem görmüştür.

2.2.2. Koku ve Kozmetikler

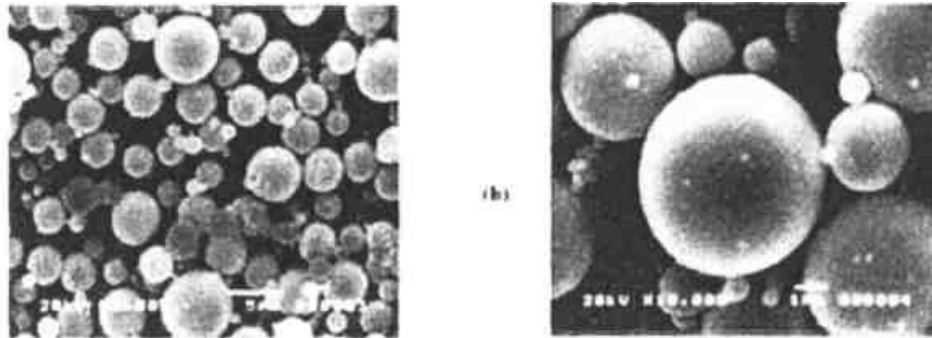
Tüketicinin seçiminde koku önemli bir etkidir. Bundan dolayı giysi üreticileri, karlılarını ve pazardaki paylarını arttırmak için tekstillerin içerisine çeşitli kokular ilave etmektedirler. Kumaşa doğrudan emdirme yöntemine göre koku ilavesi kısa ömürlü olmaktadır. Fakat mikrokapsüllenmiş koku ilave edildiğinde kokunun kalıcılığı arttırılmış olmaktadır. Mikrokapsül hazırlandıktan sonra uygun binder kullanılarak pamuklu kumaş yüzeyine basılır veya kaplanır. Bu amaçla akrilik veya poliüretan binderler kullanılır. (HongvePark, 1999)

Hak ve arkadaşları (2000), β -çiklodekstrinin kabuk materyal olarak kullanılması olanaklarını araştırmışlardır. β -çiklodekstrini selüloz liflerinin üstüne N-metilol-akrilamid kullanarak aşılamışlardır. Bu çalışmada benzoik asidi antibakteriyel ajan ve vanilin de koku olarak kapsüle edilmiştir. Antibakteriyel özelliğin 10 yıkama sonrasında da korunduğunu belirtmişlerdir.

Övez ve Yüksel (2002), çalışmalarında jelatin ve arap zankı polimer karışımlarını kullanarak koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüller oluşturmuşlardır. Bu mikrokapsüllerin formaldehit ve formaldehit/üre ile çapraz bağlı jelatin ve arap zankı koaservatları ortamındaki davranışları, menekşe, limon ve şeftali parfümlerin kullanılarak incelenmiştir. Mikrokapsül duvarındaki formaldehit miktarı arttıkça mikrokapsüllerden salınan parfüm konsantrasyonunun azaldığı, formaldehit ortamına üre ilave edildiğinde ise bu salınmanın daha da azaldığı gözlenmiştir.

Chao-Xia ve Shui-Lin (2003), β -çiklodekstrin kullanarak kokulu kumaşların yapımında alternatif bir prosedür önermişlerdir. Koku içeren β -çiklodekstrin selüloz lifine heterobifonksiyonel reaktif boya kullanılarak fiksajı sağlanmıştır.

Hong ve Park (1999a), melamin-formaldehit reçinesi ile Migrin yağını mikrokapsüllemişlerdir. Akrilik binder kullanarak pamuklu kumaş yüzeyine applike etmişlerdir. Özellikle 10 μ m'den küçük mikrokapsüllerin yıkamaya karşı daha dayanıklı olduklarını belirtmişlerdir. Şekil 2.12.'de migrin yağı içeren Melamin-Formaldehit mikrokapsüllerine ait SEM fotoğrafları görülmektedir.



Şekil 2.12. Migrin Yağı İçeren Melamin Reçinesi Mikrokapsüllerinin SEM Görüntüleri, a) X 3500 b) X 10 000

Hong ve Park (2000), başka bir çalışmada poly(L-laktit) mikrokapsülleri oluşturarak lif yüzeyine akrilik binder aracılığı ile bağlamışlardır. İşlemin ayrıntılan şu şekilde belirtilmiştir. 50 mi %10 koku içeren çözelti ve %10 sodyum tetrat dihidrat çözeltileri hazırlanır. Su/yağ (w/o) emülsiyonu, hazırlanan sulu çözeltilerin 3500 rpm hızda kanştımlan ve içerisinde %2 poli(L-laktit) ve %1 Span 80 bulunan 200 mi diklormetan içerisinde ilavesiyle elde edilir. %2 polivinil alkol içeren çözeltiden 200 mi ilave edilir ve 30 dakika kanştınlır. Ardından 200 rhl %2 polivinil alkol içeren çözeltiden tekrar ilave edilir. Oluşan bu (su/yağ)/yağ emülsiyonu 2 °C/dakika hızda 40 °C oluncaya kadar ısıtılır. Böylece diklormetan uzaklaştırılır. 2 saat karıştırmaya devam edilerek

poli(L-laktit) sıvı çekirdek çözeltisi üzerine çökmesi sağlanır. Daha sonra yıkanarak 40 °C'de vakumlu kurutucuda kurutulmaktadır.

Hong ve Park (1999b), arayüzey polimerizasyonu yöntemi kullanarak, farklı yumuşak kısımlara sahip poliüretan mikrokapsülleri hazırlamışlardır. Çekirdek madde olarak migrin yağı (koku), monomer olarak 2,4-tolien diisosiyanat ve farklı polioller (polietilen glikol -400, 600, 1000, 2000 moleküler ağırlığa sahip, etilen glikol, 1,4-bütan diol ve 1,6-hekzan diol) kullanılmıştır. PolioPun moleküler ağırlığındaki düşüşün, kabuk polimerindeki hidrofobik katı segmentlerin artmasından dolayı daha gözenekli ve geçirgen mikrokapsüller oluşturduğunu belirtmişlerdir.

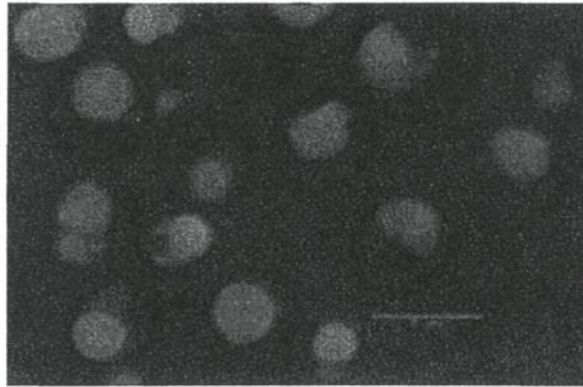
Hong ve Park (1999c), migrin yağını alifatik isopron disosiyanat (IPDI) ve aromatik 2,4-tolien disosiyanat (TDI) kullanarak poliüre kabuk materyali içerisinde mikrokapsüllemişlerdir. Alifatik IPDI ile ortalama partikül büyüklüğünün azaldığını ve partikül boyut dağılımı arttığını; termal stabilite açısından da IPDI, TDI göre çok daha yüksek termal stabilite gösterdiğini belirtmişlerdir.

Lee ve arkadaşları (2002), farklı pH ve melamin-formaldehit oranlarında Floral yağı (koku) içeren mikrokapsüller elde etmişlerdir. pH ve mol oranının melamin-formaldehit önpolimerinin ayrılmasında etkili olduğunu ve bunun sonucunda mikrokapsüllerin morfolojik özelliklerinin değiştiğini vurgulamışlardır. Elde edilen kapsülleri pamuk lifine applike etmişlerdir.

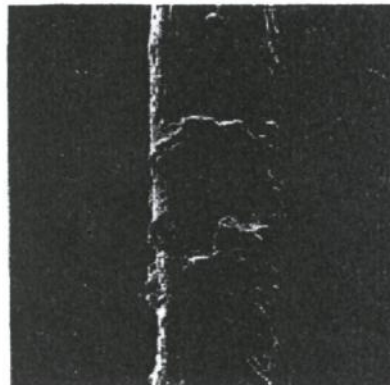
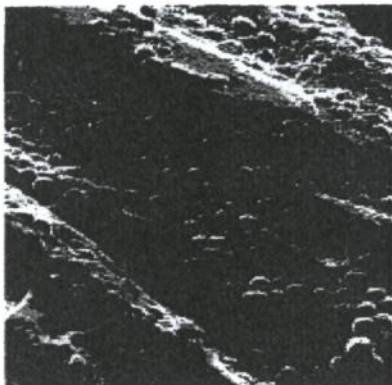
Badulescu ve arkadaşları (2008), etil selülozu kabuk maddesi olarak kullanarak rosemary yağını (koku) koaservasyon yöntemine göre mikrokapsüllemişlerdir. Etilasetatın suda doymuş çözeltisine etilselüloz ve yağın çözündüğü etilasetat çözeltisini ilave ederek emülsiyon elde etmişlerdir. Emülsiyon stabilite kazandıktan sonra ortama su ilavesi yaparak, etilasetatın fazdan ayrılarak su içerisinde karışması sağlanmıştır. Bu sayede etilasetat içerisinde çözünen fakat suda çözülmeyen etil selüloz katılarak çekirdek maddenin etrafında zar oluşturmuştur. Elde edilen mikrokapsülleri siyanamid ve Af, JV-disikloheksilkarbodiimid katalizatörleri varlığında 1,2,3,4-bütan tetra karboksilli asit ile pamuk lifine aktarmışlardır. Katalizatörlerin çeşitli süre ve sıcaklıklardaki etkilerini incelemişlerdir. 1,2,3,4-bütan tetra karboksilli asit ile işlem sırasında etil selülozun selüloza bağlanmasını, selülozda bulunan hidroksil gruplarının birbiriyle çapraz bağlanmasını ve etil selülozda bulunan hidroksi gruplarının birbiriyle çapraz bağlanmasını eş zamanlı gerçekleştiğini ifade etmişlerdir.

Son yıllarda nemlendirici, selülit önleyici, yaşlanmayı geciktirici maddeler gibi kozmetik ürünleri içeren tekstiller pazarda yer almaya başlamışlardır. Specialty Textile Products Ltd. A, D, E vitaminleri ve Aloe Vera içeren Biocap ticari markalı mikrokapsüller üretmektedir (Holme, 2003). Cognis firması çeşitli kozmetik maddeler içeren SkinTex serisi ile pazarda yer almaktadır. SkinTex'in kabuk materyali kitosandan oluşmaktadır

Nelson ve arkadaşları (1991), maya hücrelerinin (*Saccharomyces cerevisiae*) (Şekil 1.12) içini doldurarak mikrokapsülasyonu gerçekleştirmiştir. Daha sonra çekirdek materyali içeren hücreler çapraz bağlayıcı maddeler ve binderler kullanılarak selüloz ve yün lifine bağlanmıştır. İşlem şu şekildedir: ilk önce maya hücreleri yıkanır, kurutulur. Çekirdek madde etanol içerisinde çözülür. Daha sonra hücre bu çekirdek maddesiyle doldurulur. Etanol uzaklaştırılır. Su içerisinde tekrar süspansiyon edilir ve Vinamul 6705 reçinesi ilave edilir. Nelson (2002), maya hücrelerini kabuk materyali olarak kullanılmasının, yüksek doldurma kapasitesi, termoplastik olmaması, ışık, oksijen ve zararlı ortamlardan koruması ve maliyetinin düşük olması gibi avantajları olduğunu belirtmiştir.



Şekil 1.12 Sage Yağı İçeren Maya Hücreleri (Nelson ve arkadaşları 1991).



Koku içeren mikrokapsüller tekstil sektöründe ticari ürün olarak uzun süredir kullanılmaktadır. RT Dodge, Welbeck Fabrics, Celesence International, The Matsui Shikiso Chemical Co., LJ Specialities, Eldorado Int. Co., Speciality Textile Products Ltd. (STP), Harko-Werke GmbH, Euracli vb. birçok firma koku içeren tekstil ürünlerini ticari olarak üretmektedir (Carpio, 2000, Nelson, 2002, www.packline-fance.com/euracli/uk/do)

2.2.3. Güç Tutuşurluk Uygulamaları

Fosfatın suda çözünürlüğü nedeniyle güç tutuşurluk bitim işlemi kalıcı olmamaktadır. Giraud ve arkadaşları (2002), di-amonyum hidrojen fosfatı (DAHP) poliüretan (PUR) kabuk içerisine kapsüllemişlerdir. DAHP içeren mikrokapsüllerin termal parçalanma davranışlarını incelemişlerdir. Poliüretan ile mikrokapsüllemiş fosfatın önemli güç tutuşurluk etkisi gösterdiğini belirtmişlerdir. Ayrıca değişik PUR:DAHP oranlardaki etkiyi incelemişlerdir.

Giraud ve arkadaşları (2004), di-ammonium hydrogen phosphate (DAHP) çekirdek malzeme olarak kullanmış ve sırasıyla polieter-poliüretan ve poliester-poliüretan kabuk malzemeleriyle iki farklı mikrokapsül elde etmişlerdir. Mikrokapsüller alev geciktirici poliüre ile tekstil ürünü üzerine kaplama işlemi ile aktarılmıştır. Amaç polimerik malzeme ile kalıcı alev gecikme etkisini vermektir. Her iki mikrokapsül de alev dayanımını artırır malzeme etkisi göstermiştir. Kaplama malzemesiyle beraber, poliester-poliüretan kabuklu mikrokapsüller, en az miktarda duman ve CO miktarına sahiplerdir. Poliüretan/üre aşınma dayanımı, su geçirmezlik özelliği, deri görünümü gibi üstün özelliklere sahip olan tek polimerdir. Mikrokapsüller iki farklı teknik ile üretilmişlerdir. Arayüzey polimerizasyonu ve çözelti buharlaştırma yöntemidir.

Giraud ve arkadaşları (2005), DAHP içeren arayüzey polimerizasyonu ile elde edilen poli(eter/üretan/üre) ve solvent uzaklaştırılması ile elde edilen poli(ester/üretan/üre) mikrokapsüllerini karşılaştırmışlardır. Pamuk lifinin poliüre esaslı mikrokapsüller ile kaplanmasının iyi bir güç tutuşurluk etkisi sağladığını belirtmişlerdir. Poliester-poliüretan kabuğa sahip mikrokapsül uygulamasının en düşük duman ve karbon monoksit miktarı verdiğini belirtmişlerdir.

Saihi, Vorman, Giraud ve Bourbigot (2005), koaservasyon tekniği kullanarak DAHP'yi jelatin - poliüretan ve polivinil alkol - poliüretan kabuk ile mikrokapsüllemişlerdir. Her iki tipteki

mikrokapsülün, yüksek termal dayanım gösterdiğini ve güç tutuşurluk maddesi olarak kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

2.2.4. Boya, Baskı ve Ağartma Uygulamaları

Son yıllarda fotokromik ve termokromik boyalar içeren mikrokapsüller kullanılmaya başlanmıştır. Nelson (2002), bu boyaların faz ayrılması ve ara yüzey polimerizasyon yöntemleri ile mikrokapsüllendiğini ve özellikle üre ve melamin-formaldehit sistemlerinin en yaygın sistemler olduğunu belirtmiştir.

Lipozomlar fosfolipid yapıdaki maddelerdir. Seçici geçirgen ve esnek bir zar özelliği gösterirler. Hem hidrofilik hem de lipofilik maddeler için taşıyıcı görevi üstlenirler. Marti, Cöderch, De la Maza, Manich, ve Parra, (1998), yün ve yün/PES karışımların boyanmasında lipozomlar carrier olarak kullanmıştır. Yünün asit, 1:2 metal kompleks ve dispers boyalarla boyanmasında ve klorlama (ağartma) işlemlerinde kullanıma yönelik birçok araştırma vardır (De La Maza, Parra, ve Bosch, 1991; De La Maza ve Parra, 1993; De la Maza, Manich ve ark. 1995).

Soane ve arkadaşları (2003), selüloz liflerinin reaktif boyarmaddelerle boyanmasında mikrokapsülleri kullanarak reaktifliği olmayan boyaların kullanılabileceğini önermişlerdir. Leyko indigo ve indigo boyarmaddelerinin, maleik anhidrit veya stiren-maleik anhidrit ve polietilenimin kombinasyonlarıyla mikrokapsüle edilerek kumaşa aktarılabileceğini belirtmişlerdir. Fazla miktardaki maleik anhidrit grupların reaktif grup işlevi görerek selülozdaki -OH grupları ile reaksiyona girdiğini kanıtlamışlardır.

Christie ve Bryant (2005), siyah poliamid/likra kumaş üzerine filmdruck baskı ile 4 tip mikrokapsüllenmiş termokromik boya aktarmışlardır. Kabul edilebilir düzeyde yıkama haslığına ancak düşük derecede ışık haslığına sahip baskı sonuçlarına ulaşılmıştır.

Yi, Jihong ve Shuilin (2005), %100 PES kumaşı, herhangi bir yardımcı madde kullanmadan mikrokapsüllenmiş CI Disperse Blue 56 boyarmaddesi ile boyamışlardır. Boyama düzgünlüğünün arttığını; yıkama ve sürtme haslıklarının indirgen yıkama yapılmış klasik boyama kadar iyi sonuç verdiğini belirtmişlerdir. Atık suyun filtreden geçirildiğinde mikrokapsüllü boyarmaddenin filtrede kaldığını fakat mikrokapsülsüz boyarmaddenin filtreden geçtiğini bildirmişlerdir. Kimyasal oksijen ihtiyacı ve biyolojik oksijen ihtiyacı değerlerinin, mikrokapsüllü boyalarda daha düşük çıktığını belirtmişlerdir.

Son yıllarda geniş uygulama alanı bulan ink-jet baskı sistemlerinde de mikrokapsüllenmiş boyarmaddeler kullanılmaktadır.

2.2.5. Diğer Uygulamalar

Mitsubishi Firması, temizleme çözümleri olarak mikrokapsüllü parafin, tunç yağı ve oktan içeren polipropilen dokusuz yüzeyden oluşan temizleme bezi üretmiştir (Nelson, 2002).

Böcekler ve toz akarları ile mücadele için akar ve böcek ilaçlarının mikrokapsülasyon tekniği ile tekstillere uygulanması araştırılmıştır (Holme, 2003). Mikrokapsülasyon sayesinde zararlı kimyasalların kullanıcıya zarar vermeyecek dozlarda ve uzun süre zarfında ortama kontrollü salımı hedeflenmiştir. Soane ve arkadaşları (2003), 3-(trimetoksisilil)-propiloktadesildimetil, gümüş nitrat ve 2-bromo-2-nitropropan-1,3-diol gibi antifungal ve antibakteriyel maddelerin mikrokapsüllenebileceğini belirtmişlerdir. Thor Chemicals firması permethrini mikrokapsülleyerek böcek kovucu uygulamalar yapmıştır. Speciality Textile Products Ltd., Silver Cap olarak isimlendirdiği mikrokapsülün duvarına gümüş nano partiküller yerleştirmiştir. Bu sayede etkili antimikrobiyal etki sağlanmıştır. Silver Cap 650 farklı virüse karşı etkilidir (Holme, 2003).

Koruyucu giysiler için mikrokapsüllenmiş biyosensörler ve kimyasal sensörler içeren uygulamalar bulunmaktadır (Aggarwal, Dayal, ve Kumar, 1998).

Soane ve arkadaşları (2003), manyetik parçacıklar içeren nanopartiküllü tekstillerin; giysilerin çalınmasını önleyeceğini, günümüzde kullanılan alarmların yerini alacağını iddia etmektedir.

Gundjian ve Kuruvilla (2000), giysi-marka taklitçiliğinin önlenmesinde mikrokapsülasyon teknolojilerinden faydalanabileceğini belirtmiş ve bununla ilgili olarak patent geliştirmişlerdir. Bu patente mikrokapsüllenmiş boyarmaddeler tekstil yüzeyine marka veya firma ismi olarak aplat edilir. Daha sonra aktivatör sayesinde mikrokapsüller parçalanarak boyarmaddelerin ya UV ışık altında ya da görünen bölgede belirginleşmesi sağlanır.

Goetzendorf-Grbowska, Krolikowska ve Gadzinowski (2004), triclosan içeren poli(L,L-laktit) mikrokapsüllerini solvent uzaklaştırma yöntemine göre elde etmişlerdir. Elde edilen mikrokapsüller viskoz esaslı dokusuz yüzey kumaşa, püskürtme ve emdirme yöntemine göre aplat edilir.

edilmiştir. Triclosan mikrokapsülleri aplike edilmiş kumaşların antibakteriyel özellikte olduğunu belirtmişlerdir.

Hong ve Park (1999), melamin formaldehit reçinesi ile Migrin yağını mikrokapsüllemişlerdir. Akrilik binder kullanarak pamuklu kumaş yüzeyine yapıştırmışlardır. Başka bir çalışmada ise poly (L-laktit) mikrokapsülleri oluşturarak lif yüzeyine akrilik binder aracılığı ile yapıştırmışlardır. (2000)

Nelson ve arkadaşları (1991), maya hücrelerinin içini doldurarak mikrokapsülasyonu gerçekleştirmiştir. Daha sonra çekirdek materyali içeren hücreler çapraz bağlayıcı maddeler ve binderler kullanılarak selüloz ve yün lifine bağlanmıştır.

Zhang ve arkadaşları (2004), sikloheksan ile n-oktadekanı, melamin formaldehitin in-situ polimerizasyonunda yağ fazı gibi karıştırmışlardır. 100° C lik bir sıcaklıkta sikloheksan uzaklaştırılmış ve mikrokapsül içerisinde bir boşluk oluşturulmuştur. Mikrokapsül kabuğunun geçirgenliği, sikloheksan içeriği arttıkça düşmüştür. Sikloheksanın uzaklaşması ile oluşan boşluklar, sıcaklık arttıkça ve kabuğa az basınç uygulandıkça, n-oktadekanın kapsül içerisinde genişmesine izin vermektedir. Böylelikle kabuklar daha rahat korunur ve termal stabilizasyon artışı sağlanmıştır.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Çeper Maddeler

Çeper madde olarak biyolojik olarak parçalanabilir, doğal polimerler, jelatin ve arap zamkı seçilmiştir.

3.1.1. Jelatin

Jelatin hidrolize uğramış amorf kolejendir. Jelatin molekülünü oluşturan amino asitlerin birleşimi çeşitli araştırmacılar tarafından araştırılmış makromolekülü oluşturan aminoasitlerin yüzdelerinin, jelatinin kaynağına göre değişim gösterdiği saptanmıştır. (CONSİDİNE, D.M., 1974) Tablo 3.1.'de jelatini oluşturan amino asitlerin ortalama yüzdeleri verilmiştir. Burada amino asit yüzdesi, makromolekülü oluşturan her yüz amino asit birimi içinde, verilen amino asidin tekrarlanma yüzdesidir.

İyonize olmamış yapıda amino asit ve çift polar iyonik yapıda amino asit yapısal özellikleri çözeltinin pH'ına göre değişir.

Karboksilik asit grupları nötr ya da bazik pH'ta negatif yüklü iken, asidik ortamda bu negatif yüklerini kaybederler. Amino grupları ise asidik veya nötr pH'ta pozitif yüklüken, bazik pH'ta NH₂ pozisyonunu alırlar. (PAUSE, B., 2003)

Tablo 3.1. Jelatini Oluşturan Amino Asitler

<u>AMİNO ASİT</u>	<u>FORMÜLÜ</u>	<u>JELATİN İÇİNDEKİ MOL KESRİ(%)</u>
Glycine	C ₂ H ₅ O ₂ N	32,6
Alanine	C ₃ H ₇ O ₂ N	11,6
Valine	C ₅ H ₁₁ O ₂ N	2,3
Leucine	C ₆ H ₁₃ O ₂ N	4,3
Methionine	C ₅ H ₁₁ O ₂ NS	0,6
Proline	C ₅ H ₉ O ₂ N	13,8
Hydroxproline	C ₅ H ₉ O ₃ N	10,3
Serine	C ₃ H ₇ O ₃ N	3,3
Threonine	C ₄ H ₉ O ₃ N	1,3
Tyrosine	C ₉ H ₁₁ O ₃ N	0,1
Lysine	C ₆ H ₁₄ O ₂ N ₄	3,0
Arginine	C ₆ H ₁₄ O ₂ N ₄	4,5
Histidine	C ₆ H ₉ O ₂ N ₃	0,7
Aspartic Asit	C ₄ H ₇ O ₄ N	6,6
Glutamik Asit	C ₅ H ₉ O ₄ N	3,8

3.1.2. Arap Zamkı

Arap zamkı ya da akasya zamkı, Ca, Mg, K katyonları taşıyan kompleks polisakkarit tuzudur. (CONSİDİNE, D.M., 1974) Polisakkaritler karbonhidrat polimerlerinin glikosidik bağlarla bileşmesiyle oluşurlar.

Arap zamkının hidrolize edilmesi ile oluşan L-arabinose, L-ramnoz, D-galaktoz, D-glukuronik asid monosakkarit bileşimleri Tablo 3.2.'de verilmiştir. (MİYAZAWA, Y., BLOUT, E.R., 1961)

Tablo 3.2. Arap Zamkını Oluşturan Monosakkaritler

<u>MONOSAKKARİT</u>	<u>FORMÜLÜ</u>	<u>ARAP ZAMKI İÇİNDEKİ MOL KESRİ(%)</u>
D- glukuronik asid	$C_6H_{10}O_7$	16
D-galaktopyronos	$C_6H_{12}O_6$	52
L-arabinofuranos	$C_5H_{10}O_5$	19
L-ramnoz	$C_6H_{12}O_5$	12

3.2. Çekirdek Madde

Buhar distilasyonu ile elde edilmiş yağlar ilaç hammadesi Aromaterapi-Aromakozmetik özelliklerde dahili ve harici olarak kullanıma sunulan esansiyel yağlardır. Uçucu yağlar M.Ö. 3000 yılından beri bilinen ve tıpta da, alternatif tedavide ve kozmetikte kullanılan doğal olarak bitkilerden elde edilen yağlardır. Bu değerli yağlar bitkilerin çiçek meyve, kabuk yaprak, rizom, reçine ve odun kısımlarından elde edilmektedir. Uçucu yağlar özellikle soğuk algınlığında, stres giderici olarak, uyku düzensizliklerinde bağışıklık sistemini uyarıcı olarak ve kozmetik alanında ağırlıklı olarak kullanılmaktadır.

Ülkemizde 50' nin üzerinde uçucu yağ üretilmekte ya da ithal edilmektedir. Bunların önemli bir bölümü çeşitli rahatsızlıklar için ve alternatif tıbbi tedavilerde ilaç kategorisine girmeden kullanılmakta, bir kısmı da cilt ve saçlarda kozmetik ürünlerde birlikte veya yalnız olarak kullanılmaktadır.

Doğal olmaları, çevreye zararlı bileşenler içermemeleri sebebiyle core madde olarak doğal bitkilerden ve çeşitli meyvelerden elde edilen bitkisel yağlar tercih edilmiştir.

Isıl regülasyon sağlamak için hindistan cevizi yağı kullanılmıştır. Hindistan cevizinin erime sıcaklığı oda sıcaklığına yakın olması sebebiyle, günlük kullanımda daha kolay tepki verebileceği için tercih edilmiştir. Daha sonra hindistan cevizi yağının yanına antibakteriyel özeliğinden ve böcek savar özelliklerinden faydalanmak için limon yağı, fesleğen yağı, kimyon yağı kullanılmıştır. Ayrıca Uludağ Üniversitesi Kimya Bölümü öğretim görevlilerinden Dr. Hasene Mutlunun sentezlediği HL' (2-fenil-1,2,3,4-tetrahidrokinazolin-2-karbaldehid oksim) maddesi antibakteriyel özelliği tekstil ürünlerinde denenmek için çalışılmıştır.

3.3. Yöntem

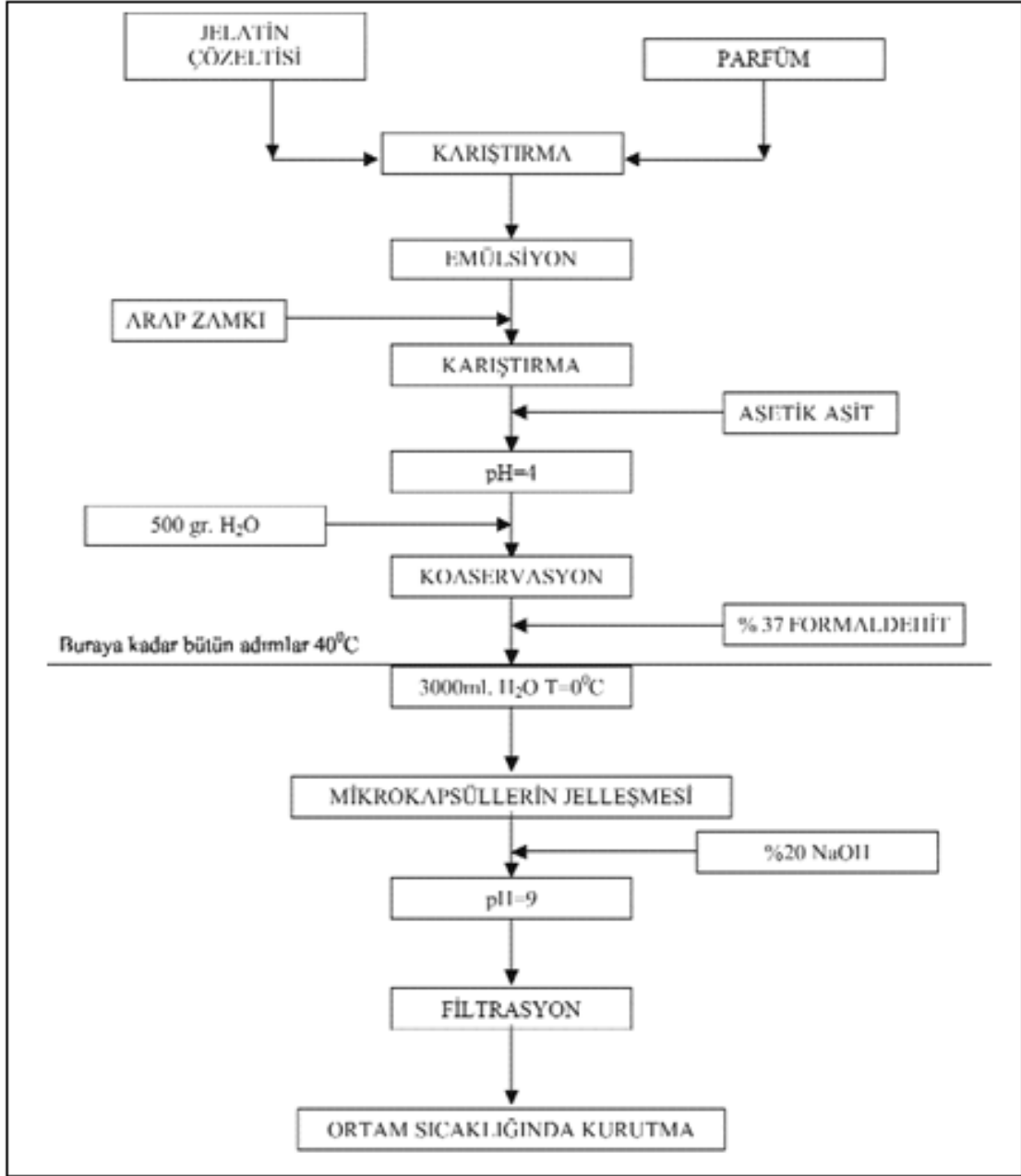
Mikrokapsüllerin hazırlanması için koaservasyon yöntemi tercih edilmiştir. Bu yöntem suda çözünmeyen yağlar için en uygun yöntemdir.

Kapsülasyon işleminde çekirdek maddesi olarak suda çözünmeyen bir yağ seçilir. Kolloidleri taşıyan su içinde, yağ fazının, mekanik karıştırma ile damlalar halinde dağıtılması ve bir su içinde yağ emülsiyonu (o/w) yapılması gerekir.

Yağ-su arayüzeyinde, arayüzey gerilimini düşürüp, emülsiyon oluşmasını kolaylaştıracak hidrofilik kolloidler, jelatin ve arap zıncı 1:1 oranda ve %10 (ağırlık) konsantrasyonundadır.

Koaservasyonla, pH ayarlanarak su moleküllerinden ayrılıp, birbirleriyle gruplar oluşturan, kolloidler yağ damlalarının çevresinde toplanıp, katı bir yüzeyi kaplar gibi yağ damlalarını örterler. Böylece kapsül duvarını oluşturan, kolloidlerin daha sıkışık bir polimer ağını oluşturabilmeleri için ortama karışı-bağ yapıcı, formaldehid, glutaralehid gibi maddeler ilave edildi.

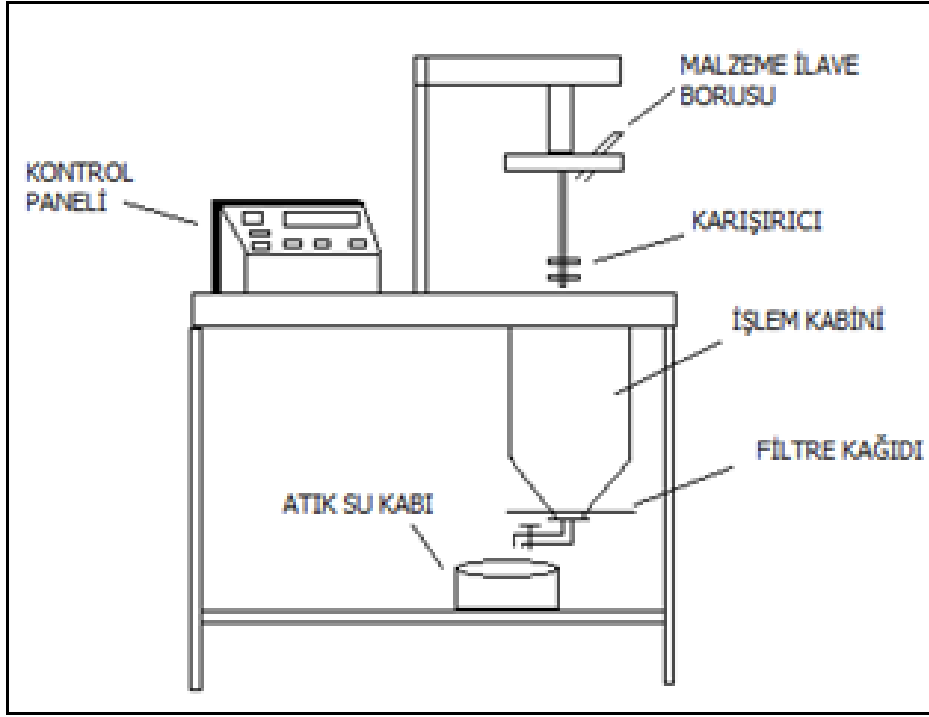
Kapsül duvarlarını oluşturan jelatin ve arap zıncı kolloid damlaları 1:1 oranda ve %10 (ağırlık) konsantrasyonundadır. Kolloidçe zengin duvar tabakasının jelleşmesi için koaservasyon ortamının sıcaklığı düşürülür. Şekil 3.1. de kapsül yapımı şematik olarak gösterilmiştir. (Övez, 2002) Elde edilen kapsüllerin, asidik ortamda birbirlerine yapışarak gruplaşmasına engel olmak için karışımın pH'ı 9'a ayarlanır. Süzülerek su fazından ayrılan kapsüller oda sıcaklığında kurutulur.



Şekil 3.1. Koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretimi akış şeması.

3.3. Kullanılan Cihazlar

Çalışmalar esnasında koaservasyon işleminin yapıldığı atmosferik basınç altında çalışan polimerizasyon cihazı Berteks firmasının destekleriyle firma bünyesinde yapılmıştır. Şekil 3.2.'de polimerizasyon cihazının şematik bir görüntüsü bulunmaktadır.



Şekil 3.2. Polimerizasyon cihazının şematik görüntüsü

Elde edilen mikrokapsüllerin erime–donma sıcaklıkları ve bu esnada yaydıkları ve ihtiyaç duydukları enerji miktarları Mettler-Toledo ‘nun DSC cihazında azot gazı altında yapılmıştır.



Şekil 3.3. DSC cihazı



Şekil 3.4. FTIR chazı

Etken maddenin varlığının belirlenmesi ve elde edilen üründe etken maddenin spektrumunun değişiminin gözlenmesi için FTIR analizleri yapılmıştır. Bu çalışmalar Uludağ Üniversitesinin Kimya Bölümü laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

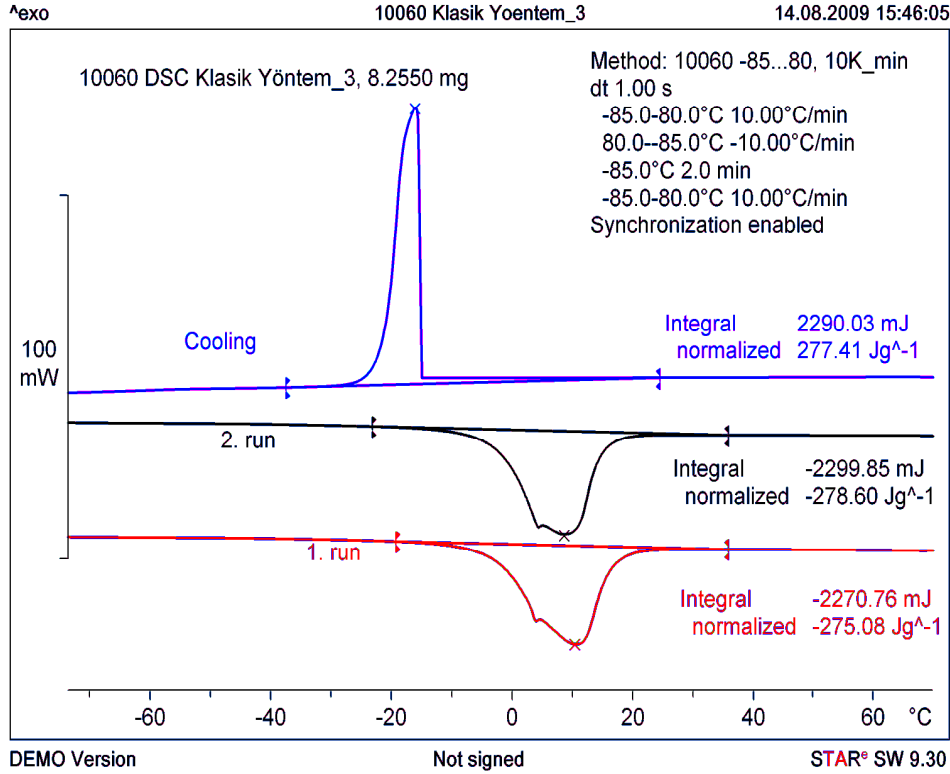


Şekil 3.5. Endüstriyel Mikroskop

Elde edilen mikrokapsüllerde ki su molekülleri yeterli miktarda uzaklaştırılmadığı için sem görüntüleri yeterli netlikte elde edilememiştir. Bu sebeple Uludağ Üniversitesi Kimya Bölümü laboratuvarlarında bilgisayar destekli Leica DFC 320 endüstriyel mikroskopta görüntüleri alınmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. DSC Sonuçları

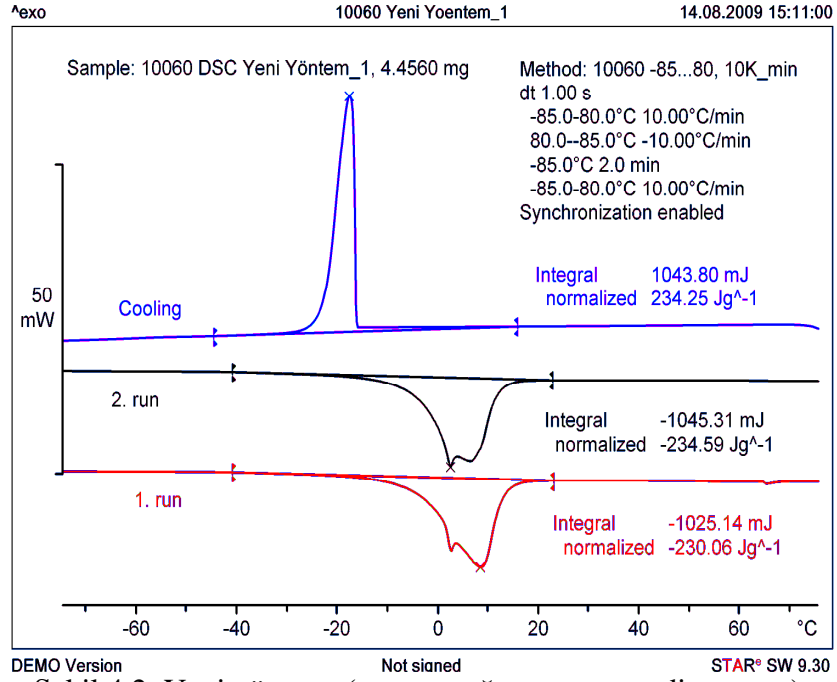


Şekil 4.1. Klasik Yöntem, (ısıtma, soğutma, ısıtma diyagramı)

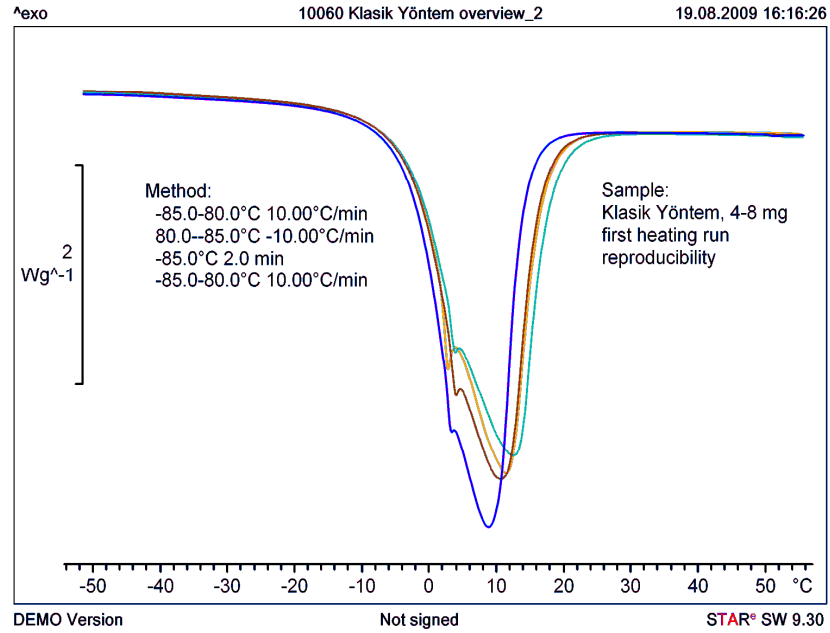
Şekil 4.1 ve 4.2 maddelerin ısıtma, soğuma, ısıtma diyagramlarını göstermektedir. Her iki maddede iki farklı pik vermektedir. En önemli fark bu iki pikin birbirinden farklı şeklinin olmasıdır. Şekil 4.3 ve 4.4’de tekrarlanabilirlikleri gösterilmektedir. Grafiklerden her erime-donma döngüsünde aynı oranda enerji yayılımı gerçekleştiği görülmektedir. Maddeler 0°C ile 25°C arasında enerji yayılımı yapmaktadır. 12-13°C civarında ortama yayılan enerji miktarı max. ulaşmaktadır. Bu esnada ortalama 1050 mJ’luk enerji yayılmaktadır.

Sample	Klasik Yoentem	Yeni Yoentem
1.Tur erime	-272.9 J/g ± 4.7 J/g	-236.7 J/g ± 4.2 J/g
Ortalama sıcaklık	30 °C	20 °C
2.Tur erime	-276.7 J/g ± 4.3 J/g	-240.6 J/g ± 3.7 J/g
Ortalama sıcaklık	30 °C	20 °C

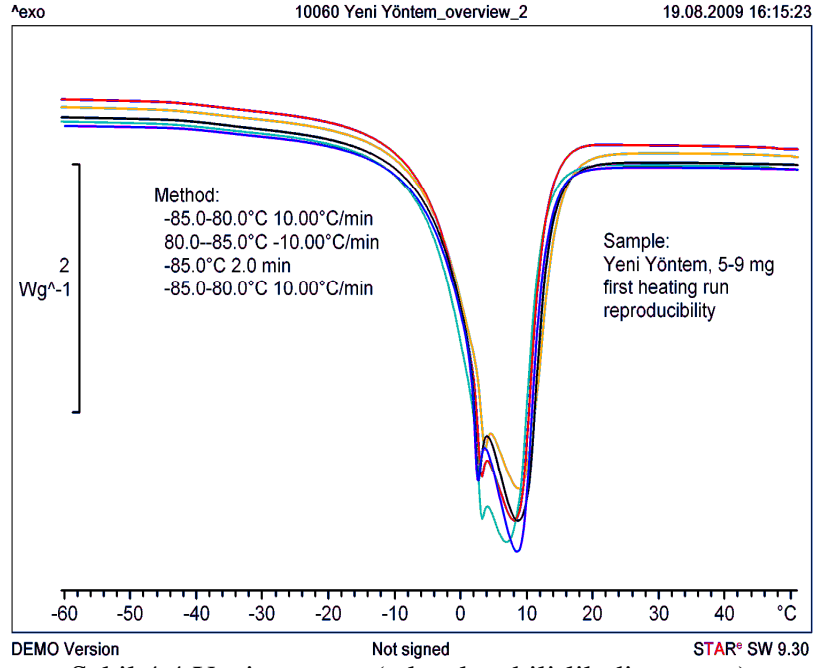
Tablo 4.1. Erime entalpileri ve dereceleri



Şekil 4.2 Yeni yöntem, (ısıtma, soğutma, ısıtma diyagramı)



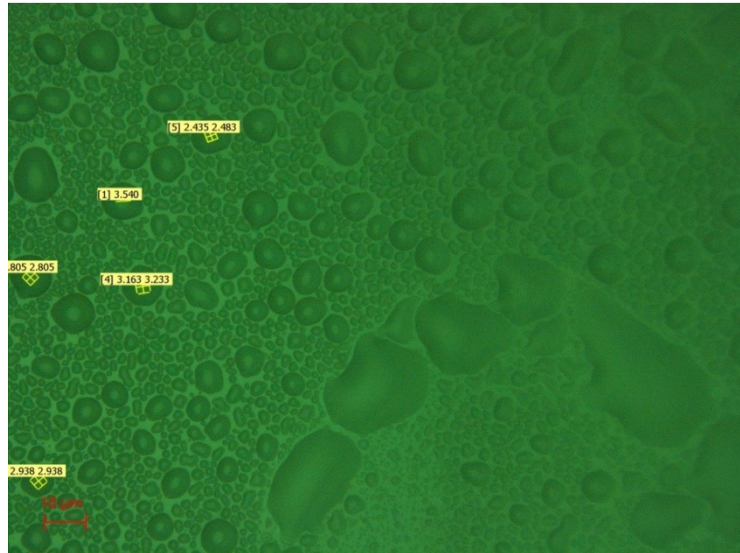
Şekil 4.3 Klasik yöntem (tekrarlanabilirlik diyagramı)



Şekil 4.4 Yeni yöntem, (tekrarlanabilirlik diyagramı)

4.2. Mikrokapsüllerin Mikroskop Görüntüleri

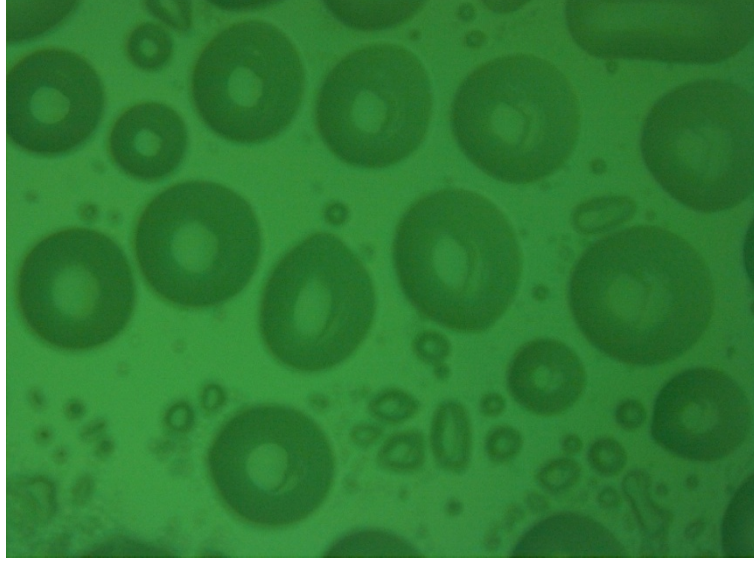
Elde edilen mikrokapsüllerin görüntüleri Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Laboratuvarlarında alınmıştır.



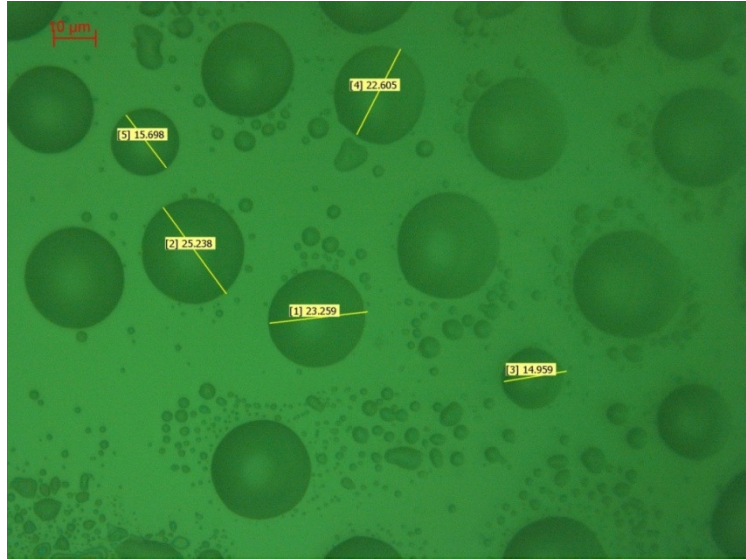
Şekil 4.5 Mikroskop görüntüsü örnek 1

Mikroskop görüntülerinde kapsüller belirgin bir şekilde görünmektedir. Çalışmalara ilk başladığında kapsül boyutlarındaki değişkenliğin emülsiyonun karıştırma hızına bağlı

olduđu düşünölmekteydi, alıřmalar devam ettike makromoleküllerin küçük damlaların, etrafını ok tabaka halinde sarması sonucu, yağ damlaları karıřtırıcı pervanenin yarattığı kayma gerilimini hissedemediđi tespit edilmiřtir. Bu nedenle damla apı dađılımının, karıřtırma hızından fazla etkilenmediđi gözlemlenmiřtir.



řekil 4.6 Mikroskop görüntüsü örnek2

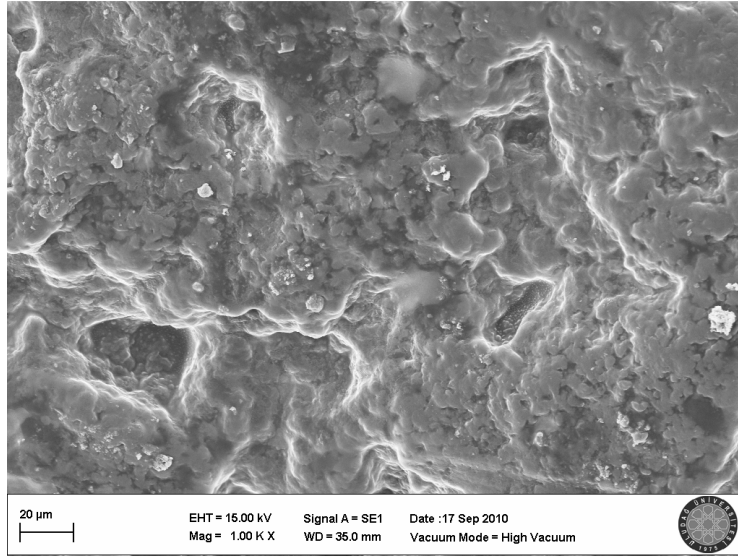


řekil 4.7 Mikroskop görüntüsü örnek3

Görüntülerde eper kısım ve core kısım ayrı ayrı ayırt edilebilmektedir.

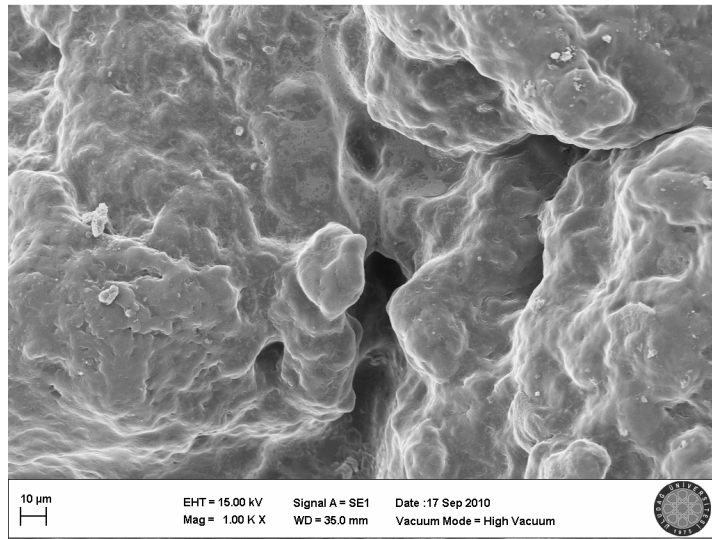
4.3. SEM Görüntüleri

Elde edilen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri önce Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Laboratuvarlarında alınmıştır.



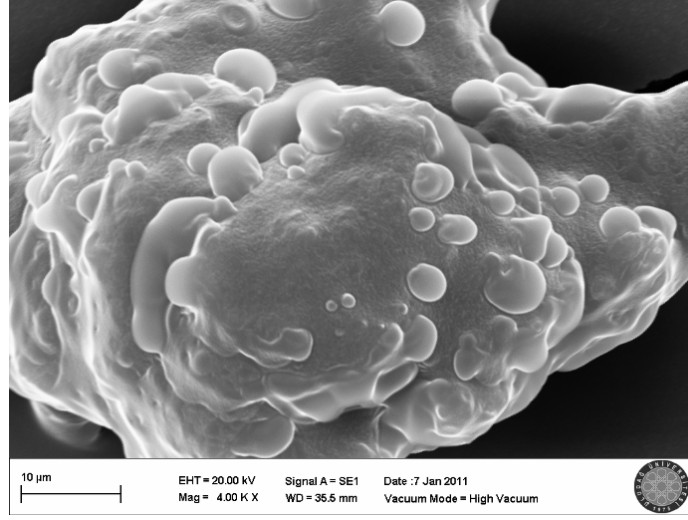
Şekil 3.12. SEM görüntüsü örnek1

Sem görüntüleri alınmadan önce elde edilen numuneden suyun uzaklaştırılmasının tam olarak sağlanmasında zorlanıldığı için malzemeler uzun süre ısıya maruz bırakılmıştır. Bu esnada malzemelerdeki kapsüllerin akma veya patlama yaptığı düşünülmektedir. Bu sebeple SEM görüntülerinden beklenen sonuçlar elde edilememiştir.



Şekil 3.13. SEM görüntüsü örnek2

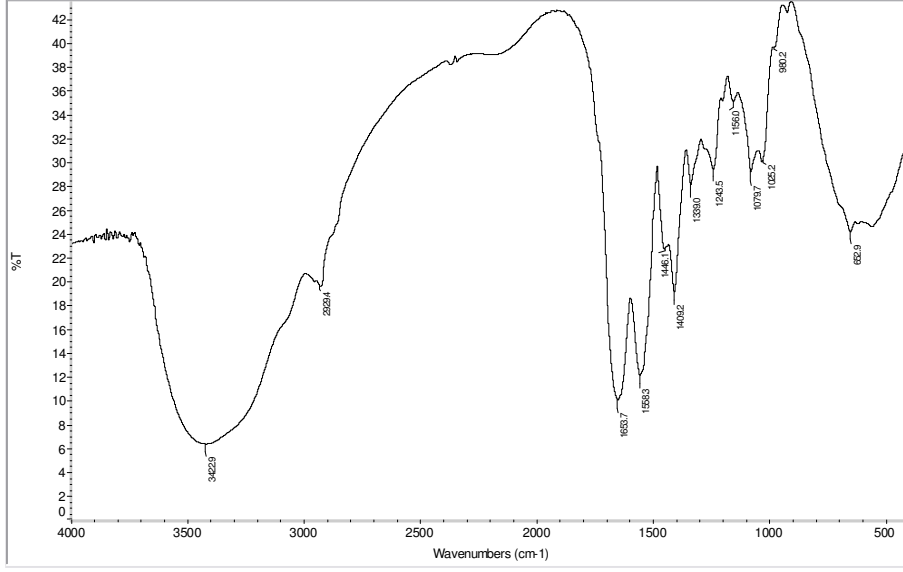
Daha sonra kapsüller İstanbul Üniversitesi laboratuvarlarında sprey kurutma yöntemiyle kurutulmuş ve daha sonra üniversitemiz fizik laboratuvarlarında sem görüntüleri alınmıştır. Bu görüntüler alınmadan önce sprey kurutma yöntemiyle kapsüller elde edilmiştir. Bu yöntemde kabuk materyal bir polimer çözeltisinin içerisinde çözülür. Elde edilen çözelti sistemi memeciğin içerisinde pompalanarak içinde sıcak hava bulunan bir kabine aerosol halinde püskürtülmektedir. Kabin içerisindeki sıcak hava nedeniyle çözgen uzaklaştırılmakta ve mikrokapsül oluşturulmaktadır.



Bu görüntülerde kapsüller belirgin bir şekilde görülmektedir ve dışarıya doğru sızmış yağ damlacıkları farkedilmektedir.

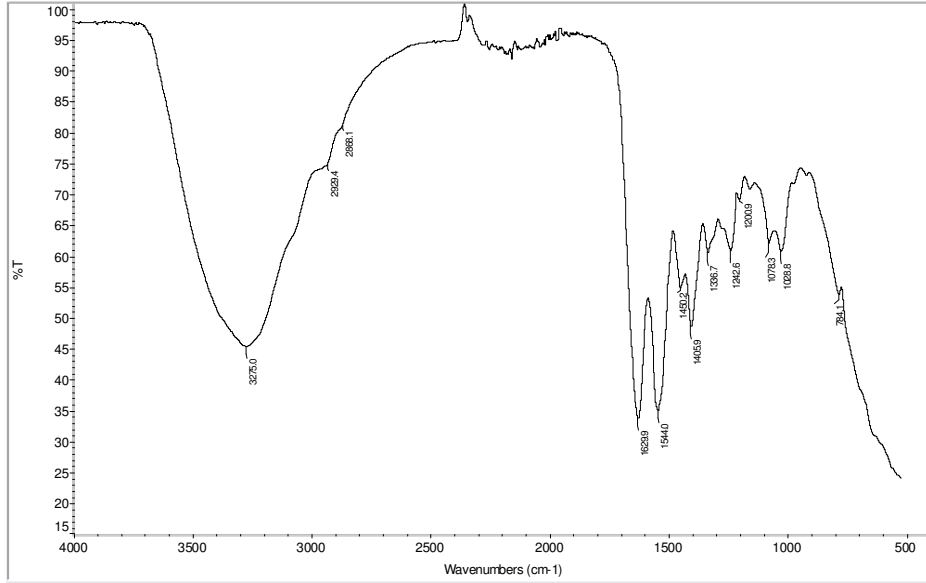
4.4. Mikrokapsüllerin FTIR Görüntüleri

Elde edilen mikrokapsüllerin FTIR görüntüleri Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Laboratuvarlarında alınmıştır.



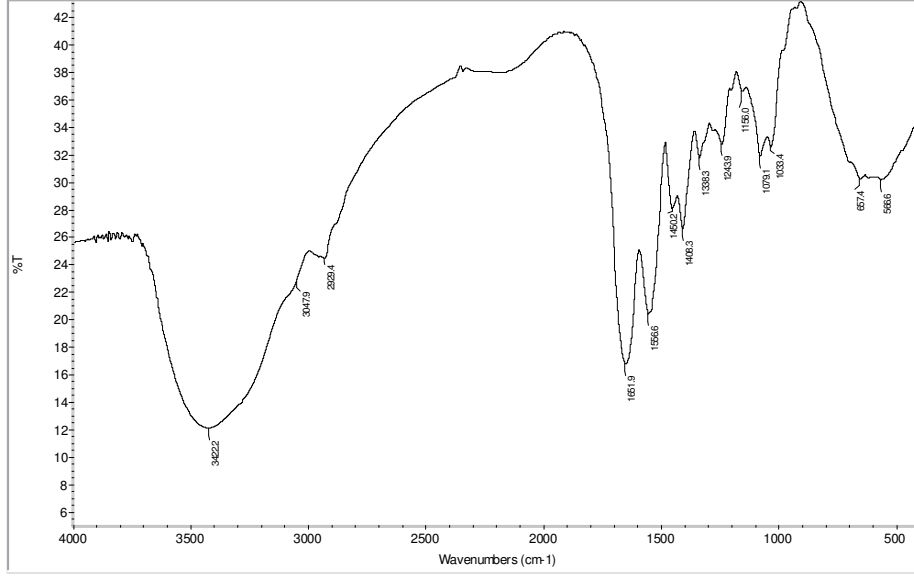
Şekil 3.14. HL soğutma

FT-IR testi sonucu elde edilen koaservat spektrumları, karakterize edilmiştir. HL' soğutma için analiz sonuçlarında 3422, 2929, 1653, 1558, 1446, 1409, 1339, 1243, 1156, 1079, 1025, 980, 652 cm^{-1} dalga sayısında pikler gözlemlenmiştir.



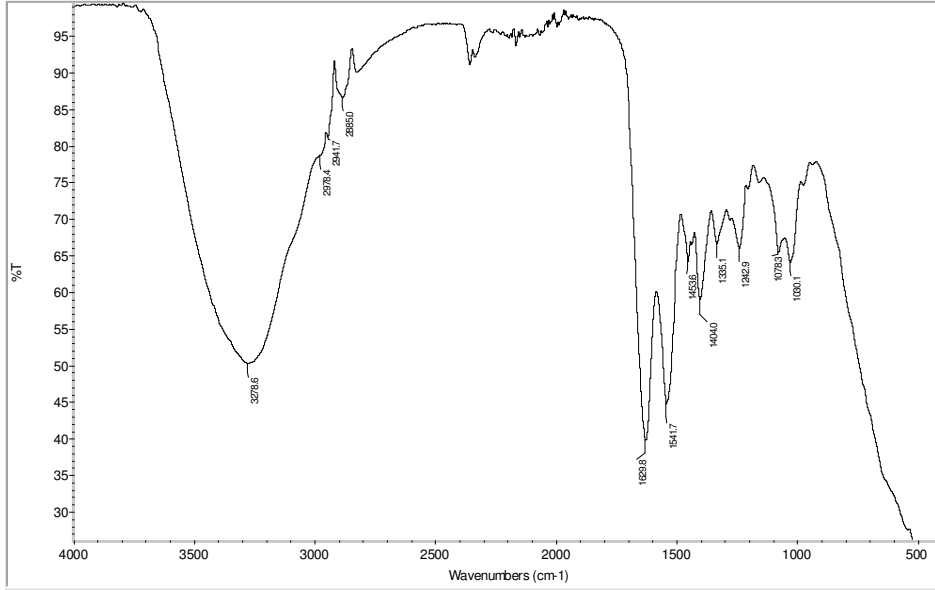
Şekil 3.15. HL soğutma ATR

HL soğutma numunesinin ATR analizinde 3275, 2929, 2868, 1629, 1544, 1450, 1405, 1336, 1242, 1200, 1078, 1028, 784 cm^{-1} dalga sayılarında pikler görülmektedir.



Şekil 3.16. HL şoklama

HL' şoklama numunesi için de FT-IR testi sonucu elde edilen koaservat spektrumları, karakterize edilmiştir. Analiz sonuçlarında 3422, 3047, 2929, 1651, 1566, 1450, 1408, 1338, 1243, 1156, 1079, 1033, 657, 5666 cm^{-1} dalga sayısında pikler gözlemlenmiştir.



Şekil 3.17. HL şoklama ATR

HL soğutma numunesinin ATR analizinde 3278, 2978, 2941, 2885, 1629, 1541, 1453, 1404, 1335, 1242, 1078, 1030 cm^{-1} dalga sayılarında pikler görülmektedir.

3600–3000 cm^{-1} dalga sayısı aralığı H_2O , yani su piklerini ifade etmektedir. 3422 cm^{-1} dalga sayısı yapıda suyun olduğunu göstermektedir. 2950 ve 2851 cm^{-1} dalga sayılarında ise C—H gerilme titreşimi görülmüştür.

1655–1653 cm^{-1} aralığında bulunun pikler —C—O—C (şeker) ve —NH₂ (protein) gruplarının birleşmiş olduğunu göstermektedir. Mikrokapsüllerin FT-IR spektrumunda yer alan 1653 cm^{-1} dalga sayısı da

jelatin ve arap zamkının birleşmiş olduğunu yani kompleks koaservasyon işleminin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. 1561–1558 cm^{-1} arası yer alan pikler amino gruplarını ifade etmektedir. Bu durumda, elde edilen kimyasalda amino gruplar bulunmaktadır. Çünkü spektrumda bu aralıkta pik yer almaktadır. 1440 cm^{-1} dalga sayısı karbonile komşu metilene ait absorpsiyonu ifade etmektedir. Bu değerde ortaya çıkan pikler aromatik yağların yapıdaki varlığını göstermektedir. Alifatik C–N titreşimi 1200-1170 cm^{-1} arasında görünmüştür. Diğer taraftan eter köprüsünden dolayı C–O–C gerilme titreşimi 1075 cm^{-1} dalga sayısında pikler yer almıştır. 698 cm^{-1} dalga sayısı OH gerilmesine ait gözlenen absorpsiyonu ifade eder. Karışımın –OH fonksiyonel grubunun salınım ve titreşimlerine uygun düşen dalga sayısı 721 cm^{-1} de bulunmuştur (Karaipekli ve Sarı 2008).

1467 cm^{-1} ve 1341 cm^{-1} deki bantlar C-H, OH veya CH_2 bükülmelerini temsil etmektedir. 1421 cm^{-1} deki güçlü bant arap zamkındaki C-O gerilmesi ve OH bükülmesini göstermektedir. 1275 cm^{-1} de C-O gerilmesi pikleri mevcuttur. 927 cm^{-1} de O-H düzlem dışı eğilmesi absorpsiyon bantları bulunmaktadır.

Mikrokapsül numuneleri aynı miktar malzemelerle ve aynı prosese farklı zamanlarda hazırlanmıştır. Ve numunelerde FT-IR ve ATR spektroskopisinde hemen hemen aynı dalga sayılarında pikler görülmüştür. Buradan yola çıkarak, farklı zamanlarda yapılmasına rağmen mikrokapsül maddelerin kimyasal içeriklerinin aynı olduğu, kimyasal uyumluluğun her zaman sağlanabildiği ve tekrarlanabildiği görülmüştür.

4.5. Antibakteriyel Testlerin Yapılması

Antibakteriyel testleri için bakteri ekim işlemi Uludağ Üniversitesi Tıp Fakültesi laboratuvarlarında yapılmıştır.

Antibakteriyel etkinliğin objektif değerlendirilmesi, işlem görmemiş ve işlem görmüş materyallerdeki bakteri sayıları arasındaki farkın hesaplandığı belirleme testi kullanılarak yapılır. Kantitatif yöntemlerde, uygun temas süresinden sonra yaşayan mikroorganizmaların sayısına bakılır. Test koşullarına göre, Shake Flask yöntemi uygulandığında numune daha büyük miktarlarda mikroorganizma kültürü kullanılmaktadır.

AATCC 100 test yöntemi gibi bakteri sayım testleri teknik olarak oldukça zordur ve çok zaman alıcıdır. Bununla birlikte, antibakteriyel işlemin etkinliğini sayısal değer olarak verir. Bu teste, tekstil örnekleri sulu nutrient çözeltilisindeki bakteriler ile aşılır. 24 saat mikroorganizma gelişiminden sonra bakteriyel etkiyi durdurmak için tekstil materyali nötralize işlemine alınır ve daha sonra hayatta kalan bakteriler sayılır.

Bakteri azalma oranı (%) = [(B - A) / B] x 100

A= 24 saat sonraki CFU/ml (mililitrede oluşan bakteri koloni sayısı)

B= '0' temas süresindeki CFU/ml (mililitrede oluşan bakteri koloni sayısı)

Burada hesaplanan % oran ne kadar yüksek ise antibakteriyel etkinlik de o kadar yüksek demektir.

4.5.1. Antibakteriyel Test İçin Kumaş Parçalarının Hazırlanması

Bakteri ekim işlemi öncesinde %100 PES kumaşa hazırlanan mikrokapsül malzemeleri farklı oranlarda emdirme yöntemi ile aktarılmıştır. Kumaş parçaları standart olarak 1.6 gr parçalar halinde hazırlanmıştır. Mikrokapsül jellerini çözmek için BIODAC B10 çözgen maddesi kullanılmıştır. Limon, hindistan cevizi, fesleğen, HL' şoklama ve HL' dışarıdan şoklama maddelerinden 3'er adet numune hazırlanmıştır. Bu parçalara %20 ila %30 arasında değişen oranlarda madde emdirilmiştir.

4.5.2. Antibakteriyel Test Sonuçları

			% değişim	
Ham			-154,55	Bu deger, 24 saat sonunda bakteri sayısında artis oldugunu gosteriyor.
Limon		1-1	100,00	
		1-3	96,36	
Fesleğen	Yıkama yapıldı	2-1	98,18	
		2-2	96,36	
		2-3	81,82	
Hindistan Cevizi		3-1	100,00	
HL Şoklama	Yıkama yapıldı	4-1	63,64	
		4-2	98,18	
		4-3	98,18	
HL Dışarıdan soğutma	Yıkama yapıldı	5-1	98,18	
		5-2	95,15	
		5-3	45,45	

Tablo4.1. E-coli bakterisi için test sonuçları.

Yukarıdaki tabloda E-coli bakterisi için sonuçlar görülmektedir. Sonuçlar incelendiğinde ham kumaşa bakteri artışı olduğu görülürken mikrokapsül aktarılmış kumaşlarda bakteri artışının azaldığı tespit edilmiştir. % değişim miktarları kumaş üzerindeki bakterilerin % kaçının öldüğünü göstermektedir. Kullanılan aromatik yağların tamamından başarılı sonuçlar elde edilmiştir

5. SONUÇ

90'lı yıllardan itibaren ekoloji kelimesi gittikçe önem kazanmıştır. Daha temiz bir çevre daha güvenilir bir yaşam arayışları artmıştır. Gelişen teknoloji çevre kirliliğini yanında getirmiştir. Kirlettikten sonra temizlemenin maliyeti, kirletmeden önce alınacak tedbirlerin maliyetinden daha fazladır. Ayrıca bozulan ekolojik dengenin tekrar eski haline getirilmesinin mümkün olmadığı görülmüştür. Mikrokapsülleme yöntemi ile su, enerji ve kimyasal sarfiyatı büyük ölçüde azalmakta, elde edilen özelliklerin kalıcılıkları artmaktadır. Böylelikle üreticinin gider kalemleri azalmakta bunun sonucu olarakta tüketiciye daha uygun ve daha uzun ömürlü ürünler sunulabilmektedir ve her geçen gün sonunu kendi ellerimizle getirdiğimiz dünyamızın kurtulması için önemli bir adım atılmış olunacaktır.

Faz değiştiren maddeleri çeşitli aromatik yağlarla birlikte kapsülleyerek ısı regülasyonunun yanı sıra; antibakteriyellik, böcek ve sivrisineklere karşı koruma gibi çeşitli özellikleri bir arada elde edebilmek hedeflenmiştir. Tüm bu çalışmalar aşamasında çevreye zararlı olabilecek yöntemlerden ve maddelerden kaçınarak Hindistan cevizi yağı , fesleğen yağı, kimyon yağı, limon yağı gibi tamamen doğal ürünler kullanılmıştır.

Günümüzde kullanılan çok çeşitli mikrokapsülleme yöntemleri bulunmaktadır. Fakat bu çalışmada uygulama kolaylığı, daha kaliteli mikrokürecikler elde edilebilmesi ve doğal malzemelerle çalışmaya daha uygun olması nedeniyle kompleks koaservasyon tekniği tercih edilmiştir.

Bu araştırmada biyolojik olarak parçalanabilir olmaları nedeniyle dış çeper olarak jelatin-arap zamkı mikrokapsülleri incelenmiştir. Kapsül içi madde olarak aromatik uçucu yağlar tercih edilmiştir. Buhar distilasyonu ile elde edilen bu yağlar; ilaç hammadesi, aromaterapi, aromakozmetik özelliklerde dahili ve harici olarak kullanıma sunulan esansiyel yağlardır. Uçucu yağlar M.Ö. 3000 yılından beri bilinen ve tıpta, alternatif tedavide ve kozmetikte kullanılan doğal olarak bitkilerden elde edilen yağlardır. Bu değerli yağlar bitkilerin çiçek, meyve, kabuk, yaprak, rizom, reçine ve odun kısımlarından elde edilmektedir.

Öncelikle çözeltilerin yüzey özellikleri ve koaservasyon yöntemi incelenmiştir. Karşı-bağ oluşumunda kullanılan formaldehit konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak saptanmıştır. Daha sonra bu çözeltilerle hazırlanan parafin yağ/su emülsiyonlarının ve karşı bağ oluşumuyla meydana getirilen mikroapsüllerin tane çapı dağılımı incelenmiştir.

Mikrokapsüllerden kütle transferinde duvarı oluşturan makromoleküllerin çok tabakalı birer yüzey aktif madde olmasının olayı yönlendiren etken olduğu sapanmıştır. Elde edilen konsantrasyon dağılımları endüstriyel mikroskop da çekilen fotoğraflarla desteklenmiştir.

Çap dağılımlarında jelatin-arap zankı çok tabakalı yüzey aktif maddelerin rolü incelenmiştir. Aynı karıştırma hızı, değişik faz oranı ve aynı faz oranı, değişik karıştırma hızında çalışılmış ve sonuçta karıştırma hızının etkisi belirlenmiştir. Bu durum tek tabakalı araüzey filmlerine sahip olan yüzey aktif maddelere göre çelişki oluşturmaktadır. Bu çelişki ancak emülsiyon veya mikrokapsüldeki çapın, jelatin- arap zankı makromoleküllerinin özelliklerine bağılı bir fonksiyon olması ile açıklanabilir. Makromoleküllerin küçük damlaların, etrafını çok tabaka halinde sarması sonucu, yağ damlaları karıştırıcı pervanenin yarattığı kayma gerilimini hissetmemektedir. Bu nedenle damla çapı dağılımı, karıştırma hızından fazla etkilenmemektedir. Bu özellik patentlerin esasını teşkil ettiğinden literatürde yer almamaktadır.

Çalışmalar esnasında bazı önemli noktalar elde edilmiştir.

Literatürde çalışılabilecek pH aralğı 8-10 gibi geniş bir aralıkta verilmesine rağmen, pH 9' un üzerine çıkıldığı anda kapsül özelliğinin bir anda yok olduğu gözlemlenmiştir.

Malzemenin ilave şeklinin ve hızının kapsül eldesinde ve kalitesinde çok etkili olduğu tespit edilmiştir.

İşlem süresince karıştırma işlemine aralıksız devam etmek elde edilen kapsüllerin kalitesini arttırmaktadır.

İkinci polimerin ilavesine kadar ki aşamada karıştırma hızımız ne kadar yüksek olursa elde edilen kürecik çapları o kadar küçülmektedir.

Elde edilen mikrokapsüller farklı oranlarda çözeltileri hazırlanarak perdelik yapımında kullanılan %100 polyester kumaşalara aktarılmıştır. Daha sonra bu kumaşalara bakteri ekimi yapılmış ve bakterilerin durumu gözlenmiştir. 24 saat sonunda bakterilerin büyük çoğunluğunun yok olduğu gözlemlenmiştir.

Kompleks koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin kurutulması için farklı yöntemler,

Kapsüllerin kumaşa aktarılması için kaplama yöntemi,

Isıl regülasyonla antibakteriyelliğin bir arada sağlanıp sağlanmayacağını görmek için hindistan cevizi yağ asitleri ile aromatik yağların bir arada çalışılması devam eden çalışmalarda denenebilecek yöntemlerdir.

KAYNAKLAR

AGGARWAL, A.K., DAYAL, A. ve KUMAR, N., (1998) Microencapsulation processes and applications in textile processing. Colourage, August, 15-24.

BADULESCU R., VIVOD V., JAUSOVEC D., VONCINA B., (2007) Grafting Of Ethylcellulose Microcapsules Onto Cotton Fibers

BRYANT Y.,G., COLVIN D.,P.,(1998) Thermal Insulating Coating Employing Microencapsulation Phase Change Material d Method

BRYANT Y.,G., COLVIN D.,P.,(1998) Fabric And Reversible Exchange Thermal Properties

CHRISTIE R. M., BRYNE D., (2005) An Evaluation Of Thermochromic Prints Based On Microencapsulated Liquid Crystals Using Variable Temperature Colour Measurement

COLVIN D.,P., BRYANT Y.,G., (1995) Micro-climate cooling garment

CONSIDINE, D.M. (1974). Chemical and Process Technology Encyclopedia, Mc Graw Hill Book Comp.

DEASY, P.,B., (1984) Microencapsulation and related drug processes.

DİMAANNO MNR, Watanabe T. (2002). The capric-lauric acid and pentadecane combination as phase change material for cooling applications. Applied Thermal Engineering 22:365–377.

DİNÇER İ., ROSEN M.A. (2002) Energy methods for assessing and comparing thermal storage systems

DOBASHİ, H. İSHİMARU, A. SAKANİSHİ, K. İCHİKAWA, An ultrasonic study of swollen microcapsule membrane, Langmuir 19 (2003) 3071–3073.

ERKAN, G. (2008). Bazı Antifungal Ajanların Mikrokapsülasyonu ve Tekstil Materyallerine Aplikasyonu.

FELDMAN, D., SHAPHİRO, M., BANU, D., FUKS, C., J. (1989) Fatty Acids And Their Mixtures As Phase Change Materials For Thermal Energy Storage. Solar Energy Materials

GHOSH, S.K., (2006) Functional Coatings by Polymer Microencapsulation.

GİRAUD S., BOURBİGOT S., ROCHERY M., VROMAN I., TİGHZERT L., DELOBEL R., POUTCH F., (2004) Flame Retarded Polyurea With Microencapsulated Ammonium Phosphate For Textile Coating

GİRAUD S., BOURBİGOT S., ROCHERY M., VROMAN I., TİGHZERT L., DELOBEL R., (2002) Microencapsulation Of Phosphate: Application To Flame Retarded Coated Cotton

GOLDSTEİN R.J., ECKERT E.R.G., İBELE W.E., PATANKAR S.V., SİMON T.W., KUEHN T.H., STRYKOWSKİ P.J., TAMMA K.K., HEBERLEİN J.V.R., DAVIDSON J.H.,

BİSCHOF J., KULACKİ F.A., KORTSHAGEN U., GARRİCK S., (2007) Heat Transfer—A Review Of 2001 Literature

HAN B., SHEN B., WANG Z., SHİ M. , Lİ H., PENG C., ZHAO Q., GAO C., (2007) Layered Microcapsules For Daunorubicin Loading And Release As Well As İn Vitro And İn Vivo Studies

HAWLADER M.A., UDDİN M.S., ZHU H.J., (2002) Encapsulated Phase Change Materials For Thermal Energy Storage: Experiments And Simulation

HAWLADER M.N.A., UDDİN M.S., KHİN M.M., (2003) Microencapsulated PCM Thermal-Energy Storage System

HOLME, I., (2003) Versatile technology comes of age. International Dyer, August, 9-13.

HONG K., PARK S., (2000) Polyurea Microcapsules With Different Structures: Preparation And Properties

KAŞ, S.H., (2002) İlaç Taşıyıcı Partiküler Sistemler, Kontrollü Salınım Sisemleri, 65-99. İstanbul; Kontrollü Salınım Sistemleri Derneği Yayınları, No:1.

Lİ Y., XU S.Y., SUN D.W., (2007) Preparation Of Garlic Powder With High Allicin Content By Using Combined Microwave–Vacuum And Vacuum Drying As Well As Microencapsulation

Lİİ C.Y., LİAW S.C., LAİ V.M.F., TOMASİK P., (2002) Xanthan Gum–Gelatin Complexes

LYKKE, M., MISTRY, K.K., SIMONSEN, O. ve SYMES, K.C., (2001). USP 6,225,372.

MATHİOWİTZ, E., CHİCKERİNG, D., JONG, Y.S. ve JACOP, J.S. (2000). USP 6,143,211.

MİYAZAWA, Y., BLOUT, E.R., (1961) Journal of American Chemical Society, 83, 712.

MEHLNG M. F., AMAR M., K., SİDDİQUE A. K. R., SAİD A., (1999) A Review On Phase Change Energy Storage: Materials And Applications

NELSON G., (2001) Microencapsulation İn Textile Finishing

NELSON G., (2002) Application Of Microencapsulation İn Textiles

NUCKOLS M.,L., (1999) Analytical modeling of a diver dry suit enhanced with microencapsulated phase change materials

ÖVEZ B., (1992). Mikrokapsül Yapımı. Doktora Tezi, Ege Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü.

ÖVEZ B., YÜKSEL M., (2002) Parfümlerin Çapraz Bağlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları

ÖZONUR Y., MAZMAN M., PAKSOY H.Ö., EVLİYA H., (2006) Microencapsulation Of Coco Fatty Acid Mixture For Thermal Energy Storage With Phase Change Material

ÖZONUR Y., (2004) Düşük Sıcaklıkta Termal Enerji Depolamasına Uygun Faz Değiştiren Maddelerin Mikrokapsüllenmesi Ç.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi

PARİOT N., LEVY E. F., ANDRY M.C., LEVY M. C., (2000) Cross-Linked B-Cyclodextrin Microcapsules: Preparation And Properties

PAUSE, B., (2003). Chemical protective garments with thermo- regulating properties. 2nd ECPC and NOKOBETEF7.

PERİYASAMY S., MANJEET J., ASHWİNİ K. A., (2007) Core Content And Stability Of N-Octadecane-Containing Polyurea Microencapsules Produced By Interfacial Polymerization

PAUSE B., (2001) Survey And Technical Assessment Of Alternatives To Decabromodiphenyl Ether (Decabde) İn Textile Applications

QİNGWEN S., Yİ L., JİANWEİ X., HU J.Y., YUEN M., (2007) Thermal Stability Of Composite Phase Change Material Microcapsules Incorporated With Silver Nano-Particles

SARI, A., KAYGUSUZ, K., (2002) Thermal Performance Of Palmitic Acid As A Phase Change Material For Energy Storage Application Renewable Energy.

SHARMA A., SHARMA S.D., and BUDDHİ D.(2002) Accelerated thermal cycle test of acetamide, stearic acid and paraffin wax for solar thermal latent heat storage applications

SHİN Y., YOO D., SON K., (2004) Development Of Thermoregulating Textile Materials With Microencapsulated Phase Change Materials (PCM). IV. Performance Properties And Hand Of Fabrics Treated With PCM Microcapsules

SHİN Y., YOO D., SON K., (2004) Development Of Thermoregulating Textile Materials With Microencapsulated Phase Change Materials (PCM). II. Preparation And Application Of PCM Microcapsules

SCHOSSİNG P., HENNING H., M., GSCHWANDER S., AND HAUSSMAN T.,(2005) Micro-encapsulated phase-change materials integrated into construction materials

SU J., REN L., WANG L., (2005) Preparation And Mechanical Properties Of Thermal Energy Storage Microcapsules

SU J., WANG L., REN L., (2005) Fabrication And Thermal Properties Of Micropcms: Used Melamine-Formaldehyde Resin As Shell Material

SU J.F., WANG L.X., REN L., HUANG Z., (2006) Mechanical Properties And Thermal Stability Of Double-Shell Thermal-Energy-Storage Microcapsules

SU J.F., WANG L.X., REN L., HUANG Z., MENG X.W., (2006) Preparation And Characterization Of Polyurethane Microcapsules Containing N Octadecane With Styrene-Maleic Anhydride As A Surfactant By Interfacial Polycondensation

SU J.F.,HUANG Z.,REN L., (2007) High Compact Melamine-Formaldehyde Micropcms Containing N-Octadecane Fabricated By A Two-Step Coacervation Method

SU Y.L., FU Z.Y., ZHANG J.Y., WANG W.M., WANG H., WANG Y.C., ZHANG Q.J., (2007) Microencapsulation Of Radix Salvia Miltiorrhiza Nanoparticles By Spray-Drying

THIES, C., (1996) Microencapsulation Methods and Industrial Applications.

XIAO D., XIAODONG S., (2002) Research On Microcapsules Of Phase Change Materials

XING L., HONGYAN L., SHUJUN W., LU Z., HUA C., (2005) Preparation And Thermal Properties Of Form Stable Parafin Phase Change Material Encapsulation

ZHANG X., FAN Y., TAO X., YICK K., (2004) Crystallization And Prevention Of Supercooling Of Microencapsulated N-Alkanes

ZHANG X., FAN Y.F., TAO X.M., YICK K.L.,(2004) Fabrication And Properties Of Microcapsules And Nanocapsules Containing N-Octadecane

ZHANG X., (2001) Structure And Thermal Stability Of Microencapsulated Phase-Change Materials

www.outlast.com

www.packline-fance.com/euracli/uk/do

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Bilun ÖZERDEM
Doğum Yeri ve Tarihi : Eskişehir 14/04/1985
Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Ayşe Melahat Erkin Anadolu Lisesi /2003
Lisans :Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği /2007
Yüksek Lisans : Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl : Hugo Boss /2009-2010
Saydam Tekstil / 2010-

İletişim (e-posta) : bilun_ozerdem@yahoo.com