

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

(YÜKSEK LİSANS TEZİ)

**MİKROKAPSÜLLENMİŞ FAZ DEĞİŞTİRİCİLERİN VE
ÖZEL LİFLERİN ELASTİK BANDAHLARIN KONFOR
ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİNDE KULLANIMI**

Senem ŞİRİN DEVECİ

Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Bilim Dalı Kodu: 621.01.00

Sunuş Tarihi: 27.08.2009

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Güldemet BAŞAL

Bornova – İZMİR

III

Senem Şirin Deveci tarafından Yüksek Lisan tezi olarak sunulan “Mikrokapsüllenmiş Faz Değiştiricilerin ve Özel Liflerin Elastik Bandajların Konfor Özelliklerinin İyileştirilmesinde Kullanımı” başlıklı bu çalışma E.Ü. Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği ile E.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Eğitim ve Öğretim Yönergesi’nin ilgili hükümleri uyarınca tarafımızdan değerlendirilerek savunmaya değer bulunmuş ve 27.08.2009 tarihinde yapılan tez savunma sınavında aday oybirliği/oy çokluğu ile başarılı bulunmuştur.

Jüri Üyeleri

İmza

Jüri Başkanı : Doç. Dr. Esen Özdoğan

.....

Raportör Üye : Yrd. Doç. Dr. Güldemet Başal

.....

Üye : Doç. Dr. Oğuz Bayraktar

.....

ÖZET**MİKROKAPSÜLLENMİŞ FAZ DEĞİŞTİRİCİLERİN ve
ÖZEL LİFLERİN ELASTİK BANDAHLARIN KONFOR
ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİNDE KULLANIMI**

ŞİRİN DEVECİ, Senem

Yüksek Lisans Tezi, Tekstil Mühendisliği Bölümü

Tez Yöneticisi: Yrd. Doç. Dr. Güldemet BAŞAL

Ağustos, 2009, 164 Sayfa

Bu tez kapsamında medikal elastik bandajların ısı konfor özelliklerinin fonksiyonel iplikler ve mikrokapsüllenmiş faz değiştiriciler kullanılarak geliştirilmesi amaçlanmaktadır. Numune bandajlar pamuk, viskon, poliestere, dört-kanallı poliestere, 5-kanallı poliestere, seacell ve antimikrobiyal poliestere lifleri kullanılarak kroşe örme makinasında üretilmiştir. Bu numunelerin ısı konfor özellikleri hava geçirgenliği, ısı iletkenlik, ısı soğurganlık, ısı direnç ve su emicilik tesbitini içeren testlerle ölçülmüştür. İpek fibroini-kitosan sisteminin kabuk maddesi ve n-eykozanın öz maddesi olarak görev yaptığı PCM mikrokapsülleri faz ayrışması yöntemi kullanılarak başarıyla hazırlanmıştır. Polimer oranı, çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu (%) ve n-eykozan konsantrasyonunun (%) ipek fibroini-kitosan mikrokapsüllerinin özelliklerine etkisi ayrıntılı olarak incelenmiştir. Üretilen nihai mikroPCMler bandajlara emdirmeye yöntemiyle aktarılmış ve SEM görüntüleme tekniğiyle analiz edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Elastik bandaj, termo-fizyolojik konfor, mikrokapsül, faz değiştirici madde, kitosan, ipek fibroini, faz ayrışması.

VII

ABSTRACT

THE USE OF MICROENCAPSULATED PHASE CHANGE MATERIALS AND SPECIAL FIBERS TO IMPROVE COMFORT CHARACTERISTICS OF ELASTIC BANDAGES

SIRIN DEVECI, Senem

MSc. in Textile Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Guldemet BASAL

August, 2009, 164 Pages

The aim of this thesis is to improve the comfort characteristics of medical elastic bandages by utilizing functional yarns and microencapsulated phase change materials. Bandage samples were produced from cotton, viscose, polyester, four channel polyester, five channel polyester, seacell and antimicrobial polyester fibers on a crochet knitting machine. Thermal comfort properties of these samples including air permeability, thermal conductivity, thermal absorptivity, thermal resistance and water absorbency were measured. PCM microcapsules were prepared successfully by complex coacervation of silk fibroin (SF) and chitosan (CHI) as a wall material and n-eicosane as core material. The effects of SF/CHI ratio, % cross-linking agent content and % n-eicosane content on the properties of SF-CHI microcapsules were studied. The resultant microPCMs were transferred into bandages by impregnation method and analysed by SEM.

Keywords: Elastic bandage, thermo-physiological comfort, microcapsule, phase change material, chitosan, silk fibroin, coacervation.

IX

TEŞEKKÜR

Tez konusunun seçimi, denemelerin yönlendirilmesi, sonuçlarının değerlendirilmesi ve düzenlenmesi sırasında yol gösteren değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Güldemet Başal'a, mikrokapsülleme işleminin detayları üzerine fikirleriyle yol gösteren, yorumlanmasına destek olan Doç. Dr. Oğuz Bayraktar'a, mikrokapsülleme işleminin gerçekleştirilmesi ve sonrasında yapılan testler sırasında her türlü yardımı esirgemeyen kimya mühendisi Dilek Yalçın'a, bandaj üretimlerinin yapılması sırasında fabrikalarındaki her türlü olanağı kullanmamızı sağlayan İnterfarma A.Ş. fabrika müdürü Sayın Gözde Şener Erçevik'e, üretim işlemleri sırasında yönlendirmelerinden ve yardımlarından dolayı kalite kontrol sorumlusu Eylül Erdem'e ve işletme teknik personeline, bandajlara uygulanan ısı konfor testleri sırasında yardımlarından dolayı öğretim görevlisi Cihat Okan Arıkan, tekniker Seyhan Yaşar ve araştırma görevlileri Gamze Süpüren ile Nida G. Oğlakçıoğlu'na, binder temini konusunda destek olan Dr.Petry T.Y.M. Ltd. Şti.'nden Mine Birim'e, mikrokapsüllerin bandajlara aplikasyonu esnasında yardımını esirgemeyen araştırma görevlisi Eylen Sema Namlıgöz'e ve tez çalışmam süresince her yönden destek ve dostluğunu esirgemeyen araştırma görevlisi arkadaşım Buket Arık'a teşekkürü bir borç bilirim. Son olarak beni bugünlere getiren ve tez çalışmam süresince yakın ilgisini esirgemeyen aileme ve tez çalışmam süresince her an yanımda olan, firma seyahatlerimde beni yalnız bırakmayan eşim Ömer Osman Deveci'ye maddi manevi her türlü desteğinden, sabır ve anlayışından dolayı sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLERSayfa

ÖZET	V
ABSTRACT	VII
TEŞEKKÜR	IX
İÇİNDEKİLER	XI
ŞEKİLLER DİZİNİ	XV
ÇİZELGELER DİZİNİ	XXI
SİMGELER VE KISALTMALAR	XXIII
1 GİRİŞ	1
2 BANDAHLAR	3
2.1 Kullanım Amacına Göre Bandajların Sınıflandırılması	4
2.1.1 Basit elastik / elastik olmayan bandajlar	5
2.1.2 Hafif destek bandajları	5
2.1.3 Baskı (kompresyon) bandajları	5
2.1.4 Ortopedik tampon bandajları	6
2.2 Bandajların Üretim Yöntemleri	6
2.2.1 Çözüğü çekimi	7
2.2.2 Dokuma	8

İÇİNDEKİLER (devam)Sayfa

2.2.3 Örme	12
3 FAZ DEĞİŞTİRİCİ İÇEREN MİKROKAPSÜLLER	24
3.1 Mikrokapsüller	24
3.1.1 Tanımı ve yapısal olarak sınıflandırılması	25
3.1.2 İşlemin amacı	27
3.1.3 Uygulama alanları	28
3.1.4 Kapsül kabuğu ve özellikleri	29
3.1.5 Elde edilmesinde kullanılan yöntemler	31
3.2 Faz Değiştirici Maddeler (PCM)	42
3.2.1 Mikrokapsüllemeye tercih edilen faz değiştiriciler	43
3.3 Faz Değiştirici İçeren Mikrokapsüller (MikroPCM)	47
3.3.1 MikroPCM'lerin tekstil ürünlerine aktarılması	48
3.3.2 MikroPCM'li tekstil ürünlerinin kullanım alanları	59
4 MATERYAL VE METOT	61
4.1 Bandajların Üretimi	61
4.1.1 Kullanılan iplikler	62
4.1.2 Kroşe örme makinesinde bandajların üretimi	66
4.1.3 Bandajlara uygulanan test yöntemleri	69
4.2 MikroPCMlerin Üretimi	74

İÇİNDEKİLER (devam)Sayfa

4.2.1 Kullanılan maddeler	75
4.2.2 İpek fibroini solüsyonunun hazırlanması	81
4.2.3 Mikrokapşüllemenin yapıldığı deney tertibatı.....	84
4.2.4 Faz değıştiricinin mikrokapşüllenmesi.....	85
4.2.5 Ön denemeler.....	88
4.2.6 Deney tasarımı ve verilerin istatıksel analizi.....	91
4.2.7 Uygulanan analizler.....	94
4.2.8 Nihai mikroPCM üretiminin yapılması	96
4.3 MikroPCMlerin Bandajlara Aktarılması	98
5 BULGULAR ve TARTIŞMA	100
5.1 Bandajlarla İlgili Bulgular	100
5.1.1 Kumaş gramajı.....	100
5.1.2 Kumaş kalınlığı	101
5.1.3 Hava geçirgenliği.....	104
5.1.4 Termal konfor	107
5.1.5 Yüzey gözenekliliğı.....	112
5.1.6 Sıvı emicilik.....	114
5.2 Üretilen MikroPCM’lerle İlgili Bulgular	120
5.2.1 Mikrokapşüllerin oluşumu.....	121
5.2.2 Optik mikroskop analizi ve mikrokapşüllerin yapısı.....	122
5.2.3 SEM görüntü analizi.....	127

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
5.2.4 Mikrokapsüllerin oluşum modeli	130
5.2.5 EDS analizi.....	131
5.2.6 Deney tasarımı yaklaşımı ile mikrokapsül üretimi.....	133
5.3 Bandajlara Aktarılan MicroPCM’lerle İlgili Bulgular	140
5.3.1 SEM görüntü analizi.....	141
5.3.2 Termal konfor testi	142
6 SONUÇ	144
7 ÖNERİLER	147
KAYNAKLAR DİZİNİ	149
EK I	158
EK 2.....	162
ÖZGEÇMİŞ.....	164

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil

Sayfa

2.1 a) Tüm en boyunca çözgü çekimi, b) Yüksek devirli çözgüleme makinesinin genel görünümü	8
2.2 Dar dokuma makinesi şematik gösterimi	9
2.3 Dar dokuma makinesinde doku oluşumu ve buna katkıda bulunan elemanlar	10
2.4 Kroşe çözgülü örme yapısının şematik gösterimi	13
2.5 Kroşe çözgülü örme makinesi	14
2.6 Temel örme elemanları	17
2.7 Groz-Beckert firmasına ait, açılma ve kapanma işlemlerini kendi kendine gerçekleştiren (self operating) kurbane iğne	19
2.8 Groz-Beckert firmasına ait dilli iğne	20
2.9 Groz-Beckert firmasına ait sürgülü iğne ve sürgünün hareket pozisyonları	20
2.10 Kroşe çözgülü örme makinelerinde ilmek oluşumunun, atkı ve çözgü yatırımının safhaları	22
3.1 Mikrokapsülün öz ve kabuk bölümleri	25
3.2 Mikrokapsüllerin yapısal olarak sınıflandırılması	26
3.3 Çift kabuk tabakası ile çevrelenmiş mikrokapsülün oluşumu	26
3.4 Ara-yüzey polimerizasyonu ile mikrokapsülleme işlemi	33
3.5 Poli-elektrolitlerin çökmesi süreci ve onu takip eden, ‘öz maddesinin parçalanması’ işleminin şeması	34

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.6 Süper-kritik çözeltilerin çok hızlı ayrışması vasıtasıyla mikrokapsülleme tekniği	35
3.7 Sprey-kurutma yöntemiyle mikrokapsülleme işlemi	36
3.8 Akışkan yataklı kaplayıcıda farklı konumlu püskürtme şekilleri.....	37
3.9 Çoklu-çekim-düzesinin şematik görünümü.....	38
3.10 Döner-disk vasıtasıyla mikrokapsül elde edilmesi	39
3.11 Faz ayrışması yöntemine göre mikrokapsülleme işleminin temel basamakları.....	41
3.12 Faz değiştirici maddeler için ısı artışı karşısında sıcaklık değişimi ve depolanmış gizli ısı bölgesinin grafiksel gösterimi	42
3.13 Faz değiştirici madde içeren mikrokapsülün erime esnasında şematik gösterimi	47
3.14 Outlast™ firması tarafından üretilen mikroPCM içerikli (a) akrilik, (b) viskon lifleri.....	52
3.15 Püskürtme tekniği ile dokusuz yüzeyli kumaşa aktarılmış mikroPCM'ler (a) kumaşın üst yüzey görünümü, (b) kumaşın enine-kesit görüntüsü (Bendkowska'dan, 2006).....	54
3.16 MikroPCM'lerin banyo içerisinden geçirilerek kumaşa aktarılması ve mikrokapsül içeren tekstil dokusunun şematik gösterimi.....	55
3.17 Emdirme tekniği ile dokusuz yüzeyli kumaşa aktarılmış mikroPCM'ler	56
3.18 Farklı kaplama tekniklerinin şematik gösterimi	57

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.19 Şablon baskı tekniği ile dokusuz yüzeyli kumaşa aktarılmış mikroPCM'ler.....	58
3.20 MikroPCM içeren poliüretan köpük kaplama tabakası	59
4.1 MicBL-Pes/Co kodlu ipliğinin yapısı.....	63
4.2 a) Kanallı poliester filamentlerinin kesit görüntüsü	63
4.3 Kanallı poliester liflerinin ısı performansa etki mekanizması	64
4.4 Yuvarlak ve kanallı yapıdaki liflerin kesit görüntüsü	64
4.5 a) Lyocell lifleri b) Lyocell lifleri ile deniz yosunlarına gümüş iyonu emdirilmesiyle oluşturulan SeaCell lifleri.....	65
4.6 Bandaj numunelerinin üretildiği kroşe makinesi.....	67
4.7 Ön ve arka atkı yatırım kılavuzlarından atkı ipliğinin beslenmesi....	68
4.8 FX-3300 Hava geçirgenliği ölçüm cihazı.....	69
4.9 M034-A kumaş kalınlığı ölçüm cihazı	70
4.10 Alambeta cihazının fonksiyonel şeması	71
4.11 a) 25.000px ² lik kumaş görüntüsü b)aynı görüntünün negatifi c) kumaş gözeneklerini ifade eden siyah alanların boş beyaz zemine yapıştırılmış hali	73
4.12 Kitosanın kimyasal yapısı.....	77
4.13 İpek lifinin kimyasal yapısı	79
4.14 Ajisawa yöntemine göre ipek fibroini solüsyonunun hazırlanması	82

XVIII

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

Şekil

Sayfa

4.15 Kapaklı küçük cam şişelere konulana ipek fibroini solüsyonlarının elde çalkalama öncesi ve sonrasındaki görünümü	82
4.16 a) Sıcak su banyosuna yerleştirilmiş solüyon dolu şişeler b) Solüsyonun huniyle dializ tüplerinin içerisine doldurulması c) Her iki ucundan bağlanmış ajisawa solüsyonu içeren tüp formulu dializ membranları.....	83
4.17 Mikrokapsülleme işlemi için hazırlanan deney tertibatı	85
4.18 n-Eykozan'ın faz ayrışması yönteminin temel ilkeleri doğrultusunda ipek fibroini-kitosan sistemiyle mikrokapsülenmesinin temel basamakları.....	87
4.19 Ön denemeler esnasında elde edilen optik mikroskop görüntüleri a) PO:Düşük, b)PO:Düşük ve EE:Yok,.....	89
4.20 Polimer oranı 20, n-eykozan konsantrasyonu %1.5, çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu %0.9 olarak seçilerek yapılan nihai mikrokapsülleme işleminin akış diagramı.....	97
5.1 Kumaş kalınlığı değerlerinin değişimi	102
5.2 Bandajlarda birim hacim başına düşen kütlenin değişimi.....	103
5.3 Bandajlarda hava geçirgenliği değişimi	105
5.4 Lif inceliği ile lif kesitinin değişimi	106
5.5 Aynı iplik numarası-farklı filament sayısına sahip ipliklerin filamentlerinin kesit görüntüsü ve filamentlerin çevreleri toplamının değişimi	107
5.6 Bandajlarda ısıl iletkenlik değişimi.....	109

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
5.7 Bandajlarda ısıl soğurganlık değişimi	111
5.8 Bandajlarda ısıl direnç değişimi	112
5.9 Bandajlarda yüzey gözenekliliği değişimi.....	113
5.10 Bandajlarda yüzey gözenekliliği ile hava geçirgenliğinin değişimi	114
5.11 a) N1, b)N2, c)N3, d)N4, e)N5, f)N6, g)N7, h)N8, i)N9, k)N10, l)N11, m)N12, n)NIF kodlu numunelerin sıvı emicilik testi görüntüleri (5.dakika).....	116
5.12 Bandajlara damlatılan sıvının atkı ve çözgü boyunca yayılma eğilimi.....	120
5.14 İpek fibroini/kitosan mikrokapsüllerinin optik mikroskop görüntüleri	125
5.15 İpek fibroini/kitosan mikrokapsüllerinin büyüklük dağılımı	127
5.16 (a) Polimer oranı 5 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü (b) Polimer oranı 5 olan mikrokapsüllerin yüzey morfolojisi	128
5.17 Polimer oranı 20 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü.....	129
5.18 Kapsül oluşum modelinin şematik diagramaı a) n-eykozan damlacığı, b) birincil ipek-kitosan koaservat katmanıyla sarılmış n-eykozan damlacığı, c) artık haldeki ipek ile ikinci bir katman halinde sarılmış n-eykozan damlacığı	131
5.19 (a) Mikrokapsül yüzeyinin EDS spektrumu (b) Mikrokapsül öz kısmının EDS spektrumu.....	132

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
5.20 Ortalama mikrokapsül büyüklüğü (μm) açısından 2. derece polinomial model.....	134
5.21 Kapsüllenme verimi (%) açısından 2. derece polinomial model...	134
5.22 Çapraz bağlayıcı oranı %0.5 iken polimer oranı ve n-eykozan konsantrasyonunun ortalama mikrokapsül büyüklüğüne etkisi	135
5.23 Polimer oranı 17 iken n-eykozan konsantrasyonu ve çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun ortalama mikrokapsül büyüklüğüne etkisi	136
5.24 n-Eykozan konsantrasyonu %1.0 iken çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu ve polimer oranının ortalama mikrokapsül büyüklüğüne etkisi	137
5.25 Çapraz bağlayıcı oranı %0.5 iken polimer oranı ve n-eykozan konsantrasyonunun kapsüllenme verimine etkisi.....	138
5.26 Polimer oranı 17 iken n-eykozan konsantrasyonu ve çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun kapsüllenme verimine etkisi.....	139
5.27 n-Eykozan konsantrasyonu %1.0 iken çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu ve polimer oranının ortalama kapsüllenme verimine etkisi	140
5.28 MikroPCM aktarılmış Ne 30/1 Pamuk ipliği içeren numune a)100x, b)350x; MikroPCM aktarılmış Ne 30/1 PES-Ch4 ipliği içeren numune c)100x, d)500x; MikroPCM aktarılmış 150F96 PES-Ch5/Cotton Like ipliği içeren numune e)100x, f)350x	141

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge

Sayfa

2.1 Bandajlarda kullanılan lif tipi ve tercih edilen üretim teknikleri	4
3.1 Tekstilde faz değiştirici madde olarak kullanılabilen hidratlanmış tuzların ısı özellikleri.....	44
3.2 Seçilmiş bazı düz zincir hidrokarbonlarının ısı özellikleri.....	45
4.1 Atkı ipliklerinin ön ve arka yatırım rayına besleniş şekilleri	68
4.2 Bağımsız değişkenlerin -1, 0 ve +1 seviyelerinde aldığı değerler.....	92
4.3 2 orta noktalı 2^3 tam faktöriyel deney tasarımının dizayn tablosu	93
4.4 Deney setlerinde alınan numunelerin kodu ve açıklamaları.....	94
4.5 Lif cinsi ve bandajın üzerine alması gereken sıvı miktarına göre yapılan sıkma silindirleri basınç ayarları.....	99
5.1 Bandajların içerdiği atkı ipliklerinin inceliği, bu inceliklerin denye cinsinden karşılığı ve bandajların gramaj değerleri.....	101
5.2 Bandajların içeriğindeki iplikler ve termal konfor testi sonuçları...	108
5.3 Bandajların sıvı emicilik testi analiz sonuçları.....	117
5.4 2. Dereceden polinomial modele ait eşitlik ve bu eşitliğe ait katsayılar	133
5.5 MikroPCM uygulanmış ve uygulanmamış bandaja ait termal fonfor testi sonuçları.....	142

SİMGELER VE KISALTMALAR

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
DSC	Taramalı diferansiyel kalorimetresi
FTIR	Fourier kızılötesi dönüşüm spektrometresi
NaCMC	Sodyum-karboksilmetil selüloz
NaOH	Sodyum-hidroksit
NASA	Amerikan Ulusal Havacılık ve Uzay Dairesi
NC	Normal numaralı (Normal Count)
SDS	Sodyum deodesil sülfat
TGA	Termo-gravimetrik analiz

1 GİRİŞ

Medikal tekstiller, teknik tekstillerin bir alt koludur. Yaşamsal beklentilerin her geçen gün yükselmesi, nüfus artışı ve yaşlanan nüfus yönünde değişen nüfus dağılımı medikal tekstil ürünlerinin geliştirilmesine duyulan ihtiyacı da arttırmaktadır (Black, 2007). Medikal ürünler insanların ve hayvanların tıbbi bakımı ve hijyeni için kullanılmasının yanı sıra personelin ve teçhizatın da korunmasına yardımcı olmaktadır. Medikal tekstiller arasında cerrahi giysilerden, sargı bezi ve bandajlara, vücuda entegre edilebilen cerrahi implantlardan, hijyenin sağlanmasında kullanılan her türlü örtü ve hastane mefruşatına kadar pek çok ürün yer almaktadır. Bu ürünlerin özellikleri arasında çok fonksiyonluluk, dayanım ve esnekliği aynı yapıda birleştirme, çeşitli materyallerle bir arada kullanılabilme, çevre ve dokularla biyolojik uyum sayılabilmektedir.

Bandajlar, yaraları sarmakta veya yaraları kapatan gazlı bez gibi koruyucu örtüleri ve splintleri (kırık kemik sarmaya yarayan ince tahta veya plastik sert madde) yerinde tutmaya yarayan tekstil yüzeyi olarak tanımlanabilmektedir. Teknolojik açıdan medikal tekstiller arasında en basit ürün sınıfına sokulan bandajlar günümüzün gelişen olanaklarıyla birlikte daha fonksiyonel yapıya büründürme çalışmalarına da konu olmaktadır. Katma değeri yüksek bandajların üretimi, tüketimleri birçok medikal tekstilden yüksek olması nedeniyle üretici firmaların da tercihi haline gelmiştir. Bu tip ürünlere örnek olarak; vücudun farklı bölgeleri için üretilmiş özel şekilli (tüp şeklinde vb.) bandajlar, sprey vasıtasıyla köpük halde uygulanan yeni formlu bandajlar, çeşitli ilaç ve koku salınımı yapabilen bandajlar, ağrılı bölgenin daha sıcak tutulmasına

yardımcı olacak, angora tavşanı yünü gibi, özel lifler içeren bandajlar verilebilmektedir.

Günlük hayatta sıklıkla kullanımına ihtiyaç duyulabilecek bandajların en önemli özelliklerinden biri de kullanıcıya sağladıkları konfordur. Isıl konfor insan vücudu ile çevresi arasında fizyolojik, psikolojik ve fiziksel uyumun memnun edici olması durumu olarak tanımlanabilmektedir. Günlük yaşamda veya ekstrem koşullar altında dahi bu memnuniyetin yaşanması günümüzde tekstil ürünleri üzerine yapılan pek çok araştırmanın temelini oluşturmaktadır. Hatta ısıl konfor ihtiyacı gözetilerek pek çok yeni lif geliştirilmiş ve kullanıma sunulmuştur. Alternatif uygulamalar arasında faz değiştirici içeren mikrokapsüllerin tekstil ürünlerine aktarılması da yer almaktadır. Faz değiştiriciler bir halden diğer bir hale geçtikleri süre boyunca (örneğin katı halden sıvıya) normalden daha fazla ısı alımı/salınımı yapabilen ve bu esnada sıcaklıkları değişmeyen maddelerdir. Mikrokapsüller ise sıvı, katı, gaz yada jel şeklindeki malzemelerin bir kabuk vasıtasıyla dış çevreden izole edildiği mikron boyutlu küçük kapsüllerdir. Faz değiştirici madde içeren mikrokapsüllerin tekstil ürünlerine aktarımını ve sonrasında ısıl konfora sağlayabilecekleri katkıyı içeren pek çok araştırma yapılmış ve halen yapılmaktadır.

Bu tezin amacı ısıl konfor özellikleri geliştirilmiş bandajların üretilmesidir. Bu amaçla özel bazı liflerle kroşe örme makinesinde bandaj numuneleri hazırlanmış ve bu bandajların konfor özellikleri karşılaştırılmıştır. Ek olarak faz ayrışması metoduyla faz değiştirici madde içeren kitosan-ipek fibroini mikrokapsülleri hazırlanmış ve seçilen bandaj numunelerine aktarılmıştır.

2 BANDAHLAR

Bandajlar, ilk yardımda basınç uygulayarak şişliğin ve kanamanın azaltılmasına, yaraları kapatan gazlı bez, tampon gibi pansuman materyallerini sabitlemeye, zedelenme ve burkulmalar gibi çeşitli alanlarda zarar görmüş doku, eklem, kas grubu ve organları hareketsiz tutarak iyileşmesine destek vermeye yarayan tekstil yüzeyi olarak tanımlanabilmektedir. Her türlü tekstil yüzeyi üretim tekniğiyle uyumlu olan ve vücudun çeşitli bölgeleri için farklı amaçlarla kullanılabilen bandajlar kullanım yaygınlığı göz önüne alındığında medikal tekstiller arasında oldukça geniş bir alan kaplamaktadır. Ucuz, kolay ulaşılabilir, harici yardım olmadan dahi kullanılabilme kolaylıkları sayesinde günlük yaşamda pek çok kez karşımıza çıkabilmektedirler.

Örme, dokuma ve dokusuz yüzey formlarında olabilen bandajlar genellikle 6-15cm genişliğinde üretilmektedir. Uygun bandaj genişliği seçimi kullanım yerine bağlı olarak yapılmaktadır. Örneğin 6cm'lik bandaj el ve el bileği için, 8-10cm'lik bandaj ön kol ve ayak bileği için, 12-15cm'lik bandaj diz, baldır, omuz, kasık bölgeleri için tercih edilmektedir (Günay, 1999).

Bandajlar kullanım yerine göre farklı miktarlarda elastikiyet seviyesine sahip olabilmektedir. Elastik bandajların gerilim derecesi örgünün tipine ve/veya kumaştaki elastan ipliklerin (kauçuk/elastan) miktarına bağlıdır. Orta gerilim genellikle ilk yardım uygulaması için kullanılırken güçlü gerilim gövde ve geniş kas gruplarını desteklemek için kullanılmaktadır. İlk yardım uygulamalarında ve birçok hastalığın tedavisinde kullanılan bandajlar spor hekimliğinde de tercih edilmektedir (Günay, 1999).

2.1 Kullanım Amacına Göre Bandajların Sınıflandırılması

Bandajlar nihai medikal gerekliliğe bağlı olarak, destek sağlama, baskı uygulama, hareketi kısıtlama gibi pek çok görevi yerine getirmek üzere tasarlanabilmektedir. Talep edilen fonksiyonu sağlamak üzere farklı lif tipleriyle ve dokuma, örme, dokusuz yüzey üretim tekniklerinden biri seçilerek elastik veya rijit bir yapıda elde edilmeleri sağlanabilmektedir. Kullanım yerine bağlı olaraksa bandajlar 4 grupta incelenmektedir. Çizelge 1.1’de bandajların yapılarında kullanılabilen lif tipleri ve üretim sistemlerinin kullanım yerlerine göre karşılaştırılması verilmiştir (Rigby and Anand, 2003; Ilgaz vd., 2006).

Çizelge 2.1 Bandajlarda kullanılan lif tipi ve tercih edilen üretim teknikleri (Rigby and Anand’dan, 2003).

Ürünler/Uygulama alanı	Lif Tipi	Üretim Tekniği
Basit elastik/elastik olmayan bandajlar	Pamuk, viskon, lyocell, poliamid, elastomerik iplikler	Dokuma, örme, dokusuz yz.
Hafif destek bandajları	Pamuk, viskon, lyocell, elastomer iplikler	Dokuma, örme, dokusuz yz.
Baskı bandajları	Pamuk, poliamid, yüksek elastomer iplikler	Dokuma, örme
Ortopedik bandajlar	Pamuk, viskon, poliester, polipropilen, poliüretan köpük	Dokuma, dokusuz yz.

2.1.1 Basit elastik / elastik olmayan bandajlar

Bandajların en genel karşılaşılan kullanım alanları yaralar üzerine uygulanan sargıları tutma şeklindedir. Bu tarz bandajlar hafif gramajlı örme veya en basit, düşük sıklıklı, dokuma kumaş yapısındadır ve pamuk ya da viskon liflerini içermektedir. Elastik iplikler, çok yoğun miktarda olmamak kaydıyla, kumaş yapısına destek ve konfor özellikleri ilave etmek maksadıyla kullanılabilir (Rigby and Anand, 2003).

2.1.2 Hafif destek bandajları

Bu tip bandajlar burkulma veya incinmelerin tedavisinde kullanılırken elastik özellikleri, yüksek büküm miktarına sahip pamuk krep ipliklerinin kullanılmasıyla ya da normalin üzerinde uzama yeteneğine sahip elastomerik ipliklerin dokuya ilavesiyle elde edilmektedir. Benzer özellikler normal tansiyona ve yüksek tansiyona sahip iki ayrı çözgü levendinin bir arada kullanılmasıyla da sağlanabilmektedir. Bandajın esneme ve toparlanma özelliği sayesinde bir eklem etrafına uygulandığında, iyileşme süresince gerilimini korumaya devam etmektedirler (Rigby and Anand, 2003).

2.1.3 Baskı (kompresyon) bandajları

Baskı bandajları bacak damarlarında kan pıhtılaşması, bacak ülseri ve varisli damarların tedavisinde ve de önlenmesinde kullanılmaktadır. Sabit tansiyon uygulandığında bacağına gerekli olan baskıyı uygulamak üzere dizayn edilmektedirler. Baskı bandajları eklemlere

uygulayabildikleri baskı miktarına göre ekstra yüksek, yüksek, orta ve hafif baskı bandajları olarak sınıflandırılmaktadır. Pamuk ve elastomerik iplik içerebilecekleri gibi dokuma, tüp ve full-fashion yapıda düz örme veya çözgülü örme formunda üretilebilmektedirler (Rigby and Anand, 2003).

2.1.4 Ortopedik tampon bandajları

Kırık ve çatlak tedavisinde tercih edilen alçı iskelelerin ve baskı bandajlarının altında, dolgu amaçlı olarak, rahatsızlık hissini önlemede kullanılmaktadırlar. Dokusuz yüzeylerden mamul ortopedik tampon bandajları; poliüretan köpük, poliester, polipropilen liflerinden veya sentetik ve doğal liflerin farklı karışımlarından üretilebilmektedir (Rigby and Anand, 2003). Dokusuz yüzey yapıdaki bandajlar hacimliliği ve boşluklu yapıyı sağlamak üzere hafifçe içnelenerek kabartılmaktadır. Bu sayede konfor özellikleri pozitif yönde geliştirilebilmektedir.

2.2 Bandajların Üretim Yöntemleri

Pamuk, viskon, lyocell, poliester, poliamid vb. gibi pek çok lif tipini veya karışımlarını içerecek şekilde dokuma, örme ve dokusuz yüzeyli olarak bandajların üretimleri gerçekleştirilebilmektedir. Seçilen üretim tekniği elde edilecek nihai ürünün yapısal özelliklerinin yanı sıra tutum, esneme, hava geçirgenliği gibi pek çok konforsal parametreyi de etkileyecektir.

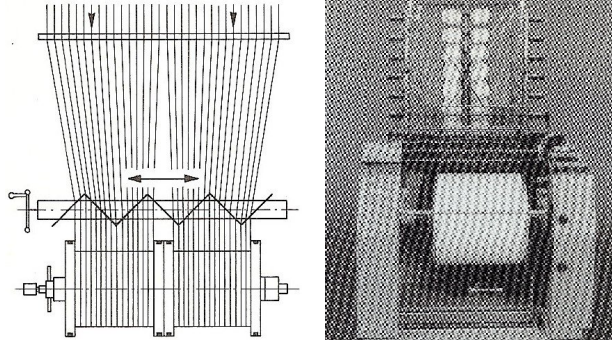
Genel olarak üretim akışları kumaşların oluşturulmasını takiben yerine göre yıkama, ağartma, sterilizasyon ve paketlenme adımlarından

(Rigby and Anand, 2003) oluşurken yerine göre sadece istenilen uzunlukta kesme ve paketleme işleminden ibaret olabilmektedir (Erçevik, G.S., 2007, sözlü görüşme).

Dokuma ve kroşe örme makinelerinde bandajların üretilebilmesi için öncelikle elde edilecek bandajın eniyle ve sıklığıyla orantılı sayıda çözgü ipliğinin çözgü levendine sarılması gerekmektedir. Bandajların maksimum eni 15 cm civarında olduğundan dar enli makinelerde üretime uygundurlar ve dolayısıyla bu makinelerle uyumlu leventlere sarım yapabilecek çözgü çekme makineleriyle birlikte kullanılmaktadırlar.

2.2.1 Çözgü çekimi

Dar dokuma ve kroşe çözgü örme ürünlerinin dar enli olmaları sebebiyle bir ürünlerdeki toplam çözgü teli sayısı çok fazla değildir. Bu da çağlığa dizilmiş olan bütün çözgü ipliklerinin direk olarak tek çözgü levendine aktarılmasına olanak tanımaktadır. Aslında bu durum geniş enli dokuma ürünlerde kullanılan ve iki aşamadan oluşan direk çözgüleme metodunun sadece ilk aşamasına tekabül etmektedir. Konik bobin formunda çağlığa yerleştirilen iplikler eşit tansiyona sabit olabilecek şekilde iplik kılavuzu ve tansiyonlayıcı ünitelerden geçirilerek levende sarılmaktadır. Çözgü çekimi için Şekil 2.1’de görüldüğü üzere çözgü levendinin eni boyunca direk çözgü çekimi sağlayacak makineler geliştirilmiştir. Çözgü çekimi işlemi büyük flanş çapına sahip makinelerde 600 dev/dk hızla yapılabilmekte iken, daha küçük çaplılarda 800 dev/dk’ye varan hızlarda optimum olarak çalışabilmektedir (Kipp, 1989).



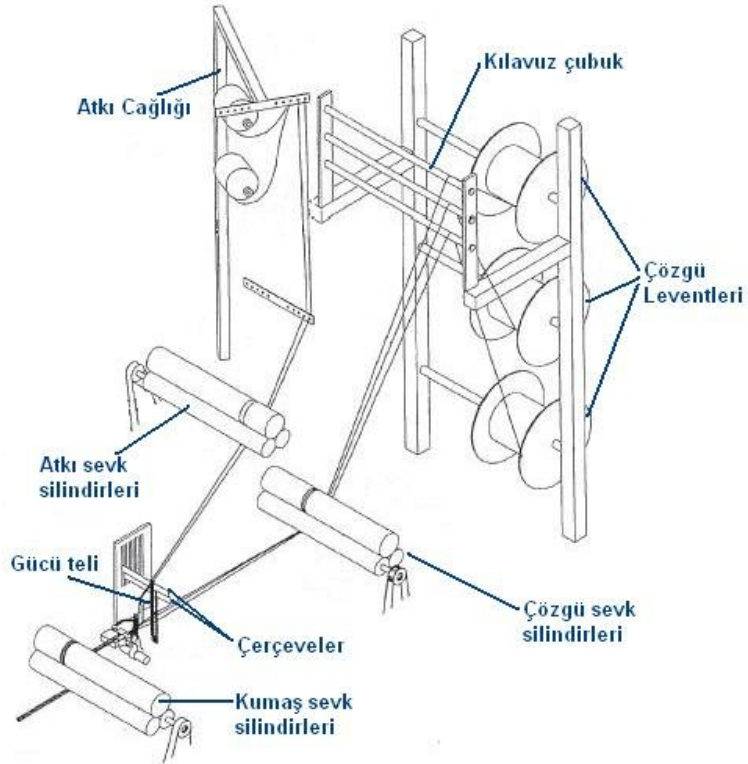
Şekil 2.1 a) Tüm en boyunca çözgü çekimi, b) Yüksek devirli çözgüleme makinesinin genel görünümü (Kipp'den, 1989)

2.2.2 Dokuma

Bandajlar dokunurken enlerinin çok geniş olmaması nedeniyle dar dokuma makineleri tercih edilmektedir. Dar dokuma ürünler temel olarak normal dokuma kumaşlardan yapısal anlamda farklılık göstermez. İstenilen bandaj enine uyumlu ve çok daha basit şekilde tip değişimine olanak tanıyan, daha küçük boyutlu makineler temel farkı oluşturmaktadır.

2.2.2.1 Dar dokuma makinelerinde temel elemanlar

Üretimi yapılacak nihai ürüne göre pek çok farklı tipte dar dokuma makinesi bulunsa da çözgü leventleri, atkı besleme tertibatı, çözgü hareketini sağlayan gücüler, tefeleme hareketini gerçekleştiren tarak gibi en temel elemanlar tüm makinelerde ortaktır. Şekil 2.2'de çerçeveler vasıtasıyla çözgü ipliği hareketinin sağlandığı bir dar dokuma makinesi şematik olarak gösterilmiştir.



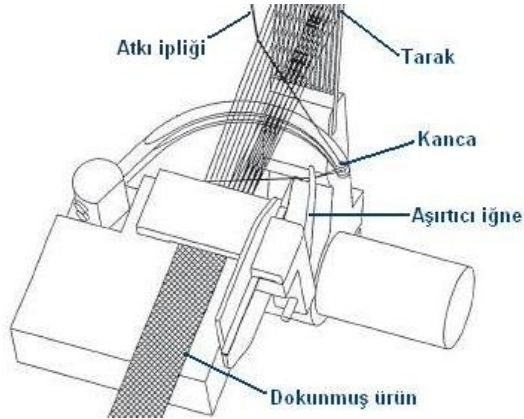
Şekil 2.2 Dar dokuma makinesi şematik gösterimi (Zorini and Franchino'dan, 2005)

2.2.2.2 Dar dokuma makinelerinde çalışma prensibi

Dar dokuma makineleri de normal makineler gibi düz ve jakarlı olarak ikiye ayrılmaktadır. Kullanılan çözgü leventleri normal leventlere göre çok daha dardır. Aynı makinede birden fazla şeridin dokunması olanağı bulunduğu için levent sayısı da birden fazladır. Makinenin arka tarafında bulunan çözgü leventlerinden gelen iplikler yönlendirici kılavuz çubuklar vasıtasıyla makinenin ön kısmında bulunan dokuma bölgesine iletilmektedir. Dokuma bölgesinden önce yer alan çözgü sevk silindir grubu uygulanacak gerilim miktarını belirleyici rol oynamaktadır.

Böylelikle birim zamanda beslenecek çözgü iplik miktarı da ayarlanmaktadır. Atkı iplikleri ise ayrı bir cağılıktan beslenmektedir. Dokuma bölgesine iletilen çözgü iplikleri gücü gözlerinden ve tarak dişleri arasından geçerek dokunmuş kumaşın yapısına katılmaktadır. Gücüler, düz dokuma makinelerinde dizili oldukları çerçevenin hareketiyle, jakarlı makinelerde ise, her biri tek tek bağı olduğu harnişler vasıtasıyla ağızlık açımını gerçekleştirmektedir.

Diğer bir yandan, ayrı bir cağılıktan beslenen atkı ipliğı atkı sevk silindirlerine doğru sağılmaktadır. Çözgü ipliklerinde olduğu gibi sevk silindiri grubu, beslenecek atkı ipliğı miktarını, uyguladığı gerilimle belirlemektedir. Atkı ipliğini açılan ağızlığa taşıyan eleman kanca adını almaktadır (Şekil 2.3). Yarım ay şekilli kanca, yaptığı salınım hareketiyle atkı ipliğini ağızlığa bırakmakta ve geri çıkmaktadır. Atkı ipliğinin kancanın taşıyıcı ucundan düşürülmesinde aşırııcı iğne adı verilen örgü elemanı görev yaparak ipliğı tutmaktadır.



Şekil 2.3 Dar dokuma makinesinde doku oluşumu ve buna katkıda bulunan elemanlar (Zorini and Franchino'dan, 2005)

2.2.2.3 Elastomer ipliklerle çalışma

Elastomer iplikler dokuma işlemi esnasında özel bir muameleye gereksinim duymaktadır. Elastik bantların dokunmasında, elastik ürün çekim silindirini terk ettikten sonra gerekli esnekliği sağlayacak kadar yeterli bir gerilim altında beslenmelidir. Elastomer ipliklerin gerilimi pozitif veya negatif besleme hareketiyle sağlanabilmektedir. Negatif sistemler herhangi bir ek sürücüye ihtiyaç duymadan kendi kendilerine işleyebilmektedir. Dokuma makinesinde hem kaplanmış hem de çıplak haldeki elastomerik ipliklerle çalışmak mümkündür.

- *Kaplanmış kauçuk(lastik) iplikler ve sentetik elastomerler:* Çoğunlukla, birim alandaki tel sayısına dikkat edilerek sarıldıkları ayrı bir leventten beslenmektedirler. Salım mekanizmasının geleneksel hareketi sayesinde ön-tansiyonlanmış olarak yivli silindire gelerek buradan geçiş esnasında nihai gerilimi kazanmaktadırlar. Her bir elastomerik tel çözgü ipliği ile 270°'lik bir açı oluşturacak şekilde silindirin ayrı bir yivinden geçmektedir. En iyi sonuçlar tüm en boyunca çözgü çekimi yapılarak hazırlanan leventlerden beslenen düz tabakalı elastomerlerden alınmaktadır.

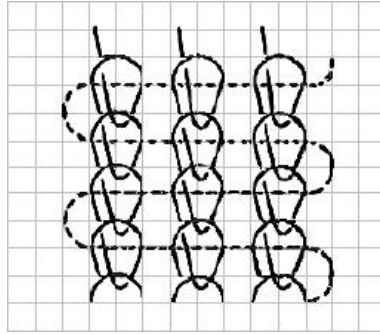
- *Çıplak kauçuk iplikler:* En ufak bir gerilim varyasyonu olduğunda nihai kumaşa düzgünsüzlüklere neden olacağından, özel bir kullanım şekline ihtiyaç duymaktadırlar. Bundan dolayı kendi sürücüsü olan pozitif besleme sistemi ile çalışılması tercih edilmektedir. Çıplak kauçuk iplikler çoğunlukla karton kutular içerisinden bant formunda beslenmektedir. Birbirine gevşek bir halde bağlı olan her bir telin birbirinden ayrılması için yarıcı bir üniteye ihtiyaç bulunmaktadır. Ufak bir tansiyonlama ünitesi

vasıtasıyla kauçuk ipliklerin dokuma kumaş içerisine yüksek gerginlikle katılması sağlanmaktadır. Elastomer ipliklerin beslendiği düzenekler ihtiyaca göre tek veya ikiz üniteli olabilmektedir. Tek üniteli sistemlerde gerekli olan son tansiyon asılan ağırlık vasıtasıyla kauçuk ipliğe verilmektedir. Özellikle kauçuk ipliklerin üzerinde tam kontrollü bir tansiyon elde etmek isteniyorsa ikinci set besleme silindirleriyle donatılmış bir ikiz üniteli aygıt kullanılmaktadır (Kipp, 1989).

2.2.3 Örme

Örme bandajlar, açık enli veya tüp formunda, farklı birçok çapta ve düz veya çözümlü örme makinelerinde üretilebilmektedir (Rigby and Anand, 2003). Elastik tüp formundaki (dikişsiz olarak, silindir formunda üretilen) örme bandajlar 1x1 rib örgülüdürler. Özellikle baskı ve destek sağlama amacıyla kol ve bacak gibi uzuvların çevresini tamamen saracak şekilde uygulanmaktadırlar. Elastikiyeti arttırmak için belli oranlarda lastik veya elastomerik iplik kullanılmaktadır. Elastik, elastik olmayan ve kompresyon düz örme bandajlar trikot ve geniş enli raşel çözümlü örme makinelerinde de üretilebilmektedir (Üreyen vd., 2000).

Sargıların bir arada tutulması, hafif destek sağlanması ve spor hekimliği gibi uygulamalarda piyasada en çok karşılaşılan bandaj tipi kroşe örme makinelerinde üretilenlerdir. Kroşe çözümlü örme yapısı en basit haliyle, çözgü ipliklerinin oluşturduğu sütunların (örme çubuğu) kesiksiz olarak devam eden atkı ipliğiyle (kesikli çizgi ile gösterilmiştir) birleştirilmesine dayanmaktadır (Şekil 2.4) (Mazza and Zonda, 2002).



Şekil 2.4 Kroşe çözgülü örme yapısının şematik gösterimi (Mazza and Zonda'dan, 2002)

Tek bir çözgü ipliği her zaman aynı örücü iğneye beslenmekte ve bağlı olduğu çubuğun verdiği hareketle, zincir halindeki ilmeklerden oluşan ancak birbiriyle bağlantısı olmayan sütunları meydana getirmektedir. Makinenin her bir hareketinde, dolgu sağlayacak atkı ipliği ilmeklerin kenar kısımlarından atılmakta ve zincir halindeki ilmeklerin oluşturduğu sütunları birbirine bağlayarak sonuçta kumaşı meydana getirmektedir (Mazza and Zonda, 2002).

Kroşe makineleri, dilli ve karbine iğnelerin kullanıldığı bir çeşit çözgülü örme makinesidir. İğneler genellikle iğne yatağında yatay olarak monte edilmiş halde bulunmaktadır. Kumaş iğnelerin hareket yönüne 90° açıyla yani dikey olarak aşağı yönlü olarak çekilmekte ve iğne yatağının üst kısmı ile kumaşın ön kısmına yerleştirilmiş özel bir çubuk tarafından kontrol edilmektedir. Kroşe makinelerinde bulunan yatırım rayları, çözgü otomat veya raşel (dilli ve sürgülü iğnelerin kullanıldığı bir tip çözgülü örme makinesi) makinesindeki yatırım raylarından farklı bir salınım hareketi yapmaktadır (Marmaralı ve Dönmez Kretschmar, 2004).

Bazı detaylarda farklılık olmasına rağmen aslında çok yönlü bir yatay raşel örgülü örme makinesi olan kroşe örgülü örme makineleri genellikle bir iğne çubuğuna yerleştirilmiş kancalı iğneler, örgü ipliği yatırımı için delikli kılavuz iğne, atkı yatırımı için tüp iplik kılavuzu ve diğer yardımcı örme elemanları ile çok çeşitli örme ürünleri yapabilmektedir. Şekil 2.5’de dar dantel şeritleri ve farbeları üretmek için dizayn edilmiş, toplam 16 örgü rayı ile desenlendirme yapabilen, bir cağığa dizilmiş tek tek bobinlerden örgü beslemesi yapan, ki bu sayede örgüleme işlemi aradan çıkarılabilmektedir, 60 cm çalışma eni bulunan elektronik kontrollü kroşe örgülü örme makinesi temel elemanlarıyla verilmiştir.



Şekil 2.5 Kroşe örgülü örme makinesi a)Bobin cağığı, b) Örgü bobinleri, c)İplik sevk ve kontrol üniteleri, d) Örme bölgesi, e)Kroşe örgülü örme bant
(<http://www.comez.com/secliv-home-en.htm>)

Çözümlü örme dar bantların dokunduğu kroşe çözgümlü örme makineleri basit yapıları, kolay bant eni ve motif değıştirme olanakları, bireysel iplik bobinleri ve leventlerinin kullanılması sayesinde, dar veya geniş enli elastik şeritlerin, her türlü sıkı veya kaba yapıllı fantezi ürünlerin ve hatta daha açık dokulu yapıların ve kenarların yüksek üretim hızlarında üretilmesine olanak tanımaktadır (Spencer, 2001). Bu özellikleri sayesinde dar dokuma makineleri ürünlerine karşı bazı avantajlar da elde etmişlerdir.

Makineler genellikle dakikada 200-350 sıra oluşturabilecek hızlarda (daha basit yapılar için çok daha fazladır) çalışmaktadır. Bu makinelerde 20 dtex'ten 1000 dtex'e kadar uzanan geniş bir aralıktaki filament ipliklerle çalışabilme imkanı mevcuttur (Spencer, 2001).

2.2.3.1 Kroşe örme makinelerinin genel özellikleri

Temelde aynı prensiple örme işlemi gerçekleştirmelerine rağmen çok çeşitli konstrüksiyonları olan kroşe çözgümlü örme makinelerinin genel özellikleri şunlardır (Yakartepe ve Yakartepe, 1995):

- a) Kroşe makinelerinde doku tutma ve aşırma platinleri bulunmamaktadır. Bunun yerine aşırma işleminin gerçekleştiği bölgeye yerleştirilmiş sabit bir çubuk vasıtasıyla yeni oluşturulan ilmeğin ve kumaşın iğneyle birlikte hareket etmesi engellenmektedir. İlmeğin düşmesi ise örücü iğnelerin kendi ileri-geri hareketi vasıtasıyla sağlanmaktadır.

b) Çalışma enleri genel olarak 16-75 inç arasında (40-190 cm arasında) değişirken 122 inç'e kadar olan (310 cm) daha geniş enli kroşe çözgülü örme makineleri de üretilmektedir.

c) Örme tekniği olarak genellikle franse örgü çubuklarının atkı yatırımlarıyla bağlanarak tutulması ve jakarlı olanlarda ise desen iplikleriyle birlikte örme bağlantısının gerçekleştirilmesi yöntemi kullanılmaktadır.

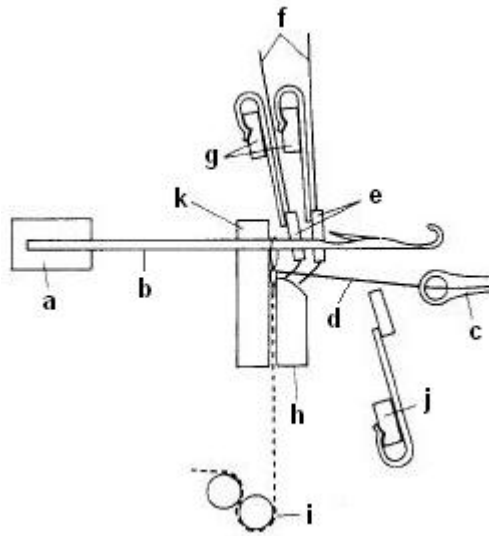
d) Kroşe çözgülü örme makinelerinin incelikleri çoğunlukla santimetredeki iğne sayısı (iğne sıklığı) olarak belirtilmektedir ve 2 ila 10 arasındadır (E5'ten E24'e kadar). Bu sistemde sayı ne kadar düşükse ölçü o kadar kalındır. Müller sistemine göre iğne mesafesi esastır ve bunun anlamı sayı ne kadar düşükse, ölçünün o kadar ince olduğu yani sıklığın arttığıdır. Örneğin müller sisteminde '10' sayısı, bir iğnenin merkezinden diğer iğnenin merkezine olan uzaklığın 10 mm olduğu, dolayısıyla da bir inçteki (25,4 mm) iğne sayısının 2,5 olduğu anlamına gelmektedir (E2,5) (Spencer, 2001).

e) Kroşe makinelerinde genel olarak çözgü ipliklerini taşıyan leventler makinenin ön tarafında aşağıda, atkı ipliklerinin yerleştirildiği cağlık arkada ve kısmen yukarıda yerleştirilmiştir. Çözgü iplikleri tek tek bobinlerden alındığında makinenin arka tarafındaki bir cağlıktan beslenmekte, ancak yine ön taraftan örme bölgesine sevk edilecek şekilde konumlandırılmaktadır.

f) Desen geliştirme diğer çözgülü örme makinelerine göre çok daha kolay ve çabuk yapılmaktadır. Desenlendirme desen ipliklerini taşıyan ilave kılavuz raylar veya jakar tertibatlarıyla yapılabilir.

2.2.3.2 Kroşe örme makinelerinde temel elemanlar

Kroşe çözgülü örme makinelerinde örme yüzey; tek iğne rayına yerleştirilmiş örücü iğneler, çözgü ipliklerini örücü iğnelere yatıran delikli kılavuz iğneler, atkı ipliği yatırımını yapan atkı yatırım kılavuz tüpleri, atkı yatırım tüplerini taşıyan raylar, platin olmadığı için kumaşın yerinde durmasını sağlayan çubuk, çözgü ipliklerini yayma çubuğu, kumaş çekme silindirlerinden oluşan temel örme elemanları ile oluşturulmaktadır (Yakartepe ve Yakartepe, 1995). Şekil 2.6’da bu temel örme elemanları ve çalışma pozisyonları şematik olarak gösterilmiştir (Spencer, 2001).



Şekil 2.6 Temel örme elemanları a) İğne rayı, b) Kancalı-dilli örücü iğne, c) Delikli kılavuz iğne, d) Çözgü ipliği, e) Atkı ipliği kılavuz tüpleri, f) Atkı iplikleri, g) Atkı tüpü rayları, h) Kumaşın oynamamasını sağlayan çubuk, i) Kumaş çekim silindirleri, j) Çözgü ipliği yayma çubuğu, k) Bastırma plakası (Spencer’den, 2001)

Kroşe çözgülü örme makinelerinde kapalı ilmekler ve onların bağladığı dolgu iplikleri sırasıyla çözgü ve atkı ipliği adını alarak farklı yerlerden beslenmekte ve kontrol edilmektedir. Çözgü ipliklerinin beslenmesini ve ilmek oluşumunu sağlayan örücü iğneler ile delikli kılavuz iğneler yatay pozisyonda yerleştirilmiştir. Her bir örücü iğne kendisine ait tek bir delikli kılavuz iğne tarafından beslenmektedir. Delikli kılavuz iğneler çözgü ipliği yatırımını yaparken sırasıyla alttan üste-soldan sağa-üstten alta doğru salınım yapmakta ve bu yatırım hareketi esnasındaki yanal hareket eksantrikle sağlanırken, dikey hareket kavisli mil tarafından yönlendirilmektedir. Çözgü ipliklerinin örme bölgesine beslenmesi çoğunlukla makinenin önünden arkaya doğru yapılmaktadır (Spencer, 2001).

Atkı iplikleri genelde makinenin arka kısmında yer alan çağlıklarda yerleştirilmiştir ve üstten aşağıya doğru örme bölgesine sevk edilmektedir. Atkı ipliklerinin beslenmesi, atkı tüpü raylarına yay basıncı ile sıkıca monte edilmiş atkı ipliği kılavuz tüpleri tarafından sağlanmaktadır. Bu atkı tüpü rayları iğne raylarının hemen üzerinde yer almakta ve her bir sıra için bir bağlantı gerçekleştirecek hızda hareket etmektedir. Genellikle bir makinede 2 kadar delikli iğne kılavuz rayı ve 16'ya kadar atkı ipliği yatırım tüpü rayı yer almaktadır. Bu elemanlar elektronik olarak kontrol edilebilmektedir (Spencer, 2001).

Tüm bunların dışında uçları kesilmiş veya kesilmemiş tipte püskül biçimli kenar, hav, şerit, firfir, salyangoz kabuğu desenli bant gibi fantezi efektlerin yapılabilmesi için özel ekipmanlar da kroşe çözgülü örme makinelerine ilave edilebilmektedir (Spencer, 2001).

2.2.3.3 Kroşe örme makinelerinde kullanılan iğne tipleri

İğne rayına monte edilmiş olarak topluca hareket alan örücü iğneler, kroşe makinelerinde 3 farklı tipte olabilmektedir. Bunlar;

1) *Karbine İğne*: Şekil olarak esnek uçlu iğneye benzeyen ancak ilave baskıya ihtiyaç duymayan ve genellikle kroşe makinelerinde kullanılan bir iğne tipidir (Marmaralı ve Dönmez Kretschmar, 2004). Daha ince yapıların üretiminde tercih edilmektedir. Çözgü ipliği sadece iğnenin sol tarafından beslenebilmesine rağmen oluşturulan ilmeklerin iğneden düşürülmesi sadece iğnenin kendi hareketiyle gerçekleşmektedir. 2500dev/dk'ya kadar olan hızlarda en çok kullanılan iğne tipidir. Tek katlı pamuk ipliklerin örülmesinde, indirgenmiş makine hızı ve yoğun iğne aşınması nedeniyle ekonomik olmamaktadır (Spencer, 2001). Şekil 2.7'de karbine iğne örneği verilmiştir.



Şekil 2.7 Groz-Beckert firmasına ait, açılma ve kapanma işlemlerini kendi kendine gerçekleştiren (self operating) karbine iğne
(<http://www.groz-beckert.com/website/gbkg/en/products.html>)

2) *Dilli (kancalı) iğne*: Küçük bir kancası ve onun üzerine kapanabilen dili bulunan iğne çeşididir (Şekil 2.8). Dilin açılıp kapanması iplik tarafından sağlanmaktadır. İpliğin kancaya yerleşimi, ilmek oluşumu ve aşırıma işlemleri eş zamanlı olarak

gerçekleşmektedir. En fazla kullanılan iğne türüdür (Marmaralı ve Dönmez Kretzschmar, 2004). Diğer iğnelere göre daha az ekonomik olan hızlarda çalışmaktadır ve kanca kırılmasından kaynaklanan daha kısa kullanım ömrüne sahiptir (Spencer, 2001).



Şekil 2.8 Groz-Beckert firmasına ait dilli iğne
(<http://www.groz-beckert.com/website/gbkg/en/products.html>)

3) *Sürgülü (bileşik) iğne*: Bu iğne kanca ve kanca kapatma elemanı (sürgü) olmak üzere iki ayrı parçadan oluşmaktadır. İlmek oluşturma hızı ve maliyeti daha yüksektir (Marmaralı ve Dönmez Kretzschmar, 2004). Groz-Beckert firmasının patentli üretimi (Şekil 2.9) olan bu iğnelerin avantajı ilmek oluşumu sırasında iplik üzerinde daha az gerilim oluşması sayesinde daha geniş bir incelik-kalınlık aralığına sahip ipliklerle çalışılmasına olanak tanımaları ve çalışma ömürlerinin daha uzun olmasıdır (Spencer, 2001).



Şekil 2.9 Groz-Beckert firmasına ait sürgülü iğne ve sürgünün hareket pozisyonları
(<http://www.groz-beckert.com/website/gbkg/en/products.html>)

2.2.3.4 Kroşe örme prensibi

Kroşe çözgümlü örme makinelerindeki temel örücü elemanların hareketini dört aşamada incelemek mümkündür. Bunlar:

1) *Atkı yatırımı:* Örücü iğne en geri konumunda, çözgü kılavuzu ise başlangıç (yani en alt sol konumda) pozisyonundadır. Örücü elemanlar bu konumdayken atkı tüpleri tarafından atkı ipliği yatırımı yapılmaktadır.

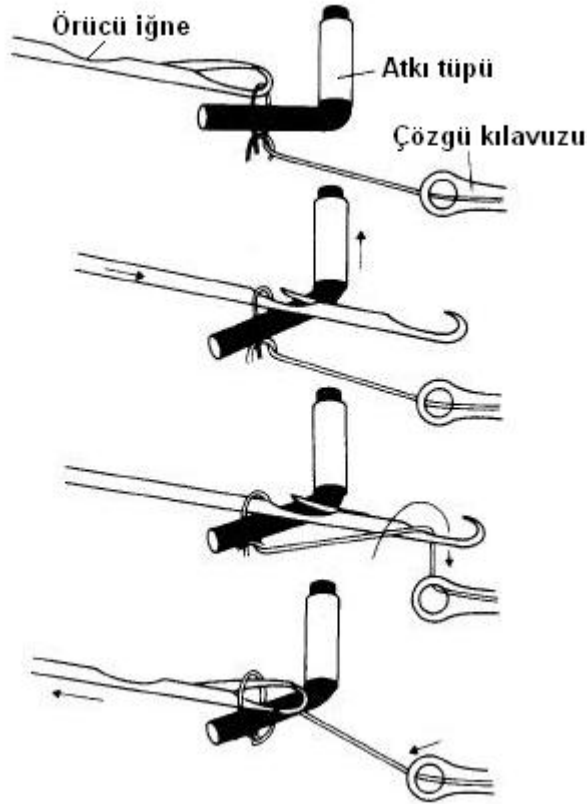
2) *İlmeğin boşaltılması:* Örücü iğnenin ileri doğru hareketini yapmasıyla bir önceki ilmek iğnenin dilini geriye doğru yatırarak bulunduğu yerden kurtulmakta ve iğnenin gövdesi üzerine düşmektedir. Böylece çözgü ilmeği iğnenin kancasından boşaltılmaktadır. Bu esnada atkı yatırım tüpü de ters yönlü hareketini tamamlamak üzere hafifçe yukarıya doğru yükselerek örücü iğnenin dilinin bir önceki ilmeği boşaltmak üzere hareketine imkan vermektedir.

3) *Çözgü ipliği yatırımının yapılması:* Örücü iğne en ileri durumdadır ve çözgü kılavuzu çözgü ipliği yatırımını yapmak üzere yükselmekte, örücü iğnenin üzerinden ipliği aşırarak örücü iğnenin sağ tarafında tekrar aşağı yönlü hareketine başlamaktadır.

4) *İlmeğin bir öncekine eklenmesi:* Yatırım hareketi tamamlanınca örücü iğne geriye doğru hareketine başlamaktadır. Örücü iğnenin geriye hareketi ve bir önceki ilmeğin baskısıyla iğnenin dili kapanmaktadır. İğneye yatırılmış ve dilin kapanmasıyla hapsedilmiş çözgü ipliği bir önceki ilmeğin içinden geçirilerek ona

eklenmektedir. Atkı ipliği ise bu esnada oluşan ilmeklerin arasına sıkıştırılmıştır. Çözüğü kılavuzu ise bir sonraki iplik yatırımı için başlangıç pozisyonuna dönmektedir (Spencer, 2001).

Kroşe çözgü örne makinesinde örücü iğne, çözgü ipliği kılavuzu ve atkı ipliği yatırımı için kılavuz tüpün temel hareketleri Şekil 2.10'da gösterilmiştir (Spencer, 2001; Yakartepe ve Yakartepe, 1995).



Şekil 2.10 Kroşe çözgü örne makinesinde ilmek oluşumunun, atkı ve çözgü yatırımının safhaları (Spencer'dan, 2001)

2.2.3.5 Elastomer ipliklerle çalışma

Kroşe çözgülü örme makinelerinde üretilen ürünün kullanım amacına bağlı olarak kendi boyunun %200-300 fazlasına kadar uzamasını sağlamak üzere lateks (kauçuk, lastik) ilave edilebilmektedir. Bunun için lateks makinenin arka kısmından kılavuz silindirler vasıtasıyla ön kısımdaki örme bölgesine yönlendirilmektedir. Ancak lateksin talep edilen uzama miktarına göre örme bölgesine sevk edilebilmesi için silindirler arasında belirli bir çekim bulunmalıdır. Eski makinelerde farklı çaplardaki dişlilerin kombinasyonları bir arada kullanılarak talep edilen gerilimle lateksin sevkı sağlanırken günümüzdeki daha gelişmiş makinelerde bu tip ayarlar tamamen elektronik olarak yapılabilmektedir. Çekim miktarı değiştirilerek lateks uzaması %116'dan %424'e kadar değişen oranlarda ayarlanabilmektedir. Kullanılacak lateksin inceliği ise beraberinde kullanılan atkı-çözgü ipliği incelikleri göz önünde bulundurularak seçilmektedir. Lateks, kroşe örme ürünün üretimi esnasında boyuna yönde uzamayı sağlamak üzere çözgü ipliği ile birlikte örme kumaşa katılmaktadır. Böylelikle çıplak lastik görünümündeki lateks çözgü ipliği ile sarılarak adeta kaplanmaktadır.

Çalışma kapsamında kullanılan bandaj numuneleri kroşe örme makinesinde üretilmiş ve bandajlara elastik özelliklerini kazandırmak üzere çıplak haldeki lateks makineye beslenmiştir.

3 FAZ DEĞİŞTİRİCİ İÇEREN MİKROKAPSÜLLER

Son dönemde dikkat çeken teknolojik yeniliklerden biri de mikrokapsülleme işleminin faz değiştirici özellik gösteren maddelerin etkinliğini arttırmaya yönelik olarak kullanılmasıdır. Bu teknolojinin temelleri 1970'li yıllarda NASA tarafından atılmıştır (Parys, 2006). Uzaydaki ekstrem koşullardan astronotları ve diğer tüm ekipmanları korumada faz değiştirici maddelerin kullanılabileceği düşüncesiyle başlatılan araştırmalar, binalar için güneş enerjisi depolama sistemleri, mikroişlemciler gibi elektronik donanımlar için soğutucu düzenekler, tarım ve biyomedikal amaçlı termal kontrol üniteleri gibi pek çok teknolojik ürünün ortaya çıkışına zemin hazırlamıştır (Bendkowska, 2006). Tekstil sektöründe ise bu maddelerin liflere ve kumaşlara mikrokapsüllenmiş halde aktarılmasıyla ısı konforunun artırılmasına katkı sağlanabilmektedir.

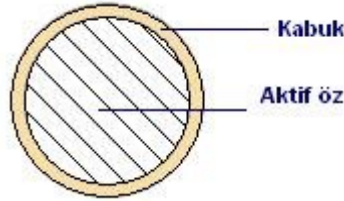
3.1 Mikrokapsüller

Mikrokapsüller makro boyuttan nano boyuta kadar pek çok örneğin görülebildiği doğadan feyz alınarak geliştirilmiştir. Adından da anlaşılacağı üzere içeriğini korumak üzere oluşturulmuş mikron boyutundaki kapsüllerdir. Doğa da maddeleri çevresel dış etkilere korumak üzere benzer şekilde paketlemektedir. Makro boyutta verilebilecek örnekler bir kuşun yumurtası ya da bitki tohumu iken nano boyutta verilebilecek en güzel örnek canlıların yapıtaşı olan hücrelerdir (Ghosh, 2006). Mikrokapsülleme işleminin ilk ortaya çıkışı 1950'li yıllarda, The National Cash Register Company tarafından, karbonsuz kopya kağıdında kullanılmak üzere geliştirilen boya içeren kapsüllerin

hazırlanmasına dayanmaktadır (Övez, 1992). Günümüzde mikrokapsüllerin kullanım alanları oldukça çeşitlenmiş, ilaç endüstrisinden tarım, gıda, kozmetik ve tekstil sanayisine kadar geniş bir yelpazeye yayılmış durumdadır.

3.1.1 Tanımı ve yapısal olarak sınıflandırılması

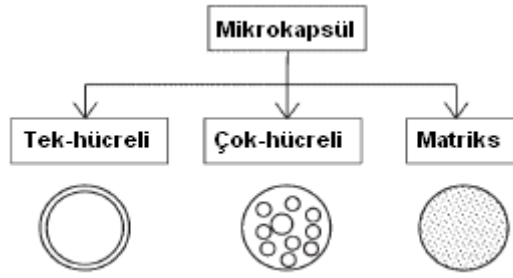
Mikrokapsüller mikron çapında büyüklüğe sahip, çekirdek (aktif öz) ve kabuk (duvar) (Şekil 3.1) olmak üzere iki temel bölümden oluşmuş küreciklerdir. Mikrokapsüllerin çapları 1 ile 1000 μ m aralığında değişebilmektedir. Mikrokapsülleme ise mikron boyutundaki katı, damla formundaki sıvı ya da gaz parçacıkları yalıtmak ve dış ortamın etkilerinden korumak üzere etkinlik göstermeyen bir kabuk maddesi ile paketleme işlemidir. Etkinlik göstermeme tanımı kabuk maddesinin öz maddesi ile reaksiyona girmemesi anlamındadır (Ghosh, 2006).



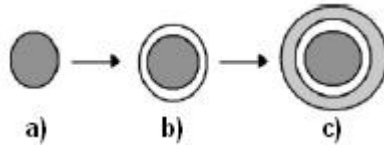
Şekil 3.1 Mikrokapsülün öz ve kabuk bölümleri

Mikrokapsüllerin tane boyutu, tane dağılımı, geometrisi, yapısı, çekirdek maddesi, kabuk maddesi, kabuk kalınlığı, katkı maddeleri, geçirgenliği gibi özellikleri karakteristiğini ortaya koymaktadır (Övez,1992).

Mikrokapsüllerin genel yapısı öz maddesine ve kabuk maddesinin uygulanma yöntemine bağlı olarak değişmektedir. Mikrokapsüller düzenli veya düzensiz şekillere sahip olabilmektedir. İçerdikleri öz maddesi ise tek-hücreli, çok-hücreli ve matriks yapısında dağılmış olabilmektedir (Şekil 3.2) (Ghosh, 2006). Ayrıca mikrokapsülün farklı etkenlere karşı daha fazla korunmasını sağlamak amacıyla (örneğin kimyasallara ve atmosfer koşullarına) çift kabuk tabakası (Şekil 3.3) ile çevrelendiği (Övez, 1992) ve birden çok mikrokapsülün salkım formunda bulunduğu yapılar da bulunmaktadır (Ghosh, 2006).



Şekil 3.2 Mikrokapsüllerin yapısal olarak sınıflandırılması (Ghosh'dan, 2006)



Şekil 3.3 Çift kabuk tabakası ile çevrelenmiş mikrokapsülün oluşumu a) Yağ damlacığı, b) Birincil kabuk katmanını ile kaplanmış mikrokapsül, c) Çift kabuk katmanını ile kaplanmış mikrokapsül (Shukla'dan, 2006)

Mikrokapsülün içindeki öz maddesi toplam hacmin %60-85'ini oluştururken, polimer kabuk genellikle 1µm kalınlığındadır (Bendkowska, 2006). Aktif öz maddesi katı, sıvı ya da gaz formunda bulunabilmektedir. Öz maddeleri çoğunlukla bir çözelti, dispersiyon (bir maddenin bir ortam içerisinde katı parçacıklar halinde dağıtılmış olarak bulunması) ya da emülsiyon formunda (bir maddenin bir ortamda sıvı formda karışmayacak ve çözünmeyecek biçimde dağıtılmış olarak bulunması) kullanılmaktadır (Ghosh, 2006). Kabuk maddesi olarak katı formdaki doğal veya sentetik polimerler tercih edilebilmektedir (Övez, 1992).

Mikrokapsülleme işleminin etkinliğinin sağlanmasında öz maddesinin kabuk ile uyumluluğu (iki tabakanın birbiriyle reaksiyona girmeyen yapıda) olması çok önemli bir kısıttır ve genelde öz maddesine uygulanan ön-işlem bu uyumluluğun artırılmasına yöneliktir. Aynı zamanda öz maddesinin büyüklüğü de difüzyon (yayılma), geçirgenlik ve kontrollü-salınım uygulamalarında önemli bir rol oynamaktadır (Ghosh, 2006).

3.1.2 İşlemin amacı

Mikrokapsülleme işleminin uygulanmasındaki temel nedenler ve işlemin avantajları aşağıdaki gibidir;

- Kararsız, hassas maddelerin kullanımından önce çevresel şartlardan korunması,
- Daha iyi işlenebilirlik (çözünürlük, akışkanlık, ayrılabilirlikte gelişme),

- Oksitlenme, nemlenme, buharlaşma gibi reaksiyonların engellenerek kullanım ömründe artış sağlanması,
- Kontrollü, aralıksız, zamanlamalı salınım yapılabilmesi,
- Zehirli maddelerin güvenli ve elverişli kullanımı,
- Koku ve tatların kamufle edilebilmesi,
- Enzim ve mikroorganizmaların hareketsiz hale getirilebilmesi,
- İlaçların kontrollü ve bir hedefe yönelik olarak salınımlarının yapılabilmesi,
- Sıvıların bir katı gibi kullanılabilmesi (Ghosh, 2006).

3.1.3 Uygulama alanları

Mikrokapsüller tekstil endüstrisinin yanı sıra gıda, kimya, eczacılık, tarım, inşaat, kozmetik, biyo-teknoloji, temizlik malzemeleri, fotoğrafçılık ve basım teknolojileri gibi pek çok alanda kullanım imkanı bulabilmektedir. Bu geniş kullanım yelpazesi içinde doğal ve sentetik çok sayıda polimerin rahatlıkla bulunabilmesi sayesinde kabuk maddesi olarak kullanılabilecek maddeler üç farklı formda görev yapabilmektedir:

- Geçirgen:* Kontrollü salınım uygulamalarında kullanılmaktadır (ilaçlar gibi). Kabuk yapısında yer alan gözeneklerin büyüklükleri ve kabuk kalınlığıyla kontrol edilmektedir.
- Yarı-geçirgen:* Öz maddesine karşı geçirimsiz ancak düşük-yoğunluklu sıvılar için geçirgen özellik göstermektedirler. Dış çevreden bazı cisimlerin emilmesinde ve kapsülün başka bir ortama bırakılmasıyla bu cisimlerin geri salınmasında kullanılmaktadır.

c) *Geçirimsiz*: Öz maddesinin tamamen kuşatılarak dış ortamdan korunması gerektiğinde kullanılmaktadır. Öz kısımda yer alan içeriği dışarı salabilmek için kabuğun dışarıdan uygulanan basınç, eritme, kurutma, çözgünde çözme, ışığın etkisiyle aşınmaya uğrama gibi etkenlerle parçalanması gerekmektedir. Örnek olarak koku içeren mikrokapsüllerin basınç altında patlaması ve ilaçların vücudun asidik veya bazik ortamlarında çözünerek hedefe yönelik salınım yapması verilebilmektedir (Ghosh, 2006).

Mikrokapsülün içindeki öz maddesi katı, sıvı ya da gaz formunda bulunabilmektedir. Uygulama alanına bağlı olarak pigmentler, vitaminler, boyalar, hoş kokular, monomerler, enzimler, katalizörler, ilaçlar, alev-geciktirici maddeler, yapıştırıcılar, anti-oksidanlar, tarım kimyasalları, yumuşatıcılar, ağartıcılar (beyazlatıcı), tuzlar, mürekkepler, faz değiştirici maddeler, yağlayıcı kimyasallar, uyarıcılar, nano-parçacıklar gibi çok çeşitli öz maddelerinin kapsüllemesi mümkündür (Ghosh, 2006).

3.1.4 Kapsül kabuğu ve özellikleri

Bir mikrokapsülün kullanışlı olabilmesi için kabuk kalınlığının kapsül çapına oranı yaklaşık 1/10 ile 1/3 arasında değişmesi gerektiği yapılan çalışmalarla ortaya konmuştur. Eğer kabuk kalınlığı çapın 1/3'ünden daha büyükse patlamasının çok zor olduğu, eğer 1/10'undan daha düşükse de çok kolaylıkla parçalanabildiği dolayısıyla saklanabilmesinin zorlaştığı bildirilmektedir (Macaulay, 1962). Özellikle karbonsuz kopya kağıdı ve/veya sürt-ve-kokla parfüm numunesi uygulamalarında kabuk kalınlığı önemli bir ölçüttür. Kabuk kalınlığı ile beraber, mikrokapsül büyüklüğü ve seçilen kabuk materyali

mikrokapsülün uygulanması esnasındaki verimliliğe etki eden önemli faktörlerdendir.

Mikrokapsül kabuk maddelerinin üretim maliyeti her geçen gün artmaktadır. Bu nedenle kural olarak en ucuz polimer kullanılmaya çalışılır; polimerin çözgen yerine suda çözünebileni tercih edilmektedir (Övez, 1992). Mikrokapsülleme işleminde kapsül kabuğu olarak kullanılabilen maddeler aşağıda verilmiştir (Başal ve Vahaplar, 2005; Karahan vd., 2005; Macaulay, 1962; Kamyshny and Magdassi, 2006).

- Selüloz türevleri (Etil selüloz, metil selüloz, karboksimetil selüloz, selüloz asetat, nitroselüloz vb.),
- Epoksi reçinesi,
- Akrilat ve metakrilat reçineleri (poli-metilmetakrilat, poli-akrilik asit vb.),
- Vinil reçineleri (poli-vinil-klorit, poli-vinil-alkol, poli-vinil-asetat vb.),
- Parafin (mum) gibi petrol türevleri,
- Poliüretan, poliüre, polieter, polistiren, poliamid, polikarbonat, poliimid gibi sentetik polimerler,
- Kitosan, akasya sakızı (arap zamkı), agar, nişasta, vaks, sodyum aljinat, kalsiyum aljinat, jelatin, albumin, gluten, zein, kazein gibi doğal polimerler,
- Yağlar ve yağ asitleri (Trigliseridler ve laurik, kaprik, palmitik asit vb.),
- Titanyumdioksit, kalsiyumkarbonat, kobaltkarbonat, silikat, alkali metaller, demiroksit, çinkooksit gibi inorganik bileşikler.

En çok tercih edilen kabuk maddelerinden bir kısmı da melamin ve üre reçineleridir (melamin-formaldehid, üre-formaldehid, üre-melamin-

formaldehid reçineleri gibi). Bu reçinelerin ortak özelliği termosetting (ısının yükselmesiyle birlikte sertleşen) madde olmalarıdır. Sıcaklığın artması ile makro-molekül zincirleri arasında köprü (çapraz) bağları olduğundan polimer madde üç boyutlu ve erimez hale gelmekte yani ısı ile birlikte sertleşmektedirler (Seventekin, 2006). Bu sayede, mikrokapsül içeriğinin dışarıya salınmasının istenmediği durumlarda (örneğin faz değiştirici içeren mikrokapsüller) bu kabuk maddeleri sıklıkla tercih edilerek beraberinde uygulanan ısıyla oldukça sağlam mikrokapsüller elde edilebilmektedir.

3.1.5 Mikrokapsül eldesinde kullanılan yöntemler

Pek çok alternatif mikrokapsülleme tekniği olmasından dolayı farklı öz maddelerini kapsüllemek üzere farklı teknikler kullanılmaktadır. En uygun metodun belirlenmesinde aşağıdaki faktörler göz önünde bulundurulmaktadır:

- Kapsüllerin içerisine konulacak aktif öz maddelerinin uygun yoğunluk, kararlılık ve miktarda olması,
- Mikrokapsül boyutlarının kullanım amacına uygun büyüklükte ve dayanımda elde edilebilmesi,
- Her bir tanecik için kapsüllenme veriminin yüksek olması,
- Kabuk maddesi ile kapsülleme metodunun birbiriyle uyumlu olması,
- Mikrokapsülleme için gerekli olan donanımların ve işlem maliyetinin uygunluğu,
- Yüksek hacimlerde mikrokapsül üretimine elverişli olması,
- Mikrokapsülleme sürecindeki parametrelerin kontrol edilebilirliği,

- Uygulama işleminin kolay olması ve kapsül içeriğinin erken salınımına neden olmaması,
- Gecikmeli veya hedefe yönelik salınım yapabilme gereksinimini karşılayabilme,
- Mikrokapsülleme sürecinde kullanılan kimyasalların çevreye ve insan sağlığına olumsuz etkisi olmaması (Parys, 2006).

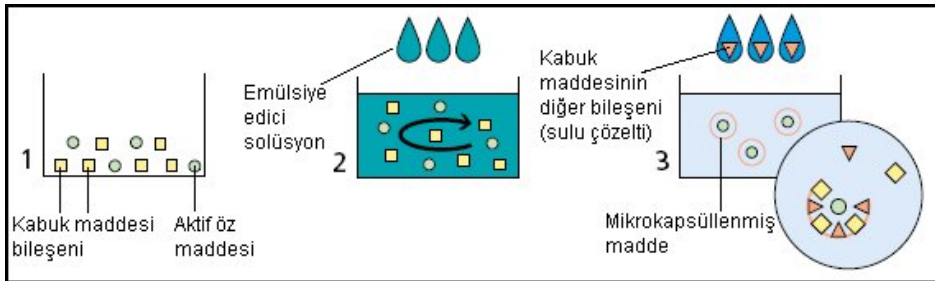
3.1.5.1 İn-situ polimerizasyonu

Bu yöntem, yoğunlaşarak katı forma girmiş parçacıkları oluşturmak üzere, birbiriyle direk reaksiyona girebilecek yapıdaki organik ara yapıtaşlarını içeren ancak birbiri ile karışmayan iki sıvının (örneğin su ve organik çözücü), sırasıyla bir araya getirilmesini içermektedir. İşlem sırasında kabuk maddesi öz maddesinin etrafını çevreleyerek polimerizasyon reaksiyonu ile sıkıca kapsüllemektedir. Kapsül kabuğu geçirgenliğinin en düşük seviyelerde tutulabilmesi ve 5-100 μ m büyüklükte değişen mikrokapsüller elde edilebilmesi bakımından faz değiştirici gibi salınım yapılması istenmeyen maddelerin kapsüllenmesinde sıkça tercih edilmektedir (Sarier and Önder, 2007). Bu yöntemde kullanılabilecek uygun kabuk polimerleri arasında poliamid, poliester, poliüretan, poliüre gibi maddelerle melamin ve üre reçineleri sayılabilmektedir.

3.1.5.2 Ara-yüzey polimerizasyonu

Bu yöntemde aktif öz maddesinin etrafında kimyasal polimerizasyon reaksiyonu ile kabuk maddesi elde edilmektedir. Aktif öz içeriği ve kabuk maddesinin bileşenleri için birbirine karışmayan iki

çözgen kullanılmakta ve bir çözgendeki monomer diğer çözgendeki monomer ile tepkimeye girmektedir (Başal ve Vahaplar, 2005). Öncelikle aktif öz maddesi ve kabuk maddesinin suda çözünmeyen bileşeni bir araya getirilmektedir. Sonrasında aktif öz ve kabuk maddesi bileşeninden oluşan karışım, çözelti içerisinde, bir karıştırıcı vasıtasıyla, istenilen kapsül büyüklüğünde damlacıklar haline gelinceye kadar dağıtılmaktadır. Diğer bir kabuk maddesi bileşeninin sulu çözelti formunda ilave edilmesiyle gerçek kapsülleme işlemi başlar. Kabuk maddesinin iki bileşeni farklı katmanlarda çözünbilmekte (örneğin biri su fazında diğeri yağ fazında) ve sadece öz maddesini çevreleyen katı film tabakasını meydana getirmek üzere arayüzeyde birbiriyle temasa geçebilmektedir (Başal ve Vahaplar, 2005). Şekil 3.4’de ara-yüzey polimerizasyonu ile mikrokapsülleme işleminin aşamaları gösterilmiştir.

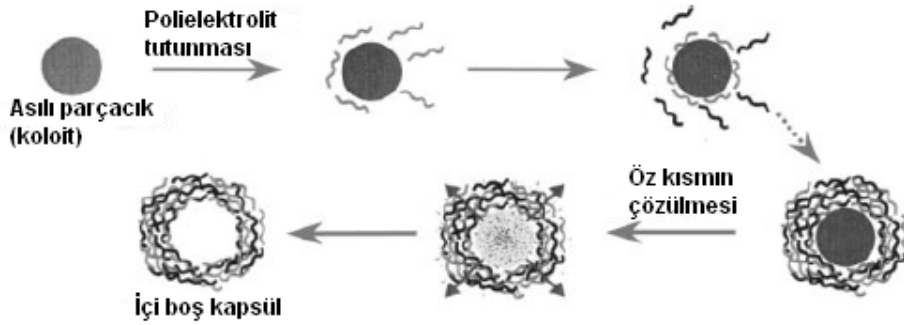


Şekil 3.4 Ara-yüzey polimerizasyonu ile mikrokapsülleme işlemi
(http://www.research.bayer.com/edition_15/15_microcapsules.pdf)

3.1.5.3 Katman-katman yöntemi

Katman-katman yöntemi birden fazla katmanlı kabukların oluşturulmasında kullanılmaktadır ve elektrostatik yüklenme

prensibinden faydalanmaktadır. Özü meydana getirecek maddelerin pozitif ve negatif yüklenmiş poli-elektrot çözeltilerine döngü oluşturacak biçimde sırasıyla daldırılmasıyla elde edilmektedir. Bu yöntem oldukça basit olmasının yanı sıra çok yönlüdür. Uygulanan toplam katman sayısının değiştirilmesiyle ayarlanabilen kabuk kalınlığı sayesinde istenen nihai özelliklere ulaşılabilir. Ayrıca öz maddesinin art işlem sırasında çözülüp uzaklaştırılmasıyla içi boş mikrokapsül yapımına da olanak tanınmaktadır (Ghosh, 2006). Şekil 3.5’de poli-elektrolitlerin yüzeye tutunmasıyla kapsül yapısının meydana gelmesi ve sonrasında öz bölümün çözülerek uzaklaştırılması sonucu boş kapsül elde edimi şematik olarak görülmektedir.



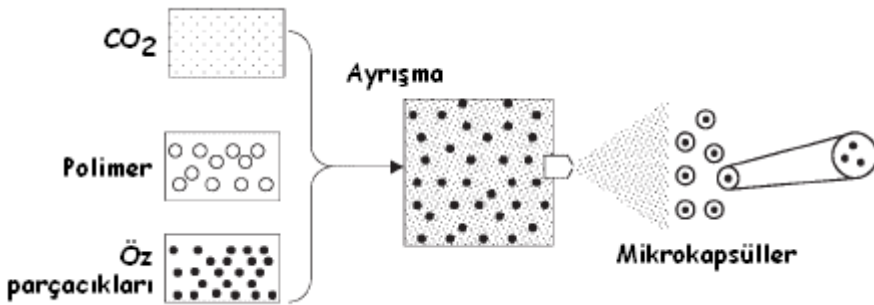
Şekil 3.5 Poli-elektrolitlerin çökmesi süreci ve onu takip eden, ‘öz maddesinin parçalanması’ işleminin şeması (Peyratout and Dähne’den, 2004)

3.1.5.4 Süper-kritik gaz destekli yöntem

Süper-kritik akışkanlar sıvı ve gazların pek çok avantajını bir araya toplayan oldukça fazla miktarda sıkıştırılmış gazlardır. Sıcaklık ve basınçtaki en ufak değişiklikler, (kritik nokta civarında) süper-kritik

akışkanların yoğunluklarında oldukça fazla değişime neden olmaktadır. Süper-kritik karbondioksit (CO_2) kullanımı düşük kritik sıcaklık değeri, zehirli ve yanıcı olmamanın yanı sıra, oldukça saf, maliyet açısından avantajlı ve kolayca erişilebilir olması bakımından genel olarak tercih edilmektedir (Ghosh, 2006).

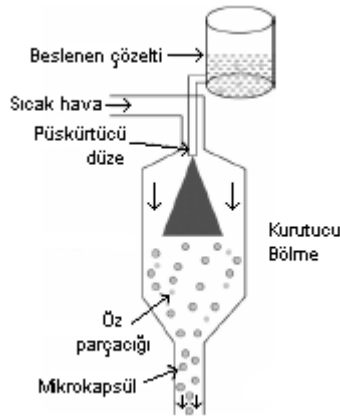
Bu proste, aktif öz maddesini ve kabuk materyalini içeren süper-kritik akışkan, yüksek basınca maruz bırakılmakta ve ardından küçük bir düzeden geçirilerek atmosfer basıncının hakim olduğu ortama doğru serbest bırakılmaktadır. Basıncıdaki ani düşüş, daha önce çözünmüş halde bulunan kabuk materyalinin katılaşıp aktif öz maddesinin etrafında birikmesine ve bir kaplama tabakası oluşturmaya neden olmaktadır. Bu yöntemin dezavantajı hem aktif öz maddesinin hem de kabuk materyalinin süper-kritik akışkan içerisinde çok iyi çözünebilir olması gereğidir. Polimerlerin çözünebilirliği yardımcı çözücülerin kullanılmasıyla sağlanabilmektedir. (Ghosh, 2006). Süper-kritik karbondioksit kullanılarak yapılan mikrokapsülleme prosesinin şematik görünümü şekil 3.6’da verilmiştir.



Şekil 3.6 Süper-kritik çözeltilerin çok hızlı ayrışması vasıtasıyla mikrokapsülleme tekniği (Ghosh'dan, 2006)

3.1.5.5 Sprey-kurutma

Sprey-kurutma ünitesi ile mikrokapsülleme tekniği düşük maliyetli olması sebebiyle ticari anlamda da başarı sağlamıştır. Çevresel nedenlerle kabuk maddesi olarak suda çözünebilir polimerler tercih edilmektedir (Ghosh, 2006). Bu yönteme öz maddesinin onunla karışmayan kabuk materyaline karıştırılarak dağıtılması ve böylelikle bir çözelti hazırlanmasıyla başlanmaktadır. Sonrasında elde edilen karışım ısıtılmış düzelerden çok küçük parçacıklara ayrılmış bir formda kurutucu bölmeye doğru püskürtülerek devam etmektedir (Şekil 3.7). Bu bölmeye doğru püskürtülen damlaları çevreleyen kabuk maddesi çözgenin buharlaşmasıyla birlikte hızla katılaşmaktadır (Başal ve Vahaplar, 2005). Elde edilen mikrokapsüller poli-nükleer (çok-hücreli) veya matriks tipindedir (Ghosh, 2006).



Şekil 3.7 Sprey-kurutma yöntemiyle mikrokapsülleme işlemi (Ghosh'dan, 2006)

3.1.5.6 Akışkan-yatak kaplaması

Bu yöntemle kabuk materyali üç farklı şekilde öz maddesine doğru püskürtülebilmektedir (Şekil 3.8) (Ghosh, 2006):

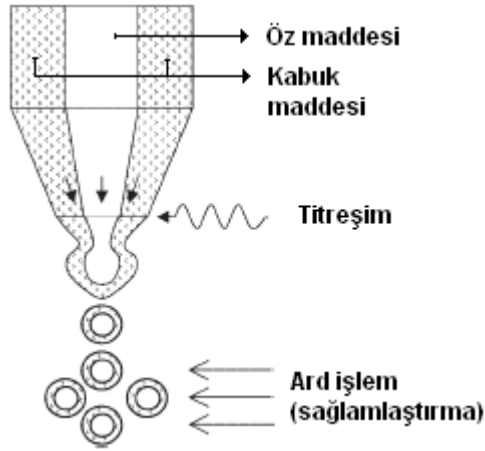
- Üst kısma yerleştirilmiş düze aşağıdaki akışkan yatakta yer alan öz parçacıklarına doğru püskürtmeyi yapmaktadır.
- Öz maddeleri akışkan yataklı kaplayıcının alt bölümünde yer alan tablanın deliklerinden geçerek yukarı yönlü hareket etmekte ve orta kısma yerleştirilmiş silindirik şekilli düze bu tanecikleri alttan püskürtme ile kaplamaktadır.
- Yan çeperde yer alan düze akışkan yatakta yer alan döner diskin aşağı yukarı hareketi esnasında oluşan boşluklardan yukarı çıkan öz maddelerine teğetsel olarak püskürtmeyi yapmaktadır.



Şekil 3.8 Akışkan yataklı kaplayıcıda farklı konumlu püskürtme şekilleri (a) üstten, (b) alttan (c) teğetsel (Ghosh'dan, 2006)

3.1.5.7 Çoklu-düze ile püskürtme

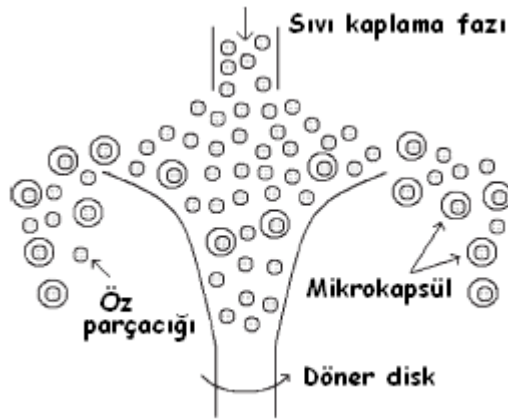
Bu sistemin aslını, kabuk ve öz maddesinin basınç altında birlikte püskürtülebileceği özel bir çoklu-düze oluşturmaktadır. Sıvı haldeki kabuk ve öz maddesinin durmaksızın bir arada akıtıldığı tüplerin ucu ortak merkezli olarak yerleştirilmiştir. Öz maddesi içteki tüpten akarken, onu kaplayacak kabuk maddesi dıştaki tüpten beslenmektedir (Başal ve Vahaplar, 2005). Sıvılar tüplerin ucuna geldiğinde titreşimin etkisi altında damlacık formunu meydana getirmektedir (Şekil 3.9). Daha sonra kabuk kısmı kimyasalla etkileştirme (çapraz bağlayıcı ilavesi), soğutma, çözgen buharlaştırma metotlarından biri vasıtasıyla sertleştirilmektedir. İşlemin optimize edilebilmesi için çok farklı tipte çoklu-çekim-düzesi geliştirilmiştir (Ghosh, 2006).



Şekil 3.9 Çoklu-çekim-düzesinin şematik görünümü (Ghosh'dan, 2006)

3.1.5.8 Santrifüj tekniği

Bu yöntemde sıvı kabuk materyali içerisinde süspansiyon olarak dağıtılmış öz parçacıkları sürekli dönen bir disk üzerine akıtılmakta ve diskin dönme hareketinden dolayı öz parçacıkları kabuk materyali ile kaplanmaktadır. Kaplanmış parçacıklar fazlalık olan kabuk materyaliyle birlikte diskin kenarlarından savrulma kuvvetinin etkisiyle fırlatılmaktadırlar (Şekil 3.10). Sonrasında kabuk materyali dışarıdan uygulanan etkenlerle (genellikle soğutma) katılaştırılmaktadır. Bu teknik oldukça hızlı, nispeten basit, maliyet bakımından avantajlı ve yüksek üretim verimliliğine sahiptir. Optimum kapsüllenme için, 100-150 μ m çapında, tam yuvarlak öz maddeleri ve çok kısa sürede katılaşabilen kabuk materyaline gereksinim duyulmaktadır (Ghosh, 2006).



Şekil 3.10 Döner-disk vasıtasıyla mikrokapsül elde edilmesi (Ghosh'dan, 2006)

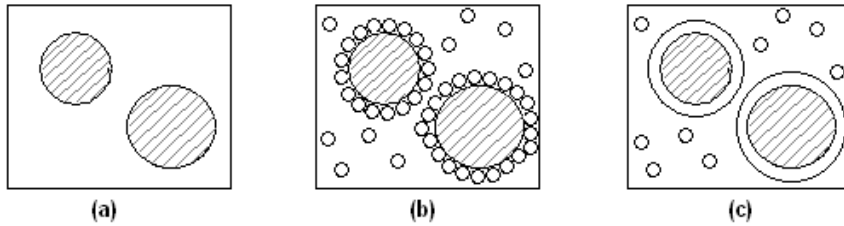
3.1.5.9 Basit ve bileşik faz ayrışması (koaservasyon)

Homojen bir polimer çözeltisinin, kısmen polimerce zengin (koaservat) ve polimerce daha zayıf faza (süpernatant yani koaservasyon ortamı) dönüşmesine faz ayrışması adı verilmektedir. Seyreltik faz yani süpernatant koaservat fazıyla çoğunlukla denge halinde bulunmaktadır. Bu iki faz aslında birbiriyle uyumlu değildir ve birbirine karışmamaktadır. Koaservasyon olayı çökelme ile aynı şey değildir. Koaservatlar, süpernatantıyla denge halinde bulunan polimerce zengin süper konsantrasyona sahip visko-elastik maddelerdir (Singh et al., 2007).

Basit ve bileşik olarak iki tip faz ayrışması mevcuttur. Her iki proses için de mikrokapsül oluşumu özdeş iken, sadece faz ayrışmasının oluş biçimi değişkenlik göstermektedir. Basit yöntemde, faz ayrışmasının gerçekleşmesi için anti-çözündürücü ajan (tuz ve alkol gibi) eklenirken (Singh et al., 2007), bileşik yöntemde birbirine zıt yüklenmiş polimerler arasındaki çekim kendiliğinden faz ayrışmasına neden olmaktadır (Ghosh, 2006).

Bileşik faz ayrışmasında birden fazla sayıda koloit (asıltı) kullanılmaktadır (Hawlder et al., 2003). Polielektrolit yapılı bu koloitlerin (zıt yüklü anyon ve katyon) görevi kabuk malzemesini oluşturmaktır (Ör: Jelatin ve arap zıncı sistemi) (Övez ve Yüksel, 2002). Kapsülleme işleminde çekirdek maddesi olarak suda çözünmeyen bir yağ seçilmesi esastır. Öncelikle bu yağ esaslı aktif öz maddelerinin, koloitleri taşıyan sulu fazda küçük damlalar halinde dağıtılması (su-içinde-yag emülsiyonu) gereklidir. Emülsiyonlaştırma işlemi çoğunlukla mekanik karıştırıcılar vasıtasıyla yapılmaktadır (Övez, 1992). Karıştırma işleminin

yanı sıra sürfaktan (yüzey-aktif) maddelerin ilavesi emülsiyonun stabil hale getirilmesinde yardımcıdır. Daha sonra bu emülsiyona ikinci bir suda çözünür polimer eklenerek karıştırılmaktadır. Bu aşamayı takip eden, pH'ın değiştirilmesi, sıcaklığın düşürülmesi, seyreltme, tuz ilavesi ya da çevresel koşullardan herhangi birinde yapılacak bir değişiklik birbirine zıt yüklü iki fazın ortaya çıkışını tetiklemektedir (Choi et al., 2001; Ghosh, 2006). Mikrokapsüller, daha yüksek konsantrasyona sahip olan polimerin (koaservat) dağınık öz damlalarının yüzeyine tutunmasıyla (çökmesiyle) şekillenmektedir. Çapraz-bağlayıcı maddelerin ilavesiyle sağlanan kimyasal reaksiyonlar kapsüllerin kabuğunu oluşturan asıtların daha sıkışık bir polimer ağını meydana getirmesini sağlamaktadır. Takip eden soğutma işlemiyle kabuk tabakası katılaştırılarak sağlamlaştırılmaktadır. Elde edilen kapsüllerin, asidik ortamda birbirine yapışarak gruplaşmasına engel olmak için karışımın pH'ı yeniden ayarlanmaktadır (Övez, 1992). Bazı uygulamalarda son işlem olarak süspansiyon süzülmekte, bir çözgenle yıkanarak serbest haldeki mikrokapsüller elde edilmekte, tekrar süzülmekte ve vakumlu fırında kurutulmaktadır (Hawlder et al., 2003). Şekil 3.11'de faz ayrışması metoduna göre mikrokapsüllerin elde edilişi gösterilmiştir.

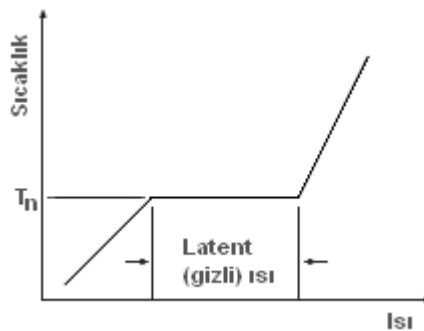


Şekil 3.11 Faz ayrışması yöntemine göre mikrokapsülleme işleminin temel basamakları
a) Su içinde yağ emülsiyonu b) Hidrofilik asıtların yağ damlalarının etrafına çökmesi
c) Hidrofilik asıtların birleşerek mikrokapsül kabuğunu oluşturmaları (Övez'den, 1992)

Mikrokapsülleme işlemi için bileşik faz ayrışması tekniği kullanıldığında belirli oranlara dikkat edilerek işlemin gerçekleştirilmesi hazırlanan kapsüllerin aglomere olmasını (bir araya toplanma eğilimi) engellemek açısından oldukça önemlidir (Ghosh, 2006). Çalışma kapsamında faz değiştirici içeren mikrokapsüllerin elde edilmesinde bu yöntem tercih edilmiştir.

3.2 Faz Değiştirici Maddeler (PCM)

Faz değiştirici maddeler latent (gizli) ısı depolama materyalleridir. Isıyı depolamak ve geri salmak için kimyasal bağları kullanmaktadırlar (Mäkinen, 2006). Isıtma süreci boyunca, katı halden sıvı hale faz değişimi erime sıcaklığına ulaşıldığında gerçekleşmektedir. Bu erime işlemi sırasında faz değiştirici maddeler oldukça yüksek miktarda gizli ısı depo etmektedirler. Tüm bu söz konusu işlem boyunca sıcaklık ise neredeyse tamamen sabit kalmaktadır (Şekil 3.12).



Şekil 3.12 Faz değiştirici maddeler için ısı artışı karşısında sıcaklık değişimi ve depolanmış gizli ısı bölgesinin grafiksel gösterimi (Bendkowska'dan, 2006)

En iyi bilinen faz deęiřtirici madde 0°C sıcaklıkta eriyen ve 100°C sıcaklıkta buharlařan sudur (Bendkowska, 2006). Buz eriyerek suya dnřtę esnada yaklaşık 335J/g’lık gizli ısıyı absorbe etmektedir. Isıtmaya devam edildięinde ise su her bir derecelik sıcaklık artışı için sadece 4J/g’lık enerjiyi emebilmektedir. Grldę gibi katıdan sıvı hale geiř esnasındaki faz deęiřiminden kaynaklanan latent ısı emilimi suyun ısıtılması esnasında verilmesi gereken ısı miktarının yaklaşık olarak 100 katıdır (Mkinen, 2006). Ancak suyun dřk enerji yoęunluęuna sahip olması, ısı depolama sisteminin byk csseli ve hantal olmasına yol aacaęından tercih edilmemektedir. Bundan dolayı yksek faz deęiřim ısıısına, yksek enerji yoęunluęuna ve dřk maliyete sahip faz deęiřtirici maddeler kullanılmaktadır (Hawlader et al., 2003).

3.2.1 Mikrokapřullemede tercih edilen faz deęiřtiriciler

En iyi bilinen faz deęiřtirici madde olan suyun dıřında 500’n zerinde organik veya sentetik kkenli faz deęiřtirici madde olduęu bilinmektedir. Bu maddeler birbirinden faz deęiřim sıcaklıęı ve ısııl depolama kapasiteleriyle ayrılmaktadır (Parys, 2006).

3.2.1.1 Hidratlanmış tuzlar

Hidratlanmış inorganik tuzlar, n sayıda su moleklne sahip inorganik tuz kristalleridir. Sıcaklık aralıkları 20–40°C arasında deęiřmektedir (izelge 3.1) (Zhang, 2001). Dřk maliyete, birim aęırlık bařına yksek gizli (Latent) ısıya ve iyi ısııl iletkenlięe sahiptirler ve ayrıca yanıcı deęillerdir. Ancak bozunmaları nedeniyle kullanım mrleri sınırlıdır (Bendkowska, 2006).

Çizelge 3.1 Tekstilde faz değıştirici madde olarak kullanılabilen hidratlanmış tuzların ısı özellikleri (Zhang’dan, 2001).

Hidratlaştırılmış inorganik tuzlar	Erime Noktası (°C)	Erime Isısı (kJ/kg)	Özgöl ısı kapasitesi (J/(kgK))	
			Katı	Sıvı
CaCl ₂ ·6H ₂ O	29	190	1460	2130
LiNO ₃ ·3H ₂ O	30	296	-	-
Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O	32	225	1760	3300
Zn ₂ SO ₄ ·6H ₂ O	35	205	-	-
Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O	36	147	1340	2260
Na ₂ SO ₄ ·5H ₂ O	43	209	1460	2300

3.2.1.2 Yağ asitleri ve esterler

Palmitik asit, laurik asit, kaprik asit-laurik asit karışımları bu gruba örnek olarak verilebilmektedir. Literatürde hindistan cevizi yağ asidinin de koaservasyon yöntemine göre mikrokapsüllendiği bilinmektedir. Yağ asitleri, iyi kimyasal dayanım, toksik olmama ve erime aralığı uygunluğu (22–65°C arası) gibi açılardan mikrokapsüllenmiş faz değıştirici olarak kullanıma elverişlidir (Özonur et al., 2006).

3.2.1.3 Düz zincir hidrokarbonları

Parafin mumları adıyla da bilinen düz zincir hidrokarbonları, yağ inceltme işleminin bir yan ürünüdür. Genel formülleri “C_nH_{n+2}” biçiminde ifade edilir. n sayısı 16~21 arası olan hidrokarbonların erime ve donma noktaları 10–40°C arasında değışmektedir (Çizelge 3.2). Düz

zincir hidrokarbonların başlıca satış ürünleri çoğunlukla ' $n \pm 1$ ' veya ' $n \pm 2$ 'nin karışımıdır (Zhang, 2001).

Çizelge 3.2 Seçilmiş bazı düz zincir hidrokarbonlarının ısı özellikleri
(Bendkowska'dan, 2006)

Faz Değiştirici Materyal	Karbon Atomu Sayısı	Erime Noktası (°C)	Latent (Gizli)Isı (kJ/kg)	Donma Noktası (°C)
n-hekzadekan	16	18.2	237.05	16.2
n-heptadekan	17	22.5	213.81	21.5
n-oktadekan	18	28.2	244.02	25.4
n-nonadekan	19	32.1	222.00	29.0
n-eykazan	20	36.1	246.34	30.6
n-heneykazan	21	40.5	199.86	

Düz zincir hidrokarbonları geniş kapsamlı hammadde kaynağına sahiptir, ucuzdur, paslandırma özelliği göstermezler, nem çekici ve zehirli değildir ve çok çeşitli alanlarda kullanımları mümkündür (Bendkowska, 2006). Kimyasal olarak kararlı olmaları, suda çözünmemeleri ve birim ağırlık başına yüksek miktarda latent (gizli) ısıya sahip olmaları diğer önemli avantajlarıdır (Rao et al., 2007). Isı-depolama ve ısı-regüle etme özelliklerine sahip tekstil ürünleri ve giysilerin üretiminde en önemli PCM maddesi olarak karşımıza çıkmaktadırlar. Bu faz değiştiricilerin 1–30µm arasında değişen çaplarda mikrokapsüllenebildiği birçok çalışma mevcuttur.

Düz zincir hidrokarbonlarının dezavantajlarından biri düşük ısı iletkenlikleridir. Özellikle ısının geri salınması sırasında bu özellikleri nedeniyle kullanıldıkları yerin yüzeyinde donmaktadırlar (Hawladar et al., 2003). Diğer bir dezavantaj ise faz değişimi esnasında hacimlerinde

yüksek miktardaki değişimdir. Yanıcı olmaları da negatif bir özellikleri olmasına karşın alev geciktirici maddelerin ilavesiyle bu problem çözülebilmektedir (Bendkowska, 2006).

3.2.1.4 Polietilenglikoller (PEG)

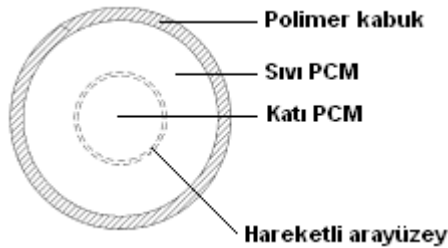
En önemli PCM materyallerinden biri olan PEG'ün erime noktası moleküler ağırlığı 20.000'nin altında olduğunda molekül ağırlığına bağlıdır. Bunun üzerindeki değerler içinse hemen hemen birbiriyle aynıdır. Erime noktası vücut sıcaklığına en yakın olan PEG'ün (35.1°C) molekül ağırlığı 1000'dir ve erime ısısı çok yüksek değildir (137.31kJ/kg) (Zhang, 2001). PEG ile işlem görmüş tekstil ürünlerinin sıcak ve soğuk ortamlarda ısı depolama/geri salınım döngülerinin tekrarlanabilirliği oldukça iyi olmasına karşın yıkamaya karşı dayanımları suda çözünmeleri nedeniyle düşüktür (Bendkowska, 2006).

3.2.1.5 Polihidrikalkol Türevleri

Polihidrik alkoller katı-katı değişim materyalleridir. (Isı karşısında sıvı faza dönüşmezler ancak kristal yapılarında değişiklik meydana gelmektedir. Bu esnada yüksek ısı depolama/salınımı göstermektedirler). 2-amino-2-metil-1,3-propandiol gibi amino alkoller, pentaeritritol, 2,2-Dimetil-1,3-propandiol (DMP) ve 2-hidroksimetil-2-metil-1,3-propandiol (HMP) sıkça faz değiştirici madde olarak kullanılabilir. Ancak faz değişim sıcaklıkları 40°C'in üzerinde olduğu için ısı-depolama ve ısı-regülasyonu amacıyla tekstil ürünlerinde kullanıma elverişli değildir. Ancak, eğer iki polihidrikalkol karıştırılırsa faz değişim sıcaklığı 24–40°C arasında değişebilmektedir (Zhang, 2001).

3.3 Faz Değiştirici İçeren Mikrokapsüller (MikroPCM)

Faz değiştirici maddelerin koruyucu özelliğe sahip katı fakat aynı zamanda esnek maddelerle sarılmış olması görevlerini yerine getirme sürecinde oldukça önemlidir. Çünkü bu maddelerin tekrarlı koşullar altında devamlı çalışabilmeleri için dışarı salınmaları engellenmelidir. Aksi taktirde özellikle faz değişimi esnasında katı halden sıvı hale geçen aktif öz, koruyucu bir katman olmadığı sürece çevreye dağılma eğiliminde olmaktadır (Bendkowska, 2006). Faz değiştirici maddeler mikrokapsülleme teknikleri kullanılarak mikron boyutunda paketlenabilmektedir ve dış ortama karşı korunaklı bu yapılara mikroPCM adı verilmektedir. Şekil 3.13’de mikroPCM’in kabuk kısmı ve erime esnasındaki katı ve sıvı bölümleri şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.13 Faz değiştirici madde içeren mikrokapsülün erime esnasında şematik gösterimi (Rao et al.’dan, 2007)

Faz değiştirici maddelerin mikrokapsüllenmiş halde kullanımı oldukça avantajlıdır. Çünkü mikrokapsülleme ile faz değiştirici madde dispersiyonunun paketlenerek dağılmadan kalması sağlanırken buharlaşması, dış ortamdaki diğer maddelerle reaksiyona girmesi önlenmektedir. Toplam hacimde bir farklılık olmadan daha geniş ısı

transfer yüzey alanına ulaşılabilirdiğinden daha etkin bir ısı performans yakalanabilmektedir (Sarier and Önder, 2007). Isıyı regüle etme etkinlikleri üzerinde ortamdaki nemliliğin herhangi bir etkiye sahip olmaması da önemli bir avantajdır (Bendkowska, 2006).

MikroPCM'lerin aktif yalıtım etkilerinin yoğunluğu ve sürekliliği uygulanma miktarlarına ve ısı-depolama kapasitelerine bağlı olarak değişmektedir. MikroPCM'ler için anahtar rol üstlenen diğer parametreler ise şunlardır:

- Partikül büyüklüğü ve partikül dağılımı,
- Öz/kabuk oranı (aktif özün olabildiğince çok olması istenir),
- Isıl ve kimyasal dayanım,
- Mekanik etkilere karşı gösterilen direnç (Bendkowska, 2006).

3.3.1 MikroPCM'lerin tekstil ürünlerine aktarılması

Mikrokapsüllenmiş faz değiştirici maddelerin bir tekstil ürününe uygulanmasıyla; ısı emilimiyle ortaya çıkan bir soğuma etkisi, ısı salınımıyla ortaya çıkan bir ısıtıcı etki, ısının emilmesi veya salınmasıyla ortamdaki sıcaklığın sabit kalmasından kaynaklanan bir ısı-düzenleme etkisi, tekstil dokusunun içerisindeki ısı akışını düzenleyerek onun etrafında oluşan bir aktif ısı-yalıtım tabakası etkisi görülmektedir (Bendkowska, 2006). Üstelik bu esnada tekstil ürününe ait diğer özellikler ve kumaş tutumu değişmeden sabit olarak kalabilmektedir (Sarier and Önder, 2007).

Sıradan tekstil ürünlerinin sağladığı pasif ısı yalıtım etkisine ilave olarak mikroPCMlerin farkı aktif ısı yalıtım etkisi de sağlamalarıdır. Bu

etki tekstil ürününün içinden geçen ısı akışının kontrol edilmesi ve değişen ortam sıcaklıkları ile aktivite durumuna göre ısı akışının ayarlanması anlamına gelmektedir. Vücudun ısı üretimi normalin üzerine çıktığında, muhtemel ısı salınımı tekstil ürününden dış ortama doğru gerçekleşmekte ve bu esnada da mikroPCM'ler bu aşırı miktardaki ısıyı emerek depolamaktadır. Isının mikroPCM tarafından emilmesiyle sıcaklığın değişmeden sabit kalması sağlanmaktadır. MikroPCM'lerin gizli ısıl kapasiteleri kadar ısıyı depolamasından sonra erime tamamlanmakta ve bu noktadan sonra tekstil ürünü sıradan özellikler göstermektedir. Diğer taraftan, tekstil ürününden gerçekleşen ısı salınımı vücudun ısı üretimini aştığında (hafif aktiviteler boyunca) mikroPCM'lerden salınacak ısı ile vücudun daha fazla ısı kaybetmesi engellenmektedir. Böylelikle mikroPCM'lerin sağladığı aktif yalıtım etkisi tekstil ürününün termofizyolojik giyim konforuna gerçek bir katkı sağlamaktadır (Bendkowska, 2006).

Lifli yapılarda kullanılacak mikroPCM'lerin seçiminde dikkat edilmesi gereken iki temel etken, faz değişimi esnasında depolanan/salınan gizli ısı miktarı ve faz değişim sıcaklığıdır. Genel olarak gizli ısı miktarı arttıkça daha üstün özellikte mikroPCM'ler elde edilmektedir. Çünkü daha fazla ısı enerji depolanmakta ve salınabilmektedir (Bendkowska, 2006). Bundan başka, faz değişim sıcaklık aralığı ile uygulama sıcaklık aralığının birbiriyle uyumlu olması arzu edilen ısıl faydaların sağlanabilmesi için bir zorunluluktur. Örneğin normal giyim ürünlerinde faz değişim sıcaklığı vücut sıcaklığına oldukça yakın yani 30-35°C arasında olmalıdır. Farklı faz değiştirici maddelerin karıştırılmasıyla istenilen faz değişim sıcaklığının elde edilmesi mümkündür (Parys, 2006).

Yeterli ve dayanıklı bir aktif ısı yalıtım etkisi sağlanabilmesi için fiziksel aktivitenin miktarına ve süresine göre ilave edilecek mikroPCM miktarı ayarlanmalıdır. Gerekli olan miktar hesaplanırken ortam ve uygulama koşulları, uygulama süresi, tekstil ürününün yapısı, mikroPCM'lerin ısı kapasitesi de hesaba katılmalıdır (Parys, 2006).

MikroPCM ihtiva eden kumaşlarla yapılan performans testleri göstermiştir ki uygulamanın yapıldığı tekstil yüzeyinin yapısı da bu aktif yalıtım etkisine tesir edebilmektedir. Örneğin yüksek yoğunluğu sahip daha ince tekstiller soğutma sürecini desteklemektedir. Karşıt olarak, kalın ve daha gevşek yapılı tekstil yapılarının kullanımı mikroPCM'lerin daha gecikmeli olarak ve bu nedenle daha etkin ısı salınımı yapmalarına neden olmaktadır. Uygun tekstil yapısının seçimi aktarım yapılan yüzeyin talep edilen miktarda mikroPCM'i taşıyabilmesi açısından da önem arz etmektedir. Tekstil yüzeyi açısından dikkat edilmesi gereken diğer özellikler yeterli miktarda hava/su buharı geçirgenliği, esneklik ve mekaniksel dayanım gösterebilmesidir (Parys, 2006). 1-10 μ m arasında değişen büyüklüğe sahip olan yani çok küçük mikroPCM'ler liflerin arasına aktarılabilmekte iken, 10-100 μ m gibi daha büyük boyutlu mikroPCM'ler kumaşların üzerine uygulanan köpük ve kaplama tabakalarının içerisine ilave edilmektedir (Bendkowska, 2006).

3.3.1.1 Liflere emdirme yöntemiyle aktarım

Özellikle içi boş yapıdaki liflere faz değiştiricilerin aktarılması karşılaşılan çalışma yöntemlerinden biridir. Literatürde içi boş rayon ve polipropilen liflerinin hidratlanmış tuzlar gibi inorganik faz değiştiriciler ve de azami molekül ağırlığı 400, 600, 1000, 3350 olan PEG ile doldurulduğu çalışmalar mevcuttur (Erkan, 2004).

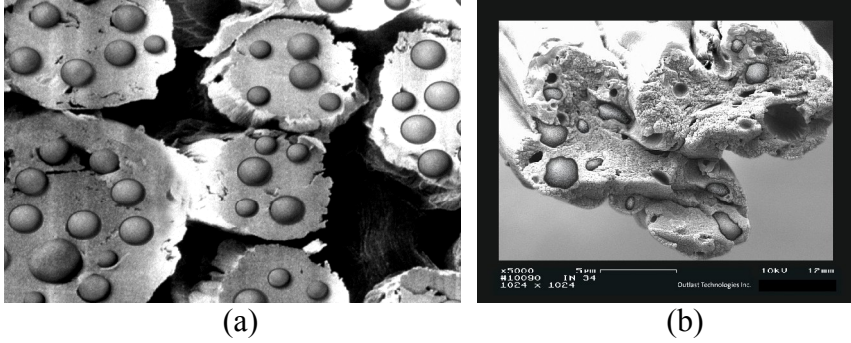
3.3.1.2 Liflerin çekilmesi sırasında aktarım

Liflerin çekimi esnasında, seçilmiş PCM mikrokapsülleri sıvı polimer veya polimer solüsyonuna ilave edilmekte ve sonrasında lifler kuru ya da yaş çekim yöntemleri gibi geleneksel lif çekim metotlarına göre üretilmektedir. Faz değiştiricilerin liflere lif çekimi esnasında aktarımları mikrokapsülün kendi kabuğu ve lifin oluşturduğu kabuk olmak üzere çift katmanlı bir yapının oluşumunu sağlamaktadır (Erkan, 2004). Mikrokapsüllenmiş halde faz değiştiricilerin liflerin üretim aşamasında aktarılmasının avantajları şunlardır:

- MikroPCM'lerin liflerin içerisine kalıcı bir şekilde hapsedilebilmesi,
- İpliklerin eğrilmesi, kumaşların dokunması veya boyama gibi takip eden aşamalarda liflerin herhangi bir performans kaybına uğramadan çalışabilmesi,
- Sıradan liflerle elde edilmiş kumaşlar ile mikroPCM içerenler arasında kumaş özellikleri (döküm, yumuşaklık, dayanım vb.) açısından herhangi bir farklılık görülmemesidir (Bendkowska, 2006).

Ticari olarak mikroPCM ihtiva eden lifler Outlast™ firması tarafından piyasaya sunulmuştur (Şekil 3.14). Ancak sadece akrilik ve viskon lifleri mikroPCM ihtiva edecek şekilde üretilenmiştir. Akrilik liflerine aktarılan mikroPCM maddeleri için yükleme limiti %5–10 civarındır. Çünkü bu limit değerinin üzerinde liflerin fiziksel özelliklerinde düşüşler yaşanmaktadır. Lifler arasına yerleştirilmiş mikrokapsül miktarının sınırlı olması nedeniyle ısı kapasiteleri de orta

seviyededir (8-12J/g). Ayrıca mümkün olan en ince lif 2.2dtex'tir (Bendkowska, 2006).



Şekil 3.14 Outlast™ firması tarafından üretilen mikroPCM içerikli (a) akrilik, (b) viskon lifleri (<http://www.outlast.com/index.php?id=155>)

MikroPCM'lerin akrilik liflerine aktarılması yaş çekim yöntemine göre başarılı olmuştur. Eriyik çekim yöntemiyle mikroPCM içeren liflerin üretilmesi oldukça zordur, çünkü bu yöntemde eğirme süreci boyunca tipik olarak 200–380°C arasındaki sıcaklıklar ve $2 \cdot 10^4 \text{ kN/m}^2$ civarında gerçekleşen basınç altında çalışılmaktadır. Bu tip zorlu proses koşulları mikrokapsül kabuklarına zarar verebilmekte ve mikroPCM'lerin parçalanmasına yol açabilmektedir. MikroPCM'lerin parçalanması ise elverişsiz ısı özelliklerinin ortaya çıkmasına neden olacağından istenmemektedir (Bendkowska, 2006).

3.3.1.3 Tekstil yüzeyi üzerine aktarım

MikroPCM'ler her türlü örme, dokuma, dokusuz yüzeyli kumaş ya da giysiye aktarılabilir. Aplike edilecek ürün yün, pamuk, ipek,

keten, polyester, naylon gibi her türlü liften üretilmiş olabilmektedir (Parys, 2006). Püskürtme, emdirme, kaplama, şablon baskı, laminasyon gibi çeşitli aplikasyon yöntemleri kullanılabilir. Bu işlemler sırasında uygulama solüsyonuna; mikroPCMler, bağlayıcılar (binder), organik ve inorganik pigmentler, doldurucular (astar), köpük giderici maddeler ve viskozite kontrolünde kullanılan maddeler ilave edilebilmektedir (Başal ve Vahaplar, 2005).

MikroPCM içeren solüsyona ilave edilen maddeler arasında en önemlisi bağlayıcılar ya da diğer adıyla binderlerdir. Bağlayıcıların görevi mikrokapsüllerin kumaş yüzeyine tutunarak sabitlenmesi ve giyim, yıkama gibi kullanım işlemleri sırasında kumaştan kolayca sökülüp uzaklaşmalarının engellenmesidir. Ancak mikroPCM'ler ile kumaş arasındaki asıl bağlanma işlemi solüsyonun uygulanmasından sonra gelen belirli süre ve sıcaklık altında gerçekleşen kurutma işlemi sırasında olmaktadır (Parys, 2006). Bağlayıcı olarak kullanılabilen maddeler şunlardır:

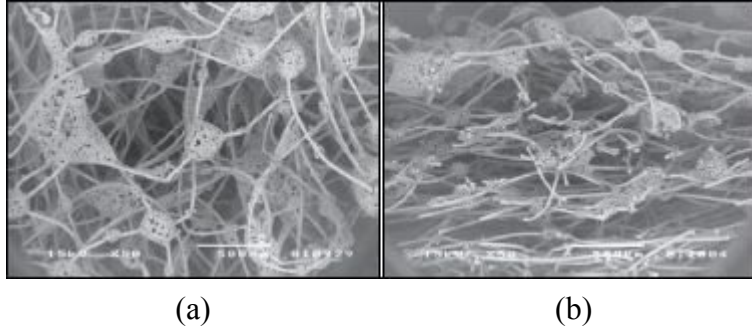
- a) Nişasta, modifiye nişasta, karboksimetil selüloz, polivinilalkol, zantan zankı gibi suda çözünebilen polimerler,
- b) Stiren-bütadien, polivinilasetat veya akrilat lâteksi gibi sentetik lâteksler,
- c) Üre-formaldehid reçinesi, melamin-formaldehid reçinesi gibi aminoaldehid reçineleri, dimetilol-etilen-üre, dimetilol-propilen-üre, dimetilol-dihidroksi-etilen-üre, silikonlar (Başal ve Vahaplar, 2005).

Kullanılan bağlayıcı miktarı, mikrokapsüllerin kumaş yüzeyine fıkse olabileceği, ancak dökümlülük, hava geçirgenliği, nefes alabilirlik,

ısı direnç, yumuşaklık ve gerilme direnci gibi kumaş özelliklerini karşıt biçimde etkilemeyeceği bir oranda olmalıdır (Bendkowska, 2006).

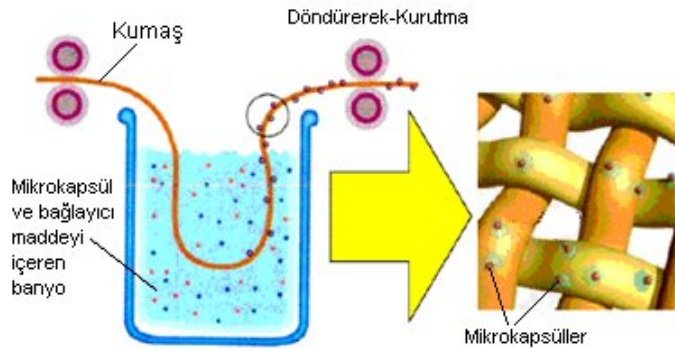
- Püskürtme tekniği: MikroPCM'leri içeren solüsyonun basınçlı havayla birlikte düzelerden direk kumaş üzerine püskürtülmesini içermektedir. Ardından uygulanacak kurutma işlemi tercihe göre serbest halde veya gerdirmeli kurutucuda yapılabilir.

Bendkowska tarafından yapılan çalışmalarda püskürtme yöntemiyle dokusuz yüzeyli kumaşlar üzerine aktarılan mikroPCM'lerin kumaşın her iki yüzeyinde yaklaşık 1,4mm kalınlığında ince bir tabaka halinde dağıtılabildiği görülmüştür. MikroPCMlerin kumaşın tüm enine-kesitine düzgün bir şekilde yayılması mümkün olamamıştır (Şekil 3.17).



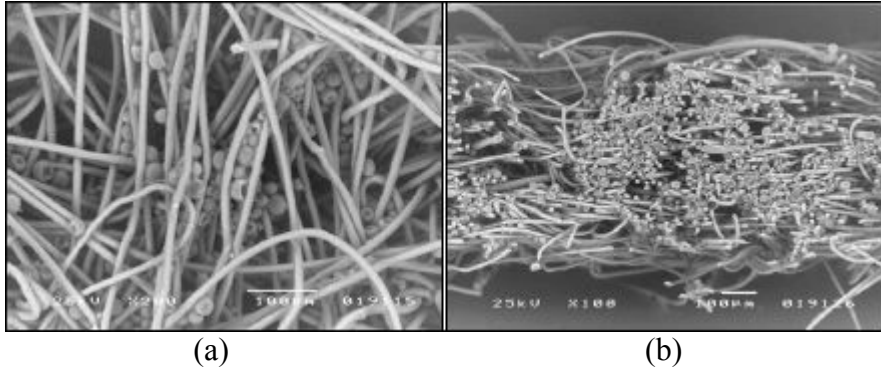
Şekil 3.15 Püskürtme tekniği ile dokusuz yüzeyli kumaşa aktarılmış mikroPCM'ler (a) kumaşın üst yüzey görünümü, (b) kumaşın enine-kesit görüntüsü (Bendkowska'dan, 2006)

- Emdirme tekniği: Emdirme yönteminin esası kumaşın mikrokapsül ve bağlayıcı maddeyi içeren banyo içerisinden serbest halde geçirilerek akabinde kurutulması işleminden oluşmaktadır (Şekil 3.16). Kurutma bölgesinden önce gelen sıkma silindirleri çok hafif bir baskı uygulayarak kumaş üzerindeki fazla sıvının fulara teknesine geri boşaltılmasını ve aktarılan solüsyonun kumaş yapısında uniform olarak dağıtılmasını sağlamaktadır. Tekstil ürünü ile kurulan çapraz-bağlar belirli sıcaklık altında ve hızda çalışan gerdirmeli kurutucuda (ramözde) meydana gelmektedir (Parys, 2006).



Şekil 3.16 MikroPCM'lerin banyo içerisinden geçirilerek kumaşa aktarılması ve mikrokapsül içeren tekstil dokusunun şematik gösterimi (Başal ve Vahaplar'dan, 2005)

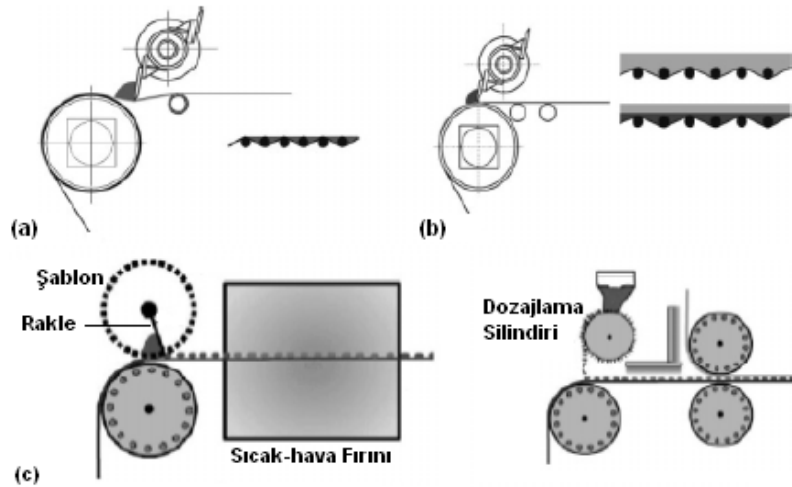
Bendkowska tarafından yapılan çalışmalarda emdirme yöntemiyle dokusuz yüzeyle kumaşlar üzerine aktarılan mikroPCM'lerin kumaşın her tarafına tümüyle düzgün bir şekilde dağıtılabildiği görülmüştür (Şekil 3.17).



Şekil 3.17 Emdirme tekniği ile dokusuz yüzeyli kumaşa aktarılmış mikroPCM’ler (a) kumaşın üst yüzey görünümü, (b) kumaşın enine-kesit görüntüsü (Bendkowska’dan, 2006)

- **Kaplama tekniği:** MikroPCM’ler kaplama tekniğiyle kumaşa aktarılırken ya direk olarak kaplama solüsyonunun içine karıştırılmakta ya da kaplama solüsyonunun kumaş üzerine applike edilmesinden sonra toz halde ilave edilmektedirler. Uygulanan solüsyonun viskozitesine, mikroPCMlerin kabuk materyali ile kaplama solüsyonu arasındaki uyumluluğa veya seçilen kaplama yöntemine göre mikroPCM’ler kaplama solüsyonuna tamamen gömülebilmekte ya da yüzeyinde kalabilmektedirler. MikroPCM’ler için $140-220\text{gr/m}^2$ kuru ağırlığa sahip bir kaplama tabakası en optimum yoğunluk değerine sahiptir. Bu teknikle emdirmeye ve püskürtme yöntemlerine nazaran çok daha fazla miktarda mikroPCM’in kumaşa aktarılabilmesi mümkündür ancak nem buharı ve hava geçirgenliği gibi termofizyolojik konfor parametrelerinde düşüşler yaşandığı çeşitli çalışmalarda gözlenmiştir. Silindir üzeri rakle, havada rakle ve serigrafi (şablon) baskı (Şekil 3.18)

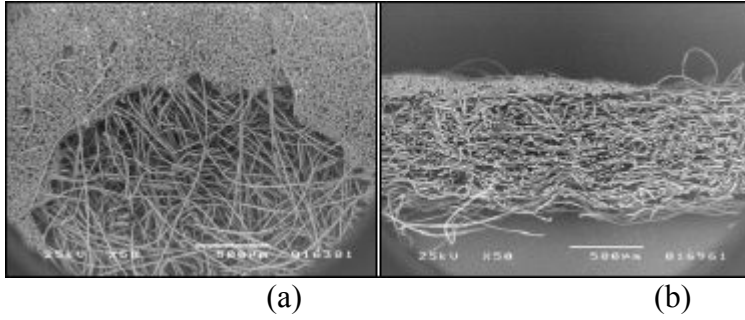
gibi çeşitli kaplama yöntemleri tercih edilebilmektedir (Parys, 2006).



Şekil 3.18 Farklı kaplama tekniklerinin şematik gösterimi (a) havada rakle, (b) silindir üzerinde rakle, (c) şablon baskı (Parys'den, 2006)

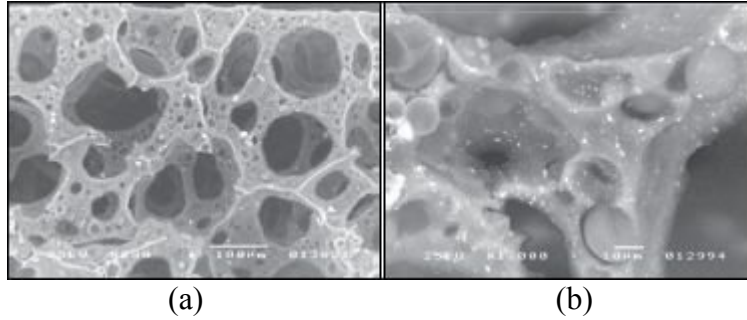
Kaplama işleminde kullanılacak solüsyona mikroPCM'ler ve bağlayıcılar dışında viskozite ayarlanmasında kullanılan dolgunlaştırıcı maddeler, karışımın içinde rastgele dağılmış olan baloncuklar halinde bulunan hapsolmuş havanın uzaklaştırılması sağlayan köpük-kesiciler, mikrokapsül katmanının yüzey gerilimini düşürerek onların dağılabilmeleri ve ıslatılabilirliklerini geliştirme görevi yapan yüzey-aktif maddeler ve seyrelticiler ilave edilmektedir. Ayrıca solüsyonun su ile hazırlanması ve yapılan pH ayarlaması işlemi mikrokapsüllerin şişmesine destek olmaktadır (Bendkowska, 2006). MikroPCM'lerin şablon baskı yöntemiyle aktarıldığı dokusuz

yüzeyli bir kumaş numunesinin SEM görüntüsü Şekil 3.19’da verilmiştir. PCM içeren mikrokapsüller çok ince bir katman oluşturarak kumaşın sadece tek bir yüzünde yer almaktadır. Kumaşın tüm enine-kesitine mikroPCM’lerin yayılamadığı görülmektedir.



Şekil 3.19 Şablon baskı tekniği ile dokusuz yüzeyli kumaşa aktarılmış mikroPCM’ler (a) kumaşın üst yüzey görünümü, (b) kumaşın enine-kesit görüntüsü (Bendkowska’dan, 2006)

- **Laminasyon tekniği:** Mikrokapsüllerin poliüretan köpük matriks malzemesine karıştırılıp, sonrasında nemin uzaklaştırılmasını takiben elde edilen köpük katmanının laminasyonla kumaş üzerine tatbik edilmesine dayanmaktadır. Köpük oluşturma aşaması, kimyasal reaksiyona neden olan sertleştiricilerin ilavesini ve sertleştirme sırasında sıvı polimere doğru bir gazın kabarcıklar yapacak şekilde püskürtülmesini içermektedir. Sertleştirme işlemi öncesinde mikrokapsüllerin sıvı formdaki temel polimere ilave edilmiş olması gereklidir. MikroPCMleri içeren köpük tabakası neopren veya Şekil 3.20’de görüldüğü üzere poliüretan kullanılarak oluşturulabilmektedir.



Şekil 3.20 MikroPCM içeren poliüretan köpük kaplama tabakası (a) 200 kat büyütülmüş görüntü, (b) 1000 kat büyütülmüş görüntü (Bendkowska'dan, 2006)

Bu yöntemin avantajları; yüksek miktarda mikrokapsülün yapıya ilave edilebilmesi, daha geniş aralıkta sıcaklığı düzenleyici etki verebilen farklı mikroPCM'lerin kullanılabilmesi, köpük tabakası içerisinde mikrokapsüllerin anizotropik olarak dağıtılabilmesi ihtimalidir. Anizotropik dağılım ihtimali ısı düzenleyici etkinin özellikle giysinin iç katmanlarında güçlendirilmesini sağlamaktadır (Bendkowska, 2006).

3.3.2 MikroPCM'li tekstil ürünlerinin kullanım alanları

Faz değiştirici madde içeren mikrokapsüllerin tekstil ürünlerine aktarılmasıyla bu ürünlerin termofizyolojik giyim konforunun ön plana çıktığı her alanda kullanımı mümkün olabilmektedir. Kullanım alanları arasında:

- Yelek, ceket, şapka, eldiven, başlık, çorap, ayakkabı gibi günlük giysiler,

- Yangın gibi yüksek ısıнын bulunduğu ortamlarda giyilen koruyucu giysi ve başlıklar,
- Yatak, yastık, yorgan, döşek, şilte gibi uyku esnasında kullanılan ev tekstil ürünleri,
- Yüzme, koşu, trekking, kayak gibi spor dallarında giyilen giysiler ve bunların başlık, eldiven, ayakkabı gibi aksesuarları,
- Battaniye, elastik bandaj ve ortopedik destek ürünleri gibi sağlık tekstilleri,
- Otomobil koltuğu ve baş desteğinde kullanılan tekstil ürünleri sayılabilmektedir.

4 MATERYAL VE METOT

Çalışma kapsamında faz değıştirici madde içeren mikrokapsüller üretilmiş, bu mikroPCMler seçilmiş bazı özel ipliklerle üretilen bandaj numuneleri üzerine aktarılmıştır. Bandaj numunelerinin üretimi Ankara-Akyurt'da bulunan İnterfarma A.Ş. üretim işletmesinin teknik imkanları kullanarak yapılmıştır. Bu numunelerin teknik özelliklerinin ölçümü için Ege Üniversitesi Tekstil Mühendisliği bölümü fiziksel tekstil muayeneleri ve kimyasal tekstil muayeneleri laboratuvarlarının imkan ve ekipmanlarından faydalanılmıştır. Faz değıştirici madde içeren mikrokapsüllerin elde edilmesi İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü (İYTE) Kimya Mühendisliği Bölümü laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen mikroPCM'lerin teknik özelliklerinin ortaya konması için gerekli test ve ölçümler İYTE Kimya Mühendiliği bölümü ile İYTE Malzeme Araştırma Merkezi laboratuvarlarında yaptırılmıştır. Bu mikrokapsüllerin bandajlara aktarılmasında EÜ Tekstil Mühendisliği Bölümü uygulama işletmesi olanaklarından yararlanılmıştır. Bandajların üzerine aktarılan mikroPCM'lerin görüntülenmesi yine İYTE Malzeme Araştırma Merkezi ekipmanları kullanarak gerçekleştirilmiştir.

4.1 Bandajların Üretimi

Bu çalışmanın ilk kısmında çeşitli özel liflerden mamul iplik tipleri ve atkı ipliğı besleme şekilleri kullanılarak kroşe örme makinasında bandaj kumaşları üretilmiştir. Daha sonra üretilen bu numune bandajların termofizyolojik konfor parametreleri çeşitli test yöntemleri vasıtasıyla ölçülerek kullanılan farklı iplik tiplerinin konforsal performanslarına sağladığı etkiler incelenmiştir.

4.1.1 Kullanılan iplikler

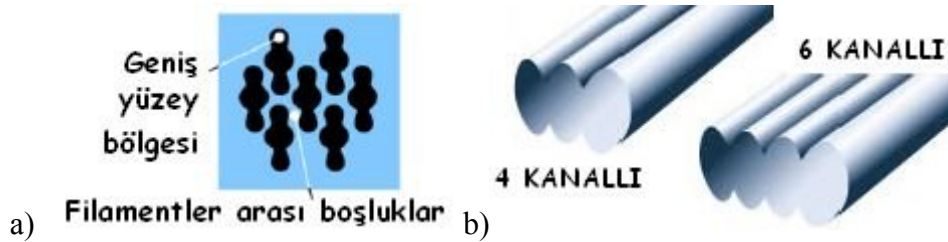
Numune bandajların üretiminde termofizyolojik konfor özellikleri iyi olan yeni geliştirilmiş bazı ipliklerin sadece atkıdan beslenerek kullanılmasına karar verilmiştir. Tüm numunelerde kullanılan çözgü ipliği ise tek tiptir. Konfor özellikleri, özellikle nem iletim performansı iyi olduğu için seçilen iplikler mikro-karışımli pamuk/poliester iplik (MicBL-Pes/Co), 4-kanallı ve 5-kanallı poliester iplikleri (PES-Ch4 ve MicPES-Ch5) ve rejenere selüloz esaslı antimikrobiyal iplik'dir (SeaCell). Bu ipliklerin yanı sıra genelde piyasada bulunan bandajların üretiminde sıklıkla tercih edilen pamuk/viskon gibi su tutma kapasitesi yüksek olan liflerden mamul ipliklerle çalışılmıştır. Ayrıca ucuzluğu, kolay temin edilebilmesi, su tutma kapasitesinin düşük olması sayesinde sıklıkla tercih edilen poliester esaslı iplikten mamul kroşe örgülü bandaj hazır halde İnterfarma A.Ş.'den temin edilmiştir.

MicBL-Pes/Co kodlu iplik patentli bir doğal ve sentetik mikro-elyaf karışımıdır (Şekil 4.1). Pamuk lifinin iyi nem emicilik özelliği ile poliester lifinin iyi nem iletim özelliklerini bünyesinde toplamaktadır. Yapısında %15'i geçmeyecek şekilde bulunan doğal elyaflar nemi emerek vücudun dışına ve kumaşın üzerine çekmektedir (Kanat vd., 2006). Poliester lifleri ise kapılar atki ile nemi püskürtürcesine iterek, kumaşın dış yüzeyine doğru atmaya zorlar ki bu sayede, dış yüzeydeki hava akımıyla birlikte nem çok çabuk buharlaşmaktadır. Normal pamuklu iplikten 4 kat daha hızlı kuruduğu ifade edilen ipliklerin yumuşak ve dolgun tutuma sahip olduğu da belirtilmektedir (<http://www.topkapi-iplik.com.tr/TR/dri.html>).

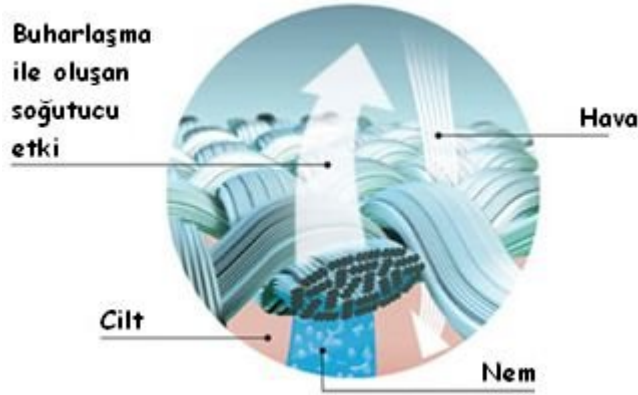


Şekil 4.1 MicBL-Pes/Co kodlu ipliğinin yapısı
(http://www.drirelease.com/hiw_un_technology.html)

Kanallı poliester lifleri farklı sayıda kanala sahip olabilmektedir. (Şekil 4.2). Liflerin yüzeyindeki kanallar sayesinde nem ve ter hızlı bir şekilde kumaş yüzeyine iletilerek, kumaşa temas eden derinin kuru kalması dolayısıyla konforlu hissetmesi sağlanmaktadır. Aynı zamanda, lif yüzeyindeki kanallar sayesinde lifler arası gözeneklilik miktarı da arttığından hava iletimi daha iyi olmaktadır (Şekil 4.3). Ayrıca bu liflerden üretilen kumaşların yumuşak bir tutuma ve yüksek aşınma dayanımına sahip olduğu da bildirilmektedir (Kanat vd., 2006).

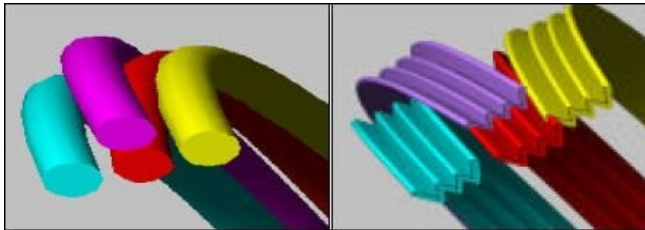


Şekil 4.2 a) Kanallı poliester filamentlerinin kesit görüntüsü (Balcı'dan, 2006),
b) 4 veya 6 kanallı olabilen kesit (<http://www.coolmax-thermolite.com/coolmax.htm>)



Şekil 4.3 Kanallı poliester liflerinin ısı performansına etki mekanizması
<http://www.coolmax-thermolite.com/coolmax.htm>

Bir diğer iplik poliester elyafından meydana gelmiş olmanın yanı sıra 5 kanallı bir yapıya sahiptir. Dalga formuna sahip olan kanallı yapının bir yüzünde 3 diğer yüzünde 2 kanal yer almaktadır (Şekil 4.4). Bu kanallar dış ortamdaki havayı iç kısımlara ve nemi kumaşın iç yüzeyinden dış ortama daha hızlı taşımaktadır (Sezen, 2006). Nemin hızlı taşınması daha hızlı buharlaşmayı ve doğal liflere nazaran çok daha kısa sürede kuruyabilmeyi sağlamaktadır.



Şekil 4.4 Yuvarlak ve kanallı yapıdaki liflerin kesit görüntüsü a) yuvarlak b) kanallı
 (Sezen'den, 2006)

Kanallı yapı, yuvarlak kesitli normal liflere göre daha geniş yüzey alanına ve cilde değen daha fazla temas noktasına sahiptir. Bu durum daha iyi nefes alabilirliği ve daha iyi ısı iletimini de beraberinde getirmektedir. Ayrıca bu ipliklerden üretilen kumaşların mikro elyaflardan meydana gelmiş olmaları sayesinde çok hafif, örtücülüğü yüksek ve yumuşak bir yapıya sahip olmaları da diğer avantajları arasındadır (http://www.zorlu.com.tr/PDF/DERGI/sayi13_64_66.pdf).

SeaCell ipliği deniz yosunları ile lyocell elyafının karıştırılmasıyla oluşan (Şekil 4.5) rejenere selüloz kökenli bir liftir (Fluhr et al., 2006). Lyocell lifleri pamuktan %50 daha fazla sıvı tutma kapasitesine sahiptir ve bu özelliğiyle termofizyolojik giysi konforuna katkı sağlamaktadır (<http://www.tencel.at/index.php?id=38&L=1>). Deniz yosunları ise deniz suyunda bulunan birçok faydalı minerali yapısında topladığından, sağlığı destekleyici etkilere sahiptir. Ayrıca hem lyocell hem deniz yosunları doğada çözünebildiğinden çevre dostu bir liftir (Süpüren vd., 2006).



Şekil 4.5 a) Lyocell lifleri b) Lyocell lifleri ile deniz yosunlarına gümüş iyonu emdirilmesiyle oluşturulan SeaCell lifleri (Fluhr et al.'dan, 2006)

Liflerin antimikrobiyal özellikleri lif çekiminin ardından gelen bir aktivasyon basamağında gümüş iyonu çözeltisiyle emdirilmesiyle

sağlanmaktadır. Bu esnada metal iyonu liflere absorbe olmaktadır (Süpüren vd., 2006). Antimikrobiyal özellik sayesinde bakteri oluşumuna izin vermeyen iplikler iyi bir temizlik hissi sağlamakta ve nemli ortamda koku oluşturmamaktadır (<http://www.topkapi-iplik.com.tr/TR/scell.html>).

Bandaj numunelerinin üretiminde kullanılmak üzere atkıda, pamuk (Ring, Ne 30/1), viskon (Ring, Ne 30/1 ve 28/2), MicBL-Pes/Co (Ne 30/1), 4 kanallı poliester (Ne 30/1 ve Ne 30/2), 5 kanallı poliester (150F144 ve 150F96-Cottonlike), SeaCell (Ne 30/2) ve antimikrobiyal poliester (150F36) iplikleri temin edilmiştir. Çift katlı olan pamuk (Ne 30/2) ve 5 kanallı poliester (300F288) iplikleri temin edilmiş olan tek katlı ipliklerin katlı büküm makinesinde katlanmasıyla elde edilmiştir (Allma-Saurer, 1996; z büküm, büküm sayısı pamuk için ~640 tur/m; 5 kanallı poliester için ~120 tur/m). Çözüğü ipliği olarak İnterfarma A.Ş.'nin kendi üretim hattında kullandığı 70denye, 34 filamentli, çift katlı, tekstüre edilmiş poliamid (PA) ipliği kullanılmıştır.

4.1.2 Kroşe örme makinesinde bandajların üretimi

Numune bandajların üretimi için kroşe örme makinesi, hızlı tip değişimine olanak tanınması, yüksek üretim hızı, lateksin çıplak halde beslenebilme kolaylığı gibi avantajları nedeniyle seçilmiştir. Ayrıca bu makinelerde üretilen ürünlerin daha esnek olabilmesi, maliyet avantajı, düşük sıklıklarla bile iplik kayması problemi yaşanmaması diğer etken nedenlerdir. Numune üretimleri Şekil 4.6'da görülen İtalyan Comez firmasına ait 600mm enli kroşe örme makinesinde yapılmıştır. Makinenin inceliği E16'dır (16 iğne/inç veya 6 iğne/cm) ve tüm delikli kılavuz iğneler dolu olacak şekilde çözgü iplikleri geçirilmiştir. Üretilen

bandajların eni 15cm'dir ve şekilden de görülebildiği gibi makinede aynı anda 4 bandaj üretilmektedir.



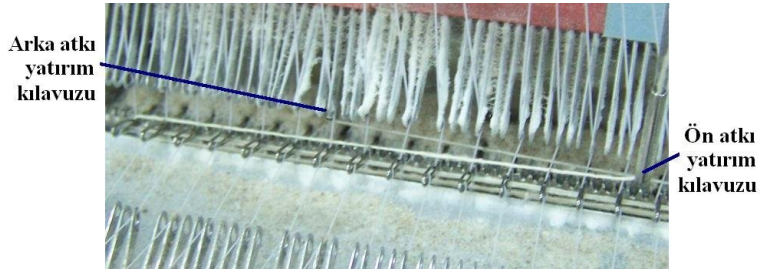
a)



b)

Şekil 4.6 a) Bandaj numunelerinin üretildiği kroşe makinesinin önden görünümü, b) makinenin arka bölümü ve bobin cağılığı

Numune bandajların hepsinde çözgü ipliği olarak tek tip iplik kullanılmıştır. Bandajlara esneme kabiliyetini verecek olan çıplak lateks makinenin arkasına yerleştirilen kolilerden beslenmiştir. Makinede 2 atkı yatırım kılavuzu (rayı) bulunmaktadır ve seçilen bandaj konstrüksiyonu gereği her ikisi de aktiftir (Şekil 4.7). Üretilen bandaj numunelerinde kullanılan atkı iplikleri ve bu ipliklerin ön ve arka yatırım rayına besleniş şekilleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Farklı sayıda bobin beslenmesinin nedeni iplik kalınlıklarının farklı olması ve bu nedenle elde edilen bandaj kumaşının tokluk ve örtücülüğünün değişkenlik göstermesidir. Önceden belirlenmiş pamuk, viskon, poliester ve özel liflerden mamul iplikler 4 veya 5 bobine ayrılarak sadece atkıdan bandajlara beslenmiştir.



Şekil 4.7 Ön ve arka atkı yatırım kılavuzlarından atkı ipliğinin beslenmesi

Çizelge 4.1 Atkı ipliklerinin ön ve arka yatırım rayına besleniş şekilleri

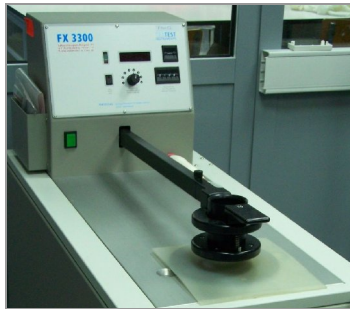
Numune No	İplik Tanımı	Beslenme Şekli
N1	Ne 30/1 Pamuk	(2 ön - 2 arka)
N2	Ne 30/1 Viskon	(3 ön - 2 arka)
N3	Ne 30/1 PES-Ch4	(3 ön - 2 arka)
N4	Ne 30/1 MicBL-Pes/Co	(3 ön - 2 arka)
N5	Ne 30/2 SeaCell	(2 ön - 2 arka)
N6	150F144 PES-Ch5	(3 ön - 2 arka)
N7	Ne 28/2 Viskon	(3 ön - 2 arka)
N8	Ne 30/2 Pamuk	(2 ön - 2 arka)
N9	Ne 30/2 PES-Ch4	(2 ön - 2 arka)
N10	150F96 PES-Ch5/ Cotton Like	(2 ön - 2 arka)
N11	150F36 Antimikrobiyal PES (NC)	(3 ön - 2 arka)
N12	300F288 PES-Ch5	(2 ön - 2 arka)
NIF	150F72 tekstüre PES	(3 ön - 2 arka)

4.1.3 Bandajlara uygulanan test yöntemleri

Belirlenen atkı iplikleriyle üretilen bandaj numunelerinin termofizyolojik konfor parametreleri gramaj, hava geçirgenliği, kumaş kalınlığı, su emiciliği ve Alembeta cihazında yapılan ısı iletkenlik, ısı soğurganlık ve ısı direnç gibi bazı ölçümler vasıtasıyla ortaya konmuştur. Tüm ölçümler 20°C sıcaklık ve %65 nispi nem koşullarında gerçekleştirilmiştir.

4.1.3.1 Hava geçirgenliği ölçümü

Bandaj numunelerinin hava geçirgenliği ölçümleri Textest A.G. firmasına ait FX-3300 model numaralı hava geçirgenliği ölçüm cihazında (Şekil 4.8) DIN 53 887 Standardına göre yapılmıştır. Bu standarda göre, yüzey alanı belirli olan bir kumaştan geçen hava miktarı ölçülmektedir. Ölçümler 20cm² yüzey alanına sahip test kafası ile 100Pa'lık basınç altında gerçekleştirilmiştir. Ölçüm sonucu cihazda okunan değerlerin birimi l/m²/s cinsindendir.



Şekil 4.8 FX-3300 Hava geçirgenliği ölçüm cihazı

4.1.3.2 Kumaş kalınlığı ölçümü

Bandajların kumaş kalınlığı ölçümleri SDL-Atlas firmasına ait M034-A model numaralı kalınlık ölçüm cihazında (Şekil 4.9) TS 7128 standardına göre yapılmıştır. Bu standarda göre ölçümler 200kg'lık ağırlık altında yapılmaktadır. Ölçüm sonucu cihazda okunan değerlerin birimi mm cinsindendir.



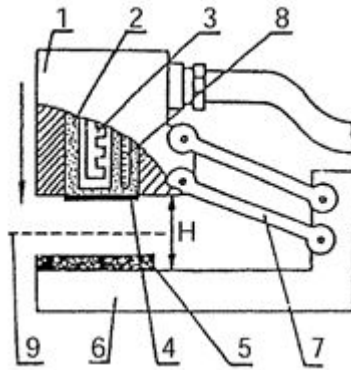
Şekil 4.9 M034-A kumaş kalınlığı ölçüm cihazı

4.1.3.3 Kumaş gramajı ölçümü

Farklı inceliğe sahip ipliklerle ve farklı besleme miktarıyla üretilen kumaşların termo-fizyolojik konfor parametrelerinin karşılaştırılabilir nitelikte olabilmesi için gramaj değerlerinin belirlenmesi gerekmektedir. Bunun için kesici bıçaklara sahip bir şablon vasıtasıyla alanı 100cm² olan numunelerin alınarak hassas terazide tartılmasıyla gramaj ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Okunan değerler gr/100cm² cinsindendir.

4.1.3.4 Termal konfor testi

Kumaşların ısı-ısoğurganlık ve ısı-iletkenlik özelliklerinin değeriendirilebilmesi için Hes, L. tarafından geliştirilen Alambeta test cihazı (Şekil 4.10) kullanılmış ve bir dizi termal konfor parametresi ölçülmüştür. Bu test yöntemine göre numune ölçüm plakaları arasına yerleştirilmekte ve 200Pa'lık basınç altında ölçümler yapılmaktadır. Ölçüm süresi yaklaşık 30sn'dir. Cihaz tarafından alt ve üstte bulunan plakalara farklı sıcaklık uygulanmasıyla gerçek kullanım şartları oluşturulmaktadır. Elektrikli bir ısıtıcı vasıtasıyla ısıtılan üst plaka el sıcaklığını simule ederken (32°C), alt plaka ise oda sıcaklığındadır (22°C) (Gunesoglu et al., 2005). Böylece üst plakadan alt kısma doğru meydana gelen ısı akışıyla numunenin değışen yüzey sıcaklığı tespit edilmektedir. Bu durum elin bir kumaşa dokunmasıyla meydana gelen ısı akış karşısındaki sıcak-soğuk hissinin algılanışını temsil etmektedir.



Şekil 4.10 Alambeta cihazının fonksiyonel şeması 1-ölçüm kafası, 2-bakır levha, 3-elektrikli ısıtıcı, 4-ısı iletim sensörü, 5-ölçüm numunesi, 6-cihaz gövdesi, 7-ölçüm kafası kaldırma tertibatı, 8-direnç termometresi, 9-ter simule eden ısılatılmış tekstil ara yüzeyi (Gunesoglu et al.'dan, 2005)

Alembeta cihazında ölçülebilen değerler ve bu değerlerin birimleri aşağıdaki gibidir:

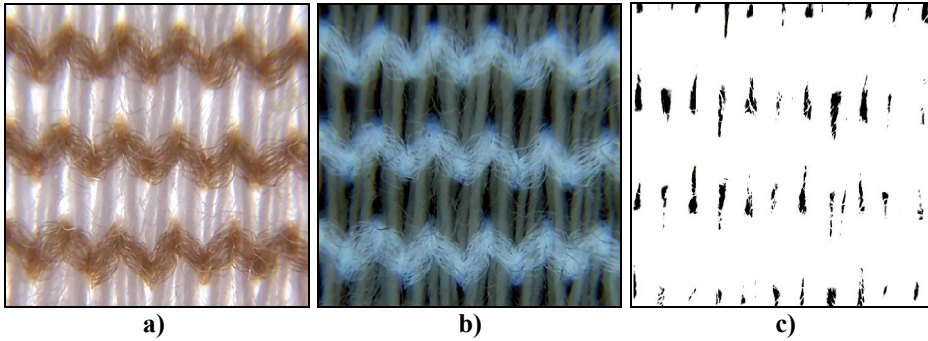
- λ : ısı iletkenlik ($10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
- R_{ct} : ısı ı direnç ($10^{-3} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$)
- b : ısı soğurganlık($\text{W. m}^{-2}.\text{s}^{-1/2}.\text{K}$)
- a : ısı ı geçirgenlik ($10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$)
- h : numune kalınlığı (mm)
- p : ısı ı iletiminde oluřan pik miktarı
- q : iletilen ısı miktarı (10^3 W.m^{-2})

Isı ı iletkenlik 1°C sıcaklık farklılığında birim kalınlıktaki materyalden geçen ısı miktarının ölçüsüdür. Malzemenin iki yüzeyinin birim sıcaklık farkına maruz kalmasıyla gerçekleşmektedir. Materyalin ısı akışına karşı dayanımı ise ısı ı direnç adını almaktadır ($R_{ct}=h/\lambda$ formülüyle ifade edilir). Malzemenin ısı ı direnci düşükse, ısı enerjisi giderek azamakta ve bir serinleme hissi oluşturmaktadır. Isı ı soğurganlık ise kumaşa dokunulmasıyla cilt ile kumaş arasında meydana gelen ısı akışının insana verdiği hissin objektif ölçümüdür (Oğlakcioğlu and Marmaralı, 2007).

4.1.3.5 Yüzey gözenekliliğinin ölçümü

Kumaşların yüzey gözenekliliği ölçüm sistemi bir fotoğraf makinesini, çekilen fotoğraflarda sadece gözeneklerin kapladığı alanın seçilerek bu alanın negatifinin alınmasında kullanılan bir görüntü işleme programını ve negatifi alınmış alanların büyüklüğünün hesaplanmasında kullanılan bir görüntü analizi yazılımını kapsamaktadır.

Kumaşların fotoğrafları Kodak-Z710 model numaralı makine kullanılarak 3cm'lik sabit mesafeden çekilmiştir. Mesafeyi sabit tutmak için makinenin objektifi bir kumaş lupunun merceğine dayanmış ve ayrıca gözeneklerin iyi bir şekilde ipliklerden ayırt edilebilmesi için kumaşların arka yüzü doğal güneş ışığını rahatça alabilecek şekilde pozisyonlanmıştır. Çekilen fotoğraflar bilgisayar ortamına yüklenerek Corel Paint Shop Pro programı vasıtasıyla işlenmiştir. Öncelikle birim alan olarak 500piksel x 500piksel ($25.000px^2$) boyutundaki görüntü seçilmiş (Şekil 4.11a), daha sonra seçilen alanın negatifi alınmış (Şekil 4.11b) ve en son olarak negatifi alınan resim üzerinde siyah tonlarındaki alanlar özel bir komut vasıtasıyla seçilerek açılan yeni bir sayfaya yapıştırılmıştır (Şekil 4.11c). Böylelikle başlangıçta seçilmiş birim alanla aynı büyüklüğe sahip ancak sadece beyaz zemin ile üzerindeki kumaş gözeneklerini ifade eden siyah alanlardan oluşan görüntü elde edilmiştir.



Şekil 4.11 a) $25.000px^2$ 'lik kumaş görüntüsü b) aynı görüntünün negatifi c) kumaş gözeneklerini ifade eden siyah alanların boş beyaz zemine yapıştırılmış hali

Beyaz fon üzerinde siyah alanlardan oluşan görüntünün (Şekil 4.18c) içeriğindeki siyah alanların toplam kaç adet pikselden meydana geldiği Borland Developer Studio 2006 içerisindeki Delphi 2006

programlama dili kullanılarak hazırlanmış görüntü analizi yazılımı (IPS) vasıtasıyla saydırılmıştır (Arıkan, 2008). Buna göre; kumaş gözenekliliği= (siyah alanların piksel adedi) / (toplam alan) formülüyle hesaplanmıştır.

4.1.3.6 Su emicilik testi

Farklı ipliklerle üretilen bandajların su emicilik özelliğini karşılaştırmak üzere uygulanan test %3'lik potasyumbikromat ve %1'lik kırmızı renkli gıda boyasını içeren çözeltinin kumaş numunelerine 3 damla olarak damlatılmasını ve belirli aralıklarla çekilen fotoğraflarla bu sıvının atkı ve çözgü yönündeki dağılma eğiliminin değerlendirilmesine dayanmaktadır. Bu test için 100cm²'lik alana sahip dairesel kesilmiş bandaj kumaşları kullanılmış ve çözelti numunelerin atkı ipliklerinin ağırlıklı olarak görüldüğü ön yüzüne uygulanmıştır. Fotoğraflar hazırlanan düzenek vasıtasıyla 21cm'lik sabit mesafeden damlatmanın ardından geçen 1.dk, 3.dk ve 5.dk'larda çekilmiştir.

4.2 MikroPCMlerin Üretimi

Çalışmanın ikinci kısmında faz değiştirici madde bileşik faz ayrışması yönteminin ilkeleri doğrultusunda kitosan-ipek fibroini sistemiyle mikrokapsüllenmiştir. Kabuk materyallerinden biri olan ipek fibroininin sulu çözeltisini elde etmek üzere Ajisawa yöntemi uygulanmıştır. Polimerlerin birleşim oranı, n-eykazan miktarı, çapraz bağlayıcı miktarını ve akış planını tespit etmek için öncelikle birtakım ön denemeler yapılmış sonrasında buradan hareketle belirlenen alt, orta ve üst değerlerle çalışmak üzere bir deney planı oluşturulmuştur. Yapılan

deneylerde elde edilen mikrokapsül büyüklüğü ve mikrokapsüllenme verimi değerleri baz alınarak 2 orta noktalı 2^3 faktöriyel deney tasarımı modeli uygulanmış ve yüzey-tepki grafikleri çizdirilmiştir. Böylelikle üretimi yapılacak mikrokapsüller için en uygun polimer, n-eykozan ve çapraz bağlayıcı oranları belirlenmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin karakteristik özelliklerinin ortaya konabilmesi için optik mikroskop ve SEM ile görüntüleri incelenmiş ve ayrıca EDS analizi yapılmıştır.

4.2.1 Kullanılan maddeler

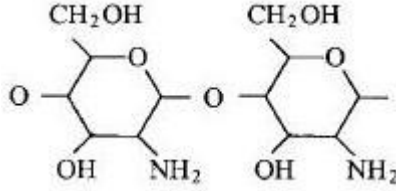
MikroPCMlerin aktif öz maddesi olarak 20 karbonlu bir parafin mumu olan n-eykozan tercih edilmiştir. Parafin mumlarının zehirli olmaması, birim ağırlık başına yüksek miktarda latent ısıya sahip olmaları, ucuz ve kolay ulaşılabilir olmaları tercih edilme nedenidir. Düz zincir hidrokarbonları arasında n-eykozanın seçilmesinin nedeni ise erime sıcaklığının vücut iç sıcaklığı olan $36,7^{\circ}\text{C}$ 'ye yakınlığı ve oldukça yüksek miktarda erime ısısına sahip olmasıdır. Bu özelliğiyle ısıyı depo eden ve düzenleme etkisine sahip tekstil ürünleri üretiminde en önemli ve en çok tercih edilen faz değiştiricilerden biridir (Mondal, 2008)

Mikrokapsüllerin kabuk maddesi olarak kitosan ve ipek fibroini solüsyonları seçilmiştir. Bu sistem bir protein-polisakkarit fonksiyonuna sahip olması sayesinde bileşik faz ayrışmasını (koaservasyon) gerçekleştirebilmektedir. Faz ayrışmasının gerçekleşebilmesi için en uygun şartlar, ortam pH'ının her iki koloidin birbirine zıt yüklenmiş moleküllerin eşit sayıda olduğu noktaya ayarlanmasıyla sağlanır ki; bu noktada en fazla sayıda tuz köprüsü oluşabilmektedir (Andrews et al., 2007). Diğer bir deyişle, proteinin proton (pozitif yüklü tanecik) alan amino grupları ile polisakkaritin proton veren karboksil grupları

arasındaki etkileşim mikrokapsül oluşumunun gerçekleşmesine katkı sağlamaktadır (Li et al., 2009).

Birbirine zıt yükle yüklenmiş poli-elektrolitlerin sulu çözelti formunda karıştırılması, aralarında bir elektrostatik çekim kuvveti meydana getirerek poli-elektrolit bileşiklerinin oluşmasına ve böylelikle faz ayrışmasının gerçekleşmesine neden olmaktadır (Soysal et al., 2009). Poli-elektrolitlerin üzerindeki yükler belirgin bir elektrostatik etkileşimi sağlayabilecek kadar büyük, ancak çökmeye neden olmayacak kadar küçük olmalıdır (Singh et al., 2007). Bu çekim kuvveti birçok bağlanma reaksiyonundan daha güçlü olduğundan poli-elektrolit bileşiklerinin benzersiz fiziksel ve kimyasal niteliğe sahip olmasını sağlamaktadır (Soysal et al., 2009). Zantan-kitosan (Soysal et al., 2009), jelatin-akasya sakızı (Hawlder et al., 2003), kitosan-sodyum aljinat (Lee et al., 1998), kitosan-CMC (Peniche et al., 2003), jelatin-SDS-NaCMC (Li et al., 2009) gibi poli-elektrolit bileşiklerinden faz ayrışması yoluyla mikrokapsüllerin elde edildiği pek çok çalışma bulunmaktadır.

Yengeç, karides, böcekler gibi hayvanların kabuğunun ana yapı taşını oluşturan kitinin kısmen veya bütünüyle asetillenmesi sonucu elde edilen kitosan (Soysal et al., 2009), tekrarlı 1,4-linked 2-amino-2-deoksi-b-D-glucan ünitelerinden meydana gelmiştir (Şekil 4.12) (Park et al., 1999). Glikozamine zengin hidrofilik bölgelere ve N-asetil-glikozamine zengin hidrofobik bölgelere sahiptir ki böylece yağ/su ara yüzeyine tutunabilmektedir (Klaypradit and Huang, 2008).



Şekil 4.12 Kitosanın kimyasal yapısı (Dini et al.'dan, 2003)

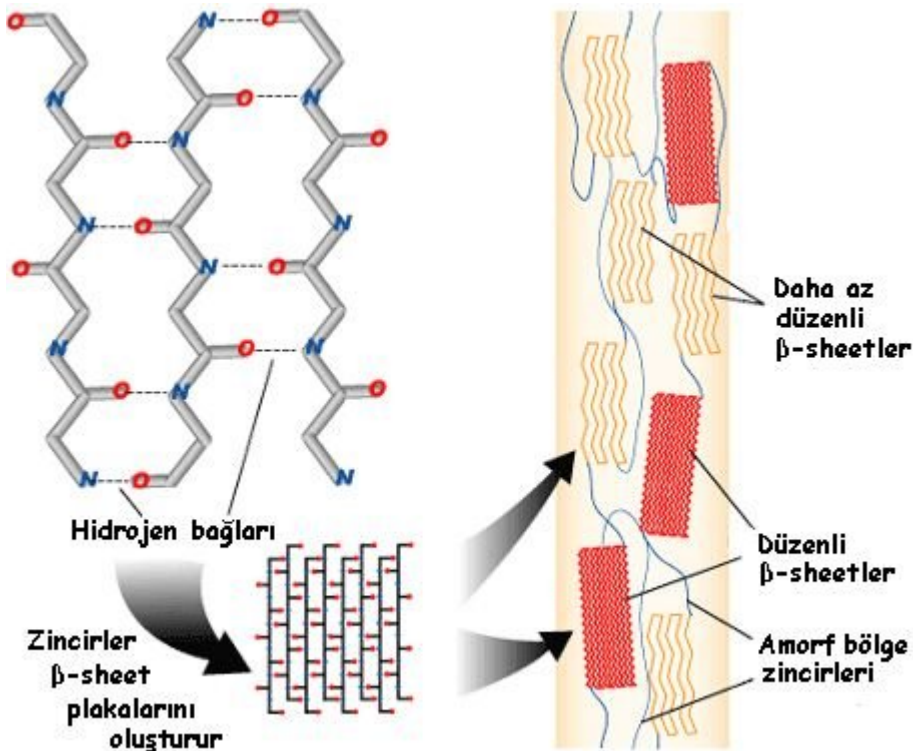
Ticari olarak bulunabilen kitosanların ortalama molekül ağırlığı 3.800 ile 20.000 dalton arasında değişmektedir ve asetillenme yüzdeleri %66-95 arasındadır (Agnihotri et al., 2004). Ortalama molekül ağırlığı ve asetillenme yüzdesi asetillenme işleminin şartlarına göre değişkenlik göstermekte ve kitosanın zayıf asitlerde çözünübilirliği, viskozitesi, biyolojik aktivitesi ve diğer fizikokimyasal özellikleri üzerinde önemli etkiye sahip olmaktadır (Synowiecki and Al-Khateeb, 2003).

Kitosan doğada en çok bulunan 2. polisakkarit olmasının yanı sıra katyonik yapılı bir poli-elektrolittir (Sui et al., 2008). Kitosanın benzersiz özelliği pH 6,5'un altındaki değerlerde pozitif yükleri taşıyan amino gruplarından kaynaklanmaktadır ki bu gruplar vasıtasıyla negatif yüklenmiş enzimler, hücresel asitler, deri ve proteinlerle bağlanabilmektedir (Soysal et al., 2009). Ancak bazik şartlarda kitosan suda çözünabilir değildir. Asidik pH'larda ise amino grupları protonları çekerek suda çözünabilir hale gelmesini sağlamakta ve böylelikle poli-elektrolit özellikleri gösterebilmektedir. Çoğunlukla asetik asitin %1-3'lük sulu çözeltisi kitosanın çözülebilmesi için yeterli olmaktadır (Agnihotri et al., 2004). Hidroksil ve amino gibi bazı gruplarının değiştirilmesiyle pek çok başka bileşiğe dönüştürülerek kitosanın fonksiyonelliği artırılabilir (Park et al, 1999). Bunun yanı sıra antimikrobiyal, zehirsiz, alerji yaratmayan bir yapıda olması sayesinde

yara örtüleri, ilaç taşıyıcı araçlar, doku mühendisliği uygulamaları, diyaliz membranları, antimikrobiyal lifler ve kaplamalar, kozmetik ürünleri gibi geniş bir alanda kullanılabilir (Synowiecki and Al-Khateeb, 2003; Sui et al., 2008). Kitosanın tek başına veya çeşitli polisakkaritlerle bileşik oluşturmuş halde mikrokapsül/nanokapsül uygulamalarında kullanıldığı da bilinmektedir (Agnihotri et al., 2004; Dini et al., 2003; Peniche et al., 2003; Soysal et al., 2009; Sui et al., 2008).

İpek fibroini 17 farklı aminoasitten oluşan doğrusal yapılı bir polipeptittir ve ana bileşenleri alanin, glisin, serin gibi non-polar olanlardır (Park et al, 1999). Örümcekler, böcekler (Wenk et al., 2008) ve ‘*Bombyx mori*’ cinsi ipek böcekleri (Malay et al., 2007; Park et al., 1999; Wenk et al., 2008) tarafından üretilmektedir. İpek fibroini hazırlanış koşullarına göre random coil ve β -sheet olmak üzere iki farklı formda bulunabilmektedir.

β -sheet formu zincir halinde dizilmiş proteinlerin düzenli yerleşerek β -sheet plakalarını oluşturduğu (Şekil 4.13) ve bu sayede dayanımı ve yoğunluğu yüksek kristal bir yapıya sahiptir. Isıtma, gerdirme, polar çözümlerde çözme gibi yöntemlerle ipek fibroininin random coil formundan β -sheet formuna geçmesi sağlanabilmektedir. Bu dönüşüm ipek fibroininin biyomateryal olarak kullanılabilirliğini arttırmaktadır çünkü β -sheet yapısına sahip ipek fibroini iyi mekaniksel özelliklere sahiptir ve suya karşı dayanıklıdır (Park et al, 1999).



Şekil 4.13 İpek lifinin kimyasal yapısı (<http://www.scq.ubc.ca/biomimicrybimimetics-general-principles-and-practical-examples/>)

İpek fibroini tek başına kullanılamayacak kadar kırılgan bir yapıya sahiptir. Bu zayıf mekaniksel özelliği nedeniyle ipek fibroininin doğal veya sentetik polisakkaritlerle çeşitli oranlarda karıştırılarak kullanılması oldukça pratik ve fonksiyonel bir uygulamadır (Park et al, 1999). Bunlar arasından kitosan, ipek fibroininin yapısını random coil formundan β -sheet formuna dönüşmeye teşvik etmesi nedeniyle oldukça ilginçtir (Rujiravanit et al, 2003). Bu durum, ipek fibroinlerinin diyalize edilmiş sulu tuz çözeltileri ile kitosanın seyreltik asit içerisindeki sulu çözeltilerinin karıştırılmasıyla sağlanabilmektedir ve sonuçta pH değişimine duyarlı polimerik bileşikler elde edilmektedir. Bu bileşiklerin

film veya jel formunda ayrıştırma zarı, mikrokapsül, medikal implant ve katalizör olarak kullanılması mümkündür (Sashina and Novoselov, 2005). Aynı zamanda bu iki biopolimer glutaraldehidin çapraz-bağlayıcı olarak kullanılmasıyla yarı yarıya birbirinin içine işlemiş bir ağ yapılı polimer oluşturabilmektedir. (Rujiravanit et al, 2003).

Bu nedenlerden dolayıdır ki bu çalışma kapsamında; ipek fibroininin mekaniksel özelliklerini iyileştirici ve onu β -sheet formuna geçmeye teşvik edici bir madde olması nedeniyle kitosanın, bu iki doğal polimerin bir poli-elektrolit bileşiği oluşturarak sağlam bir kabuk meydana getirebileceği düşüncesiyle de kapsül kabuğunun yapısında kitosan-ipek fibroini ikilisinin kullanılmasına karar verilmiştir. Ayrıca hem ipek fibroini hem de kitosanın doğal kaynaklı polimerler olmaları, biyolojik olarak bozunabilmeleri, vücut ile uyumlu bir yapıya sahip olmaları, zehirli olmamaları (Park et al, 1999) gibi özellikleri kapsül kabuğu materyali olarak seçilmelerinde etkindir.

Mikrokapsülleme işlemi sırasında sürfaktan (yüzey-aktif veya emülsiyeye edici) madde olarak span-20 tercih edilmiştir. Sürfaktan maddelerin görevi yağ fazının su fazında stabil olarak damlacıklar halinde dağılmasına ve elde edilecek mikro-tanecik büyüklüğünün daha düzenli bir dağılım grafiği sergilemesine yardımcı olmaktır (Rao et al., 2007). Bu maddeler yağ fazı damlacığının dış yüzeyine tutunarak hidrofilik (suya ilgisi olan) gruplarıyla onu su fazına doğru dağıtırken, hidrofob gruplarıyla yağ fazına doğru genişletmektedir (Rao et al., 2007).

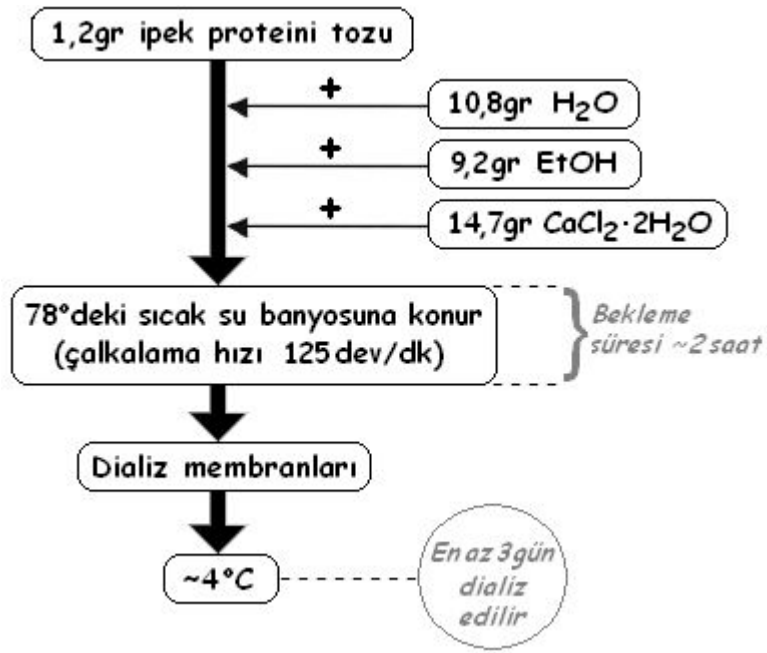
Mikrokapsüllerdeki kabuğun dayanıklılığını arttırmak ve içerisinde hapsedtiği aktif öz maddesinin sıkıca paketlenmesini desteklemek üzere çapraz bağlayıcı olarak görev yapan formaldehit, glutaraldehit, formaldehit/üre gibi maddeler kullanılmaktadır (Övez ve Yüksel, 2002).

Bu çalışmada çapraz bağlayıcı olarak oldukça kuvvetli etki gösterebilen glutaraldehit seçilmiştir ki ayrıca kitosanla amino grupları sayesinde kovalent bağ yapabildiği de (Dini et al., 2003) bilinmektedir.

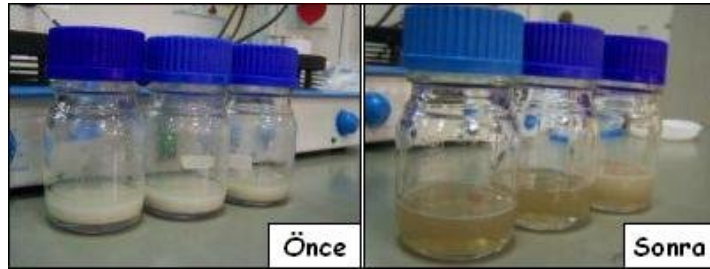
Düşük moleküler ağırlıklı ve %75-85 asetillenme derecesine sahip kitosan Sigma-Aldrich firmasından alınmıştır. Wuxi-Smiss (Çin Halk Cumhuriyeti) firmasından temin edilen ipek fibroini %99 saflıkta ve süper ince toz halindedir (parçacık büyüklüğü $\leq 5\mu\text{m}$). Sürfaktan madde olarak tercih edilen Span-20 Fluka (Singapur) firmasından alınmıştır. Fluka (İsviçre) firmasından temin edilen glutaraldehit (%50'lik sulu çözelti) çapraz-bağlayıcı madde olarak kullanılmıştır. Kitosanın çözülmesinde kullanılan asetik asit (%100 saflıkta) Merck (Almanya) firmasından alınmıştır. Koaservasyon işlemi sırasında pH'ın ayarlanması için sulu NaOH çözeltisi tercih edilmiştir. Hem ipek fibroini solüsyonunun hazırlanması hem de mikrokapsülleme işlemi sırasında deionize edilmiş su ile çalışılmıştır.

4.2.2 İpek fibroini solüsyonunun hazırlanması

İpek fibroini solüsyonunun hazırlanmasında Şekil 4.14'deki akış şemasında görülen Ajisawa metodu (Malay et al., 2007) kullanılmıştır. Bu yöntemle göre öncelikle kapaklı küçük kavanozlara 1,2gr süper ince toz halinde ipek, 10,8gr su (H_2O), 9,2gr etanol (EtOH) ve 14,7gr kalsiyum-klorür-dihidrat ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) karışımı konulmaktadır. Ardından kavanozlar hızlıca çalkalanarak konulan maddelerin tepkimeye girmesi sağlanmaktadır. Bu esnada ısıda yükselme de görülmektedir. Solüsyonun rengi çalkalamayla beraber beyaz kireç renginden uzaklaşarak daha sarımsı ve berrak bir hale dönüşmektedir (Şekil 4.15).



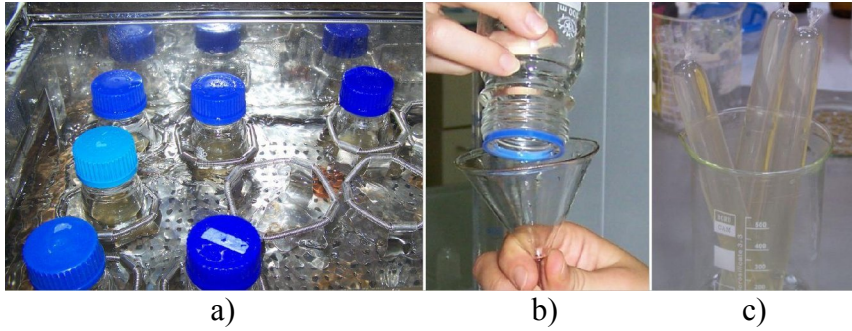
Şekil 4.14 Ajisawa yöntemine göre ipek fibroini solüsyonunun hazırlanması



Şekil 4.15 Kapaklı küçük cam şişelere konulana ipek fibroini solüsyonlarının elde çalkalama öncesi ve sonrasındaki görünümü

Kavanozlar kapakları kapalı halde 78°C'a ayarlanmış sıcak su banyosuna sürekli çalkalanma hareketi (125dev/dk) yapabilecekleri şekilde 2 saat süreyle bırakılmaktadır (Şekil 4.16a). Daha sonra bu

solüsyon soğutularak önceden ıslatılmış tüp şeklindeki diyaliz membranlarının içerisine huni vasıtasıyla doldurulmakta (Şekil 4.16b) ve her iki ucundan sıkıca bağlanmaktadır (Şekil 4.16c).



Şekil 4.16 a) Sıcak su banyosuna yerleştirilmiş solüsyon dolu şişeler b) Solüsyonun huniyle diyaliz tüplerinin içerisine doldurulması c) Her iki ucundan bağlanmış Ajişawa solüsyonu içeren tüp formu diyaliz membranları

Diyaliz tüpleri deionize su doldurulmuş büyükçe bir behere konularak $+4^{\circ}\text{C}$ 'ta çalışan nüve soğutmalı inkübatöre yerleştirilmektedir. İlk anda her yarım saatte bir sonraki günlerde ise 2-3 saatte bir beherdeki suyun dökülerek yeniden doldurulması gerekmektedir. Bunun nedeni tüplerin gözenekleri vasıtasıyla solüsyonun içerisinden beherdeki saf suya diffüze olan nötral tuzların sürekli olarak ortamdan uzaklaştırılabilmesidir (Malay et al., 2007). Diyaliz tüpü içerisindeki solüsyon 3 gün süren bekleminin ardından kullanılabilir.

4.2.3 Mikrokapsüllemenin yapıldığı deney tertibatı

Faz değiştirici madde olan n-eykozanın sıvı halde bulunacağı 50°C reaksiyon sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Reaksiyon sıcaklığını istenen seviyede tutabilmek üzere cam liflerinden yapılmış bir ceketli ısıtıcı ve dijital bir termometreden oluşan düzenek kullanılmıştır (Şekil 4.17).

Mekaniksel karıştırıcı ile yapılacak düzenli bir karıştırma işleminin ve karıştırıcının ucundaki kanatçık yapısının tanecik dağılım aralığı üzerinde önemli etkiye sahip olduğu bilinmektedir (Rao et al., 2007). Bu nedenle hazırlanan düzeneğe, yağ damlacıklarını su fazında düzgün bir şekilde dağıtabilecek, ucunda 4-kanatçık bulunan mekaniksel bir karıştırıcı tertibatı ilave edilmiştir. Karıştırıcı düzeneğin devri bir düğme vasıtasıyla kolaylıkla değiştirilebilmektedir. Reaksiyonu gerçekleştirmek üzere 4-boyunlu, ceketli ısıtıcıya uyum sağlayabilecek şekle sahip bir cam şişe kullanılmış, bu şişenin boyunları ortama eklenen kimyasalların buharlaşarak uçmasını engellemek üzere kapatılmıştır. Kapaklar istendiğinde çıkarılarak damlatma tertibatı, sıcaklık ölçüm çubuğu, pH-metre ölçüm ucu gibi yardımcı ekipmanlar takılabilmektedir. Damlatma tertibatı kitosan-asetik asit solüsyonunun çok yavaş bir şekilde ortama eklenebilmesine imkan sağlaması açısından oldukça önemlidir.



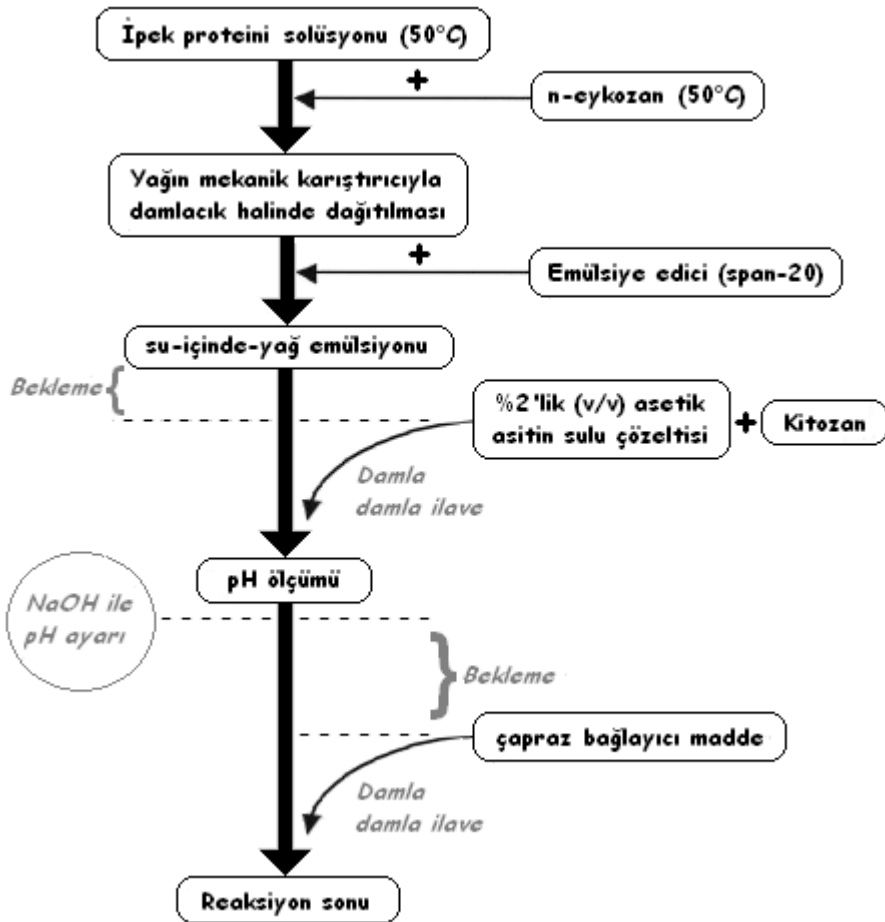
Şekil 4.17 Mikrokapsülleme işlemi için hazırlanan deney tertibatı

4.2.4 Faz değiştiricinin mikrokapsülasyonu

Seçilen faz değiştiricinin mikrokapsülasyonunda bileşik faz ayrışması yönteminin temel ilkeleri göz önünde bulundurulmuştur. Ancak literatürde kitosan-ipek fibroini sisteminin faz ayrışması prensibiyle mikrokapsül kabuk materyalini oluşturulduğu herhangi bir çalışma bulunmadığından kitosan, ipek fibroini ve bu iki biopolimerin birbiriyle olan etkileşimleri üzerine literatürde bulunan çalışmalar incelenerek mikrokapsülleme işlemi Şekil 4.18’de verilen akış şemasına göre gerçekleştirilmiştir.

Faz ayrışması prensibi doğrultusunda, yağsı maddeler suda çözünebilen polimerlerle yağ-içinde-su veya su-içinde yağ emülsiyonu oluşturarak kapsüllenebilmektedir (Sarier and Önder, 2007). Su-içinde yağ emülsiyonu sistemi daha açık yapısı ve kolay uygulanabilmesi nedeniyle tercih edilmiştir.

Mikrokapsülleme aşamasında tercih edilmesi gereken sıcaklık, kabuk ve öz maddesi içeren solüsyonunun sıvı halde bulunduğu aralıkta olmalıdır. Yani faz değiştiricinin önce ısıtılarak eritilmesi ardından sıvı haldeyken su fazına eklenmesi ve kapsüllenme işlemi tamamlanıncaya kadar bu halini koruması gerekmektedir. Bu nedenle en az 3 gün önce hazırlanarak diyaliz edilmiş ipek fibroini solüsyonunun 50°C'a ısıtılmasıyla kapsülleme işlemine başlanmasına karar verilmiştir. Aynı esnada oda sıcaklığında bulunan n-eykazan ayrı bir kapta 50°C'a kadar ısıtılmış ve erimesiyle ipek fibroini solüsyonunun oluşturduğu su fazına eklenmiştir. Yağ fazının su fazında damlacıklar halinde dağılması mekanik karıştırıcı vasıtasıyla gerçekleştirilmiş ve hemen akabinde solüsyona span-20 adlı sürfaktan madde ilave edilerek bu damlacıklarla su fazının stabil hale gelmesi sağlanmıştır. Bu sırada kitosan ve asetik asitin %2'lik sulu çözeltisi ayrı bir kapta bir araya getirilerek sıcaklığı 50°C'a ulaşınca kadar manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Uygulanan ısı ve karıştırma işlemleri toz haldeki kitosan taneciklerinin iyice çözünmesini sağlamaktadır. Kitosan ve asetik asitten oluşan bu çözelti n-eykazan ve ipek fibroininin su-içinde yağ emülsiyonu oluşturduğu solüsyona oluşan taneciklere zarar vermemek için damla damla ilave edilmiştir. İşlemin tamamlanmasıyla solüsyonun pH'ı ölçülerek NaOH vasıtasıyla ayarlanmıştır. Solüsyonun pH'ının ayarlanmasıyla koloitçe zengin faz yağ damlalarının çevresini kaplayıp çökelmekte ve böylece faz ayrışması meydana gelmektedir (Övez ve Yüksel, 2002).



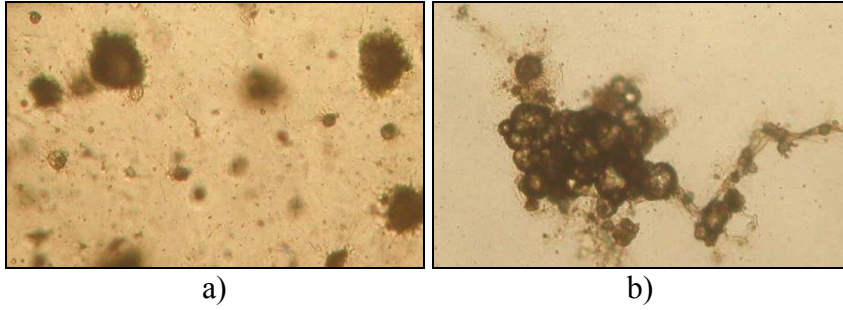
Şekil 4.18 n-Eykazanın faz ayrışması yönteminin temel ilkeleri doğrultusunda ipek fibroini-kitosan sistemiyle mikrokapsüllemesinin temel basamakları

Faz ayrışmasıyla meydana gelen mikrokapsüllerin dayanımını arttırmak üzere glutaraldehid eklenmiş ve böylece çapraz bağların meydana gelmesi sağlanmıştır. Süre sonunda ısıtıcı kapatılarak solüsyon soğumaya bırakılmış ve böylelikle işlem tamamlanmıştır.

4.2.5 Ön denemeler

Polimerlerin ağırlıkça birbirine oranları, yağ fazı miktarı, sürfaktan madde miktarı, solüsyonun pH'ı, karıştırıcı hızı, çapraz-bağlayıcı madde miktarı gibi proses parametrelerinin optimize edilebilmesi için öncelikle ön denemeler yapılmıştır. Gerçekleştirilen denemeler sırasında optik mikroskop ile yağ fazının su fazında dağılımı ve mikrokapsüllerin oluşup oluşmadığı ile çapraz bağlayıcı madde ilavesiyle çözeltinin bulanıklığı, rengi, çökelti oluşturma eğilimi gibi davranışlarındaki değişimler gözlemlenmiştir.

Mikrokapsül oluşumunda en temel unsurlardan biri kabuğu oluşturacak polimerlerin birbirine oranlarıdır. Bu oranın en uygun düzeyde tutulması kurulacak bağların niteliği ve gücü açısından büyük önem taşımaktadır. Sashina ve Novoselov'un kitosan, ipek fibroini ve ikisinin karışımıyla elde ettiği filmler üzerine gerçekleştirdiği çalışmalarda kitosanın yaklaşık %30'luk oranda bileşiğe dahil olması güçlü moleküller arası çekimin yol açtığı daha homojen bir yapıyı doğurduğu bildirilmektedir. Bu doğrultuda ön denemeler esnasında kitosan miktarı=2x(ipek fibroini miktarı) oranıyla (PO: Düşük) bir çalışma yapılmıştır. Bu oranla yapılan çalışmaya ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 4.19-a'da verilmiştir. Ancak bu oranla yapılan denemeler sırasında çok fazla çökelti gözlenmiş, çözeltinin bulanıklığı reaksiyon süresince giderek artmış ve renk koyulaşmıştır. Çözelti ortamının yeterince seyreltik olmamasından dolayı yer yer bozuk şekilli de olsa tanecikler elde edilmiş olmasına rağmen reaksiyon ortamından kolay kolay ayırtılamadıkları tespit edilmiştir.



Şekil 4.19 Ön denemeler esnasında elde edilen optik mikroskop görüntüleri
a) PO:Düşük, b)PO:Düşük ve EE:Yok,

Diğer bir denemede ise 15-16 gibi çok daha yüksek polimer oranıyla (PO:Yüksek) çalışılmıştır. Burada pH ayarıyla birlikte solüsyonda başlangıçta küçük partiküller görülmüş, 1 saatlik reaksiyon süresi sonuna doğru ise solüsyon iyice berraklaşmasıyla gözle görülür katı beyaz parçacıklar elde edilmiştir. Karıştırma işlemine son verildiğinde ise katı taneciklerin üst fazda toplandığı alt fazın ise çökelti içermeyen sarı-kahve renkli bir sıvı olduğu görülmüştür. Bu durum bize faz ayrışmasının başarıyla gerçekleştiğini göstermektedir.

pH'ın düzenlenmesinde en önemli neden solüsyon içerisinde yer alan monomerlerin birbirlerine yaklaşarak bileşik meydana getirebilecekleri elektrik alanının sağlanmasıdır. Zeta-potansiyelinin en düşük değerine ulaştığı bu noktada itme kuvveti azalarak partiküllerin bir araya gelmesini ve bileşik oluşturabilmelerini sağlamaktadır. Böylelikle solüsyonun pH'ı düzenlendiğinde reaksiyon başlamış olacaktır. Kitosanın pKa değeri 6,3-6,5 arasında değişmektedir ve bu da kitosanın asidik ortamlarda proton almaya meyilli olması durumunu doğurmaktadır (Rujiravanit et al., 2003). İpek fibroini ise zayıf bir polimerik asittir (izoelektrik noktası pH 4.0 - 5.0 arasındır) (Sashina and Novoselov, 2005).

Bu durumda faz ayrışmasının bu iki pH değeri arasında gerçekleşmesi beklenebilir. Yapılan ön denemelerde kitosan ve ipek fibroininin bileşik oluşturabilecek en uygun değer olarak 5,2 değeri belirlenmiştir.

Yine düşük PO ile yapılan başka bir denemede sürfaktan madde kullanılmayarak (EE:Yok) bu durumun reaksiyon parametrelerine etkisi incelenmiştir. Belirtilen şartlarda yapılan çalışmaya ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 4.19-b’de verilmiştir. Buna göre çözeltideki taneciklerde daha fazla bir araya gelme eğilimiyle beraber yoğun çökeltiler gözlenmiştir. Normal şartlarda, sürfaktan madde miktarının yaklaşık olarak su fazının kütlece % 0,1’i ile % 0,5’i arasında olması tercih edilmektedir (Rao et al., 2007). Bu nedenle sürfaktan maddenin bu aralık dahilinde belirlenecek sabit bir miktarda kullanılmasına karar verilmiştir.

Mikrokapsülleme işleminde karıştırma hızı ve ilave edilen sürfaktan madde miktarının elde edilen mikrokapsül büyüklüğünü düşürücü etkisi bulunduğu bilinmektedir (Peniche et al., 2003). Bu nedenle hedeflenen partikül büyüklüğü doğrultusunda bu parametreler belirlenmeli ve emülsiyonlaştırma işlemi süresi ayarlanmalıdır (Rao et al., 2007). Yapılan ön deneme çalışmaları sırasında karıştırma işlemi süresi olarak 20dk’nın yeterli olduğu gözlenmiştir.

Eklenen çapraz bağlayıcının oluşan mikrokapsülleri biraraya toplamasına engel olmak üzere glutaraldehidin oldukça seyreltik olan sulu çözeltisi kullanılmış ve çok düşük bir hızla ilave edilmesine dikkat edilmiştir. Bu ilave ediş şekli ile koloit fazın yağ damlaları çevresindeki dağılımının bozulmasına fırsat verilmemiş olmaktadır (Övez ve Yüksel, 2002). Yapılan ön denemelerde ilave etme süresinin yaklaşık 3 saati bulabildiği tespit edilmiştir.

Yapılan tüm bu gözlemler neticesinde polimer birleşim oranı, n-eykozan oranı ve çapraz bağlayıcı oranı değerlerinin değişken parametre olarak kabul edildiği ve diğer parametrelerin sabit tutulduğu bir deney tasarımının oluşturulmasına karar verilmiştir.

4.2.6 Deney tasarımı ve verilerin istatistiksel analizi

Faz değiştirici madde içeren mikrokapsüllerin ısı kapasitesi iyi bir şekilde kapsüllenmiş mikroPCMlerin miktarına ve tanecik büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedir. Buradan hareketle kapsülleme işleminin gerçekleştirildiği deney koşullarının mikrokapsüllenmiş PCM miktarı ve mikrokapsül boyutu üzerindeki etkisinin incelenmesi oldukça ilgi çekici bir noktadır. Bu çalışmada kitosan-ipek fibroini sisteminin n-eykozanı mikrokapsüllenmesi için gerekli optimum parametrelerin belirlenmesinde tekrarlı olarak 2 orta noktalı 2^3 tam faktöriyel deney tasarımı kullanılmıştır. Seçilen 3 bağımsız değişken, polimerlerin birbirine oranı (x_1), solüsyon içerisindeki yağ fazının kütlece oranı (x_2) ve solüsyondaki çapraz bağlayıcı madde miktarının kütlece oranı (x_3), deneyin girdileri olarak işlev yapmaktadır. Her bir bağımsız değişken için -1, 0 ve +1 olmak üzere 3 seviye mevcuttur. Bu seviyelerin aldığı değerler düşük, orta ve yüksek değerli olmak üzere ön denemelerden edinilen izlenimler doğrultusunda seçilmiştir. Çizelge 4.2’de kurulan istatistiksel deney tasarımına ait bağımsız değişkenler ve bu değişkenlerin kodlanmış seviyeler için aldığı değerler verilmiştir.

Bağımsız değişkenlerin etkisinin inceleneceği optimizasyon parametreleri olarak ortalama mikrokapsül büyüklüğü (y_1) ve yağ fazının mikrokapsüllenme verimi (y_2) seçilmiştir. Deney tasarımından elde edilecek sonuçlara göre çizdirilecek tepki-yüzey grafiklerinin

eğriliklerini belirlemek üzere orta noktada 2 tekrar yapılmasına karar verilmiştir. Yapılacak deney sayısı, k değeri bağımsız değişken sayısı olmak kaydıyla, $2^k + 2x$ (orta nokta) formülüne göre hesaplanmaktadır. Buradan hareketle $2^3+2=10$ deney seti elde edilmiş ve bu deneylerin kontrol tekrarıyla birlikte toplamda 20 adet deney gerçekleştirilmiştir. Yapılan deneylerin sırası sistematik hataları önlemek üzere tesadüfi olarak dağıtılmıştır.

Çizelge 4.2 Bağımsız değişkenlerin -1, 0 ve +1 seviyelerinde aldığı değerler

Bağımsız değişkenler	-1	0	+1
Polimer Oranı - PO	14	17	20
n-Eykozan Oranı -YO (%)	0.5	1	1.5
Çapraz Bağlayıcı Oranı - ÇBO (%)	0.1	0.5	0.9

Yapılan çalışmalar 2 orta noktalı 2^3 tam faktöriyel deney tasarımı ve tasarımıyla belirlenen deney noktaları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bağımsız değişkenlerin optimizasyon parametreleri üzerindeki bağıl etkileri ve birbiriyle olan etkileşimleri 2 seviyeli bir çalışma yapısı oluşturmaktadır. Bu nedenle ortalama mikrokapsül büyüklüğü ve mikrokapsüllenme verimini açıklamak üzere 2. dereceden polinomial bir denklem bağımsız değişkenlerin bir fonksiyonu olarak yazılmıştır. Denklemin genel formu şöyledir;

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 - \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3$$

Verilen denklemde y_i sistemin verdiği tepkiyi, β_0 dizaynın orta noktasındaki tepkiye bağlı kesişim değerini, $\beta_1, \beta_2, \beta_3$, her bir bağımsız değişkenle ilgili eğim değerlerini, $\beta_{11}, \beta_{22}, \beta_{33}$, eğrilik derecesini belirleyen değerleri, $\beta_{12}, \beta_{13}, \beta_{23}$, etkileşim değerlerini ifade ederken X_1, X_2, X_3 de çalışılan bağımsız dizayn faktörleridir. Çizelge 4.3’de 2 orta noktalı 2^3 faktöriyel deney tasarımının dizayn tablosu seçilen 2 optimizasyon parametresinin deneylerden elde edilen sonuçlarıyla birlikte verilmiştir.

Çizelge 4.3 2 orta noktalı 2^3 tam faktöriyel deney tasarımının dizayn tablosu

Deney no	n-Eykozan oranı	Polimer oranı	Çapraz bağlayıcı	Büyüklik	Verim
	x_1	x_2	x_3	y_1	y_2
1	1	1	1	23.70	51.6
2	1	1	-1	21.86	64.8
3	1	-1	1	21.04	50.9
4	1	-1	-1	25.21	68.7
5	-1	1	1	21.15	60.3
6	-1	1	-1	18.03	75.1
7	-1	-1	1	21.04	56.8
8	-1	-1	-1	14.71	54.1
9	0	0	0	17.46	72.4
10	0	0	0	19.31	66.4
11	1	1	1	20.47	72.9
12	1	1	-1	21.77	64.9
13	1	-1	1	11.68	74.7
14	1	-1	-1	25.76	68.7
15	-1	1	1	16.66	58.2
16	-1	1	-1	18.02	75.1
17	-1	-1	1	17.97	54.0
18	-1	-1	-1	12.24	54.1
19	0	0	0	18.48	72.4
20	0	0	0	23.65	59.6

İstatiksel hesaplamalar ve bunlara bağlı elde edilen tepki-yüzey grafiklerinin çizdirilmesi işlemi Matlab 7.0 programı kullanılarak yapılmıştır.

4.2.7 Uygulanan analizler

Uygulanan bazı analiz yöntemleriyle elde edilen mikrokapsüllerin morfolojileri, büyüklük dağılımları, yüzey karakteristikleri ve öz kısımlarında faz değiştirici madde n-eykozani gerçekten içerip içermedikleri gibi bir takım özelliklerinin ortaya konması amaçlanmıştır.

4.2.7.1 Optik mikroskopla yapılan görüntü analizi

Hazırlanan deney planı doğrultusunda gerçekleştirilen tüm deneylerin Çizelge 4.3’de belirtilen aşamalarında numuneler alınmış ve alınan bu numuneler optik mikroskop altında incelenmiştir. Işığın numunelere alttan yansıtıldığı Olympus CH-40 model numaralı optik mikroskopla alınan görüntüler bir fotoğraf makinesiyle kaydedilmiştir.

Çizelge 4.4 Deney setlerinde alınan numunelerin kodu ve açıklamaları

Numune kodu	Numunenin alındığı aşama
N0	pH ayarından hemen sonra
N1	Çapraz bağlayıcı eklenmeden hemen önce
N2	Çapraz bağlayıcı eklendikten hemen sonra
N3	Çapraz bağlayıcı eklendikten 1 saat sonra
N4	Çapraz bağlayıcı eklendikten 2 saat sonra

4.2.7.2 Ortalama tanecik büyüklüğünün belirlenmesi

Optik mikroskop vasıtasıyla alınan tüm görüntüler tanecik boyutu dağılımının ortaya konmasında kullanılmıştır. Tanecik çapları her bir fotoğrafın üzerine konulan 100µm büyüklüğündeki skala yardımıyla ölçülmüştür. Her bir deney seti için en az 400 adet kapsül çapı ölçümü yapılmış ve elde edilen tüm değerlerin ortalaması hesaplanmıştır.

4.2.7.3 Mikrokapsüllenme veriminin belirlenmesi

Faz değiştirici madde n-eykozanın mikrokapsüllenme veriminin belirlenmesi; her deney sonrasında elde edilen taneciklerden belirli bir miktar alınarak kuru halde tartılmasını (W_1), bu kurutulmuş taneciklerin sıcak su (50-60°C sıcaklıktaki deionize su) ile yıkanmasını, geçirgenliği oldukça düşük olan bir filtre vasıtasıyla süzülmesini, filtrenin üzerinde kalan katı kütlenin serbest halde 1-2 gün süreyle kurumaya bırakıldıktan sonra hassas terazi vasıtasıyla yeniden tartılmasını (W_2) içermektedir. Mikrokapsüllenme verimi yapılan tüm bu işlemler neticesinde aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır.

$$\text{Mikrokapsüllenme verimi: } MP (\%) = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

4.2.7.4 SEM görüntü analizi

Mikrokapsüllerin morfolojileri ve kabuğa ait yüzey karakteristikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiştir. SEM ölçümleri Philips (FEI) XL30-SFEG model numaralı mikroskop kullanılarak oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Görüntü çekimlerinden önce numuneler argon gazının bulunduğu koşullar altında 60sn süreyle altın kaplanmak suretiyle hazırlanmıştır.

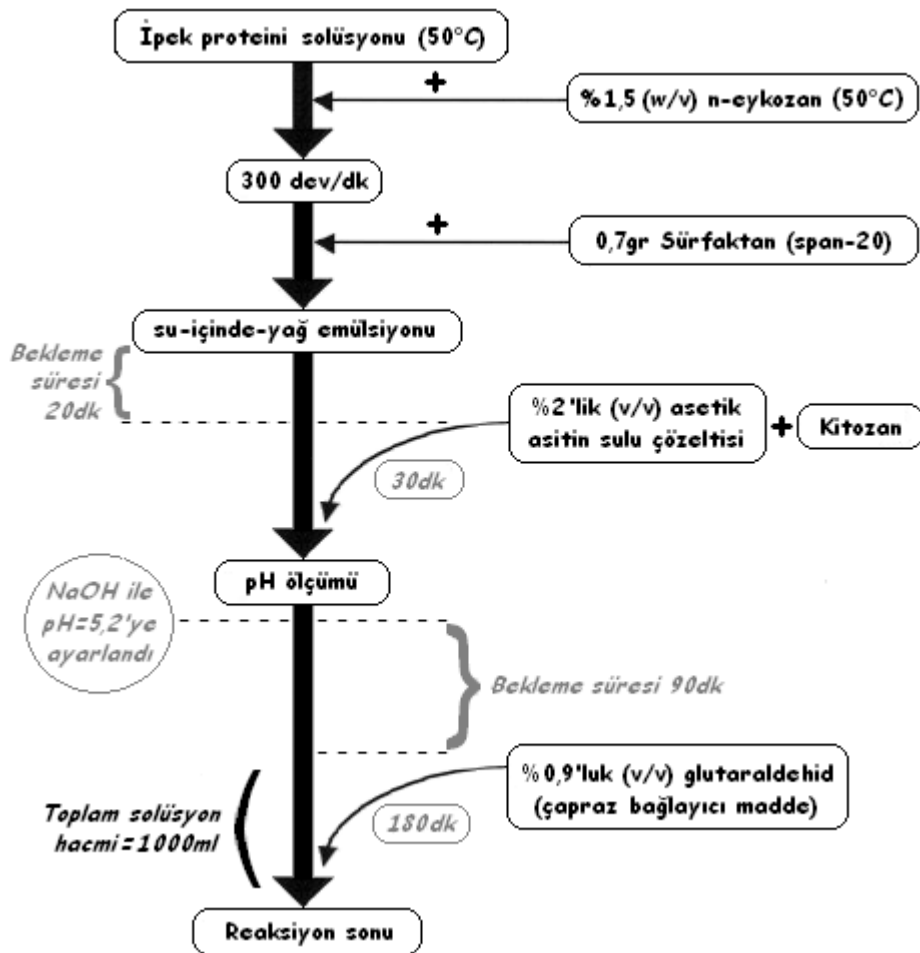
4.2.7.5 EDS analizi

MikroPCMlerin özünde faz değiştirici madde n-eykozanı içerip içermediğinin nicel olarak tespiti için Philips (FEI) XL30-SFEG model SEM cihazı kullanılarak enerji-ayırımı X-ışını spektroskopisi (EDS) yöntemi kullanılmıştır. EDS analizi için kullanılan numunenin polimer oranı 5, n-eykozan oranı %1.0'dir. Numune çapraz bağlayıcı eklenmeden önce alındığından glutaraldehid içermemektedir. Analiz, SEM görüntüsünde kabuğundaki açıklıktan öz kısmı görünen bir mikrokapsül taneciğinin iki farklı noktasında gerçekleştirilmiştir. Buna göre kapsülün kabuk ve öz kısmındaki noktaların kimyasal yapısında C, N ve O elementlerinin farklı oranlarda bulunup bulunmadığı incelenmiştir.

4.2.8 Nihai mikroPCM üretiminin yapılması

Numune bandajlara aktarılması düşünen mikroPCMlerin üretimi için en yüksek polimer oranı, en yüksek n-eykozan oranı ve en yüksek çapraz bağlayıcı madde oranı tercih edilmiştir. Şekil 4.20'de bu oranlar

kullanılarak elde edilen nihai mikroPCMlerin üretim aşamasına ait ayrıntılı akış diyagramı verilmiştir. Deneyler esnasında izlenen akıştan farklı olarak çapraz bağlayıcının sulu çözeltisi eklenmeden hemen önce ısıtıcı kapatılmıştır.



Şekil 4.20 Polimer oranı 20, n-eykozan konsantrasyonu %1.5, çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu %0.9 olarak seçilerek yapılan nihai mikrokapsülleme işleminin akış diyagramı

Hem ısıtıcının kapatılmış olması hem de çapraz bağlayıcının sulu çözeltisinin oda sıcaklığında eklenmesi reaksiyon ortamının sıcaklığının yavaş yavaş düşmesine katkıda bulunmaktadır. Böylelikle faz ayrışması sonrası mikrokapsüllerin kabuklarının çapraz bağlanma reaksiyonu daha ılıman şartlarda gerçekleştirilmektedir.

4.3 MikroPCMlerin Bandajlara Aktarılması

MikroPCMlerin seçilen bandajlara aktarılması işleminde mikrokapsüller ile bandaj arasındaki bağlanmayı sağlayacak bir polimere (binder) ihtiyaç duyulmaktadır. Yapılan çalışmada Dr.Petry (İstanbul) firmasına ait Peripret-PW isimli binder tercih edilmiştir. Seçilen binder poliakrilat esastır, çözelti halinde bulunmaktadır ve yoğunluğu $1,10\text{gr/cm}^3$ 'tür. Çözelti halinde bulunması suyla hızlıca karıştırılarak istenen oranda flotte hazırlanmasını kolaylaştırmaktadır. Binder seçiminde önemli noktalardan biri de pH aralığının uyumudur ki, Peripret-PW'nin pH'ı 5-7 arası yani nötraldır ve böylece kitosan-ipek fibroini sisteminin oluşturduğu mikrokapsül kabuğuyla uyum gösterebilmektedir.

MikroPCMlerin seçilen bandaj numunelerine aktarılmasında emdirme yöntemi kolay uygulanabilmesi ve kumaşın her yerine mikrokapsüllerin dağıtılabilmesindeki başarısı nedeniyle tercih edilmiştir. Emdirme yönteminin aşamaları mikroPCMleri içeren flottenin hazırlanması, bandajın bu flotteyi içeren banyodan ve sonrasında sıkma silindirlerinden geçirilmesi ve en son gergefli bir kurutucuda (ramöz) kurutulmasından oluşmaktadır. Flottenin emdirilmesi ve kumaşın üzerindeki fazlalığın sıkıtılması işlemi numune tipi bir dikey fulard teknesinde gerçekleştirilmiştir. Flotte banyosunun içine konulan

mikrokapsül karışımının konsantrasyonu 20gr/l, Peripret-PW isimli binderin konsantrasyonu ise 50gr/l'dir. Sıkma silindirlerinin basıncı mikroPCMLerin aktarılacağı bandajın içerdiği lif cinsi doğrultusunda üzerine alması gereken sıvı miktarına göre ayarlanmıştır (Çizelge 4.5). Sıkma silindirlerinin hızı ise 5dev/dk'da sabit tutulmuştur.

Çizelge 4.5 Lif cinsi ve bandajın üzerine alması gereken sıvı miktarına göre yapılan sıkma silindirleri basınç ayarları

Bandajın İçerdiği İplik Cinsi	Sıvı Alımı (A_F)	Sıkma silindirleri basıncı
Ne 30/1 Pamuk	%100	0.9 kg/cm ²
Ne 30/1 PES-Ch4	%140	0.5 kg/cm ²
150F96 PES-Ch5/ Cotton Like	%140	0.5 kg/cm ²

Gergefli kurutucu olarak Ataç Makine Sanayi tarafından üretilmiş numune tipi bir ramöz kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin yüksek ısı altında zarar görmesini engellemek üzere kurutma sıcaklığı olarak 40°C seçilmiş ve kumaşların ramözde kalma süresi 4dakika ile sınırlandırılmıştır. Kumaşların üzerindeki tüm sıvının buharlaşabilmesi için 1 gün süreyle serbest halde kurutma işlemine devam edilmiştir.

Mikrokapsüllerin liflere tutunma durumu SEM görüntüleme tekniğiyle ortaya konmuştur. 150F96 PES-Ch5/ Cotton Like ipliği içeren bandaj numunesinin mikrokapsül içeren ve içermeyen halleri Alembeta cihazında yapılan ölçümle ısı konfor parametreleri açısından karşılaştırılmıştır.

5 BULGULAR ve TARTIŞMA

5.1 Bandajlarla İlgili Bulgular

Kroşe örme makinesinde üretilen bandajların termo-fizyolojik konfor parametreleri çeşitli test yöntemleri vasıtasıyla ölçülerek kullanılan farklı iplik tiplerinin konforsal performanslarına sağladığı etkiler grafiksel olarak incelenmiştir.

5.1.1 Kumaş gramajı

Isıl iletkenlik gibi termo-fizyolojik konfor parametrelerini doğrudan etkileyen bir faktör olmasının yanı sıra tüm diğer ölçümlerde elde edilen sonuçların karşılaştırılabilir olması açısından gramaj değerleri önemli bir veri olarak ele alınmıştır. Bandajların gramaj ölçümü ile birlikte iplik incelikleri Çizelge 5.1’de verilmiştir.

İplik incelikleri bakımından tek katlı ve çift katlı olmak üzere iki temel iplik grubu mevcuttur. En yüksek değeri N7 nolu çift katlı viskon ipliği içeren numune, en düşük değerleri N10, N11, NIF nolu 150 denye PES içeren numuneler vermektedir. N7 nolu numune en yüksek iplik inceliğine sahip olmasının yanı sıra ön atkı yatırım kılavuzuna 3’lü beslenmiş olması nedeniyle oldukça yüksek gramaja sahiptir (Çizelge 4.1). N10 nolu numunenin yapısında kullanılan ipliğin ince ve atkı kılavuzuna beslenen iplik adedinin 2 olması gramaj değerinin en düşük çıkmasında etkindir. NIF ve N11 numunelerinin iplik incelikleri yine 150 denye olmasına karşın atkı kılavuzuna beslenen 3 atkı ipliği sayesinde gramaj değerlerinin daha yüksek çıktığı görülmektedir. Tek

katlı ipliklerde genel olarak 3 adet iplik ön atkı kılavuzuna beslenirken, çift katlı ipliklerde bu değer çoğunlukla 2'dir.

Çizelge 5.1 Bandajların içerdiği atkı ipliklerinin inceliği, bu inceliklerin denye cinsinden karşılığı ve bandajların gramaj değerleri

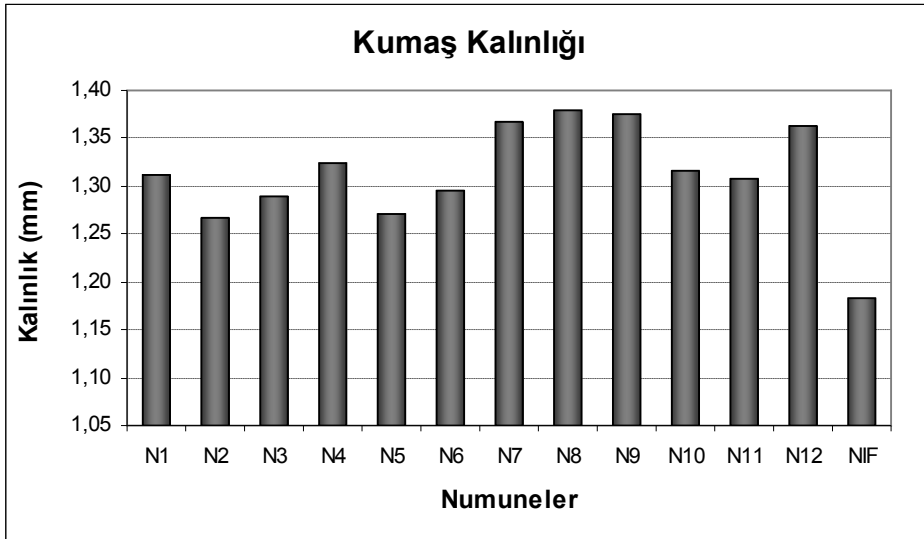
No	İplik inceliği	İplik inceliğinin denye cinsinden karşılığı	Gramaj (gr/m ²)
N1	Ne30	177	356
N2	Ne30	177	397
N3	Ne30	177	381
N4	Ne30	177	389
N5	Ne30/2	354	443
N6	150	150	360
N7	Ne28/2	380	491
N8	Ne30/2	354	457
N9	Ne30/2	354	469
N10	150	150	332
N11	150	150	346
N12	300	300	431
NIF	150	150	338

5.1.2 Kumaş kalınlığı

Gramaj gibi termo-fizyolojik giyim konforuna etki eden parametrelerden biri de kumaş kalınlığıdır. Kumaş kalınlığı değişimi tekstil ürünlerinin ısıl direncini belirleyen en önemli faktördür ve bu iki değer arasında lineer bir ilişki bulunmaktadır (Kothari, 2006). Ayrıca hava geçirgenliği değerinin kumaş kalınlığının bir fonksiyonu olduğu bilinmektedir (Wilbik-Halgas et al., 2006). Sayılan bu nedenlerle kumaş kalınlıklarının belirlenmesi oldukça önemlidir. Ayrıca gramajın kumaş

kalınlığına bölünmesiyle elde edilen birim yoğunluk değeri her iki değerin etkisinin bir arada değerlendirilebilmesi açısından çalışma kapsamında incelenmiştir.

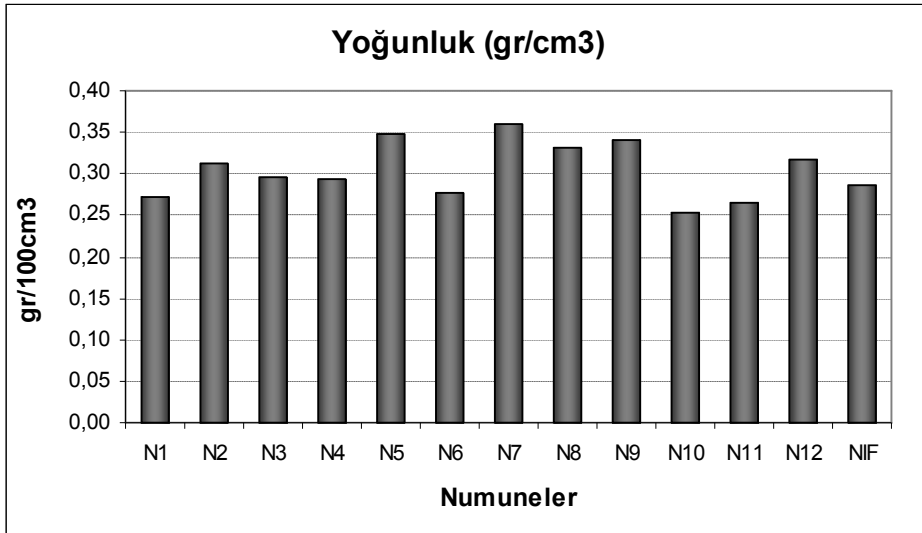
Kumaş kalınlığı ölçüm sonuçları grafiksel olarak Şekil 5.1’de gösterilmiştir. N8, N9 ve N7 numuneleri yapılarındaki çift katlı iplikler nedeniyle en yüksek kumaş kalınlığı değerlerini vermektedir. En düşük kumaş kalınlığı değerine ise 150 denye normal PES ipliğin 2’li beslendiği (Çizelge 4.1) NIF numunesi sahiptir.



Şekil 5.1 Kumaş kalınlığı değerlerinin değişimi

Birim hacim başına düşen kütle değeri değişimleri Şekil 5.2’de verilmiştir. Yapılarında tek katlı iplik içeren N10, N11 ve N1 nolu numunelerin yoğunluğu diğerlerine göre düşüktür. Her ikisi de 150 denyelik iplik içeren N10 ve N11 nolu numuneler arasındaki temel fark

atki kılavuzundan beslenen iplik sayısıdır ki 2 adet beslenen N10 numunesinde toplam atki tel sayısının daha az olmasıyla en düşük yoğunluk değeri elde edilmiştir (Çizelge 4.1). Liflerin kendi yoğunluk değerlerinin yanı sıra kumaş yapısında yer alan hava tabakasının miktarı (havanın yoğunluğunun liflerin yoğunluğundan düşük olması nedeniyle) bu parametreyi etkilemektedir. Kumaşların içerisine hapsedilen havayla birlikte daha hacimli bir yapı da ortaya çıkmaktadır. N10 ve N11 nolu numunelerin kumaş kalınlığı değerlerinin orta seviyede iken gramajlarının oldukça düşük olması daha hacimli bir yapıda olduklarını göstermektedir.

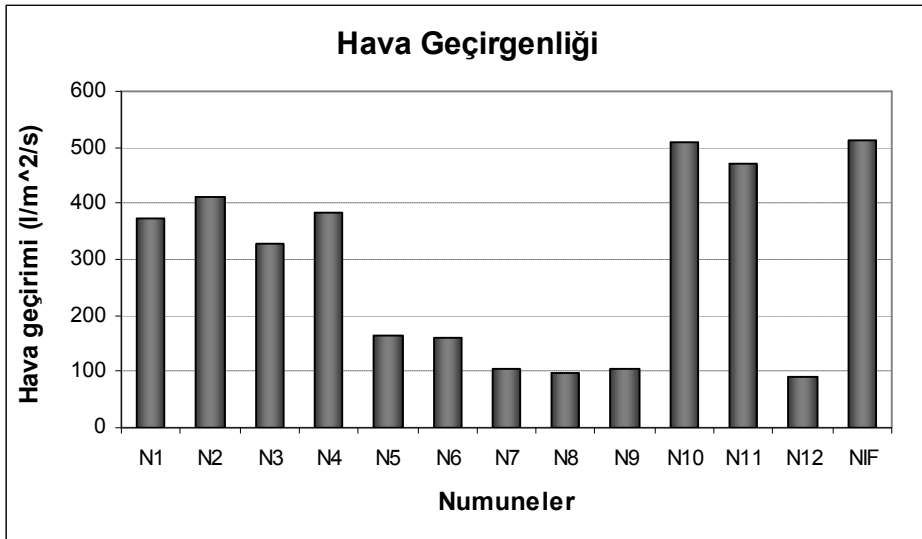


Şekil 5.2 Bandajlarda birim hacim başına düşen kütlenin değişimi

5.1.3 Hava geçirgenliđi

Bir kumaşın hava geçirgenliđi, kumaşın konfor davranışını birçok yönden etkileyebilmektedir. Bir materyal hava geçirgenliđine sahipse aynı zamanda hem buhar hem de sıvı fazda geçirgenliđe sahip olabilmektedir. İkinci olarak, bir kumaşın ısıl direnci büyük oranda içerisinde bulunan durgun havaya bađlıdır (Kırcı vd., 2007). Bilinen en yalıtkan madde olan havanın bir kumaş içerisinde bulunma miktarının artmasıyla o kumaşın ısıl direncinde de artış gözlenmektedir. Tüm tekstil lifleri kimyasal yapılarına bakmaksızın havaya karşı geçirimsizdir. Dolayısıyla bir kumaşın içerisinde hava geçişı sadece liflerin ve ipliklerin arasındaki boşluklar yoluyla gerçekleşmektedir (Gunesoglu and Meric, 2006). Yapılan çalışmalarda hava geçirgenliđinin kumaş kalınlıđı ve yüzey gözenekliliđinin bir fonksiyonu olduđu da ortaya konmuştur (Wilbik-Halgas et al., 2006).

Ölçümü yapılan numuneler arasında hava geçirgenliđi değeri en yüksek olan numuneler N10, N11 ve N1F'dır (Şekil 5.3). Aynı zamanda bu bandajların yoğunlukları oldukça düşüktür (Şekil 5.2). En düşük hava geçirgenliđi değeri de içerdikleri çift kat iplikler nedeniyle yüksek yoğunluk değeri sahip olan N12, N8 ve N9 vermektedir (Çizelge 5.1). Yoğunluk ile hava geçirgenliđi arasında genel olarak ters bir orantının bulunduđu söylenebilmektedir.

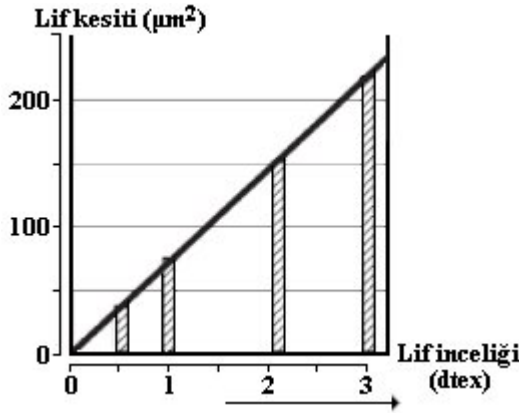


Şekil 5.3 Bandajlarda hava geçirgenliği değişimi

Sonuçlar arasında dikkat çekici olan noktalardan biri yoğunluk değeri oldukça düşük olan N6 nolu numunenin hava geçirgenliği değerinin de düşük çıkmasıdır. N6 nolu numune N11 nolu numunedeki gibi 150 denye tek katlı iplik içermesine, bu iki numunenin birim alanda barındırdığı toplam atkı tel sayısı ve kumaş kalınlıklarının aynı olmasına rağmen hava geçirgenliği değerindeki bu büyük farklılık kullanılan ipliğin filament sayısından kaynaklanmaktadır. N6 nolu numunenin iplik inceliğinin, yapısında bulunan filament sayısına oranlanmasıyla bulunan $(150/144) 1,04$ değerinin 1 değerine oldukça yakın olması filamentlerinin mikron seviyesi bir incelikte olduğunu göstermektedir. Bu mikrofilamentli yapı nedeniyle ipliğin birim kesitinde bulunan liflerin oranı artmakta ve bu nedenle havanın geçişi engellenmektedir.

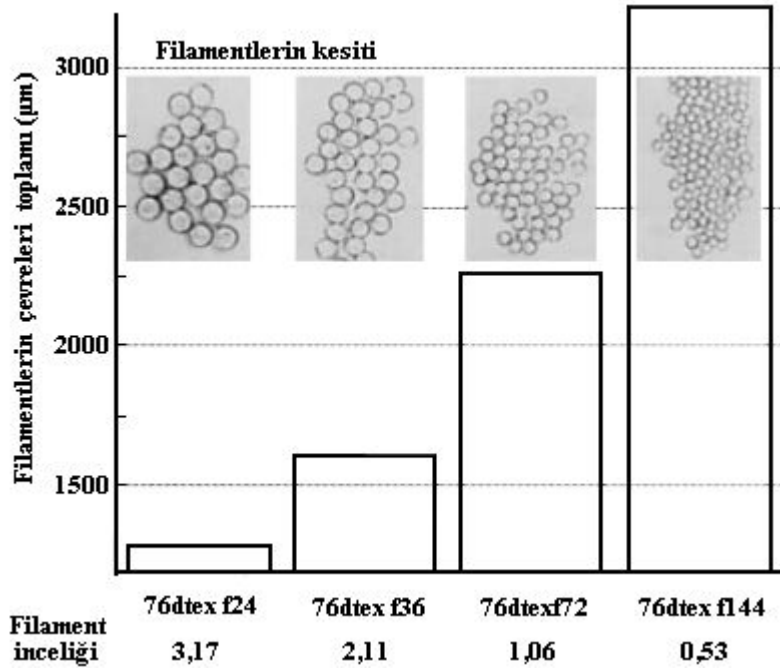
Bir ipliğin kesitinde bulunan lif sayısı ipliğin karakteristik özelliklerine etki eden önemli bir parametredir. Lif inceliğinin lif kesiti

ile doğru orantılı olarak değiştiği zaten bilinmektedir (Şekil 5.4). Lif inceliği (dtex veya denye) azaldıkça lifin kapladığı kesit alan (μm^2) azalmakta ve bu nedenle ipliğin birim kesit alana sığabilecek filament sayısı da artmaktadır.



Şekil 5.4 Lif inceliği ile lif kesitinin değişimi (Rouette'den, 2001).

Aynı kesit alanına sahip iki iplik arasında yapısında daha ince lifler barındıran ipliğin birim alanına daha fazla sayıda lif teli sığabileceğinden ihtiva edebileceği hava tabakası miktarı da düşmektedir. Başka bir açıdan bakarsak lif inceliği azalıp filament sayısı arttıkça filamentlerin çevreleri toplamı da artacak ve iplikler kumaş yapısında daha fazla alanı kaplayacaktır. Bu durumda boşlukların daha az olmasından dolayı hava geçirgenliği parametresinin düşük çıkması kaçınılmazdır. Bu durum aynı iplik numarasına ve farklı filament sayısına sahip ipliklerde filamentlerin çevreleri toplamının (μm) değişimi verilerek açıklanmıştır (Şekil 5.5).



Şekil 5.5 Aynı iplik numarası-farklı filament sayısına sahip ipliklerin filamentlerinin kesit görüntüsü ve filamentlerin çevreleri toplamının değişimi (Rouette'den, 2001).

5.1.4 Termal konfor

Bandajların ısı iletkenlik, ısı geçirgenlik ve ısı direnç değ erleri kullanarak termal konfor performansları değ erlendirilmiştir . Elde edilen ölçüm sonuçları ö zet olarak Ç izelge 5.2'de ve kapsamlı olarak EK 2'de verilmiştir . Isı iletkenlik (λ) değ erinin yüksek olması , ü retile n fazla ısı nın vü cuttan daha hızlı uzaklaşt ırılmasını sađ layacađ ından terlemenin daha az olmasına ve böylece daha konforlu hissedilmesine katkı sađ layan önemli bir özelliktir. Ö rneđ in pamuklu giysiler, sentetik filamentlerden oluş anlara göre ısı yı daha iyi ilettilerinden daha az ter oluş umuna neden olmakta ve yazın sıcak havalarda sıklıkla tercih edilmektedirler (Das et

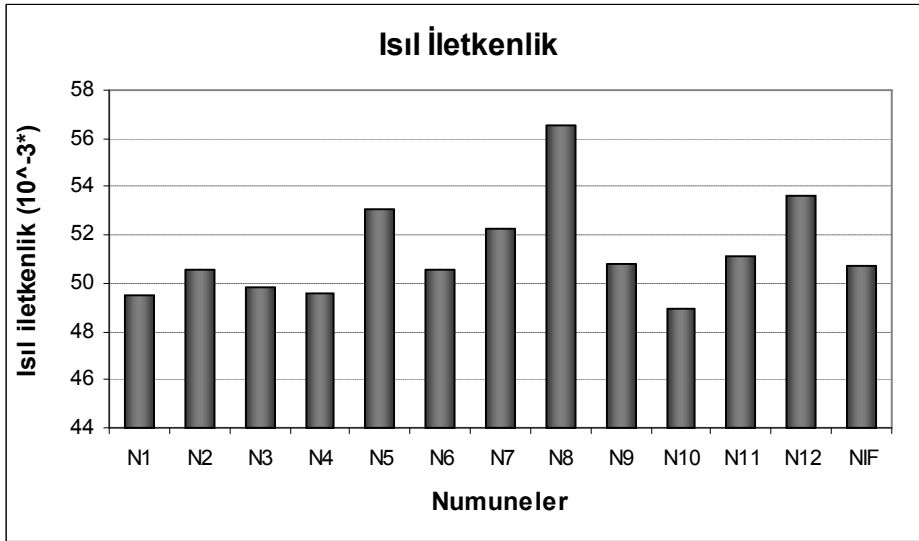
al., 2007). Verilen tablodan da görüleceği üzere en yüksek iletkenliğe çift katlı pamuk ipliği içeren N8 nolu numune sahiptir. Ancak burada dikkat çekici nokta N8 ile beraber en yüksek iletkenliğe sahip diğer numunelerin (N12, N5 ve N7) ortak özelliği çift katlı iplik içermeleri (Çizelge 5.1) ve bundan dolayı yüksek kumaş yoğunluğuna (Şekil 5.2) sahip olmalarıdır.

Çizelge 5.2 Bandajların içeriğindeki iplikler ve termal konfor testi sonuçları

Numune No	İplik Tanımı	Isıl iletkenlik	Isıl soğurganlık	Isıl direnç
N1	Ne 30/1 Pamuk	0,0495	130,40	0,0290
N2	Ne 30/1 Viskon	0,0506	157,17	0,0276
N3	Ne 30/1 PES-Ch4	0,0498	151,67	0,0283
N4	Ne 30/1 MicBL-Pes/Co	0,0496	143,13	0,0292
N5	Ne 30/2 Seacell	0,0530	166,53	0,0262
N6	150F144 PES-Ch5	0,0506	150,50	0,0276
N7	Ne 28/2 Viskon	0,0523	191,73	0,0294
N8	Ne 30/2 Pamuk	0,0565	189,33	0,0268
N9	Ne 30/2 PES-Ch4	0,0508	166,37	0,0303
N10	150F96 PES-Ch5-C.L.	0,0489	155,37	0,0284
N11	150F36 Antimic. PES-N.C.	0,0511	160,20	0,0268
N12	300F288 PES-Ch5	0,0536	169,63	0,0273
N1F	150F72 tekstüre PES	0,0507	161,23	0,0254

Isıl iletkenlik hammadde özelliklerinin yanı sıra kumaşın içerisine hapsolmuş hava miktarından da etkilenmektedir. Kumaş ağırlığı arttıkça, birim alandaki lif miktarı artarken buna karşın hava miktarı ise

azalmaktadır. Bilindiği üzere liflerin ısı iletkenlik deęerleri liflerin arasına hapsolmuř havaya gre daha yksektir. Bu nedenle daha az hava ihtiva eden aęır kumařlar daha yksek ısı iletkenlięe sahiptir (Oęlakcioęlu and Marmarali, 2007). řekil 5.6'da verilen grafięe bakıldıęında daha az hava ieren yoęunluk deęeri yksek numunelerin nispeten daha yksek ısı iletkenlięe sahip olduęu grlmektedir. En dřk ısı iletkenlięe sahip olan N10 numune aynı zamanda en dřk gramaja (izelge 5.1) ve yoęunluęa (řekil 5.2), en yksek hava geirgenlięi (řekil 5.3) deęerlerinden birine sahiptir. Hem kumařın yapısında yer alan hava tabakası hem de ısı iletkenlięi doęal liflere nazaran dřk olan sentetik PES lifinden retilmiř olması nedeniyle ısı iletkenlięi en alt seviyede ıkmıřtır.

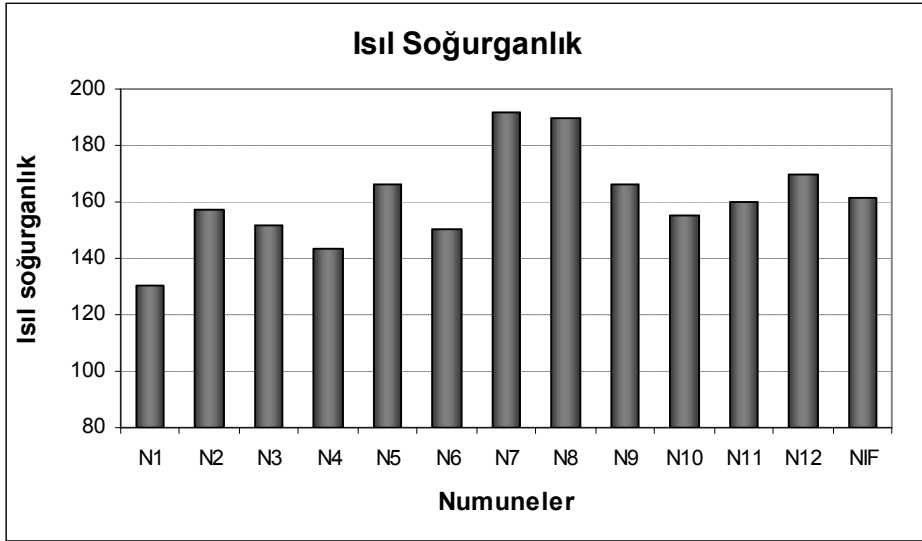


řekil 5.6 Bandajlarda ısı iletkenlik deęiřimi

Grafiğe göre dikkat çekici noktalardan biri hemen hemen aynı yoğunluk değerlerine sahip olan N8 ve N9 nolu numunelerin ısı iletkenliklerinin oldukça farklı çıkmasıdır. Her ikisi de çift katlı olan ipliklerin arasındaki farklılık N8'in doğal liflerden, N9'un ise kanallı yapıya sahip sentetik liflerden oluşmasıdır. Yine yoğunluk değerleri birbirine çok yakın olan pamuk lifi içeren N1 ile antimikrobiyal PES içeren N11 numunelerinin ısı iletkenliği arasında görülen farklılık lif cinsinden kaynaklanmaktadır.

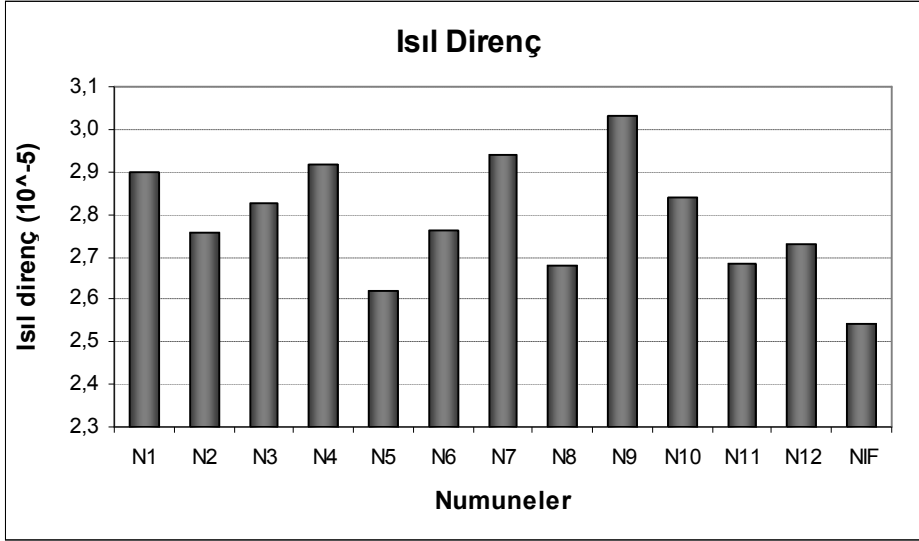
Isıl soğurganlık (*b*) kumaşa temas edilmesiyle algılanan sıcak-soğuk hissi olarak tanımlanmaktadır. Bu değer arttıkça (400 üzeri) kumaş serin hissi verirken, azaldıkça (20-400) kumaş sıcak hissi vermektedir (Namlıgöz ve Çoban, 2005). Soğurganlık kumaş yüzeyinin konstrüksiyonuna bağlı olarak değişmektedir. Elin temas ettiği kumaş yüzeyi ne kadar az pürüzlüyse o kadar serinlik hissi yaratmaktadır (Oğlakcioğlu and Marmarali, 2007).

Bandaj numunelerinin ısı soğurganlık değişimleri Şekil 5.7'de gösterilmiştir. En yüksek soğurganlık değerlerini çift katlı viskon ipliği içeren N7 nolu numune ile çift katlı pamuk ipliği içeren N8 numunesi vermektedir. Viskon ve pamuk liflerinin ısı iletkenlik değerlerinin iyi olmasının yanı sıra bu numunelerin yoğunluklarının yüksek olması nedeniyle daha boşluksuz, liflerin daha sıkı yerleştiği kapalı bir yapıya sahip olmaları ısı soğurganlıklarının yüksek çıkmasında etkindir. En düşük yoğunluklardan (Şekil 5.2) birine sahip tek katlı pamuk ipliği içeren N1 numunesi en düşük ısı soğurganlığına sahiptir. Yoğunluğun düşük olması bu numunede pamuk liflerinin daha serbest halde kalabilmesine olanak tanıdığından daha sıcak bir his uyandırması beklenebilmektedir.



Şekil 5.7 Bandajlarda ısııl soğurganlık değışimi

Isıl direnç (R) kumaşın yalıtım performansını belirleyen önemli bir parametredir. Isıl iletkenlikle arasında ters bir ilişki bulunurken kumaş kalınlığıyla doğru orantılı olarak değışmektedir (Das et al., 2007). Bu nedenle yüksek kumaş kalınlığına sahip numunelerin daha yüksek ısııl direnç göstermesi beklenmektedir. Şekil 5.8’de bandaj numunelerinin ısııl direnç değışimleri grafiksel olarak gösterilmiştir. Beklendiği üzere ısııl direnç ile kumaş kalınlığı arasında doğru bir orantı mevcuttur. En yüksek kumaş kalınlığında sahip çift katlı 4-kanallı PES ipliği içeren N9 nolu numune (Şekil 5.1) en yüksek ısııl direnç değeri vermektedir. En düşük kumaş kalınlığına sahip tek katlı normal PES ipliği içeren NIF numunesi en düşük ısııl direnç değeri sahiptir.

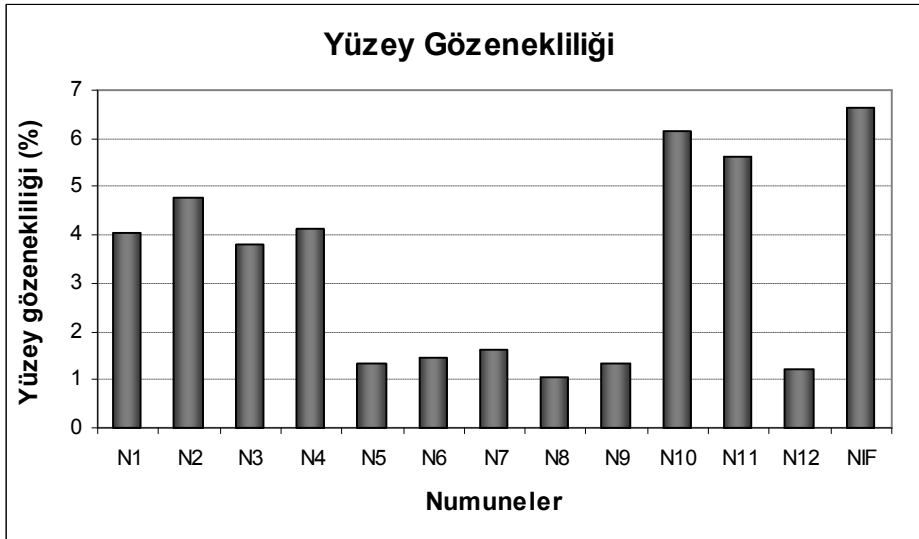


Şekil 5.8 Bandajlarda ısı direnç değişimi

5.1.5 Yüzey gözenekliliği

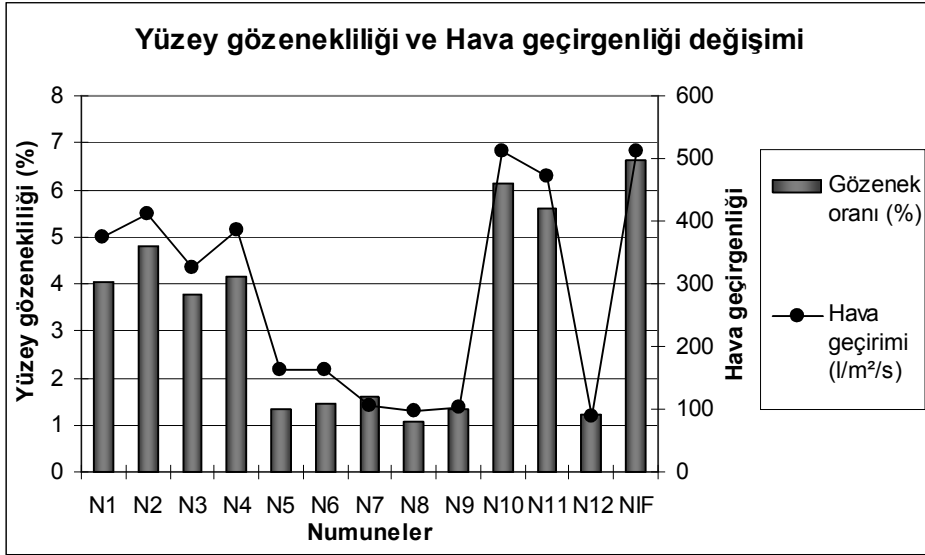
Kumaş gözenekliliği kumaşta bulunan boşlukların bir ölçüsüdür. Gözeneklilik genel anlamda iplikler arasındaki boşluklar, ipliklerin içerisindeki lifler arasında kalan boşluklar ve lif içi gözeneklilik açısından incelenmektedir ve bu üç kavramın etkileri birbirinden farklı olmaktadır. Kumaş gözenekliliğine etki eden faktörler arasında kumaş atkı-çözümlü sıklığı, iplik çapı, iplik büküm miktarı ve lif çapı bulunmaktadır (Kırcı vd., 2007). Yüzey gözenekliliği denilince ise daha çok iplikler arasında kalan boşluklar akla gelmektedir ki; bu boşluklar göreceli olarak diğerlerine göre daha büyüktür. Daha ziyade kumaşların hava, su buharı ve ısı geçirgenlik parametreleri üzerinde etkiye sahiptir. Bu gözeneklerde bulunan hava hareketlidir ve dış etkiler nedeniyle sürekli bir yer değiştirme meydana gelmektedir. (Kırcı vd., 2007).

Yüzey gözenekliliği analizi için hazırlanan görüntülerin tamamı EK 1’de verilmiştir. Yapılan ölçümlerde en yüksek yüzey gözenekliliğine sahip olan numuneler N1F, N10 ve N11’dir (Şekil 5.9). Bu numunelerin yoğunluk değerleri de oldukça düşüktür (Şekil 5.2). Yapılan incelemede kumaş yoğunluğu arttıkça yüzey gözenekliliğinin azaldığı gözlenmiştir. Çift katlı ipliklerle hazırlanmış N8, N12, N9 ve N5 en düşük gözenekliliğe sahip olan numunelerdir. Yoğunluk değeri oldukça düşük olmasına rağmen N6 nolu numunenin gözeneklilik değeri düşük çıkmıştır. Yapısında kullanılan ipliğin 150 denye incelikte olmasına rağmen düşük gözenekliliğe sahip olmasının nedeni mikro incelikte 144 adet filamentten oluşmasıdır. Bu incecik filamentler daha kalın liflere göre daha fazla alanı kaplayarak ipliklerin daha hacimli olmalarını sağlamakta ve kumaş yapısında ipliklerin kapladığı alanı arttırmaktadır. Böylece iplikler arası boşluk miktarı görüntülerde daha az çıkmaktadır.



Şekil 5.9 Bandajlarda yüzey gözenekliliği değişimi

Yüzey gözenekliliği değerinin hava geçirgenliği üzerinde önemli etkiye sahip olduğu bilinmektedir (Wilbik-Halgas et al., 2006). Numunelerin yüzey gözenekliliği değerleri ile hava geçirgenliği parametreleri karşılaştırılarak verilerin uyumluluğu grafiksel olarak incelenmiştir (Şekil 5.10). Bu iki parametre arasında beklendiği üzere doğru bir orantı mevcuttur. En yüksek hava geçirgenliği değerlerine sahip N1F, N10 ve N11 nolu numunelerin yüzey gözenekliliği değeri de en yüksek çıkmaktadır.



Şekil 5.10 Bandajlarda yüzey gözenekliliği ile hava geçirgenliğinin değişimi

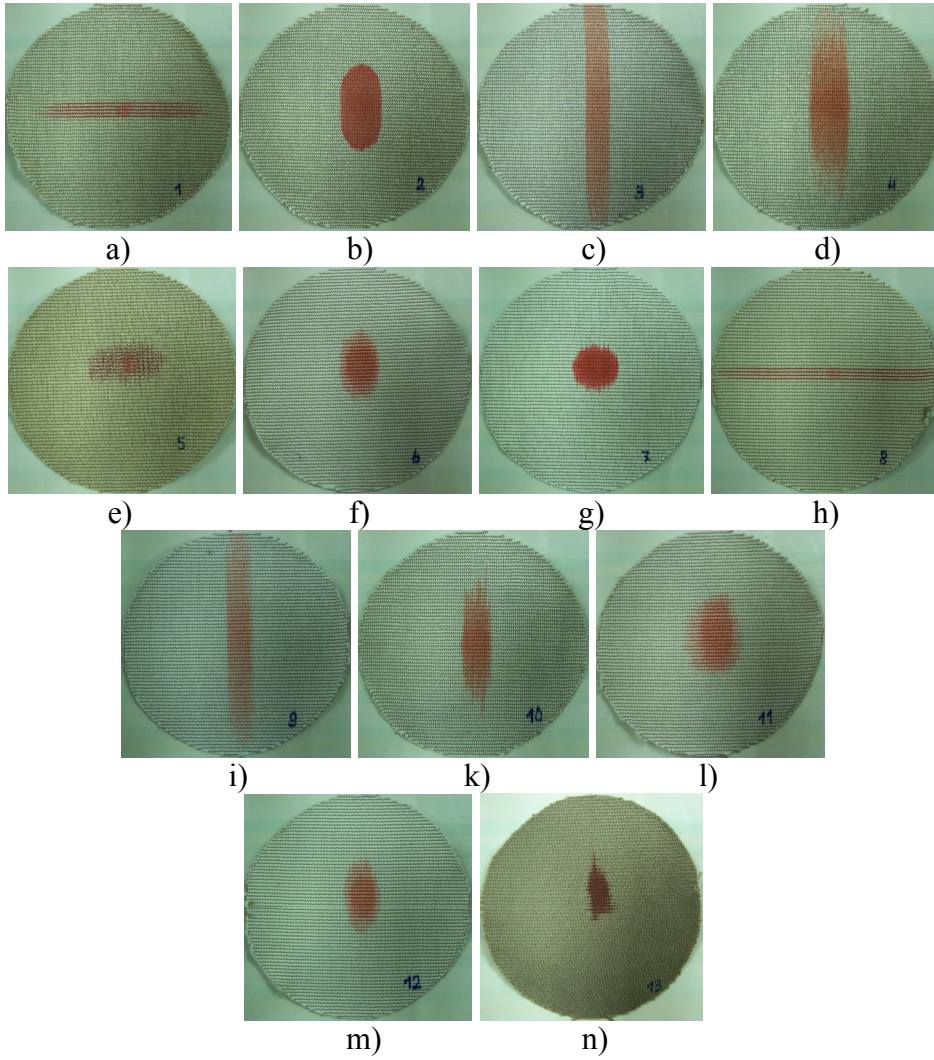
5.1.6 Sıvı emicilik

Çeşitli aktiviteler esnasında açığa çıkan ısıyı dengelemek üzere vücut terlemekte ve kullanılan giysinin cilde temas eden noktalarında

ıslaklık meydana gelmektedir. Kullanıcının kendini konforlu hissedebilmesi için bu ıslaklığın hızla ciltten emilerek giysinin dış katmanlarına doğru taşınması ve oradan da atmosfere doğru buharlaşma yoluyla uzaklaştırılması gerekmektedir. Giysiyi oluşturan liflerin cinsi ve kumaşın yapısı sıvının taşınma mekanizması üzerinde önemli etkiye sahiptir. Ayrıca kumaşın içerisinden havanın geçişi sıvının buharlaşma yoluyla uzaklaştırılmasını kolaylaştırmaktadır. (Das et al., 2007).

Testin 5. dakikasında çekilen test görüntülerine göre farklı lif tipi içeren numuneler farklı doğrultularda sıvı emiciliğe sahiptir (Şekil 5.11). Numunelerde farklı liflerden mamul iplikler (pamuk, viskon, kanallı PES vb.) sadece atkı yönünde kullanıldığından dolayı sıvı emicilik testinde atkı ve çözgü yönlerinde farklı yayılım göstermeleri normaldir.

Yapılan testte sıvının damlatıldıktan sonra kumaş tarafından emilme hızının yanı sıra atkı ve çözgü yönlerinde sıvının yayılma eğilimi, yayılma miktarı ve yayılma bölgesinin şekli baz alınarak değerlendirmeler yapılmasına karar verilmiştir. Çizelge 5.3’de yapılan su emicilik testinin tüm numuneler için değerlendirme sonuçları görülmektedir. Sıvının emilme hızı damlatma anında yapılan gözlem neticesinde 1 en yavaş, 5 en hızlı olmak üzere derecelendirilmiştir. Sıvının yayılma eğilimine göre numuneler atkı (A), çözgü (Ç), atkı baskın çözgüde az emilim (A+Ç) ve çözgü baskın atkıda az emilim (Ç+A) olmak üzere 4 sınıfa ayrılmıştır.



Şekil 5.11 a) N1, b)N2, c)N3, d)N4, e)N5, f)N6, g)N7, h)N8, i)N9, k)N10, l)N11, m)N12, n)NIF kodlu numunelerin sıvı emicilik testi görüntüleri (5.dakika)

Atkı (x) ve çözgü (y) yönünde yayılma miktarı elde edilen görüntüler üzerinden bir cetvel vasıtasıyla ölçülerek cm cinsinden kaydedilmiştir. Atkı ve çözgü yönünde yayılma miktarının birbirine oranlanmasıyla elde edilen yüzdesel değer üzerinden yayılma geometrisi

belirlenmiştir. Buna göre %0-35 arası sütunsal, %35-70 arası eliptik, %70-100 arası dairesel olarak nitelendirilmiştir. Örnek olarak Şekil 5.11-a'da verilen numune için sütunsal Şekil 5.11-b'de verilen numune için eliptik ifadesi kullanılması verilebilir.

Çizelge 5.3 Bandajların sıvı emicilik testi analiz sonuçları

Kod	Damlatma anında emilim hızı	Sınıf	Yayılma yönü	Çözü (y)	Atkı (x)	Ç/A Yüzdesi	Yayılma şekli
N1	Yavaş	2	Çözü	10,5	1,0	10%	Sütunsal
N2	Hızlı	4	A+Ç	2,8	5,8	48%	Eliptik
N3	Çok hızlı	5	Atkı	1,7	14,2	12%	Sütunsal
N4	Hızlı	4	Atkı	2,8	10,0	28%	Sütunsal
N5	Yavaş	2	Ç+A	5,0	2,7	54%	Eliptik
N6	Hızlı	4	A+Ç	2,8	4,4	64%	Eliptik
N7	Orta	3	Ç+A	3,1	2,9	94%	Dairesel
N8	Çok yavaş	1	Çözü	14,4	0,8	6%	Sütunsal
N9	Çok hızlı	5	Atkı	1,8	12,5	14%	Sütunsal
N10	Çok hızlı	5	Atkı	2,1	7,5	28%	Sütunsal
N11	Hızlı	4	A+Ç	3,9	5,0	78%	Dairesel
N12	Orta	3	A+Ç	2,5	4,9	51%	Eliptik
NIF	Hızlı	4	A+Ç	1,5	3,3	45%	Eliptik

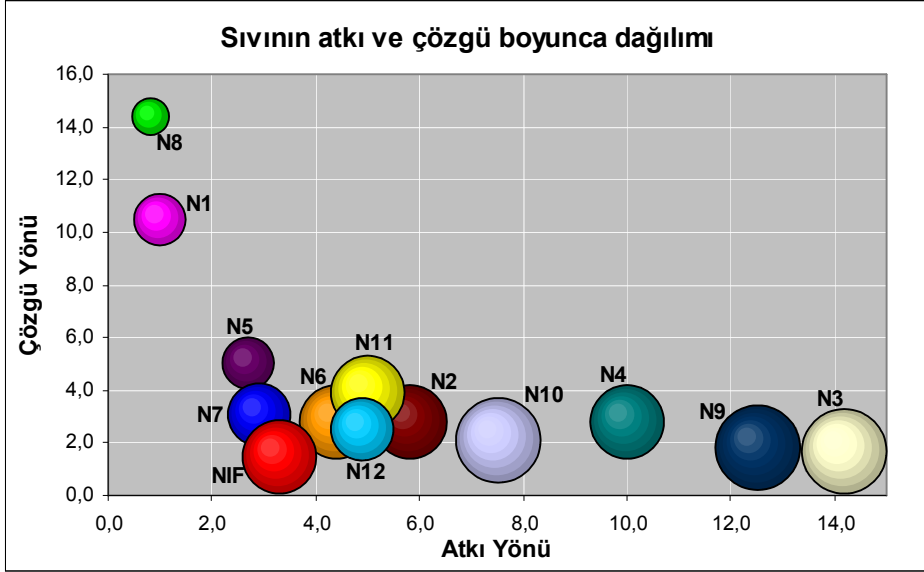
Tabloya göre sıvı damlatıldıktan sonra en hızlı şekilde damlayı emen numuneler kanallı PES liflerinden oluşan N3, N9 ve N10'dur. Kanallı sentetik liflerin en temel özelliği sahip oldukları kanalların sıvı taşınımında kapılar etki göstermesidir. Kapılarite, tekstil materyallerine sıvının temasıyla birlikte tekstil lifi boyunca kendiliğinden olan hareketi

olarak tanımlanmaktadır. Diğer bir deyişle bir sıvının yoğun olduğu bölgeden diğer bölgelere doğru difüzyonudur (Wiener and Dejlova, 2003). Fiziksel olarak kapilarite sıvı moleküllerinin tekstil materyaline (katı) olan ilgisinin birbirlerine karşı duydukları çekimden farklılık göstermesi durumunda gerçekleşmektedir. Burada sıvının ilerleme miktarı tekstil materyalinin oluşturduğu katı duvarların birbirine yakınlık miktarından etkilenmektedir. Daha yakın duvarlar sıvının daha fazla ilerlemesine neden olmaktadır. Bu noktadan hareketle daha geniş boşluklara sahip bir tekstil materyalinde sıvının ilerleme miktarının daha küçük boşluklu ürüne göre nispeten daha az olacağı beklenmektedir. Kanallı lifler ise normal yuvarlak kesitli bir life göre daha geniş yüzey alanına sahip olmaları nedeniyle birim alanında daha küçük boşluklara sahiptirler. Bu boşluklar filamentlerden oluşan ipliğin boyunca devam ettiğinden adeta bir kılcal boru görevi görmektedir. En yavaş emilimi çift katlı pamuk lifi içeren N8 göstermektedir. Benzer şekilde tek kat pamuk lifi içeren N1 ile çift katlı SeaCell lifi içeren N5 numunelerindeki emilimin de oldukça yavaş olduğu gözlenmiştir.

Pamuk lifi içeren N1 ve N8 numunelerinde sıvının sadece çözgü iplikleri yönünde dağılım göstermesi dikkat çekicidir. Tüm numunelerde çözgü yönünde ortak kullanılmış olan PA ipliğinin normalde hidrofobik karakterde olmasına rağmen bu yönde daha hızlı bir yayılımın görülmesi kapılar etkiye dayanmaktadır. N3, N4, N9 ve N10 nolu numunelerde ise tam aksi olarak atkı yönünde çok yoğun bir emilim göze çarpmaktadır. Çift katlı SeaCell lifi içeren N5 ile çift katlı viskon lifi içeren N7 numunelerinde başlangıçta çözgü yönünde baskın, ancak zaman ilerledikçe hem çözgü hem atkı yönlerinde bir yayılım gerçekleşmiştir. Buradan hareketle pamuğa göre daha iyi bir emiciliklerinin olduğu söylenebilir ancak ipliklerin çift katlı olması kumaş yapısının daha sıkı, daha yoğun olmasına neden olduğundan sıvı bu iplikler tarafından etkili

bir şekilde çekilip dağıtılamamaktadır. Geriye kalan tüm numunelerde ise atkı yönündeki yayılım baskın olmakla birlikte çözgü yönünde de bir miktar emilim görülmüştür. Hem atkı hem çözgü yönünde hemen hemen eşit emilim gösteren numunelerin yayılma şekli dairesel (N7 ve N11) olarak ifade edilirken, atkı (N3, N4, N9, N10) veya çözgü (N1 ve N8) yönünde çok baskın bir yayılma eğilimi gösteren numunelerde sütunsal ifadesi kullanılmıştır. Eliptik yayılım şekli gösteren numuneler çözgü baskın atkıda az emilim gösteren N5 ile atkı baskın çözgüde az emilim gösteren N2, N6, N12 ve NIF'dır.

Verilen tablodaki sonuçlar kullanılarak atkı ve çözgü yönündeki sıvının dağılma eğilimi grafiksel olarak da gösterilmiştir (Şekil 5.12). Sıvının emilme hızı için 1'den 5'e kadar yapılan derecelendirme grafikte yer alan baloncukların büyüklüğü (etki miktarı) olarak alınmıştır. Sıvının atkı yönünde yayılma miktarı baloncukların x eksenindeki konumunu, çözgü yönündeki yayılma miktarı ise y eksenindeki konumlarını ifade etmektedir. Kanallı PES lifi içeren N3, N9, N4 ve N10 nolu numunelerde görülen atkı yönündeki baskın yayılım grafikte baloncukların x eksenindeki yerleşimiyle kendini göstermektedir. Benzer şekilde çözgü yönünde baskın yayılma sahip pamuk lifi içeren N1 ve N8 nolu numuneler y eksenine yakın konumlanmıştır. Bu iki numunenin sıvıyı emme hızları oldukça düşük olduğundan grafikte ifade edildikleri baloncukların büyüklükleri de nispeten daha küçüktür. Standart olarak kullanılan polyester liflerinden meydana gelen NIF kodlu numunenin emicilik hızı kötü olmamasına karşın (baloncuk büyüklüğü oldukça iyidir) sıvıyı çok fazla dağıtma eğilimine sahip olmaması nedeniyle sıvı kumaş yapısında yeterince ilerleyememektedir. Bu durum bandajın daha geç kurumaya ve dolayısıyla en fazla ıslaklık hissi veren numune olmasına yol açmaktadır. Şekil 5.12'de de görüldüğü gibi NIF numunesi 0,0 noktasına en yakın konumdaki numunedir.



Şekil 5.12 Bandajlara damlatılan sıvının atkı ve çözgü boyunca yayılma eğilimi

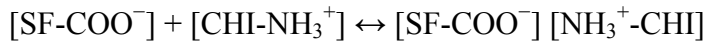
5.2 Üretilen MikroPCMLerle İlgili Bulgular

Polimerlerin birleşim oranı, n-eykazan miktarı, çapraz bağlayıcı miktarını ve akış planını tespit etmek için öncelikle birtakım ön denemeler yapılmış sonrasında buradan hareketle belirlenen alt, orta ve üst değerlerle çalışmak üzere bir deney planı oluşturulmuştur. Yapılan deneylerde elde edilen mikrokapsül büyüklüğü ve mikrokapsüllenme verimi değerleri baz alınarak 2^3 tam faktöriyel deney tasarımına uygun yapılan istatistiksel analiz neticesinde tepki-yüzey grafikleri çizdirilmiştir. Böylelikle üretimi yapılacak mikrokapsüller için en uygun polimer, n-eykazan ve çapraz bağlayıcı oranları belirlenmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin karakteristik özelliklerinin ortaya konabilmesi için

optik mikroskop ve SEM ile görüntüleri incelenmiş ve ayrıca EDS analizi yapılmıştır.

5.2.1 Mikrokapsüllerin oluşumu

İçerisinde faz değiştirici madde (n-eykazan) içeren mikrokapsüller kitosan (CHI) ve ipek fibroininden (SF) faz ayrışması (koaservasyon) yöntemi ile elde edilmiştir. İlk önce n-eykazan ipek fibroininin sulu çözeltisi içerisinde sürfaktan madde vasıtasıyla emülsiyon formunda dağıtılmıştır. Bu çözeltiye daha sonra kitosan çözeltisi ilave edilmiştir. Burada kitosan ipek fibroini ile tepkimeye girebilecek zıt yüklü iyon sağlamak üzere kullanılmıştır. Çözeltide faz ayrışması işleminin gerçekleşmesi pH'ın ayarlanmasıyla sağlanmış ve böylece n-eykazanın oluşturduğu öz taneciğinin çevresinde bir kabuk tabakası oluşturulmuştur. Kabuk tabakası kararlı yapıda bir mikrokapsülün elde edilmesini sağlamak üzere çapraz bağlayıcı madde ile sertleştirilmiştir. Sonuçlar göstermektedir ki; biopolimerlerin bulunduğu karışımda pH'a bağlı olarak bir etkileşim yani faz ayrışması işlemi gerçekleşmekte ve bu durum büyük oranda ipek fibroini ile kitosan arasındaki elektrostatik çekimden kaynaklanmaktadır. İpek fibroini ile kitosan arasında gerçekleşen kimyasal bağlanma reaksiyonu genel formuyla aşağıdaki denklemde verilmiştir.



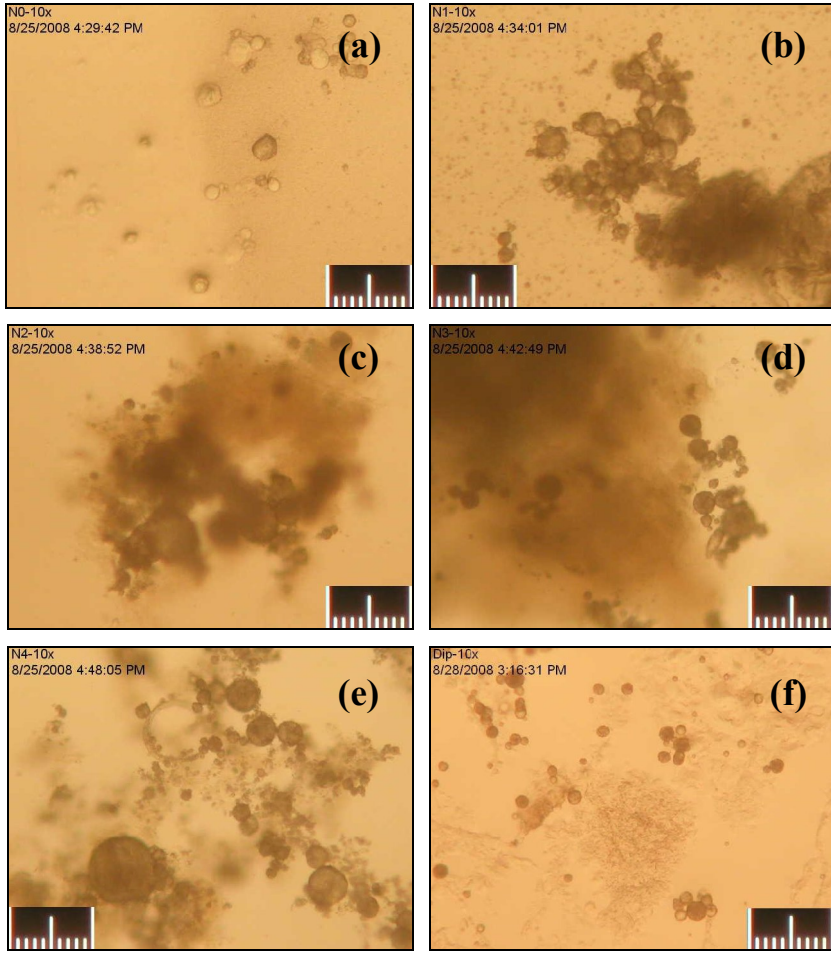
Reaksiyon ortamının pH'ı biopolimerlerin yük yoğunluğunu ve dolayısıyla bileşiklerin oluşum gücünü etkilemektedir. Diğer önemli bir parametre polikasyonun yük yoğunluğudur ki, hem reaksiyon sonucunda

oluşan yapıların morfolojileri hem de etkileşimin kuvveti üzerinde etkiye sahiptir. Polikatyonun yük yoğunluğu arttıkça, her bir polikasyon zinciri için daha fazla sayıda karşıt iyon polianyona bağlanmak üzere salınabilmektedir. Bu durum sistemin entropisini (kullanılmayan enerji miktarı) yükselterek polikasyon ile polianyon arasında daha kuvvetli bir bağlanma yaratmaktadır.

Bu çalışmada bileşik oluşumu için gerekli pH aralığını belirlemek üzere öncelikle berraklık ölçümünü ve çıplak gözle yapılan bazı gözlemleri içeren çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Biopolimer karışımının beyaz renge dönmesi bileşik faz ayrışması işleminin gerçekleştiğini kanıtlamaktadır. Beklendiği üzere ipek fibroini ile kitosan arasında meydana gelen faz ayrışmasının pH 4,2 ile 6,2 aralığında gerçekleştiği gözlenmiştir. Bu aralık kitosanın asitlik sabitinden (asit-iyonlaşma veya asit-ayrışma sabiti) daha düşük ($pK_a=6,5$) ve ipek fibroininin izo-elektrik noktasından daha yüksektir ($pI=4,2$). pH'ın 5,2 olduğu noktada koaservatları içeren oldukça bulanık bir solüsyon elde edilmektedir. Ancak pH değeri kitosanın pK_a değerine yaklaştıkça (6,3-7,0) düşük seviyeli iyonlaşma ve çözünürlükten dolayı kitosan çökelmeye başlamakta ve faz ayrışmasının verimi düşmektedir. Bu tarz gözlemlerin koaservat oluşumunu içeren diğer sistemler için de geçerli olduğu bilinmektedir (Malay et al., 2007).

5.2.2 Optik mikroskop analizi ve mikrokapsüllerin yapısı

Optik mikroskopla deneylerin farklı aşamalarında (Çizelge 4.4) numunelerin görüntüleri alınarak incelenmiş ve kapsül büyüklükleri ölçülmüştür. Örnek bir sete ait görüntüler Şekil 5.13'de verilmiştir.

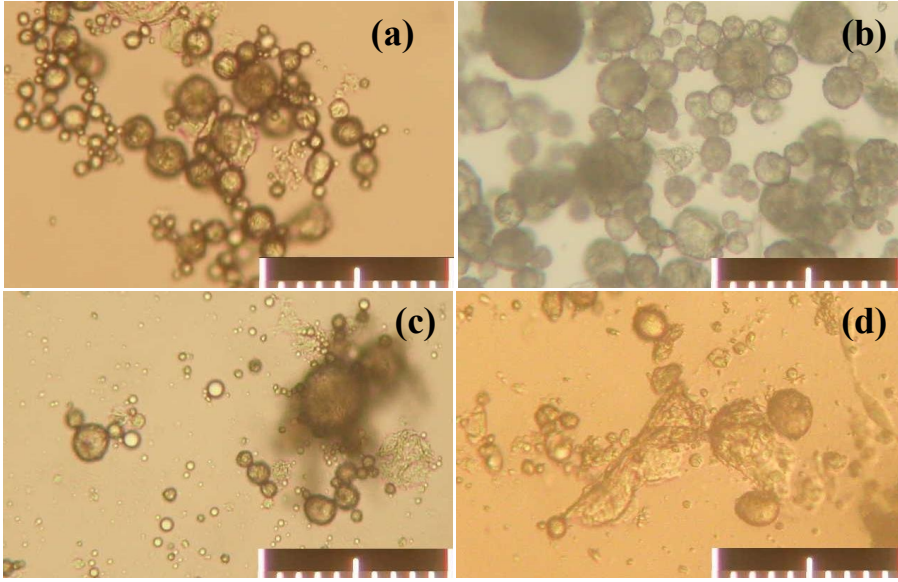


Şekil 5.13 a) N0, b)N1, c)N2, d)N3, e)N4 nolu numunelerin ve f)Yıkama sonrası mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüleri

Şekil 5.13-a’da pH ayarı yapılmadığından emülsiyon tanecikleri açık renkli iken, pH’ın ayarlanmasıyla birlikte tanecikler faz ayrışmasının gerçekleşmesi nedeniyle daha koyu renkli olan mikrokapsül şeklini almıştır (Şekil 5.13-b). Çapraz bağlayıcının ilavesi solüsyonda yer yer bulanık görüntülü alanların oluşmasına neden olurken (Şekil 5.13-c, -d). karıştırma işleminin devam etmesi zaman geçtikçe bu alanların

koyuluğunu azaltmaktadır (Şekil 5.13-e). Çapraz bağlayıcının etkisiyle mikrokapsüller biraraya toplanma eğilimi göstermektedir. Şekil 5.13-f'deki mikrokapsüller ise yıkama işlemi yapıldığından birbirinden bağımsız serbest halde solüsyonda yüzmektedir.

Optik mikroskop görüntülerinin analizi, üretimin hemen sonrasında mikrokapsüllerin morfolojilerinin incelenmesi için kullanılmıştır. Şekil 5.14'de mikrokapsüllerin mikroskopik görüntüleri görülmektedir. Tüm resimlerde görülen küresel şekiller n-eykozan damlacıkları ve koyu belirgin fazlar n-eykozanı çevreleyen koaservatlardır. Şekil 5.14-a ve Şekil 5.14-b'deki resimler %1,5 n-eykozan oranı ve %0,9 glutaraldehid oranı içeren koşullarda üretilen mikrokapsüllere ait görüntülerdir. Aradaki tek fark polimer oranının Şekil 5.14-a'da 14 iken Şekil 5.14-b'de 20 olmasıdır. Şekil 5.14-c'deki mikrokapsüller ise glutaraldehid oranının %0,1 olması dışında Şekil 5.14-a'dakilerle aynı koşullarla üretilmiştir. Benzer şekilde Şekil 5.14-d'deki mikrokapsüller n-eykozan oranının %0,5 olması dışında 5.14-b'dekilerle aynı koşullara sahiptir. Polimer oranının etkisi Şekil 5.14-a ve Şekil 5.14-b'deki görüntüler incelenerek anlaşılabilir. Yüksek polimer oranına sahip mikrokapsüller daha büyüktür. Bu kapsüllerin kabukları da daha kalındır. Bu nedenle resimlerde daha koyu renk gözükmeaktedirler (Şekil 5.14-b). Büyük ihtimalle artık ipek fibroinleri koaservat kabuğunun üzerinde ekstra bir tabaka oluşturmakta ve dolayısıyla bu durum daha kalın ve güçlü bir kabuğa sahip daha büyük kapsüllerin oluşmasına neden olmaktadır. Çapraz bağlanma derecesinin mikrokapsüllerin mekaniksel dayanımı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu bilinmektedir. Bu nedenle mikrokapsüllerin hazırlanması sırasında çapraz bağlayıcı madde (glutaraldehid) miktarı önemli bir parametre olarak ele alınmıştır. Çapraz bağlayıcı maddenin etkisi Şekil 5.14-a ve Şekil 5.14-c'de görülmektedir.

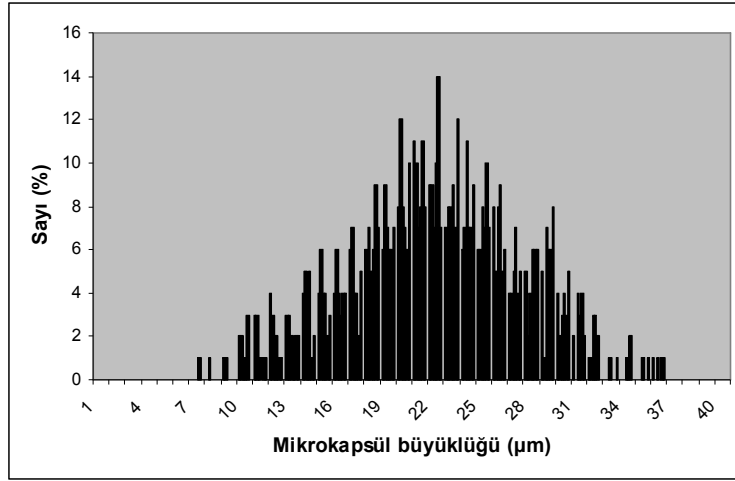


Şekil 5.14 İpek fibroini/kitosan mikrokapsüllerinin optik mikroskop görüntüleri ($\times 20$). (a) polimer oranı =14, n-eykozan =%1.5, glutaraldehid =%0.9; (b) polimer oranı =20, n- eykozan =%1.5, glutaraldehid =%0.9; (c) polimer oranı =14, n-eykozan =%1.5, glutaraldehid =%0.1; (d) polimer oranı =20, n- eykozan =%0.5, glutaraldehid =%0.9

Düşük miktardaki çapraz bağlayıcı madde daha ince kabuklu ve daha transparan görünümlü mikrokapsüllerin elde edilmesine neden olmaktadır. Çok düşük miktardaki çapraz bağlayıcı, kabuk materyalini, iyi bir kapsüllenmeyi sağlayacak biçimde etkin bir biçimde ayıramamaktadır. Ancak fazlası tüm emülsiyon sisteminin viskozitesinin oldukça yükselmesine neden olmakta ve mikrokapsüllerin gruplar halinde biraraya toplanmasına yol açmaktadır. Bu durum mikrokapsüllerin bulunduğu ortama çapraz bağlayıcı maddenin eklenme hızına dayandırılmaktadır. Kontrollü bir çapraz bağlanma süreci elde edilebilmesi için glutaraldehidin oldukça yavaş bir hızla eklenmesi gerekmektedir. Böylece çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun belirli noktalarda ani bir biçimde yükselmesi engellenebilmektedir.

N-eykozan oranının etkisi Şekil 5.14-b ve Şekil 5.14-d'de görülmektedir. Yüksek polimer oranı ve düşük n-eykozan içeren durumda, ortamda kapsüllenecek yeterli miktarda n-eykozan bulunmaması nedeniyle artık polimer Şekil 5.14-d'de görüldüğü gibi koaservat çökeltileri oluşturmaktadır. Polimer oranının 20'den düşük ve n-eykozan miktarının nispeten fazla olduğu durumlarda, emülsiyonun üst tabakasında yüzen oldukça fazla miktarda n-eykozan gözlenmiştir. Buradan mikrokapsüllerin oluşumu esnasında n-eykozanı tamamen sarabilecek kadar yeterli polimer bulunmadığı anlaşılmaktadır. Kontrol amaçlı n-eykozan katılmadan hazırlanan kitosan-ipek koaservatlarında kapsül oluşumu gözlenmemiştir.

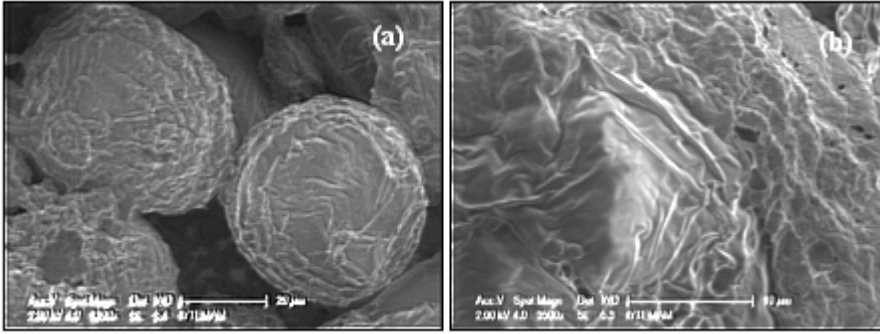
MikroPCMleri içeren tekstil materyallerinin özellikleri içerdikleri mikrokapsüllerin büyüklüklerinden etkilenmektedir. Her ne kadar önceki çalışmalarda büyüklükleri 0,5 ile 100 μ m arasında değişen kapsüller kullanılmış olsa da küçük kapsüllerin daha iyi tutum, daha düzenli ısı emilim ve salınım özelliği ile daha iyi yıkama dayanımı gösterdikleri bilinmektedir (Colvin and Bryant, 1998; Parys, 2006; Pause, 2003; Shin et al., 2005). Şekil 5.15'de PCM mikrokapsüllerinin büyüklük dağılımı grafiksel olarak gösterilmiştir. Optik mikroskop görüntülerinden alınan ölçümlere dayanılarak mikrokapsüllerin ortalama büyüklükleri 23 μ m olarak belirlenmiştir. Bu büyüklük kullanım yeri açısından uygun gözükmektedir.



Şekil 5.15 İpek fibroini/kitosan mikrokapsüllerinin büyüklük dağılımı

5.2.3 SEM görüntü analizi

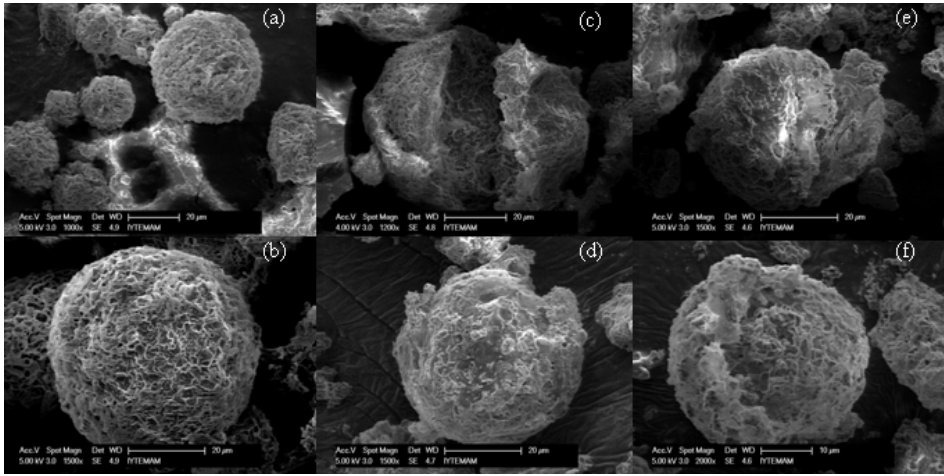
Polimer oranının mikrokapsül özelliklerinden biri olan yüzey morfolojisine olan etkisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile alınan görüntüler vasıtasıyla incelenmiştir. Kitosan/ipek fibroini mikrokapsüllerinin SEM görüntüleri Şekil 5.16-a ve Şekil 5.16-b’de verilmiştir. Her iki biopolimerdeki hem amin hem de karboksil grupları pH 5,2 ve civarında yüksek ayrışma eğilimi göstermektedir. Özellikle kitosan rijit, doğrusal ve sıkı bir yapılanmaya sahiptir. Şekil 5.16-a ve Şekil 5.16-b’de görüldüğü gibi 5 gibi nispeten düşük bir polimer oranıyla, pH 5,2’de ve 50°C’ta üretilmiş olan mikrokapsüller şekil olarak oldukça küreseldir. Kabukları ise oldukça yoğun, homojen, gözeneksiz bir yüzeye sahiptir. Mikrokapsüllerin dikkat çekici bir diğer özelliği ise yüzeylerinde yer alan küçük kırışıklıklardır (Şekil 5.16b).



Şekil 5.16 (a) Polimer oranı 5 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü
(b) Polimer oranı 5 olan mikrokapsüllerin yüzey morfolojisi

Nispeten daha yüksek bir polimer oranına sahip mikrokapsüller söz konusu olduğunda (PO:20) daha farklı ve çok daha karmaşık bir yapının bulunduğu SEM görüntülerine göre apaçık ortadadır. Şekil 5.17a-f’de polimer oranı 20 ile hazırlanan mikrokapsüllerin yüzey ve kesit görüntüleri verilmiştir. Mikrokapsüllerin yüzey morfolojileri ve kırılma davranışlarını incelemek üzere numuneler öncelikle dondurularak parçalanmış ve SEM görüntüleme tekniğiyle detaylı olarak incelenmiştir.

Tüm mikrokapsüllerin iç kısmında daha düzgün bir katman ve dış kısmında geniş kırışıklara sahip pürüzlü bir katman yer almaktadır. Mikrokapsüllerin parçalanmış olan yüzey kısımlarının detaylı olarak incelenmesiyle (Şekil 5.17c-f) farklı morfolojiye sahip iki ayrı tabakadan meydana geldiği anlaşılmıştır. İlk tabakada yuvarlak bir şekle sahip n-eykazan emülsiyonlarının ipek fibroini-kitosan koaservat kabuğuyla tamamen sarıldığı göze çarpmaktadır. Bu durum öz maddesi ile kabuk arasında yoğun bir bağlanmanın gerçekleştiğini göstermektedir. Mikrokapsüllerin iç kısmına ait yüzey görüntüleri bu tabakanın daha düzgün bir formda olduğunu göstermektedir. Dış katmanın yüzeyi ise süngersi bir yapıya sahiptir.

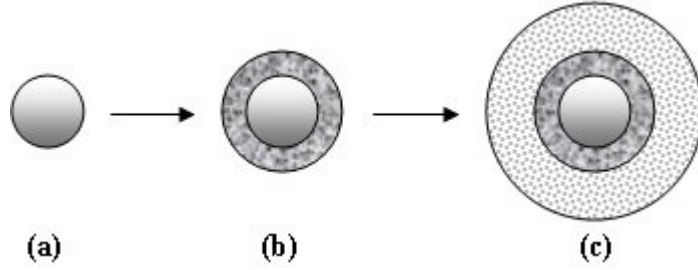


Şekil 5.17 Polimer oranı 20 olan mikrokapsüllerin SEM görüntüsü a) Büyütme oranı 1000X b) Büyütme oranı 1500X’de yüzey morfolojisi c) Büyütme oranı 1200X’de parçalanmış mikrokapsülün morfolojisi d)-e) Büyütme oranı 1500X’de kırılmış yapıli mikrokapsül f) Büyütme oranı 2000X’de kırılmış yapıli mikrokapsül

SEM fotoğrafları mikrokapsüllerin yüzeylerindeki pürüzlülük miktarının üretimleri esnasında kullanılan polimer oranı değerinden oldukça etkilendiğini ortaya koymuştur. İpek fibroini-kitosan koaservatının oluşumu mikrokapsüllerin yüzey morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Nispeten daha düşük polimer oranlarıyla hazırlanan mikrokapsüllerin daha ince ve düzgün bir dış katmanı varken, daha yüksek polimer oranlarıyla hazırlananlarda artık olarak reaksiyon ortamında kalan ipek fibroininin mikrokapsüllerin dış yüzeyine tutunmasından dolayı daha kalın bir dış katman görülmektedir. Dış kısımdaki ipek fibroini tabakası içteki tabakayı tamamen sarmakta ve homojen bir kalınlık dağılımı göstermektedir.

5.2.4 Mikrokapsüllerin oluşum modeli

Optik mikroskop ve SEM görüntüleri dikkate alınarak mikrokapsül kabuğunun oluşumu için Şekil 5.18’de gösterildiği üzere bir model önerilmiştir. İpek fibroini-kitosan sisteminin faz ayrışması prensibi doğrultusunda kabuk kısmını, n-eykozanın ise öz kısmını oluşturduğu mikrokapsüllerin yapısı önerilen bu model doğrultusunda açıklanabilmektedir. Emülsiyonlar basit bir biçimde, organik ve sulu fazların bir pervane vasıtasıyla birbirine karıştırılmasıyla elde edilebilmektedir (Şekil 5.18-a). İpek fibroininin emülsiyeye etme özelliği vardır ancak, ilave bir sürfaktan kullanılmadan yapılan mikrokapsülleme işlemi, emülsiyon içerisindeki maddelerin katı yığınlar halinde toplanmasına neden olabilmektedir. Non-iyonik yapılu bir sürfaktan madde kullanıldığında ipek fibroininin hidroksil grupları, sürfaktan maddenin hidrofilik gruplarıyla hidrojen bağları kurabilmektedir. Bu durum n-eykozan damlacığının fonksiyonel grupları çoğunlukla hidrofobik yapıda olan ipek fibroini açısından oldukça zengin bir hale getirmektedir. Kitosanın eklenmesiyle, eğer ortam koşulları bileşik koaservatların oluşmasını destekler nitelikte ise n-eykozan damlacığının yüzeyinde Şekil 5.18-b’de görüldüğü üzere birincil katman olarak çözünmez yapıda ipek fibroini-kitosan koaservatı meydana gelmektedir. Literatürde de belirtildiği üzere artık durumda bulunan biopolimer (bahsedilen durumda ipek fibroini) katı parçacıklar halinde solüsyonda asılı olarak bulunan koaservat partiküllerinin yüzeyine tutunabilmektedir. Bu ekstra tabaka birincil koaservat katmanının üzerinde ikincil bir tabakayı oluşturmaktadır (Şekil 5.18-c).



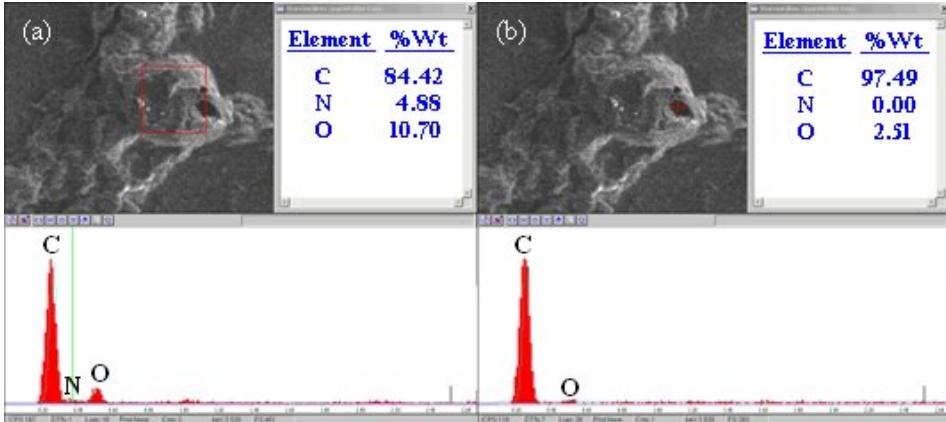
Şekil 5.18 Kapsül oluşum modelinin şematik diyagramı a) n-eykozan damlacığı
b) birincil ipek-kitosan koaservat katmanıyla sarılmış n-eykozan damlacığı
c) artık haldeki ipek ile ikincil bir katman halinde sarılmış n-eykozan damlacığı

Bu iki katmanlı yapının gelecekte kullanılabileceği alanlardan biri farklı geçirgenlik ve bariyer özelliğine sahip mikrokapsüllerin hazırlanmasıdır. Farklı koaservat sistemlerinin kullanıldığı benzer modele sahip mikrokapsüllerin diğer araştırmacılar tarafından da hazırlandığı bilinmektedir (Zhang and Wang, 2009; Mayya et al., 2003). Sünger gibi bir yapıdaki ikincil bir katmanın varlığı nispeten daha yüksek polimer oranıyla (PO:20) üretilmiş mikrokapsüllerin SEM resimlerinde de görülmektedir (Şekil 5.17-d). Diğer bir yandan nispeten daha düşük polimer oranıyla üretilmiş (PO:5) mikrokapsüllerin SEM resimlerinde böyle ikincil bir katman gözükmemektedir ve yüzeyleri daha pürüzsüzdür (Şekil 5.16). Ayrıca mikrokapsüllerin boyutları da nispeten daha küçüktür.

5.2.5 EDS analizi

Mikrokapsüllerin elementsel bileşimlerinin ortaya konabilmesi için taramalı elektron mikroskobu vasıtasıyla EDS analizi yapılmıştır. Şekil 5.19-a'da sıvı nitrojen ile gördüğü işlem sonrası kabuğunda çatlak oluşan

içi boş yapıları bir mikrokapsülün yüzey tabakasına uygulanan EDS analizi sonucu verilmiştir. Şekil 5.19-b’de ise aynı mikrokapsülün öz kısmına ait EDS spektrumu görülmektedir. Mikrokapsülün yüzeyindeki koaservat tabakasının elementsel analizine göre yapısında ağırlıkça %84.42 C atomu, %4.88 N atomu ve %10.7 O atomu bulunmaktadır. Buna göre EDS analizi, ipek fibroini ile kitosan arasında gerçekleşen faz ayrışmasıyla oluşan kabuk tabakasının biopolimerleri içerdiğini kanıtlamaktadır. Şekil 5.19-b’de görülen mikrokapsülün öz kısmına ait EDS spektrumuna göreyse yapısında ağırlıkça %97.49 C atomu ve %2.51 O atomu yer alırken N atomu hiç bulunmamaktadır. Buradan hareketle mikrokapsülün öz kısmında hala bir miktar n-eykzanın bulunduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 5.19 (a) Mikrokapsül yüzeyinin EDS spektrumu (b) Mikrokapsül öz kısmının EDS spektrumu

5.2.6 Deney tasarımı yaklaşımı ile mikrokapsül üretimi

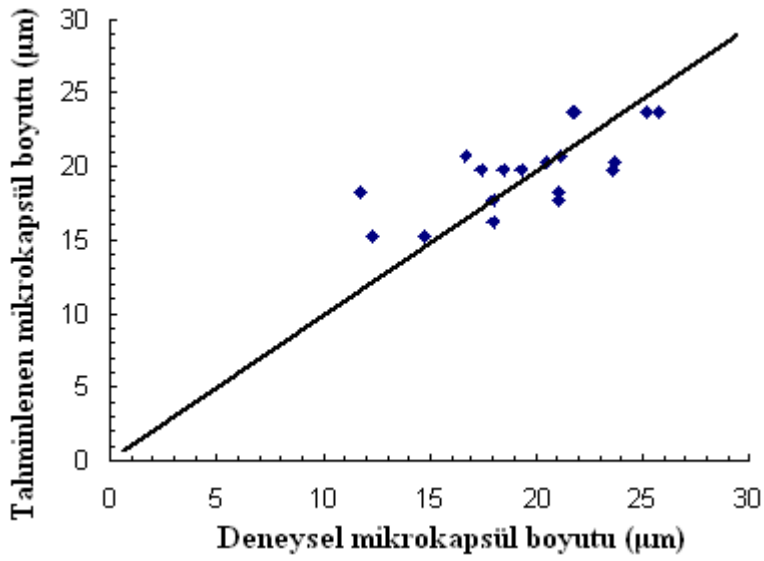
Üretim prosesine ait parametrelerin ortalama mikrokapsül büyüklüğü ve kapsüllenme verimi üzerindeki etkilerinin incelenebilmesi için 2^3 tam faktöriyel deney tasarımı kullanılmıştır. Deneylerden elde edilen verilere 2. dereceden polinomial bir model uygulanmıştır. Model Şekil 5.20 ve 5.21’de, eşitlik ve katsayılar Çizelge 5.4’te verilmiştir.

Çizelge 5.4 2. Dereceden polinomial modele ait eşitlik ve bu eşitliğe ait katsayılar

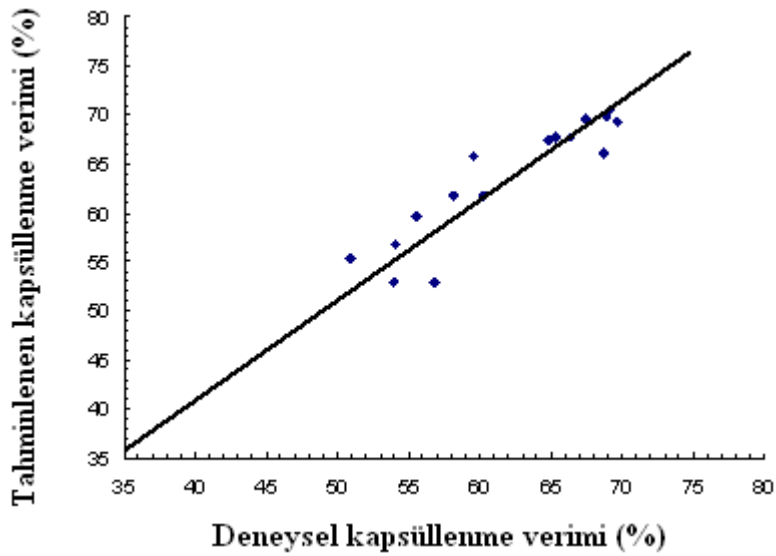
Eşitlik $^* = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3$		
Parametreler	Mikrokapsül Büyüklüğü (μm)	Kapsüllenme Verimi (%)
β_0	19.73	67.70
β_1	1.98	1.84
β_2	0.75	2.56
β_3	-0.24	-2.88
β_{11}	0.09	-1.65
β_{22}	-0.09	-1.65
β_{33}	0.09	-1.65
β_{12}	-0.24	-3.66
β_{13}	-1.97	0.76
β_{23}	0.53	-1.73

* X_1 : n-Eykozan miktarı; X_2 : Polimer oranı; X_3 : Çapraz bağlayıcı madde miktarı

Deneylerden elde edilen sonuçlar göstermiştir ki; kapsüllenme verimi değerleri %50 ile %70 (w/w) arasında değişirken ortalama mikrokapsül büyüklüğü $23\mu\text{m}$ ’dir.



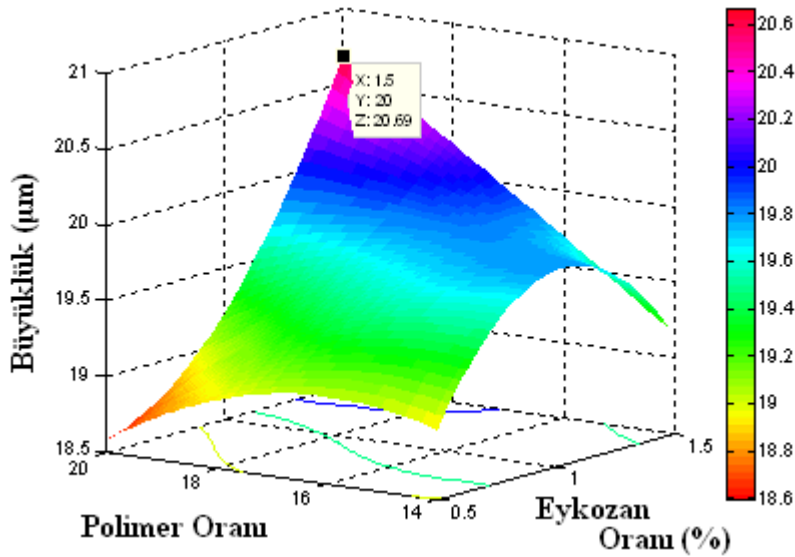
Şekil 5.20 Ortalama mikrokapsül büyüklüğü (μm) açısından 2. derece polinomial model



Şekil 5.21 Kapsüllenme verimi (%) açısından 2. derece polinomial model

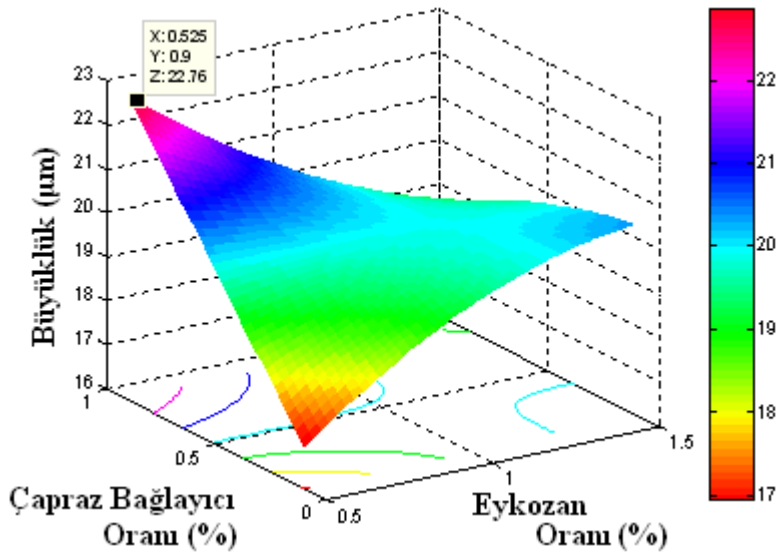
5.2.6.1 Değişkenlerin mikrokapsül büyüklüğüne etkisi

Mikrokapsül büyüklüğü için tepki-yüzey grafikleri Şekil 5.22, Şekil 5.23 ve Şekil 5.24’de verilmiştir. Şekil 5.22’de sabit çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunda, polimer oranı ve n-eykozan konsantrasyonunun ortalama mikrokapsül büyüklüğüne etkisi görülmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi, mikrokapsül büyüklüğü hem polimer oranı hem de n-eykozan konsantrasyonundan, özellikle bu iki değişkenin en yüksek değerinde (PO:20, n-eykozan konsantrasyonu:%1.5) önemli derecede etkilenmektedir. Polimer oranı 14 ve n-eykozan konsantrasyonunun %1’den büyük olduğu durumlarda n-eykozan miktarı arttıkça ortalama mikrokapsül büyüklüğünde bir düşüş olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 5.22 Çapraz bağlayıcı oranı %0.5 iken polimer oranı ve n-eykozan konsantrasyonunun ortalama mikrokapsül büyüklüğüne etkisi

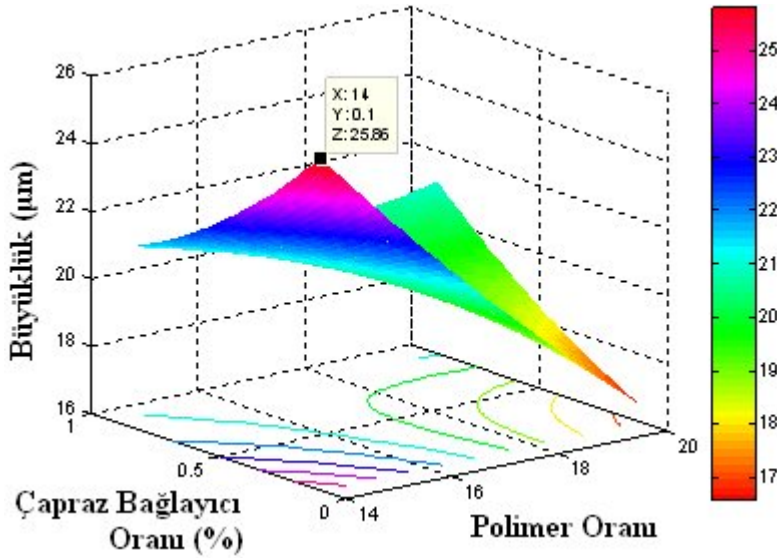
Şekil 5.23’de sabit polimer oranı için, çapraz bağlayıcı madde miktarı ile n-eykozan konsantrasyonuna bağlı olarak değişen ortalama mikrokapsül boyutunun tepki-yüzey grafiği verilmiştir. Şekilden de görülebildiği üzere; çok önemli miktarda olmamakla beraber, n-eykozan konsantrasyonu azaldıkça ve çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu yükseldikçe mikrokapsüllerin büyüklüğü artmaktadır.



Şekil 5.23 Polimer oranı 17 iken n-eykozan konsantrasyonu ve çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun ortalama mikrokapsül büyüklüğüne etkisi

Şekil 5.24’de n-eykozan miktarının %1 olduğu durumda, çapraz bağlayıcı madde miktarı ile polimer oranına bağlı olarak değişen ortalama mikrokapsül boyutunun tepki-yüzey grafiği gösterilmiştir. Şekle göre, polimer oranının en düşük olduğu noktada ortalama mikrokapsül büyüklüğü çapraz bağlayıcı madde miktarına bağlı olarak değişmektedir. Diğer bir yandan, çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun düşük

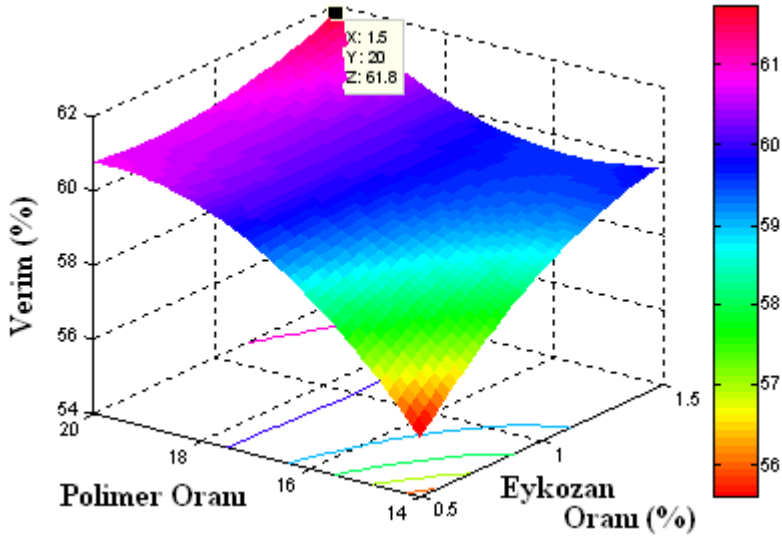
olduğu şartlarda, polimer oranının mikrokapsül büyüklüğü üzerinde önemli bir etkisi bulunmaktadır. Polimer oranı arttıkça ortalama büyüklük azalmaktadır. Mikrokapsül büyüklüğündeki değişim, çapraz bağlayıcı madde miktarı ve polimer oranındaki değişimden kaynaklanan viskozite, ara-yüzey gerilimi ve her bir fazın yoğunluğundaki değişime bağlanabilmektedir. Polimer oranının etkisi, n-eykozan konsantrasyonunun yüksek ve çapraz bağlayıcı madde miktarının düşük olduğu durumda oldukça önemlidir. Diğer yandan, düşük n-eykozan konsantrasyonu ve yüksek çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu şartlarında, polimer oranının etkisi önemsiz gözükmemektedir (Şekil 5.22 ve Şekil 5.24).



Şekil 5.24 n-Eykozan konsantrasyonu %1.0 iken çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu ve polimer oranının ortalama mikrokapsül büyüklüğüne etkisi

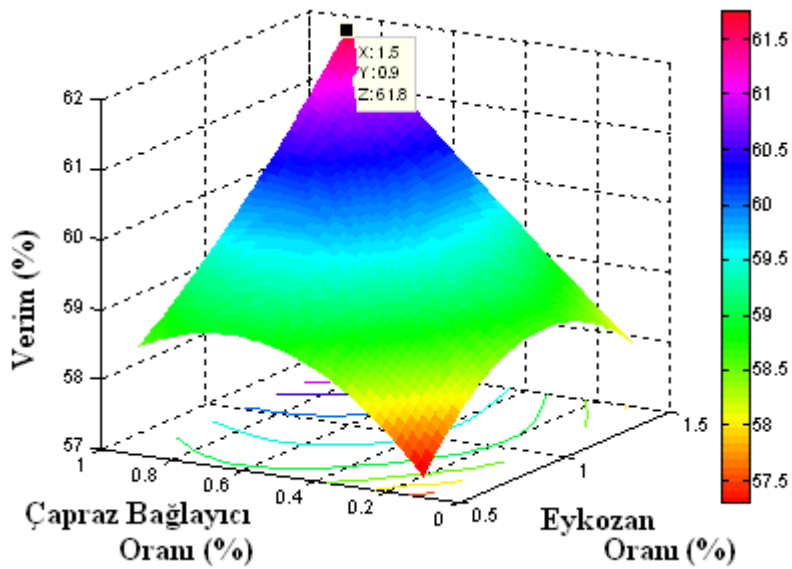
5.2.6.2 Değişkenlerin kapsüllenme verimine etkisi

Kapsüllenme verimi için tepki-yüzey grafikleri Şekil 5.25, Şekil 5.26 ve Şekil 5.27’de verilmiştir. Şekil 5.25 çapraz bağlayıcı madde miktarının sabitlendiği durumda polimer oranı ve n-eykozan konsantrasyonunun kapsüllenme verimi üzerindeki etkisini göstermektedir. Şekilden de anlaşıldığı üzere polimer oranı n-eykozan konsantrasyonuna göre özellikle de düşük olduğu şartlarda daha fazla etkiye sahiptir. En yüksek polimer oranı ve en yüksek n-eykozan konsantrasyonu çalışılan aralık içersinde en iyi kapsüllenme verimi değerini vermektedir.



Şekil 5.25 Çapraz bağlayıcı oranı %0.5 iken polimer oranı ve n-eykozan konsantrasyonunun kapsüllenme verimine etkisi

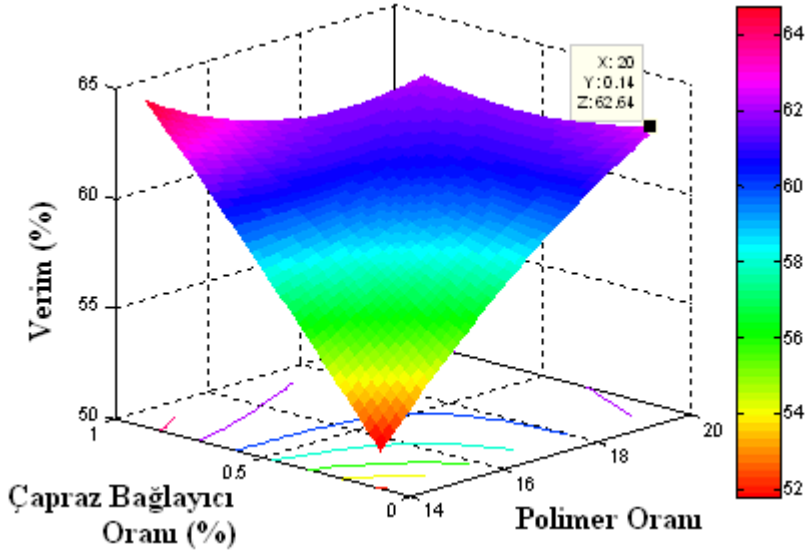
Şekil 5.26 göstermektedir ki, kapsüllenme verimi en yüksek değerine (%61.8) çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun %0.9 ve n-eykazan konsantrasyonunun %1.5 olduğu durumlarda ulaşmaktadır. Bu sonuç n-eykazan miktarının artırılmasıyla faz ayrışmasının arttığını ve dolayısıyla kapsüllenme veriminin yükseldiğini doğrulamaktadır. Benzer sonuçlar diğer araştırmacılar tarafından da elde edilmiştir (Ma et al., 2003).



Şekil 5.26 Polimer oranı 17 iken n-eykazan konsantrasyonu ve çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun kapsüllenme verimine etkisi

İlave olarak, hazırlama esnasındaki çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu mikrokapsüllenme verimi üzerinde belirgin bir etkiye sahiptir. Çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonunun çalışılan tüm değerlerinde (%0.1-%0.9), polimer oranı olarak 17.0-20.0 aralığı

kullanıldığında nispeten daha yüksek kapsüllenme verimi değerleri elde edilmektedir (Şekil 5.27).



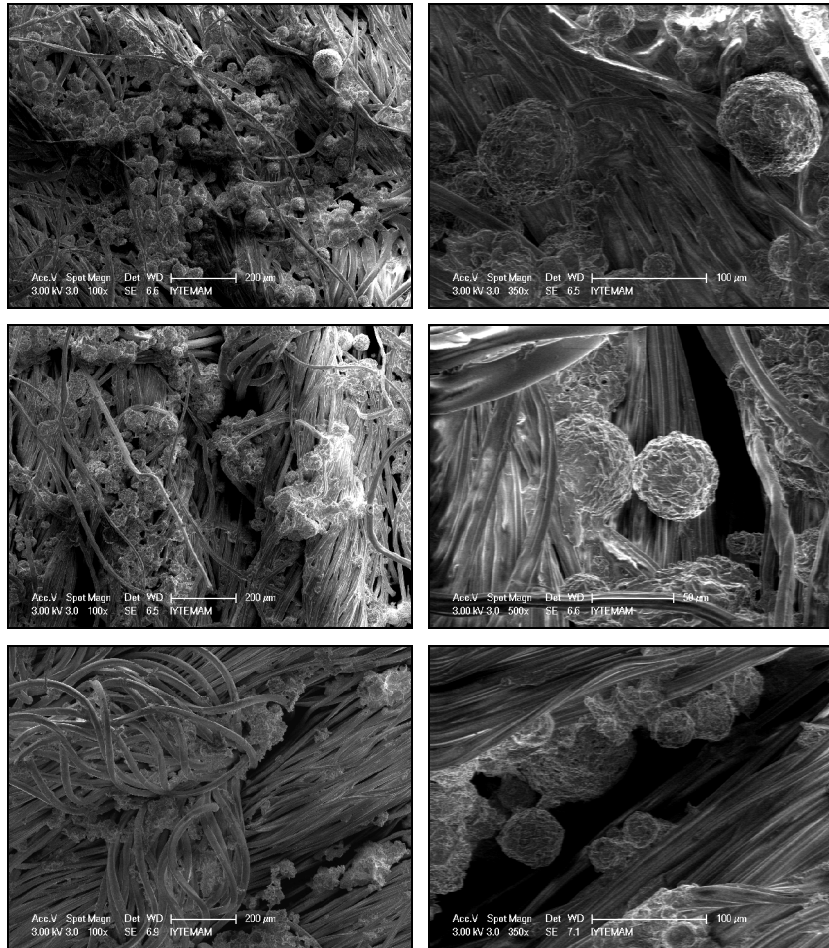
Şekil 5.27 n-Eykozan konsantrasyonu %1.0 iken çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu ve polimer oranının ortalama kapsüllenme verimine etkisi

5.3 Bandajlara Aktarılan MicroPCMlerle İlgili Bulgular

Polimer oranı:20, n-eykozan oranı:1,5, çapraz bağlayıcı oranı:0,9 olan mikroPCMler üretilerek pamuk, 4 kanallı PES ve 5 kanallı PES lifi esaslı bandajlara emdirme yöntemiyle aktarılmış ve mikrokapsüllerin liflere tutunma durumu SEM görüntüleme tekniğiyle incelenmiştir. MikroPCM içeren bandaj ile içermeyen arasındaki termal konfora ait farklılıklar Alembeta cihazıyla yapılan ölçümlerle ortaya konmuştur.

5.3.1 SEM görüntü analizi

Seilen bandaj numunelerine aktarılan mikrokapsüllerin SEM görüntüleri Şekil 5.28’de verilmiştir.



Şekil 5.28 MikroPCM aktarılmış Ne 30/1 Pamuk ipliğı içeren numune a)100x, b)350x; MikroPCM aktarılmış Ne 30/1 PES-Ch4 ipliğı içeren numune c)100x, d)500x; MikroPCM aktarılmış 150F96 PES-Ch5/Cotton Like ipliğı içeren numune e)100x, f)350x

Verilen şekillerde de görülebildiği gibi en yüksek polimer oranı, en yüksek n-eykazan konsantrasyonu ve en yüksek çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu değerleriyle üretilen mikroPCMler seçilen bandaj numunelerine başarıyla aktarılabilmiştir. Aktarılmış mikroPCMler bandajlar üzerinde de mevcuttaki yuvarlak şekillerini koruyabilmişlerdir. Mikrokapsül boyutlarının oldukça küçük olması sayesinde liflerin arasına iyi bir biçimde dağılabildikleri ve uygulanan binderin de etkisiyle liflere tutunabildikleri görülmektedir.

5.3.2 Termal konfor testi

Alembeta cihazında yapılan ölçümlerde süre kısıtlı olduğundan (ölçüm süresi yaklaşık olarak 30sn civarındadır) elde edilen sonuçlarda mikrokapsüllerin etkisi etkin bir biçimde görülememektedir. Yapılan ölçümler sadece fikir vermek amacıyla gerçekleştirilmiştir. 150F96 PES-Ch5/Cotton Like ipliği ile üretilen numunenin normal haliyle birlikte mikroPCM içeren haline uygulanan termal konfor testi sonuçları Çizelge 5.5'te verilmiştir.

Çizelge 5.5 MikroPCM uygulanmış ve uygulanmamış bandaja ait termal konfor testi sonuçları

Numune No	İçerik	Isıl iletkenlik	Isıl soğurganlık	Isıl direnç
N10	Normal Bandaj	0.522	158.2	0.025
N10C	Mikrokapsül uygulanmış	0.517	160.6	0.028

MikroPCM içeren numunenin ısı iletkenlik değeri beklendiđi üzere normal bandaja göre daha düşük çıkmaktadır. Bu durumun oluşmasına uygulanan ısı ın bir kısmının faz değıştirici madde içeren mikrokapsüller tarafından absorbe edilmesinin neden olduđu düşünülmektedir. Ancak işlem süresinin kısıtlı olması nedeniyle aradaki fark yeterince büyük ölçülememektedir. Mikrokapsül içeren bandajın hem ısı ı soğurganlık hem de ısı ı direnç değeri normal bandaja göre nispeten daha yüksektir. Isı ı soğurganlık değeri ın artması kumaşı ı ilk temas edilen anda daha serin bir his duyulmasını ifade etmektedir. Bu durumda mikroPCM içeren bandaj için ölçülen ısı ı soğurganlık değeri ın mikrokapsül içermeyen bandaja göre daha fazla çıkması mikroPCMlerin ısı ıyı absorbe etmesi nedeniyle nispeten daha serin bir hissin duyulacağı anlamına gelmektedir. Isı ı direnç değeri ise ısı ı iletkenlikle ters orantılı olarak değıştiğinden ısı ı iletkenliğin düşmesiyle birlikte yükselmesi olağandır.

6 SONUÇ

Günlük yaşamda veya ekstrem koşullar altında ısıl konfor memnuniyetinin yaşanması her türlü tekstil ürününde olduğu gibi medikal olarak sıklıkla kullanılan bandajlarda da oldukça önemlidir. Bu ihtiyaç gözetilerek geliştirilmiş yeni özel lifler ve faz değiştirici içeren mikrokapsül uygulamalarının bandajlarda kullanımıyla katma değeri yüksek fonksiyonel ürünlerin ortaya konması mümkündür.

Bu tez çalışmasında, öncelikle seçilmiş bazı özel iplikler kullanılarak kroşe örme makinesinde bandaj numuneleri üretilmiş ve kullanılan farklı iplik tiplerinin bandajların ısıl konfor performanslarına olan etkisi yapılan testler vasıtasıyla ortaya konarak karşılaştırılmıştır. Birbirinden farklı konstrüksiyona sahip numuneler arasından iplik inceliği ve atkı kılavuzuna besleme miktarı düşük olan numunelerin kalınlık, gramaj ve bu verilerden hareketle yoğunluk değerleri de düşük çıkmaktadır. Yoğunluk aynı zamanda hava geçirgenliği ve yüzey gözenekliliği değerleri üzerinde de önemli etkiye sahip bir parametredir. Hava geçirgenliği ve yüzey gözenekliliği verilerinde dikkate değer diğer bir nokta ise ipliklerin yapısında yer alan liflerin inceliği ve dolayısıyla birim kesit alanda yer alan lif sayısının bu değerler üzerinde önemli etkiye sahip olmasıdır. Numunelerin sıvı emicilik değerlerinde lif tipiyle beraber kapilar etkinin önemli bir rol oynadığı görülmüştür. Sıvının en hızlı bir biçimde damlatma noktasından kumaş yüzeyinin en uç noktasına yayıldığı numuneler kapilar etki prensibine göre geliştirilmiş kanallı PES iplikleridir. Bu sayede bu ipliklerden mamul kumaşlar hızlı bir biçimde kuruyarak ıslaklıktan doğan konforsuzluk hissini yok edebilmektedirler. Genel anlamda çalışma kapsamında kullanılan konfor özelliği geliştirilmiş özel liflerin ısıl konfor parametrelerine katkısının daha çok

sıvı emicilik özelliği üzerinde yoğunlaştığı, hava geçirgenliği, yüzey gözenekliliği ve termal konfor parametrelerine belirgin bir katkısı bulunmadığı göze çarpmaktadır.

Çalışmanın ikinci kısmında faz değiştirici madde n-eykozan ipek fibroini-kitosan sistemiyle faz ayrışması yönteminin ana ilkeleri kullanılarak mikrokapsüllenmiştir. Kapsülleme işleminin gerçekleşme durumu optik mikroskop görüntüleri kullanılarak tespit edilmiş ve daha sonra SEM görüntüleme tekniğiyle birlikte kapsüllerin morfolojilerinin ortaya konmasında kullanılmıştır. Buna göre arzu edildiği gibi yuvarlak şekilli, birbirine yapışarak aglomere olmayan ve ortalama büyüklükleri 23µm civarında değişen mikrokapsüller elde edilebilmiştir. Dondurularak parçalanmış mikroPCMlerin SEM görüntüleri incelenerek kapsül yapısı için bir model önerilmiştir. Modele göre mikrokapsüller ipek fibroini-kitosan koaservatının oluşturduğu birincil ve artık ipek fibroininin oluşturduğu ikincil bir katman sayesinde çift katlı kabuk yapısına sahiptir. MikroPCMlerin faz değiştirici madde n-eykozanı içerme durumu ise yapılan EDS analiziyle desteklenmiştir. MikroPCMlerin ısı kapasitesi iyi bir şekilde kapsüllenmiş mikroPCMlerin miktarına ve tanecik büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedir. Bu nedenle bu parametreleri optimize etmek için bir deney tasarımı hazırlanmış ve polimer oranı, n-eykozan konsantrasyonu ve çapraz bağlayıcı madde konsantrasyonu değişiminin mikrokapsüllenme verimliliğine ve kapsül büyüklüğüne etkisi incelenmiştir. Deneyler 2 orta noktalı 2^3 faktöriyel deney tasarımı planına göre gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar istatistiksel açıdan değerlendirilmiştir. Sonuçlara göre polimer oranı, n-eykozan konsantrasyonu ve çapraz bağlayıcı konsantrasyonunun (seçilen değerler arasında) en yüksek olduğu noktada kapsül büyüklüğü ve kapsüllenme verimi optimum seviyededir. Belirlenen bu değerler

kullanılarak bandajlara aktarılabilecek nihai mikroPCMlerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

Bandajların ısı konforunu iyileştirici etki sağlamak amacıyla üretilen mikroPCMler emdirme yöntemiyle pamuk, 5 kanallı PES ve 4 kanallı PES liflerinden mamul numunelere aktarılmıştır. MikroPCMlerin başarıyla bandajlara aktarılabildiği SEM görüntülerinden anlaşılmaktadır. Ayrıca Alembeta cihazında yapılan ısı iletkenlik, ısı soğurganlık ve ısı direnç ölçümleriyle mikroPCM içeren ve içermeyen kumaş arasındaki farklılıklar ortaya konmuştur. Sonuçlar mikroPCMlerin bandajların ısı konfor özelliklerine olumlu katkıda bulunacağını göstermiştir.

Günümüzde her alanda sıradan ürünlerden fonksiyonel ürünlere doğru bir geçiş göze çarpmaktadır. Bu çalışmayla medikal tekstiller içerisinde sıradan ürünler kategorisinde yer alan elastik bandajlar konfor özellikleri geliştirilmiş yeni lifler, işlevsel bitim işlemleri ve fonksiyonel bileşenlerle katma değeri yüksek ürünlere dönüştürülmeye çalışılmıştır.

7 ÖNERİLER

Tez kapsamında standart ve bazı özel lifler kullanılarak kroşe örme makinesinde elastik bandajlar üretilmiş ve bu bandajların konfor özellikleri üzerine çalışılmıştır. Ancak; ilaç, ferahlatıcı esans ve benzeri maddelerin salınımı yapabilme ve antimikrobiyalite gibi farklı özelliklerin katılarak bandajların fonksiyonelliklerini arttırmaya yönelik çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır.

Tez çalışması kapsamında ipek fibroini-kitosan sistemi faz ayrışması prensibi doğrultusunda faz değiştirici madde n-eykozanın mikrokapsüllenmesinde kabuk materyali olarak tercih edilmiştir. Literatürde çeşitli poli-elektrolit bileşiklerinden faz ayrışması metoduyla mikrokapsüllerin elde edildiği pek çok çalışma mevcuttur. İpek fibroini-kitosan sisteminin daha önce film yapımında kullanıldığı da bilinmektedir. Bu çalışmada ise ipek fibroini-kitosan sistemi mikrokapsülleme prosesinde kabuk materyali olarak yeni bir alternatif olarak sunulmuştur. Çalışma kapsamında bu yeni sistem ile oluşturulan iki katmanlı mikrokapsül yapısının gelecekte farklı geçirgenlik ve bariyer özelliğine sahip mikrokapsüllerin hazırlanmasında kullanılabileceği düşünülmektedir. Mikrokapsülleme esnasında kullanılan karıştırıcı hızı, sürfaktan madde miktarı, çözelti sıcaklığı, polimerlerin konsantrasyonu gibi pek çok parametrenin etkisi de araştırılması gereken konular arasında yer almaktadır. Ayrıca elde edilen mikrokapsüllerin faz değiştirici madde n-eykozayı içerdiği basit bazı tetkiklerle ortaya konmuş olmasına rağmen DSC, FTIR ve TGA gibi kimyasal analiz yöntemleriyle incelenerek bulguların desteklenmesinde fayda vardır.

Üretilen mikroPCMlerin bandajlara aktarılmasını içeren süreç süre kısıtı nedeniyle sistematik olarak çalışma kapsamında incelenememiştir. Binder seçimi, uygulama süresi, işlem sıcaklığı, sıkma silindiri basıncı gibi pek çok parametreyi de içerecek kapsamlı bir çalışmaya da ihtiyaç duyulmaktadır.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Agnihotri, S.A., Mallikarjuna, N.N. and Aminabhavi, T.M.,** 2004, Recent advances on chitosan-based micro- and nanoparticles in drug delivery, *Journal of Controlled Release*, 100:5-28.
- Andrews, H.E., González, J.G.B., Sosa F.C. and Carter, E.J.V.,** 2007, Gum arabic-chitosan complex coacervation, *Biomacromolecules*, 8:1313-1318.
- Arıkan, C.O.,** 2008, Bilgisayarlı Resim İşleme Uygulamalarının Tekstilde Kullanılması Üzerine Bir Araştırma, Doktora Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim dalı, İzmir, 128s (Yayımlanmamış).
- Balcı, H.,** 2006, Akıllı (Fonksiyonel) Tekstiller, Seçilmiş Kumaşlarda Antibakteriyel Apre ve Performans Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim dalı, Ankara, 251s (Yayımlanmamış).
- Başal G. ve Vahaplar, T.,** 2005, Mikrokapsüller, *Uluslararası Nonwoven Teknik Tekstil Teknoloji Dergisi*, 10-34:42.
- Bendkowska, W.,** 2006, Intelligent textiles with PCMs, 34-62, *Intelligent Textiles and Clothing*, Mattila, H. (Ed), Woodhead Publishing Ltd, Cambridge-England, 506p.
- Choi, J., Lee, J.G., Kim, J.H. and Yang, H.,** 2001, Preparation of microcapsules containing phase change materials as heat transfer media by in-situ polymerization, *Journal of Industrial & Engineering Chemistry*, 7(6):358-362.
- Colvin, D.P. and Bryant, Y.G.,** 1998, Protective clothing containing encapsulated phase change materials, *Advances in heat and mass transfer in biotechnology (HTD). ASME IMECE Proc.* 362:123-132.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Das, A., Kothari, V.K. and Sadachar, A.,** 2007, Comfort characteristics of fabrics made of compact yarns, *Fibers and Polymers*, 8(1):116-121.
- Dini, E., Alexandridou, S. and Kiparissides, C.,** 2003, Synthesis and characterization of cross-linked chitosan microspheres for drug delivery applications, *Journal of Microencapsulation*, 20(3):375-385.
- Erkan, G.,** 2004, Enhancing the thermal properties of textiles with phase change materials, *Research Journal of Textile and Apparel*, 8(2):57-64.
- Fluhr, J.W., Hipler, C. and Zikeli, S.,** 2006, Lyocell Technology – Versatile Platform for High Value Creation Fibre Products for Medical Applications, , 45TH Dornbirn Man-made Fibers Congress, Austria.
- Frydrych, I, Dziworska, G. and Bilska, J.,** 2002, Comparative analysis of the thermal insulation properties of fabrics made of natural and man-made cellulose fibres, *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, October/December:40-44.
- Ghosh, S.K.,** 2006, Functional coatings and microencapsulation: A general perspective, 1-28, *Functional Coatings-by Polymer Microencapsulation*, Ghosh, S.K. (Ed), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., Weinheim-Germany, 357p.
- Gunesoglu, S., Meric, B. and Gunesoglu, C.,** 2005, Thermal contact properties of 2-yarn fleece knitted fabrics, *Fibres &Textiles in Eastern Europe*, 13(2):46-50.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Gunesoglu, S. and Meric, B.,** 2006, Heat and mass transfer properties of 2-yarn fleece knitted fabrics, *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 31:415-421.
- Günay, S.,** 1999, 2. Derece Ayak Bileği Burkulması Geçiren Sporcularda Elastik Bandaj ve Air-cast Brace Kullanımının Motor Performans Üzerine Etkisi, Bilim Uzmanlığı Tezi, Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 64s (Yayımlanmamış).
- Hawladar, M.N.A., Udin, M.S. and Khin, M.M.,** 2003, Microencapsulated PCM thermal-energy storage system, *Applied Energy*, 74(1-2):195-202.
- İlgaz, S., Duran, D., Mecit, D., Başal, G., Gülümser, T. ve Tarakçıoğlu, I.,** 2007, Medikal tekstiller, *Tekstil & Teknik*, 23(265):138-162.
- Lee, K.Y., Park, W.H. and Ha, W.S.,** 1998, Polyelectrolyte complexes of sodium alginate with Chitosan or its derivatives for microcapsules, *Journal of Applied Polymer Science*, 63(4):425-432.
- Li, W., Wu, G., Chen, H. and Wang, M.,** 2009, Preparation and characterization of gelatin/SDS/NaCMC microcapsules with compact wall structure by complex coacervation, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 333:133-137.
- Kanat, Z.E., Süpüren, G., Çay, A., Gülümser, T. ve Tarakçıoğlu, I.,** 2006, Termofizyolojik konfor sağlayan lifler, *Tekstil ve Konfeksiyonda Görünüm*, 134:78-85.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kamyshny, A. and Magdassi, S.**, 2006, 3957-3970, Encyclopedia of Surface and Colloid Science Volume 5, Somasundaran, P. and Hubbard, A.T. (Eds), CRC Press, FL-U.S.A, 8034p.
- Karahan, H.A., Özdoğan, E., Başal, G., Öktem, T. ve Seventekin, N.**, 2005, Mikrokapsülleme yöntemleri ve mikrokapsüllerin tekstil endüstrisinde kullanımı, Tekstil Teknolojisi ve Kimyasındaki Son Gelişmeler Sempozyumu X, TMMOB Kimya Mühendisleri Odası Bursa Şubesi, Haziran:103-116, Bursa.
- Kırcı, T., Kanat, E., Gülümser, T., Çay, A., Taşkın, C. ve Tarakçıoğlu, I.**, 2007, Tekstil materyallerinde gözenekliliğin önemi, *Tekstil & Teknik*, 271:180-186.
- Kipp, H.W.**, 1989, Narrow Fabric Weaving, Sauerländer Gb., Frankfurt am Main-Germany, 416p.
- Klaypradit, W., and Huang, Y.W.**, 2008, Fish-oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer, *LWT-Food Science and Technology*, 41:1133-1139.
- Kothari, V.K.**, 2006, Thermo-physiological comfort characteristics and blended yarn woven fabrics, *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 31:177-186.
- Macaulay, N.**, 1962, Recording paper coated with microscopic capsules of coloring material, capsules and method of making, *United States Patent*, US 3.016.308, U.S.A, 12p.
- Ma, G.H., Su, Z.G., Omi, S., Sundberg, D. and Stubb, J.**, 2003, Microencapsulation of oil with poly(styrene-N,N-dimethylaminoethyl methacrylate) by SPG emulsification technique: Effects of conversion and composition of oil phase. *Journal of Colloid Interface Science*, 266:282-294.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Mäkinen, M.**, 2006, Introduction to phase change materials, 21-33, Intelligent Textiles and Clothing, Mattila, H. (Ed), Woodhead Publishing Ltd, Cambridge-England, 506p.
- Malay, Ö., Bayraktar, O. and Batıgün, A.**, 2007, Complex coacervation of silk fibroin and hyaluronic acid, *International Journal of Biological Macromolecules*, 40:387-393.
- Marmaralı, A. and Dönmez Kretzschmar, S.**, 2004, Örme Terimleri ve Tanımlamaları, E.Ü. Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma Uygulama Merkezi Yayınları, 26, Bornova-İzmir, 168s.
- Mayya, K.S., Bhattacharyya, A. and Argillier, J.F.**, 2003, Micro-encapsulation by complex coacervation: influence of surfactant, *Polymer International*, 52:644-647.
- Mazza, Z. and Zonda, P.**, 2002, Reference Books of Textile Technologies – Knitting, ACIMIT Foundation, Italy, 117p.
- Mondal, S.**, 2008, Phase change materials for smart textiles, *Applied Thermal Engineering*, 28:1536-1550.
- Namlıgöz, E.S. ve Çoban, S.**, 2005, Termofizyolojik giysi konforu ve test cihazları, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 15(4):245-252.
- Oğlakcioğlu, N. And Marmaralı, A.**, 2007, Thermal comfort properties of some knitted structures, *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 15:(5-6):94-96.
- Övez, B.**, 1992, Mikrokapsül Yapımı, Doktora Tezi, Ege Üniversitesi, İzmir, 152s (Yayımlanmamış).

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Övez, B. ve Yüksel, M.,** 2002, Parfümlerin çapraz bağlı mikrokapsüllerden yavaş salgılanmaları, *Çevre Koruma Dergisi*, 43(10):26-29.
- Özonur, Y., Mazman, M., Paksoy, H.Ö. and Evliya, H.,** 2006, Microencapsulation of coco fatty acid mixture for thermal energy storage with phase change material, *International Journal of Energy Research*, 30:741-749.
- Park, S.J., Lee, K.Y., Ha, W.S. and Park, S.Y.,** 1999, Structural changes and their effect on mechanical properties of silk fibroin/chitosan blends, *J.of App. Polymer Science*, 74(11):2571-2575.
- Parys, M.V.,** 2006, Smart textiles using microencapsulation technology, 221-258, *Functional Coatings-by Polymer Microencapsulation*, Ghosh, S.K. (Ed), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., Weinheim-Germany, 357p.
- Pause, B.,** 2003, Nonwoven protective garments with thermo-regulating properties. *Journal of Industrial Textiles*, 33(2):93-99.
- Peniche, C., Monal, W.A., Peniche, H. and Acosta, N.,** 2003, Chitosan: An attractive biocompatible polymer for microencapsulation, *Macromolecular Bioscience*, 3:511-520.
- Peyratout, C.S. and Dähne, L.,** 2004, Tailor-made polyelectrolyte microcapsules: From multilayers to smart containers, *Angewandte Chemie Int. Ed.*, 43:3762-3783.
- Rao, Y., Lin, G., Luo, Y., Chen, S. and Wang, L.,** 2007, Preparation and thermal properties of microencapsulated phase change material for enhancing fluid flow heat transfer, *Heat Transfer-Asian Research*, 36(1):28-37.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Rigby, A.J. and Anand, S.C.**, 2003, Medical textiles, 407-424, Handbook of Technical Textiles, Horrocks, A.R. and Anand S.C. (Eds.), Woodhead Publishing Ltd., Cambridge-England, 559p.
- Rouette, H.K.**, 2001, Encyclopedia of Textile Finishing, Springer, Germany, 2765p.
- Rujiravanit, R., Kruaykitanon, S., Jamieson, A.M. and Tokura, S.**, 2003, Preparation of crosslinked chitosan/silk fibroin blend films for drug delivery system, *Macromolecular Bioscience*, 3:604-611.
- Sarier, N. and Önder, E.**, 2007, The manufacture of microencapsulated phase change materials suitable for the design of thermally enhanced fabrics, *Thermochimica Acta*, 452(2):149-160.
- Sashina, E.S. and Novoselov, N.P.**, 2005, Polyelectrolyte complexes of fibroin with chitosan, *Macromolecular Chemistry and polymeric materials*, 78(3):493-497.
- Seventekin, N.**, 2006, Makromolekül Kimyası (Giriş), EÜ Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma-Uygulama Merkezi Yayınları, Bornova-İzmir, 110s.
- Sezen, M.**, 2006, A New Texturised Micro Polyester Yarn With Improved Properties, 45TH Dornbirn Man-made Fibers Congress, Austria.
- Shin, Y., Yoo, D. and Son, K.**, 2005, Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). IV. Performance properties and hand of fabrics treated with PCM microcapsules. *Journal of Applied Polymer Science*, 97:910-915.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

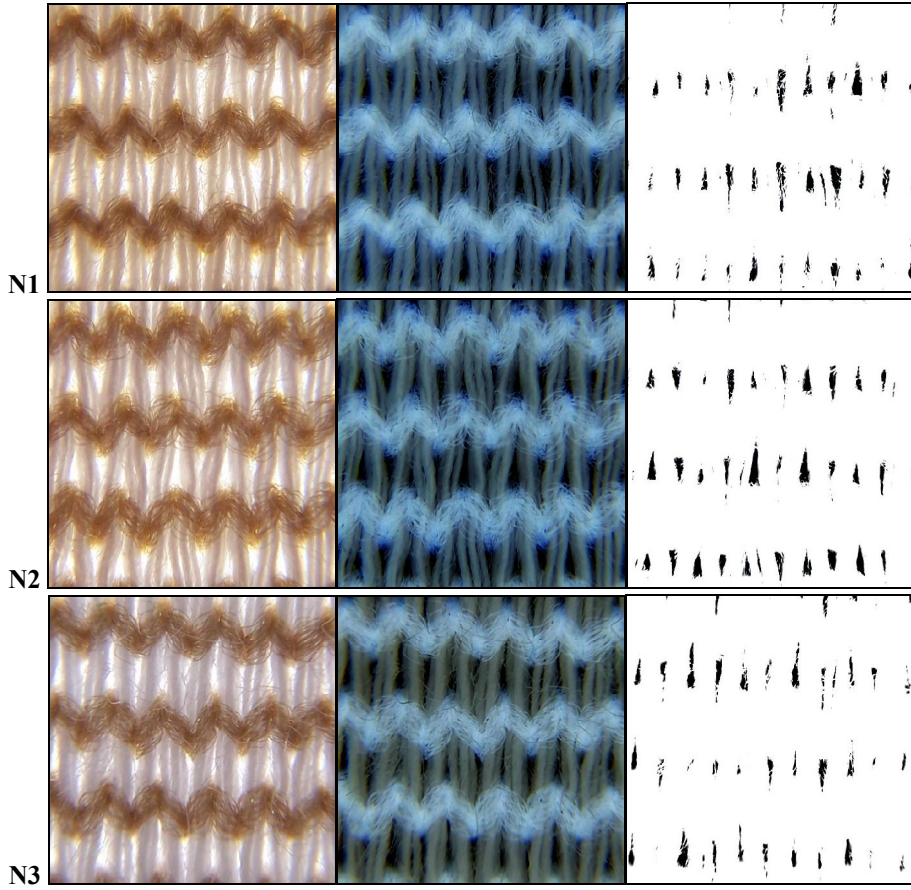
- Shukla, P.G.**, 2006, Microencapsulation of liquid active agents, 153-186, Functional Coatings-by Polymer Microencapsulation, Ghosh, S.K. (Ed), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., Weinheim-Germany, 357p.
- Singh, S.S., Siddhanta, A.K., Meena, R., Prasad, K., Bandyopadhyay, S., Bohidar, H.B.**, 2007, Intermolecular complexation and phase separation in aqueous solutions of oppositely charged biopolymers, *International Journal of Biological Macromolecules*, 41:185-192.
- Soysal, S.A., Kofinas, P. and Lo, Y.M.**, 2009, Effect of complexation conditions on xantan-chitosan polyelectrolyte complex gels, *Food Hydrocolloids*, 23:202-209.
- Spencer, D.J.**, 2001, Knitting Technology – A Comprehensive Handbook and Practical Guide, Woodhead Publishing Ltd., Cambridge-England, 386p.
- Sui, W., Huang, L., Wang, J. and Bo, Q.**, 2008, Preparation and properties of chitosan chondroitin sulfate complex microcapsules, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 65(1):69-73.
- Süpüren, G., Çay, A., Kanat, E. ve Tarakçıoğlu, I.**, 2006, Antimikrobiyal lifler, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 16(2):80-89.
- Synowiecki, J. and Al-Khateeb, N.A.**, 2003, Production, properties, and some new applications of chitin and its derivatives, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 43(2):145–171.
- Üreyen, M.E., Öktem, T. ve Seventekin, N.**, 2000, Tıbbi uygulamalarda kullanılan tekstil materyalleri, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 10(6):213-221.

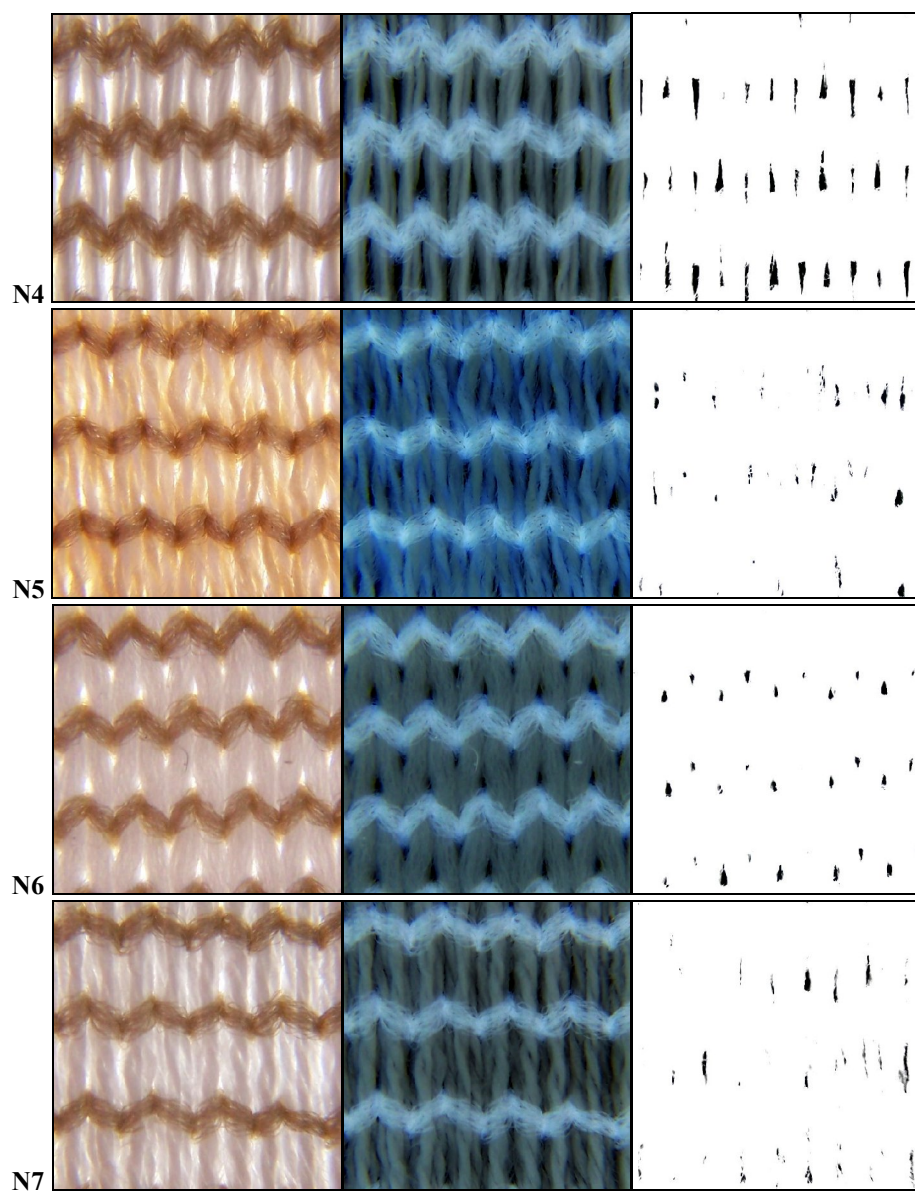
KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

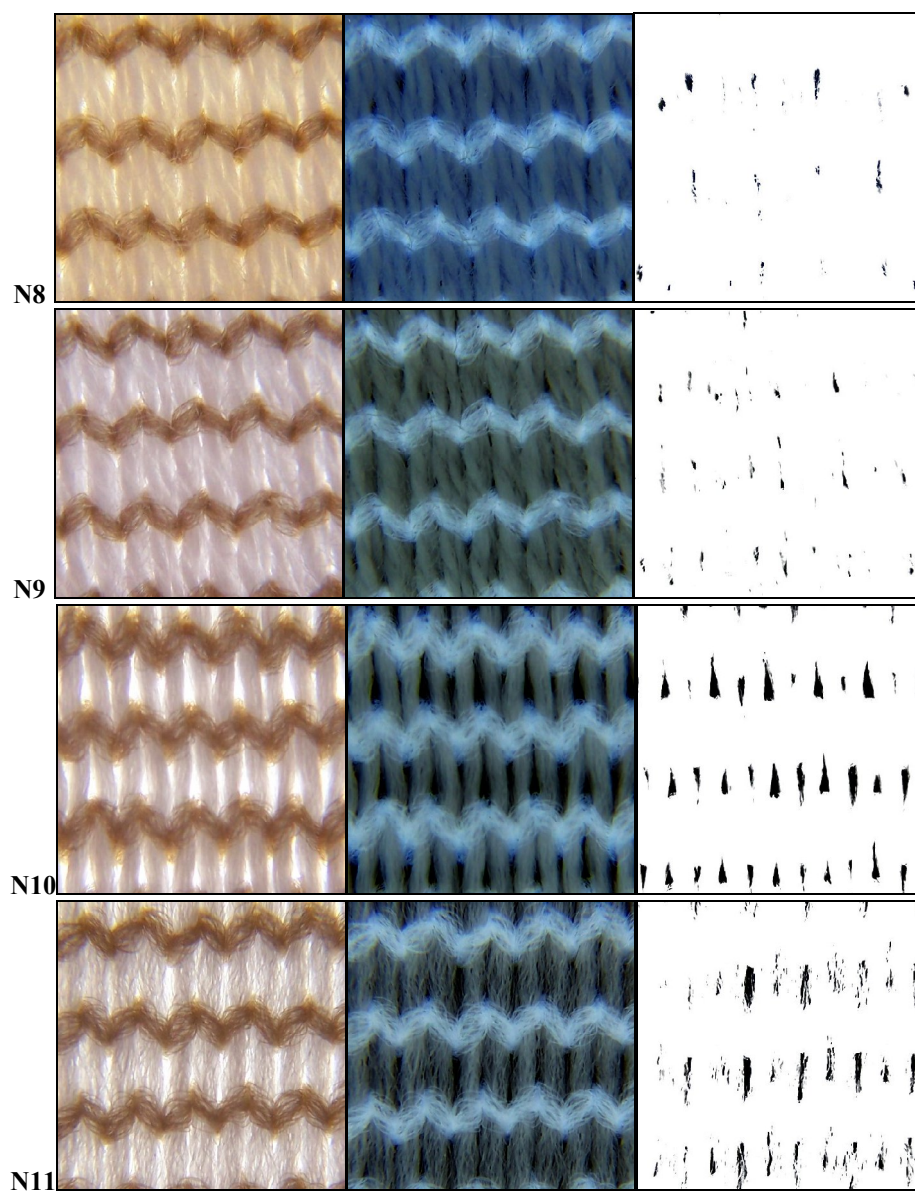
- Wiener, J. and Dejlova, P.**, 2003, Wicking and wetting in textiles, *AUTEX Research Journal*, 3(2):64-71.
- Wenk, E., Wandrey, A.J., Merkle, H.P. and Meinel, L.**, 2008, Silk fibroin spheres as a platform for controlled drug delivery, *Journal of Controlled Release*, 132:26-34.
- Wilbik-Halgas, B., Danych, R., Więcek, B. and Kowalski, K.**, 2006, Air and water vapour permeability in double-layered knitted fabrics with different raw materials, *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 14(3):77-80.
- Yakartepe, M. ve Yakartepe, Z.**, 1995, Elyaf'tan Kumaş'a Tekstil Teknolojisi, Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma Merkezi, 10, İstanbul, 2794-2797.
- Zhang, X.**, 2001, Heat-storage and thermo-regulated textiles and clothing, 34-57, Smart Fibres Fabrics and Clothing, Tao, X. (Ed.), Woodhead Publishing Ltd., Cambridge-England, 316p.
- Zhang, H. and Wang, X.**, 2009, Fabrication and performances of microencapsulated phase change materials based on n-octadecane core and resorcinol-modified melamine-formaldehyde shell, *Colloids Surf. A: Physicochem. Eng. Aspects: Physicochem. Eng. Aspects*, 332:129-138.
- Zorini, L.O. and Franchino, P.**, 2005, Textile machine and control method thereof, *United States Patent*, US 6.961.172 B2, U.S.A, 16p.

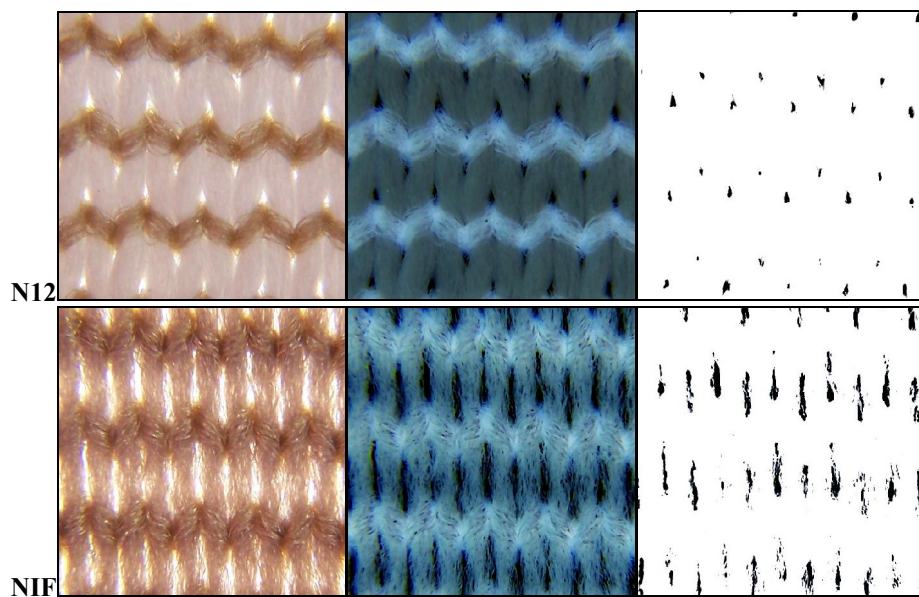
EK I

(Bandaj numunelerinin yüzey gözenekliliği analizi için hazırlanan görüntüler)









EK 2

(Bandaj numunelerinin Alembeta cihazıyla yapılan termal konfor testi
ölçüm sonuçları)

Numune No	Isıl İletkenlik	Ortalama	Isıl Soğurganlık	Ortalama	Isıl Direnç	Ortalama
N1	0.0505	0.0495	132.00	130.40	0.0282	0.0290
	0.0480		116.90		0.0297	
	0.0500		142.30		0.0290	
N2	0.0509	0.0506	152.60	157.17	0.0278	0.0276
	0.0501		159.50		0.0280	
	0.0507		159.40		0.0269	
N3	0.0493	0.0498	155.50	151.67	0.0289	0.0283
	0.0503		150.10		0.0278	
	0.0499		149.40		0.0280	
N4	0.0497	0.0496	140.70	143.13	0.0286	0.0292
	0.0496		143.60		0.0300	
	0.0495		145.10		0.0290	
N5	0.0522	0.0530	157.60	166.53	0.0267	0.0262
	0.0554		181.70		0.0247	
	0.0515		160.30		0.0272	
N6	0.0502	0.0506	151.30	150.50	0.0273	0.0276
	0.0510		157.40		0.0276	
	0.0505		142.80		0.0280	
N7	0.0516	0.0523	188.00	191.73	0.0303	0.0294
	0.0525		190.00		0.0289	
	0.0528		197.20		0.0290	

Numune No	Isıl İletkenlik	Ortalama	Isıl Soğurganlık	Ortalama	Isıl Direnç	Ortalama
N8	0.0562	0.0565	186.60	189.33	0.0266	0.0268
	0.0558		189.00		0.0277	
	0.0577		192.40		0.0260	
N9	0.0504	0.0508	167.10	166.37	0.0308	0.0303
	0.0514		167.80		0.0293	
	0.0505		164.20		0.0309	
N10	0.0489	0.0489	155.30	155.37	0.0292	0.0284
	0.0488		159.20		0.0281	
	0.0490		151.60		0.0280	
N11	0.0503	0.0511	162.10	160.20	0.0274	0.0268
	0.0513		159.60		0.0266	
	0.0518		158.90		0.0265	
N12	0.0538	0.0536	173.50	169.63	0.0274	0.0273
	0.0534		168.70		0.0271	
	0.0537		166.70		0.0273	
N1F	0.0509	0.0507	165.60	161.23	0.0255	0.0254
	0.0496		157.20		0.0258	
	0.0517		160.90		0.0249	

ÖZGEÇMİŞ

20 Temmuz 1981’de Kırklareli’nde dünyaya gelen Senem Şirin Deveci T.C. vatandaşıdır. İlk, orta ve lise öğrenimini Kırklareli’nde tamamlamıştır. 1999 yılında Kırklareli Anadolu Lisesi’ni bitirerek Ege Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü’nü kazanmış ve yüksek öğrenimine başlamıştır.

2003 yılında Tekstil Teknolojisi opsiyonundan mezun olarak tekstil mühendisi ünvanını almaya hak kazanmış ve aynı yıl Baydemirler Tekstil A.Ş. bünyesindeki Bay-Dok dokuma fabrikası Ürün Geliştirme Departmanında uzman sıfatıyla göreve başlamıştır. Bu görevini 3 yıl başarıyla devam ettirdikten sonra ayrılarak 2006 yılında E.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı’nda yüksek lisans eğitimine başlamıştır.