



**KONTROL EDİLEBİLİR SALIM VEYA KIRILMA
MEKANİZMASI İLE KOKU YAYAN ÜRETAN ESASLI
MİKRO/NANO BOYUTLU KAPSÜLLERİN ÜRETİMİ VE
TEKSTİL UYGULAMALARI**

ALİ ÖZSEVİNÇ

DOKTORA TEZİ

**KİMYA ANA BİLİM DALI
PROF. DR. CEMİL ALKAN**

Haziran- 2022

Her hakkı saklıdır

**T.C.
GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANA BİLİM DALI**

DOKTORA TEZİ

**KONTROL EDİLEBİLİR SALIM VEYA KIRILMA MEKANİZMASI İLE
KOKU YAYAN ÜRETAN ESASLI MİKRO/NANO BOYUTLU KAPSÜLLERİN
ÜRETİMİ VE TEKSTİL UYGULAMALARI**

ALİ ÖZSEVİNÇ

**TOKAT
Haziran- 2022**

Her hakkı saklıdır

ETİK SÖZLEŐME

Tokat GaziosmanpaŐa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Prof. Dr. Cemil ALKAN danıŐmanlıđında hazırlamıŐ olduđum “Kontrol Edilebilir Salım veya Kırılma Mekanizması İle Koku Yayan Üretan Esaslı Mikro/Nano Boyutlu Kapsüllerin Üretimi ve Tekstil Uygulamaları” adlı Doktora tezinin bilimsel etik deđerlere ve kurallara uygun, özgün bir çalıŐma olduđunu, aksinin tespit edilmesi halinde her türlü yasal yaptırımını kabul edeceđimi beyan ederim.

24/06/2022

Ali ÖZSEVİNÇ

İmza

JÜRİ KABUL VE ONAY

Ali Özsevinç tarafından hazırlanan “**Kontrol Edilebilir Salım veya Kırılma Mekanizması İle Koku Yayan Üretan Esaslı Mikro/Nano Boyutlu Kapsüllerin Üretimi ve Tekstil Uygulamaları**” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 24.06.2022 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen Jüri tarafından Oy Birliği ile Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Kimya Anabilim dalında **Doktora Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Üye (Danışman): Prof. Dr. Cemil ALKAN

.....

Üye :Doç . Dr. Sinan EĞRİ

.....

Üye :Doç. Dr. Alper BİÇER

.....

Üye :Doç. Dr. Asım DAVULCU

.....

Üye :Dr. Öğr. Üyesi İsmail TİYEK

.....

ONAY

.../.../.....

Prof. Dr. Mehmet GÜNEŞ

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ÖNSÖZ

Bu çalışmanın oluşum ve yürütülmesinde büyük emeği bulunan, her türlü bilgi ve deneyimini ile tezin her aşamasında, özverili ve anlayışlı, sabırlı yaklaşımı ile saygıyı hakeden, her zaman desteğini hissettiğim tez danışmanım Prof. Dr. Cemil Alkan'a (Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi) teşekkür ederim.

Lavanta yağının tedariki ve tez döneminde sağladığı desteklerinden dolayı Eczacı Sayın Cahit Demiryürek' e teşekkür ederim.

Eşim Aytop Özsevinç ile kızım ve oğluma da gösterdikleri sabır ve özveri için teşekkür ederim.

ALİ ÖZSEVİNÇ
Haziran 2022

ÖZET

KONTROL EDİLEBİLİR SALIM VEYA KIRILMA MEKANİZMASI İLE KOKU YAYAN ÜRETAN ESASLI MİKRO/NANO BOYUTLU KAPSÜLLERİN ÜRETİMİ VE TEKSTİL UYGULAMALARI

Özsevinç, Ali

Doktora, Fen Bilimleri ve Kimya Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Cemil Alkan

Haziran 2022, xv + 117 sayfa

Günümüzde bilimsel gelişmeler sayesinde tekstil endüstrisinde yenilikçi üretimler yapılabilmektedir. Mikrokapsülleme teknikleri sayesinde de küçük boyuttaki mikrokapsüllerin üretimi yapılarak, tekstil sanayinde kumaşlara uygulanması ile konfor özellikleri iyileştirilebilmekte ve ekstra özellikler sağlanabilmektedir. Koku maddeleri uçucu özelliklerinden dolayı direkt olarak tekstil malzemelerinde kullanılmamaktadır. Mikrokapsülleme teknikleri sayesinde, tekstil malzemelerinde uygulanabilir ve daha uzun süre etki gösterebilir hale getirilirler.

Bu çalışma kapsamında tekstil malzemeleri için, koku yayma özelliğine sahip olan poliüretan esaslı mikro ölçekli kapsüller üretilmiştir. Özgün lavanta kokusu toluen diizosiyanat, izofuran diizosiyanat ve metilenbisfenol diizosiyanat-farklı diol ve poliöl etkileşimleri ile poliüretan bir kabuk içerisinde hapsedilerek, arayüzey polimerizasyon tekniği ile kapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Koku kapsüllerinin karakterizasyonu FT-IR spektroskopisi, parçacık büyüklüğü, polarize optik mikroskop (POM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. Periyodik olarak koku kapsüllerinin ağırlık takibi yapılarak salım süreleri belirlenmiştir. Ortalama parçacık büyüklüğü 15-50 µm tespit edilmiş, FT-IR spektroskopi analizinde poliüretanın spesifik pikleri-NH, -C=O ve -CN pikleri tespit edilmiştir. SEM görüntülerine göre de kapsüller başarılı bir şekilde üretilmiştir. Çektirme yöntemi ile de %100 pamuklu dokuma kumaşlara applike edilerek, fiziksel olarak mikrokapsüllerin liflerin arasında tutunmaları gözlemlenmiştir. Koku kapsülleri genellikle firmaların patentli ürünü olarak üretilmekte ve yüksek meblağlı olarak satışı yapılmaktadır. Çalışmanın yurt dışından yüksek bedeller karşılığında alınan koku kapsüllerinin üretimi sayesinde, daha düşük maliyetlerle her tekstil malzemesine uygulanabilecek ve ülkemiz tekstil endüstrisi ve ekonomisine katkı sağlayacak sonuçları olacağı düşünülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Koku Kapsülü, Diaminoantrakininon, Tıbbi lavanta, Poliüretan

ABSTRACT

PRODUCTION OF URETHANE-BASED MICRO/NANO-SIZE CAPSULES EMITTING ODOR BY CONTROLLED RELEASE OR MECHANICAL STIMULI AND TEXTILE APPLICATIONS

Özsevinç, Ali

Doctoral, Natural Sciences, Chemistry Department

Thesis Advisor: Prof. Dr. Cemil Alkan

June 2022, xv + 117 pages

Thanks to scientific developments, innovative products can now be manufactured in the textile industry. Thanks to microencapsulation techniques, small microcapsules can be produced and applied to fabrics in the textile industry to improve comfort and provide additional properties. Fragrances cannot be used directly in textiles due to their volatile properties. Thanks to microencapsulation techniques, they can be used in textiles and remain effective longer.

In this study, microscale capsules based on polyurethane, which can release odors, were prepared for textile materials. The original lavender odor was encapsulated in a polyurethane shell by the interaction of toluene, isophorone and methylene bisphenol diisocyanate with various diols and polyols. The odor capsules were characterized by FT-IR spectroscopy, particle size analysis, polarized optical microscopy (POM) and scanning electron microscopy (SEM). At regular intervals, the weight of the odor capsules was monitored and the release time was determined. The average particle size was determined in the range of 15-50 μm , and the specific peaks of the polyurethane -NH, -C=O, and -CN of microparticles were determined in the FT-IR spectroscopy analysis. The capsules were also successfully prepared according to the pictures of SEM. When 100% cotton was applied to woven fabrics by the exhaust method, it was observed that the microcapsules were physically held between the fibers. Fragrance capsules are generally manufactured as a patented product by companies and sold at high prices. It is believed that the results of the study can be applied to any textile material with lower cost and contribute to the textile industry and economy of our country, by the way, fragrance capsules will not be imported at high prices.

Keywords: Fragrance capsule, Diaminoanthraquinone, Medicinal lavender, Polyurethane

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	iii
ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	v
ŞEKİL LİSTESİ.....	vii
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER.....	3
2.1 Mikro kapsüller	3
2.1.1 Mikro kapsülasyon yöntemleri	3
2.1.2 Mikro kapsüllemin amaçları.....	8
2.1.3 Tekstilde mikro kapsülasyon uygulamaları	9
2.2 Poliüretanlar	12
2.2.1 İzosiyanatlar	13
2.2.2 Polioller	14
2.2.3 Poliüretanların kullanım alanları.....	15
2.3 Kontrollü salım.....	16
2.3.1 Mikro kapsüllerle kontrollü salım.....	17
2.4 Koku maddeleri.....	19
2.5 Lavanta yağı	22
2.6 Literatür özeti.....	23
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	30
3.1 Deneysel çalışmada kullanılan kimyasallar	30
3.2 Metot.....	32
3.2.1 I. Grup mikro kapsüller	34
3.2.2 II. Grup mikro kapsüller.....	35
3.2.3 III. Grup mikro kapsüller	36
3.3 Kumaşlara mikro kapsül uygulaması	38
3.4 Mikro kapsüllerin karakterizasyonu.....	38
3.4.1 FT-IR spektrokopisi	38

3.4.2	Parçacık büyüklüğü analizi (PBA)	40
3.4.3	POM analizi.....	41
3.4.4	SEM analizi	41
3.4.5	Kontrollü salım sonuçları.....	41
3.4.6	Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu.....	41
3.4.7	Lavanta yağının analizi	41
4.	BULGULAR ve TARTIŞMA.....	43
4.1	FT-IR Analizleri	43
4.1.1	I. Grup mikrokapsüllerin FT-IR analizleri	43
4.1.2	II. Grup mikrokapsüllerin FT-IR analizleri	50
4.1.3	III. Grup mikrokapsüllerin FT-IR analizleri.....	62
4.2	Mikrokapsüllerin PBD analizleri.....	74
4.2.1	I. Grup mikrokapsüllerin PBD analizleri.....	74
4.2.2	II. Grup mikrokapsüllerin PBD analizleri	76
4.2.3	III. Grup mikrokapsüllerin PBD analizleri.....	79
4.3	Mikrokapsüllerin POM görüntüleri.....	82
4.4	Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri	88
4.4.1	I. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüleri.....	88
4.4.2	II. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüleri.....	90
4.4.3	III. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüleri	92
4.5	Kontrollü salım sonuçları	96
4.5.1	I. Grup mikrokapsüllerin kontrollü salım sonuçları.....	96
4.5.2	II. Grup mikrokapsüllerin kontrollü salım sonuçları	98
4.5.3	III. Grup mikrokapsüllerin kontrollü salım sonuçları.....	100
4.6	Mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanması	104
4.6.1	Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu	104
5.	SONUÇ ve ÖNERİLER.....	108
6.	KAYNAKLAR	111
7.	ÖZGEÇMİŞ.....	116

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 2. 1. Farklı yapıdaki izosiyanatlar.....	14
Çizelge 2. 2. Poliöl çeşitleri	15
Çizelge 2. 3. Firmaların patentli koku kapsül ürünlerine bazı örnekler.....	19
Çizelge 2. 4. Bazı uçucu yağların faydalı etkileri	21
Çizelge 2. 5. Farklı karıştırma hızlarında mikrokapsül boyut değişimleri.....	25
Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasalların fiziksel ve kimyasal özellikleri.....	30
Çizelge 3. 2. Tez kapsamında üretimi gerçekleştirilen koku kapsülleri	34
Çizelge 3. 3. I. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları	34
Çizelge 3. 4. II. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları	35
Çizelge 3. 5. III. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları.....	36
Çizelge 3. 6. Mikrokapsül uygulaması yapılan kumaş özellikleri	39
Çizelge 3. 7. Mikrokapsül üretiminde kullanılan kimyasalların spesifik grupları ve dalga boyları	38
Çizelge 3. 8. Lavanta uçucu yağının bileşenleri	41
Çizelge 4. 1. Mik-1'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	44
Çizelge 4. 2. Mik-2'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	45
Çizelge 4. 3. Mik-3'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	46
Çizelge 4. 4. Mik-4'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	47
Çizelge 4. 5. Mik-5'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	48
Çizelge 4. 6. Mik-6'ya ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	49
Çizelge 4. 7. Mik-7'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	50
Çizelge 4. 8. Mik-8'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	51
Çizelge 4. 9. Mik-9'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	52
Çizelge 4. 10. Mik-10'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	53
Çizelge 4. 11. Mik-11'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	54
Çizelge 4. 12. Mik-12'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	55
Çizelge 4. 13. Mik-13'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	56
Çizelge 4. 14. Mik-14'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	57
Çizelge 4. 15. Mik-15'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	58
Çizelge 4. 16. Mik-16'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	59
Çizelge 4. 17. Mik-17'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	60
Çizelge 4. 18. Mik-18'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	61
Çizelge 4. 19. Mik-19'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	62
Çizelge 4. 20. Mik-20'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	63
Çizelge 4. 21. Mik-21'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	64
Çizelge 4. 22. Mik-22'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	65
Çizelge 4. 23. Mik-23'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	66
Çizelge 4. 24. Mik-24'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	67
Çizelge 4. 25. Mik-25'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	68
Çizelge 4. 26. Mik-26'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	69
Çizelge 4. 27. Mik-27'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	70
Çizelge 4. 28. Mik-28'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	71
Çizelge 4. 29. Mik-29'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	72
Çizelge 4. 30. Mik-30'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri.....	73
Çizelge 4. 31. I. Grup mikrokapsüllere ait PBD analizi	76

Çizelge 4. 32. II. Grup mikrokapsüller'e ait PBD analizi.....	79
Çizelge 4. 33. III. Grup mikrokapsüllere ait PBD analizi.....	81
Çizelge 4. 34. I. Grup koku kapsüllerin 30 günlük ağırlık tartım sonuçları	97
Çizelge 4. 35. II. Grup koku kapsüllerin 30 günlük ağırlık tartım sonuçları	98
Çizelge 4. 36. III. Grup koku kapsüllerin 30 günlük ağırlık tartım sonuçları	101



ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2. 1. Yaygın kullanılan mikrokapsülasyon yöntemleri	4
Şekil 2. 2. Arayüzey polimerizasyonu ile mikrokapsül oluşumu	5
Şekil 2. 3. Emülsiyon polimerizasyonun aşamaları	6
Şekil 2. 4. İn-situ polimerizasyonun aşamaları	7
Şekil 2. 5. Faz ayrımı yöntemi ile mikrokapsül üretimi aşamaları	7
Şekil 2. 6. Mikrokapsül içeren akrilik lifleri (Outlast™).....	10
Şekil 2. 7. Kaplama işleminin şematik gösterimi.....	11
Şekil 2. 8. Emdirme yöntemi ile mikrokapsül uygulaması	12
Şekil 2. 9. Poliüretanın temel üretim şeması.....	13
Şekil 2. 10. Kontrollü salım sistemi mekanizması (Sözmen., 2008)	17
Şekil 2. 11. Mikrokapsüllerden koku salım mekanizması	18
Şekil 2. 12. Uçuculuk esasından Charles'in koku piramidi	19
Şekil 2. 13. Tekstil malzemesine uygulanmış koku mikrokapsülünün şematik gösterimi 1-Kumaş, 2- Koku maddesinin salınımı, 3- Çapraz bağlayıcı (Teixeira ve ark., 2011).	23
Şekil 2. 14. Poliüretan ve poliüre mikrokapsüllerin üretim formülü	28
Şekil 2. 15. Farklı oranlarda PEG ₄₀₀ kullanımı ile mikrokapsüllerin ağırlık kaybı.....	29
Şekil 3. 1. Poliüretan polimerinin sentez şeması ve diaminoantrakinonun kimyasal yapısı	32
Şekil 3. 2. Mikrokapsül üretimi için kullanılan üretim sistemi.....	33
Şekil 3. 3. Mikrokapsül üretimi için hazırlanan üretim düzeneği.....	33
Şekil 4. 1. Mik-1 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	43
Şekil 4. 2. Mik-2 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	44
Şekil 4. 3. Mik-3 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	45
Şekil 4. 4. Mik-4 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	46
Şekil 4. 5. Mik-5 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	47
Şekil 4. 6. Mik-6 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	48
Şekil 4. 7. I. Grup mikrokapsüllerin FT-IR dalga sayıları ve sinyal cinsleri	49
Şekil 4. 8. Mik-7 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	50
Şekil 4. 9. Mik-8 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	51
Şekil 4. 10. Mik-9 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	52
Şekil 4. 11. Mik-10 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	53
Şekil 4. 12. Mik-11 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	54
Şekil 4. 13. Mik-12 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	55
Şekil 4. 14. Mik-13 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	56
Şekil 4. 15. Mik-14 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	57
Şekil 4. 16. Mik-15 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	58
Şekil 4. 17. Mik-16 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	59
Şekil 4. 18. Mik-17 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	60
Şekil 4. 19. Mik-18 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	61
Şekil 4. 20. Mik-19 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	62
Şekil 4. 21. Mik-20 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	63
Şekil 4. 22. Mik-21 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri.....	64
Şekil 4. 23. Mik-22 spektroskopisi analiz grafikleri.....	65

Şekil 4. 24. Mik-23 spektroskopisi analiz grafikleri.....	66
Şekil 4. 25. Mik-24 spektroskopisi analiz grafikleri.....	67
Şekil 4. 26. Mik-25 spektroskopisi analiz grafikleri.....	68
Şekil 4. 27. Mik-26 spektroskopisi analiz grafikleri.....	69
Şekil 4. 28 Mik-27 spektroskopisi analiz grafikleri.....	70
Şekil 4. 29. Mik-28 spektroskopisi analiz grafikleri.....	71
Şekil 4. 30. Mik-29 spektroskopisi analiz grafikleri.....	72
Şekil 4. 31. Mik-30 spektroskopisi analiz grafikleri.....	73
Şekil 4. 32. Poliüretan boş kapsül (lavanta yağı içermeyen), Mik-1, Mik-7 ve Mik-21 FT-IR spektrumları	74
Şekil 4. 33. I. Grup mikrokapsüllerin PBD grafikleri; a: Mik-1, b: Mik-2, c: Mik-3, d: Mik-4, f: Mik-5 ve g: Mik-6	75
Şekil 4. 34. II. Grup mikrokapsüllerin parçacık PBD grafikleri; a: Mik-7, b: Mik-8, c: Mik-9, d: Mik-10, e: Mik-11, f: Mik-12	77
Şekil 4. 35. III. Grup mikrokapsüllerin PBD grafikleri; a: Mik-19, b: Mik-20, c: Mik-21, d: Mik-22, e: Mik-23, f: Mik-24, g: Mik-25, h: Mik-26.....	80
Şekil 4. 36. I. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri a: Mik-1, b: Mik-2, c: Mik-3, d: Mik-4, e: Mik-5 ve f: Mik-6.....	83
Şekil 4. 37. II. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri; a: Mik-7, b: Mik-8, c: Mik-9, d: Mik-10, e: Mik-11, f: Mik-12	84
Şekil 4. 38. III. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri; a: Mik-19, b: Mik-20, c: Mik-21, d: Mik-22, e: Mik-23, f: Mik-24	86
Şekil 4. 39. I. Grup Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri; a: Mik-2 salım öncesi, b: Mik-2 salım öncesi, c: Mik-3 salım öncesi, a1: Mik-2 salım sonrası, b1: Mik-2 salım sonrası, c1: Mik-3 salım sonrası,	88
Şekil 4. 40. Mik-1 kırılmış koku kapsülü görüntüsü	90
Şekil 4. 41. II. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüsü; a: Mik-7, b: Mik-8....	90
Şekil 4. 42. III. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüsü; a: Mik-19, b: Mik-20, c: Mik-21, d: Mik-22, e: Mik-23, f: Mik-24	93
Şekil 4. 43. Kırılmış bir kapsülün (Mik-1) kabuk kalınlığı SEM görüntüsü ...	95
Şekil 4. 44. SEM görüntülerine göre Mik-1 kapsüllerin PBD sonuçları	96
Şekil 4. 45. Grup koku kapsüllerinin zamana bağlı % kütleli değişim grafiği	98
Şekil 4. 46. PEG ₄₀₀ ve PPG ₄₀₀ den üretilen kapsüllerin % kütleli değişim grafikleri.....	100
Şekil 4. 47. PEG ₁₀₀₀ ve PPG ₁₂₀₀ den üretilen kapsüllerin % kütleli değişim grafikleri.....	100
Şekil 4. 48. Diaminoantrakinon-PEG ₄₀₀ , PP ₄₀₀ etkileşimi ile üretilen kapsüllerin grafikleri	102
Şekil 4. 49. Diaminoantrakinon-PEG ₁₀₀₀ , PP ₁₂₀₀ etkileşimi ile üretilen kapsüllerin grafikleri	103
Şekil 4. 50. Kontrollü salım önce ve sonrası Mik-1, Mik-7 ve Mik-21 FT-IR grafikleri.....	104
Şekil 4. 51 %100 Pamuklu kumaş ve mikrokapsül uygulanmış kumaşların FT-IR grafikleri.....	105
Şekil 4. 52. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların SEM görüntüsü; a: Mik-1, b: Mik-2 ve c: Mik-3 (Büyütme oranı:2000X)	106

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

μm	Mikrometre
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat derece
d/dk	Devir/ dakika
dk	Dakika
g	Gram
g/m^2	Gram/metrekare
mL	Mililitre
d	Yoğunluk

Kısaltmalar

Acıklama

Mik	Mikrokapsül
CNRS	National Center for Scientific and Technical Research
CO_2	Karbondioksit
DBDTL	Dibütiltindilaurat
EG	Etilen glikol
EPS	Genişletilmiş polistiren köpük
FDM	Faz değıştiren malzemeler
FT-IR	Fourier transform kızılötesi
ATR	Attenuated total reflection
GC-MS	Gaz kromatografi-kütle spektrometresi
IPDI	İzofurandiizosiyanat
MBFDI	Metilenbisfenoldiizosiyanat
PBA	Parçacık büyüklüğü analizi
PEG ₄₀₀	Polietilen glikol 400
PEG ₁₀₀₀	Polietilen glikol 1200
PG	Propilen glikol
PPG ₄₀₀	Poliropilen glikol 400

PPG ₁₂₀₀	Poliropilen glikol 1200
POM	Polarize optik mikroskop
PVA	Poli(vinil alkol)
SEM	Taramalı elektron mikroskopu
SLS	Sodyum lauril sülfat
TDI	Toluendiizosiyanat
UV-Vis	Mor ötesi-Görünür bölge



1. GİRİŞ

Bilim ve teknolojinin ilerlemesi ile beraber, tekstil ürünlerinde günlük örtünme, korunma, ısınma ve güzel görünme gibi, kullanım özelliklerine ek olarak akıllı ve fonksiyonel özellik taşıyan tekstiller geliştirilmiştir (Tarakçioğlu, 2003). Örneğin yanmaz, su geçirmez, antimikrobiyal, radyasyon engelleyici, kurşungeçirmez kumaşlar gibi birçok yenilikçi araştırmalar tekstil endüstrisinde uygulanabilmektedir. Mikrokapsülleme teknikleri sayesinde de küçük boyuttaki mikrokapsüllerin üretimi yapılarak, tekstil malzemelerine uygulanması ile konfor özellikleri iyileştirilebilmekte ve ekstra özellikler sağlanabilmektedir. Mikrokapsülleme tekniği, yaygın olarak faz değiştiren maddelerin kapsüllemesi ile tekstilde termal konforun iyileştirilmesi üzerine yoğunlaşmaktadır.

Koku maddeleri uçucu özelliklerinden dolayı direkt olarak tekstil malzemelerinde kullanılmamaktadır. Mikrokapsülleme teknikleri sayesinde, tekstil malzemelerinde uygulanabilir ve daha uzun süre etki gösterebilir hale getirilirler. Bu çalışma kapsamında ise tekstil uygulamaları için, koku yayma özelliğine sahip olan poliüretan esaslı mikro ölçekli kapsüller üretilmiştir. Koku kapsülleri içeren tekstil ürünlerinin popülaritesi gün geçtikçe artmaktadır. Bu kapsüllerin ticari önemi nedeniyle üretimi bilinmemektedir. Önceki çalışmaları araştırdığımızda koku kapsüllerinin üretiminin polimer kabuğun dış etkilerle (nem, sıcaklık, ışık, ısı, mekanik etki) kırılarak kokunun dışarı yayılması veya koku maddesinin kendisini çevreleyen bir kapsül duvardan kontrollü salınımı esasına dayandığını görmekteyiz (Azizi ve ark., 2013). Literatür ışığında koku yayma özelliğine sahip poliüretan esaslı koku kapsüllerinin özgün olarak üretimi gerçekleştirilmiştir.

Ticari olarak ulaşılabilen koku mikrokapsüllerin çoğunluğu amin formaldehit tabanlıdır, fakat çevresel etkilerden dolayı kullanımı kısıtlıdır (Leclerg ve ark., 2009). Koku ve parfüm içeren mikrokapsüller kompleks koaservasyon yöntemiyle jelatin ve arap zamkı kullanılarak çok farklı boyutlarda üretilebilir. Bu yöntemde mikrokapsüller birbirine yapışabilir ve parçacık büyüklüğü değişken aralıklarda daha iri tanecikler oluşturabilir, ayrıca genellikle düşük molekül ağırlıklı polimerler kullanıldığından dolayı mikrokapsülün dış etkilere karşı mekanik dayanımı düşüktür ve çabuk kırılır. Bu yüzden dış kabuk olarak poliüretan ve poliüre sistemlerinde en etkili yöntem iyi mekanik

özelliklerinden dolayı arayüzey polimerizasyonudur (Puslar ve ark., 2015). Mikrokapsül üretiminde arayüzey polimerizasyon tekniği seçilerek, ceketli cam reaktörle kurulan üretim sistemi düzeneği ile gerçekleştirilmiştir. Çalışma kapsamında koku maddesi olarak tıbbi özellikli lavanta yağı (*lavandula angustifolia*) seçilmiştir. Lavanta yağının en önemli esansiyal yağ bileşikleri linalol, linalil asetat ve sineol' dur. Bunların içerisinde lavantanın kalitesini belirleyen linalil asetat en önemlisidir. Lavanta yağında bulunan linalool ve linalil asetatın narkotik ve yatıştırıcı etkisi sayesinde, anksiyete ve depresyon tedavisinde yardımcı olabilmektedir. Solunum fonksiyonlarında rahatlama, gevşeme ve uykuya geçiş safhasında fayda sağlayabileceği yapılan çalışmalarla gösterilmiştir.

Poliüretan polimerinin üretimi sırasında polioller ve diisosiyanat malzemeleri kullanılmaktadır. Çalışmada Toluendizosiyanat (TDI), İzofurandiizosiyanat (IPDI) ve Metilenbisfenoldizioziyanat (MBFDI) ile üç grup halinde koku kapsülü üretimi gerçekleştirilmiştir. I. grupta oligomer düzeyinde poliollerden etilen glikol ve propilen glikol (EG-PG) faydalanarak kırılabilir ve koku kontrollü salımı yapabilen, II. grupta daha uzun zincirli poliollerle, 400 molekül ağırlığında polietilen-polipropilen glikol ve 1000-1200 molekül ağırlığında polietilen-polipropilen glikol ile (PEG₄₀₀ – PPG₄₀₀, PEG₁₀₀₀-PPG₁₂₀₀) ve III. grupta ise sisteme mikrokapsüllere kavite olabilen diaminoantrakinon ilavesi ile koku kontrolü salımı yapan mikrokapsüller üretilmiştir. Mikrokapsüllerin karakterizasyonunda FT-IR, parçacık büyüklüğü dağılımı (PBD), polarize optik mikroskop (POM), taramalı elektron mikroskop (SEM) analizi yapılarak kontrollü salım özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca üç grup içerisinden seçilen koku kapsülleri (Mik-1, Mik-7 ve Mik-21) pamuklu kumaşlara çektirme yöntemi ile applike edilerek fiziksel bağlanmaları FT-IR ve SEM analizi ile incelenmiştir.

Çalışma kapsamında, zamana bağlı ve mekanik (karıştırma) etki ile tıbbi özellikli lavanta yağı kontrollü salımı yapabilen poliüretan temelli koku kapsülleri, tekstil ürünlerinde kullanıma uygun PBD' da üretilmesi amaçlanmıştır.

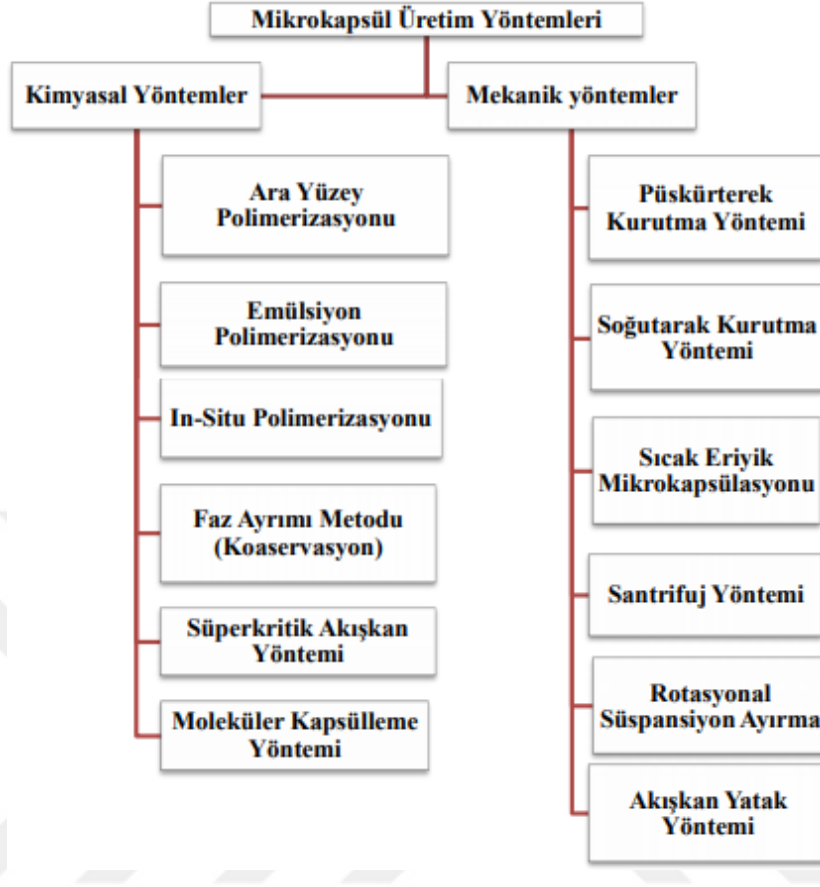
2. GENEL BİLGİLER

2.1 Mikrokapsüller

Mikrokapsülleme, katı, sıvı bir maddenin veya gaz kabarcığının polimer bir kabuk ile mikron seviyesinde kaplanması ile iç maddeyi çevresel etkilerden koruyan bir paketleme tekniğidir (Çimen, 2007; Erikçi, 2010). Mikrokapsüller, çekirdek ve duvar (kabuk) maddesi olarak iki bölümden oluşmaktadır. Çekirdek etken maddeyi içerirken, duvar ise çekirdek maddeyi dış ortamdan korumaktadır (Gosh, 2006). Mikrokapsülleme sayesinde dış ortamlara karşı dayanıksız malzemeler paketleme ile koruma altına alınarak, taşınabilir ve malzemelere kontrollü salım özelliği kazandırabilir hale getirilir (Sarışık, 2002). Kapsüller büyüklüklerine göre sınıflandırılmaktadır. Kapsül büyüklüğü 1 µm'dan küçük ise nanokapsül, 1 ile 1000 µm arası ise mikrokapsül ve 1000 µm'dan büyük ise makrokapsül olarak tanımlanmaktadır (Pena ve ark., 2009).

2.1.1 Mikrokapsülasyon yöntemleri

Mikrokapsülasyon teknikleri, kimyasal ve mekanik yöntemler olmak üzere 2'ye ayrılmaktadır. Şekil 2,1'de yaygın olarak kullanılmakta olan mikrokapsülasyon yöntemleri gösterilmiştir. Bu yöntemler haricinde literatürde başka yöntemlere de rastlamak mümkündür. Üretim tekniği seçilirken çekirdek maddesinin özellikleri, elde edilecek partikül büyüklüğü, duvar maddesinin özellikleri ve üretilecek kapsülden beklenen performans gibi kriterlere dikkat edilmelidir (Teixeria, 2010).



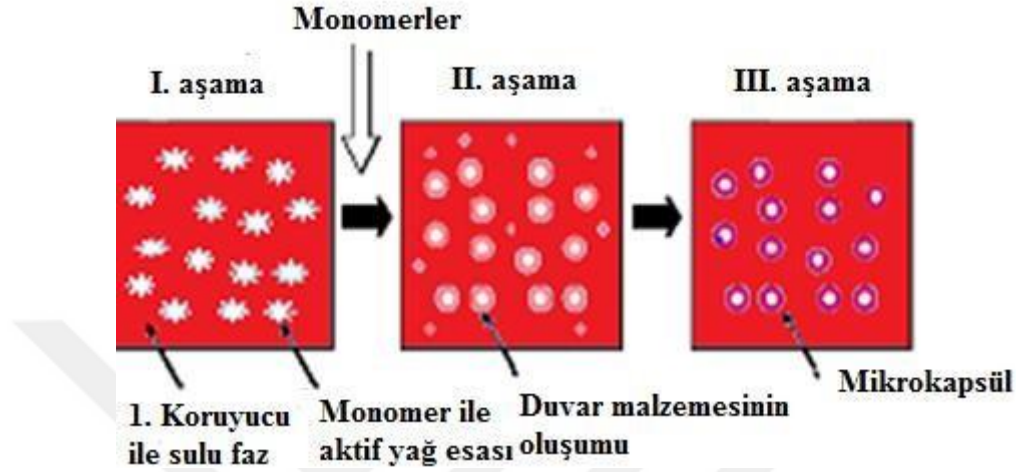
Şekil 2. 1. Yaygın kullanılan mikrokapsülasyon yöntemleri

Arayüzey polimerizasyonu

Arayüzey polimerizasyonun da birbirine karışmayan su ve organik fazın kesişme noktalarında, monomerler arasındaki reaksiyondan dolayı çekirdek maddesinin yüzeyinde polimer bir zar oluşur. Birbirine karışmayan su ve organik faz karıştırılarak temas eden yüzey alanı artırılır. Çekirdek maddesindeki monomer, içine jelleştirici bir monomer çözündürülmüş sıvı faza dispers edilir, daha sonra sıvı faz ve organik faz karıştırılarak kapsül üretilir. Reaksiyon çok hızlı gerçekleşir ve karıştırıcı hızına göre kapsül büyüklükleri değişir (Bouchemal ve ark., 2006). Şekil 2.2’de arayüzey polimerizasyonunun oluşumu gösterilmiştir.

Reaksiyon 3 aşamadan oluşmaktadır;

- 1- Su içerisinde yağın dağılımı (yağ-su emülsiyonu)
- 2- Kaplamanın oluşumu (eklenmiş monomerlerle arayüzey reaksiyonu)
- 3- Kaplamanın stabilizasyonu- olgunlaşma (Dubey ve ark., 2009).



Şekil 2. 2. Arayüzey polimerizasyonu ile mikrokapsül oluşumu

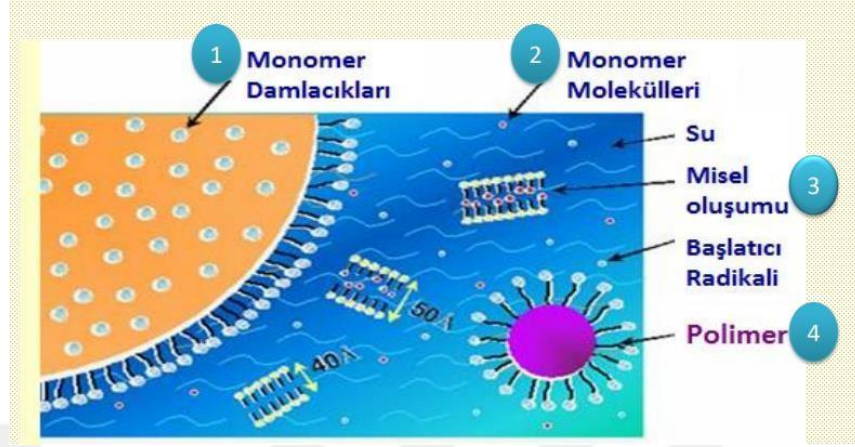
Emülsiyon polimerizasyonu

Emülsiyon polimerizasyonunda, monomer ile kapsüllenecek olan olan çekirdek malzeme, yüzey aktif madde sayesinde su içerisinde büyük monomer damlaları şeklinde emülsiyonlaştırılır. Suda çözünebilir yeteneği olan başlatıcı ilavesi ve ortam ısıtılarak polimerizasyon başlatılır. Misel oluşumu ile beraber, yüzey alanı farkından dolayı başlatıcı misellerle reaksiyona girmeye başlar. Misel içerisinde monomer polimerize olarak polimer taneciği şeklinde olarak mikrokapsüller üretilmiş olur (Dubey ve ark., 2009). Karıştırma hızı, mikrokapsüllerin boyutunu belirlemede etkilidir, yüksek hızlarda daha küçük boyutlu kapsüller üretilirken, düşük hızlarda mikrokapsüllerin boyutu artmaktadır (Özerdem, 2011). Emülsiyon polimerizasyonunun süspansiyon polimerizasyonuna göre en büyük avantajı daha küçük kapsüller üretilmesidir. Proses Harkins teorik modeli ile açıklanabilmektedir, Şekil 2.3’de gösterildiği şekilde 4 aşamadan oluşmaktadır.

- 1- Monomer damlacıklarının emülsiyon yapıcı maddeler tarafından sarılması
- 2- Monomerin başlatıcının çözüldüğü su fazı ortamına aktarımı

3- Polimer monomer kümelerinin oluşmaya başlaması

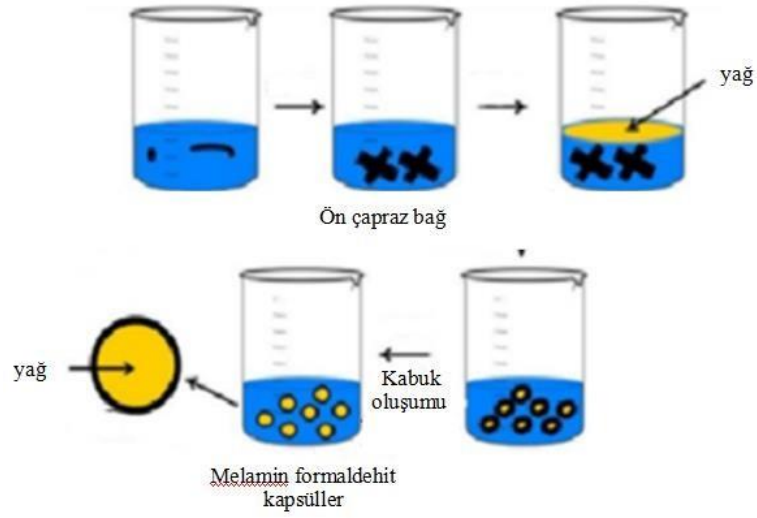
4- Polimer kümelerinin oluşması (Saçak, 2006).



Şekil 2. 3. Emülsiyon polimerizasyonun aşamaları

İn-situ polimerizasyonu

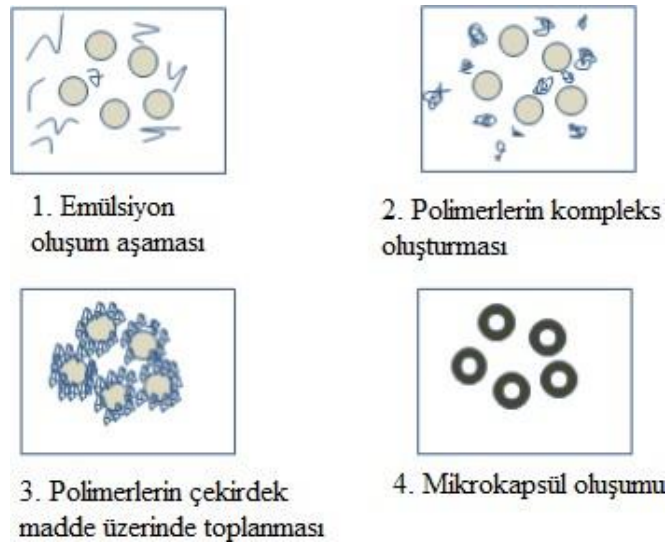
İn-situ polimerizasyon, arayüzey mikrokapsülleme tekniğine benzer şekildedir, sadece çekirdek maddeye reaktif haricinde herhangi ajan eklenmemektedir. Polimerizasyon sürekli fazda gerçekleşmektedir, arayüzey polimerizasyonunda ise sürekli faz ile çekirdek madde arasındaki arayüz'ün her iki tarafında oluşmaktadır (Nelson, 2013). İn-situ mikrokapsülleme tekniği, yaygın olarak üre ve melamin formaldehit kapsüllerin üretiminde kullanılmaktadır (Rodrigues ve ark., 2008). Şekil 2.3'de mikrokapsülleme aşamaları gösterilmiştir. Formaldehit kapsüllerin çevreye verdikleri zararlardan dolayı kullanımları kısıtlıdır.



Şekil 2. 4. İn-situ polimerizasyonun aşamaları

Faz Ayrımı (Koaservasyon) Yöntemi

Mikrokapsüleme verimi çok yüksek olarak, en yaygın kullanılan yöntemlerdendir. Basit ve kompleks koaservasyon olarak ikiye ayrılmaktadır. Basit koaservasyon yönteminde, jelatin kitosan gibi kolloidal çözünen maddeler kullanılırken, kompleks koaservasyonda ise zıt yüklere sahip iki kolloidal kullanılarak gerçekleştirilmektedir (Kaş, 2002). Şekil 2.5’de koaservasyon yöntemi ile mikrokapsül üretimi gösterilmiştir (Köksal ve Göde., 2017).



Şekil 2. 5. Faz ayrımı yöntemi ile mikrokapsül üretimi aşamaları

Süperkritik akışkan yöntemi

Süper kritik akışkanlar, sıvı ve gaz özellikleri taşıyan ve çok fazla sıkıştırılabilen gazlardır. Karbondioksit, alkanlar ve azot oksitler en yaygın kullanılanlarıdır. Sıcaklık veya basınçtaki çok küçük değişimler bile ancak kritik noktaya yakınken, süper kritik akışkanların yoğunluğunda çok büyük değişikliklere yol açmaktadır (Ocak, 2011). Süper kritik CO₂ ucuz ve yüksek saflıkta elde edilebilmesinden ve düşük kritik sıcaklık değerine sahip olmasından dolayı en çok kullanılan süper kritik akışkandır. Pestisitler, pigmentler, ecza maddeleri, vitaminler, koku ve tat veren maddeler ve boyalar bu yöntem ile kapsüllenebilmektedir (Topbaş, 2011).

Moleküler kapsülleme yöntemi

Tekstil malzemelerine antimikrobiyal, koku salımı gibi ekstra özellikler kazandırmak için içi boşluklu yapıya sahip siklodekstrinler yaygın olarak kullanılmaktadır. İnklüzyon yöntemi olarak bilinen, moleküler kapsülleme yöntemi içerik doldurma komplekslerinin hazırlanması esasına dayanmaktadır (Voncina ve Le Marechal., 2004).

Bu kimyasal yöntemlerin haricinde, aşağıdaki mekanik yöntemler ile de mikrokapsül üretimleri gerçekleştirilmektedir.

- Püskürterek kurutma yöntemi
- Soğutarak kurutma yöntemi
- Sıcak eriyik mikrokapsülasyonu
- Santrifüj yöntemi
- Rotasyonel süspansiyon ayırma yöntemi
- Akışkan yatak yöntemi

2.1.2 Mikrokapsülleme amaçları

- Sıvıların kolay taşınmasını sağlamak için katı hale getirmek.
- Uçucu maddelerin buharlaşma kaybını azaltmak.
- İstenmeyen tat ve kokuyu gizlemek.
- Geçimsizliği gidermek.

- Atmosfer koşullarından korumak.
- Stabilitiyi artırmak.
- Etki süresini uzatmak.
- Kontrollü salım yapan sistemleri üretmek.
- Toz ya da sıvıların katı halde akış özelliklerini düzeltmek, akıcılığı artırmak.
- Toz veya sıvıların katı halde basılabilirliğini ve konsolidasyonunu düzenlemek ve artırmak (Benita, 1996).

2.1.3 Tekstilde mikrokapsülasyon uygulamaları

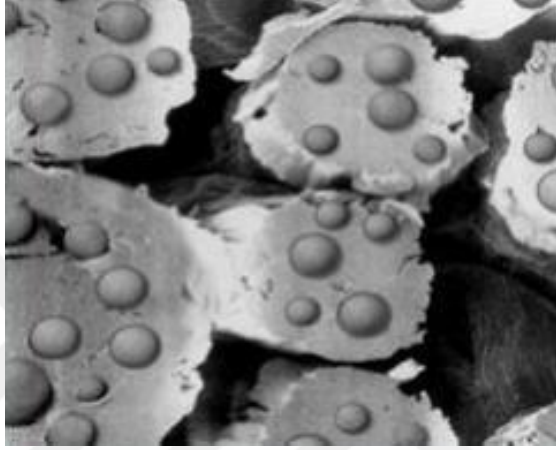
Teknolojik gelişmeler sayesinde, tekstil sektöründe de örtünme, soğuktan korunma ve güzel görünme gibi sebeplerin yanı sıra fonksiyonel özellik taşıyan ürünler tercih sebebi haline getirmiştir. Mikrokapsüller, uzun yıllardan beri tıp, farmakoloji, gıda vb. çok farklı alanlarda kullanılmaktadır. Mikrokapsül çalışmalarının tekstil malzemelerine uygulamaları, 1990' lı yıllara denk gelmektedir. Mikrokapsüllerin tekstil alanında dikkat çekmeleri, NASA (National Aeronautics and Space Administration) tarafından yapılan uzayda astronotların karşılaştıkları sıcaklık farklılıklarını gidermek için çalışılan bir projeye gerçekleşmişler ve faz değiştiren malzeme (FDM) içeren mikrokapsülleri (nonadekan) üretilmişlerdir. (Nelson, 2002). Son yıllarda mikrokapsüllerin tekstil alanında da kullanımı yaygınlaşmıştır (Monllor ve ark., 2007). Tekstil alanında özellikle ısı depolayan, antimikrobiyal, güç tutuşur, yara örtüsü, cilt bakım ürünleri ve kokulu ürünler üretiminde mikrokapsül teknolojisi kullanılmaktadır (Aydın ve ark., 2011).

Mikrokapsüllerin tekstil ürünlerine uygulanması, tekstilin bütün aşamalarında gerçekleşebilmektedir. Lif üretimi aşamasında mikrokapsüller tekstil malzemelerine katılabileceği gibi, yaygın olarak kumaş formunda bitim işlemleri ile eklenmektedirler. Mikrokapsüller, tekstil ürünlerine lif çekim esnasında, kaplama, emdirme ve çektirme yöntemleri ile katılabilirler.

Lif çekimi ile katılma

Lif çekim esnasında polimerlerin lif çekim yöntemine göre, polimer eriyiği veya çözeltisi içerisine mikrokapsüller eklenebilmektedir. Lif çekim esnasında mikrokapsüllerin lif

bünyesine katıldıkları zaman herhangi bir ek proses veya ard işleme gerek olmaması avantaj sağlarken, katılım sınırlı oranda olması dezavantajdır. Katılma yüzdesi artırıldığı zaman, liflerin fiziksel özelliklerinde (mukavemet, elastikiyet gibi) kötüleşme gerçekleşmiştir. Bu sebeple uygulanan kapsüllerden beklenen ekstra özellikler sınırlı kalmıştır. Outlast™ firması Şekil 2.6'da gösterilen akrilik lifi içerisine FDM mikrokapsülleri uygulamışlardır (Xiaoming, 2001).



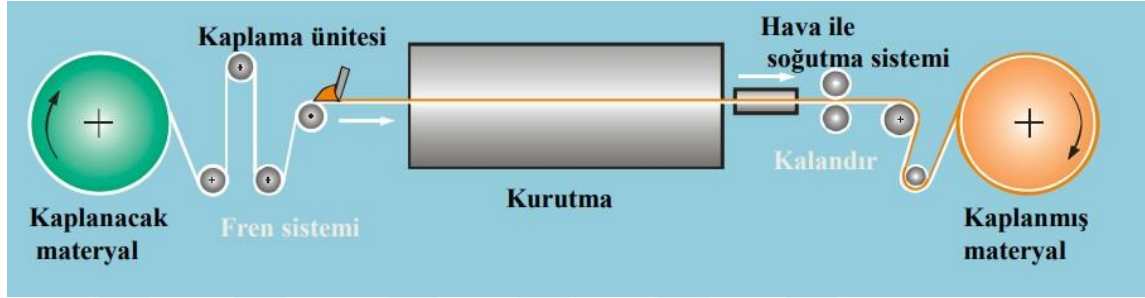
Şekil 2. 6. Mikrokapsül içeren akrilik lifleri (Outlast™)

Kaplama yöntemi ile katılma

Kaplama kumaşlar; örme, dokuma veya dokusuz yüzey teknolojisi ile üretilen kumaşların, tek veya çift yüzeyinin, kimyasal bir madde ile kaplanması ile üretilirler. Şekil 2.7'de temel prensibi gösterilen laminasyon ve kaplama teknolojisi, tekstil malzemelerine ekstra özellik kazandırmak, geliştirmek veya değiştirmek için, kaplama malzemesi (film, köpük, polimer vb.) ile kaplanan malzemelerin avantajlarını birleştirmek amacıyla yapılır (Öner, 2009). Tekstil sanayinde aşağıda gösterilen farklı birçok kaplama tekniği kullanılmaktadır.

- Bıçaklı kaplama
- Silindirik kaplama
- Daldırma tekniği ile kaplama
- Transfer kaplama
- Rotasyon baskı tekniği ile kaplama

- Püskürtme kaplama
- Kalender ile kaplama
- Sıcak eriyik ile kaplama
- Plazma teknolojisi ile yüzey işlem ve kaplamaları
- Sol-gel tekniği ile kaplama



Şekil 2. 7. Kaplama işleminin şematik gösterimi

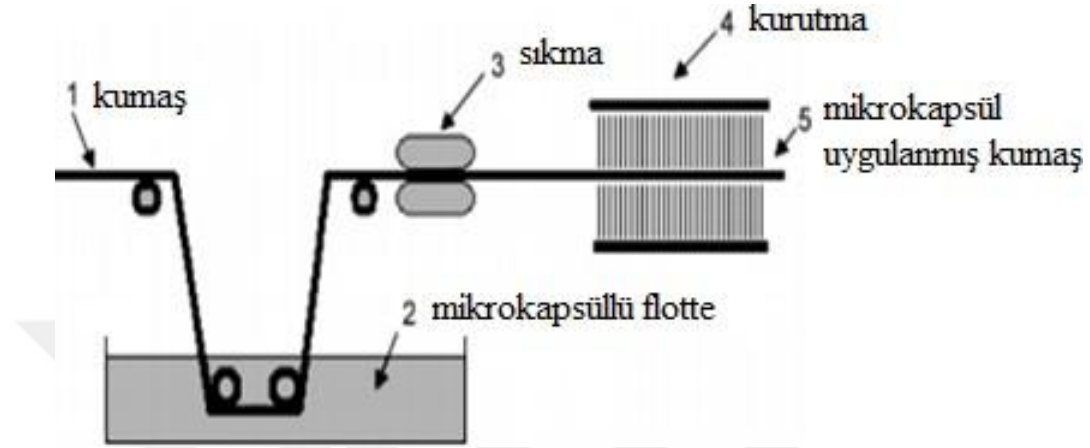
Kaplama yöntemi ile kumaşlara daha yoğun olarak mikrokapsül uygulaması yapılabilmektedir, fakat kumaşların gözeneklerinin kapanmasından dolayı hava ve nem geçirgenlikleri düşmektedir (Şirin Deveci, 2009). Klasik kaplama teknolojilerinin yansıra, son zamanlarda sol-gel ve plazma teknolojisinin kullanımı da yaygınlaşmaktadır. Literatürde kaplama yöntemi ile mikrokapsül uygulaması olarak farklı çalışmalara rastlanmaktadır (Kim ve Cho., 2002; Ching ve Cho., 2004; Önder ve ark., 2008; Koo ve ark., 2008).

Mikrokapsüllerin bitim işlemleriyle tekstil malzemelerine (emdirme ve çektirme) katılması

Tekstil malzemelerinde en yaygın kullanılan bitim işlemleri çektirme ve emdirme yöntemidir. Mikrokapsüller ise avantaj ve dezavantajlarını değerlendirdiğimizde en uygun yöntem olarak emdirme yöntemi çıkmaktadır.

Emdirme yöntemi; mikrokapsül ve diğer yardımcı kimyasalları (çapraz bağlayıcı, köpük kesici, yumuşatıcı vb.) içeren bir flotte içerisinde kumaş geçirilip, sıkma silindirleri arasından geçirilerek sıkılma ve daha sonra kurutma ve fiksaj işleminin yapılması prensibine dayanmaktadır. Çözeltinin mikrokapsül oranı, fulard hızı, sıkma silindirlerinin

basıncı ve kumaş özellikleri direk olarak mikrokapsül alımını etkilemektedir (Salaün ve ark., 2010; Alay ve ark., 2011). Şekil 2.8’de emdirme işlemi ile mikrokapsül uygulaması gösterilmektedir.



Şekil 2. 8. Emdirme yöntemi ile mikrokapsül uygulaması

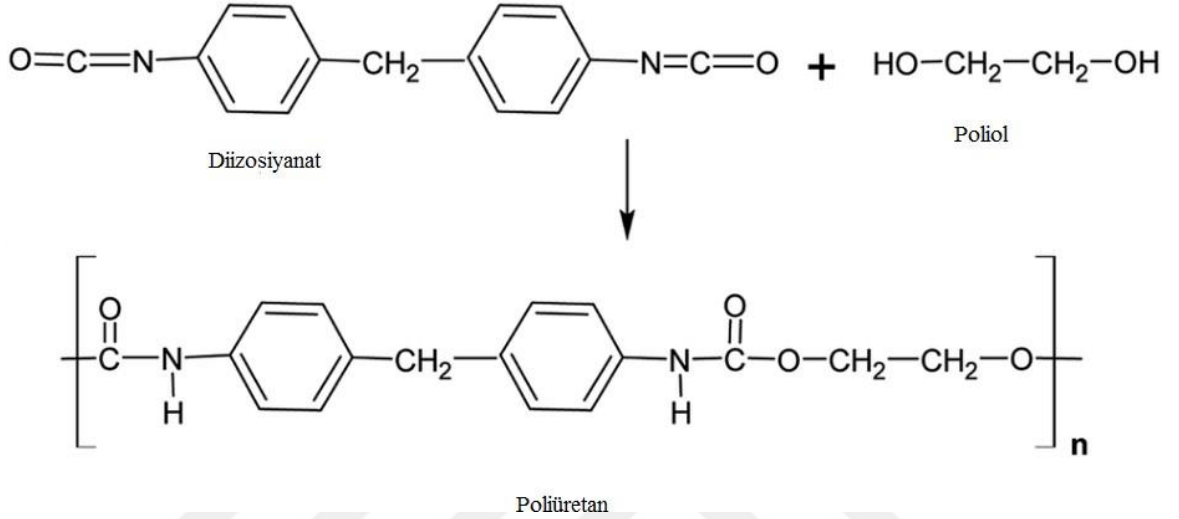
Çektirme yöntemi; mikrokapsül ve diğer yardımcı kimyasallarla beraber kumaşın bir banyo içerisinde uzun süre bekletilerek mikrokapsüllerin liflerin arasında yerleşmesi sağlanır. Çektirme yöntemi tekstil boyacılığında yaygın olarak kullanılmaktadır. Üretim hızı emdirme yöntemine göre düşüktür. Çektirme yöntemi ile emdirme yönteminden daha fazla mikrokapsül tekstil malzemelerine uygulanabilirken, uygulama proses uzunluğu ve hareketin daha fazla olmasından dolayı, mikrokapsüllerin zarar görme ihtimalleri yüksektir (Aydın ve ark., 2014).

2.2 Poliüretanlar

Poliüretanlar çok yönlü malzemelerden biri olarak endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Poliüretanın ilk sentezi Almanya’da 1937 yılında Otto Bayer ve çalışma arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir. Tekstil endüstrisinde de lif olarak üretimi yapılmakta ve elastomerik liflerin üretiminde kullanılmaktadır. Poliüretan elastomerlerin üretiminde çeşitli izosiyanat ve dioller kullanılarak liflerin yapısında sert ve yumuşak birimlerin beraber bulunması sağlanır. Yumuşak bölgeler liflerde uzama yeteneğinin oluşmasını sağlar ve amorf yapıda olup kolaylıkla deforme olurlar. Sert bölgeler ise

kısadır ve polimer zincirleri arasında çapraz bağ görevi oluşturarak yapının bir arada kalmasını sağlar (Howard, 2002)

Poliüretan sentezinde çeşitli izosiyanatlar ve farklı molekül ağırlığında polioller kullanılmaktadır. Şekil 2.9’da poliüretanların temel üretim şeması gösterilmiştir.

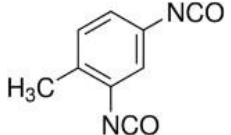
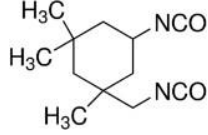
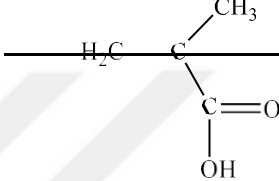



Şekil 2. 9. Poliüretanın temel üretim şeması

2.2.1 İzosiyanatlar

Poliüretanların üretimi için iki veya daha fazla -NCO grubu içeren izosiyanatlar gereklidir. İzosiyanatlar reaktif grup olmasından dolayı -OH ve -NH fonksiyonel gruplarla çok hızlı etkileşime girerek farklı ürün oluşturabilirler (Randall ve Lee., 2002). Çizelge 2.1’de farklı izosiyanatlar kimyasal formülleriyle beraber gösterilmiştir.

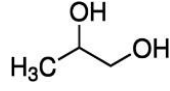
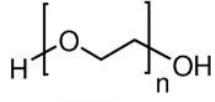
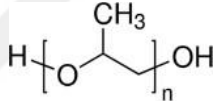
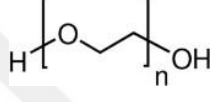
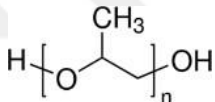
Çizelge 2. 1. Farklı yapıdaki izosiyanatlar

İzosiyanat	Lineer formül	Kimyasal yapısı
Toluen 2,4 diizosiyanat	$C_9H_6N_2O_2$	
İzofurandiizosiyanat	$OCNC_6H_7(CH_3)_3CH_2NCO$	
Metilenbisfenilendiizosiyanat	$C_{14}H_{10}O_2$	
Hekzametilendiizosiyanat	$OCN(CH_2)_6NCO$	

2.2.2 Polioller

Polioller, polyester ve poliüretanların yapıtaşlarını oluşturan polihidroksi bileşikleridir. Polioller petrokimya ürünü olarak sentez edilebilmektedir, fakat son zamanlarda maliyet yükselmesi ve çevresel sorunlardan dolayı alternatif kaynaklara yönelinmiştir. Bitkisel yağlardan (soya, mısır, palm, ayçiçek yağı gibi) polioller üretimi yapılmaktadır (Behrendt, 2009). Polioller çok farklı molekül ağırlığında ve Çizelge 2.2’de bazı örnekleri gösterilen çeşitte endüstride geniş uygulama alanına sahiptirler.

Çizelge 2. 2. Poliöl çeşitleri

Poliöl	Kapalı formül	Kimyasal yapı
Etilen glikol (EG)	$\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	$\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$
Propilen glikol (PG)	$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$	
Poli(etilen glikol) 400 (PEG ₄₀₀)	$\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{400}\text{OH}$	
Poli(propilen glikol) 400 (PPG ₄₀₀)	$\text{H}[\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2]_{1000}\text{OH}$	
Poli(etilen glikol) 1000 (PEG ₁₀₀₀)	$\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{1000}\text{OH}$	
Poli(propilen glikol) 1200 (PPG ₁₂₀₀)	$\text{H}[\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2]_{1200}\text{OH}$	

2.2.3 Poliüretanların kullanım alanları

Poliüretanları, endüstride 4 ana grup (köpük, fiber, kaplama ve elastomer) olarak aşağıda belirtilen alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Hoşgör, 2011).

- İnşaat ve tüm yapı sektörü
- Taşımacılık
- Mobilya sektörünün farklı kademelerinde
- Cihaz ve alet üretimi sektörü
- Ambalajlama sanayi
- Tekstil sanayi
- Su depolarında sızdırmazlık istenen yerlerde
- Bina temelleri

- Hayvan barınakları ve üretim çiftlikleri
- Evlerin çatıları
- Soğuk gıda depoları
- Makine ve elektronik sektörü

2.3 Kontrollü salım

Kontrollü salım sistemleri, 1950 yılların başlarında polimerik sistemlerin geliştirilmesi ile beraber uygulanmaya başlanmıştır. Öncelikle deniz kirlenmesini önleyici maddeler geliştirilmiş, 1970'li yıllarda gübre sanayinde uygulamalar başlamıştır. Daha sonra ilaç, kozmetik, antimikrobiyal uygulamalar, tarım, tekstil gibi çok geniş alanlarda kullanılmaya başlanmıştır (Jantsen ve Robinson., 2002).

Kontrollü salım sistemleri etkin maddenin bölgesel veya sistematik olarak önceden belirlenmiş oranlarda ve spesifik zaman aralıklarında salım yapmasını sağlar (Sözmen, 2008). Yaygın olarak kontrollü salım sistemleri ilaç sanayinde kullanılmaktadır ve kullanılan dış kabuk polimerinin özelliklerine göre salınım miktarı değişmektedir. Son yıllarda koku maddelerinin tekstil malzemelerine uygulanarak daha uzun süre etkili malzemeler üretilmektedir.

Doğal (lipitler, proteinler, karbonhidratlar, amino polisakkaritler) ve sentetik (polilaktik asit, polikaprolakton, polietilen glikol, polikarbonat, polistiren) polimerler etkin maddenin, sistem ve taşıyıcıdan salım hızını kontrollü bir şekilde sağlayabilmek için yaygın olarak kullanılırlar. Sentetik polimerler biyolojik olarak parçalanmayan ve parçalanmayan olarak kontrollü salım sistemlerinde kullanılırlar (Göpferich, 1996).

Kontrollü salım sistemleri, etkin maddenin ortama salımını kontrol eden sisteme göre sınıflandırılır. Bunlar;

1. Difüzyon kontrollü sistemler

- Membran sistemler,
- Matris sistemler

2. Kimyasal kontrollü sistemler

- Biyolojik olarak aşınabilen sistemler,
- Zincire takılı sistemler

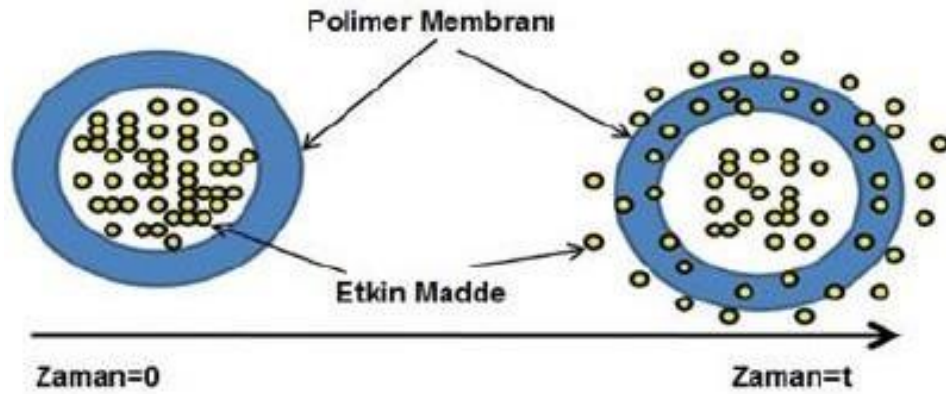
3. Çözücünün harekete geçirdiği sistemler

- Şişme kontrollü sistemler,
- Ozmotik kontrollü sistemler

4. Diğer sistemler

- Manyetik kontrollü sistemler,
- Ultrasonik kontrollü sistemler ve
- Ortama duyarlı sistemlerdir.

Kontrollü salım sistemlerinde salımın nasıl yapıldığını gösteren temsili bir gösterim Şekil 2.10'da gösterilmektedir.



Şekil 2. 10. Kontrollü salım sistemi mekanizması (Sözmen., 2008)

2.3.1 Mikrokapsüllerle kontrollü salım

Kapsüllerden çekirdek malzemelerin salım hızını etkileyen en önemli parametreler salım mekanizması, polimerik duvarın yapısı, yoğunluğu, geçirgenliği ve biyolojik

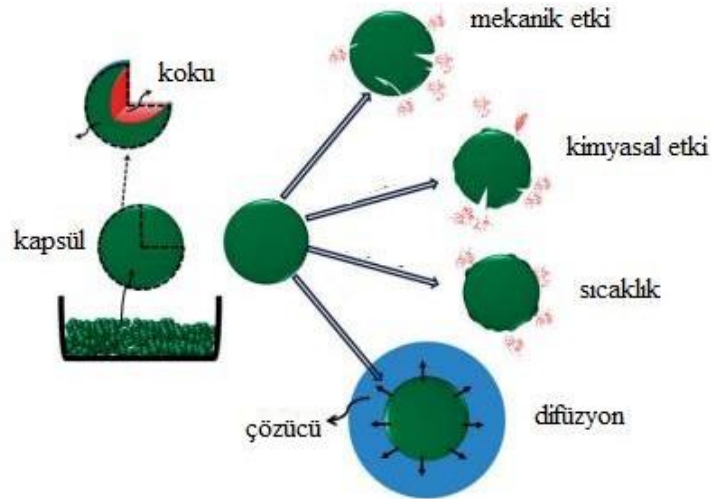
özellikleridir. Genel olarak kapsüllerden çekirdek malzemenin salımı Şekil 2.11’de gösterildiği gibi dört salım mekanizması ile olmaktadır.

1. Mekanik etki: Baskı, sürtünme gibi fiziksel dış kuvvetlerle polimerik kapsül duvarının parçalanması ile

2. Kimyasal etki: pH, sıcaklık, enzimatik uygulama ve kabuğun uygun çözücüde çözünme gibi kimyasal uygulamalarla, çekirdeğin kapsül duvarından kontrollü salımı

3. Sıcaklık etkisi: Kapsül duvarının erime sıcaklığına bağlı olarak kontrollü salım yapan sistemlerdir. Çekirdek malzemenin erime sıcaklığı, duvar malzemesinde daha düşük malzemeler seçilerek kapsüller hazırlanır. Kapsül duvarının erimesi sonucunda iç malzeme serbest kalır veya yok olur.

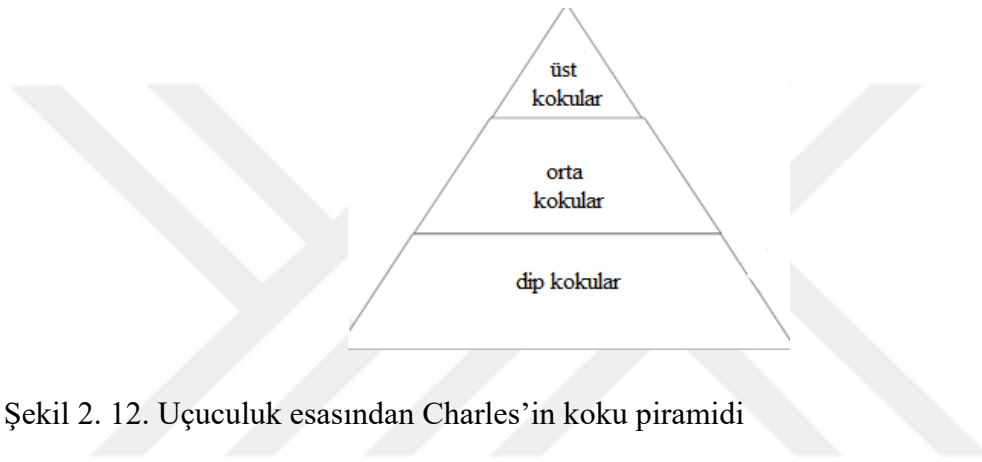
4. Difüzyon etkisi: Kapsül duvarında bulunan su gibi dış sıvıların difüzyonu temeline dayanmaktadır. Duvar matriksinde bulunan sıvının geçirgenliği ve çözünebilirliğine bağlı olarak salım değişmektedir. Difüzyon kapsülün iç ve dış tarafındaki basınç farkından dolayı gerçekleşmektedir ve çekirdek malzeme duvar dışına taşınmaktadır (Ronald, 1998; Bishop ve ark., 1998; Madane ve ark., 2006; Cheng ve ark., 2006).



Şekil 2. 11. Mikrokapşüllerden koku salım mekanizması (Ghayempour ve Montazer., 2016)

2.4 Koku maddeleri

Koku, burundaki özel sinirler aracılığıyla hissedilebilen, havada çözülmüş olarak bulunan çok küçük orandaki kimyasallardır. Kokular, parfüm olarak bilinen, uçucu kimyasalların uyumlu bir karışımıdır. Parfüm Latince duman yoluyla anlamına gelen ‘per fumum’ olarak tanımlanmaktadır. Charles’e göre Şekil 2.12’de gösterilen koku piramidi özelliklerine göre üst, orta ve dip kokular olmak üzere üç bölüme ayrılmaktadır (Ma ve Yamaguchi., 2001).



Şekil 2. 12. Uçuculuk esasından Charles'ın koku piramidi

Koku maddeleri, tekstil endüstrinde aromaterapi, güzel koku, antimikrobiyal ve medikal tekstiller olarak uygulanabilmektedir. Koku maddelerini tekstil malzemelerine direk olarak uyguladığımızda uçucu özelliklerinden dolayı etki süreleri sınırlı kalmaktadır (Rodrigues ve ark., 2008). Bu yüzden çeşitli mekanizmalarla çalışan, farklı kokular, farklı uygulamalarla literatürde çok fazla çalışılmıştır.

Çizelge 2. 3. Firmaların patentli koku kapsül ürünlerine bazı örnekler

Firma İsmi	Mikrokapsül
Firmenich (2007)	Poliüre-poliüretan duvar tabanlı guadinli parfüm içeren mikrokapsüller
BASF Aktiengesellschaft (2006)	Poliüre duvar malzemeli mikrokapsüllerin üretimi

The Hong Kong Polytechnic University (2004)	Faz deęiřtiren maddelerle mikrokapsül üretimi ve termal konfor için tekstil uygulamaları
National Center for Scientific and Technical (CNRS) (2004)	Yaę maddeleri veya řeker içeren mikrokapsüllerin üretimi
Bayer Corporation (2002)	Guadin. poliamid ve poliizosiyanat duvar malzemeli mikrokapsüllerin üretimi ve tekstil uygulamaları
Sara Lee Corporation (2002)	Tekstil malzemelerine (nylon) mikrokapsüllerin uygulanması
3M Innovative properties company (2001)	Hidrojel teknolojisi ile koku mikrotanelerinin üretimi
Givaudan Roure (International) SA (2000)	Koaservasyon prosedüri ile amfifilik koku maddesinin üretilmesi
Aero, Kemica, Graficna in Papirna Industrija, D.O.O. (1996) Arcade, Inc. (1991)	Melamin formaldehit ve üre formaldehit koku kapsüllerinin üretilmesi
Arcade, Inc. (1991)	Parfüm içeren mikrokapsüllerin etilselüloz duvar malzemesi ile üretilmesi

Koku kapsülleri, firmaların patentli ürünleridir ve üretimleri hakkında pek fazla bilgi bulunmamaktadır. Koku kapsüllerinin üretimi ve tekstil endüstrisinde uygulamalarında firmaların patentli ürünleri Çizelge 2.3’de gösterilmiştir (Rodrigues ve ark., 2008).

Ticari olarak ulařılabilen koku mikrokapsüllerin çoęunluęu aminformaldehit tabanlıdır, fakat çevresel etkilerden dolayı kullanımı kısıtlıdır (Leclerg ve ark., 2009). Koku ve parfüm içeren mikrokapsüller kompleks koaservasyon yöntemiyle jelatin ve arap zamkı kullanılarak çok farklı boyutlarda üretilir. Bu yöntemde mikrokapsüller birbirine yapışabilir ve parçacık büyüklüęü deęiřken aralıklarda daha iri tanecikler oluşturabilir, ayrıca genellikle düşük molekül aęırlıklı polimerler kullanıldığından dolayı mikrokapsülün dış etkilere karşı mekanik dayanımı düşüktür ve çabuk kırılır. Bu yüzden

dış kabuk olarak poliüretan ve poliüre sistemlerinde en etkili yöntem iyi mekanik özelliklerinden dolayı arayüzey polimerizasyonudur (Puslar ve ark., 2015). Bu yüzden, tez kapsamında arayüzey polimerizasyon tekniği seçilerek poliürütan mikrokapsüllerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

Koku maddeleri, tekstil endüstrisinde aşağıdaki uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır;

- Kokulu tekstiller
- Aromaterapi etkili tekstiller
- Antimikrobiyal tekstiller
- Medikal tekstiller
- Haşere kovucu tekstiller

Aromatik bitkilerden elde edilen uçucu yağlar, esansiyel yağlar olarak da bilinmektedir. Kokuların insan davranışlarını etkilediği ve günlük hayatta etken maddelerinin insan psikolojisini ve hayat konforunu iyileştirdiği literatürde birçok araştırma ile gösterilmiştir. Bazı uçucu yağların çeşitli davranışlarını ne yönde etkilediği Çizelge 2.4'de gösterilmiştir (Çimen, 2007). Bu çalışmalarda en yaygın kullanılan uçucu yağ lavanta olmuştur.

Çizelge 2. 4. Bazı uçucu yağların faydalı etkileri

Uçucu yağ	Etki
Lavanta	Uyku getirici, tansiyon düşürücü, birleştirme, adet düzenleyici, ağrı kesici, ter attırıcı, toksik giderici
Limon	Yatıştırma, sakinleştirme, kilo azaltma,
Kekik	Diüretik, unutkanlık azaltma, mide rahatlatma, ter attırma, ishal giderme, ağrı azaltma
Karanfil	Romatizma iyileştirici, birleştirme, iştah açma, ishal giderici

Nane	Yatıştırma, adet düzenleyici, iştah açıcı, ishal giderici, ağrı kesici mide rahatlatıcı
Soğan	Yatıştırma, unutkanlık azaltıcı, mide rahatlatıcı, ağrı kesici, romatizma iyileştirici, kilo azaltıcı
Yasemin	Anksiyete, alerji giderici, gerginlik azaltıcı, yaşlanma azaltıcı (cilt uygulaması)

2.5 Lavanta yağı

Lavanta, ballıbabagiller (Lamiaceae) familyasından çok değerli bir uçucu yağ bitkisidir. Bilinen çoğu Akdeniz kökenli 39 farklı çeşit lavanta bulunmaktadır. Bunlardan üç tanesinin ticari olarak uçucu yağ kalitesi yüksektir. Bunlar;

- İngiliz lavantası (*Lavandula angustifolia*)
- Hibrit lavanta (*Lavandula intermedia*)
- Spike lavantası (*Lavandula spica*)'dır.

İçerdikleri değerli esansiyel yağlardan dolayı parfüm ve ilaç sanayinde yaygın olarak bu üç tür lavanta kullanılmaktadır. (Kara ve Baydar., 2013).

Lavanta yağının en önemli esansiyel yağ bileşikleri linalol, linalil asetat ve sineol' dur. Bunların içerisinde lavantanın kalitesini belirleyen linalil asetat en önemlisidir (Ünal, 2018). Esansiyel yağlar solunum, masaj veya oral yoldan kullanılabilir. Lavanta yağının faydaları üzerine çalışmaları incelediğimizde lavanta yağında bulunan linalool ve linalil asetatın narkotik ve yatıştırıcı etkisi olduğu görülmektedir (Fayazi., 2011). Gednay ve arkadaşları 5 damla lavanta yağını pamuklu gazlı beze uygulayarak hastaların yanına koymuşlar ve kısa süre içerisinde solunum yoluyla uyku kalitesinin arttığını tespit etmişlerdir (Gednay ve ark., 2004). Ayrıca Peng ve arkadaşları lavanta yağından salınan asetikolinin uykuya geçişte rahatlatıcı etkisini tespit etmişlerdir (Peng ve ark., 2009).

2.6 Literatür özeti

Koku maddeleri, tekstil materyallerine uçucu özelliklerinden dolayı doğrudan uygulanamamaktadırlar (Rodrigues ve ark., 2008). Bu yüzden koku maddeleri bir duvar içinde kapsülendirilerek dış etkilerden korunmakta ve böylece tekstil malzemelerine applike edilmektedir. Kullanım esnasında da dış etkiler sayesinde kapsül duvarının kırılması veya mikrokapsülün duvarından koku maddesinin salınması sağlanmaktadır (Aydın ve ark., 2011; Rodrigues ve ark., 2008).

Önceki çalışmaları araştırdığımızda koku kapsüllerinin üretiminin polimer kabuğun dış etkilerle (nem, sıcaklık, ışık, ısı, mekanik etki vb.) kırılarak kokunun dışarı yayılması veya koku maddesinin kendisini çevreleyen bir kapsül duvardan kontrollü salınımı esasına dayandığını görmekteyiz (Azizi ve ark., 2013). Şekil 2.13’de tekstil malzemesine uygulanmış koku kapsülünden salım mekanizması gösterilmiştir.



Şekil 2. 13. Tekstil malzemesine uygulanmış koku mikrokapsülünün şematik gösterimi
1-Kumaş, 2- Koku maddesinin salınımı, 3- Çapraz bağlayıcı (Teixeira ve ark., 2011).

Literatürde koku maddesi olarak limon, portakal, yasemin, lavanta, gül gibi çeşitli koku maddeleri kapsülendirilerek tekstil malzemelerine uygulanmıştır (Ghayempour ve Montazer., 2016).

Hong ve Park migrin yağını melamin ve formalin duvar malzemesi, sodyum lauril sülfat (SLS) emülsülfier ve polivinialkol (PVA) koruyucu maddesi ile in situ polimerizasyon yöntemiyle kapsülleyerek, baskı işlemi ile pamuk kumaşlara akrilik binder kullanarak uygulamışlardır. Uygulanan kapsüller yaklaşık olarak 15 yıkama dayanımı

göstermişlerdir. 5 µm'dan küçük üretilen mikrokapsüller kumaş yüzeyinde düzgün olarak dağılmıştır (Hong, 1999; Park, 2000).

Hong ve Park diğer bir çalışmalarında ise koku maddesini farklı molekül ağırlığında PEG kullanılarak arayüzey polimerizasyon tekniği ile poliüretan mikrokapsüller üretmişlerdir. PEG'ün molekül ağırlığının direk olarak koku salım süresine etki ettiğini tespit etmişlerdir. Molekül ağırlığı arttıkça koku salınım süresi uzamıştır (Hong, 1999; Park, 1999).

Li ve arkadaşları (2008), poliüretan ve akrilik ve dimetil hidroksi etilen binderleri ile limon yağı içeren mikrokapsülleri pamuk kumaşlara uygulamışlardır. 25 yıkama sonunda akrilik binderlerin diğerlerine göre daha iyi yıkama sonuçları elde etmişlerdir. Kurutma yöntemi olarak mikrodalga, infra-red ve konveksiyonel sıcak kurutma kullanmışlar ve mikrodalga kurutmada daha az mikrokapsül kaybı yaşamışlardır.

Rodrigues ve arkadaşları (2009), tarafından çekirdek maddesi olarak limon yağı içeren poliüretan-üre mikrokapsüller ortalama 10 µm olarak arayüzey polimerizasyonu ile üretilerek, tekstil ürünlerine applike edilmiştir. Daha sonra kuru temizleme sonucunda tekstil ürününden uzaklaşmasını incelemişlerdir. Limon yağı azalma oranını bir kez kuru temizleme sonucunda %24, beş kez kuru temizleme sonucunda ise hemen hemen tamamının uzaklaştığını tespit etmişlerdir. Aşınma testi sonucunda ise azalma oranını 3000 devir sonrası %40, 9000 devir sonrası % 60 olarak tespit etmişlerdir.

Also ve Specos (2010) çalışma grupları ile beraber, jelatin ve Arap zıncığı kullanarak kompleks koaservasyon yöntemi ile elde ettikleri limon kokusu içeren kapsülleri kaplama yöntemi ile pamuklu kumaşlara aktarmışlardır. Çapraz bağlayıcı olarak gluteraldehit tercih ederek başarılı sonuçlar elde etmişlerdir.

Feczko ve arkadaşları (2010) tarafından vanilin koku maddesini, yağ içinde su çözücü buharlaştırma yöntemine göre etil selüloz kullanarak mikrokapsüller üretmişler ve tekstil malzemelerinde koku salım süresini uzatmaya çalışmışlardır. Etilselülozun cinsi ve konsantrasyonunun mikrokapsüllerin büyüklüğünü direk olarak etkilediğini tespit etmişlerdir. Daha sonra üretilen mikrokapsüller 1,2,3,4 bütantetrakarboksilik asit çapraz

bağlayıcılar kullanılarak kitosan ile kaplanmıştır. Kaplama neticesinde koku salınımının yavaşlayarak daha uzun süre etki ettiğini tespit etmişlerdir.

Aydın ve arkadaşları (2011), lavanta yağı içeren poliüretan mikrokapsülleri (Bayscent Lavender) akrilik el örgüsü ipliklere çektirme ve emdirme yöntemleri ile uygulamışlardır. Mikrokapsüllerin yüzeye bağlanmasında nano poliüretan çapraz bağlayıcılar kullanılmıştır. Yıkama ve sürtme testleri sonrasında mikrokapsül miktarındaki değişim araştırılmıştır. Özellikle ilk yıkama sonrasında mikrokapsüllerin yoğun bir şekilde uzaklaştığı, beşinci yıkama sonrasında ise mikrokapsül miktarının ilk yıkama sonrasına göre önemli miktarda değişmediğini gözlemlemişlerdir. Sürtme testleri sonucunda kumaş yüzeyindeki azalan mikrokapsül miktarının yıkama işlemine göre daha az olduğu ve yaş sürtme işleminin kuru sürtme işlemine göre mikrokapsüllere daha fazla zarar verdiği tespit edilmiştir. Emdirme ve çektirme yöntemine göre mikrokapsül uygulama verimliliği karşılaştırıldığında ise hem maliyet hem de kalıcı koku etkisi açısından emdirme metodunun daha etkili olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Tekin ve arkadaşları (2013), poliüretan-üre mikrokapsüllerini çekirdek maddesi olarak Teddysoft™ (EPS) kullanarak arayüzey polimerizasyonu ile üretmişlerdir. Ortalama 10-80 µm arasında değişen mikrokapsülleri farklı karıştırma hızlarında üretmişlerdir. SEM görüntülerinde karıştırma hızına göre mikrokapsüllerin boyut ve morfolojilerinin değiştiğini tespit etmişlerdir. Karıştırma hızını 2000 d/dk, 4000 d/dk ve 6000 d/dk olarak 3 farklı hızda mikrokapsüllerin boyutlarını analiz etmişlerdir. Hız artışı ile mikrokapsüllerin boyutunun küçüldüğünü belirtmişlerdir. Çizelge 2.4'de farklı çalışma hızlarında mikrokapsül boyutları gösterilmiştir.

Çizelge 2. 5. Farklı karıştırma hızlarında mikrokapsül boyut değişimleri

Karıştırma Hızı (d/dk)	Mikrokapsül Boyutu
2000	50-80 µm
4000	20-30 µm
6000	10-20 µm

Azizi ve arkadaşları (2013) tarafından yapılan çalışmada, neroline koku maddesi poliüretan kabuk maddesi ile arayüzey polimerizasyonu yöntemiyle mikrokapsülenerik ortalama 27 µm büyüklüğünde üretilmiştir. Üretilen mikrokapsüller poliamid tekstil ürünlerine akrilik çapraz bağlayıcılarla (RESACRIL BD CONC. 50 g/l) 15 dk bekletilerek çekirme yapılmış, 100 °C'ta 5 dk kurutulmuş ve 120 °C' ta fikse edilmiştir. Yapılan çalışma sonrasında poliamid kumaş yıkama testine tabi tutulmuştur. 5 yıkama sonrasında mikrokapsüllerin yaklaşık %30'u, 20 yıkama sonrasında ise yaklaşık %70'i kumaştan uzaklaşmaktadır. 35 yıkama sonrasında ise mikrokapsül kumaşa hemen hemen kalmamaktadır.

Suthaphot ve arkadaşları (2014), pamuklu tekstil malzemelerine farklı aromaterapi etkisine sahip ortalama 2.4 µm büyüklüğündeki koku kapsüllerini emdirme yöntemiyle uygulamışlardır. Emdirme işleminden sonra ıslak olan tekstil malzemesinin kurutulması sırasında bazı koku kapsüllerinin sıcaklık etkisi ile zarar gördüğünü tespit etmişlerdir. Çalışmalarında emdirme işleminden sonra kurutmayı oda sıcaklığında yaptıklarında hiçbir koku kapsülünün zarar görmediğini açıklamışlardır.

Koç ve arkadaşları (2014), çekirdek materyali olarak çay ekstresi ve β-karoten'i, arap zankı ve etil selüloz çeper maddeleri ile kompleks koaservasyon yöntemiyle kapsülleyerek kumaşa transfer etmişlerdir. Bu kumaşların UV koruyucu özelliklerini incelemişlerdir.

Göde ve Kebapçı (2014), kompleks koaservasyon yöntemiyle çekirdek materyali olarak gül esansını, duvar maddesi olarak jelatin ve Arap zankı kullanarak farklı çapraz bağlayıcılarla ve farklı duvar maddesi oranlarında çalışmalar yapmışlardır. En iyi çapraz bağlayıcının glutraldehit ve polimer duvar malzeme oranının 1:1 olduğunu GC-MS analizinde tespit etmişlerdir.

Biswas ve arkadaşları (2015) tarafından çekirdek maddesi olarak yasemin yağı içeren melamin formaldehit mikrokapsülleri ortalama 2.53 µm olarak in-situ polimerizasyon tekniğiyle üreterek, jüt tekstil ürünlerine applike etmişler ve aroma terapi etkisini yatak tekstil ürünlerinde araştırmışlardır. Tekstil ürünlerine applike işlemi sırasında poliüretan ve poliakrilat binderler kullanarak yıkama dayanımlarını artırmışlardır. Binder ve kumaş

arasındaki yapışma etkisini ise sodyum-klorit kullanarak sağlamışlardır. Ayrıca on yıkama boyunca aromaterapi etkisinin devam ettiğini tespit etmişlerdir.

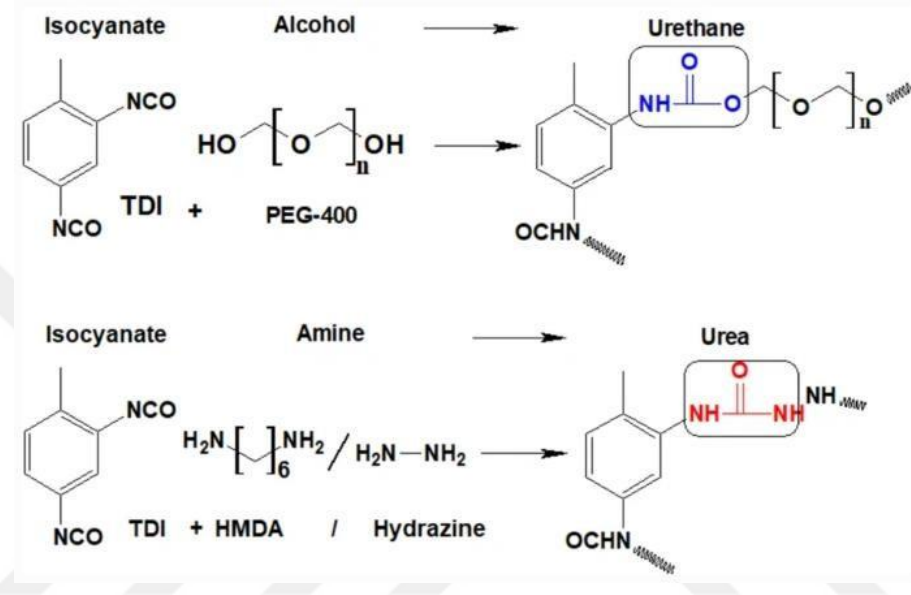
Puslar ve arkadaşları (2015) tarafından poliüretan ve poliüre mikrokapsülleri arayüzey polimerizasyon tekniği ile portakal yağı çekirdek maddesini 4,4-metilen difenil diisosiyanat ve 2,2 toluen diisosiyanat ile 1: 0.2 molar oranında yağda çözünür monomer olarak karıştırmışlardır. Dış kabuk kompozisyonunun, inceliğinin ve diğer özelliklerinin yağda çözünen monomer miktarına ve suda çözünen zincir büyüklüğe göre değiştiğini tespit etmişlerdir. Çalışmada amin grup temelli etilendiamin ve dietilentriamin ile hidroksil grup temelli 1,4 bütandiol ve PEG₄₀₀ kullanmışlardır. Portakal yağının salınım miktarının PEG kullanınca hızlandığını fakat multi-fonksiyonel zincirler (etilendiamin) kullanarak daha yavaş salınım yaptığını ve mekanik direncinin yükseldiğini tespit etmişlerdir.

Sarışık ve Kartal (2015), koku maddesi olarak limon yağını lipozomlar içerisine kapsüllemişlerdir. Bu kapsülleri poliüretan çapraz bağlayıcılar yardımıyla emdirme yöntemi ile dokusuz yüzey maskelerine aktarmışlardır. Ortalama 250 µm olarak kapsülleri üretmişler ve yeni bir teknoloji olan lipozomların koku maddesi olarak tekstilde kullanılabileceğini göstermişlerdir.

Abdelkader ve Azizi (2018), çalışma arkadaşları ile beraber, nerolin içeren poliüretan mikrokapsülleri hegzan diisosiyanat ve isosorbit kullanarak, arayüzey polimerizasyonu ile 2-100 µm olarak üretmişlerdir. Bu kapsüller 260 °C sıcaklığa dayanım göstermiştir, pamuklu örme kumaşlara emdirme yöntemi ile uygulamışlar ve kumaşların 5 yıkama sonrasında mikrokapsüllerin %25'ni, 40. yıkama sonrasında ise %91'ini kaybettiklerini belirlemişlerdir.

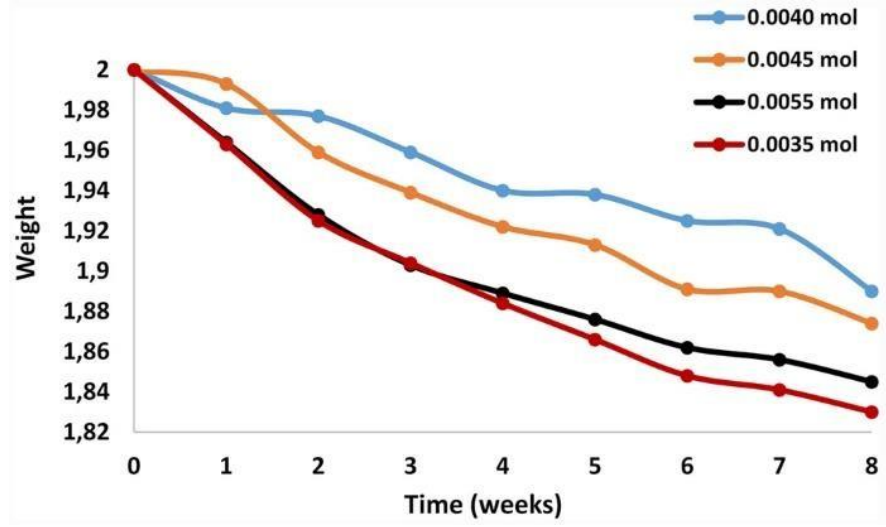
Nuraini ve arkadaşları (2020), karanfil yağı içeren poliüretan kapsül sentezini, metilendifenil diisosiyanat ve PEG₄₀₀ ile yağ-su fazında arayüzey polimerizasyonu ile üretmişlerdir. Yüzey aktif madde olarak SLS seçmişlerdir. 246-832 µm arasında parçacık boyutu değişim göstermiştir.

Mertgenç ve arkadaşları (2021), metilkedril keton içeren poliüretan mikrokapsülleri, izosiyanat, PEG₄₀₀ ve poliamin kullanarak arayüzey polimerizasyon tekniği ile sentezlemiştir. Poliüretan mikrokapsül üretiminin reaksiyon formülleri Şekil 2.14’de gösterilmiştir.



Şekil 2. 14. Poliüretan ve poliüre mikrokapsüllerin üretim formülü (Mertgenç ve ark., 2021).

Karıştırma hızının artışı ile mikrokapsüllerin parçacık boyutunda artış gözlemlenmiştir, 3000 rpm karıştırmada 3.3-11.6 µm iken 9000 rpm’da 13.2-50 µm olarak ölçmüşlerdir. Ayrıca farklı mol kütlelerinde polietilen glikol 400 kullanarak koku kapsüllerinin 8 hafta boyunca Şekil 2.15’de gösterilen ağırlık takibini yapmışlardır. PEG miktarının artışı salımı fazla deęiřtirmedięini tespit etmişlerdir.



Şekil 2. 15. Farklı oranlarda PEG₄₀₀ kullanımını ile mikrokapsüllerin ağırlık kaybı (Mertgenç ve ark., 2021).

Literatür özetine göre, üretilen kapsüllerin polimerizasyon yöntemi, karıştırma hızı, koku maddesi türü, duvar maddesi bileşenleri, kapsül büyüklükleri ve mekanik özellikleri mikrokapsüllerin koku salım özelliklerini önemli derecede etkilediği sonucu çıkarılabilir. Ayrıca tekstil malzemelerine uygulama yöntemlerine ve kullanılan çapraz bağlayıcılara göre yıkama dayanımlarının değiştiği, kullanım süresini ve kumaşa tutunan mikrokapsül miktarını direk olarak etkilediği görülmektedir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

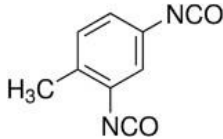
Bu çalışmada, tekstil uygulamaları için koku salım özelliğine sahip poliüretan temelli mikrokapsüller, 3 farklı sistemde, arayüzey polimerizasyon tekniği ile üretimi gerçekleştirilmiştir.

Bu amaçla; 3 farklı izosiyanat toluen diizosiyanat, izofurandiizosiyanat ve metilenbisfenol diizosiyanat (TDI, IPDI ve MBFDI) ile birinci sistemde kısa zincirli dioller (EG ve PG), ikinci sistemde uzun zincirli polioller (PEG₄₀₀, PEG₁₀₀₀ ve PPG₄₀₀, PPG₁₂₀₀) ve üçüncü sistemde poliüretan'a kaviteli yapısı ile salım özelliği katabilen diaminoantrakinon ilavesi ile kontrollü salım özellikli poliüretan mikrokapsüllerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

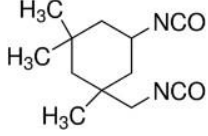
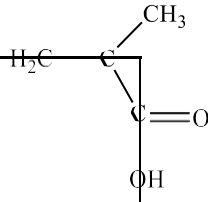
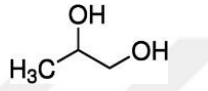
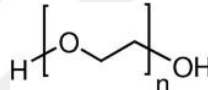
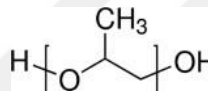
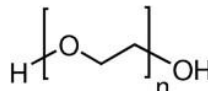
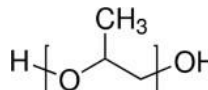
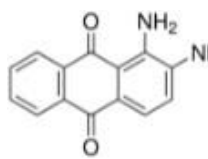
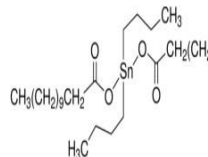
3.1 Deneysel çalışmada kullanılan kimyasallar

Bu çalışmada koku maddesi olarak tıbbi özellikli lavanta yağı (lavandula angustifolia) (Sevinç Eczanesi), kabuk malzemesi olarak, TDI (Aldrich), IPDI (Aldrich), MBFDI (Aldrich), EG (Merck), PG (Aldrich), PEG₄₀₀ (Merck), PEG₁₀₀₀ (Merck), PPG₄₀₀ (Alfa Easer), PPG₁₂₀₀ (Alfa Easer), diaminoantrakinon (Aldrich), DBTDL (Aldrich), Moviol (Aldrich) kimyasalları kullanılmıştır. Üretilen mikrokapsüllerden diizosiyanat kalıntılarını uzaklaştırmak için %30'luk etil alkol ile yıkanmıştır. Çizelge 3.1'de kullanılan kimyasalların fiziksel ve kimyasal özellikleri verilmiştir.

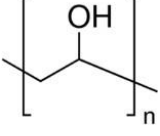
Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasalların fiziksel ve kimyasal özellikleri

Kimyasal	Molekül Formülü	Molekül yapıları	Molar Kütle (g/mol)	Yoğunluk (g/cm ³) (25°C)	Erime Noktası (°C)	Kaynama Noktası (°C)
TDI	C ₉ H ₆ N ₂ O ₂		174.16	1.21	20	125

Çizelge 3.1. (Devam) Kullanılan kimyasalların fiziksel ve kimyasal özellikleri

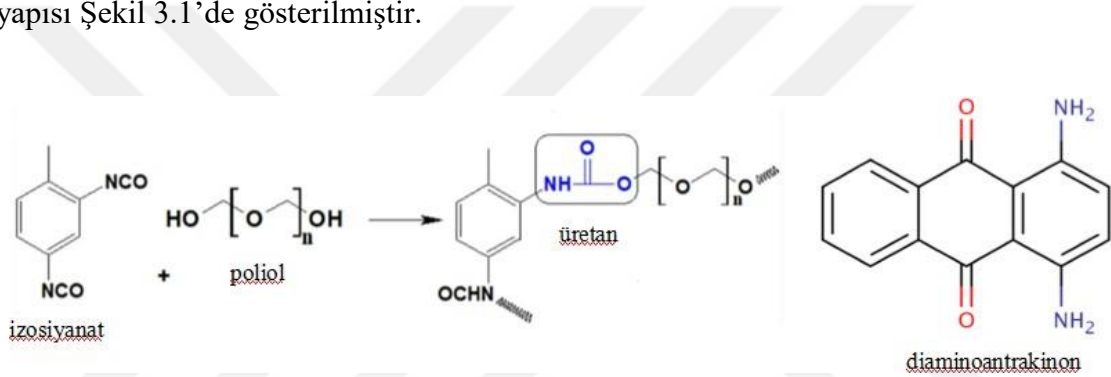
IPDI	OCNC ₆ H ₇ (C H ₃) ₃ CH ₂ NC O		222.28	1.05	-	159
MBFDI	C ₄ H ₆ O ₂		86.06	1.02	14-15	161
EG	HOCH ₂ CH ₂ OH	HOCH ₂ CH ₂ OH	62.07	1.11	-13	197
PG	CH ₃ CH(OH) CH ₂ OH		76.09	1.04	-60	187
PEG ₄₀₀	H(OCH ₂ CH ₂) ₄₀₀ OH		380- 420	1.13	5	220
PPG ₄₀₀	H[OCH(CH ₃))CH ₂] ₄₀₀ OH		380- 400	1.01	-60	187
PEG ₁₀₀₀	H(OCH ₂ CH ₂) ₁₀₀₀ OH		950- 1050	1.20	33-40	190
PPG ₁₂₀₀	H[OCH(CH ₃))CH ₂] ₁₂₀₀ OH		1150- 1250	1.1	-60	188
Diaminoantrakinon	C ₁₄ H ₁₀ N ₂ O ₂		240.26	1.44	265	340
DBTDL	(CH ₃ CH ₂ CH 2CH ₂) ₂ Sn[OC O(CH ₂) ₁₀ CH 3] ₂		631.56	1.07	24	205

Çizelge 3.2. (Devam) Kullanılan kimyasalların fiziksel ve kimyasal özellikleri

PVA~30000	$[CH_2CHOH]$ n		~30000	1.19	200	230
-----------	-------------------	---	--------	------	-----	-----

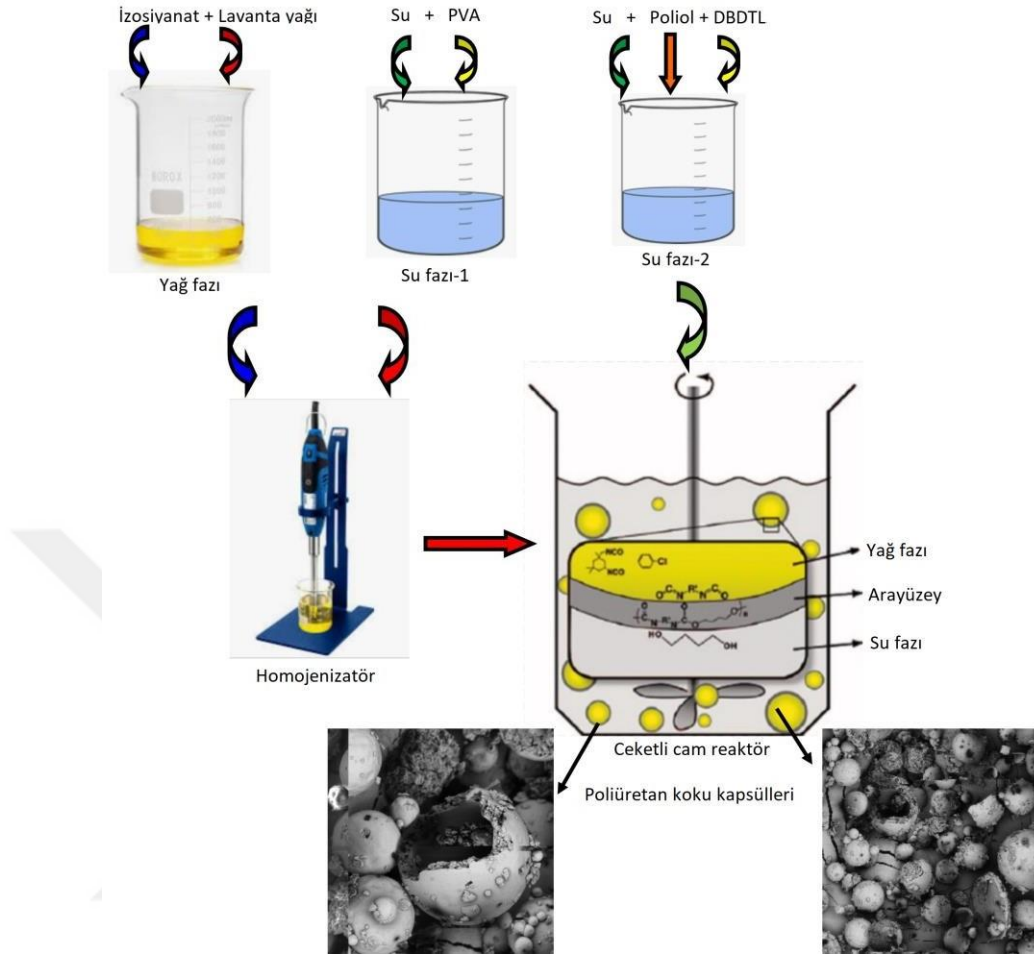
3.2 Metot

Tez kapsamında; poliüretanın temel yapısını oluşturan farklı diizosiyanatlar ve polioller ile, koku maddesi olarak kullanılan lavanta yağı kapsülenmiştir. Ayrıca poliüretan kabuk yapısına kavite özelliği bulunan diaminoantrakinon ilave edilerek kapsül üretimleride gerçekleştirilmiştir. Poliüretan polimerinin sentezi ve diaminoantrakinonun kimyasal yapısı Şekil 3.1’de gösterilmiştir.



Şekil 3. 1. Poliüretan polimerinin sentez şeması ve diaminoantrakinonun kimyasal yapısı

Kapsül üretimi ceketli cam reaktörde gerçekleştirilmiş ve bütün kapsüllerin üretiminde, ilk aşamada izosiyanat + koku maddesi (lavanta yağı) manyetik karıştırıcı da 200 d/dk’ da 5 dk karıştırılarak organik faz elde edilmiştir. Daha sonra deiyonize su + koruyucu (Moviol 3-96) manyetik karıştırıcıda 200 d/dk’da 5 dk karıştırılarak su fazı oluşturulmuştur. Bu iki faz homojenizatörde 4000 d/dk’ da 10 dk homojenize edildikten sonra 200 d/dk’ da manyetik karıştırıcıda 5 dk karıştırılarak, 70 °C’ de cam ceketli reaktöre alınmıştır. Diol + DBDTL + deiyonize su 200 d/dk’ da 5 dk manyetik karıştırıcıda karıştırılarak reaktöre eklenmiş ve arayüzey polimerizasyonu başlatılmıştır. Ceketli cam reaktörde 200 d/dk ile 70 °C’ de 2 saat karıştırılarak mikrokapsüller üretilmiştir. Bütün koku kapsüllerinin üretiminde kullanılan sistem Şekil 3.2’de gösterilmiştir. Üretilen mikrokapsüller %30’luk etanol ile yıkanarak oda sıcaklığında kurutulmuşlardır.



Şekil 3. 2. Mikrokapsül üretimi için kullanılan üretim sistemi

Bütün kapsüllerin üretiminde kullanılan üretim düzeneği Şekil 3. 3'de gösterilmiştir.



Şekil 3. 3. Mikrokapsül üretimi için hazırlanan üretim düzeneği

Aynı deneysel prosedür kullanılarak, 3 ayrı grupta toplam 30 adet poliüretan yapıda koku kapsülü üretimi gerçekleştirilmiş Çizelge 3.2’de gösterilmiştir.

Çizelge 3. 2. Tez kapsamında üretimi gerçekleştirilen koku kapsülleri

	İzosiyanat	Diol
I. Grup	TDI	EG, PG
	IPDI	E.G, PG
	MBFDI	E.G, PG
II. Grup	TDI	PEG ₄₀₀ , PEG ₁₀₀₀ , PPG ₄₀₀ , PPG ₁₂₀₀
	IPDI	PEG ₄₀₀ , PEG ₁₀₀₀ , PPG ₄₀₀ , PPG ₁₂₀₀
	MBFDI	PEG ₄₀₀ , PEG ₁₀₀₀ , PPG ₄₀₀ , PPG ₁₂₀₀
III. Grup	TDI	PEG ₄₀₀ , PEG ₁₀₀₀ , PPG ₄₀₀ , PPG ₁₂₀₀ + diaminoantrakinon
	IPDI	PEG ₄₀₀ , PEG ₁₀₀₀ , PPG ₄₀₀ , PPG ₁₂₀₀ + diaminoantrakinon
	MBFDI	PEG ₄₀₀ , PEG ₁₀₀₀ , PPG ₄₀₀ , PPG ₁₂₀₀ + diaminoantrakinon

3.2.1 I. Grup mikrokapsüller

I grup mikrokapsüllerin üretiminde düşük molekül ağırlıklı etilen glikol ve propilen glikol kullanılarak kırılabilen ve aynı zamanda koku kontrollü salımı yapabilen koku kapsülleri üretilmiştir. Üretilen koku kapsüllerinde kullanılan kimyasallar ve miktarları Çizelge. 3.3’de gösterilmiştir.

Çizelge 3. 3. I. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları

Mikro kapsül	Faz	Koku (mL)	Su (mL)	İzosiyanat (mL)	Moviol 3-96 (g)	EG-PG (mL)	DBDTL (mL)
Mik-1	Yağ	20		7.50 TDI			
	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		50			2.91 EG	0.50
Mik-2	Yağ	20		7.50 TDI			
	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		50			3.81 PG	0.50
Mik-3	Yağ	20		7.50 IPDI			
	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		50			1.97 EG	0.50

Çizelge 3. 3. (Devam) I. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları

	Yağ	20	7.50 IPDI	
Mik-4	Su ₁	120	2.00	
	Su ₂	50	2.80 PG	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI	
Mik-5	Su ₁	120	2.00	
	Su ₂	50	1.97 EG	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI	
Mik-6	Su ₁	120	2.00	
	Su ₂	50	2.5 PG	0.50

3.2.2 II. Grup mikrokapsüller

II. Grup mikrokapsüllerin üretiminde daha yüksek molekül ağırlıklı dioller kullanarak zamana bağlı koku salımı yapan mikrokapsüller üretilmiştir. Koku kapsüllerinin üretiminde kullanılan kimyasallar ve miktarları Çizelge. 3.4’de gösterilmiştir.

Çizelge 3. 4. II. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları

Mikro kapsül	Faz	Koku (mL)	Su (mL)	İzosiyanat (mL)	Moviol 3-96 (g)	PEG-PPG (mL)	DBDTL (mL)
	Yağ	20	7.50 TDI				
Mik-7	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			18.70 PEG ₄₀₀	0.50
	Yağ	20	7.50 IPDI				
Mik-8	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			12.50 PEG ₄₀₀	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI				
Mik-9	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			16.40 PEG ₄₀₀	0.50
	Yağ	20	7.50 TDI				
Mik-10	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			10.40 PP ₄₀₀	0.50
	Yağ	20	7.50 IPDI				
Mik-11	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			7.15 PP ₄₀₀	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI				

Çizelge 3. 4. (Devam) II. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları

Mik-12	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			7.00 PP ₄₀₀	0.50
Mik-13	Yağ	20			7.50 TDI		
	Su ₁		120		2.00		
Mik-14	Su ₂		60			52.53 PEG ₁₀₀₀	0.50
	Yağ	20			7.50 IPDI		
Mik-15	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			35.39 PEG ₁₀₀₀	0.50
Mik-16	Yağ	30			7.50 MBFDI		
	Su ₁		120		2.00		
Mik-17	Su ₂		60			12.60 PP ₁₂₀₀	0.50
	Yağ	20			7.50 IPDI		
Mik-18	Su ₁		120		2.00		
	Su ₂		60			8.50 PP ₁₂₀₀	0.50

3.2.3 III. Grup mikrokapsüller

III. Grup mikrokapsüllerin üretiminde daha yüksek molekül ağırlıklı dioller ve daha büyük moleküllü diaminoantrakinon (%1) kullanılarak, zamana bağlı koku salımı yapan mikrokapsüller üretilmiştir. Koku kapsüllerinin üretiminde kullanılan kimyasallar ve miktarları Çizelge. 3.5’de gösterilmiştir.

Çizelge 3.5. III. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları

Mikro kapsül	Faz	Koku (mL)	Su (mL)	İzosiyanat (mL)	Moviol 3-96 (g)	PEG-PPG (mL)	Diaminoantrakinon (g)	DBDT L(mL)
Mik-19	Yağ	20			7.50 TDI			
	Su ₁		120		2.00			
Mik-19	Su ₂		60			18.30 PEG ₄₀₀	0.26	0.50
	Yağ	20			7.50 IPDI			

Çizelge 3. 5. (Devam) III. Grup kapsüllerde kullanılan kimyasallar ve miktarları

Mik-20	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		14.00 PEG ₄₀₀	0.17	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI			
Mik-21	Su ₁	120	2.00	12.60 PEG ₄₀₀		
	Su ₂	60			0.25	0.50
	Yağ	20	7.50 TDI			
Mik-22	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		10.20 PP ₄₀₀	0.13	0.50
	Yağ	20	7.50 IPDI			
Mik-23	Su ₁	120				
	Su ₂	60		7.00 PP ₁₂₀₀	0.17	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI			
Mik-24	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		6.85 PP ₄₀₀	0.17	0.50
	Yağ	20	7.50 TDI			
Mik-25	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		52.53 PEG ₁₀₀	0.25	0.50
	Yağ	20	7.50 IPDI			
Mik-26	Su ₁	120				
	Su ₂	60		35.00 PEG ₁₀₀₀	0.17	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI			
Mik-27	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		34.60 PEG ₁₀₀₀	0.17	0.50
	Yağ	20	7.50 TDI			
Mik-28	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		12.35 PP ₁₂₀₀	0.25	0.50
	Yağ	20	7.50 IPDI			
Mik-29	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		8.41 PP ₁₂₀₀	0.17	0.50
	Yağ	20	7.50 MBFDI			
Mik-30	Su ₁	120	2.00			
	Su ₂	60		8.30 PP ₁₂₀₀	0.17	0.50

Kullanılan izosiyanat/diol oranı bütün mikrokapsüllerde 1:1 mol olarak alınmıştır, PP₄₀₀ ve PP₁₂₀₀ ile üretilen kapsüllerde ise 1;0.2 mol oranında kullanılmıştır.

3.3 Kumaşlara mikrokapsül uygulanması

Üç grup halinde üretimi gerçekleştirilen mikrokapsüllerden, her gruptan birer adet seçilerek (Mik-1, Mik-7 ve Mik-21) %100 pamuklu kumaşa, çektirme yöntemi ile uygulanmıştır. Çizelge 3.6'da kumaş'a ait çözgü-atkı iplik numara ve sıklıkları, ağırlığı ve örgü yapısı belirtilmiştir.

Çizelge 3. 6. Mikrokapsül uygulaması yapılan kumaş özellikleri

Çözgü Cinsi ve Numarası (Ne)	Çözgü Sıklığı	Atkı Cinsi ve Numarası	Atkı Sıklığı	Gramaj (g/m ²)	Örgü
20/1 Penye pamuk	51	20/1 Karde pamuk	18	212	B 1/1

Mikrokapsüllerin kumaşa uygulaması, herhangi bir çapraz bağlayıcı kullanılmadan çektirme yöntemi ile Hasözgen Boya ve Baskı fabrikasında Prowhite marka numune boyama makinasında yapılmıştır. İlk önce mikrokapsül çözeltisi 1 g/lit olarak homejenize şekilde hazırlanmıştır. Flotte oranı; 1:20 olarak ayarlanmış ve 2.5 g kumaş tüplere yerleştirilmiş ve 50 ml kapsül içeren çözelti içerisinde 60 dk, çapraz bağlayıcı kullanmadan numune boyama makinesinde uygulanmıştır.

3.4 Mikrokapsüllerin karakterizasyonu

Üretilen koku kapsülleri ve üretimde kullanılan kimyasalların yapısında bulunan kimyasal grupların tespiti için FT-IR, parçacık büyüklüğü dağılımının ölçülmesinde lazer saçılma detektörlü PBA, kapsüllerin şekil ve görüntü gibi fiziksel özelliklerinin incelemesinde POM-SEM ve kontrollü salım özelliklerin belirlenmesi de düzenli olarak kütle takibi yapılarak ölçülmüştür.

3.4.1 FT-IR spektroskopisi

Bu çalışmada mikrokapsül üretimi için kullanılan kimyasalların ve üretilen mikrokapsüllerin yapısındaki kimyasal grupların belirlenmesinde FT-IR spektroskopisi kullanılmıştır. FT-IR spektrometresi herhangi bir maddenin, ışık ışınları ile etkileşiminden geliştirilmiş spektrometre tekniğidir, belli bir frekansta ışımdan

yararlanılmaktadır. Tez kapsamında analizler, Jasco FT-IR 4700 cihazında ATR ekipmanı sayesinde doğrudan analiz edilerek yapılmış olup kullanılan kimyasalların spesifik grupları Çizelge 3.7’de gösterilmiştir.

Çizelge 3. 7. Mikrokapsül üretiminde kullanılan kimyasalların spesifik grupları ve dalga boyları

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Lavanta	3400-3500	-OH gerilme piki
	2966	-CH asimetrik gerilme (-CH ₃)
	2925	CH asimetrik gerilme (-CH ₂)
	1735	-C=O gerilme
	1366	-CH eğilme
	1240	P=O asimetrik gerilme
	3400	-OH gerilme piki
	2925	- CH asimetrik gerilme (-CH ₂)
	TDI	2255
1610		-OH eğilme
1574		-NH eğilme
2960		- CH asimetrik gerilme (-CH ₃)
2930		CH asimetrik gerilme (-CH ₂)
IPDI		2250
	1460	-CH bükülme (-CH ₂)
	1366	-CH bükülme
	3290	-NH gerilme piki
MBFDI	2254	-N-C-O gerilme
	1770	-C=O gerilme
	1510	-NH gerilme
	3300	-OH gerilme piki
	2930	-CH asimetrik gerilme (-CH ₂)
EG	2870	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	1400-1450	-CH ₃ , -CH ₂ eğilme
	3300	-OH gerilme piki
	2925	-CH asimetrik gerilme (-CH ₂)

Çizelge 3. 7. (Devam) Mikrokapsül üretiminde kullanılan kimyasalların spesifik grupları ve dalga boyları

PG	2850	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	1400-1460	-CH ₃ , -CH ₂ eğilme
PEG₄₀₀	3447	-OH gerilme piki
	2864	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	1454	-CH eğilme
	1346	-OH eğilme
PP₄₀₀	3455	-OH gerilme piki
	2968	-CH asimetrik gerilme (-CH ₃)
	2865	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	1370	-CH eğilme
PEG₁₀₀₀	3450	-OH gerilme piki
	2970	-CH asimetrik gerilme (-CH ₂)
	2870	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	3450	-OH gerilme piki
PPG₁₂₀₀	2970	-CH asimetrik gerilme (-CH ₂)
	2874	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	1370	-CH ₃ , -CH ₂ eğilme
	1090	C-O-C
Diaminoantrakinon	3378	-NH gerilme
	3250	Aromatik halkada -NH pikleri
	1520-1560	Aromatik halkada çift bağlar
	1440	-NH deformasyon (CH ₂)

3.4.2 Parçacık büyüklüğü analizi (PBA)

Üretimi gerçekleştirilen kapsüllerin PBD ve büyüklük grafikleri Malvern Marka MS2000E model PBA ile, istenilen büyüklükte tek dağılımlı olarak ölçülmüştür. Mikrokapsüllerin tekstil malzemelerinde kullanıma uygun olup olmadığı tespit edilmiştir. Mikrokapsüller 20-60 µm aralığında ölçülmüştür. Parçacık boyutu ölçümü öncesinde 0.5 g mikrokapsül, 2-3 damla yüzey aktif madde (Triton- X 100) ve 50 mL deiyonize su ile homejenizatörde 10000 d/dk hızda, 15 dk karıştırılmış ve homojen mikrokapsül dispersiyonu elde edilmesi amaçlanmıştır.

3.4.3 POM analizi

Üretilen mikrokapsüllerin morfolojik özelliklerini belirlemek için; Polarize optik mikroskop görüntüleri, Leica DMP EP model ile 12X100 kat büyütülerek alınmıştır.

3.4.4 SEM analizi

Mikrokapsüllerin şekil, görüntü ve yapılarını incelemek üzere SEM analizi Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Merkezinde, MİRA III, TESCAN marka cihazda yapılmıştır.

3.4.5 Kontrollü salım sonuçları

Üretilen koku kapsülü petri kabına konularak, hassas terazide 24 saatte bir 30 gün boyunca ağırlık ölçümü yapılarak, koku maddesinin kapsül duvarından uzaklaşarak ortama koku salması kütle kaybı ile grafikleri ile araştırılmıştır.

3.4.6 Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu

Kumaşlarda mikrokapsül varlığını tespit etmek için FT-IR spektroskopi analizi ve SEM görüntüleri alınarak yapılmıştır.

3.4.7 Lavanta yağının analizi

Çalışma kapsamında koku maddesi olarak kullanılan lavanta yağının (lavandula angustifolia) Anadolu Üniversitesi Bitki İlaç ve Bilimsel Araştırmalar Merkezinde (AÜBİBAM), GC/MS analizi yapılarak, içeriğinde bulunan bileşenlerin bağıl yüzdeleri Çizelge 3.8'de gösterilmiştir. Linolol %33.8 ve linalil asetat %27.3 olmak üzere, toplam %90.6 bulunarak yüksek kalitede lavanta yağı olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 3. 8. Lavanta uçucu yağının bileşenleri

No	Bileşik	Bağıl yüzde (%)
1	1.8- Sineol	0.50
2	3- Oktanon	0.90
3	p-Simen	0.90
4	Amil vinil karbonil asetat	1.10

Çizelge 3. 8. (Devam) Lavanta uçucu yağının bileşenleri

5	Hegzil bütanoat	0.60
6	Linalol	33.80
7	Linalil asetat	27.30
8	Terpinen-4-ol	6.50
9	(E)-Farnesen	5.80
10	Lavandulol	0.50
11	α - Terpineol	1.20
12	Borneol	2.10
13	Neril asetat	1.10
14	Geranil asetat	0.70
15	Geraniol	1.30
16	α - Terpineol	0.80
17	İzo-Karyofilen oksit	0.70
18	Karyofilen oksit	4.30
19	T-Kadinol	0.50
	TOPLAM	90.60

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

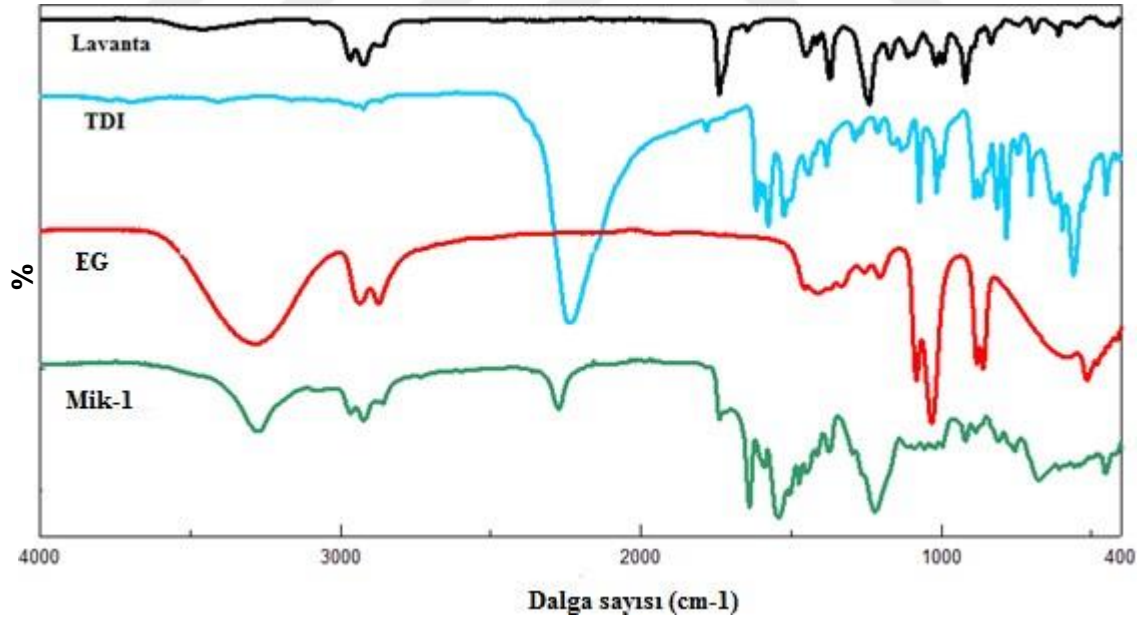
4.1 FT-IR Analizleri

FT-IR spektroskopisi ile kimyasal yapı analizinde mikrokapsüller, mikrokapsül üretiminde kullanılan duvar ve çekirdek maddelere ait spektrumlar incelenmiş ve mikrokapsül yapısında koku ve duvar polimerinin mevcut olup olmadığı ve oluşan mikrokapsüllerin poliüretan yapıda oldukları tespit edilmiştir.

4.1.1 I. Grup mikrokapsüllerin FT-IR analizleri

Mik-1 FT-IR stroskopi analizi

Duvar maddesi olarak EG ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.1’de mikrokapsül üretiminde kullanılan EG ve TDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.1’de gösterilmiştir.



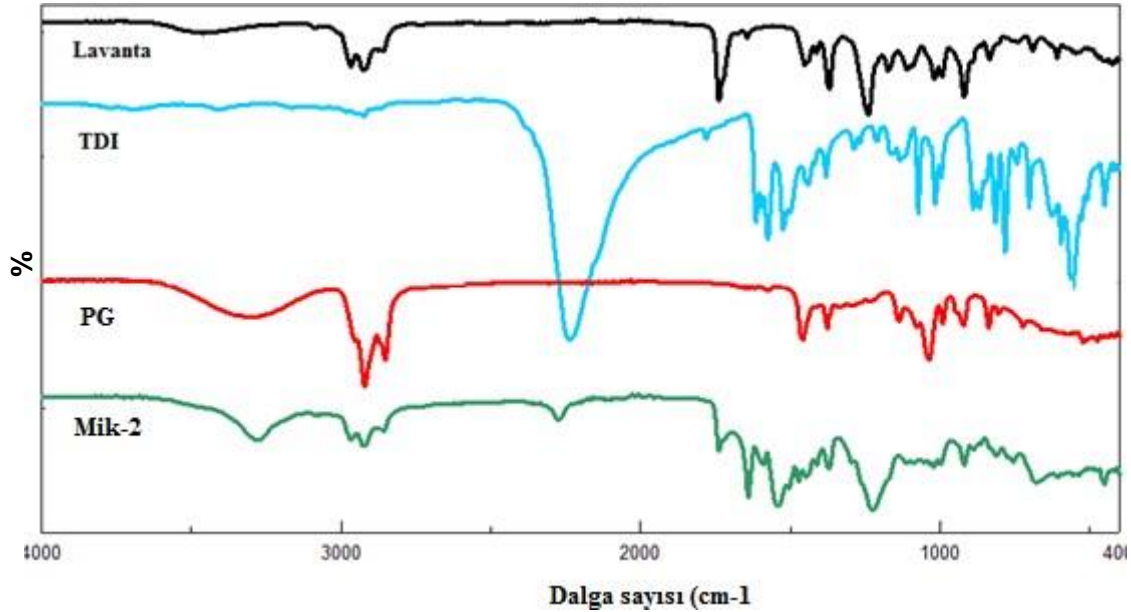
Şekil 4. 1. Mik-1 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 1. Mik-1'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-1	3275	-NH gerilme sinyali
	2965	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2922	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	2850	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	2273	O=C=O sinyali
	1740	C=O gerilme sinyali
	1635	-NH gerilme, -CN gerilme sinyali
	1540	Amin-II sinyali
	1223	Amin-III sinyali

Mik-2 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PG ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.2'de mikrokapsül üretiminde kullanılan PG ve TDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.2'de gösterilmiştir.



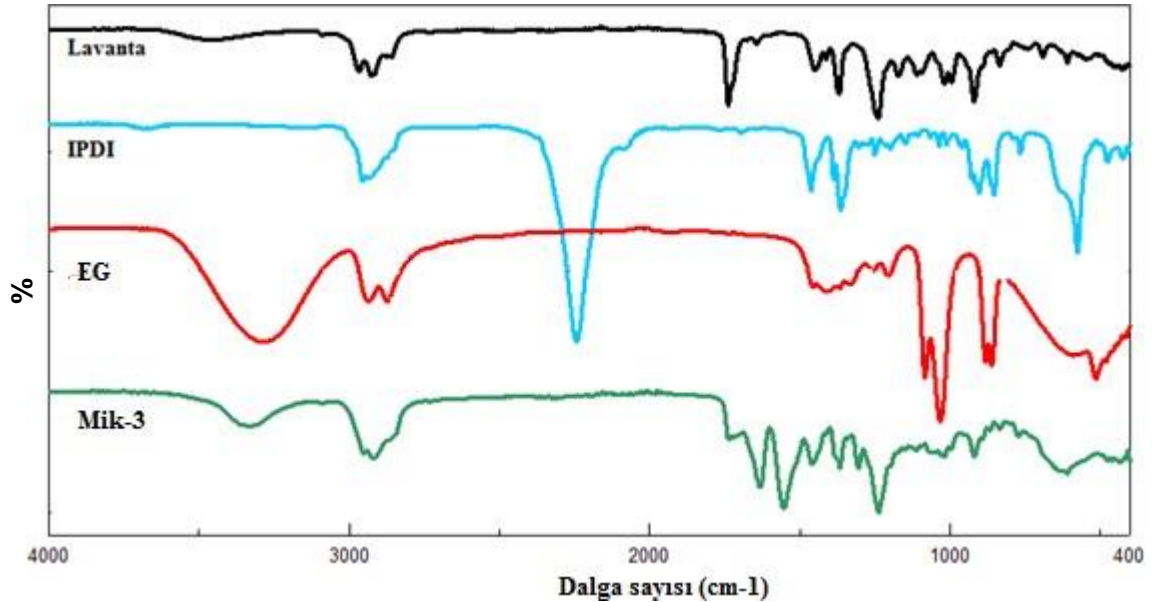
Şekil 4. 2. Mik-2 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 2. Mik-2'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-2	3275	-NH gerilme sinyali
	2965	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2922	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	2855	-CH simetrik gerilme (-CH ₂)
	2273	O=C=O sinyali
	1740	C=O gerilme sinyali
	1635	C=O gerilme, -CN gerilme
	1540	Amin-II sinyali
	1223	Amin-III sinyali

Mik-3 FT-IR stroskopi analizi

Duvar maddesi olarak EG ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.3'de mikrokapsül üretiminde kullanılan EG ve IPDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.3'de gösterilmiştir.



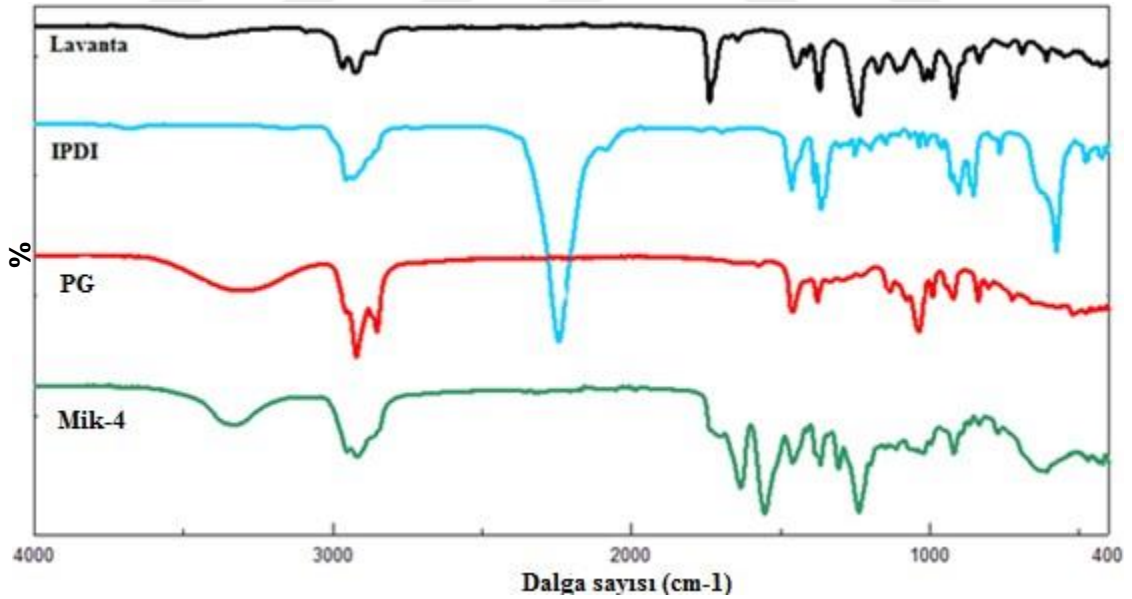
Şekil 4. 3. Mik-3 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 3. Mik-3'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-3	3300	-NH gerilme sinyali
	2960	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2922	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	1733	C=O gerilme sinyali
	1630	-NH gerilme, -CN gerilme sinyali
	1550	Amin-II sinyali
	1236	Amin-III sinyali

Mik-4 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PG ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.4'de mikrokapsül üretiminde kullanılan PG ve IPDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.4'de gösterilmiştir.



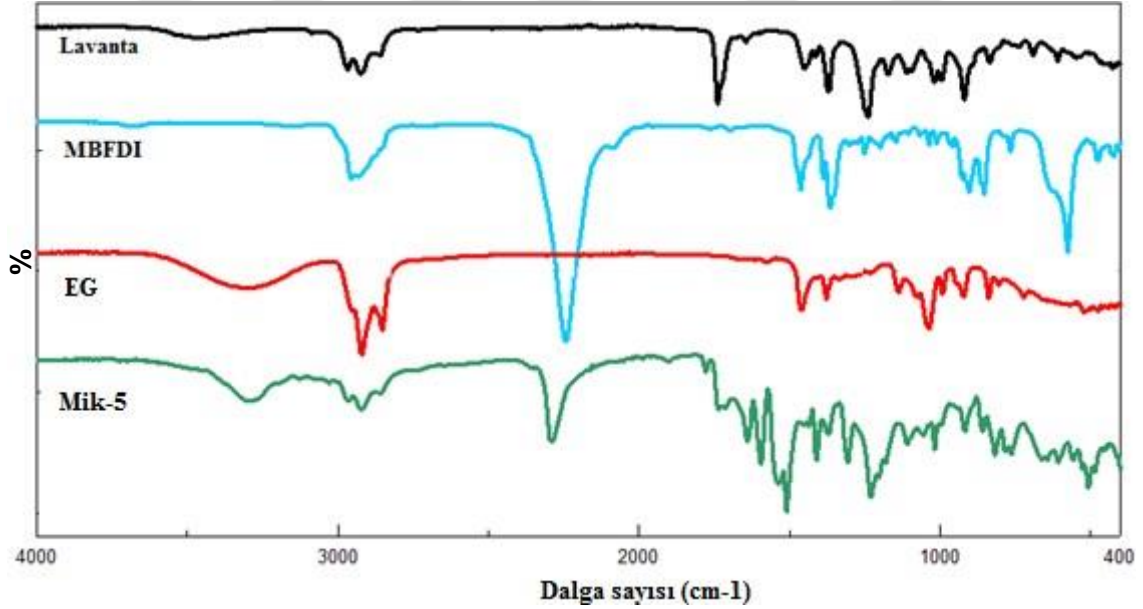
Şekil 4. 4. Mik-4 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 4. Mik-4'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-4	3330	-NH gerilme sinyali
	2955	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2916	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	1700	C=O gerilme sinyali
	1633	-NH gerilme, -CN gerilme sinyali
	1554	Amin-II sinyali
	1240	Amin-III sinyali

Mik-5 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak EG ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.5'de mikrokapsül üretiminde kullanılan EG ve MBFDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.5'de gösterilmiştir.



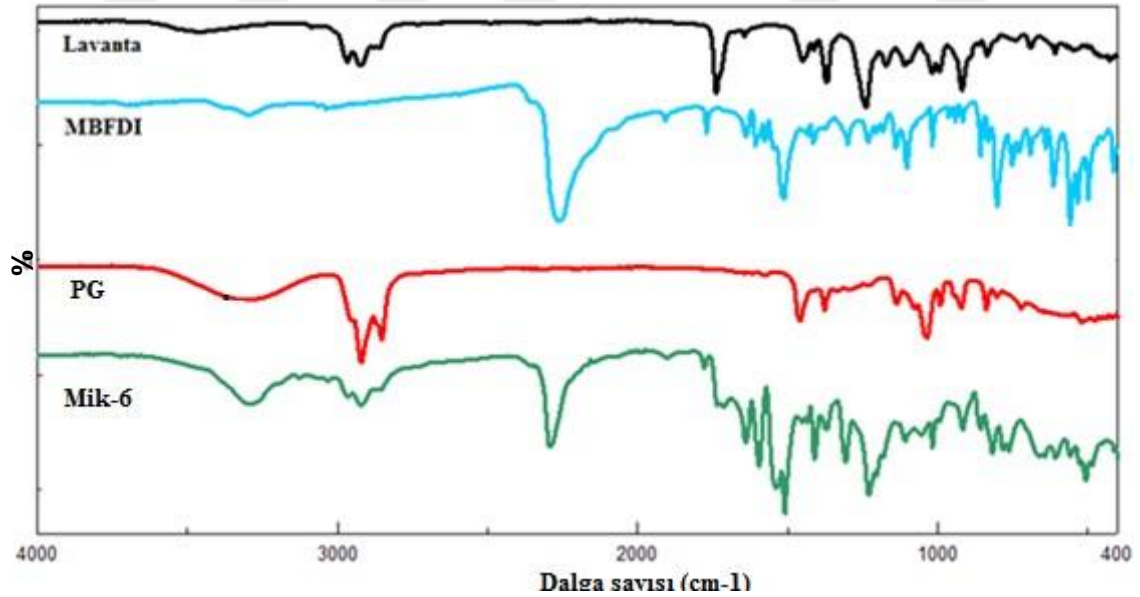
Şekil 4. 5. Mik-5 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 5. Mik-5'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-5	3288	-NH gerilme sinyali
	2966	-CH asimetric gerilme(-CH ₃)
	2921	CH asimetric gerilme(-CH ₂)
	2854	-CH simetric gerilme (-CH ₂)
	1175	-CH simetric gerilme (-CH ₂)
	1637	-NH gerilme, -CN gerilme sinyali
	1535	Amin-II sinyali
	1227	Amin-III sinyali

Mik-6 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PG ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.6'da mikrokapsül üretiminde kullanılan PG ve MBFDI ile koku maddesine ait FTIR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.6'da gösterilmiştir.

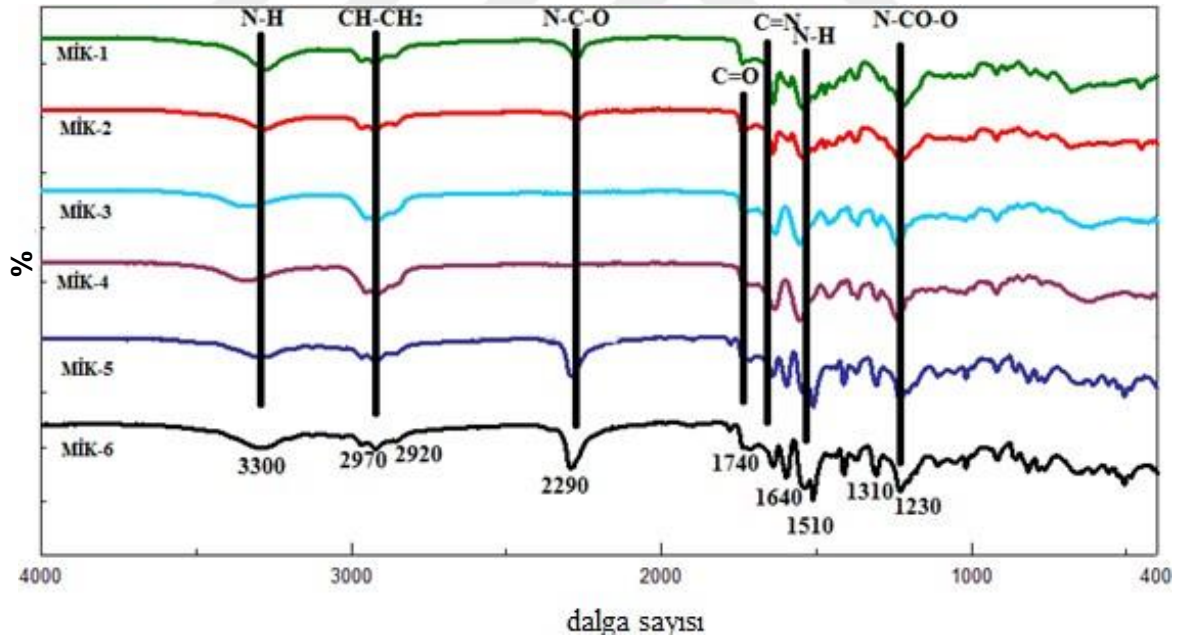


Şekil 4. 6. Mik-6 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 6. Mik-6'ya ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-6	3290	-NH gerilme sinyali
	2966	-CH asimetric gerilme(-CH ₃)
	2920	CH asimetric gerilme(-CH ₂)
	2854	-CH simetric gerilme (-CH ₂)
	1770	C=O gerilme sinyali
	1640	-NH gerilme, -CN gerilme
	1536	Amin-II sinyali
	1227	Amin-III sinyali

Üretilen I. grup koku kapsüllerinde poliüretanın yapısında bulunan -NH, -CH, -CH₂, -C=O, -C-N ve -N-CO-O pikleri tespit edilmiştir buda lavanta kokusunun poliüretan kabuk ile kapsüllenenek mikrokapsül oluştuğunu göstermektedir. Şekil. 4.7'de mikrokapsüllere ait FT-IR grafikleri gösterilmiştir.

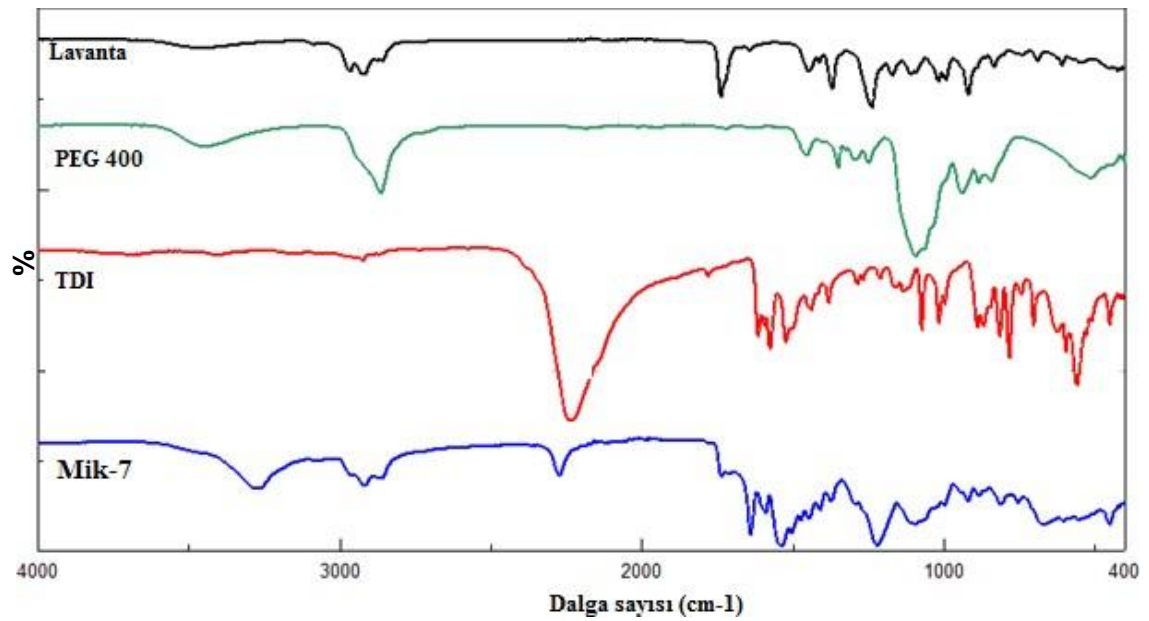


Şekil 4. 7. I. Grup mikrokapsüllerin FT-IR dalga sayıları ve sinyal cinsleri

4.1.2 II. Grup mikrokapsüllerin FT-IR analizleri

Mik-7 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₄₀₀ ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.8’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₄₀₀ ve TDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüllere ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.7’de gösterilmiştir.



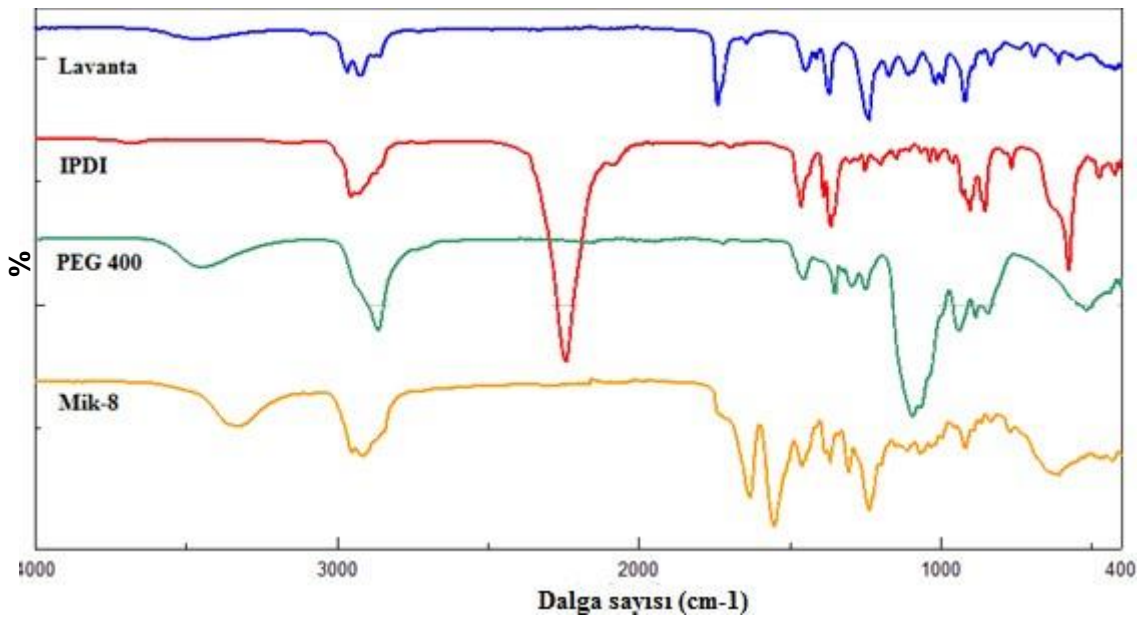
Şekil 4. 8. Mik-7 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 7. Mik-7’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-7	3270	-NH gerilme sinyali
	2860-2970	-CH gerilme sinyali
	1740	C=O gerilme sinyali
	2265	O=C=O sinyali
	1540	Amin-II sinyali
	1223	Amin-III sinyali
	1100	-C-O-C gerilme sinyali

Mik-8 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₄₀₀ ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.9’da mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₄₀₀ ve IPDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.8’de gösterilmiştir.



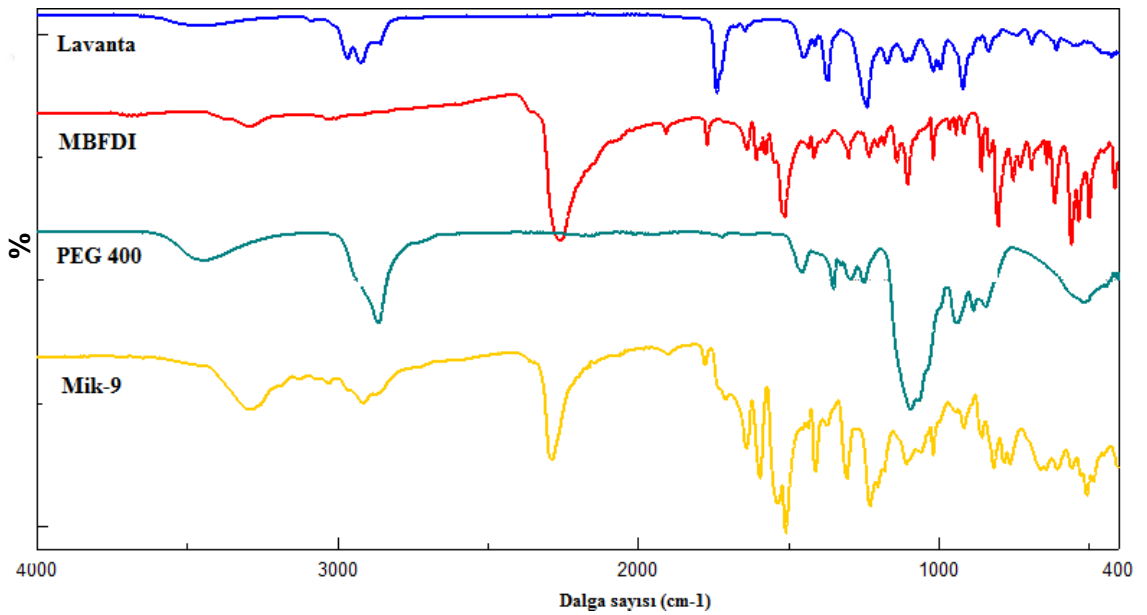
Şekil 4. 9. Mik-8 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 8. Mik-8’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-8	3300-3360	-NH gerilme sinyali
	2950	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	1738	C=O gerilme sinyali
	1630	-C=C gerilme sinyali
	1548	Amin II sinyali
	1235	Amin III sinyali
	1107	-C-O-C eter sinyali

Mik-9 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₄₀₀ ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.10'da mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₄₀₀ ve MBFDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsüle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.9'da gösterilmiştir.



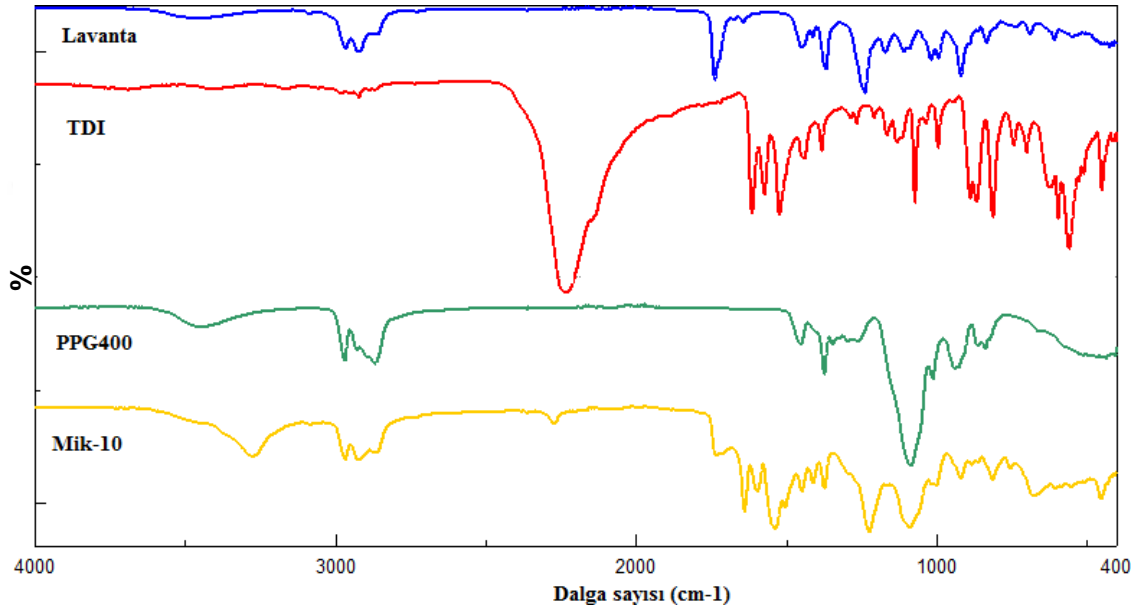
Şekil 4. 10. Mik-9 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 9. Mik-9'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-9	3260-3320	-NH gerilme sinyali
	2965	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2916	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	1777	C=O gerilme sinyali
	1637	-C=C gerilme sinyali
	1536	Amin II sinyali
	1232	Amin III sinyali
	1100	-C-O-C eter sinyali

Mik-10 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PP₄₀₀ ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.11’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₄₀₀ ve TDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.10’da gösterilmiştir.



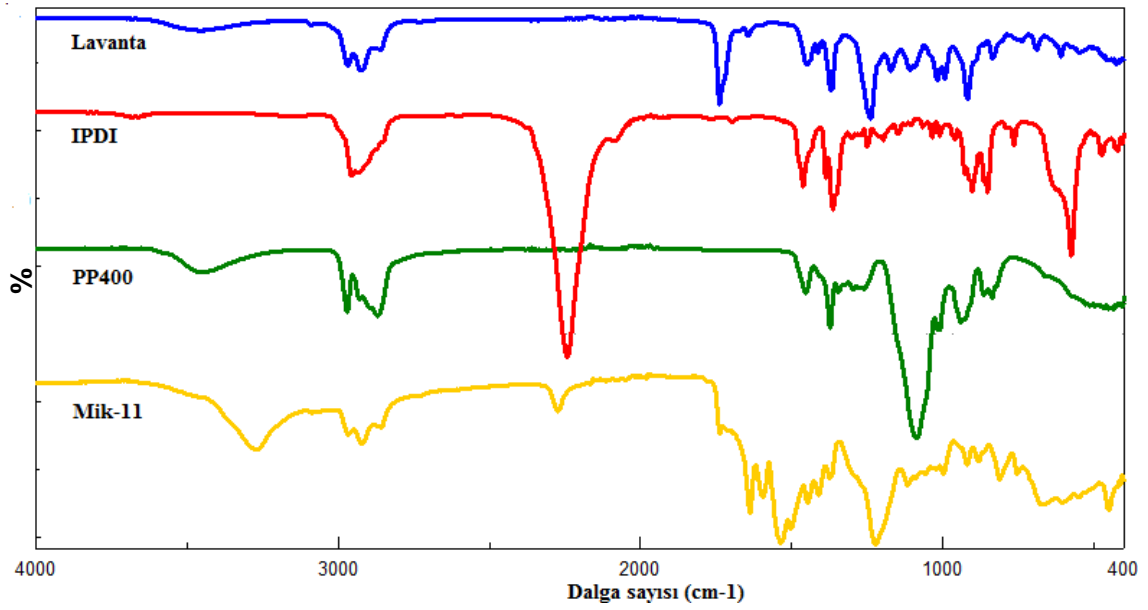
Şekil 4. 11. Mik-10 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 10. Mik-10’a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-10	3270	-NH gerilme sinyali
	2850-2965	-CH gerilme sinyali
	1740	C=O gerilme sinyali
	1500-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1536	Amin-II sinyali
	1224	Amin-III sinyali
	1093	-C-O-C eter sinyali

Mik-11 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PPG₄₀₀ ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.12’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PPG₄₀₀ ve IPDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.11’de gösterilmiştir.



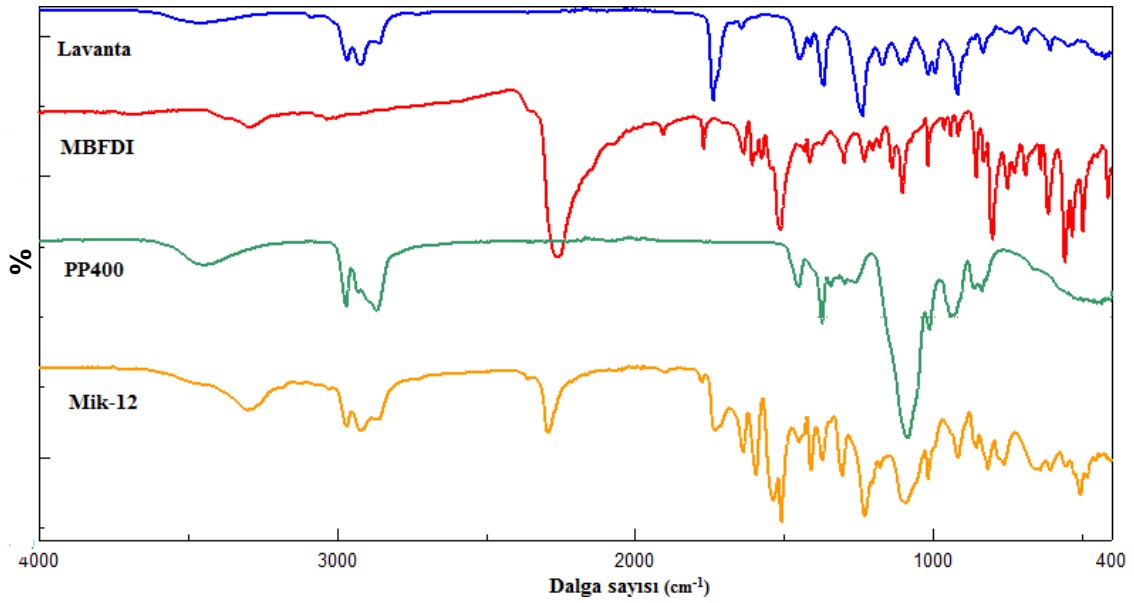
Şekil 4. 12. Mik-11 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 11. Mik-11’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal
		cinsi
Mik-11	3260-3360	-NH gerilme sinyali
	2965	-CH asimetric gerilme(-CH ₃)
	2916	CH asimetric gerilme(-CH ₂)
	1733	C=O gerilme sinyali
	1635	-C=C gerilme sinyali
	1540	Amin II sinyali
	1226	Amin III sinyali
	1100	-C-O-C eter sinyali

Mik-12 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PP₄₀₀ ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.13’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₄₀₀, MBFDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.12’de gösterilmiştir.



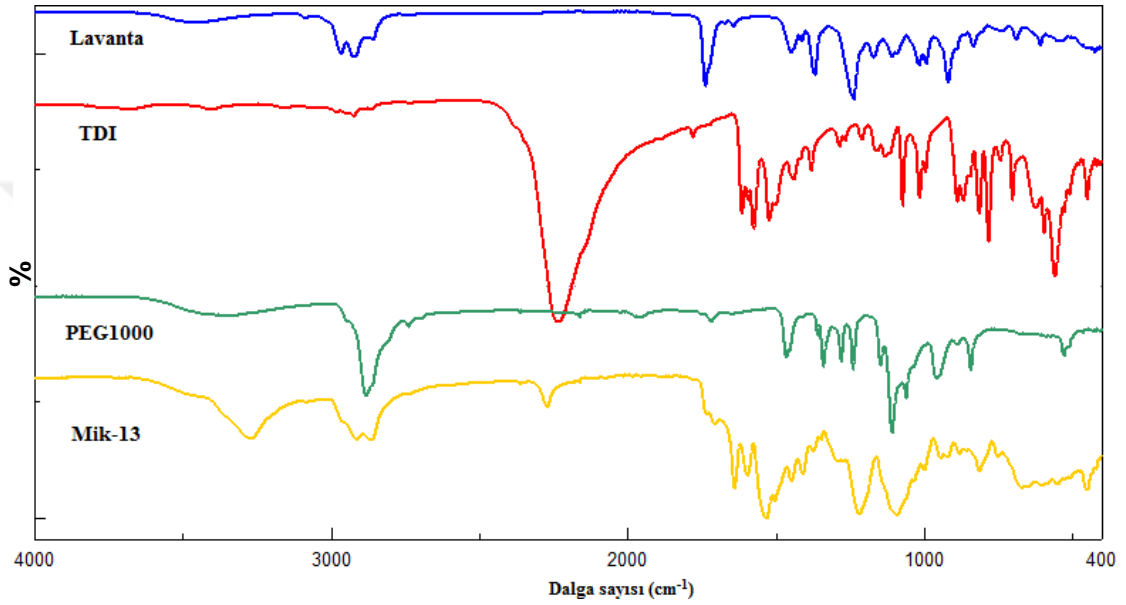
Şekil 4. 13. Mik-12 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 12. Mik-12’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-12	3300	-NH gerilme sinyali
	2860-2960	-CH gerilme sinyali
	2290	O=C=O sinyali
	1734	C=O gerilme sinyali
	1500-1650	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1229	Amin-III sinyali
	1196	-C-O-C eter sinyali

Mik-13 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₁₀₀₀ ve TDI, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.14’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₁₀₀₀ ve TDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.13’de gösterilmiştir.



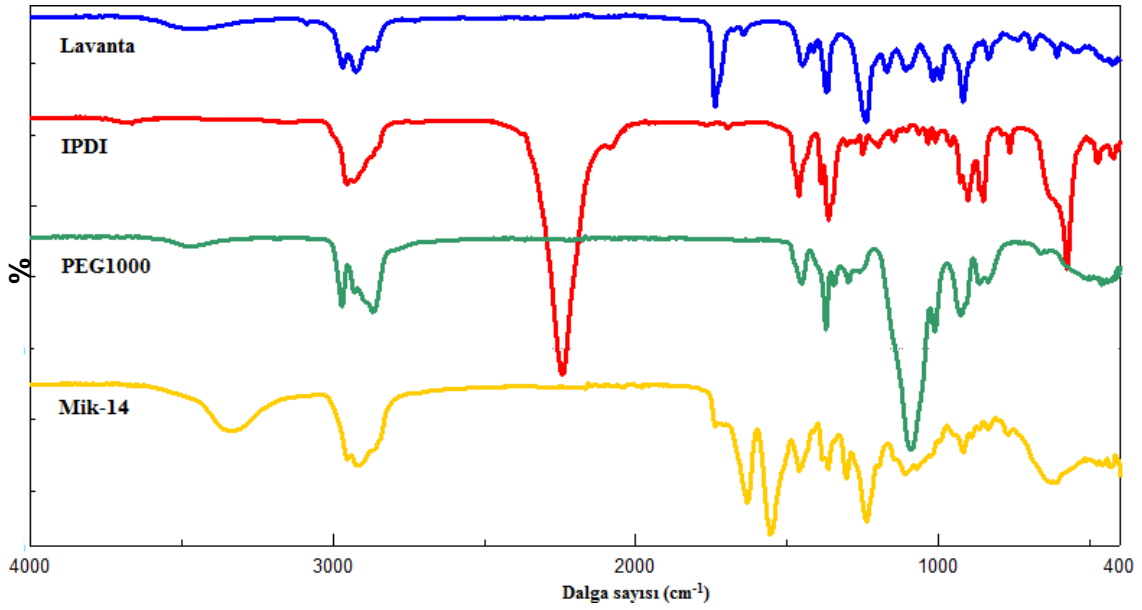
Şekil 4. 14. Mik-13 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 13. Mik-13’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-13	3270	-NH gerilme sinyali
	2917	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2860	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	1738	C=O gerilme sinyali
	1640	-C=C gerilme sinyali
	1530	Amin II sinyali
	1220	Amin II sinyali I
	1096	C-O-C eter sinyali

Mik-14 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₁₀₀₀ ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.15’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₁₀₀₀ ve IPDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri, üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.14’de gösterilmiştir.



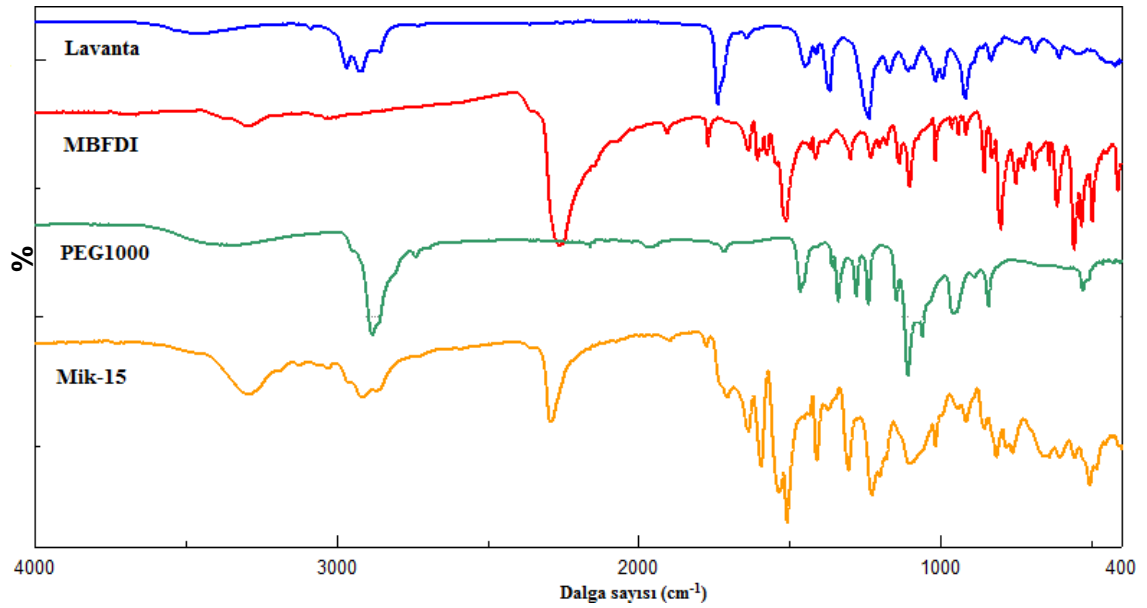
Şekil 4. 15. Mik-14 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 14. Mik-14’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-14	3300-3360	-NH gerilme sinyali
	2952	-CH asimetric gerilme(-CH ₃)
	2918	CH asimetric gerilme(-CH ₂)
	1739	C=O gerilme sinyali
	1630	-C=C gerilme sinyali
	1550	Amin II sinyali
	1236	Amin III sinyali
	1105	-C-O-C eter sinyali

Mik-15 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₁₀₀₀ ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.16'da mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₁₀₀₀ ve MBFDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.1'de gösterilmiştir.



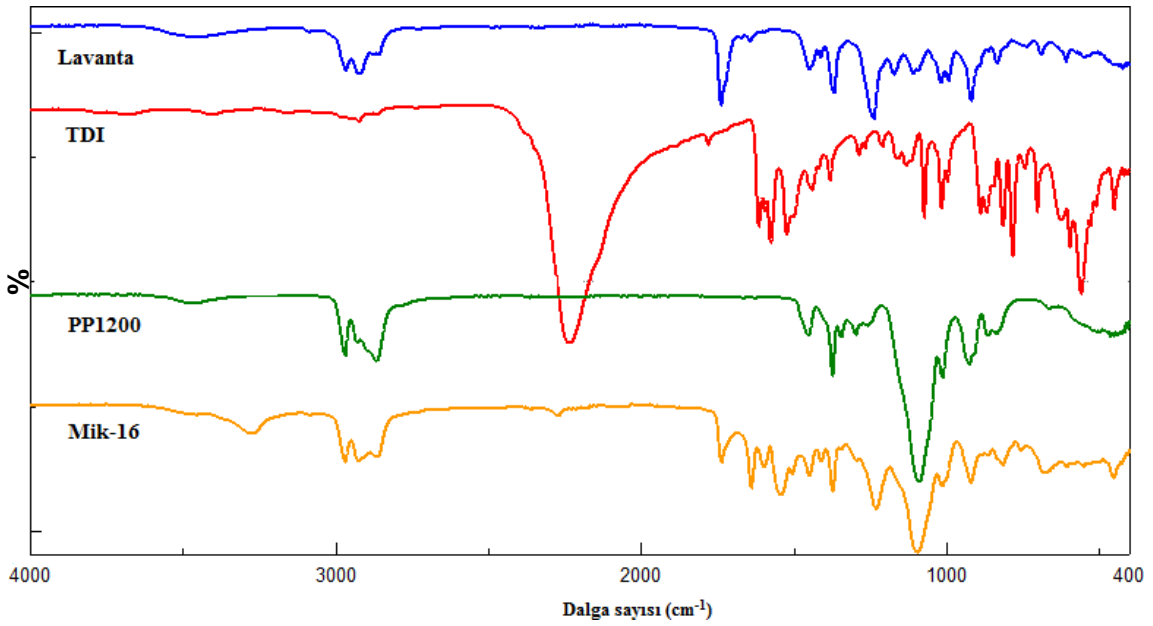
Şekil 4. 16. Mik-15 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 15. Mik-15'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-15	3289	-NH gerilme sinyali
	2870-2960	-CH gerilme sinyali
	2290	O=C=O
	1770	C=O gerilme sinyali
	1510-1650	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1224	Amin-III sinyali
	1100	-C-O-C eter sinyali

Mik-16 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PP₁₂₀₀ ve TDI, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.17’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₁₂₀₀ ve TDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.16’da gösterilmiştir.



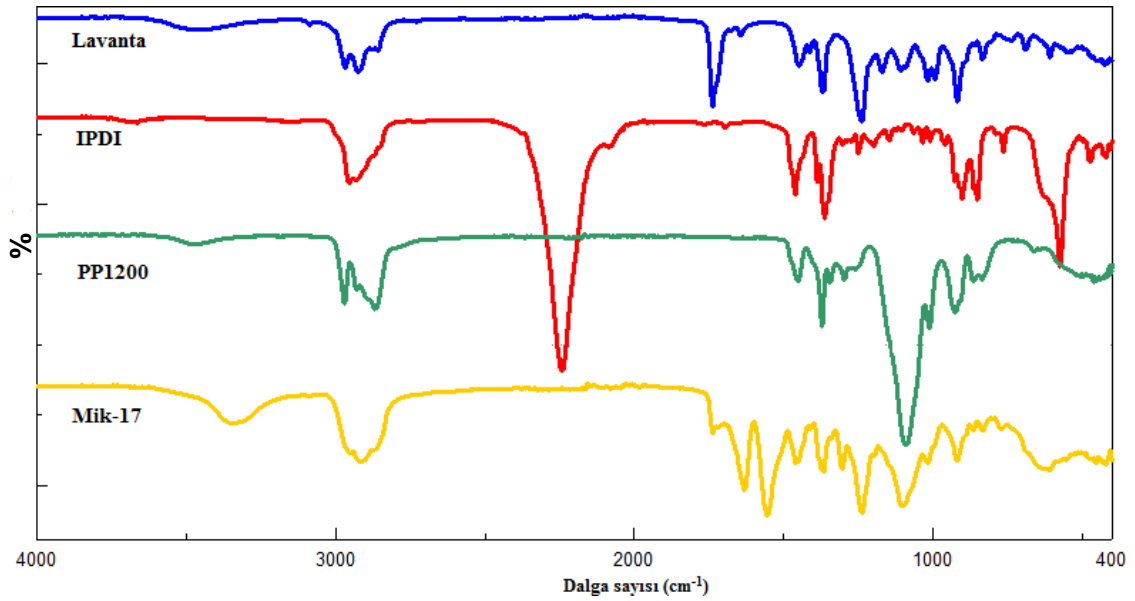
Şekil 4. 17. Mik-16 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 16. Mik-16’a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-16	3270	-NH gerilme sinyali
	2960	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2860	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	1738	C=O gerilme sinyali
	1640	-C=C gerilme sinyali
	1535	Amin II sinyali
	1229	Amin III sinyali
	1096	C-O-C eter sinyali

Mik-17 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PPG₁₂₀₀ ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.18’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PPG₁₂₀₀ ve IPDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.17’de gösterilmiştir.



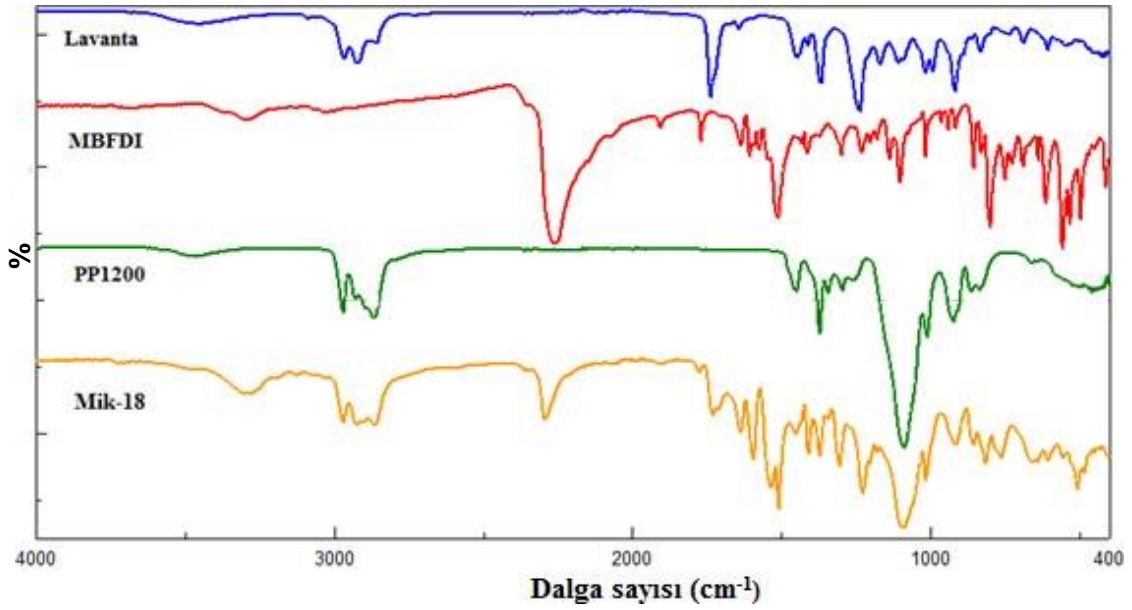
Şekil 4. 18. Mik-17 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 17. Mik-17’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-17	3300-3370	-NH gerilme sinyali
	2956	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2916	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	1736	C=O gerilme sinyali
	1629	-C=C gerilme sinyali
	1547	Amin II sinyali
	1232	Amin III sinyali
	1102	-C-O-C eter sinyali

Mik-18 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PP₁₂₀₀ ve MBFDI, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.19’da mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₁₂₀₀ ve MBFDI ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.18’de gösterilmiştir.



Şekil 4. 19. Mik-18 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 18. Mik-18’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

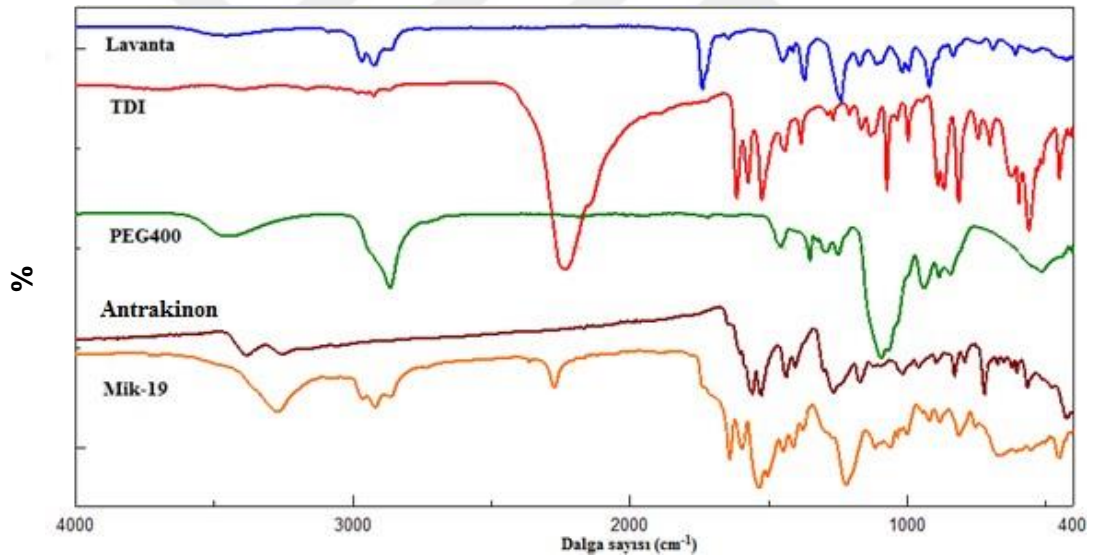
Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-18	3280	-NH gerilme sinyali
	2970	-CH asimetrik gerilme(-CH ₃)
	2864	CH asimetrik gerilme(-CH ₂)
	1730	C=O gerilme sinyali
	1640	-C=C gerilme
	1535	Amin II sinyali
	1224	Amin III sinyali
	1100	C-O-C eter sinyali

Üretilen II. grup koku kapsüllerinde poliüretanın yapısında bulunan –NH, –CH, –CH₂, –C=O, –C–N ve –N–CO–O pikleri tespit edilmiştir buda lavanta kokusunun poliüretan kabuk ile kapsüllenecek mikrokapşül oluştuğunu göstermektedir.

4.1.3 III. Grup mikrokapşüllerin FT-IR analizleri

Mik-19 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₄₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.20’de mikrokapşül üretiminde kullanılan PEG₄₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapşülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapşüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.19’de gösterilmiştir.



Şekil 4. 20. Mik-19 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 19. Mik-19’a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

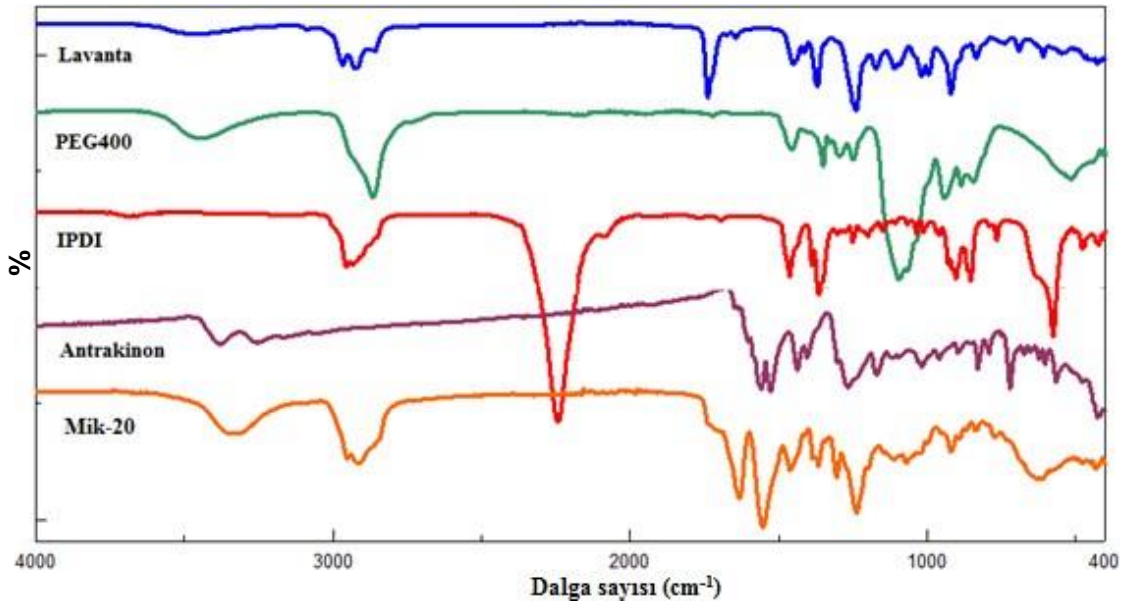
Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-19	3265	-NH gerilme sinyali
	2860-2960	-CH gerilme sinyali
	1740	C=O gerilme sinyali
	1500-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali

Çizelge 4. 19. (Devam) Mik-19'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

1110	-C-O-C eter sinyali
------	---------------------

Mik-20 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₄₀₀, diaminoantrakinon ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.21'de mikrokapsül üretiminde kullanılan PE₄₀₀, diaminoantrakinon ve IPDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.20'de gösterilmiştir.



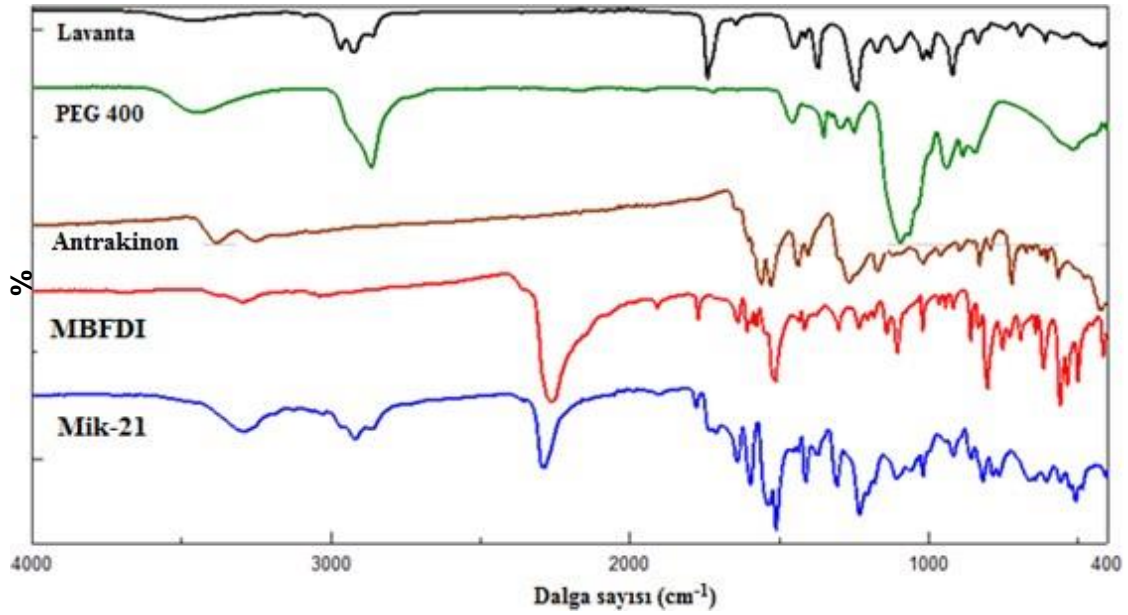
Şekil 4. 21. Mik-20 FT-IR spektroskopi analiz grafikleri

Çizelge 4. 20. Mik-20'e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-20	3300-3360	-NH gerilme sinyali
	2860-2960	-CH gerilme sinyali
	1740	C=O gerilme sinyali
	1500-1650	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1235	Amin-III sinyali
	1107	-C-O-C eter sinyali

Mik-21 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₄₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.22’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₄₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.21’de gösterilmiştir.



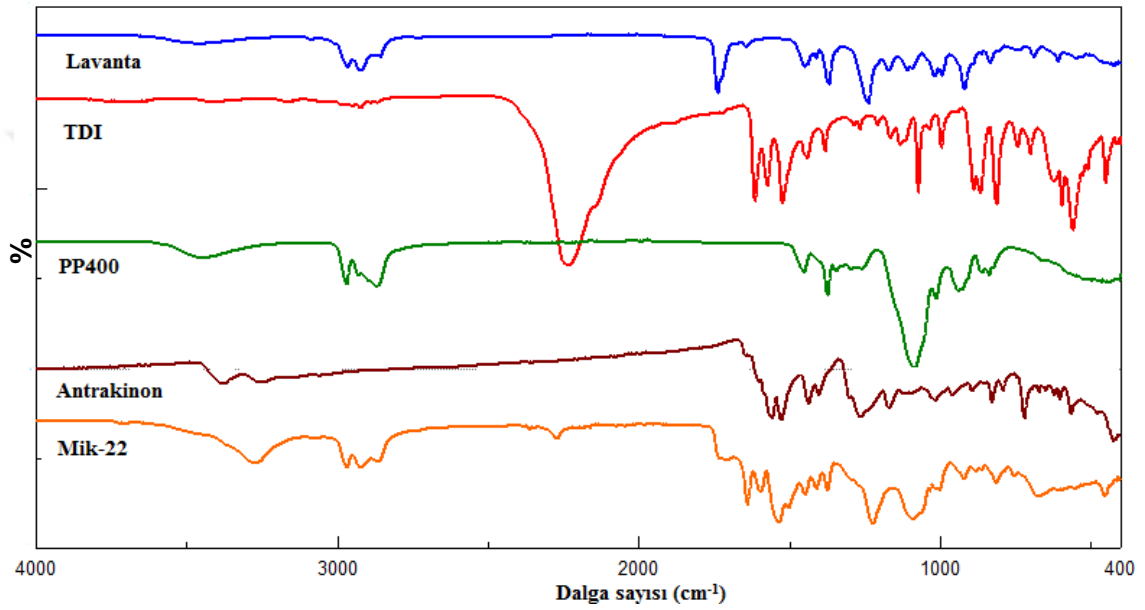
Şekil 4. 22. Mik-21 FT-IR spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 21. Mik-21’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-21	3300	-NH gerilme sinyali
	2860-2960	-CH gerilme sinyali
	1900	-C=C asimetric gerilme sinyali
	1740-1778	C=O gerilme sinyali
	1500-1650	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1229	Amin-III sinyali
	1100	-C-O-C eter sinyali

Mik-22 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PP₄₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.23’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₄₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsüle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.22’de gösterilmiştir.



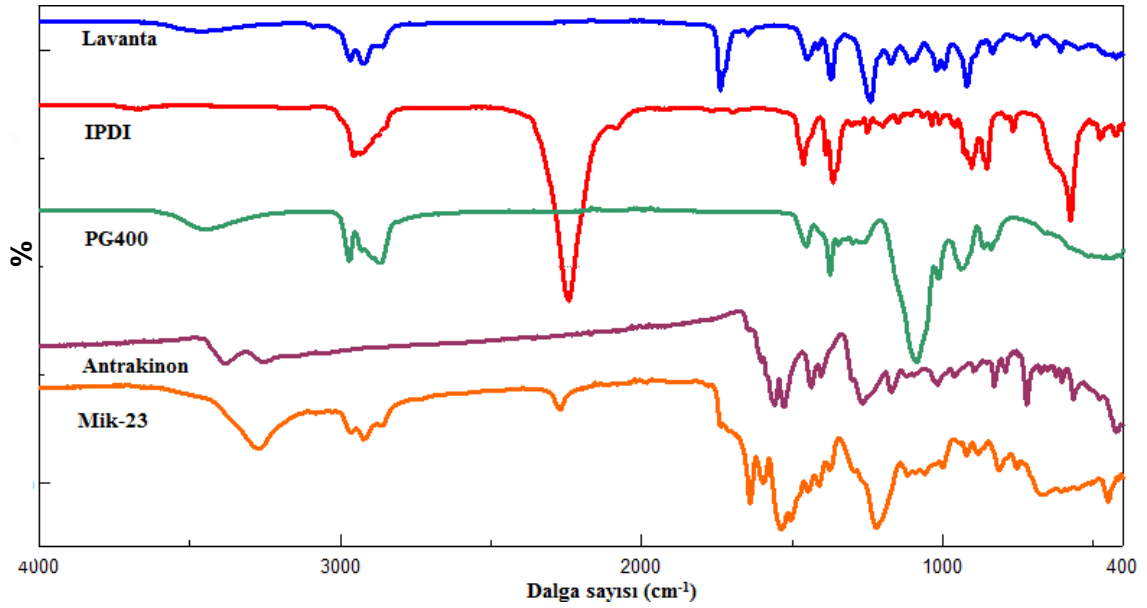
Şekil 4. 23. Mik-22 spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 22. Mik-22’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-22	3275	-NH gerilme sinyali
	2860-2970	-CH gerilme sinyali
	2270	O=C=O sinyali
	1730	C=O gerilme
	1500-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali
	1090	-C-O-C eter sinyali

Mik-23 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PP₄₀₀, diaminoantrakinon ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.24’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₄₀₀, diaminoantrakinon ve IPDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.23’de gösterilmiştir.



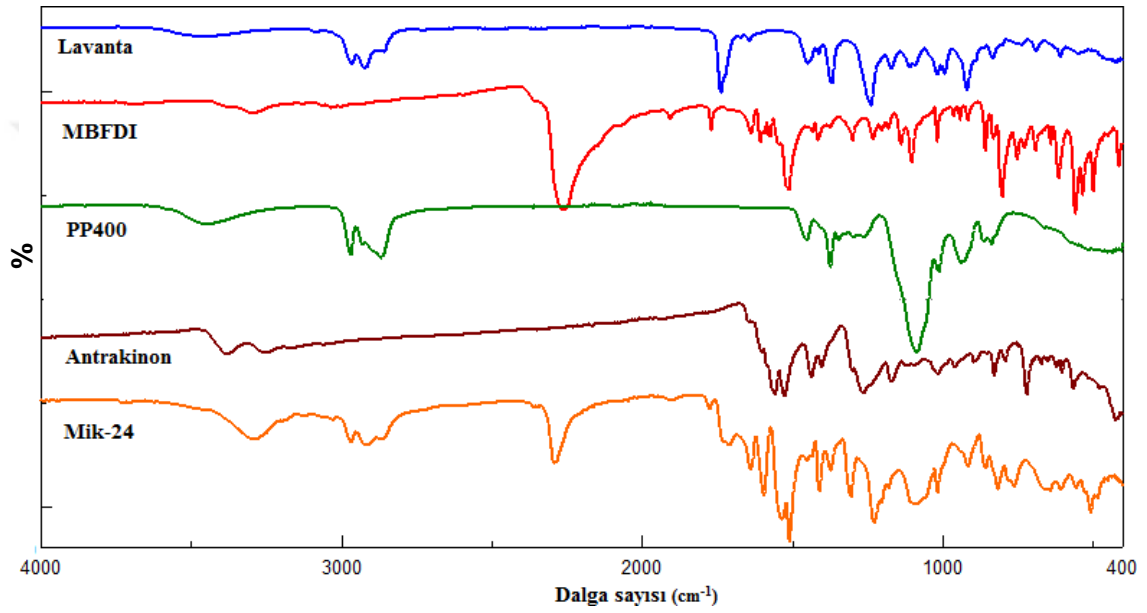
Şekil 4. 24. Mik-23 spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 23. Mik-23’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-23	3260	-NH gerilme piki sinyali
	2850-2962	-CH gerilme sinyali
	2266	O=C=O sinyali
	1734	C=O gerilme sinyali
	1500-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali
	1110	-C-O-C eter sinyali

Mik-24 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PP₄₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.25’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₄₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.24’de gösterilmiştir.



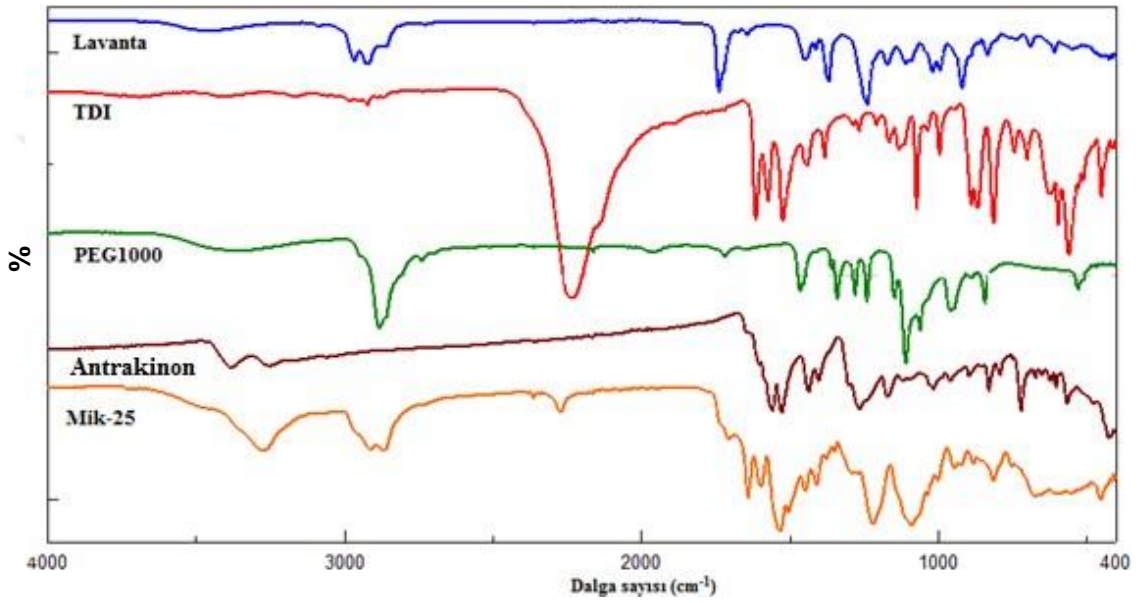
Şekil 4. 25. Mik-24 spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 24. Mik-24’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-24	3300	-NH gerilme sinyali
	2860-2970	-CH gerilme sinyali
	2290	O=C=O sinyali
	1711	C=O gerilme sinyali
	1510-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali
	1091	-C-O-C eter sinyali

Mik-25 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₁₀₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.26’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₁₀₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsüle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.25’de gösterilmiştir.



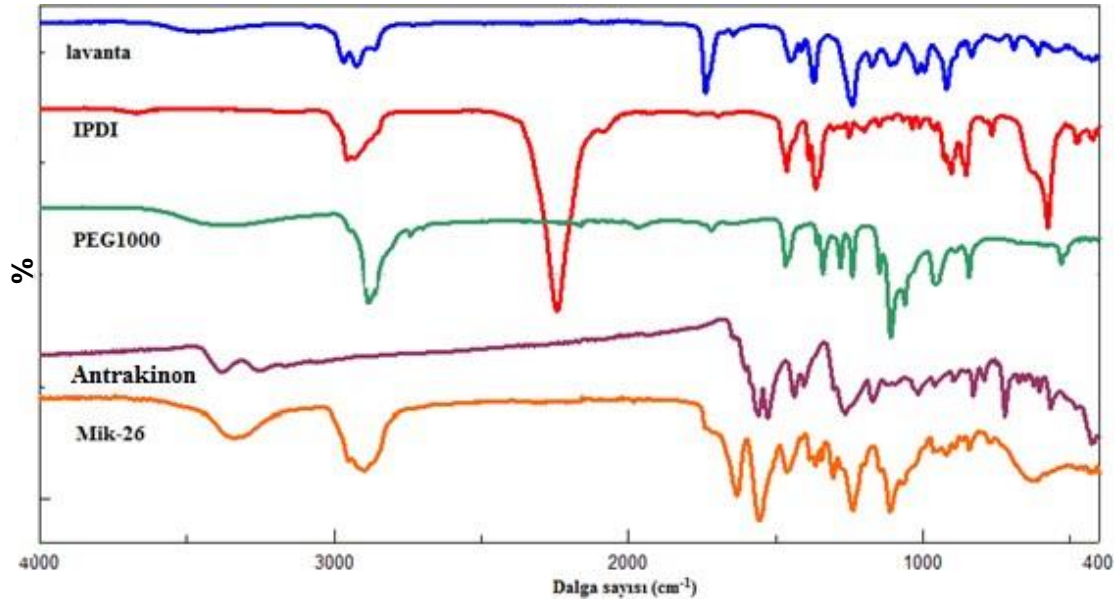
Şekil 4. 26. Mik-25 spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 25. Mik-25’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik -25	3300	-NH gerilme sinyali
	2860-2970	-CH gerilme sinyali
	1711	C=O gerilme sinyali
	2290	O=C=O sinyali
	1510-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali
	1091	-C-O-C eter sinyali

Mik-26 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₁₀₀₀, diaminoantrakinon ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.27’de mikrokapsül üretiminde kullanılan PEG₁₀₀₀, diaminoantrakinon ve IPDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsüle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.26’da gösterilmiştir.



Şekil 4. 27. Mik-26 spektroskopisi analiz grafikleri

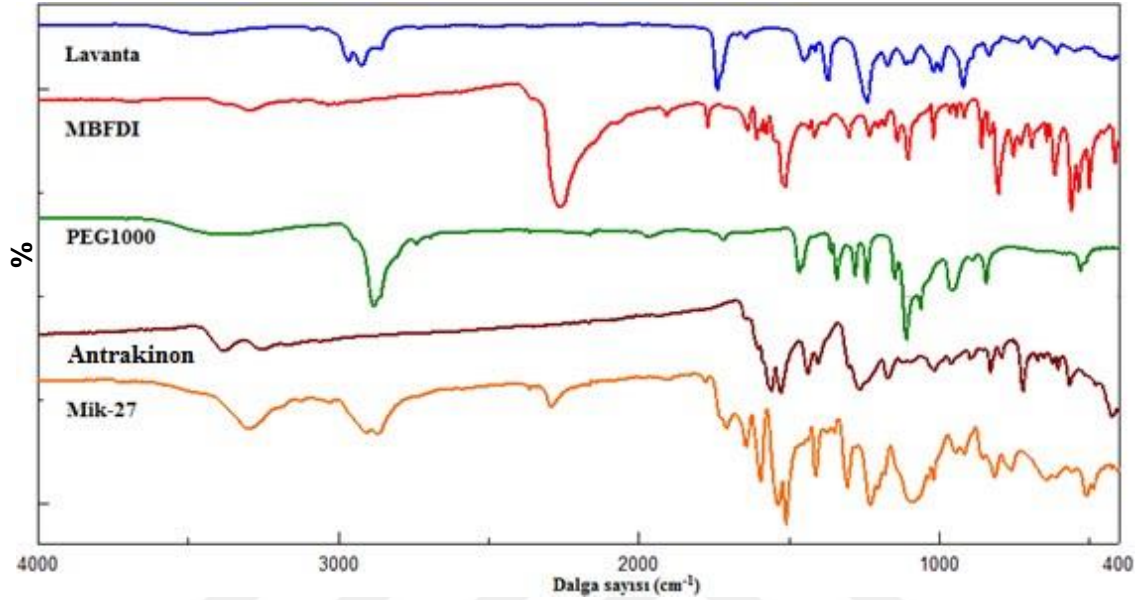
Çizelge 4. 26. Mik-26’a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-26	3330	-NH gerilme sinyali
	2890-2960	-CH gerilme sinyali
	1711	C=O gerilme sinyali
	1460-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali
	1110	-C-O-C eter sinyali

Mik-27 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PEG₁₀₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.28’de mikrokapsül üretiminde

kullanılan PEG₁₀₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsüle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.27’de gösterilmiştir.



Şekil 4. 28 Mik-27 spektroskopisi analiz grafikleri

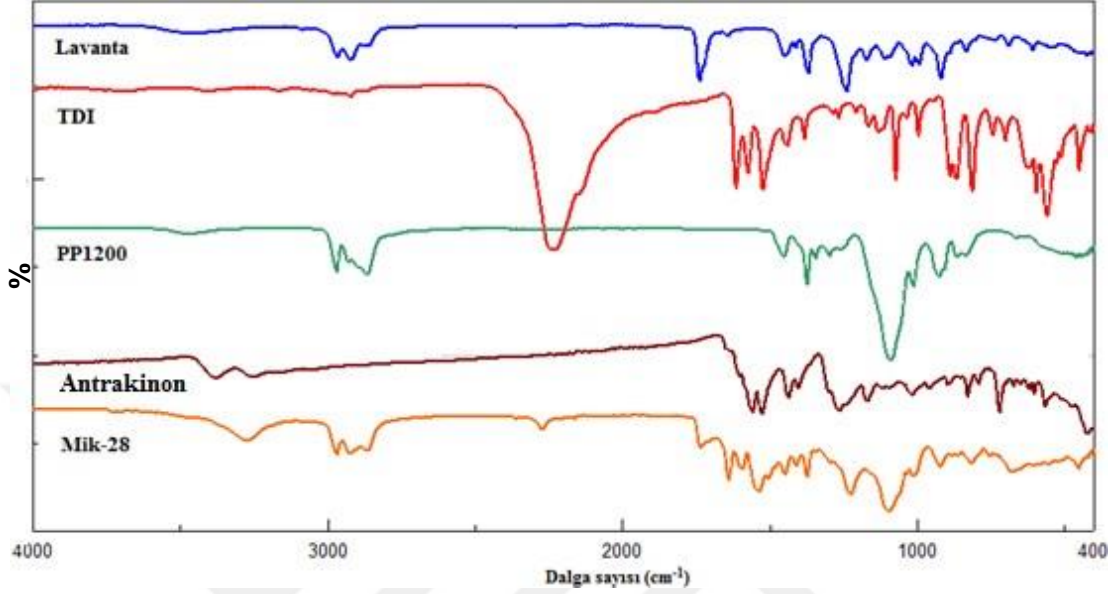
Çizelge 4. 27. Mik-27’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-27	3300	-NH gerilme sinyali
	2860-2910	-CH gerilme sinyali
	1711	C=O gerilme sinyali
	2290	O=C=O sinyali
	1510-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali
	1086	-C-O-C eter sinyali

Mik-28 FT-IR spektroskopi analizi

Duvar maddesi olarak PP₁₂₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.29’da mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₁₂₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri

üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.28’de gösterilmiştir.



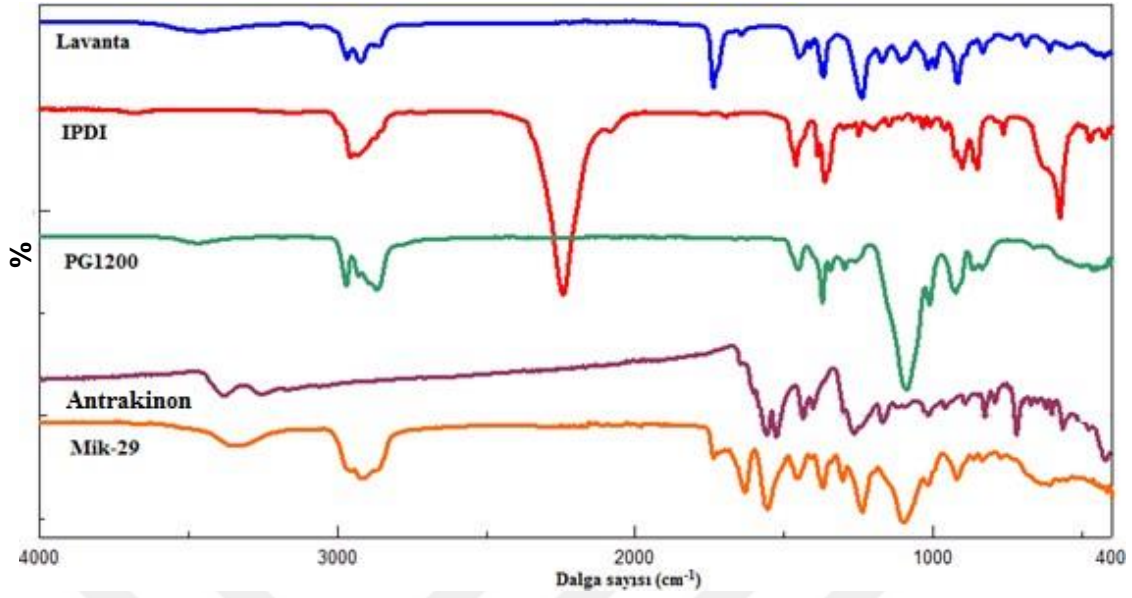
Şekil 4. 29. Mik-28 spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 28. Mik-28’e ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-28	3270	-NH gerilme sinyali
	2860-2970	-CH gerilme sinyali
	1735	C=O gerilme sinyali
	2290	O=C=O sinyali
	1510-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1219	Amin-III sinyali
	1095	-C-O-C eter sinyali

Mik-29 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PP₁₂₀₀, diaminoantrakinon ve IPDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.30’da mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₁₂₀₀, diaminoantrakinon ve TDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.29’da gösterilmiştir.



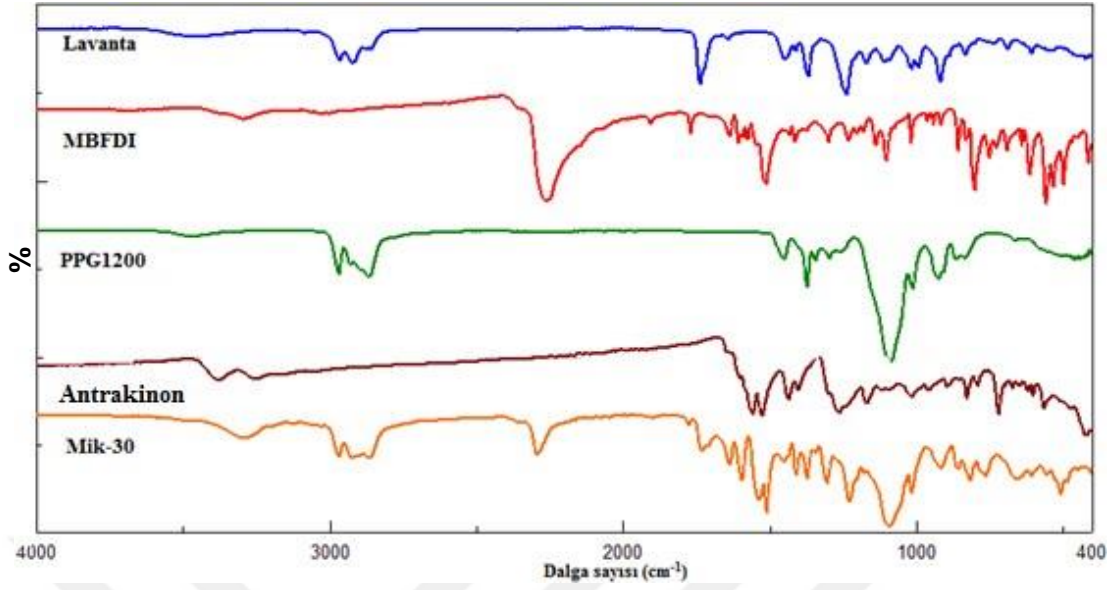
Şekil 4. 30. Mik-29 spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 29. Mik-29'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-29	3340	-NH gerilme sinyali
	2860-29760	-CH gerilme sinyali
	1743	C=O gerilme sinyali
	1450-1650	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1232	Amin-III sinyali
	1102	-C-O-C eter sinyali

Mik-30 FT-IR spektroskopisi analizi

Duvar maddesi olarak PP₁₂₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri, çekirdek maddesi olarak lavanta kokusu kullanılmıştır. Şekil 4.31'de mikrokapsül üretiminde kullanılan PP₁₂₀₀, diaminoantrakinon ve MBFDI polimeri ile koku maddesine ait FT-IR grafikleri üretilen mikrokapsülle beraber gösterilmiştir. Oluşan mikrokapsüle ait dalga sayıları ve titreşim türleri de Çizelge 4.30'da gösterilmiştir.



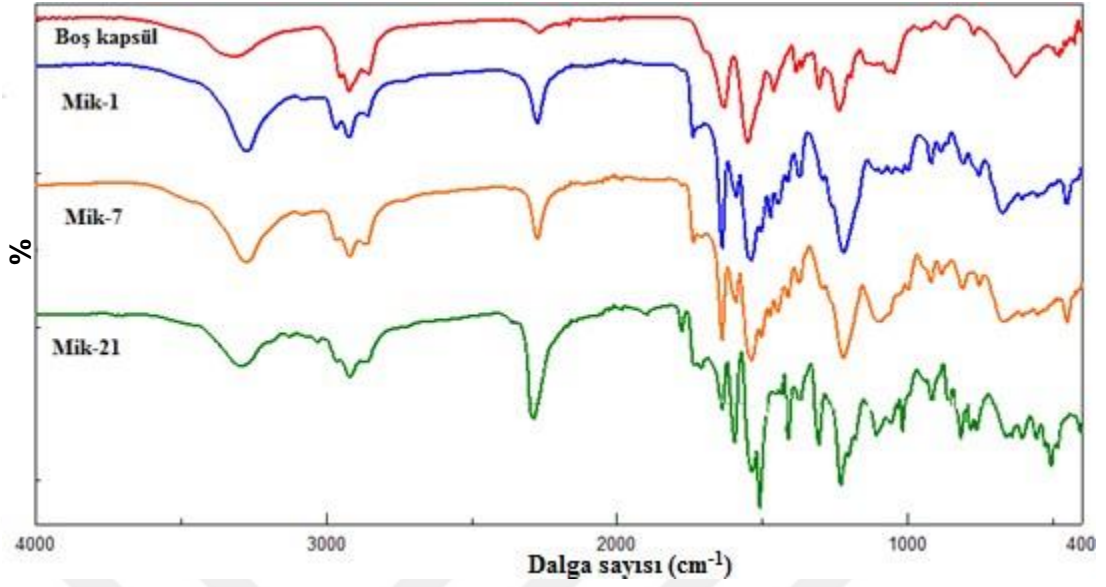
Şekil 4. 31. Mik-30 spektroskopisi analiz grafikleri

Çizelge 4. 30. Mik-30'a ait dalga sayıları ve sinyal cinsleri

Madde	Dalga Numarası (cm ⁻¹)	Sinyal cinsi
Mik-30	3290	-NH gerilme sinyali
	2860-2970	-CH gerilme
	2300	O=C=O sinyali
	1740	C=O gerilme sinyali
	1510-1640	-C=N, C=C, N=N çift bağlar
	1224	Amin-III sinyali
	1096	-C-O-C eter sinyali

Üretilen III. grup koku kapsüllerinde poliüretanın yapısında bulunan -NH, -CH, -CH₂, -C=O, -C-N ve -C-O-C- pikleri tespit edilmiştir buda lavanta kokusunun poliüretan kabuk ile kapsüllenerek mikrokapsül oluştuğunu göstermektedir.

Koku kapsülleri üretim şartları ile aynı şartlarda, içerisine lavanta yağı eklenmeden boş poliüretan kapsül üretimi gerçekleştirilerek, 3 grup içersinden seçilen (Mik-1, Mik-7 ve Mik-21) ile beraber Şekil 4.32'de gösterilmiştir. Şekil 4.32'ye göre üretimi gerçekleştirilen kapsüllerin poliüretan yapıda olduğu ve benzer grafiği verdiği belirlenmiştir.



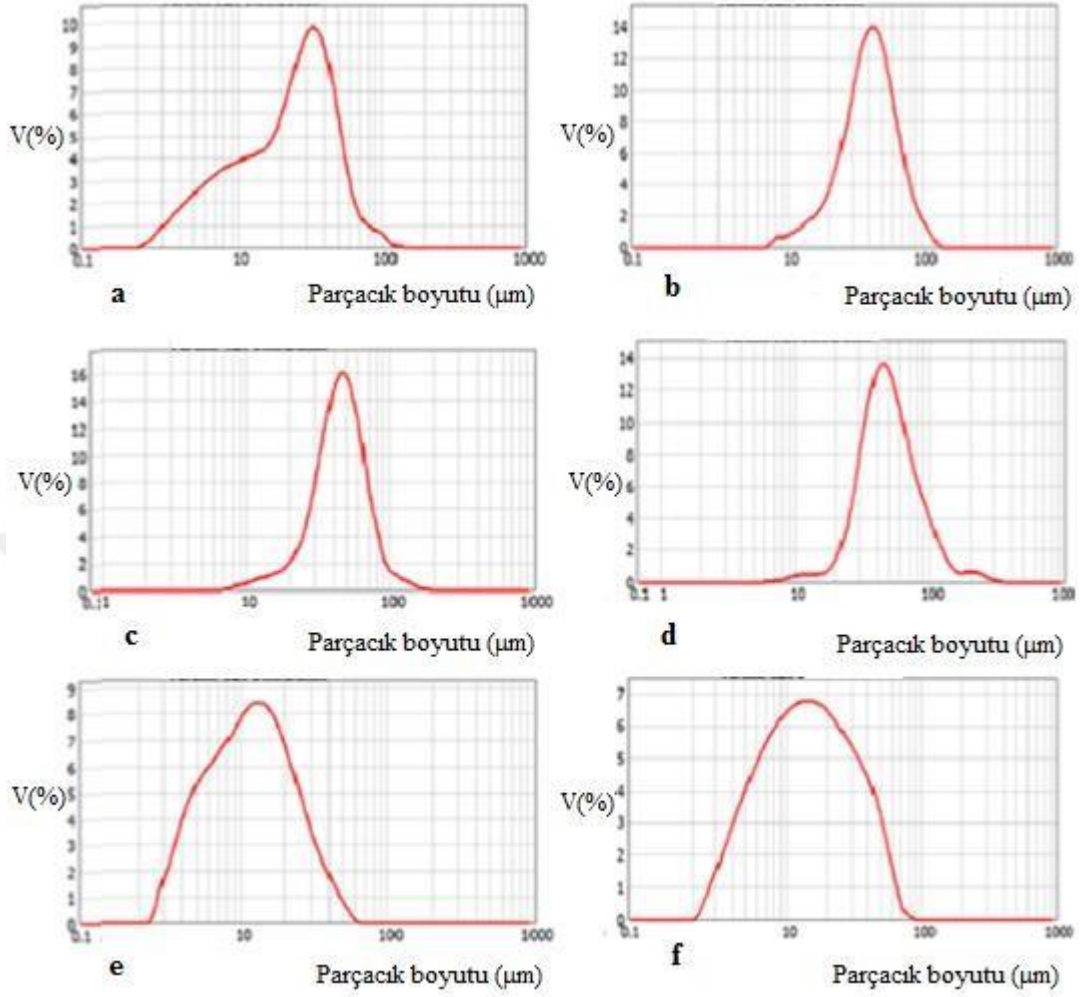
Şekil 4. 32. Poliüretan boş kapsül (lavanta yağı içermeyen), Mik-1, Mik-7 ve Mik-21 FT-IR spektrumları

4.2 Mikrokapsüllerin PBD analizleri

Üretimi gerçekleştirilen mikrokapsüllerin parçacık boyutu ölçümü öncesinde 0.5 gr mikrokapsül, 2-3 damla yüzey aktif madde (Triton X100) ve 50 mL deiyonize su ile homejenizatörde 10000 d/dk hızda, homojen mikrokapsül dispersiyonu elde edilmesi için 15 dk süre ile karıştırılmıştır.

4.2.1 I. Grup mikrokapsüllerin PBD analizleri

Bu grupta üretilen mikrokapsüllerin, Şekil 4. 33'de PBD grafikleri gösterilmiştir. Grafiklere göre ortalama parçacık büyüklükleri 10-50 µm arasındadır ve parçacıklar tek dağılımlıdır.



Şekil 4. 33. I. Grup mikrokapsüllerin PBD grafikleri; a: Mik-1, b: Mik-2, c: Mik-3, d: Mik-4, f: Mik-5 ve g: Mik-6

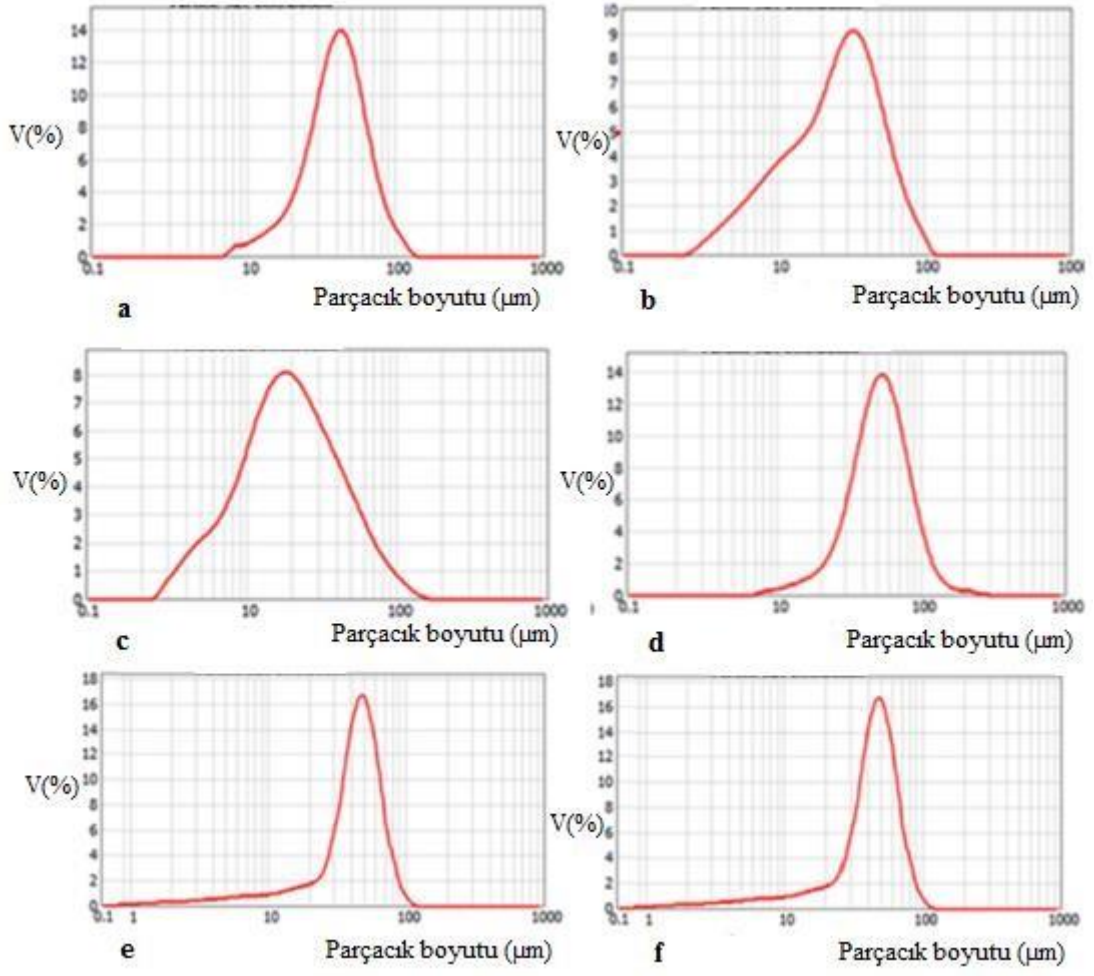
Çizelge 4.31’de mikrokapsüllerin parçacık dağılımları %10, %50, %90’nın parçacık dağılımı, yüzey ağırlıklı ortalaması ($D[3.2]$) ve hacim ağırlıklı ortalaması ($D[4.3]$) μm boyutunda gösterilmiştir. Tabloda verilen değerlere bakıldığında Mik-1-6’ya ait ortalama parçacık boyutlarının 4.57-94.07 μm arasında değiştiği görülmektedir. Tabloda verilen değerler ve boyut dağılım grafikleri incelendiğinde EG ve PG’den üretilen mikrokapsüllerin (Mik-1-6) ortalama parçacık boyutu ve dağılımları bakımında tekstil malzemelerinde kullanılmaya uygun olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Çizelge 4. 31. I. Grup mikrokapsüllere ait PBD analizi

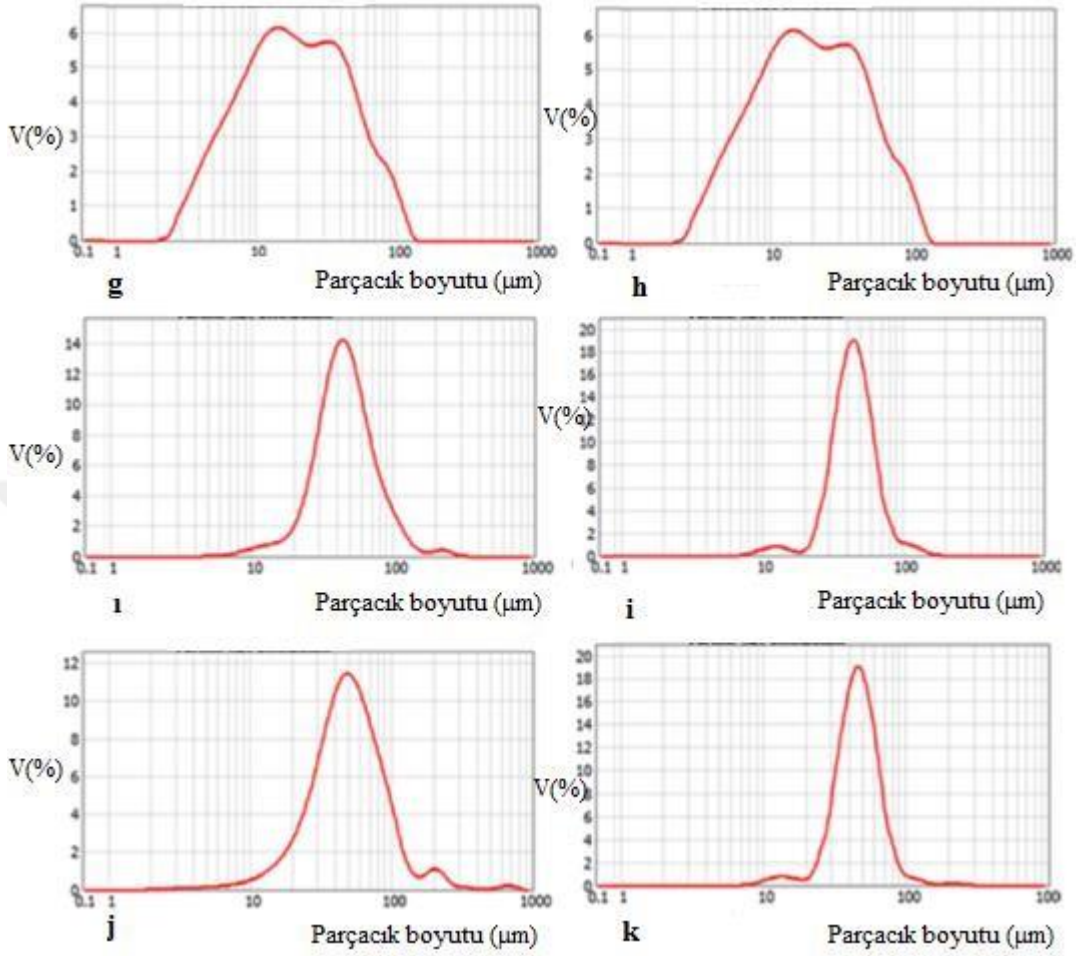
Kapsül	d (0.10) (µm)	d (0.50) (µm)	d (0.90) (µm)	Spesifik yüzey alanı (m²/g)	Yüzey ağırlık ort. (µm)	Hacimce ağırlıklı ort. (µm)
Mik-1	6.18	24.78	49.89	0.41	14.55	27.01
Mik-2	20.77	40.94	70.49	0.17	34.41	43.91
Mik-3	25.48	45.24	72.57	0.15	39.09	48.00
Mik-4	27.74	48.17	94.07	0.14	43.16	56.90
Mik-5	4.57	11.56	27.19	0.65	9.16	14.09
Mik-6	4.88	14.16	39.87	0.57	10.47	18.65

4.2.2 II. Grup mikrokapsüllerin PBD analizleri

Bu grupta üretilen mikrokapsüllerin, Şekil 4.34’de parçacık PBD grafikleri gösterilmiştir. Grafiklere göre ortalama parçacık büyüklükleri 15-55 µm arasında ve parçacıklar dar bir aralıkta homojen dağılımlıdır.



Şekil 4. 34. II. Grup mikrokapsüllerin parçacık PBD grafikleri; a: Mik-7, b: Mik-8, c: Mik-9, d: Mik-10, e: Mik-11, f: Mik-12



Şekil 4.34. (Devam) II. Grup mikrokapsüllerin PBD grafikleri; g: Mik-13, h: Mik-14, i: Mik-15, j: Mik-16, k: Mik-17 ve k: Mik-18

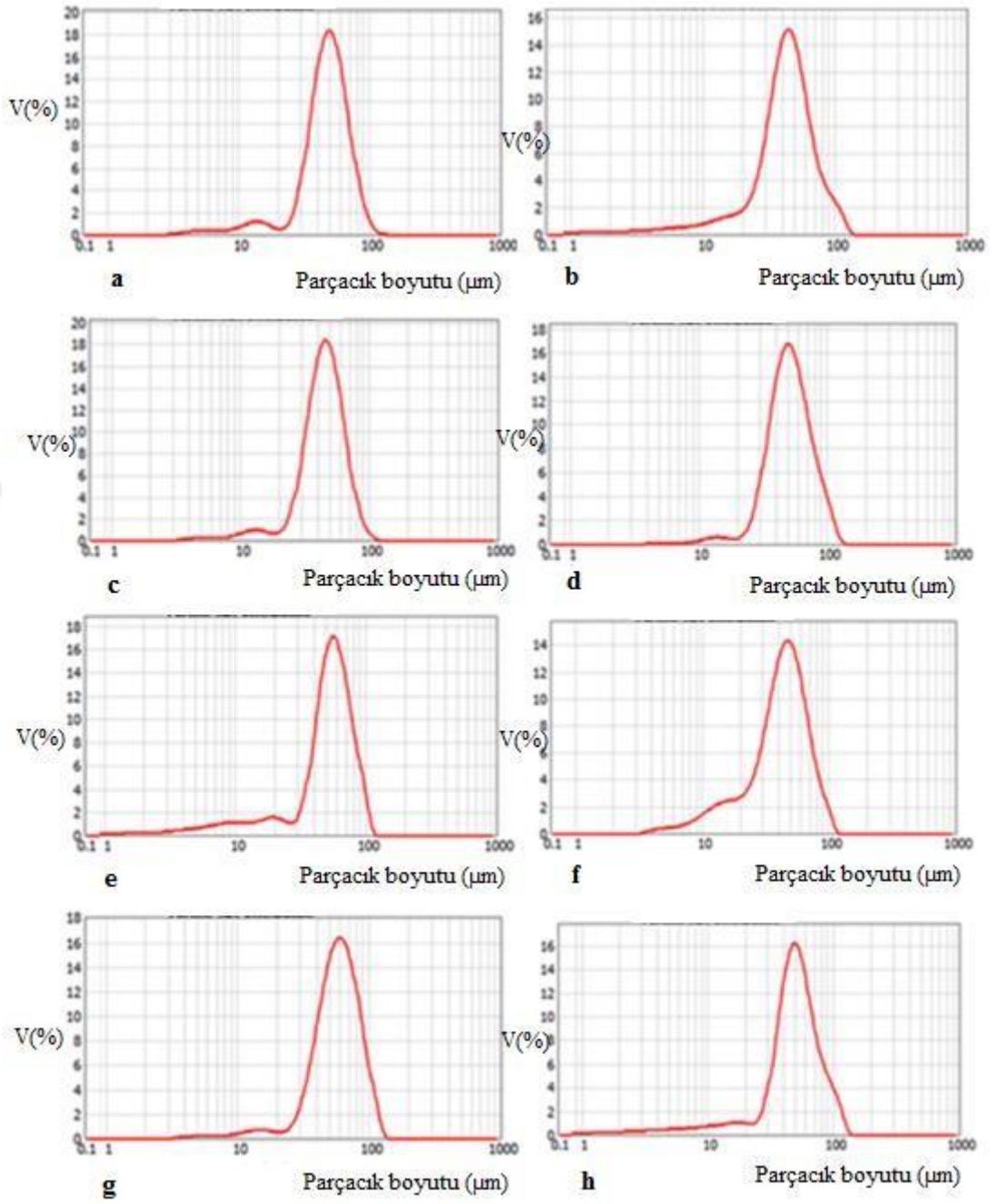
Çizelge 4.32’de mikrokapsüllerin parçacık dağılımları %10, %50, %90’nın parçacık dağılımı, yüzey ağırlıklı ortalaması (D [3.2]) ve hacim ağırlıklı ortalaması (D[4.3]) μm boyutunda gösterilmiştir. Tabloda verilen değerlere bakıldığında Mik-7-18’ya ait ortalama parçacık boyutlarının 5.75-99.34 μm arasında değiştiği görülmektedir. Tabloda verilen değerler ve boyut dağılım grafikleri incelendiğinde Mik-7-18 mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutu ve dağılımları bakımından tekstil malzemelerinde kullanılmaya uygun olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Çizelge 4. 32. II. Grup mikrokapsüller'e ait PBD analizi

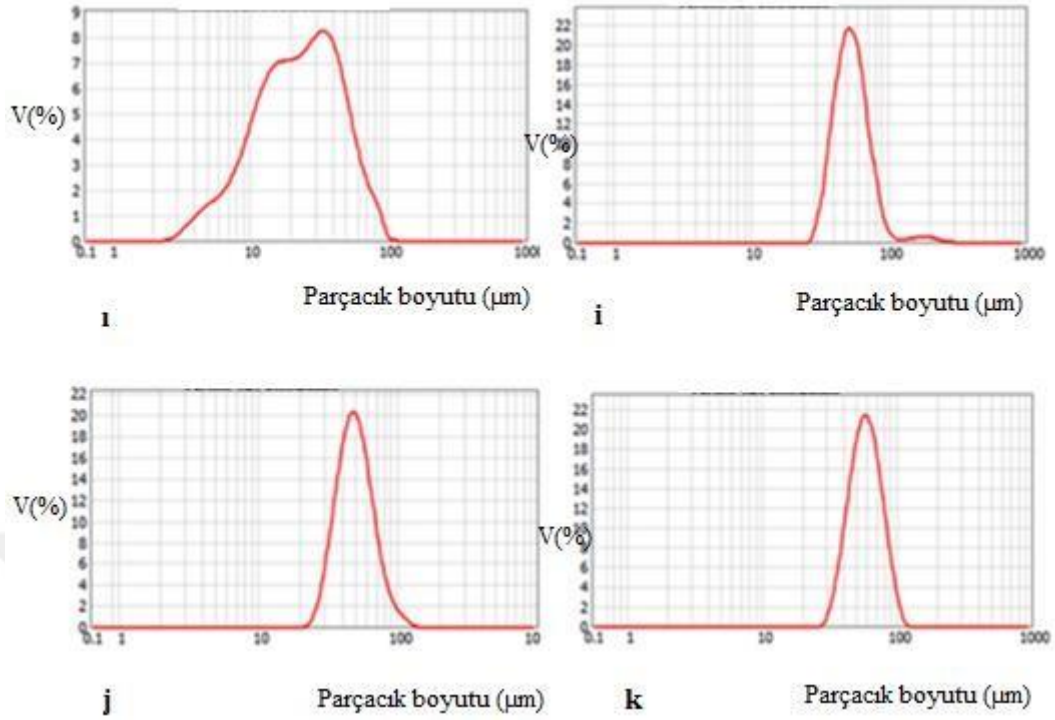
Kapsül	d (0.10) (µm)	d (0.50) (µm)	d (0.90) (µm)	Spesifik yüzey alanı (m²/g)	Yüzey ağırlık ort. (µm)	Hacimce ağırlıklı ort. (µm)
Mik-7	5.02	15.96	53.33	0.42	12.05	25.20
Mik-8	7.68	23.26	56.65	0.35	16.97	29.74
Mik-9	6.75	19.03	51.63	0.43	14.11	25.17
Mik-10	27.64	52.23	90.89	0.14	44.39	57.06
Mik-11	11.60	44.16	67.43	0.51	11.63	67.43
Mik-12	7.15	15.31	24.98	0.48	12.51	15.71
Mik-13	5.75	18.58	58.24	0.46	12.97	26.47
Mik-14	38.23	53.35	77.40	0.12	52.26	57.62
Mik-15	25.33	45.10	83.53	0.15	39.34	51.51
Mik-16	29.16	44.43	67.35	0.15	40.26	47.25
Mik-17	22.89	49.24	99.34	0.16	38.30	61.23
Mik-18	29.94	45.98	68.75	0.14	41.62	48.73

4.2.3 III. Grup mikrokapsüllerin PBD analizleri

Bu grupta üretilen mikrokapsüllerin, Şekil 4.35'de PBD grafikleri gösterilmiştir. Grafiklere göre ortalama parçacık büyüklükleri 23-60 µm arasında ve homojen tek dağılımlı olarak üretilmişlerdir.



Şekil 4. 35. III. Grup mikrokapsüllerin PBD grafikleri; a: Mik-19, b: Mik-20, c: Mik-21, d: Mik-22, e: Mik-23, f: Mik-24, g: Mik-25, h: Mik-26



Şekil 4.35. (Devam) III. Grup mikrokapsüllerin PBD grafikleri; i: Mik-27, ı: Mik-28, j: Mik-29 ve k: Mik-30

Çizelge 4.33’de mikrokapsüllerin parçacık dağılımları %10, %50, %90’nın parçacık dağılımı, yüzey ağırlıklı ortalaması (D [3.2]) ve hacim ağırlıklı ortalaması (D[4.3]) μm boyutunda gösterilmiştir. Tabloda verilen değerlere bakıldığında Mik-7-18’ya ait ortalama parçacık boyutlarının 8.49-90.18 μm arasında değiştiği görülmektedir. Tabloda verilen değerler ve boyut dağılım grafikleri incelendiğinde Mik-19-30 mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutu ve dağılımları bakımından tekstil malzemelerinde kullanılmaya uygun olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Çizelge 4. 33. III. Grup mikrokapsüllere ait PBD analizi

Kapsül	d (0.10) (μm)	d (0.50) (μm)	d (0.90) (μm)	Spesifik yüzey alanı (m^2/g)	Yüzey ağırlık ort. (μm)	Hacimce ağırlıklı ort. (μm)
Mik-19	29.19	37.48	49.41	0.16	37.48	49.41
Mik-20	15.98	43.13	73.65	0.45	13.38	44.69
Mik-21	27.58	45.04	67.23	0.16	37.04	46.21
Mik-22	31.90	51.07	83.25	0.13	45.59	54.45

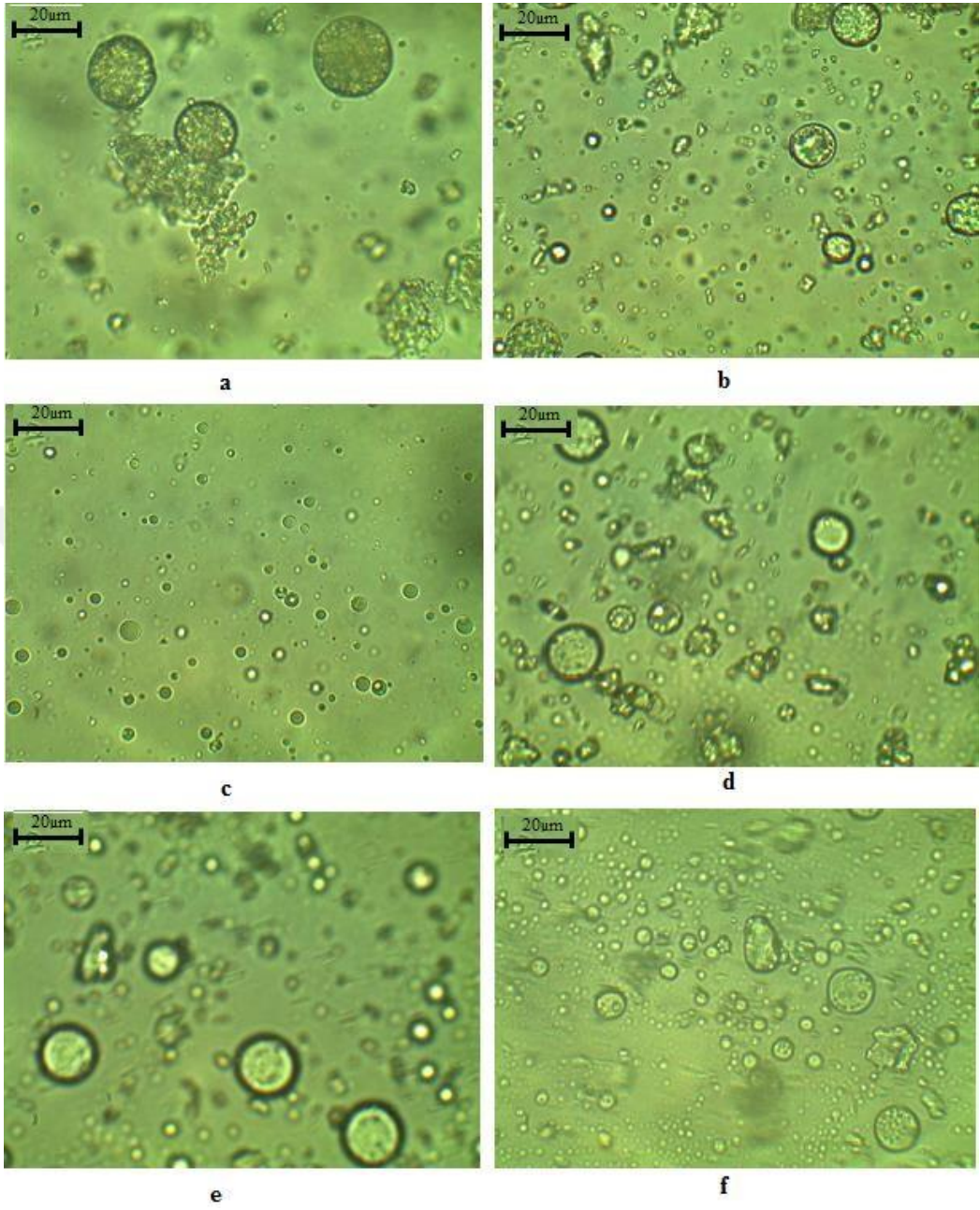
Çizelge 4. 33. (Devam) III. Grup mikrokapsüllere ait PBD analizi

Mik-23	12.29	53.34	81.32	0.44	13.62	51.71
Mik-24	16.13	30.88	44.46	0.19	30.88	44.46
Mik-25	34.46	58.28	90.18	0.13	46.66	60.15
Mik-26	16.87	49.24	83.29	0.42	14.29	50.90
Mik-27	8.49	23.35	52.75	0.36	16.90	27.66
Mik-28	38.23	53.35	77.40	0.12	52.26	57.62
Mik-29	41.14	58.37	82.51	1.11	56.30	60.38
Mik-30	40.30	56.39	78.51	0.10	54.30	58.78

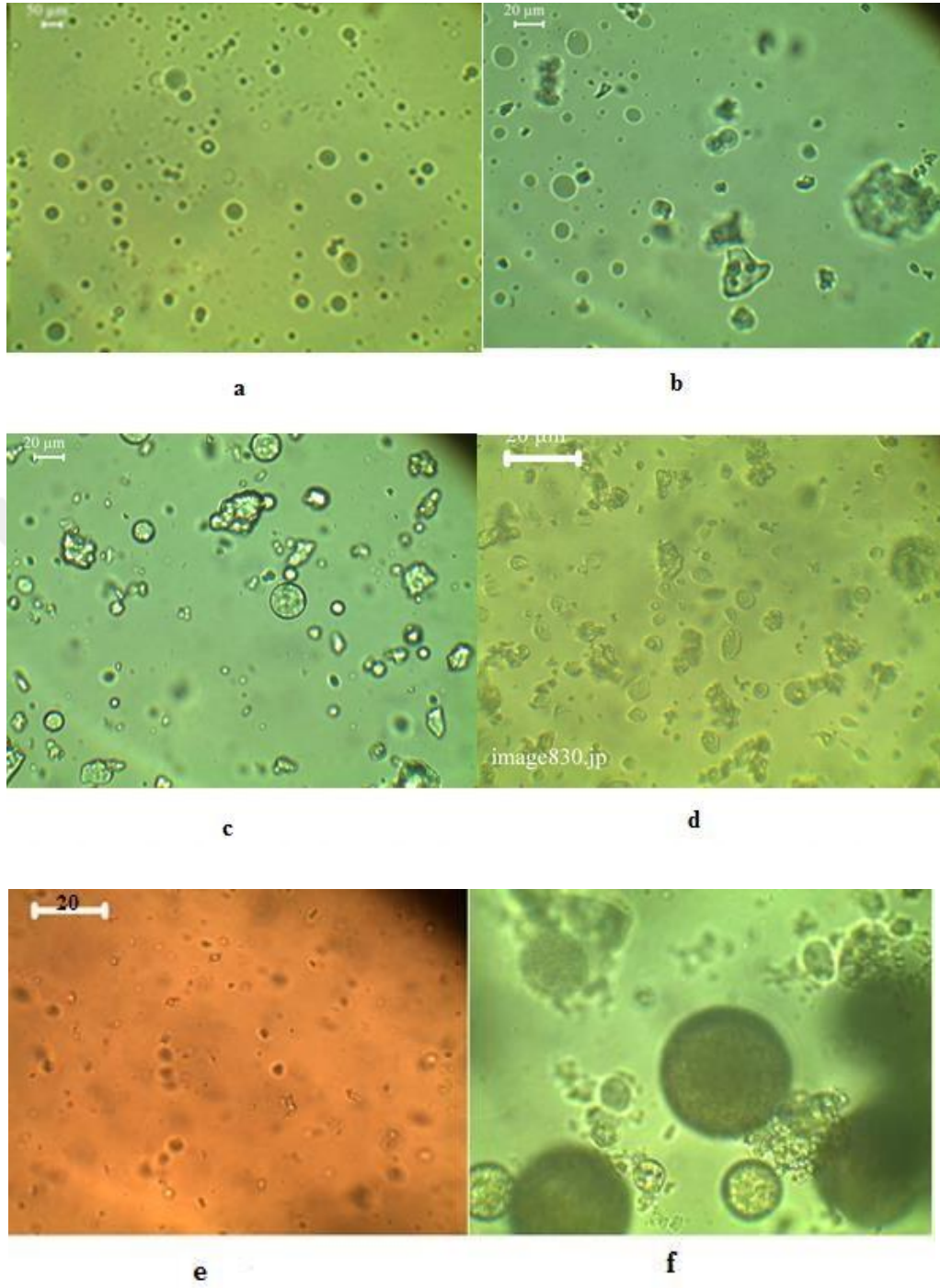
Tekstil malzemelerinde nano boyuttaki kapsüller sağlık açısından tehlikeler oluşturmakta ve genellikle 20-2000 mikron boyutundaki kapsüller tercih edilmektedir. Üretimi gerçekleştirilen bütün kapsüller ortalama 40-50 µm parçacık boyutunda tekstil malzemelerinde kullanılmaya uygun olarak üretilmişlerdir. Bütün kapsüllerin tek dağılımlı ve dar bir bantta üretildikleri parçacık boyutu diyagramlarından gözlemlenmektedir.

4.3 Mikrokapsüllerin POM görüntüleri

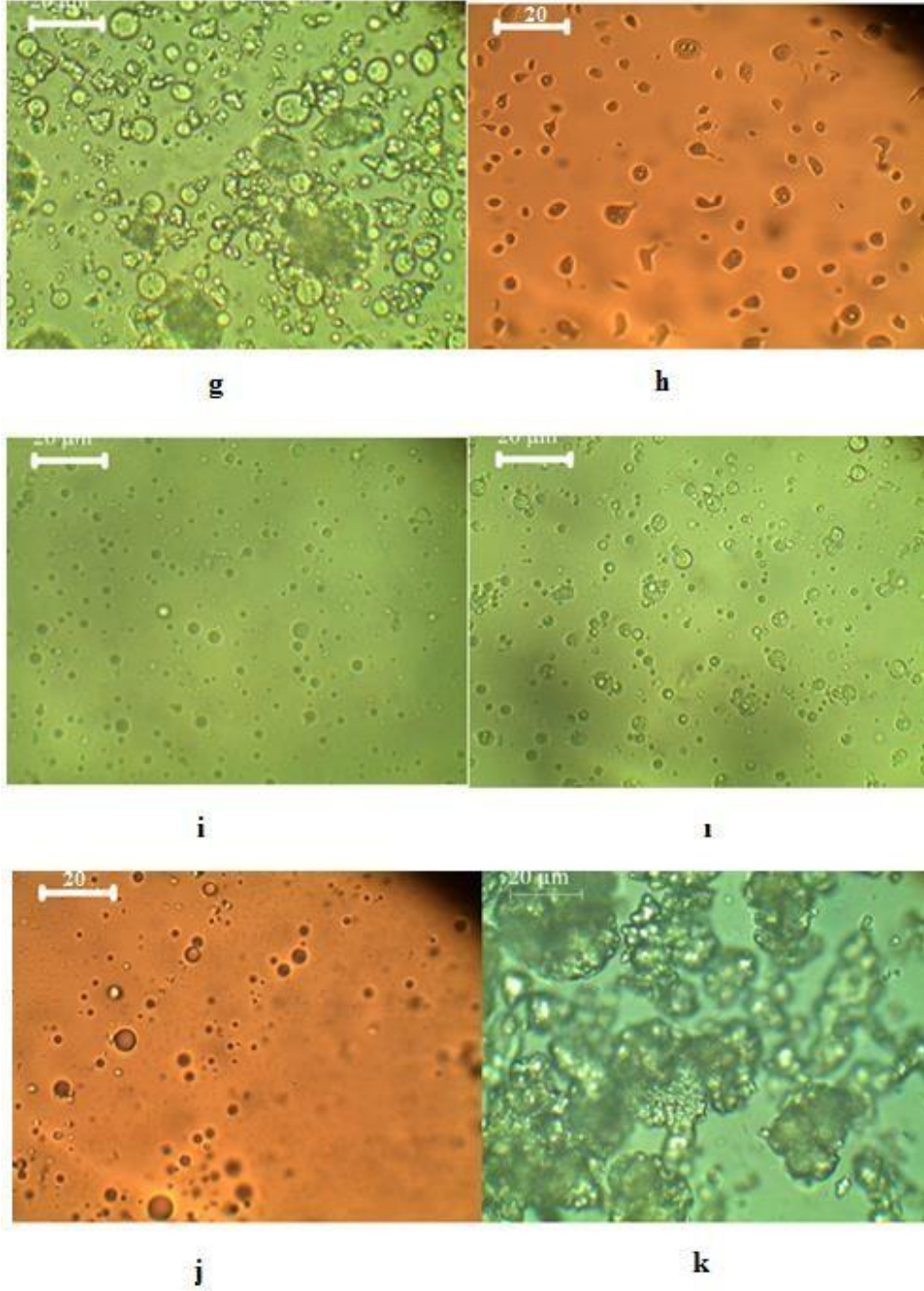
Mikrokapsüllerin POM görüntüleri alınmadan önce, mikrokapsüllerin topaklanma problemlerine engel olmak ve daha düzgün görüntü elde edebilmek için, mikrokapsüller emülsiyon halinde 10000 d/dk hızda yarım saat homojenize edildikten sonra POM görüntüleri kaydedilmiştir. POM görüntüleri incelendiğinde mikrokapsüllerin PBD grafiklerine uygun olarak (5-100 µm) küresel boyutta üretildikleri tespit edilmiştir. POM görüntülerinde özellikle 30-40 µm arası mikrokapsüller daha rahat görüntülenirken, küçük mikrokapsüllerde tespit edilmiştir. Fakat daha büyük mikrokapsüller de görüntülenmiştir. Şekil 4.36'de I.grup, Şekil 4.37'de II. grup ve Şekil 4.38'de ise III. grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri gösterilmiştir.



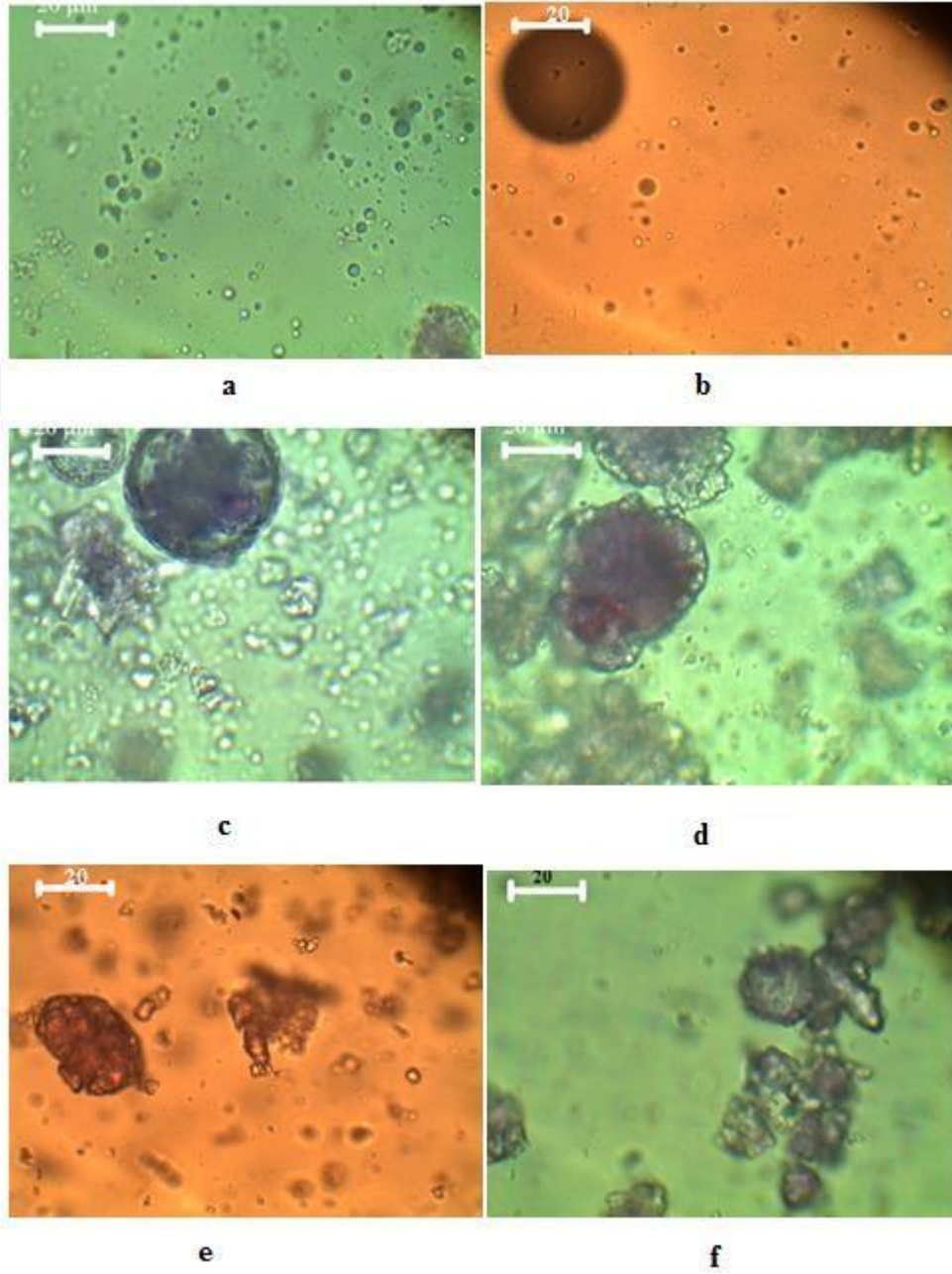
Şekil 4. 36. I. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri a: Mik-1, b: Mik-2, c: Mik-3, d: Mik-4, e: Mik-5 ve f: Mik-6



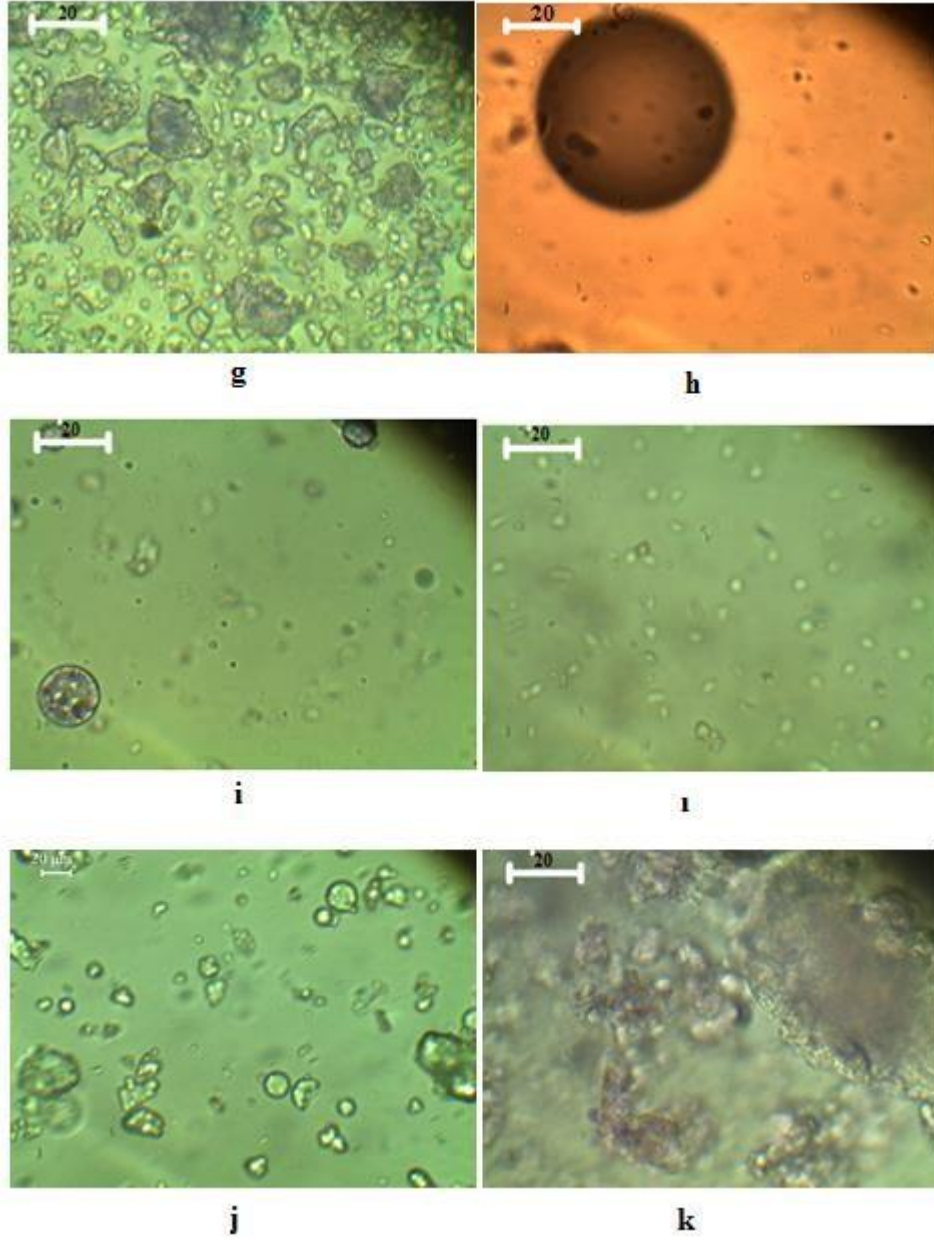
Şekil 4. 37. II. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri; a: Mik-7, b: Mik-8, c: Mik-9, d: Mik-10, e: Mik-11, f: Mik-12



Şekil 4.3. (Devam) II. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri; g: Mik-13, h: Mik-14, i: Mik-15, l: Mik-16, j: Mik-17 ve k: Mik-18



Şekil 4. 38. III. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri; a: Mik-19, b: Mik-20, c: Mik-21, d: Mik-22, e: Mik-23, f: Mik-24



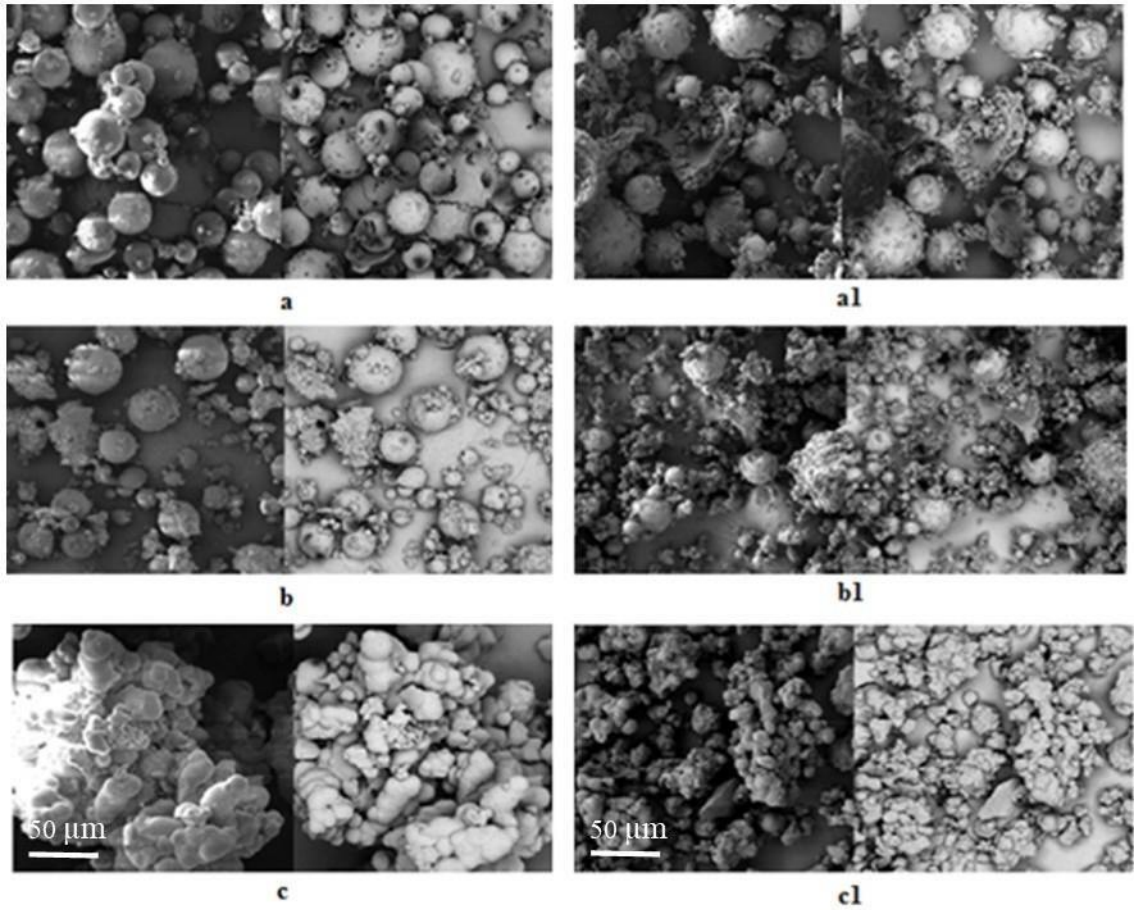
Şekil 4.38. (Devam) III. Grup mikrokapsüllerin POM görüntüleri g: Mik-25, h: Mik-26, i: Mik-27, l: Mik-28, j: Mik-29 ve k: Mik-30

4.4 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri

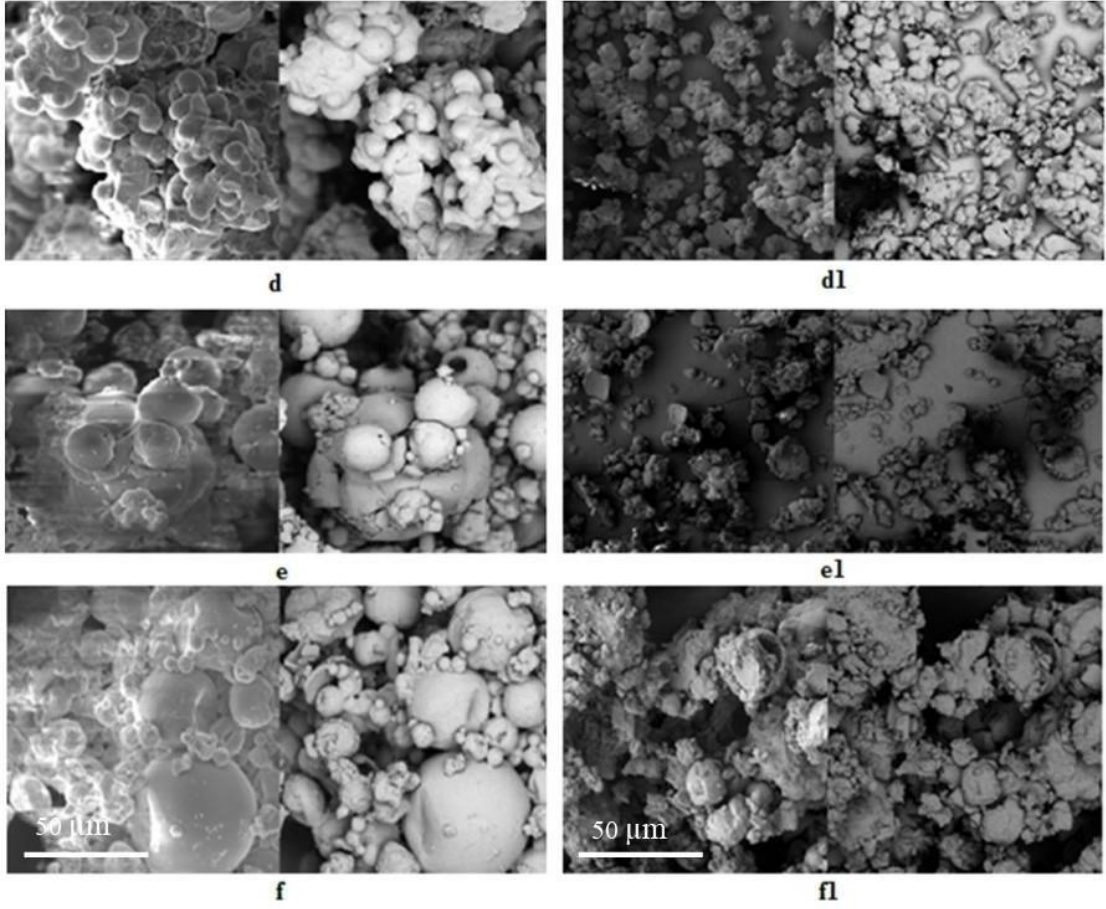
SEM malzemelerin yüzey özelliklerini nano ve mikro boyutta belirlemek için yaygın kullanılan etkili bir yöntemdir. Üretimi gerçekleştirilen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelenerek, kapsül şekli, kabuk yapısı ve kırılma durumları araştırılmıştır.

4.4.1 I. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüleri

Mikrokapsüllerin kontrollü salım öncesi ve sonrasında SEM görüntüleri alınarak Şekil 4.39'de gösterilmiştir.

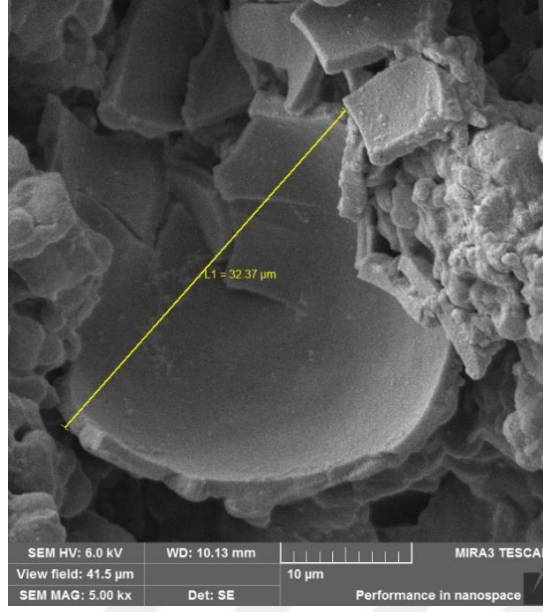


Şekil 4. 39. I. Grup Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri; a: Mik-2 salım öncesi, b: Mik-2 salım öncesi, c: Mik-3 salım öncesi, a1: Mik-2 salım sonrası, b1: Mik-2 salım sonrası, c1: Mik-3 salım sonrası,



Şekil 3.39. (Devam) I. Grup Mikrokapşüllerin SEM görüntüleri d: Mik-4 salım öncesi, e: Mik-5 salım öncesi, f: Mik-6 salım öncesi, d1: Mik-4 salım sonrası, e1: Mik-5 salım sonrası, f1: Mik-6 salım sonrası,

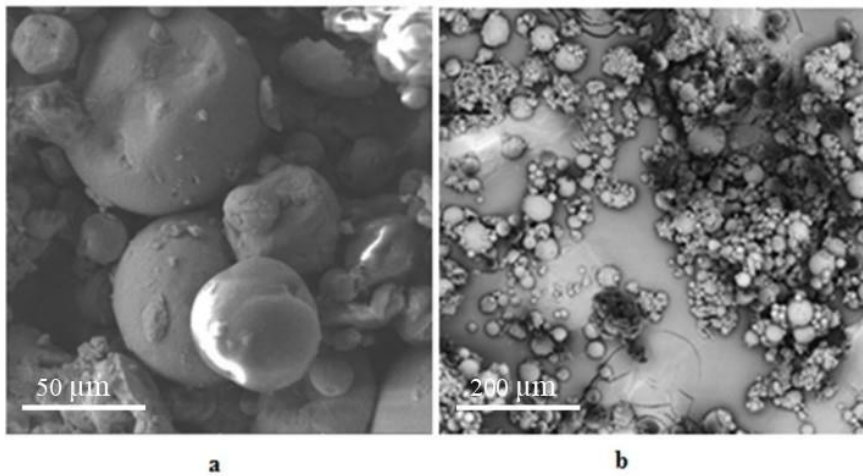
Mikrokapşüllerin SEM görüntüleri incelendiği zaman, Mik-1 ve Mik-2 kapşüller düzgün küresel yapıda üretilmişlerdir. Mik-3 ve Mik-4 kapşüller (IPDI'tan üretilen mikrokapşüller) üzüm salkımı şeklinde kümelenme problemleri olmasına rağmen üretimlerinin gerçekleştiği görülmektedir. Mikrokapşül üretim süresi ve yüzey aktif madde miktarının artırılması ile farklı üretimler gerçekleştirilmiş kümeleşme problemleri devam etmiştir. Mik-5 ve Mik-6'da ise yine başarılı şekilde küresel mikrokapşül üretimi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca kontrollü salım sonrası alınan SEM görüntüleri ile mikrokapşüllerde kırılım sayesinde de salım gerçekleştiği Şekil 4.40'da gösterilmiştir. SEM görüntülerinden mikrokapşüllerin PBD grafiklerine paralel olarak üretimlerinin gerçekleştiği de anlaşılmaktadır.



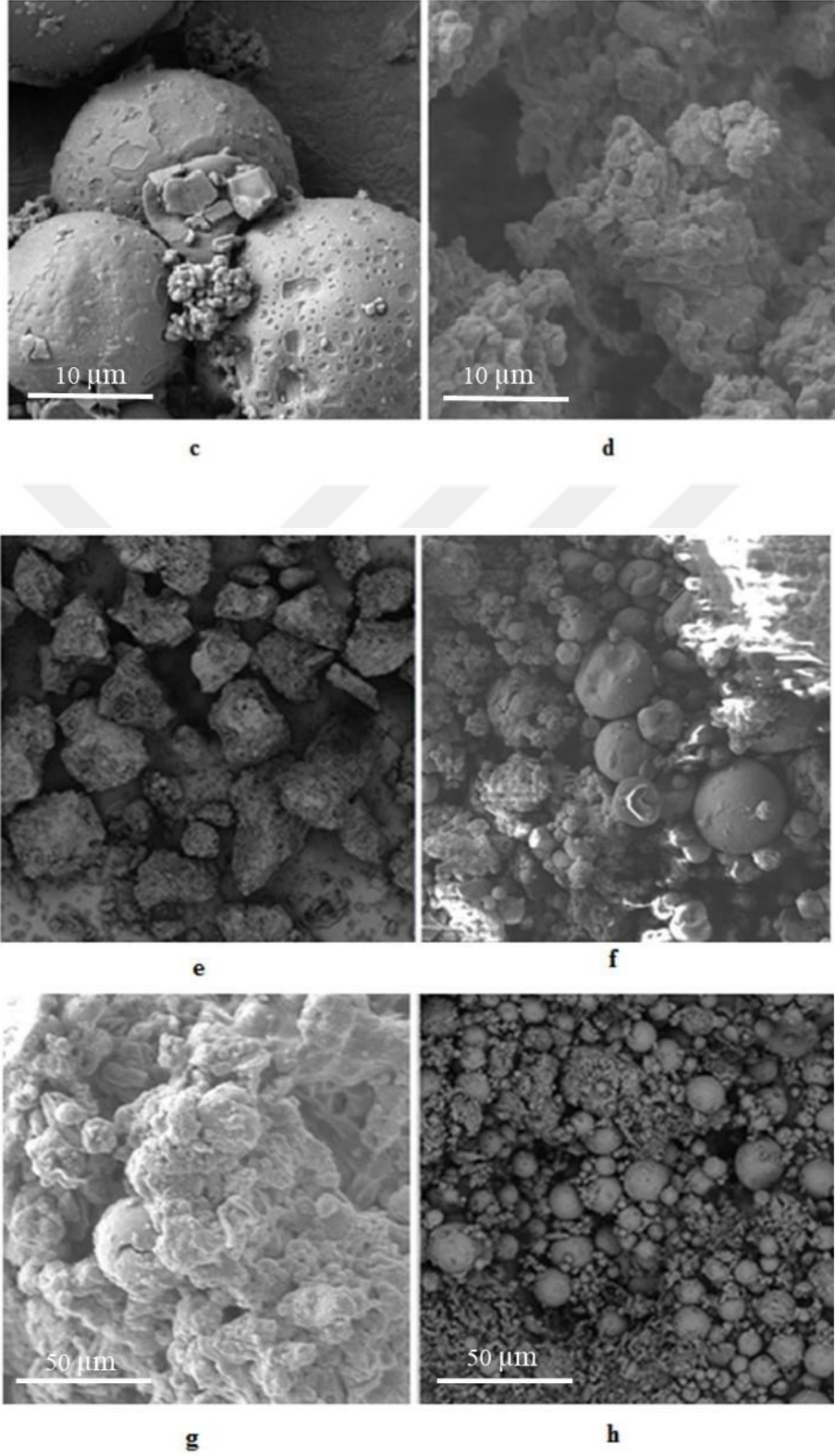
Şekil 4. 40. Mik-1 kırılmış koku kapsülü görüntüsü

4.4.2 II. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüleri

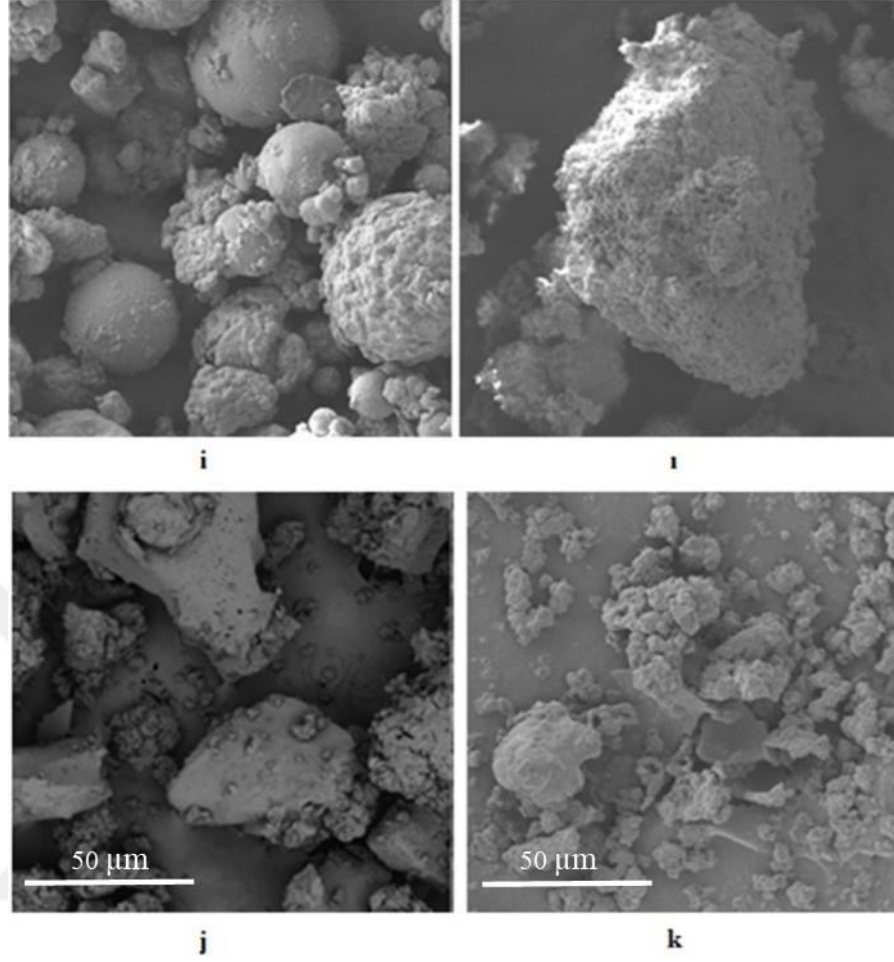
Bu grupta üretimi gerçekleştirilen kapsüllerin SEM görüntüleri Şekil 4.41’de gösterilmiştir. SEM görüntülerine göre PEG₄₀₀-PEG₁₀₀₀’ den üretilen kapsüllerin düzgün küresel yapıya sahip olduğu görülmektedirken, PPG₄₀₀-PPG₁₂₀₀’ den üretilen kapsüllerin düzensiz kapsül yapısına sahip oldukları görülmüştür. Ayrıca SEM görüntüleri incelendiği zaman II. grup kapsüllerinde PBD diyagramlarına uygun olarak üretildikleri gözlemlenmiştir.



Şekil 4. 41. II. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüsü; a: Mik-7, b: Mik-8



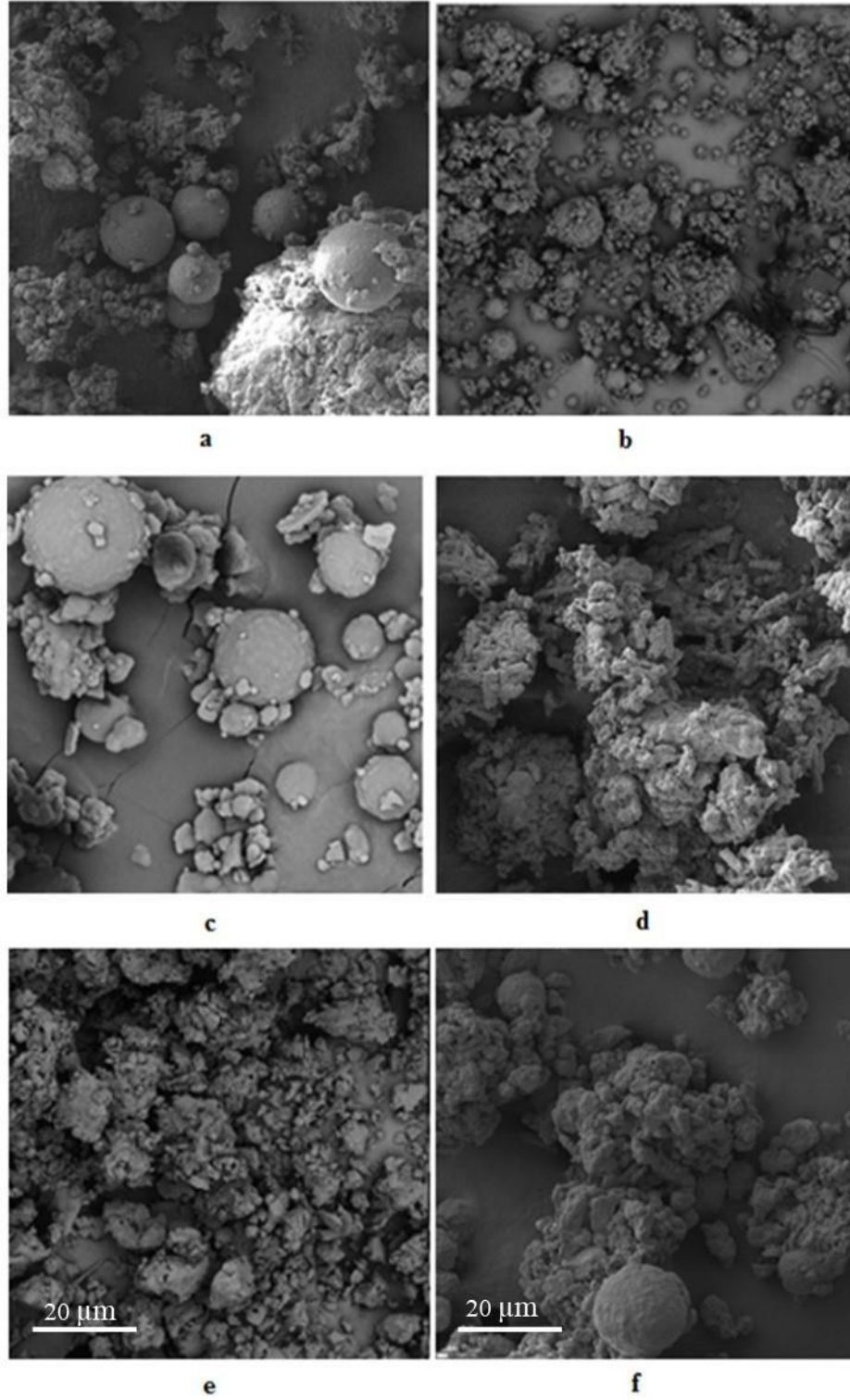
Şekil 4.41. (Devam) II. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüsü; c: Mik-9, d: Mik-10, e: Mik-11, f: Mik-12, g: Mik-13, h: Mik-14



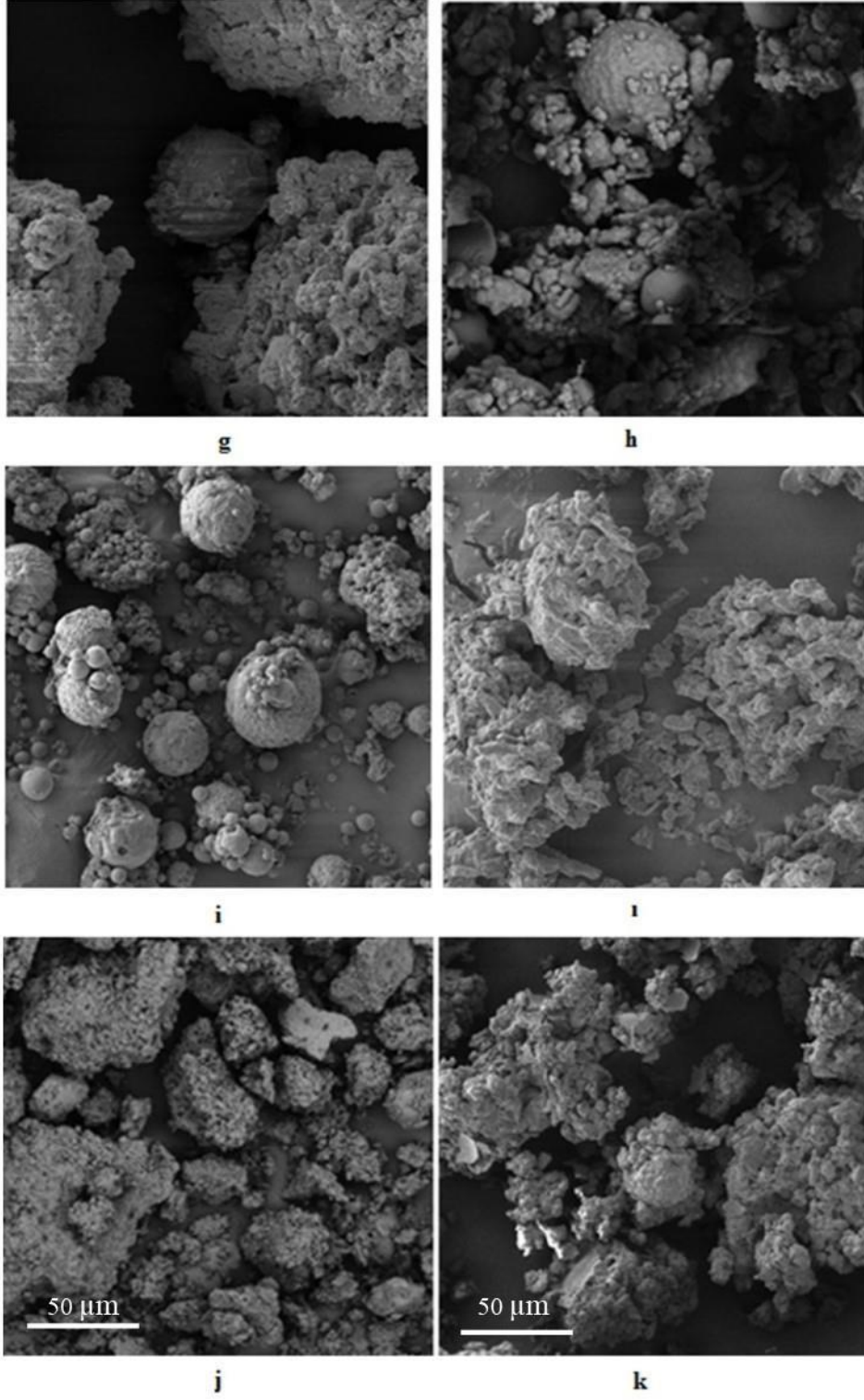
Şekil 4.41. (Devam) II. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüsü; i: Mik-15, i: Mik-16, j: Mik-17 ve k: Mik-18

4.4.3 III. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüleri

III. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüleri Şekil 4.42’de gösterilmiştir. PEG₄₀₀-PEG₁₀₀₀’ den üretilen kapsüllerin düzgün küresel yapıya sahip olduğu görüntülenirken, PPG₄₀₀-PPG₁₂₀₀’ den üretilen kapsüllerin düzensiz kapsül şeklinde oldukları görüntülenmiştir. Diaminoantrakinon ilavesi ile kapsül yüzeylerinin pürüzsüz görüntüsünde değişikliklere (kabarıklık şeklinde) sebep olduğu değerlendirilmiştir.



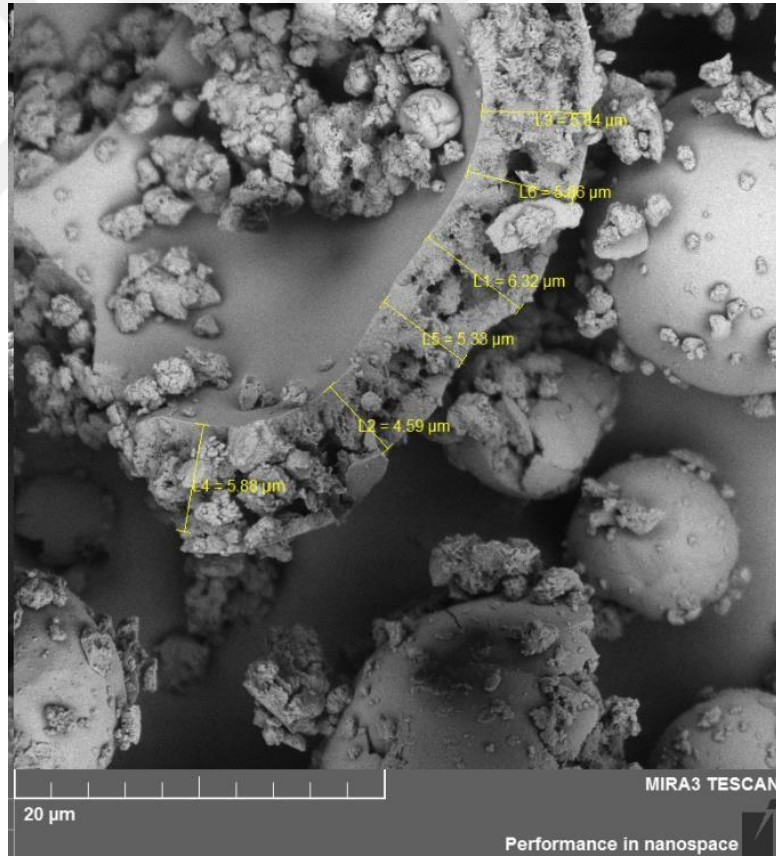
Şekil 4. 42. III. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüsü; a: Mik-19, b: Mik-20, c: Mik-21, d: Mik-22, e: Mik-23, f: Mik-24



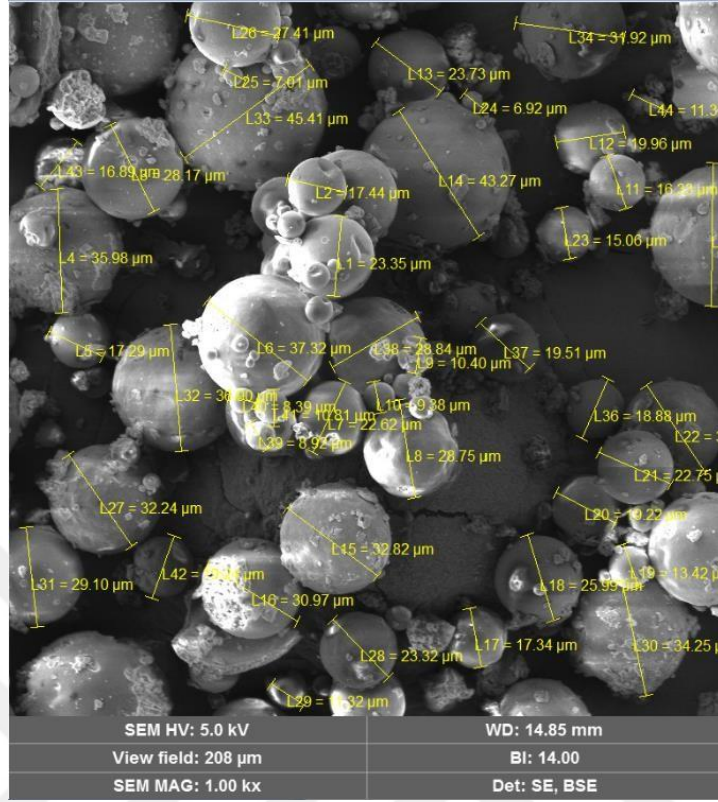
Şekil 4.42 (Devam) III. Grup mikrokapsüllerin SEM görüntüsü; g: Mik-25, h: Mik-26, i: Mik-27, l: Mik-28, j: Mik-29 ve k: Mik-30

Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelendiğinde, PEG₄₀₀, PEG₁₀₀₀ ile PEG₄₀₀, PEG₁₀₀₀+ diaminoantrakinon ile üretilen kapsüllerin başarılı bir şekilde küresel olarak mikrokapsül olarak üretildiği ve diaminoantrakinon ilavesi ile kapsüllerin görüntüsünün pürüzsüz yüzey görüntüsünün değişerek, futbol topu görüntüsü şeklinde kabarık bir görüntü aldığı tespit edilmiştir. PPG₄₀₀, PPG₁₂₀₀ ve PPG₄₀₀, PPG₁₂₀₀+ diaminoantrakinon ile üretilen kapsüller ise küresel olamayarak, mikrokapsülden ziyade mikroparçacık olarak üretilmişlerdir.

Ayrıca SEM görüntüleri üretilen kapsüllerin kabuk kalınlığı hakkında bilgi vermekte olup 4.43’de kırılmış bir kapsülün kabuk kalınlığı gösterilmiştir. Mikrokapsüllerin SEM görüntülerinden, PBA’lerine uygun olarak 20-50 µm arasında üretildikleri tespit edilerek Şekil. 4.44’de gösterilmiştir.



Şekil 4. 43. Kırılmış bir kapsülün (Mik-1) kabuk kalınlığı SEM görüntüsü



Şekil 4. 44. SEM görüntülerine göre Mik-1kapsüllerin PBD sonuçları

4.5 Kontrollü salım sonuçları

Üretilen koku kapsülleri oda sıcaklığında kurutulduktan sonra petri kabına konularak hassas terazide 24 saatte bir 30 gün boyunca ağırlık ölçümü yapılmış ve koku maddesinin kapsül duvarından uzaklaşarak ortama koku salması kütle kaybı ile araştırılmıştır.

4.5.1 I. Grup mikrokapsüllerin kontrollü salım sonuçları

I. Grup mikrokapsüllere ait 30 günlük ağırlık tarım sonuçları Çizelge 4.34’de verilmiştir.

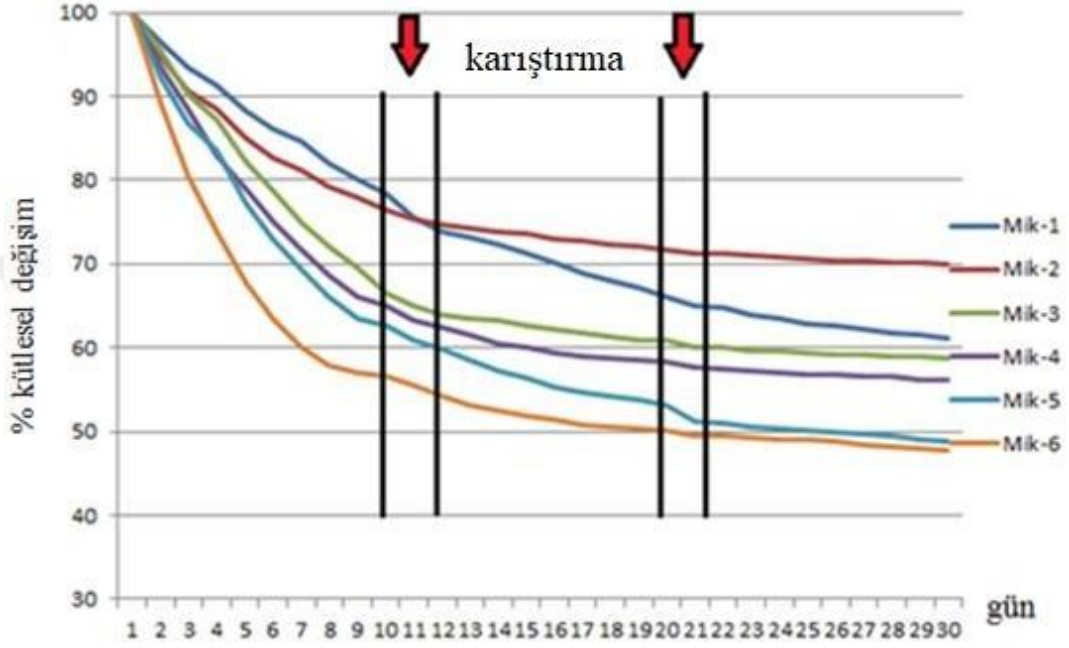
I. Grup mikrokapsüllere on günde bir, toplam 3 kere 1 dk boyunca karıştırma işlemi yapılarak kırılmanın kontrollü salım üzerine etkisi de araştırılmıştır.

Çizelge 4. 34. I. Grup koku kapsüllerin 30 günlük ağırlık tartım sonuçları

Gün	Mik-1 (g)	Mik-2 (g)	Mik-3 (g)	Mik-4 (g)	Mik-5 (g)	Mik-6 (g)
1	15.24	14.45	11.97	13.31	15.64	12.92
2	14.71	13.70	11.41	12.43	14.41	11.52
3	14.25	13.11	10.8	11.78	13.58	10.41
4	13.92	12.78	10.45	11.02	13.08	9.54
5	13.44	12.28	9.85	10.53	12.10	8.77
6	13.11	11.95	9.43	10.01	11.43	8.21
7	12.88	11.74	8.97	9.54	10.83	7.76
8	12.49	11.45	8.63	9.13	10.32	7.48
9	12.21	11.27	8.32	8.80	9.93	7.38
10	11.93	11.05	7.97	8.66	9.79	7.30
11	11.53	10.90	7.79	8.42	9.54	7.18
12	11.27	10.78	7.66	8.31	9.37	7.00
13	11.14	10.73	7.61	8.18	9.17	6.86
14	11.01	10.68	7.57	8.06	8.94	6.79
15	10.86	10.63	7.50	7.98	8.81	6.7
16	10.70	10.56	7.44	7.90	8.66	6.65
17	10.50	10.50	7.39	7.85	8.56	6.56
18	10.37	10.45	7.35	7.81	8.48	6.52
19	10.23	10.41	7.30	7.78	8.40	6.50
20	10.06	10.35	7.28	7.75	8.31	6.47
21	9.92	10.31	7.20	7.67	8.02	6.40
22	9.86	10.29	7.18	7.64	7.96	6.39
23	9.75	10.25	7.14	7.61	7.92	6.37
24	9.67	10.23	7.13	7.59	7.89	6.35
25	9.59	10.20	7.10	7.56	7.85	6.33
26	9.53	10.18	7.09	7.55	7.8	6.30
27	9.47	10.16	7.08	7.54	7.77	6.26
28	9.42	10.15	7.06	7.52	7.73	6.24
29	9.37	10.14	7.05	7.49	7.68	6.21
30	9.31	10.11	7.04	7.48	7.65	6.18

I. Grup koku kapsüllerin 30 gün boyunca ağırlıklarının yüzdesel olarak değişimlerine baktığımızda, ortalama ağırlıklarının %40'ını kaybettiklerini görmekteyiz. Salım ilk 10 günde görece olarak hızlı iken, ikinci 10 gün ortalama seyretmiş ve son 10 günde ise

yavaşlamıştır. Mikrokapsüllere 10 günde bir 1 dk boyunca karıştırma işlemi uygulanmış ve karıştırma sonrasındaki gün, salım kırılmadan dolayı hızlanmıştır. Üretilen koku kapsüllerinin 30 gün boyunca ağırlıklarındaki yüzdesel olarak değişimi Şekil 4.45’de gösterilmiştir.



Şekil 4. 45. Grup koku kapsüllerinin zamana bağlı % kütleli değişim grafiği

4.5.2 II. Grup mikrokapsüllerin kontrollü salım sonuçları

II. Grup mikrokapsüllere ait ağırlık tartım sonuçları gram olarak Çizelge 4.35’de gösterilmiştir.

Çizelge 4. 35. II. Grup koku kapsüllerin 30 günlük ağırlık tartım sonuçları

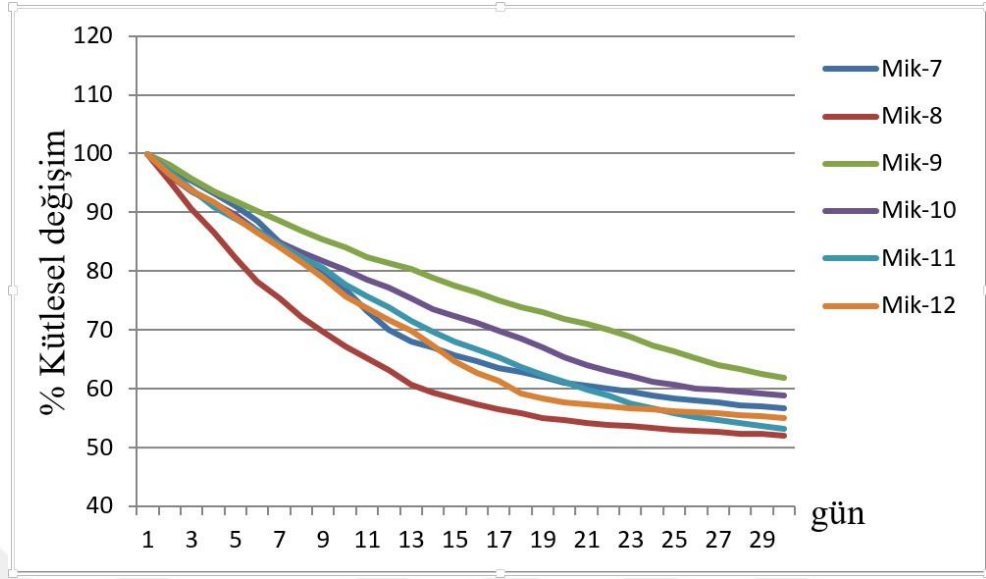
Mik-7	Mik-8	Mik-9	Mik-10	Mik-11	Mik-12	Mik-13	Mik-14	Mik-15	Mik-16	Mik-17	Mik-18
18.59	13.18	17.11	22.63	14.14	18.05	15.12	15.98	17.81	23.89	17.85	15.28
17.7	12.78	16.77	21.78	13.13	17.41	14.78	15.29	17.21	23.54	16.98	15.00
16.84	12.37	16.37	21.19	12.11	16.93	14.48	14.82	16.81	22.92	16.16	14.69
16.1	11.95	16.00	20.73	11.29	16.55	14.20	14.49	16.4	22.14	15.53	14.35
15.3	11.62	15.72	20.26	10.44	16.07	13.92	14.16	16.01	21.40	14.89	14.03
14.55	11.29	15.45	19.67	9.69	15.61	13.63	13.85	15.65	20.63	14.32	13.90

Çizelge 4. 35. (Devam) II. Grup koku kapsüllerin 30 günlük ağırlık tartım sonuçları

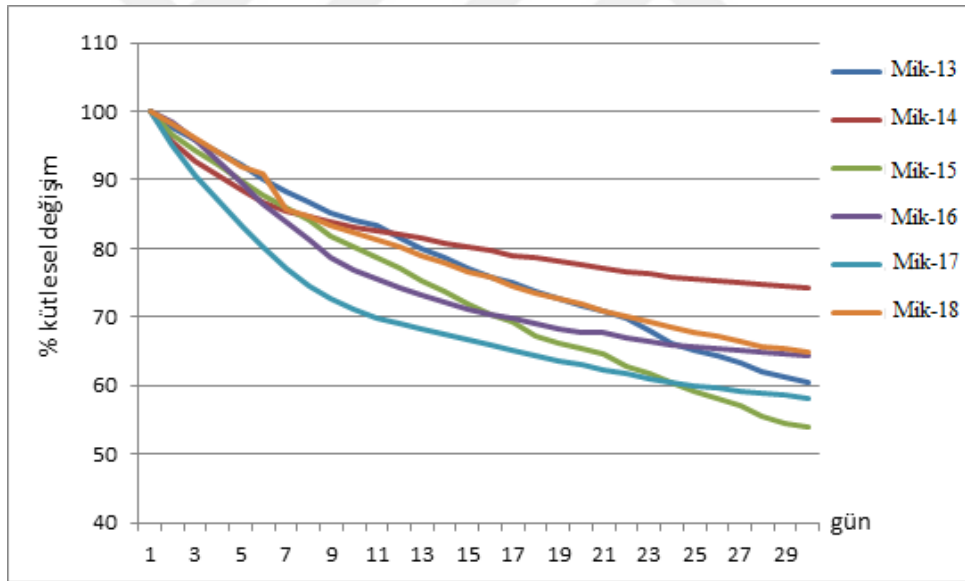
14.03	10.90	15.14	19.22	9.28	15.17	13.35	13.67	15.3	20.05	13.78	13.10
13.42	10.64	14.88	18.85	8.72	14.73	13.1	13.53	14.97	19.4	13.31	12.92
12.97	10.32	14.62	18.48	8.40	14.23	12.86	13.4	14.58	18.82	12.95	12.74
12.49	9.99	14.39	18.14	8.08	13.66	12.71	13.29	14.31	18.36	12.67	12.57
12.12	9.68	14.11	17.77	7.87	13.30	12.6	13.20	14.02	18.02	12.45	12.4
11.75	9.43	13.92	17.49	7.70	12.96	12.32	13.13	13.74	17.72	12.32	12.24
11.29	9.15	13.75	17.07	7.63	12.62	12.09	13.03	13.41	17.51	12.18	12.06
11.04	8.87	13.5	16.65	7.5	12.17	11.89	12.92	13.11	17.22	12.05	11.89
10.85	8.63	13.26	16.38	7.42	11.67	11.67	12.84	12.79	17.01	11.90	11.70
10.66	8.38	13.07	16.1	7.35	11.33	11.47	12.72	12.54	16.83	11.76	11.57
10.52	8.12	12.84	15.83	7.28	11.07	11.33	12.63	12.33	16.68	11.62	11.40
10.38	7.92	12.65	15.51	7.2	10.7	11.16	12.55	11.98	16.49	11.48	11.23
10.22	7.77	12.49	15.18	7.16	10.55	10.98	12.47	11.8	16.3	11.35	11.11
10.16	7.64	12.31	14.8	7.11	10.41	10.83	12.4	11.63	16.21	11.24	10.98
10.08	7.51	12.15	14.49	7.05	10.35	10.71	12.32	11.49	16.15	11.12	10.83
10.01	7.36	11.99	14.28	7.00	10.30	10.56	12.25	11.19	16.01	11.01	10.7
9.97	7.25	11.79	14.06	6.96	10.24	10.26	12.19	10.98	15.85	10.89	10.59
9.92	7.11	11.54	13.86	6.91	10.2	10.02	12.11	10.76	15.76	10.79	10.48
9.85	7.03	11.36	13.74	6.88	10.14	9.84	12.06	10.55	15.7	10.71	10.35
9.83	6.98	11.15	13.6	6.85	10.11	9.71	12.02	10.35	15.61	10.63	10.25
9.79	6.91	10.95	13.55	6.82	10.08	9.57	11.97	10.15	15.55	10.56	10.14
9.75	6.90	10.84	13.49	6.80	10.03	9.37	11.94	9.89	15.51	10.49	10.02
9.72	6.83	10.7	13.39	6.78	10	9.26	11.89	9.71	15.45	10.44	9.98
9.69	6.73	10.58	13.31	6.75	9.94	9.14	11.86	9.60	15.4	10.38	9.92

II. Grup koku kapsüllerin 30 gün boyunca ağırlıklarının yüzdesel olarak değişimlerine baktığımızda, ortalama ağırlıklarının %45’ni kayb ettiklerini görmekteyiz. Salım görel olarak ilk 10 gün hızlı iken, ikinci 10 gün ortalama seyretmiş ve son 10 günde ise yavaşlamıştır. Ayrıca poliölün molekül ağırlığı artışı ile salımın biraz azaldığı tespit edilmiştir. PEG₄₀₀ -PPG₄₀₀ ve PEG₁₀₀₀-PPG₁₂₀₀ üretilen kapsüllere ait kontrollü salım grafikleri Şekil 4.46 ve Şekil 4.47’de gösterilmiştir.

Üretilen mikrokapsüllerin salım davranışlarının kendi aralarında küçük farklılıkları olsa da genel anlamda herhangi birinin üretim ve değerlendirmesinin mümkün olacağı sonucuna ulaşılmıştır. Zira literatürde mikrokapsül yapıların salım için olmayan çeşitli türlerinde 15 yıla kadar kararlılık iddiası bulunmakta iken burda yapılan çalışmalarda elde edilen kapsüllerin genelinde 1 ay içerisinde kaydedeğer miktarda salım olduğu açıkça görülmüştür.



Şekil 4. 46. PEG₄₀₀ ve PPG₄₀₀' den üretilen kapsüllerin % kütleli değişim grafikleri



Şekil 4. 47. PEG₁₀₀₀ ve PPG₁₂₀₀' den üretilen kapsüllerin % kütleli değişim grafikleri

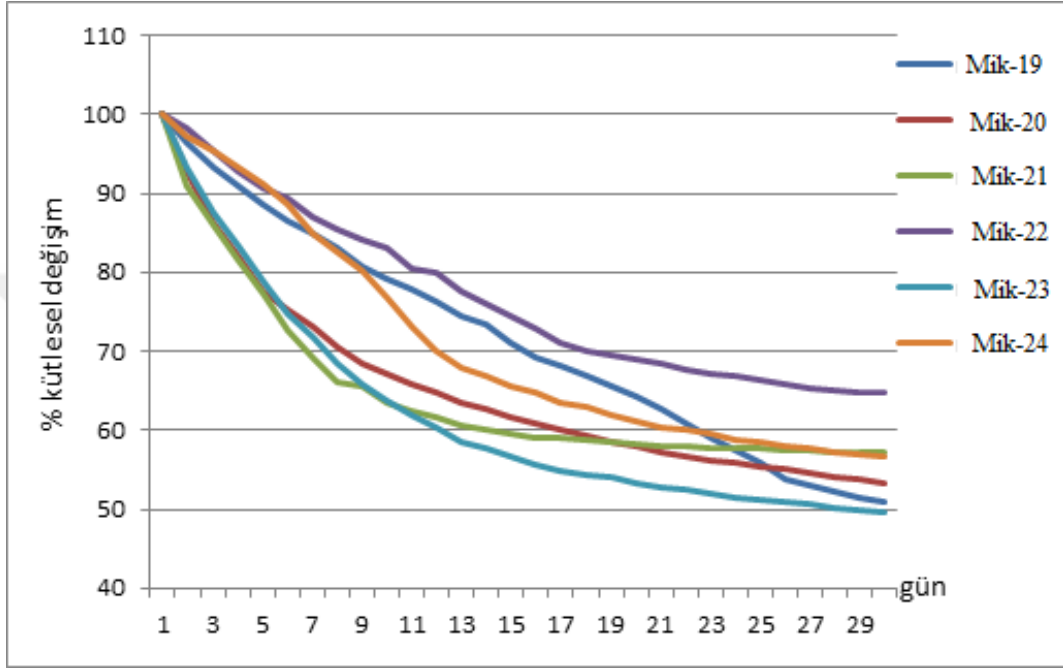
4.5.3 III. Grup mikrokapsüllerin kontrollü salım sonuçları

III. Grup mikrokapsüllere ait ağırlık tartım sonuçları gram olarak Çizelge 4.36'da gösterilmiştir.

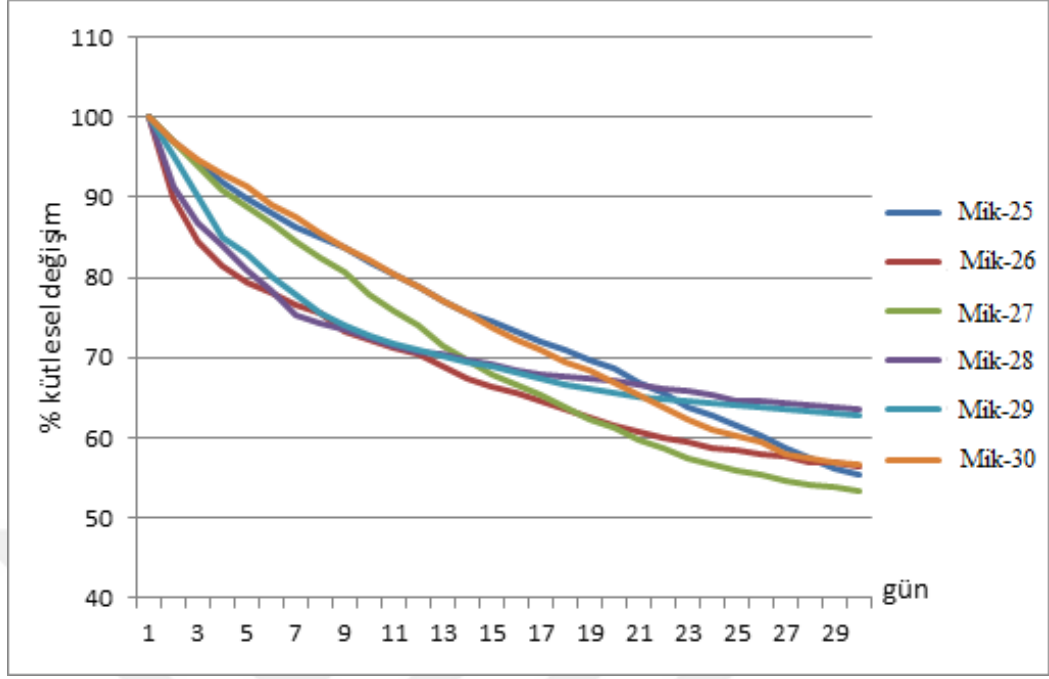
Çizelge 4. 36. III. Grup koku kapsüllerin 30 günlük ağırlık tartım sonuçları

Mik-19	Mik-20	Mik-21	Mik-22	Mik-23	Mik-24	Mik-25	Mik-26	Mik-27	Mik-28	Mik-29	Mik-30
18.65	11.01	14.25	22.02	14.92	18.87	22.32	9.15	17.71	18.75	15.55	11.23
17.99	10.2	12.97	21.62	13.91	18.32	21.66	8.22	17.17	17.13	14.81	10.9
17.39	9.50	12.26	20.98	13.06	17.99	21.07	7.73	16.63	16.28	14.02	10.63
16.96	9.02	11.60	20.44	12.42	17.6	20.53	7.46	16.11	15.74	13.20	10.42
16.52	8.55	11.02	19.96	11.78	17.19	20.07	7.26	15.74	15.18	12.90	10.25
16.13	8.29	10.34	19.70	11.14	16.70	19.64	7.14	15.39	14.67	12.47	10.01
15.83	8.06	9.85	19.18	10.71	16.03	19.23	7.01	14.97	14.13	12.11	9.82
15.49	7.78	9.41	18.80	10.23	15.58	18.96	6.92	14.60	13.95	11.74	9.59
15.05	7.54	9.35	18.55	9.81	15.12	18.68	6.70	14.27	13.77	11.52	9.40
14.75	7.38	9.04	18.28	9.50	14.51	18.28	6.60	13.77	13.59	11.33	9.23
14.51	7.25	8.90	17.72	9.24	13.82	17.96	6.52	13.42	13.38	11.15	9.03
14.23	7.13	8.78	17.62	9.01	13.21	17.61	6.44	13.09	13.28	11.03	8.85
13.91	7.00	8.62	17.10	8.74	12.84	17.22	6.3	12.67	13.21	10.92	8.65
13.7	6.89	8.55	16.72	8.60	12.64	16.89	6.17	12.36	13.09	10.81	8.48
13.26	6.79	8.49	16.4	8.47	12.39	16.64	6.08	12.04	12.96	10.73	8.29
12.91	6.70	8.43	16.07	8.30	12.21	16.33	6.00	11.81	12.81	10.59	8.10
12.7	6.62	8.41	15.62	8.20	12.00	16.04	5.90	11.58	12.75	10.48	7.96
12.48	6.54	8.38	15.41	8.12	11.86	15.84	5.81	11.29	12.70	10.36	7.80
12.22	6.45	8.33	15.30	8.05	11.70	15.57	5.72	11.05	12.63	10.27	7.67
12	6.37	8.3	15.20	7.96	11.52	15.31	5.63	10.83	12.57	10.19	7.51
11.68	6.30	8.28	15.07	7.88	11.41	14.95	5.56	10.6	12.50	10.14	7.35
11.33	6.25	8.25	14.90	7.82	11.33	14.67	5.49	10.42	12.41	10.08	7.17
11	6.19	8.24	14.81	7.75	11.24	14.24	5.44	10.18	12.33	10.03	6.99
10.71	6.14	8.22	14.72	7.69	11.10	14.00	5.37	10.03	12.25	10.00	6.85
10.4	6.10	8.21	14.60	7.65	11.02	13.74	5.35	9.90	12.13	9.96	6.76
10.04	6.06	8.20	14.47	7.6	10.96	13.43	5.3	9.79	12.09	9.91	6.67
9.9	6.01	8.18	14.38	7.56	10.89	13.11	5.27	9.68	12.04	9.87	6.52
9.72	5.95	8.16	14.34	7.50	10.80	12.80	5.22	9.6	12.00	9.83	6.45
9.59	5.91	8.15	14.29	7.44	10.75	12.53	5.2	9.52	11.96	9.80	6.40
9.48	5.87	8.14	14.25	7.40	10.71	12.39	5.17	9.43	11.90	9.78	6.36

III. Grup koku kapsüllerin 30 gün boyunca ağırlıklarının yüzdesel olarak değişimlerine baktığımızda, ortalama ağırlıklarının % 45'ni kayb ettiklerini görülmüştür. Salım görel i olarak ilk 10 gün çok hızlı iken, ikinci 10 gün ortalama ve son 10 günde ise yavaş olarak izlenmiştir.



Şekil 4. 48. Diaminoantrakinon-PEG₄₀₀, PP₄₀₀ etkileşimi ile üretilen kapsüllerin grafikleri

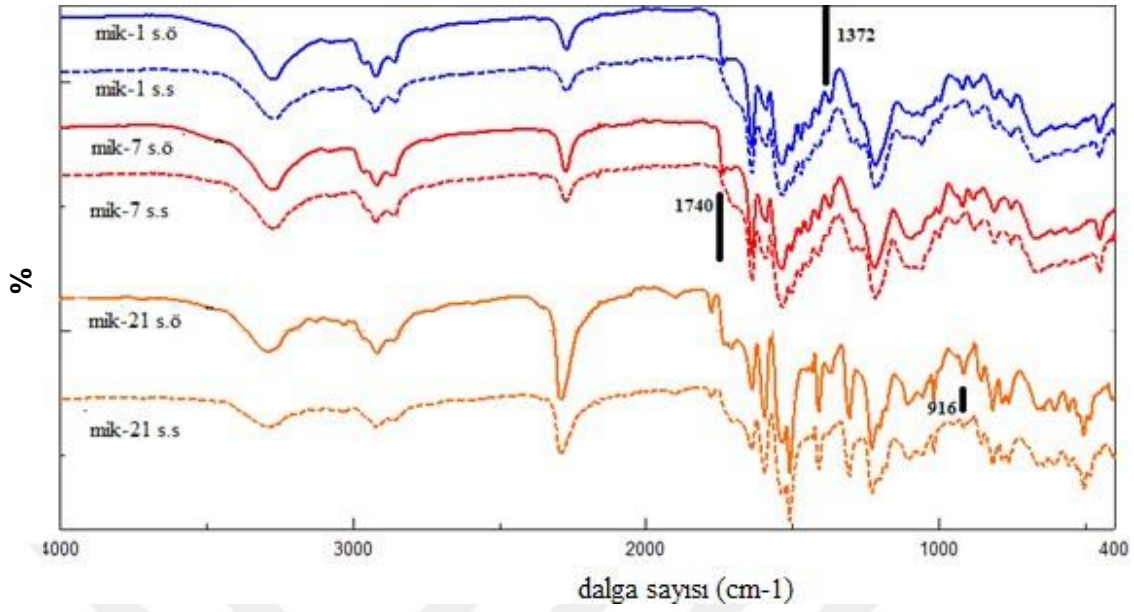


Şekil 4. 49. Diaminoantrakinin-PEG₁₀₀₀, PP₁₂₀₀ etkileşimi ile üretilen kapsüllerin grafikleri

PEG₄₀₀-PPG₄₀₀+diaminoantrakinin ve PEG₁₀₀₀-PPG₁₂₀₀+ diaminoantrakinin üretilen kapsüllere ait kontrollü salım grafikleri Şekil 4.48 ve Şekil 4.49'da gösterilmiştir.

Üretimi gerçekleştirilen bütün koku kapsüllerinin kontrollü salım davranışı benzerlik göstermektedir. Zaman bağlı olarak lavanta koku salımı 1 ay boyunca gerçekleşmiştir. Yaklaşık olarak bütün kapsüller ağırlıklarının yarısını lavanta koku salımı yaparak kaybetmiştir.

3 grup halinde üretimi gerçekleştirilen koku kapsüllerinden her gruptan birer adet kapsüller seçilerek (Mik-1, Mik-7 ve Mik-21), kontrollü salım önce ve sonrasında FT-IR grafikleri alınarak Şekil. 4.50' de karşılaştırmalı olarak gösterilmiştir. Lavanta kokusundan gelen 1740, 1372 ve 916 cm⁻¹ dalga boyunda sinyaller, koku maddesinin kapsülden uzaklaşarak salım yaptığını göstermektedir.



Şekil 4. 50. Kontrollü salım önce ve sonrası Mik-1, Mik-7 ve Mik-21 FT-IR grafikleri

4.6 Mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanması

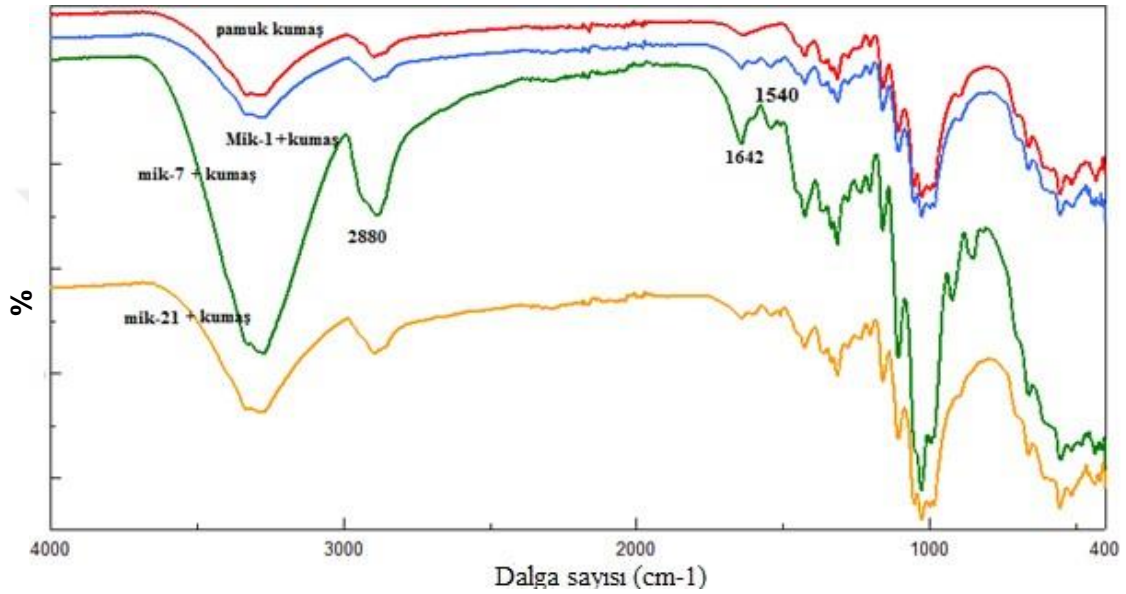
III grup halinde üretimi gerçekleştirilen mikrokapsüllerden, her gruptan bir adet seçilerek Mik-1 (I. grup), Mik-7 (II. grup) ve Mik-21 (III. grup) % 100 pamuklu kumaşlara çektirme yöntemi ile uygulanmıştır. Mikrokapsüller kumaşlara fiziksel olarak tutturulmuşlardır. Çektirme yöntemi mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanabilmesi konusunda değerlendirilebilecek en kolay yöntem olarak tercih edilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin üretilen yapıda olması nedeniyle yüzeylerinde yer alan fonksiyonel grupları dolayısı ile herhangi bir bağlayıcı ile tekstil yüzeyine tutturulması elbette daha kolay gerçekleştirilebilir. Bu noktada çektirme yönteminin kullanılmasının diğer bir nedeni de kapsüllerin tekstil materyali üzerinde sabitlenmesinin gerekli olmamasıdır.

4.6.1 Mikrokapsül uygulanmış kumaşların karakterizasyonu

Kumaşlarda koku kapsüllerinin varlığı FT-IR ve SEM analizi yapılmıştır. Yapılan analizler neticesinde mikrokapsülenmiş tıbbi lavantanın kumaş yüzeyine tutturulduğu ispatlanmıştır.

FT-IR spektroskopisi analizi analizi

Mikrokapsül uygulanmış pamuklu kumaşlarla beraber, mikrokapsül uygulaması yapılmayan pamuklu kumaşların FT-IR grafikleri Şekil 4.51'de beraber gösterilmiştir. 1541cm^{-1} ve 1642cm^{-1} dalga boyundaki pikler, -NH ve -CN pikleri poliüretanın karakteristik pikleri olarak, mikrokapsül uygulanmış kumaşlarda da tespit edilmişlerdir.



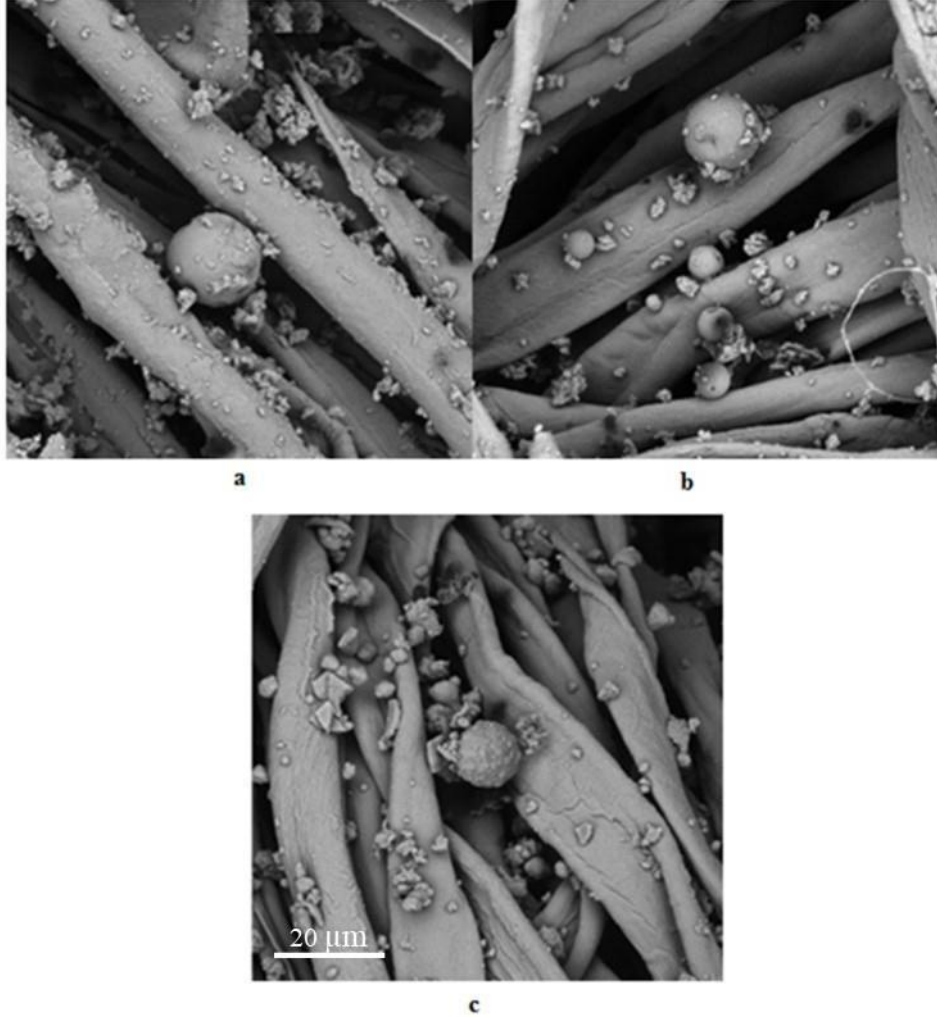
Şekil 4. 51 %100 Pamuklu kumaş ve mikrokapsül uygulanmış kumaşların FT-IR grafikleri

Karakteristik piklerin bir arada bulunması mikrokapsüllenmiş yapıların, özellikle kabuk yapısının çözünmesinin söz konusu olmadığı yapıların karakterizasyonun da sıklıkla tercih edilmiştir. FT-IR cihazına bağlı bulunan ATR ekipmanı bu çalışma da diğerlerinde olduğu gibi tanımlanacak olan malzemenin KBr ile karıştırılmasına gerek bırakmadığı için önemli bir şanstır. FT-IR spektrumları katı numunelerden kolaylıkla kaydedilebilmiş ve yüksek çözünürlük sayesinde malzeme sistemindeki bileşenlere göre atfedilebilmiştir.

SEM analizi

Mikrokapsül uygulanmış kumaşlardan alınan SEM görüntüleri incelendiğinde, Şekil. 4.51'de pamuklu kumaşları oluşturan ipliklerin liflerinin arasında koku kapsülleri

görüntülenmiştir. Mikrokapsüller lifler arasında homojen bir biçimde fiziksel olarak tutundurulmuştur.



Şekil 4. 52. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların SEM görüntüsü; a: Mik-1, b: Mik-2 ve c: Mik-3 (Büyütme oranı:2000X)

Mikrokapsül yapısındaki katkı malzemelerinin tekstil yüzeylerine tutundurulması durumunda ortaya çıkan SEM görüntüleri literatürdeki çeşitli çalışmalarda yer almaktadır. Burada elde edilen SEM fotoğrafları mikrokapsül fotoğraflarındaki küresel malzemenin bir yüzey aktif madde yardımıyla sulu ortama dağıtılabildiğini ve tekstil

yüzeyine uygulandığı zamanda uygun boşluklarda yerleşerek kullanılabilmesini de göstermektedir.



5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, tekstil ürünlerinde kullanılmak üzere kırılma ve zamana bağlı koku salımı yapabilen, poliüretan yapıda koku kapsülleri farklı izosiyanat ve poliollerle arayüzey polimerizasyonu yöntemi ile üretilmişlerdir. Çalışma kapsamında 3 grup halinde, toplam 30 adet üretimi gerçekleştirilen poliüretan koku kapsüllerinin FT-IR spektroskopi analizi ile yapısal karakterizasyonları yapılmış, POM ve SEM, PBD analizi ile kapsül yapı ve yüzey morfolojik özellikleri araştırılmış ve koku salım davranışları kapsüllerin kütle kaybı ile takip edilmiştir. Ayrıca üretilen 3 grup malzemeden birer tanesi seçilerek %100 pamuklu dokuma kumaşa çektirme yöntemi ile uygulanmış ve kumaşa liflerin arasında fiziksel tutunmaları SEM ve FT-IR analizleri ile gösterilmiştir.

FT-IR spektroskopi analizi analiz sonuçlarına göre bütün mikrokapsüllerde, poliüretanın yapısında bulunan spesifik $-NH$, $-CH$, $-CH_2$, $-C=O$, $-C-N$ ve $-C-O-C-$ pikleri tespit edilmiştir. Buda üretilen koku kapsüllerinin poliüretan yapıda üretildiklerini göstermektedir.

PBD analizlerine göre mikrokapsüller ortalama 20-60 μm arasında değişen büyüklüklerde, hedeflenen tekstil malzemelerinde kullanılmaya uygun olarak üretilmişlerdir. PBD eğrileri mikrokapsüllerin tek dağılımlı olarak, dar bir büyüklük ölçeğinde dağıldığını göstermiştir. PBD sonuçlarında ayrıntılı değerlendirme yapılmıştır. Tekin ve arkadaşları (2013), homojenizatör karıştırma hızı artışı ile mikrokapsül boyutunun küçüldüğünü tespit etmişler ve 4000 d/dk çalışma hızında ortalama 20-30 μm olarak ölçmüşlerdir. Çalışmamızda da 4000 d/dk çalışma hızında benzer büyüklükte mikrokapsüller üretilmiştir.

POM ve SEM sonuçlarına göre, I. Grup mikrokapsüllerin (EG ve PG ile üretilen) düzgün küresel yapıya sahip olduğu, II. ve III. Grup mikrokapsüllerde ise PEG₄₀₀, PEG₁₀₀₀ ve diaminoantrakinon ilavesi ile üretilen bütün kapsüllerin küresel yapıda mikrokapsül olarak üretildiği, PPG₄₀₀, PPG₁₂₀₀ ve diaminoantrakinon ilavesi ile üretilen kapsüllerin düzensiz mikrokapsül olarak üretildikleri gözlemlenmiştir.

Kontrollü salım sonuçlarına göre, 30 gün boyunca kütle kaybı takibi yapılarak mikrokapsüllerin %40-50 ağırlıklarını kaybederek ortama koku salımı yaptıkları grafiklerle tespit edilmiştir. Mertgenç ve arkadaşları (2021) farklı mol ağırlığında PEG₄₀₀ ile yapılan çalışmada ağırlık takibi ile koku salımını araştırmışlar, ortalama %8 olarak kapsüllerin ağırlıklarını kaybettiklerini hesaplamışlardır. Üretimi gerçekleştirilen bütün düzenli ve düzensiz mikrokapsüller poliüretanın gözenekli yapısından dolayı lavanta kokusu salımı yapmışlardır, kullanılan diollerin molekül ağırlığının artışı ve sisteme diaminoantrikon ilavesi kapsüllerin yüzey şekillerini değiştirmesine rağmen koku salım sürelerini fazla etkilememiştir. Mik-1, Mik-7 ve Mik-21 kontrollü salım önce ve sonrasında FT-IR grafikleri alınmış, lavanta kokusundan gelen salım öncesi 1740, 1372 ve 916 cm⁻¹ dalga boyunda pikler, salım sonrasında kaybolmuş veya küçülmüşlerdir, bu da lavanta kokusunun kapsüllerden salım yapıldığını göstermektedir. Puslar ve arkadaşları (2015) tarafından yapılan çalışmada portakal yağı salım miktarının PEG kullanınca hızlandığını fakat multi-fonksiyonel zincirler (etilendiamin) kullanarak daha yavaş salım yaptığını ve mekanik direncinin yükseldiğini tespit etmişlerdir. Çalışmamızda ise diaminoantrakinon ilavesinin (%1) salım miktarını önemli derecede etkilememesine rağmen kapsüllerin yüzey pürüzlülüğünü artırmıştır, kullanılan diaminoantrakinon miktarının artırılmasıyla salım süreleri ve kapsül yapılarının değişeceği düşünülmektedir.

Üretimi gerçekleştirilen mikrokapsüllerden Mik-1, Mik-7 ve Mik-21, pamuklu kumaşlara çektirme yöntemi ile uygulanmış ve fiziksel olarak kumaşlara tutunabildikleri SEM görüntüleri ile gösterilmiştir.

Bu çalışma ile arayüzey polimerizasyonu yöntemi kullanılarak, mekanik karıştırma etkisi ve zamana bağlı medikal özellikte lavanta yağı kontrollü salımı yapabilen mikrotanecik boyutunda kapsüllerin üretiminin başarılı bir şekilde yapılabileceği gösterilmiştir. Ayrıca diaminoantrakinon ile koku kapsülü üretimi gerçekleştirilerek literatüre katkı sağlanmıştır. Üretilen kapsüllerinde tekstil malzemelerine uygulanabileceği ve tekstil malzemelerin koku salım özelliği kazandırılarak katma değeri yüksek ürünlere dönüştürebileceği sonuçlarına ulaşılmıştır. Koku kapsülleri firmaların patentli ürünleri oldukları için üretim yöntemleri binmemekte ve yüksek bedeller karşılığında yurt

dışından temin edilmektedir, bu yüzden ülke ekonomisini de katkı sağlayacağı düşünülmektedir.



6. KAYNAKLAR

- Abdelkader, M.B., Azizi, N., Baffoun, A., Chevalier, Y., Majdouo, M., 2018. New microcapsules based on isosorbide for cosmetotextile: Preparation and production, *Industrial Crops & Pruducts*, 123, 591-599.
- Alay, S., Alkan, C., Göde, F., 2011a. Synthesis and characterization of poly(methylmethacrylate)/n-hexadecane microcapsules using different cross-linkers and their application to some fabrics, *Thermochimica Acta*, 518, 1-8.
- Aydın, N., Öztürk, G., Karaboyacı, M., Alay, S., 2011. Koku içeren mikrokapsül uygulanmış akrilik el örgüsü ipliklerden örülen kumaşların karekterizasyonu. *Journal of Natural and Applied Sciences*, 15(1), 67-74.
- Azizi, N., Chevalier, Y., Majdoub, M., 2013. İsosorbide-based microcapsules for cosmeto-textiles. *Industrial Crops and Products*, 52, 150-157.
- Behrendt, G., Naber, B. W., 2009. The chemical recycling of polyurethanes. *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*, 44 (1), 3-23.
- Bishop, J.R.P., Nelson, H., Lamb, J., 1998. Microcapsulation in yeast cells. *Journal of Microencapsul*, 15, 761-773.
- Biswas, D., Chakrabarti, S., Saha, S.G., Chatterjee, S., 2015. Durable fragrance finishing on jute blended home-textiles by microencapsulated aroma oil. *Fibers & Polymers*, 16(9), 1882-1889.
- Bouchemal, K., Briancon, S., Fessi, H., Chevallier, Y., Bonnet, I., Perrier, E., 2006. Simultaneous emulsification and interfacial polycondensation for the preparation of colloidal suspensions of nanocapsules. *Materials Science & Engineering C-Biomimetic and Supramolecular Systems* 26, (2-3), 472-480.
- Cheng, S.Y., Yuen C.V.M., Kan., CW., Cheuk, K.K.L., 2008. Devolopmant of cosmetic textiles using microcapsulation tecnology, *RJTA*, 12, 411-1-419.
- Choi, K., Cho, G., Kim, P., Cho, C., 2004. Thermal storage/release and mechanical properties of phase change materials on polyester fabrics. *Textile Research Journal*, 74(4), 292-296.
- Chung H., Cho, G., 2004. Thermal properties and physiological responses of vaporpermeable water-repellent fabrics treated with microcapsulecontaining pcms, *Textile Research Journal*, 74(7), 571-75.
- Çimen, E., 2007. Mikrokapsülleme Yöntemiyle Dokuma Kumaşlara Yeni Özellikler Katma Olanakları. İstanbul Teknik Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 62s, İstanbul.

- Dubey, R., Schami, T.C., Bhasker Rao, K.U., 2009. Microencapsulation technology and applications. *Defence Science Journal*, 59(1), 82-95.
- Erikci, T., Kalaoğlu, F., 2010. Mikrokapsül uygulanmış kumaşı chitosan ile kaplamanın mikrokapsüllerin yıkama dayanımı üzerine etkileri. *İstanbul Teknik Üniversitesi Dergisi*, 9(2), 135-146.
- Fayazi, S., Babashahi, M., Rezaei, M., 2011. The effect of inhalation aromatherapy on anxiety level of patients in preoperative period. *Iranian Journal of Nursing and Midwifery Research*; 16, 278–283.
- Feczko, T., Kokol, V., Voncina, B., 2010. Preparation and characterization of ethycellulos-based microcapsules for sustaining release of a model fragrance. *Macromoleculer Research*, 17(7), 636-640.
- Gedney, J.J., Glover, L.T., Fillingim, B.R., 2004. Sensory and affective pain discrimination after inhalation of essential oils. *Psychosomatic Medicine*, 66, 599–606.
- Ghayempour, S., Mortazavi, S.M., 2013. Fabrication of micro-nanocapsules by a new electro spraying method using coaxial jets and examination of effective parameters on their production. *Journal of Electrostat*, 71, 717-727.
- Ghosh, S.K., 2006. Functional coatings by polymer microencapsulation. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, KGaA, 357p. Germany.
- Göde, F., Kebapçı, K., 2014. Gül kokusu içeren mikrokapsüller. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 17(2), 32-35.
- Göpferich, A., 1996. Polymer degradation and erosion: mechanisms and application, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 42(1), 1-11.
- Hong, K., Park, S., 1998. Preparation of polyurethane microcapsules with different soft segment and their characteristics. *Reactive & Functional Polymers*, 42, 193-200.
- Hoşgör, Z., 2011. Fosfin oksit içeren poliüretan-silika nanokompozitler ve kaplama performanslarının incelenmesi, *Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi*, Edirne.
- Howard, G.T., 2002. Biodegradation of polyurethane: a review, *International Biodeterioration & Biodegradation*, 49, 245-252.
- Jantzen, G. M., Robinson, J. R., 2002. Sustained- and controlled-release drug-delivery systems BT - *Modern Pharmaceutics*.
- Kara, N., Baydar, H., 2013. Lavantanın uçucu yağ oranı ve kalitesine distilasyon suyuna eklenen katkı maddelerinin etkisi . *Ziraat Fakültesi Dergisi* , 8 (2) , 52-58.

- Kaş, H., 2002. İlaç taşıyıcı partiküler sistemler. A.Z. Gürsoy, (Ed.). Kontrollü Salım Sistemleri. (65-99) Kontrollü Salım Derneği Yayınları, No:1.
- Kim, J., Cho, G., 2002. Thermal storage/release, durability and temperature sensing properties of thermostatic fabrics treated with octadecanecontaining microcapsule, *Textile Research Journal*, 72(12), 1093-98.
- Koç, G., İmal, M., Mantar, G., 2014. UV koruyucu özellikli mikrokapsül hazırlanması ve % 100 pamuklu kumaşa uygulaması. *KSU Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 17(2), 7-14.
- Koo, K., Park, Y., Choe, J., Kim, E., 2008. The application of microencapsulated phase change materials to nylon using direct dual coating method, *Journal of Applied Polymer Science*, 108 (4), 2337–44.
- Köksal, E., Göde, F., 2017. Kompleks koaservasyon yöntemi ile e vitamini içeren mikrokapsül üretimi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fen Dergisi*, 12 (1), 1-14.
- Leckerg, S., Milo, C., Reineccius, G. A., 2009. Effects of cross-linking, capsule wall thickness, and compound hydrophobicity on aroma release from complex coacervate microcapsules. *Journal Agriculture Food Chemistry*, 57, 1426–1432.
- Ma, Y., Chu, X., Li, W., Tang, G., 2012. Preparation and characterization of poly(methyl methacrylate-co-divinylbenzene) microcapsules containing phase change temperature adjustable binary core materials, *Solar Energy*, 86(7), 2056–2066.
- Madene, A., Jacquat, M., Scher, J. ve Desobery, S., (2006). “Flavour encapsulation and controlled release – a review”, *International Journal of Food Science and Technology*, 41: 1-21.
- Mertgenç, C., Enginar, H., Yılmaz, H., 2021. Microencapsulation of fragrance with polyurethane-urea and application on different fabrics. *Iran J Sci Technol Trans Sci* 45, 1677–1687.
- Monllor, P., Bonet, M.A., Cases, F. 2007. Characterization of the behavior of flavour microcapsules in cotton fabrics. *European Polymer Journal*, 43, 2481–2490.
- Nelson, G., 2002. Application of microencapsulation in textiles. *International Journal of Pharmaceutics*, 242(1) 55-62.
- Nelson, G., 2013. Microencapsulated colourants for technical textile applications. *Advances in the dyeing finishing of technical textiles*. Elsevier, Cambridge, 78-104.
- Nuraeni, C., Rahmi, D., Yunilawati, R., Ratnawati, E., Mailisa, T., Andrianty, T., Irwinanita, A., Amalia. b., Riyanto, A., 2020. Release profile of the

- antimicrobial agent from clove oil encapsulated in a polyurethane shell, 2nd International Conference of Essential Oils (ICEO 2019), indonezia, pp, 29-36.
- Ocak, B., 2010. Antifungal Ayakkabı Üretiminde Mikrokapsülasyon Yönteminin Kullanımı Üzerine Araştırmalar, Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 151, İzmir.
- Outlast, 2014. Erişim Tarihi: 25.10.2021 <http://www.outlast.com/en/applications/fiber/>
- Önder, E., Sarier, N., and Cimen, E., 2008, Encapsulation of phase change materials by complex coacervation to improve thermal performances of woven fabrics, *Thermochimica Acta*, 467: 63-72.
- Özerdem, B., 2011. Ev Tekstilinde Kullanılacak Materyallerde Multifonksiyonel Özellik Sağlayacak Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması, Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 64, Bursa.
- Pena, B., Casals, M., Torras, C., Gumí, T., Garcia-Valls, R., 2009. Vanillin release from polysulfone macrocapsules. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 48, 1562–1565.
- Peng, S.M, Koo, M., Yu, Z.R., 2009. Effects of music and essential oil inhalation on cardiac autonomic balance in healthy individuals. *The Journal of Alternative and Complementary Medicine*, 15, 53–57.
- Puslar, j., Stefanec, D., Vrhunec, A., 2015. Using chian extenders to modify release rates of orange oil from poly(urea-urethane) microcapsules. *Acta Chimica. Slovenica*. 62(3), 700-708
- Randall, D., Lee, S. 2002. *The Polyurethanes Book*. John Wiley & Sons, LTD.
- Rodrigues, S.N., Fernandes, I., Martins, I.M., Mata, V.G., Barreiro, F., Rodrigues, A. E. 2008. Microencapsulation of limonene for textile application. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 47, 4142–4147.
- Rodrigues, S.N., Fernandes, I., Martins, I.M., Mata, V.G., Barreiro, F., Rodrigues, A. E. 2009. Microcapsulated perfumes for textile application. *Chemical Engineering Journal*, 149, 463-472.
- Ronald, J.V., 1988. Favor encapsulation, American Society, s,1-6.
- Saçak, M., 2006. *Polimer Kimyası*. Gazi Yayınevi, 525s. Ankara.
- Salaun, F., Devaux, E., Bourbigot, S., Rumeau, P., 2010. Thermoregulating response of cotton fabric containing microencapsulated phase change materials, *Thermochimica Acta*, 506, 82-93.

- Sarışık, A.M., Kartal, G.E., 2015. Disposable mask design for odor pollution in the work enviroment. *Journal of Textiles and Engineer*, 22(97), 31-36.
- Sözmen, N.N., 2008. Biyomedikal Uygulamalarında Akıllı Polimer Kullanılması ve Karakterizasyon Yönteminin Kuartz Kristal Mikro Dengeleyici Sistemler ile Geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Ankara.
- Suthaphot, N., Chulakup, S., Chonsakorn, S., Mongkholrattanasit, R., 2012. Application of aromatherapy on cotton fabric by microcapsules, RMUTP International Conference: Textiles & Fashion; July 34; Bangkok, Thailand.
- Şirin Deveci, S., 2009, Mikrokapsüllenmiş Faz Değiştiricilerin ve Özel Liflerin Elastik Bandajların Konfor Özelliklerinin İyileştirilmesinde Kullanımı, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir, 164s.
- Tarakçıoğlu, I., 2003. Türk ve dünya tekstili. *Tekstil İşveren Dergisi*, 276.
- Tekin, R., Bac, N., Erdoğan, H., 2013. Microcapsulation of fragrance and natural volatile oils for application in cosmetics and household cleaning products, *Macromol. Symposium. Weinheim*.
- Topbaş, Ö., 2011, Mikroenkapsülasyon Tekniği ile İyileştirici Bandaj Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Ünal, K.S., 2018. Aromatherapy application in nursing care: systematic analysis of studies conducted over the past decade in Turkey. *Journal of Traditional Medical Complementary Therapies* 1(2): 61-69.
- Voncina, B. ve Le Marechal, A.M., 2014. β -Cyclodextrin in medical and hygienic textiles. *Textile Institute 83rd World Conference, China*, 775-778.
- Xiaoming, T., 2001. *Smart fibres, fabrics and clothing*, Woodhead Publishing Ltd., Cambridge, UK.

7. ÖZGEÇMİŞ



Uluslararası Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitabında Basılan Bildiriler

Sözlü Sunumlar

Özsevinç Ali, Özen İlhan (2018). Farklı Örgü ve Atkı Sıklığındaki Su İtici Pamuklu Dokuma Kumaşların Su Geçirgenlik-Temas Açısı İlişkisinin Değerlendirilmesi. IV. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (Genişletilmiş özet bildiri) (Yayın No:4379650)

Özsevinç Ali, Alkan Cemil (2018). Özgün Portakal Kokusu İçeren Poliüretan Kapsül Üretimi ve Salım Davranışının Tespiti. 3. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (Genişletilmiş özet bildiri) (Yayın No:4271185)

Özsevinç Ali, Alkan Cemil (2019). Polipropilen Glikol ve Toluendiizosiyanat'dan Üretilen Lavanta Kontrollü Salımı Yapan Poliüretan Mikroparçacıkların Üretimi Ve Karakterizasyonu. 5. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (Genişletilmiş özet bildiri)

Özsevinç Ali, Alkan Cemil (2019). Medikal Uyku Tekstillerinde Kullanılmak Üzere Lavanta Yağı Kontrollü Salımı Yapan Aromaterapi Etkili Mikrokapsüller. 5. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (Genişletilmiş özet bildiri)

Özsevinç Ali, Alkan Cemil (2020). Tekstil Uygulamaları İçin TDI-PEG₄₀₀, PPG₄₀₀ Etkileşimi ile Üretilen Poliüretan Koku Kapsülleri ve Salım Davranışları. 6. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (Tam Metin Bildiri)

Poster Sunumlar

Özsevinç Ali, Alkan Cemil (2018). Yasemin Kokusunun İzoforan Diizosiyanat (IPDİ) – Polietilen Glikol 400 (PEG₄₀₀) Etkileşimi ile Üretilen Poliüretan Koku Kapsülleri ve Salım Davranışı. Uluslararası Katılımlı VII. Polimer Bilim ve Teknolojisi Kongresi (Özet Bildiri) (Yayın No:4667443)

Ulusal Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitabında Basılan Bildiriler Sözlü Bildiriler

Özsevinç Ali, Alkan Cemil (2018). İğde Kokusunun Hegzametilen Diizosiyanat (HMDİ) – Polietilen Glikol (PEG400) Etkileşimi ile Üretilen Poliüretan Koku Kapsülleri ve Salım Davranışı. Uluslararası Katılımlı VII. Polimer Bilim ve Teknolojisi Kongresi (Özet Bildiri) (Yayın No:4667478)

Ar-Ge Proje Pazarı Etkinlikleri

"Askeri Tekstil Uygulamaları için Haşere Kovucu Kumaş Üretimi", UTİB Türkiye Tekstil ve Konfeksiyon Sektörü'nde VIII. Uluslararası Ar-Ge Proje Pazarı Zirvesi, DOSAB, BURSA, TÜRKİYE, 2018,

"Bebek Bezlerine Entegre Dokusuz Kumaşta Renk Değişim Takibi ile İdrar yolu Enfeksiyonu Tespiti", UTİB Türkiye Tekstil ve Konfeksiyon Sektörü'nde VIII. Uluslararası Ar-Ge Proje Pazarı Zirvesi, DOSAB, BURSA, TÜRKİYE, 2018,

"Otomobil Taban Kumaşlarının Su İtici Yapılarak Sıvı Tahliye Sisteminin Geliştirilmesi", II. Ar-Ge Proje Pazarı, Bartın Üniversitesi, TÜRKİYE, 2018,

İdrar Ph Değeri Tespit Edebilen Akıllı Non-Woven Kumaş Geliştirilmesi", Iı. Ar-Ge Proje Pazarı, Bartın Üniversitesi, Türkiye, 2018.

"Ev Tekstil Uygulamaları İçin Koku Yayan Taban Kumaş Geliştirilmesi)", Utib Türkiye Tekstil ve Konfeksiyon Sektörü'nde VIII. Uluslararası Ar-Ge Proje Pazarı Zirvesi, Dosab, BURSA, TÜRKİYE, 2017.

"Güzel Koku Yayan Üretan Esaslı Mikro/Nano Boyutlu Kapsüllerin Üretimi ve Tekstil Uygulamaları", Utib Türkiye Tekstil ve Konfeksiyon Sektörü'nde VIII. Uluslararası Ar-Ge Proje Pazarı Zirvesi, Merinos Akkm, BURSA, TÜRKİYE, 2016.

Ödüller

Mansiyon Ödülü, İdrar Ph Değeri Tespit Edebilen Akıllı Non-Woven Kumaş Geliştirilmesi", II. Ar-Ge Proje Pazarı, Bartın Üniversitesi, Türkiye, 2018
