

**DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KAPSÜL ESASLI MADDELERİN TEKSTİL**  
**MATERYALLERİNE FİKSAJ İŞLEMLERİNDE**  
**UV KÜRLEMENİN ETKİSİ**

**Koray PEKTAŞ**

**Haziran, 2016**  
**İZMİR**

**KAPSÜL ESASLI MADDELERİN TEKSTİL  
MATERYALLERİNE FİKSAJ İŞLEMLERİNDE  
UV KÜRLEMENİN ETKİSİ**

**Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**

**Yüksek Lisans Tezi**

**Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı**

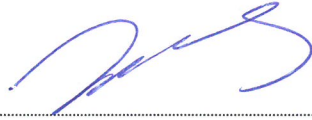
**Koray PEKTAŞ**

**Haziran,2016**

**İZMİR**

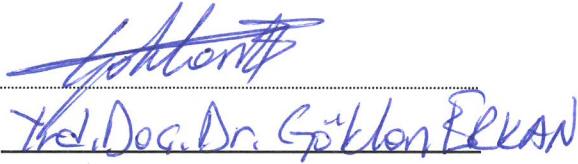
## YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

KORAY PEKTAŞ, tarafından PROF. DR. AYŞE MERİH SARIŞIK yönetiminde hazırlanan “KAPSÜL ESASLI MADDELERİN TEKSTİL MATERYALLERİNE FİKSAJ İŞLEMLERİNDE UV KÜRLEMENİN ETKİSİ” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.



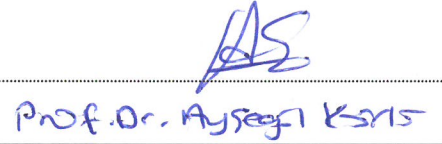
Prof. Dr. Ayşe Merih SARIŞIK

Yönetici



Prof. Dr. Gökdeniz ERKAN

Jüri Üyesi



Prof. Dr. Ayşe Gül KŞIŞ

Jüri Üyesi



Prof. Dr. Ayşe OKUR

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

## TEŞEKKÜR

Öncelikle, gerçekleştirmiş olduğum yüksek lisans eğitim süresi boyunca ileri görüşüyle yenilikçi ve özgün konularda çalışmamı ve gelişmemi sağlayan, bilgisini paylaşmaktan kaçınmayan, eğitim yaşamının yanı sıra hayatımın diğer bölümlerinde bana yol gösteren, karşılaştığım zorlukları aşmam için her zaman destek ve yardımını sonuna kadar göstermiş saygı değer akıl hocam ve danışmanım olan Sayın Prof. Dr. Ayşe Merih SARIŞIK' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam sırasında değerli eleştirileri ve görüşleri ile yol gösteren ve desteklerini her zaman hissettiren Sayın hocalarım Yrd. Doç. Dr. Gökhan ERKAN' a ve Yrd. Doç. Dr. Aylin Ziylan ALBAYRAK' a teşekkürlerimi sunarım.

Tez süresi boyunca yardımlarını ve tecrübelerini esirgemeyen her zaman fikir alabildiğim Sayın Arş. Gör. Gizem Ceylan ÖZTÜRK' e ayrıca teşekkür ederim.

Yüksek lisans süresi boyunca desteklerini esirgemeyen her zaman yanımda olan sevgili arkadaşlarım Tuğçem BİTGEN, Çağatay YÜRÜK ve Çetin AKA' ya teşekkür ederim.

Yüksek lisans tez çalışmama 213M522 numaralı proje ile 1002 Hızlı Destek Programı kapsamında maddi destek sağlayan TÜBİTAK'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak da, benim var olmamı sağlayan, yüksek lisans eğitimimin yanı sıra hayatımın ilk gününden beri beni destekleyen ve yanımda olan, sevgili annem Sevinç PEKTAŞ' a ve babam Mehmet PEKTAŞ' a sonsuz sevgi saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Koray PEKTAŞ

# KAPSÜL ESASLI MADDELERİN TEKSTİL MATERYALLERİNE FİKSAJ İŞLEMLERİNDE UV KÜRLEMENİN ETKİSİ

## ÖZ

Tekstil materyallerine çeşitli fonksiyonel özelliklerin kazandırılmasında kullanılan yöntemlerden birisi de kapsülasyon teknolojisidir. Bu teknoloji ile son yıllarda tekstil materyallerine vitamin, koku, nemlendirme, böcek itici, selüloit önleyici vb gibi fonksiyonlar kazandırılmaktadır. Kapsül esaslı maddeler ile tekstil materyalleri arasında kalıcı bağ oluşturulması ve etkinliğin yıkama dayanımının artırılması amacıyla çapraz bağlayıcı maddelerden yararlanılmaktadır. Tekstil işletmelerinde hali hazırda ticari kapsüllerin kumaşa aktarımı akrilik, poliüretan vb. çapraz bağlayıcılar kullanılarak bir kısmı termofikse koşullarında (120-140 santigrat derece) yani yüksek sıcaklıklarda, bir kısmı ise kurutma sıcaklığında (100 santigrat derece) gerçekleşmektedir. Yapısında uçucu yağ bulunan koku ve aroma terapi amaçlı kullanılan kapsüllerde yüksek sıcaklık etken maddenin buharlaşmasına ve kapsül deformasyonuna sebep olabilmektedir. Bu çalışmada kapsüllerin tekstil materyaline fiksajında UV kürleme işleminden yararlanılmaktadır.

Bu yüksek lisans tezi kapsamında, beta karoten etken maddesi etil selüloz ile kapsüllenenek ve tekstil materyaline apliance edilerek bronzlaştırıcı etkiye sahip kozmetik tekstiller oluşturulmuştur. Kapsüllerin tekstil materyallerine bağlanmasında konvansiyonel akrilik çapraz bağlayıcıların termal fiksajına alternatif olarak UV kürleme tekniğinden yararlanılmıştır. Beta karoten içeren kapsüllerin ve tekstil materyaline aktarımı tamamlandıktan sonra kapsül içeren tekstil materyalinin karakterizasyonları ve çeşitli etkinlik testleri gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda SEM, FTIR, XRD, DSC, TGA, nem tayini, antioksidan etkinlik testi, renk ölçümü gibi analizler yer almaktadır. Tekstil materyaline uygulanan bu test ve analizler materyalin ev tipi yıkamalarının (1 ve 10 yıkama) ve sürtme testlerinin ardından da tekrarlanmış ve elde edilen etkinin yıkama dayanımı incelenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Mikrokapsül, uv fiksaj, akrilik binder, beta karoten, etil selüloz

# EFFECTS OF UV CURING ON FIXATING OF CAPSULE BASED SUBSTANCES ONTO TEXTILE MATERIALS

## ABSTRACT

Capsulation technology is one of the methods that have been utilized to gain various functional properties of textile materials. With the technology, in recent years, textile materials have been obtained functions such as vitamins, fragrances, moistening effect, insect repellent, anti-cellulite etc. To establish permanent bond between capsule based materials and textile materials and, increase efficiency against washing make use of cross-linking agents. Commercial capsules are applied to fabric by using cross linker such as acrylic, polyurethane and so on, in termofixation conditions (120-140 celsius), and at the drying temperature (100 celsius). The capsules used for fragrance and aromatherapy, which contain volatile oil, can be affected high temperature conditions that cause evaporation, degradation of active ingredient. In this study, UV curing process will be utilized for fixation of capsules onto textile material.

In the scope of this thesis, active ingredient of beta carotene was capsulized with ethyl cellulose and applied to textile materials and formed tanning effect of cosmetic textiles. UV curing technique will be used as an alternative to thermal fixing of conventional acrylic cross linkers. After application of capsules containing beta carotene onto textile materials, capsule containing textile materials were performed characterization and various efficiency tests. In this context some analysis such as SEM, FTIR, XRD, DSC, TGA, moisture determination, the antioxidant efficiency test, color measurement were analyzed. These tests and analyzes were also applied to the textile material after domestic washes (1 and 10 washing cycles) and rubbing test and were examined washing resistance of obtained effect.

**Keywords:** Microcapsule, uv curing, acrylic binder, beta carotene, ethyl cellulose

## İÇİNDEKİLER

Sayfa

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU .....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZ .....	iv
ABSTRACT.....	v
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xv

### **BÖLÜM BİR-GİRİŞ..... 1**

1.1 Kapsülasyon Hakkında Genel Bilgiler .....	3
1.2 Kapsülasyon Yöntemleri .....	5
1.2.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi .....	5
1.3 Kapsüllerin Kumaşa Fiksaj Yöntemleri .....	7
1.3.1 Isıl Fiksaj .....	7
1.3.2 UV Fiksaj.....	7
1.3.2.1 Tip I Foto Başlatıcılar .....	8
1.3.2.2 Tip II FotoBaşlatıcılar.....	9
1.4 Kozmetik Tekstiller.....	12
1.4.1 Kozmetik Tekstillere Yönelik Önceki Çalışmalar.....	13

### **BÖLÜM İKİ-MATERYAL VE METOD..... 21**

2.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler .....	21
2.2 Kullanılan Cihazlar.....	21
2.3 Kullanılan Kumaş.....	22
2.4 Yöntem .....	22

2.4.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi .....	22
2.4.2 Kapsüllerin Kumaşa Aktarılması.....	23
2.4.3 Kapsüllerin Kumaşa Fiksajı.....	24
2.4.4 Kapsüllerin Değerlendirilmesinde Kullanılan Yöntemler .....	24
2.4.4.1 SEM ( Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi .....	24
2.4.4.2 Partikül Boyut Analizi .....	25
2.4.4.3 FT- IR (Fouier Transform Kızılötesi Spektroskopisi) Analizi .....	25
2.4.4.4 XRD (X ışını difraktometresi) Analizi .....	25
2.4.4.5 DSC (Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi) Analizi .....	25
2.4.4.6 TGA (Termo Gravimetrik Analiz) Analizi .....	26
2.4.4.7 Etkin Maddenin UV Spektrumu ve Standart Eğri Çizimi .....	26
2.4.4.8 Antioksidan Etkinlik Testi .....	26
2.4.4.9 Patlama Mukavemeti .....	27
2.4.4.10 Renk Ölçümü .....	27
2.4.4.11 Su Buharı Geçirgenliği .....	27
2.4.4.12 Nem Tayini .....	28
2.4.4.13 Sürtme Sonucunda Refakat Kumaş Üzerinde Mikrokapsül Varlığının İncelenmesi.....	28
2.5 Kapsülasyonda Kullanılan Maddeler .....	28
2.5.1 Etil Selüloz.....	28
2.5.2 Beta Karoten .....	30
<b>BÖLÜM ÜÇ-ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....</b>	<b>32</b>
3.1 Mikrokapsüllerin Karakterizasyon Çalışmaları.....	32
3.2 Kapsül Aktarılmış Kumaşlara Uygulanan Analizler.....	50
3.2.2 FTIR (Fouier Transform Kızılötesi Spektroskopisi) Analizi.....	57



3.2.3 XRD (X Işını Difraktometresi) Analizi .....	65
3.2.4 TGA (Termo Gravimetrik Analiz) Analizi.....	72
3.2.5 Beta Karotenin Miktar Tayini Çalışmaları .....	79
3.2.6 Antioksidan Etkinlik Analizi .....	81
3.2.7 Patlama Mukavemeti Sonuçları.....	82
3.2.8 Renk Ölçüm Değerleri .....	82
3.2.9 Su Buharı Geçirgenliği .....	84
3.2.10 Nem Tayini Sonuçları.....	85
3.2.11 Sürtme Sonrası SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analiz Sonuçları .....	86
<b>BÖLÜM DÖRT-SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>99</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>104</b>
<b>EKLER.....</b>	<b>111</b>
<b>EK 1: KISALTMALAR.....</b>	<b>111</b>

## ŞEKİLLER LİSTESİ

### Sayfa

Şekil 1.1 Temel mikrokapsül yapıları .....	4
Şekil 1.2 Püskürterek kurutma yöntemi .....	6
Şekil 1.3 UV fiksaj başlama mekanizması.....	7
Şekil 1.4 Bazı tip I fotobaşlatıcıları.....	8
Şekil 1.5 Bazı tip II fotobaşlatıcıları .....	9
Şekil 2.1 Kapsülasyonda kullanılan spray dryer cihazı .....	23
Şekil 2.2 Etil selülozun kimyasal yapısı .....	29
Şekil 2.3 Beta karotenin kimyasal yapısı .....	30
Şekil 3.1 BC:EC 1:2 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri .....	32
Şekil 3.2 BC:EC 1:4 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri .....	33
Şekil 3.3 BC:EC 1:8 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri .....	33
Şekil 3.4 BC:EC 1:16 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri ...	33
Şekil 3.5 BC:EC 1:2 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait partikül boyut analizi .....	34
Şekil 3.7 BC:EC 1:8 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait partikül boyut analizi .....	35
Şekil 3.8 BC:EC 1:16 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait partikül boyut analizi .....	35
Şekil 3.9 Etil selüloza ait FTIR analizi .....	36
Şekil 3.10 Beta karotene ait FTIR analizi .....	37
Şekil 3.11 BC:EC 1:2 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi .....	37
Şekil 3.12 BC:EC 1:4 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi .....	38
Şekil 3.13 BC:EC 1:8 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi .....	38
Şekil 3.14 BC:EC 1:16 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi .....	39
Şekil 3.15 Etil selüloz ait XRD analizi .....	40
Şekil 3.16 BC:EC 1:2 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi .....	40
Şekil 3.17 BC:EC 1:4 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi .....	41
Şekil 3.18 BC:EC 1:8 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi .....	41
Şekil 3.19 BC:EC 1:16 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi .....	42

Şekil 3.20 Etil selüloza ait DSC analizi .....	43
Şekil 3.21 BC:EC 1:2 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi.....	43
Şekil 3.22 BC:EC 1:4 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi.....	44
Şekil 3.23 BC:EC 1:8 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi.....	44
Şekil 3.24 BC:EC 1:16 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi.....	45
Şekil 3.25 Beta karotene ait TGA analizi.....	47
Şekil 3.26 Etil selüloza ait TGA analizi.....	47
Şekil 3.27 BC:EC 1:2 Etil selüloz kapsüllerine ait TGA analizi .....	48
Şekil 3.28 BC:EC 1:4 Etil selüloz kapsüllerine ait TGA analizi .....	48
Şekil 3.29 BC:EC 1:8 Etil selüloz kapsüllerine ait TGA analizi .....	49
Şekil 3.30 BC:EC 1:16 Etil selüloz kapsüllerine ait TGA analizi .....	49
Şekil 3.31 İşlem görmemiş kumaşa ait SEM görüntüleri .....	50
Şekil 3.32 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	51
Şekil 3.33 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	51
Şekil 3.36 30 sn. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	53
Şekil 3.37 30 sn. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri.....	53
Şekil 3.38 1 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	53
Şekil 3.39 1 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	54
Şekil 3.40 1 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri.....	54
Şekil 3.41 5 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	54
Şekil 3.42 5 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	55
Şekil 3.43 5 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri.....	55
Şekil 3.44 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	55
Şekil 3.45 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	56

Şekil 3.47 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	56
Şekil 3.48 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri .....	57
Şekil 3.50 İşlem görmemiş kumaşa ait FTIR analizi .....	58
Şekil 3.51 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi.....	58
Şekil 3.52 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi .....	59
Şekil 3.53 Termal fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi .....	59
Şekil 3.54 FT1-5dk kumaşına ait FTIR analizi.....	60
Şekil 3.55 FT1-5dk-1 yıkama yapılan kumaşına ait FTIR analizi.....	60
Şekil 3.56 FT1-5dk-10 yıkama yapılan kumaşına ait FTIR analizi.....	61
Şekil 3.57 Çift yüzüne uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi.....	61
Şekil 3.58 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi.....	62
Şekil 3.59 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi .....	62
Şekil 3.60 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi .....	63
Şekil 3.61 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi.....	63
Şekil 3.62 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi .....	64
Şekil 3.63 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi .....	64
Şekil 3.64 İşlem görmemiş kumaşa ait XRD analizi .....	65
Şekil 3.65 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi .....	66
Şekil 3.66 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi.....	66
Şekil 3.67 Termal fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi .....	67
Şekil 3.68 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi.....	67
Şekil 3.69 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi .....	68

Şekil 3.70 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi .....	68
Şekil 3.71 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi .....	69
Şekil 3.72 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi .....	69
Şekil 3.73 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi .....	70
Şekil 3.74 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi .....	70
Şekil 3.75 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi .....	71
Şekil 3.76 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi .....	71
Şekil 3.77 İşlem görmemiş kumaşa ait TGA analizi.....	72
Şekil 3.78 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi .....	73
Şekil 3.79 Termal fiksaj uygulanmış 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi....	73
Şekil 3.80 Termal fiksaj uygulanmış 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi..	74
Şekil 3.81 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi.....	74
Şekil 3.82 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi .....	75
Şekil 3.83 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi .....	75
Şekil 3.84 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi .....	76
Şekil 3.85 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi .....	76
Şekil 3.86 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi .....	77
Şekil 3.87 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi .....	77
Şekil 3.88 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi .....	78
Şekil 3.89 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi .....	78

Şekil 3.90 Beta karoten esaslı etil selüloz kapsüllerinin etil asetat içerisindeki standart kalibrasyon eğrisi .....	79
Şekil 3.91 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşların 24 saat boyunca absorbans değerlerindeki değişim .....	80
Şekil 3.92 Farklı fiksaj işlemleri uygulanmış mikrokapsüllü kumaşlara ait antioksidan etkinlik analizleri .....	81
Şekil 3.93 Farklı fiksaj işlemleri uygulanmış kumaşlar ve bu kumaşların 1 ve 10 yıkama sonrasına ait patlama mukavemeti değerleri. ....	82
Şekil 3.94 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşlara ait L* (açıklık) değerleri .....	83
Şekil 3.95 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşlara ait b* (sarılık) değerleri .....	84
Şekil 3.96 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşların su buharı geçirgenliğine ait veriler .....	85
Şekil 3.97 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşların % nem tayini değerlerine ait veriler .....	86
Şekil 3.98 Termal fiksajın kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	86
Şekil 3.99 Termal fiksajın 1 yıkama sonrası kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	87
Şekil 3.100 Termal fiksajın 10 yıkama sonrası kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	87
Şekil 3.101 FT1-30 sn.nin kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	87
Şekil 3.102 FT1-30sn-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	88
Şekil 3.103 FT1-30sn-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	88
Şekil 3.104 FT1-1dk.nin kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	88
Şekil 3.105 FT1-1dk-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	89
Şekil 3.106 FT1-1dk-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	89
Şekil 3.107 FT1-5dk.nin kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	89
Şekil 3.108 FT1-5dk-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	90
Şekil 3.109 FT1-5dk-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	90
Şekil 3.110 FT2 nin kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	90
Şekil 3.111 FT2-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	91
Şekil 3.112 FT2-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	91
Şekil 3.113 FT3 ün kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	91

Şekil 3.114 FT3-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	92
Şekil 3.115 FT3-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	92
Şekil 3.116 Termal fiksajın yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	92
Şekil 3.117 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	93
Şekil 3.118 Termal fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	93
Şekil 3.119 FT1-30 sn. nin yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	93
Şekil 3.120 FT1-30sn-1 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	94
Şekil 3.121 FT1-30sn-10 un yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	94
Şekil 3.122 FT1-1dk nın yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	94
Şekil 3.123 FT1-1dk-1 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	95
Şekil 3.124 FT1-1dk-10 un yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	95
Şekil 3.125 FT1-5dk nın yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	95
Şekil 3.126 FT1-5dk-1 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	96
Şekil 3.127 FT1-5dk-10 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	96
Şekil 3.128 FT2 nin yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	96
Şekil 3.130 FT2-10 un yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	97
Şekil 3.131 FT3 ün yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri .....	97
Şekil 3.132 FT3-1 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	98
Şekil 3.133 FT3-10 un yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri.....	98

## TABLolar LİSTESİ

### Sayfa

Tablo 1.1 Kapsüllerde kullanılan kabuk maddeleri .....	3
Tablo 1.2 Mikrokapsülasyon yöntemleri .....	5
Tablo 1.3 Mikrokapsülasyon tekniğine göre partikül boyut dağılımı.....	5
Tablo 2.1 Kullanılan kimyasal maddeler .....	21
Tablo 2.2 Kullanılan cihazlar .....	21
Tablo 2.3 Kullanılan kumaşa ait veriler .....	22
Tablo 2.4 Fiksaj yöntemlerine göre çalışma parametreleri .....	24
Tablo 3.1 İşlem görmüş kumaşlara ait beta karoten konsantrasyon değerleri .....	80



## BÖLÜM BİR

### GİRİŞ

Sağlık ve sağlıklı yaşamla ilgili olarak gündemde olan “wellness” kavramı ve bunun tekstillerdeki uygulaması olan sağlığı iyileştirici bitim işlemlerinin son zamanlarda önemi artmıştır. Kişinin kendini fiziksel ve psikolojik olarak iyi hissetmesi anlamına gelen Wellness sözcüğü, well being (iyi, sağlıklı olma) ile fitness (zindelik) kelimelerinden türetilmiştir. İnsanların kendilerini iyi hissetmeleri durumu yani Wellness, egzersiz, dengeli beslenme, vücut bakımı ve tekstil giyim ürünleri ile sağlanmaktadır. Wellness giyim ürünlerine verilebilecek en iyi örneklerden birisi de kozmetik tekstillerdir (Singh ve ark., 2011).

Kozmetik ürünler, vücudun çeşitli dış bölgeleri ile temasta bulunan veya ağız boşluğunda, diş ve mukoza zarında temizleme, parfüm yayma, vücut kokusunu düzeltme ve/veya görünümünü değiştirme ve/veya koruma amacıyla kullanılan madde veya preparat olarak Kozmetik Ürün Yönetmeliği'ne (76/768/EEC) göre tanımlanmaktadır (Pauwels, 2007). Kozmetik tekstiller ise belirli zaman aralıklarında insan vücuduna özellikle de deriye belirli bir madde veya çözelti salımı yapan ve parfüm etkisi, vücut kokularının iyileştirilmesi, temizleme, görünüm değiştirme, koruma gibi özellikleri olan tekstil ürünleridir (Singh ve ark., 2011). Günümüzde popülaritesi giderek artan bu giysiler temelde, deriyle temas ederek bazı aktif maddelerin kozmetik amaçlar doğrultusunda transfer edilmesi için tasarlanmıştır. İnsanların kaliteli ve daha uzun bir yaşam sürme ve daha genç gözükme istekleri, yaşlanmayı geciktirici ve güzelleştirici ürünlere olan talebi özellikle de gelişmiş uluslarda arttırmıştır (Holme, 2007).

Günümüzde mikroenkapsülasyon kimyasal işlemler alanında çok yönlü ve esnek olması nedeniyle hızla geliştiren bir teknolojidir. Mikrokapsülasyon teknolojisi kullanımının önemli bir avantajı ise, aktif içeriği asidite, alkalinite, oksidasyon, ısı, buharlaşma veya nem gibi tehlikeli koşullardan korumasıdır. Buna ek olarak, sistem içinde bulunan diğer bileşikler ile etkileşimi sonucu meydana gelebilecek bozunma veya polimerizasyonu engelleme özelliği de söz konusudur. Bu çok yönlü

teknolojinin diđer bir önemli avantajı ise, kontrollü salınım özelliđi sayesinde etkinliđin artırılması ve zararın en aza indirilmesidir.

Kozmetik içerikli mikrokapsüllerin elyaf yüzeyine fiziksel veya kimyasal olarak bağlanması ile kozmetik tekstillerde gelişmeler meydana gelmiştir. Katı, sıvı veya gaz haldeki aktif maddelerin çevreden korunması amacıyla ikinci bir madde içine paketlenmesi tekniđi olan mikrokapsülasyon, kozmetik tekstillerin gelişiminde önemli rol oynamıştır. Tekstil ürünlerine mikrokapsüller püskürtme, emdirme, dolgu ve kaplama yöntemleri ile uygulanmakta ve mikrokapsülün tekstil yüzeyine bağlanması binder adı verilen yapıştırıcı, bağlayıcı bir madde ile gerçekleştirilmektedir (Dubey ve ark., 2010).

Bu çalışmada; beta karoten etkin maddesi etil selüloz ile kapsüllenecek ve tekstil materyaline applike edilerek bronzlaştırıcı etkiye sahip kozmetik tekstiller oluşturulmaya çalışılmıştır. Kapsüllerin tekstil materyallerine bağlanmasında konvansiyonel akrilik çapraz bağlayıcıların termal fiksajına alternatif olarak UV kütleme tekniđi ile farklı fotobaşlatıcılar ve farklı çalışma süreleri ile çalışılıp beta karotenin salım davranışları konvansiyonel termal fiksaj yöntemiyle karşılaştırılmıştır.

## 1.1 Kapsülasyon Hakkında Genel Bilgiler

Mikrokapsülasyon küçük damlalar halinde sıvı veya katı parçacıkların ince bir film içine hapsedilmesidir. Mikro kapsülün en basit şekli homojen duvara sahip küçük bir küredir. Mikrokapsül içerisindeki materyal çekirdek, iç faz ya da dolgu olarak tanımlanırken, kapsül çeperi ise kalkan, kaplama veya membran olarak adlandırılır (Hammad, 2011).

Çoğu mikrokapsüllerin çapı bir kaç mikro metre ile birkaç milimetre arasındadır (Hammad, 2011). Bu mikro kapsüller 1 µm altında ise nanokapsüller, nanoküre, nano parçacık olarak adlandırılırken, 1000 µm üzerindeki ise makro partikül olarak adlandırılırlar. Ticari kapsüllerin partikül boyutları ise 3-800 µm aralığında olup kapsül doluluk oranları ise %10-90 aralığında değiştiği bilinmektedir. Yapıştırıcılar, tarım ilaçları, hücreler, enzimler, parfümler, çeşniler, ilaçlar ve boyalar gibi birçok madde kapsül çekirdek maddesi olarak kullanılırlar (Thies, 1996).

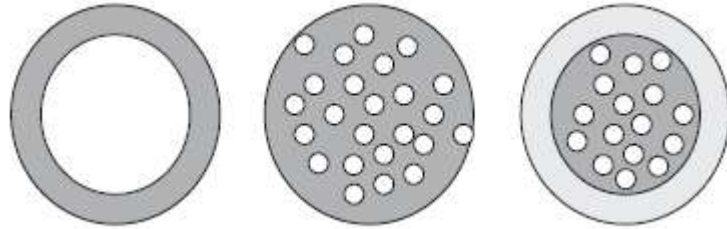
Kabuk maddesi olarak yağ ve mumların kullanımı mümkün olsa da genellikle organik polimerler kullanılmaktadır (Thies, 1996).

Tablo 1.1 Kapsüllemeye kullanılan kabuk maddeleri (Hammad,2011).

<b>Suda çözünebilen reçineler</b>	<b>Suda çözünmeyen reçineler</b>	<b>Yağlar ve mumlar</b>
Jelatin	Etil selüloz	Parafin
Nişasta	Polietilen	Stearik asit
Metil selüloz	Polimetakrilat	Stearil alkol
Hidroksi etil selüloz	Poliamid	Griseril stearatlar
Polivinil alkol	Poli [ etilen-vinilasetat]	Bal mumu
Poliakrilik asit	Selüloz nitrat	Balina yağı
Karboksimetilselüloz	Silikonlar	
Polivinilprolidon	Poli[ laktid-ko-glikolid]	
Arap zamkı		
Arabinogalaktan		

Çekirdek biçimi küresel veya düzensiz parçacık, sıvı fazlı süspansiyon katılar, katı matriksler, diperse katılar ve katı veya sıvıların agregat formları olabilirler. Tek çekirdek mikrokapsülleri çekirdek etrafını bir duvar kapsarken çok çekirdekli kapsüllerde çok sayıda birbirine yakın çekirdek duvarın içerisinde yer almaktadır. Matriks kapsülasyonunda ise çekirdek materyali duvar materyalinin içinde homojen bir şekilde dağıtılır. Bu üç temel morfolojiye ek olarak tek çekirdekli çoklu duvar yada mikrokapsül kümelerinin oluşumu olabilir (Hammad, 2011).

Kaplama materyalinin uygun seçimi mikrokapsülün fiziksel ve kimyasal özelliklerini büyük derecede belirler. Kaplama materyali çekirdek materyali ile birlikte uyumlu olan bir film formunda olmalı, çekirdek materyaline karşı kimyasal uyumlu olmalı ve reaktif olmamalı ve istenilen kaplama özelliklerini sağlamalıdır. (örneğin; esneklik, geçirmezlik, optik özellikler ve kararlılık). Genel kaplama özellikleri örneğin; uyumluluk, geçirgenlik, nem tutma, çözünübilirlik, kararlılık ve berraklık uygun mikrokapsül kaplama materyallerinin seçiminde göz önünde bulundurulmalıdır (Hammad, 2011).



Şekil 1.1 Temel mikrokapsül yapıları (Zuidam ve Shimoni, 2010)

Mikroenkapsülasyon işlemi;

1. Kaplanacak maddenin dış etkenlere (ısı, ışık, metal iyonları) karşı korunması,
2. Buharlaşarak kaybolmasının önlenmesi,
3. Fiziksel özelliklerinin korunması,
4. Maddenin taşınması ve depolanmasının kolaylaştırılması,
5. Doğru yerde ve doğru zamanda çalışmasının sağlanması,
6. Kaplanacak maddenin tat ve kokusunun maskelenmesi,
7. Başka bileşenlerle reaksiyona girmesinin önlenmesi,

8. Küçük miktarlarda kullanımı istendiğinde seyreltilebilmesi ve seyreltmenin homojen bir halde sağlanması gibi amaçlarla uygulanmaktadır (Shahidi ve Han 1993; Koç ve ark., 2009).

## 1.2 Kapsülasyon Yöntemleri

Kapsülasyon üretimi temel olarak kimyasal ve mekanik olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. Tablo 2.2 de kapsülasyon yöntemleri görülmektedir.

Tablo 1.2 Mikrokapsülasyon yöntemleri

<b>Kimyasal yöntemler</b>	<b>Mekanik yöntemler</b>
Ara yüzey polimerizasyonu	Püskürterek kurutma yöntemi
İn-situ polimerizasyonu	Santrifüj yöntemi
Kompleks koaservasyon	Rotasyonel süspansiyon ayırma
Basit koaservasyon	Akışkan yatak yöntemi
Süperkritik akışkan yöntemi	Elektrostatik yöntem
	Soğutarak kurutma
	Sıcak eriyik yöntemi

Tablo 1.3 Mikrokapsülasyon tekniğine göre partikül boyut dağılımı

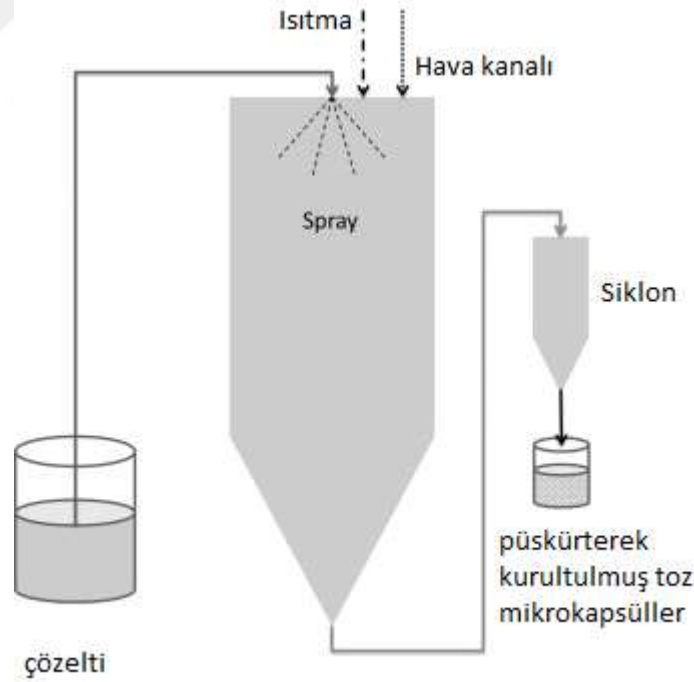
<b>Mikrokapsülasyon Tekniği</b>	<b>Partikül boyutu(<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Ekstrüder	250-2500
Püskürterek kurutma	5-5000
İn-situ Polimerizasyon	0,5-1100
Ara Yüzey Polimerizasyonu	0,5-1000
Koaservasyon	2-1200
Döner Disk Metodu	5-1500
Akışkan yatak mikrokapsülasyonu	20-1500

### 1.2.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi

Püskürtmeli kurutma ile enkapsülasyon, 1950'lerin sonlarından beri aromatik yağları degradasyon/oksidasyondan korumak için ve sıvıları toza çevirmek amacıyla kullanılmıştır (Gouin, 2004). Püskürterek kurutma yöntemi genellikle kimyasal,

farmasötik, biyokimya ve gıda endüstrisinde maddeleri kurutmak için kullanılır. Bu yöntem ayrıca esansiyel yağlar, vitaminler, hoş kokulu hassas maddeleri kapsüllemek için de kullanılır. Püskürtmeli kurutma yönteminde sıvı ürün atomizör yardımı ile çok küçük damlacıklar halinde sıcak hava ortamına verilir. Yapıdaki su yüksek buharlaşma hızından dolayı kısa süre içerisinde üründen uzaklaşır (Koç ve ark., 2009).

Püskürterek kurutma yöntemi ile mikroenkapsülasyon işleminde; gıda saflığında, yenilebilir, doğal, ucuz olan ve gıda bileşenleri ile reaksiyona girerek ürünün asıl özelliklerini değiştirmeyen, kokusuz, tatsız kaplama materyalleri olan karbonhidratlar (maltodekstrinler, kitosan, dekstroz, laktoz, pullulan vb.), selülozlar (karboksimetilselüloz, metilselüloz, etilselüloz vb.), gamlar(akasya gamı, agar, sodyum aljinat), proteinler (gluten, kazein, jelatin) kullanılabilirler (Gharsallaoui, 2007).



Şekil 1.2 Püskürterek kurutma yöntemi (Gharsallaoui ve ark., 2007)

### 1.3 Kapsüllerin Kumaşa Fiksaj Yöntemleri

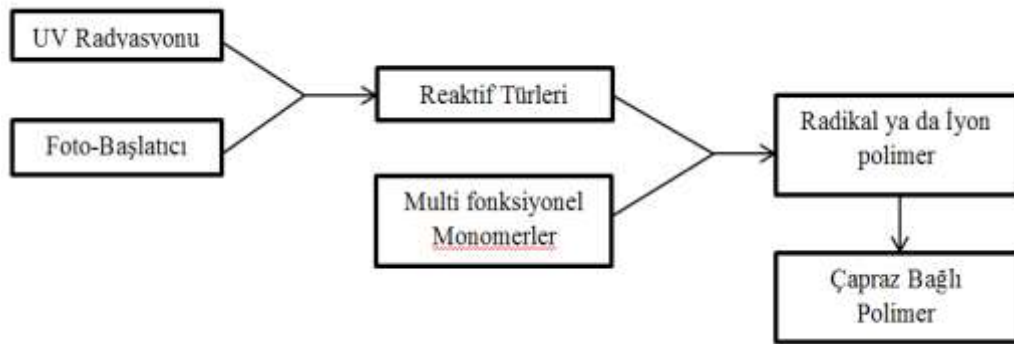
#### 1.3.1 Isıl Fiksaj

Geleneksel yöntemlerde kapsüller kumaşlara termal işlemlerle bağlayıcı yardımıyla aktarılırlar. Termal işlem 130-170°C’de, 1-10 dakika gerçekleşmektedir. Bu sıcaklıklarda bağlayıcılar polimer haline gelirler ve kumaş yüzeyinde kapsülü tutan ağ yapısını şeklini alırlar (Çimen, 2007).

Yüksek sıcaklık kapsülün kırılması, çekirdek bileşenlerin buharlaşması, kapsülün şişmesi, çekirdek bileşenlerinin hızlı salım yapması, kumaş görünümünün, fiziksel mekanik özelliklerinin değişmesi yüksek enerji sarfıyatı, hava kirliliği, işlem süresinin uzun olması ısıl fiksajın dezavantajları olarak görülmektedir (Çimen, 2007).

#### 1.3.2 UV Fiksaj

UV kürleme ana hatlarıyla hızlı, oda sıcaklığında gerçekleştirilebilmesinden dolayı düşük enerji tüketimine sahip ve ekipman olarak küçük bir alana ihtiyaç duyan bir işlemdir. UV kürleme fotobaşlatma mekanizmasıyla başlar. Fotobaşlatıcılar, ışığı absorblayarak reaktif hale gelirler ve reçine bileşenindeki monomer ve oligomerlerle tepkime verip polimerleşmeyi başlatırlar.



Şekil 1.3 UV fiksaj başlama mekanizması (Adanur ve Arumugham, 2002)

Fotobaşlatıcılar ışığın etkisiyle radikalik, katyonik veya anyonik halde reaktif olurlar. UV kürleme işlemlerinin büyük bir çoğunluğu radikal oluşturan fotobaşlatıcılar(radikalik fotobaşlatıcılar) kullanılarak yapılmaktadır. Radikalik

fotobaşlatıcılar, ticari olarak kullanılan fotobaşlatıcıların %90'dan fazlasını oluşturur ve Ciba (ticari isimler Irgacure ve Darocure), Lamberti (Esacure) ve BASF (Lucirin) gibi firmalardan temin edilebilirler.

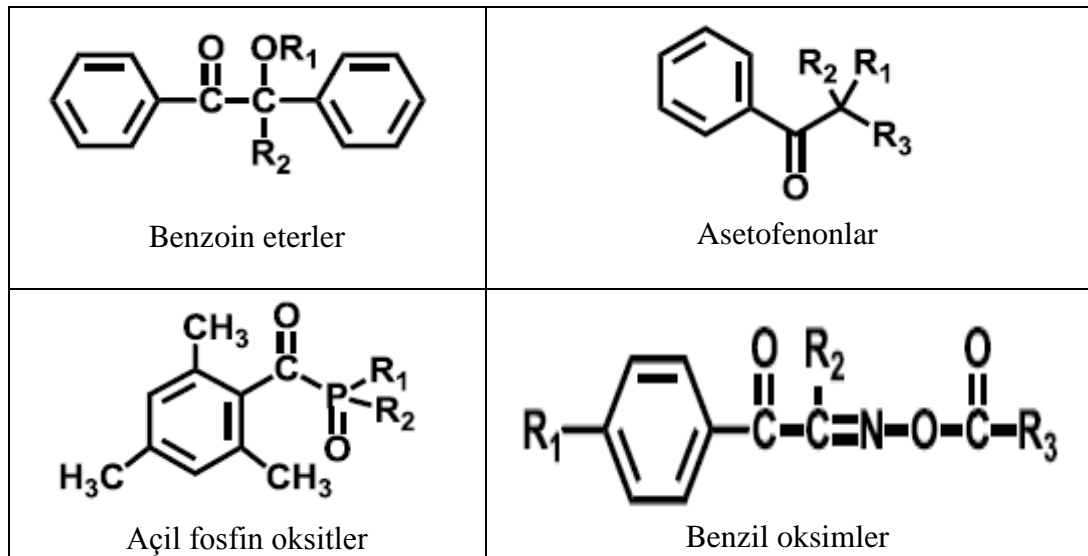
Serbest radikal başlatıcıları, başlatıcı radikalın oluştuğu prosese göre I. tip ve II. tip fotobaşlatıcılar olarak sınıflandırılır (Murtezi, 2014).

### 1.3.2.1 Tip I Foto Başlatıcılar

I. Tip fotobaşlatıcılar aydınlatma sonucunda unimoleküler bağ bölünmesine uğrarlar böyle bir bölünmenin gerçekleşmesi için fotobaşlatıcının uyarılma enerjisinin bağ kırılma enerjisinden büyük olması gerekir (Mishra ve Yağcı, 1998). Tip I fotobaşlatıcılara ait radikal oluşum denklemi Şekil 2.4 de verilmiştir.



Tip I fotobaşlatıcılar  $\alpha$ -bölünme ile radikal oluşturan fotobaşlatıcılardır ve UV ışınları ile homolitik parçalanarak C-C bağı içeren benzoil (fenil-CO-) yapılı bileşiklerdir. Oluşan iki radikalik molekülden genellikle benzoil radikali fotopolimerizasyonu başlatan asıl gruptur.

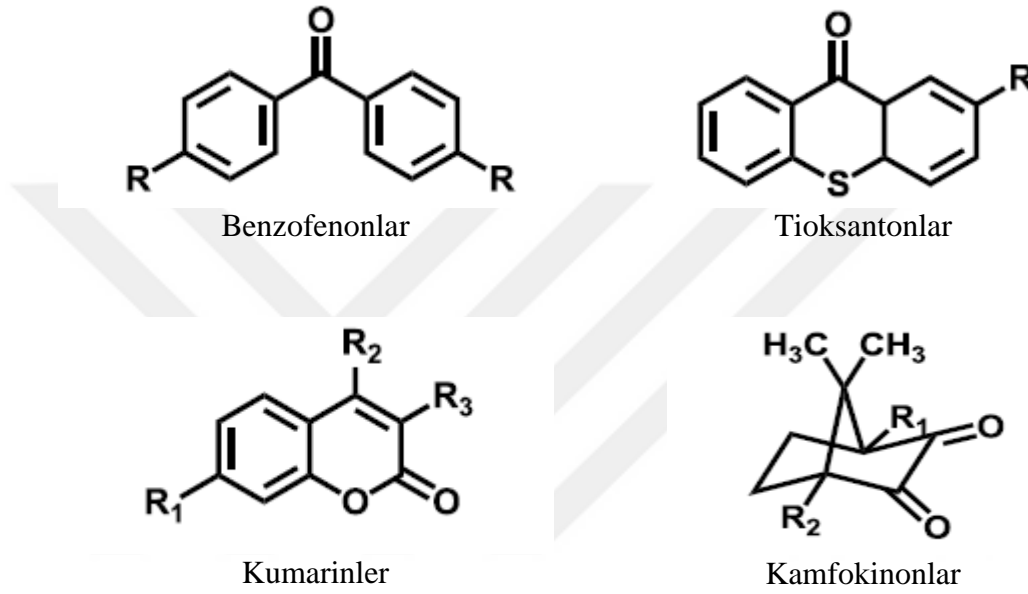


Şekil 1.4 Bazı tip I fotobaşlatıcıları (Murtezi, 2014)



### 1.3.2.2 Tip II FotoBaşlatıcılar

Tip II fotobaşlatıcılar, hidrojen transferi ile radikal oluşturan fotobaşlatıcılardır. UV ışınları ile parçalanmazlar, onun yerine UV ışını absorblayarak H-verici bir molekülden H transferi yaparak, o molekülün radikale dönüşmesini ve polimerizasyonu başlatmasını sağlarlar.



Şekil 1.5 Bazı tip II fotobaşlatıcıları (Murtezi, 2014)

Bu iki tip fotobaşlatıcıdan,  $\alpha$ -bölünme ile radikal oluşturan başlatıcılar daha yüksek verimliliklerinden dolayı tercih edilmektedir. Ayrıca, fotobaşlatma sırasında sararma önemli bir problemdir ve fotobaşlatıcının kimyasal yapısıyla ilgilidir. Bundan dolayı geliştirilen tip I fotobaşlatıcılardan, benzoil grubuna alifatik grup bağlı olanlar veya fosfin oksit içerenler sararma göstermezler.

Fotobaşlatıcılar, genellikle 1-5% aralığında kullanılırlar. İnert kürleme ortamında 0,5-1% yeterliyken, oksijenli ortamda, oksijenin polimerizasyonu önleyici etkisi göz önüne alınarak daha yüksek konsantrasyonlarda kullanılmalıdır.

UV kütleme üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde;

Periolatto ve ark. (2012), pamuklu ve ipekli kumaşlara antimikrobiyal etkinlik kazandırmak amacıyla UV-fiksaj yöntemi ile terbiye uygulamaları üzerine bir çalışma yürütmüşlerdir. Çalışmada foto-başlatıcı olarak 2-hydroxy-2methylphenylpropane-1-one kullanılmıştır. Kumaşlara antibakteriyel özelliği olduğu bilinen kitosan maddesi içeren çözeltiler emdirilmiş, ardından kumaşların iki yüzü de UV ışığa maruz bırakılmıştır. *E. coli* üzerindeki antibakteriyel etkinlik ASTM standartlarına göre test edilmiştir. Çalışma sonucunda elde edilen veriler, kumaşların antimikrobiyal özellik kazandığını, çözelti içerisinde düşük oranda kitosan bulunması kaynaklı kumaş tutumunda negatif bir etki oluşmadığını ortaya koymuştur. UV-fiksaj sayesinde antimikrobiyal etkinliğin, kumaşın her yerinde eşit bir şekilde dağıldığı belirtilmiştir. Beş yıkama sonrasında kumaşlardaki antimikrobiyal etkinliğin devam ettiği saptanmıştır.

Bauer ve ark. (2007), araştırmaları kapsamında radyasyon kütleme uygulanmış akrilat kaplamaların yüzey sertliğini iyileştirmek için hem nano boyutlu silika parçacıkları hem de birkaç mikron boyutundaki alüminyum oksit parçacıklarını kullanmışlardır. UV kütleme işlemi uygulanmış nano/mikro melez kompozitlerin aşınma dayanımında önemli bir artış olmuştur.

Li ve ark. (2005) konvansiyonel bir ısıfiksaj işlemi ile yenilikçi UV-fiksaj işlemi arasındaki farkların incelenmesi üzerine yaptıkları araştırmada hoş koku içeren bir kapsülün fiksajını incelemişlerdir. Bu amaçla farklı foto-başlatıcılar ve farklı UV ışık kaynakları kullanılmıştır. Bu başlatıcılar 2-Benzyl-2-(dimethylamino)-1-[4-(4-morpholinyl)phenyl]-1-butanone, Phenyl bis(2,4,6-trimethyl benzoyl) phosphine oxide, bis(2,6-dimethoxy-benzoyl) (2,3,3-trimethyl penthyl) phosphine oxide + 1-Hydroxy-cyclohexyl-phenyl-ketone ve Diphenyl (2,3,6-trimethylbenzoyl)-phosphine oxide olarak belirlenmiştir. Kumaştaki koku varlığının ısıfiksaj ile ancak 25 yıkamaya dayanabildiği, Merkür ışık kaynağı ile gerçekleştirilen UV-fiksaj ile başlatıcı tipine bakılmaksızın kokunun 50 yıkama sonrasında da duyumsandığı belirtilmiştir. UV ışık kaynağı olarak seçilen civa ve demir lambaları ile

gerçekleştirilen uygulamalar sonucunda koku dayanımının 50 yıkamaya kadar sürmekte olduğu ancak Ksenon lambası ile bu dayanımın foto-başlatıcı olarak bis(2,6-dimethoxy-benzoyl) (2,3,3-trimethyl penthyl) phosphine oxide + 1-Hydroxy-cyclohexyl-phenyl-ketone kullanımı ile 40 yıkamada ve Dipehnyl (2,3,6-trimethylbenzoyl)-phosphine oxide kullanımı ile 30 yıkamada sonlandığına değinilmiştir. Ayrıca UV-fiksaj işlemi süresinin fiksaja etkisi araştırılmış, işlem süresi uzadıkça enerji tüketiminin artacağından bahsedilmiştir. Başlatıcı tipinin kumaş tutumuna etkisi olduğu söylenmiştir.

Ferrera ve ark. (2007) silikon, üretan akrilat kullanarak pamuklu bir kumaşa UV fiksaj ile su geçirmezlik bitim işlemi uygulamak istemişler bunun yanında ayrıca katyonik UV fiksaj sistemi( örn: epoksi fonksiyonel polisiloksan reçinesi kullanılarak) araştırmışlardır. Bu araştırmalarda kumaşın; ıslanabilirliği, su buharı geçirgenliği, yüzey yapısını incelemişlerdir. UV kütleme ile her bir lifin kaplanmasından dolayı normal düz bir zemin kaplamadan daha iyi nefes alabilirlik özelliği olabileceği söylenmiştir.

Li ve ark. (2005) yeni poliamid-silikon poliakrilat; hegzametilen-1,6-diizosiyanat trimer (HDT) , $\gamma$ -aminopropil trietoksilan ve  $\beta$ -hidroksietil akrilatın modifikasyonu ile birlikte reaksiyona girerek hazırlanmıştır. UV-fiksaj yapılmış filmlerin fiziksel özellikleri(sertlik, çekme, elastikiyet, maksimum fiksaj hızı ve ısıtma direnci) incelenmiştir. Bu çalışma, bu türdeki poliakrilatın bazı üstün özelliklere sahip olduğunu göstermiştir. Sonuçlar incelendiğinde ise;

- ▶ düzgün camsı geçiş sıcaklığı
- ▶ mükemmel aşınma dayanımı ve sertlik
- ▶ iyi esneklik ve çekme
- ▶ hızlı fikse olma gibi önemli özelliklere sahip olmuştur.

## 1.4 Kozmetik Tekstiller

BINTH (Textile Industry and Clothing Standards Agency)'ye göre; etkin molekül maddesi ya da karışımı içeren ve insan vücudu ile temas esnasında bunları serbest bırakan tekstil ürünleri kozmetik tekstiller olarak tanımlanmaktadır. Yani kozmetik tekstiller nemlendirme, zayıflama veya gerginlik karşıtı belirtiler gibi dermatolojik uygulamalar için kozmetik yapılar içeren tekstil ürünüdür. Bu özel tekstil ürünlerinin işlevselleşmesi, aktif molekül içeren nanoteknolojili tekstil liflerinin doğuşuna dayanmaktadır (Ripoll, 2010).

Giysiler, modanın ana amacı olan bireysel ya da grupsal farklılıklar yaratmanın ötesine geçebilmek için örtünme, ısınma ve hoş görünmenin dışında geliştirilmiş özelliklere sahip olmalıdır. İlave fonksiyonların eklendiği 'aktif tekstillere' ihtiyaç vardır. TextilWirtschaft dergisi tarafından 2001 yılında yapılan araştırmada 100 Alman perakendeci, satışta fonksiyonelliğe inandıklarını ve gözlemlediklerini belirtmiştir. Bugün için çok iyi bilinen aşağıdaki fonksiyonellikler en önemlileri arasındadır:

- ▶ Elastikiyet ve konfor (%98)
- ▶ Kolay bakım (%97)
- ▶ İklim regülasyonu/nem transferi (%95)
- ▶ Rüzgâr geçirmez/su itici/nefes alabilir (%98)
- ▶ Yıkabilir yün (%86)
- ▶ Yağ ve kir iticilik (%76)

%75 in üzerinde olan bu değerler sofistike bir teknolojinin gerekliliğini ve bazılarının yüksek bir düzeye çıkarılması gerektiğini vurgulamaktadır. Günümüzde anti-bakteriyel özellikteki tekstillere mağazalarda, giysilerde oldukça sık rastlanırken Japonya dışında diğer yerlerde kozmetik özellikler içeren tekstillere hâlâ oldukça az rastlanılmaktadır (Mathis ve Mehling, 2007).

Kozmetik tekstiller sadece kozmetik sektörü sayesinde vücudun kazanabileceği etkileri kapsamamaktadır. Böcek iticilik, UV koruma, kötü koku azaltıcı özellikler de

kazandırılabilir. Aynı zamanda kozmetik tekstiller sayesinde kişiyi serinleten, zayıflamasına yardımcı olan tekstil materyalleri elde edilmiştir (Mathis ve Mehling, 2007).

#### ***1.4.1 Kozmetik Tekstillere Yönelik Önceki Çalışmalar***

E vitamini yapısındaki serbest radikalleri sayesinde doğal bir antioksidandır ve yaşlanmayı geciktirici etki sağlamaktadır. Yenilmez ve ark. kitosan içerisine  $\alpha$ -tokoferol kapsülleyerek yeni bir işlevsel malzeme geliştirmişlerdir. Parçacıkların karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Yapılan in vivo çalışmalar E-vitamini içerikli kitosan kapsüllerinin cilt kırışıklıklarını azalttığı, cildin nem ve elastikiyetini yükselttiğini ve gelecek vaat eden yaşlanmayı geciktirici bir ürün olduğunu göstermiştir (Yenilmez, Başaran ve Yazan, 2010).

Persico ve ark. (2005), yürüttükleri araştırmada, kozmetik tekstil alanındaki uygulamalarda kullanılmak üzere jojoba yağı içeren kapsüllerin üretimini hedeflemişlerdir. Ara yüzey polimerizasyonu tekniğiyle hazırlandığı belirtilen poliamid mikrokapsüllerin ortalama 5  $\mu$ m çapta elde edildiği belirtilmiştir. Stabilizatör konsantrasyonu ve karıştırma hızı arttıkça daha küçük ve homojen kapsüllerin elde edildiği vurgulanmıştır.

Asma (2011), çalışmasında iki farklı tip uçucu yağ (lavanta ve üzüm çekirdeği yağları) ve E-vitamini bileşiği ile  $\beta$ -siklodekstrin kompleksi oluşturarak, uzun süreli hoş koku veren, nemlendirici, yaşlanmayı geciktirici ve rahatlatıcı bir aroma terapi havlusu geliştirilmeyi amaçlamıştır. Kompleks oluşumu FT-IR analizi ile desteklenen çalışmada, kumaşın koku özelliğinin 20 yıkama sonrasında da Kuvars Kristal Mikrobalsans (KKM) algılayıcıları ile tespit edilebileceği, spektrofotometre ile yapılan analizlerle aromaterapik bileşikler içeren inklüzyon kompleksinin kumaşa uygulanması sonrasında kumaşa belirgin bir sararmaya yol açmadığı görülmüştür.

Rubio ve ark. (2010), çalışmalarında, tekstil ürününden insan cildine ufak dozlarda kozmetik bir etken maddenin aktarılmasını sağlayan biyo işlevsel bir ürün geliştirmişlerdir. Bu doğrultuda, merkezi sinir sistemini uyarıcı özellikteki iki ayrı

kafein ürünü ticari bir firmadan sağlanmıştır. İlkinin yaklaşık 250 nm çapında, kafein içeren lesitin lipozomu, diğerinin ise %1'lik sulu kafein çözeltisi olduğu belirtilen ürünler çalışmanın ilerleyen aşamalarında ayrı ayrı hassas bir mikro pipet yardımıyla tekstil yüzeyine uygulanmış, salım ve cilde emilim mekanizmasının incelenmesi amacıyla çeşitli testler yürütülmüştür. Yüzey üzerinden yayılan etkin madde miktarının, lipozom uygulanmış kumaşa daha düşük değerde olduğu, kumaşa uygulanan etkin maddenin cildin alt tabakalarına kadar nüfuz ettiği, cilt emilim değerlerinin basınç ile arttırılabildiği belirtilmiştir.

Yapılan bazı uygulamalarla cildi yumuşatan, esansiyel yağlar içererek koku salımı yapan tekstil materyalleri elde edilmiştir. Aynı zamanda bu materyallerin analizleri yapılmış ve kullanım sırasındaki etkileri incelenmiştir. Son dönemlerdeki çalışmalarla yıkamaya uzun süre dayanıklı materyaller elde edilmiştir (Voncina, 2009; Rodrigues, 2009; Li, 2008).

Cognis firması tarafından geliştirilen Skintex içerisindeki etken maddeler karides kabuklarından üretilen yarı sentetik polimer olan kitosan ile kapsüllenmiştir. Mikrokapsüller, kumaş üzerine ıslak işlemler sırasında applike edilirler. Ürün serisi enerji verici, rahatlatıcı, sivrisinek kovucu, serinletici, nemlendirici özellikler ile pazarlanmaktadır. Mikrokapsül salınımı yöntemlerinden birisi mikrokapsül ve cilt arasında oluşan düşük sürtünmedir. Kitosan kaplama zarının deride doğal olarak bulunan enzimler tarafından parçalanabilir olması ile kumaş üzerindeki mikrokapsüller yıkama talimatları dikkate alındığında birkaç yıkamaya kadar etkisini devam ettirecekleri belirtilmiştir (Cognis,2005).

BioCap adı ile üretilen kapsüllerdeki aktif maddeler genellikle kozmetik endüstrisinde kullanılan ve çeşitli cilt bakımı yararları ile iyileşme hissini geliştiren aloe vera, vitamin A, D, E gibi etken maddeleri içerir. Kumaş deriye sürtündükçe vitaminleri ve aloe verayı serbest bırakır ve insan vücudu tarafından emilimi sağlanmış olur (Cheng,2008).

Kolza ve keten tohumu yağını etil selüloz kabuk materyali kullanarak solvent uzaklaştırma yöntemine göre farklı yağ/etilselüloz oranlarında mikrokapsülleyen Mirabedini ve ark. (2011), çözücü olarak etilasetat ve kloroform kullanmışlardır. Çözücü olarak petrol eterin kullanıldığı ekstraksiyon yöntemine mikrokapsüllerdeki yağ içeriğini belirlemişlerdir. Mikrokapsülasyon veriminin, mikrokapsüllerdeki yağ içeriği yükseldikçe arttığını gözlemlemişlerdir. Karıştırma hızı ile mikrokapsül çapı arasında bağlantı olduğunu, karıştırma hızı arttıkça mikrokapsüllerin çapının azaldığını tespit etmişlerdir. Çözücü olarak kloroform kullanılarak hazırladıkları kapsüllerle çözücü olarak etilasetat kullandıkları kapsüllerin benzer özellikler taşıdığını yaptıkları çalışmada göstermişlerdir. Çevresel ve güvenlik açısından kloroformun etkileri göz önüne alındığında, yapılan bu çalışma kloroform yerine etilasetatın kullanılabilceğini gösterdiği için önemlidir.

Vitamin E'nin mikrokapsülasyonunu emülsiyondan çözücü uzaklaştırma yöntemine göre çalışan Otadi ve ark. (2011), kabuk materyali olarak etil selüloz kullanılmışlardır. Mikrokapsül içindeki etken madde miktarını, etken maddenin *in-vitro* salım analizi ile belirleyip mikrokapsül kalitesini göstermişlerdir. HCl ortamında ve pH 7,4'te tampon çözeltileri hazırlayıp, mikrokapsüllerdeki etkin madde salımını görmek için belirli zaman aralıklarında ayrı ayrı ölçüp, aldıkları örnekleri spektrofotometrede analiz etmişlerdir. Böylece, spektrofotometreden elde ettikleri verilere göre salım grafiği oluşturmuşlardır.

Kompleks koaservasyon yöntemine göre portakal yağının izole soya fasulyesi protein (SPI) / arap zıkkı (GA) ile mikrokapsülasyonu üzerine çalışan Jun-xia ve ark. (2011); iyonik güç, pH, SPI/GA oranının koaservasyon verimi üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Koaservasyonda çekirdek materyali miktarının etkisini incelediklerinde; kapsül oluşturma veriminin düştüğünü şu şekilde gözlemlemişlerdir: Yüksek miktarda çekirdek materyali yüklemişler ve çekirdek materyalinin kapsül içinde tutulmasının zorlaştığını görmüşler, n-hekzan ile uçucu yağ ekstraksiyon sistemini kullanmışlar ve mikrokapsüllenen toplam yağ içeriğini belirlemişlerdir. Mikrokapsüllenen portakal yağı ile orjinal bileşenlerdeki değişimi GC-MS cihazı kullanılarak incelemişler, SEM görüntülerinden de mikrokapsüllerin

küresel morfolojiye sahip olduğunu ve yüzeylerinde birkaç çukur olduğunu gözlemlemişler fakat mikrokapsüllerin yüzeyinde deliklere rastlamamışlardır.

Gül yağı içeren nanokapsüller ile emdirilmiş pamuklu kumaşların koku salımları üzerine çalışma yapan Hu ve ark. (2011); nanokapsüllerin yapısını ve özelliklerini FTIR spektrometre sistemi, dinamik ışık saçılımı tekniği (DLS), gaz kromatografisi-kütle spektrometresi (GC-MS), TEM mikroskobu, elektronik burun cihazı ve partikül boyutu dağılımı analizi ile değerlendirmişlerdir. Kapsüllenmemiş etkin madde içeren kumaşlarla, 51,4 nm boyutta kapsül emdirilmiş kumaşlardaki etkin maddeyi, bileşenlerindeki kütleli değişim GC-MS analizi ile yıkamaya bağlı olarak değerlendirmişler ve nanokapsüllerle işlem görmüş pamuklu kumaşların yıkama dayanımlarının kapsüllenmemiş etkin madde içeren pamuklu kumaşların yıkama dayanımlarına göre daha iyi olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Ayrıca etkin madde bileşen miktarlarının yüzdesel değişimini karşılaştırmak için 2 farklı boyutta nanokapsül emdirilmiş kumaş ve sadece etkin maddenin emdirildiği kumaşların 2, 4 ve 6 gün sonundaki salımlarına bakmışlar, küçük boyuttaki nanokapsül emdirilmiş kumaştaki koku kaybının daha az olduğu sonucuna ulaşmışlardır. FTIR ve XRD analizi ile pamuklu kumaş ve kapsül emdirilmiş pamuklu kumaşların yapıları arasındaki farklar karşılaştırılmıştır. Nanokapsüllerin pamuklu kumaş içine işlediğini, nanokapsül uygulanmış pamuklu kumaşın FTIR eğrisindeki COO Piki ( $1741\text{ cm}^{-1}$ ) ve kristalinite derecesindeki düşüş ile göstermişlerdir. Nanokapsül emdirilmiş pamuklu kumaşta koku salımının, yıkama öncesi ve yıkama sonrasında bir fark oluşmadığını ise elektronik burun analizinde gözlemlemişlerdir.

Specos ve ark. (2010); kompleks koaservasyon yöntemiyle jelatin-arap zamkı kullanılarak elde ettikleri mikrokapsülleri ve maya hücre mikrokapsüllerini kokunun dayanımının artırılması için uygulamışlardır. %100 pamuklu ağartılmış kumaşa emdirme ve kaplama yöntemleri kullanılarak uygulanan mikrokapsüllerde etkin madde olarak limon yağı kullanılmıştır. Elektronik burun yöntemi kullanılarak yıkama öncesi ve yıkama sonrası kumaştaki yağ içeriği saptanmış, jelatin-arap zamkı mikrokapsüllerinde 1 yıkamaya kadar dayanıklılık tespit edilmiştir. Maya hücreleri halindeki mikrokapsüllerle işlem görmüş kumaşlarda yıkama öncesi daha düşük



koku yoğunluğu görülürken yıkama sonrası koku ölçülmesi de kumaş üzerinde mikrokapsüllerin bulunduğu görülmüştür.

Doğal kokulu mikrokapsüllerin hazırlanması ve karakterizasyonu üzerine çalışma yapan Wang ve ark. (2009), çekirdek materyal olarak lavanta yağı kabuk materyal olarak ise etil selüloz kullanmışlardır. Emülsiyon-çözücü difüzyon yöntemine göre gerçekleştirilen mikrokapsüllerin, kapsülasyon verimi ve partikül büyüklüğü dağılımı analiz edilmiştir. Çekirdek materyalin kabuk materyale oranı, yağ fazının su fazına oranı, karıştırma hızı ve polivinilalkol konsantrasyonu parametrelerinin kapsülasyona etkisi incelenmiştir. SEM ve FTIR analizleri ile de mikrokapsüllerin yapısı ve morfolojisi incelenmiş, mikrokapsüllerin küresel formda olduğu ve yoğunluğunun ortalama 1 mikrometre büyüklüğünde olduğu gösterilmiştir. Yağ tutma kapasitesi ve kapsülasyon veriminin yüksek olduğu göstermek için ekstraksiyonda soxhlet ekstraktörü, çözücü olarak ise n-hekzan kullanılmıştır. Belirlenen dalga boyunda ultraviyole spektrofotometresi ile ekstrakte edilen etanol/yağ çözeltisinin absorbans değeri ölçülmüş, yağın konsantrasyonu ise regrasyon eşitliği ile hesaplanmıştır. Sonuç olarak karıştırma hızının, çekirdek materyalin kabuk materyale oranının, yağ-su fazı oranının optimum değerleri belirlenmiştir.

Tekstil uygulamaları için parfümlerin mikrokapsülasyonu üzerine çalışma yapan Rodrigues ve ark. (2009), yaptıkları çalışmada parfüm içeren poliüretan - üre mikrokapsüllerinin faz ayrımı polimerizasyonu ile hazırlanması ve kumaşa aplikasyonunu incelemişler, FTIR analizi ile mikrokapsüllerin oluşum reaksiyonunu gözlemlemişlerdir. Mikrokapsülleri kumaşa emdirme yöntemine göre uygulamışlar ve çapraz bağlayıcı olarak nano poliüretan kullanmışlardır. Parfümün formülasyonunda limon esansı, güve otu esansı, yasemin esansı, misk esansı kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin kabuk materyali poliüretan-üenin oluşum reaksiyonlarında heksametilen-1,6-diizosiyanat (HMDI); hidrazine monohydrate (HYD); tritonemülgatör; dibutyltin dilaurate (DBDTL) koruyucu kolloid olarak kullanılmıştır. Endüstriyel ortamda mikrokapsüllerin emdirilmesinden sonra mikrokapsüllerin şekillerinin değiştiği ve bazı kapsüllerde kırılmalar olduğu görülmüş, boş kapsüllere rastlanmış ve aglomerasyon oluşmuştur. SEM fotoğrafları

ile de mikrokapsüller ve lifler arasındaki adhezyonun iyi olduğunu gösterilmiştir. GC-FID- headspace tekniği ile tekstil materyalindeki parfüm miktarı belirlenmiştir. 72.dk'da misk esansı, 69.dk'da yasemin, 65.dk'da güve otu esansı, 12.dk'da da limon esansı pik vermiştir. 5 yıkamaya ve 9000 sürtme devrine kadar mikrokapsüllerin koku salımının dayandığı görülmüştür.

Etil selüloz mikrokapsülleri içeren pamuk liflerinin davranışlarını inceleyen Badulescu ve ark.(2008), yaptıkları çalışmada halka zincir reaksiyonları ve emdirme yöntemi kullanılarak termofikse ile etilselüloz mikrokapsüllerinin pamuğa bağlanmasını amaçlanmıştır. Faz ayırma metodu ile biberiye yağı içeren etil selüloz mikrokapsülleri oluşturulmuş, SEM mikroskobu kullanılarak mikrokapsüllerin karakteristikleri ve yüzey morfolojileri incelenmiştir. Düzgün küresel şekilli 10–90 µm büyüklüğündeki mikrokapsüllerin pamuğa aplikesi çapraz bağlı 1,2,3,4-bütan-tetra karboksilik asit (BTCA) kullanılarak gerçekleştirilmiş ve iki katalizörün verimliliğe etkisi araştırılmıştır; DCC (N,N-dicyclohexyl-carbodiimide) ve CA (cyanamide).CA' nın katalizörlüğünde 110°C'de 2 dakikalık işlemin sonunda orijinal şekillerini koruyan mikrokapsüller pamuk liflerine bağlanırken, işlem süresini artırmanın mikrokapsül duvarının yapısını değiştirdiği görülmüştür. DCC katalizörlüğünde ise oda sıcaklığında esterleşme gerçekleşmiştir.

Kekik yağındaki fenolik bileşiklerin belirlenmesi üzerine çalışma yapan Castillo ve ark. (2007), ekstraksiyon yöntemlerinden fraksiyonlu distilasyon yöntemini kullanarak fenolik içeriği arttırıp çeşitli çevresel faktörlerin yağların kalitesine etkisini azaltmışlardır.

Pamuklu kumaşlara mikrokapsüllenmiş nane aromasının davranışı üzerine çalışma yapan Monllor ve ark. (2007), mikrokapsüllerin kumaşa uygulanmasında çektirme ve emdirme yöntemlerinin etkisini incelemişler, FTIR analizi ile kumaş üzerindeki mikrokapsül varlığını belirlemişler ve yıkama yapılmamış ve yıkama yapılmış kumaşların IR spektralarını karşılaştırmışlardır.

Parfümlerin çapraz bağlı mikrokapsüllerden yavaş salgılanmaları üzerine çalışma yapan Övez ve Yüksel (2002), koaservasyon yöntemi ile arap zankı ve jelatin polimer karışımları kullanarak mikrokapsüller oluşturmuşlardır. Limon, menekşe ve şeftali yağları kullanılarak mikrokapsüllerin formaldehit/üre ve formaldehit ile çapraz bağlı arap zankı ve jelatin koaservatları ortamındaki davranışlarını gözlemlemişler, yağları zamana bağlı olarak mikrokapsül duvarından karbon tetra klorür ortamına salınan konsantrasyonları ölçülmüştür. Mikrokapsül duvarındaki formaldehit miktarı arttıkça mikrokapsül duvarında çapraz bağlanmanın arttığı ve buna paralel olarak mikrokapsül içine hapsolmuş yağın dışarıya çıkışının geciktiği görülmüştür. Yani mikrokapsüllerden salım yapan yağ konsantrasyonunun azaldığı ve formaldehit ortamına üre ilave edildiğinde bu salım miktarının daha da azaldığı gözlemlenmiştir. Yağ türüne göre yapılan değerlendirmede salımın şeftali<limon <menekşe yönünde arttığı belirlenmiş ve yağın yapısına bağlı olarak bu durumun gerçekleştiği sonucuna ulaşılmıştır. Yağların önce CCl<sub>4</sub> içinde belirli konsantrasyonlardaki çözeltilerinin IR spektrumları alınmış, absorpsiyon değerleri belirlenmiş ve, kalibrasyon eğrileri çizilerek değerlendirilmiştir.

Migrin yağının mikrokapsülasyonu üzerine çalışma yapan Hong ve ark. (1999), melamin formaldehiti duvar materyali olarak kullanmışlar ve liflerin kaplanmasında yağın dayanıklılığının artırılması üzerinde durmuşlardır. İlk aşamada melamin formaldehit ön polimeri hazırlanarak polimer duvarı oluşturulmuş,daha sonra ön polimer emülgatör ile beraber sulu solüsyona eklenmiştir. Çekirdek materyali olarak migrin yağı kullanılmış ve mikroemülsiyonun oluşturulması için sulu solüsyona eklenmiş, ısıtma işlemiyle ve solüsyonun pH'ını 3-5 'e düşürerek asitliği arttırılmış ve böylece polimerin çapraz bağ yapması ve polimer zarının yüksek dayanıklılığa sahip olması sağlanmıştır.

Sayıt (2015), lipozom ve mikrokapsülasyon teknoloji kullanılarak kozmetik tekstil ürünleri üretimi gerçekleştirilmiştir. Epitel yenilemeyi hızlandırıcı, çatlak giderici ve aynı zamanda nemlendirici özelliğe sahip olduğu bilinen allantoin maddesi mikrokapsülasyon ve lipozomun etkin maddesi olarak kullanılmış ve çapraz bağlayıcı ve çapraz bağlayıcı olmaksızın poliamid ve pamuklu kumaşlara emdirme

ve ektirme yntemi gre kumařlara aplike edilmiř ve kumařlar ¼zerindeki allantoin esaslı lipozom ve mikrokaps¼llerin varlıđını tespit etmek amacıyla eřitli testler uygulanmıřtır. Elde edilen analizlerin verileri incelendiđinde; poliamid ve pamuklu kumařlar ¼zerinde allantoin etkin maddesi ieren mikrokaps¼l ve lipozom varlıđı saptanmıřtır. Bunun yanı sıra yıkama sayısındaki artıř ile birlikte kumař y¼zeyine bađlanmış olan mikrokaps¼l ve lipozom miktarında azalma meydana geldiđi tespit edilmiřtir.

Bu alıřmada bronzlařtırıcı etki sađlamak ¼zere p¼sk¼rterek kurutma yntemine gre kaps¼llenmiř ve farklı fotobařlatıcılar kullanılarak uv k¼rleme ile kumařa bađlanmaya alıřılmıřtır. Elde edilen sonular termal fiksaj ile elde edilen kumařlar ile karřılařtırılmıřtır.

## BÖLÜM İKİ

### MATERYAL VE METOD

#### 2.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler Tablo 2.1 de görülmektedir.

Tablo 2.1 Kullanılan kimyasal maddeler

Kimyasal madde adı	Temin edilen firmalar
Etil Asetat	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Etil Selüloz	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Beta Karoten	BASF, Lucarotin 30 sun
Darocure 1173	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Akrilik Binder	Organik Kimya, Türkiye
Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika
Difenil( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit	Sigma ALDRICH, St. Louis, Amerika

#### 2.2 Kullanılan Cihazlar

Çalışmada kullanılan cihazlar Tablo 2.2 de verilmektedir.

Tablo 2.2 Kullanılan cihazlar

Cihaz adı	Cihaz markası
Etüv	NÜVE, Ankara, Türkiye
Manyetik Karıştırıcı	İKA, Staufen, Almanya
Ramöz	Laborteks, İstanbul, Türkiye
Fulard	ATAÇ, İstanbul, Türkiye
Hassas Terazi	Ohaus, Nänikon, İsviçre
Işık Mikroskobu	Olympus, Hamburg, Almanya
Püskürerek Kurutma Cihazı	BUCHI Labortechnik AG, İsviçre
Yıkama Haslığı Test Cihazı	SDL, Atlas, Stockport, İngiltere
Sürtme Haslığı Test Cihazı	SDL, Atlas, Stockport, İngiltere
UV-Vis Spektrofotometre	Perkin Elmer Massachusetts, ABD

Tablo 2.2 Kullanılan cihazlar (devamı)

FT-IR Spektrofotometre	Perkin Elmer Massachusetts, ABD
Taramalı Elektron Mikroskobu	FEI Quanta250 FEG, Oregon, ABD
Diferansiyel Taramalı Kalorimetre	Perkin Elmer Massachusetts, ABD
Patlama mukavemeti Cihazı	James Heal, İngiltere
Nem tayini cihazı	Precisa, İsviçre

## 2.3 Kullanılan Kumaş

Çalışmada %100 pamuklu kumaş kullanılmış olup, özellikleri Tablo 2.3' de görülmektedir.

Tablo 2.3 Kullanılan kumaşa ait veriler

Kumaş Cinsi	%100 pamuk	
Örgü tipi	Suprem	
İplik numarası (Ne)	36	
Sıklık (tel/cm)	İlmek	19
	Çubuk	16
Gramaj (g/m <sup>2</sup> )	130	

## 2.4 Yöntem

### 2.4.1 Püskürterek Kurutma Yöntemi

Bronzlaştırıcı etkiye sahip kapsüllerin oluşturulmasında püskürterek kurutma yöntemi kullanılmıştır. Yöntem projeyi destekleyen kuruluş olan Sun Holding A.Ş. de bulunan Buchi marka cihazda uygulanmıştır. Etkin madde olarak beta karoten, kabuk maddesi olarak etil selüloz kullanılmış olup etken ve kabuk madde oranları değiştirilerek denemeler yapılmıştır. Etil selüloz ve beta karoten içeren çözelti manyetik karıştırıcı ile hazırlanarak homojen bir çözelti oluşturulduktan sonra sevk borusu ile sıcak odaya gönderilmiştir. Kuruyan tanecikler kolektörde toplanmıştır.

Püskürterek kurutma yöntemine göre 1:2, 1:4, 1:8, 1:16 (w/w etkin madde: kabuk madde) oranında mikrokapsüller oluşturulmuş yapılan analizler sonucunda kumaş üzerine applike edilecek optimum mikrokapsül formülasyonu belirlenmiştir.



Şekil 2.1 Kapsülasyonda kullanılan spray dryer cihazı (Buchi, 2015)

#### **2.4.2 Kapsüllerin Kumaşa Aktarılması**

Beta karoten esaslı kapsüllerin kumaşa aktarılma işlemi emdirme yöntemine göre fularlarda gerçekleştirilmiştir.

Emdirme reçetesi;

40g/l  $\beta$  karoten kapsülleri

50g/l akrilik binder (ORGANOLA 360)

2g/l yüzey aktif madde (Tween 20)

pH 5-5,5

3g/l fotobaşlatıcı (UV fiksaj uygulamaları için)

AF= % 90

### 2.4.3 Kapsüllerin Kumaşa Fiksajı

Kumaş üzerine aktarılmış mikrokapsüllerin kumaşa fiksajı için termal fiksaj ve UV fiksaj yöntemleri kullanılmıştır. Termal ve UV fiksaj çalışma şekilleri Tablo 2.4 de verilmiştir.

Tablo 2.4 Fiksaj yöntemlerine göre çalışma parametreleri

<b>FİKSAJ TİPİ</b>	<b>Termal Fiksaj</b>	<b>FT1 UV Fiksaj</b>				<b>FT2 UV Fiksaj</b>	<b>FT3 UV Fiksaj</b>
<b>FİKSAJ SÜRESİ</b>	5 dk	30 sn	1 dk	5 dk	5 dk ön yüz 5 dk arka yüz	5 dk ön yüz 5 dk arka yüz	5 dk ön yüz 5 dk arka yüz
<b>KURUTMA SÜRESİ</b>	5 dk	5 dk				5 dk	5 dk
<b>FİKSAJ SICAKLIĞI</b>	110°C	20±2°C				20±2°C	20±2°C
<b>KURUTMA SICAKLIĞI</b>	90°C	90°C				90°C	90°C

### 2.4.4 Kapsüllerin Değerlendirilmesinde Kullanılan Yöntemler

#### 2.4.4.1 SEM ( Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi

Etil selüloz mikrokapsüllerinin morfolojik özelliklerinin incelenmesi ve yıkamaya karşı dayanımlarının belirlenmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntüleme analizleri yapılmıştır. Numuneler SEM de analiz edilmeden önce altın-platinyum ile kaplanmıştır.



#### 2.4.4.2 Partikül Boyut Analizi

Kapsüllerin boyut analizi yapılmasından önce belli oranda kapsül alınarak sulu bir çözelti hazırlanmakta ve iyi bir karışım oluşturana kadar ultrasonik banyoda karıştırılmaktadır. Sonrasında tek kullanımlık küvetlerde lazer dopler yardımı ile parçacıklar içerisinde ışık geçirilerek ölçüm yapılmaktadır. Bu cihaz 0.4nm - 10µm boyutlarda bulunan parçacıkları ve oluşan bu parçacıkların çözelti içerisindeki dağılımını öğrenmek için kullanılmıştır.

#### 2.4.4.3 FT- IR (Fouier Transform Kızılötesi Spektroskopisi) Analizi

Kapsül içerisindeki etkin maddenin varlığının ve kapsülasyon işleminin gerçekleştiğinin kızılötesi spektrumunun değişimi yardımıyla belirlenmesinde kullanılmıştır.

Ölçümü yapılacak numuneler potasyum bromür (KBr) bileşiği ile homojen olarak karıştırılmış ve basınç altında sıkıştırılmıştır. Karışımın 650-4000 cm<sup>-1</sup> dalga boyu aralığındaki kızılötesi spektrumları ölçülmüştür.

#### 2.4.4.4 XRD (X ışını difraktometresi) Analizi

Üretilen kapsüllerin kristal yapılarının belirlenmesinde XRD analizinden yararlanılmıştır. Toz madde üzerine belirli bir açı ile gönderilen X ışını maddenin amorf ve kristal yapı durumuna göre kırılma gösterir. Cihaz Cu-K ışın kaynağına sahip olan cihazda gerçekleştirilen analizlerde ısıtma hızı 4°C/dk, ölçüm aralığı 3-90°C'dır.

#### 2.4.4.5 DSC (Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi) Analizi

Elde edilen kapsüllerin gerçekleşme derecelerinin belirlenmesi için Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi (DSC) analizinden yararlanılmıştır. DSC analizi için Perkin Elmer marka Pyris Diamond model cihaz kullanılmıştır. Analizler azot atmosferinde

gerçekleştirilmiştir. Çalışmalar 5°C/dk tarama hızında, 0-300°C aralığında gerçekleştirilmiştir.

#### 2.4.4.6 TGA (Termo Gravimetrik Analiz) Analizi

Kapsüllerin üretimi ve kumaşa aplikasyonundan sonra elde edilen örneklerin Termo Gravimetrik Analiz cihazında (TGA) 0-600°C sıcaklık aralığında, azot atmosferinde, 5 °C sıcaklık artışı ile kütle değişimi gözlemlenmiştir.

#### 2.4.4.7 Etkin Maddenin UV Spektrumu ve Standart Eğri Çizimi

Maksimum dalga boyunun saptanması:

Etkin maddenin etil asetat içerisinde maksimum dalga boyunun ( $\lambda_{\text{maksimum}}$ ) saptanması için 10 mg madde tartılmıştır. Kullanılan ortamlar ile 10 ml'ye tamamlanmıştır. UV spektrofotometreyle beta karotenin maksimum absorbans gösterdiği dalga boyu saptanmıştır.

Beta karotenin miktar tayini çalışmalarında kullanılan kalibrasyon doğrusunun çizilmesi için, öncelikle 100 mg beta karoten hassas terazide tartılmış ve 100 ml'lik bir kapaklı mezürde etil asetat içerisinde çözüldürülmüştür. Daha sonra çözeltilerden enjektör yardımıyla % 0,1, 0,075, 0,050, 0,025, 0,020 ve 0,001 konsantrasyonlarında çözeltiler hazırlanmıştır. Önceden belirlenen maksimum absorbans dalga boyunda, bu konsantrasyonlara karşılık gelen absorbans değerleri okunmuştur. Her çalışma üçer defa tekrarlanmış ve ortalama değerler hesaplanmıştır. Betakarotenin konsantrasyonuna karşı, ortalama absorbans değerleri grafiğe geçirilerek kalibrasyon doğrusu bulunmuştur.

#### 2.4.4.8 Antioksidan Etkinlik Testi

DPPH serbest radikal gaz çıkarma yöntemine göre antioksidan etkinlik denemeleri gerçekleştirilmiştir (Türkoğlu, 2006). 50 mg kumaş üzerine 1 ml metanol ve 4 ml %0.004 lük DPPH metanollü çözeltisi eklendikten sonra 30 dakika süre

boyunca oda ısısında karanlıkta bekletilmiştir. Süre sonunda 517 nm'ye karşılık gelen absorbans değerleri UV-Vis Spektrofotometrede, metanol referans alınarak ölçülmüştür. Kumaş içermeyen, yalnızca 1 ml metanol içeren DPPH çözeltisinin de absorbansı ölçüldükten sonra % DPPH antioksidan aktivite sonuçları aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır.

$$(\%)DPPH = \frac{(A-E)}{A} \times 100 \quad (2.1)$$

A; kumaş içermeyen çözeltinin, E; kumaş içeren çözeltinin 517 nm'ye karşılık gelen absorbans değerini göstermektedir.

#### *2.4.4.9 Patlama Mukavemeti*

Bu metotta numune kumaş elastik bir diyafram üzerine konulmakta ve numune patlayıncaya kadar diyaframın altına artan pnömatik basınç uygulanmaktadır. Patlama mukavemeti deneyi kumaşın 5 farklı yerinde tekrarlanmış ve ölçülen kPa cinsinden değerlerin aritmetik ortalaması alınmıştır. Test ISO 13938-2:1999 standartlarına göre yapılmıştır.

#### *2.4.4.10 Renk Ölçümü*

Bu çalışmada renk ölçümü için Minolta CM 3600D spektrofotometre kullanılmıştır. Farklı fiksaj işlemi yapılmış beta karoten esaslı mikrokapsül içeren kumaşların L\* (açıklık) ve b\* (sarı-mavi eksen değeri) değerlerindeki değişimler incelenmiştir.

#### *2.4.4.11 Su Buharı Geçirgenliği*

BS 7209-90 standartlarına göre uygulanan döner platform metodunun prosedürüne uygun olarak gerçekleştirilen bu yöntemde; test kapları, su buharının dengelenmesine izin verecek şekilde 1 saatlik periyotlar ile tartılır. Daha sonra test kapları, tekrar oda içerisinde bulunan döner platform üzerine konularak 5 saatlik bir

süre boyunca deneye devam edilir ve süre sonunda tekrar ağırlık ölçümleri yapılır. Her iki tartım sonucunda test kabında meydana gelen azalma miktarından su buharı geçirgenlik değerleri hesaplanır.

#### *2.4.4.12 Nem Tayini*

Ham ve işlem görmüş kumaşların Precisa XM 60-HR infrared nem tayini cihazı ile 105 °C sıcaklığında kurutularak kuruma esnasındaki ağırlık değişimden nem tayini belirlenmiştir.

#### *2.4.4.13 Sürtme Sonucunda Refakat Kumaş Üzerinde Mikrokapsül Varlığının İncelenmesi*

Kapsül içeren kumaşlar, Atlas marka Krokmetre sürtme cihazında TS EN ISO 105-X12 ( Tekstil– Renk Haslığı Deneylei Bölüm X12 Sürtmeye Karşı Renk Haslığı Tayini) standardına göre refakat kumaş ile yaş ve kuru sürmeye maruz bırakılmıştır. Test sonucunda refakat kumaş üzerine mikrokapsüllerin geçip geçmediğı SEM görüntüleriyle incelenmiştir.

## **2.5 Kapsülasyonda Kullanılan Maddeler**

### **2.5.1 Etil Selüloz**

Mikrokapsülasyonda kullanılan çeşitli malzemelere baktığımızda bitkisel zamklar, selülozlar, kondenzasyon polimerleri, homopolimerler, kopolimerler, protein, ve kürlenebilen polimerler kullanılmaktadır. Bu malzemelerin içerisinde selülozlar mikrokapsülasyon üretiminde en geniş polimer ailesi ve en yaygın kullanılanlarıdır.

Çözünürlüklerine göre iki tip selüloz polimerleri vardır.

- 1- Hidrofilik selüloz polimerleri: Hidroksi-propil-metilselüloz (HPMC)
- 2- Hidrofobik selüloz polimerleri: Etil selüloz (EC)

Etil selüloz, etil klorür ve alkali selüloz reaksiyonu sonucu oluşan selüloz eteridir (Erkan, 2008).

Etil selüloz çeşitli özelliklerinden dolayı yoğun bir şekilde kapsülasyonda kullanılmaktadır.

Bu özelliklere baktığımızda ise;

- Beyaz, kokusuz, tatsız, toz ya da granül halinde olması
- Erime noktası: 240 °C- 255°C aralığında olması
- Özgül ağırlığı 1.07-1.18 ısıl çarpılma sıcaklığı 135-155 °C yanma noktası 330-360 °C
- Suda çözünmeyen fakat birçok organik çözügede çözünebilmesi (alkol, eter, keton, ester vb.)
- Bio-uyumlu olma ve neredeyse tüm plastikleştiricilerle, reçinelerle ve çoğu selülozla uyumludur.
- Biyo-bozunur değildir.
- Işığa, ısıya, oksijene, ıslaklığa ve kimyasallara karşı dayanıklıdır.
- Toksik değildir.
- Tahriş edici değildir.

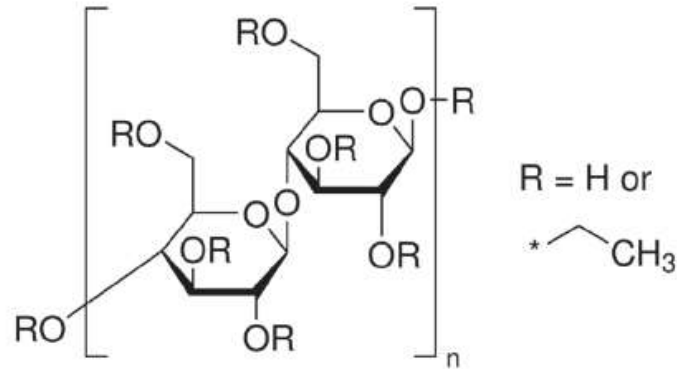
Etoksi grubu içeren 3 sınıf etil selüloz vardır. Bunlar K, N, T tipleridir.

K tipi; 44- 47.9 %

N tipi; 48-49.5 %

T tipi; 49.6-51 %

oranında etoksi grubu içerirler.



Şekil 2.2 Etil selülozun kimyasal yapısı (Sigma Aldrich,2016)

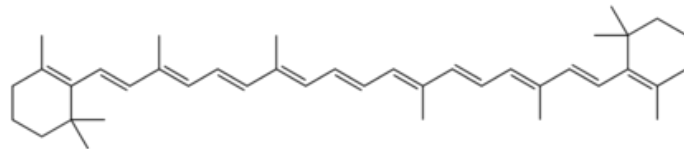
### 2.5.2 Beta Karoten

A vitamini bağışıklık sistemi, büyüme, gelişme ve sindirim sisteminin düzenlenmesi ve bunlara ek olarak gece körlüğünü önlemek için önemli bir besindir. (West and Darnton Hill 2001; Grune and Others 2010; Haskell 2012). A vitamini sentezlemek için düzenli miktarda koyu yeşil yapraklı sebzelerden (ispanak gibi), turuncu ve sarı sebzeler ve meyvelerden ( mango ve havuç gibi ) beslenmemiz gerekir (West and Damton Hill 2001; Grune and Others 2010; Haskell 2012).

Karotenler oldukça renkli (kırmızı-sarı) yağda çözünebilen bileşiklerdir. Meyve ve sebzelere renk, koku ve tat verirler. Fotosentez yapan canlıların tümü karoten yardımıyla fotosentez yaparlar. Bu bileşikler sadece fotosentezde rol oynamayıp fotosentez esnasında ortaya çıkan sayısız serbest radikallere karşı da canlıyı korurlar.

Karoten  $C_{40}H_{56}$  formüllü, fotosentez için önemli bir fotosentetik pigmenttir. Soğurduğu ışığı klorofile aktararak fotosenteze katkıda bulunurlar. Karoten kimyasal olarak bir terpendir, sekiz izopren birimden biyokimyasal olarak sentezlenir. Başlıca iki türü vardır: alfa-karoten ve beta karoten.

Beta karaton diğer provitamin A karatonlerle karşılaştırıldığında (alfa karatonler, cryptoxoribius) en yüksek A vitamini aktivitesine sahip ve en etkili A vitamini dönüştürücüsüdür (Yeum ve Russell 2002; Grune ve ark. 2010). A vitamini kaynağı olarak önemli bir besin kaynağı olmasına rağmen beta karoten aynı zamanda antioksidan yeteneğe sahiptir. Sıvı radikal tutucu ve singlet oksijen söndürücü olan eşsiz yeteneğinden dolayı antioksidan yeteneğe sahiptir (Grune ve ark. 2010)



Şekil 2.3 Beta karotenin kimyasal yapısı (Sigma Aldrich, 2015)

Karotenin konjüge zincir yapısı görünür bölgede absorbe ettiđi rengi ifade eder. Yansıyan spektral aralık 400-500 nm. aralıđında olup, yeşil/mavi bölgededir. Bu nedenle göze turuncu olarak yansır.



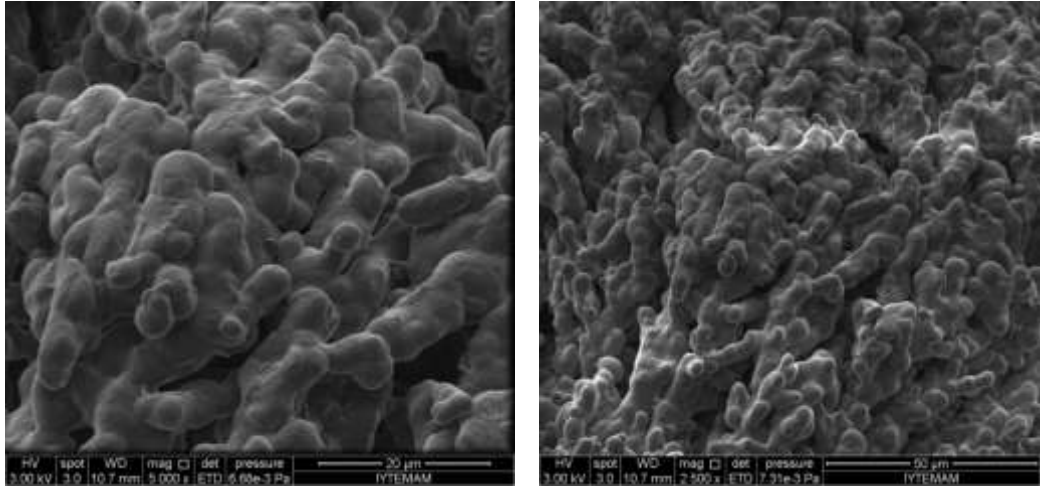
## BÖLÜM ÜÇ

### ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

#### 3.1 Mikrokapsüllerin Karakterizasyon Çalışmaları

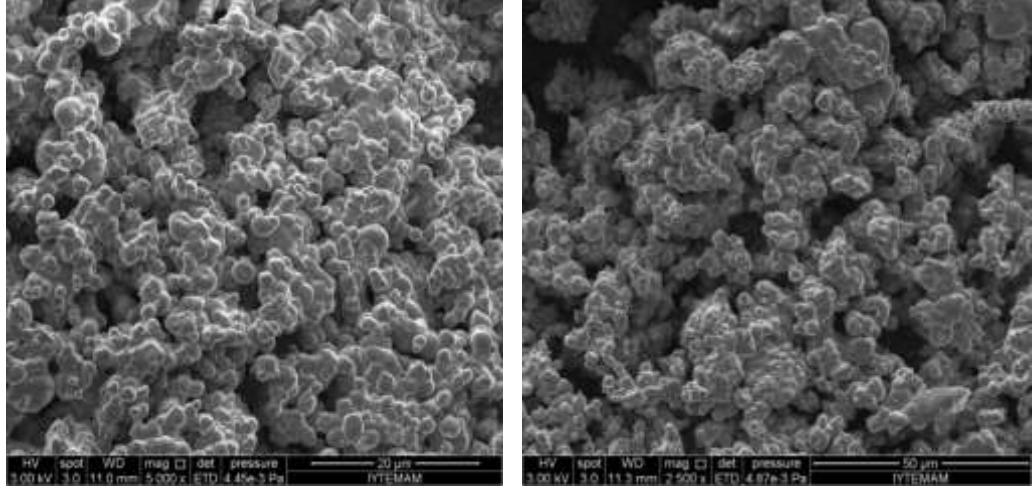
Püskürterek kurutma yöntemine göre oluşturulan etil selüloz kapsüllerinin karakterizasyon çalışmaları kapsamında SEM analizi, FTIR analizi, XRD analizi ve partikül büyüklüğü dağılımı analizi yapılmıştır.

Kapsüllerin optimizasyonu belirlemek amacıyla yapılan çalışmalarda elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.1- 3.4 de gösterilmiştir. Bu denemelerden de morfolojik yapısı ve kapsül boyutları incelenerek en iyi sonucu veren denemede kullanılan koşullar mikrokapsüllerin eldesinde optimum koşullar olarak belirlenmiştir. Görüntüler morfolojik açıdan incelendiğinde elde edilen kapsüllerin matriks formunda olduğu gözlenmiştir. 1:4 beta karoten esaslı kapsüllerin denemesine ait görüntüler incelendiğinde kapsüllerin başarı ile oluşturulduğu ve kapsüllerin boyut dağılımının düzenli olduğu belirlenmiştir.

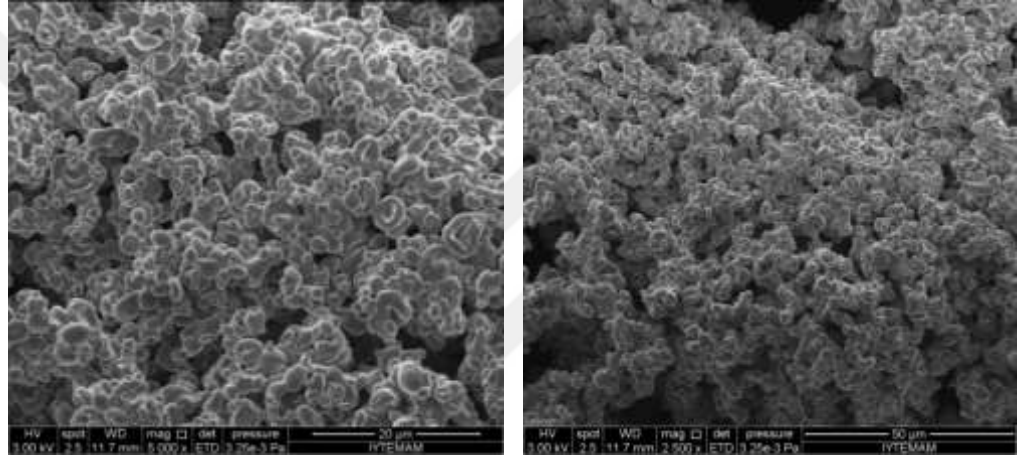


Sekil 3.1 BC:EC 1:2 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri

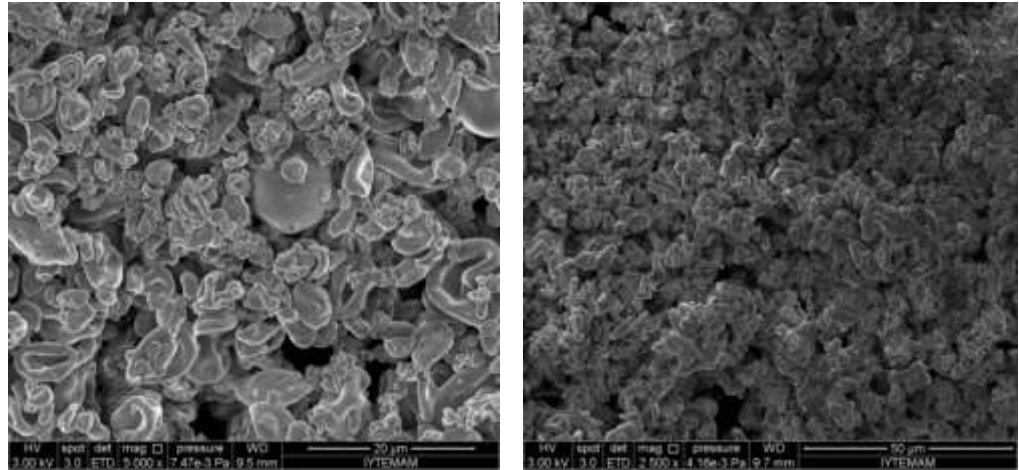




Şekil 3.2 BC:EC 1:4 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri



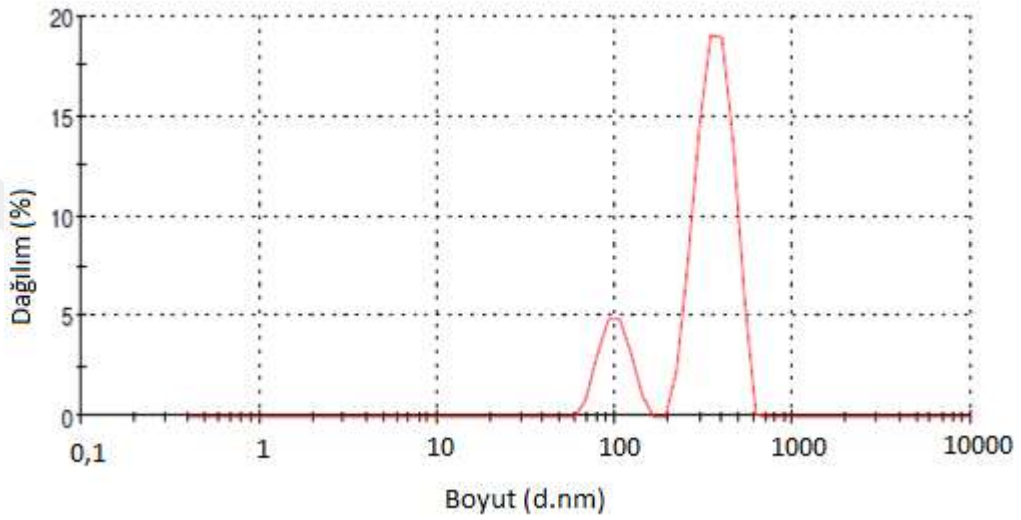
Şekil 3.3 BC:EC 1:8 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri



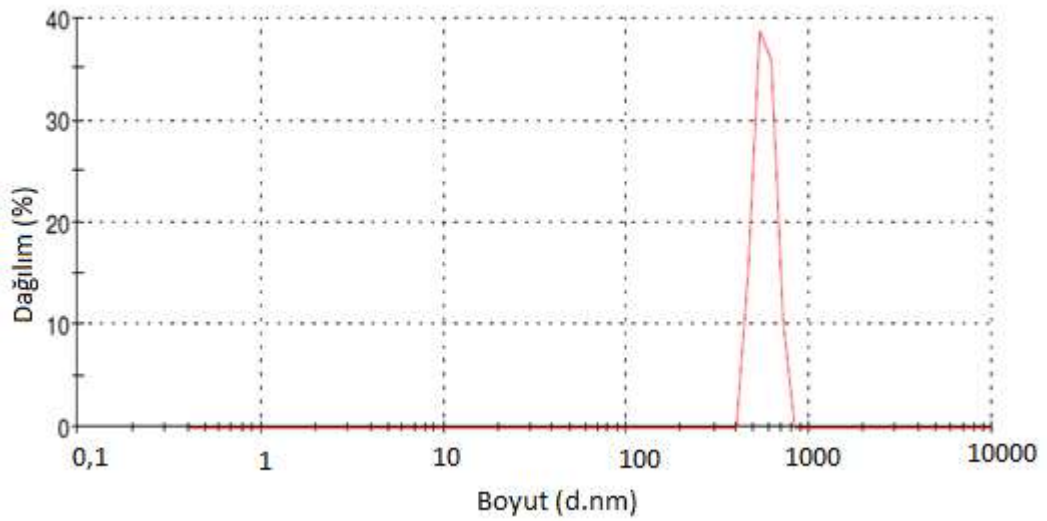
Şekil 3.4 BC:EC 1:16 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait SEM görüntüleri

Farklı oranlarda üretilen kapsüllerin partikül boyut analizlerine SEM analizleri ile birlikte değerlendirildiğinde 1:4 oranında oluşturulan kapsüllerin partikül boyutunun

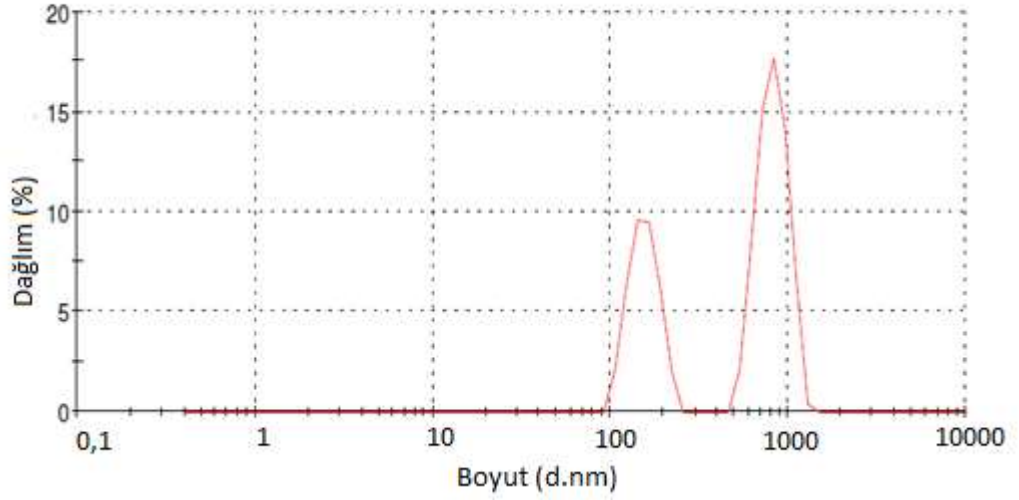
569,4  $\mu\text{m}$  ve yüksek oranda homojenliğe sahip olduğu 1:2,1:8 ve 1:16 oranındaki beta karoten esaslı kapsüllerin homojen olarak dağılmadığı ve 1:16 oranındaki kapsül boyutlarının %88,7 oranında 1529  $\mu\text{m}$  % 11,3 oranında 5390  $\mu\text{m}$  gibi yüksek boyutlarda olduğu hem de homojen olarak dağılmadığı gözlenmiştir. Şekil 3.5-3.8 de kapsüllere ait partikül boyut analizleri verilmiştir.



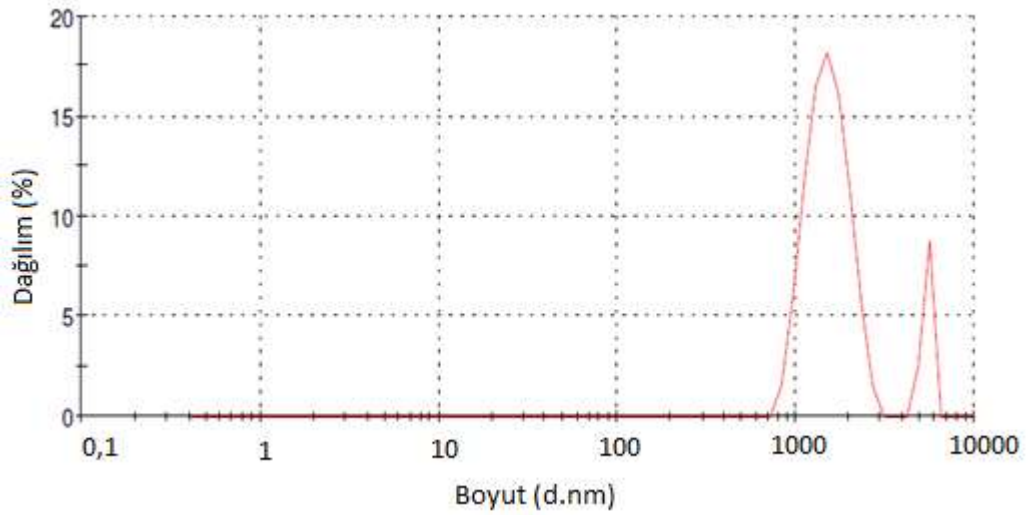
Şekil 3.5 BC:EC 1:2 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait partikül boyut analizi



Şekil 3.6 BC:EC 1:4 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait partikül boyut analizi



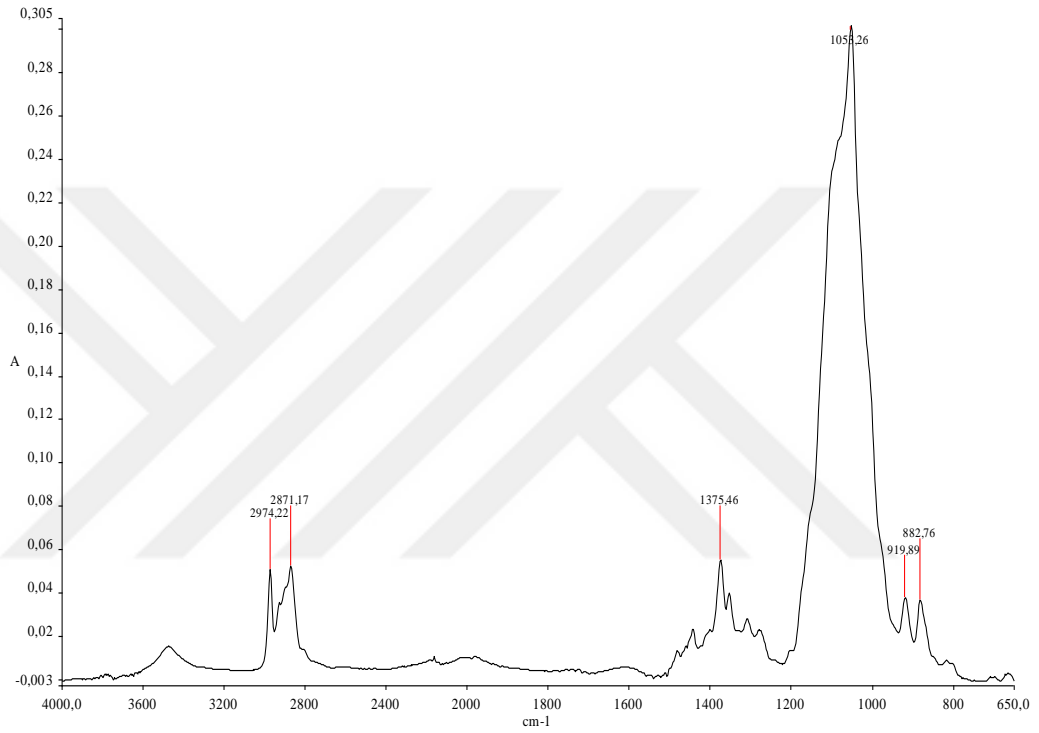
Şekil 3.7 BC:EC 1:8 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait partikül boyut analizi



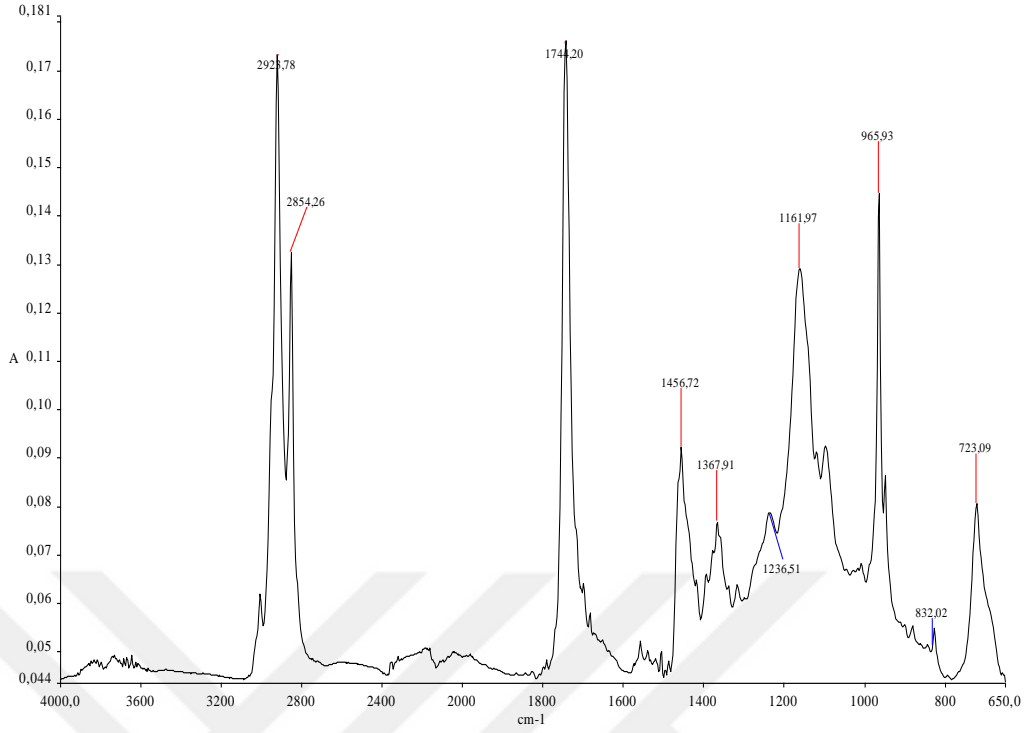
Şekil 3.8 BC:EC 1:16 (w/w) oranında hazırlanan kapsüllere ait partikül boyut analizi

Farklı oranlarda hazırlanan mikro kapsüllerin karakterizasyonu için yapılan FTIR analizleri Şekil 3.11-3.14 arasında görülmektedir. Etil selülozun FT-IR spektrumuna bakıldığında  $1052\text{ cm}^{-1}$ 'de  $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$  bandının,  $2870\text{ cm}^{-1}$  ve  $2972\text{ cm}^{-1}$ 'de C-H bandının karakteristik gerilme titreşimleri gözlemlendiği C-H bükülmesinin ise  $1374\text{ cm}^{-1}$ 'de yer aldığı görülmektedir (Şekil 3.9). Beta karotenin FT-IR spektrumuna bakıldığında ise  $2928\text{ cm}^{-1}$ ,  $1741\text{ cm}^{-1}$ ,  $965\text{ cm}^{-1}$  de temel pikler yer almaktadır (Şekil 3.10). Buradaki önemli pik ise C=O bağlarını bulunduran  $1741\text{ cm}^{-1}$  pikedir. Bu bilgiler ışığında kapsüllere ait FT-IR spektrumları ele alındığında etil selüloza ait pikler kayma göstermektedir.  $\beta$  karotene ait karakteristik piklerin bir kısmı kayma

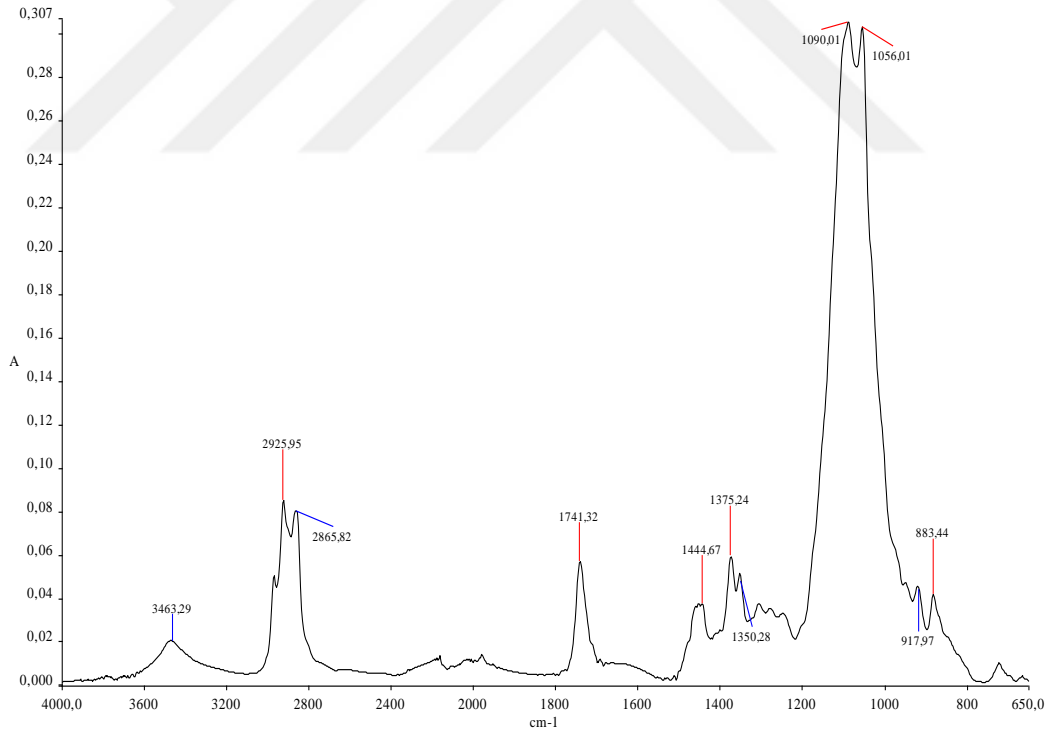
gösterirken bir kısmında ise kayma olmadığı görülmektedir. Bunun kapsülasyon işleminin bir sonucu olduğu ve beta karotene ait piklerin etil selülozun bantları içerisine kaydığı düşünülmektedir. Üretilen tüm kapsüllerde beta karotenin en önemli piki olan  $1741\text{cm}^{-1}$  C=O karbonil grubunun yer aldığı piklerin varlığı görülmektedir. Ayrıca etil selüloz oranının artmasıyla birlikte  $2928\text{ cm}^{-1}$  ve  $1741\text{ cm}^{-1}$  piklerinin absorban değerlerinin azaldığı gözlenmektedir.



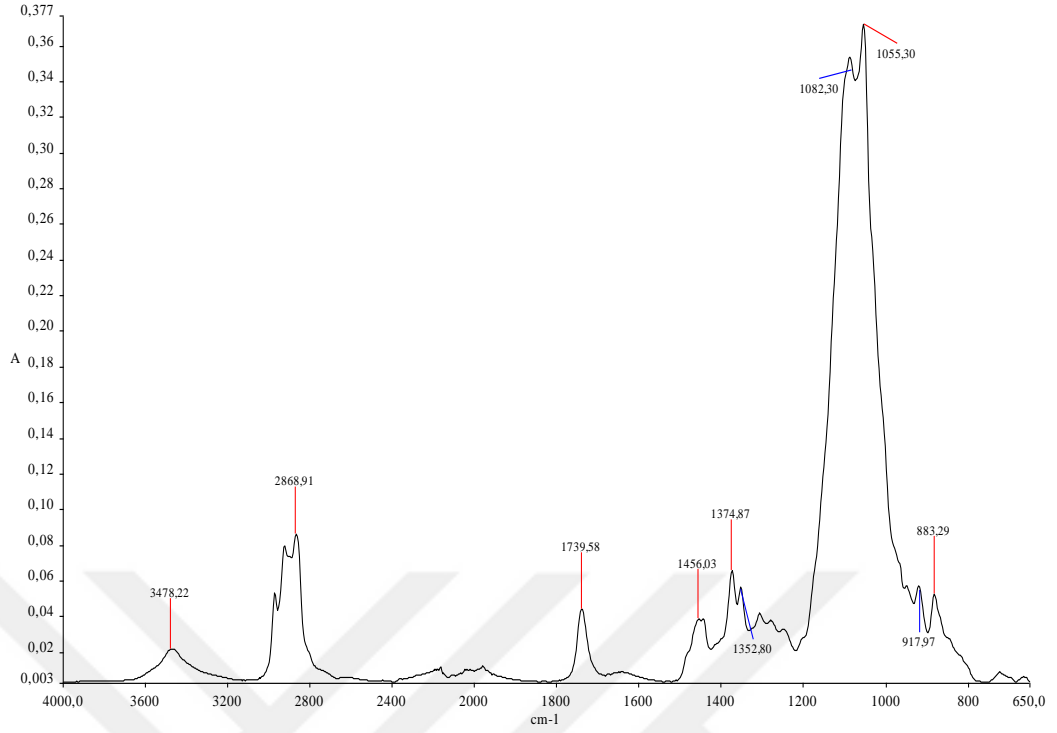
Şekil 3.9 Etil selüloza ait FTIR analizi



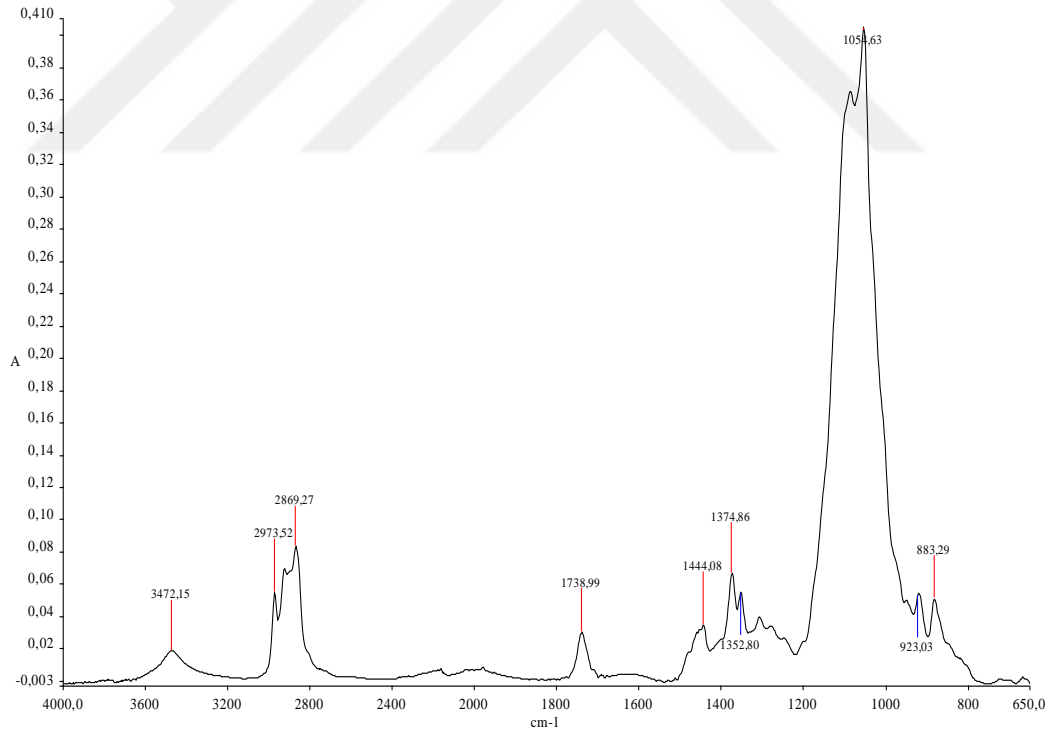
Şekil 3.10 Beta karotene ait FTIR analizi



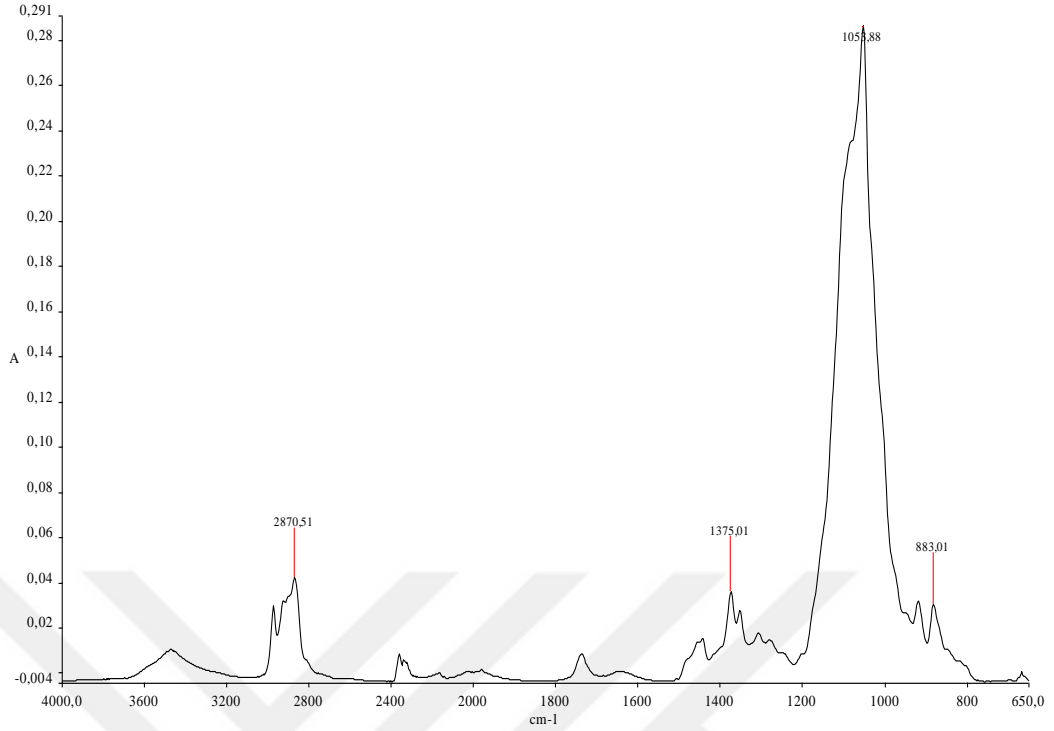
Şekil 3.11 BC:EC 1:2 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi



Şekil 3.12 BC:EC 1:4 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi

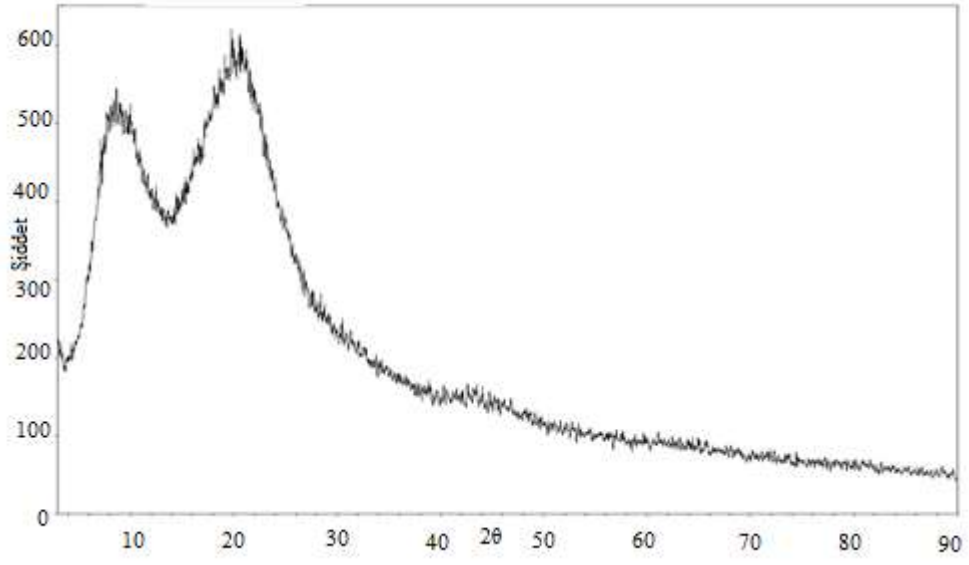


Şekil 3.13 BC:EC 1:8 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi

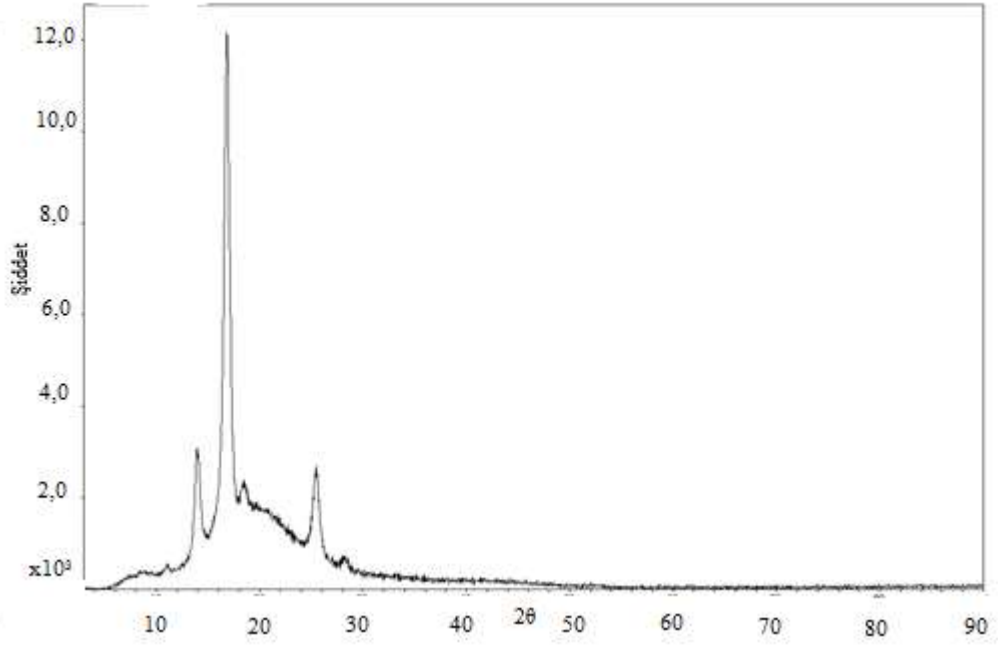


Şekil 3.14 BC:EC 1:16 oranında hazırlanan kapsüllere ait FTIR analizi

Kapsülasyon karakterizasyonuna ait XRD analizleri incelendiğinde (Şekil 3.15-3.19) etil selülozda görülen geniş band etil selülozun amorf yapıda olduğunu göstermektedir (Şekil 3.15). Yapılan XRD analizinde beta karotenin kristalin yapıda olduğu görülmüştür (Yi ve ark. 2014). Bununla beraber beta karoten esaslı etil selüloz kapsülleri incelendiğinde bakıldığında beta karotene ait olan keskin kristalin piklerin etil selüloz miktarının artması ile azaldığı 1:8 ve 1:16 oranındaki etil selüloz kapsüllerinde ise bu piklerin ortadan kalktığı belirgin bir şekilde görülmektedir (Şekil 3.18-3.19). XRD analizinin verilerine bakılarak etil selüloz ile beta karoten arasında etkileşimin olduğunu söylemek mümkündür.

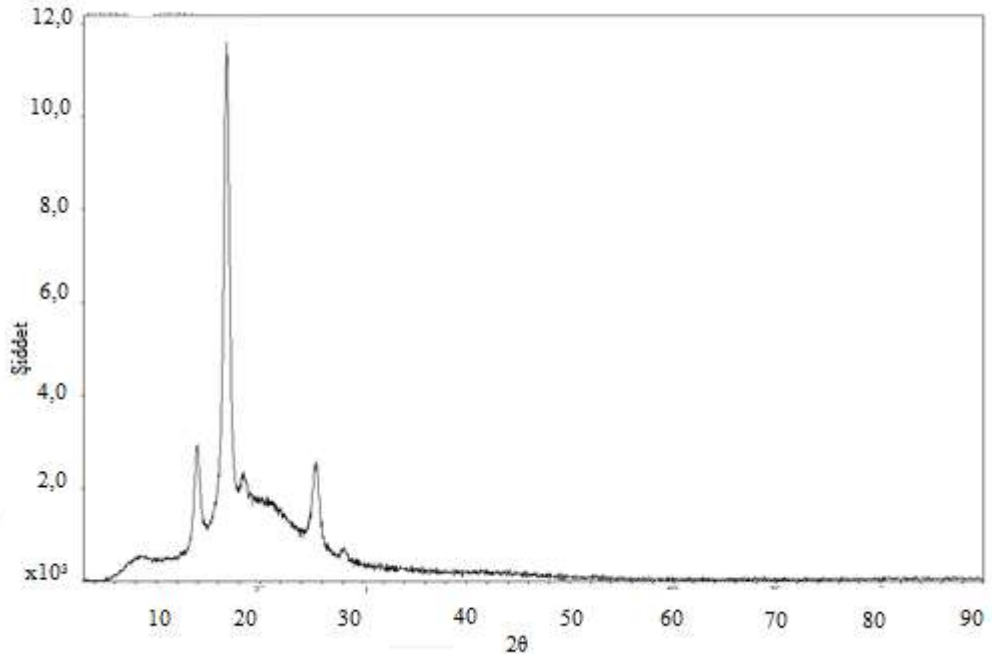


Şekil 3.15 Etil selüloz ait XRD analizi

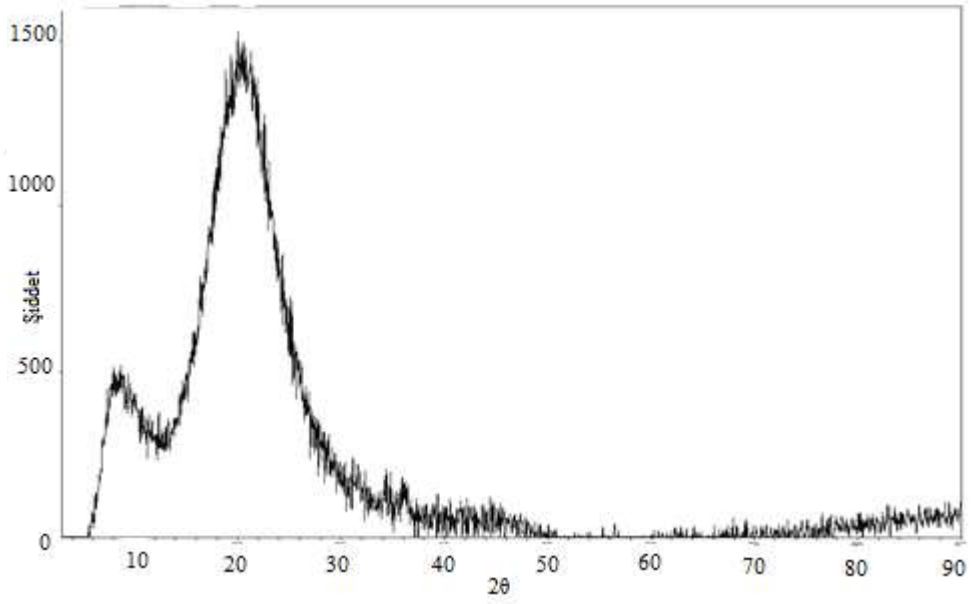


Şekil 3.16 BC:EC 1:2 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi

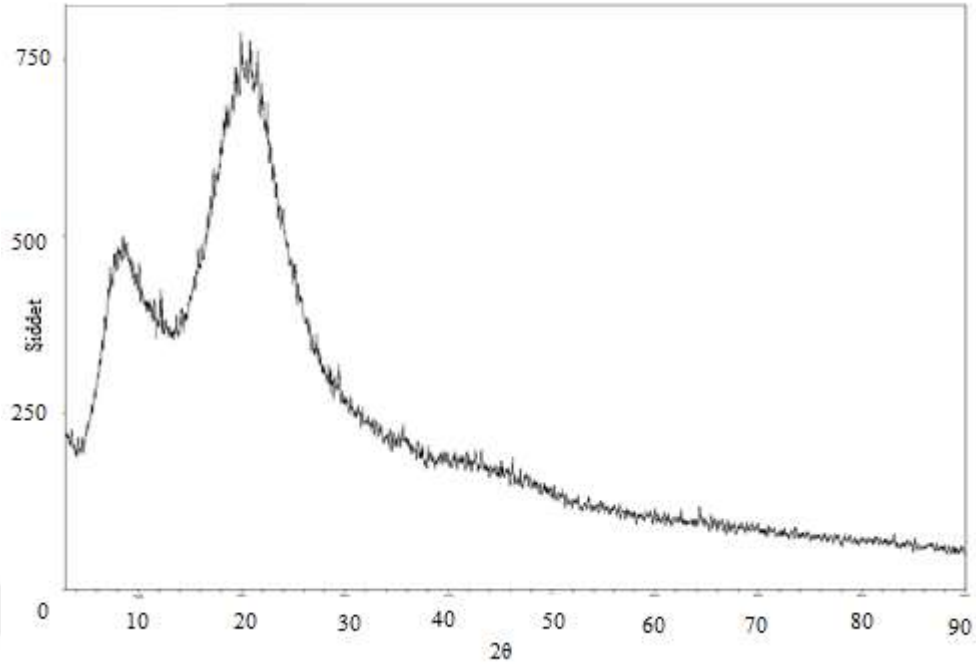




Şekil 3.17 BC:EC 1:4 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi

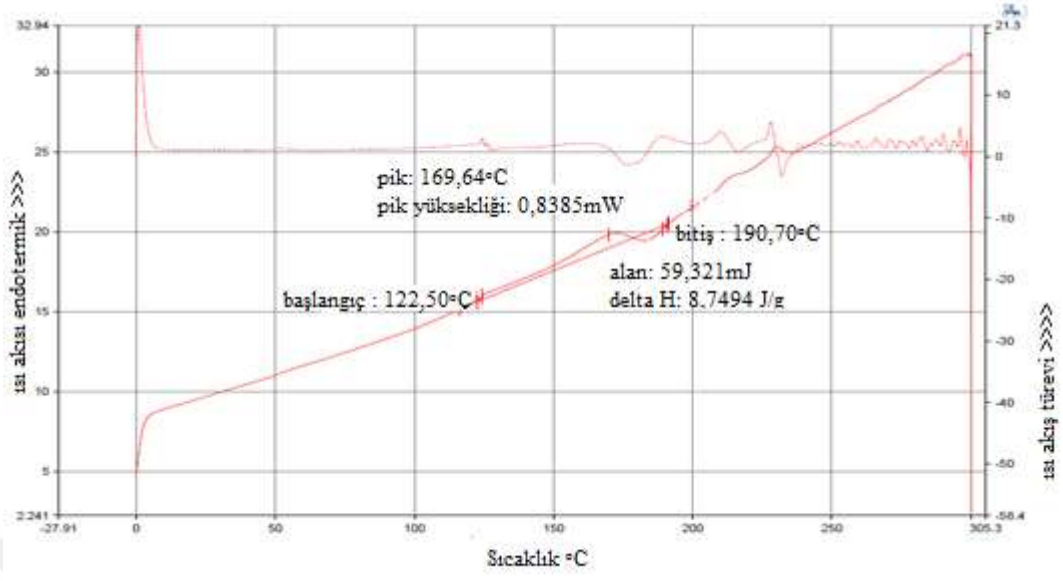


Şekil 3.18 BC:EC 1:8 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi

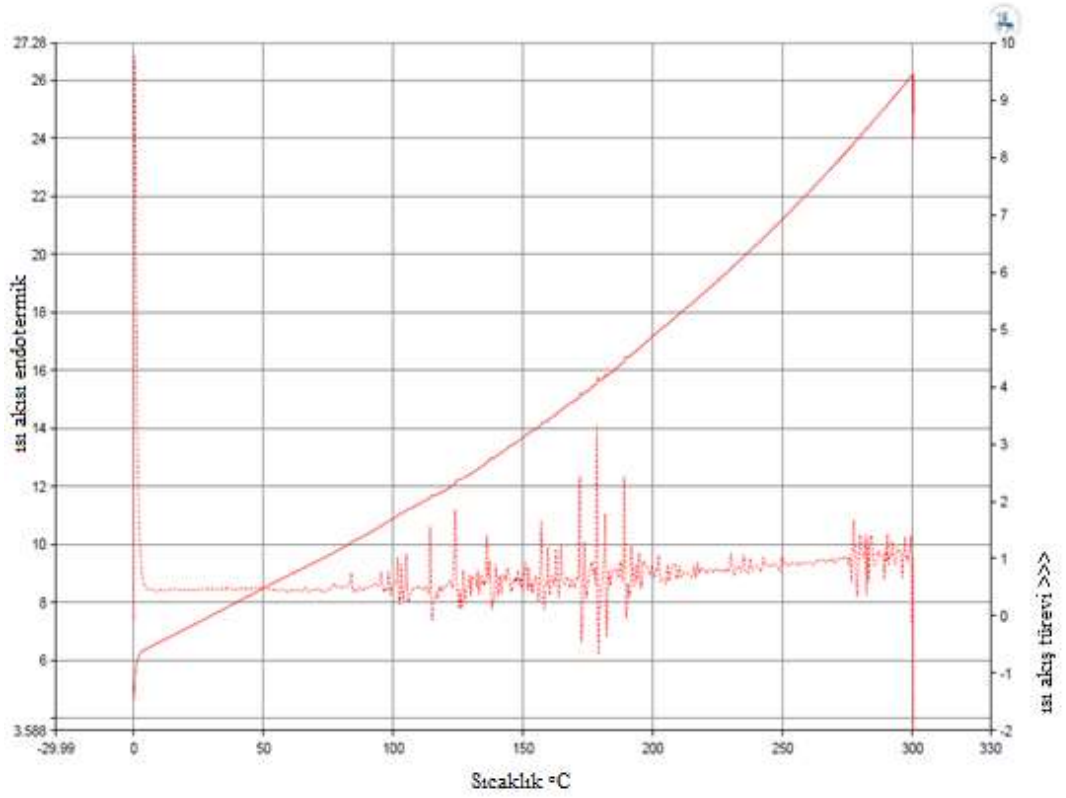


Şekil 3.19 BC:EC 1:16 Etil selüloz kapsüllerine ait XRD analizi

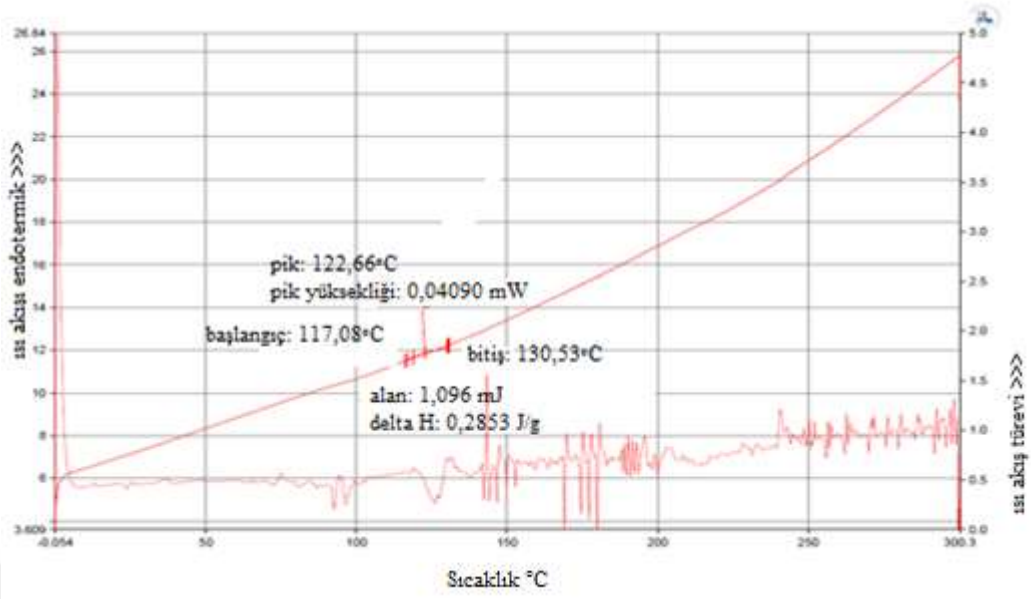
Etkin maddeler ve kapsüllere yönelik DSC analizleri 20°C/dk tarama hızı ile yapılmıştır. Sigma Aldrich verilerine dayanarak etil selüloza ait camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) yaklaşık 155°C civarında, literatür doğrultusunda beta karotene ait erime sıcaklığı yaklaşık olarak 176–184 °C beklenmektedir (Ge'za Regdon Jr, 2012). Etil selüloza ait DSC analizinde 169,64°C de gözlemlenen endotermik hareket camsı geçiş sıcaklığı olarak düşünülmüştür (Şekil 3.20). Üretilen kapsüllerin DSC analizlerinde çok net veriler elde edilemese de türev analizine bakıldığında beta karoten oranı arttıkça camsı geçiş sıcaklığının daha düşük derecelere kaydığı gözlemlenmiştir. 1:8 etil selüloz kapsüllerinde 134–142°C aralığında camsı geçiş hareketi gözlemlenirken, bu değer 1:4 etil selüloz kapsüllerinde 117-130°C aralığına düşmüştür (Şekil 3.22-3.23). Bu da beta karotenin etil selüloz polimer zincirlerinin arasına girerek zincirler arası etkileşimi zayıflattığı şeklinde yorumlanabilir.



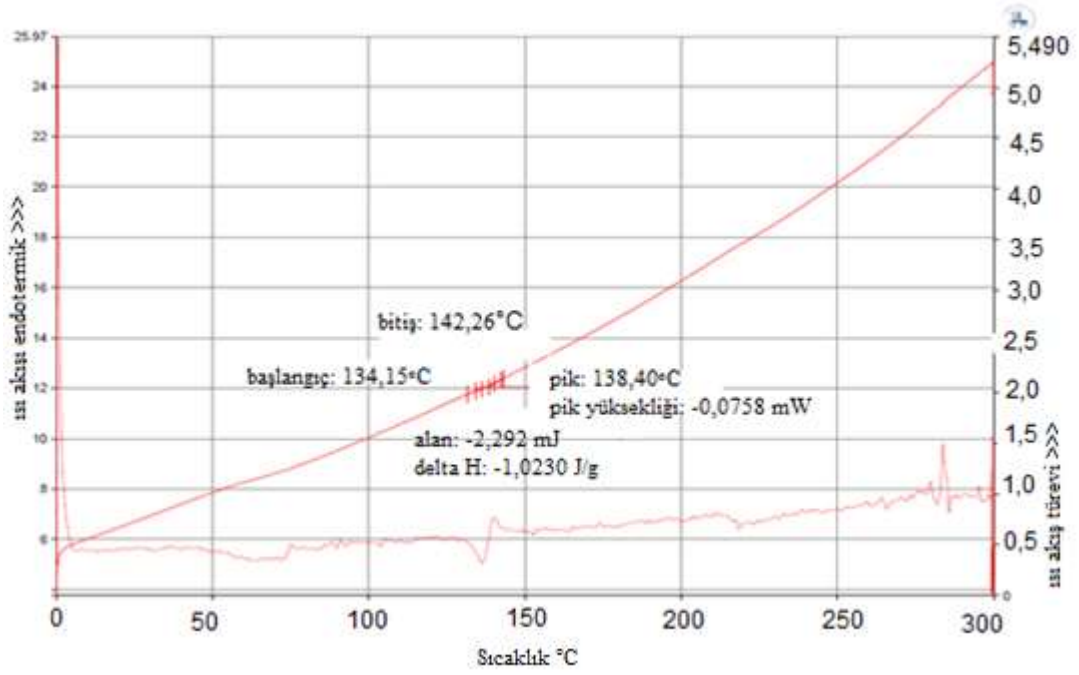
Şekil 3.20 Etil selüloza ait DSC analizi



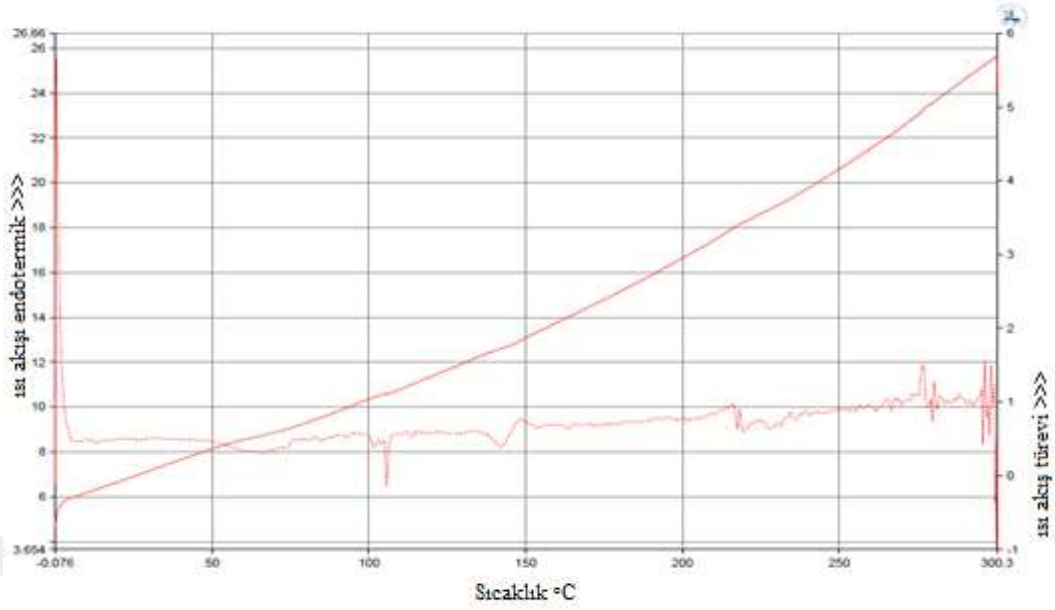
Şekil 3.21 BC:EC 1:2 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi



Şekil 3.22 BC:EC 1:4 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi



Şekil 3.23 BC:EC 1:8 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi



Şekil 3.24 BC:EC 1:16 Etil selüloz kapsüllerine ait DSC analizi

Beta karotenin DTA-TGA grafiği incelendiğinde bozunma başlangıç sıcaklığının  $256,7^{\circ}\text{C}$  olduğu ve bozunmanın iki basamakta gerçekleştiği söylenebilir.

Ayrıca  $160-180^{\circ}\text{C}$  arasında gözlenen endotermik çukur beta karotenin erime sıcaklığına karşılık gelmektedir (Şekil 3.25). Ayrıca beta karotenin %100 yandığı belirlenmiştir.

Şekil 3.26 de etil selüloza ait TGA grafiği verilmiştir.  $100^{\circ}\text{C}$ 'de yaklaşık %2'lik bir ağırlık kaybı görülmektedir. Bu ağırlık kaybı maddenin içerisinde bulunan nemden kaynaklanmaktadır. Bozunma tek basamakta gerçekleşmiş, bozunma başlangıç sıcaklığı  $304,6^{\circ}\text{C}$ , bozunmanın sonlandığı sıcaklık  $376,6^{\circ}\text{C}$  olarak belirlenmiştir. Kömürleşme verimi yaklaşık % 2,3tür.

Kapsüllere ait TGA analizleri Şekil 3.27-3.30 arasında gösterilmiştir.

1:2 oranında etil selüloz kapsüllerinin TGA grafiği incelendiğinde;  $100^{\circ}\text{C}$  de yaklaşık %2 lik ağırlık kaybının madde içerisinde bulunan nemden kaynaklandığı, bozunma başlangıç sıcaklığının  $314,8^{\circ}\text{C}$  civarında olduğu,  $398,5^{\circ}\text{C}$  de ağırlığının %

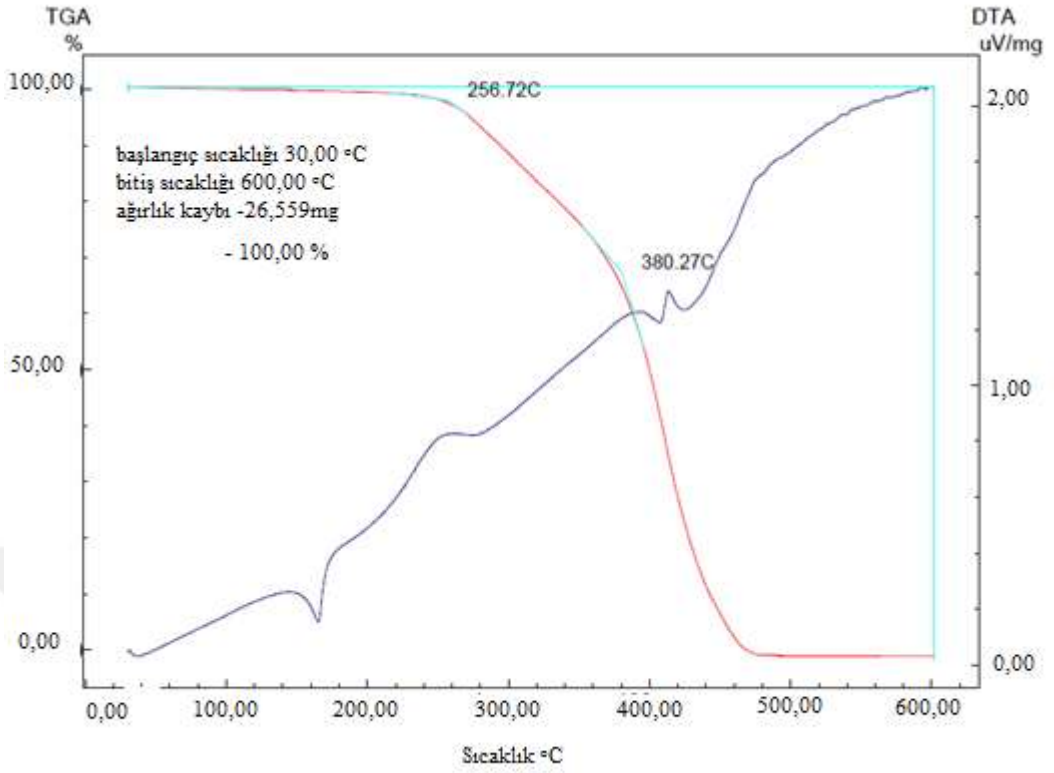
85' ini kaybettiği, 600°C de ise ağırlığının %95,5' ini kaybederek kömürleştiği belirlenmiştir.

1:4 oranında etil selüloz kapsüllerinin TGA grafiği incelendiğinde; 100°C de yaklaşık %2 lik ağırlık kaybının madde içerisinde bulunan nemden kaynaklandığı, bozunma başlangıç sıcaklığının 317,8°C civarında olduğu, 387,5°C ağırlığının % 86,5' ini kaybettiği, 600°C de ise ağırlığının %97,5 ini kaybederek kömürleştiği belirlenmiştir.

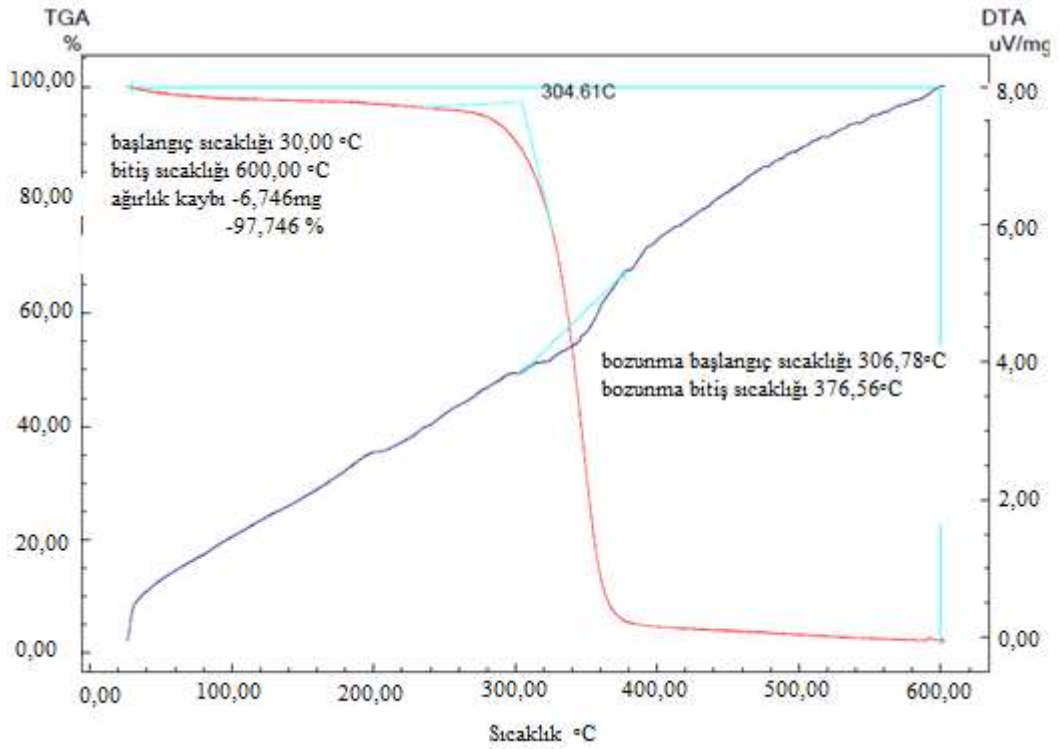
1:8 oranında etil selüloz kapsüllerinin TGA grafiği incelendiğinde; 100°C de yaklaşık %2 lik ağırlık kaybının madde içerisinde bulunan nemden kaynaklandığı, bozunma başlangıç sıcaklığının 307,2°C civarında olduğu, 384,6°C ağırlığının % 88ini kaybettiği, 600°C de ise ağırlığının % 98ini kaybederek kömürleştiği belirlenmiştir.

1:16 oranında etil selüloz kapsüllerinin DTA- TGA grafiği incelendiğinde bozunma başlangıç sıcaklığının 325,8°C civarında olduğu, kömürleşme veriminin ise yaklaşık %6,4 olduğu görülmüştür.

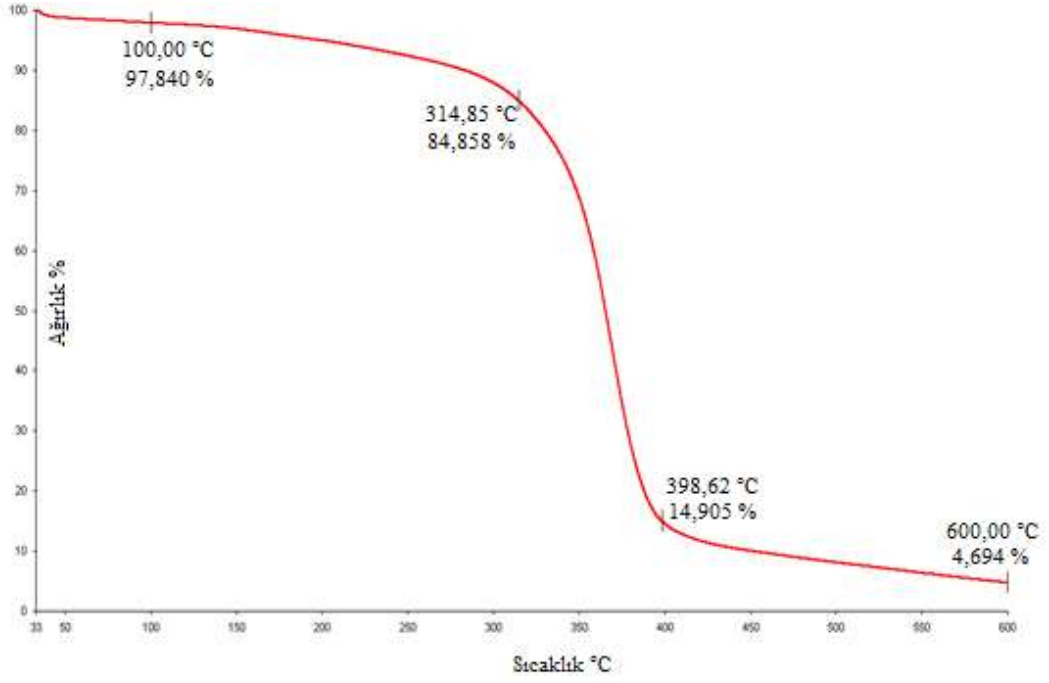
Bu veriler ışığında etil selüloz ve beta karotene kıyasla kapsüllerin daha yüksek termal stabilite gösterdiği gözlemlenmiştir.



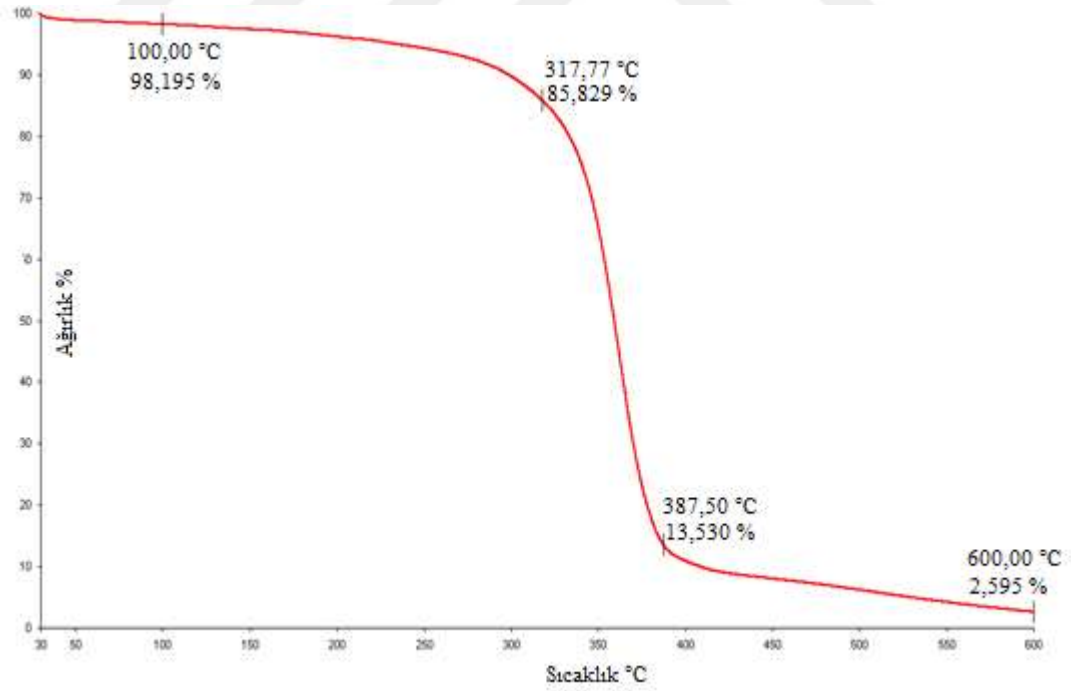
Şekil 3.25 Beta karotene ait TGA analizi



Şekil 3.26 Etil selüloza ait TGA analizi

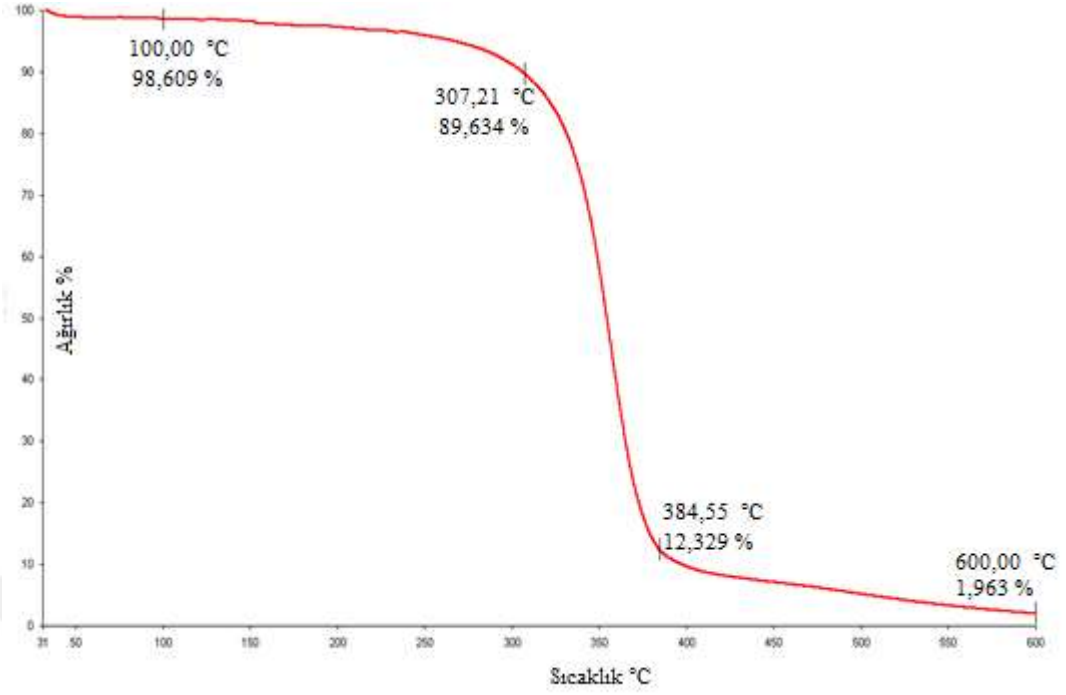


Şekil 3.27 BC:EC 1:2 Etül selüloz kapsüllerine ait TGA analizi

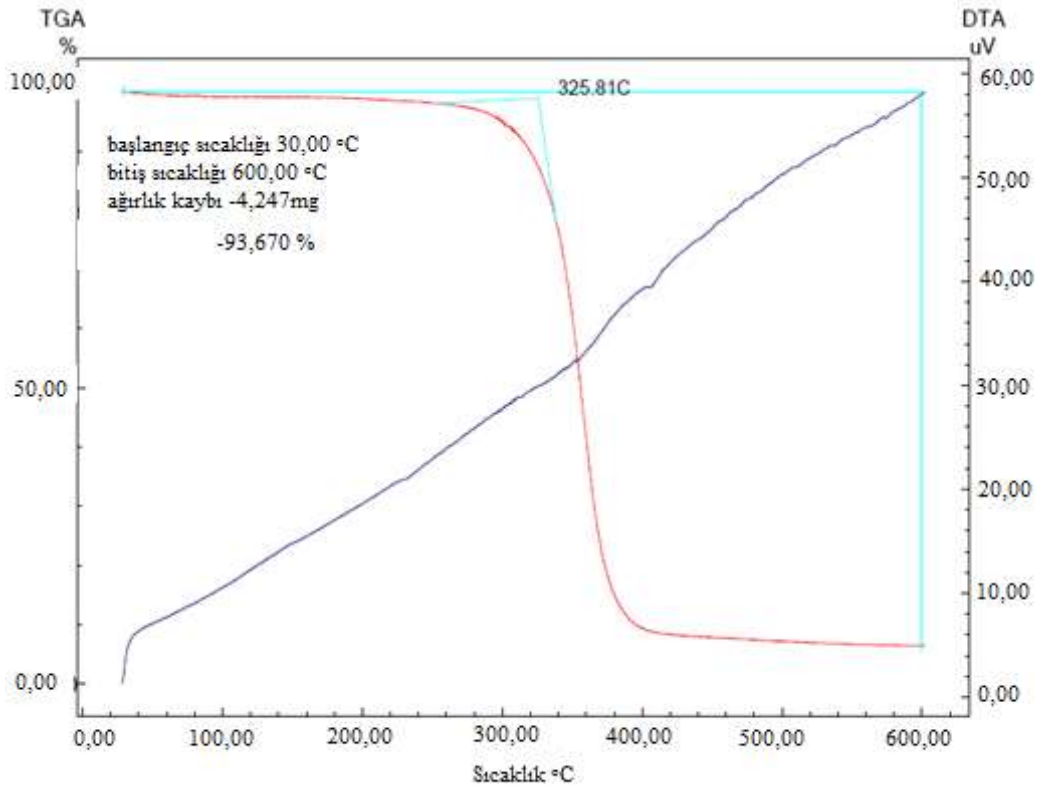


Şekil 3.28 BC:EC 1:4 Etül selüloz kapsüllerine ait TGA analizi





Şekil 3.29 BC:EC 1:8 Etil selüloz kapsüllerine ait TGA analizi



Şekil 3.30 BC:EC 1:16 Etil selüloz kapsüllerine ait TGA analizi

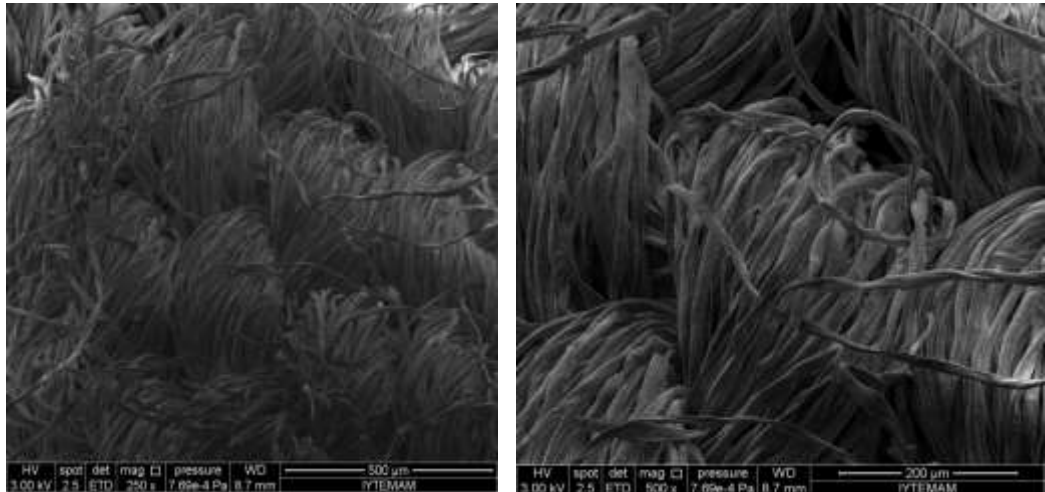
Partiküllere yapılan tüm analizler göz önüne alındığında, homojen boyut dağılımı göstermesi, FTIR analizinde kolaylıkla karakterize edilebilmesi ve termal stabiliteye sahip olması nedeniyle 1:4 BC:EC oranındaki beta karoten etkin maddeli partiküller kumaşa aktarılmak için seçilmiştir.

## 3.2 Kapsül Aktarılmış Kumaşlara Uygulanan Analizler

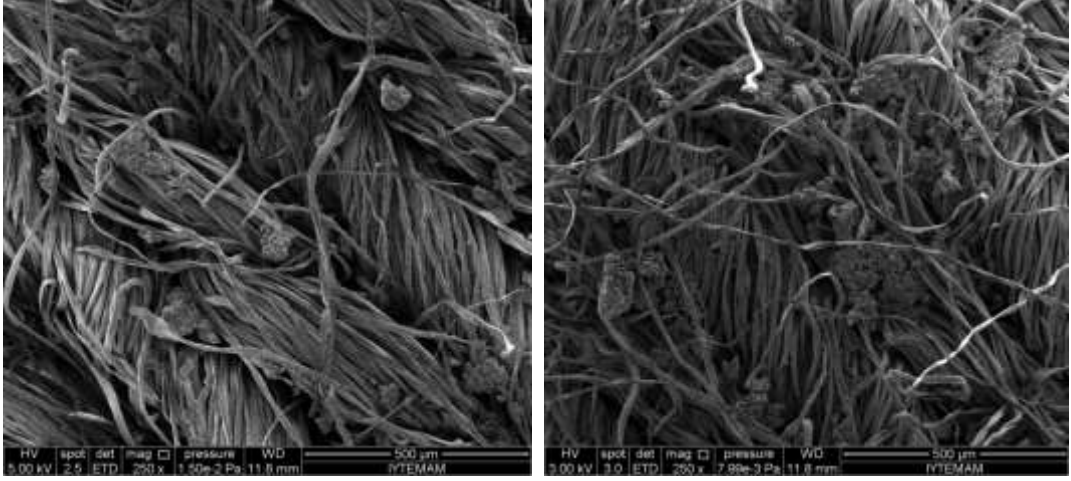
### 3.2.1 SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi

Proje kapsamında optimizasyonu belirlenerek üretilen 1:4 oranındaki etil selüloz kapsüllerinin kumaşa fiksajında termal ve UV olmak üzere iki farklı fiksaj yöntemi kullanılmıştır.

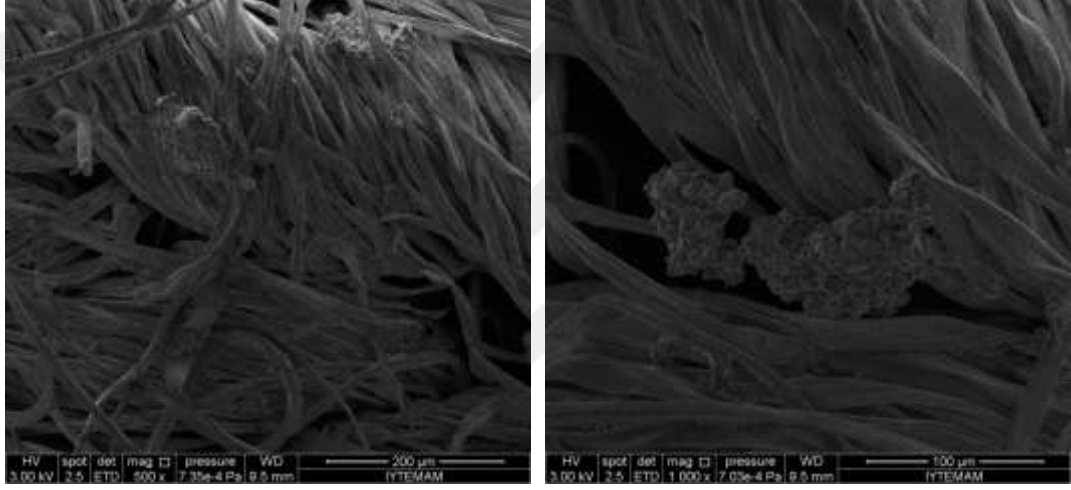
Bu yöntemlerden ilki olan termal fiksaj işleminde; 90°C kurutmanın ardından 110°C de fiksaj yapılarak kapsüllerin kumaşa bağlanması sağlanmıştır. Kapsüllerin kumaşa tutunmasını ve morfolojisinde değişiklik olup olmadığını görmek amacıyla yapılan SEM analizinde alınan görüntüler kapsüllerin kumaş yüzeyinde olduğunu göstermektedir (Şekil 3.32). Bununla beraber 1 yıkama ve 10 yıkama sonrasında alınan görüntülerde de kumaşların yüzeyinde kapsüllerin varlığı görülmektedir (Şekil 3.33-3.34).



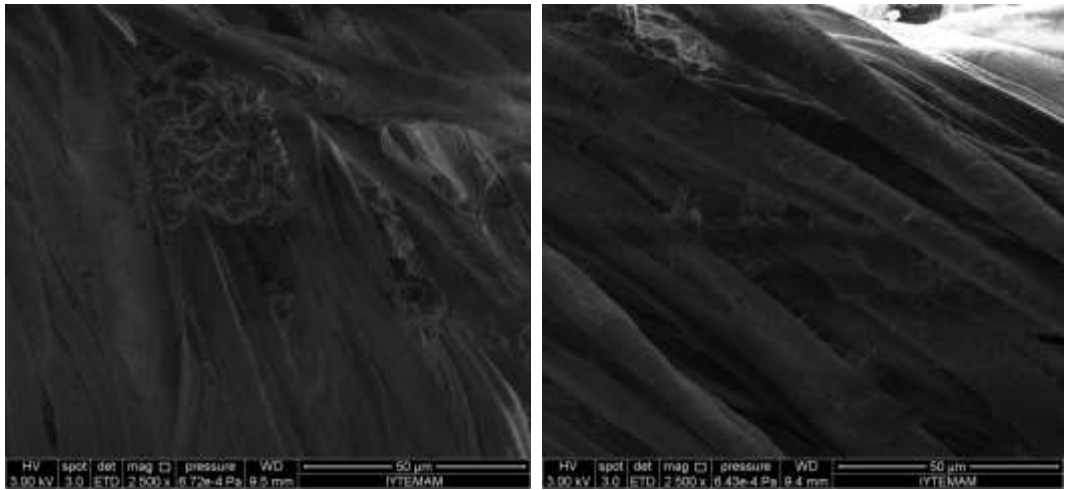
Şekil 3.31 İşlem görmemiş kumaşa ait SEM görüntüleri



Şekil 3.32 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri

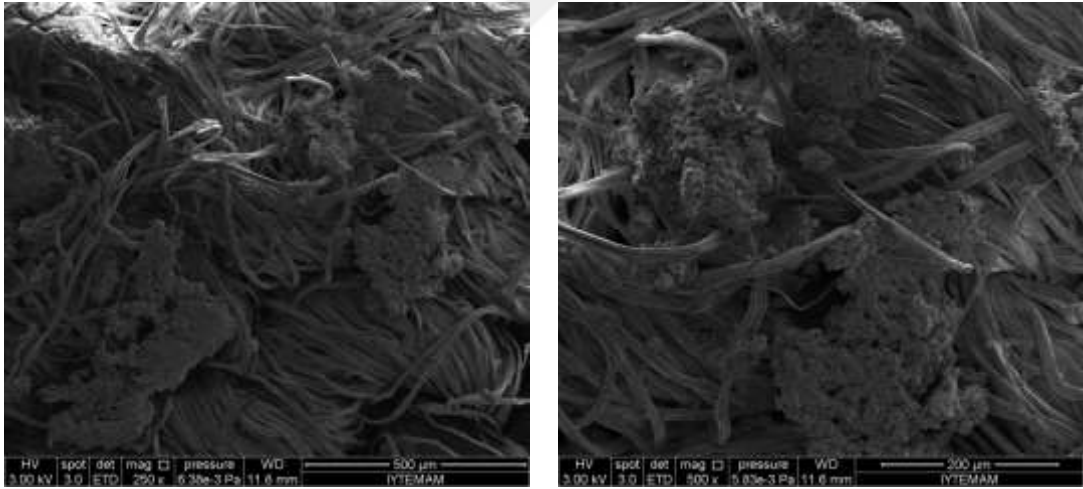


Şekil 3.33 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri

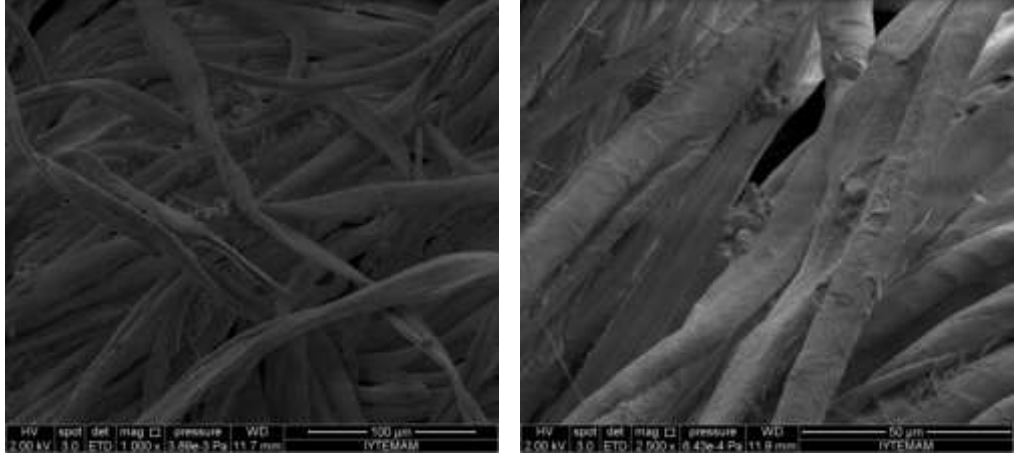


Şekil 3.34 Termal fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri

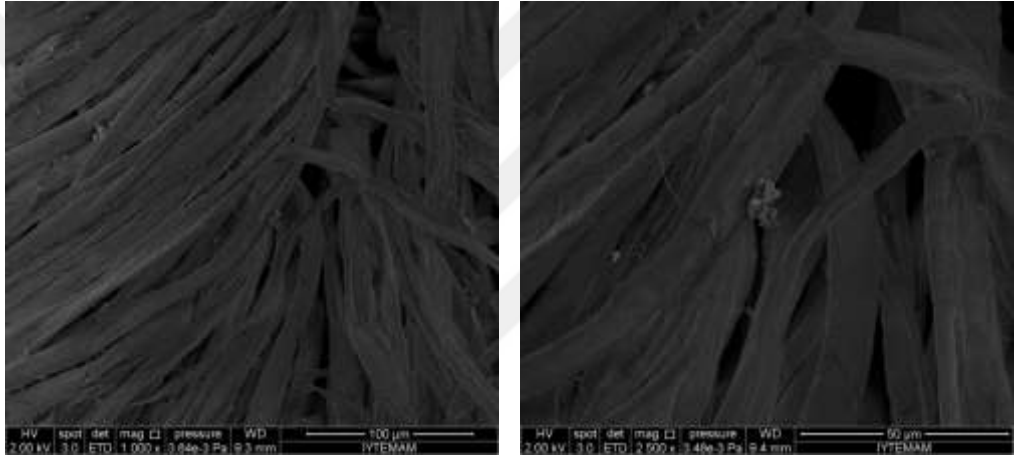
İkinci yöntem olan UV fiksajda farklı çalışma süreleri ve farklı fotobaşlatıcılar uygulanmıştır. FT1 kodlu (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) fotobaşlatıcı kullanılarak ilk olarak süre optimizasyonu çalışmaları yapılmıştır.30 sn, 1 dk, 5 dk sürelerde UV ışık altında kumaşların bir yüzüne fiksaj yapılmıştır. Bu çalışmalara ait SEM görüntüleri Şekil 3.35, 3.38, 3.41 de görülmektedir. Ayrıca bu kumaşlara da 1 ve 10 yıkama yapılmıştır (Şekil 3.36, 3.37, 3.39, 3.40, 3.42, 3.43). Bu aşama sonunda UV fiksaj ile işlem görmüş kumaşların termal fiksaj görmüş kumaşlara oranla yıkama öncesi ve özellikle yıkama sonrasında zamana bağlı olarak hızla renk kaybına uğradığı gözlemlenmiştir. Bu da kumaş üzerinde reaksiyona girmemiş fotobaşlatıcının kaldığını ve zaman ile beta karoten ile etkileşime girip, beta karotenin beyazlaşmasını hızlandırdığını düşündürmektedir. Bu doğrultuda UV fiksaj süresinin uzatılmasına ve her bir yüzeye 5'er dakika UV fiksaj yapılmasına karar verilmiştir. Bundan sonraki çalışmalara FT2 (Difenil(2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ve FT3 (2-hidroksi-2-metilpropiofenon) başlatıcıları kullanılarak devam edilmiştir.



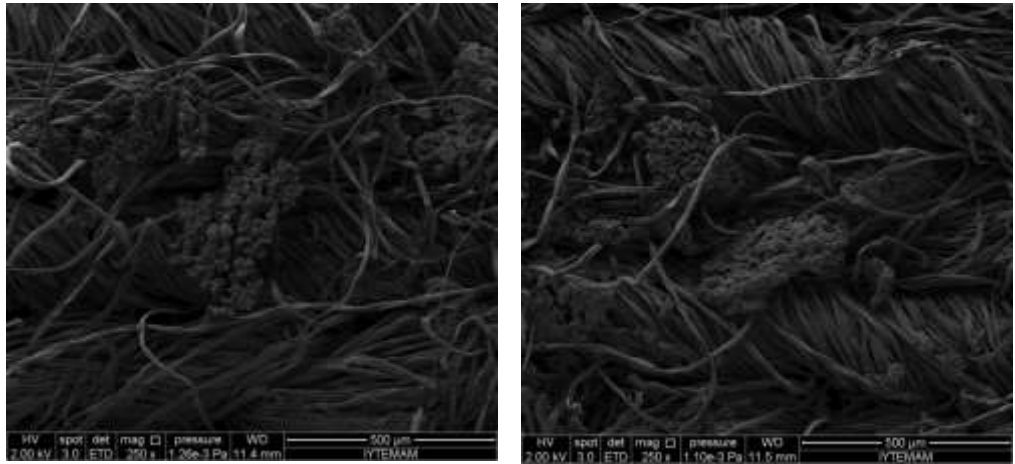
Şekil 3.35 30 sn. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri



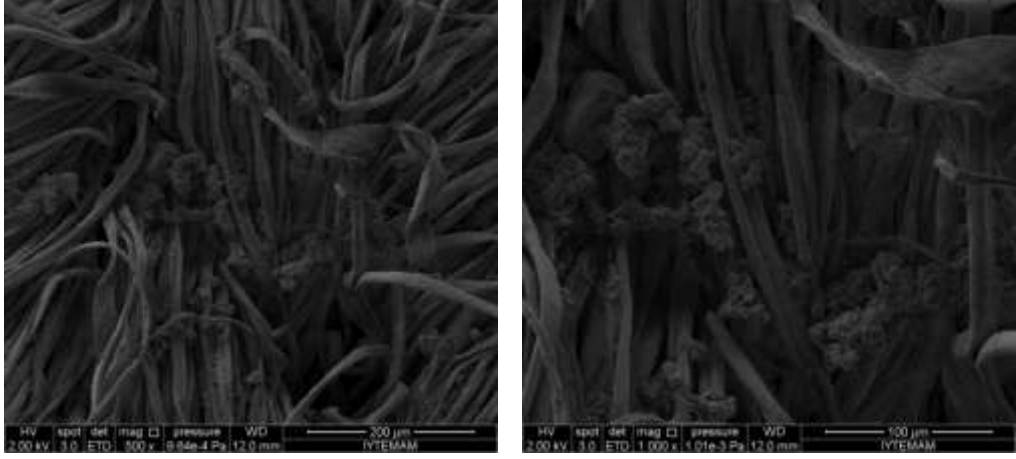
Şekil 3.36 30 sn. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri



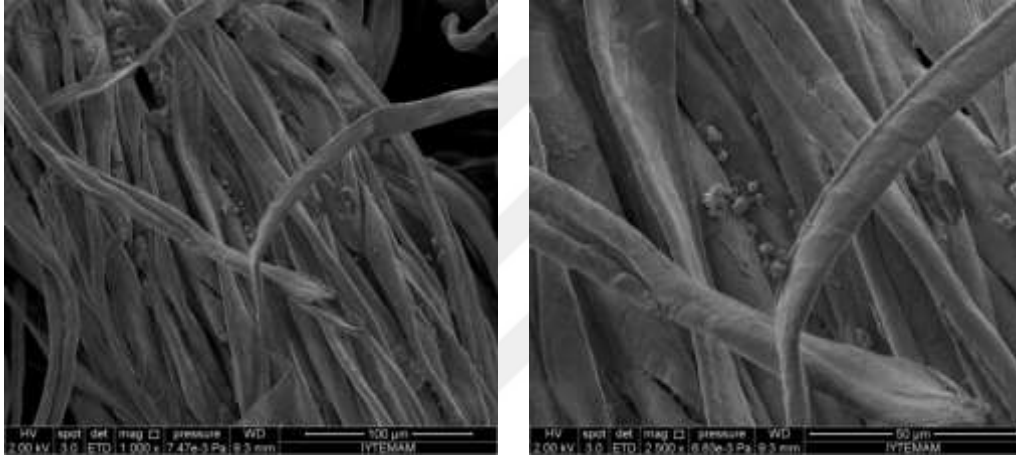
Şekil 3.37 30 sn. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri



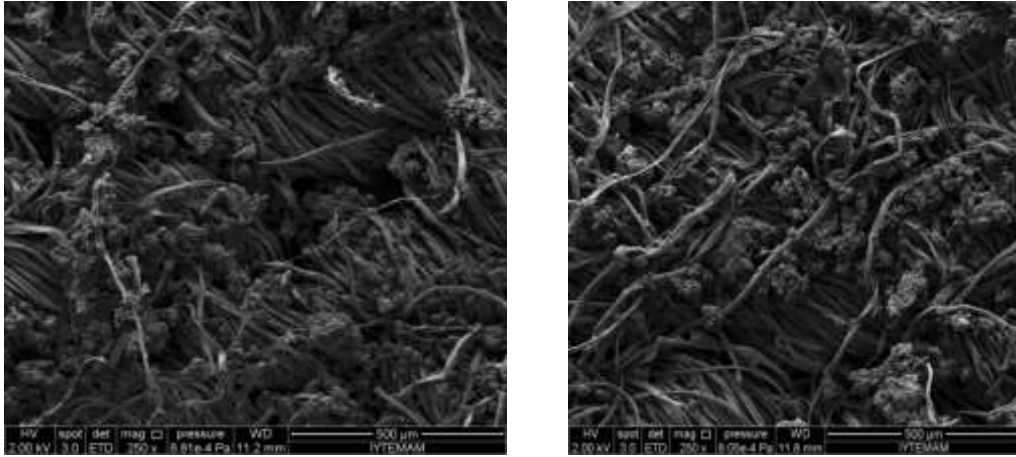
Şekil 3.38 1 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri



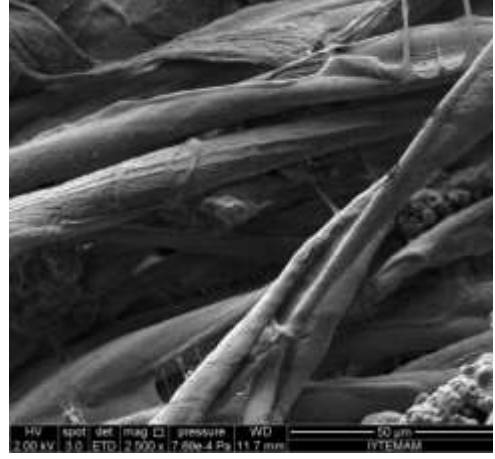
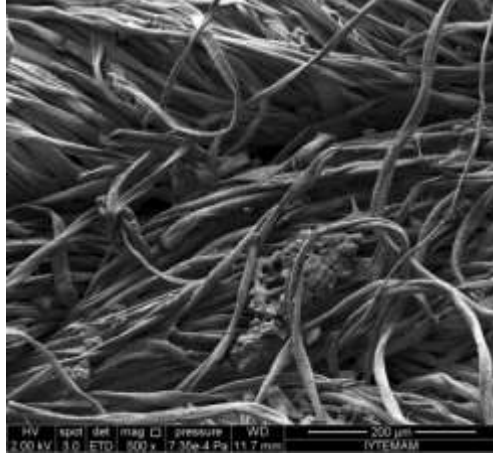
Şekil 3.39 1 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri



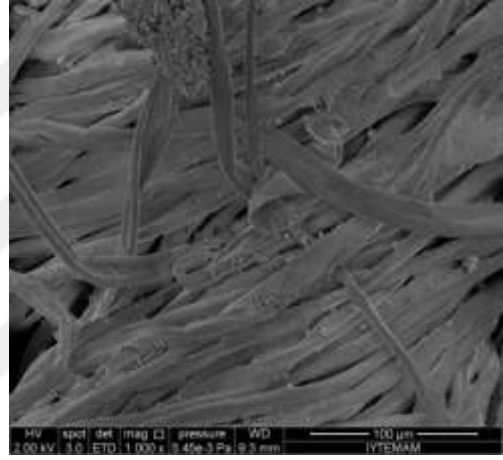
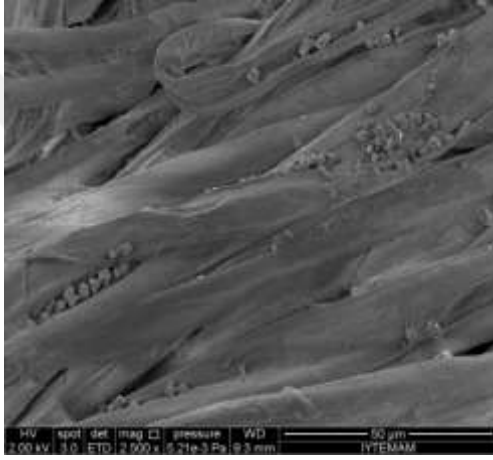
Şekil 3.40 1 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri



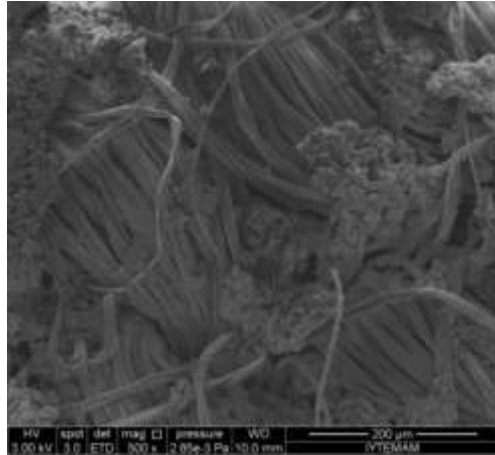
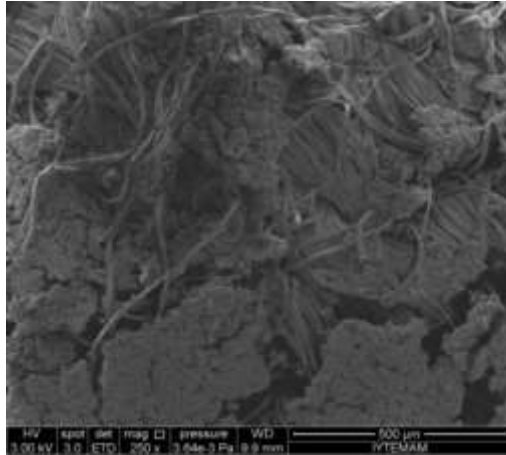
Şekil 3.41 5 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri



Şekil 3.42 5 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri

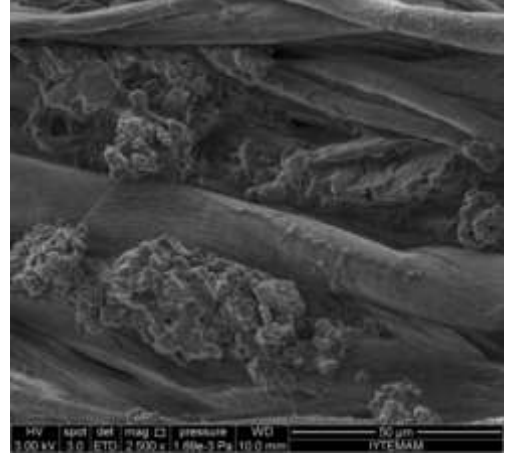
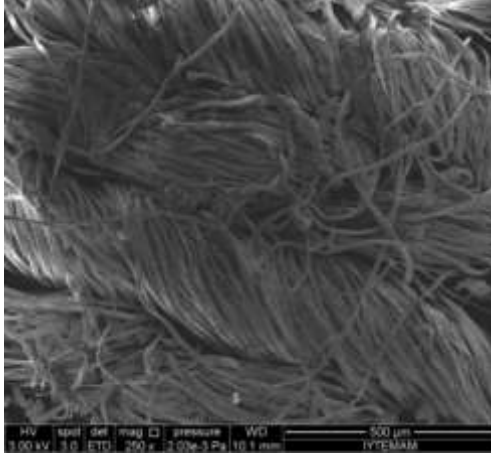


Şekil 3.43 5 dk. FT1 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri

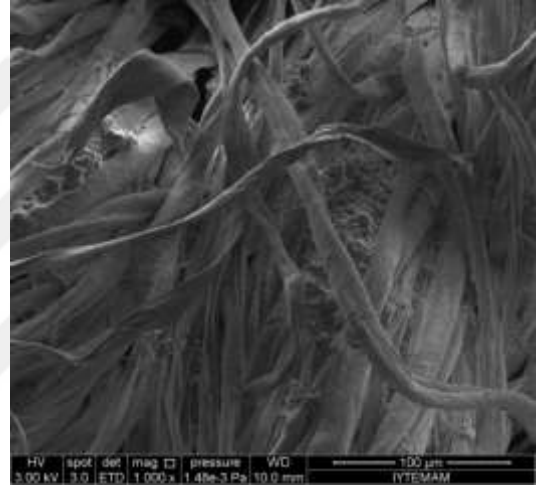
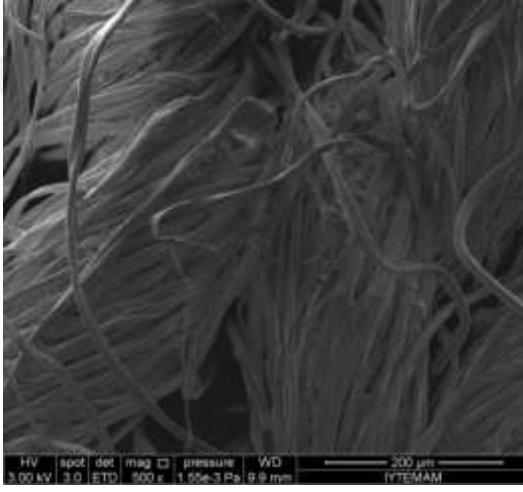


Şekil 3.44 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri

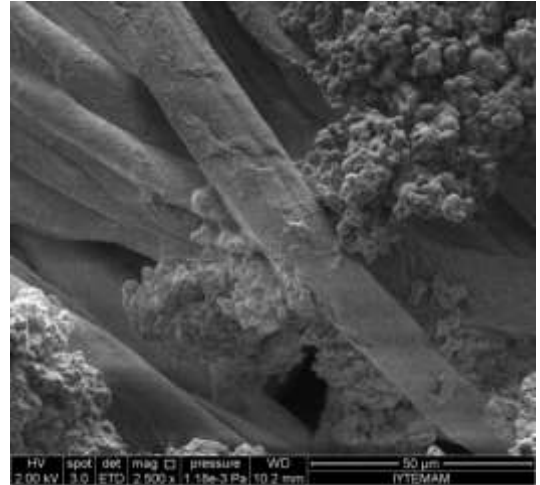
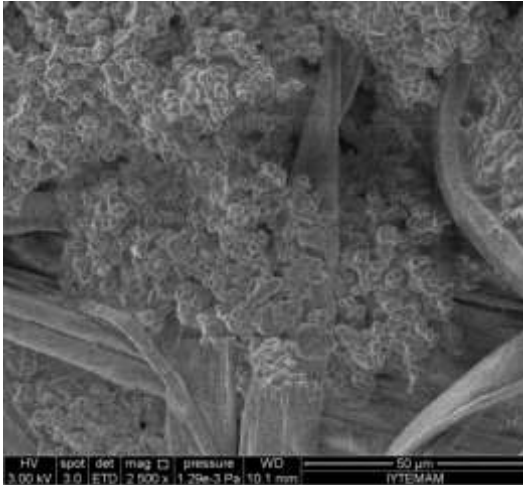




Şekil 3.45 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri

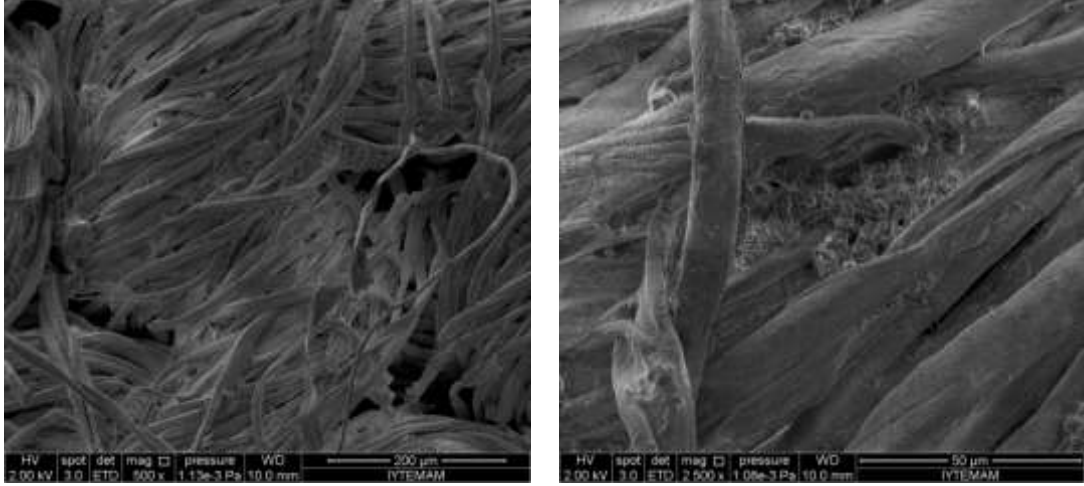


Şekil 3.46 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri

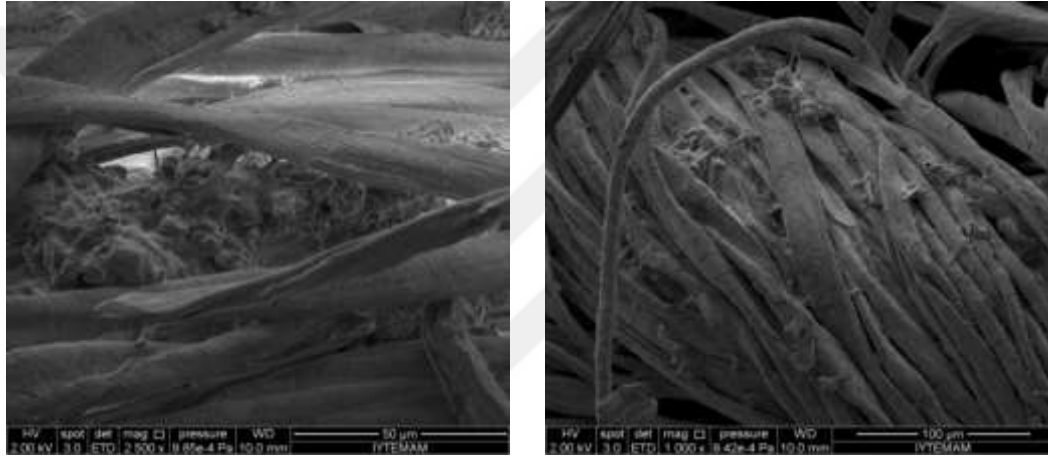


Şekil 3.47 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait SEM görüntüleri





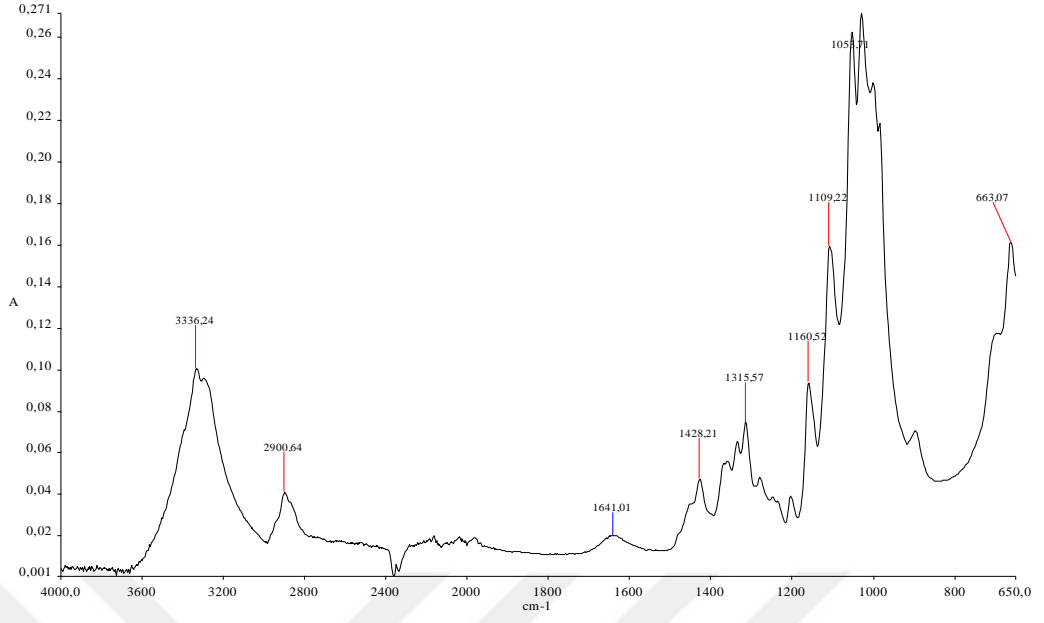
Şekil 3.48 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri



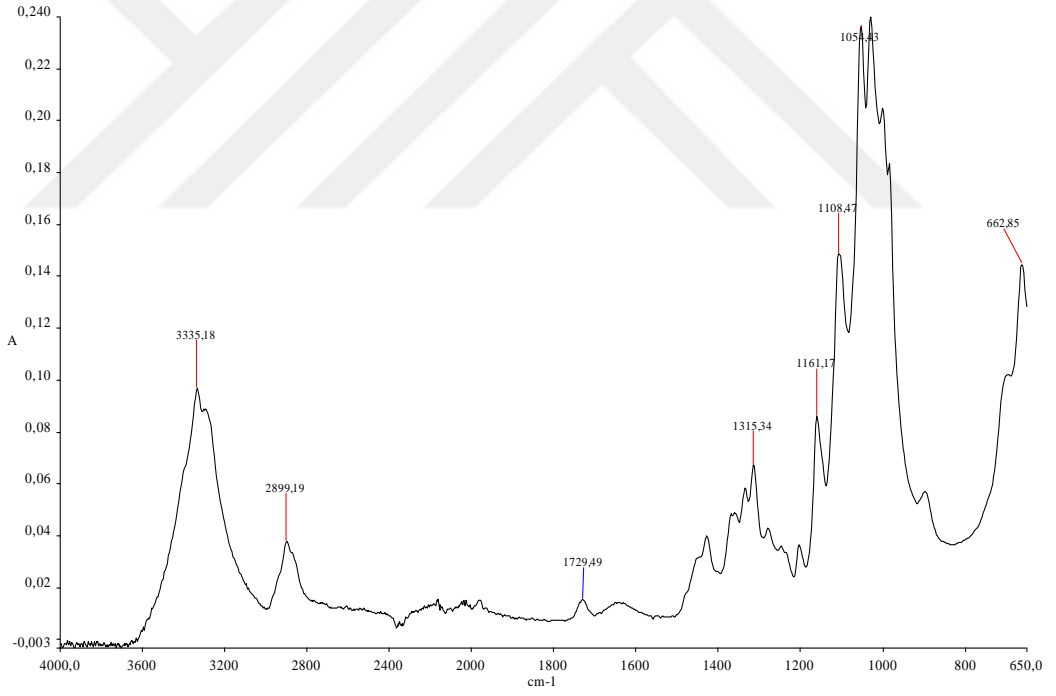
Şekil 3.49 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait SEM görüntüleri

### 3.2.2 FTIR (*Fouier Transform Kızılötesi Spektroskopisi*) Analizi

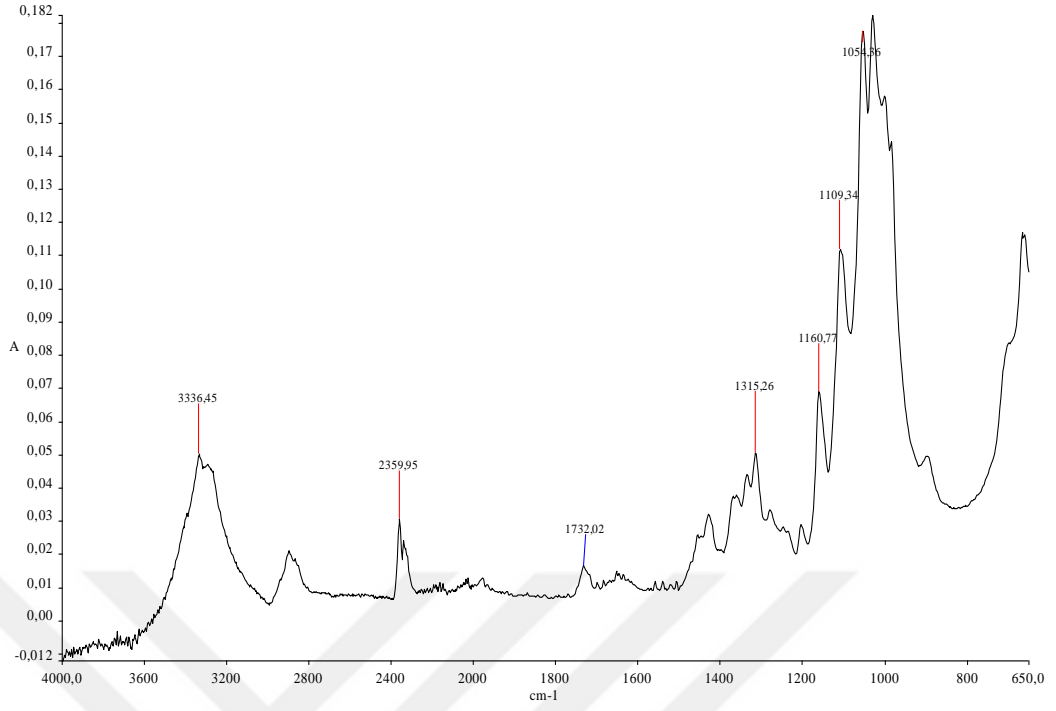
Beta karoten esaslı kapsüller ile applike edilen kumaşların FTIR analizleri (Şekil 3.50, 3.51, 3.54, 3.57, 3.58, 3.61) arasında verilmiştir. Fiksaj işlemi uygulanmış kumaş üzerindeki beta karoten varlığını incelemek üzere yapılan FTIR analizinden alınan veriler incelendiğinde; beta karoten varlığı gösteren  $1724-1733\text{ cm}^{-1}$  civarındaki pik değerlerinin termal ve uv fiksaj uygulanmış tüm kumaşların üzerinde varlığı tespit edilmiştir.



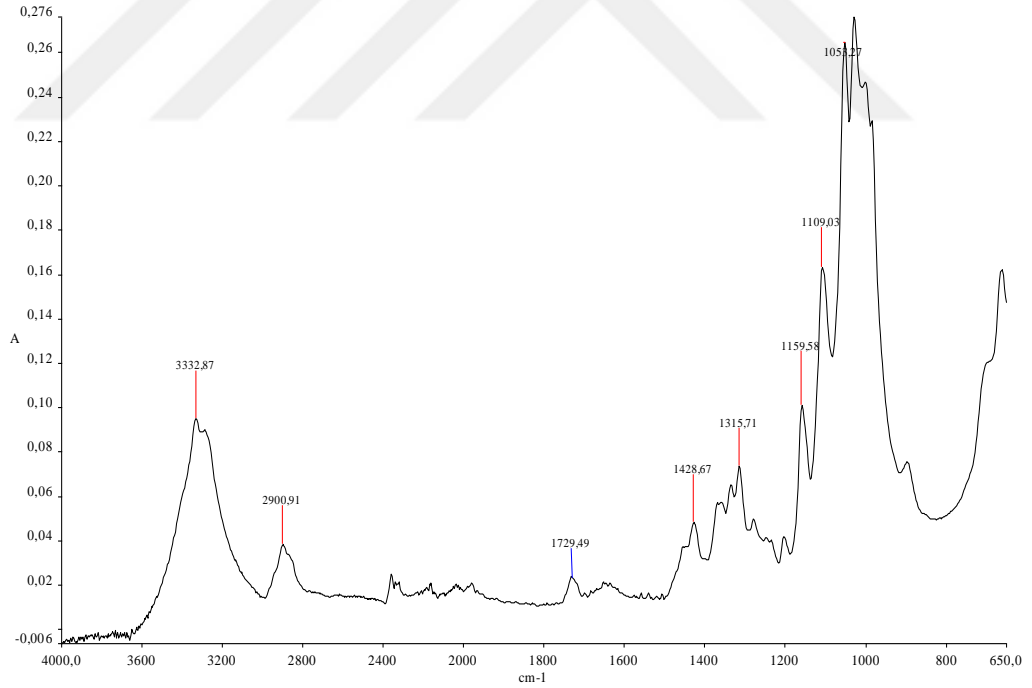
Şekil 3.50 İşlem görmemiş kumaşa ait FTIR analizi



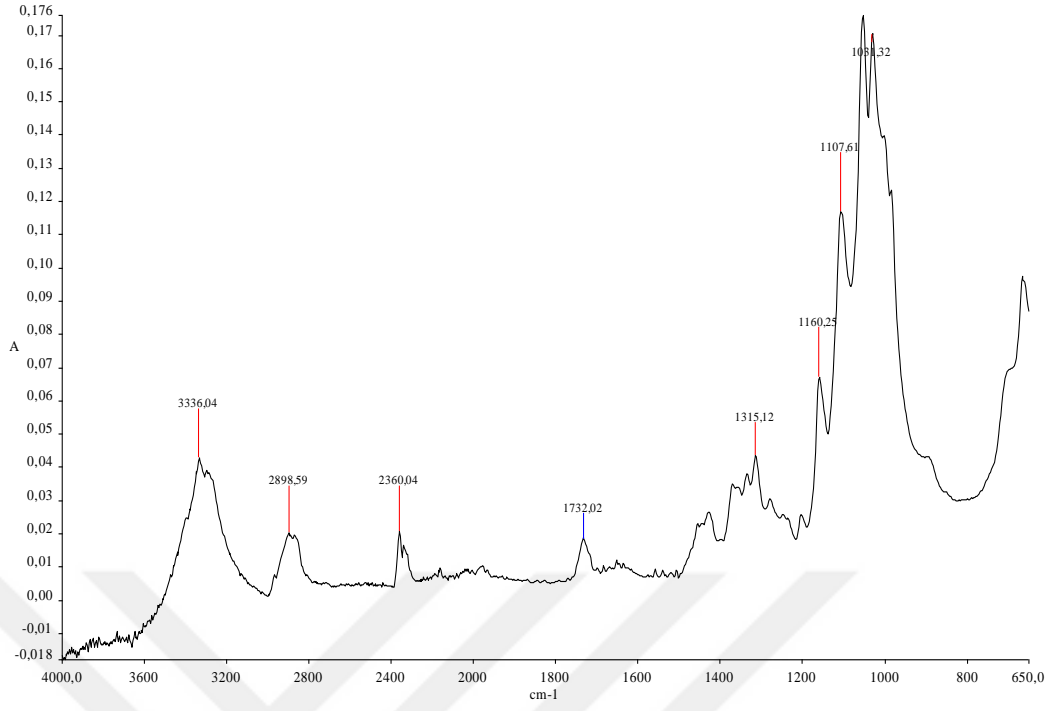
Şekil 3.51 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi



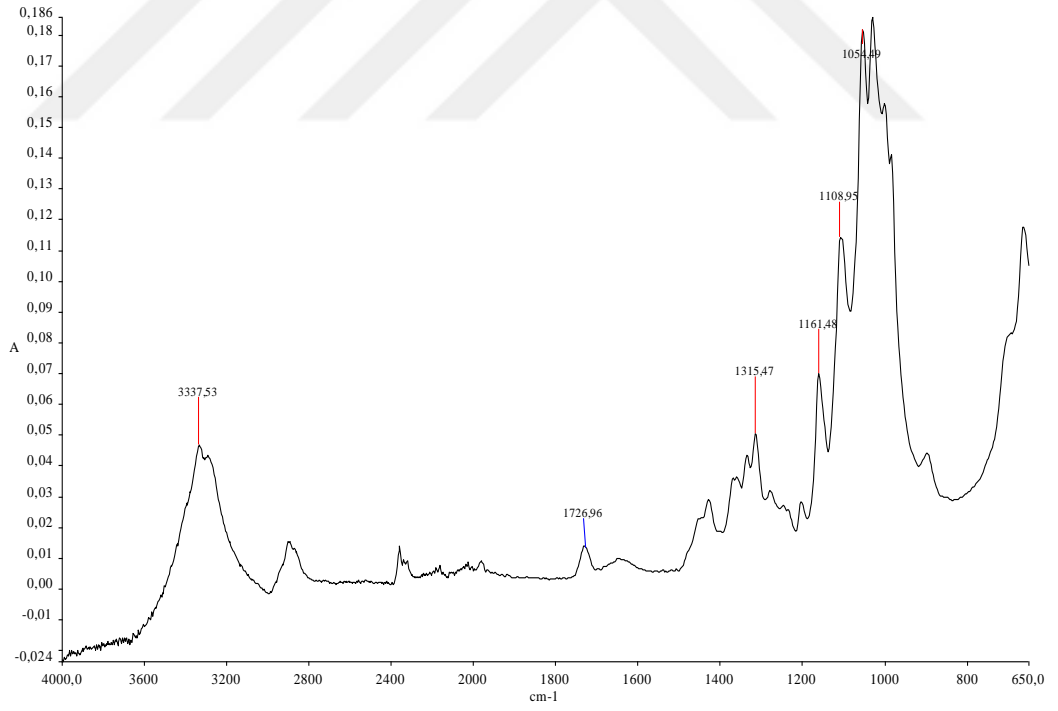
Şekil 3.52 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi



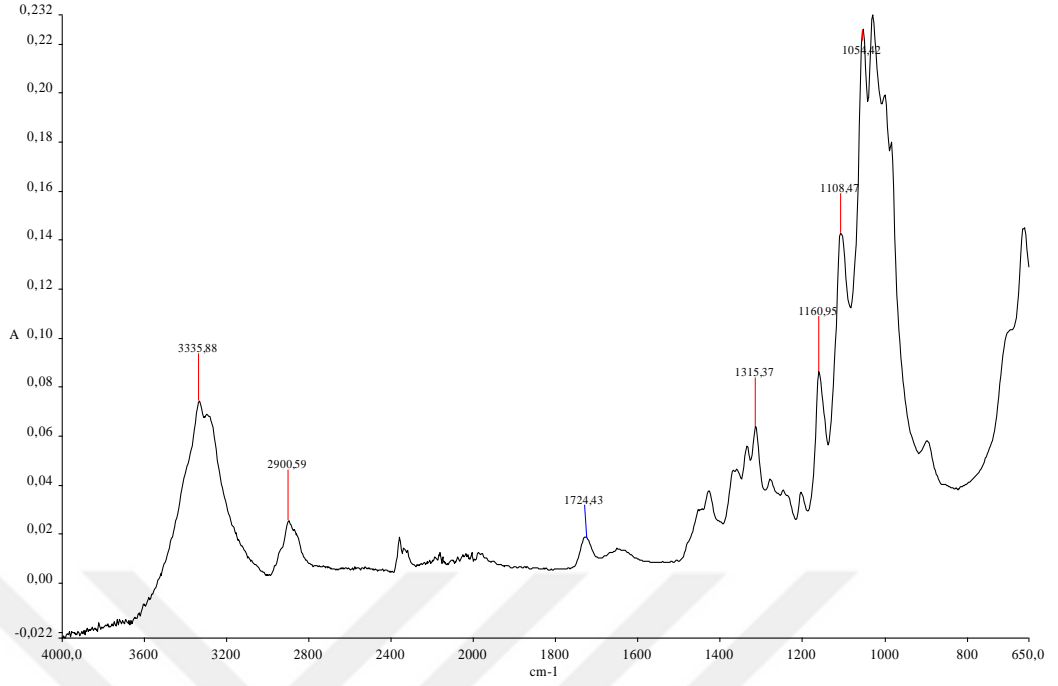
Şekil 3.53 Termal fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi



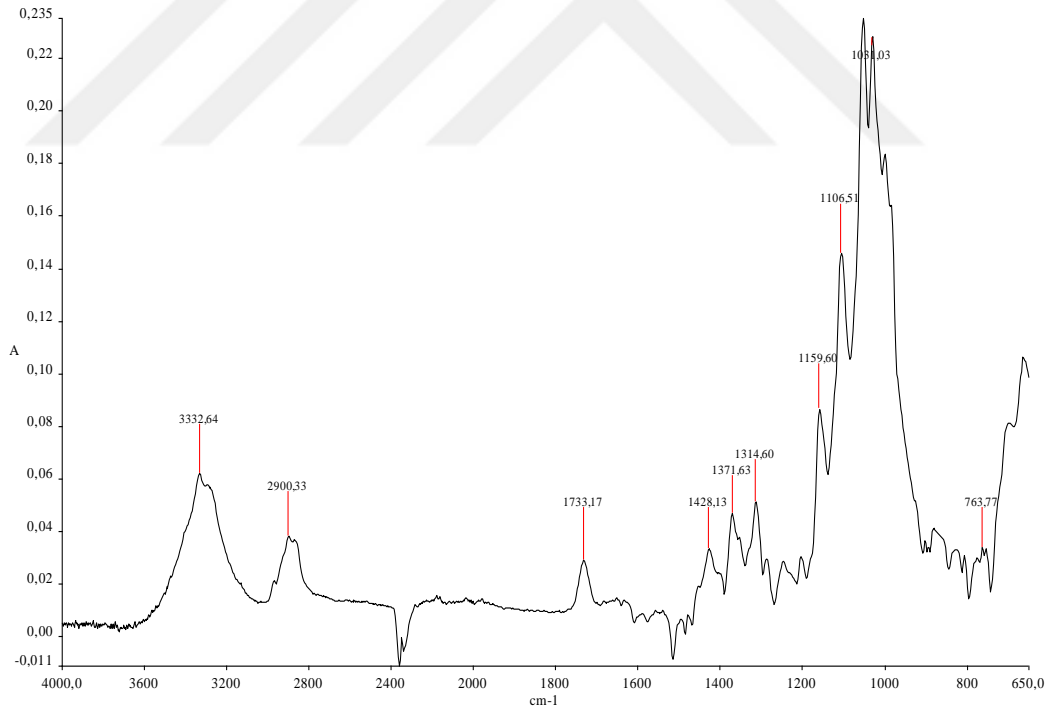
Şekil 3.54 FT1-5dk kumaşına ait FTIR analizi



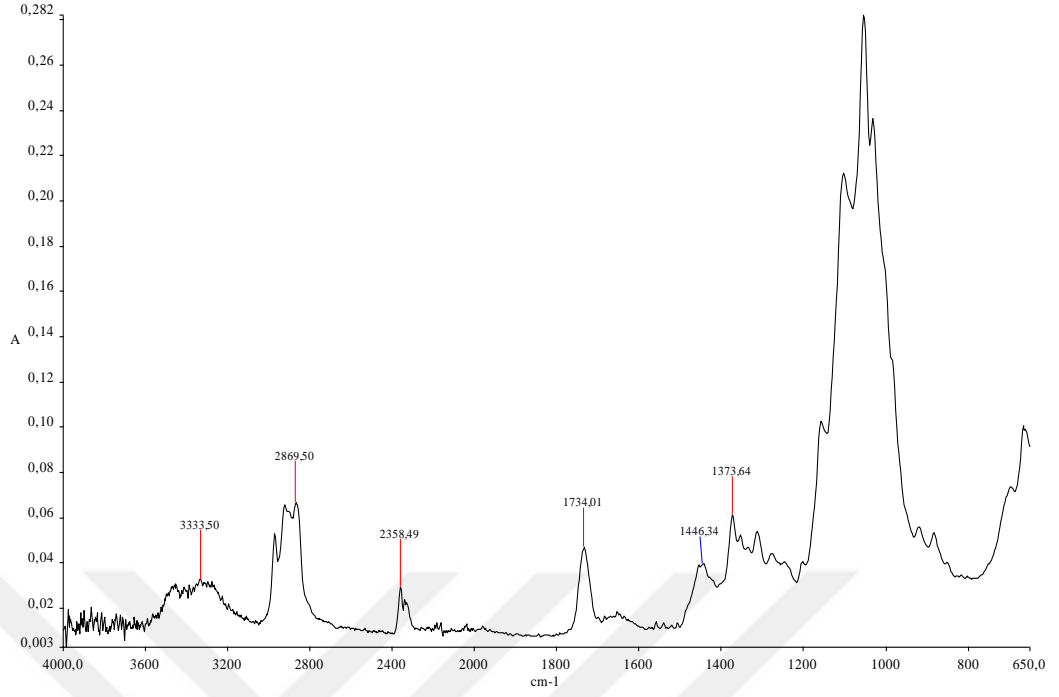
Şekil 3.55 FT1-5dk-1 yıkama yapılan kumaşına ait FTIR analizi



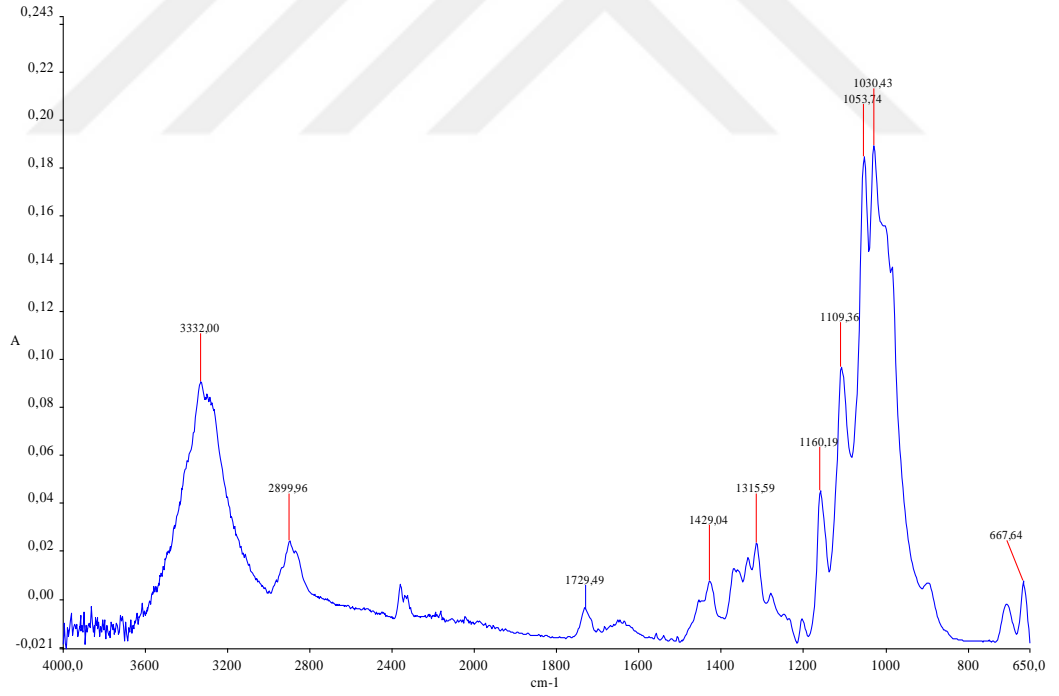
Şekil 3.56 FT1-5dk-10 yıkama yapılan kumaşına ait FTIR analizi



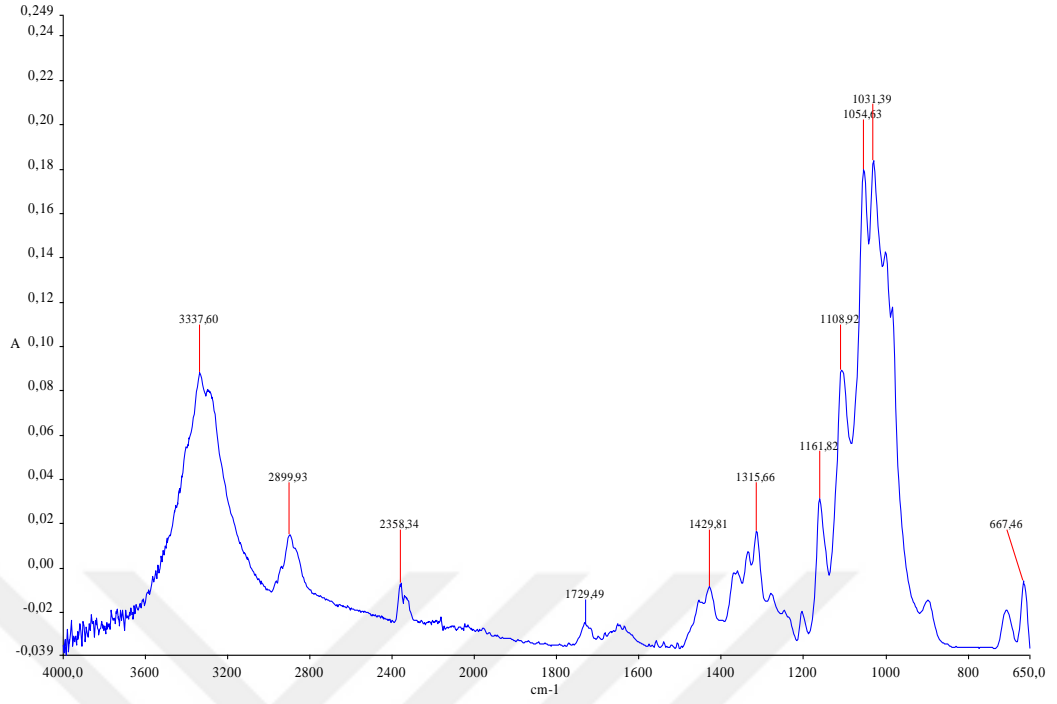
Şekil 3.57 Çift yüzüne uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi



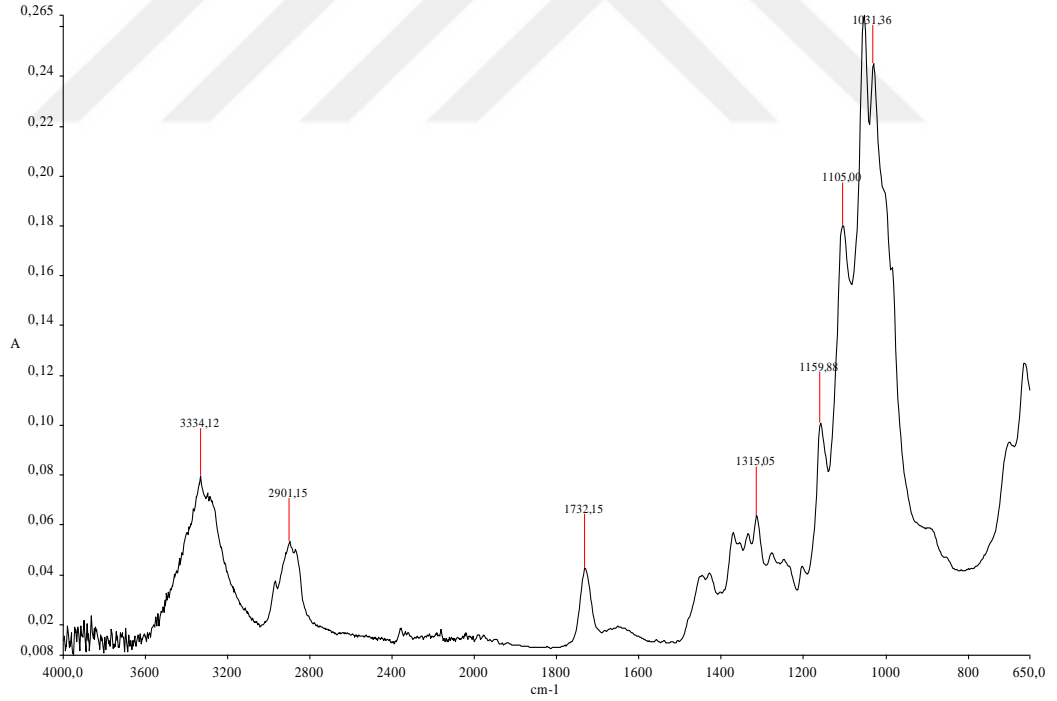
Şekil 3.58 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi



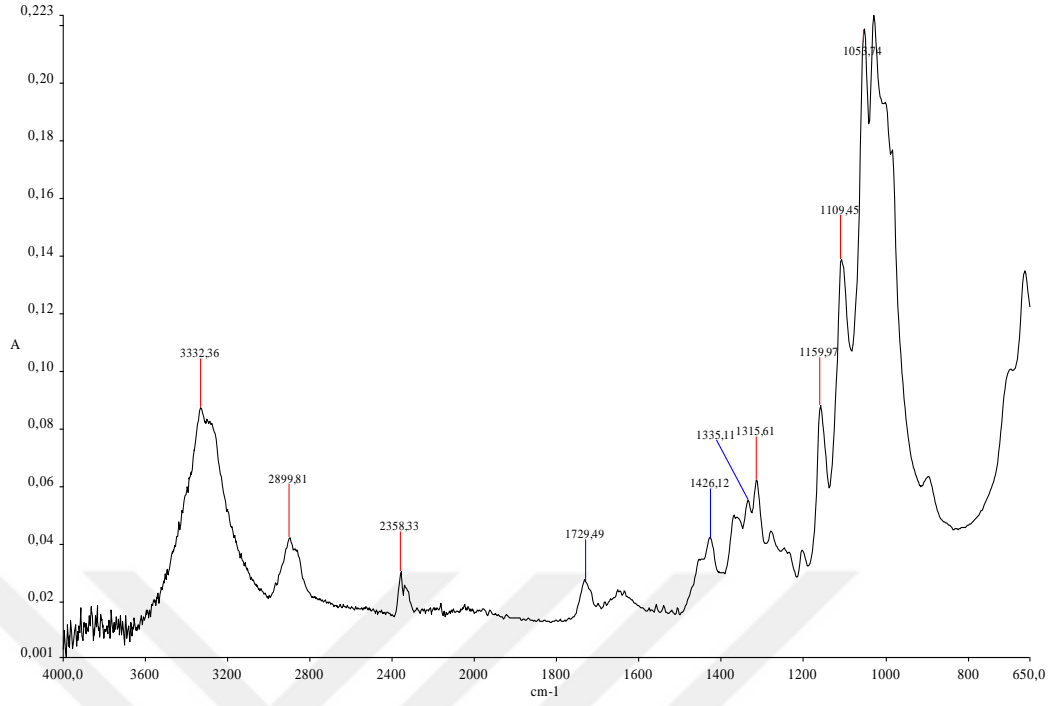
Şekil 3.59 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi



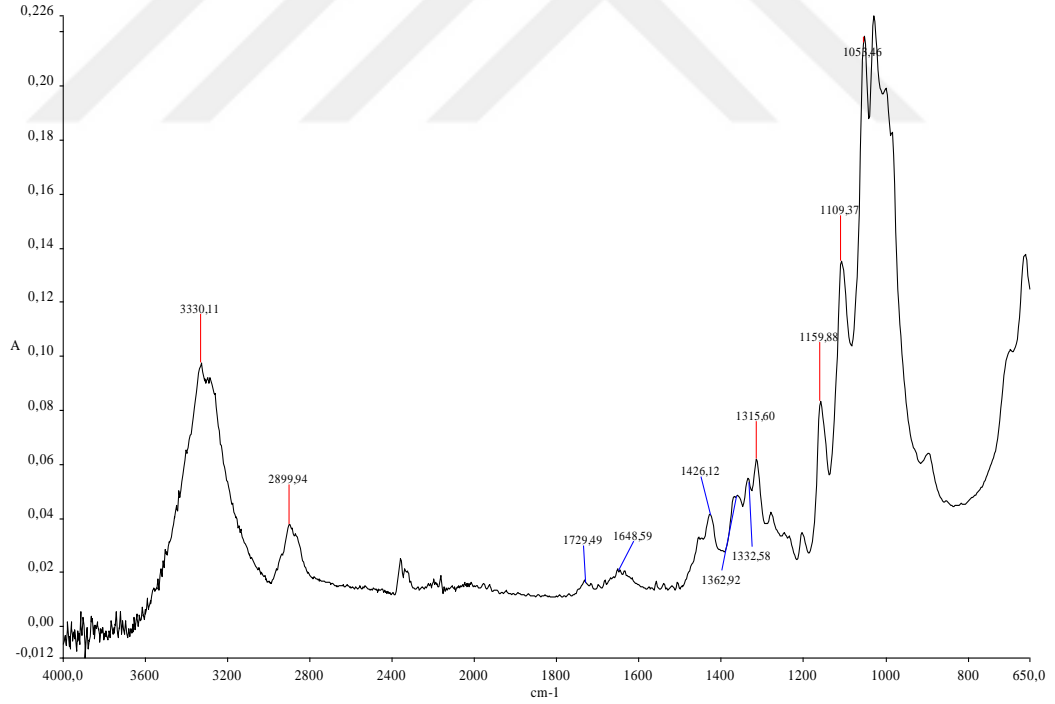
Şekil 3.60 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi



Şekil 3.61 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait FTIR analizi



Şekil 3.62 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi



Şekil 3.63 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait FTIR analizi

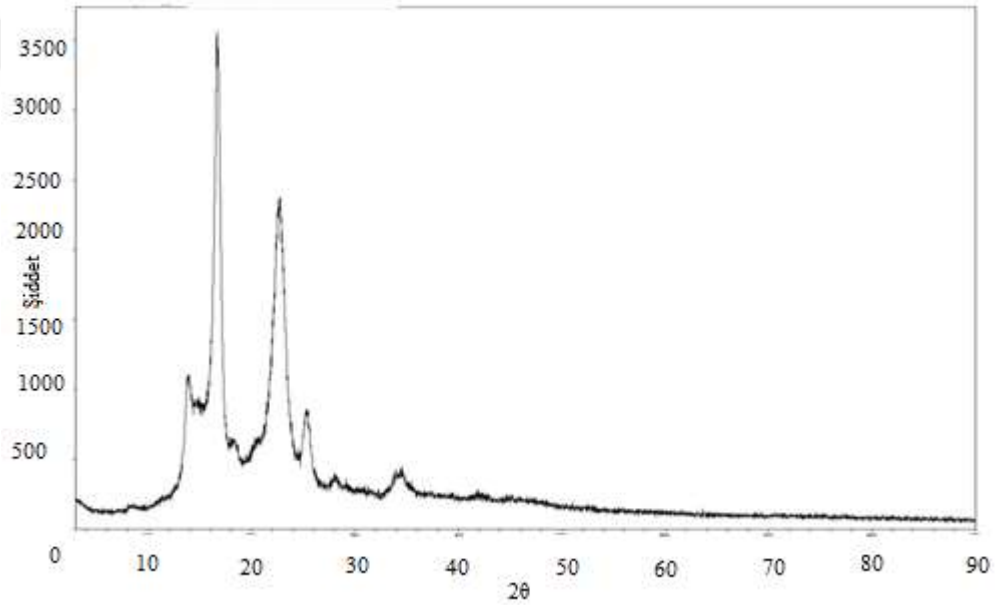
Uygulanan fiksaj işlemlerinden sonra 1 ve 10 yıkama yapılan kumaşların üzerinde beta karoten varlığını belirlemek üzere yapılan FTIR analiz verileri incelendiğinde; beta karotenin spesifik piki olan 1724-1733 cm<sup>-1</sup> civarındaki pikler gözlemlendiğinde



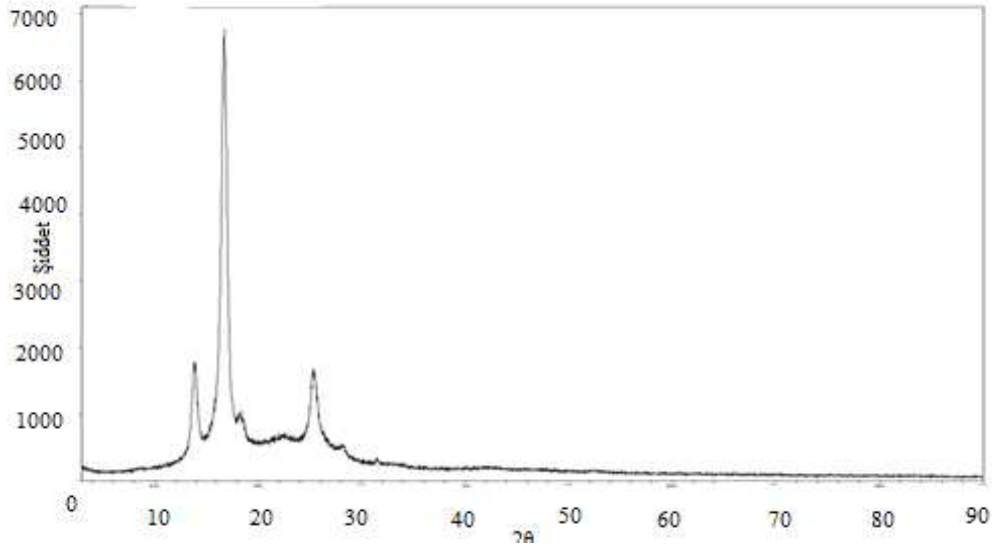
yıkama yapılmamış kumaşlara paralel olarak beta karoten varlığına rastlanmıştır (Şekil 3.52, 3.53, 3.55, 3.56, 3.59, 3.60, 3.62, 3.63). Bu verilere ek olarak ayrıca yıkama sayısının artışıyla birlikte beta karotenin absorbans değerinde azalma meydana geldiği tespit edilmiştir.

### 3.2.3 XRD (X Işını Difraktometresi) Analizi

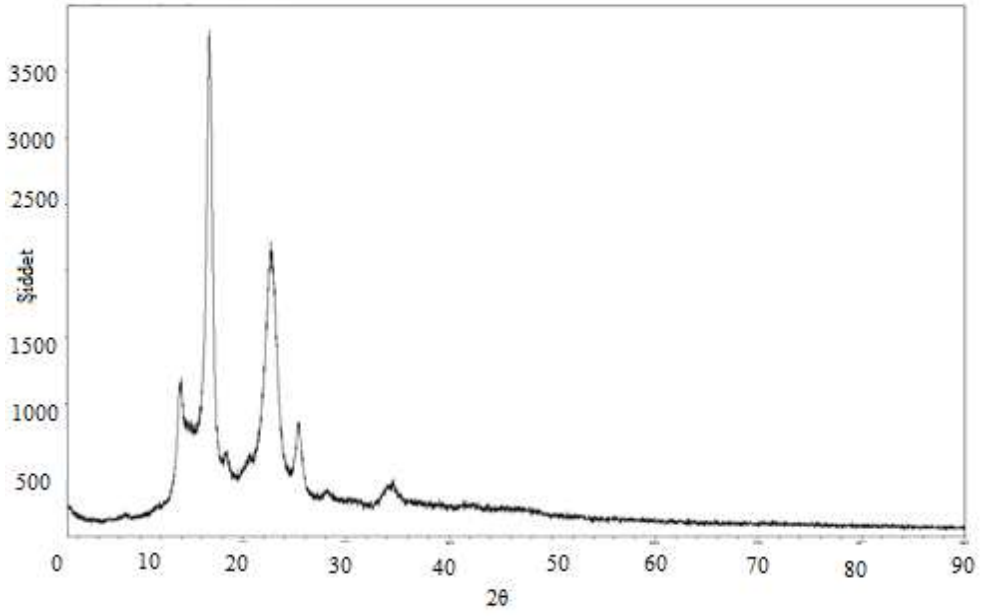
Mikrokapsül applike edilmiş kumaşlar üzerinden alınan XRD verileri Şekil 3.64-3.76 da gösterilmektedir.



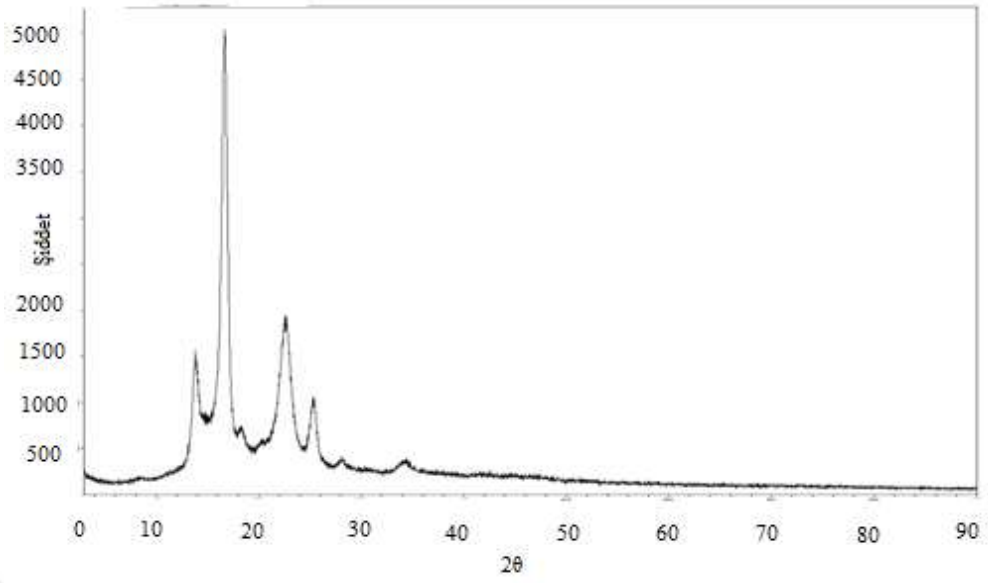
Şekil 3.64 İşlem görmemiş kumaşa ait XRD analizi



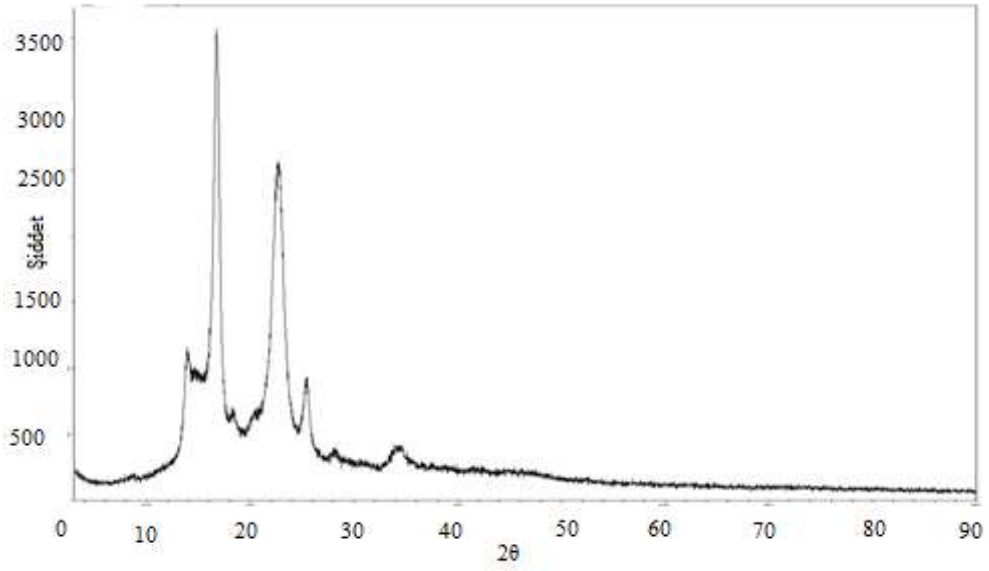
Şekil 3.65 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi



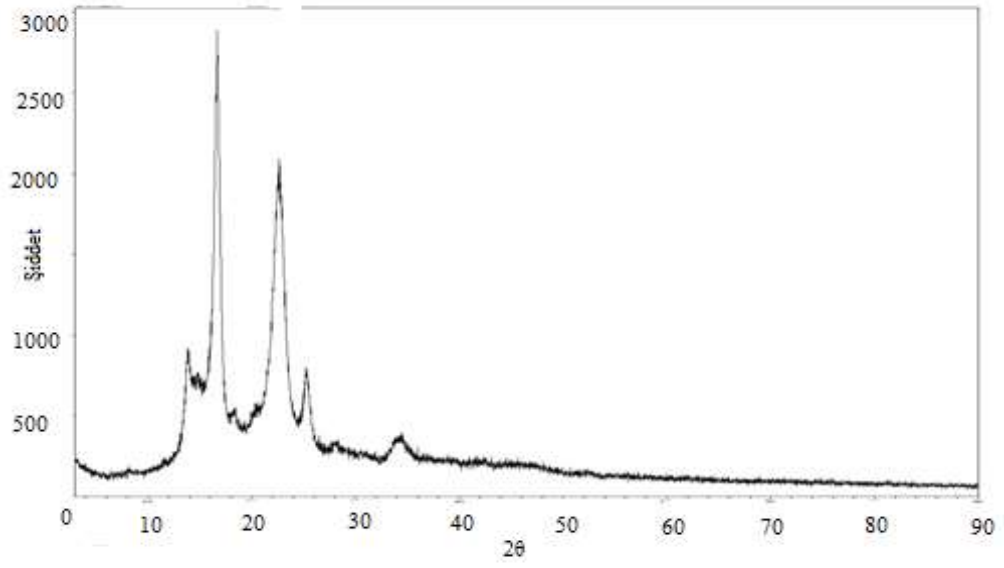
Şekil 3.66 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıka yapılmış kumaşa ait XRD analizi



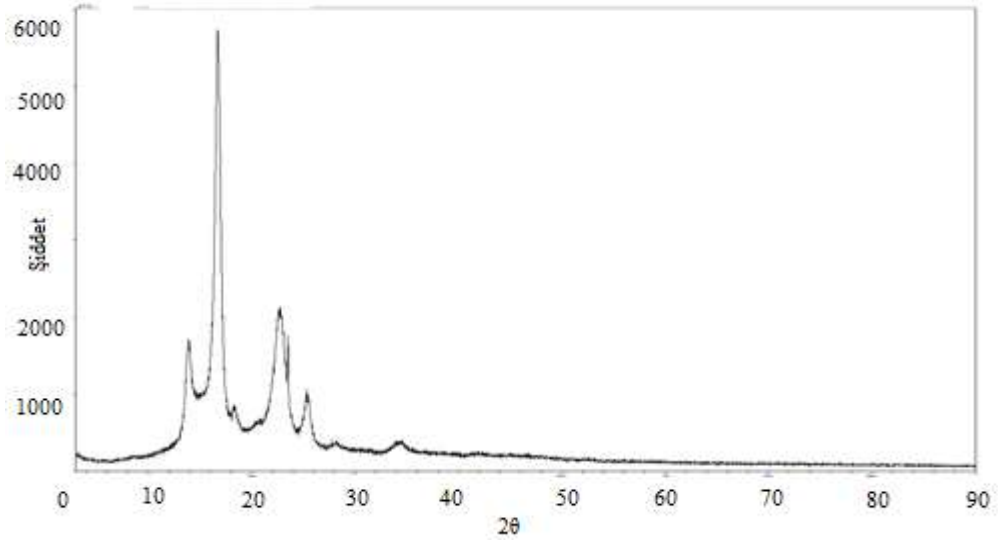
Şekil 3.67 Termal fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi



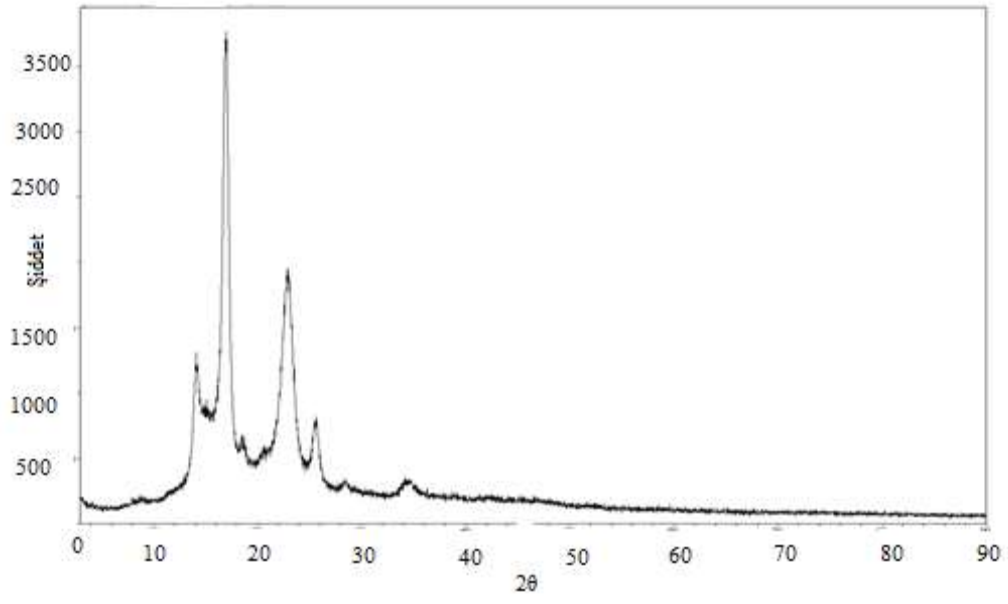
Şekil 3.68 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi



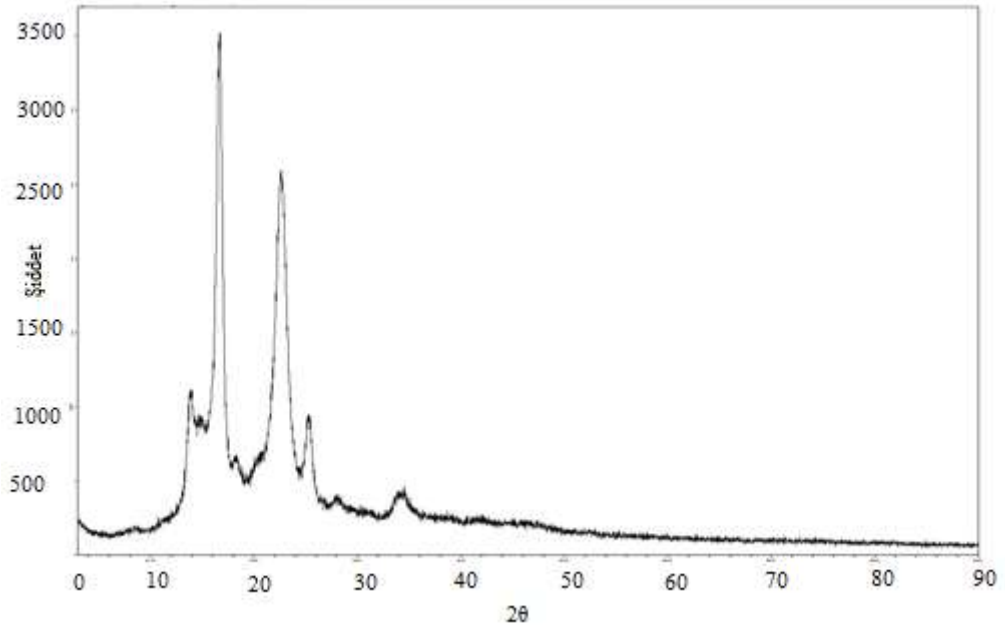
Şekil 3.69 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi



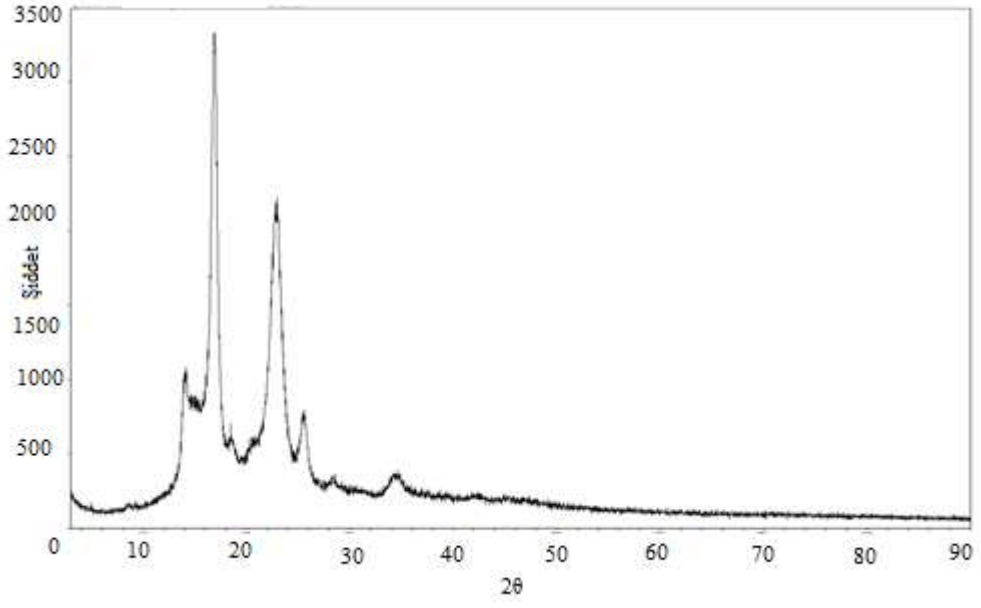
Şekil 3.70 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi



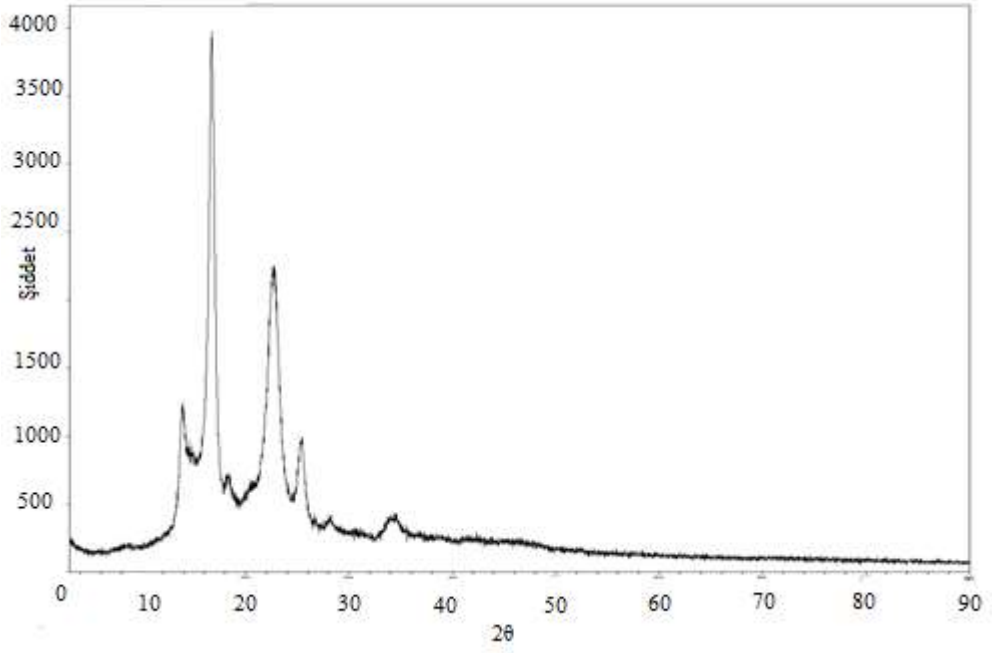
Şekil 3.71 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi



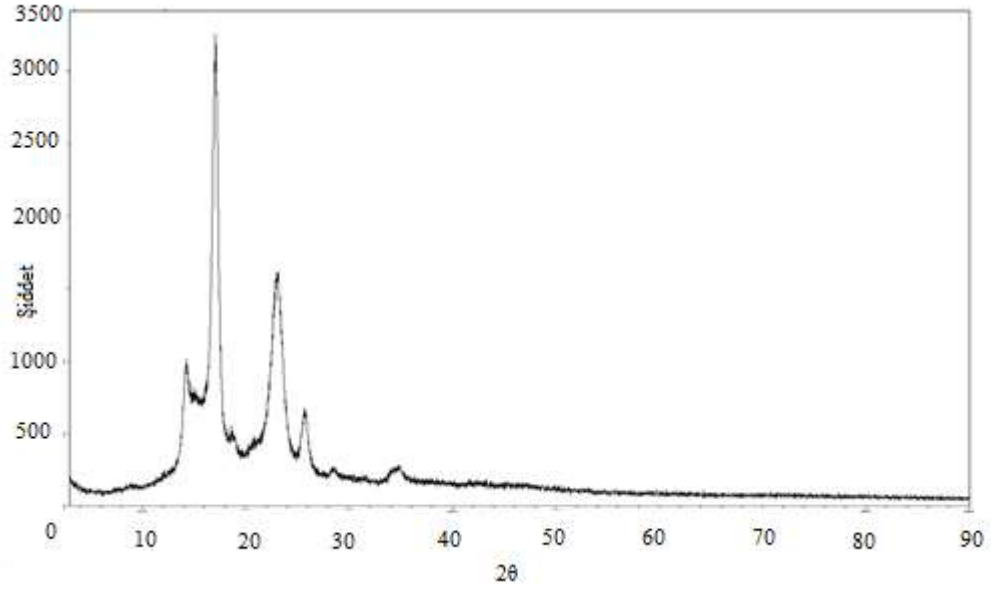
Şekil 3.72 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi



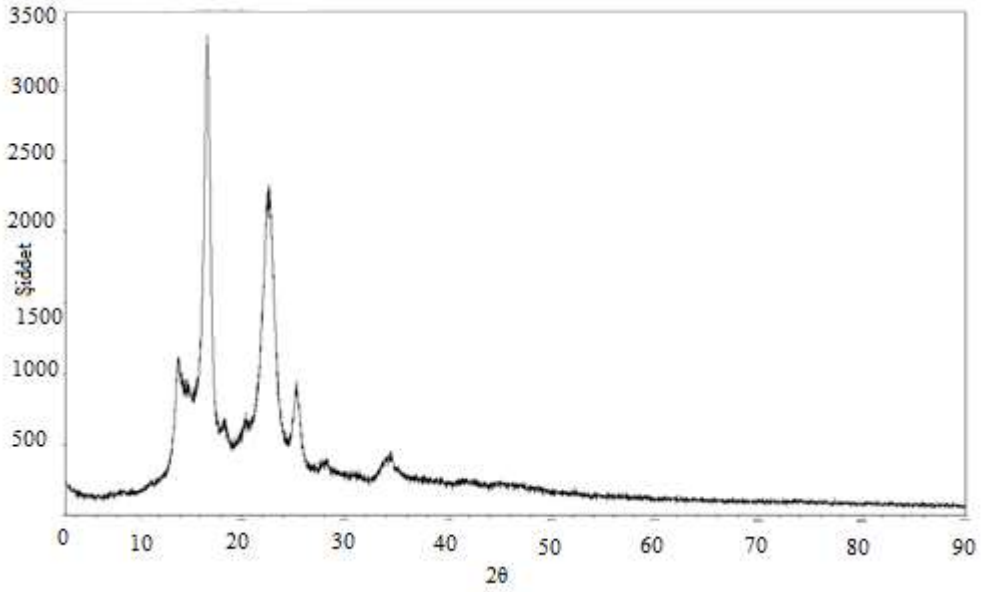
Şekil 3.73 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi



Şekil 3.74 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait XRD analizi



Şekil 3.75 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi



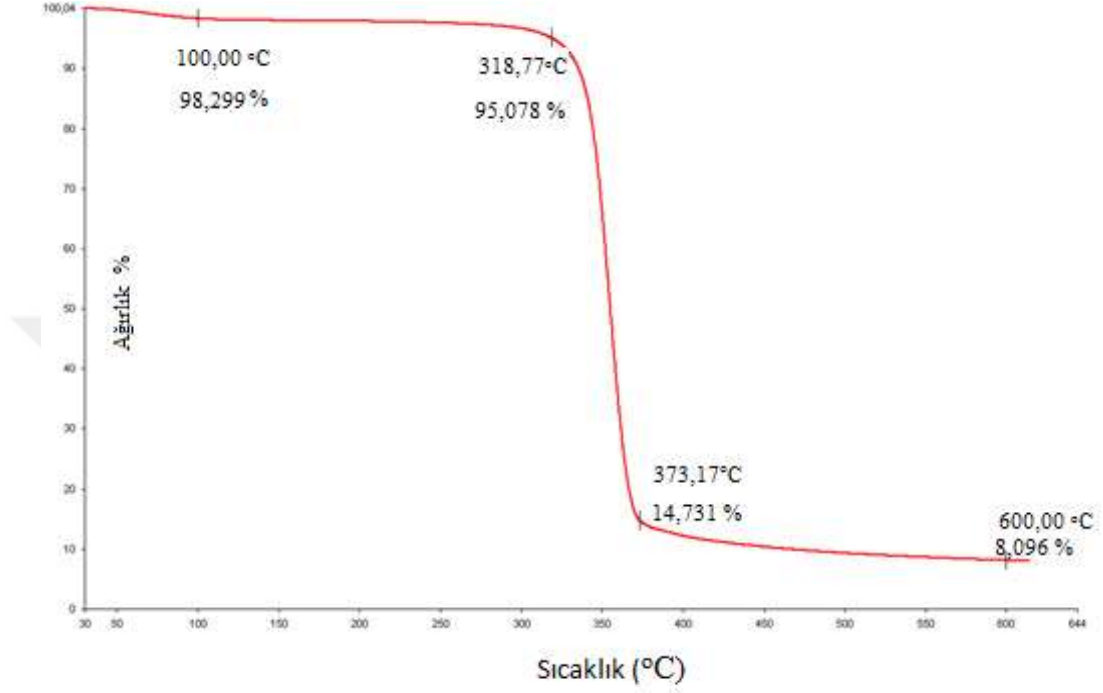
Şekil

3.76 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait XRD analizi

Farklı fiksaj işlemi uygulanan kumaşların aktarılmasında XRD analizleri incelendiğinde beta karotene ait olan keskin pikler hem yıkama öncesinde hem de yıkama sonrasında net şekilde görülmektedir. Ayrıca analizlerde gözlemlenen  $2\theta = 22,6$  pikinin de pamuğa ait olduğu bilinmektedir (Teixeira ve ark 2010).

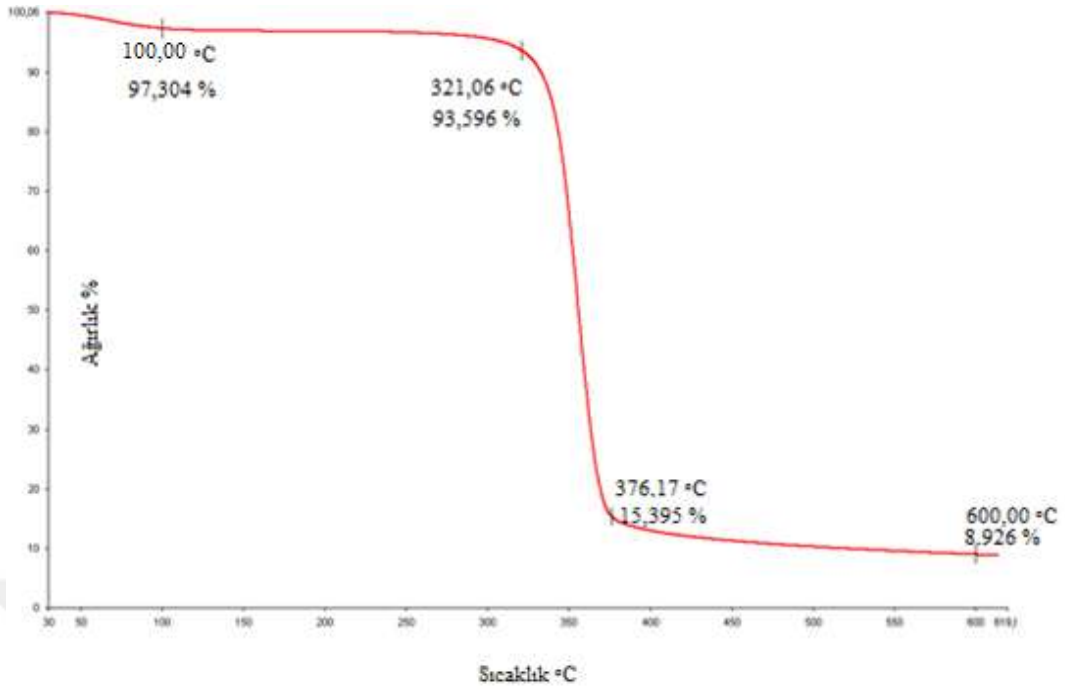
### 3.2.4 TGA (Termo Gravimetrik Analiz) Analizi

Kumaşların termal stabilitesini incelemek amacıyla yapılan TGA analizine ait veriler Şekil 3.77- 3.89 arasında gösterilmektedir.

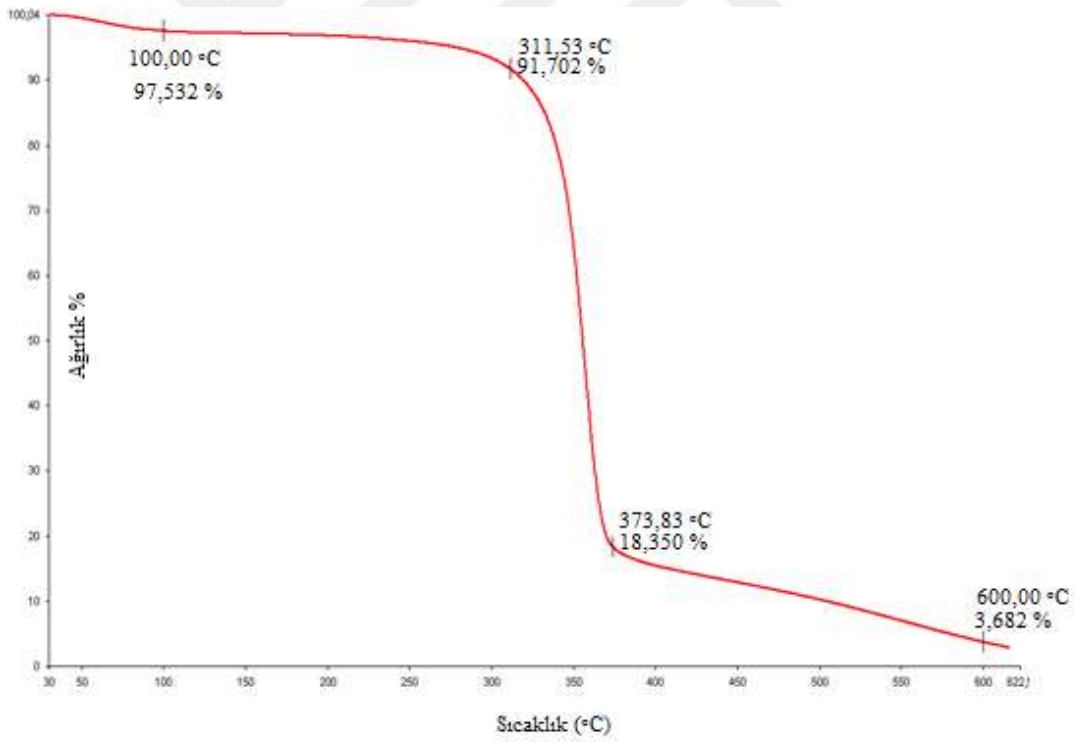


Şekil 3.77 İşlem görmemiş kumaşa ait TGA analizi

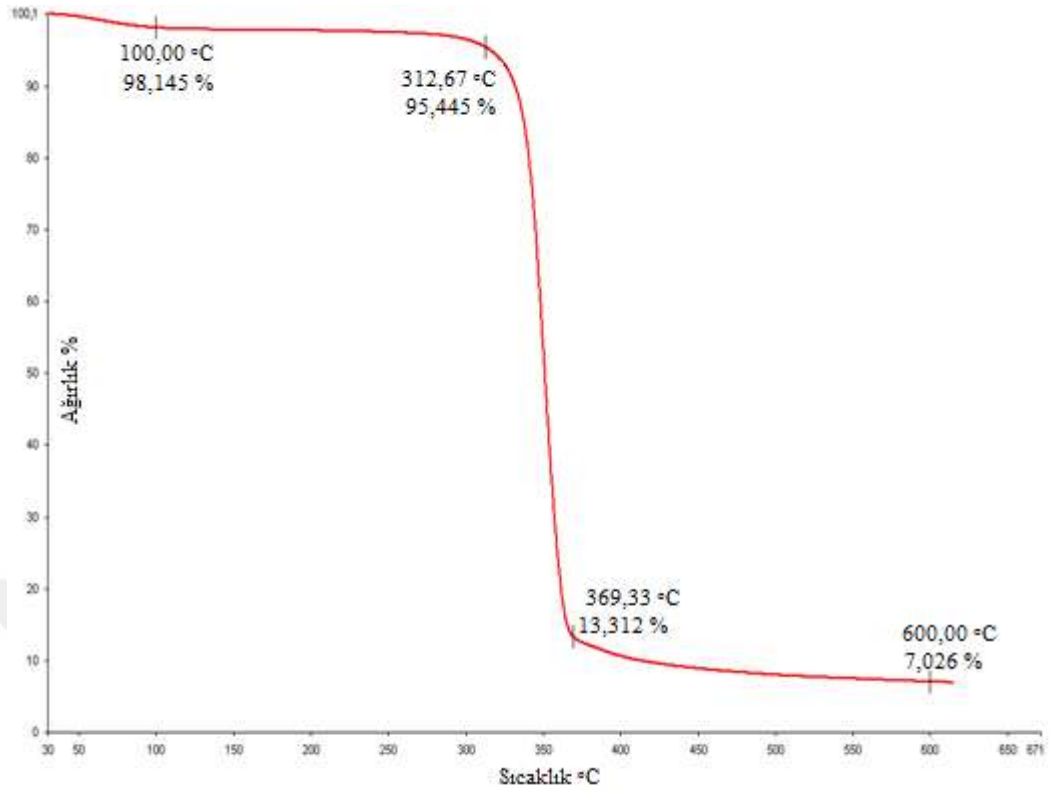




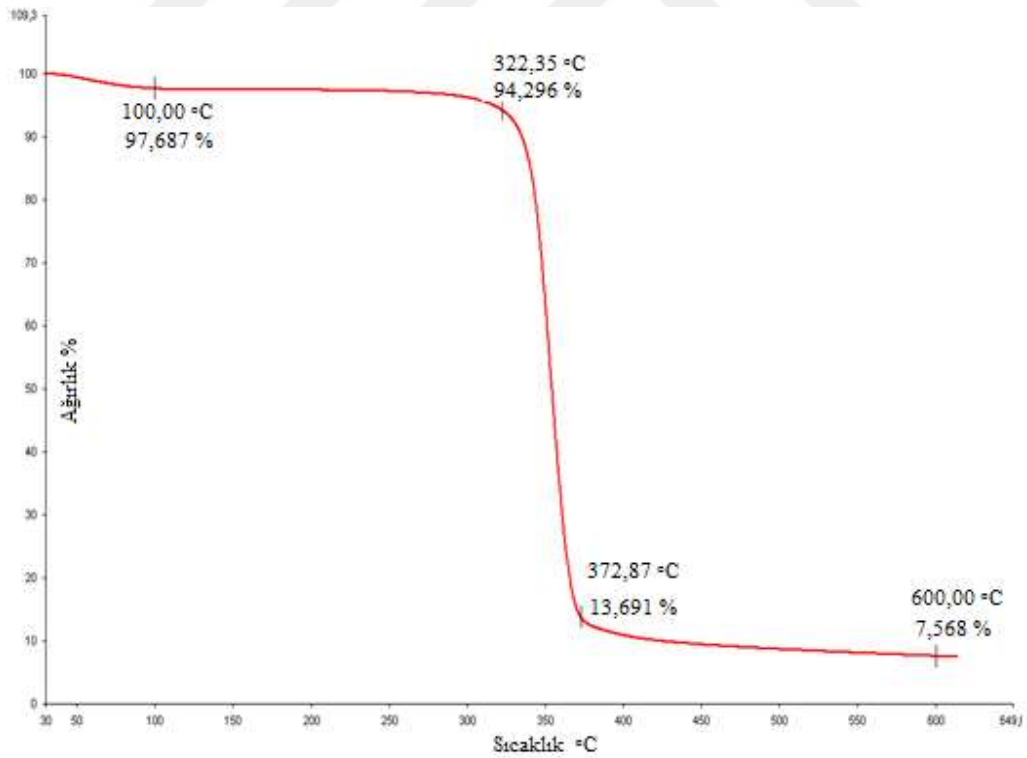
Şekil 3.78 Termal fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi



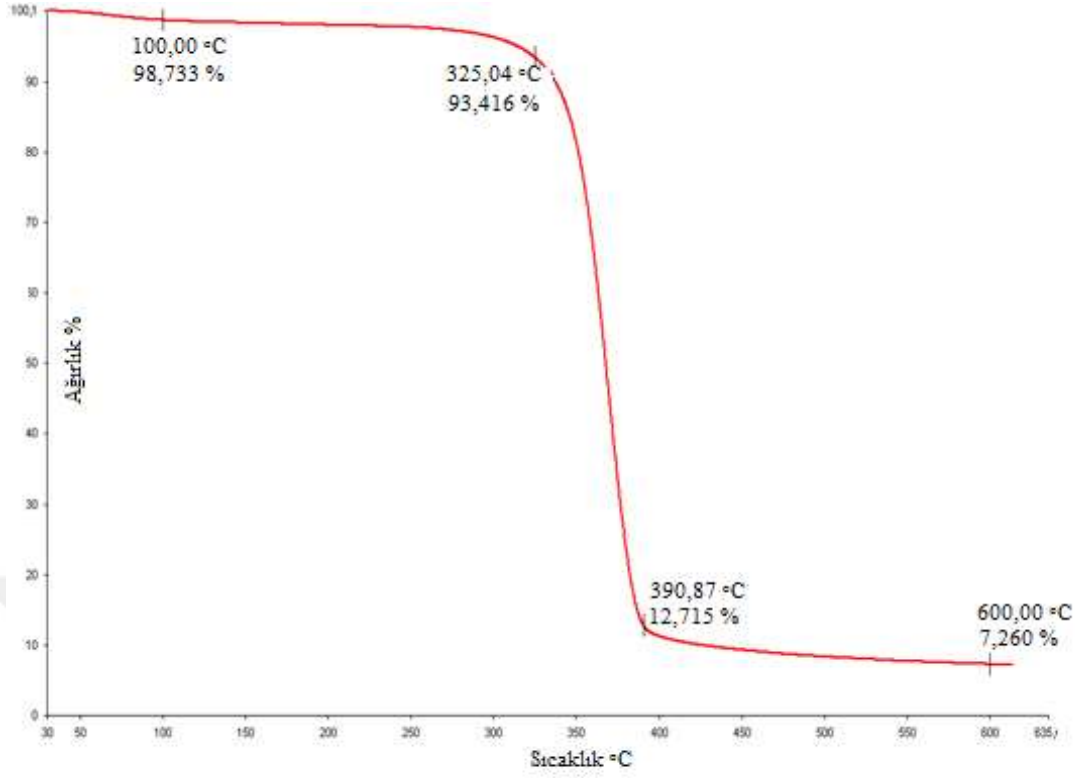
Şekil 3.79 Termal fiksaj uygulanmış 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi



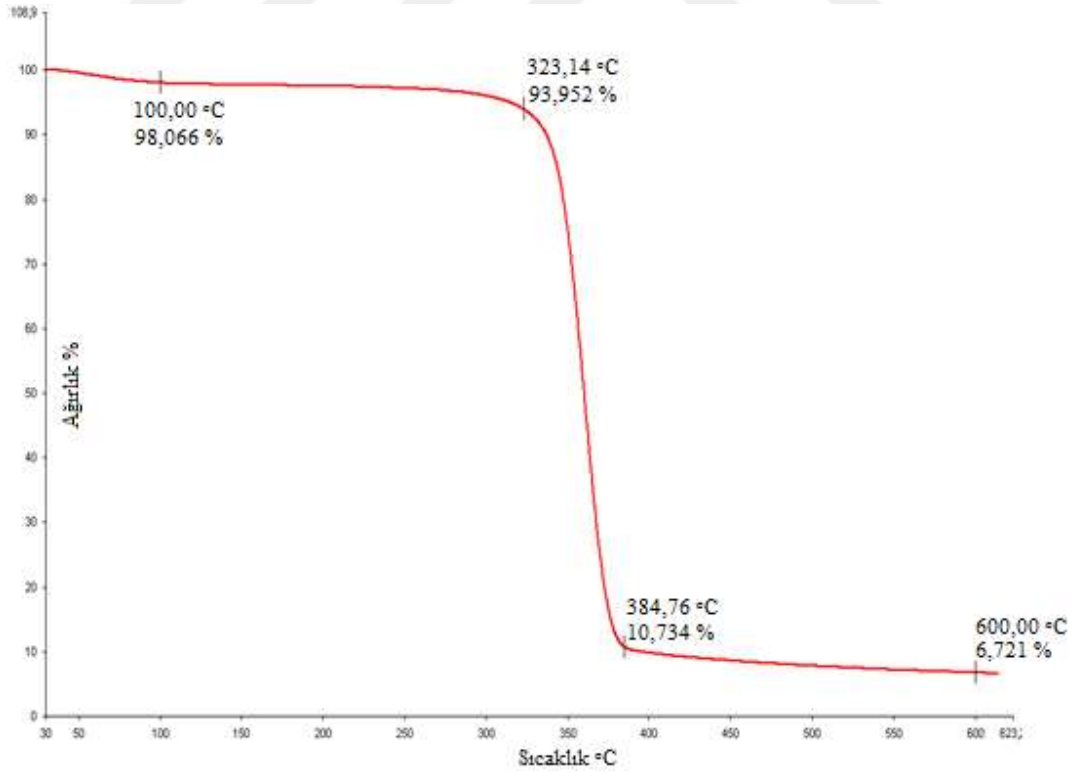
Şekil 3.80 Termal fiksaj uygulanmış 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi



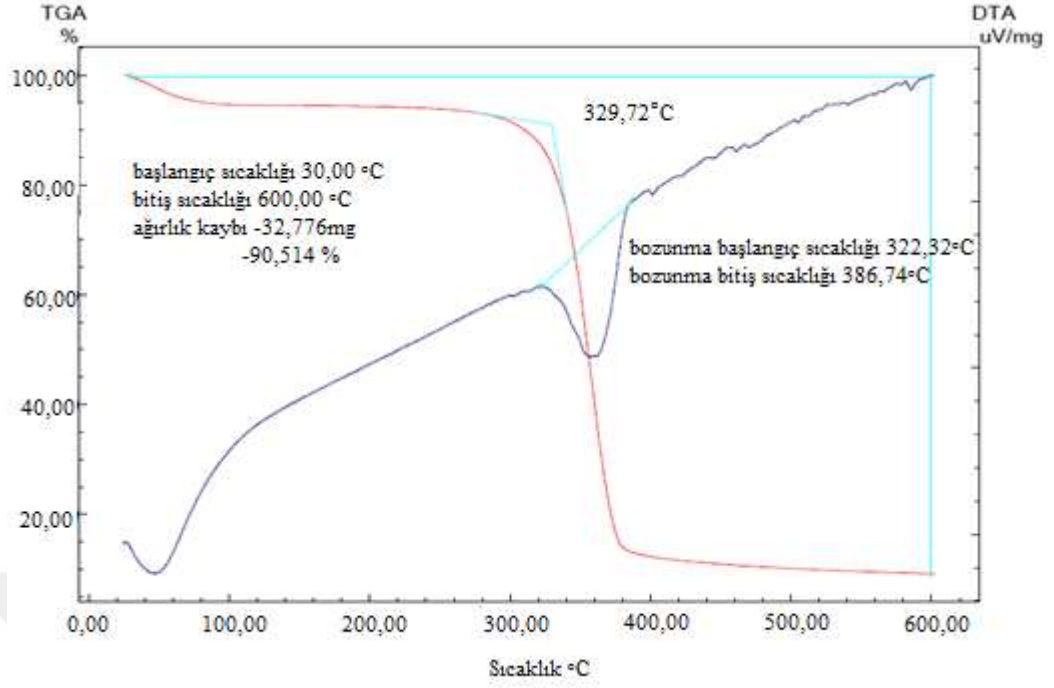
Şekil 3.81 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi



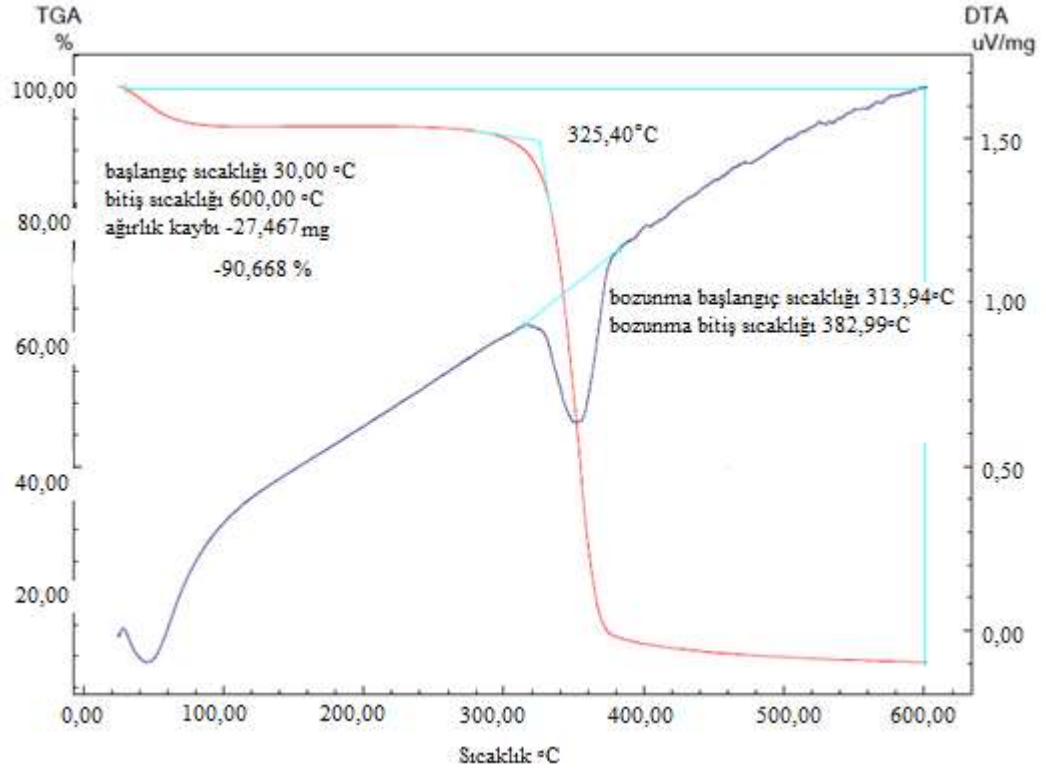
Şekil 3.82 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi



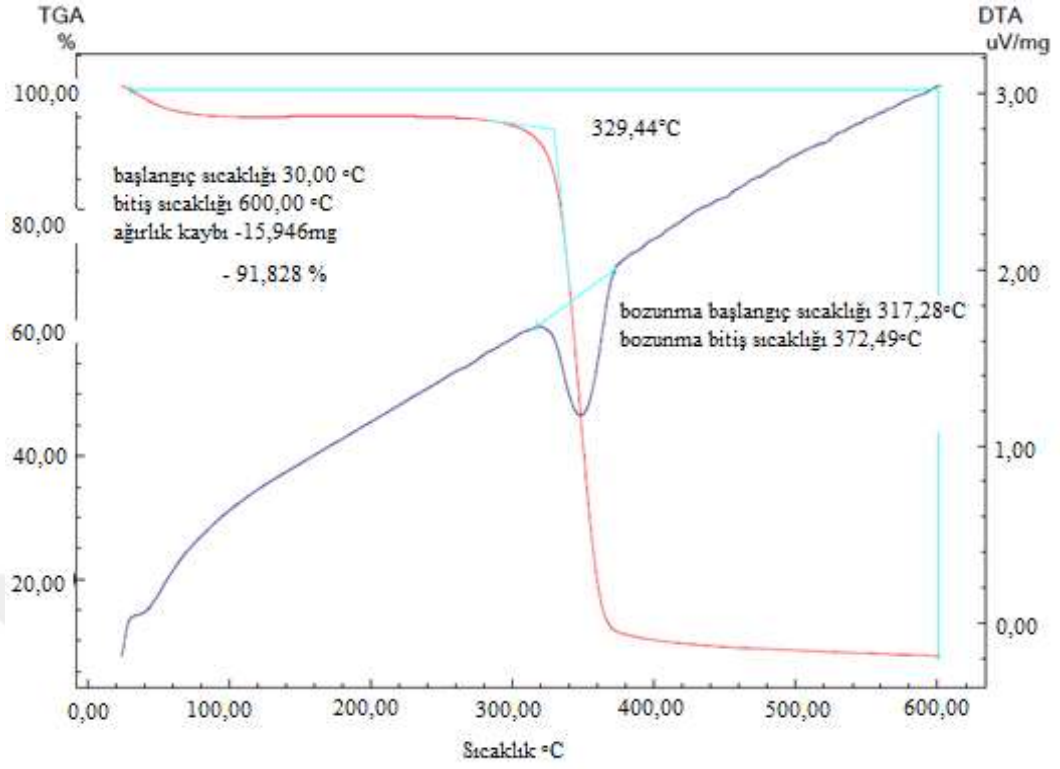
Şekil 3.83 FT1-5dk ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi



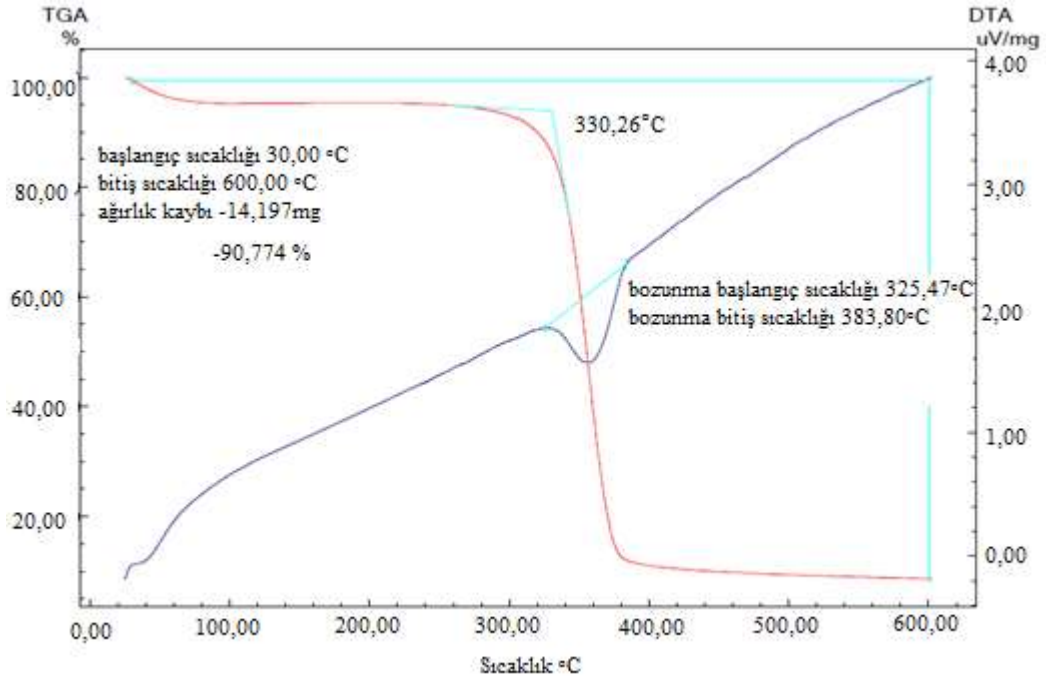
Şekil 3.84 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi



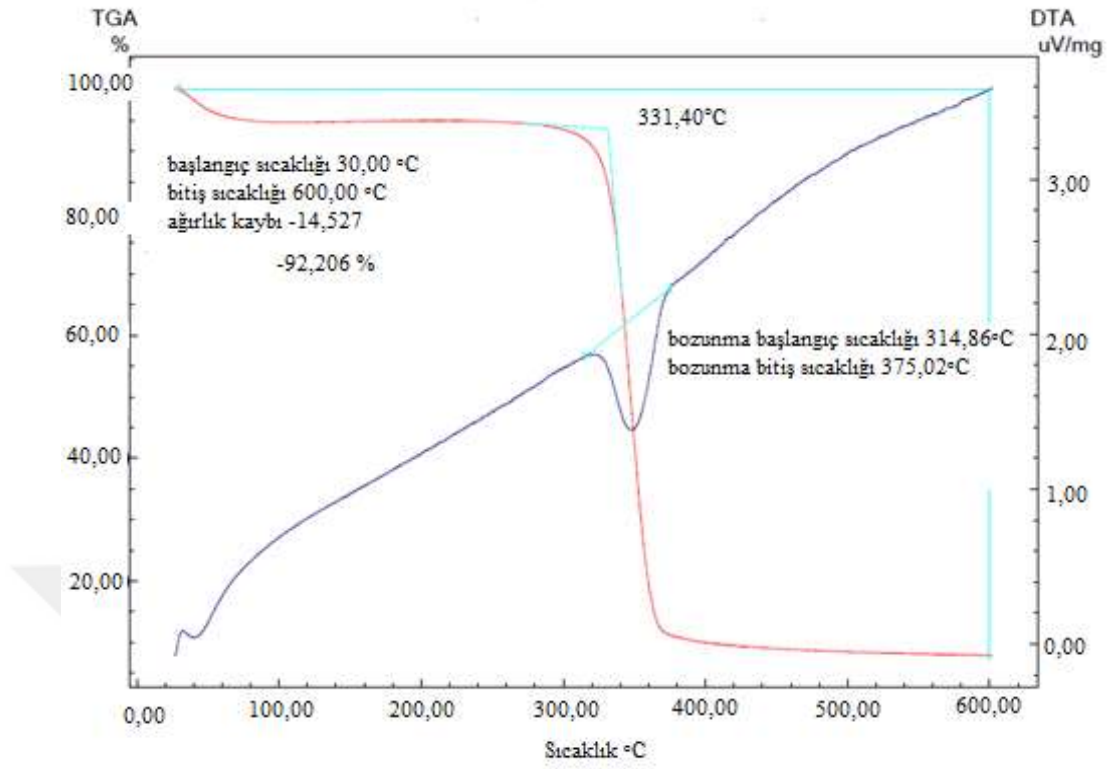
Şekil 3.85 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi



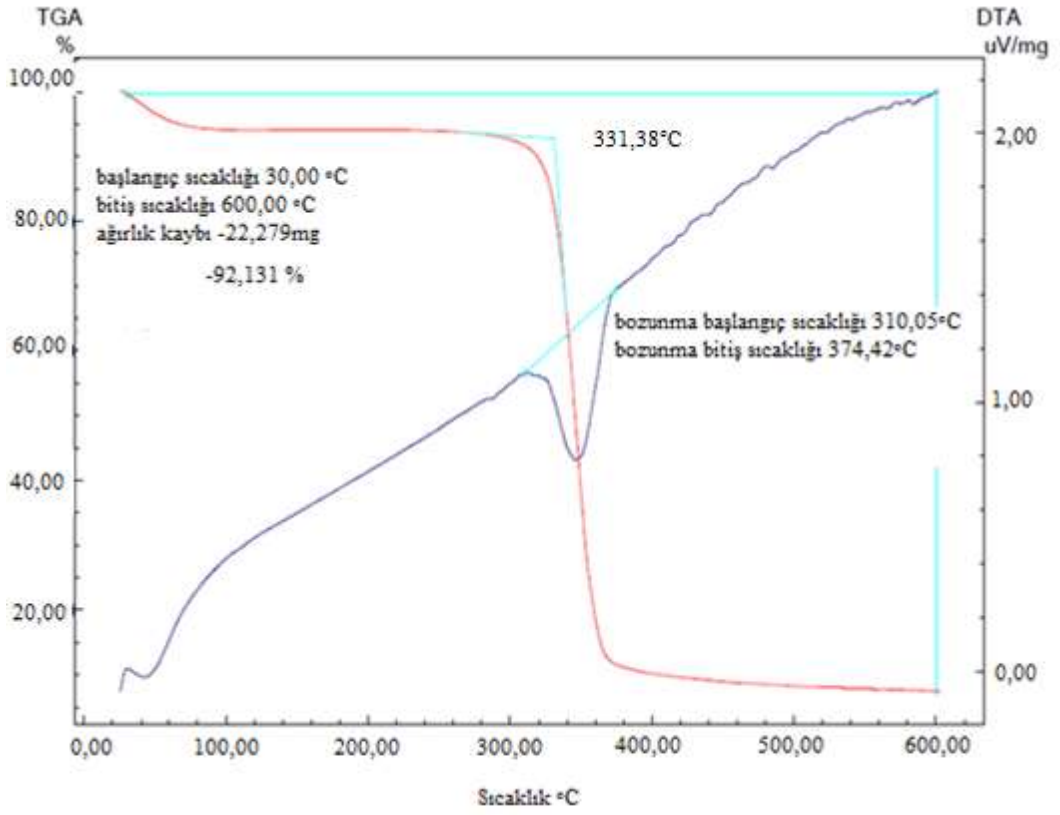
Şekil 3.86 FT2 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi



Şekil 3.87 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış kumaşa ait TGA analizi



Şekil 3.88 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi

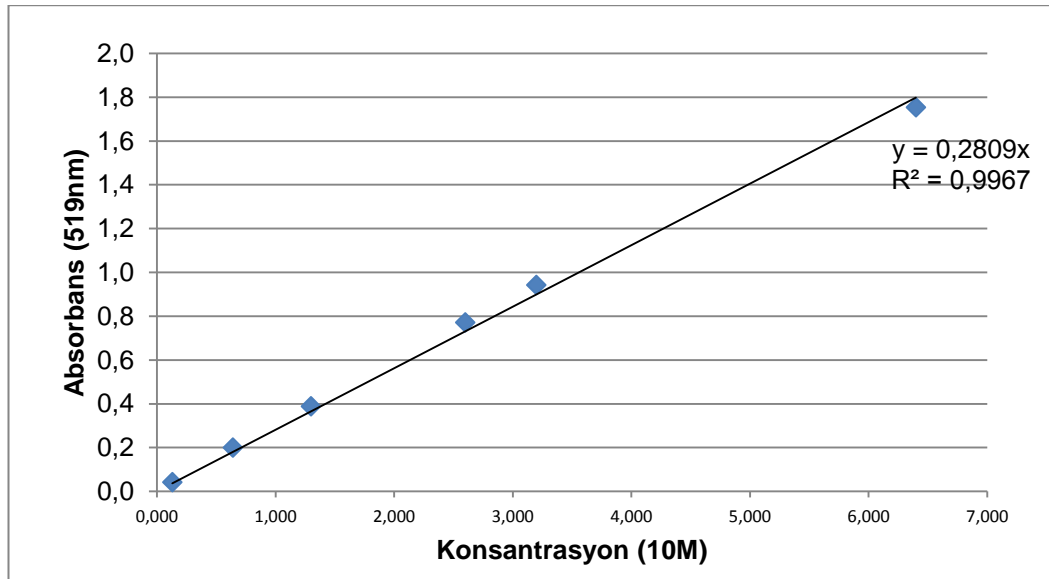


Şekil 3.89 FT3 ile uv fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış kumaşa ait TGA analizi

Beta karoten esaslı mikrokapsül applike edilmiş tekstil materyallerinin TGA analizleri incelendiğinde; bozunma başlangıç sıcaklık değerleri ham kumaş için 318,8°C iken, termal fiksaj için 321,1°C, UV fiksaj için FT1, FT2 ve FT3 başlatıcılarına göre sırasıyla 325°C, 329,7°C ve 330°C dir. Bozunma başlangıç sıcaklık değerleri incelendiğinde FT3 ve FT2 ile yapılmış UV fiksajın kumaşın termal stabilitesinin FT1 ve termal fiksaja oranla daha iyi olduğu görülmektedir.

### 3.2.5 Beta Karotenin Miktar Tayini Çalışmaları

Beta karotenin pH 7,4 tampon çözeltisinde kalibrasyon eğrisinin çıkarılması ve çıkarılan bu eğri ile daha sonra yine pH 7,4 tampon çözeltisinde kumaş üzerinden difüzyon ile beta karoten esaslı kapsüllerin salım miktarını belirlemek için yapılan çalışmada beta karotenin pH 7,4 tampon çözeltisinde salım yapmamasından dolayı  $\lambda$  maksimum' un saptanması için yapılan çalışmalar beta karotenin çözüneni olan etil asetat ile gerçekleştirilmiştir. Bundan sonra salım yerine miktar tayini üzerinden yorumlamalar yapılmıştır. Gerçekleştirilen bu çalışmaya Beta karoten esaslı etil selüloz kapsüllerinin etil asetat içerisindeki standart kalibrasyon eğrisi Şekil 3.90 da gösterilmektedir.



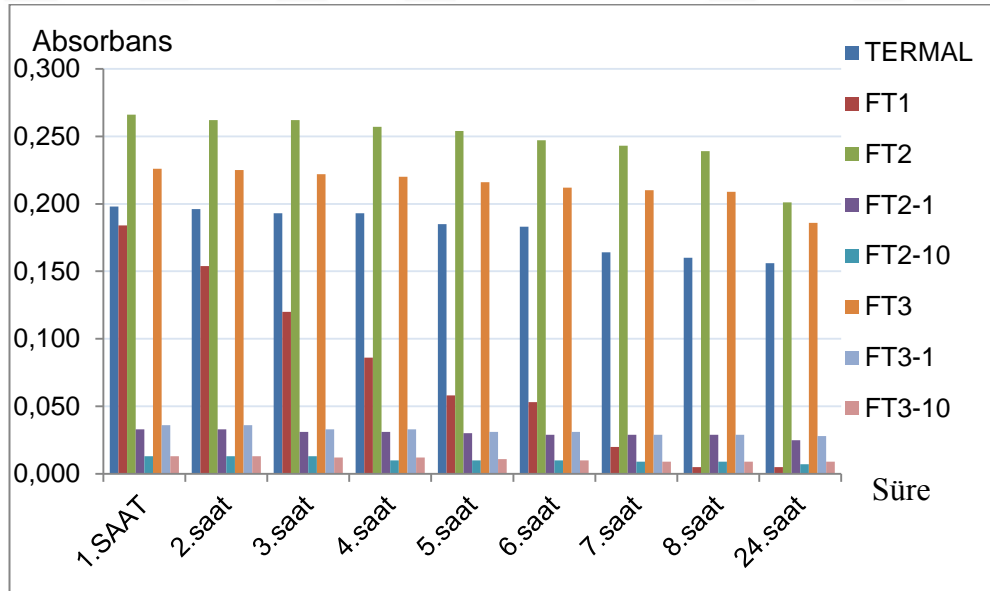
Şekil 3.90 Beta karoten esaslı etil selüloz kapsüllerinin etil asetat içerisindeki standart kalibrasyon eğrisi

Bu standart eğriye göre  $y: 0,2809x$  denklemi elde edilmiştir. Burada  $y$ ; absorbans ve  $x$ ; konsantrasyon ve  $r^2: 0,9967$  olarak tespit edilmiştir.

Tablo 3.1 İşlem görmüş kumaşlara ait beta karoten konsantrasyon değerleri

Termal fiksaj	FT1 UV fiksaj 5 dk	FT1 UV fiksaj 5 dk ön yüz 5 dk arka yüz	FT2 UV Fiksaj	FT3 UV Fiksaj
$0,7 \times 10^{-4} M$	$0,65 \times 10^{-4} M$	$0,78 \times 10^{-4} M$	$0,94 \times 10^{-4} M$	$0,8 \times 10^{-4} M$

Tablo 3.1 deki kumaşlara ait olan beta karoten konsantrasyon miktarlarına bakıldığında; termal fiksaj ile işlem görmüş kumaş üzerindeki beta karoten konsantrasyonunun FT1 ile 5 dk işlem görmüş olan kumaşın beta karoten konsantrasyonundan daha iyi olduğu, kumaşlara uygulanan UV fiksaj işleminin kumaşın hem ön yüzüne hem de arka yüzüne UV fiksaj yapılması ile birlikte konsantrasyon miktarlarının yükseldiği görülmüştür.



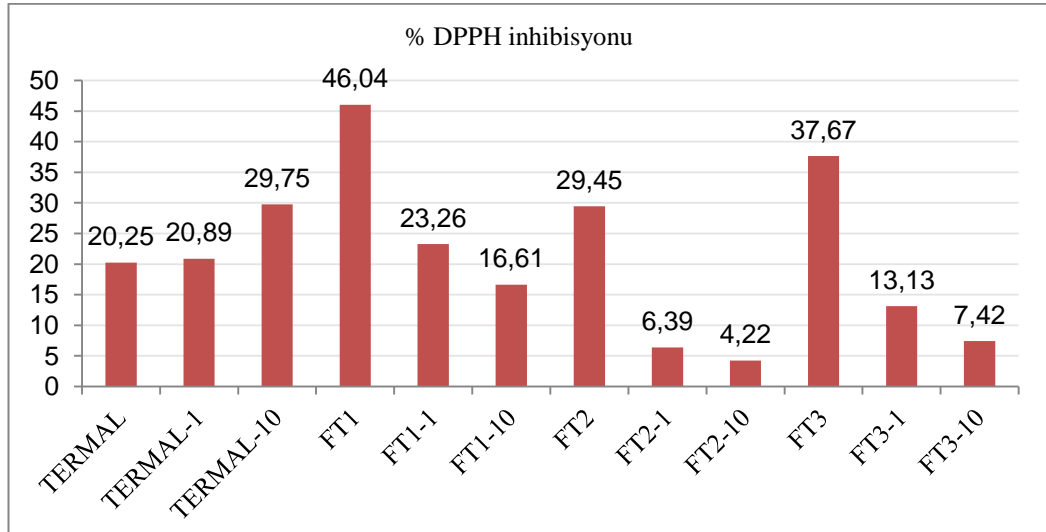
Şekil 3.91 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşların 24 saat boyunca absorbans değerlerindeki değişim



Kumaşlara farklı işlemler ile fikse edilmiş beta karoten esaslı kapsüllerin etil asetat çözeltisindeki miktarları bir günlük periyotta analiz edildiğinde işlem tipine ve yıkama etkisine bakılmaksızın 1. saatte maksimum çözünürlüğü gösterdiği ve bu çözünme miktarının saatler ilerledikçe azaldığı belirlenmiştir (Şekil 3.91). En yüksek çözünme değerlerine sırasıyla FT2, FT3, Termal fiksajın sahip olduğu görülmektedir. Buna ek olarak bu çözünme miktarının azalmasının sebebi olarak beta karotenin ışığa karşı hassas olduğu ve UV fiksaj işlemlerinde fotobaşlatıcı miktarının UV fiksaj süresi boyunca tam olarak tüketilemeyerek beta karotenin yapısını bozduğu ve çözünme miktarındaki seviyenin azalmasında negatif yönde bir etki meydana getirdiği düşünülmektedir.

### 3.2.6 Antioksidan Etkinlik Analizi

Farklı fiksaj yöntemleri ile mikrokapsül bağlanan kumaşlar üzerine yapılan antioksidan etkinlik analizinde elde edilen sonuçlar Şekil 3.92’de yer almaktadır. Antioksidan testinde örneklerden tam olarak 50 mg tartılmış ve 0.5 ml metanolde çözülüp üzerine 1 ml DPPH çözeltisi ilave edilip karanlıkta 30 dak. ara sıra çalkalanarak bekletilmiş ve 517 nm de absorbansı ölçülmüştür.

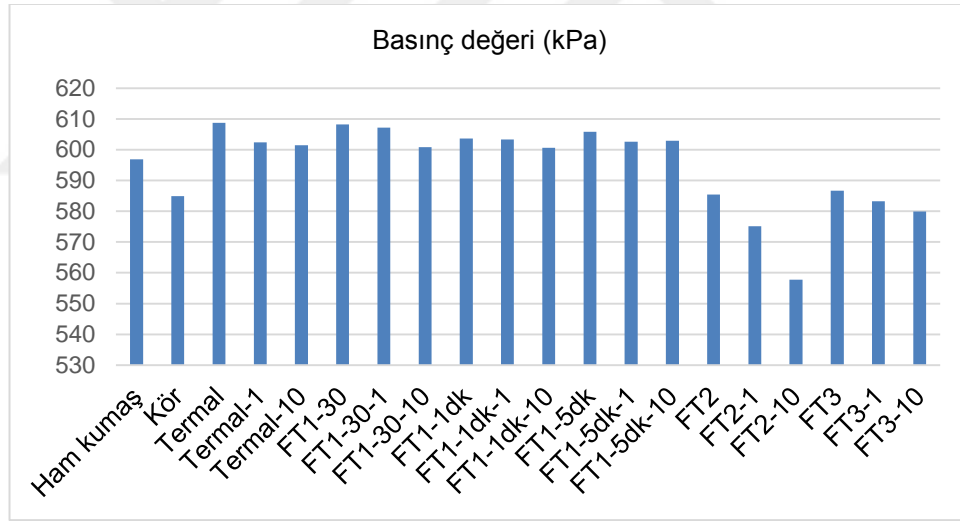


Şekil 3.92 Farklı fiksaj işlemleri uygulanmış mikrokapsüllü kumaşlara ait antioksidan etkinlik analizleri

Antioksidan analizleri incelendiğinde UV fiksaj yönteminin termal fiksaj yöntemine göre daha iyi sonuçlar verdiği, ancak yıkama ile bu etkinin azaldığı tespit edilmiştir.

### 3.2.7 Patlama Mukavemeti Sonuçları

Patlama mukavemeti analizlerinde elde edilen veriler Şekil 3.93 gösterilmektedir. Termal fiksaj ve FT1 ile UV fiksaj yapılan kumaşların ve bu kumaşların yıkama yapılmış formlarının patlama mukavemeti değerlerinin ham kumaş patlama mukavemetine göre daha yüksek olduğu, FT2 ve FT3 ile yapılan UV fiksaj işlemleri ve yıkama yapılmış kumaşların patlama mukavemetinin ise düştüğü gözlenmiştir. Bu mukavemet değerlerindeki düşüşün ise FT2 ve FT3 ile yapılan işlemin kumaşların çift yüzüne yapılan UV fiksajdan kaynaklandığı düşünülmektedir.

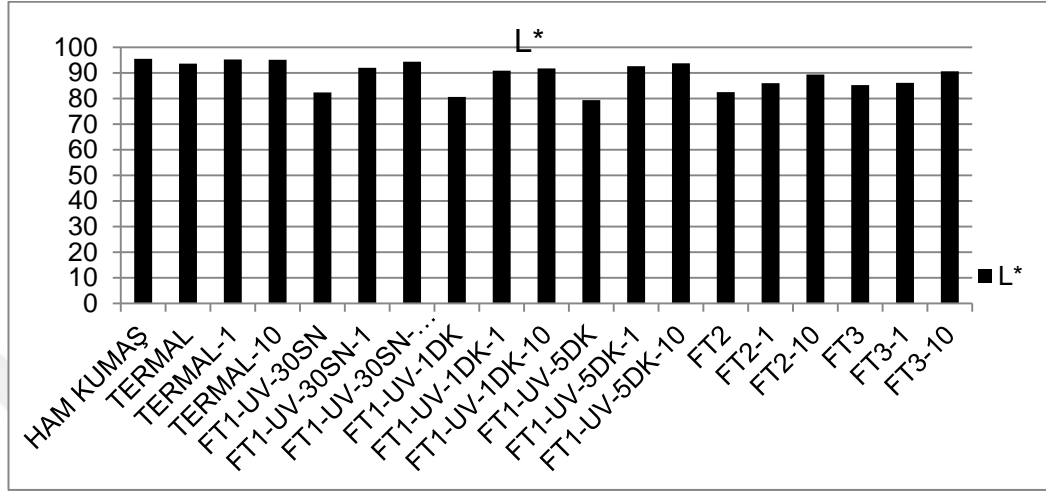


Şekil 3.93 Farklı fiksaj işlemleri uygulanmış kumaşlar ve bu kumaşların 1 ve 10 yıkama sonrasına ait patlama mukavemeti değerleri.

### 3.2.8 Renk Ölçüm Değerleri

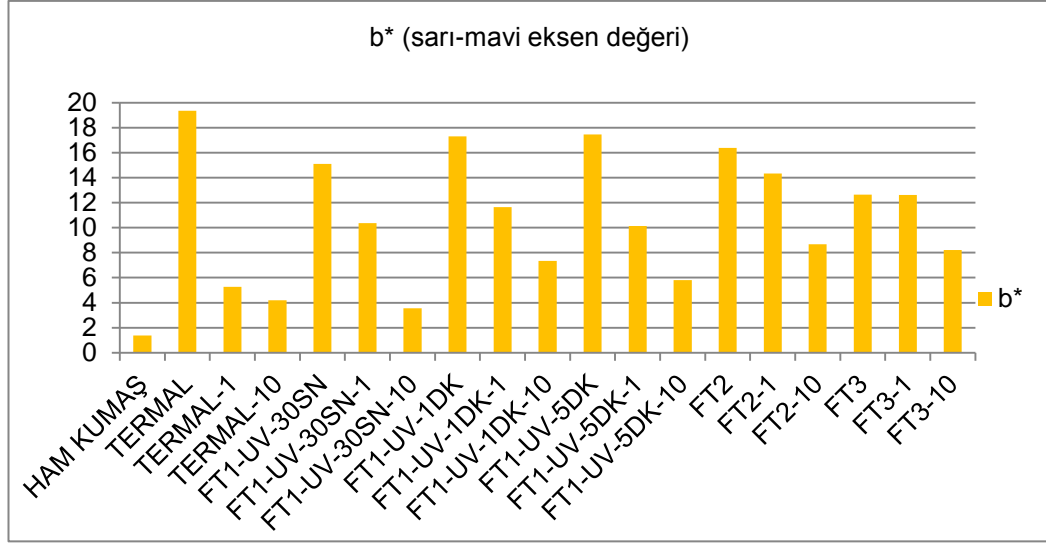
Farklı fiksaj yöntemleri kullanılan kumaşlara ait renk ölçüm değerleri Şekil 3.94-3.95 de verilmiştir. Beta karoten esaslı mikrokapsül emdirilmiş kumaşların CIELAB değerleri incelendiğinde L\* (açıklık değerlerinin) değerinin termal fiksaj işlemi uygulanmış kumaş üzerinde en yüksek olduğu ve UV fiksaj işlemi görmüş kumaşlar

içerisinde ise en yüksek L\* değerine FT3 ün sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca 1 ve 10 yıkama yapılmış kumaşların fiksaj işlemi tiplerine bakmaksızın L\* değerlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 3.94 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşlara ait L\* (açıklık) değerleri

Termal ve UV fiksaj işlemi uygulanmış kumaşlar üzerinde yapılan renk ölçümü değerlendirmesinde b\* değerleri incelendiğinde; termal fiksaj yapılmış beta karoten mikrokapsülleri içeren kumaşın b\* değerinin UV fiksaj işlemi uygulanmış FT1-UV-30sn, FT1-UV-1dk, FT1-UV-5dk, FT2, FT3 kumaşlarından daha yüksek bir b\* değerine sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bu veriler ışığında ayrıca, UV fiksaj uygulanmış kumaşların b\* değerleri termal fiksaj işlemi uygulanmış kumaşın b\* değerine bakılmaksızın incelendiğinde; FT1-UV-5dk ile işlem görmüş kumaşın b\* değerinin daha yüksek olduğu ve bu b\* değerlerinin FT1-UV-5dk>FT1-UV-1dk>FT2>FT1-UV-30sn>FT3 şeklinde olduğu saptanmış olup kumaşların 1 ve 10 yıkama sonrasındaki b\* değerlerinin ise yıkama sayısına bağlı olarak düştüğünü gözlemlenmiştir.

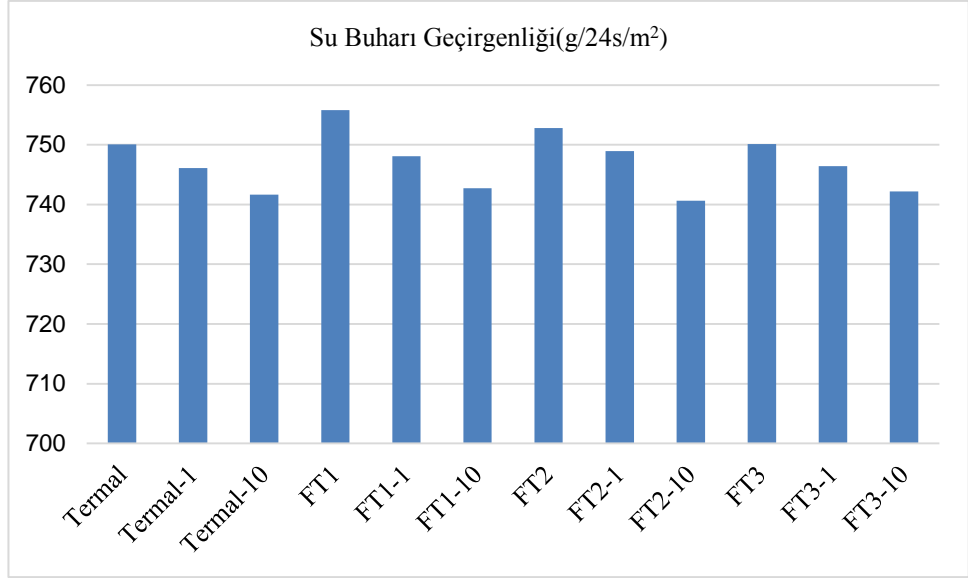


Şekil 3.95 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşlara ait b\* (sarılık) değerleri

### 3.2.9 Su Buharı Geçirgenliği

Su buharı geçirgenliği testinde elde edilen sonuçlar Şekil 3.96 da verilmiştir.

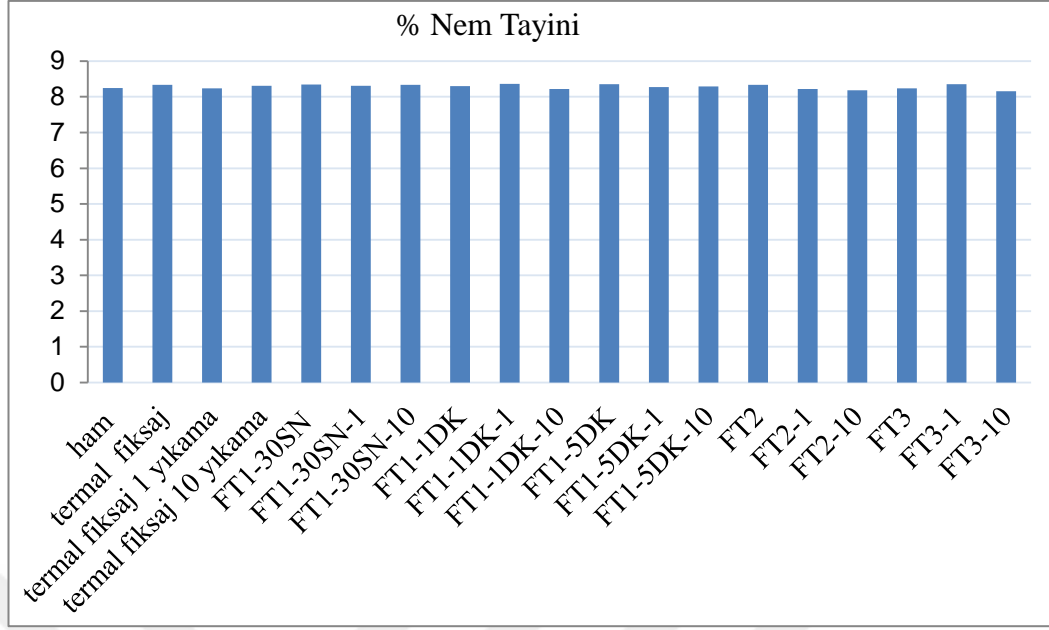
Buna göre, termal ve UV fiksaj işlemi uygulanmış kumaşların su buharı geçirgenliği tayininde işlem görmüş kumaşların su buharı geçirgenliğinin 1 ve 10 yıkama yapılmış kumaşların su buharı geçirgenliğinden fazla olduğu anlaşılmaktadır. Bu durumun ise kapsüllerden kaynaklanan bir durum olmadığı, yıkama ile liflerin birbirine yaklaşmasından dolayı kumaş gözenekliliğinin azalmasından meydana geldiği düşünülmektedir (Gün, 2014).



Şekil 3.96 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşların su buharı geçirgenliğine ait veriler

### 3.2.10 Nem Tayini Sonuçları

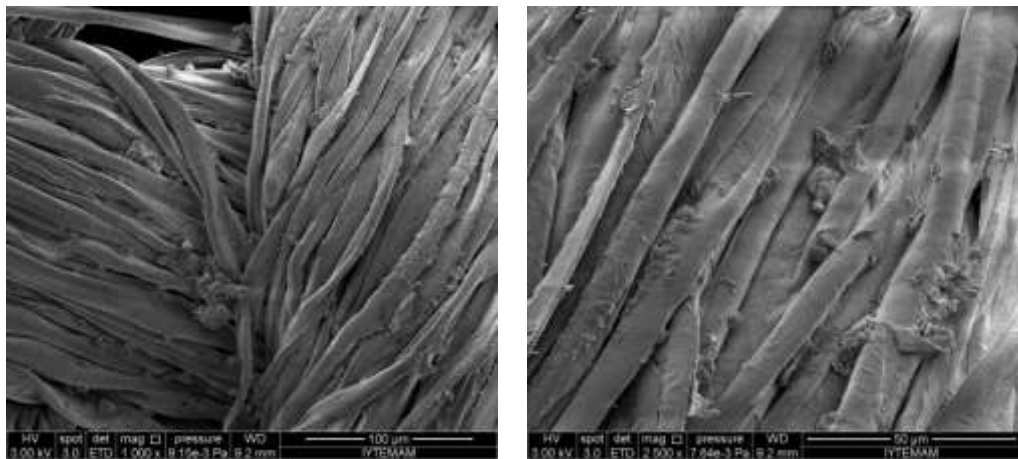
Etil selüloz kapsülleri içeren kumaşların farklı fiksaj yöntemleriyle kumaş üzerindeki nem oranının değişip değişmediği belirlemek amacıyla yapılan nem tayini analizinde; kumaş üzerindeki nem oranlarının normal pamuklu kumaşın ortalama nem oranlarında olduğu belirlenmiştir. Şekil 3.97’de farklı fiksaj ve yıkama uygulamalarının ardından kumaşların nem oranları verilmiştir. Örneklerin nem oranları incelendiğinde ne fiksaj tiplerinin ne de mikrokapsüllerin kumaş üzerindeki nem miktarlarına arasında büyük bir değişiklik yapmadığı anlaşılmaktadır.



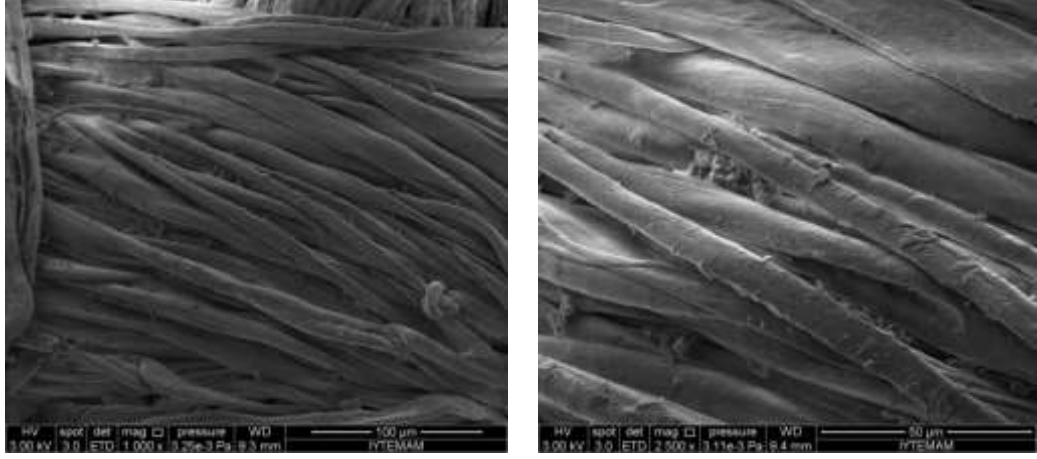
Şekil 3.97 Farklı fiksaj işlemi uygulanmış kumaşların % nem tayini değerlerine ait veriler

### 3.2.11 Sürtme Sonrası SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analiz Sonuçları

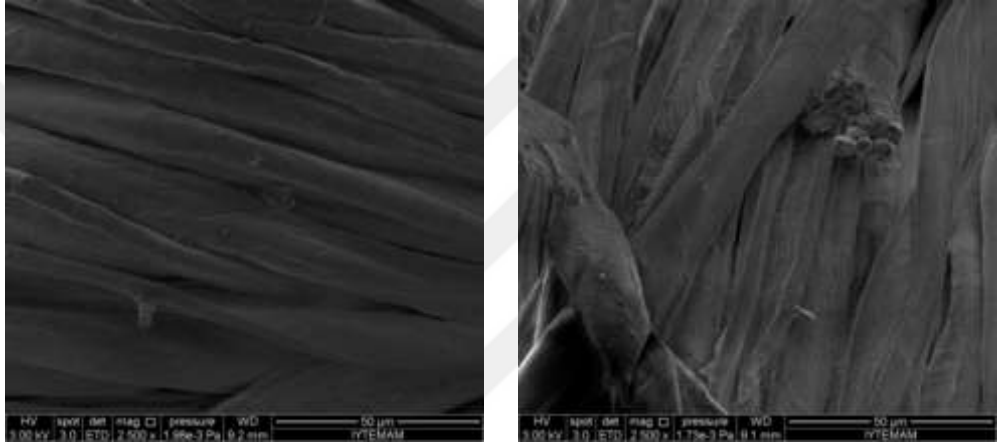
Beta karoten esaslı mikrokapsül emdirilmiş kumaşların yıkama öncesi ve sırasıyla 1 ve 10 yıkama sonrası sürtme haslıkları yapılmış, sürtme kumaşlarının üzerindeki mikrokapsüllerin deformasyonunu ve varlığı görmek amacıyla SEM analizi yapılmıştır.



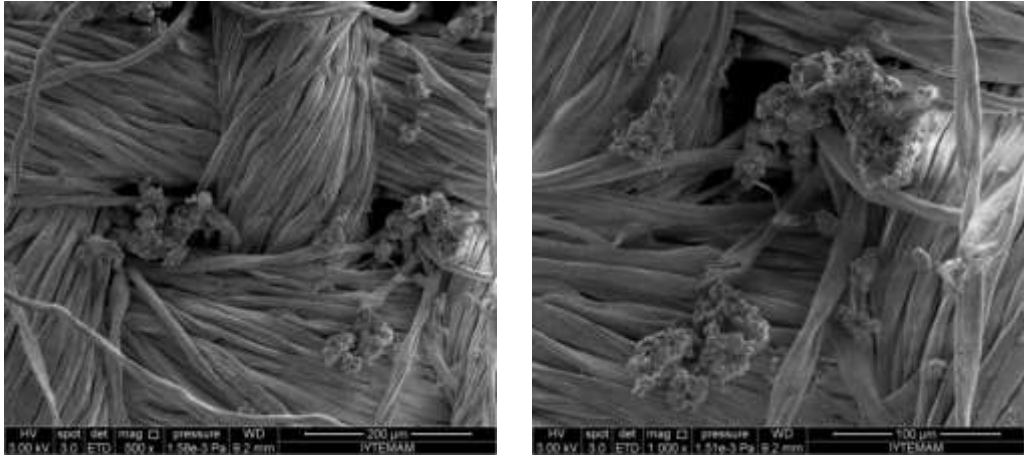
Şekil 3.98 Termal fiksajın kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



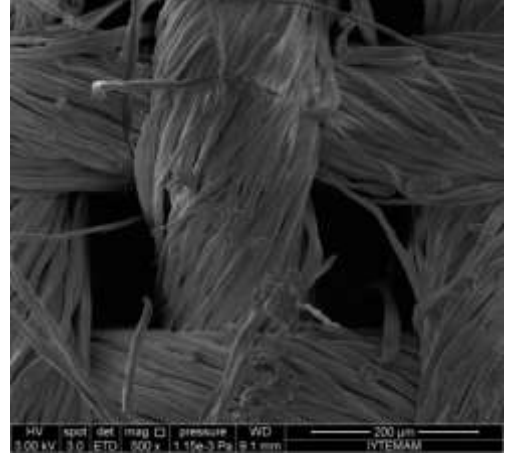
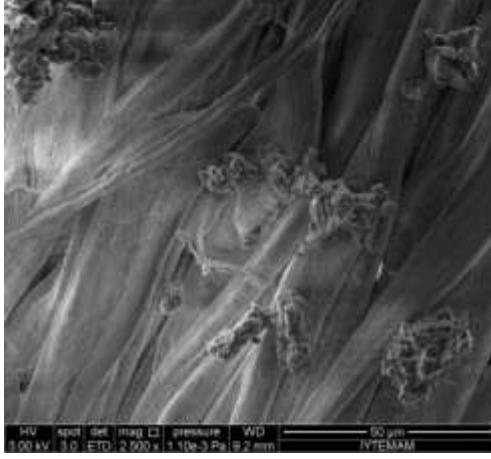
Şekil 3.99 Termal fiksajın 1 yıkama sonrası kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



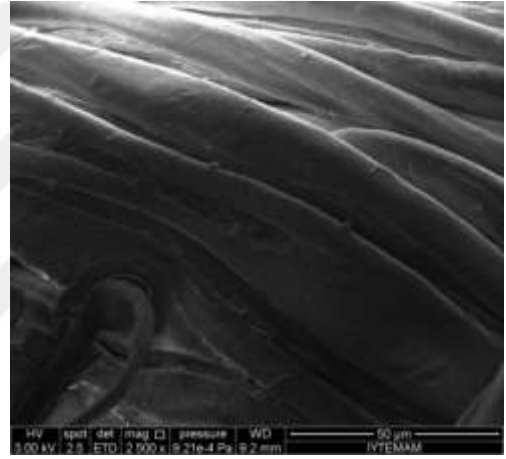
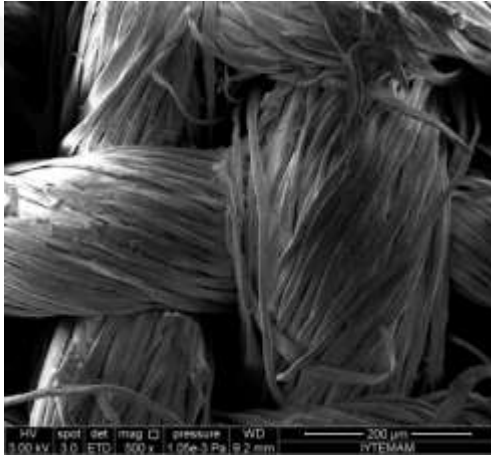
Şekil 3.100 Termal fiksajın 10 yıkama sonrası kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



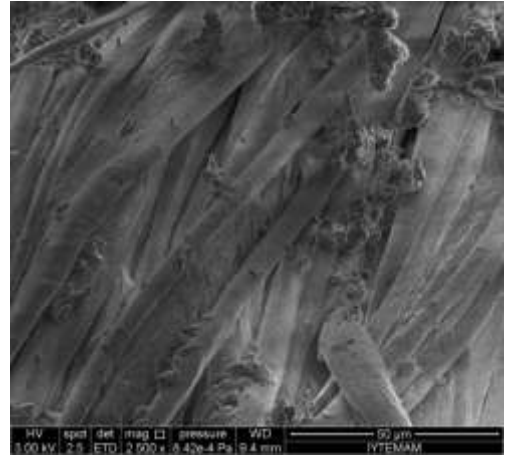
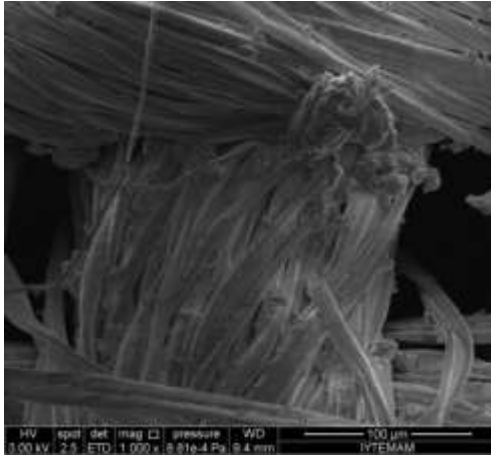
Şekil 3.101 FT1-30 sn.nin kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



Şekil 3.102 FT1-30sn-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri

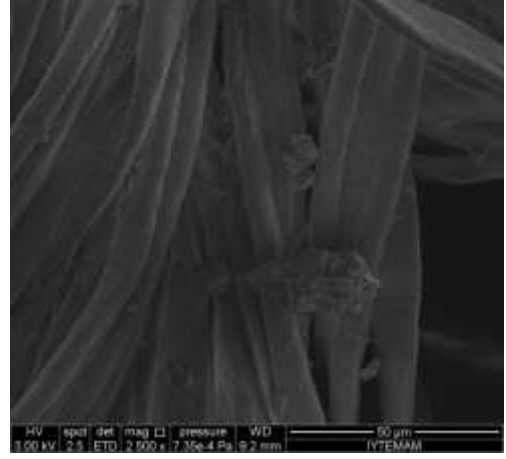
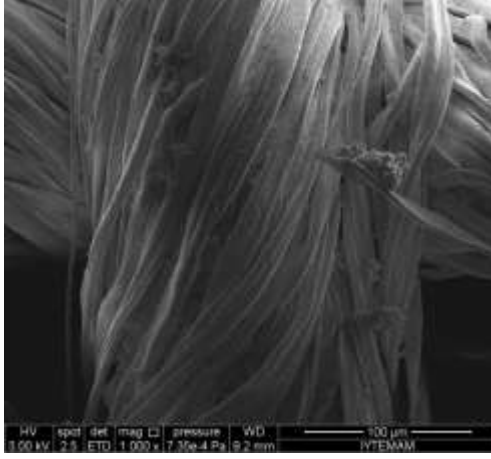


Şekil 3.103 FT1-30sn-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri

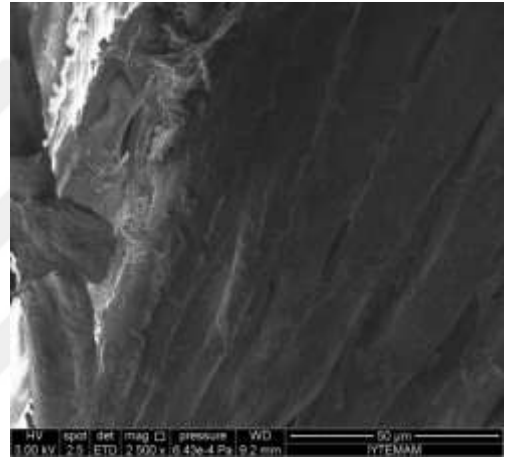
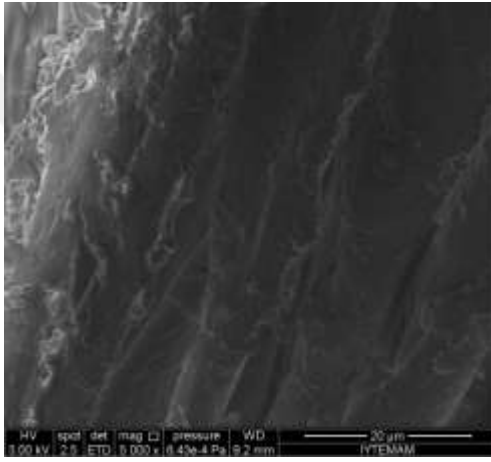


Şekil 3.104 FT1-1dk.nın kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri

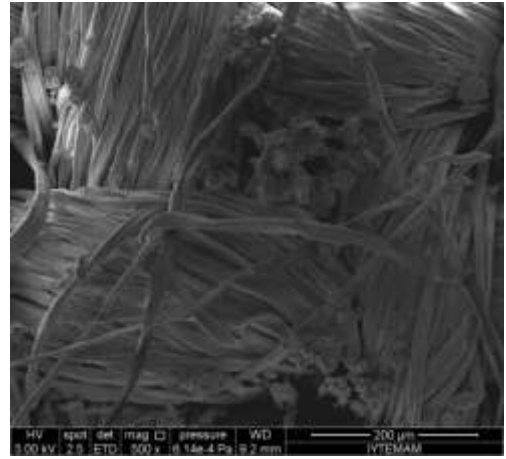
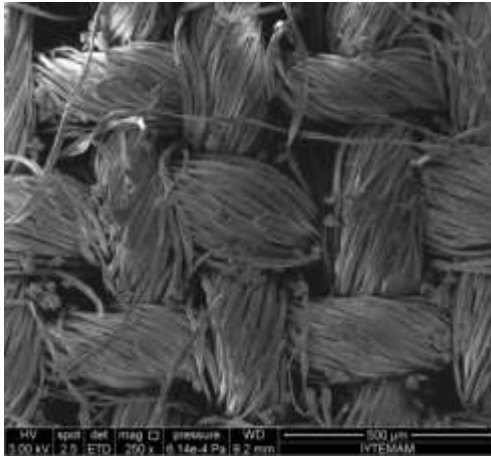




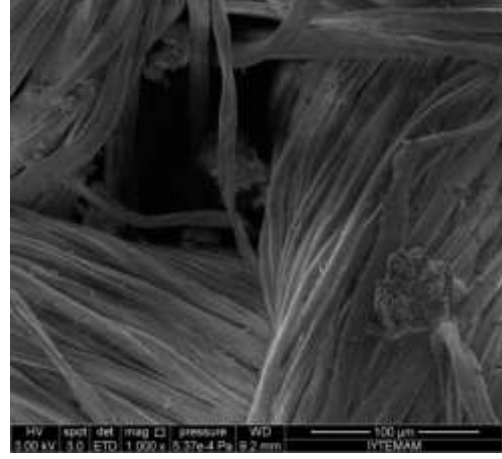
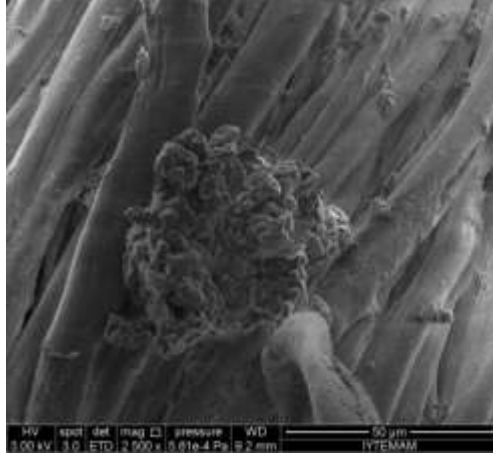
Şekil 3.105 FT1-1dk-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



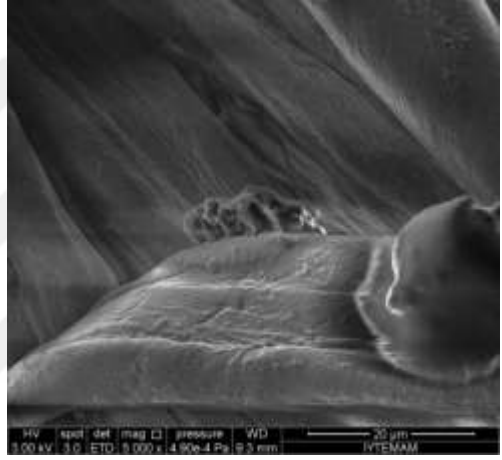
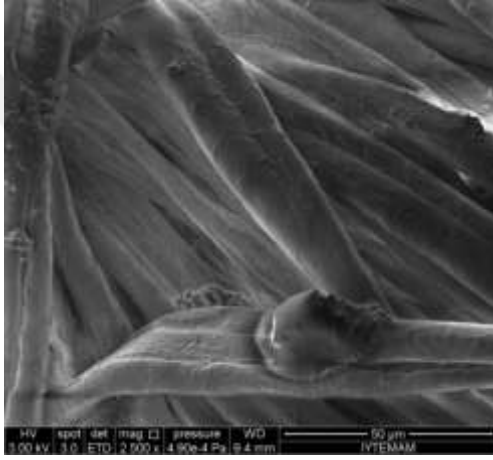
Şekil 3.106 FT1-1dk-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



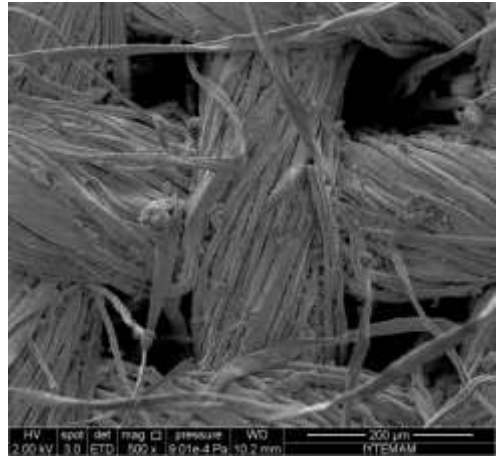
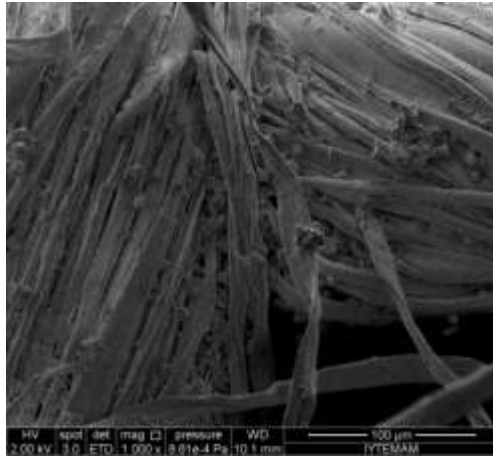
Şekil 3.107 FT1-5dk.nın kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



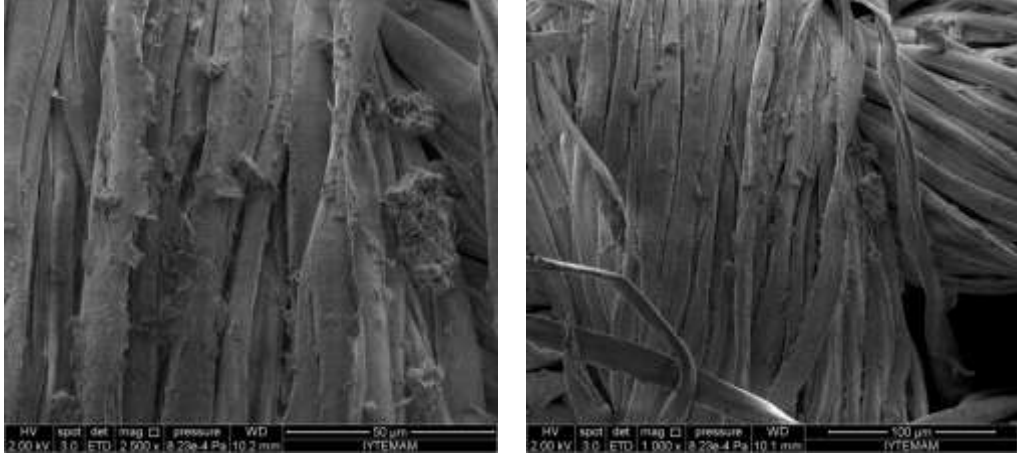
Şekil 3.108 FT1-5dk-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



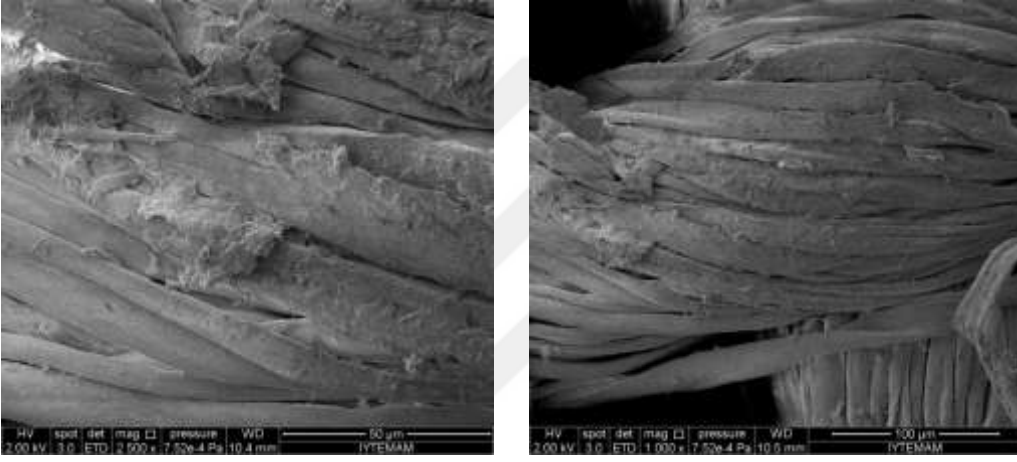
Şekil 3.109 FT1-5dk-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



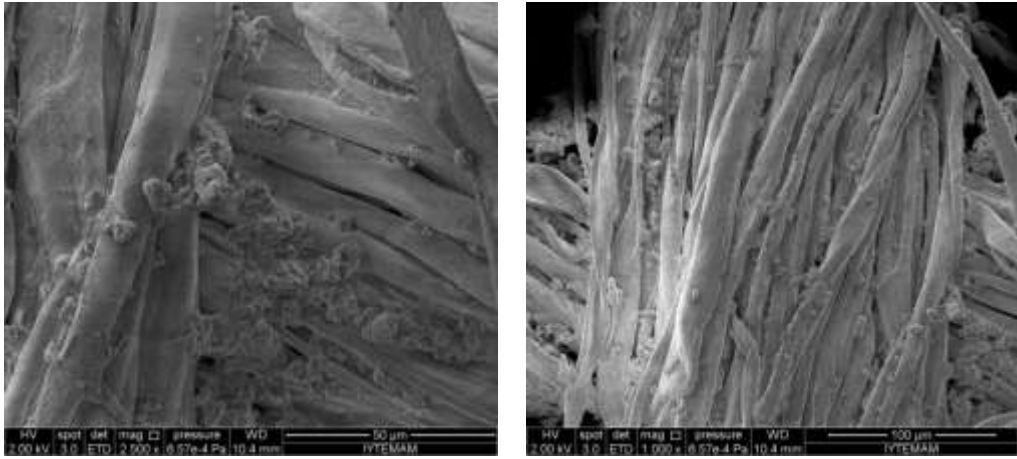
Şekil 3.110 FT2 nin kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



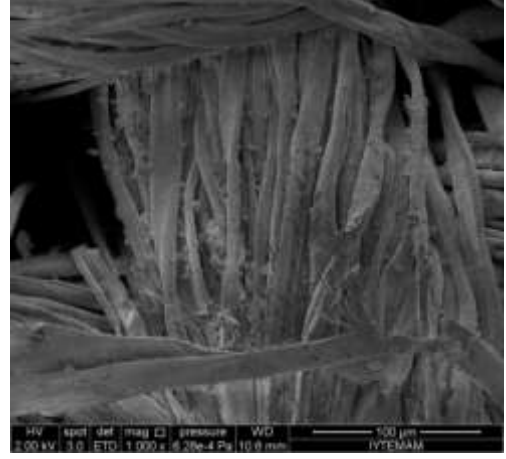
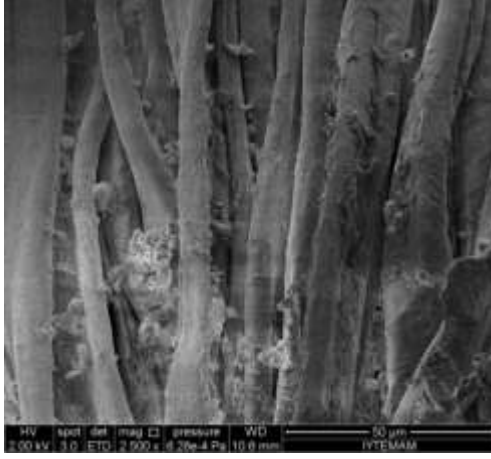
Şekil 3.111 FT2-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



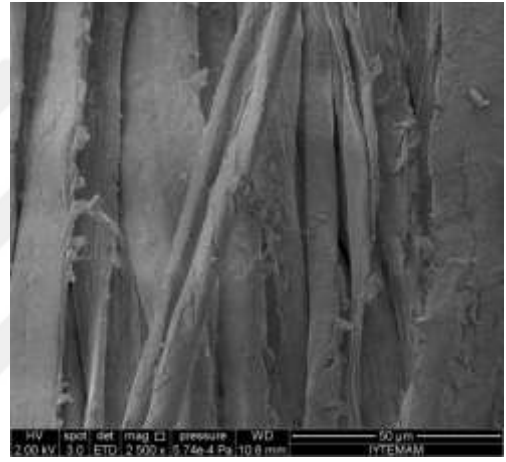
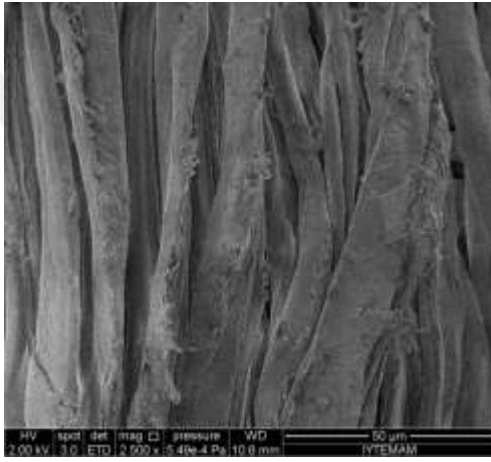
Şekil 3.112 FT2-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



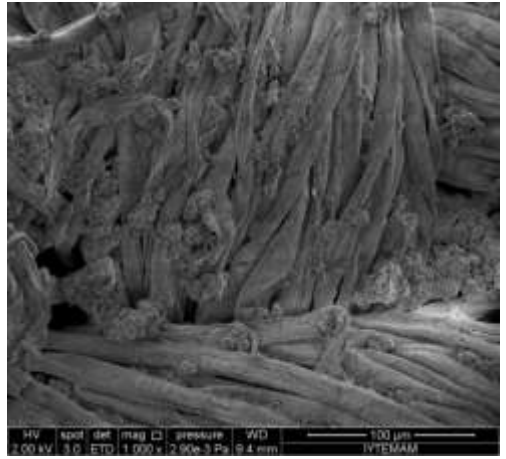
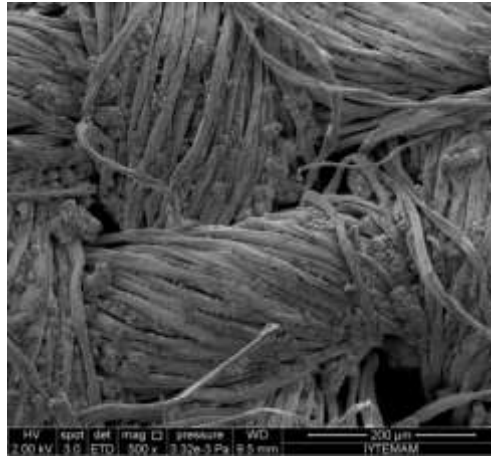
Şekil 3.113 FT3 ün kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



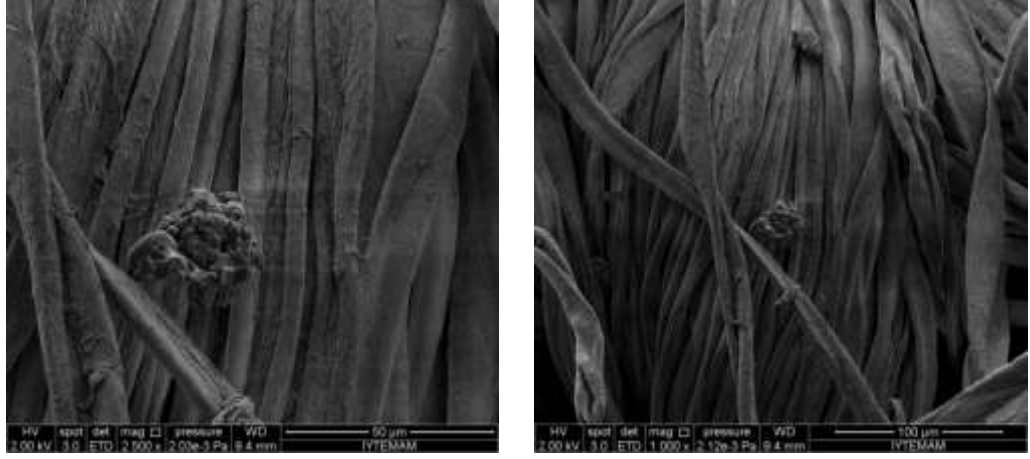
Şekil 3.114 FT3-1 in kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



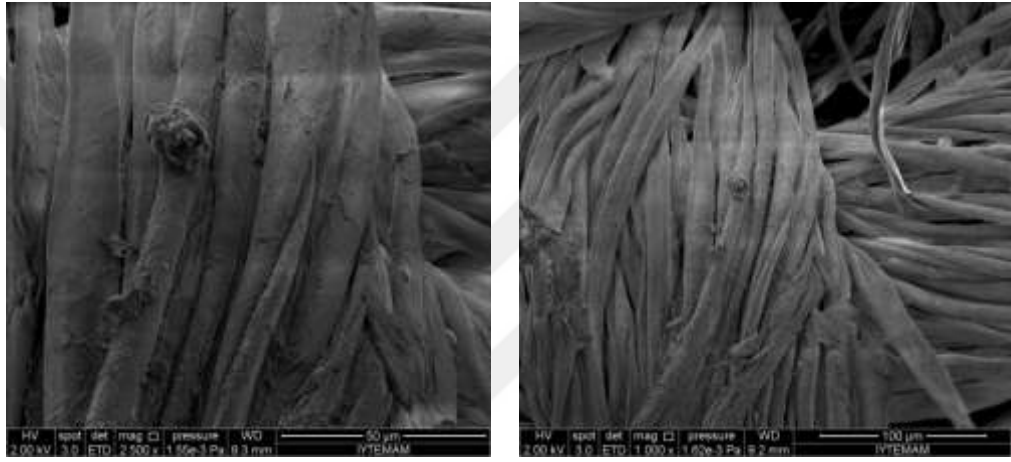
Şekil 3.115 FT3-10 un kuru sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



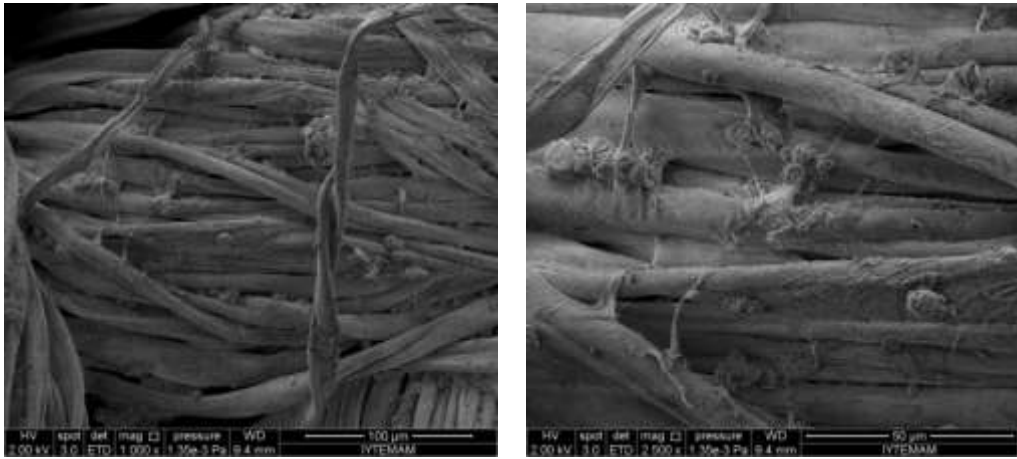
Şekil 3.116 Termal fiksajın yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



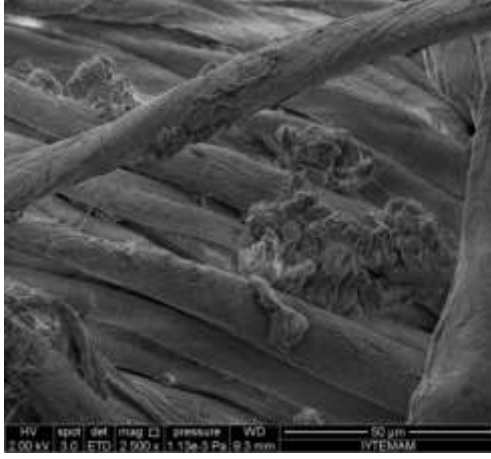
Şekil 3.117 Termal fiksaj uygulanmış ve 1 yıkama yapılmış yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



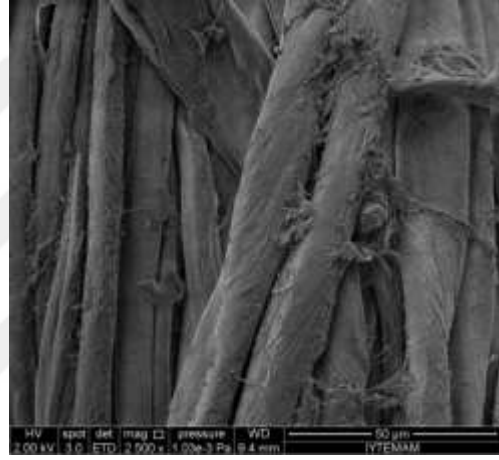
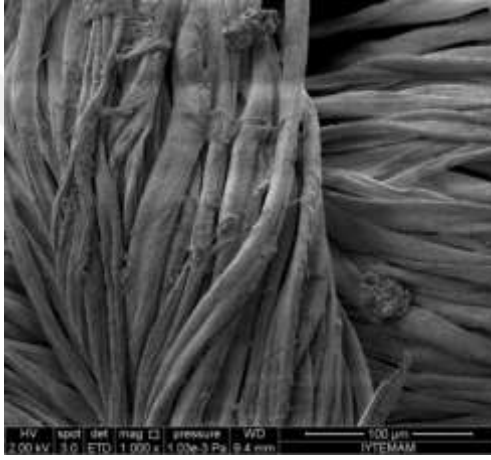
Şekil 3.118 Termal fiksaj uygulanmış ve 10 yıkama yapılmış yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



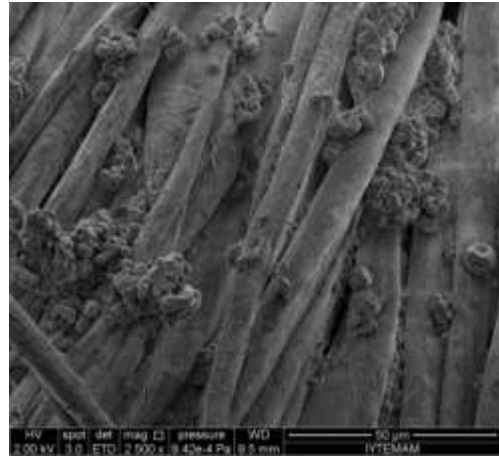
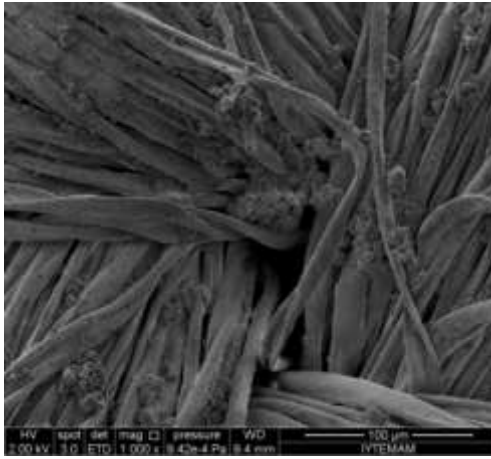
Şekil 3.119 FT1-30 sn. nin yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



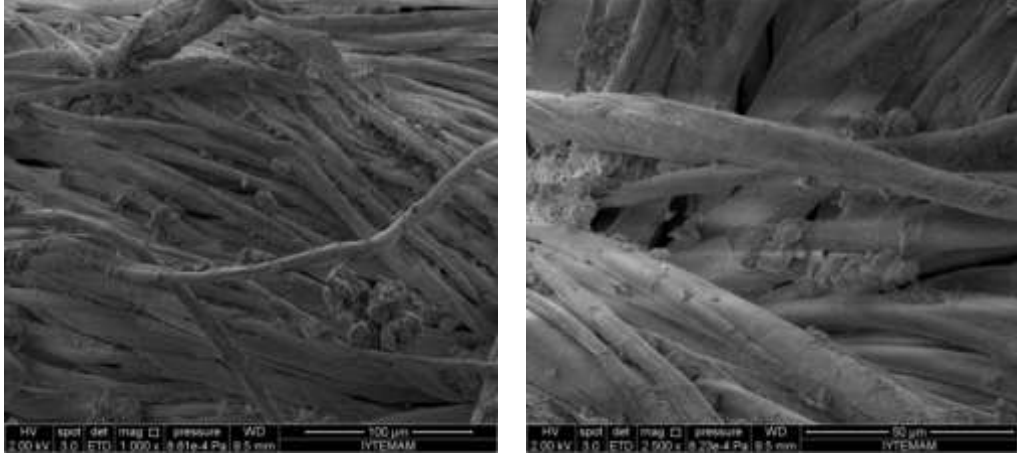
Şekil 3.120 FT1-30sn-1 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



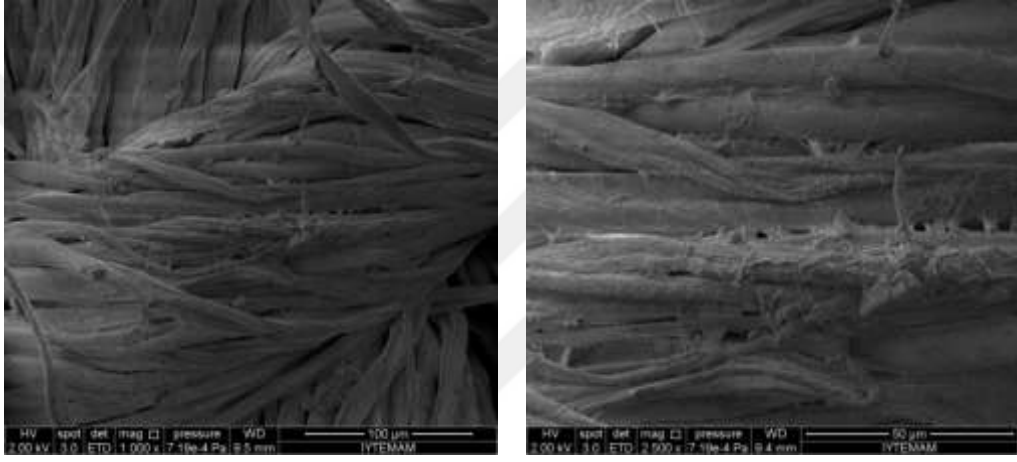
Şekil 3.121 FT1-30sn-10 un yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



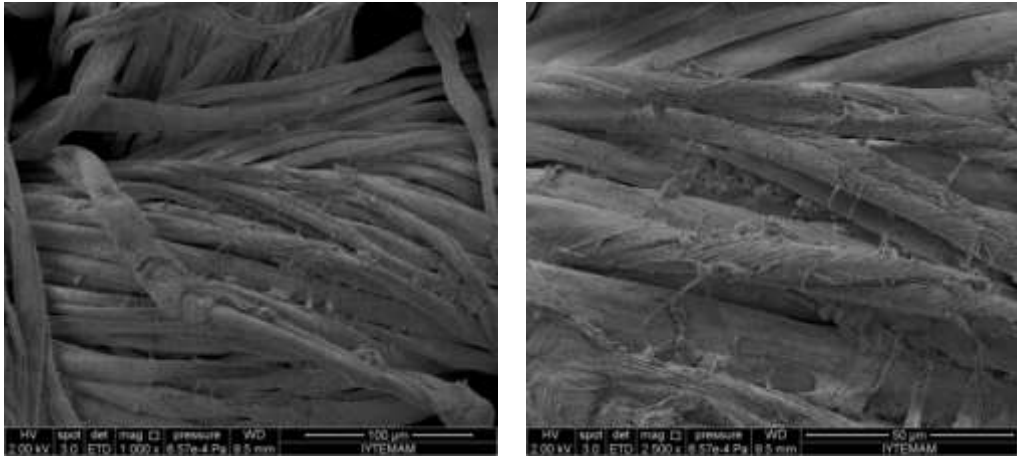
Şekil 3.122 FT1-1dk nın yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



Şekil 3.123 FT1-1dk-1 in yaş srtme kumaşına ait SEM grntleri

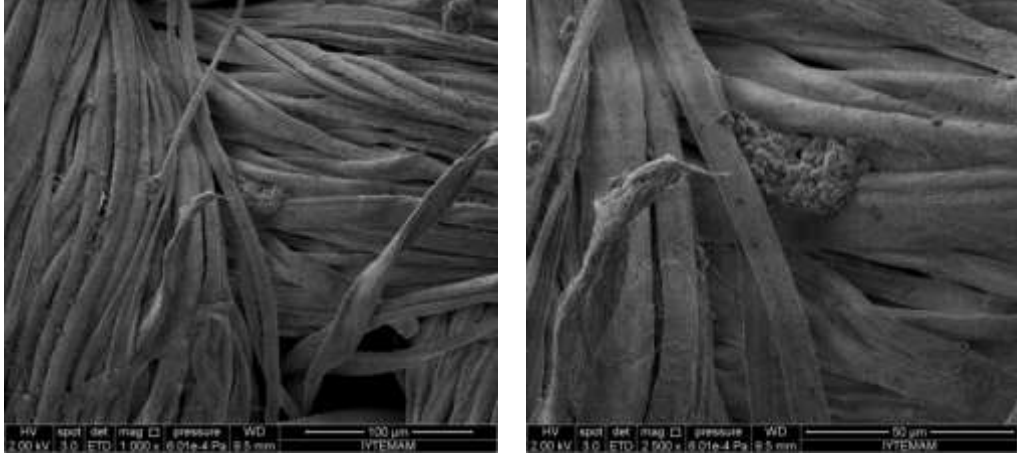


Şekil 3.124 FT1-1dk-10 un yaş srtme kumaşına ait SEM grntleri

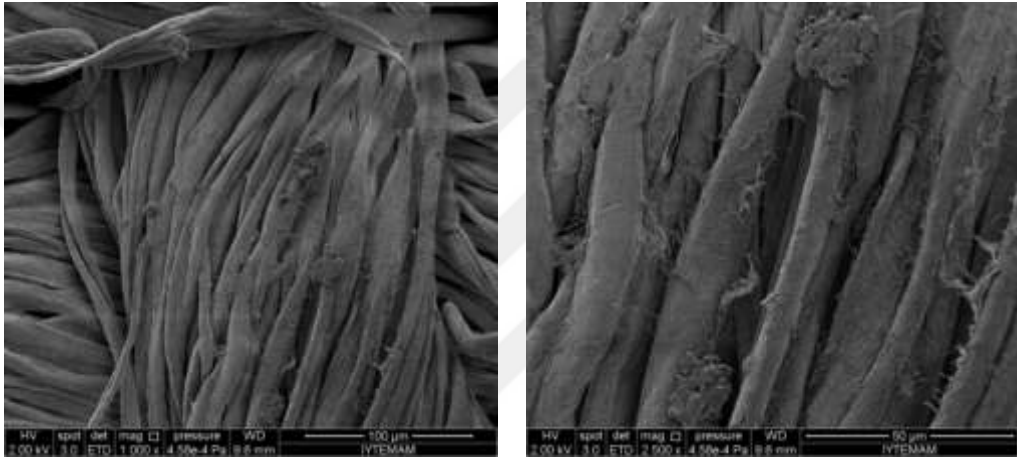


Şekil 3.125 FT1-5dk nın yaş srtme kumaşına ait SEM grntleri

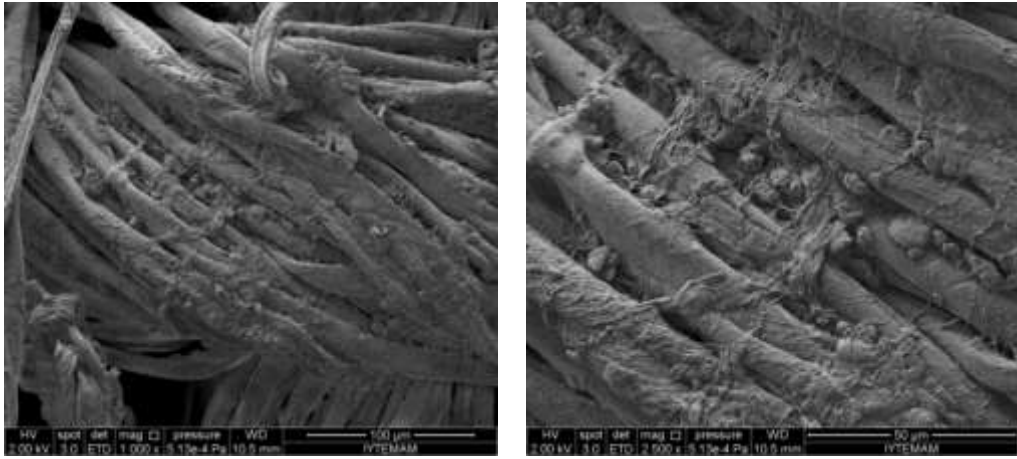




Şekil 3.126 FT1-5dk-1 in yaş srtme kumaşına ait SEM grntleri

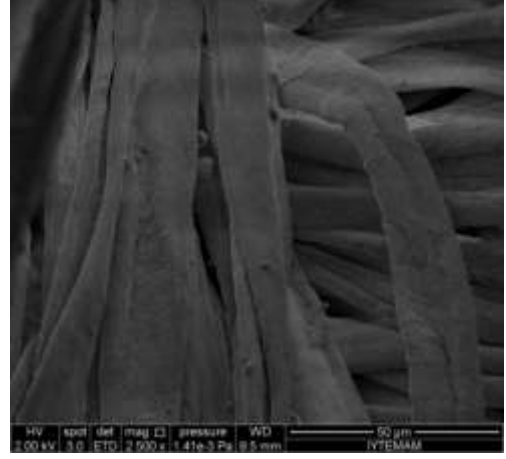
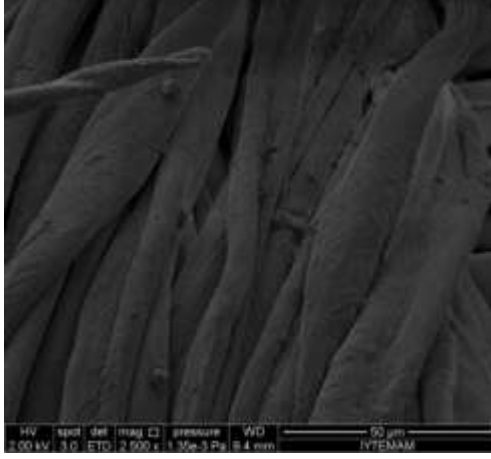


Şekil 3.127 FT1-5dk-10 in yaş srtme kumaşına ait SEM grntleri

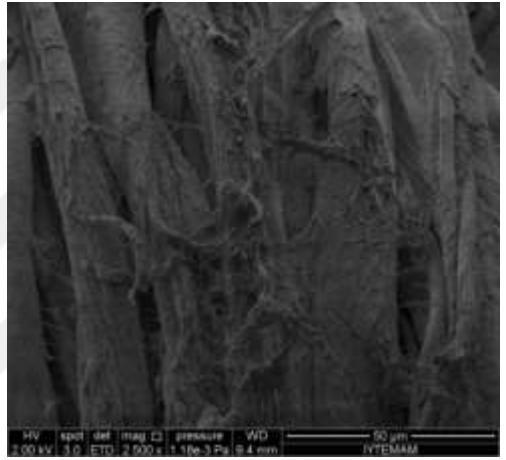
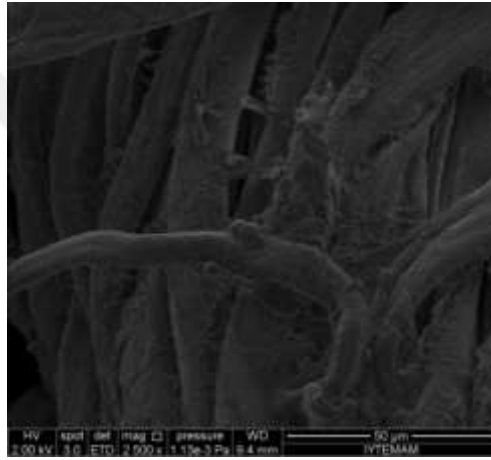


Şekil 3.128 FT2 nin yaş srtme kumaşına ait SEM grntleri

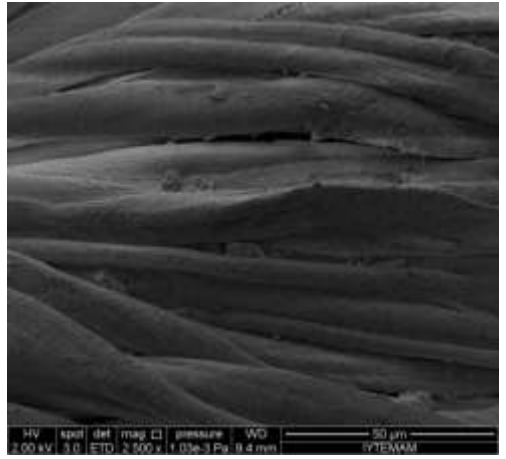
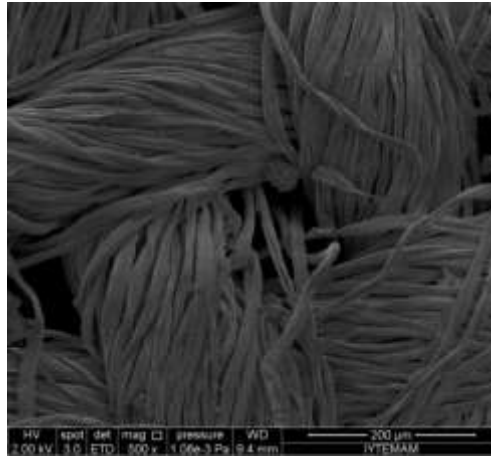




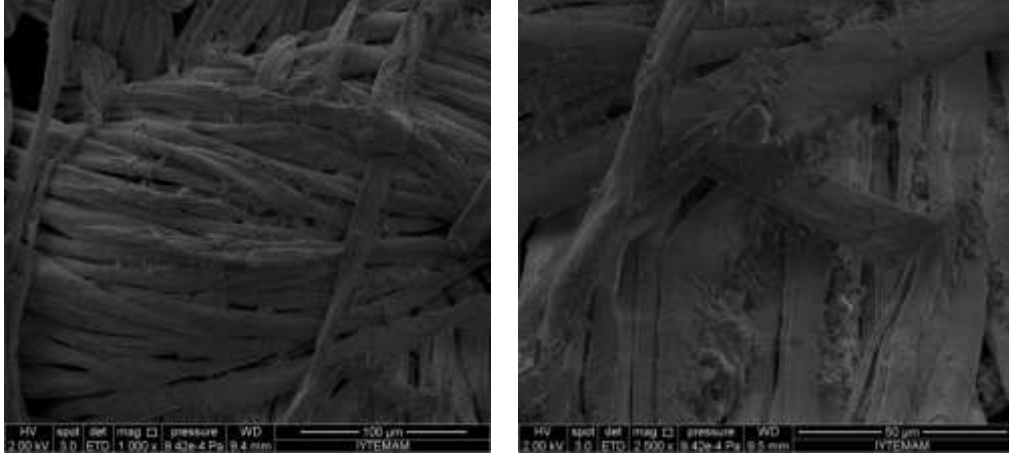
Şekil 3.129 FT2-1 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



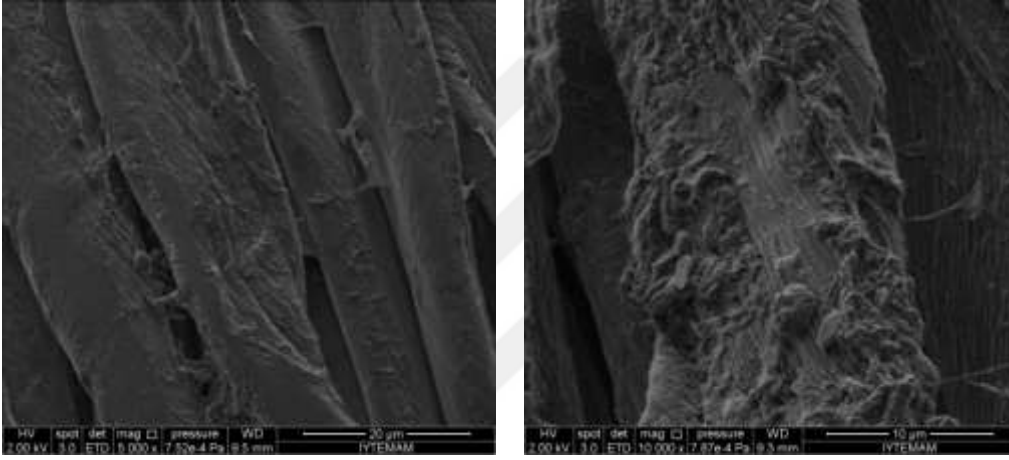
Şekil 3.130 FT2-10 un yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



Şekil 3.131 FT3 ün yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



Şekil 3.132 FT3-1 in yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri



Şekil 3.133 FT3-10 un yaş sürtme kumaşına ait SEM görüntüleri

SEM görüntüleri incelendiğinde kapsüllerin genelde kumaş yüzeyinden çok lif aralarına yerleşme eğiliminde olduğu, kumaş yüzeyindeki kapsüllerin lif aralarındaki kapsüllere göre sürtmeden daha çok etkilendiği görülmüştür. Sürtme kumaşlarında hem yıkama öncesi hem de 1 ve 10 yıkama sonrasında kapsüllerin var olduğu, sürtmeye bağlı olarak kapsüller üzerinde deformasyon olduğu görülmüştür.

## **BÖLÜM DÖRT**

### **SONUÇ VE ÖNERİLER**

Tekstil materyalleri günümüzde sadece giysi ve ev tekstili olarak değil aynı zamanda yüksek teknolojiyle özel amaçlara yönelik tekstil üretiminde de kullanılmaktadır. Kozmetik alanda kullanılan tekstil materyalleri insan hayatını etkilemeleri nedeniyle diğer kullanım alanları arasında gün geçtikçe önem kazanmaktadır. İnsan hayatı için çok önemli olan bu konu eski çağlarda basit kullanım alanlarıyla başladığı yolculuğuna özellikle son yüzyıl içindeki gelişmelerle oldukça farklı ve önemli uygulamalarda devam etmektedir. Günümüzde kozmetik tekstil pazarları incelendiğinde; mikrokapsülasyon teknolojisi kullanılarak üretilen selülit giderici, inceltici, sıkılaştırıcı, aroma terapi yağları içeren kozmetik tekstil ürünleri gibi geniş bir yelpazeye sahip olduğu söylemek mümkündür. Kozmetik tekstil alanında yaşanan gelişmelerin, tekstil mühendisleri ve üreticilerin ortak çalışmaları ile artması beklenmektedir. Kozmetik tekstil ürünleri, insan vücut yapısına uygun lif, kumaş yapısı ve üretim teknolojisindeki gelişmeler ile paralel olarak akademik alanda yapılacak olan çalışmalarla birlikte çok yaygın ve başarılı uygulamalarda kullanılabilir duruma gelecektir.

Gerçekleştirilen tez çalışmasında ise püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülasyon teknolojisi kullanılarak bronzlaşmayı sağlayan beta karoten esaslı etil selüloz mikro kapsüllerin üretilmesi ve üretilen bu mikrokapsüllerin termal ve UV fiksaj yöntemi kullanılarak kumaş üzerine bağlanmasının yanı sıra UV fiksaj işleminin kapsül esaslı maddelerin kumaşa fiksajındaki etkisini gözlemlemek amaçlanmıştır.

Çalışmanın ilk bölümünde çeşitli oranlarda etkin madde: kabuk madde kullanılarak püskürterek kurutma yöntemine göre kapsüller hazırlanarak çeşitli karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Beta karoten etkin maddesi ile etil selüloz polimerlerinin FTIR spektrumları, TGA ve DSC gibi termal analizleri gerçekleştirilmiş olup beta karotenin maksimum absorbans değeri için UV spektrum analizi yapılmıştır. Bunun için betakarotenin çözgeni olan etil asetat ile çalışma

yapılmıştır. Beta karotenin maksimum absorbands değeriinde çözünme miktarına bakmak için kalibrasyon eğrisi oluşturulmuştur.

Üretilen mikrokapsüllere uygulanan SEM, FTIR, X ışını difraktometresi, partikül boyut analizi, DSC ve TGA analizleri yorumlanarak 1:4 oranındaki beta karoten: etil selüloz kapsüllerinin çalışılacak optimum kapsüller olduğu tespit edilmiştir.

Yapılan çalışmanın ikinci bölümünde ise; beta karoten esaslı etil selüloz kapsülleri kumaş üzerine emdirilerek Tablo 3.4 deki farklı fiksaj yöntemleri uygulanmıştır. Uygulanan fiksaj tiplerinin kapsüllerin kumaşa bağlanmasındaki etkinliğini görmek için SEM, TGA, XRD, FTIR, antioksidan etkinlik testi, patlama mukavemeti, nem tayini, su buharı geçirgenliği, renk ölçümü, salım çalışmaları gibi analizler gerçekleştirilmiştir.

Yapılan analizlerden elde edilen veriler incelendiğinde;

Kumaş üzerindeki mikro kapsüllerin varlığı belirlemek amacıyla yapılan SEM görüntülerinde tüm fiksaj tiplerine ait yıkama öncesi ve yıkama sonrasında kapsül varlığı belirlenmiş buna paralel olarak beta karoten içeren bu kapsüllerin FTIR analizlerine bakıldığında da tüm kumaşların yıkama öncesi ve sonrasında beta karotenin varlığını tanımlayan pikin var olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3.31-3.49).

Beta karoten içeren kapsüllerin kumaş üzerine bağlandığını görmek için yapılan XRD analizinde fiksaj tiplerine bakılmaksızın beta karotenin keskin piki ile birlikte kumaşa ait olan  $2\theta=22,6$  pikinin bulunduğu açık bir şekilde görülmüştür. SEM görüntüleri ile bağlı olarak piklerdeki yoğunluk miktarının kumaş üzerindeki kapsüllerin yoğunluğuna göre değiştiği gözlemlenmiştir (Şekil 3.64-3.76).

Beta karoten esaslı kapsüllerin kumaş ile bir etkileşim içerisinde olup olmadığını belirlemek amacıyla yapılan TGA analizi incelendiğinde FT3 ve FT2 ile yapılan UV fiksajın kumaş üzerindeki termal stabiliteyi arttırdığı görülmüştür (Şekil 3.77-3.89).

Kumaş üzerindeki beta karoten esaslı kapsüllerin beta karoten konsantrasyon miktarını belirlemek amacıyla yapılan çalışmada FT2 ve FT3 ile UV fiksaj işlem gören kumaşlar üzerinde FT1 ve termal fiksaja göre daha fazla beta karoten konsantrasyon miktarına rastlanmıştır. En fazla absorbans değerlerine sahip olan kumaşlar ise sırasıyla FT2, FT3, termal, FT1 olarak görülmüştür (Şekil 3.50-3.63).

Kumaş üzerindeki beta karotenin antioksidan etkisine bakmak için yapılan DPPH analizinde, FT1 ile fiksaj görmüş kumaşın antioksidan değerinin FT2, FT3 ve termal fiksajın antioksidan etkinliğinden daha fazla olduğu, bu antioksidan etkinin yıkama sonrasında da devam ettiği gözlemlenmiştir (Şekil 3.92).

Yapılan patlama mukavemet testindeki elde edilen verilen incelendiğinde; termal fiksaj ile FT1 in patlama mukavemetlerinin FT2 ve FT3 e göre daha yüksek değerlerde olduğu, FT2 ve FT3 ün değerlerinin düşük olmasını ise akrilik binderin kumaş yüzeyine termal fiksaj ve FT1 den daha iyi bağlanarak liflerin hareketliliğini kısıtladığından mukavemet kaybına yol açtığı düşünülmektedir (Şekil 3.93).

Fiksaj yapılmış kumaşlar üzerindeki renk ölçümü değerleri incelendiğinde; beta karotenin turuncu renginden dolayı emdirilen kumaşların L\* (açıklık) değerlerinin yıkama sonrasına göre düşük olduğu, b\* (sarı-mavi eksen değerleri) ın ise 1 ve 10 yıkama sonrasındaki değerlerle karşılaştırıldığında yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 3.95).

Kumaşlar üzerindeki su buharı geçirgenliğine bakıldığında ise tüm fiksaj tiplerine ait kumaşlarda kapsüllerin su buharı geçirgenliği değiştireceğine yönelik herhangi bir sonuç bulunamamış olup, yıkama sonrasında su buharı geçirgenliğinin azalmasının ise liflerin yıkama sonrasında birbirlerine daha yakın konumda olarak su buharı geçişini engellediği düşünülmüştür (Şekil 3.96).

Yapılan fiksaj tiplerinin ve bağlanan kapsüllerin kumaş üzerindeki nem miktarında değişiklik olup olmadığını belirlemek için yapılan nem tayininde elde

edilen sonuçlar nem oranını etkileyecek bir deęişiklik olmadığı görülmüştür (Şekil 3.97).

Fiksaj işlemi görmüş kumaşların sürtme sonrasında sürtme kumaşları üzerindeki SEM görüntüleri incelendiğinde beta karoten esaslı mikro kapsüllerin genelde kumaş yüzeyinden çok lif aralarına yerleşme eğiliminde olduğu, kumaş yüzeyindeki kapsüllerin lif aralarındaki kapsüllere göre sürtmeden daha çok etkilendiği görülmüştür. Sürtme kumaşlarında hem yıkama öncesi hem de 1 ve 10 yıkama sonrasında kapsüllerin var olduğu, sürtmeye baęlı olarak kapsüller üzerinde deformasyon olduğu görülmüştür (Şekil 3.98-3.133).

Tekstil işletmelerinde termofikse koşullarında (120-140°C) yani yüksek sıcaklıklarda, bir kısmı ise kurutma sıcaklığında (100°C) gerçekleşmektedir. Yapısında uçucu yağ bulunan koku ve aroma terapi amaçlı kullanılan kapsüllerde yüksek sıcaklık etken maddenin buharlaşmasına ve kapsül deformasyonuna sebep olabilmektedir. Oluşan kapsül deformasyonu ortadan kaldırmak ve yüksek sıcaklık etkisiyle kapsül içerisinden uçması muhtemel olan yağları engellemek amacıyla UV fiksaj yönteminden yararlanılarak tez kapsamında UV fiksaj işleminin mikro kapsül applike edilmiş kumaşlar üzerindeki etkileri incelenmiştir. Gerek elde edilen veriler ışığında gerekse UV fiksaj işleminin oda sıcaklığında yapılarak termal fiksaj işleminin aksine kapsüllerdeki çatlak ve deformasyonu engelleyebilmesi gibi termal fiksaj işlemine üstünlüğünün yanı sıra termal fiksaj yöntemine göre enerji tasarrufu sağlayan alternatif bir fiksaj yöntemi olarak düşünülmektedir.

Gerçekleştirilen tez çalışmasından sonra UV fiksaj işlemlerinde farklı hammaddeler, kürlenme kaynakları, etken maddeler, kabuk materyalleri, foto başlatıcılar ve kumaş yüzeyi ile UV lamba arasındaki mesafe gibi parametreler uygulanarak yapılabilecek çalışmalar ile UV fiksaj işleminin tekstil materyalleri üzerinde kullanımının artışı ile birlikte endüstriyel alanda termal fiksaj yöntemi ile yarışabilir olması öngörülmektedir.

Bu tez çalışması ile UV fiksaj işleminin tekstil materyalleri üzerinde kullanılabilir ve termal fiksaj yöntemine alternatif bir yöntem olduğu görülmüştür.



## KAYNAKLAR

- Adamiec, J. ve Kalembe, D. (2006). Analysis of microencapsulation ability of essential oils during spray drying. *Drying Technology*, 24, 1127-113
- Adanur, S. ve Arumugham, Y. (2002). Characteristics of ultraviolet cured glass–epoxy textile composites: Part 1: Experimental procedures and testing. *Journal of Industrial Textiles*, 32(2), 93-106.
- Asma, Ş. (2011). *Aromaterapide kullanılacak fonksiyonel bir havlu tasarımı*. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Badulescu, R., Vivod, V., Jausovec, D. ve Voncina, B. (2007). Grafting of ethylcellulose microcapsules on to cotton fibers. *Carbohydrate Polymers*, 71, 85-91.
- Bauer, F., Flyunt, R., Czihal, K., Ernst, H., Naumov, S. ve Buchmeiser, M.R. (2007). UV curing of nanoparticle reinforced acrylates. *Nuclear Instruments and Methods in Physic Research, Section B*, 265, 87-91.
- Benita, S. (2006). *Microencapsulation: Methods and industrial applications* (2.baskı), New York: CRC Press.
- Beta karotenin kimyasal yapısı*, (b.t). 15 Şubat 2016, <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/22040?lang=en&region=TR>
- Castillo- Herrera, G.ve Garcia-Fajardo, J. (2007). Extraction method that enriches phenolic content in oregano (lippia graveolen) essential oil. *Journal of Food Process Engineering*, 30, 661-669.
- Cheng, S.Y., Yuen, C.W.M., Kan, C.W. ve Cheuk, K.K.L. (2008). Development of Cosmetic Textiles Using Microencapsulation Technology. *Research Journal of Textile and Apparel*, 12(4),41-51



- Çimen, E. (2007). *Mikrokapsülleme yöntemiyle dokuma kumaşlara yeni özellikler katma olanakları*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Dubey, R., Shami, T.C. ve Rao, B.(2009). Microencapsulation technology and applications. *Defence Science Journal*, 59(1), 82-95.
- Erkan, G. (2008). *Bazı antifungal ajanların mikrokapsülasyonu ve tekstil materyallerine aplikasyonu*. Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Etil selülozun kimyasal yapısı*, (b.t). 20 Şubat 2016, <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/e8003?lang=en&region=TR>
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A. ve Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40, 1107–1121.
- Gün, A. ve Bodur, A. (2014). Kumaşların su buharı geçirgenliği, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 8(3), (20-34).
- Grune, T., Lietz, G., Palou, A., Ross ,A.C., Stahl ,W., Tang, G. ve ark. (2010). Beta-carotene is an important vitamin A source for humans. *Journal of Nutrition*, 140 (12),2268-2285.
- Haskell, M.J. (2012). The Challenge to reach nutritional adequacy for vitamin A: Beta-carotene bioavailability and conversion-evidence in humans. *The American Journal of Clinical Nutrition*,96(5),1193-1203.
- Holme, I. (2007). Innovative technologies for high performance textiles. *Society of Dyers and Colourists*,123, 59-73.
- Hong, K. ve Park, S. (1999a). Preparation of polyurea microcapsules with different composition ratios: Structures and thermal properties. *Materials Science and Engineering*, (A272), 418-421.

- Hong, K. ve Park S. (1999b). Preparation of polyurethane microcapsules with different soft segments and their characteristics. *Reactive & Functional Polymers*, 42, 193–200.
- Hong, K. ve Park, S. (2000). Preparation of poly(L-Lactide) microcapsules for fragrant fiber and their characteristics. *Polymer*, 41(12), 4567–4572.
- Hsieh, W. C. ve Chang, Y. G. (2006). Controlled release properties of chitosan encapsulated volatile citronella oil microcapsules by thermal treatments. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 53, 209–214.
- Hu, J., Xiao, Z., Zhou, R., Li, Z., Wang, M. ve Ma, S. (2011). Synthesis and characterization of polybutylcyanoacrylate-encapsulated rose fragrance nanocapsule. *Flavour and Fragrance Journal*, 26, 162-173.
- Jun-xia, X. ve Hai-yan, Y. (2011). Microencapsulation of sweet orange oil by complex coaservation with soybean protein isolate/gum arabic, *Food Chemistry* (125), 1267- 1272.
- Koç, M., Sakin, M. ve Ertekin, F. (2010). Mikroenkapsülasyon ve gıda teknolojisinde kullanımı. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16 (1), 77-86.
- Lee, H. Y., Lee, S. J., Cheong I. W. ve Kim, J. H.,(2002). Microencapsulation of Fragrant oil via in situ polymerization: Effects of Ph and melamine-formaldehyde molar ratio. *Journal of Microencapsulation*, 19 (5), 559-569.
- Li, S., Boyter, Jr., H. ve Qian, L. (2005). UV curing for encapsulated aroma finish on cotton. *Journal of Textile Institute*, 96, 407-411.
- Mathis, R. ve Mehling, A.(2007). A cool approach to well being with textiles. specialty. *Chemicals Magazine*, November,27-28.

- Mirabedini, S.M. ve Dutil, I. (2012). Preparation and characterization of ethycellulose – based core –shell microcapsules containing plant oils, *Colloids and Surfaces. Physicochemical and Engineering Aspects*, 394, 74- 84.
- Monllor, P., Bonet, M.A. ve Cases, F. (2007). Characterization of the behaviour of flavour microcapsules in cotton fabrics. *European Polymer Journal*, 43 (6), 2481–2490.
- Murtezi, E. (2014). *Synthesis of clickable hydrogels and linear polymers by type II photoinitiation*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul
- Otadi, M. ve Zabihi, F. (2011). Vitamin E microcapsulation by ethylcellulose through emulsion solvent evaporation technique; An operational condition study. *World Applied Science Journal*, 14, 20-25.
- Övez, B. ve Yüksel, M. (2002). Parfümlerin çapraz bağlı mikrokapsüllerden yavaş salgılanmaları. *Ekoloji Dergisi*, 10 (43), 26-29.
- Park, S., Yang, Y. ve Lee, H. (2004). Effect of acid–base interaction between silica and fragrant oil in the Pcl/Peg microcapsules. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 38 (1–2), 35–40.
- Pauwels, M. ve Rogiers, V. (2007). EU legislations affecting safety data availability of cosmetic ingredients. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 49,308-315.
- Periolatto, M., Ferrero, F. ve Vineis, C. (2012). Antimicrobial chitosan finish of cotton and silk fabrics by UV-curing with 2-hydroxy-2methylphenylpropane-1-one. *Carbohydrate Polymers*, 88, 201-205.
- Persico, P., Carfagna, C., Danicher, L. ve Frere, Y.(2005). Polyamide microcapsules containing jajoba oil prepared by inter-facial polymerization. *Journal of Microencapsulation*, 22, 5, 471-486.

- Regdon, G., Hegyesi, D. ve Hodi, K. (2012). Thermal study of ethyl cellulose coating films used for modified release (MR) dosage forms. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 108, 347–352.
- Ripoll, L. Borders, C., Etheve, S., Elaissari, A. ve Fessi, H. (2010). Cosmeto-textile from formulation to characterization: An overview, *E-Polymers*, 040, 1-33.
- Rodrigues, S.N., Martins, I.M, Fernandes, I.P., Gomes, P.B., Mata, V.G., Barreiro, M.F. ve ark. (2009). Scentfashion: Microencapsulated perfumes for textile application. *Chemical Engineering Journal*, 149, 463–472.
- Rubio, L., Alonso, C., Coderch, L., Parra, J.L., Marti, M., Cebrian, J. ve ark. (2010). Skin delivery of caffeine contained in bifunctional textiles, *Textile Research Journal*, 80, 12, 1214-1221.
- Sayıt, G. (2015) *Mikrokapsül ve lipozom teknolojisi kullanarak kozmetik-tekstil üretimi*. Doktora Tezi, Ege Üniversitesi, İzmir
- Singh, M.K., Varun, V.K. ve Behera, B.K. (2011). Cosmetotextiles: State of art. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*, 19, 4(87), 27-33.
- Skintex, (b.t). 24 Mayıs 2015, <http://www.cognis.com/textiles/pdfs/Skintex-English.pdf>
- Specos, M. ve Escobar, G. (2010). Aroma finishing of cotton fabrics by means of microencapsulation techniques. *Journal of Industrial Textiles*, 40 (13).
- Spray dryer cihazı*, (b.t.). 8 Kasım 2015, <http://www.buchi.com/en/products/spray-drying-and-encapsulation/mini-spray-dryer-b-290>
- Tarakçioğlu, I. (2008). *Tekstil sanayi gelecekte nerede üretecek, Bölüm II., Örne Dünyası*, 20 Mart 2015, [http://www.orsad.org.tr/belgeler/orsad\\_26.pdf](http://www.orsad.org.tr/belgeler/orsad_26.pdf)
- Teixeira, E., Correa, A. ve Manzoli, A. (2010). Cellulose nanofibers from white and naturally colored cotton fibers, *Cellulose*, 17, 595–606.

- Thies, C. (1996). A survey of microencapsulation processes. S. Benita, (Ed.), *Microencapsulation Methods and Industrial Applications* içinde (1-21). New York, USA: Marcel Dekker Incorporated.
- Türkoğlu, A., Kivrak, I., Mercan, N., Duru, M. E., Gezer, K. ve Türkoğlu, H. (2006). Antioxidant and antimicrobial activities of morchella conica Pers., *African Journal of Biotechnology*, 5 (11), 1146-1150.
- Umer, H., Nigam, H., Tamboli, A. ve Nainar, M. (2011). Microencapsulation: Process, techniques and applications. *International Journal of Research in Pharmaceutical and Biomedical Sciences*, 2 (2), (474-481).
- Voncina, B., Kreft, O., Kokol, V. ve Chen, V.T. (2009). Encapsulation of rosemary oil in ethylcellulose microcapsules. *Textile and Polymer Journal*, 1 (1), 13-18.
- Wang, C.X. ve Chen, L. (2005). Fragrance-release property of  $\beta$ -cyclodextrin inclusion compounds and their application in aromatherapy. *Journal of Industrial Textiles*, 34 (3).
- Wang, J., Zheng, W. ve Song, Q. (2009). Preparation and characterization of natural fragrant microcapsules. *Journal of Fibre Bioengineering and Informatics*, 1, 293-300.
- Yenilmez, E., Başaran, E. ve Yazan, Y. (2011). Release characteristics of vitamin E incorporated chitosan microspheres and in vitro–in vivo evaluation for topical application. *Carbohydrate Polymers*, 84, 807–811.
- Yeum, K.J. ve Russell, R.M. (2002). Carotenoid bioavailability and bioconversion. *Annual Review of Nutrition*, 22,483-504.
- Yi, J., Lam,T.I., Yokoyama, W., Cheng, L.W. ve Zhong, F. (2015). Beta-carotene encapsulated in food protein nanoparticles reduces peroxy radical oxidation in caco-2 cells. *Food Hydrocolloids*,43,31-40.

Zuidam, N. ve Shimoni, E. (2010). Overview of microencapsulates for use in food products or processes and methods to maket, *Encapsulation Technologies for active food ingredients and food processing*, 14, (Springer Science+Business Media, LLC, New York-USA, 3-31.



## **EKLER**

### **EK 1: KISALTMALAR**

Beta Karoten: BC

Etil Selüloz: EC

TERMAL: Termal fiksaj

TERMAL-1: Termal fiksaj sonrası 1 yıkama yapılmış kumaş

TERMAL- 10 Termal fiksaj sonrası 10 yıkama yapılmış kumaş

FT1-30sn: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 30 sn UV fiksaj yapılmış kumaş

FT1-30sn-1: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 30 sn UV fiksaj sonrası 1 yıkama yapılmış kumaş

FT1-30sn-10: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 30 sn UV fiksaj sonrası 10 yıkama yapılmış kumaş

FT1-1dk: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 1 dk UV fiksaj yapılmış kumaş

FT1-1dk-1: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 1 dk UV fiksaj sonrası 1 yıkama yapılmış kumaş

FT1-1dk-10: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 1 dk UV fiksaj sonrası 10 yıkama yapılmış kumaş

FT1-5dk:Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 5 dk UV fiksaj yapılmış kumaş

FT1-5dk-1: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 5 dk UV fiksaj sonrası 1 yıkama yapılmış kumaş

FT1-5dk-10: Fotobaşlatıcı 1 (Fenilbis( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 5 dk UV fiksaj sonrası 10 yıkama yapılmış kumaş

FT2: Foto başlatıcı 2 (Difenil( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 5 dk UV fiksaj görmüş kumaş

FT2-1: Foto başlatıcı 2 (Difenil( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 5 dk UV fiksaj sonrası 1 yıkama yapılmış kumaş

FT2-10: Foto başlatıcı 2 (Difenil( 2,4,6- trimetil benzoil) fosfin oksit) ile 5 dk UV fiksaj sonrası 10 yıkama yapılmış kumaş

FT3: Foto başlatıcı 3 (2-hidroksi-2-metilpropiofenon) ile 5 dk UV fiksaj görmüş kumaş

FT3-1: Foto başlatıcı 3 (2-hidroksi-2-metilpropiofenon) ile 5 dk UV fiksaj sonrası 1 yıkama yapılmış kumaş

FT3-10:Foto başlatıcı 3 (2-hidroksi-2-metilpropiofenon) ile 5 dk UV fiksaj sonrası 10 yıkama yapılmış kumaş

