



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)



<http://www.tekstilvemuhendis.org.tr>

Nano Çinko Oksit Takviyeli Jelatin/Arap Zamkı ve Kitosan/Arap Zamkından Üretilen ve N-Oktadekan İçeren Mikrokapsüllerin Karakterizasyonu ve Tekstil Uygulaması

Characterization and Textile Application of Microcapsules Containing /N-Octadecane and Produced From Nano Zinc Oxide Dopped Gelatin/Gum Arabic and Chitosan/Gum Arabic

Ömer Faruk CENGİZ¹, İslam ERKALE¹, Simge ÖZKAYALAR¹, Sennur ALAY AKSOY¹, Bekir BOYACI²

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye

²Sun Tekstil A.Ş., İzmir, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online):30 Haziran 2018 (30 June 2018)

Bu makaleye atıf yapmak için (To cite this article):

Ömer Faruk CENGİZ, İslam ERKALE, Simge ÖZKAYALAR, Sennur ALAY AKSOY, Bekir BOYACI (2018): Nano Çinko Oksit Takviyeli Jelatin/Arap Zamkı ve Kitosan/Arap Zamkından Üretilen ve N-Oktadekan İçeren Mikrokapsüllerin Karakterizasyonu ve Tekstil Uygulaması, Tekstil ve Mühendis, 25: 110, 86-95.

For online version of the article: <https://doi.org/10.7216/1300759920182511003>

Sorumlu Yazara ait Orcid Numarası (Corresponding Author's Orcid Number) :

<https://orcid.org/0000-0002-5878-6726>



Araştırma Makalesi / Research Article

NANO ÇİNKO OKSİT TAKVİYELİ JELATİN/ARAP ZAMKI VE KİTOSAN/ARAP ZAMKINDAN ÜRETİLEN VE N-OKTADEKAN İÇEREN MİKROKAPSÜLLERİN KARAKTERİZASYONU VE TEKSTİL UYGULAMASI

Ömer Faruk CENGİZ¹
İslam ERKALE¹
Simge ÖZKAYALAR¹
Sennur ALAY AKSOY^{1*}
Bekir BOYACI²

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye
²Sun Tekstil A.Ş., İzmir, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 12.09.2017
Kabul Tarihi / Accepted: 16.04.2018

ÖZET: Bu çalışmada, kompleks koaservasyon metodu ile çekirdek madde olarak n-oktadekan parafin içeren jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit ve kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüller üretilmiştir. Çalışmada amaç nano çinko oksit ilave ederek mikrokapsüllerin duvar yapısının fonksiyonelleştirilmesidir. Bu amaç için mikrokapsül duvar yapısını oluşturmak için kullanılan polimer yapıya nano çinko oksit partiküller ilave edilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin ısı depolama/yayma sıcaklık ve kapasiteleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), morfolojileri optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskop (SEM), kimyasal yapıları Fourier Transform Infrared (FT-IR) spektroskopisi ile incelenmiştir. Mikrokapsüllerin elementel bileşimleri SEM-EDX analizi ile araştırılmıştır. Analiz sonuçlarına göre küresel morfolojili, parafin çekirdek içeren, ısı enerji depolama/yayma özellikli mikrokapsüllerin başarıyla üretildiği belirlenmiştir. Mikrokapsül yapısındaki nano çinko oksit varlığından kaynaklanan antibakteriyel aktivite kantitatif antibakteriyel test metodu ile araştırılmıştır. Test sonucuna göre mikrokapsüllerin yapılarına ilave edilen nano çinko oksitten dolayı antibakteriyel aktivite gösterdikleri tespit edilmiştir. Çalışmada üretilen mikrokapsüller emdirme metodu ile pamuklu kumaşa uygulanmış ve kumaş yapısında mikrokapsül varlığı SEM analizi ile teyit edilmiştir. Kumaşların sıcaklık düzenleme özelliği T-history testi ile tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Mikrokapsül, n-oktadekan, faz değiştiren madde, nano çinko oksit, antibakteriyel aktivite

CHARACTERIZATION AND TEXTILE APPLICATION OF MICROCAPSULES CONTAINING N-OCTADECANE AND PRODUCED FROM NANO ZINC OXIDE DOPPED GELATIN/ GUM ARABIC AND CHITOSAN/GUM ARABIC

ABSTRACT: In this study, gelatin/arabic gum/ nano zinc oxide and chitosan/arabic gum/ nano zinc oxide-walled microcapsules containing n-octadecane paraffin as core material were produced by the complex coacervation method. The aim of the study was to functionalize the wall structure of microcapsules by adding nano zinc oxide. For this aim, nano zinc oxide particles were added to the polymer structure used to form the microcapsule wall structure. The heat storage/releasing temperatures and capacities, morphology and chemical structures of the produced microcapsules were investigated by differential scanning calorimetry (DSC), optical microscope and scanning electron microscope (SEM), and by Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy, respectively. Elemental compositions of the microcapsules were investigated by SEM-EDX analysis. According to the analysis results, it was determined that microcapsules with spherical morphology, paraffin core and thermal energy storage/releasing property were successfully produced. In the study, the antibacterial activity resulting from the presence of nano zinc oxide in microcapsule structure was investigated by quantitative antibacterial test method. According to the test result, microcapsules exhibited antibacterial activity due to the nano zinc oxide added to their structures. Prepared microcapsules were applied to the cotton fabric by pad-dry-cure method and the presence of microcapsules on the fabric structure was proved by SEM analysis. Thermoregulation property of the fabrics was determined by T-History test.

Keywords: Microcapsules, n-octadecane, phase change material, nano zinc oxide, antibacterial activity.

* **Sorumlu Yazar/ Corresponding Author:** sennuralay@sdu.edu.tr, <https://orcid.org/0000-0002-5878-6726>
DOI: 10.7216/1300759920182511003, www.tekstilmuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Günümüzde giysilerden beklentiler estetik görünüm, örtünme ve modayı yakalamanın ötesinde fonksiyonellik ve geliştirilmiş konfor algısı sunabilmektedir. Bu amaçla özellikle son yıllarda, koruyucu giysilerin yanında günlük giyim, spor giyim ürünlerinde vücut ısı dengesini korumaya yönelik kumaş yapılarının tasarımı en önemli araştırma konusu haline gelmiştir. Bu çalışmada da farklı beklentilere aynı anda cevap verebilecek tekstil ürünlerinin üretiminde fonksiyonelleştirici apre maddesi olarak kullanılabilir nitelikte mikrokapsül üretimi amaçlanmıştır. Çalışmada amaç içerdiği faz değiştiren madde (FDM) ile vücut ısı dengesinin belirli zaman diliminde dengede kalmasını desteklerken, duvar yapısı ile applike edildiği kumaşa antibakteriyel özelliği aynı anda kazandırabilecek nitelikte biyo-uyumlu mikrokapsül üretmektir.

Mikrokapsül üretimi ile ilgili yapılan çalışmalar ve ticari mikrokapsül örnekleri incelendiğinde genellikle mikrokapsülün içerdiği etken maddenin aktivitesini sağlamak, kontrollü salınımını gerçekleştirmek ya da kullanım ömrünü uzatmak amaçlı üretime odaklanıldığı görülmektedir. Ancak son yıllarda, çok fonksiyonlu tekstil yapılarının geliştirilmesinde kullanılmak üzere aynı anda birden fazla özelliği ihtiva eden gelişmiş performans özelliklerine sahip mikrokapsül üretimi ile ilgili çalışmaların da yapıldığı görülmektedir. Bu çalışma ile de bu amaçla gerçekleştirilen mevcut mikrokapsül örneklerini çeşitlendirme amaçlanmıştır. Literatürde mevcut önceki çalışmalarımızda kompleks koaservasyon metodu kullanılarak doğal polimer duvarlı, parafinik faz değiştiren madde çekirdekli mikrokapsüllerin üretimi sırasında prosesin farklı aşamalarında farklı tür nano materyallerin (alüminyum oksit, kil ve çinko oksit gibi) mikrokapsül duvar yapısına ilave edilebildiği belirlenmiştir. Çalışmalarda jelatin, sodyum alginat, Arap zamkı gibi anyonik ve katyonik polimer çiftleri kullanılarak kompleks duvar yapı oluşturulmuştur. Duvar yapısına ilave edilen nano parçacıklar (kil, ZnO, Al₂O₃ gibi) iyonik durumları dikkate alınarak anyonik veya katyonik polimer çözeltilerine karıştırılmış veya doğrudan ikinci bir duvar materyali olarak kullanımı araştırılmıştır. Bu şekilde geliştirilen mikrokapsül yapısının mikrokapsül ısıl stabilite özelliğini geliştirildiği ve yapıya ilave edilen nano materyal özelliğine göre mikrokapsülün güç tutuşurluk özelliği bulunduğu da tespit edilmiştir [1-5]. Bu çalışma ile yine içerdiği çekirdek madde (FDM) ile ısıl enerji depolama özelliği sergilerken modifiye edilmiş duvar yapısı ile antibakteriyel aktivite de göstermesi beklenen mikrokapsül üretimi hedeflenmiştir.

Faz değiştiren madde (FDM) gizli ısı depolama maddesi olarak da adlandırılan, sabit bir faz değiştirme sıcaklığında ortamdaki ısı enerjisini soğurup yaymak suretiyle ısı regülasyonu sağlayan maddedir. Bu maddeler belirli bir faz geçiş aralığında bir fazdan başka bir faza geçiş yapabilen ve bu faz geçişi sırasında belirli miktar gizli ısı enerjisi depolayabilen/yayabilen maddelerdir. FDM'ler erime prosesleri boyunca ortamdaki gizli ısı enerjisini absorblar ve bu enerjiyi kimyasal yapılarında depo ederler. Katılaşmaları sırasında ise depo ettikleri bu enerjiyi ortama geri yayarlar [6-9]. Faz değişimi süresince büyük miktarda ısıyı depolama ve yayma kapasitesine sahip olmaları faz değişim

maddelerinin ısı depolama kaynağı olarak büyük ilgi görmelerini sağlamaktadır [9]. Faz değiştiren maddeler içerisinde ısıl enerji depolama materyali olarak en fazla ilgi görenler organik esaslı katı-sıvı faz değişimi yapan maddelerdir. Bu tür maddeler arasında erime sıcaklıkları 15-37 °C aralığında değişen parafinik faz değiştiren maddeler tekstil materyalleri için en çok tercih edilen faz değiştiren maddelerdir [7]. Parafinik faz değiştiren materyaller arasında n-hekzadekan, n-oktadekan ve n-eykosa sıkça kullanılmakta olup, bu çalışmada n-oktadekan mikrokapsülendirilmiştir.

Çalışmada mikrokapsül duvar yapısını fonksiyonelleştirmek amacıyla kullanılacak olan çinko oksit, metal oksit yapıları inorganik materyallerden birisi olup antibakteriyel özelliği, fotokatalitik aktivitesi, elektrik iletkenliği, UV absorpsiyon gibi özellikleri ile bilinmektedir. ZnO ayrıca insan ve hayvan sağlığı açısından güvenilir materyaller sınıfında yer almakta olup kişisel bakım ürünlerinin üretiminde yoğun bir şekilde kullanılmaktadır [10, 11]. Çinko oksit partiküller bakteri ile temas durumunda bakterinin hücre membranına kolayca tutunmakta ve Zn²⁺ iyonları serbest bırakmaktadır. Bu iyonlar lizozomal ve mitokondrial saldırı ile bakteri hücrelerinin ölümüne neden olmaktadır [12].

Çalışmada ayrıca, üretilen mikrokapsüllerin tekstil yapılarına uygulanabilirliğini araştırmak için kapsüller emdirme metodu ile % 100 pamuklu, ön terbiye işlemi görmüş ham kumaşa uygulanmıştır. Uygulama sonrası, mikrokapsüllerin kumaş yapısındaki varlığı ve dağılımına ilave olarak sıcaklık düzenleme özellikleri de araştırılmıştır.

2. MATERYAL ve METOT

2.1. Materyal

Çalışmada mikrokapsül çekirdek maddesi olarak parafinik n-oktadekan (Alfa Aesar) faz değiştiren maddesi kullanılmıştır. Mikrokapsül üretiminde duvar materyalleri olarak polikasyon olarak kitosan (Mw 100.000-300.000, Acros Organics) ve jelatin (Sigma Aldrich) polimerleri, polianyon olarak arap zamkı (Sigma Aldrich) polimeri kullanılmıştır. Nano çinko oksit (Sigma Aldrich) ise mikrokapsül duvar yapısını fonksiyonelleştirmek amacıyla inorganik takviye materyali olarak kullanılmıştır. Mikrokapsül üretim aşamasında emülsiyon oluşturmak amacıyla Span 20, non-iyonik yüzey aktif madde olarak kullanılmıştır. Mikrokapsül duvar yapısının stabilizasyonu amacıyla çapraz bağlayıcı olarak ise glutaraldehit (% 2,5, Sigma Aldrich) kullanılmıştır. Kitosan polimerini çözmek için asetik asit (% 100, Sigma Aldrich) kullanılmıştır. Mikrokapsül üretiminde pH ayarlamak için asetik asit (% 2'lik) ve sodyum karbonat kullanılmıştır.

2.2. Metot

Mikrokapsül üretimi kompleks koaservasyon metodu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kompleks koaservasyon yönteminde zıt yüklere sahip iki polielektrolit polimer kullanılmaktadır. Bu çalışmada, polianyon polimer olarak Arap zamkı polimeri kullanılırken, polikasyon polimeri olarak kitosan veya jelatin

polimerleri kullanılmıştır. Böylece kitosan/arap zamkı ve jelatin/arap zamkı polimer kompleksinden oluşan duvar yapı oluşturulmuştur. Ayrıca, mikrokapsül üretiminde duvar yapısını iki farklı polimer oluştururken nano çinko oksit partikülleri bu kompleks yapıya ilave edilerek duvar yapısının fonksiyonelleştirilmesi amaçlanmıştır. Mikrokapsül üretiminin ilk aşamasında parafin esaslı çekirdek madde n-oktadekan; polianyon (Arap zamkı) + nano çinko oksit-su polimer çözeltisi içerisinde yüzey aktif madde ilavesi ile disperse edilmiş ve emülsiyon oluşturulmuştur. Daha sonra hazırlanan emülsiyona katyonik karakterli polimer (kitosan veya jelatin) çözeltisi ilave edilmiştir. pH polimerlerin elektrolit olduğu 4-4,5 aralığına ayarlanmış ve polimer-polimer kompleks oluşumu başlatılarak karıştırma ile reaksiyon devam ettirilmiştir. Ardından sodyum karbonat ilavesi ile pH 9'a ayarlanarak kompleks oluşumu durdurulmuş, reaksiyon ortamı 5 °C'ye soğutulup çapraz bağlayıcı (glutaraldehit) ilavesi yapılarak mikrokapsüllerin stabil hale gelmesi sağlanmıştır [4]. Yıkama, süzme ve kurutma işlemleri ile mikrokapsül üretimi tamamlanmıştır. Mikrokapsül üretiminde 3000 devir/dakika karıştırma hızı kullanılmıştır. Çalışma kapsamında çekirdek madde olarak n-oktadekan kullanılmıştır. Karıştırma Wise Stir HS-50-A marka su sirkülasyonlu emülsiyon sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsül üretiminde duvar madde/çekirdek madde oranı 1:1,5 olarak ayarlanmıştır. Polimer konsantrasyonları % 2,5 olarak seçilmiş ve her bir kapsül üretim prosesinde 1,2 g nano çinko oksit ilave edilmiştir.

Üretilen mikrokapsüllerin morfolojileri optik mikroskop (Motiç marka) ve SEM (taramalı elektron mikroskobu) ile incelenirken kimyasal yapıları FT-IR spektroskopisi (Perkin Elmer Spectrum BX model) ile araştırılmıştır. Mikrokapsüllere ait optik mikroskop görüntüleri üzerinde parçacık boyutu ölçümleri cihaza ait yazılım kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Aynı mikrokapsüle ait farklı OM görüntüleri üzerinde 200'den fazla kapsüle ait çap değerleri ölçülmüş ve SPSS 18.0 Statistics Software (SPSS Inc., Chicago, IL) programı kullanılarak parçacık boyut dağılım histogramları çizilmiştir.

FT-IR analizleri oda sıcaklığında, KBr pellet tekniği ile 4 cm⁻¹ çözünürlükte, 4000-400 cm⁻¹ orta infrared bölgesinde 2 cm⁻¹ aralıklarla 16 tarama sayısı ile gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüllerin yapısında nano çinko oksit partiküllerinin varlığını araştırmak için SEM-EDX analizi uygulanmıştır. Mikrokapsüllerin ısı depolama/yayma özelliklerinin belirlenmesi için yapılan DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) analizi, Perkin Elmer marka DSC cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Analizler 5 °C/d ısıtma/soğutma hızında, -10 °C - +80 °C aralığında azot atmosferinde gerçekleştirilmiştir.

Mikrokapsüllerin antibakteriyel aktiviteye sahip olup olmadıkları ASTM E2149 test yöntemine göre belirlenmiştir. Bu test, antibakteriyel etkinlik derecesini kantitatif olarak belirleyen bir yöntemdir ve antibakteriyel etkinlik çözeltide yaşayan mikroorganizma koloni sayısına göre değerlendirilmektedir. Yöntemde belirli sayıda bakteri aşılardan örnekte 1 saat, 3 saat ve 24 saat sonraki bakteri sayılarındaki azalma miktarı yüzde olarak hesaplanmaktadır. Antibakteriyel aktivite tayininde, gram pozitif

bakteri suşu olarak *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538) ve gram-negatif bakteri suşu olarak *Escherichia coli* (ATCC 35218) seçilmiştir. Bu yöntemde, örnekler üzerinde, ekiminden hemen sonra (0 temas zamanı) ve 1 saat, 3 saat ve 24 saatlik inkübasyon sonrasındaki bakteri kolonilerinin sayımı standart sayma yöntemi kullanılarak yapılmaktadır. 0 temas zamanı ve belirli bir saat sonraki bakteri sayılarındaki azalma oranı aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanmaktadır. Hesaplanan azalma % değeri antibakteriyel aktivite değeri olarak belirlenmektedir [13].

$$\text{Bakteri azalma oranı (\%)} = [(A - B) / A] \times 100$$

A: "0" temas zamanında test örneklerinden elde edilen bakteri sayısı.

B: Belirli bir saat süresince inkübe edilen test örneklerinden elde edilen bakteri sayısı.

Çalışmada, üretilen mikrokapsüller % 100 pamuklu (19 çubuk/cm, 13 sıra/cm, 218.829 g/m²) ön terbiye işlemi görmüş kumaşa emdirme metodu ile uygulanmıştır. Uygulamada, mikrokapsüller yüksek devirli homojenizatör kullanılarak saf su içinde mümkün olduğunca homojen dağılacak şekilde 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Mikrokapsül konsantrasyonu 300 g/L olarak kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin kumaşlara uygulanmasında homojen karışıma yumuşatıcı (Perrustol VNO, Rudolf Duraner, 60 g/L), çapraz bağlayıcı (TanaPur One, Tanatex Chemicals, 60 g/L) ve katalizör (6 g/L) ilave edilerek karıştırmaya devam edilmiştir. Ardından kumaş örnekleri fulard makinasında hazırlanan flotte ile emdirilmiştir. Emdirme 2 bar basınç altında 2 m/d hız ile gerçekleştirilmiştir. Fulardan geçirilen kumaşlar fikse cihazında 80 °C de 5 dakika kurutma, 120 °C de 1 dakika fikse işlemine tabi tutularak mikrokapsüllerin kumaş yapısına sabitlenmesi sağlanmıştır. Emdirme işlemi Ataç-FY 350 Laboratuvar Tipi Yatay Fulard ve kurutma ve fikse işlemleri Werner Mathis Marka DHe Model Laboratuvar Buharlı Fikse Cihazı cihazları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kumaşların yapısında mikrokapsül varlığı SEM (LEO 440 Computer Controlled Digital) analizi ile tespit edilmiştir. Mikrokapsüllerin içerdiği faz değiştiren maddeden kaynaklanan kumaş ısı özelliği ise T-History testi uygulanarak araştırılmıştır. T-history testi ile değişken sıcaklık ortamında kumaşların yapılarındaki faz değiştiren madde ile ilişkili olarak sıcaklık düzenleme (Thermoregulation) etkisi gösterip göstermedikleri araştırılmıştır. Ölçüm için kullanılan sistem, sıcaklık ölçümü için bir termal kamera (Fluke Ti100 Thermal Imager), iç sıcaklığı termostat ile sabit tutulan, 40 W'lık bir lamba ile ısıtılan yalıtımlı poliüretan bir kutu içermektedir. Ölçümlerde, soğuk ortamda (0 °C) kondisyonlanmış kumaş numuneleri iç sıcaklığı 40 °C'ye ayarlanmış kapalı poliüretan kutu içerisine yerleştirilmekte ve kamera ile kumaş yüzey sıcaklığı ölçülmektedir. Ölçümler 20 dakika boyunca devam ettirilmekte ve her 10 saniyede bir ölçülen sıcaklık değerleri kaydedilmektedir. Mikrokapsül içermeyen referans kumaş ve mikrokapsül uygulanmış numune kumaş için ölçümler tekrar edilmekte ve kaydedilen sıcaklık değerlerinden zamana karşı sıcaklık değişim grafikleri elde edilmektedir. Test sonrası numune ve referans kumaş yüzey sıcaklık değerleri karşılaştırılmaktadır. Netice olarak, iki kumaş yüzey sıcaklığı arasındaki

fark numune kumaşın yapısındaki mikrokapsülün içerdiği faz değiştiren maddenin erimesi sırasında soğuracağı ısı ile ilişkilendirilmektedir [5, 15].

3. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

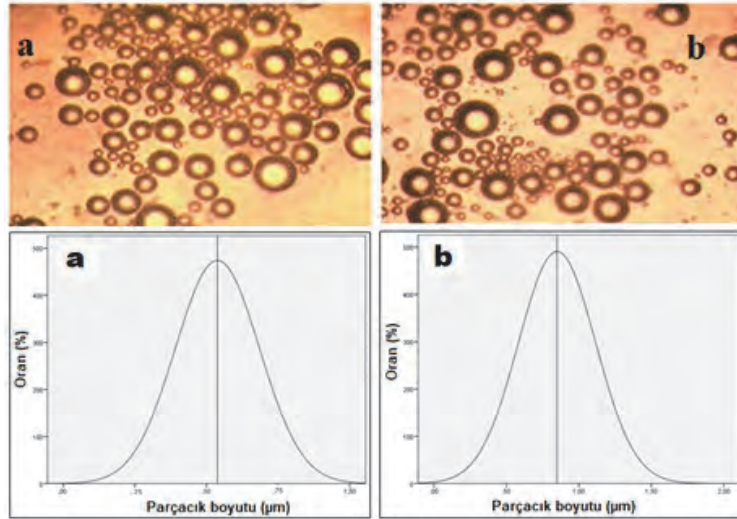
3.1. Optik Mikroskop Analizi

Şekil 1a'da kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı n-oktadekan çekirdekli mikrokapsüllere ait optik mikroskop görüntüsü ve parçacık dağılım histogramı verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde küresel morfolojiye sahip tanecikli yapıda mikrokapsül üretiminin gerçekleştiği görülmektedir. Parçacık dağılım diyagramına göre mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutu 570 nm olup kapsüllerin boyutu 220 nm ile 1.25 μm aralığında değişmektedir. Şekil 1b'de ise Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı n-oktadekan çekirdekli mikrokapsüllere ait optik mikroskop görüntüsü ve parçacık dağılım histogramı verilmiştir. Benzer şekilde mikrokapsül üretim prosesini sonunda küresel taneciklerin elde edildiği görülmektedir. Mikrokapsülle-

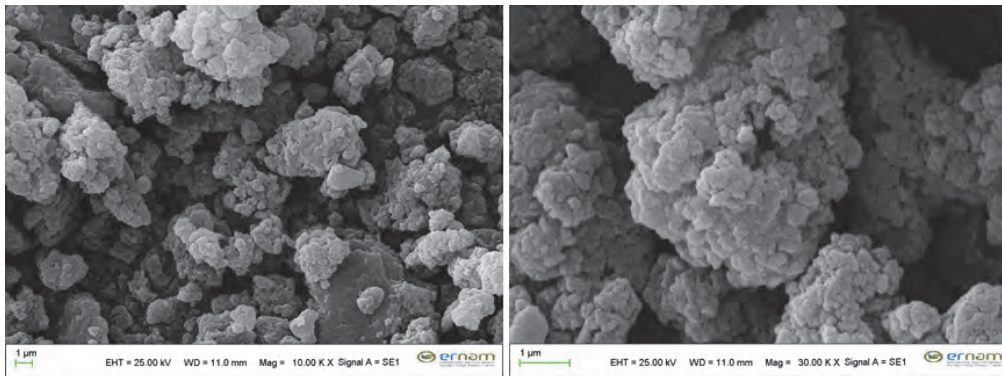
rin ortalama parçacık boyutu 849 nm iken parçacıkların boyutlarının 220 nm ile 1.75 μm aralığında değiştiği belirlenmiştir.

3.2. SEM ve SEM EDX Analizi

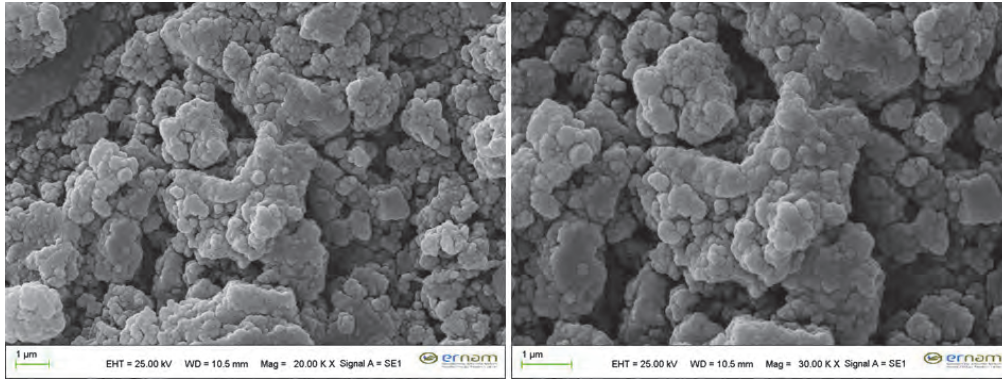
Bu bölümde üretimi gerçekleştirilen mikrokapsüllerin SEM mikroskop görüntüleri alınarak morfolojileri ve parçacık boyutları incelenmiştir. Ayrıca SEM-EDX analizi uygulanarak mikrokapsül yapısında çinko oksit varlığı araştırılmıştır. Şekil 2'de kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit, Şekil 3'de ise jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit mikrokapsüllere ait farklı büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntülere göre hemen hemen küresel morfolojide ve nano boyutlu kapsül üretiminin gerçekleştirildiği görülmektedir. Ancak mikrokapsüller bir arada kümelenmiş halde bulunmaları nedeniyle küresel morfolojinin ayırt edilmesi zor olmaktadır. Görüntülerden ayrıca kapsül taneciklerinin parçacık boyutlarının birbirine oldukça yakın oldukları ancak topaklanmanın gerçekleştiği sonucuna ulaşılmaktadır.



Şekil 1. Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit (a) ve jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit (b) duvarlı n-oktadekan çekirdekli mikrokapsüllere ait optik mikroskop görüntüleri (40X)



Şekil 2. Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri



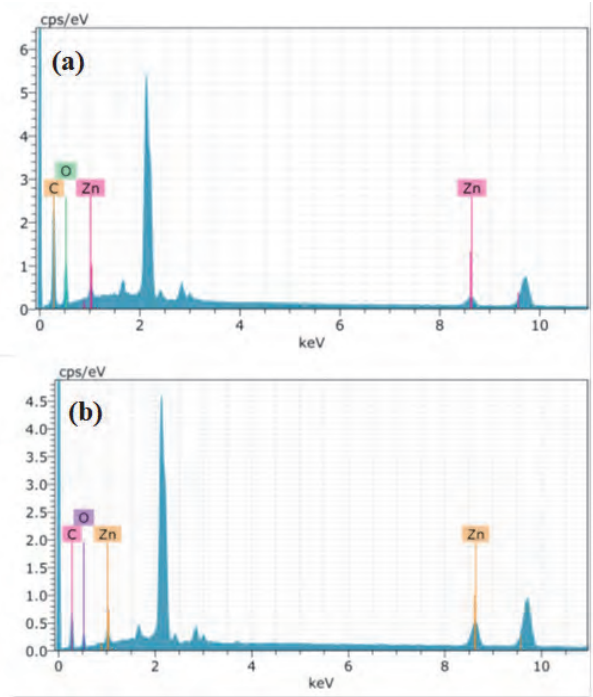
Şekil 3. Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri

Mikrokapsül üretimi sırasında polianyon polimer çözeltisi (arap zamkı çözeltisi) içerisine karıştırılarak mikrokapsül duvar yapısına ilave edilmeye çalışılan nano çinko oksit partiküllerinin mikrokapsül yapısındaki varlığını açıklamak için SEM EDX analizi uygulanmıştır. Analiz sonucu Şekil 4'de grafik olarak verilirken elde edilen veriler Tablo 1'de sunulmuştur. Şekil 4.a'da Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllere ve Şekil 4.b'de ise Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllere ait SEM EDX grafiği verilmiştir. Grafiklerde çinko (Zn) elementine ait pik görülmektedir ve bu pikler mikrokapsül yapısındaki çinko varlığını ispat etmektedir. SEM-EDX analizi ile mikrokapsüllerin yapılarındaki elementlerin hem ağırlık hem de atomik ağırlık esaslı miktarları % cinsinden belirlenmiştir. Tablo 1'de verilen analiz sonuçlarına göre Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüller yapılarında ağırlıkça % 11,63 oranında Zn elementi içermekte, Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüller ise % 32,76 oranında Zn elementi içermektedir.

3.3. FT-IR Spektroskopi Analizi

Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (a) ve Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (b) mikrokapsüllere ait FT-IR spektrumları sırasıyla Şekil 5'te verilmiştir. Şekil 5a'da verilen spektrumlarda 3426 cm^{-1} dalga boyundaki geniş band kitosan polimerine ait O-H ve N-H gerilme pikleri ve arap zamkı polimerine ait O-H gerilme piklerinin üst üste binmesinden kaynaklanmaktadır. Mikrokapsülün IR spektrumundaki 2956 cm^{-1} , 2918 cm^{-1} ve 2850 cm^{-1} dalga boyundaki pikler n-oktadekana ait karakteristik C-H gerilme pikleri olup kapsül yapısındaki parafinin yani n-oktadekanın varlığını ispatlamaktadır [1,5,14,15]. Şekil 5b'de verilen IR spektrumlarına göre, 3426 cm^{-1} dalga boyundaki büyük ve geniş pik Arap zamkındaki -OH ve

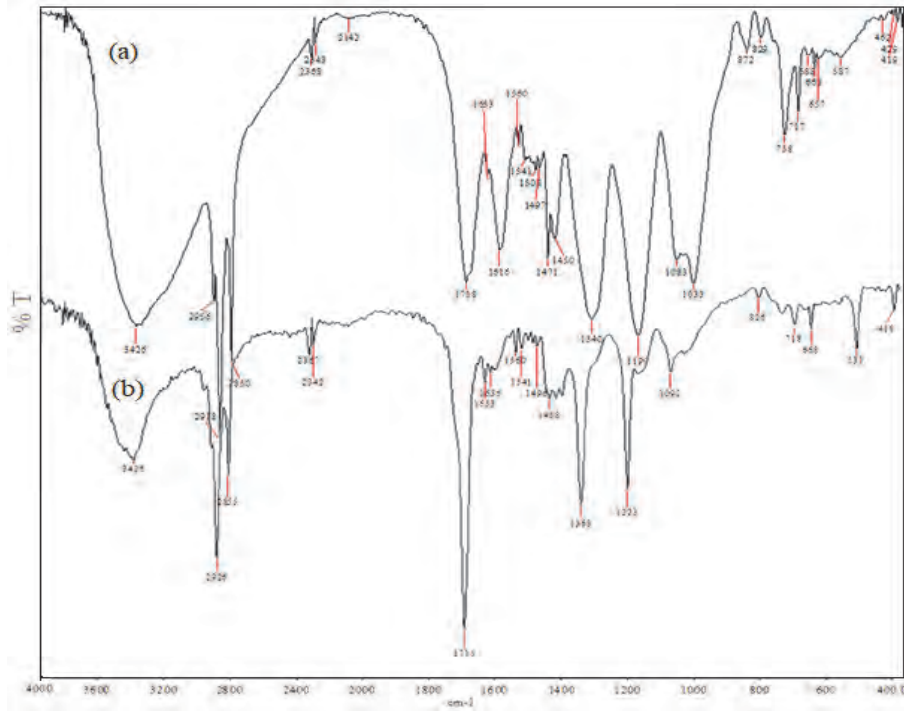
jelatindeki N-H gerilme pikidir ve mikrokapsül duvar yapısındaki polimerlerin varlığını ispat etmektedir. 2926 cm^{-1} ve 2855 cm^{-1} dalga boylarındaki pikler parafine (n-oktadekan) ait karakteristik C-H gerilme pikleri olup yapıdaki parafinin varlığını ispatlamaktadır [1,5,14,15].



Şekil 4. Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (a) ve Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (b) mikrokapsüllere ait SEM EDX grafikleri

Tablo 1. Mikrokapsüllere ait EDX bulguları

Numune	Element	% Ağırlık	% Atomik
Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül	C	52,68	65,19
	O	34,28	31,84
	Zn	11,63	2,62
	Toplam	100,00	100,00
Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül	C	44,53	69,75
	O	16,09	18,92
	Zn	32,76	8,94
	Toplam	100	100

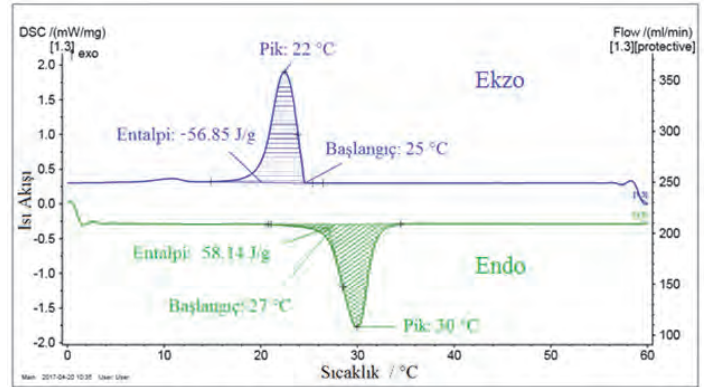


Şekil 5. Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (a) ve Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (b) mikrokapsüllere ait FT-IR spektrumları

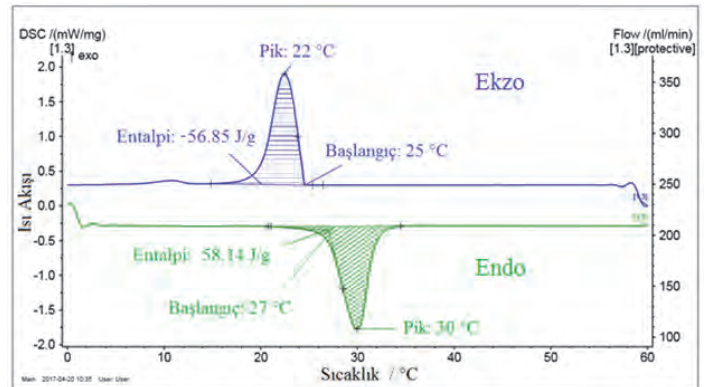
3.4. DSC analizi

Bu bölümde üretimi tamamlanan mikrokapsüllerin ısı depolama/yayma sıcaklık ve entalpi değerlerini belirlemek için gerçekleştirilen DSC analiz sonuçları verilmiştir. DSC analizinde mikrokapsüllerin yapılarındaki faz değiştiren maddenin (n-oktadekan) faz değiştirmesi sırasındaki depoladığı ve yaydığı gizli ısı enerjisi entalpi olarak ölçülmektedir. Maddenin katılaşması sırasında ölçülen entalpi değeri yayılan ısıyı temsil ettiği için yani ekzotermik reaksiyonu ifade ettiği için (-) işaretli, erimesi sırasında ölçülen entalpi değeri absorbe edilen (soğurulan) ısıyı temsil ettiği için yani endotermik reaksiyonu ifade ettiği için (+) işaretli olarak gösterilmektedir. Ölçüm sonucunda mikrokapsüllerin yapısındaki parafinin erime ve katılaşmaya başladığı noktalar sırasıyla ısı enerjisi depolama ve yayma sıcaklıkları olarak kaydedilmektedir.

Şekil 6'da kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı n-oktadekan çekirdekli mikrokapsüllere ait DSC eğrisi verilmiştir. DSC eğrisine göre, mikrokapsüllerin erime ve katılaşma entalpileri sırasıyla 58.14 J/g ve -56.85 J/g'dır. Mikrokapsüllerin ısı depolama ve yayma sıcaklıkları ise sırasıyla 27 °C ve 25 °C'dir. Özetle DSC eğrisi incelendiğinde mikrokapsüllerin 27 °C'de 58.14 J/g ısı depoladığı, 25 °C'de -56.85 J/g ısı yaydığı görülmektedir. Şekil 7'de ise jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı n-oktadekan çekirdekli mikrokapsüllere ait DSC eğrisi verilmiştir. DSC eğrisine göre, mikrokapsüllerin 27 °C'de 78,27 J/g ısı depoladığı ve 24 °C'de 75.66 J/g ısı yaydıkları belirlenmiştir. DSC ölçüm sonuçlarına göre üretilen mikrokapsüllerin tekstil materyallerine uygulama için yeterli ısı depolama/yayma kapasitesine sahip olduğu belirlenmiştir.



Şekil 6. Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllere ait DSC eğrisi



Şekil 7. Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllere ait DSC eğrisi

3.5. Antibakteriyel Aktivite Tayini

Mikrokapsül örneklerinin 1 saat, 3 saat ve 24 saat inkübasyon sonrası *Staphylococcus aureus* (Gram (+) pozitif) bakterisine karşı ASTM E2149 yöntemine göre antibakteriyel etkinlikleri yani % bakteri azalma oranları Tablo 2’de verilmiştir. Tablodaki sonuçlar incelendiğinde, 24 saat sonunda her iki mikrokapsül örneğinin de *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı % 100 antibakteriyel aktiviteye sahip olduğu görülmektedir. Bu bulguya göre mikrokapsüllerin ortamdaki bakterilerin ölümüne sebep olduğu sonucuna varılmıştır. Mikrokapsüller için tespit edilen antibakteriyel aktivitenin Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüller için duvar yapısındaki kitosan ve nano çinko oksit varlığından kaynaklanabileceği sonucuna ulaşılmıştır. Kitosanın mikroorganizmalar üzerindeki etkisi ile ilgili olarak dört mekanizmadan bahsedilmektedir. Bunlara göre: kitosan mikroorganizmanın yapısındaki anyonik bileşenler ile etkileşime girerek (1), hücre içerisine girip hücrenin DNA’sına bağlanarak protein ve RNA sentezini durdurarak (2), hücre yüzeyinde besin girişini engelleyen membran oluşturarak (3) veya hücrede elektronegatif madde absorbe ederek (4) mikroorganizmanın hücre ölümüne neden olur ve bu şekilde mikroorganizmanın fizyolojik aktivitelerini engeller. Literatürde yapılan çalışmalarda kitosan polimeri ile işlem görmüş kumaşların gram pozitif ve gram negatif bakterilere karşı geniş spektrum antibakteriyel aktivite ve antifungal etki gösterdiği, ancak bu etkinin farklı bakteri türü için kitosanın molekül ağırlığı ve konsantrasyonuna bağlı olarak değiştiği ifade edilmektedir. Genellikle molekül ağırlığı arttıkça daha düşük konsantrasyonlarda antibakteriyel aktivite sağlandığı sonucuna ulaşılmıştır [16-18]. Öte yandan Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül örneğinin antibakteriyel aktiviteye sahip olması ise duvar yapısına ilave edilen nano çinko oksit varlığı ile açıklanabilir. Nitekim SEM-EDX analizi sonuçlarına göre de söz konusu mikrokapsüllerin yapısında daha yüksek oranda çinko elementi tespit edilmiştir. Literatürde ZnO’in gram

pozitif ve gram negatif bakteri türlerine karşı antibakteriyel aktivite gösterdiği tespit edilmiştir. Bununla birlikte, ZnO nano parçacıkların mikroorganizmalar üzerindeki toksik etkisi tam olarak açıklanamamış olup, literatürde açıklanan etki mekanizmaları; ZnO-nano parçacıkların hücre duvarı ile direkt teması sonucu bakteri hücre bütünlüğünün bozulması, Zn⁺² iyonlarının serbest bırakılması ve reaktif oksijen türlerinin oluşması şeklinde açıklanmıştır. Ancak bu etkilerin ZnO’in fizikokimyasal (morfoloji, yüzeysel işlemler, UV ışıklandırma, parçacık boyutu ve etkin yüzey alanı gibi) özelliklerine ve ortam bileşenlerine bağlı olarak çözülmüş Zn türlerine göre değiştiği de belirtilmektedir [19, 20].

Mikrokapsül örneklerinin 3 saat ve 24 saat inkübasyon sonrası *Escherichia coli* (Gram (-) negatif) bakterisine karşı ASTM E2149 yöntemine göre antibakteriyel etkinlikleri yani % bakteri azalma oranları Tablo 3’te verilmiştir. 24 saat sonunda Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül % 86,89 oranında antibakteriyel aktiviteye sahip iken Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül % 9,33 oranında antibakteriyel aktivite göstermiştir. Bu sonuca göre, Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllere göre, Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllerin gram negatif bakteriye karşı daha yüksek oranda antibakteriyel aktiviteye sahip olduğu belirlenmiştir. Daha yüksek antibakteriyel aktivitenin, kapsül yapısında tespit edilen daha yüksek orandaki çinko varlığından kaynaklanabileceği düşünülmektedir (Tablo 1). Mikrokapsüllerin gram pozitif ve gram negatif bakterilere karşı gösterdikleri aktivite değerlendirildiğinde gram pozitif bakterilere karşı daha yüksek aktiviteye sahip oldukları sonucuna ulaşılmıştır. Bu sonuç, literatürde mevcut ve ZnO nano parçacıkların gram pozitif bakteri *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı, gram negatif *Escherichia coli* bakterisine göre daha yüksek antibakteriyel aktiviteye sahip olduğunu açıklayan araştırma bulguları ile de örtüşmektedir [21,22].

Tablo 2. ASTM 2149 test yöntemi göre *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538) bakterisine karşı antibakteriyel aktivite değerleri

Sıra No	Numune	1 saat	3 saat	24 saat
		Bakteri azalması		
		(%)	(%)	(%)
1	Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül (0,1 g / mL)	-81,65	-86,70	-100,00
2	Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül (0,1 g / mL)	-79,36	-82,11	-100,00

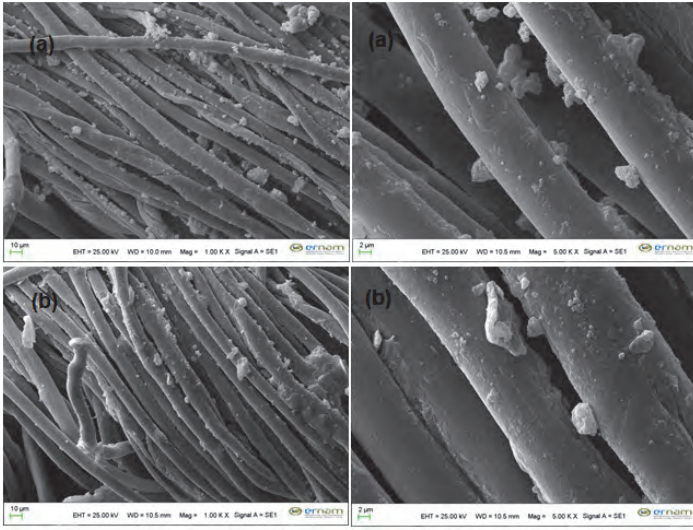
Notlar: 1 gram ağırlığındaki her bir örneğe aktarılan bakteri konsantrasyonu $4,61 \times 10^5$ (log 5,66) cfu*/ml olarak hesaplanmıştır (*cfu: Koloni oluşturan birim). (+) olarak verilen % bakteri değerleri, bakteri sayısında artışı, (-) olarak verilen % bakteri değerleri ise bakteri sayısında azalmayı göstermektedir. %(-)100 değeri, yüzey üzerinde bulunan tüm bakterin öldüğünü belirtmektedir.

Tablo 3. ASTM 2149 test yöntemi göre *Escherichia coli* (ATCC 35218) bakterisine karşı antibakteriyel aktivite değerleri

Sıra No	Numune	3 saat	24 saat
		Bakteri azalması	
		(%)	(%)
1	Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül (0,1 g / mL)	-8,89	-86,89
2	Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül (0,1 g / mL)	-2,67	-9,33

3.6. Kumaşların SEM Analizi

Şekil 8(a) ve Şekil 8(b)'de sırasıyla Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsül ve Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllerin uygulandığı pamuklu kumaşlara ait SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde kumaş yapısındaki mikrokapsül varlığı görülmektedir. Mikrokapsüllerin lif yüzeylerine ve lifler arası boşluklara yoğun bir şekilde yerleştikleri, mikrokapsül dağılımının hemen hemen homojen olduğu, ancak yer yer kapsül kümelenmelerinin mevcut olduğu görülmektedir.



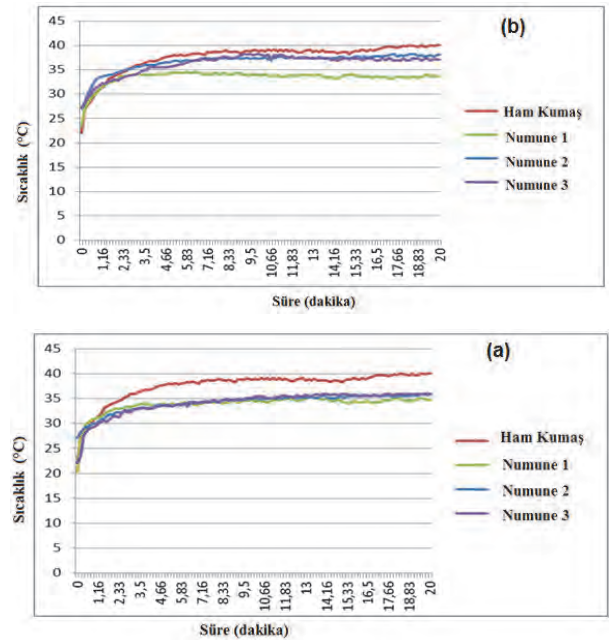
Şekil 8. Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit (a) ve Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit (b) mikrokapsüllerin uygulandığı pamuklu kumaşa ait SEM görüntüleri

3.7. Kumaşların T-History Testi

Bu bölümde kumaşların yapılarındaki faz değiştiren madde varlığından kaynaklanan serinletme (sıcaklık düzenleme) özelliklerinin olup olmadığı araştırılmıştır. Bu amaçla, mikrokapsül uygulanmış pamuklu kumaş numunelerinin ortam sıcaklığındaki değişime bağlı olarak yüzeylerindeki sıcaklık değişimleri T-history sistemi ile ölçülmüştür. Ölçüm sırasında kumaş yapısındaki mikrokapsüllenmiş faz değiştiren maddenin faz değişimini gerçekleştirebilmesine olanak sunmak için numuneler önce soğutulmuş (katılaşma sıcaklığının altındaki sıcaklıkta, 0 °C civarı) sonra sıcak ölçüm ünitesine yerleştirilmiş ve ölçümler gerçekleştirilmiştir. Ölçüm ünitesi yani yalıtımlı kutu iç sıcaklığı 40 °C olarak ayarlanmış ve sıcaklık sabit tutularak bu ortama yerleştirilen kumaş yüzeyinde 20 dakika boyunca termal kamera ile sıcaklık ölçülmüştür. Böylece soğuk halde sıcak ortama yerleştirilen kumaş numunelerinin yapısındaki katı haldeki faz değiştiren maddenin erimesi sırasında kumaş yüzey sıcaklık değişimi izlenebilmiştir. Aynı proses kapsül içermeyen ham kumaş için de tekrarlanmıştır. Hem kapsül içeren numune hem de kapsül uygulanmamış ham kumaş yüzeylerinde ölçülen sıcaklık değerlerinin zamana bağlı değişim grafikleri çizilmiş ve karşılaştırılmıştır. Ölçümlerde aynı mikrokapsül üç farklı numuneye aynı koşullarda uygulanmış ve bu numune kumaşlar üzerinde ölçüm yapılarak sonuçların doğruluğu artırılmaya çalışılmıştır.

Şekil 9(a)'da Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllerin uygulandığı pamuklu kumaş ile mikrokapsül uygulanmamış ham kumaş örneklerine ait zamana bağlı yüzey sıcaklığı değişim grafikleri verilmiştir. Grafikler incelendiğinde mikrokapsül içermeyen ham kumaş örneğinin yüzey sıcaklığının mikrokapsül içeren numune kumaşlarınkine göre daha yüksek olduğu ve maksimum 40 °C'ye kadar ulaştığı görülmektedir. Mikrokapsül içeren üç kumaş örneğinin yüzey sıcaklıklarının birbirlerine hemen hemen eşit olduğu ve maksimum 35 °C'ye ulaştığı görülmektedir. Mikrokapsül içeren ve içermeyen kumaş yüzeylerinde 5 °C'ye ulaşan fark kaydedilmiş olup bu fark mikrokapsül içindeki faz değiştiren maddenin erimesi sırasında ortamdan soğurduğu ısıdan kaynaklanmaktadır. Bu sıcaklık farkı kumaşların ısı düzenleme ve serinletme etkisini göstermektedir.

Şekil 9(b)'de Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı mikrokapsüllerin uygulandığı pamuklu kumaş ile mikrokapsül uygulanmamış ham kumaş örneklerine ait zamana bağlı yüzey sıcaklığı değişim grafikleri verilmiştir. Sonuçlar, mikrokapsül içermeyen ham kumaş örneğinin yüzey sıcaklığının mikrokapsül içeren üç adet numune kumaşın yüzey sıcaklığından daha yüksek olduğunu göstermektedir. Kumaş yüzey sıcaklıklarının dengeye ulaştığı bölgede ham kumaş için sıcaklık 36 °C ile 40°C arasında değişmekte olup maksimum 40 °C'ye ulaşmaktadır. Mikrokapsül içeren üç adet kumaş örneği için yüzey sıcaklıkları denge bölgesinde 33°C ile 37 °C arasında değişim göstermektedir ve maksimum 37 °C'ye ulaşmaktadır. Mikrokapsül içeren ve içermeyen kumaş yüzeylerinde ortalama 3 °C civarında fark kaydedilmiş olup bu fark mikrokapsül içindeki faz değiştiren maddenin erimesi sırasında ortamdan soğurduğu ısıdan kaynaklanmaktadır. Bu sıcaklık farkı kumaşların ısı düzenleme ve serinletme etkisini göstermektedir.



Şekil 9. Kitosan/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (a) ve Jelatin/arap zamkı/nano çinko oksit duvarlı (b) mikrokapsüllerin uygulandığı pamuklu kumaşlar için yüzey sıcaklığının zamana bağlı değişim grafiği

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, ısı enerji depolama ve antibakteriyel özelliklere sahip mikrokapsül üretimi hedeflenmiştir. Bu amaç için kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsül üretiminde doğal polielektrolit polimer kompleks yapısının nano çinko oksit partikülleri ile takviye edilmesi planlanmıştır. Bunun için kitosan ve arap zamkı ile jelatin ve arap zamkı polielektrolit kompleks yapısının oluşumu aşamasında yapıya nano çinko oksit partiküller ilave edilerek yapının takviye edilmesi ve fonksiyonelleştirilmesi gerçekleştirilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin kompleks koaservasyon metodu ile üretilen benzer mikrokapsüllerde olduğu gibi küresel morfolojiye sahip oldukları belirlenmiştir. SEM analizine göre mikrokapsüllerin nano boyutlarda olduğu ve kümelenme eğilimi gösterdikleri tespit edilmiştir. Termal analiz sonuçlarına göre oldukça yüksek kapasitede gizli ısı depolama özelliği gösteren mikrokapsüllerin üretildiği belirlenmiştir. Mikrokapsüllere ait kantitatif antibakteriyel etkinlik testine göre mikrokapsüllerin özellikle gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyel aktivite gösterdikleri tespit edilmiştir. Ayrıca, EDX analiz bulguları dikkate alınarak değerlendirildiğinde, yapıda mevcut nano çinko oksit miktarı arttıkça gram negatif bakterilere karşı antibakteriyel aktivitenin arttığı tespit edilmiştir. Çalışmada mikrokapsüller pamuklu kumaşlara uygulanmış ve kumaş yapısında mikrokapsül varlığı belirlenmiştir. Ayrıca mikrokapsül içeren kumaşların sıcak ortamdaki serinletme etkisi de T-History testi ile teyit edilmiştir. Çalışmanın devamında, söz konusu mikrokapsüllerin uygulandığı kumaşların fonksiyonel özellikleri belirlenecek ve ısı konfor ile ilişkili sıvı transfer ve su absorpsiyon özellikleri ve hava geçirgenlik özelliklerindeki değişimler araştırılacaktır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma TÜBİTAK 2209-B Sanayiye Yönelik Lisans Araştırma Projeleri Destekleme Programı kapsamında desteklenmiştir. Yazarlar finansal desteğinden ötürü TÜBİTAK'a teşekkürlerini sunar.

KAYNAKLAR

- Demirbağ, S., (2014), Kompleks Koaservasyon Metodu ile Isı Depolama Özellikli ve Güç Tutuşur Mikrokapsül Üretimi ve Tekstil Uygulamaları, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta.
- Demirbağ, S., Alay-Aksoy, S., (2013), İnorganik Madde İlave Edilerek Geliştirilmiş Termal Stabiliteye Sahip Isı Depolama Özellikli Mikrokapsül Üretimi ve Karakterizasyonu, Tekstil ve Mühendis, 20(92), 27-35.
- Demirbağ, S., Alay-Aksoy, S., (2016), Encapsulation of Phase Change Materials by Complex Coacervation to Improve Thermal Performances and Flame Retardant Properties of the Cotton Fabrics, Fibers and Polymers, Vol.17, No.3, 408-417. DOI 10.1007/s12221-016-5113-z.
- Genç, E., Alay-Aksoy, S., (2016), Fabrication of Microencapsulated PCMs with Nanoclay Doped Chitosan Shell and Their Application to Cotton Fabric, Tekstil & Konfeksiyon, 26(2), 180-188.
- Genç, E., (2016), Tekstil Uygulamaları İçin Fonksiyonel Duvarlı Mikrokapsül Üretimi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta.
- Sarı, A., (2011), Faz Değişimi Yoluyla Isıl Enerjinin Depolanması ve Bu Alanda Yapılan Çalışmalar, Kimya Lisans Öğrencileri (Kimyagerlik, Kimya Öğretmenliği ve Kimya Mühendisliği) Araştırma Projesi Eğitimi Çalıştayı Kimya-2 (Çalıştay 2011) 20-28 Temmuz 2011 – Çanakkale.
- Alay, S., (2010), Isıl Enerji Depolama Özellikli Mikrokapsüller İçeren Akıllı Tekstil Ürünlerinin Geliştirilmesi, SDÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta.
- Boan, Y., (2005), Physical Mechanism and Characterization of Smart Thermal Clothing, The Hong Kong Polytechnic University, PhD Thesis, Hong Kong.
- Mattila, H.R., (2006), Intelligent Textiles and Clothing, Woodhead Publishing Limited, 506p. Cambridge.
- Çakar, A., (2015), Antibakteriyel Özellikli Kumaş Üretimi Üzerine Bir Araştırma, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta.
- Perelshtein, I., Applerot, G., Perkas, N., Wehrschetz-Sgl, E., Hasmann, A., Guebitz, M.G., Gedanken, A., (2009), Antibacterial Properties of In Situ Generated and Simultaneously Deposited Nanocrystalline ZnO on Fabrics Applied Materials & Interfaces 1(2), 361-366.
- Selvam, S. Rajiv-Gandhi, R., Suresh, J., Gowri, S., Ravikumur, S., Sundrarajan, M., (2012), Antibacterial Effect of Novel Synthesized Sulfated B-Cyclodextrin Crosslinked Cotton Fabric and Its Improved Antibacterial Activities with ZnO, TiO₂ and Ag Nanoparticles Coating, International Journal of Pharmaceutics 434, 366-374.
- Sancar –Beşen, B., Balcı, O., Orhan, M., Güneşoğlu, C., Tatlı, İ.İ., (2015), Ozonlanmış Yağlar ile İşlem Uygulanmış Dokusuz Yüzeylerin Antibakteriyel Etkinliklerinin İncelenmesi, Tekstil ve Mühendis, 22: 100, 25-31
- Aksoy, K., (2015), Fonksiyonel Gruplara Sahip Polimerlerin Isıl Enerji Depolama Amaçlı Faz Değişim Maddelerinin Mikrokapsüllemesinde Kullanılması, Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat
- Alay-Aksoy, S., Alkan, C., Tözüm, M.S., Demirbağ, S., Altun-Anayurt, R., Ulcay, Y. (2017), Preparation and Textile Application of Poly(methyl methacrylate-co-methacrylic acid)/ n-Octadecane and n-Eicosane Microcapsules, The Journal of Textile Institute, 108(1), 30-41.
- El-tahlawy, K. F., El-bendary, M.A., Elhendawy, A.G., Hudson, S.M. (2005), The Antimicrobial Activity of Cotton Fabrics Treated with Different Crosslinking Agents and Chitosan, Carbohydrate Polymers, 60(4), 421-430.
- Zhang, Z., Chen, L., Ji, J., Huang, Y., Chen, D. (2003), Antibacterial Properties of Cotton Fabrics Treated with Chitosan, Textile Research Journal, 73(12), 1103-1106.
- Shin, Y., Yoo, D.I., Jang, J. (2001), Molecular Weight Effect on Antimicrobial Activity of Chitosan Treated Cotton Fabrics, Journal of Applied Polymer Science, 80(13), 2495–2501.
- Sirelkhaitim, A., Mahmud, S., Seeni, A., Kaus, N.H.M., Ann, L.C., Bakhori, S.K.M., Hasan, H., Mohamad, D. (2015), Review on Zinc Oxide Nanoparticles: Antibacterial Activity and Toxicity Mechanism, Nano-Micro Letters, 7(3), 219–242

20. Sricharussin, W., Threepopnatkul, P., Neamjan, N. (2011), Effect of Various Shapes of Zinc Oxide Nanoparticles on Cotton Fabric for UV-blocking and Anti-bacterial Properties, *Fibers and Polymers*, 12(8), 1037-1041.
21. Singh, G., Joyce, E.M., Beddow, J., Mason, T.J. (2012), Evaluation of Antibacterial Activity of ZnO Nanoparticles Coated Sonochemically onto Textile Fabrics, *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 2(1), 106-120.
22. Rajendran, R., Balakumar, C., Ahammed, H.A., Jayakumar, S., Vaideki, K., Rajesh, E.M., (2010), Use of Zinc Oxide Nano Particles for Production of Antimicrobial Textiles, *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(1), 202-208.