



PAMUK İPLİK BOYAMA SÜRECİNDE FDM MİKROKAPSÜL APLİKASYONU VE ISI DÜZENLEYEN İPLİK ÜRETİMİ

Saadet MIHÇI¹, Sennur ALAY AKSOY^{2*}

¹ Başyazıcıoğlu Tekstil San. ve Tic. A.Ş, Kayseri, Türkiye

² Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye

Anahtar Kelimeler

*Faz Değiştiren Malzeme,
PMMA-ko-GMA,
Mikrokapsül,
Pamuk İplik,
Boyama.*

Öz

Bu çalışmada, % 100 pamuk triko büküm ipliklere bobin boyama prosesinde faz değiştiren malzeme (FDM) içeren mikrokapsül aplikasyonu amaçlanmıştır. Bu amaçla çekirme metodu ile aplikasyon için uygun duvar yapısına sahip 1-tetradekanol çekirdekli mikrokapsüller üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Mikrokapsüllerin morfolojileri SEM, kimyasal yapıları FT-IR spektroskopisi, ısı depolama/yayma özellikleri DSC analizi ve termal direnç özellikleri TGA analizi ile belirlenmiştir. Analiz sonuçlarına göre, nano boyutlu, küresel morfolojide kapsüller üretilmiş ve kapsüllerin 33,4 °C'de yaklaşık 125 j/g gizli ısı depolayabildiği ve 220 °C sıcaklıklara kadar termal olarak kararlı oldukları tespit edilmiştir. Üretilen mikrokapsüller katyonize edilmiş pamuk ipliklere boya banyosu ile birlikte çektirilmiştir. Boyanmış ve eş zamanlı olarak mikrokapsül applike edilmiş ipliklerin yapılarındaki mikrokapsül varlığı ve homojen dağılımı SEM görüntüleri ile doğrulanmıştır. Mikrokapsüllerin yapısındaki FDM'nin erimesi sırasında absorbe ettiği ısıdan kaynaklanan sıcaklık düzenleme (termoregülasyon) fonksiyonu ise Thermal History (T-History) testi ile ölçülmüştür. Ölçüm sonuçlarına göre, FDM içerikli ipliklerin ham ipliğe göre daha yavaş ısındığı ve tüm test boyunca FDM içerikli ipliklerin yüzey sıcaklıklarının ham iplik yüzey sıcaklığına göre yaklaşık 5 °C daha düşük olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak yapılan çalışmada bobin boyama prosesi ile ipliklere mikrokapsül aplikasyonu başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir.

PCM MICROCAPSULE APPLICATION IN COTTON YARN DYEING PROCESS AND PRODUCTION OF THERMOREGULATING YARN

Keywords

*Phase change material,
PMMA-ko-GMA,
Microcapsule,
Cotton Yarn,
Dyeing.*

Abstract

In this study, it was aimed to apply the microcapsules containing phase change material (PCM) to 100% cotton knitwear twisted yarns in the bobbin dyeing process. For this purpose, 1-tetradecanol core containing microcapsules with suitable wall structure for exhaustion application were produced and characterized. The morphology of the microcapsules by SEM, chemical structures by FT-IR spectroscopy, heat storage/releasing properties by DSC analysis and thermal resistance properties by TGA analysis were determined. According to the results of the analysis, nano-sized, spherical morphology capsules were produced and it was determined that the capsules could store approximately 125 j/g latent heat at 33.4 °C and were thermally stable up to 220 °C temperatures. Produced microcapsules were exhausted to the cationized cotton yarns in dye bath. The presence and homogeneous distribution of microcapsules in the structures of dyed and simultaneously microcapsule-applied yarns were confirmed by SEM images. The temperature regulation (thermoregulation) function resulting from the heat absorbed by the PCM in the structure of the microcapsules was measured with the Thermal History (T History) test. According to the measurement results, it was determined that the yarns containing PCM heated more slowly than the raw yarn and the surface temperature of the yarns containing PCM was approximately 5 °C

* İlgili yazar / Corresponding author: sennuralay@sdu.edu.tr, +90-246-211-1187

lower than the surface temperature of the raw yarn throughout the test. As a result, in the study, microcapsule application to the yarns was successfully carried out with the bobbin dyeing process.

Alıntı / Cite

Mihçi, S., Alay Aksoy, S., (2023). Pamuk İplik Boyama Sürecinde FDM Mikrokapsül Aplikasyonu ve Isı Düzenleyen İplik Üretimi, Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 11(2), 592-606.

Yazar Kimliği / Author ID (ORCID Number)

S. Mihçi, 0000-0002-6998-6328
S. Alay Aksoy, 0000-0002-5878-6726

Makale Süreci / Article Process

Başvuru Tarihi / Submission Date	12.04.2022
Revizyon Tarihi / Revision Date	25.01.2023
Kabul Tarihi / Accepted Date	20.02.2023
Yayın Tarihi / Published Date	28.06.2023

PCM MICROCAPSULE APPLICATION IN COTTON YARN DYEING PROCESS AND PRODUCTION OF THERMOREGULATING YARN

Saadet MIHÇI¹, Sennur ALAY AKSOY^{2†}

¹ Başyazıcıoğlu Tekstil San. ve Tic. A.Ş, Kayseri, Türkiye

² Suleyman Demirel University, Faculty of Engineering, Department of Textile Engineering, Isparta, Türkiye

Highlights

- PCM microcapsules were prepared to be applied by exhaustion method.
- Produced microcapsules were exhausted to the cationized cotton yarns in dye bath.
- The bobbin dyeing process conditions were determined for microcapsule application.
- The yarns were found to offer remarkable temperature regulation performance.

Graphical Abstract

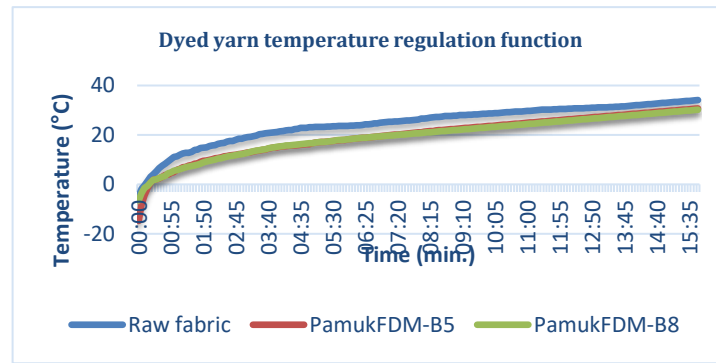


Figure. FDM içerikli PamukFDM-B5 ve PamukFDM-B8 kodlu ipliklere ait T-History grafikleri (T-History graphs of FDM-containing PamukFDM-B5 and PamukFDM-B8 coded yarns)

Purpose and Scope

In this study, it was aimed to determine the microcapsule production and dyeing process conditions suitable for the application of microcapsules containing phase change material (PCM) in the bobbin dyeing process of 100% cotton tricot twisted yarns.

Design/methodology/approach

In the study, microcapsule production was carried out by emulsion polymerization method. Microcapsules were exhausted to cationized cotton yarns in the bobbin dyeing process. The chemical, morphological and thermal properties of the microcapsules were analyzed. The morphological and thermal properties of the yarns were analyzed.

Findings

In this study, PCM microcapsules with nano-sized and spherical morphology were successfully fabricated. PCM microcapsules have suitable heat storage temperature (33.4 °C), high latent heat storage capacity (about 125 j/g) and sufficient thermal stability for textile application. In the bobbin dyeing process, the dye bath containing microcapsules was successfully applied to the yarns by exhaustion method. The presence of microcapsules in the structures of the yarns simultaneously dyed and PCM microcapsule applied were revealed by SEM images. The temperature regulation functions of the yarns was proved by thermal measurement.

Originality

In this study, microcapsules with a wall structure that will allow the application of PCM microcapsules in cotton yarn dyeing process were produced. The process conditions and material pretreatment conditions that will allow efficient application of microcapsules to cotton yarns were investigated. There is a limited number of researches in the literature on the application of PCM microcapsules to textile materials by exhaustion method. This study is original in terms of the microcapsule structure produced and PCM microcapsule application to cotton yarns in the bobbin dyeing process by exhaustion method and has the potential to contribute to the literature.

[†] İlgili yazar / Corresponding author: sennuralay@sdu.edu.tr, +90-246-211-1187

1. Giriş (Introduction)

Son yıllarda, vücut-giysi-çevre sisteminde ısı ve nem transfer süreçlerinin aktif kontrolünde rol oynayan, çevresel koşullar ve aktivite seviyesindeki değişime adapte olabilen otomatik iklimlendirme özelliğine sahip giysi sistemlerinin veya bileşenlerinin üretimine yönelik araştırmalar dikkat çekici hale gelmiştir (Koncar, 2016). Otomatik iklimlendirme özelliklerine sahip tekstilleri imal etmek ve giysilerin termal konforunu iyileştirmek için kullanılan malzemelerden birisi de faz değiştiren malzemelerdir. Gizli ısı depolama malzemeleri olarak da bilinen faz değiştiren malzemeler (FDMler) faz değişim prosesleri boyunca gizli ısı enerjisi absorbe edip geri salabilen malzemelerdir. Bu maddeler belirli bir sabit sıcaklıkta eriyen ve katılaşıp ve bu sırada yüksek kapasitede gizli ısı enerjisi depolayan ve yayan maddelerdir (Giro-Paloma, 2016; Genç, 2016). Ortam sıcaklığı erime sıcaklığına ulaştığında, FDM erimeye başlar ve erimesi tamamlanıncaya kadar ortamdan gizli ısı absorbe eder. Sıcaklık katılma sıcaklığına kadar düştüğünde ise FDM katılma süreci tamamlanıncaya kadar depoladığı ısı enerjisini geri verir (Mondal, 2008). Bahsedilen FDMler katı-sıvı faz değişimi sırasında gizli ısı enerjisi depolama/yayma özelliği ile ani sıcaklık değişimi durumlarında termoregülasyon (sıcaklık düzenleme, sıcaklığın belirli bir aralıkta sabit kalmasını destekleme) fonksiyonu sunmaktadırlar.

Tekstil sektöründe özellikle katı-sıvı faz değişimi yapabilen organik FDMler önem kazanmıştır. Bunların sıvı fazda yapıdan akarak uzaklaşmalarının engellenmesi, çevreyle etkileşimlerinin sınırlandırılması ve ısı iletimlerinin artırılması gibi faydalar için katı fazlı bir yapı içerisine enkapsüle edilmeleri gerekmektedir. Tekstil uygulamaları için genellikle parafinik faz değiştiren maddeler önem kazanmıştır ve mikrokapsüllenmiş parafin örnekleri ticari olarak da mevcuttur. Bunlar arasında Rudolf Duraner firmasına ait RUCO®-THERM PCM 28 ve Devan Chemicals firmasına ait Thermic® olarak adlandırılmış mikrokapsüller sayılabilir. Bu mikrokapsül örneklerinde FDM olarak genellikle n-oktadekan (parafin) kullanılmıştır.

Mevcut araştırmalar ve endüstriyel uygulamalar incelendiğinde, mikrokapsüllerin kumaşlara genellikle yüksek aplikasyon verimliliği nedeniyle emdirme metodu ile applike edildiği görülmektedir. Bu seçimde mikrokapsül duvarının çektirme metodu ile aplikasyon için uygun bir kimyasal yapıya sahip olmaması da önem arz etmektedir. Çektirme metodu ile mikrokapsüllerin tekstil yapılarına aplikasyonu ile ilgili çalışmalarda farklı içerikli mikrokapsüllerin iplik veya kumaşlara aplikasyonunun mümkün olacağı, ancak bunun için mikrokapsül duvar yapısının liflere afinitesi olacak şekilde geliştirilmesinin gerekliliği ortaya konulmuştur. Vurgulanan önemli bir husus da emdirme metodu ile aplikasyonda mikrokapsüllerin liflere kalıcı bağlanmasını sağlamak için kullanılan binder (reçine) maddelerinin kumaşların tutum ve geçirgenlik gibi özelliklerini olumsuz yönde etkilemesidir. Devan Chemicals firmasına ait mikrokapsülleri diğer ticari mikrokapsül örneklerinden ayıran özellik, bağlayıcı madde olmadan doğrudan life bağlanmasını sağlayan reaktif gruplara sahip duvar yapılarıdır. Mikrokapsüller, melamin veya üre formaldehit iç duvara sahip olup epoksi, karboksilik asit vb. fonksiyonel gruplar içeren polimerler ile ikinci bir duvar oluşturacak şekilde kaplanmaktadırlar. Mevcut duvar yapısı mikrokapsüllerin life afinite göstermesini sağlamak yanında iyonik veya kovalent bağlar ile life bağlanmasını da sağlamaktadır (Gomes vd., 2013).

Literatürde mikrokapsüllerin çektirme metodu ile tekstillere aplikasyonu konulu çalışmaların son derece sınırlı olduğu dikkat çekmektedir (Monllor, 2007; Aydın vd., 2011; Bonet vd., 2012). Konu ile ilgili güncel literatür bilgileri incelendiğinde hoş koku maddesi, FDM ve termokromik sistem gibi farklı etken madde içeren mikrokapsüllerin çektirme metodu ile kumaşlara aplikasyonu üzerine çalışmalara rastlanmaktadır. Örneğin, Bonet ve arkadaşları (2015) lavanta kokusu içeren, melamin formaldehit duvarlı ticari mikrokapsülleri emdirme ve çektirme metodu ile pamuk kumaşa uygulanmış ve iki metodun performansını kıyaslamışlardır. Çalışmada, işlem verimliliği açısından mikrokapsüllerin aplikasyonu için en iyi yöntemin emdirme yöntemi olduğunu açıklanmıştır. Ayrıca, emdirme metodu ile aplikasyonda aplikasyon banyosuna daha az kimyasal madde ilavesinin yeterli olacağı, ancak çektirme banyosunu tekrar kullanarak banyodaki mikrokapsüllerin atık olarak bırakılmadan önce tekrar kumaşa çektirebileceği belirtilmiştir. Chirilă ve arkadaşları (2018), ticari gül esansiyel yağı içerikli mikrokapsülleri kozmetik tekstil olarak kullanımı planlanan pamuk ve pamuk/polyester karışımı örme tekstil yapılarına emdirme ve çektirme metotları ile applike etmişler ve aplikasyonların kalıcılığını araştırmışlardır. Öner ve arkadaşları (2019), çekirdek malzeme olarak n-oktadekan ve organik Hindistan cevizi yağı karışımı içeren melamin formaldehit duvarlı mikrokapsülleri çektirme yöntemini kullanılarak, %98 pamuk ve %2 elastan bileşimli streç denim kumaşa farklı konsantrasyonlarda uygulanmışlardır. Çalışma sonucunda, kumaşların gizli ısı depolama özelliği sundukları belirtilmiştir. Tözüm ve arkadaşları (2020, 2022a), sıcaklık düzenleme ve termokromik özellik kazandırmak amacıyla poli(metil metakrilat-ko-glisidil metakrilat) duvarlı, üç bileşenli termokromik sistem içeren mikrokapsülleri pamuk ve yün kumaşlara çektirme metodu ile uygulamışlardır. Araştırmacılar, mikrokapsüllerin duvar yapıları itibari ile pamuk ve yün liflerine karşı afinite sergilediğini ve çektirme metodu ile başarılı bir şekilde kumaşlara applike edilebildiğini belirtmişlerdir. Aynı araştırmacılar diğer çalışmalarında ise pamuk ve yün liflerine karşı afinite sergileyen poli(metil metakrilat-ko-metakrilik asit) duvarlı, farklı içerikte termokromik sistem çekirdekli mikrokapsülleri pamuk ve yün kumalara çektirme metodu ile

uyguladıkları çalışmalarında hem sıcaklık düzenleme hem de termokromik özellikleri sunabilen kumaşlar üretebildiklerini belirtmişlerdir (Tözüm vd., 2021; 2022b). Özsevinç ve Alkan (2023), lavanta yağı salım özellikli tekstil üretimi için kullanılabilecek kumaş üretimine odaklandıkları çalışmalarında, poliüretan (PU) duvar, lavanta yağı çekirdekli kapsülleri üretilen pamuklu kumaşa çektirme metodu ile uygulamışlardır. Çalışmada mikrokapsüllerin kumaşa çektirme metodu ile başarılı bir şekilde applike edilebildiği belirtilmiştir.

Çektirme metodu kullanılarak tekstil yüzeylerine mikrokapsül aplikasyonu konulu patentler incelendiğinde Gomes ve arkadaşlarının buluşçu olarak yer aldığı patentte (2013), reaktif duvarlı mikrokapsüllerin liflere kimyasal bağlanması araştırılmıştır. Bağlayıcı madde kullanımına gerek kalmadan mikrokapsüllerin liflere bağlanmasını sağlayacak şekilde, art bir işlem ile mikrokapsül duvar yapısının glisidil metakrilat, akrilik asit gibi maddeler ile reaktif hale getirilebileceği belirtilmiştir. Çalışmada, FDM ve kontrollü salım yapılabilecek antibakteriyel, uçucu yağ, hoş koku gibi pek çok tür etken maddeyi içerebilecek mikrokapsüllerin emdirme ve püskürtme metotları ile aplikasyonu ve ardından yapılacak termofiksaj işlemine uygun oldukları gibi çektirme metodu ile de tekstillere applike edilebilecekleri belirtilmiştir. Çektirme metodu ile applike edilecek mikrokapsüllerin duvar yapılarının liflerdeki fonksiyonel gruplar ile zıt yüklü olacak şekilde modifiye edilmesi önerilmiştir.

Özetle, tekstil yapılarına mikrokapsül uygulamaları üzerine yapılan çalışmalar ve endüstriyel uygulamalar incelendiğinde genel olarak, kumaş halindeki materyale emdirme, çektirme ve kaplama gibi yöntemler ile mikrokapsül aplikasyonu gerçekleştirildiği görülmektedir. Ticari olarak mevcut mikrokapsüller incelendiğinde, hoş koku, FDM, antimikrobiyal madde gibi çeşitli aktif maddelerin tekstil materyallerine uygulanmak için mikrokapsüllendikleri görülmektedir. Üretici firmaların bu mikrokapsüllerin tekstil uygulaması için genellikle emdirme metodu, nadiren de çektirme metodunu önerdikleri görülmektedir. Mikrokapsül içerikli iplik üretimi için yapay iplik üretimi prosesinde iplik kesitine mikrokapsül yerleştirilmesi de ticari olarak kullanılan bir yöntemdir. Mikrokapsül katkılı iplikler bahsedilen yapay iplikler ile sınırlı olup, doğal elyaftan mamul şapel ipliklere mikrokapsül uygulanması sonucu geliştirilmiş ticari bir ürün örneği ulusal ve uluslararası pazarda mevcut değildir. Bu durumun en önemli nedeni geliştirilen mikrokapsül yapılarının çoğunun çektirme metodu ile lif tarafından verimli şekilde alınmasına olanak sağlayacak duvar yapısına sahip olmaması ve kumaş aplikasyonu açısından emdirme metodunun daha verimli bir metot olmasıdır. Ancak emdirme metodu ile kumaşa mikrokapsül aplikasyonu da kullanılan fazla miktardaki binder nedeniyle kumaş tutumunun, geçirgenlik ve mukavemet özelliklerinin önemli derece zayıflaması ve flotteye ilave edilen fazla miktardaki mikrokapsülün tümünün kumaşa aktarılamaması gibi ciddi dezavantajlara sahiptir. Tüm bu hususlar değerlendirildiğinde, şapel doğal veya yapay elyaftan mamul ipliklere ilave bir proses gerektirmeden ve iplik tutumunu olumsuz yönde etkilemeden mikrokapsül aplikasyonunun gerçekleştirilmesi için proses geliştirilmesi bu konuda önemli bir gelişme sağlayacaktır. Bu noktadan hareketle bu çalışmada tekstillere çektirme metodu ile applike edilme potansiyeli barındıran duvar yapısına (polimetil metakrilat-ko-glisidil metakrilat) sahip mikrokapsüller üretilmiş ve bobin boyama prosesi ile triko büküm pamuk ipliklerine uygulanma potansiyeli araştırılmıştır.

2. Materyal ve Yöntem (Material and Method)

2.1. Materyal (Material)

Çalışmada, polimetil metakrilat-ko-glisidil metakrilat (PMMA-ko-GMA) duvarlı ve faz değiştiren madde içeren mikrokapsüller emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile üretilmiştir. Mikrokapsül üretiminde kullanılan kimyasal maddelere ait bilgiler Tablo 1'de verilmiştir. Üretilen mikrokapsüller % 100 Pamuk, Ne 20/1, 598 t/m bükümlü penye ring triko ipliğe applike edilmiştir. İplik ön işleminde katyonikleştirici (REWİN FSN, CHT) kullanılmış, katyonikleştirme işlemi hem asidik hem de bazik pH'ta applike edilerek uygun proses şartları belirlenmiştir. İpliklerin boyanması için reaktif boyarmaddeler (İndidex uyumlu, A grubu, Setaş Kimya) kullanılmıştır. Binder olarak akrilik esaslı binder (CHT Kimya) kullanılmıştır.

Tablo 1. Mikrokapsül üretiminde kullanılan kimyasallar (Chemicals used in microcapsule production)

Kimyasal Madde	Kullanım Amacı
1-Tetradekanol (Alfa Aesar, %97)	Faz değiştiren malzeme
Metil metakrilat (MMA, Sigma Aldrich, %99)	Mikrokapsül duvar polimer sentezinde kullanılan monomer
Glisidil metakrilat (GMA, Sigma Aldrich, %97)98) monomer	Mikrokapsül duvar polimer sentezinde kullanılan komonomer
Etilen glikol dimetakrilat (EGDM, Sigma Aldrich, %98)	Mikrokapsül sentezinde kullanılan çapraz bağlayıcı
2,2'-azobis(2-metilpropionamidin) dihidroklorür (Aldrich, % 97)	Mikrokapsül sentezinde kullanılan başlatıcı
Polietilen glikol 1000 (PEG1000)	Mikrokapsül sentezinde kullanılan emülgatör

2.2. Metotlar (Methods)

2.2.1. Mikrokapsül Üretimi ve Karakterizasyonu (Microcapsule Production and Characterization)

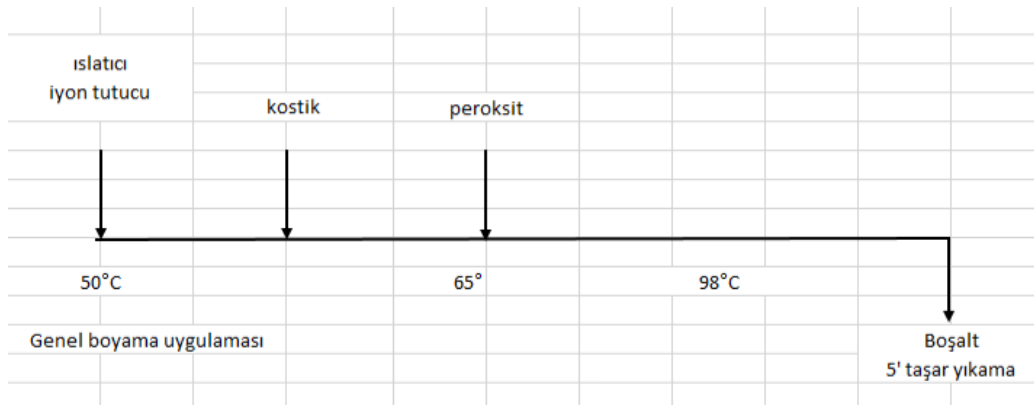
Çalışmada FDM içerikli mikrokapsül üretimi emülsiyon polimerizasyonu metodu ile gerçekleştirilmiştir. Yöntemde çekirdek/duvar madde oranı 1:0,5 olarak kullanılmıştır. Üretim aşamaları:

- 100 mL deiyonize su 50 °C'ye ısıtılıp içerisine 6,5 g 1-Tetradekanol ve 2 g PEG1000 eklenerek yarım saat boyunca 2000-3000 d/d karıştırma hızında karıştırılarak su içerisinde yağ emülsiyonu oluşturulmuştur.
- Hazırlanan emülsiyona 3,25 g monomer (MMA ve onun %10'u kadar GMA komonomer), 1,35 g EGDM çapraz bağlayıcı ve 1 g başlatıcı ilave edilmiş ve sıcaklık 80 °C'ye artırılarak polimerizasyon başlatılmıştır. Reaksiyon sırasında karıştırma hızı 1000-2000 d/d'ya ayarlanarak yaklaşık üç saat boyunca karıştırmaya devam edilmiş ve polimerizasyon gerçekleştirilmiştir. Bu süre sonunda üretilen mikrokapsüller 70 °C civarındaki sıcak su ile birkaç kez yıkanıp, durulanıp filtrelenmiş ve buzdolabında saklanmıştır (Özkayalar vd, 2020).

Üretilen mikrokapsüllerin morfolojilerini incelemek için taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi kullanılmıştır. Analiz öncesi numunelerin yüzeyi altın kaplama ile kaplanarak iletken hale getirilmiştir. Mikrokapsüllerin kimyasal yapılarının aydınlatılabilmesi için Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi (FT-IR) Spektrometresi analizi uygulanmıştır. Analizler ile mikrokapsüllerin duvar yapısının oluşumu ve çekirdek maddenin kapsül yapısındaki varlığı araştırılmıştır. Analiz Perkin Elmer Spektrum BX cihazında, KBr pellet yöntemiyle, 4 cm⁻¹ çözünürlükte, 4000-400 cm⁻¹ orta kızıl ötesi bölgesinde ve 16 tarama sayısı ayarlarında gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüllerin termal kararlılıklarının incelenmesi amacıyla Termogravimetrik (TG) analiz, faz değişim sıcaklıkları ile ısı depolama ve yayma kapasitelerinin belirlenmesi için Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizi gerçekleştirilmiştir. TG analizi Perkin Elmer TGA7 cihazı kullanılarak 0-500 °C aralığında, 10 °C/d ısıtma hızında, azot gazı ortamında gerçekleştirilmiştir. DSC analizi Perkin-Elmer Jade DSC cihazı kullanılarak -5 °C – 65 °C sıcaklıkları arasında 1 °C/d ısıtma/soğutma oranında azot (N₂) atmosferinde gerçekleştirilmiştir.

2.2.2. İplik Ön Terbiye, Katyonikleştirme ve Boyama Prosesleri (Yarn Pretreatment, Cationization and Dyeing Processes)

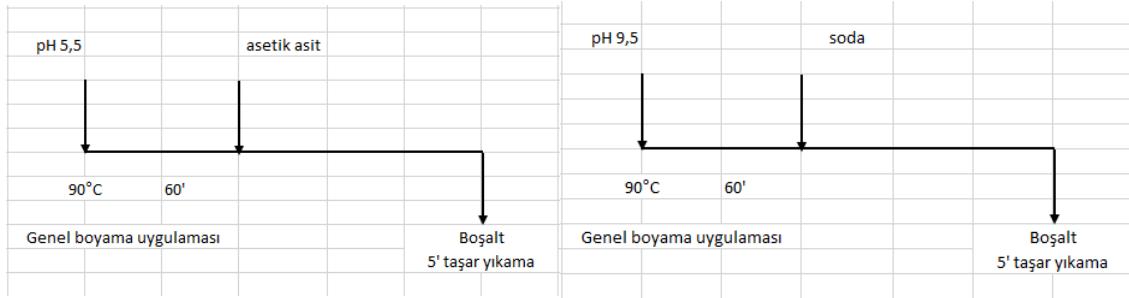
Kasar işlemi pamuk ipliklerinin yapısındaki renk veren maddelerin uzaklaştırılmasına yönelik bir işlem olup, yükseltgen maddeler ile işleme dayanmaktadır. Boyamadan önce kullanılacak ipliklerin yeterince beyaz ve hidrofil olması amacıyla Şekil 1'de verilen proses grafiğine uygun olarak kasar işlemi gerçekleştirilmiştir. İplikler, öncelikle ıslatıcı, iyon tutucu ve stabilizatör ile 50°C sıcaklıkta 6 dakika işlem yapıldıktan sonra banyoya kostik ilave edilmiş ve sıcaklık 65 °C'ye yükseltilmiştir. Ardından ortama hidrojen peroksit verilerek sıcaklık 98 °C'ye yükseltilmiş ve kasar işlemi tamamlanmıştır. Kasardan sonra iplikler 80 °C'de 10 dakika soğuk su ile yıkanmıştır.



Şekil 1. İplik kasar işlemine ait proses grafiği (Process graph of yarn bleaching process)

Kasar işlemi sonrası pamuk iplikleri, Tablo 3'te detayları verilen proses koşullarında ve Şekil 2'de verilen reaksiyon grafiğine uygun olarak katyonikleştirme işlemine tabi tutulmuştur. Katyonikleştirme prosesinde bobinin iç dış farkını önlemek ve homojen işlem sağlayabilmek için farklı proses koşulları araştırılmış ve en uygun koşullar belirlenmiştir. Yapılan denemeler içerisinde konsantrasyon, pH ve sıcaklık parametreleri baz alınmıştır. Katyonikleştirme işlemi 1:7 flotte oranında hazırlanmış farklı konsantrasyonda katyonikleştirici içeren banyoda gerçekleştirilmiştir. Katyonikleştirme işlemi sonrası nötralizasyon işlemi yapılmıştır. Bu işlemde iplikler 0,5 g/L

asetik asit çözeltisinde 50 °C'de 10 dakika işleme tabi tutulmuştur.



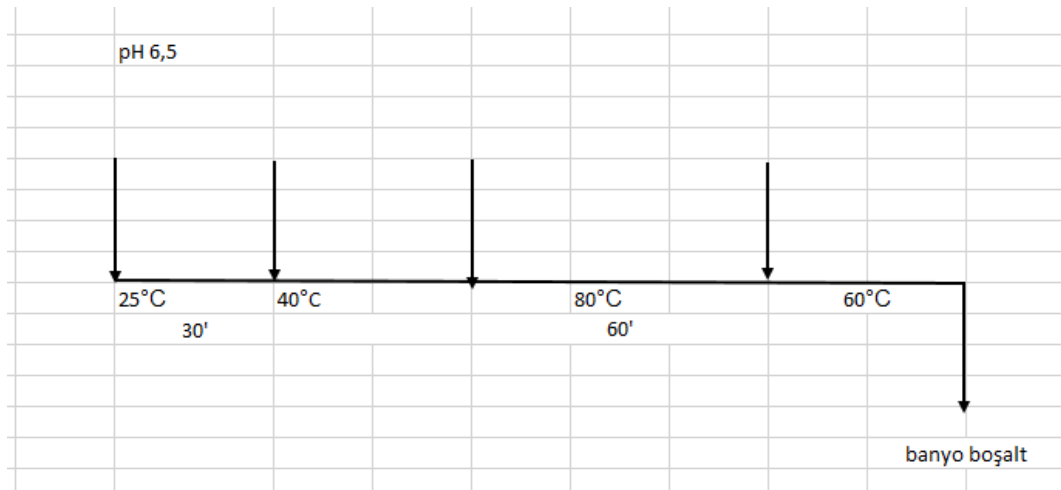
Şekil 2. Pamuk ipliği asidik ve bazik katyonikleştirme işlem grafikleri
(Graphs of acidic and basic cationicisation process of cotton yarn)

Tablo 2'de bobin halinde iplik boyama prosesinde mikrokapsül aplikasyonu için kullanılan boya banyosunun içeriği verilmiştir. Katyonikleştirme işlemi uygulanmış iplikler bu banyoda Şekil 3'te verilen boyama grafiğine göre boyanmış ve mikrokapsül aplikasyonu yapılmıştır. Boyama sonrası ipliklere 0,5 g/L konsantrasyonda asetik asit içeren banyoda 50 °C'de 10 dakika nötralizasyon işlemi yapılmıştır. Boyanan iplikler 140 °C'de 5 dakika kurutulmuştur.

Tablo 2. Pamuk ipliği boyama yönteminde mikrokapsül aplikasyonu için banyo içeriği
(Bath content for microcapsule application in cotton yarn dyeing)

Reçeteye İlave Edilen Madde		Konsantrasyon (g/L)
Boyarmadde	Sarı boyarmadde (Dyestuff Yellow (R18101))	0,01
	Kırmızı Boyarmadde (Dyestuff Red (R1800))	0,05
	Koyu Mavi Boyarmadde (Dyestuf Navy Blue)	0,09
Mikrokapsül	PMMA-ko-GMA/1-tetradekanol	3
Binder	Akrilik esaslı	1
Soda	Sodyum bikarbonat	5
Tuz	Sodyum klorür	5

*: Proseste 200 g ağırlığında bobinler kullanılmış olup 6 gram kapsül banyo içerisine ilave edilmiştir.



Şekil 3. Pamuk iplik bobin boyama ve mikrokapsül aplikasyon işlem grafiği
(Cotton yarn bobbin dyeing and microcapsule application process graph)

Tablo 3'te, farklı koşullarda katyonikleştirme işlemi uygulanmış ve ardından, Tablo 2'de verilen banyo şartlarında ve Şekil 3'te verilen boyama grafiğine göre boyanmış ve mikrokapsül aplikasyonu yapılmış pamuk ipliklerine ait bilgilere yer verilmiştir.

Tablo 3. FDM mikrokapsüllerin, % 3 konsantrasyonda farklı kationizasyon koşullarında, bobin boyama yöntemi ile applike edildiği pamuk iplik numuneleri (Cotton yarn samples in which PCM microcapsules were applied by bobbin dyeing method under different cationisation conditions at 3% concentration)

Numune kodu	Kationizasyon			Kationikleştirici konsantrasyonu (%)	Boyama ve mikrokapsül aplikasyon prosesi
	Sıcaklık (°C)	pH	Süre (dak)		
PamukFDM-B1	90	5,5	60	20	Şekil 3'te verilen grafiğe göre
PamukFDM-B2	90	9,5	60	20	
PamukFDM-B3	90	5,5	60	30	
PamukFDM-B4	90	9,5	60	30	
PamukFDM-B5	70	5,5	60	20	
PamukFDM-B6	70	9,5	60	20	
PamukFDM-B7	70	5,5	60	30	
PamukFDM-B8	70	9,5	60	30	

2.2.3. İplik Test ve Analizleri (Yarn Testing and Analyses)

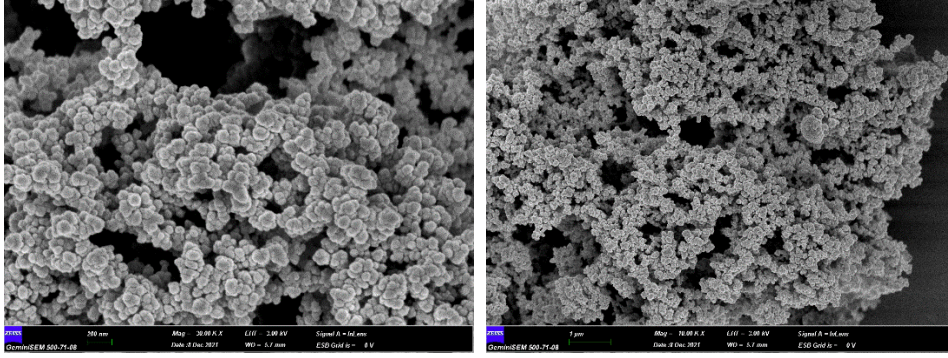
Mikrokapsül uygulanmış ipliklerin yapısını, mikrokapsül varlığı ve dağılımını incelemek için SEM analizi kullanılmıştır. Analiz öncesi numunelerin yüzeyi altın kaplama ile kaplanarak iletken hale getirilmiştir.

FDM mikrokapsül uygulamasından kaynaklanan kumaş yüzey sıcaklıklarındaki değişim Thermal History (T-History) test metodu kullanılarak belirlenmiştir. Ölçümler için yalıtımlı, poliüretan köpükten ibaret, iç ortam sıcaklığı termostata bağlı ampul ile kontrol edilen kutu kullanılmıştır. T-history testinde, daha önceden soğuk ortamda kondisyonlanmış numunenin, sıcak yalıtımlı bir kutu içinde ısınması sırasında yüzeyindeki sıcaklık değişimi termal kamera veya termokupl kullanılarak ölçülmektedir (Demirbağ ve Alay-Aksoy, 2016; Genç ve Alay-Aksoy, 2016; Alay-Aksoy vd., 2017). Ölçüm sonucunda, belirli bir zaman diliminde numunenin yüzey sıcaklığındaki değişim izlenmektedir. Kapsül uygulanmış ve uygulanmamış numunenin yüzey sıcaklıkları arasındaki fark, iplik/kumaş yapısındaki kapsüllenmiş FDM'nin sıcaklık düzenleme etkisi olarak değerlendirilmektedir. İncelenecek numunenin soğuk ortamda kondisyonlanmasının nedeni, yapıdaki FDM'nin katılaşmasını sağlamaktır. Üretilen iplik numuneleri öncelikle kondisyonlanmış ve daha sonra sıcak yalıtımlı bir kutu içinde ısınması sırasında yüzeyindeki sıcaklık değişimi termal kamera kullanılarak ölçülmüştür. FDM mikrokapsül içerikli ipliklerin ısı depolama özelliklerini belirleyebilmek için benzer şekilde kondisyonlanmış kapsül içermeyen iplikler üzerinde de termal kamera ile ölçümler gerçekleştirilmiştir. Örnekler sıcak ortama alındığı andan itibaren yüzeylerinde termal kamera (Fluke TiX500 9Hz Thermal Imager) ile her 30 saniyede bir ölçülen sıcaklıkların zamana bağlı değişim grafikleri (T-history grafikleri) çizilmiştir. Ölçümler, kapsül uygulanmış ve uygulanmamış iplikler için tekrarlanmış ve her iki iplik sıcaklık değerleri karşılaştırılmıştır.

3. Sonuçlar ve Tartışma (Results and Discussion)

3.1. Mikrokapsül Analiz Sonuçları (Microcapsule Analysis Results)

Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile üretilen PMMA-ko-GMA duvarlı, 1-tetradekanol çekirdekli mikrokapsüllere ait SEM görüntüleri Şekil 4'te verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde, homojen parçacık boyutlarına sahip, küresel morfolojili mikrokapsüllerin elde edildiği görülmektedir. SEM görüntüleri üzerindeki boyut skalası incelendiğinde, kapsüllerin nano boyutlara sahip oldukları ve boyutlarının yaklaşık 150 nm ile 400 nm arasında değiştiği belirlenmiştir. Mikrokapsüller morfoloji ve parçacık boyutu özellikleri itibari ile literatürde mevcut aynı yöntem ile üretilmiş polimetil metakrilat ve kopolimer duvarlı, FDM veya termokromik sistem çekirdekli mikrokapsüllere benzer özellikler sergilemektedir (Alay vd., 2010; Alay d., 2011; Tözüm vd., 2018, 2020, 2022a, 2022b).



Şekil 4. FDM mikrokapsüllere ait SEM görüntüsü (SEM image of FDM microcapsules)

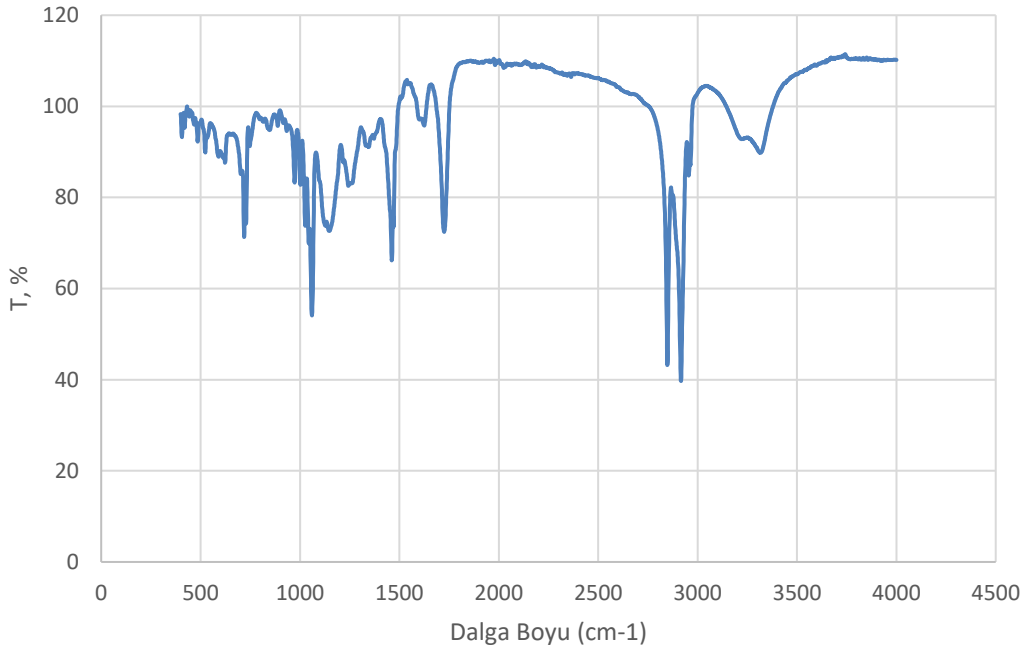
Şekil 5'te emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile üretilen PMMA-ko-GMA duvarlı ve 1-tetradekanol çekirdekli FDM mikrokapsüllere ait FT-IR spektrumu verilmiştir. Tablo 4'te ise mikrokapsül üretiminde kullanılan malzemelere ait spektrumlarından elde edilen bilgilere yer verilmiştir. Mikrokapsüle ait spektrum incelendiğinde;

- 2953 cm^{-1} , 2919 cm^{-1} ve 2849 cm^{-1} dalga boylarındaki pikler, 1-tetradekanol yağ alkolüne ait ve glisidil metakrilat monomerlerindeki epoksi grubuna ($\text{CH}_2\text{-O-CH}$) ait C-H gerilme pikleridir. 1461 cm^{-1} , 1456 cm^{-1} ve 1435 cm^{-1} 'deki pikler C-H gerilme pikleri olup, mikrokapsüllerin yapısındaki tetradekanole ait C-H gerilme piklerine aittir.
- MMA ve GMA monomerlerine ait sırasıyla 1635 cm^{-1} ve 1633 cm^{-1} 'de ortaya çıkan -C=C- bağına ait gerilme piklere mikrokapsüllere ait spektrumda rastlanmamaktadır. Bu bulgu MMA ve GMA monomerleri arasındaki polimerleşmenin gerçekleştiğine işaret etmektedir. Zira iki monomerin (MMA ve GMA) polimerleşmesi radikalik katılma reaksiyonu sırasında bu bağların açılarak monomerlerin oluşan radikaller üzerinden birbirlerine bağlanması şeklinde gerçekleşmektedir.
- GMA monomerine ve MMA monomerine ait karbonil grubuna (C=O) ait gerilme pikleri mikrokapsüllere ait spektrumlarda birleşerek 1729 cm^{-1} 'de kuvvetli bir pik olarak ortaya çıkmaktadır. Bu pik mikrokapsül duvar yapısının varlığının diğer bir kanıtıdır (Tözüm, 2020).

Mikrokapsüllerin yapısındaki glisidil metakrilat ko-monomeri epoksi fonksiyonel grubu içermektedir. Bu grup selüloz moleküllerine karşı afinite (moleküller arası çekim) sağlayarak boyama banyosundaki mikrokapsüllerin selüloz lifleri tarafında çekilmesine olanak sunmaktadır.

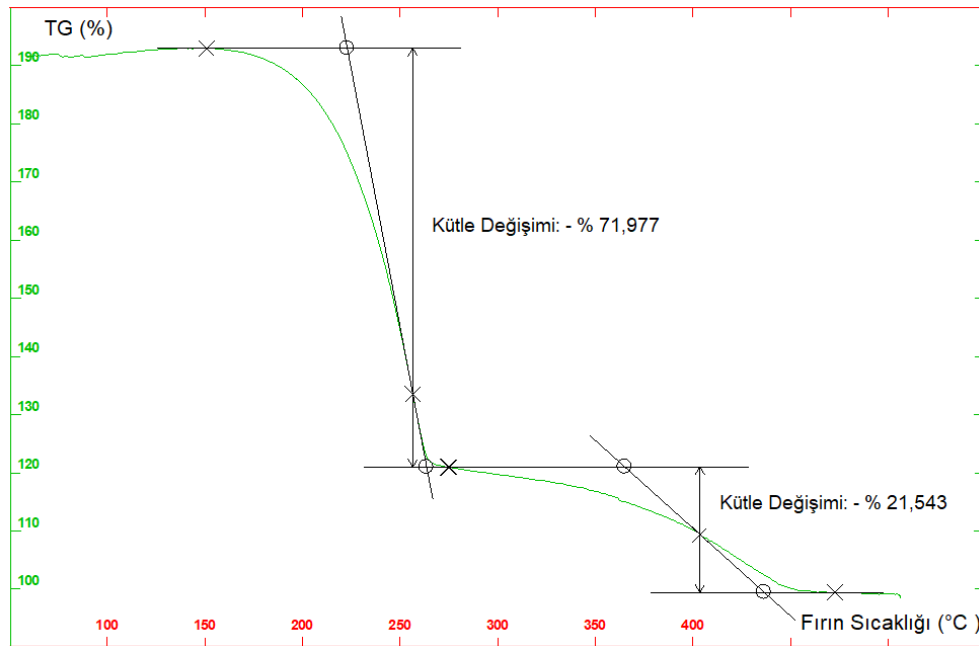
Tablo 4. Mikrokapsül üretiminde kullanılan malzemelere ait FT-IR spektroskopi bilgileri (FT-IR spectroscopy information of materials used in microcapsule production)(Alay Aksoy, vd., 2017; Tözüm vd., 2018; Tözüm vd, 2020; Tözüm vd., 2021)

Maddeler	FT-IR spektrum bandları
1-tetradekanol	3327 cm^{-1} -O-H gerilme bandıdır. 2922-2850 cm^{-1} C-H gerilme pikleridir. 1467 cm^{-1} C-H gerilme pikidir. 724 cm^{-1} karakteristik sallanma pikidir.
Metil metakrilat monomeri	1741 cm^{-1} karbonil grubuna ait gerilme pikidir. 1100-1300 cm^{-1} arasındaki pikler ester yapısındaki -C-O gerilme titreşimine aittir. 1635 cm^{-1} monomerdeki C=C pikidir.
Glisidil metakrilat (GMA) monomeri	2992 cm^{-1} epoksi grubundaki ($\text{CH}_2\text{-O-CH}$) C-H gerilme pikidir 1720 cm^{-1} karbonil pikidir ve monomerin yapısındaki karbonil grubuna aittir. 1633 cm^{-1} monomerin yapısındaki -C=C- gerilmesine aittir 1305-1166-1010 cm^{-1} 'deki pikler ester yapısındaki -C-O- gerilme pikleridir. 761 cm^{-1} epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimine aittir.



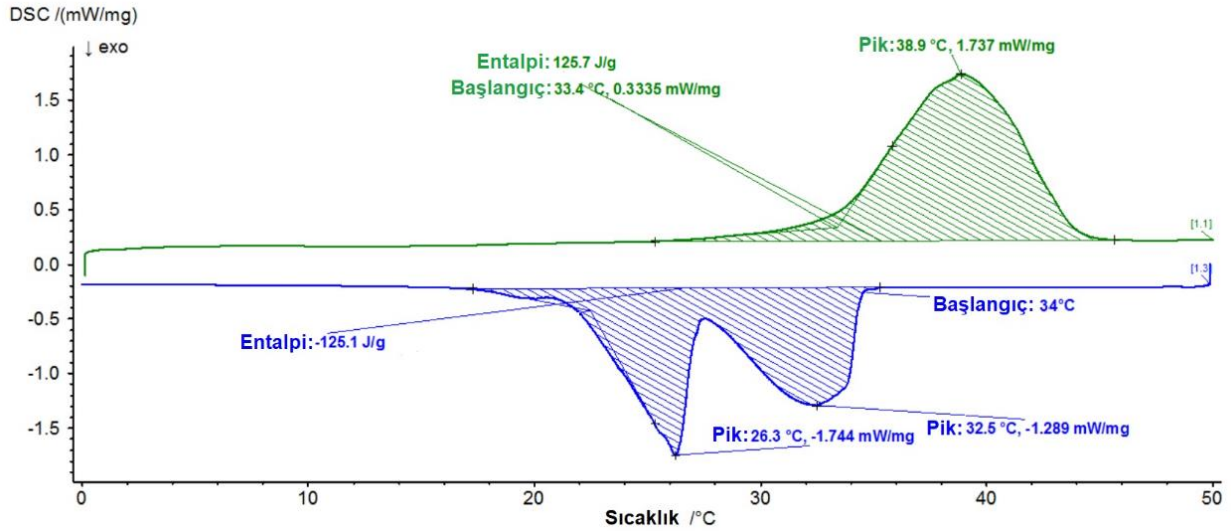
Şekil 5. Mikrokapsüllere ait FT-IR spektrumu (FT-IR spectrum of the microcapsules)

Üretilen PMMA-ko-GMA duvarlı 1-tetradekanol çekirdekli FDM mikrokapsüllere ait TGA eğrileri Şekil 6'da verilmiştir. TGA eğrileri incelendiğinde, mikrokapsüllerin iki aşamalı termal bozunma davranışı sergiledikleri belirlenmiştir. İlk bozunma %72 kütle kaybı ile sonlanmıştır. Kapsüllerde görülen bu kütle kaybı, mikrokapsül çekirdek maddesini oluşturan 1-tetradekanolün sıcaklık artışına bağlı olarak termal parçalanmasından ve buharlaşarak duvar yapısından uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Mikrokapsülünmemiş 1-tetradekanol yaklaşık 135-150 °C civarında başlayan ve 260 °C civarında sonlanan tek adım termal parçalanmaya maruz kalmaktadır (Geng vd., 2018; Wang vd., 2020; Tözüm, 2020). Mikrokapsülünmüş 1-tetradekanol bozunması mikrokapsül duvar yapısının varlığı ve termal direnci nedeniyle gecikmiştir (222 °C ve üzerinde bozunma). Mikrokapsüllere ait yaklaşık 365 °C'de başlayan ikinci termal bozunma ise duvar yapıyı oluşturan çapraz bağlı PMMA-ko-GMA kopolimer yapının termal parçalanmasından kaynaklanmaktadır (Tözüm vd., 2021) ve % 22'lik kütle kaybı ile sonlanmıştır.



Şekil 6. FDM mikrokapsüllere ait TGA eğrisi (TGA curve of the PCM microcapsules)

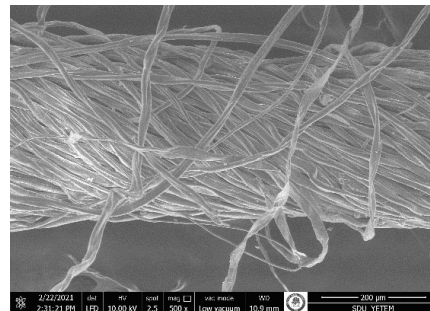
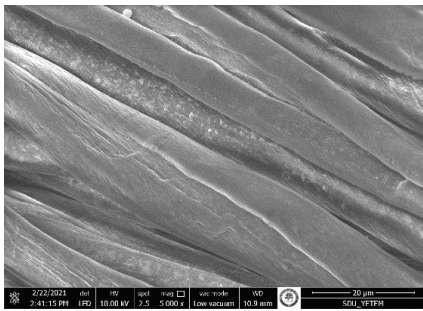
P(MMA-ko-GMA)/FDM mikrokapsüllere ait DSC grafiği Şekil 7'de verilmiştir. DSC grafiğine göre mikrokapsüllerin erime sıcaklığı 33,4 °C iken soğutulduğunda ortaya çıkan sıvı-katı ve katı-katı faz geçiş sıcaklıkları sırasıyla 34 °C ve 28 °C'dir. Mikrokapsüller erimeleri sırasında 125,7 j/g gizli ısı enerjisi depolamaktadırlar. Mikrokapsüllerin sıvı-katı ve katı-katı faz değişimi boyunca yaydıkları gizli ısı değerleri ise toplam 125,1 j/g'dir. DSC analizi sonuçları ve literatürde mevcut benzer çalışmalara ait sonuçlar değerlendirildiğinde mikrokapsüllerin termal enerji depolama malzemesi olarak kullanılabilir nitelikte yüksek enerji depolama kapasitesine sahip olduğu (Geng vd., 2018; Tözüm vd., 2020) ve tekstil materyallerine aplikasyon için uygun faz değiştirme sıcaklıklarına sahip olduğu belirlenmiştir (Sarier ve Önder, 2012).



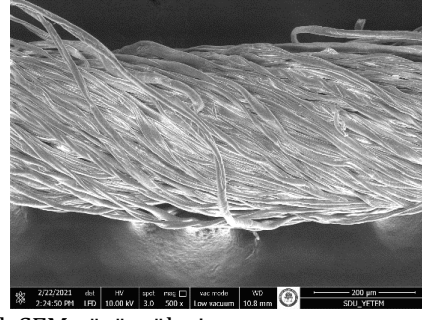
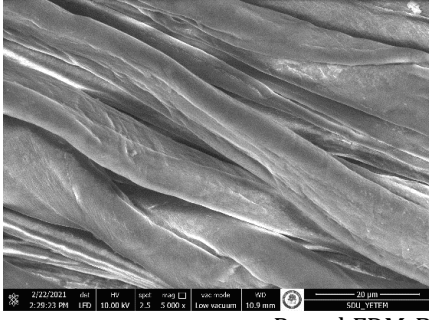
Şekil 7. FDM mikrokapsüle ait DSC eğrisi (DSC curve of the PCM microcapsule)

3.2. İplik Test ve Analizleri (Yarn Testing and Analyses)

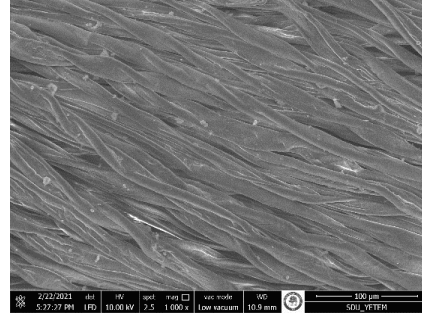
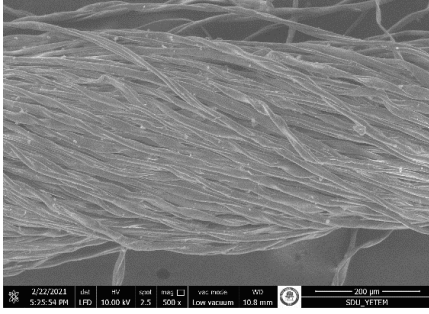
Çalışma kapsamında üretilen FDM kapsül içerikli pamuk ipliklerine (PamukFDM B1-B8, Tablo 3) ait SEM görüntüleri Şekil 8'de verilmiştir. SEM görüntülerine göre, tüm ipliklerin yapısında mikrokapsül varlığı tespit edilmiştir ve kapsüllerin iplik yapısındaki liflerin yüzeylerine oldukça homojen olarak dağıldıkları belirlenmiştir. Katyonizasyon koşullarına göre iplik yapısına applike edilen mikrokapsül miktarı değişmiş ve yapısında daha fazla miktarda mikrokapsül varlığı tespit edilmiş iplikler PamukFDM-B5 ve PamukFDM-B8 kodlu örnekler olarak belirlenmiştir. Her iki ipliğin katyonikleştirme işlemi 70 °C'de gerçekleştirilmiştir ve ardından ipliklere bobin boyama prosesi ile % 3 konsantrasyonda FDM mikrokapsüller applike edilmiştir. PamukFDM-B5 numaralı ipliğe pH 5,5'de % 20 konsantrasyonda, PamukFDM-B8 ipliğine pH 9,5'de % 30 konsantrasyonda katyonikleştirme işlemi yapılmıştır. Genel olarak değerlendirildiğinde katyonikleştirme pH değerinin mikrokapsül alımı üzerine belirgin bir etkisinin olmadığı ancak katyonikleştirici maddenin konsantrasyonu arttıkça mikrokapsül alımının arttığı belirlenmiştir.



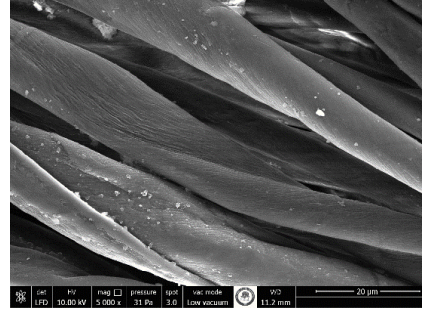
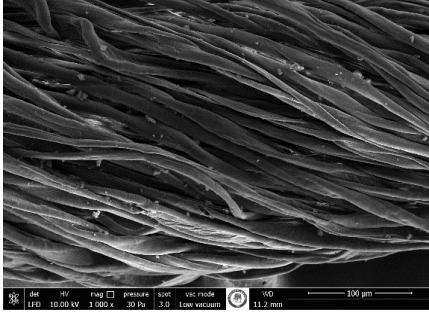
PamukFDM-B1 iplik SEM görüntüleri



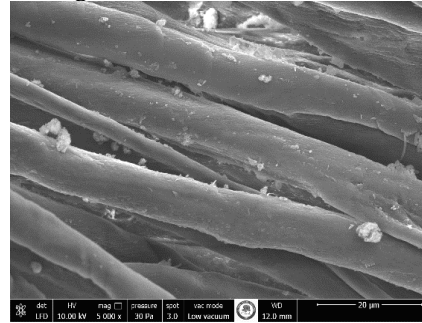
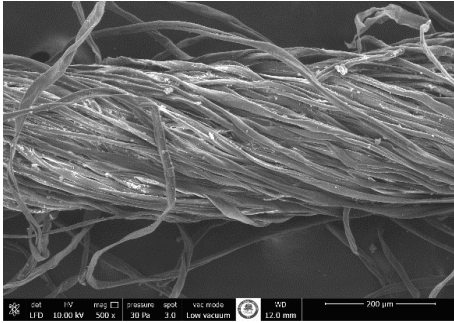
PamukFDM-B2 iplik SEM görüntüleri



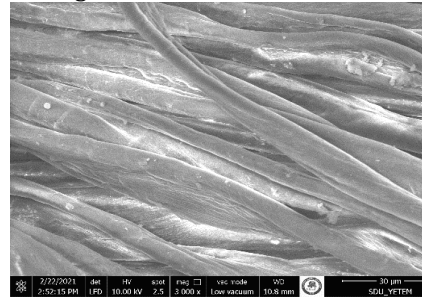
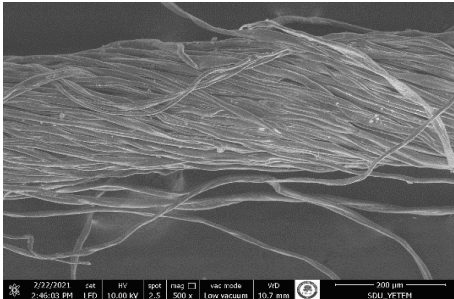
PamukFDM-B3 iplik SEM görüntüleri



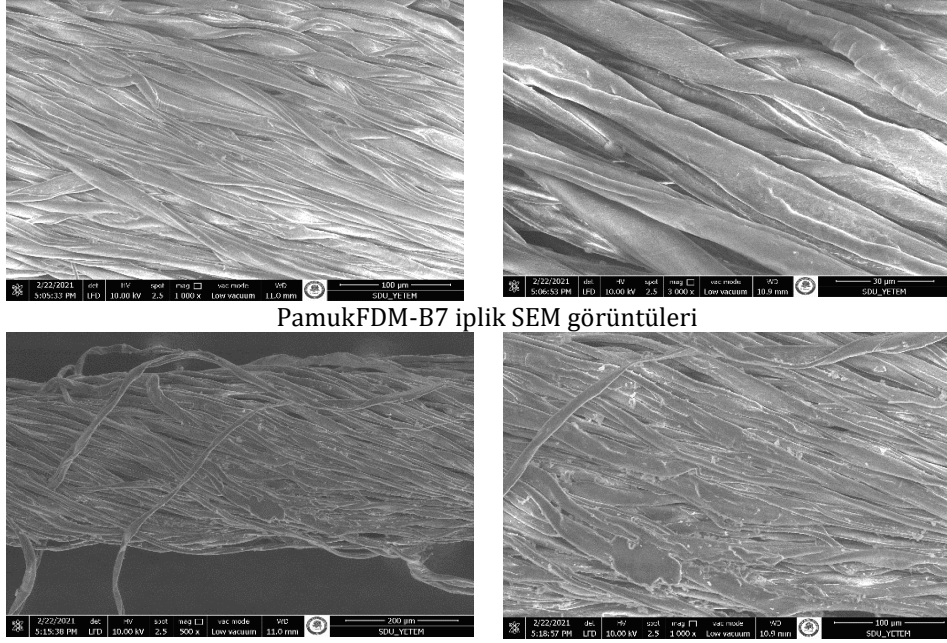
PamukFDM-B4 iplik SEM görüntüleri



PamukFDM-B5 iplik SEM görüntüleri



PamukFDM-B6 iplik SEM görüntüleri



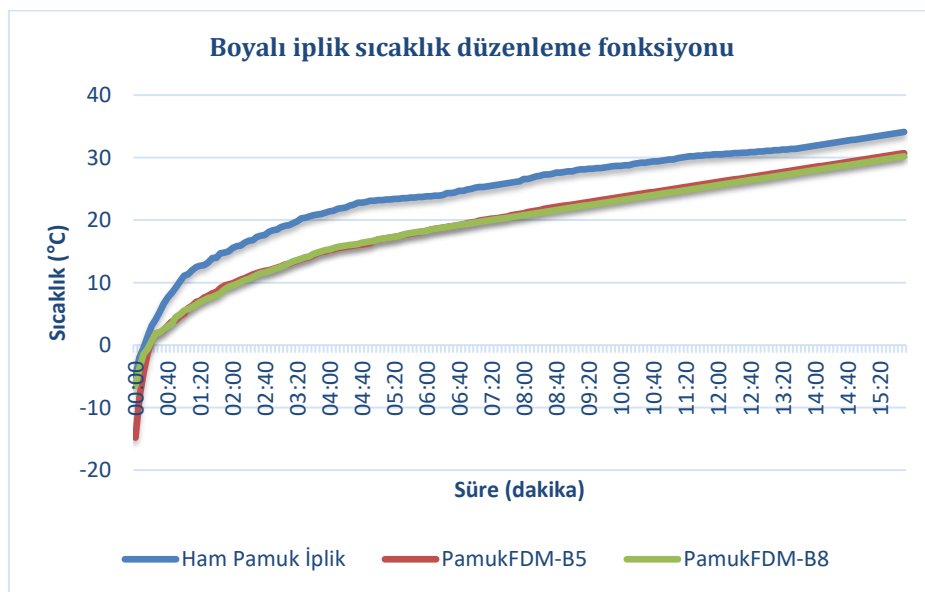
PamukFDM-B7 iplik SEM görüntüleri

PamukFDM-B8 iplik SEM görüntüleri

Şekil 8. İplik SEM görüntüleri (SEM images of the yarn)

3.3. İplik Termoregülasyon Özelliklerinin Tayini (Determination of Yarn Thermoregulation Properties)

İplik yapılarındaki FDM'den kaynaklanan termoregülasyon (sıcaklık düzenleme) özelliklerini belirlemek için yapılan T-history ölçümü sonucunda ham malzemeden (FDM mikrokapsül içermeyen iplik) farklı olarak FDM içerikli ipliklerin yüzeylerindeki sıcaklık farkı değerleri tespit edilmiştir. Şekil 9'da FDM mikrokapsülünün uygulandığı pamuk ipliklere ait zamana bağlı sıcaklık değişim grafiği (T-History grafiği) verilmiştir. Grafik incelendiğinde, FDM içerikli ipliklerin ham ipliğe göre daha yavaş ısındığı ve test süresi boyunca FDM içerikli ipliklerin yüzey sıcaklıklarının ham iplik yüzey sıcaklığına göre yaklaşık 5 °C daha düşük olduğu belirlenmiştir. Bu sıcaklık farkı FDM kapsül içerikli ipliklerin yapısındaki FDM'nin soğuk ortamda katılaştıktan (kondisyonlama sırasında) sonra sıcak ortama alındığında erimesi boyunca ortamdan ısı absorbe etmesinden kaynaklanmaktadır. Ham ipliğe göre mikrokapsül içeren ipliklerde daha yavaş ve düşük sıcaklıklara ısınma eğilimi dikkate alındığında, bu ipliklerden üretilen kumaşların ani sıcaklık değişimi durumunda ve sıcak ortama geçişte vücut sıcaklığının dengede kalması için önemli seviyede sıcaklık düzenleme etkisi sunabileceği sonucuna varılmıştır (Alay Aksoy vd., 2017; Tözüm vd., 2020; Yılmaz vd., 2022).



Şekil 9. FDM içerikli PamukFDM-B5 ve PamukFDM-B8 kodlu ipliklere ait T-History grafikleri (T-History graphs of FDM-containing PamukFDM-B5 and PamukFDM-B8 coded yarns)

4. Sonuçlar (Conclusions)

Bu çalışmada, triko bükümlü % 100 pamuk ipliklere bobin boyama prosesi ile FDM mikrokapsül uygulaması amaçlanmıştır. Bu amaç için çektirme metodu ile uygulama için uygun duvar yapısına sahip (hidroksil fonksiyonel gruplu), 1-tetradekanol çekirdekli mikrokapsüller üretilmiş ve bobin boyama prosesi ile ipliklere çektirilmiştir. Çalışmada, küresel morfolojiye ve nano parçacık boyutlarına sahip kapsüller üretilmiştir. Mikrokapsüller, 33,4 °C'de 125,7 j/g gizli ısı depolarken, sırasıyla 34 °C ve 28 °C olan sıvı-katı ve katı-katı faz geçiş sıcaklıkları sırasında 125,1 j/g ısıyı geri yaymışlardır. Termal gravimetrik analiz sonuçlarına göre mikrokapsüllerin 220 °C sıcaklıklara kadar termal olarak kararlı oldukları tespit edilmiştir.

Üretilen mikrokapsüller farklı koşullarda katyonize edilmiş pamuk ipliklere boya banyosu ile birlikte çektirilmiştir. Boyanmış ve eş zamanlı olarak mikrokapsül aplikasyonu edilmiş ipliklerin yapılarındaki mikrokapsül varlığı SEM görüntüleri ile doğrulanmıştır. SEM görüntülerine göre farklı koşullarda mikrokapsül aplikasyonu edilmiş tüm ipliklerin yapısında mikrokapsül varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca, mikrokapsüllerin iplik yapısındaki liflerin yüzeyinde oldukça homojen dağıldıkları ve genellikle katyonikleştirici madde konsantrasyonunu arttıkça ipliğe aplikasyonu edilen kapsül miktarının arttığı belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin yapısındaki FDM'nin erimesi sırasında absorbe ettiği ısıdan kaynaklanan sıcaklık düzenleme (termoregülasyon) fonksiyonu ise T-History testi ile belirlenmiştir. Test sonuçlarına göre, FDM içerikli ipliklerin ham ipliğe göre daha yavaş ısındığı ve tüm test boyunca FDM içerikli ipliklerin yüzeyinde ölçülen sıcaklıklarının ham iplik yüzey sıcaklığına göre yaklaşık 5 °C daha düşük olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak, çalışmada amaçlandığı şekilde bobin boyama prosesi ile boyamaya ilave olarak ipliklere mikrokapsül uygulaması başarılı bir şekilde gerçekleştirilebildiği ve elde edilen ipliklerin dikkate değer bir sıcaklık düzenleme performansı sunabildikleri ortaya konulmuştur.

Teşekkür (Acknowledgement)

Bu çalışma Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2020-7974 nolu proje kapsamında desteklenmiştir. Bu çalışmanın iplik boyama işlemleri ve iplik testleri Başyazıcıoğlu Tekstil San. ve Tic. A.Ş. (Kayseri) firması bünyesinde gerçekleştirilmiştir. Yazarlar desteklerinden dolayı ilgili kurum/kuruluşlara teşekkürlerini sunarlar.

Çıkar Çatışması (Conflict of Interest)

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatışması beyan edilmemiştir. No conflict of interest was declared by the authors.

Kaynaklar (References)

- 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 the Textile Institute*, 108(1), 30-41.
- Alay, S., Alkan, C., & Göde, F., 2011. Synthesis And Characterization Of Poly (Methyl Methacrylate)/N-Hexadecane Microcapsules Using Different Cross-Linkers And Their Application To Some Fabrics. *Thermochimica Acta*, 518(1-2), 1-8.
- Alay, S., Göde, F., & Alkan, C., 2010. Preparation And Characterization Of Poly (Methylmethacrylate-Coglycidyl Methacrylate)/N-Hexadecane Nanocapsules As A Fiber Additive For Thermal Energy Storage. *Fibers and Polymers*, 11(8), 1089-1093.
- Aydın, N., Öztürk, G., Karaboyacı, M., Alay, S., 2011. Koku İçeren Mikrokapsül Uygulanmış Akrilik El Örgüsü İpliklerden Örülen Kumaşların Karakterizasyonu, SDÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 15(1), 67-74.
- Bonet, M. Á., Capablanca, L., Monllor, P., Díaz, P., & Montava, I., 2012. Studying Bath Exhaustion As A Method To Apply Microcapsules On Fabrics. *Journal of the Textile Institute*, 103(6), 629-635.
- Bonet Aracil, M., Monllor, P., Capablanca, L., Gisbert, J., Díaz, P., & Montava, I., 2015. A Comparison Between Padding And Bath Exhaustion To Apply Microcapsules Onto Cotton. *Cellulose*, 22(3), 2117-2127.
- Chirilă, L., Popescu, A., Chiriac, L., Roxana, R., Constantinescu, E. C. M., Chelaru, C., & Raşcov, M., 2018. Functional Finishing of Textiles Using Bioactive Agents Based on Natural Products. ICAMS 2018 – 7th International Conference on Advanced Materials and Systems, Bucharest, Romania.
- Demirbağ, S., & Aksoy, S. A., 2016. Encapsulation Of Phase Change Materials By Complex Coacervation To Improve Thermal Performances And Flame Retardant Properties Of The Cotton Fabrics. *Fibers and Polymers*, 17(3), 408-417.
- Genç, E., 2016. Tekstil Uygulamaları İçin Fonksiyonel Duvarlı Mikrokapsül Üretimi. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 137, Isparta.
- Geng, X., Li, W., Wang, Y., Lu, J., Wang, J., Wang, N., ... & Zhang, X., 2018. Reversible Thermochromic Microencapsulated Phase Change Materials For Thermal Energy Storage Application In Thermal Protective Clothing. *Applied Energy*, 217, 281-294.
- Giro-Paloma, J., Martinez, M., Gabeza, L., Fernandez, A., I., 2016. Types, Methods, Techniques, and Applications for Microencapsulated Phase Changematerials (MPCM). *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 53, 1059-1075.
- Gomes, J. I. N. R., Vieira, R. M. M. V., & Barros, S. M. P. C. (2013). Microcapsules With Functional Reactive Groups For Binding To Fibres And Process Of Application And Fixation, United States Patent No. 8,404,345 (PCT/B2006/OSO605). Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

- Koncar, V., 2016. Introduction To Smart Textiles and Their Applications. In Koncar, V. (Ed.) Smart Textiles and Their Applications (1-8), Woodhead Publishing Association with The Textile Institute, 695p, Duxford.
- Mondal, S., 2008. Phase Change Materials for Smart Textiles-an Overview. Applied Thermal Engineering, 28, 1536-50.
- Monllor, P., Bonet, M. A., Cases, F., 2007. Characterization Of The Behaviour Of Flavour Microcapsules In Cotton Fabrics. European Polymer Journal, 43(6), 2481-2490.
- Öner, E., Saraç, E., Kahraman, M., 2019. A Study On Developing Thermo-Regulating Denim Fabric By Integrating Of Microencapsulated Phase Change Material Using Exhaustion Method. Annals of The University of Oradea, Fascicle of Textiles-Leatherwork, 20(1).
- Özkayalar, S., Adıgüzel, E., Aksoy, S. A., & Alkan, C., 2020. Reversible Color-Changing And Thermal-Energy Storing Nanocapsules Of Three-Component Thermochromic Dyes. Materials Chemistry and Physics, 252, 123162.
- Özsevinç, A., & Alkan, C., 2023. Polyurethane shell medicinal lavender release microcapsules for textile materials: An environmentally friendly preparation. Industrial Crops and Products, 192, 116131.
- Sarier, N., & Onder, E., 2012. Organic Phase Change Materials And Their Textile Applications: An Overview. Thermochimica acta, 540, 7-60.
- Tözüm, M. S., Aksoy, S. A., & Alkan, C., 2018. Microencapsulation Of Three-Component Thermochromic System For Reversible Color Change And Thermal Energy Storage. Fibers and Polymers, 19(3), 660-669.
- Tözüm, M. S., Alkan, C., & Alay Aksoy, S., 2020. Preparation Of Poly (Methyl Methacrylate-Co-Ethylene Glycol Dimethacrylate-Co-Glycidyl Methacrylate) Walled Thermochromic Microcapsules And Their Application To Cotton Fabrics. Journal of Applied Polymer Science, 137(24), 48815.
- Tözüm, M. S., Alay Aksoy, S., & Alkan, C., 2021. Manufacturing Surface Active Shell And Bisphenol A Free Thermochromic Acrylic Microcapsules For Textile Applications. International Journal of Energy Research, 45(5), 7018-7037.
- Tözüm, M. S., Alay Aksoy, S., & Alkan, C., 2022a. Development Of Reversibly Color Changing Textile Materials By Applying Some Thermochromic Microcapsules Containing Different Color Developers. The Journal of The Textile Institute, 113(10), 2159-2168.
- Tözüm, M. S., Alkan, C., & Aksoy, S. A., 2022b. Developing Of Thermal Energy Storing Visual Textile Temperature Indicators Based On Reversible Color Change. Journal of Industrial Textiles, 51(2_suppl), 1964S-1988S.
- Wang, H., Gui, P., Zhu, Y., & Hu, S., 2020. Preparation and Characterization of Poly (melamine-urea-formaldehyde) Tetradecanol Microcapsules Coated with Silver Particles. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., 35(2), 327-334.
- Yılmaz, D., Özen, Ö., Özkayalar, S., Alay Aksoy, S., & Söğüt, B., 2022. An Innovative Method for Microcapsule Based Functional Yarn Production. Journal of Natural Fibers, 19(14), 8051-8064.