

Araştırma Makalesi / Research Article

TETRADEKANOL İÇERİKLİ JELATİN/ARAPZAMKI DOĞAL DUVARLI MİKROKAPSÜLLERİN KARAKTERİZASYONU VE TERMOREGÜLASYON ÖZELLİKLİ PAMUKLU KUMAŞLARIN ÜRETİMİ

Müeyesser Selda TÖZÜM^{1,2*}
Sena DEMİRBAĞ GENÇ^{1,2}

¹Uşak Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Uşak, Türkiye

²Uşak Üniversitesi, Bilimsel Analiz ve Teknolojik Uygulama ve Araştırma Merkezi, Uşak, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 04.04.2024

Kabul Tarihi / Accepted: 08.07.2025

ÖZ: Çalışmada ısı düzenleme özellikli pamuklu kumaşların geliştirilmesi amacıyla kullanılmak üzere faz değiştiren malzeme olan 1-tetradekanolün doğal ve biyoyumlu jelatin/arap zamkı duvar yapısı içerisine mikrokapsülasyonu kompleks koaservasyon yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin morfolojisi ve parçacık boyut dağılımı taramalı elektron mikroskop (SEM) ve parçacık boyut analizi ile araştırılmıştır. Mikrokapsüllerin kimyasal yapısı Fourier dönüşüm kızılötesi-azaltılmış toplam reflektans (FTIR-ATR) spektroskopisi, ısı özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), termal dayanımları isetermogravimetrik (TG) analiz yöntemi ile belirlenmiştir. Ortalama parçacık boyutu 22,24 µm olan mikrokapsüllerin küresel morfolojiye, oldukça yüksek gizli ısı absorblama kapasitesine (143,96 J/g) ve iyi bir termal dayanıma sahip olduğu görülmüştür. Üretilen mikrokapsüller 100 g/l, 200 g/l ve 300 g/l olmak üzere farklı konsantrasyonlarda pamuklu kumaşlara emdirme yöntemi ile uygulanmıştır. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların morfolojileri, ısı düzenleme özellikleri, hava geçirgenliği, eğilme direnci ve yırtılma mukavemeti araştırılmış, bu özellikler üzerinde kapsül konsantrasyonunun etkisi incelenmiştir. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların sıcaklık düzenleme özelliği gösterdiği ve soğuk ortamda ham kumaşa göre maksimum 2 °C daha sıcak hissettirdiği tespit edilmiştir. Artan kapsül konsantrasyonuna bağlı olarak kumaşların hava geçirgenliklerinin azaldığı görülürken, atkı yırtılma mukavemetlerinde bir değişim gözlemlenmemiştir. Buna ek olarak 200 g/l konsantrasyona kadar mikrokapsül uygulamasının kumaşların eğilme direncini etkilemediği tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: 1-Tetradekanol, kompleks koaservasyon, mikrokapsül, pamuk, sıcaklık düzenleme

CHARACTERIZATION OF GELATIN/GUM ARABIC NATURAL WALLED MICROCAPSULES CONTAINING TETRADECANOL AND PRODUCTION OF COTTON FABRICS WITH THERMOREGULATION PROPERTIES

ABSTRACT: In the study, microencapsulation of 1-tetradecanol, a phase change material, into the natural and biocompatible gelatin/gum arabic wall structure to be used for the development of thermoregulating cotton fabrics was carried out by the complex coacervation method. The morphology and particle size distribution of the produced microcapsules were investigated using scanning electron microscopy (SEM) and particle size analysis. The chemical structure of the microcapsules was determined using Fourier transform infrared attenuated total reflectance spectroscopy (FTIR-ATR). Their thermal properties were analyzed through differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric (TG) analysis. The microcapsules with an average particle size of 22.24 µm had a spherical morphology, a very high latent heat absorption capacity (143.96 J/g) and good thermal stability. Microcapsules were applied to cotton fabrics at concentrations of 100 g/l, 200 g/l, and 300 g/l using the impregnation method. The morphology, thermoregulation properties, air permeability, bending rigidity and tear strength of microcapsule treated fabrics were investigated and the effect of capsule concentration on these properties was analyzed. It was determined that microcapsule applied fabrics showed temperature regulation feature and felt maximum 2 °C warmer than untreated fabric in cold environment. Although the air permeability of the fabrics decreased with increasing capsule concentration, there was no observed impact on the weft tear strength. In addition, it was determined that microcapsule application up to a concentration of 200 g/l did not affect the bending resistance of the fabrics.

Keywords: 1-Tetradecanol, complex coacervation, microcapsule, cotton, thermoregulation

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** selda.tozum@usak.edu.tr

DOI: <https://doi.org/10.7216/tekstilmuh.1464859>

www.tekstilmuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Faz değiştiren malzeme (FDM) faz değişimi sırasında gizli ısı enerjisini absorblayabilen yada absorbladığı bu enerjiyi serbest bırakabilen ve sabit bir çevresel ortam sıcaklığını koruyabilen en etkili enerji depolama malzemelerinden birisidir [1-4]. Ayrıca, FDM'ler sürdürülebilir ve geri dönüştürülebilir enerji tasarrufu özelliklerine sahiptir. FDM'lerin çok çeşitli formları inşaat, tekstil, nanoteknoloji, güneş enerjisi depolama, gıda endüstrisi, soğutma sistemleri gibi pek çok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır ve gelecekteki yeşil termal enerji için önemli bir araştırma yönü oluşturmaktadır [1,5,6].

Organik ve inorganik olmak üzere pek çok FDM bulunmaktadır. Sıvı-katı faz geçişi sırasında yüksek gizli ısı depolama/yayma kapasitesi ve uygun erime/katılaşma sıcaklıklarına sahip olmaları bakımından parafin, polietilen glikol (PEG), yağ asitleri gibi organik FDM'ler en yaygın kullanılan bileşiklerdir [5,7]. Organik FDM'lerin bir diğer türü de yağ alkolleridir. Yağ alkollerini parafinlere kıyasla daha ucuz, yüksek ısı yoğunluğuna ve geniş bir erime sıcaklığı aralığına sahiptir.

Organik FDM'lerin termal iletkenliklerinin düşük olması, katı-sıvı faz değişimi sırasında hacim değişimi, sızıntı, faz ayrımı ve korozyon gibi sorunları bulunmaktadır [1,6]. Bu sorunların üstesinden gelebilmek için en etkili yöntem FDM'lerin koruyucu malzemelerle kapsüllenerek stabilize edilmesidir [7]. Mikrokapsüllerin kabuk yapısı faz değiştiren çekirdek malzemenin çevresindeki reaksiyonlardan korunmasını sağlamaktadır. Ayrıca uzun süreli döngüsel kullanımı sırasında sızıntıyı önleyebilmekte ve termal iletkenliği arttırmak için matris malzemesi ile temas alanını önemli ölçüde artırabilmektedir. Böylece FDM'lerin çalışma performansları artmaktadır [6].

Faz değiştiren mikrokapsüller, ortam sıcaklığındaki değişiklikleri algılayarak, ısı alış-veriş özelliği ile sıcaklık düzenleme özellikli kişisel koruyucu giysi malzemeleri geliştirilmesi için tekstillere applike edilmektedir [1,4,8,9]. İnsan vücudu, metabolik ısı üretiminin ve çevre koşullarının değişimine rağmen, çeşitli ısı transfer mekanizmaları vasıtasıyla ısı dengesini sabit tutmak için çalışır. Giysi sistemleri ise vücudun ısı dengesinin korunmasında belirleyici bir etkiye sahiptir [7,10]. FDM içeren akıllı tekstiller, giysiyi giyen kişinin vücudu ile çevre arasındaki ısı transferinin düzenlenmesini destekleyecek nitelikte soğuk ortamda ısı yayararak, sıcak ortamda ısı absorblayarak, giysiye dinamik ortamlarda ve değişken aktivite seviyelerinde termal konfor özelliklerinde değişikliğe neden olacak bir termoregülasyon (sıcaklık düzenleme) fonksiyonu kazandırmaktadır [11-14].

Literatürdeki birçok çalışma, farklı FDM türleri içeren mikrokapsüllerin veya nano-kapsüllerin üretimi ve karakterizasyonu üzerine odaklanmıştır. FDM içeren mikrokapsüllerin üretimi için genellikle spreylendirme, kompleks koaservasyon, arayüzey polimerizasyonu, süspansiyon polimerizasyonu, in situ ve emülsiyon polimerizasyonu gibi pek çok yöntem kullanılmaktadır [15,16]. Ancak, parafinik ve yağ asidi türü FDM'ler ile kıyaslandığında yağ alkollerinin FDM olarak kullanımına ilişkin daha az sayıda çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalarda genellikle emülsiyon ve in situ

polimerizasyon yöntemlerinin kullanıldığı görülmektedir. [16-29]. Literatürden farklı olarak bu çalışmada, hem kapsül malzemelerinin doğallığıyla avantaj sağlayacak hem de basit ve çok yönlü kullanımı ile endüstriye uygulanabilirliğe olanak sağlayacak kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada doğal, çevre dostu ve biyoyumlu polimerik duvar malzemeleri kullanılarak toksik olmayan termal enerji depolayan mikrokapsüllerin üretimi ve hazırlanan mikrokapsüllerin tekstil tabanlı esnek sıcaklık sensörü veya sıcaklık düzenleme özelliği kazandırılmış giysi olarak tasarlanabilecek pamuklu kumaş üretimindeki potansiyelinin araştırılması amaçlanmıştır. Özetle çalışmada, doğal ve biyoyumlu polimerik duvar malzemeleri kullanılarak toksik olmayan termal enerji depolayan mikrokapsüllerin üretimi gerçekleştirilmiş ve pamuklu kumaşlara uygulanmıştır. Bu amaçla vücut sıcaklığı ile uyumlu erime sıcaklığına sahip olan faz değişim maddesi 1-tetradekanol (erime sıcaklığı; 36 °C) jelatin/arap zımkı duvar yapısı içerisinde kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllenmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin tekstil materyallerine uygulanabilirliğini belirlemek amacıyla morfoloji, termal özellikleri ve kimyasal yapısı karakterize edilmiştir. Elde edilen kapsüller pamuklu kumaşa emdirmeye yöntemiyle farklı konsantrasyonlarda uygulanmış ve kumaşa applike edilen kapsül konsantrasyonunun kumaşların morfoloji ve termoregülasyon performanslarının yanı sıra hava geçirgenliği, eğilme direnci, yırtılma mukavemeti özellikleri üzerindeki etkileri de araştırılmıştır.

2. MATERYAL

Isı düzenleme özellikli tekstil materyallerinin üretiminde daha önceki çalışmamızda kompleks koaservasyon metodu ile üretmiş olduğumuz jelatin/arapzımkı/1-tetradekanol mikrokapsülü kullanılmıştır [30]. Mikrokapsüllerin üretiminde duvar materyali olarak Sigma Aldrich marka jelatin (Tip A) ve arapzımkı polimer çifti kullanılırken çekirdek madde olarak 1-tetradekanol (> % 97, Alfa Aesar) kullanılmıştır. Emülsiyonlaştırıcı olarak anyonik yüzey aktif madde olan sodyum dodesil sülfat (Alfa Aesar) kullanılmıştır. Çapraz bağlayıcı olarak glutaraldehit (%2,5 Sigma Aldrich) kullanılmıştır. Üretim aşamalarında pH ayarlamaları asetik asit (%100, Sigma Aldrich) ve sodyum bikarbonat (M:105,99 g/mol, Sigma Aldrich) ile yapılmıştır.

Mikrokapsüller tekstil materyali olarak ön terbiye işlemleri tamamlanmış 118 g/m² ağırlığında atkı sıklığı 45 tel/cm, çözgü sıklığı ise 55 tel/cm olan, %100 pamuklu bezayağı dokuma kumaşa uygulanmıştır. Dimetiloldihidroksi etilen üre bazlı reçine olan Fixapret Resin F-ECO (BASF) çapraz bağlayıcı, magnezyum klorür (MgCl₂) katalizör olarak kullanılmıştır.

3. METOT

3.1. Mikrokapsül üretimi

1-tetradekanol faz değişim maddesi içeren jelatin/arap zımkı duvarlı mikrokapsüllerin üretimi daha önceki çalışmamızda kompleks koaservasyon yöntemi ile gerçekleştirilmiştir [30]. Bu yöntem dispersiyon hazırlama, çekirdek maddenin kapsülasyonu ve

üretileen kapsüllerin stabilizasyonu olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır. Çalışmada çekirdek/duvar madde oranı olarak 1:1 kullanılmıştır. Üretim prosesinde ilk olarak 5 g 1-tetradekanol jelatin-su polimer çözeltisi (%2,5) içerisinde 0,015 g sodyum dodesil sülfat eşliğinde disperse edilerek emülsiyon hazırlanmıştır. Hazırlanan bu emülsiyona ayrı bir yerde hazırlanmış arap zımkı-su polimer çözeltisi (%2,5) damla damla ilave edilerek pH polimerlerin elektrolit olduđu pH 4'e ayarlanmıştır. Böylece polimerlerin zıt yükle yüklenmesi sağlanmış olup kompleks oluşumu başlatılmıştır. 1 saat sonunda sodyum bikarbonat ilavesi ile pH 9'a ayarlanarak kompleks oluşumu durdurulmuş ve reaksiyon ortamının sıcaklığı 4 °C'ye düşürülmüştür. Üretim prosesinin son aşamasında 0,8 g glutaraldehit çapraz bağlayıcı ilave edilerek üretilen mikrokapsüller stabil hale getirilmiştir. Mikrokapsüller saf su ile birkaç kez yıkandıktan sonra filtreleme ve kurutma işlemine tabi tutulmuştur.

3.2. Mikrokapsül karakterizasyonu

Jelatin/arapzımkı/1-tetradekanol mikrokapsüllerin kimyasal yapısı FTIR-ATR, ısı depolama/yayma özellikleri DSC analizi (Perkin Elmer) ile araştırılmıştır [30]. Mikrokapsüllerin kapsülasyon verimliliği Eşitlik 1'de verilen formül kullanılarak hesaplanmıştır. Eşitlik 1'de verilen $\Delta H_{\text{mikrokapsül}}$; mikrokapsüllerin erime entalpisi, $\Delta H_{\text{tetradekanol}}$; tetradekanolün erime entalpisi değerini ifade etmektedir. Mikrokapsüllerin morfolojilerini incelemek için Zeiss Gemini 500 model SEM analiz cihazı kullanılmıştır. Parçacık boyut dağılımı Horiba marka LA-350 Partica model parçacık boyutu analiz cihazı kullanılarak incelenmiştir. Ölçüm öncesinde yaş mikrokapsüller distile su içerisinde yarım saat boyunca ultrasonik banyo kullanılarak homojenize edilmiştir. Mikrokapsüllerin termal dayanımları ise Perkin Elmer Diamond Model TG cihazı ile azot atmosferi altında 0-500 °C sıcaklık aralığında 10 °C/dk ısıtma hızında incelenmiştir.

$$\text{Tetradekanol (\%)} = \frac{\Delta H_{\text{mikrokapsül}}}{\Delta H_{\text{tetradekanol}}} \times 100 \quad (1)$$

3.3. Mikrokapsüllerin kumaşa uygulanması

Üretilen mikrokapsüller pamuklu dokuma kumaşa 100 g/L, 200 g/L ve 300 g/L olmak üzere üç farklı konsantrasyonda emdirme yöntemi ile uygulanmıştır. Çalışmada kumaşa apliede edilecek mikrokapsül konsantrasyonu literatürde mevcut benzer içerikli çalışmalar dikkate alınarak belirlenmiştir [31-33]. Ayrıca mikrokapsül uygulamasının kumaş performansına etkisini incelemek için ham kumaşın yanı sıra çekirdek madde içermeyen jelatin/arap zımkı duvar yapısına sahip boş mikrokapsüller de pamuklu kumaşa uygulanmıştır. Bu adımda morfoloji ve ısı özellikleri açısından en iyi performansın kazandırıldığı 200 g/l konsantrasyonunda kapsül uygulaması seçilmiştir. Uygulama öncesi yaş mikrokapsüller saf su içerisinde yüksek devirli bir homojenizatör ile homojen dağılımın sağlanması için 1 saat

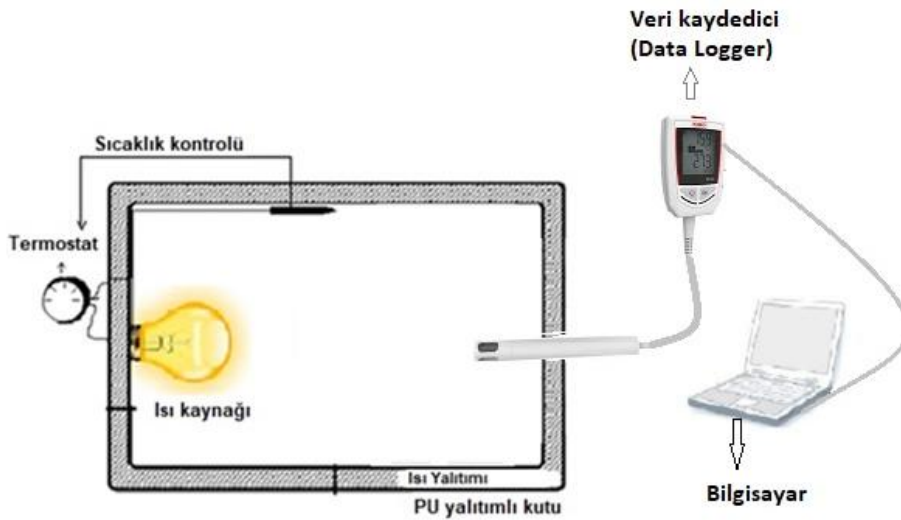
karıştırılmıştır. Homojen dağılımı sağlanan sulu mikrokapsül çözeltisine çapraz bağlayıcı ve katalizör ilave edilerek karıştırılmaya devam edilmiştir. Hazırlanan mikrokapsül çözeltisi Ataç-FY 350 Laboratuvar Tipi Yatay Fulard cihazında 2 bar basınç altında 2 m/dk hız ile kumaşa emdirilmiştir. Emdirme sonrası kumaşlar 80 °C'de 5 dakika kurutma, 120 °C'de 1 dakika fikse işlemine tabi tutulmuştur. Mikrokapsül uygulama koşullarına ait bilgiler ve uygulama koşulları Tablo 1'de verilmiştir.

3.4. Kumaş karakterizasyonu

Kumaşların yapısındaki mikrokapsül varlığı ve dağılımı SEM analizi ile incelenmiştir. Mikrokapsüllerin kumaş yapısında yıkama sonrası kalıcılıklarını belirlemek için kumaşlar 40 °C'de ISO 105-C06 standardına göre 10 ve 20 kez yıkanmış olup yıkama sonrası SEM görüntüleri alınarak kumaş yapısındaki kapsül kalıcılığı araştırılmıştır. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların yıkama haslığı testi ISO 105-C06 standardı, sürtme haslığı testi TS 717 EN ISO 105-X12 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Test sonunda beyaz pamuklu sürtme bezi ve yıkama sonrası multifiber bez üzerinde test edilen kumaş yüzeyinden ayrılan mikrokapsüllerin neden olduđu bir leke olup olmadığı değerlendirilmiştir. Kumaşların, yapılarındaki faz değişim maddesinden dolayı sergileyecekleri ısıtma etkisi Thermal History (T-history) düzeneği kullanılarak ölçülmüştür. Şekil 1'de T-history düzeneğine ait fotoğraf verilmiştir. Bu metotta kumaşların termoregülasyon özellikleri mikrokapsülün gizli ısı enerjisi yaymasından kaynaklanan sıcaklık değişimi ile belirlenmektedir. T-history düzeneği, yalıtımlı poliüretan bir köpük kutu içerisine yerleştirilmiş Kimo KTH-350-P marka Nem ve Pt 100 sıcaklık sensörleri (-40 - +70 °C arasında, 0.1 °C hassasiyet ile ölçüm yapabilen) ve sensörün ölçtüğü değerleri kaydeden bir veri kaydediciden oluşmaktadır. Kutunun iç ortam sıcaklığı kutu içerisine monte edilmiş bir ampul ile kontrol edilmektedir. Kumaşların soğutma etkisinin belirlenmesi için ölçümler oda sıcaklığına yakın bir sıcaklıkta (25 °C) yapılmıştır. Test öncesi, ölçüm yapılacak kumaş numuneleri sıcaklık sensörüne temas edecek ve tamamen kaplayacak şekilde sarılmıştır. Kutu içerisindeki ampul yakılarak kumaş yüzey sıcaklığını ölçen sensör 50 °C'yi gösterdiğinde ampul kapatılmış ve test başlatılmıştır. Sıcaklık oda sıcaklığına düşene kadar ölçüm devam etmiş ve bu süre boyunca ölçülen kumaş yüzey sıcaklıkları kaydedilmiştir. Ölçümler mikrokapsül uygulanmış ve uygulanmamış kumaşlar için yapılmış ve kumaşların zamana bağlı yüzey sıcaklık değişim grafikleri elde edilerek karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak ham kumaş ile kapsül uygulanmış kumaşların yüzey sıcaklıkları arasındaki fark kapsül uygulanmış kumaşın yapısındaki mikrokapsülün içerdığı faz değiştiren maddenin katılması sırasında yaydığı ısı ile ilişkilendirilmiştir.

Tablo 1. Mikrokapsül aplikasyon flote içeriği

Kumaş Kodu	Mikrokapsül türü	Mikrokapsül miktarı (g/l)	Çapraz bağlayıcı (g/l)	Katalizör (g/l)	Alınan flote oranı (%AF)
Ham kumaş	-	-	-	-	-
Kumaş 1	Jelatin/arap zamkı (boş kapsül)	200	60	15	90,00
Kumaş 2		100			93,30
Kumaş 3	1-tetradekanol/Jelatin/arap zamkı	200	60	15	91,10
Kumaş 4		300			92,85

**Şekil 1.** T-history düzeneği

Mikrokapsül uygulamasının kumaşların hava geçirgenliği üzerindeki etkisi TS 391 EN ISO 9237 standardına göre standart atmosfer koşulları altında belirlenmiştir. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların mekanik özellikler eğilme direnci ve yırtılma mukavemeti testleri ile araştırılmıştır. Kumaşların yırtılma mukavemeti testi balistik sarkaç (elmandorf) metodu olan TS EN ISO 13937-1 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Eğilme direnci testi ise TS 1409:1973 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Test sonunda kumaşın atkı ve çözgü yönünde elde edilen eğilme uzunlukları ile Eşitlik 2 ve 3'te verilen formüllerden yararlanılarak eğilme rijitliği ve direnci hesaplanmıştır (Formüldeki G: Eğilme rijitliği, W: Kumaşın gramajı, C: Sarkma uzunluğu (Eğilme uzunluğu) ve GO: Eğilme Direncidir).

Eğilme rijitliği (atkı ve çözgü yönünde);

$$G = 0,1 \times W \times C^3 \text{ (mg.cm)} \quad (2)$$

$$\text{Eğilme direnci; } GO = (G_{\text{atkı}} \times G_{\text{çözgü}})^{1/2} \text{ (mg.cm)} \quad (3)$$

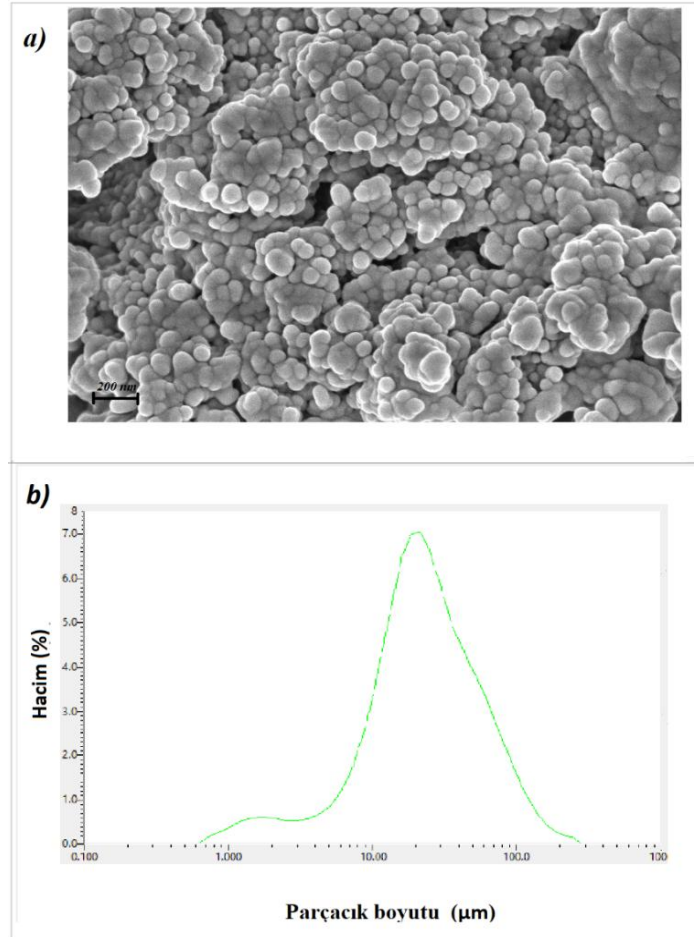
Çalışmada mikrokapsül uygulamasının kumaşların hava geçirgenliği, eğilme direnci ve yırtılma mukavemeti testleri üzerindeki etkisinin istatistiksel açıdan anlamlı olup olmadığı SPSS 23 istatistik programı kullanılarak, %95 güvenilirlikte One Way ANOVA ve çoklu karşılaştırma testleri (Multiple Comparison-Tukey) ile araştırılmıştır.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1. Mikrokapsüllerin morfolojik özellikleri

Mikrokapsüllerin morfolojisi ve parçacık boyut dağılımları SEM analizi ve parçacık boyutu analiz cihazı ile incelenmiştir. Şekil 2a'da verilen 10 kx büyütme oranındaki SEM görüntülerinden kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak üretilen jelatin/arapzamkanı/1-tetradekanol mikrokapsüllerin küresel morfolojiye sahip oldukları ancak kümelenme eğiliminde oldukları tespit edilmiştir. Bu eğilimde nanoboyutlu parçacıkların birbirinde tutunma eğilimi yanında, duvar yapısını oluşturan polimerlerin yapılarındaki fonksiyonel gruplar arasındaki moleküler etkileşimin varlığında etkilidir[33]. Öte yandan üretilen mikrokapsüllerin SEM görüntülerindeki boyut skalasına göre nanoboyutlarda oldukları sonucuna varılmıştır. Parçacık boyut dağılım eğrisine göre, mikrokapsüllerin homojen ve tek modlu bir dağılım sergilediği görülmüştür. Mikrokapsüllerin 22,24 µm ortalama parçacık boyutuna sahip oldukları ve kapsül boyutlarının 6,83 µm ile 69,22 µm arasında değiştiği tespit edilmiştir (Şekil 2b). SEM ve parçacık boyut analiz sonuçları birlikte değerlendirildiğinde, parçacık boyut cihazı ile ölçülen mikrokapsüllerin boyutları SEM analizi ile ölçülen kapsül boyutlarından daha büyük olduğu görülmektedir. Mikrokapsüllerin boyutundaki bu değişim, parçacık boyutu ölçümü

sırasında tek bir partikül olarak tespit edilen nano boyutlu kapsüllerin aglomerasyonundan kaynaklanmaktadır. Bu bulgu, literatürdeki benzer çalışmalarda elde edilen bulgular ile tutarlıdır[34,35].



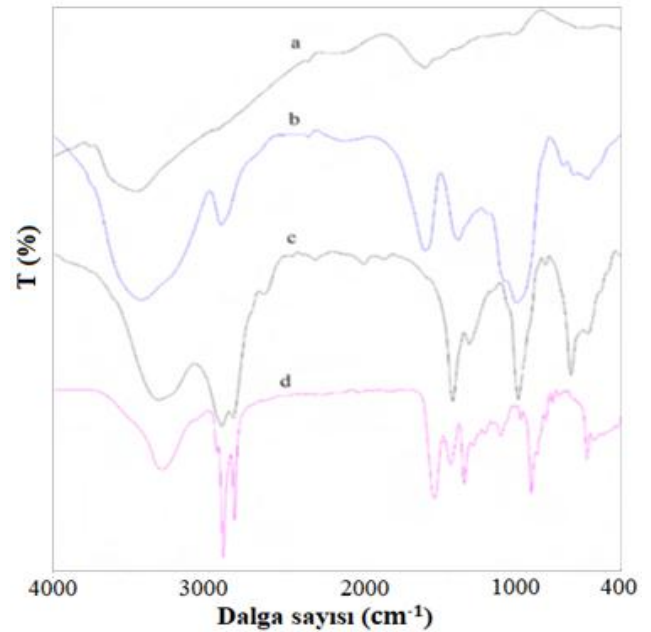
Şekil 2. Jelatin/arap zamkı/1-tetradekanol mikrokapsüllerin SEM (a) ve parçacık boyutu analiz (b) sonuçları

4.2. Mikrokapsüllerin kimyasal yapısı

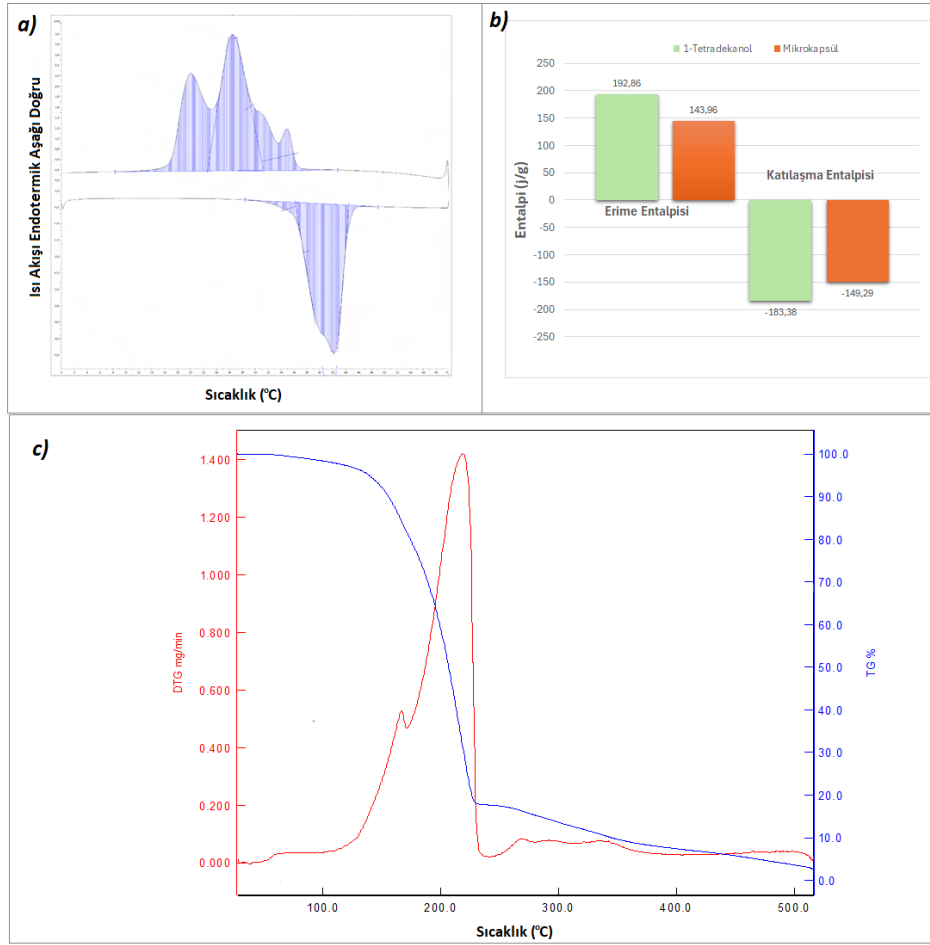
Çalışmada mikrokapsüllerin kimyasal yapısı FTIR-ATR ile incelenmiştir. Mikrokapsülü oluşturan çekirdek ve duvar malzemelerine ait FT-IR spektrumları Şekil 3'te verilmiştir. Mikrokapsüllerin FT-IR spektrumunda 3286 cm^{-1} 'de açığa çıkan büyük ve geniş pik, arap zamkına ait -OH gerilme pikleri ile jelatine ait N-H gerilme piklerinin birleşimidir. Öte yandan mikrokapsüllerin spektrumunda 1645 cm^{-1} dalga boyundaki pik, jelatin ve arap zamkına ait karbonil piklerinin üst üste binmesinden kaynaklanmaktadır. Mikrokapsülün çekirdek maddesi olan 1-tetradekanolün karakteristik pikleri mikrokapsüllerin FT-IR spektrumunda $2917\text{--}2849\text{ cm}^{-1}$ dalga boylarında açığa çıkmış olup mikrokapsülün yapısındaki 1-tetradekanolün varlığını kanıtlamaktadır [30].

4.3. Mikrokapsüllerin termal özelliklerinin incelenmesi

Jelatin/arap zamkı/1-tetradekanol mikrokapsüllerin faz değişim sıcaklıkları ve ısı depolama/yayma kapasiteleri DSC analizi ile incelenmiştir. Şekil 4a ve 4b'de analiz sonucu elde edilen DSC eğrisi ve DSC eğrisinden elde edilen veriler sütun grafiği olarak verilmiştir. Analiz sonuçları incelendiğinde mikrokapsüller $36,21\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de $143,96\text{ J/g}$ ısı depolarken $31,34\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de $-149,29\text{ J/g}$ ısı yaydığı tespit edilmiştir[30]. DSC sonuçlarından elde edilen entalpi değerleri kullanılarak mikrokapsüllerin kapsülasyon verimliliği $\%74,64$ bulunmuştur. Literatürdeki jelatin/arap zamkı duvar yapısına sahip parafin esaslı mikrokapsüllerin ısı depolama kapasitelerinin $79\text{--}115\text{ J/g}$ aralığında değiştiği görülmüştür [33,36,37]. Bu bulgular ile kıyaslandığında üretilen jelatin/arap zamkı/1-tetradekanol mikrokapsüllerin oldukça yüksek entalpiye sahip oldukları tespit edilmiştir. Özetle mikrokapsüllerin gerek yüksek ısı depolama kapasitesine sahip olması gerekse erime sıcaklığının vücut sıcaklığı ile uyumlu olması yüksek ısı depolama özellikli tekstil ürünlerinin üretilmesinde kullanımına olanak sunmaktadır [30]. 1-tetradekanol faz değiştiren madde-sinin kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyonu üzerine literatürde tek bir çalışma bulunmuş olup bu çalışmada 1-tetradekanol tekrmokromik sistemin çözücüsü olarak kullanılmış ve entalpisi $120,9\text{ J/g}$ olarak elde edilmiştir [38]. Bunun yanı sıra, farklı duvar yapısı ve pickering emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile in-sitü polimerizasyon yöntemi kullanılarak üretilen 1-tetradekanol çekirdekli mikrokapsüllerin ısı depolama kapasitelerinin $98\text{--}164\text{ J/g}$ entalpi aralığında değiştiği tespit edilmiştir [19,27,39].



Şekil 3. Jelatin (a), arap zamkı (b), 1-tetradekanol (c) ve mikrokapsül (d) ait IR spektrumları[30]



Şekil 4. Jelatin/arap zamkı/1-tetradekanol mikrokapsüllerinin DSC grafiği (a) [30], faz değişim entalpileri (b), TG eğrisi (c)

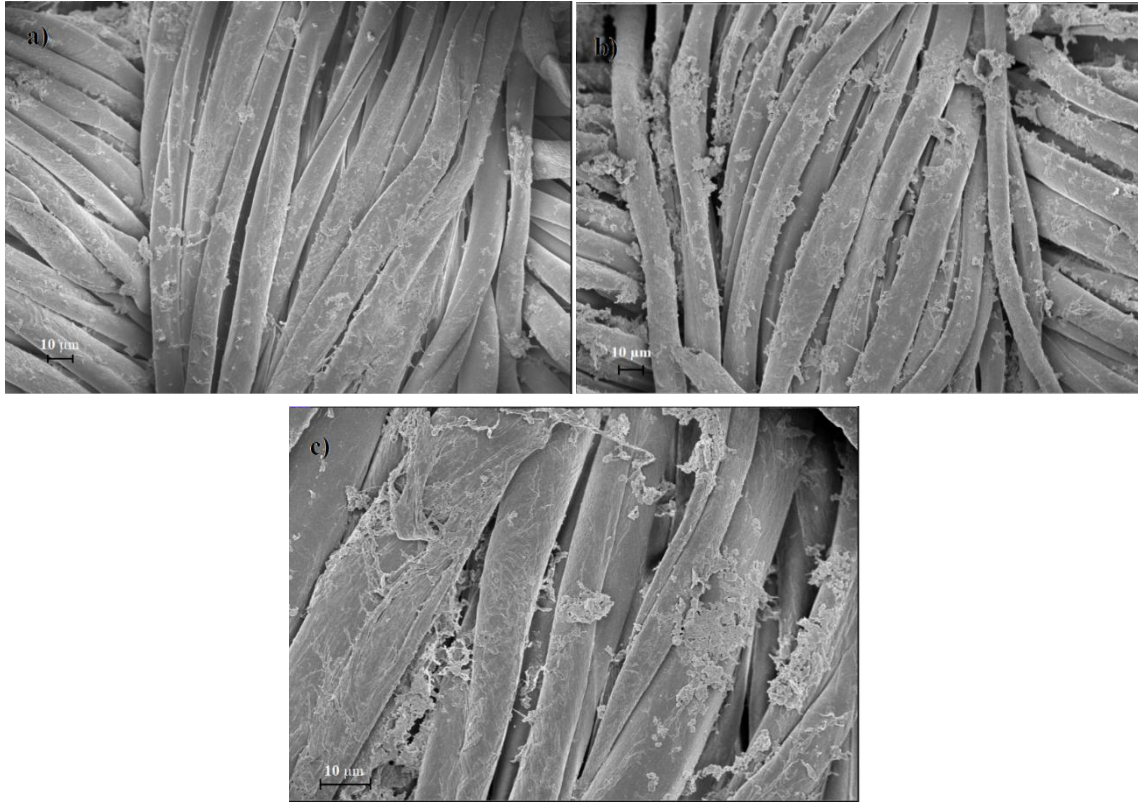
Mikrokapsüllerin termal stabilitelerini araştırmak için TG analizi yapılmış olup analizden elde edilen TG eğrisi Şekil 4c'de verilmiştir. TG eğrisi incelendiğinde 140 °C'ye kadar görülen çok küçük kütle kaybının (%6) mikrokapsül yapısındaki suyun buharlaşmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir [33,40,41]. Öte yandan, jelatin/arap zamkı/1-tetradekanol mikrokapsülleri iki basamaklı bozunma gerçekleştirmişlerdir. İlk bozunma 140-220 °C arasında gerçekleşirken mikrokapsül ağırlığının yaklaşık %66'sını kaybetmiştir. Bu aralıktaki kütle kaybı mikrokapsülün çekirdek maddesi olan 1-tetradekanolün buharlaşmasından kaynaklanmaktadır [42]. DSC analiz sonuçlarına göre çekirdek maddenin %74,64'ünün kapsüllendiği belirlenmiştir. Bu sonuca göre TG analizinin ilk adımında çekirdek maddesi olarak kullanılan 1-tetradekanolün tamamının buharlaşmadığı sonucuna varılmıştır. Mikrokapsüllerin ikinci kütle kaybı ise 220°C ile 445°C arasında gerçekleşmiştir. Bu adımdaki kütle kaybı yaklaşık %22 olup mikrokapsülün duvar yapısının parçalanması ile ilişkilidir. Tekstil uygulaması aşamasında mikrokapsüller yüksek fikse sıcaklıklarına (150 °C civarı) maruz kalmaktadır. TG analiz sonuçlarına göre mikrokapsüller yaklaşık 140 °C'de yapısındaki çekirdek madde buharlaşmaya başlamış ve söz konusu fikse sıcaklıklarından etkilenmeyeceği görülmüş olup mikrokapsüllerin

tekstil aplikasyon sıcaklıklarına karşı yeterli ısıl dayanıma sahip oldukları sonucuna varılmıştır.

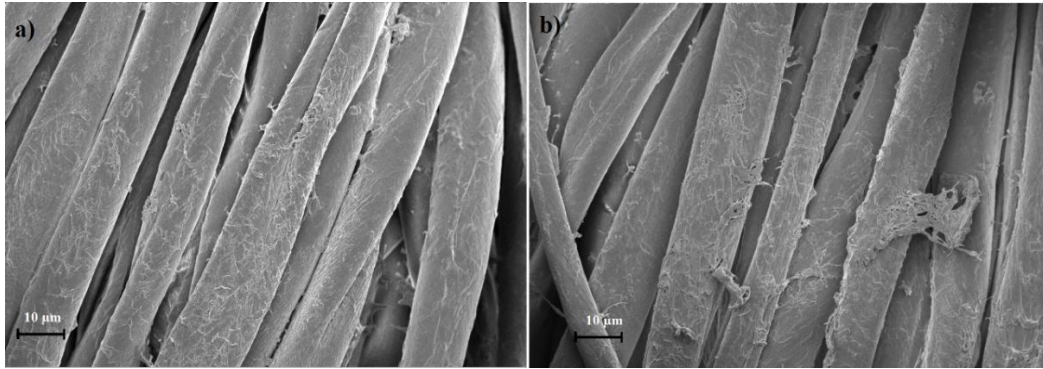
4.4. Kumaşların SEM analizi

Mikrokapsüllerin kumaş yapısındaki varlığı SEM analizi ile incelenmiş olup Şekil 5'te üç farklı konsantrasyonda mikrokapsül uygulanmış kumaşlara ait 1kx büyütme oranındaki SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntülerden, kumaş yapısındaki mikrokapsül varlığı açıkça görülmektedir ve mikrokapsüllerin yer yer kümelenmiş bir şekilde lifler arasındaki boşluklara ve lif yüzeyine yerleştikleri tespit edilmiştir. Ancak, özellikle artan kapsül konsantrasyonunda daha belirgin olacak şekilde kapsüllerin, kumaş yapısında kümelenme eğilimi sergiledikleri ve iplikler arası boşlukları dolduracak şekilde daha fazla miktarda kumaş yapısında yer aldıkları görülmektedir.

Mikrokapsüllerin kumaşların yüzeyindeki dayanıklılığını belirlemek için mikrokapsül uygulanmış kumaşların yüzey morfolojileri SEM analizi ile incelenmiştir. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların 10 ve 20 yıkama sonraki SEM görüntüleri Şekil 6'da verilmiştir. Yıkama döngülerinden sonra kumaş üzerinde önemli miktarda mikrokapsül kaldığı gözlemlenmiş olup kumaş yapısında güçlü mikrokapsül varlığı tespit edilmiştir.



Şekil 5. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların SEM görüntüsü (a: Kumaş 1, b: Kumaş 2, c: Kumaş 3)



Şekil 6. Mikrokapsül uygulanmış kumaşların 10 yıkama (a) ve 20 yıkama (b) sonrası SEM görüntüleri

4.5. Kumaşların ısı düzenleme performansları

Mikrokapsül uygulanmış kumaşların ısı düzenleme performansları yaygın olarak kullanılan T-history düzeneği ile incelenmiştir. Ölçümler sırasında ısıtılan kumaşlar oda sıcaklığında bırakılarak mikrokapsül içerikli kumaşların ısıtma etkisi araştırılmıştır. Şekil 7'de ham kumaş ve mikrokapsül içerikli kumaşların zamana bağlı yüzey sıcaklık değişimlerine ait grafik verilmiştir. Şekil 7'den de görüldüğü üzere Kumaş 2,3 ve 4'ün yüzey sıcaklıkları ham kumaş ve Kumaş 1'in yüzey sıcaklığından daha yüksektir. Bu durum, Kumaş 2,3 ve 4'ün içerdiği Jelatin/arap zamkı/1-tetradekanol mikrokapsülünün çekirdek maddesi olan 1-tetradekanol faz değişim maddesinin sıvı fazdan katı faza geçerken ısı yaymasından kaynaklanmaktadır. Kumaş 3 ve Kumaş 4'ün ham kumaş ile arasındaki maksimum sıcaklık farkı yaklaşık 2 °C iken Kumaş 2

için bu fark 1,64 °C'dir. Boş kapsül uygulanmış Kumaş 1 numunesi ise ham kumaşa benzer bir eğilim sergilemiştir. Bu sonuçlar, söz konusu kumaşların soğuk ortamda 2 °C ve 1,64 °C daha sıcak tutacağı anlamına gelmektedir. Elde edilen bulgulardan kumaşlara uygulanan mikrokapsül konsantrasyonu 100 g/l'den 200 g/l'ye artırıldığında kumaşların ısı düzenleme performanslarının geliştiği gözlemlenirken, 200 g/l mikrokapsül konsantrasyonunun üzerindeki uygulamanın ısı düzenleme üzerine önemli bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Bu sonucun, flottede artan kapsül konsantrasyonu ile ilişkili olarak, kümelenme eğilimi artan kapsüllerin kumaş yapısında homojen dağılmaması ile ilişkili olabileceği düşünülmektedir. Literatürdeki çalışmalar incelenildiğinde, 1-tetradekanol çekirdekli mikrokapsüllerin çekirme yöntemi ile uygulandığı pamuklu kumaşların 7,5-8 °C serin hissettirdiği

görülmüştür [16]. Başka bir çalışmada, farklı miktarlarda 1-tetradekanol içerikli nanokapsüller iplik üretim prosesinde polyester ipliğe dahil edilmiş ve bu iplikler ile referans ring iplik yüzey sıcaklıkları arasındaki farkın 2-5 °C arasında değiştiğini saptamışlardır [43]. 1 –tetradekanolün termokromik sistemin çözücü bileşeni olarak kullanıldığı bir çalışmada 1-tetradekanol içerikli mikrokapsüllerin kumaşlara 3,8-4,6 °C civarında serinletme etkisi kazandırdığı görülmüştür [38]. Literatürdeki bulgular uygulanan mikrokapsül konsantrasyonu ve uygulama yöntemine göre referans numune ile mikrokapsül içerikli numune arasındaki maksimum yüzey sıcaklığının 2-8 °C arasında değiştiğini göstermektedir.

4.6. Kumaşların havageçirgenlik performanslarının belirlenmesi

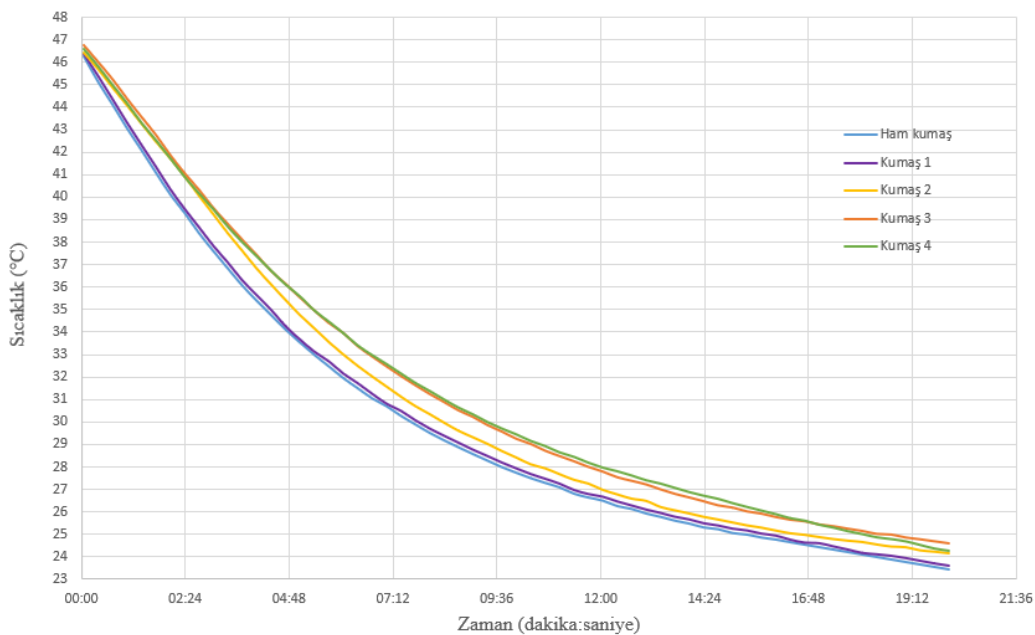
Mikrokapsül uygulamasının kumaşların hava geçirgenlikleri üzerindeki etkisini incelemek amacıyla ham kumaşa ve farklı oranlarda mikrokapsül içeren kumaşlara hava geçirgenlik testi uygulanmıştır. Ayrıca 1-tetradekanol içermeyen boş mikrokapsüllerin kumaşların hava geçirgenliği üzerine etkisi de incelenmiştir. Şekil 8a'da hava geçirgenlik testi sonuçlarına ait boxplot grafiği verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde mikrokapsül uygulamasının kumaşların hava geçirgenlik değerlerini önemli seviyede düşürdüğü tespit edilmiştir ($p<0,05$). Uygulanan kapsül konsantrasyonu arttıkça kumaşların hava geçirgenlik değerlerinde istatistiksel olarak önemli bir seviyede olmasa da bir miktar azalma söz konusudur. Bunun dışında boş kapsül uygulamasının da hava geçirgenliği üzerine etkisi diğer kapsül uygulamalarıyla benzer bulunmuştur ($p>0,05$). Mikrokapsül uygulaması sonrasında kumaşların hava geçirgenliğindeki azalma mikrokapsüllerin lif arasına yerleşmesi sonucu kumaş gözenekliliğini azaltmış

olmasından kaynaklanmaktadır. Şekil 5'te verilen kumaşlara ait SEM görüntülerinde artan banyo konsantrasyonuna bağlı olarak kapsüllerin iplikler arasındaki boşlukları doldurduğu görülmekte olup, görüntüler bu bulguyu desteklemektedir.

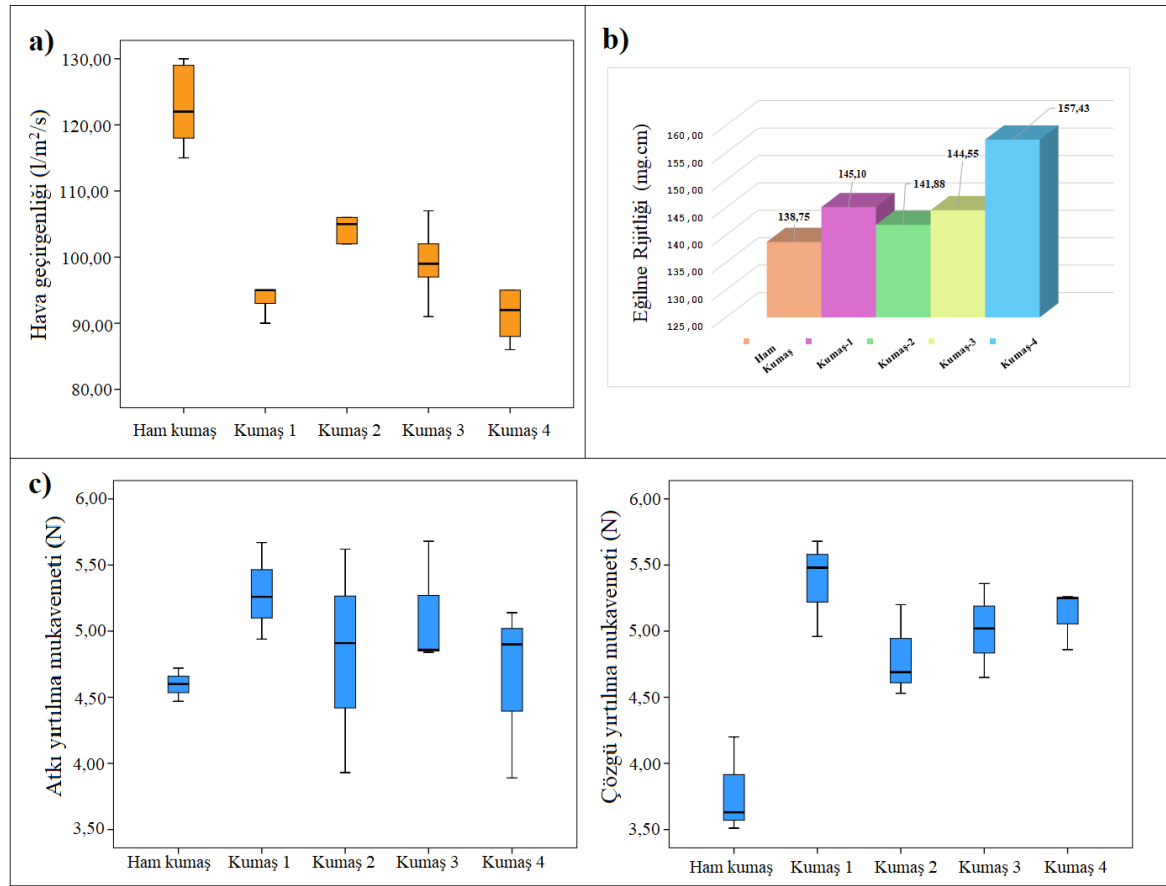
4.7. Kumaşların mekanik özellikleri

Mikrokapsül uygulanmış kumaşların mekanik özellikleri yırtılma testi ve eğilme direnci ile araştırılmıştır. Testler sonrası elde edilen bulgular Şekil 8b ve c'de verilmiştir. Kumaşların eğilme direnci test sonuçları incelendiğinde 100 g/l ve 200 g/l konsantrasyonda mikrokapsül uygulaması ve 200 g/l konsantrasyonda boş mikrokapsül uygulamasının kumaşların eğilme direncini bir miktar artırdığı ancak bu artışın önemli seviyede olmadığı tespit edilmiştir ($p>0,05$). Öte yandan, uygulanan mikrokapsül konsantrasyonu 200 g/l'nin üstüne çıktığında (Kumaş 4) kumaşa tutunan mikrokapsül miktarının artmasına bağlı olarak kumaş yapısında lif ve ipliklerin hareketini kısıtlaması sonucu kumaşın eğilme direncinin önemli seviyede arttığı görülmüştür ($p<0,05$).

Mikrokapsül uygulaması sonrası kumaşların atkı ve çözgü yırtılma mukavemeti değerlerindeki değişim yırtılma mukavemeti testi ile araştırılmıştır. Şekil 8c'de verilen sonuçlar incelendiğinde, kumaşların atkı yırtılma mukavemeti üzerine boş kapsül uygulaması ve farklı konsantrasyonlarda kapsül uygulamasının istatistiksel olarak anlamlı bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir ($p>0,05$). Ancak, çözgü yırtılma mukavemetlerinin kapsül uygulaması ile istatistiksel olarak anlamlı seviyede arttığı ($p<0,05$), artan kapsül konsantrasyonunun ise önemli bir etkisinin olmadığı sonucuna varılmıştır. Kumaş yırtılma mukavemetindeki artışın lif ve ipliklerin yüzeyine yerleşen kapsüllerin lif-lif ve iplik-iplik sürtünme kuvvetini artırıcı etki yapması ile ilişkili olacağı değerlendirilmiştir.



Şekil 7. T-history ölçüm sonuçları



Şekil 8.Kumaşların hava geçirgenlik (a), eğilme direnci (b) ve yırtılma mukavemeti (c) test sonuçları

4.8. Yıkama ve sürtme haslığı test sonuçları

Mikrokapsül uygulanmış kumaşların yıkamaya karşı renk haslığı ve kuru/yaş sürtme haslığı test sonuçları Tablo 2’de verilmiştir. Tablodaki sonuçlara göre, kapsül uygulama sonrası kumaşların yıkama ve sürtme haslığı değerlerinin oldukça iyi olduğu görülmektedir.

5. SONUÇ

Bu çalışmada gizli ısı depolama/yayma kapasitesine sahip jelatin/arap zamkı duvarlı mikrokapsüller kompleks koaservasyon yöntemi ile üretilmiş ve pamuklu kumaşlara emdirme yöntemi ile uygulanmıştır. Üretilen mikrokapsüller pamuklu kumaşlara 100 g/l, 200 g/l ve 300 g/l olmak üzere farklı konsantrasyonlarda uygulanmış olup kumaşların morfolojileri ve ısıl özellikleri üzerine kapsül konsantrasyonunun etkisi incelenmiştir.

Çalışmada ayrıca mikrokapsül uygulama sonrası kumaşların hava geçirgenliği, eğilme direnci, yırtılma mukavemeti özellikleri de araştırılmıştır.

Üretilen mikrokapsüllerin küresel morfolojiye sahip olduklarına kapsül boyutlarının 6,83 μm ile 69,22 μm arasında değiştiği ve ortalama 22,24 μm parçacık boyutuna sahip oldukları tespit edilmiştir. Mikrokapsülün çekirdek maddesini oluşturan 1-tetradekanol faz değiştiren maddesi sayesinde mikrokapsüllere ve mikrokapsül aplice edilmiş kumaşlara ısı depolama/yayma özelliği kazandırılması beklenmektedir. Mikrokapsüllerin 36,21 °C’de 143,96 J/g ısı depolama kapasitesine sahip olduğu ve entalpi değerinin oldukça yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte mikrokapsüller tekstil aplikasyon şartlarına karşı yeterli ısıl dayanımlara sahiptir ve tekstilde termal enerji depolama malzemesi olarak kullanılabilir.

Tablo 2. Kumaşların yıkama ve sürtme haslığı test sonuçları

Kumaş türü	Yıkama haslığı						Sürtme haslığı	
	Yün	Akrilik	Poliester	Poliamid	Pamuk	Asetat	Kuru	Yaş
Kumaş 2	5	5	5	5	5	5	5	5
Kumaş 3	5	5	5	5	5	5	5	5
Kumaş 4	5	5	5	5	5	5	5	5
Kumaş 5	5	5	5	5	5	5	5	5

Mikrokapsül uygulanmış kumaşların ısı düzenleme özelliklerine bakıldığında en iyi performansı 200 g/l ve 300 g/l mikrokapsül uygulanmış kumaşların sergilediği ve ham kumaşa göre soğuk ortamda 2 °C daha sıcak hissettireceği tespit edilmiştir. Kumaşlara ait SEM görüntüleri kumaş yapısındaki mikrokapsül varlığını açıkça gösterirken kapsül konsantrasyonu arttıkça kumaş yapısında lifler arasındaki boşluklara ve lif yüzeyine yerleşen kapsül miktarının arttığı tespit edilmiştir. Buna bağlı olarak mikrokapsüller lifler arasındaki boşlukları doldurarak lif gözenekliliğinin azalmasına neden olmuş ve artan konsantrasyon ile paralel olarak hava geçirgenliği değerleri önemli seviyede azalmıştır. Öte yandan 200 g/l konsantrasyonda mikrokapsül uygulamasına kadar kumaşların eğilme direncinde önemli bir değişiklik gözlemlenmezken 300 g/l konsantrasyon mikrokapsül uygulaması eğilme direncini önemli seviyede arttırdığı tespit edilmiştir. Yırtılma mukavemeti test sonuçlarından ise mikrokapsül uygulaması kumaşların atkı yırtılma mukavemetlerinde önemli bir değişime neden olmazken çözgü yırtılma mukavemetlerinde önemli seviyede bir artışa sebep olmuştur. Elde edilen bulgulardan üretilen jelatin/arapzamkı/1-tetradekanol mikrokapsüllerinin ısı depolama malzemesi olarak kullanılabilecek nitelikte olduğu ve hem ısı özellikleri hemde kumaş performans özellikleri göz önünde bulundurulduğunda termoregülasyon özellikli kumaş üretiminde 200 g/l konsantrasyonda mikrokapsül uygulamasının yeterli olduğu sonucuna varılmıştır. Çalışmada üretilen kumaşlar termoregülasyon özelliğine sahip termal enerji depolama özellikli teknik bir kumaş olarak kullanılabilecektir. Ayrıca, termoregülasyon ve termal konfor sağlayan koruyucu giysiler veya termal giysilerin bir bileşeni de olabilecektir. Giysinin termal yönetim ve konfor performansının vücudun her bölgesinde aynı olması beklenmemektedir. Bu husus dikkate alındığında, geliştirilen kumaşın azalan hava geçirgenliğine ve sertleşen tutuma rağmen giysinin bütünü oluşturarak kumaştaki ziyade termal yönetimin en önemli olduğu bölümlerinde kullanılmasının nihai giysi termal konforu ve vücut ısı dengesinin korunması açısından faydalı olacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- Xie, W., Jiang, Y., Liu, Z., Wang, B., & Han, T., (2024), Preparation and application of low temperature protection materials by Na₂SO₄·10H₂O/PS phase change microcapsules, *Materials Research Express*, 11, 1, 015502.
- Wang, F., Nasajpour-Esfahani, N., Alizadeh, A. A., Smaism, G. F., Abed, A. M., Hadrawi, S. K., Aminian, S., Sabetvand, R., Toghraie, D., (2023), Thermal performance of a phase change material (PCM) microcapsules containing Au nanoparticles in a nanochannel: a molecular dynamics approach, *Journal of Molecular Liquids*, 373, 121128.
- Boan, Y., (2005), Physical Mechanism and Characterization of Smart Thermal Clothing, The Hong Kong Polytechnic University, PhD Thesis, Hong Kong, 267p.
- Mondal, S., (2008), Phase change materials for smart textiles—An overview, *Applied thermal engineering*, 28, 11-12, 1536-1550.
- El Majd, A., Younsi, Z., Youssef, N., Belouaggadia, N., & El Bouari, A., (2023), Experimental study of thermal characteristics of bio-based textiles integrating microencapsulated phase change materials, *Energy and Buildings*, 297, 113465.
- Su, Y., Zhao, X., & Han, Y., (2023), Phase Change Microcapsule Composite Material with Intelligent Thermoregulation Function for Infrared Camouflage, *Polymers*, 15, 14, 3055.
- Zeighampour, F., Khoddami, A., & Dolez, P. I., (2023), Innovative flexible thermal storage textile using nanocomposite shape-stabilized phase change materials, *Fashion and Textiles*, 10, 1, 43.
- Geng, X., Li, W., Wang, Y., Lu, J., Wang, J., Wang, N., Jianjie, Li., & Zhang, X., (2018), Reversible thermochromic microencapsulated phase change materials for thermal energy storage application in thermal protective clothing, *Applied energy*, 217, 281-294.
- Benmoussa, D., Molnar, K., Hannache, H., & Cherkaoui, O., (2016), Development of thermo-regulating fabric using microcapsules of phase change material, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 627, 1, 163-169.
- Ganesh, G. A., Sinha, S. L., Verma, T. N., & Dewangan, S. K., (2021), Investigation of indoor environment quality and factors affecting human comfort: A critical review, *Building and Environment*, 204, 108146.
- Iqbal, K., Khan, A., Sun, D., Ashraf, M., Rehman, A., Safdar, F., Basit, A., Maqsood, H. S., (2019), Phase change materials, their synthesis and application in textiles—a review, *The Journal of the Textile Institute*, 110, 4, 625-638.
- Tabor, J., Chatterjee, K., & Ghosh, T. K., (2020), Smart textile-based personal thermal comfort systems: current status and potential solutions, *Advanced Materials Technologies*, 5, 5, 1901155.
- Peng, Y., & Cui, Y., (2020), Advanced textiles for personal thermal management and energy, *Joule*, 4, 4, 724-742.
- Prajapati, D. G., & Kandasubramanian, B., (2020), A review on polymeric-based phase change material for thermo-regulating fabric application, *Polymer Reviews*, 60, 3, 389-419.
- Jamekhorshid, A., Sadrameli, S. M., & Farid, M., (2014), A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 31, 531-542.
- Özkayalar, S., & Alay-Aksoy, S., (2022), Developing of thermoregulating cotton fabric by incorporating of the poly (methyl methacrylate-co-methacrylamide)/fatty alcohol latent heat storing nanocapsules, *The Journal of The Textile Institute*, 113, 12, 2585-2601.
- Qin, S., Li, H., & Hu, C., (2021), Thermal properties and morphology of chitosan/gelatin composite shell microcapsule via multi-emulsion, *Materials Letters*, 291, 129475.
- Vijayrakesh, K., & Muthuvel, S., (2019), Synthesis and Characterization of Encapsulated 1-Tetradecanol for Thermal Energy Storage, *International Journal of Recent Technology and Engineering*, 8, 4S2, 264-268.
- Wang, Y., Li, X., Shen, C., Mao, Z., Xu, H., Zhong, Y., Sui, X., Feng, X., & Wang, B., (2020), Lignin assisted Pickering emulsion polymerization to microencapsulate 1-tetradecanol for thermal management, *International Journal of Biological Macromolecules*, 146, 1-8.
- Chen, C., Chen, Z., Zeng, X., Fang, X., & Zhang, Z., (2012), Fabrication and characterization of nanocapsules containing n-dodecanol by miniemulsion polymerization using interfacial redox initiation, *Colloid and Polymer Science*, 290, 4, 307-314.

21. Chen, Z. H., Yu, F., Zeng, X. R., & Zhang, Z. G., (2012), Preparation, characterization and thermal properties of nanocapsules containing phase change material n-dodecanol by miniemulsion polymerization with polymerizable emulsifier, *Applied Energy*, 91, 1, 7-12.
22. Geng, L., Wang, S., Wang, T., & Luo, R., (2016), Facile synthesis and thermal properties of nanoencapsulated n-dodecanol with SiO₂ shell as shape-formed thermal energy storage material, *Energy & Fuels*, 30, 7, 6153-6160.
23. Li, W., Zong, J., Huang, R., Wang, J., Wang, N., Han, N., & Zhang, X., (2016), Design, controlled fabrication and characterization of narrow-disperse macrocapsules containing Micro/NanoPCMs, *Materials & Design*, 99, 225-234.
24. Ma, Y., Zong, J., Li, W., Chen, L., Tang, X., Han, N., Wang, J., & Zhang, X., (2015), Synthesis and characterization of thermal energy storage microencapsulated n-dodecanol with acrylic polymer shell, *Energy*, 87, 86-94.
25. Su, J. F., Wang, S. B., Zhou, J. W., Huang, Z., Zhao, Y. H., Yuan, X. Y., Zhang, Y. Y., & Kou, J. B., (2011), Fabrication and interfacial morphologies of methanol-melamine-formaldehyde (MMF) shell microPCMs/epoxy composites, *Colloid and Polymer Science*, 289, 2, 169-177.
26. Yu, F., Chen, Z. H., & Zeng, X. R., (2009), Preparation, characterization, and thermal properties of microPCMs containing n-dodecanol by using different types of styrene-maleic anhydride as emulsifier, *Colloid and Polymer Science*, 287, 5, 549-560.
27. 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, 327-334.
28. Yin, D., Liu, H., Ma, L., & Zhang, Q., (2015), Fabrication and performance of microencapsulated phase change materials with hybrid shell by in situ polymerization in Pickering emulsion, *Polymers for Advanced Technologies*, 26, 6, 613-619.
29. Alkan, C., Alakara, E. H., Aksoy, S. A., & Demir, İ., (2023), Cement mortar composites including 1-tetradecanol@ PMMA Pickering emulsion particles for thermal energy management of buildings, *Chemical Engineering Journal*, 476, 146843.
30. Tözüm, M.S. 2021. Microencapsulation of 1-tetradecanol into Gelatin/Gum Arabic Shell Structure by Complex Coacervation Method, 9th International Fiber and Polymer Research Symposium, 19-20 November, Usak.
31. Güler, Z., & Kut, D., (2011), Poliester perdelik Kumaşa Isıl Regülasyon Sağlamaya Yönelik Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması, *Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, 16, 1.
32. Genç, E., & Alay Aksoy, S., (2016), Fabrication of microencapsulated PCMs with nanoclay doped chitosan shell and their application to cotton fabric, *Textile and Apparel*, 26, 2, 180-188.
33. 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, 408-417.
34. Alkan, C., Aksoy, S. A., & Anayurt, R. A., (2015), Synthesis of poly (methyl methacrylate-co-acrylic acid)/n-eicosane microcapsules for thermal comfort in textiles, *Textile Research Journal*, 85, 19, 2051-2058.
35. 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.
36. Malekipirbazari, M., Sadrameli, S. M., Dorkoosh, F., & Sharifi, H., (2014), Synthetic and physical characterization of phase change materials microencapsulated by complex coacervation for thermal energy storage applications, *International Journal of Energy Research*, 38, 11, 1492-1500.
37. Bayés-García, L., Ventolà, L., Cordobilla, R., Benages, R., Calvet, T., & Cuevas-Diarte, M. A., 2010, Phase Change Materials (PCM) microcapsules with different shell compositions: Preparation, characterization and thermal stability, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 94, 7, 1235-1240.
38. Tözüm, M. S., Demirbağ Genç, S., & Alay Aksoy, S., (2024), Design of Thermochromic Cotton Fabrics with Thermoregulation Behavior Through Application of Chitosan-Sodium Alginate/Cvl/1-Tetradecanol-Based Thermochromic Phase Change Microcapsules, *Fibers and Polymers*, 1-13. <https://link.springer.com/article/10.1007/s12221-024-00686-2>
39. Alkan, C., Alakara, E. H., Aksoy, S. A., & Demir, İ. (2023), Cement mortar composites including 1-tetradecanol@ PMMA Pickering emulsion particles for thermal energy management of buildings, *Chemical Engineering Journal*, 476, 146843.
40. Basal, G., Deveci, S., Yalçın, D., & Bayraktar, O., (2011), Properties of n-Eicosane-Loaded Silk Fibroin-Chitosan Microcapsules, *Journal of Applied Polymer Science*, 121, 1885-1889
41. Demirbağ, S., & Alay Aksoy, S., (2013). İnorganik Madde İlave Edilerek Geliştirilmiş Termal Stabilitate Sahip İsi Depolama Özellikli Mikrokapsül Üretimi ve Karakterizasyonu. *Tekstil ve Mühendis*, 20, 92, 26-35.
42. 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.
43. Yılmaz, D., & Alay Aksoy, S., (2023), Temperature Regulating Polyester Short Staple Ring Spun Yarns By Pcm Nanocapsule Application, *Journal of Textiles & Engineers/Tekstil ve Mühendis*, 30, 132.