



T.C.
NİĞDE ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

AKILLI DERİ TEKSTİL UYGULAMALARI İÇİN
FAZ DEĞİŞTİREN MADDELERİN MİKROKAPSÜLENMESİ

FATMA ERZİN

Haziran 2019

T.C.
NİĞDE ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

AKILLI DERİ TEKSTİL UYGULAMALARI İÇİN
FAZ DEĞİŞTİREN MADDELERİN MİKROKAPSÜLENMESİ

FATMA ERZİN

Yüksek Lisans Tezi

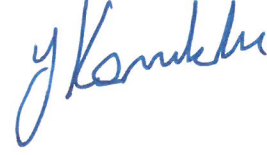
Danışman

Doç. Dr. Yeliz KONUKLU

Haziran 2019

Fatma ERZİN tarafından **Doç. Dr. Yeliz KONUKLU** danışmanlığında hazırlanan “**Akıllı Deri Tekstil Uygulamaları İçin Faz Değiştiren Maddelerin Mikrokapsüllenmesi**” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Kimya** Ana Bilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : [Doç.Dr. Yeliz KONUKLU
Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi]



Üye : [Prof.Dr. Orhan GEZİCİ
Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi]



Üye : [Doç.Dr. Didem BALUN KAYAN
Aksaray Üniversitesi]



ONAY:

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından/...../20.... tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu'nun/...../20.... tarih ve sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

...../...../20...

Doç. Dr. Murat BARUT
MÜDÜR V.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Fatma ERZİN



ÖZET

AKILLI DERİ TEKSTİL UYGULAMALARI İÇİN FAZ DEĞİŞTİREN MADDELERİN MİKROKAPSÜLLENMESİ

ERZİN, Fatma

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya AnaBilim Dalı

Danışman

:Doç. Dr. Yeliz KONUKLU

Haziran 2019, 62 sayfa

Bu yüksek lisans çalışmasında, ısı kontrolü sağlayabilen akıllı deri üretiminde kullanılacak mikrokapsüllenmiş faz değıştiren madde (FDM) sentezi ve karakterizasyonunun yapılması amaçlanmıştır. Çalışma kapsamında; heptadekan, hegzadekan, laurik asit ve parafin olmak üzere 4 adet FDM kullanılmıştır. FDM'lerin melamin-formaldehit (MF) reçineleri ve rezorsinol-melamin-formaldehit (RMF) reçineleri ile mikrokapsülleri sentezlenerek ısı dayanımları ve termal enerji depolama kapasiteleri karşılaştırılmıştır. Mikrokapsüllerin tekstil uygulamalarında kullanılabilmesi için yüksek ısı dayanıma sahip olmaları gerekmektedir. Prosese eklenen 3 farklı miktarda rezorsinol (1,5 g, 2 g ve 2,5 g) ile ısı dayanımı yüksek ve termal enerji depolama kapasitesi iyi olan mikrokapsüller üretilmiştir. Üretilen FDM mikrokapsüllerinin termal, morfolojik ve kimyasal özellikleri; diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Fourier dönüşümlü infrared spektrometresi (FTIR) ile incelenmiştir. Üretilen mikrokapsüller deriye vaks yardımı ile eklenerek deri örneklerinin termal performansı incelenmiştir.

*Anahtar Sözcükler:*Faz Değıştiren Madde, Mikrokapsül, Akıllı Tekstil, Deri, Termal Enerji Depolama

SUMMARY

MICROENCAPSULATION OF PHASE CHANGE MATERIAL FOR SMART LEATHER TEXTILE APPLICATIONS

ERZİN, Fatma

Niğde Ömer Halisdemir University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemistry

Supervisor : Associate Professor Dr. Yeliz KONUKLU

June 2019, 62 pages

In this study, it is aimed to synthesize and characterize microencapsulated phase-change material (PCM) which can be used in smart leather production fabrics and clothes with the thermoregulating properties. Within this study four PCMs; hexadecane, heptadecane and lauric acid and paraffin were used. Microcapsules of PCMs were synthesized with both melamine-formaldehyde (MF) resins and resorcinol-melamine-formaldehyde (RMF) resins. The thermal resistances and energy storage capacities of the synthesized microcapsules were compared. If the microPCMs were synthesized for use in textile applications, they must be resistant to high temperatures. In order to produce microcapsules with high thermal resistance and good energy storage capacity; 3 different amounts of resorcinol (1,5g, 2g and 2,5g) were added to the process. The thermal, morphological and chemical properties of the composites were analyzed by differential scanning calorimetry (DSC), scanning electron microscopy (SEM) and Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy respectively. The microcapsules were added to the leather sample with the help of wax and the thermal performances were determined.

Keywords: Phase Change Material, Microcapsule, Smart Textile, Leather, Thermal Energy Storage

ÖN SÖZ

Faz Değiştiren Madde (FDM); termal enerjiyi gizli ısı şeklinde depolayan maddelerdir. Isıl yönetimin yapılmasını istendiği her türlü uygulamada FDM'ler kullanılabilir. FDM'lerin faz değişimi sırasında uygulama alanlarından eriyip akmalarını önleme amacı ile birçok uygulamada mikrokapsüllenmiş FDM kullanılmaktadır. Bu yüksek lisans çalışmasında; ısıl kontrolü sağlayabilen kumaş ve giysilerden yola çıkarak akıllı tekstil üretiminde kullanılacak mikrokapsüllenmiş FDM sentezi ve karakterizasyonu yapılmıştır. FDM'lerin hem melamin-formaldehit reçineleri ile hem de rezorsinol-melamin-formaldehit reçineleri ile mikrokapsülleri sentezlenerek ısıl dayanımları ve enerji depolama kapasiteleri karşılaştırılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüllerin deri uygulamalarında kullanılacak özellikte olacakları öngörülmektedir.

Yüksek lisans tez çalışmamın yürütülmesi esnasında, çalışmalarına yön veren, bilgi ve yardımlarını esirgemeyen ve bana her türlü desteği sağlayan danışman hocam, Sayın Doç.Dr.Yeliz KONUKLU' ya en içten teşekkürlerimi sunarım. Bu tezin hazırlanması esnasında yardımlarına başvurduğum kıymetli arkadaşlarım H. Burak AKAR ve Abdul Malik TURAN' a Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Nanoteknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi' ne minnet ve şükran duygularımı belirtmek isterim. Yüksek Lisans deneylerim sırasında gerekli deri örneklerini bize temin eden Erzin Deri firmasına çok teşekkür ediyorum.

Bu tezi, sadece bu çalışmam boyunca değil, tüm öğrenim hayatım boyunca maddi ve manevi koruyuculuğumu üstlenen babam Ayhan ERZİN'e, annem Aliye ERZİN'e, kardeşlerime ve sevgili nişanlım Yunus ŞAHİN'e ithaf ediyorum.

Bu çalışma, FEB2018/03-HIDEP numaralı "Faz Değiştiren Maddelerin Rezorsinol Katkılı Melamin-Fomaldehit Reçineleri ile Mirokapsüllenmesi" isimli BAP projesinden üretilmiş olup, projeye destek sağlayan Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine katkılarından dolayı teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ÖNSÖZ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
FOTOĞRAFLAR DİZİNİ	xi
SİMGE VE KISALTMALAR	xii
BÖLÜM I.....	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM II	2
GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÖZETİ	2
2.1 Faz Değiştiren Maddeler.....	2
2.2 Faz Değiştiren Maddelerin Kullanım Alanları	3
2.2.1 Yapı malzemeleri	3
2.2.2 Tekstil.....	3
2.2.3 Medikal	4
2.2.4 Gıda	4
2.3 Neden Mikrokapsülleme	5
2.4 Mikrokapsülleme	5
2.5 Mikrokapsül Hazırlama Teknikleri.....	8
2.5.1 Yüzeyler arası (Interfacial) polimerizasyon.....	8
2.5.2 İşlem sürecinde (in-situ) polimerizasyon	8
2.5.3 Sprey kurutma yöntemi	9
2.5.4 Sprey soğutma yöntemi.....	9
2.5.5 Sıvıların katılaştırılması-delik yöntemi.....	9
2.5.6 Sıvı sistemin ısı ile kurutulması	9
2.5.7 Eritme – soğutma	10

2.5.8 Koaservasyon yöntemi	10
2.6 FDM'lerin Mikrokapsülasyonu	10
2.7 Mikrokapsülasyonu FDM'lerin Tekstilde Kullanımları.....	10
2.8 Literatür Özeti.....	11
BÖLÜM III	17
MATERYAL VE METOD	17
3.1 Materyal.....	17
3.1.1 Faz Değiştiren Maddeler (FDM).....	17
3.1.2 Melamin	19
3.1.3 Amonyum sülfat.....	19
3.1.4 Emülsifiyer.....	20
3.1.5 Rezorsinol	20
3.1.6 Formaldehit	21
3.2 Metot.....	21
3.2.1 FDM'lerin mikrokapsülasyonu	21
3.2.2 Yüksek sıcaklık testi	24
3.2.3 Mekanik dayanım testi	24
3.2.4 Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) analizi	25
3.2.5 Taramalı elektron mikroskobu(SEM) analizi.....	26
3.2.6 Fourier dönüşümlü infrared spektrometre (FTIR)	26
3.2.7 Termal çevrim analiz metodu.....	27
3.2.8 Deri örneklerinin hazırlanması.....	27
3.2.9 Mikrokapsülasyonu FDM eklenmiş derilerin sıcaklık değişimi ölçümü.....	27
BULGULAR VE TARTIŞMA	28
4.1 Hekzadekan Mikrokapsülleri.....	28
4.1.1 Hekzadekan mikrokapsülleri oda sıcaklık görüntüleri.....	28
4.1.2 Hekzadekan mikrokapsülleri yüksek sıcaklık testi	29

4.1.3 Hekzadekan mikrokapsülleri mekanik dayanım testi	29
4.1.4 Hekzadekan mikrokapsülleri DSC analizi	30
4.1.5 Hekzadekan mikrokapsülleri SEM analizi	32
4.2 Heptadekan Mikrokapsülleri.....	34
4.2.1 Heptadekan mikrokapsülleri oda sıcaklık görüntüleri	34
4.2.2 Heptadekan mikrokapsülleri yüksek sıcaklık testi.....	35
4.2.3 Heptadekan mikrokapsülleri mekanik dayanım testi	35
4.2.4 Heptadekan mikrokapsülleri DSC analizi	36
4.2.5 Heptadekan mikrokapsülleri SEM analizi	38
4.2.6. Heptadekan mikrokapsülleri FTIR analizi	39
4.3. Laurik Asit Mikrokapsülleri	40
4.3.1 Laurik asit mikrokapsülleri oda sıcaklık görüntüleri	40
4.3.2 Laurik asit mikrokapsülleri yüksek sıcaklık testi.....	40
4.3.3 Laurik asit mikrokapsülleri DSC analizi.....	41
4.3.4 Laurik asit mikrokapsülleri SEM analizi	43
4.3.5 Laurik asit mikrokapsülleri FTIR analizi.....	44
4.4 Parafin Mikrokapsülleri	44
4.4.1 Parafin mikrokapsüllerinin oda sıcaklık görüntüleri.....	44
4.4.2 Parafin mikrokapsüllerinin yüksek sıcaklık testi	45
4.4.3 Parafin mikrokapsülleri DSC analizi	45
4.4.4 Parafin mikrokapsülleri SEM analizi	47
4.4.5 Parafin mikrokapsülleri FTIR analizi.....	47
4.5 Mikrokapsüllenmiş FDM Eklenmiş Derilerin Analizi	48
SONUÇ	56
KAYNAKLAR	58
ÖZGEÇMİŞ	62

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. FDM'lerin avantajları ve dezavantajları.....	2
Çizelge 2.2. Mikrokapsül çekirdek ve çeper materyalleri	6
Çizelge 3.1. Melamin kimyasal özellikleri	19
Çizelge 3.2. Amonyum sülfat kimyasal özellikleri.....	20
Çizelge 3.3. Tween80 kimyasal özellikleri.....	20
Çizelge 3.4. Rezorsinol kimyasal özellikleri	21
Çizelge 3.5. Mikrokapsül içerikleri	23
Çizelge 4.1. Hekzadekan mikrokapsülleri DSC sonuçları.....	31
Çizelge 4.2. Heptadekan mikrokapsülleri DSC sonuçları	37
Çizelge 4.3. Laurik asit mikrokapsülleri DSC sonuçları.....	42
Çizelge 4.4. Parafin mikrokapsülleri DSC sonuçları.....	47
Çizelge 4.5. R1, R2 ve M1 sıcaklık değişimi (ısınma).....	51
Çizelge 4.6. R1, R2 ve M1 sıcaklık değişimi (soğuma)	52
Çizelge 4.7. R1, R2 ve M2 sıcaklık değişimi (ısınma).....	53
Çizelge 4.8. R1, R2 ve M2 sıcaklık değişimi (soğuma)	54

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. FDM çalışma prensibi	3
Şekil 2.2. Mikrokapsül yapısı	6
Şekil 2.3. Mikrokapsül boyutları	7
Şekil 2.4. Farklı mikrokapsül yapıları	7
Şekil 3.1. n-hekzadekan kimyasal yapısı	18
Şekil 3.2. n-heptadekan kimyasal yapısı.....	18
Şekil 3.3. Laurik asit kimyasal yapısı	18
Şekil 3.4. Melamin kimyasal yapısı.....	19
Şekil 3.5. Amonyum sülfat kimyasal yapısı	20
Şekil 3.6. Rezorsinol kimyasal yapısı.....	21
Şekil 3.7. Formaldehit kimyasal yapısı.....	21
Şekil 3.8. Mikrokapsülleme metodu.....	22
Şekil 3.9. MF reçinesi	22
Şekil 3.10. RMF reçinesi	23
Şekil 4.1. Saf hekzadekan DSC analizi.....	30
Şekil 4.2. microH DSC analizi.....	30
Şekil 4.3. microH1 DSC analizi.....	31
Şekil 4.4. microH1-100cycle DSC analizi.....	32
Şekil 4.5. microH1 mikrokapsülleri SEM görüntüleri.....	33
Şekil 4.6. Hekzadekan mikrokapsülleri FTIR analizi.....	34
Şekil 4.7. Saf heptadekan DSC analizi	36
Şekil 4.8. microHP DSC analizi	36
Şekil 4.9. microHP3 DSC analizi	37
Şekil 4.10. microHP3-100cycle DSC analizi.....	38
Şekil 4.11. microHP3 mikrokapsülleri SEM görüntüleri	39
Şekil 4.12. Heptadekan mikrokapsülleri FTIR analizi	39
Şekil 4.13. Saf laurik asit DSC analizi.....	41
Şekil 4.14. microL DSC analizi	42
Şekil 4.15. microL4 DSC analizi	42
Şekil 4.16. microL4 mikrokapsülleri SEM görüntüleri	43
Şekil 4.17. Laurik asit mikrokapsülleri FTIR analizi	44

Şekil 4.18. microP DSC analizi	46
Şekil 4.19. microP1 DSC analizi	46
Şekil 4.20. microP1 mikrokapsülleri SEM görüntüleri	47
Şekil 4.21. Parafin mikrokapsülleri FTIR analizi	48
Şekil 4.22. Hekzadekan mikrokapsülleri içeren deri örneği SEM görüntüleri.....	49
Şekil 4.23. Heptadekan mikrokapsülleri içeren deri örneği SEM görüntüleri.....	50
Şekil 4.24. Termal performans testi (ısınma) (R1, R2 ve M1)	51
Şekil 4.25. Termal perforas testi (soğuma) (R1, R2 ve M1)	52
Şekil 4.26. Termal performans testi (ısınma) (R1, R2 ve M2)	53
Şekil 4.27. Termal performans testi (soğuma) (R1, R2 ve M2)	54



FOTOĞRAFLAR DİZİNİ

Fotoğraf 3.1. Pelet Hazırlama	25
Fotoğraf 3.2. DSC Cihazı	28
Fotoğraf 3.3. SEM Cihazı	28
Fotoğraf 3.4. Testo Termal Kamera.....	28
Fotoğraf 4.1. Hekzadekan Mikrokapsüllerinin Oda Sıcaklık Görüntüleri.....	28
Fotoğraf 4.2. Hekzadekan Mikrokapsüllerinin Sızdırmazlık Testi Sonuçları	29
Fotoğraf 4.3. Hekzadekan Mikrokapsüllerinin Mekanik Dayanım Testi (MR-RMF'li).....	29
Fotoğraf 4.4. Heptadekan Mikrokapsüllerinin Oda Sıcaklık Görüntüleri	35
Fotoğraf 4.5. Heptadekan Mikrokapsüllerinin Sızdırmazlık Testi Sonuçları.....	35
Fotoğraf 4.6. Heptadekan Mikrokapsüllerinin Mekanik Dayanım Testi	35
Fotoğraf 4.7. Laurik asit Mikrokapsüllerinin Oda Sıcaklık Görüntüleri	40
Fotoğraf 4.8. Laurik Asit Mikrokapsüllerinin Sızdırmazlık Testi Sonuçları.....	41
Fotoğraf 4.9. Parafin Mikrokapsüllerinin Oda Sıcaklık Görüntüleri.....	45
Fotoğraf 4.10. Parafin Mikrokapsüllerinin Sızdırmazlık Testi Sonuçları	45
Fotoğraf 4.11. İnek Derileri	48
Fotoğraf 4.12. Mikrokapsül Eklenmiş İnek Derileri.....	49

SİMGE VE KISALTMALAR

Simgeler

μ	Mikron
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat Derece
J	Joule

Açıklama

Kısaltmalar

DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
EDX	Enerji Dağılımlı X-Ray Floresan Spektrometre
FDM	Faz Değiştiren Madde
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
Mp	Erime Noktası
NASA	Ulusal Havacılık ve Uzay Dairesi (Amerika)
SEM	Taramalı Elektron Mikroskopi
TEM	Transmisyon Elektron Mikroskopi
MF	Melamin-Formaldehit
RMF	Rezorsinol-Melamin-Formaldehit

Açıklama

BÖLÜM I

GİRİŞ

Faz deęiřtiren maddeler (FDM), termal enerjiyi gizli ısı řeklinde depolayan maddelerdir. Uygun sıcaklık sınırlarında, depolama materyalinin faz deęiřtirmesi ile ortaya çıkan gizli ısı depolanabilir. Sıcaklık düşüşüyle depolanan ısı ortama verilerek ısı denge sağlanır. Isıtma ve soęutma uygulamalarında FDM'lerden yararlanılır. FDM'lerin faz deęiřimi sırasında uygulama alanlarından eriyip akmalarını önleme amacı mikrokapsülleme çalışmaları önem kazanmıştır. Mikrokapsül polimerik bir duvar ve bu duvar tarafından kaplanmış aktif bir maddeden oluşur. Mikrokapsülleme işlemleri FDMleri çevre şartlarından korumak, uygulama alanlarını geliřtirmek ayrıca; boyutları, yapıları, geçirgenlikleri gibi özelliklerini kontrol ederek kullanım alanını arttırmak amacı ile yapılmaktadır.

FDM'ler tekstilde dahil olmak üzere çeřitli alanlarda (bina, ambalaj, medikal, elektronik) kullanılmaktadır. FDM'lerin tekstil alanında kullanımları 1970'li yıllarda NASA tarafından yürütölen bir arařtırmaya dayanmaktadır. Bunlar; uzay ve spor kıyafetleri, yataklar, tıbbi tekstil malzemeleri ve ayakkabılardır. Burada ki temel amaç; vücut tarafından üretilen ısı ile çevreye salınan ısı arasındaki termal dengeyi sağlamaktır. Termal denge sağlanırken kumařlarda tutum, tuře, rahatlık gibi özelliklerinin de kaybolmaması istenmektedir.

Tez çalışması kapsamında ısı kontrolü sağlayabilen akıllı deri üretiminde kullanılabilircek heksadekan, heptadekan, laurik asit ve parafin mikrokapsülleri melamin-formaldehit (MF) ve rezorsinol-melamin-formaldehit (RMF) dış duvar polimerleri ile üretilmiştir. Üretilen mikrokapsüller deri materyale bağlanmıştır. Mikrokapsüllenmiş FDM içeren deri materyalin sıcaklık artışıyla oluşun ısı fazlalığını depolaması, sıcaklık konfor sıcaklığının altında düştüğünde ise depolanan ısı ortama geri verilerek sıcaklık deęişiminden minimum etkilenmesi hedeflenmiştir.

BÖLÜM II

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÖZETİ

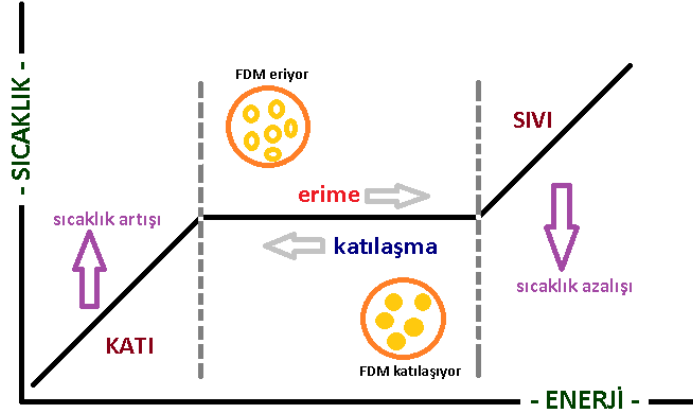
2.1 Faz Değiştiren Maddeler

FDM'ler termal enerjiyi gizli ısı şeklinde depolayan maddelerdir. Uygun sıcaklıkta izotermal olarak faz değiştiren depolama materyali ortaya çıkan gizli ısıyı depolayabilir. FDM'ler faz değişimi gerçekleştikçe; örneğin katı halde bulunan FDM sıcaklık artışıyla erir ve bu erime sırasında enerji depolar, sıcaklık azaldığında katılaştırken depoladığı enerjiyi ortama geri bırakır (Şekil 2.1.). FDM tarafından gerçekleştirilen termal etki sadece faz değişimi sırasında gerçekleşir (Mondal, 2008). Su (buz) dâhil olmak üzere bilinen 500'den fazla FDM vardır.

FDM'ler organik, inorganik ve ötektik olmak üzere 3 gruba ayrılırlar. Her grubun Çizelge 2.1'de sunulduğu gibi avantajları ve dezavantajları vardır. FDM seçimi uygulama özelliklerine bağlı olarak yapılmaktadır.

Çizelge 2.1. FDM'lerin avantajları ve dezavantajları

FDM'ler	Avantajları	Dezavantajları
Organik	Kimyasal yönden kararlı	Yanıcı
	Aşırı soğuma göstermez	Düşük termal iletkenlik
	Korozif değiller Yüksek ergime ısısı	
İnorganik	Yüksek ergime ısısı	Korozif
	İyi termal iletkenlik	Aşırı soğuma gösterirler
Ötektik	Tek bir erime sıcaklığına sahiptirler	Yüksek maliyet
	Hacimsel ısı depolama yoğunluğu yüksek	Termofiziksel özellikleri ile ilgili sınırlı veriler
	Özellikleri özel isteklere göre yapılabilir	



Şekil 2.1. FDM çalışma prensibi

2.2 Faz Değiştiren Maddelerin Kullanım Alanları

FDM'ler birçok alanda ısıtma ve soğutma yükünün azaltılması amacı ve termal tampon bölgesi oluşturma amacı ile kullanılmaktadır. Başlıca uygulama alanları; yapı malzemeleri, tekstil, medikal alan ve gıda sektörü olarak özetlenebilir.

2.2.1 Yapı malzemeleri

Binalarda enerji tüketiminin azaltılmasına olanak sağlayan ve yenilenebilir enerji kaynaklardan etkili bir şekilde yararlanılması amacıyla faz değiştiren madde (FDM) kullanımı ile termal enerji depolaması son yıllarda ilgi çekmeye başlamıştır (Konuklu, 2004). FDM'ler binalarda ısı yalıtımı ve enerji depolama yaparak ısıtma soğutma yükünün azaltılması amacıyla kullanılmaktadır. Bu yalıtım binalarda kışın soğuktan yazın ise sıcaktan korunmayı amaçlamaktadır. Yapılan ısı yalıtımı ile ısınma amaçlı fosil yakıt tüketiminden kaynaklanan kirlilikler önlenmektedir. Soğutma için kullanılan elektrik tüketimi azaltılarak elektrik enerjisi kullanımı azalmaktadır (Konuklu ve Paksoy, 2011). FDM'nin sıva, alçı plaka, sandviç panel ve beton içinde mikrokapsüllenmiş olarak veya doğrudan uygulanmasıyla soğutmada %30'a, ısıtmada ise %20'lere varan tasarruf sağlanabilmektedir (Cellat vd., 2015).

2.2.2 Tekstil

Faz değişim teknolojisinin tekstilde kullanımı 1970'li yıllarda, NASA tarafından

yürütülen bir araştırma programına dayanmaktadır. Buradaki asıl amaç, uzaydaki aşırı sıcaklık dalgalanmalarına karşı termal koruma etkinliğinin astronot giysilerine kazandırılmasıdır (Alkan vd., 2009). Isı depolayan ve sıcaklık düzenleyici tekstillerin uygulama alanları, termal iç giysi, ceket, spor giysileri, dağ giysileri, profesyonel giyimde itfaiye üniformaları, uzay giysileri, askeri giysiler, ayakkabı, özel eldivenler, perde ve yatak setleri gibidir (Shin vd., 2006). FDM ürünlerinin tekstilde kullanılma amacı; ısı depolama ve yayma özellikleriyle tekstil materyallerine ısıl konfor sağlamaktır. Her geçen gün tüketicinin istekleri arttığı için FDM'li tekstil ürünlerinin tuşe, tutum, kişilerin giyim sırasında kendini rahat ve konforlu hissetmesi gibi bazı performans özelliklerine sahip olmaları da beklenmektedir.

2.2.3 Medikal

Tıp alanında FDM'ler çok farklı alanlarda kullanılmaktadır. FDM'ler medikal taşımacılıkta kullanılabilir. İlaçların, aşılardan taşınması sırasında sıcaklık kontrolü amacıyla FDM kullanılabilir.

FDM'ler insan vücudundaki organların ısıtılması veya soğutulması içinde kullanılan ideal bir yöntemdir. Buz paketleri direkt kullanıldığında yerel hipotermi riski vardır. Bu riski gidermek için FDM'ler ısı dengeleyici soğutma maddesi olarak kullanılır. Ayrıca ameliyat veya kaza sonrası soğutma işlemlerinde de FDM'ler kullanılabilir.

FDM'ler uzun yıllardır ısı terapisinde de kullanılmaktadır. Kronik romatizma hastalıkları, kas-iskelet sistemi travmaları, dolaşım sistemi bozukluklarını tedavisinde kullanılır. FDM'ler ayrıca vücutta hipotermiyi önlemek için battaniye ve uyku tulumlarında da kullanılır (URL-6, 2019).

2.2.4 Gıda

Artan gelirler, artan sağlık bilinci ve kentleşme hem gelişmiş hem de gelişmekte olan ülkelerde farklı beslenme türlerini ortaya çıkarmıştır. Bu beslenme günlük yaşamda da değişiklikler yaratmıştır; taze ve işlenmiş meyve ve sebzelerin, protein bakımından zengin etlerin, balıkların, süt ürünlerinin, bitkisel yağların ve hazır yiyeceklerinin tüketiminde artışa sebep olmuştur. Böylece ülkeler arasında gıda ticareti başlamıştır.

Birçok gıda ürünü için, soğuk zinciri korumak, gıda güvenliği ve gıda kalitesini sağlamak için çok önemlidir. 2 ila 8 °C arasındaki sıcaklıklar, gıda ürünlerindeki mikrobiyal ve kimyasal değişiklikleri yavaşlatabilir. Soğuk zincir nakliyesi sırasındaki sıcaklık değişimlerinin yiyecek üzerinde olumsuz etkileri vardır. Bu olumsuzluklar gıdaların kalitesini düşürebilir ve raf ömrünü kısaltabilir. Bu olumsuz etkiler, düzgün olmayan ısı yalıtım ve paketlenmiş ürünlerin zayıf ısı tamponlama kapasitesinden kaynaklanmaktadır. Ambalaj, gıda ürünlerini dış etkenlerden korumak için önemli rol oynar. Paketleme ayrıca; ortam sıcaklığındaki istenmeyen değişiklikleri kontrol etmeye ve içerikleri uygun bir sıcaklıkta daha uzun süre tutmaya yardımcı olabilir. Geleneksel ticari paketlerde sıklıkla kullanılan düşük yoğunluklu polietilen ve polistiren sıcaklık dalgalanmalarını kontrol etmez. Bu nedenle, endüstride soğuk zincir boyunca sıcaklık dalgalanmalarını azaltmak için daha iyi seçenekler aramaktadır. Bunun içinde de FDM'ler yiyecek ve içecekler için soğuk zinciri korumak için taşıma, dağıtım ve depolama aşamalarında kullanılabilir.

2.3 Neden Mikrokapsülleme

Mikrokapsülleme; aktif materyalin dış etkenlere karşı korunması, buharlaşmasının, fiziksel değişiminin ayrıca tat ve koku gibi özelliklerinin kaybolmasının önlenmesi, başka bileşenlerle reaksiyona girmemesi, sıvıların katı bir şekilde kaplanması, kolay taşınması ve uygulamalarda homojen dağıtılabilmesi amacı ile tercih edilmektedir.

FDM'lerin tekstil materyallerine eklenmesi ile ısı kontrollü tekstil ürünleri elde edilebilir. Fakat eklenen ürünün tekstil materyallerine temas etmemesi ve homojen bir şekilde uygulanması önemlidir. Ayrıca faz değişimi sırasında uygulama ortamından dışarı sızma yapmaması ve FDM'lerin dış etkenlerden korunması gerekmektedir (Carreira vd., 2017). Bu koruma işlemi mikrokapsülleme ile gerçekleştirilebilir.

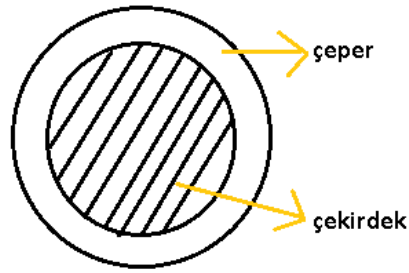
2.4 Mikrokapsülleme

Mikrokapsülasyon, sıvı veya gaz taneciklerin polimer kapsüller veya ince bir film tabakası ile kaplanarak korunmasıdır. Mikrokapsülasyondaki amaç; kaplanan maddeyi çevre koşullarından korumak ve stabilitesini sağlamaktır.

Mikrokapsülasyon, kaplanan maddenin etkisinin uzun süre korunması için kullanılan bir

yöntemdir. Mikrokapsülasyon sayesinde çevre koşullarına ve yıkamaya dayanıksız ürünler koruma altına alınabilmekte, tat ve kokular gizlenebilmekte, toksik materyaller güvenli bir şekilde taşınabilmekte ve ürünlere kontrollü salınım özelliği kazandırılabilir (Cireli ve Sarıışık, 2000).

Mikrokapsül yapısı Şekil 2.2’de görüldüğü gibi; etkin madde “çekirdek, iç faz” ve kaplama (duvar) maddesi “çeper, kabuk” olmak üzere iki ana bileşenden oluşur.



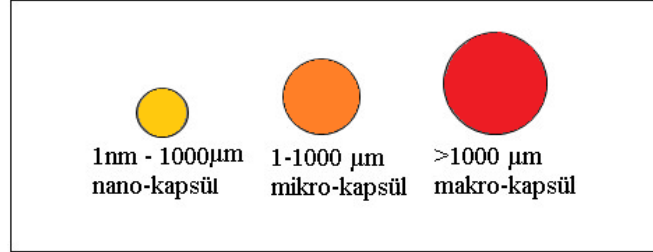
Şekil 2.2. Mikrokapsül yapısı

Mikrokapsül çekirdek materyali katı, sıvı veya gaz haldedir. Mikrokapsül çeper materyali sentetik veya doğal polimerlerdir. Çeper materyali seçilirken sertliği, yumuşaklığı, sıcaklığa duyarlılığı, geçirgenliği dikkate alınır. Birçok uygulamada kullanılan çekirdek ve çeper materyalleri örnekleri Çizelge 2.2’de sunulmuştur.

Çizelge 2.2. Mikrokapsül çekirdek ve çeper materyalleri

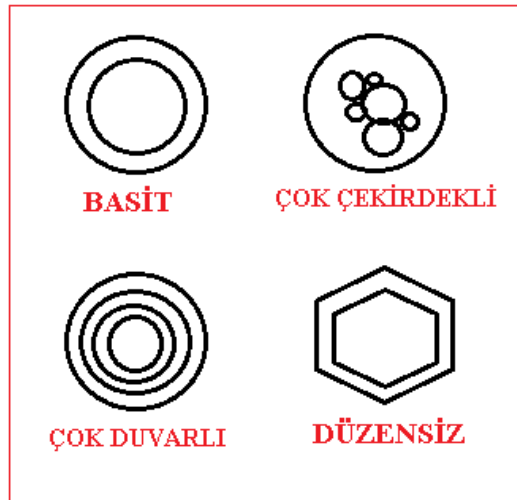
Mikrokapsül Çekirdek Materyalleri	Mikrokapsül Çeper Materyalleri
<ul style="list-style-type: none">• Yapıştırıcılar• Bakteriler• Deterjanlar• İlaçlar• Tarım ilaçları• Gıda maddeleri• Boyalar• Metaller• Yağlar	<ul style="list-style-type: none">• Jelatin• Arap zankı• Şekerler• Nişastalar• Polistiren• Poli eterler• Silikatkar• Poliüretanlar• Alüminyum

Kapsüller boyutlarına göre isimlendirilmektedirler. Şekil 2.3'te görüldüğü gibi mikrokapsüllerin boyutları 1-1000 μm arasındadır. 1000 μm 'den büyükler makro-kapsül, 1 nm'den küçükler ise nano-kapsül olarak isimlendirilmektedir (Konuklu, 2004).



Şekil 2.3. Mikrokapsül boyutları

Mikrokapsüller farklı yapılarda olabilirler. Mikrokapsüller basit, çok çekirdekli, çok duvarlı ve düzensiz olarak isimlendirilmektedir (Şekil 2.4).



Şekil 2.4. Farklı mikrokapsül yapıları

Günlük hayatta mikrokapsülleme işleminin en çok kullanıldığı sektörlerden bir tanesi gıda sektörüdür. Gıda sektöründe mikrokapsülleme; kaplanan maddenin nem, sıcaklık, ışık gibi dış etkenlere karşı korunması, fiziksel özelliklerini kaybetmesinin engellenmesi, kaplanan maddenin daha kolay taşınabilmesi, başka maddelerde reaksiyona girmesinin engellenmesi için yapılmaktadır. Gıda sektöründe genellikle; yağlar, vitaminler, mineraller, enzimler mikrokapsülenmiştir. Çeper materyali olarak

nişasta, sakkaroz, maltoz, glukoz, jelatin, kazeinin kullanımı tercih edilmiştir. Son yıllarda probiyotik ve prebiyotik gıda ürünlerinin öneminin artması sonucunda gıda sektöründe uygulanan mikrokapsülleme uygulamaları daha çok canlı organizmaların kapsüllenmesi ile gerçekleşmektedir (Koç vd., 2010).

2.5 Mikrokapsül Hazırlama Teknikleri

Günümüzde mikrokapsülleme işlemi için birçok yöntem geliştirilmiştir. Bunlardan bazıları; yüzeyler arası (interfacial) polimerizasyon, işlem sürecinde (in-situ) polimerizasyon, sprey kurutma yöntemi, sprey soğutma yöntemi, sıvıların katılaştırılması-delik yöntemi, sıvı sistemin ısı ile kurutulması, eritme – soğutma ve koaservasyon yöntemidir.

2.5.1 Yüzeyler arası (Interfacial) polimerizasyon

Organik ve sulu fazın oluşturduğu emülsiyonda; iç fazdaki monomer ile dış fazdaki monomerin, iç faz üzerindeki polimerizasyonudur.

Bu yöntemde çekirdek materyal ile monomerler arasında kimyasal reaksiyon gerçekleşmemelidir. Bu yöntemle özellikle sıvı maddeler kapsüllenebilir. Bu polimerizasyonda çeper (kabuk) materyal olarak; poliamid, poliüre, poliüretan kullanılabilir.

2.5.2 İşlem sürecinde (in-situ) polimerizasyon

Bu yöntemde kapsüller polimerleşme reaksiyonu ile oluşmaktadır. Polimerleşme reaksiyonu çekirdek damlacıkları yüzeyinde gerçekleşmektedir. Oluşan polimer çekirdeğin tüm yüzeyini kaplamaktadır. Reaksiyona girenler (monomer ve katalizör) ortamda çözünürken oluşan polimerler çözünmemektedir.

İn-situ polimerizasyon yöntemi kimyasal mikrokapsülleme yöntemidir. İki basamaklı ve tek basamaklı olmak üzere ikiye ayrılır. İki basamaklı metotta önce ön polimerizasyon sonrasında kapsülün kabuk polimeri oluşturulur. Tek basamaklı metotta ise ön polimerizasyon basamağı yer almamaktadır. Tek basamaklı metot iki basamaklı

metoda göre daha kısa ve kolay olması yönünden avantaj sağlamaktadır (Fan ve Zhou, 2011). *in-situ* polimerizasyonu yöntemi en çok üre-formaldehit, melamin formaldehit ve üre-melamin formaldehit polimerizasyonunda kullanılır (Konuklu vd., 2014).

Bu çalışmada mikrokapsülleme proseslerinde tek basamaklı *in situ* polimerizasyon yöntemi kullanılmıştır.

2.5.3 Sprey kurutma yöntemi

Sprey kurutma yönteminde; çekirdek ve çeper materyalin oluşturduğu karışım besleme kaynağından cihaza verilmektedir. Besleme kaynağından sıcak bir çember içerisine püskürtülen karışımdan kapsül oluşmaktadır. Bu yöntem bir 'dehidrasyon' yöntemidir.

2.5.4 Sprey soğutma yöntemi

Çekirdek ve duvar materyali ısıtılan bir karıştırıcı içinde karıştırılır. Burada oluşan damlacıklar soğuk ortama alınır ve katılaşmaları sağlanır.

2.5.5 Sıvıların katılaşdırılması-delik yöntemi

Bu yöntemde çekirdek maddesi bir tüp içerisinden geçirilerek duvar materyal içine püskürtülür. Burada oluşan kapsüller sertleştirici banyo içine düşer ve kapsül oluşumu sağlanır.

Bu yöntemde duvar materyal olarak; sodyum aljinat, alkol, jelatin kullanılırken çekirdek materyal olarak; ilaç, vitamin, uçucu maddeler ve yapıştırıcılar kullanılır.

2.5.6 Sıvı sistemin ısı ile kurutulması

Çekirdek madde, su ile karışmayan bir çözücüde emülsiyon haline getirilir. Bu emülsiyon duvar materyalin sulu çözeltisi içinde dağıtılır. Isı yardımıyla oluşan kapsüller çökertilir.

2.5.7 Eritme – soğutma

Çekirdek madde, hidrojene yağ içinde dağıtılır. Çekirdek maddenin erime sıcaklığından daha düşük bir değerdeki su içine dökülür ve kabuğun sertleşmesi sağlanır.

2.5.8 Koaservasyon yöntemi

Koaservasyon yöntemi basit koaservasyon ve kompleks koaservasyon olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Basit koaservasyon yönteminde tek tip duvar materyal kullanılırken, kompleks koaservasyon yönteminde birden fazla duvar materyali kullanılır.

2.6 FDM'lerin Mikrokapsüllemesi

FDM'lerin mikrokapsüllemesi; bu malzemelerin ince ve esnek polimer çeperler içine yerleştirilmesidir. Böylece FDM'ler çeperlerin içinde katıdan sıvıya dönüşebilir ve tekstil materyallerine hiçbir zarar vermez (Sanchez vd., 2010).

FDM içeren tekstil ürünleri çevre sıcaklık değişikliklerine ve vücudun farklı bölgelerindeki sıcaklıklarla hemen etkileşim gösterirler. Sıcaklıkta bir yükselme oluştuğunda FDM mikrokapsülleri ısıyı absorplar ve bu enerjiyi sıvılaştırmış FDM'ler de depolar. Sıcaklık tekrar düştüğünde mikrokapsüller depolanan bu ısı enerjisini serbest bırakır ve FDM'ler tekrar katılaştır (Carreira vd., 2017).

2.7 Mikrokapsüllemiş FDM'lerin Tekstilde Kullanımları

FDM mikrokapsüllerinin tekstilde kullanım alanları:

- 1) Uzay kıyafetleri: Bu teknoloji uzayda çalışan astronotları soğuktan korumak için ilk kez uzay giysisi ve eldivenlerinde kullanılmıştır.
- 2) Spor kıyafetleri: spor giysilere uygulana FDM miktarı giysi kullanım süresine bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Spor yapılırken vücut

tarafından üretilen ısı ile çevreye salınan ısı arasında termal dengenin sağlanması gerekmektedir (Mondal vd., 2008). Spor sırasında vücudun ürettiği ısı genellikle çevreye salınmaz böylece termal stres artar. FDM mikrokapsülleri spor kıyafetlere uygulandığında fiziksel aktivite sırasında artan vücut ısısı mikrokapsüller tarafından emilir ve gerektiğinde tekrar salınır. Bu teknoloji spor kıyafetlerde genellikle; snowboard eldiveni, iç giyim, buz tırmanışı, bisiklete binme de kullanılır.

- 3) Yataklar: yorganlara, yastıklara, yataklara uygulanmış mikrokapsüller aktif sıcaklık kontrolü sağlarlar. Kullanılan bu teknolojiyle vücut sıcaklığı yükseldiğinde fazla ısı enerjisi emilir vücut soğur. Vücut sıcaklığı düştüğünde depolanan enerji serbest bırakılır ve vücut sıcak tutulur.
- 4) Tıbbi uygulamalar: tıbbi alanlarda yoğun bakım ünitelerinde kalan hastaların vücut sıcaklıklarını düzenlemek için cerrahi giysilerde, yataklarda, bandaj vb. ürünlerde kullanılır.
- 5) Ayakkabı: kayak botlarında, dağcılık botlarında, yarış arabası sürücülerinin botlarında kullanılmaktadır. FDM mikrokapsüllü teknolojiler; kullanıcıların kafasında, vücudunda, ellerinde ve ayaklarında aşırı ısı değişikliklerini önlemek için ısıyı depolayabilir ve yeniden dağıtabilir (Mondal vd., 2008).

Yapılan çalışmalarda, ısıl düzenleme özellikli lif, perde, kumaş gibi pek çok farklı alanda kullanım için tasarlanmış FDM mikrokapsül üretiminin gerçekleştirildiği belirlenmiştir.

Özellikle son yıllarda, tekstillere uygulanacak faz değiştiren maddeler olarak erime sıcaklıkları 36-18 °C arasında olan heptadekan, hegzadekan, oktadekan, gibi maddeler üzerine odaklanılmıştır.

2.8 Literatür Özeti

FDM'lerin tekstilde termal özellikleri iyileştirmek için kullanma teknolojisi 1980'lerin başında NASA ile geliştirilmiştir. Bu gelişmeler uzay giysilerinde kullanılmış ve

astronotların yüksek sıcaklık deęişimlerinden etkilemelerini engellemek için yapılmıştır.

Bryant ve Colvin 1994 yılında kumaşlar için mikrokapsüllenmiş FDM ve plastik kristaller içeren kaplama ürünü geliştirmişlerdir. Aynı araştırmacılar 1995 yılında ise makro-paketlenmiş FDM ürünleri giysi yapısına ilave ederek soğutma amaçlı giysi tasarlamışlar, 1997 yılında ise ayakkabı, giysi, otomobil vb. ortamlarda yalıtım malzemesi olarak kullanılmak üzere mikrokapsüllenmiş köpük yalıtım malzemesi geliştirmişlerdir.

Kim ve Cho 2002 yılında yaptıkları çalışmada % 100 polyester kumaşları poliüre/oktadekan mikrokapsüller ile kaplamışlar ve kumaşların ısı özelliklerine ısı depolama/yayma gibi mikrokapsül miktarının, fikse sıcaklığının ve süresinin etkisini araştırmışlardır (Kim ve Cho, 2002). Yapılan analiz sonuçlarına göre, kumaşta mikrokapsül miktarı arttıkça kumaşın ısı depolama kapasitesinin % 56-94 oranında arttığı belirlenmiştir. Ayrıca yapılan dayanım testlerine göre hazırlanan kumaşların ısı özelliklerinin 10 yıkamaya kadar dayanıklı olduğu belirlenmiştir.

2005 yılında Shin ve arkadaşları ısı düzenleyici tekstil materyalleri üretiminde kullanılmak amacıyla ısı depolama kapasitesine sahip eykosan/melamin-formaldehit mikrokapsülleri hazırlamışlardır. Mikrokapsüllerin partikül boyutu ve boyut dağılımı, morfolojisi, termal özellikleri ve termal stabilitesi incelenmiştir. Kumaşların mikrokapsül yoğunluğuna bağlı olarak 0,91-4,44 j/g ısı depolama kapasitesine sahip oldukları ölçülmüştür. Yapılan kumaş dayanım testi sonucuna göre, beş yıkama sonucunda mikrokapsülenmiş FDM içeren kumaşların ısı depolama kapasitesinin % 60 oranında azaldığı ve %40'ının kaldığı belirlenmiştir (Shin vd., 2005).

Kim ve arkadaşlarının 2005 yılında poliamid kumaş üzerine uygulama amacıyla su bazlı poliüretan ile oktadekan içeren mikrokapsüller üretmişlerdir. Üretilen mikrokapsüller poliamid kumaş üzerine kaplanmış ve kumaşın su buharı geçirgenliği ile termal karakteristik ısı özelliği değeri araştırılmıştır. Su bazlı poliüretan/oktadekan kaplanmış kumaşın termal karakteristik ısı özelliğinin sadece su bazlı poliüretanla kaplanmış kumaşa göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Kumaşların su buharı geçirgenliği test edildiğinde ise oktadekan miktarı arttıkça geçirgenliğin azaldığı gözlemlenmiştir.

Bu azalma oktadekanın hidrofobik özelliği ile açıklanmıştır (Kim vd., 2005).

Isıl konfor sağlayan araba koltuklarının üretilmesi amacıyla FDM'ler kullanılmıştır. Uygulama sırasında FDM'ler arabada buluna koltuk yüzeyinin altına ince bir tabaka olarak yerleştirilmiştir. FDM uygulanmış koltuklar ile uygulanmamış koltuklar test edildiğinde FDM'nin koltuk sıcaklığının artmasını önlediği belirlenmiştir (Barbara, 2002).

2006 yılında Wang ve arkadaşları FDM uygulanmış ve uygulanmamış kumaş kullanarak FDM uygulamasının giysilerde enerji tüketimine etkisini araştırmışlardır. Çalışmada, FDM'li kumaşın giysi sistemindeki sıcaklık dağılımını giysinin ısı koruma performansını artıracak şekilde değiştirdiği ve sıcaklık kontrolünde % 30 oranında enerji koruduğu belirlenmiştir (Wang vd., 2006).

Sarier ve Önder(2007) hegzadekanın üre-formaldehit polimeri ile mikrokapsüllenmesi üzerine yaptıkları çalışmada ara yüz polimerizasyonu tekniği kullanmıştır. Üretilen mikrokapsüller SEM ve DSC ile analiz edilmiştir. Çalışma kapsamında metabolizma hızı 115 Wm^{-2} olan bir insanın, 150 gm^{-2} mikrokapsül ($51,7 \text{ Jg}^{-1}$ faz değişim ısısı olan n-hegzadekan içeren mikrokapsüllerden) içeren ve belirli bir ısı direnci olan kıyafetlerle, değişik dış sıcaklıklarda ne kadar zaman konforlu olarak kalabileceğini hesaplayan bir modelleme yapılmıştır (Sarier ve Önder, 2007).

Fei ve arkadaşlarının 2008 yılında oktadekan mikrokapsülleri üretmişlerdir. Kapsül dış duvar materyali olarak titanyum tetra-izopropoksit (TTIP) kullanılmıştır. Eklenen titanyumun mikrokapsüllere antibakteriyel aktivite, UV ışınlarına karşı koruyucu özellik ve ortamdaki merkaptan kirliliğini yok etme özelliklerini kazandırdığı belirtilmiştir. Üretilen çok fonksiyonlu mikrokapsüllerin sağlık bakım giysilerinde sağlığı koruyucu ve konfor artırıcı olarak kullanılabilecekleri belirtilmiştir (Fei vd., 2008).

Radrigues ve arkadaşları (2009) ara yüzey polimerizasyonu ile bir parfümle poliüretan/üre mikrokapsülleri üretmişlerdir. Bu mikrokapsüller erkek takım elbiselerinde kullanılmıştır. Öncelikle mikrokapsüller FTIR, optik mikroskop ve SEM'de analiz edilmiştir. Daha sonra kaplanan tekstil materyalleri hem laboratuvar hem de endüstriyel ölçeklerde test edilmiştir. Mikrokapsüller beş kuru temizleme

yıkamasından sonra da aromayı salmaya devam etmişlerdir (Radrigues vd., 2009).

2010 yılında Paula ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada parafin içeren polistiren mikrokapsülleri sentezlenmiştir. Bunların tekstil uygulamaları için uygun olup olmadığı araştırılmıştır. Mikrokapsüller tekstil materyali içine kaplama yöntemi ile sabitlenmiştir. Daha sonra kumaşlardaki ısıl konfor test edilmiştir. Yapılan testler sonucunda; %35 oranında mikrokapsül içeren kaplama kumaşlarda $7,6 \text{ J.g}^{-1}$ enerji depolama kapasitesi gözlemlenmiştir. Yüksek dayanıklılık ve yıkama, sürtme haslığı ve ütüleme işlemlerinden sonra yeterli stabilite sağlanmıştır (Sanchez vd., 2010).

Renzi ve arkadaşları 2010 yılında yaptıkları bir çalışmada doğal deri kullanmışlardır. Doğal deri, teknik giysilerden moda uzanan endüstrileri kapsayan uygulamalar için çok çekici bir malzemedir. Mikrokapsüllenmiş Faz Değişim Malzemeleri (FDM'ler), modern tüketiciler tarafından talep edilen ısı düzenleme özelliklerini eklemek için bir polimer bağlayıcı kullanarak doğal deriler üzerine kaplanmışlardır. Mikrokapsül kullanımı, derinin ısıtma veya soğutma sırasında ısıl tepkisini artırır ve ısıl duyarlılık derecesi, derinin üzerine ilave edilen mikrokapsüllerin yüzdesine bağlıdır. Derilerin termoregülasyon özellikleri, hem diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) hem de kızılötesi termokamera (IRT); su buharı iletimi ve mekanik özellikleri analiz edilmiştir ve kaplanmamış deri ile karşılaştırılmıştır. Mekanik karakterizasyon sonuçlarına göre kopma sırasındaki çekme dayanımı ve uzamanın bu kaplama işleminden önemli ölçüde etkilenmediği görülmüştür.

Alay ve Alkan (2011) yaptıkları çalışmada emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanarak n-hekzadekan mikrokapsülleri hazırlamışlardır ve bunların tekstilde uygulanabilirliğini incelemişlerdir. Mikrokapsüllerin partikül ve boyut dağılımının belirlenmesi, morfoloji ve termal özellikleri için karakterizasyonları yapılmıştır. Mikrokapsüllerin n-hekzadekan içeriği %29,04 ile %61,42 arasındadır. Bu oranlar için erime entalpisi sırasıyla $68,89 \text{ J/g}$ ve $145,61 \text{ J/g}$ 'dir. Dokuma kumaşlara bu mikrokapsüller geleneksel bir metot olan per-kürleme ile ilave edilmişlerdir. Mikrokapsüllü FDM'ler ile işlenmiş kumaşların entalpileri çeşitli kumaş numuneleri için $3,14 \text{ J/g}$ ve $10,02 \text{ J/g}$ arasında değişmiştir (Alay vd., 2011).

Nejman ve arkadaşları(2014) yaptıkları çalışmada n-oktadekan mikrokapsüllerinin faz değiştirici olarak modifiye tekstil kumaşlarının ısı özellikleri ve hava geçirgenliğinin üzerine etkisini incelemişlerdir. Poliester örme kumaş; baskı, kaplama ve dolgu yöntemleri ve ağırlıkça %20 mikro-FDM içeren polimer macunlar kullanılmıştır. Modifikasyon etkisinin değerlendirilmesi için DSC ve SEM analizleri yapılmıştır. DSC analizleri sonucunda; en yüksek faz geçişleri entalpisinin baskılı kumaşta (36,5 J/g) olduğu, SEM analizi sonucuna göre ise; ekleme tekniklerine bağlı olarak modifiye kumaşların morfolojisinde farklılıklar olduğu gözlemlenmiştir. Sonuç olarak; mikro-FDM uygulama teknikleri kumaşın ısı ve hava geçirgenliği özelliklerini düzenlenmesini sağlamıştır (Nejman vd., 2014).

2019 yılında yapılan bir çalışmada polisiloksanla kaplı parafin içeren mikrokapsüller sentezlenmiştir. Bunlar tekstil materyallerinin termoregülasyonu için kullanılmıştır. FDM olarak erime sıcaklığı 37 °C olan n-eicosane kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin çepeleri polisiloksanelastomerinden yapılmıştır. Üretilen mikrokapsüllerin kimyasal yapısı FTIR, EDX yöntemleriyle, çapları ve çap dağılımları SEM, TEM yöntemleriyle belirlenmiştir. FDM mikrokapsülleri doldurma yöntemiyle iğneli kumaşlara dâhil edilmiştir. SEM ve FTIR yöntemiyle kapsüllerin kumaşlardaki yerleri belirlenmiştir. Kaplanmış kumaşların enerji depolama kapasiteleri 34 J/g olarak ölçülmüştür (Karaszewska, 2019).

Bu yüksek lisans çalışmasında; ısı kontrolü sağlayabilen kumaş ve giysilerden yola çıkarak akıllı tekstil üretiminde kullanılabilecek mikrokapsüllenmiş faz değiştiren madde sentezi ve karakterizasyonu yapılmıştır. FDM'lerin hem MF reçineleri ile hem de RMF reçineleri ile mikrokapsülleri sentezlenerek ısı dayanımları ve enerji depolama kapasiteleri karşılaştırılmıştır. Yapılan çalışmalar incelendiğinde Zhang ve Wang tarafından 2009 yılında oktadekan/RMF mikrokapsülleri in situ polimerizasyon yöntemiyle hazırlanmıştır (Zhang ve Wang, 2009). Bu çalışmada hazırlanan FDM/MF ve FDM/RMF mikrokapsülleri tek basamaklı in situ polimerizasyon yöntemiyle hazırlanmıştır. Tek basamaklı metot iki basamaklı metoda göre daha kısa sürede ve daha kolay yapılabilmesi yönünden avantaj sağlamaktadır (Fan ve Zhou, 2011). Tek basamaklı *in-situ* polimerizasyonu yöntemi ile FDM'lerin üre-formaldehit, melamin-formaldehit ve üre-melamin-formaldehit polimerizasyonunda kullanılmıştır (Konuklu vd., 2014). Bu çalışmada hazırlanan FDM/MF ve FDM/RMF mikrokapsüllerin deri

uygulamalarında kullanılabilir özellikte olacakları hedeflenmiştir. Termal özellikleri bakımından uygun bulunan mikrokapsüller deri parçalarına uygulanarak mikrokapsüllenmiş FDM'li deri elde edilmiş ve termal özellik, morfolojik ve kimyasal özellikleri bakımından analiz edilmiştir. Literatür incelendiğinde tekstil alanında yapılan çalışmalar sadece kumaşlarla sınırlı kalmıştır. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin deri materyallerde ki ısı konforu nasıl etkilediğine dair yapılan sadece bir çalışma vardır, bu çalışmada üretilen mikrokapsüllenmiş FDM'lerin MF'li dış duvar polimerine eklenen rezorsinol ile kapsülleme veriminin artırılarak, enerji depolama kapasitesinin ayrıca mekanik dayanımının artırılması hedeflenmiştir.



BÖLÜM III

MATERYAL VE METOD

Bu çalışmada akıllı deri tekstil uygulamaları için FDM'ler MF ve RMF dış duvar polimeri ile tek basamaklı in situ polimerizasyon yöntemi kullanılarak mikrokapsüllenmiştir.

Bu çalışmada FDM'lerin mikrokapsüllenmesi amacıyla;

- Melamin
- Amonyum sülfat
- Emülsifiyer
- Rezorsinol
- Faz Değiştiren Madde
- Formaldehit
- 1-1,5 mm kalınlığında deri materyal (inek derisi) kullanılmıştır.

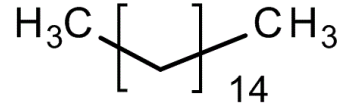
3.1 Materyal

3.1.1 Faz Değiştiren Maddeler (FDM)

Bu çalışmada faz değiştiren madde olarak hegzadekan, heptadekan, laurik asit ve parafin kullanılmıştır.

3.1.1.1 Hegzadekan

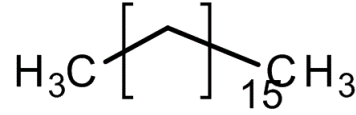
Bu çalışmada hegzadekan FDM olarak kullanılmış olup Acros ürünüdür. Kimyasal formülü $C_{16}H_{34}$ (Şekil 3.1) erime sıcaklığı ve entalpisi $18,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve $237,05\text{ J/g}$ 'dir (URL-1, 2019). Birçok çalışmada tekstil alanında kullanılacak mikrokapsüllerin çekirdek materyali olarak tercih edilmektedir.



Şekil 3.1. n-hekzadekan kimyasal yapısı

3.1.1.2 Heptadekan

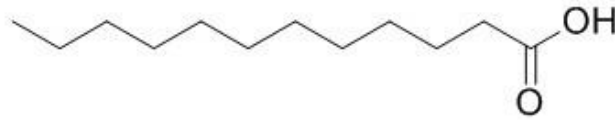
Heptadekan 17 karbonlu düz zincirli bir alkandır. Opuntialittoralis ve Annonasquamosa gibi bitkilerden elde edilen uçucu yağların bir bileşenidir. Kimyasal formülü $\text{C}_{17}\text{H}_{34}$ (Şekil 3.2) erime sıcaklığı ve entalpisi $22,5\text{ }^\circ\text{C}$ ve $213,81\text{ J/g}$ 'dir. Bu çalışmada kullanılan heptadekan Alfa Aesar ürünüdür (URL-2, 2019).



Şekil 3.2. n-heptadekan kimyasal yapısı

3.1.1.3 Laurik asit

Laurik asit bir yağ asididir. Kimyasal formülü $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_2$ (Şekil 3.3) erime sıcaklığı ve entalpisi $43,2\text{ }^\circ\text{C}$ ve $222,53\text{ J/g}$ 'dir. Ucuzdur, uzun bir raf ömrüne sahiptir, toksik değildir ve kullanımı güvenlidir. Daha çok sabun ve kozmetik üretimi için kullanılır. Güvenilir olmasından dolayı tekstil ve deri sektöründe de güvenle kullanılabilceği öngörülmektedir.



Şekil 3.3. Laurik asit kimyasal yapısı

3.1.1.4 Parafin

Kozmetikten eczacılığa; tekstil ürünlerine kadar geniş bir yelpazede kullanılan bir hidrokarbondur. Kokusuz ve renksiz olan parafin, C_nH_{2n+2} formülünde petrolerin asil bir bileşimidir. Erime noktası 42-44 °C'dir.

3.1.2 Melamin

Melamin sadece su içinde çözünebilir organik bir bileşiktir. Formaldehit ile birleştiğinde ısı ile sertleşir. Melamin içerisinde %66 azot vardır. Bu azot içeriği alev almayı geciktirici ve ısıya dayanıklı bir yapıya sahip olmasını sağlamaktadır. Bu çalışmada kullanılan melamin Sigma'dan temin edilmiştir (URL-7, 2019). Kullanılan melaminin kimyasal özellikleri Çizelge 3.1'de, kimyasal yapısı; Şekil 3.4'te verilmiştir.

Çizelge 3.1. Melaminin kimyasal özellikleri

Çözünürlük	%99
Form	Güçlü
Mp	>300 °C
Çözücü	Su; 25 mg/mL çözünür, biraz puslu, renksiz



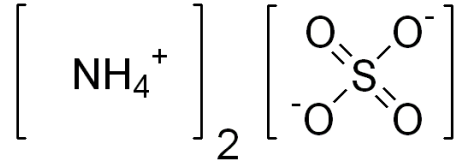
Şekil 3.4. Melamin kimyasal yapısı

3.1.3 Amonyum sülfat

Amonyum sülfat inorganik bir tuzdur. Amonyum katyonu formu olarak %21 azot ve sülfat anyonu formunda %24 kükürt içermektedir. Gübre olarak yaygın bir kullanım alanı vardır. Bu çalışmada kullanılan amonyum sülfat Merck ürünü bir amonyum sülfattır (URL-4, 2019). Kullanılan Amonyum sülfatın kimyasal özellikleri Çizelge 3.2'de, kimyasal yapısı; Şekil 3.5'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Amonyum sülfatın kimyasal özellikleri

Kimyasal formül	(NH ₄) ₂ SO ₄
Molar kütle	132,14 g/mol
pH değeri	5 (100 g/l H ₂ O)
Çözünürlük	754-764 g/l



Şekil 3.5. Amonyum sülfat kimyasal yapısı

3.1.4 Emülsifiyer

Emülsifiyerler yüzey aktif maddelerdir. Molekül yapılarında hidrofil ve hidrofob gruplar içerirler. Emülsifiyerler büyük yağ küreciklerinin daha küçük parçacıklar halinde bir sıvı içinde süspansiyon şeklinde dağılmasını sağlayan maddelerdir. Bu çalışmada kullanılan emülsifiyer madde Merck ürünü olan tween80'dir (URL-4, 2019). Kullanılan emülsifiyerin kimyasal özellikleri Çizelge 3.3'de verilmiştir.

Çizelge 3.3. Tween 80'nin kimyasal özellikleri

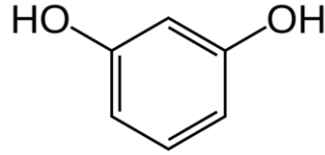
Kaynama noktası	>100 °C (1013 hPa)
Yoğunluk	1,07 g/cm ³ (25 °C)
pH değeri	5-7 (50 g/l H ₂ O 20 °C)
Viskozite	300-500 mm ² /s (25 °C)

3.1.5 Rezorsinol

Rezorsinol antiseptik ve dezenfektan olarak kullanılan fenolik bir bileşiktir. Bu çalışmada kullanılan rezorsinol Sıgma Aldrich ürünüdür. Kullanılan rezorsinolün kimyasal özellikleri Çizelge 3.4'te, kimyasal yapısı; Şekil 3.6'da verilmiştir.

Çizelge 3.4. Rezorsinolün kimyasal özellikleri

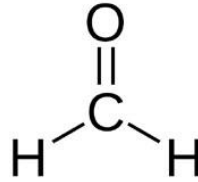
Buhar yoğunluğu	3,8
Buhar basıncı	1 mmHg (21,1 °C)
Mp	109-112 °C (lit.)



Şekil 3.6. Rezorsinol kimyasal yapısı

3.1.6 Formaldehit

Formaldehit organik bir bileşiktir. Aldehitlerin en basit üyesidir. Karbonil grubunun boş olan iki bağına birer hidrojen bağlanmasıyla oluşur (Şekil 3.7). Genellikle dezenfektan olarak kullanılır. Kaynama noktası -15 °C ve erime noktası -21 °C'dir. Kullanılan formaldehit Merck ürünüdür.



Şekil 3.7. Formaldehit kimyasal yapısı

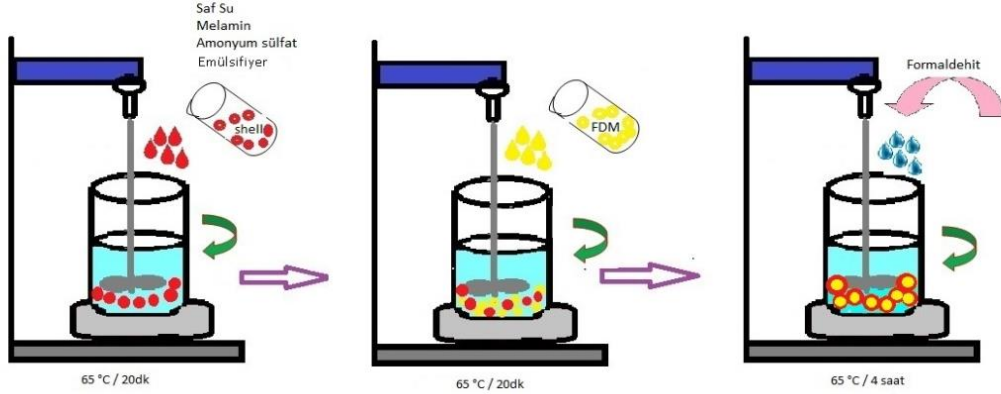
3.2 Metot

3.2.1 FDM'lerin mikrokapsülasyonu

FDM'lerin MF ve RMF ile mikrokapsülasyonu amacıyla tek basamaklı in-situ polimerizasyon yöntemi kullanılmıştır (Fan ve Zhou, 2011; Konuklu vd., 2014). Mikrokapsülleme prosesi bir beher içerisinde yapılmıştır (Şekil 3.8).

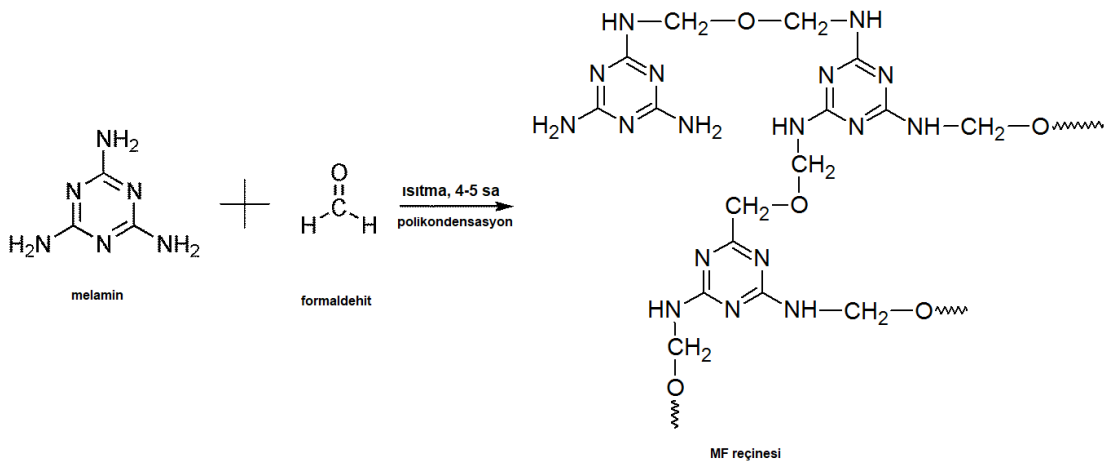
- *İlk aşamada* beher içerisine; 200 ml saf su, 4,60 g melamin, 0,56 g amonyum sülfat, 2,60 g emülsifiyer (tween80), (0 g, 1,5 g, 2 g, 2,5g) rezorsinol eklenmiş ve manyetik karıştırıcıda 65-70 °C'de 15dk boyunca karıştırılmıştır.

- *İkinci aşamada*; 20 g FDM beher içerisindeki emülsiyona eklenmiş ve karıştırma işlemine 15dk devam edilmiş çözelti pH'ı 3,5-4 olarak ayarlanmıştır.
- *Üçüncü aşamada*; emülsiyona 14 ml formaldehit ilave edilip 4 saat boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırma işlemine devam edilmiştir.
- *Son aşamada* üretilen mikrokapsüller filtre kâğıdı yardımı ile süzölmüş ve oda sıcaklığında kurutulmuştur.

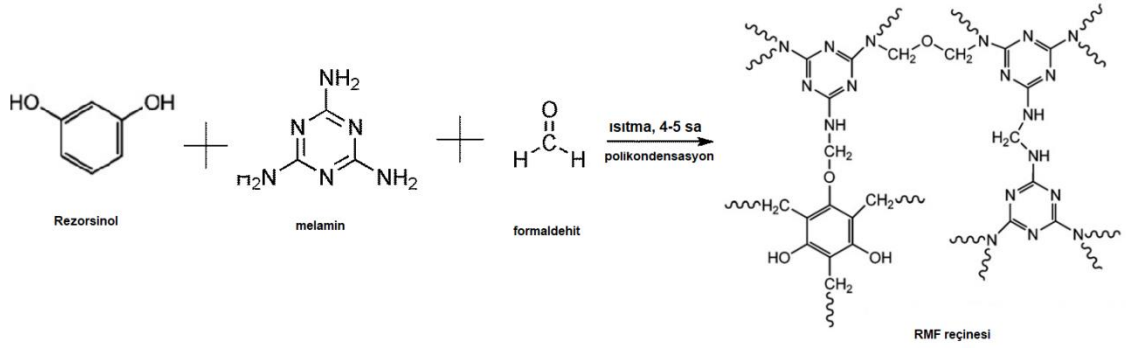


Şekil 3.8. Mikrokapsülleme metodu

FDM'lerin MF ve RMF ile mikrokapsülleme sonucu oluşacak MF ve RMF dış duvar polimerlerinin olası reaksiyonları Şekil 3.9 ve 3.10'da verilmiştir.



Şekil 3.9. MF reçinesi



Şekil 3.10. RMF reçinesi

Şekil 3.9 ve 10'da görüldüğü gibi prosese rezorsinolün eklenmesi ile rezorsinol MF reçinesine katılacak ve böylece FDM mikrokapsüllerindeki dış duvar polimerinin stabilitesi artacaktır.

Bu çalışmada; hegzadekan, heptadekan, laurik asit ve parafin olmak üzere 4 farklı FDM/MF ve FDM/RMF mikrokapsülleri üretilmiştir. Rezorsinol miktarları 1,5 g, 2 g ve 2,5 g olarak ayarlanmıştır. Laurik asit ile yapılan mikrokapsüller pH azaltılarak, sıcaklık artırılarak ve hem pH azaltılıp hem sıcaklık artırılarak 4 farklı işleme proses optimizasyonu yapılmıştır. Kullanılan prosesler Çizelge 3.5'te özetlenmiştir.

Çizelge 3.5. Mikrokapsül içerikleri

Numune No	FDM	Rezorsinol (Rz)	İşlem
microH	Hekzadekan	-	-
microH1	Hekzadekan	1,5 g	-
microH2	Hekzadekan	2 g	-
microH3	Hekzadekan	2,5 g	-
microHP	Heptadecane	-	-
microHP1	Heptadecane	1,5 g	-
microHP2	Heptadecane	2 g	-
microHP3	Heptadecane	2,5 g	-
microL	Laurik Asit	-	-
microL1	Laurik Asit	2 g	-
microL2	Laurik Asit	2 g	pH(-) / sic(+)
microL3	Laurik Asit	2 g	pH(-)
microL4	Laurik Asit	2 g	sic(+)
microP	Parafin	-	-

microP1	Parafin	1,5 g	-
microP2	Parafin	2 g	-
microP3	Parafin	2,5 g	-

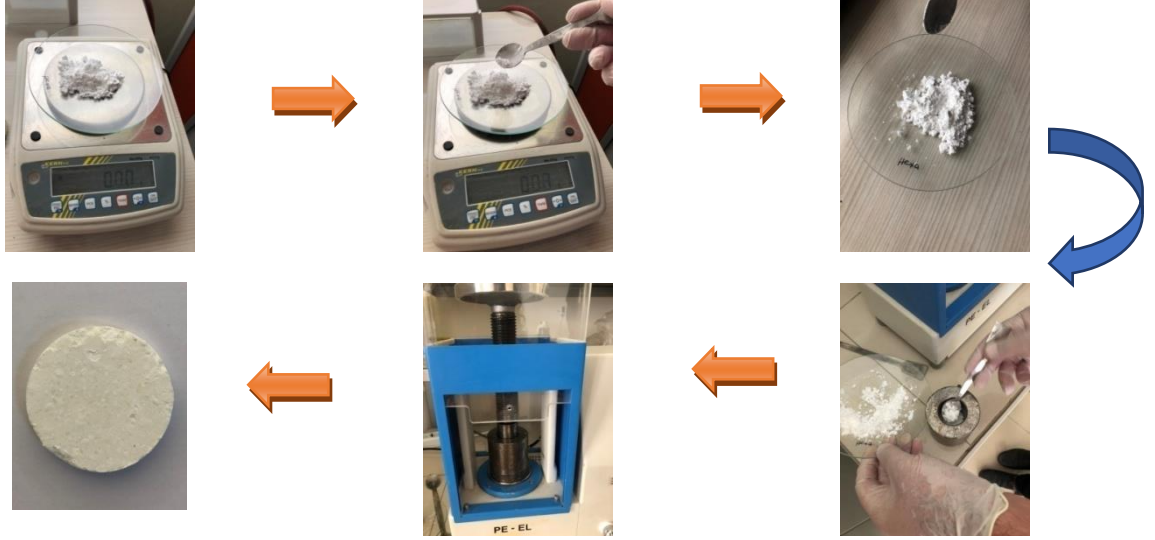
Üretilen mikrokapsüllenmiş FDM'lerin termal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), kimyasal özelliklerinin belirlenmesi amacıyla Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrometre (FTIR) ve yapısal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile SEM analizleri yapılmıştır. Ayrıca üretilen kapsüllerin sızıntı yapıp yapmadığını belirleme amacı ile yüksek sıcaklık testi ve mekanik dayanım testleri uygulanmıştır. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin uzun erime donma çevrimleri sonucunda davranışlarını inceleme amacı ile termal çevrim analizleri yapılmıştır.

3.2.2 Yüksek sıcaklık testi

Yüksek sıcaklık testi mikrokapsüllenmiş FDM'lerin sızdırma yapıp yapmadığını kontrol etmek amacıyla yapılmıştır. Yani çeperin tam olarak oluşup oluşmadığına ve FDM'nin çeper içinden sızdırıp sızdırmadığına bakılmıştır. Bu testin sonucunda beklenen kapsül içerisinden herhangi bir sızdırma olmaması ve FDM'nin eridiği zaman çeper dışına çıkmamasıdır. Numuneler cam tüplere konulmuştur. Cam tüpler su dolu beherin içinde 90 °C'de 1saat boyunca bekletilmiştir. Daha sonra sızdırma olup olmadığı incelenmiştir. Sızdırma olmayan mikrokapsüllerin karakterizasyon testlerine devam edilmiştir.

3.2.3 Mekanik dayanım testi

Hazırlanan mikrokapsüller mekanik dayanım testi için pelet haline getirilmiştir. 4 g mikrokapsül içine 2 g bağlayıcı konularak 15×10^4 Newton'luk bir kuvvet uygulanmış ve Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin mekanik kuvvete karşı davranışları ayrıca sızdırma yapıp yapmadıkları test edilmiştir. Pelet hazırlama ve mekanik dayanım testi Fotoğraf 3. 1. de şematize edilmiştir.



Fotoğraf 3.1. Pelet hazırlama

3.2.4 Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) analizi

Diferansiyel taramalı kalorimetri cihazı mikrokapsüllerin erime-donma noktalarını ısı depolama kapasitelerini ölçmeye yarayan bir cihazdır. Mikrokapsüller en az 5 en fazla 5,9 mg olacak şekilde küçük DSC kaplarına koyulur. Hazırlanan kaplar DSC cihazına yerleştirilir ve FDM türüne göre sıcaklık aralığı seçilerek program başlatılır. FDM türüne göre ölçüm süresi değişmektedir. Ölçüm sonunda DSC grafiği elde edilir.



Fotoğraf 3.2. DSC cihazı

3.2.5 Taramalı elektron mikroskobu(SEM) analizi



Fotoğraf 3.3. SEM cihazı

SEM’de, katı numunelerin yüzeyinde çeşitli sinyaller üretebilmek için yüksek enerjili elektronlardan oluşan odaklanmış bir kiriş demeti kullanır. Elektron ve numune etkileşimlerinden elde edilen sinyaller sayesinde dış morfoloji (doku), kimyasal bileşim ve numuneyi oluşturan kristal yapı hatta oryantasyon da dahil olmak üzere numune hakkında bilgiler elde edilir. Mikrokapsülleri SEM analizi yapmaktaki amacımız kapsüllerin morfolojisi hakkında bilgi edinmektir. Bizim için en uygun morfoloji küresel geometrik şekildir.

3.2.6 Fourier dönüşümlü infrared spektrometre (FTIR)

Laboratuvarda sentezlenen mikrokapsüllerin kimyasal olarak doğrulanması amacıyla FTIR analizleri yapılmıştır. Mikrokapsül FDM’lerin FTIR spektrumlarında hem çekirdek materyal olarak kullanılan FDM’in hemde dış duvar polimerinin karakteristik piklerinin yer alması beklenmektedir. Mikrokapsüllerin kimyasal analizleri 400-4000 cm^{-1} dalgaboyu aralığında ve oda koşullarında Perkin-Elmer (Spectrum II) cihazında yapılmıştır.

3.2.7 Termal çevrim analiz metodu

FDM'lerin ısı depolama geri kazanma işlemleri sırasında eritilip dondurulduğu çevrime termal çevrim denilmektedir. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin uygulamasında termal çevrim sayısının artmasıyla maddenin termal ve kimyasal davranışının değişmemesi gerekmektedir. Termal çevrim, mikrokapsüllenmiş FDM'nin eritilip hemen arkasından dondurulmasından oluşan bir işlemdir. Termal çevrim sıcaklık aralığı test edilecek FDM veya mikrokapsüllenmiş FDM'lere göre değişkenlik göstermektedir. Bu çalışmada termal çevrim analizleri; BIOER TC-25/H termal çevrim cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Termal çevrim sonrasındaki DSC analizleri çevrim öncesi durum ile karşılaştırılarak ürünlerin termal kararlılıkları belirlenmiştir.

3.2.8 Deri örneklerinin hazırlanması

Bu çalışmada; 3 adet Erzin Deri firmasından (Niğde, Türkiye) alınan inek derisi kullanılmıştır. Derilere mikrokapsüller finisaj aşamasında vaks yardımıyla eklenmiş ve analizleri yapılmıştır.

3.2.9 Mikrokapsüllenmiş FDM eklenmiş derilerin sıcaklık değişimi ölçümü

Mikrokapsüllenmiş FDM eklenmiş deri örneklerinin sıcaklık değişimi takibi Testo marka Termal kamera ile gerçekleştirilmiştir (Fotoğraf 3.4).



Fotoğraf 3.4. Testo termal kamera

BÖLÜM IV

BULGULAR VE TARTIŞMA

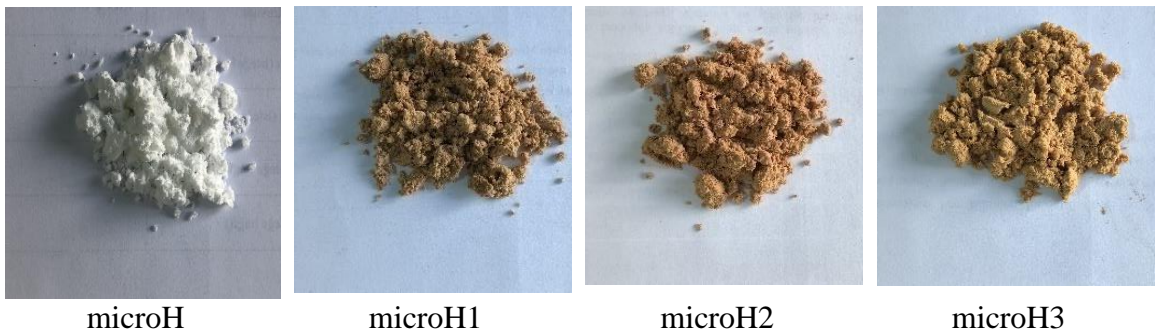
Bu çalışmada, ısıl kontrolü sağlayabilen akıllı deri üretiminde kullanılabilecek mikrokapsüllenmiş faz değıştiren madde sentezi ve karakterizasyonunun yapılması amaçlanmıştır. Çalışma kapsamında; hekzadekan, heptadekan, laurik asit ve parafin olmak üzere 4 adet FDM kullanılmıştır. FDM/MF ve FDM/RMF mikrokapsülleri sentezlenerek analiz edilmiştir. Bu bölümde analiz sonuçları incelenmiştir.

4.1 Hekzadekan Mikrokapsülleri

Hekzadekan sahip olduğu erime noktası ve enerji depolama kapasitesi (16,75 °C; 227,20 J/g) ile birçok termal enerji depolama uygulamalarında kullanılabilecek bir FDM'dir. Hekzadekanın hem MF reçineleri (microH) ile hem de RMF reçineleri ile (RZ:1,5 g microH1, RZ:2 g microH2, RZ:2,5 g microH3) mikrokapsülleri sentezlenerek analiz edilmiştir.

4.1.1 Hekzadekan mikrokapsülleri oda sıcaklık görüntüleri

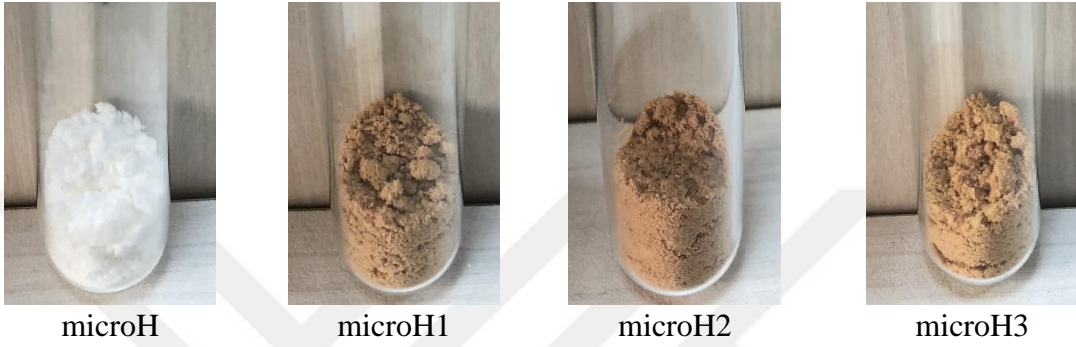
Hekzadekanın MF reçinesi ile kapsüllenen microH Fotoğraf 4.1'de görüldüğü gibi oda koşullarında beyaz toz şeklindedir. Kapsüllerin rengi eklenen rezorsinol kullanımına bağlı olarak değışmekle birlikte hekzadekan/RMF kapsüllerinin rengi kıvıll-kahve rengine dönüşmektedir.



Fotoğraf 4.1. Hekzadekan mikrokapsüllerinin oda sıcaklık görüntüleri

4.1.2 Hekzadekan mikrokapsülleri yüksek sıcaklık testi

Hazırlanan hekzadekan mikrokapsüllerinin yüksek sıcaklıktaki davranışlarının belirlenmesi amacı ile mikrokapsüllerin yerleştirildiği tüpler 90 °C suyun içinde yerleştirilerek 1saat boyunca bekletilmişlerdir. Fotoğraf 4.2’de görüldüğü gibi herhangi bir sızma gözlemlenmemiştir.



Fotoğraf 4.2. Hekzadekan mikrokapsüllerinin sızdırmazlık testi görüntüleri

4.1.3 Hekzadekan mikrokapsülleri mekanik dayanım testi

Kapsüllerin karşılaştıkları bir mekanik kuvvet karşısındaki stabilitelerinin ölçülebilmesi amacı ile mekanik dayanım testi yapılmıştır. Sonuçlar Fotoğraf 4.3’te sunulmuştur.

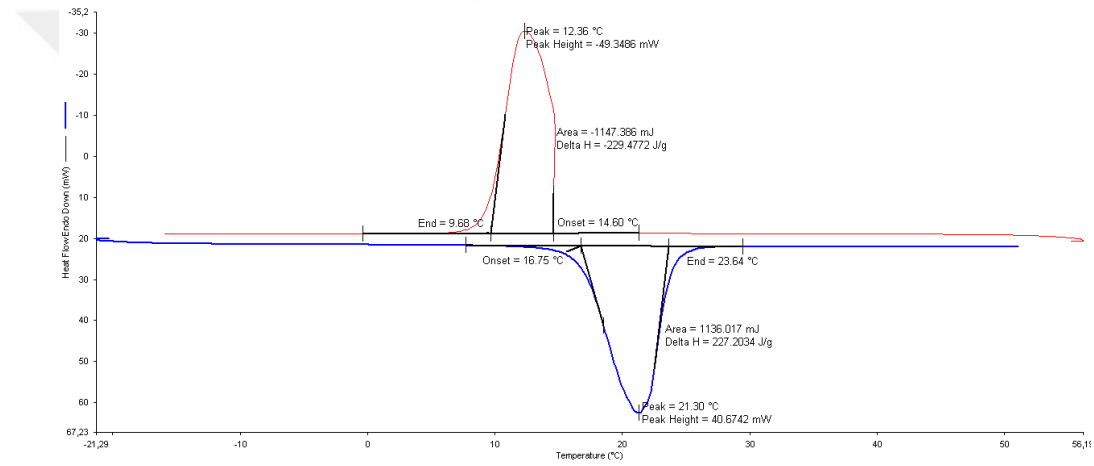


Fotoğraf 4.3. Hekzadekan mikrokapsülleri mekanik dayanım testi sonuçları(MF’li-RMF’li)

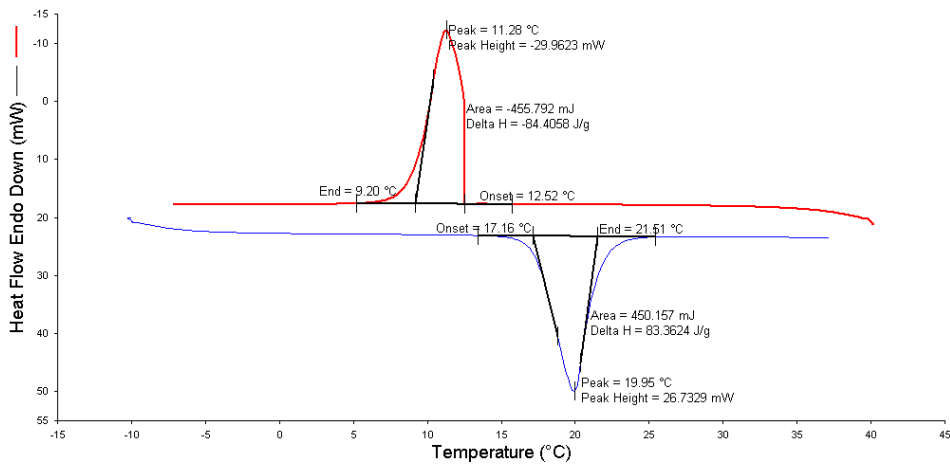
Mekanik dayanım testi sonuçlarına göre; RMFlı mikrokapsüllerin mekanik dayanımının ve sızdırmazlık sonucunun daha iyi olduğu belirlenmiştir. Ayrıca RMFlı mikrokapsüllerin yüzeyinin daha pürüzsüz olduğu gözlenmektedir.

4.1.4 Hekzadekan mikrokapsülleri DSC analizi

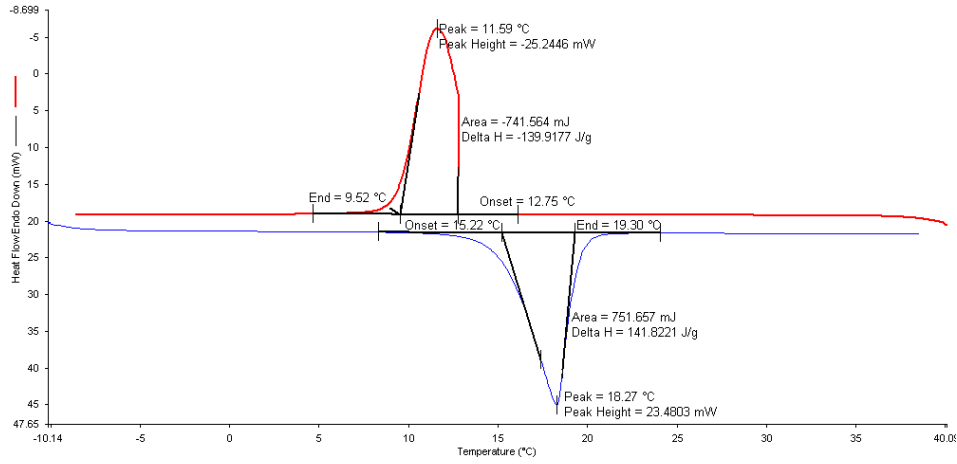
Hekzadekan mikrokapsüllerinin termal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile DSC analizi yapılmış olup kapsüllenmemiş hekzadekan, microH ve microH1'in DSC grafikleri Şekil 4.1-3'te sunulmuş olup tüm sonuçlar Çizelge 4.1'de özetlenmiştir.



Şekil 4.1. Saf hekzadekan DSC Analizi



Şekil 4.2. microH DSC analizi



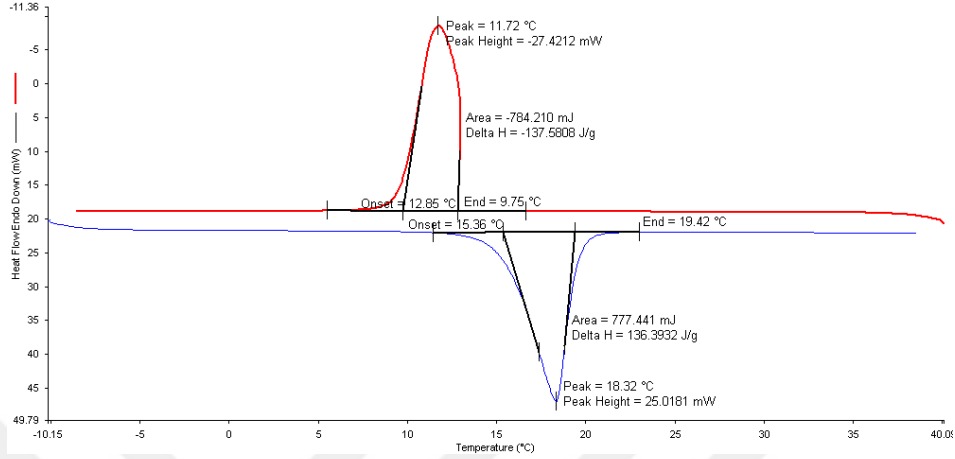
Şekil 4.3. microH1 DSC analizi

Çizelge 4.1. Hekzadekan mikrokapsülleri DSC sonuçları

Örnek	RZ	Tom (°C)	Tpm (°C)	Tem (°C)	Hm (j/g)	Toc (°C)	Tpc (°C)	Tec (°C)	Hc (j/g)
Hekzadekan	-	16,75	21,30	23,64	227,20	14,60	12,36	9,68	-229,47
microH	-	17,16	19,95	21,51	83,36	12,52	11,28	9,20	-84,40
microH1	1,5g	15,22	18,27	19,30	141,82	12,75	11,59	9,52	-139,91
microH2	2g	17,31	20,29	22,07	82,73	12,47	11,28	8,93	-82,97
microH3	2,5g	17,30	20,69	22,52	118,60	12,83	11,23	8,78	-117,95
microH1 (100çevrim)	2,5g	15,36	18,32	19,42	136,39	12,85	11,72	9,75	-137,58

MF ve RMF dış duvar polimerine sahip olan mikrokapsüller karşılaştırıldığında maksimum enerji depolama kapasitesi 1,5 g rezorsinol eklenmiş mikrokapsül (microH1) ile elde edilmiştir. MFli mikrokapsülün (microH) hegzadekan içeriği % 36,69 ve 1,5 g rezorsinol katkılı mikrokapsülün (microH1) hegzadekan içeriğinin de % 62,42 olduğu belirlenmiştir. microH erime piki 17,16 °C, faz değişim sırasında depoladığı enerji ise 83,36 J/g; microH1 erime piki 15,22 °C, faz değişim sırasında depoladığı enerji ise 141,82 J/g olarak ölçülmüştür. Buradan elde edilen sonuçlar rezorsinolün kapsüllerin enerji depolama kapasitesinde %26 artış sağladığı belirlenmiştir.

Maksimum enerji depolama kapasitesine sahip olan microH1'in erime-donma ile birlikte termal kararlılığını belirleme amacı ile 100 çevrim yapılmış ve DSC ile analiz edilmiştir. DSC sonucu Şekil 4.4.'te sunulmuştur.

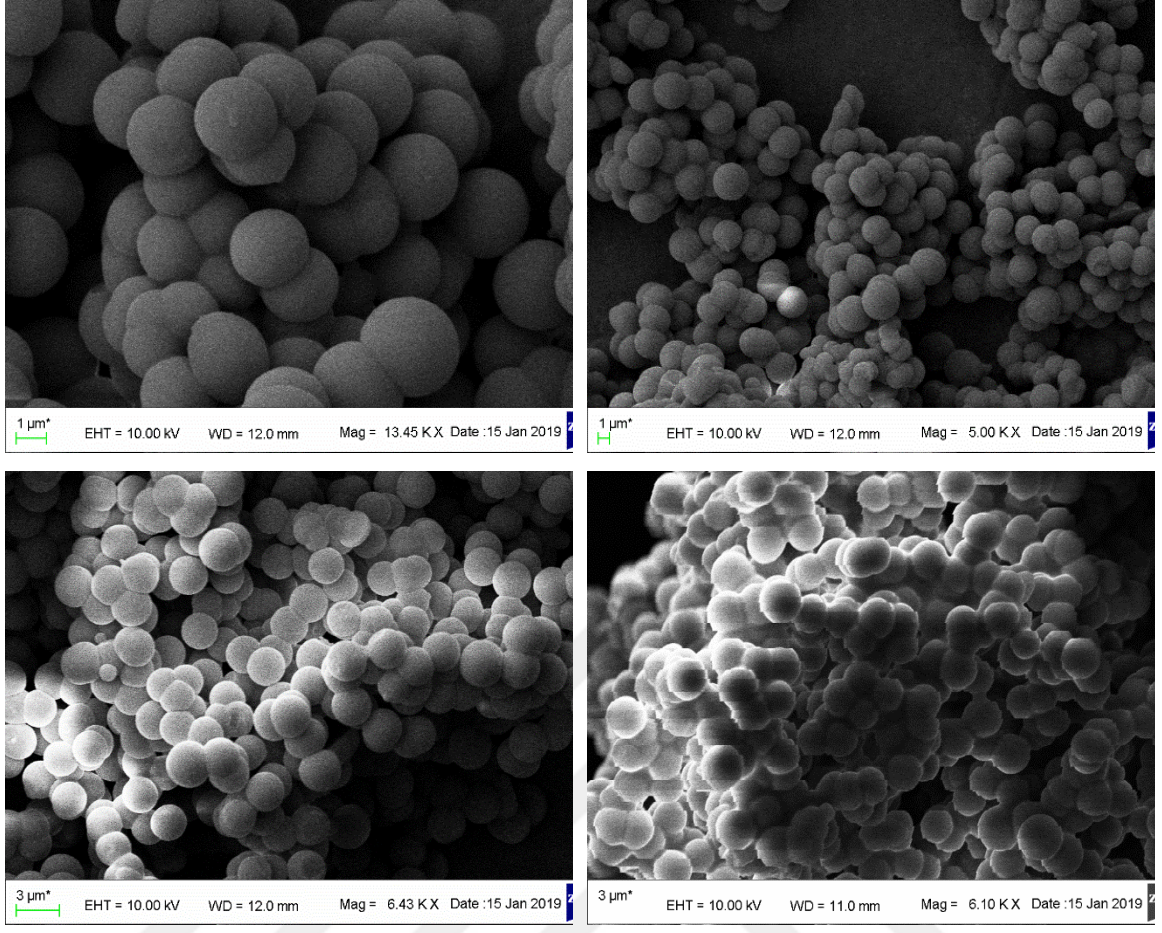


Şekil 4.4. microH1-100cycle DSC analizi

microH1'in çevrim öncesi erime noktası 15,22°C ve ısı depolama kapasitesi 141,82 J/g'dır. 100 çevrim sonucunda alınan DSC sonuçlarına göre MicroH1'in erime noktası 15,36 °C ve ısı depolama kapasitesi 136,39 J/g olarak belirlenmiştir. Analiz sonuçlarına göre MicroH1'in, 100 termal çevrim sonrasında gizli ısısının biraz azaldığı fakat kabul edilebilir düzeyde olduğu belirlenmiştir.

4.1.5 Hekzadekan mikrokapsülleri SEM analizi

Hazırlanan mikrokapsüllenmiş hekzadekanın yapısal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile SEM analizi yapılmış ve sonuçlar Şekil 4.5'te sunulmuştur.

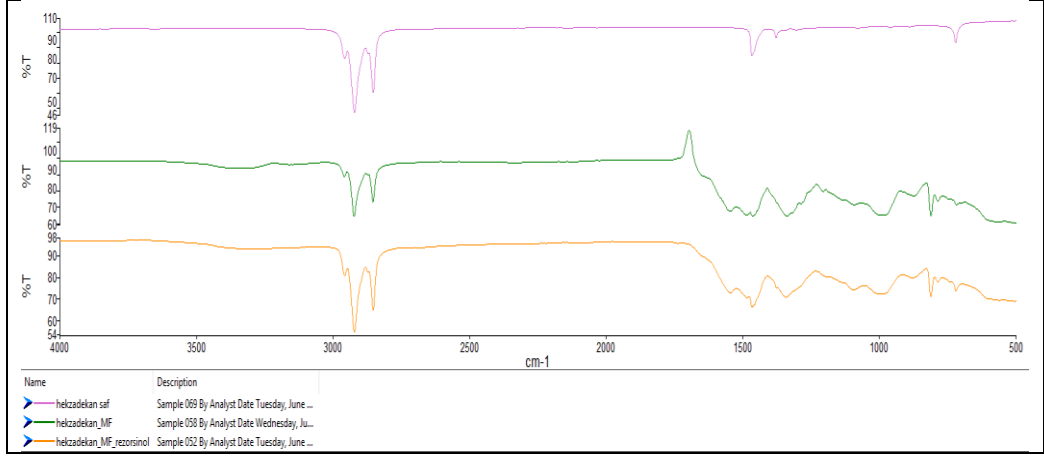


Şekil 4.5. microH1 mikrokapsülleri SEM görüntüleri

SEM analizinden açıkça görüldüğü gibi hegzadekan mikrokapsülleri küresel ve düz yapıda düzgün bir geometrik yapıya sahiptir.

4.1.6 Hegzadekan mikrokapsülleri FTIR analizi

Hazırlanan hegzadekan kapsüllerinin mikrokapsülasyon ile içerisinde bulunan hegzadekanın kimyasal yapısını koruması termal özelliklerinin değişmemesi açısından önem taşımaktadır. Bu amaçla FTIR analizi yapılmış ve elde edilen spektrumlar Şekil 4.6'da sunulmuştur.



Şekil 4.6. Hekzadekan mikrokapsülleri FTIR analizi

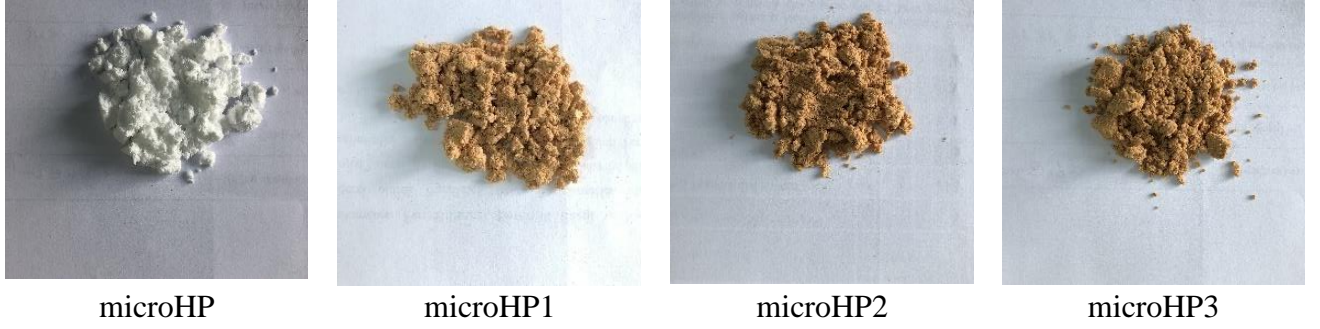
Şekil 4.6. da görüldüğü üzere FTIR analizinde kapsüllenmemiş hegzadekan, hegzadekan/MF ve hegzadekan/RMF kapsüllerinin kimyasal özellikleri incelenmiştir. Her bir mikrokapsülün kapsüllenmemiş hegzadekanın spesifik piki ($2700-2800\text{cm}^{-1}$) taşıdığı gözlemlenmiştir.

4.2 Heptadekan Mikrokapsülleri

Heptadekanın hem MF reçineleri (micro HP) ile hem de RMF reçineleri ile (RZ:1,5 g microHP1, RZ:2 g microHP2, RZ:2,5 g microHP3) mikrokapsülleri sentezlenerek analiz edilmiştir. Analiz sonuçları bu bölümde sunulmuştur.

4.2.1 Heptadekan mikrokapsülleri oda sıcaklık görüntüleri

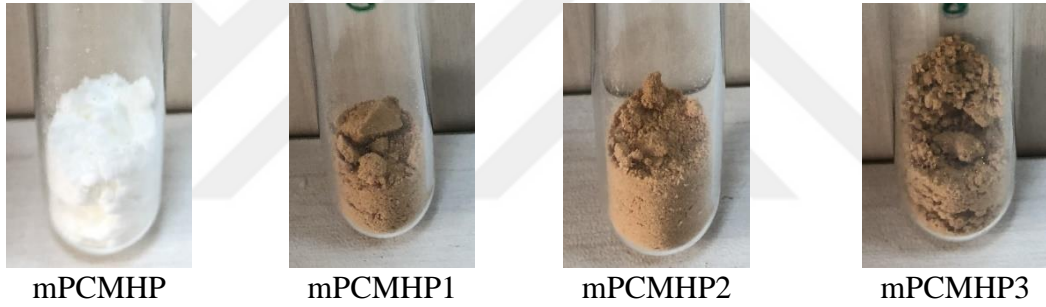
MF reçinesi ile kapsüllenen heptadekan(microHP) bir önceki bölümde sunulan hegzadekanın kapsülü olan microH'ye benzer şekilde Fotoğraf 4.4'de görüldüğü gibi oda koşullarında beyaz toz şeklindedir. Rezorsinol içeriğine ve miktarına bağlı olarak renk değişimleri gözlemlenmiştir. Rezorsinol miktarı artıkça renk koyulaşmıştır.



Fotoğraf 4.4. Heptadekan mikrokapsüllerinin oda sıcaklık görüntüleri

4.2.2 Heptadekan mikrokapsülleri yüksek sıcaklık testi

Hazırlanan heptadekan mikrokapsüllerinin yüksek sıcaklıktaki dayanımlarını belirlemek amacı ile; tüpler içerisine konularak 90 °C suyun içinde 1saat boyunca bekletilmişlerdir ve kapsüllerde herhangi sızma gözlemlenmemiştir (Fotoğraf 4.5).



Fotoğraf 4.5. Heptadekan mikrokapsüllerinin sızdırmazlık testi görüntüleri

4.2.3 Heptadekan mikrokapsülleri mekanik dayanım testi

Kapsüllerin karşılaştıkları bir mekanik kuvvet karşısındaki stabilitelerinin ölçülebilmesi amacı ile mekanik dayanım testi yapılmıştır. Sonuçlar Fotoğraf 4.6'da sunulmuştur.

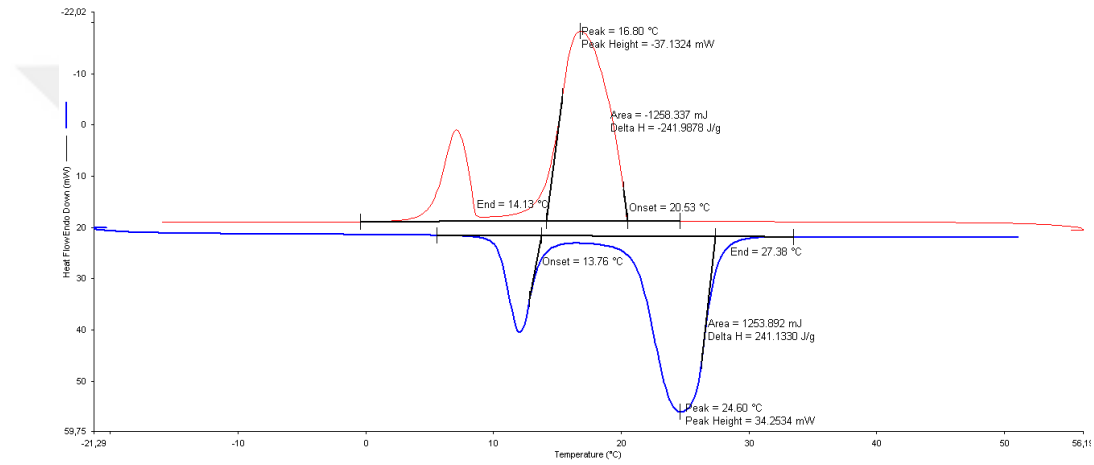


Fotoğraf 4.6. Heptadekan mikrokapsülleri mekanik dayanım testi sonuçları(MF'li-RMF'li)

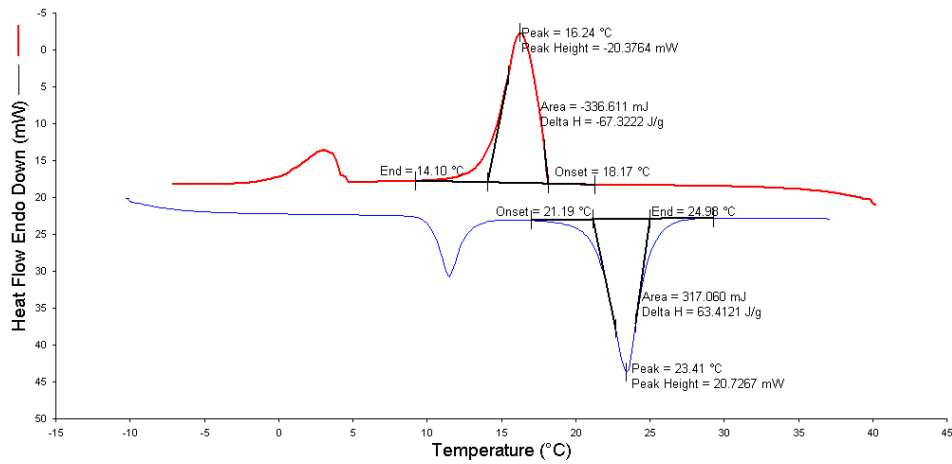
Heptadekan mikrokapsüllerinin mekanik dayanım testi yapıldığında; RMF dış duvar polimerli mikrokapsüllerin mekanik dayanımının ve sızdırmazlık sonucunun daha iyi olduğu belirlenmiştir.

4.2.4 Heptadekan mikrokapsülleri DSC analizi

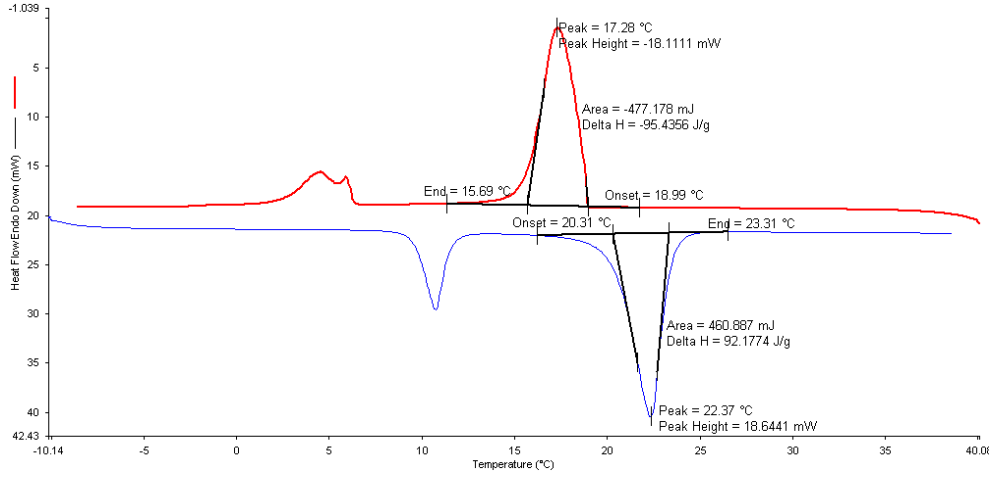
Heptadekan mikrokapsüllerinin termal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile DSC analizi yapılmış olup kapsüllenmemiş heptadekan, microHP ve microHP3'in DSC grafikleri Şekil 4.7-9'da sunulmuş olup tüm sonuçlar Çizelge 4.2'de özetlenmiştir.



Şekil 4.7. Saf heptadekan DSC analizi



Şekil 4.8. microHP DSC analizi



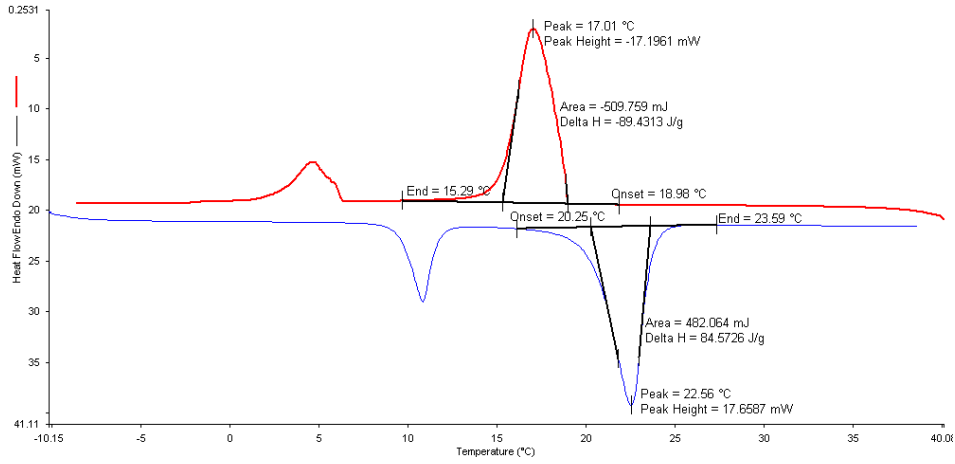
Şekil 4.9. microHP3 DSC analizi

Çizelge 4.2. Heptadekan Mikrokapsülleri DSC Sonuçları

Örnek	RZ	Tom(°C)	Tpm(°C)	Tem(°C)	Hm(J/g)	Toc(°C)	Tpc(°C)	Tec(°C)	Hc(Jg)
Heptadekan	-	13,76	24,60	27,38	241,13	20,53	16,80	14,13	-241,98
microHP	-	21,19	23,41	24,98	63,41	18,17	16,24	14,10	-67,32
microHP1	1,5g	20,20	22,01	22,9	72,40	18,89	17,37	15,81	-75,09
microHP2	2g	21,44	24,37	26,29	73,62	18,21	15,45	13,02	-78,51
microHP3	2,5g	20,31	22,37	23,31	92,17	18,99	17,28	15,69	-95,43
microHP3 (100cycle)	2,5g	20,25	22,56	23,59	84,57	18,98	17,01	15,29	-89,43

MFli ve RMFli mikrokapsüller karşılaştırıldığında en iyi sonucu 2,5g rezorsinol eklenmiş heptadekan/RMF mikrokapsülü,olan microHP3 vermiştir. DSC analizleri incelendiğinde; microHP erime piki 21,19 °C, faz değişim sırasında depoladığı enerji ise 63,4121 J/g olarak aynı şekilde; microHP3 erime piki 20,31 °C, faz değişim sırasında depoladığı enerji ise 92,1774 J/g olarak ölçülmüştür. MFli mikrokapsülün (microHP) heptadekan içeriği % 26,29 ve 2,5 g rezorsinol katkılı RMFli mikrokapsülün (microHP3) heptadekan içeriğinin de % 38,22 olduğu belirlenmiştir. Buradan elde edilen sonuçlar rezorsinolün heptadekan olduğu gibi heptadekanın mikrokapsüllerinde ısı enerjisi depolama kapasitesinde artış sağladığı belirlenmiştir.

Maksimum enerji depolama kapasitesine sahip olan microHP3'ün erime-donma ile birlikte termal kararlılığını belirleme amacı ile 100 çevrim yapılmış ve DSC ile analiz edilmiştir. DSC sonucu Şekil 4.10.'da sunulmuştur.

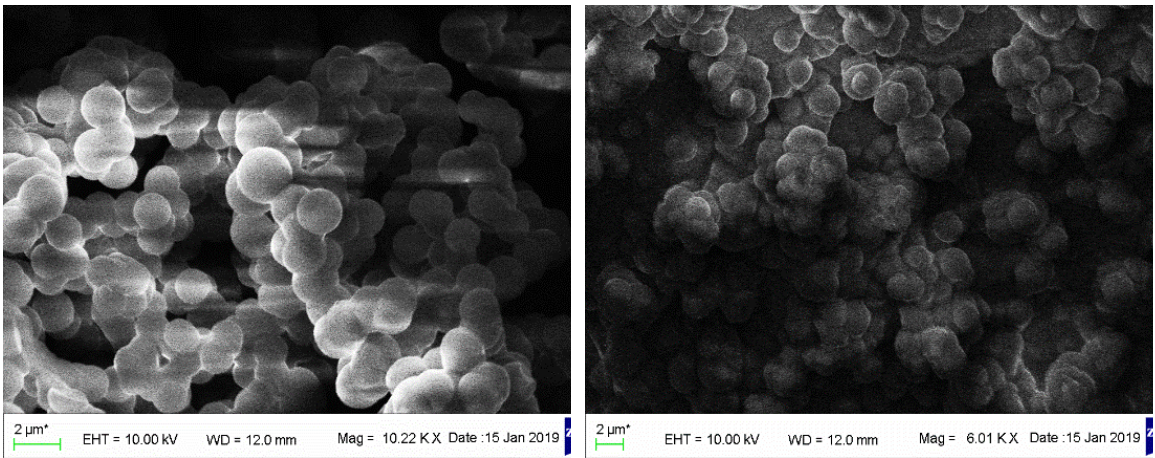


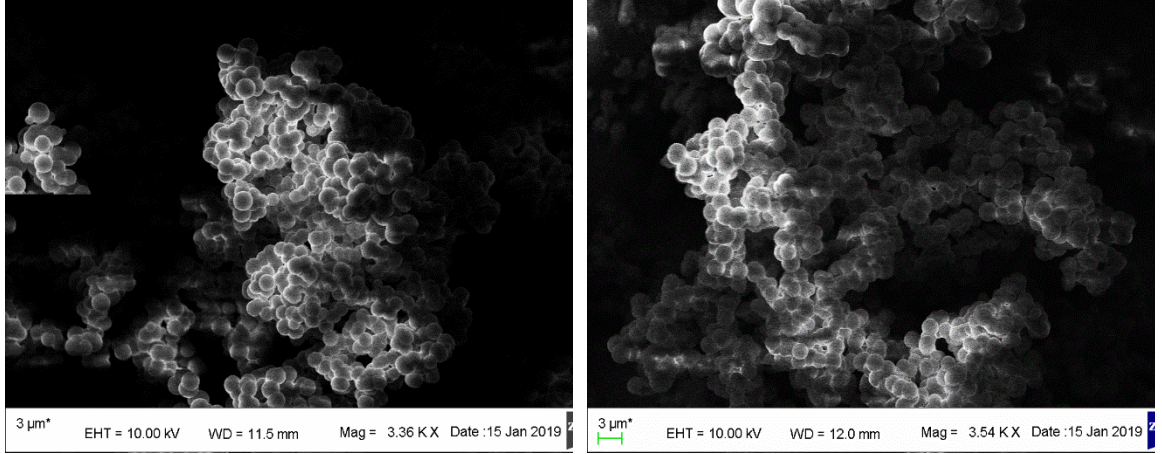
Şekil 4.10. microHP3 – 100cycle DSC Analizi

microHP3'ün çevrim öncesi erime noktası 20,31°C ve ısı depolama kapasitesi 92,17 J/g'dır. 100 çevrim sonucunda alınan DSC sonuçlarına göre MicroHP3'ün erime noktası 20,25 °C ve ısı depolama kapasitesi 84,57 J/g olarak belirlenmiştir. Analiz sonuçlarına göre MicroHP3'ün, 100 termal çevrim sonrasında gizli ısısının biraz azaldığı fakat kabul edilebilir düzeyde olduğu belirlenmiştir.

4.2.5 Heptadekan mikrokapsülleri SEM analizi

Hazırlanan mikrokapsüllenmiş heptadekanın yapısal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile SEM analizi yapılmış ve sonuçlar Şekil 4.11'de sunulmuştur.



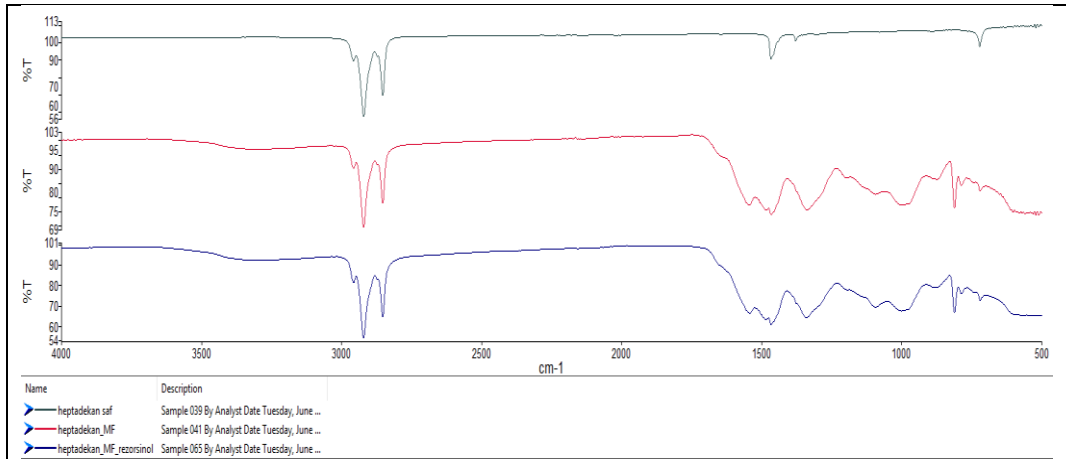


Şekil 4.11. microHP3 mikrokapsülleri SEM görüntüleri

SEM analizi sonuçlarına göre mikrokapsüllerin düzgün geometriye sahip küresel yapıda olduğu belirlenmiştir.

4.2.6. Heptadekan mikrokapsülleri FTIR analizi

Hazırlanan heptadekan kapsüllerinin mikrokapsülasyon ile içerisinde bulunan heptadekanın kimyasal yapısını koruması termal özelliklerinin değişmemesi açısından önem taşımaktadır. Bu amaçla FTIR analizi yapılmış ve elde edilen spektrumlar Şekil 4.12’de sunulmuştur.



Şekil 4.12. Heptadekan mikrokapsülleri FTIR analizi

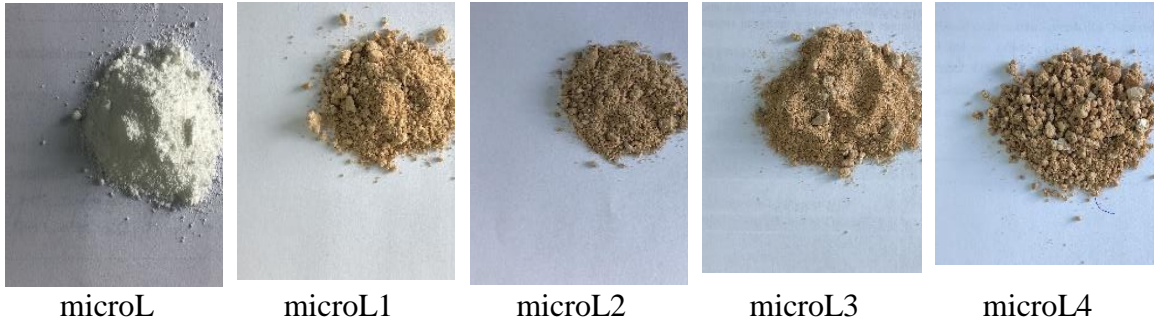
Şekil 4.12’de görüldüğü üzere FTIR analizinde heptadekan, heptadekan /MF ve heptadekan/RMF mikrokapsüllerinin kimyasal özellikleri incelenmiştir. Her bir mikrokapsülün saf heptadekanın kimyasal özelliğini taşıdığı gözlenmiştir.

4.3. Laurik Asit Mikrokapsülleri

Laurik asit birçok termal enerji depolama uygulamalarında kullanılabilir bir FDM’dir. Laurik asidin hem MF reçineleri (microL) ile hem de RMF reçineleri ile (RZ:1,5 g microL1, RZ:2 g microL2, RZ:2,5 g microL3) mikrokapsülleri sentezlenerek analiz edilmiştir.

4.3.1 Laurik asit mikrokapsülleri oda sıcaklık görüntüleri

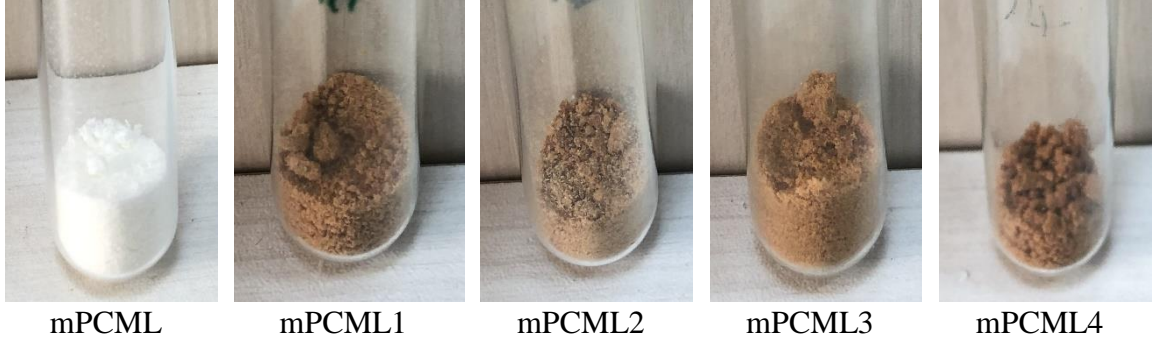
Laurik asit mikrokapsüllerinin oda koşullarındaki görüntüsü Fotoğraf 4. 7.’de açıkça görüldüğü gibi laurik asit mikrokapsülleri oda sıcaklığında toz halde bulunmaktadır. Rezorsinol katkısı mikrokapsüllerin rengini koyulaştırmıştır. Sadece sıcaklık artırılarak yapılan mikrokapsüllerin boyutlarının daha büyük olduğu görülmüştür.



Fotoğraf 4.7. Laurik asit mikrokapsüllerinin oda sıcaklık görüntüleri

4.3.2 Laurik asit mikrokapsülleri yüksek sıcaklık testi

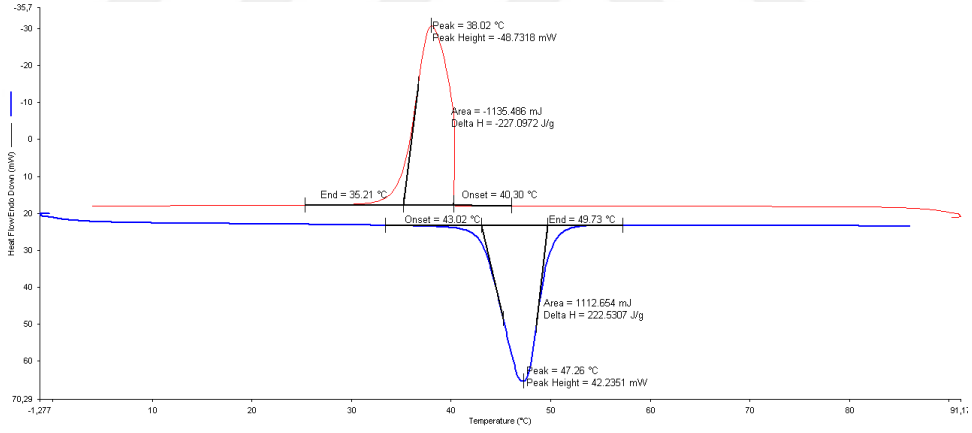
Yüksek sıcaklık testi yapılması amacı ile hazırlanan laurik asit mikrokapsülleri tüpler içerisine konularak 90 °C suyun içinde 1saat boyunca bekletilmişlerdir ve sızma olmadığı gözlenmiştir.



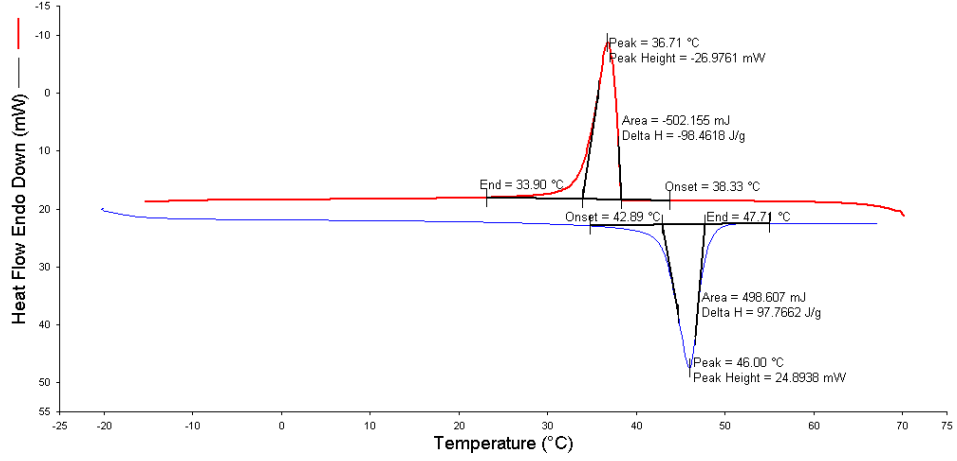
Fotoğraf 4.8. Laurik asit mikrokapsüllerinin sızdırmazlık testi görüntüleri

4.3.3 Laurik asit mikrokapsülleri DSC analizi

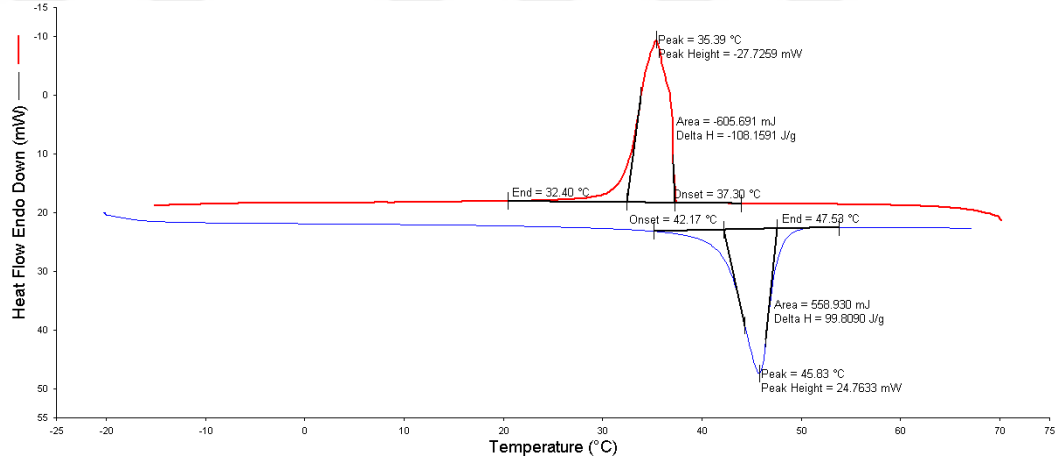
Laurik asit mikrokapsüllerinin termal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile DSC analizi yapılmış olup kapsüllenmemiş laurik asit, microL ve microL4'ün DSC grafikleri Şekil 4.13-15'te sunulmuş olup tüm sonuçlar Çizelge 4.3'de özetlenmiştir.



Şekil 4.13. Saf laurik asit DSC analizi



Şekil 4.14. microL DSC analizi



Şekil 4.15. microL4 DSC analizi

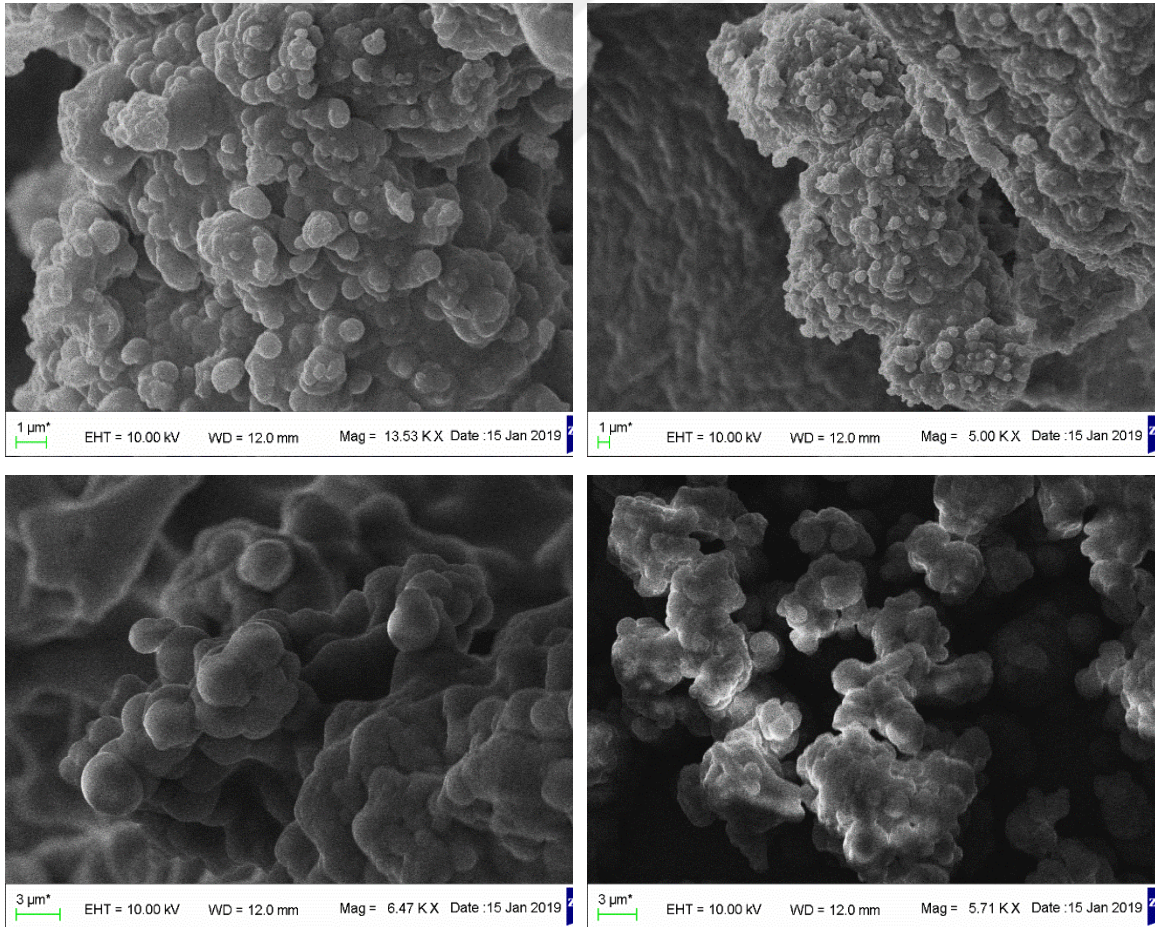
Çizelge 4.3. Laurik asit mikrokapsülleri DSC sonuçları

Örnek	RZ	Tom(°C)	Tpm(°C)	Tem(°C)	Hm(j/g)	Toc(°C)	Tpe(°C)	Tec(°C)	Hc(j/g)
Laurik Asit	-	43,02	47,26	49,73	222,53	40,30	38,02	35,21	-227,09
microL	-	42,89	46,00	47,71	97,76	38,33	36,71	33,90	-98,46
microL1	2g	42,10	44,49	45,63	90,11	38,19	37,73	36,21	-83,31
microL2	2g	42,52	45,67	47,53	87,26	37,54	36,20	33,62	-89,84
microL3	2g	42,49	45,35	47,14	83,18	37,38	36,73	34,19	-80,20
microL4	2g	42,17	45,83	47,53	99,80	37,30	35,39	32,40	-108,15

DSC analizleri incelendiğinde; microL erime piki 42,89 °C, faz değişim sırasında depoladığı enerji ise 97,76 J/g olarak aynı şekilde; microL4 erime piki 42,17 °C, faz değişim sırasında depoladığı enerji ise 99,80 J/g olarak ölçülmüştür. MF'li ve RMF'li mikrokapsüller karşılaştırıldığında en iyi sonucu 2 g rezorsinol katkılı ve daha yüksek sıcaklıkta yapılmış RMFli mikrokapsüller vermiştir. MFli mikrokapsülün (microL) laurik asit içeriği % 43,93 ve 2 g rezorsinol katkılı RMFli mikrokapsülün (microL4) laurik asit içeriğinin de % 44,84 olduğu belirlenmiştir. Buradan elde edilen sonuçlar rezorsinolün heksadekan ve heptadekan da olduğu gibi dikkate değer bir artış olmadığı belirlenmiştir.

4.3.4 Laurik asit mikrokapsülleri SEM analizi

Hazırlanan mikrokapsüllemiş laurik asidin yapısal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile SEM analizi yapılmış ve sonuçlar Şekil 4.14'te sunulmuştur.

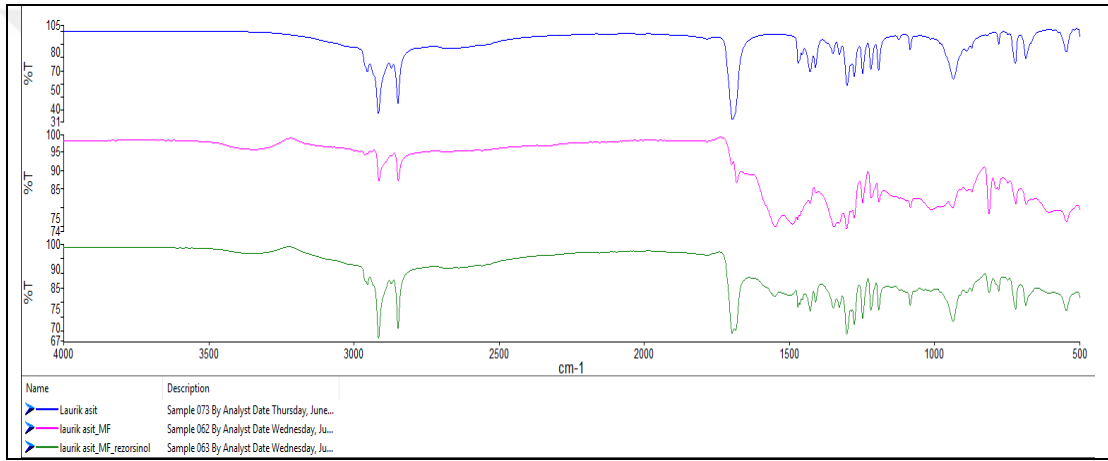


Şekil 4.16. microL4 mikrokapsülleri SEM görüntüleri

SEM analizi incelendiğinde laurik asit kapsüllerinin hegzadekan ve heptadekan gibi düzgün geometrik yapıya sahip olmayan yaygın bir yapıya sahip olduğu anlaşılmaktadır.

4.3.5 Laurik asit mikrokapsülleri FTIR analizi

FTIR analizinde laurik asit ve sentezlenen laurik asit/MF ve laurik asit/RMF mikrokapsüllerinin kimyasal özellikleri incelenmiştir. Sonuçlar Şekil 4.17’de sunulmuştur. Her bir mikrokapsülün saf laurik asitin kimyasal özelliğini taşıdığı gözlenmiştir.



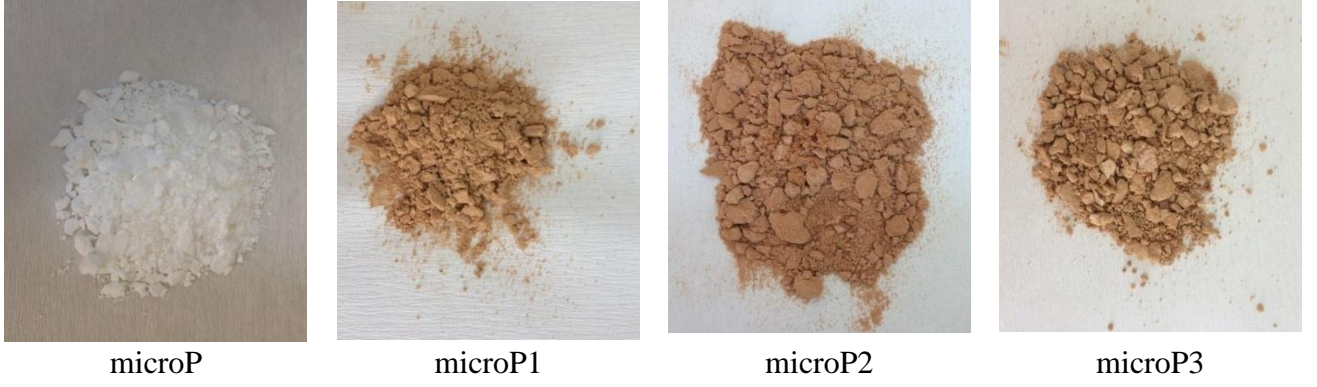
Şekil 4.17. Laurik asit mikrokapsülleri FTIR analizi

4.4 Parafin Mikrokapsülleri

Parafinin MF reçineleri (microP) ve RMF reçineleri ile (RZ:1,5 g microP1, RZ:2 g microP2, RZ:2,5 g microP3) mikrokapsülleri sentezlenerek analiz edilmiştir.

4.4.1 Parafin mikrokapsüllerinin oda sıcaklık görüntüleri

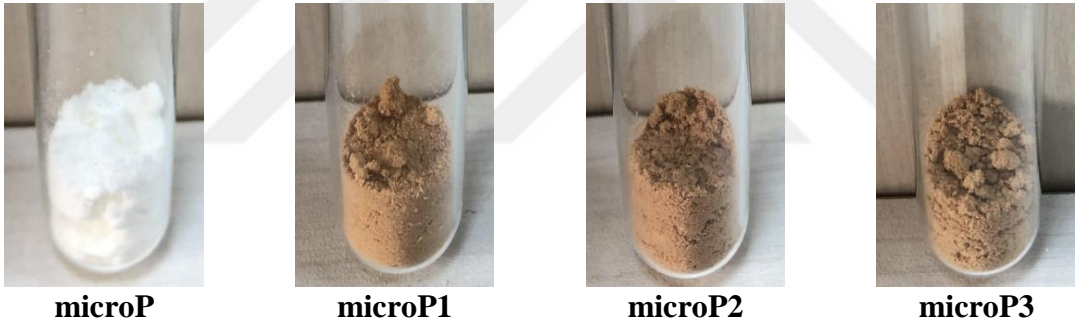
Parafin mikrokapsülleri oda koşullarındaki görüntüleri fotoğraf 4.9’de sunulmuştur. Hazırlanan parafin mikrokapsülleri oda koşullarında toz haldedir ve prosese eklenen rezorsinol miktarına bağlı olarak rengi koyulaşmıştır.



Fotoğraf 4.9. Parafin mikrokapsülleri oda sıcaklık görüntüleri

4.4.2 Parafin mikrokapsüllerinin yüksek sıcaklık testi

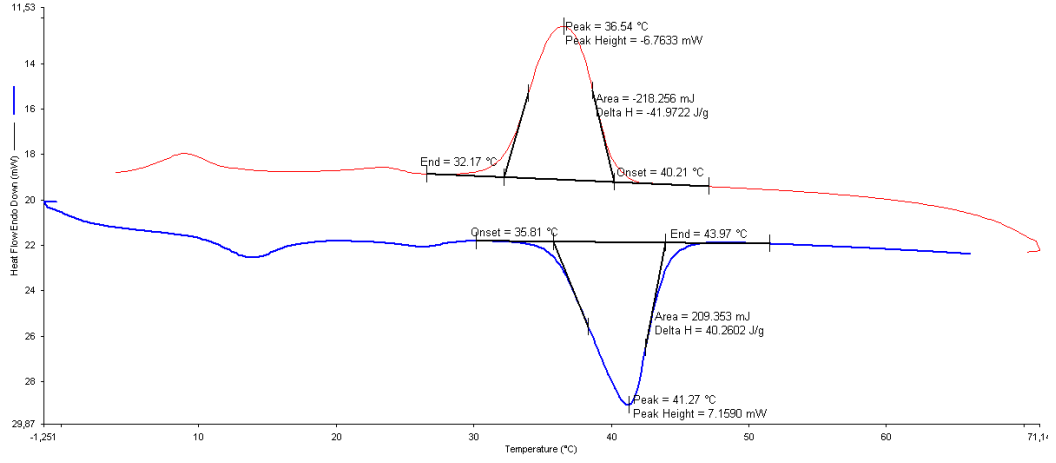
Parafin mikrokapsülleri 90 °C suyun içinde 1saat bekletilerek yüksek sıcaklık testine maruz bırakılmıştır. Bu süre sonucunda Fotoğraf 4.10'da görülebileceği gibi sızdırma yapmadıkları görülmüştür.



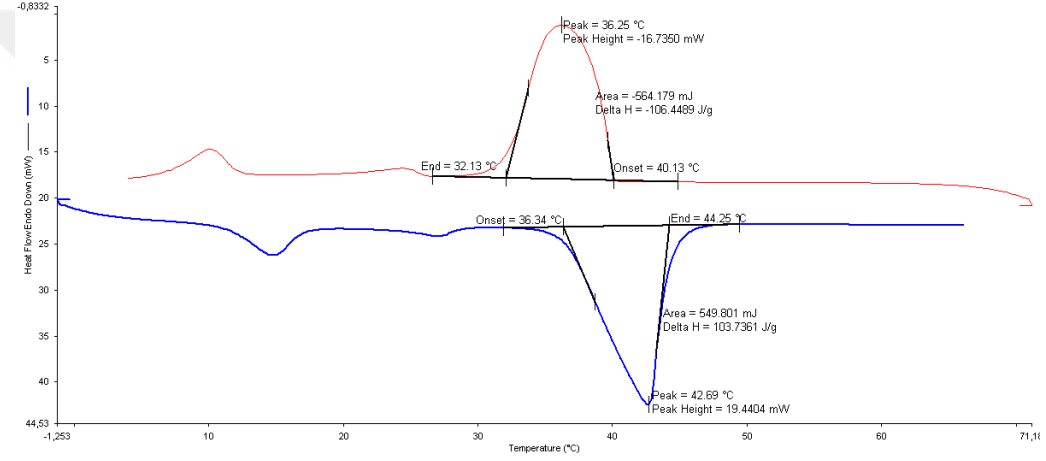
Fotoğraf 4.10. Parafin mikrokapsülleri sızdırmazlık testi görüntüleri

4.4.3 Parafin mikrokapsülleri DSC analizi

MFli ve RMFli parafin mikrokapsüllerinin termal özellikleri DSC ile belirlenmiştir. Şekil 4. 18'de microP ve Şekil 4. 19'da MicroP1'in DSC grafikleri sunulmuştur. Tüm sonuçlar Çizelge 4. 4. özetlenmiştir.



Şekil 4.18. microP DSC analizi



Şekil 4.19. microP1 DSC analizi

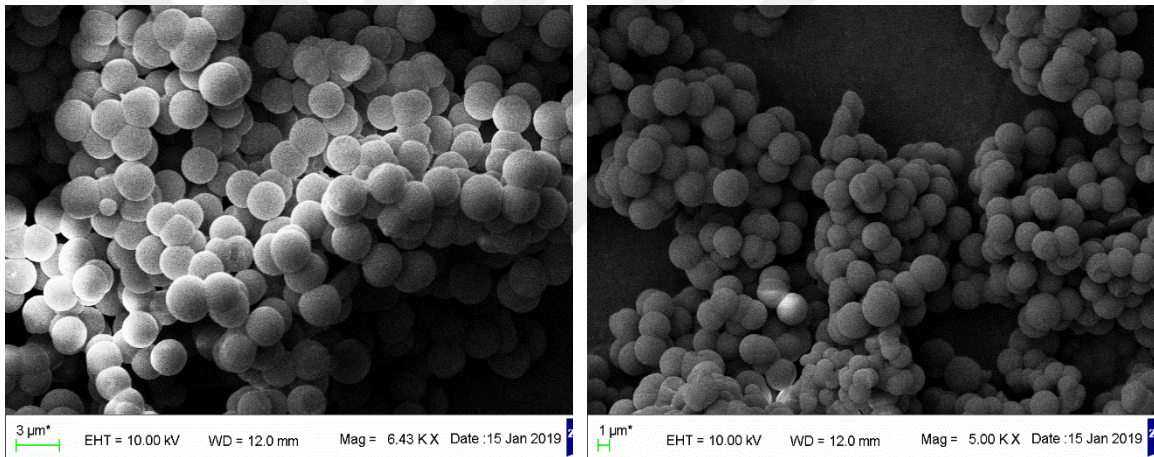
MFli ve RMFli parafin mikrokapsülleri karşılaştırıldığında microP erime piki 35,81 °C, faz değişim sırasında depoladığı enerji ise 40,26 J/g olarak aynı şekilde; microP1 erime piki 36,34 °C, faz değişimi sırasında depoladığı enerji ise 103,73 J/g olarak ölçülmüştür. Parafin mikrokapsüllerinin DSC analizi incelendiğinde maksimum depolama kapasitesi 1,5 g rezorsinol eklenmiş mikrokapsül ile elde edildiği bulunmuştur. MFli mikrokapsülün (microP) parafin içeriği % 23,95 ve 1,5 g rezorsinol katkılı RMFli mikrokapsülün (microP1) parafin içeriğinin de % 61,71 olduğu belirlenmiştir. Buradan elde edilen sonuçlar rezorsinolün parafinin mikrokapsüllemesi sırasında enerji depolama kapasitesine yaklaşık %37'lik bir artış sağladığı belirlenmiştir.

Çizelge 4.4. Parafin mikrokapsülleri DSC sonuçları

Örnek	RZ	Tom (°C)	Tpm (°C)	Tem (°C)	Hm (j/g)	Toc (°C)	Tpc (°C)	Tec (°C)	Hc (J/g)
Parafin	-	36,97	41,9	43,43	168,08	40,35	37,7	32,24	-164,97
microP	-	35,81	41,27	43,97	40,26	40,21	36,54	32,17	-41,97
microP1	1,5g	36,34	42,69	44,25	103,73	40,13	36,25	32,13	-106,44
microP2	2g	36,32	41,61	42,93	31,72	40,17	37,36	33,42	-5,86
microP3	2,5g	36,52	42,88	44,51	93,91	40,16	36,05	31,52	-95,04

4.4.4 Parafin mikrokapsülleri SEM analizi

Hazırlanan parafin mikrokapsüllerinin yapısal özelliklerinin belirlenmesi amacı ile SEM analizi yapılmış ve sonuçlar Şekil 4.20’de sunulmuştur.

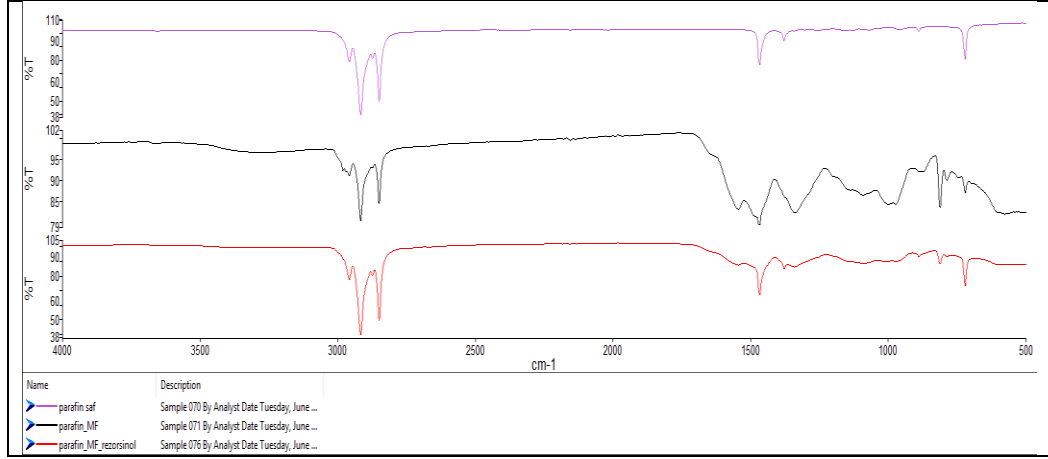


Şekil 4.20. microP1 mikrokapsülleri SEM görüntüleri

Şekil 4. 19. da görüldüğü gibi parafin mikrokapsülleri düzgün küresel formdadır. SEM analizi mikrokapsülleme prosesinin başarı ile gerçekleştiğini doğrulamaktadır.

4.4.5 Parafin mikrokapsülleri FTIR analizi

Parafin mikrokapsüllerinin kimyasal analizi FTIR ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 4. 21. de görüldüğü üzere FTIR analizinde sentezlenen parafin/MF ve parafin/RMF mikrokapsüllerinin kimyasal özellikleri incelenmiştir. Her bir mikrokapsülün saf parafinin kimyasal özelliğini taşıdığı gözlenmiştir.



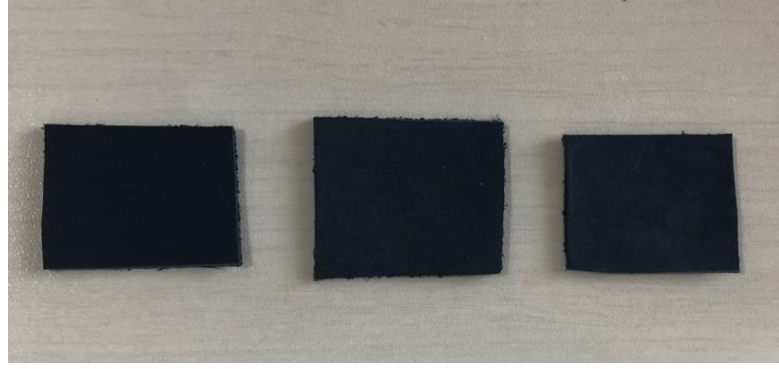
Şekil 4.21. Parafin mikrokapsülleri FTIR analizi

4.5 Mikrokapsüllenmiş FDM Eklenmiş Derilerin Analizi

Mikrokapsüllenmiş FDM eklenmiş derilerin morfolojik ve termal performans analizi için 2 adet referans deri parçası ve mikrokapsüllenmiş hegzadekan ve heptadekan eklenmiş deri parçaları hazırlanmıştır. Hazırlanan deri örneklerinin oda koşullarındaki görüntüsü Fotoğraf 4. 11.'de sunulduğu gibi benzer yapısal özellik göstermiştir.

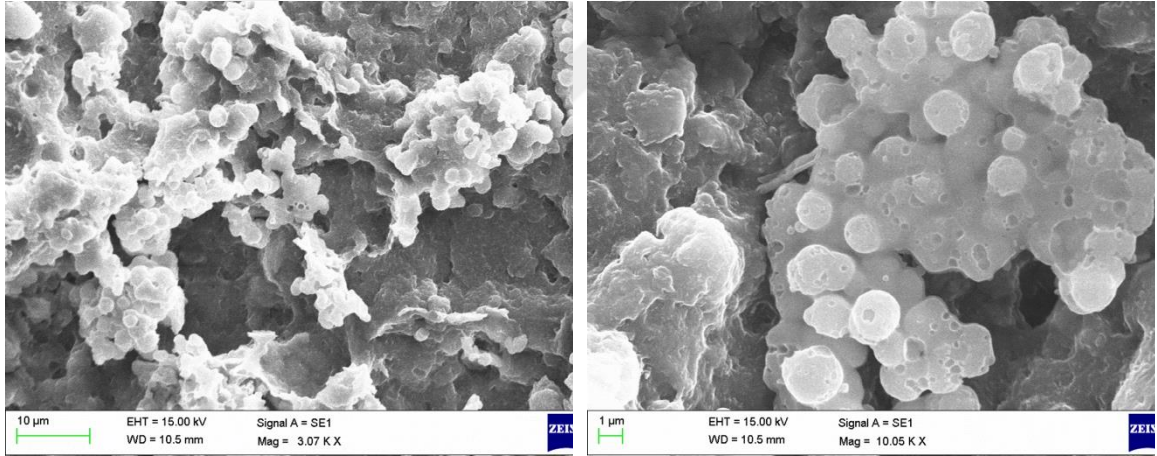


Fotoğraf 4.11. Deri parçaları

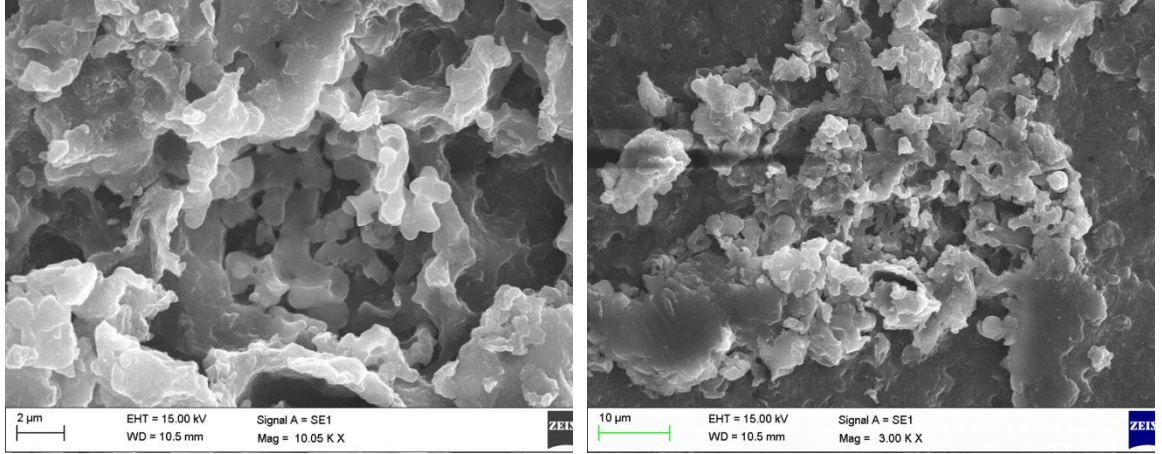


Fotoğraf 4.12. Mikrokapsüllenmiş FDM eklenmiş deri parçaları

Mikrokapsüllenmiş FDM eklenmiş derilerin yapısal özelliklerini incelemek için SEM ile analiz edilmiş ve sonuçlar Şekil 4.22 ve 4.23'te sunulmuştur. SEM analizlerinden açıkça görüldüğü gibi mikrokapsüllenmiş hegzadekan ve mikrokapsüllenmiş heptadekanın deriye vaks ile eklenmesi sonrasında da yapısal özelliğini koruduğu anlaşılmaktadır.



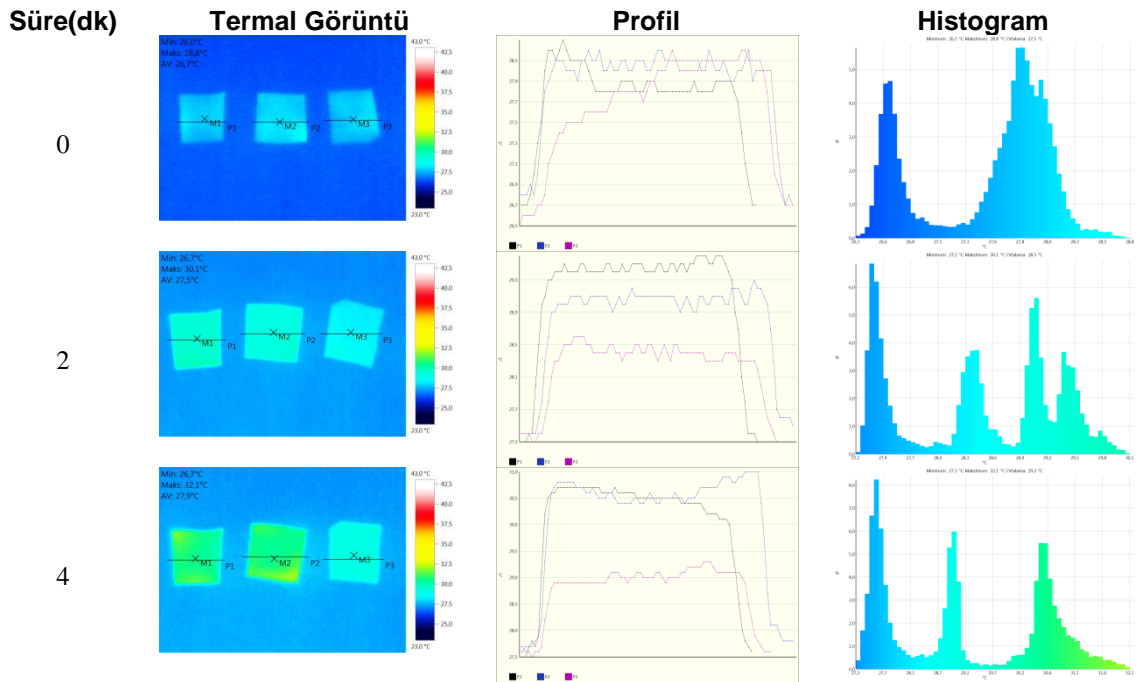
Şekil 4.22. Hegzadekan mikrokapsülleri içeren deri örneği SEM görüntüleri

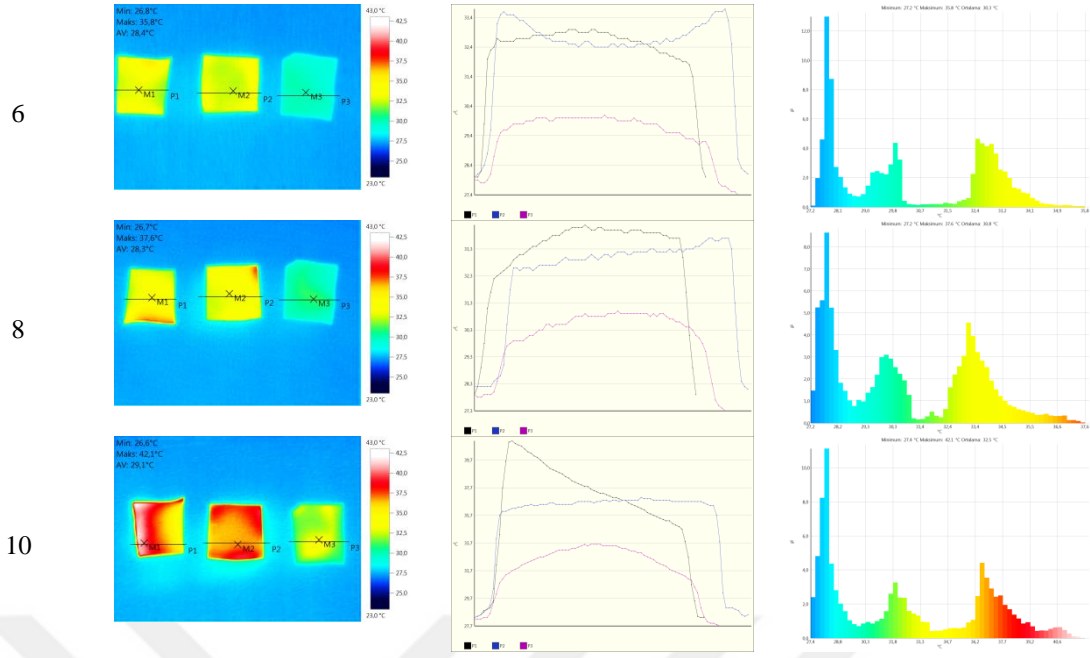


Şekil 4.23. Hekzadekan mikrokapsülleri içeren deri örneği SEM görüntüleri

Termal performans analizlerini belirlemek amacıyla;

- 2 adet referans deri örneği (R1 ve R2),
- Mikrokapsüllenmiş hekzadekan içeren deri örneği(M1) ve mikrokapsüllenmiş heptadekan içeren deri örneği (M2) deri 60 ° de 10dk boyunca ısıtılmış ve göstermiş oldukları termal performans termal kamera ile kaydedilmiş ve sonuçlar bilgisayar ortamına alınarak analiz edilmiştir. Mikrokapsüllenmiş hekzadekan içeren deri örneğinin ısıtılması sırasındaki termal performansı 4.24 ve Çizelge 4.5’de sunulmuştur.





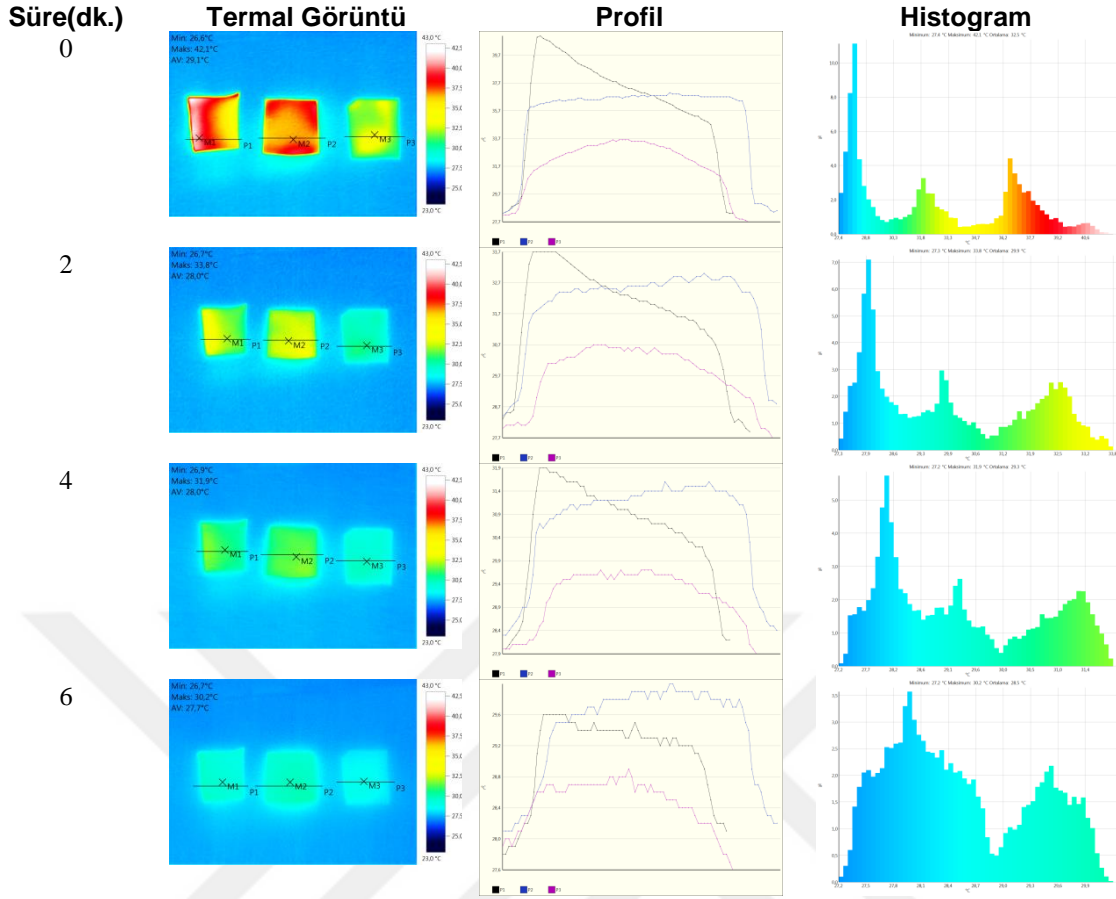
Şekil 4.24. Termal performans testi (ısınma) (R1, R2 M1)

Çizelge 4.5. R1, R2 ve M1'in sıcaklık değişimi

Süre(dk)	R1(°C)	R2(°C)	M1(°C)
0	27,8	28,0	27,9
2	29,5	29,1	28,4
4	30,6	30,5	29,1
6	33,0	32,6	30,0
8	34,5	33,7	30,7
10	41,0	38,8	32,9

Şekil 4-24 ve Çizelge 4.5. incelendiğinde mikrokapsülenmiş hegzadekan içeren deri örneğinin referans deri örneklerine göre daha geç ısındığı diğer bir ifade ile sıcaklık değişiminden minimum derecede etkilendiği belirlenmiştir. Mikrokapsül içerisinde bulunan FDM fazla ısıyı depolamakta ve bu nedenle derinin aşırı ısınması engellenebilmekte ve deri örneğinde ısı kontrol sağlanmaktadır.

Örnekler 10 dk. sonunda oda koşullarında soğumaya bırakılmış ve sıcaklık değişimleri 6 dk. boyunca termal kamera ile takip edilmiştir. Sonuçlar 4.25, Çizelge 4.6'da sunulmuştur. Mikrokapsülenmiş hegzadekan içeren deri örneğinin referanslara göre sıcaklık değişiminden minimum derecede etkilendiği belirlenmiştir.

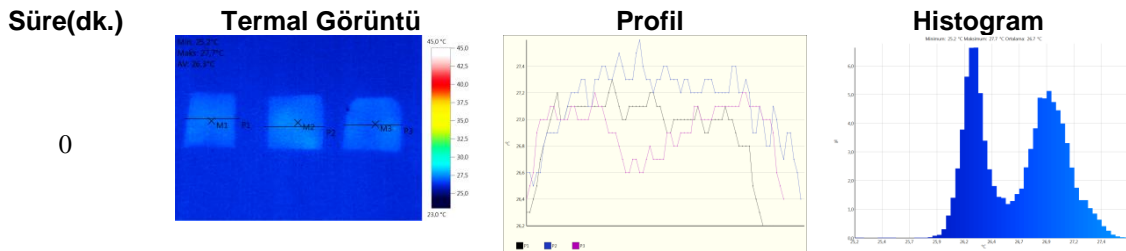


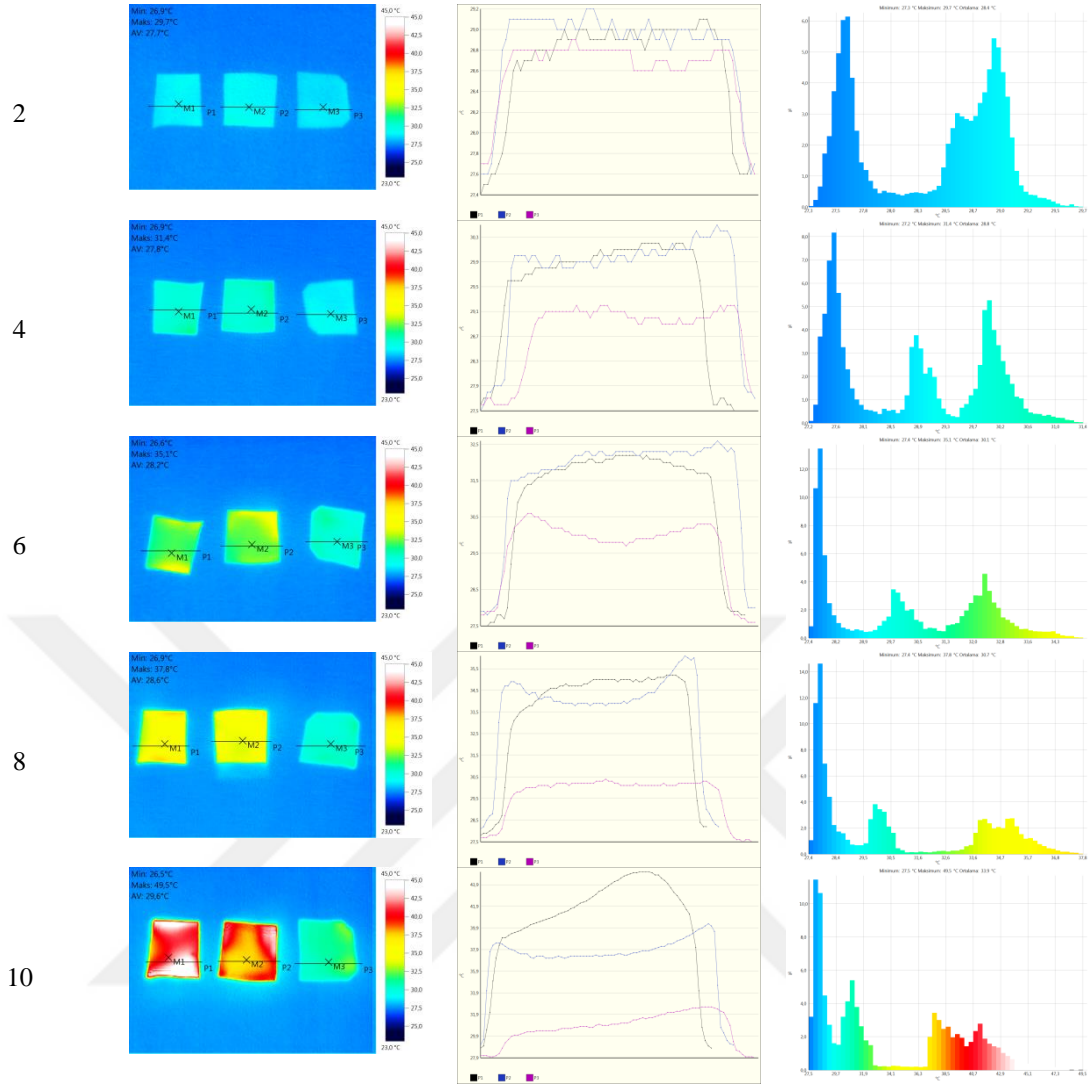
Şekil 4.25. Termal performans testi(soğuma) (R1, R2 M1)

Çizelge 4.6 R1, R2 ve M1'in sıcaklık değişimi(soğuma)

Süre(dk.)	R1(°C)	R2(°C)	M1(°C)
0	41,0	38,8	32,9
2	32,2	32,7	30,5
4	30,9	31,4	29,6
6	29,4	29,8	28,7

Referans deri parçaları ve mikrokapsüllenmiş heptadekanlı deri parçaları 60 °C de 10dk boyunca ısıtılmış ve termal performansları analiz edilmiştir (Şekil 4-26 ve Çizelge 4.7).





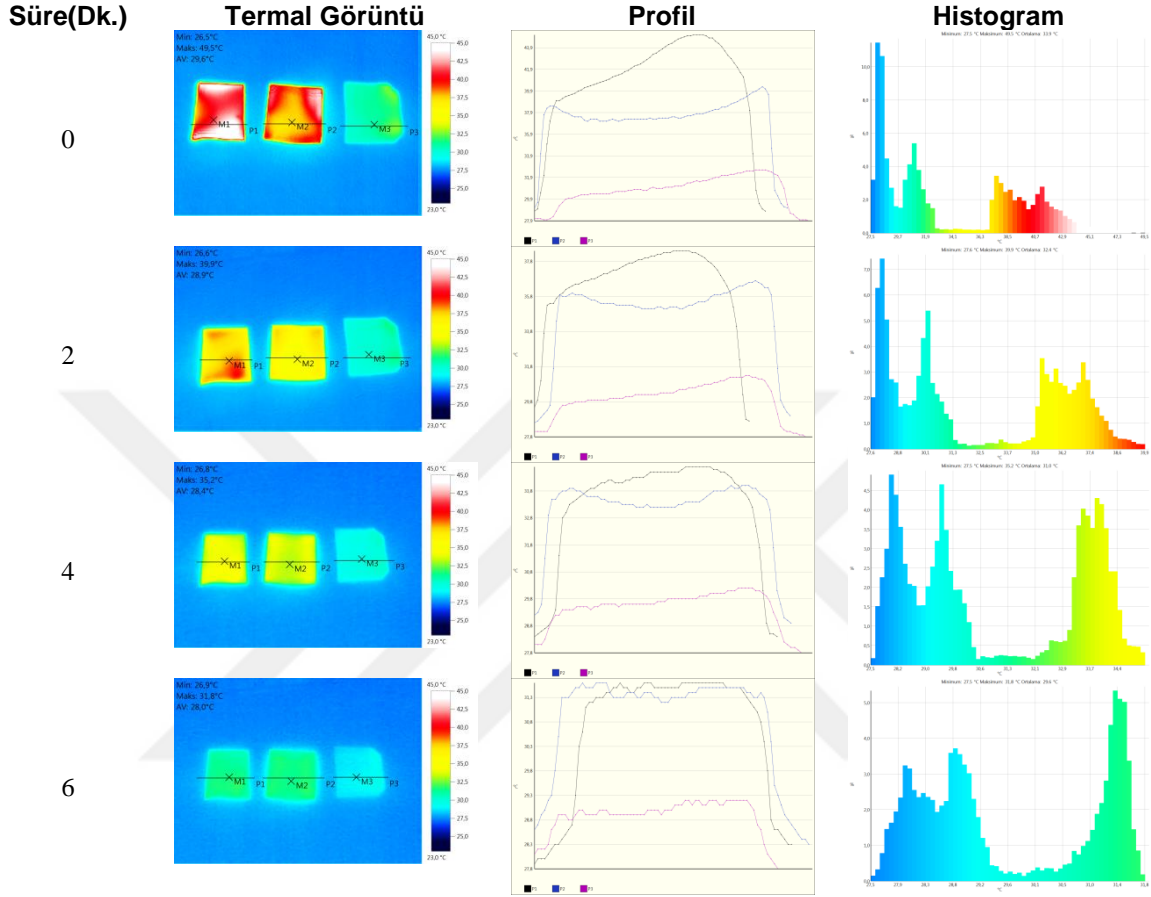
Şekil 4.26. Termal performans testi (ısınma) (R1, R2 M2)

Çizelge 4.7. R1, R2 ve M2'in sıcaklık değişimi(ısınma)

Süre(dk.)	R1(°C)	R2(°C)	M2(°C)
0	27,0	27,2	26,9
2	28,9	29,0	28,7
4	30,2	30,1	29,0
6	32,3	32,2	29,8
8	34,8	33,9	30,2
10	41,1	37,3	31,1

Şekil 4-26 ve Çizelge 4.7'den açıkça görüldüğü gibi; mikrokapsüllenmiş heptadekan içeren deri örneği mikrokapsüllenmiş heksadekan içeren deri örneğinde olduğu gibi referans deri örneklerine göre daha geç ısındığı ve ısıl kontrol sağladığı belirlenmiştir.

10 dk boyunca ısıtılmış deri parçaları oda koşullarında herhangi bir etki olmaksızın soğumaya bırakılmış ve sıcaklık değişimleri 6 dk boyunca termal kamera ile takip edilmiştir. Sonuçlar Şekil 4.27 ve Çizelge 4.8’de özetlenmiştir.



Şekil 4.27. Termal performans testi(soğuma) (R1, R2 M2)

Çizelge 4.8. R1, R2 ve M2’in sıcaklık değişimi(soğuma)

Süre(dk)	R1	R2	M2
0	41,1	37,3	31,1
2	38,2	35,1	30,1
4	34,5	33,3	29,6
6	31,5	31,4	28,9

Şekil 4-27 ve Çizelge 4.8. incelendiğinde mikrokapsüllenmiş heptadekan içeren deri örneğinin referans deri örneklerine göre sıcaklık değişiminden minimum derecede etkilendiği belirlenmiştir.

Yapılan çalışmalar sonucunda; mikrokapsülenmiş FDM'in deri parçasına eklenmesi ile ısıl kontrolü sağlayabilen deri üretiminin mümkün olacağı anlaşılmaktadır.



BÖLÜM V

SONUÇ

Deri günümüzde tekstil ve ayakkabı sektöründe önemli yer kaplamaktadır. Hem doğal bir materyal olması hem de sürekliliği açısından tercih edilmektedir. Deri materyallerde ısı konforun sağlanması kullanıcılar açısından önemlidir. Faz değiştiren maddeler (FDM) termal ısıyı gizli ısı şeklinde depolayan maddelerdir. Faz değiştiren maddeler tekstil ürünlerinde; ısı absorpsiyonu ile soğutma etkisi, ısı yayma özelliği ile ısıtma etkisi sağlayacak böylece vücutla çevre arasında ısı bariyer görevi görebilecek materyallerdir.

Bu çalışmada ısı kontrolü sağlayabilen akıllı deri üretiminde kullanılabilecek mikrokapsüllenmiş faz değiştiren madde sentezi ve karakterizasyonu yapılmıştır.

Mikrokapsülleme işlemi FDM'lerin deri materyaline temas etmemesi, homojen bir şekilde uygulanması ayrıca faz değişimi sırasında uygulama ortamından dışarı sızma yapmaması ve FDM'lerin dış etkenlerden korunması amacıyla yapılmıştır.

Çalışma kapsamında; hegzadekan, heptadekan, laurik asit ve parafin olmak üzere 4 adet FDM kullanılmıştır. FDM/MF ve FDM/RMF mikrokapsülleri tek basamaklı in-situ polimerizasyon yöntemi ile sentezlenerek ısı dayanımları ve enerji depolama kapasiteleri karşılaştırılmıştır.

Mikrokapsüllerin tekstil uygulamalarında kullanılabilmesi için yüksek ısı dayanıma sahip olmaları gerekmektedir. MF reçinesi ile mikrokapsülleme proseslerinde düzgün morfoloji ve ısı dayanım sağlaması gibi üstün özelliklere sahip iken enerji depolama kapasitesi istenen düzeyde değildir. Prosese eklenen rezorsinol ile termal dayanımı ve enerji depolama kapasitesinin artırılması hedeflenmiştir.

Üretilen mikrokapsüller incelendiğinde en iyi enerji depolama kapasitesine sahip olan hegzadekan, heptadekan, laurik asit ve parafin mikrokapsülleri RMF ile hazırlanan microH1, microHP3, microL4, microP1 mikrokapsülleridir. Erime noktaları sırasıyla

18,27°C, 20,31 °C, 42,17 °C, 36,34 °C ve enerji depolama kapasiteleri sırasıyla; 141,82 J/g, 92,17 J/g, 99,80 J/g, 103,73 J/g'dır.

Yapılan analizler ile prosese eklenen rezorsinolün mikrokapsülleme verimini arttırdığı belirlenmiştir. Örneğin en yüksek enerji depolamasına sahip olan hegzadekan mikrokapsülleri incelendiğinde; Hegzadekan/MF mikrokapsülünün ısı depolama kapasitesi 83,36 J/g; FDM içeriği %36,69 iken hegzadekan/RMF mikrokapsülünün ısı depolama kapasitesinin 141,82 J/g; FDM içeriği %62,42 olduğu belirlenmiştir. Hazırlanan FDM/MF ve FDM/RMF mikrokapsüllerinin tamamı incelendiğinde prosese rezorsinol eklenmesi hegzadekan, heptadekan ve parafinin mikrokapsülleme veriminde belirgin bir avantaj sağlarken bir yağ asidi olan laurik asitte bu etki oldukça düşüktür.

FDM'lerin mikrokapsüllemesi sırasında kullanılan rezorsinolün ve miktarının kapsülleme verimi üzerinde önemli derecede etkili olduğu anlaşılmaktadır. Mikrokapsülleme sırasında rezorsinolün prosese dahil edileceği durumlarda mutlaka kullanılacak FDM için ön denemeler yapılarak optimum oran belirlenmelidir.

Bu çalışma kapsamında üretimi hedeflenen ısı kontrolü sağlayabilen akıllı deri üretimi için; üretilen hegzadekan/RMF (erime noktası 15,22 °C; ısı depolama kapasitesi 141,82 J/g) ve heptadekan/RMF (erime noktası 20,31 °C, ısı depolama kapasitesi 92,17 J/g) mikrokapsülleri vaks yardımı ile deri materyale eklenmiş ve analiz edilmiştir. Eklenen mikrokapsüllemiş FDM'ler ile ortamdaki fazla ısının depolanması ve gerektiği zaman ortama geri verilmesi bu şekilde ısıl yönetimin sağlanması hedeflenmiştir. Deri örneklerinin ısıl performansları termal kamera ile analiz edilmiştir. Analiz sonucunda FDM içeren deri örneklerinin referans deri örneklerine göre derinin aşırı ısınmasının engellenebildiği ayrıca soğuma sırasında sıcaklık değişiminden minimum oranda etkilendiği belirlenmiştir.

Yapılan çalışmalar sonucunda; mikrokapsüllemiş FDM'in deri parçasına eklenmesi ile ısı kontrolü sağlayabilen deri üretiminin mümkün olacağı anlaşılmaktadır. İleriki çalışmalarda; mikrokapsüllemiş FDM'lerin deriye farklı metodlarla eklenmesi ayrıca deri içerisine eklenen mikrokapsüllemiş FDM'lerin arttırılması böylece ısı kontrol süresinin arttırılabilmesi hedeflenmiştir.

KAYNAKLAR

Alay, S., Alkan, C. and Göde, F., “Synthesis and characterization of poly (methyl meth acrylate)/n-hexadecane microcapsules using different cross-linkers and their application to some fabrics”, *Thermochimica Acta*, 518, 1-8, 2011.

Alkan, C., Sari, A., Karaipekli, A. and Uzun, O. ,“Preparation, characterization, and thermal properties of microencapsulated phase change material for thermal energy storage”, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 93(1), 143-147, 2009.

Barbara, P., “Driving more comfortably with phase change materials”, *Technical Textiles International*, 2, 24, 2002.

Carreira, A.S., Feixeira R.F.A. and Beinao A., “Preparation of acrylic based microcapsules using different reaction conditions for thermo-regulating textiles production”, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 93, 33-43, 2017.

Cellat, K., Beyhan, B., Paksoy, H., Karahan, O., Konuklu, Y., Dündar, C. ve Güngör, C., “Bina ısı konforunun sağlanmasında faz değıştiren madde kullanımı”, *12. Ulusal Tesisat Mühendisliği Kongresi*, İzmir, 2015.

Cireli, A. ve Sarıışık, M., “Koruyucu giysilerde termal, biyolojik, fiziksel, kimyasal test yöntemleri”, *Tekstil & Teknik, Temmuz*, (186), 120-128, 2000.

Fan, C. and Zhou, X., “Effect of emulsifier on poly (urea–formaldehyde) microencapsulation of tetrachloroethylene” *Polymer Bulletin*, 67(1), 15-27,2011

Fei, B., Lu, H., Qi, K., Shi, H., Liu, T., Li, X. and Xin, J. H., “Multi-functional microcapsules produced by aerosol reaction”, *Aerosol Science*, 39 (12), 1089-1098, 2008.

Karaszewska, A., Kaminsa, I., Nejman, A., Gajdzicki, B., Fortuniak, W., Chojnowski, J., Slomkowski, S. and Sowinski, P., “Thermal-regulation of nonwoven fabrics by microcapsules of n-eicosane coated with a polysiloxane elastomer”, *Materials, Chemistry and Physic*, 226, 204-213, 2019.

Koç, M., Sakin, M. ve Ertekin, F., “Mikroenkapsülasyon ve gıda teknolojisinde kullanımı”, *Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16, 77-86, 2010.

Konuklu, Y., “Düşük sıcaklıkta termal enerji depolamasına uygun faz değıştiren maddelerin mikrokapsüllenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Adana, s 19, 2004.

Konuklu, Y., “Mikrokapsüllenmiş faz değıştiren maddelerde termal enerji depolama ile binalarda enerji tasarrufu”, Doktora Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Adana, 2008.

Konuklu, Y. ve Paksoy, Ö. H., “Faz değıştiren maddeler ile binalarda enerji verimliliğı”, *X. Ulusal Tesisat Mühendisliğı Kongresi*, İzmir, 2011.

Konuklu, Y., Paksoy, H. O., Unal, M. and Konuklu, S., “Microencapsulation of a fatty acid with Poly (melamine–urea–formaldehyde)” *Energy Conversion and Management*, 80, 382-390, 2014

Kim, J. and Cho, G., “Thermal storage/release, durability and temperature sensing properties of thermostatic fabrics treated with octadecane-containing microcapsules” *Textile Research Journal*, 72 (12), 1093-1098, 2002.

Kim, E. Y. and Kim, H. D., “Preperation and properties of microencapsulated octadecane with waterborne polyurethane”, *Journal of Applied Polymer Science*, 96, 1596-1604, 2005.

Mondal, S., “ Phase change materials for smart textiles – an overview ”, *Applied Thermal Engineering*, 28, 11-12, 2008.

Nejman, A., Cieslak, M., Gajdzicki, B., Grabowska, B. and Karaszewska, A., “Methods of PCM microcapsules application and the thermal properties of modified knitted fabric”, *Thermochimica Acta*, 589, 158-163, 2014.

Renzi, A. I., Carfagna, C. and Persico, P. “Thermoregulated natural leather using phase change materials: An example of bioinspiration”, *Applied Thermal Engineering*, 30, 1369-1376, 2010.

Rodrigues, S. M., Martins, I. N., Fernandes, I. P., Gomes, P. B., Mata V.G., Barreiro, M.F. and Rodrigues A.E. “Microencapsulated perfumes for textile application” *Chemical Engineering Journal*, 149, 463-472, 2009.

Sanchez, P., Fernandez, M., Romero, A., Rodriguez, J. and Silva, L., “Development of thermo-regulating textiles using paraffin wax microcapsules” , *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 498, 16-21, 2010.

Sarıer, N. and Önder, E., “Thermal characteristics of polyurethane foams incorporated with phase change materials”, *Thermochimica Acta*, 454, 90-98, 2007.

Shin, Y., Yoo, D. and Son, K., “Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM)”, *II. Preperation and Application of PCM Microcapsules. Journal of Applied Polymer Science*, 2006.

URL-1, <http://www.acarchemicals.com> , 2019

URL-2, <https://www.alfa.com/en/tr/> , 2019

URL-3, <https://link.springer.com/article/10.1007/s10311-018-0726-7> , 2019

URL-4, <http://www.merckmillipore.com> , 2019

URL-5, www.pubchem.com , 2019

URL-6, <https://www.pcm-ral.org/pcm/en/pcm/pcm-application-areas/medical-applications/> , 2019

URL-7, www.sigmaaldrich.com , 2019

Wang, S. X., Li, Y., Hu, J.Y., Tokura, H. and Song, Q. W., “Effect of phase-change material on energy consumption of intelligent thermal-protective clothing, polymer testing”, 25, 580-587, 2006.

Zhang, H. and Wang, X.” Fabrication and performances of microencapsulated phase change materials based on n-octadecane core and resorcinol-modified melamine–formaldehyde Shell”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 332(2-3), 129-138, 2009

ÖZGEÇMİŞ

Fatma ERZİN 1992 yılında Niğde'nin Bor ilçesinde doğdum. İlk ve orta eğitimimi Bor Asım Eren ilkokulunda lise eğitimimi ise Bor Akın Gönen Anadolu lisesinde 2010 yılında tamamladım. Lisans eğitimime 2010 yılında Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Deri Mühendisliği bölümünde başladım ve 2014 yılında mezun oldum.

2014 yılından beri kendi şirketimiz olan Erzin Deri Sanayi ve Ticaret Ltd. Şti. de çalışmaktayım.

2016 yılında Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesin Fen Bilimleri Enstitüsünde Fizikokimya anabilim dalında yüksek lisans eğitimime Doç. Dr. Yeliz KONUKLU'nun öğrencisi olarak başladım ve 2019 yılında tamamladım.

