

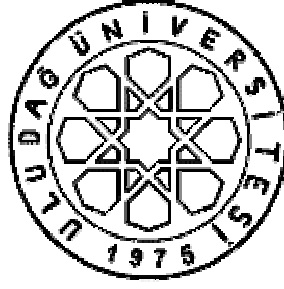
T.C.  
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**EV TEKSTİLİNDE KULLANILACAK MATERYALLERDE  
ISIL REGÜLASYON SAĞLAMAYA YÖNELİK  
MİKROKAPSÜL HAZIRLANMASI VE UYGULANMASI**

**Zeliha GÜLER**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**BURSA-2010**



T.C.  
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**EV TEKSTİLİNDE KULLANILACAK MATERYALLERDE  
ISIL REGÜLASYON SAĞLAMAYA YÖNELİK  
MİKROKAPSÜL HAZIRLANMASI VE UYGULANMASI**

**Zeliha GÜLER**

**Doç. Dr. Dilek KUT  
(Danışman)**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**BURSA-2010**

T.C.  
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

EV TEKSTİLİNDE KULLANILACAK MATERYALLERDE ISIL  
REGÜLASYON SAĞLAMAYA YÖNELİK MİKROKAPSÜL  
HAZIRLANMASI VE UYGULANMASI

Zeliha GÜLER

YÜKSEK LİSANS TEZİ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Bu Tez ..../09/2010 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Dilek KUT  
(Danışman)

Doç.Dr.H.Aksel EREN

Doç.Dr.Naciye TÜRKEL

## ÖZET

Kullandığı enerjinin önemli bir kısmını dışarıdan sağlayan ülkelerde enerjinin verimli olarak kullanılması ve böylece enerjiden tasarruf sağlanması gitgide önemli hale gelmektedir. Ayrıca enerji fiyatlarındaki artış miktarının beklenen seviyelerin üzerinde gerçekleşmesi nedeniyle enerji giderleri önemli gider kalemlerinin başlıcalarından biri olmuştur.

Enerji giderlerinin minimize edilmesi için farklı yöntemler uygulanmaktadır. Enerji tasarrufu sağlamak amacıyla en çok uygulanan ve ilk akla gelen önlem, yalıttır. Yalıtım uygulanması, hem enerji tasarrufu sağlanması hem de çevre kirliliğinin önlenmesi açısından önem taşımaktadır.

Son dönemlerde yalıttıma ek olarak, ortamda bulunan mevcut enerjiyi daha verimli kullanmak ve ortamın ısısal konforunu arttırmak amacıyla faz değıştiren maddelerin (FDM) kullanımı önem kazanmaktadır.

FDM'lerin erime ile donma/kristalleşme sırasındaki sıcaklıkları sabittir. Bu prensipten hareketle bir FDM, diğer maddelere göre daha fazla ısı absorbe eder. Ortamdaki sıcaklık artışı ile birlikte malzemenin ısı absorbe ettiği, tersi durumda ise absorbe ettiği ısıyı dış ortama verdiği görülür. Bu özellikleri nedeni ile FDM'ler ısıtma ve soğutma uygulamalarının verimliliğinin artırılmasında katkı sağlamaktadır.

Tekstil malzemelerine entegre edilen FDM'ler sadece birkaç mikrometrelik küreler (mikro-kapsüller) içine yerleştirilmişlerdir. Böylece, FDM'in kullanımı kolaylaşırken ısı transferi açısından daha uygun bir ortam oluşmaktadır.

Bu çalışmada, mikrokapsüllenmiş FDM'ler, ev tekstili amaçlı kullanılacak perdelik ve döşemelik kumaşlara uygulanarak, ortamın ısıtma-soğutma yükünün azaltılması hedeflenmektedir.

**Anahtar Kelimeler:** Isıl regülasyon, kompleks koaservasyon yöntemi, FDM'ler, mikrokapsülasyon, ev tekstili.

## ABSTRACT

It becomes more important subject to provide occupation from energy for the countries which provides the most of their energy from foreign countries. Because of the amount of increase of the energy prices are over the expected degrees, the energy costs become one of the most important expenses.

The different methods are used to minimize the energy expenses. The most using method to get energy occupation is isolation. Applying of isolation is important to occupy energy and also to prevent the environment pollution.

Nowadays in addition to isolation, using the energy more productive and using phase change materials (FDM) for raising ambient thermal comfort gain importance.

Temperature of phase-change materials (FDMs) is stable during the melting and solidification. Accordingly, a FDM absorbs more energy than the other materials. While atmosphere temperature is rising constantly the material absorbs heat, otherwise if the temperature decreases continuously, the material diffuses the heat. Therefore FDMs help to increase the efficiency of heating and cooling applications.

FDMs which are integrated to textile materials, are placed in a few micrometer corpuscle (microcapsules). Thus using of FDMs get easier and in terms of heat transfer, more convenient atmosphere is constituted.

In this study, reducing of heating and cooling load is aimed by applying the microencapsulated phase change materials to curtain and furnishing fabrics.

**Keywords:** Thermoregulation, complex coacervation methods, phase change materials, microencapsulation, home textiles.

**İÇİNDEKİLER**

	<b>Sayfa</b>
TEZ ONAY SAYFASI	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
İÇİNDEKİLER	v
KISALTMALAR DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
SİMGELER DİZİNİ	xii
GİRİŞ	1
<b>1. KAYNAK ARAŞTIRMASI</b>	<b>3</b>
1.1. FDM'ler ve Mikrokapsülleme Yöntemleri	3
1.1.1. Gizli ısı	3
1.1.2. Faz deęiřtiren maddeler	4
1.1.2.1. Tuz hidratları	7
1.1.2.2. Parafinler	8
1.1.2.3. Yaę asitleri	9
1.1.3. FDM seęiminde ölçütler	10
1.1.3.1 FDM'lerde ısıl iletkenlik	11
1.1.4. Mikrokapsülleme yöntemi	12
1.1.5. Mikrokapsül hazırlama yöntemleri	16
1.1.5.1. Kimyasal yöntemler	16
1.1.5.1.1. Arayüzey polimerizasyonu metodu	16

1.1.5.1.2. İn-situ polimerizasyonu	17
1.1.5.2. Fiziksel yöntemler	17
1.1.5.2.1. Faz ayrımı (koaservasyon) yöntemi	17
1.1.5.3. Mekanik yöntemler	19
1.1.5.3.1. Sprey kurutma metodu	19
1.1.6. Mikrokapsülleme ile elde edilen diğer özellikler	20
1.1.6.1. Koku ve kozmetikler	20
1.1.6.2. Güç tutuşurluk uygulamaları	20
1.1.6.3. Böcek kovucu maddeler	20
1.1.7. Mikrokapsüllemeye en çok kullanılan kabuk ve çekirdek malzemeler	20
1.1.8. Mikrokapsüllerin tekstil yüzeyine uygulanması	21
1.2. Literatür Araştırması	21
<b>2. MATERYAL VE YÖNTEM</b>	<b>34</b>
2.1. Materyal	34
2.1.1. Kabuk materyal	34
2.1.2. Çapraz bağlayıcılar	36
2.1.3. Çekirdek materyal	36
2.1.4. Yağ asidi karışımlarının hazırlanması (Ötektik karışım)	37
2.1.5. Polyester kumaş	38
2.2. Yöntem	39
2.2.1. Mikrokapsül yapımı	39
2.2.1.1. Koaservasyon işlemi	39
2.2.2. Elde edilen mikro FDM'lerle yapılan testler	43
2.2.2.1. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)	43
2.2.2.2 FDM'lerin termofiziksel özelliklerinin belirlenmesi (DSC)	46
2.2.2.3. FTIR Kullanarak Kimyasal Kararlılığı Belirleme Metodu	47
2.2.2.4. Mikrokapsüllerin kumaşa aktarılması	49

<b>3. ARAŒTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŒMA</b>	<b>51</b>
3.1. SEM Test Sonuçları ve Görüntüleri	51
3.2. DSC Analizleri	56
3.3. FT-IR Analizleri	59
3.4. FDM’de Depolanan Enerji (Gizli Isı)	62
3.5. Kabin Testleri	64
<b>4. SONUÇ</b>	<b>67</b>
KAYNAKLAR	73
ÖZGEÇMİŒ	79
TEŒEKKÜR	80
EKLER	81



**KISALTMALAR DİZİNİ**

AG	: Arap Zamkı
CA	: Kaprik Asit
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
FDM	: Faz Deęiřtiren Maddeler
FTIR	: Fourier Dönüřümlü IR Spektroskopi
GE	: Jelatin
PA	: Palmitik Asit
PES	: Polyester
PL	: Palmitik-Laurik Asit
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SR	: Stearik-Miristik Asit
TED	: Termal Enerji Depolama

**ÇİZELGELER DİZİNİ**

	<b>Sayfa</b>
Çizelge 1.1. Giyim ve meşruşat kumaşlarının tipik termal direnç değerleri	6
Çizelge 1.2. FDM Olarak Kullanılabilen Bazı Tuz Hidratları	7
Çizelge 1.3. Parafin esaslı FDM'ler ve ısı özellikleri	8
Çizelge 1.4. Bazı Parafin Olmayan Organik Maddelerin Özellikleri	9
Çizelge 1.5. Hindistan Cevizi Yağ asitleri için toksisite değerleri	9
Çizelge 1.6. Isı Depolama İçin Organik ve İnorganik Maddelerin Kıyaslanması	10
Çizelge 1.7. Uygulamada Kullanılacak FDM'lerin Taşınması Gereken Özellikler	11
Çizelge 1.8. Çeşitli fiziksel ve kimyasal mikrokapsülleme teknikleri	17
Çizelge 1.9. Yağ Asidi Karışımları 1	23
Çizelge 1.10. Yağ Asidi Karışımları 2	23
Çizelge 1.11. Yapı malzemesi içerisindeki FDM'lerin termofiziksel özellikleri	24
Çizelge 1.12. Koaservasyon ve sprey kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin enerji depolama ve geri kazanma kapasitesi	25
Çizelge 2.1. Kaprik Asit ve Palmitik Asidin Kimyasal Özellikleri	38
Çizelge 2.2. Mikrokapsül Uygulamasında Kullanılan Kumaşın Özellikleri	38
Çizelge 2.3. SEM Özellikleri	45
Çizelge 2.4. DSC'nin teknik özellikleri	47
Çizelge 2.5. DSC'nin örnek özellikleri	47
Çizelge 2.6. Nicolet 6700 Performans Özellikleri	48
Çizelge 3.1. İlk örneğin erime sıcaklığı ve erime entalpisi	56
Çizelge 3.2. İkinci örneğin erime sıcaklığı ve erime entalpisi	57
Çizelge 3.3. 500 kgm <sup>3</sup> yoğunlukta paketlenmiş lif kitlesinin ısı iletkenliği	63

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<b>Sayfa</b>
Şekil 1.1. Enerji depolamada kullanılan malzemeler	3
Şekil 1.2. FDM'lerin Sınıflandırılması	6
Şekil 1.3. FDM'ler	11
Şekil 1.4. Mikrokapsül sınır boyutlarının şematik gösterimi	12
Şekil 1.5. Farklı türdeki mikrokapsüllerin yapıları	13
Şekil 1.6. FDM içeren mikrokapsüllerin lif içerisinde tekstil materyaline Uygulanmaları	14
Şekil 1.7. Kapsüllenmiş FDM'lerin Çalışma Tekniği	15
Şekil 1.8. FDM teknolojili Kumaş	15
Şekil 1.9. Mikrokapsüllenmiş FDM'nin çevre ile etkileşimi	16
Şekil 1.10. Isıl döngü sonrası kapsülde gözlenen değişim (SEM görüntüleri)	26
Şekil 1.11. Mikrokapsüllerin Tekstil Materyali Üzerindeki Konumu	29
Şekil 2.1. Toz Jelatin	34
Şekil 2.2. Jelatinin kimyasal yapısı (kompleks koaservasyon boyunca polimerizasyondan sorumlu gruplar yuvarlak içindedir)	34
Şekil 2.3. Arap Zamkı	35
Şekil 2.4. Arap zamkını formalize eden D-galaktoz, L-arabinoz, Üronik asit, L-rhamnoz, D-glukoronik asit	35
Şekil 2.5. Palmitik asit	36
Şekil 2.6. Kaprik asit	36
Şekil 2.7. Polyesterin Kimyasal Formülü	38
Şekil 2.8. Koaservasyon İşleminin Gerçekleştiği Reaktör	39
Şekil 2.9. a) Mikrokapsüllenmiş toz halde FDM'lerin SEM görüntüsü için hazırlanmış numuneleri (kaplama öncesi) b) Kaplama sonrası	44
Şekil 2.10. SEM Numune Kaplama Cihazı	45
Şekil 2.11. SEM Cihazı	45
Şekil 2.12. Perkin Elmer, Diamond DSC	46
Şekil 2.13. FTIR, Nicolet 6700, Thermo Scientific	48
Şekil 2.14. Fulara Aplikasyonu Numune Cihazı	49
Şekil 2.15. Numune Kumaş Kurutucu	50
Şekil 3.1. Kapsüllerin stereo mikroskoptan elde edilen görüntüsü	51
Şekil 3.2. Kapsüllerin stereo mikroskoptan elde edilen görüntüsü-2	52
Şekil 3.3. Jel-Kapsüllerin stereo mikroskopta üstten aydınlatılmış görüntüsü	53
Şekil 3.4. FDM 13 kodlu numunenin SEM görüntüsü	53
Şekil 3.5. FDM 11 kodlu numunenin SEM görüntüsü	54
Şekil 3.6. Mikrokapsül uygulanmış kumaşın SEM görüntüsü (K)( % 100 PES kumaş)	55
Şekil 3.7. DSC ısıtma, soğutma, ısıtma eğrileri, örnek 1	56
Şekil 3.8. DSC ısıtma, soğutma, ısıtma eğrileri, örnek 2	57
Şekil 3.9. İki örneğin DSC eğrilerinin kıyaslanması, ısıtma, soğutma, ısıtma	

Eğrileri	58
Şekil 3.10. FDM 11'nin FT-IR Analizi	59
Şekil 3.11. FDM 11'nin ATR Analizi	59
Şekil 3.12. FDM 13'nin FT-IR Analizi	60
Şekil 3.13. FDM 13'nin ATR Analizi	60
Şekil 3.14. Simule Odacık	62
Şekil 3.15. Simule Oda Sıcaklığının Zamanla Değişimi (İşlem Görmemiş Kumaşlar)	64
Şekil 3.16. Simule Oda Sıcaklığının Zamanla Değişimi (İşlem Görmüş Kumaşlar)	65

**SİMGELER DİZİNİ**

$C_p$	: Özgül Isı
$C_{V \text{ hava}}$	: Havanın Özgül Isısı
$J$	: Joule
$kJ$	: kilo Joule
$m$	: Kütle
$m_{\text{hava}}$	: Hava miktarı (odanın hacmi)
$Q$	: Enerji
$Q_{\text{FDM}}$	: FDM'lerin alacağı/vereceği ısı miktarı
$Q_{\text{hava}}$	: Ortamın ısısı
$Q_{\text{depo}}$	: Depolanan Isı
$T$	: Sıcaklık
$T_{\text{ilk}}$	: İlk Sıcaklık
$T_{\text{son}}$	: Son Sıcaklık

## GİRİŞ

Günümüzde kullanılan enerji kaynaklarının en önemli sorunlarından biri yenilenebilir olmaması ve yakın bir gelecekte tükenerek olmasındır. Geçmişte yaşanan enerji krizleri gelecek konusunda kaygılanmanın haklılığını göstermektedir. Bu nedenle bütün dünya enerji sorununa çözüm getirme çabası içine girmiştir. Enerji politikalarını, gelecek için çözüm yollarını ve bunları gerçekleştirme imkânlarını hazırlamayan toplumlar geleceğin güç dengeleri içinde kendilerine saygın bir yer edinemeyecektir.

Artan nüfus, şehirleşme ve endüstrileşme enerji gereksiniminin daha da artmasına neden olmaktadır. Özellikle Türkiye gibi enerji gereksinimi gittikçe artan, ancak yerli kaynakları bu ihtiyacı karşılayamayacak olan ülkelerde enerjinin ithal edilmesi gerekmektedir. Enerji açısından öylesine kritik bir dönemden geçilmektedir ki en küçüğünden en büyüğüne bütün katkılara ihtiyaç vardır. Enerji üretim ve tüketimindeki bu tablo araştırmacıları ekonomik, temiz ve çevreyle dost olan yeni ve yenilenebilir enerji kaynaklarını bulmaya itmektedir. Bu nedenlerden dolayı, enerji kaynaklarının ve enerjinin verimli bir şekilde kullanımı ve yenilenebilir enerji kaynakları konusuna olan ilgi her geçen gün artmaktadır. Enerji tasarrufunun ve verimliliğinin artırılması, yeni enerji kaynaklarının devreye sokulmasından daha ekonomiktir (Yılmaz 2005).

Enerji tüketimimizin % 35-40'ının binalarda tüketilmesi ve bu oranın % 85'inin ısıtmada kullanılması, yapılarda bina yalıtımına gereken önemin verilmeyişinden kaynaklanmaktadır (Zhang ve ark. 2006). Binalarda yapılan ısı yalıtımı, kışın soğuktan yazın ise sıcaktan korunmayı amaçlamaktadır. Yapılan ısı yalıtımı ile yaşam standartları artmakta ve ülkemiz için çok önemli bir konu olan enerji tasarrufunu sağlamaktadır. Yapıların iç ortam sıcaklığı, gerek ısıtma ve havalandırma, gerekse iklimlendirme ve klimada, önemli konfor koşullarından biridir. Isı yalıtımını gerekli yapan nedenler:

- Yaz veya kış iklim şartlarında, gerekli konfor şartlarını sağlamak,

- Gerek klima ve havalandırmada, gerekse ısıtmada, yakıt ve enerji giderlerini azaltmak ve masrafları en aza indirmek,
- Azalan ısı kazancı veya ısı kayıpları ile daha düşük kapasiteli soğutma veya ısıtma cihazları kullanarak, enerji masraflarını azaltmak,
- Fosil enerji kaynaklarının tüketiminin azaltılmasıyla, atmosferdeki CO<sub>2</sub> ve metan emisyonlarını düşürerek, ekstrem iklim değişikliklerini önlemek ve doğadaki ekolojik dengeyi korumak.

Ortamda bulunan mevcut enerjiyi daha verimli kullanmak ve ortamın ısısal konforunu arttırmak amacıyla FDM'lerin (faz değıştiren maddeler) kullanımı önem kazanmaktadır ve kısa süreli enerji depolamalarda FDM kullanımı oldukça yaygındır. FDM'ler doğrudan veya kapsüllenmiş halde kullanılabilirler.

Bu çalışmada, mikrokapsüllenmiş FDM'ler, ev tekstili amaçlı kullanılacak perdelik ve döşemelik kumaşlara uygulanarak, ortamın ısıtma-soğutma yükünün azaltılması hedeflenmiştir. Bu tip tekstiller, sıcaklığın daha kararlı olduğu bir ortama göre, sıcaklığın çabuk değıştiği ortam şartlarında daha faydalı olmaktadır. Salıverilen enerji çabuk soğurulmazsa veya soğurulan enerji çabuk salıverilmezse, tekstil sıcaklık düzenleme işlevini kaybeder. Tekstilde daha fazla FDM'nin bulunması, sıcaklık düzenleme süresinin daha uzun olacağını ifade eder.

Tezin amacını gerçekleştirmek için doğal FDM geliştirilmiş, ısı özellikleri belirlenmiş ve tekstil ürünlerinde FDM kullanımı uygulamalı olarak denenmiştir. FDM kapsüllenmesindeki amaç maddenin kapsül içinde hapsolarak faz değişimini kapsül içerisinde gerçekleştirmesidir. Böylece FDM'in kullanımı kolaylaşırken ısı transferi açısından yüzey alanı artacağından daha elverişli bir ortam oluşmaktadır.

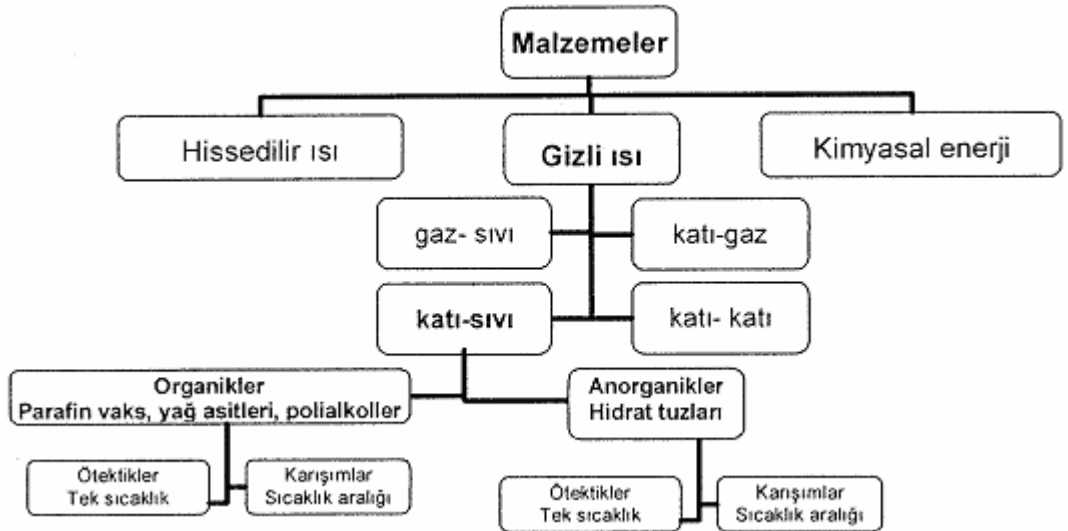
## 1. KAYNAK ARAŞTIRMASI

### 1.1. FDM'ler ve Mikrokapsülleme Yöntemleri

#### 1.1.1. Gizli ısı

Maddenin faz deęişimi sırasında aldığı ya da saldıđı ısıdır. Gizli ısı depolama yöntemleri kısaca sabit bir sıcaklık aralığında eriyen ve donan maddelerin erime gizli ısılarına ısı depolama için başvurulması teknikleridir.

Depolama katı-sıvı, katı-katı, sıvı-buhar ve buhar-katı dönüşümleri kullanılarak gerçekleştirilebilir. FDM'ler termal enerjiyi gizli ısı şeklinde depolayan maddelerdir. Isı depolama materyalinin iç enerjisinin önemli oranda deęişmesi, bu materyalin faz deęiştirmesine neden olur. Uygun sıcaklık sınırlarında, depolama materyalinin faz deęiştirmesi ile ortaya çıkan gizli ısı depolanabilir. Isı depolama amacıyla, belirli sıcaklıklarda faz deęişimlerine uğrayan ve gizli ısı deęerleri yüksek olan materyallerden yararlanılır.



Şekil 1.1. Enerji depolamada kullanılan malzemeler



Katı-sıvı faz deęişiminde, dięer faz deęişimlerine oranla daha az hacim deęişimi gerçekleşir. Uygulamada hacimsel enerji depolama kapasitesi yüksek olduğundan sadece katı-sıvı veya kristalleşme ısısı yüksek olan katı-katı faz deęişimleri pratik öneme sahiptir. Bir FDM, katı ve sıvı fazlar arasında tekrarlı bir dönüşüm yapabilir. FDM'ler gizli ve/ veya özgül ısı kapasitesi yüksek malzemelerdir. Bu yüzden tekstil alanında ısıl düzenleme uygulamaları için tercih edilirler. Erime entalpileri 150-220 kJ/kg arasında deęişir. Günümüzde sentetik veya doğal olarak bilinen beş yüzden fazla FDM vardır. Bu malzemeler faz deęiştirme sıcaklıkları veya ısıl kapasiteleri yönünden farklılıklar gösterirler.

### **1.1.2. Faz deęiştiren maddeler**

Isıtma ve soęutma uygulamalarının verimliliğinin arttırılmasında FDM'lerin ısıl düzenleyici özelliğinden yararlanılmaktadır. FDM'ler son derece geniş bir uygulama yelpazesi içersinde kolaylıkla deęerlendirilebilmektedirler (Dimaano ve ark. 2002). FDM'ler, belirli sıcaklık aralıklarında fazlarını deęiştirme yeteneğine sahip maddelerdir. Bu maddeler içinde buldukları ortamın sıcaklığı faz deęişim sıcaklığının üzerine çıktığında, çevreden ısı alırken (gizli ısı), soęuma esnasında bu ısıyı tekrar çevreye yaymaktadırlar. Bu sayede FDM'ler içinde buldukları ortamda sıcaklığın dalgalanmasını düzenleyerek konfor sağlamaktadır.

FDM'nin erime ile donma/kristalleşme sırasında sıcaklıkları sabittir. Bu prensipten hareketle bir FDM, dięer malzemelere nazaran daha fazla ısı absorbe eder. FDM'ler yenilenebilir enerji kaynakları içersinde en popüler olanlardandır. FDM'ler, binalarda, elektronik aygıtlarda, güneş enerjisi ile çalışan çeşitli sistemlerde ve tekstil ürünlerinde ısı yönetiminde kullanılmaktadır.

FDM'ler hem ısıtma hem de soęutma sistemlerinde uygulanabilir. FDM'lerin sabit sıcaklıkta faz deęiştirmeleri ısı depolama ve geri kazanma için uygundur. FDM ısınmaya başladığında pek çok malzeme gibi sıcaklığı yükselir. Erime noktasına ulaştığında, büyük miktarda ısı soęururken sıcaklığı sabit kalır. Ortam sıcaklığı düştüğünde ise FDM katılaşıırken çevreye soęurduğu ısıyı salar. Böylece ortam sıcaklığının belirli bir aralıkta sabit kalmasını sağlar. FDM'lerle, sınırlı süre de olsa

kendi kendini ısıtan ve soğutan tekstil ürünleri yapılmaktadır.

Faz değişim teknolojisinin kullanımı 1970'lı yıllarda, NASA (National Aeronautics and Space Administration) tarafından yürütülen bir araştırma programına dayanmaktadır. Bu programdaki asıl amaç, astronot giysilerine uzaydaki aşırı sıcaklık dalgalanmalarına karşı termal koruma etkinliğinin kazandırılmasıdır. İlk kez NASA tarafından uzay giysiliklerinde denenilen FDM'ler, daha sonra hem bazı firmalar tarafından ticari amaçla tekstil ürünleri geliştirme çabalarında kullanılmaya başlanmış hem de çeşitli bilimsel gruplar FDM'lerin tekstillerde uygulama alanlarını araştırmaya ve genişletmeye yönelmişlerdir (Alkan ve ark. 2009).

Dinamik ısı depolama ya da sıcaklık düzenleme işlevli fonksiyonel tekstiller adı verilen tekstillerin araştırılması, üretimi ve kullanılması 1980'lerden beri giderek daha fazla dikkat çekmektedir. 1994 yılında faz değişimi teknolojisi ile ilk örnek kumaşlar üretilmiştir. Almanya'daki Teknik Tekstil fuarında 1995 yılında faz değişimi teknolojisi tekstil endüstrisine tanıtılmıştır. 1997'de ilk ticari Outlast ürünü olan eldivenler ve ayakkabılar kullanıcılara sunulmuştur. 1998 yılında ceket, çorap ve iç giyimde faz değişimi teknolojisi kullanılmaya başlanmıştır. Bu noktadan hareketle ortaya çıkan FDM ile birleştirilmiş tekstil ürünleri günümüzde artık tekstil endüstrisiyle ilgili pazarlarda yer bulmaya başlamıştır. Eldiven, ayakkabı ve yatak takımlarında faz değişimi teknolojisi etkin bir şekilde kullanılmaktadır (Dai ve Shen 2006).

Isı depolayan ve sıcaklık düzenleyen tekstillerin uygulama alanlarından bazıları:

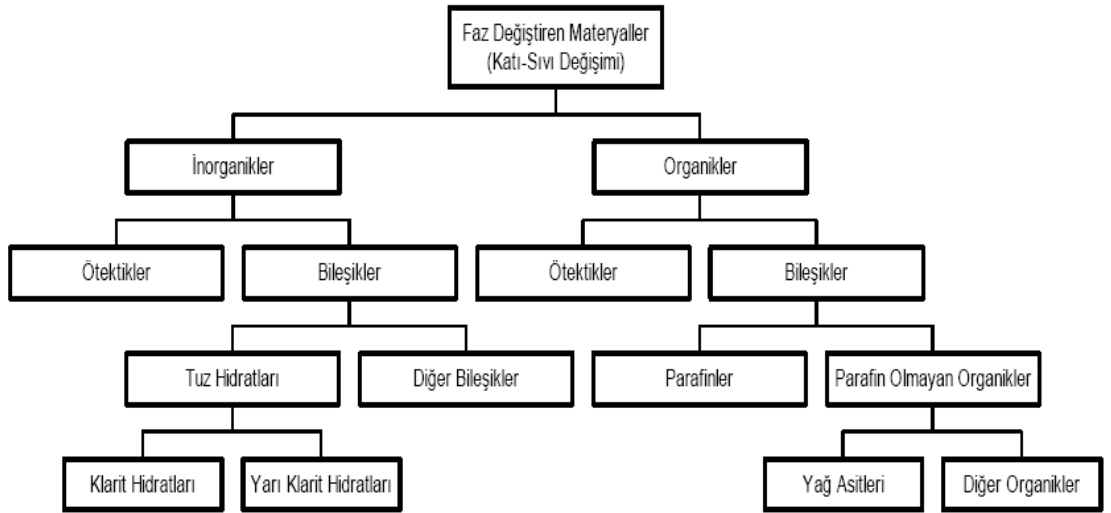
- Günlük giyimde yüz veya astar kumaşı,
- Termal iç giysi, ceket, spor giysileri ve dağ giysileri
- Profesyonel giyimde itfaiye üniformaları, uzay giysileri, askeri giysiler,
- Çok sıcak veya çok soğuğa karşı koruma yapabilecek özel eldivenler
- Perde ve yatak setleri, uyku tulumları
- Otomotiv iç döşemeleri
- Dağ botları, ayakkabı malzemesi ve golf ayakkabıları
- Zirai amaçlı tekstiller, jeotekstiller, tıbbi malzemele

**Çizelge 1.1.** Giyim ve mefruşat kumaşlarının tipik termal direnç değerleri

Kumaş Tipi	Termal Direnç Değerleri (tog)
Kazaklar	1.0
Hahılar	2.0
Perdelikler	0.2
Çarşafıklar	0.2
Battaniyeler	1.0
Yorganlar	10.0

**KAYNAK:** ÖNDER, E., SARIER, N. 2006. Sıcaklık Düzenleme İşlevi Olan Akıllı Tekstil Ürünlerinin Tasarımı. TÜBİTAK Projesi. No: MİSAG-238. İstanbul. 113 s.

FDM'lerin kumaşa uygulanması, kumaş sisteminin pasif yalıtım etkisinin yanı sıra aktif ısı yalıtımını sağlamış olur. Sıcaklık değişimlerine karşı tampon etkisi yapan FDM'lerin tekstil ürünlerine yönelik kullanımı, ortam koşullarında meydana gelen değişiklikleri en aza indirme amaçlıdır.

**Şekil 1.2.** FDM'lerin Sınıflandırılması

**KAYNAK:** MAZMAN, M. 2006. Gizli Isı Depolaması ve Uygulamaları. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, hem tekstil sektörü hem de diğer güneş kaynaklı ısı enerji depolayıcı ürünlerde, organik FDMler içerisinde en çok parafin ve yağ asitlerinin kullanıldığı görülmektedir. Tekstil ve giysi üretiminde kullanılan FDM'lerin erime sıcaklıkları, 20–40 °C arasındadır. Erime noktası 20–40°C aralığında olan pek çok FDM'ler tekstil alanında kullanılmaları uygun olmasına rağmen, parafinler ve yağ asitleri özellikle ucuz ve toksik etki içermemeleri nedeniyle tercih edilmektedir. Dinamik ısı yönetimi gereken sıcaklık aralığına göre FDM seçimi yapılabileceği gibi, iki ya da daha fazla FDM'nin belirli oranda karışımı kullanılarak sistem sıcaklığı daha geniş bir aralıkta kararlı hale getirilebilir (Farid ve ark. 2004).

Tekstille ilgili çalışmalarda, organik FDM'ler tercih edilmiştir. Çeşitli FDM'ler genel hatlarıyla şu şekilde incelenebilir:

- Tuz hidratları
- Parafinler
- Parafin olmayan organikler ve bunların ötektikleri

### 1.1.2.1 Tuz hidratları

İnorganik FDM'ler yani hidrat tuzları, termal enerji depolamada, yüksek hacimli depolama yoğunlukları, parafin vakslara oranla daha yüksek termal iletkenlikleri nedeniyle avantajlıdır. En önemli özellikleri:

- Ergime gizli ısılarının yüksek olması
- Ergime – donma sonucunda hacim değişiminin az olması

**Çizelge 1.2.** FDM Olarak Kullanılabilen Bazı Tuz Hidratları

Tuz Hidratları	Ergime Sıcaklığı	Ergime ısısı	Yoğunluk (kg/dm <sup>3</sup> )	Özgül ısı
CaCl <sub>2</sub> . 6H <sub>2</sub> O	29,7	171	1,710	1,45
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . 10H <sub>2</sub> O	32,4	254	1,485	1,93
Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . 5H <sub>2</sub> O	48,0	201	1,730	1,46
NaHPO <sub>4</sub> . 12H <sub>2</sub> O	35,0	281	1,520	1,70
Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . 6H <sub>2</sub> O	36,4	147	2,065	1,34
Ba(OH) <sub>2</sub> . 8H <sub>2</sub> O	78,0	267	2,180	1,17
MgCl <sub>2</sub> . 8H <sub>2</sub> O	116,0	165	1,570	1,72

### 1.1.2.2. Parafinler

Organik FDM'lerden parafinler, petrol türevleri olup, genel olarak  $C_nH_{2n+1}$  şeklinde belirtilen ve "alkan" olarak adlandırılan önemli bir bileşen içerirler. Çoğunlukla düz zincirli alkanların bir karışımı olup, ucuz ve kolay üretilirler.

Yaygın olarak bulunan oktadekan ( $C_{18}H_{38}$ ) gibi saf parafinler sadece alkanları içerir. Alkanların erime noktası karbon sayısının artmasıyla artar. Isı depolama ve düzenlemede en önemli FDM olarak bilinirler. Isı depolama ve düzenleme işlevi olan tekstillerde FDM olarak kullanılan parafinlerin karbon sayısı  $n=16-21$  aralığındadır. (Dai ve Shen 2006). Bazı önemli üstünlükleri şöyle sıralanabilir:

- Maliyeti düşük ve bol miktarda mevcuttur,
- Korozif ve toksik etkili değildir,
- Ergime noktası sınırları geniştir,
- Ergime gizli ısıları yüksektir,
- Hızlı bir şekilde faz değiştirirler,
- Kimyasal olarak kararlıdır,
- Yoğunlukları düşüktür,
- Kötü kokmazlar,
- Kendi kendilerine kristalleşebilirler.

**Çizelge 1.3.** Parafin esaslı FDM'ler ve ısıl özellikleri

Madde	Kimyasal Formülü	Erime Sıcaklığı ( $T_m$ °C)	Katılma Sıcaklığı ( $T_c$ °C)	Entalpi (J/g)
n-hekzadekan	$C_{16}H_{34}$	18,2	16,2	237,05
n-heptadekan	$C_{17}H_{36}$	22,5	21,5	213,81
n-oktadekan	$C_{18}H_{38}$	28,2	25,4	244,02
n-nanodekan	$C_{19}H_{40}$	32,1	29,0	222,0
n-eikosan	$C_{20}H_{42}$	36,1	30,6	246,34
n-henekosan	$C_{21}H_{44}$	40,5	-	199,86

### 1.1.2.3. Yağ asitleri

Yine organik FDM olarak bilinen yağ asitleri (kaprik, laurik, palmitik ve stearik asitler) ve ikili ötektik karışımları, daha çok belli alanların ısıtılması uygulamalarında gizli ısı enerjisi depolama amacıyla kullanılmaktadır. Yağ asitlerinin erime sıcaklık aralıkları 30-60 C dir ve gizli ısı değerleri 153 kJ/kg ile 182 kJ/kg arasındadır. Yağ asitleri, parafin ve inorganik tuz hidratlarına alternatif olarak kullanılan biomateryallerdir (Kauranen 1991).

Son yıllarda yağ asitleri birçok araştırmada FDM olarak kullanılmıştır. Yağ asitleinin çoğu oda sıcaklığı veya altında erime aralığına sahiptir ve birbirleriyle kolaylıkla karışabilirler. Ayrıca ucuz, termal özellikleri iyi ve güvenilirlerdir. Bu konudaki çalışmalar daha çok yağ asitlerinin FDM olarak kullanılabilirliği ve karışımlarıyla bu karışımların ötektik noktalarının belirlenmesi üzerinde yoğunlaşmıştır.

**Çizelge 1.4.** Bazı Parafin Olmayan Organik Maddelerin Özellikleri

Yağ Asidi	Ergime sıcaklığı (°C)	Ergime Isısı (kJ/kg)	Yoğunluk (kg/dm <sup>3</sup> )	Özgül Isı (kJ/kgK)	Isı İletimi (W/mK)
Kaprik Asit	31,5	153	0,886	-	0,149
Laurik Asit	42-44	178	0,870	1,6	0,147
Palmitik Asit	63	187	0,847	-	0,165
Stearik Asit	70	203	0,941	2,35	0,172

Yağ asitleri yenilenebilir ergime ve donma özelliklerine ve çok az veya hiç aşırı soğuma olmadan donma özelliğine sahip olduklarından FDM olarak uygun özelliklere sahiptirler. En önemli olumsuzlukları maliyetlerinin parafinlerden 2–2,5 kez daha yüksek olmasıdır. Bu çalışmada kullanılan hindistan yağ asidi kaprik asit ve palmitik asidin ötektik karışımı olup ticari bir üründür. Erime noktası 25–27 C dir.

**Çizelge 1.5.** Hindistan Cevizi Yağ asitleri için toksisite değerleri

IRIS	Tümleşik Risk Bilişimi	0
ITER	Uluslararası Toksikite Risk Tahminleri	0
GENETOX	Genetik Toksikoloji Verileri	0
CCRIS	Kimyasal Kanserojen Bilişimi	0
TRI	Zehir Salınımı Envanteri	0
TOXMAP	Çevre Sağlığı e-Maps	0

Ötektik karışımların kullanılmasının sebebi kendi başına erime aralığı gereksinim duyulan bölgenin dışında olan maddelerin erime aralıklarını (ergime ısısında kabul edilebilir bir düşüş olduğu sürece) FDM olarak kullanılabilir bir bölgeye getirmektir.

### 1.1.3. FDM seçiminde ölçütler

0–120 C sıcaklık aralığında yüksek ergime ısıyla ergiyen çok sayıda organik ve inorganik materyal bulunmaktadır. Bu materyallerden gizli ısı depolama amacıyla yararlanılabilmesi için termodinamik, kinetik ve kimyasal yönlerden belirli özelliklerin bulunması gerekir. Ayrıca maliyet ve çok miktarda bulunabilirlik dikkate alınmalıdır (Hawlder ve Uddin 2002).

Kullanılacak her materyalin termo-fiziksel özelliklerinin belirlenmesi için laboratuvar testlerinden geçirilmesi gerekir. Laboratuvar testlerinde materyalin termo-fiziksel özellikleri (ergime sıcaklığı, entalpi, özgül ısı, ısı iletkenlik) ve ısı depolama açısından diğer özellikleri (tekrarlanan ısıtma soğutma çevriminde materyal özelliklerinin kararlılığı, aşırı ısınma ve soğuması) belirlenir.

**Çizelge 1.6.** Isı Depolama İçin Organik ve İnorganik Maddelerin Kıyaslanması

	Organikler	İnorganikler
Avantaj	Korozif değil Düşük yada hiç aşırı soğuma Kimyasal ve ısı kararlı	Yüksek ergime ısı
Dezavantaj	Düşük ergime ısı Düşük ısı iletkenlik Yanıcılık	Aşırı soğuma Koroziflik Faz ayrışması Kimyasal kararsızlık

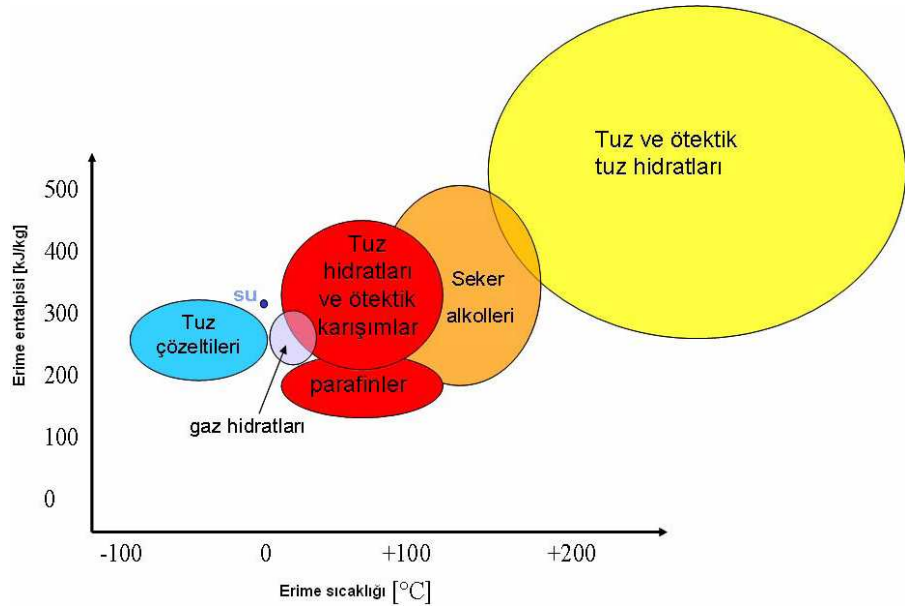
FDM'lerin ergime ve donma ısılarının belirlenmesi için başlıca iki ölçme tekniğinden yararlanır. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile belirlenen termogramlar incelenerek örnek materyalin ergime ve donması süresince faz değiştirme sıcaklıkları, ergime ve donma ısıları ve sıcaklığa bağlı olarak özgül ısı değişimine ilişkin belirli değerler saptanır.

**Çizelge 1.7.** Uygulamada Kullanılacak FDM'lerin Taşınması Gereken Özellikler

Termal Özellikler	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Uygun faz dönüşüm sıcaklığı</li> <li>➤ Yüksek ergime gizli ısısı</li> <li>➤ İyi ısı transferi</li> </ul>
Fiziksel özellikler	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Uygun faz dengesi</li> <li>➤ Düşük buhar basıncı</li> <li>➤ Düşük hacim değişimi</li> <li>➤ Yüksek yoğunluk</li> </ul>
Kinetik Özellikler	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Aşırı soğuma göstermeme</li> <li>➤ Yeterli kristalleşme hızı</li> </ul>
Kimyasal özellikler	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Uzun süreli kimyasal kararlılık</li> <li>➤ Yapı malzemelerine uygunluk</li> <li>➤ Toksik olmama</li> <li>➤ Yanıcı olmama</li> <li>➤ Kimyasal sıkıntı yaratmamalı</li> </ul>
Ekonomi	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Bol,</li> <li>➤ Bulunabilir</li> <li>➤ Ucuz olmalı</li> </ul>

### 1.1.3.1 FDM'lerde ısı iletkenlik

FDM olarak kullanılacak maddelerin yüksek ısı iletkenliğe sahip olması gerekir. FDM'yi mikrokapsülleme ısı iletkenliği artırma yöntemlerinden biridir. Düşük ısı iletkenlik ısı depolama esnasında ısı depolama ve geri kazanma zamanını arttırmakta ve ısı depolama etkinliğini düşürmektedir (Cabeza ve ark. 2008).

**Şekil 1.3.** FDM'ler



**KAYNAK:** KONUKLU, Y. 2008. Mikrokapsülenmiş Faz Değiştiren Maddelerde Termal Enerji Depolama ile Binalarda Enerji Tasarrufu. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

FDM'lerin tekstile uygulanabilmesi için: mikrokapsülleme yöntemi, polimer köpük oluşturma yöntemi, kumaşa kaplama yöntemi, ipliğe emdirme yöntemi gibi yöntemler kullanılmaktadır.

#### 1.1.4. Mikrokapsülleme yöntemi

Çeşitli malzemelerde dinamik ısı yönetimi yapabilmek için, FDM'ler mikro büyüklükte, ince kapsüller içine yerleştirilerek yapıya katılmakta, böylece, yapıya karışmaları engellenirken, özelliklerinden faydalanılabilmektedir. Mikrokapsül haline getirilmiş FDM'ler kullanılarak tekstil ürünlerinin termal özelliklerinin geliştirilmesi teknolojisi son yıllarda önem kazanmış bir teknolojidir. Tekstil yanında biyomedikal ve biyolojik taşıma, inşaat vb. pek çok alanda kullanım olanağı bulmaktadır.

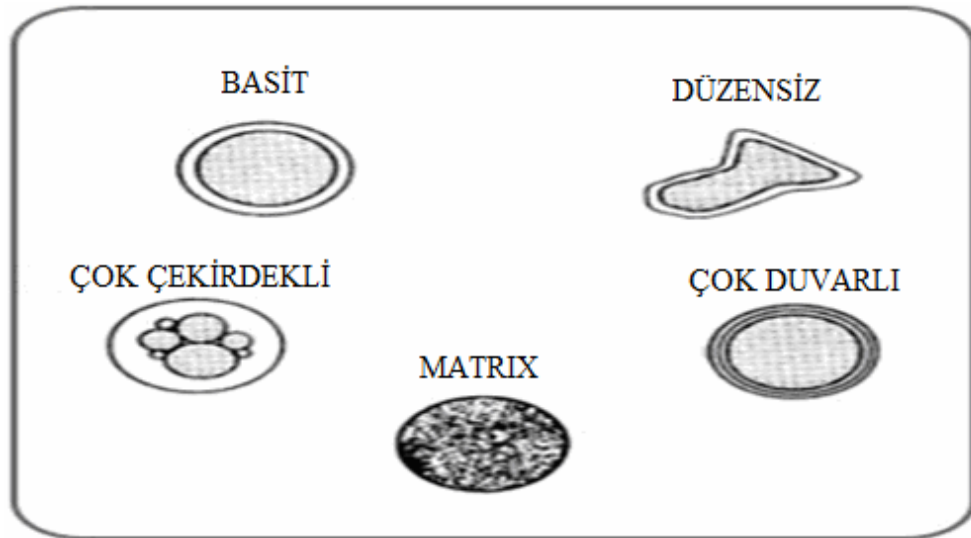
FDM mikrokapsülenmesindeki esas hedef, maddenin kapsül içinde hapsolarak faz değişiminin kapsül içinde gerçekleşmesidir. Mikrokapsül polimerik bir duvar ve bu duvar tarafından kaplanmış sıvı maddesinden oluşur. Daha kapsamlı bir tanım ile mikrokapsülleme, bir maddenin küçük kısımlarının çevresinin doğal veya sentetik polimerlerle sarılması işlemidir. Kapsül duvarı, içindeki FDM'ye inert bir maddedir. Kapsül boyutu  $1\mu\text{m}$ 'den  $1\text{mm}$ 'ye ( $=1000\mu\text{m}$ ) kadar, kapsül hazırlanışı sırasındaki kullanılan materyal ve yöntemle göre değişiklik gösterir.  $1000\mu\text{m}$ 'den büyük kapsüllere makro-kapsüller,  $1\text{nm}$ 'den küçük olanlara ise nanokapsüller denir (Sharma ve ark. 2002). Kapsül kabuk kalınlığı  $1\mu\text{m}$ 'den az olabilir. Kapsül büyüklükleri ise kapsülleme metoduna bağlı olarak,  $20\text{--}40\mu\text{m}$  aralığında yer alır.



**Şekil 1.4.** Mikrokapsül sınır boyutlarının sematik gösterimi

Tekstil ürünlerinde mikrokapsüllenmiş FDM'lerin kullanılmaları, çeşitli yönlerden avantajlıdır. Mikrokapsüller, FDM'nin yapı içerisinde dağılımına engel olur; buharlaşmayı ve FDM'nin dış ortamla reaksiyona girmesini önler. Diğer tekstil özelliklerini engellemeden tekstil yapılarına kolaylıkla uygulanabilir.

Mikrokapsüller, tanecik çapı, kabuk kalınlığı, ısıl iletkenlik, dayanıklılık, esneklik ve maliyet gibi parametrelerle tanımlanır. Kapsül içindeki FDM içeriği %80-85'lere kadar çıkabilir. FDM kullanımında en uygun erime noktası, termal özellik, ısıl iletkenliği geliştirme ve kapsülleme yöntemi bileşimini bulmak gerekmektedir. Farklı türdeki mikrokapsüllerin şematik gösterimi şekilde verilmiştir. Mikrokapsül tane boyutu, yapısı, çekirdek maddesi, duvar maddesi, duvar kalınlığı, katkı maddeleri, geçirgenliği gibi özellikler kapsüllerin kontrol edilebilir özellikleridir.



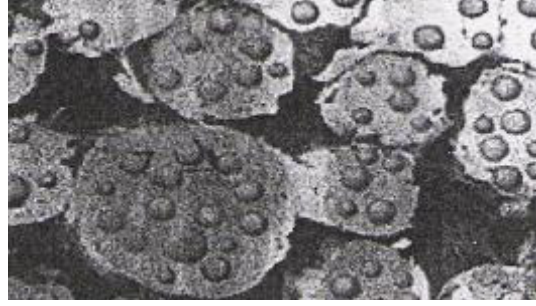
**Şekil 1.5.** Farklı türdeki mikrokapsüllerin yapıları

Mikrokapsül konusunda çalışmalara The National Cash. Register Company tarafından 1954 yılında karbonsuz kopya kağıdı üretimi ile başlanmıştır. 1957 yılında aynı firmanın desteğiyle B.K. Green tarafından "Yağ içeren mikrokapsüller ve mikrokapsül yapımı" adlı ilk patentler (U.S. Pat No. 2800457–2800458) çıkartılmıştır. Patentlerde başlangıçta jelâtin, arap zıncı, aljinat, agar, nişasta gibi doğal polimerlerin kullanıldığı mikrokapsül duvarları zamanla poliamid, poliester, polietilenglikol, polistiren, sterik asit, stiren maleik anhidrit gibi sentetik polimerlere yönelmişlerdir. İlk

plastik kapsül, poliamid kapsül, Amerikan Moore firması tarafından üretilmiştir (Su ve ark. 2006). Jelâtin, arap zankı gibi insan vücudu için zararsız doğal polimerli mikrokapsüller tadı, kokusu güzel olmayan ilaçların kaplanması için kullanılmaya başlanmıştır.

FDMlerin mikrokapsülenmesinde kapsül maddesi olarak melamin, üre veya fenol formaldehit maddelerin ağırlıklı olarak kullanıldığı, ancak son yıllarda söz konusu maddelerin toksik etkilerinden dolayı yerini yine çevreye ve kişiye zararsız olan doğal polimerlere (kitosan, jelatin, arap zankı, ipek fibroini vb.) bıraktığı tespit edilmiştir.

FDM'ler mikro kapsüller içine hapsedilerek, yapıya katılabilir, ısı depolayan/sıcaklık ayarlı lif, iplik, kumaş yapımında kullanılabilirler.



**Şekil 1.6.** FDM içeren mikrokapsüllerin lif içerisinde tekstil materyaline uygulanmaları

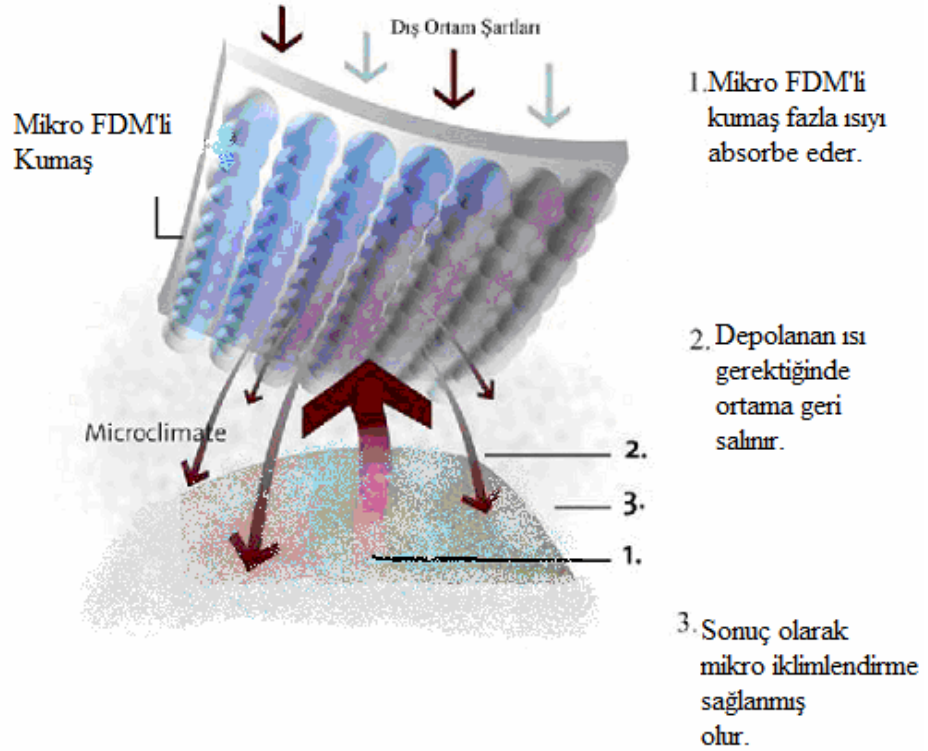
**KAYNAK:** CELEP, Ş. 2007. Nanoteknoloji Ve Tekstilde Uygulama Alanları. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

Tekstil malzemelerine entegre edilen FDM'ler sadece birkaç mikrometrelik küreler içine yerleştirilirler. FDM içeren mikrokapsüllerin apliediği bir kumaşa, FDM'ler çevredeki sıcaklık farklılığına göre faz değiştirerek, bu sıcaklık(enerji) değişimlerinin hissedilmesini önlemekte ve böylece ortamın hep aynı sıcaklıkta kalmasını yada ısıl dalgalanmaların az olmasını sağlamaktadır.



**Şekil 1.7.** Kapsüllenmiş FDM'lerin Çalışma Tekniği

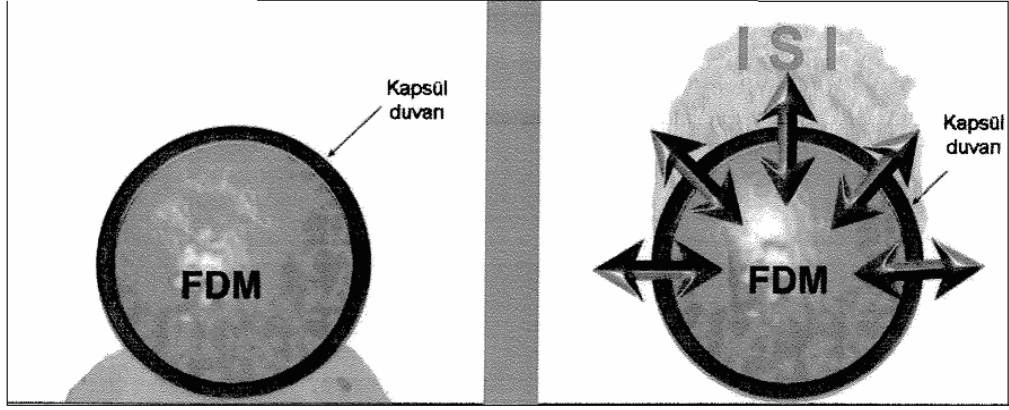
Kapsülasyon teknolojisi tekstil materyallerinin özelliklerini geliştirmek için birçok olanaklar sunmakta veya onlara tamamen yeni fonksiyonlar kazandırmaktadır.



**Şekil 1.8.** FDM Teknolojili Kumaş

**KAYNAK:** COŞKUN, E. 2007. Akıllı Tekstiller Ve Genel Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

Fulard aplikasyonu tekniği ile kumaşa aktarılan mikrokapsüllerin, kumaşların termal özellikleri ve ısı depolama kapasitelerini iyileştirmesi amaçlanmıştır.



**Şekil 1.9.** Mikrokapsülenmiş FDM'nin çevre ile etkileşimi

Mikrokapsülleme yöntemi ile kaplanan madde, çevre etkisinden, diğer maddelerin fiziksel ve kimyasal etkilerinden korunurlar. Mikrokapsülleme sayesinde etken maddenin uçuculuğu, yanıcılığı, kokusu, lezzeti istenilen şekilde değiştirilebilmekte ve kontrol edilebilir hale getirilmektedir.

### **1.1.5. Mikrokapsül hazırlama yöntemleri**

Mikrokapsül yapım yöntemlerinde, çekirdek maddenin polimer içinde mikron boyutunda dağılmasını sağlayabilmek için, iki karışmayan sıvıdan (kabuk ve çekirdek madde) emülsiyon yapımı ilk adımdır. Yapılış şekillerine göre çeşitli mikrokapsül yöntemleri vardır. Genel olarak üç sınıf altında incelenmektedir. Bunlar:

#### **1.1.5.1. Kimyasal yöntemler:**

##### **1.1.5.1.1. Arayüzey polimerizasyonu metodu:**

Arayüzey polimerizasyonu iki faz arasındaki yüzeyde meydana gelir. Bu işlemde monomerlerden biri ve kabuk materyali bir çözücü içerisinde çözülür. Diğer monomer de ikinci bir çözücü içerisinde çözülür. Karıştırma ile birinci ve ikinci çözücü emülsiyon haline getirilir.

Emülsiyon stabilize olduktan sonra ortama bir başlatıcı ilave edilerek polimerizasyon reaksiyonu başlatılır. Karıştırma hızı mikrokapsüllerin çaplarını belirlemede en önemli etmendir. Ara yüzey polimerizasyonu, birbiri ile karışmayan iki sıvı fazın ara yüzeyinde çeşitli monomerlerin birbirleri ile reaksiyona girerek dispers fazı hapsedecek şekilde film oluşturmalarıdır.

**Çizelge 1.8.** Çeşitli fiziksel ve kimyasal mikrokapsülleme teknikleri

Teknik	Avantajlar	Dezavantajlar
Sprey kurutma	Ekipman ve "know-how" yaygın olarak bulunmakta, çeşitlilik	Yüksek ekipman ve işlem maliyeti, yüksek sıcaklıklar, organik solventlerin kullanımı
Sprey soğutma	Solvent kullanımı yok	Düşük üretim hacmi
Sprey kaplama	Düşük maliyet, yüksek üretim hacmi	Kontrolü güç
Presleme -öğütme	Kontrolü kolay	Yüksek sıcaklık, malzeme ziyarı
Koaservasyon	Çeşitlilik	Organik solventler, kabuk sertleşmesinde aldehit kullanımı
Emülsifikasyon	Uygulanabilir	Organik solventler
Arayüz polimerizasyon	Kontrolü kolay	Organik solventler, biyokompatible olmayan bağlayıcı malzemeler

#### 1.1.5.1.2. İn-situ polimerizasyonu:

Polimer kimyasında in-situ 'in the polymerization mixture' anlamına gelmektedir. İn-situ polimerizasyonu arayüzey polimerizasyonu ile benzerlik göstermektedir. Bu yöntem, özellikle üre-formaldehit (UF) ve melamin formaldehit (MF) kapsülleme sistemlerinde kullanılır. İki arasındaki ayırt edici özellik, in-situ polimerizasyonunda çekirdek malzemeye herhangi bir bileşenin dahil olmamasıdır.

#### 1.1.5.2. Fiziksel yöntemler

##### 1.1.5.2.1. Faz ayrımı (Koaservasyon) yöntemi

Bu metotta çekirdek materyali polimer çözeltisi içerisinde dispers haline getirilir. Polimer çözeltisinin çözülebilirliği karıştırılırken sıcaklığın düşürülmesi, pH'ın değiştirilmesi v.b yöntemlerle faz ayrımı gerçekleştirilerek kabuk materyali oluşturulur.

Birçok doğal polimer bu metoda uygundur (Örnek: Jelatin, agar agar, arab zımkı Őeftali zımkı gibi). Koaservasyon iki çeŐittir:

a) **Basit koaservasyon:** Sıcaklık, pH, çözücü (alkol) ve tuz uygun oranlarda seçildiğinde, herhangi bir sulu polimer çözeltilisi basit koaservasyona uğrar. Eklenen maddeler, biri kolloid damlacıkları açısından yoğun, diğeri ise seyreltik iki fazın oluşumuna neden olur. Sistemde bir kolloidal katı vardır.

b) **Kompleks koaservasyonda** birden fazla kolloidal katı vardır. Kompleks koaservasyon, karŐıt yükler taşıyan polimerlerin (Jelatin ve arab zımkı gibi) birbirleriyle etkileşmesiyle, çözüneürlüğün azalarak kompleks oluşumunu sağlaması ve faz ayrışması meydana gelmesi şeklinde açıklanmaktadır. Bu etkileşme pH ve sıcaklık değışmesiyle olmaktadır. Nötral pH' daki jelatin ve arab zımkının birlikte kullanımını bu yöntemeye iyi bir örnektir. Koaservasyon metodu ile mikro kapsül elde edilmesi dört safhada olur.

1- Mikrokapsülü yapılacak sıvı veya katı maddenin (çekirdek) ortamdaki dispersiyonunun hazırlanması. Ortam, genellikle polimerin (kaplayıcı maddenin) çözüdüğü ve kaplanacak maddenin çözüneümediğı bir sıvıdaki çözeltilidir.

2- Kaplayıcı maddenin ortamdaki çözüneürlüğünün azaltılması ile ayrı bir faz halinde ayrılması

3- Kaplayıcı madde damlacıklarının kaplanacak madde (çekirdek) taneleri üzerinde toplanması.

4- Çekirdek üzerinde toplanan kaplayıcı maddenin sertleŐtirilerek kabuk haline dönüŐtürülmesi. Toplanan mikro kapsüller organik bir sıvı ile yıkanır ve kurutulur.

### 1.1.5.3. Mekanik yöntemler

#### 1.1.5.3.1. Sprey kurutma metodu

Sprey kurutmada 1–10 mikron büyüklüğünde, çekirdek materyal mikro kürecikler halinde polimer çözeltisi içerisinde hapsedilir. Bu çözelti çok ince memeciklerden sıkıştırılmış hava ile içinde sıcak hava bulunan bir kabine aerosol halinde fırlatılır. Çözgen uzaklaştırılır. Çekirdek-kabuk materyal oranı, viskozite, yoğunlaşma ve başlangıç çözeltisinin sıcaklığı mikrokapsüllerin özelliklerini etkiler. Bu tekniklerin kullanımı, prosesin yüksek maliyetli olması, yasal düzenlemeler, sağlık ve çevreye olumsuz etkisi olan organik çözücülerin kullanımı gibi nedenlerle sınırlıdır. Fiziksel proseslerle 100 µm'den daha küçük kürecik elde edilmesi mümkün değildir.

En uygun ve en yaygın olarak kullanılmakta olan kimyasal prosesler, basit ve kompleks koaservasyon ve in-situ polimerizasyonu teknikleridir (Önder ve Sarier 2006). Basit ve kompleks koaservasyon, çekirdek malzemenin dispers formda polimer solüsyona katıldığı kolloidal bir prostestir. Karışım, yüzey aktif malzeme içeren sulu çözeltide süspansiyon oluşturur. Yağ ve su bazlı malzemelerin su içinde yağ/yağ içinde su teknikleriyle mikro kapsüllenmeleri mümkündür.

Tekstildeki mikrokapsülasyon uygulamaları şu şekilde özetlenebilirler (Celep 2007).

- Koku aplikasyonu,
- Kozmetik aplikasyonu (nemlendirici vb),
- Böcek kovucu maddelerin aplikasyonu,
- Güç tutuşurluk maddelerinin aplikasyonu,
- Vitamin ve ilaç aplikasyonları,
- Antimikrobiyel maddelerin uygulanması,
- Boyamalar,
- FDM'lerin uygulanması



### **1.1.6. Mikrokapsülleme ile elde edilen diğer özellikler**

#### **1.1.6.1. Koku ve kozmetikler**

Kumaşa doğrudan koku ilavesi kısa ömürlü olmaktadır. Fakat mikrokapsüllenmiş koku ilave edildiğinde kokunun kalıcılığı artırılmış olmaktadır. Birçok firma bu amaçla koku hapsedilmiş mikrokapsül içeren kumaşları piyasaya sürmüştür. Uygun mikrokapsül hazırlandıktan sonra binder kullanılarak kumaş yüzeyine basılır veya kaplanır. Bu amaçla akrilik veya poliüretan binderler kullanılır.

#### **1.1.6.2. Güç tutuşurluk uygulamaları**

Fosfatın suda çözünürlüğü nedeniyle güç tutuşurluk bitim işlemi kalıcı olmaktadır. Daha önceki çalışmalarda poliüretan ile mikrokapsüllenmiş fosfatın önemli güç tutuşurluk etkisi gösterdiğini belirtmişlerdir.

#### **1.1.6.3. Böcek kovucu maddeler**

Böcekler ve toz miteleri ile mücadele için akar ve böcek ilaçlarının mikrokapsülasyon tekniği ile tekstillere uygulanmaları araştırılmıştır. Mikrokapsülasyon sayesinde zararlı kimyasalların kullanıcıya zarar vermeyecek dozlarda ve uzun süre zarfında ortama kontrollü bir şekilde salınması hedeflenmiştir.

### **1.1.7. Mikrokapsüllemede en çok kullanılan kabuk ve çekirdek malzemeler**

#### **Kabuk:**

1. Melamin formaldehit
2. Üre formaldehit
3. Poliüre-formaldehit
4. Polistren
5. Poliüretan
6. Arap zankı+jelatin

**Çekirdek:**

1. n-oktadekan
2. Eicosane
3. n-docosane
4. hegzadekan
5. Yağ asitleri
6. Aromatik yağlar ve parfümler

**1.1.8. Mikrokapsüllerin tekstil yüzeyine uygulanması**

Mikro FDMler'in çaplarının 1 ile 1000 µm (mikron) arasında değişmesi gerektiği ve tekstil yüzeyinde kullanılacak mikrokapsüllerin 10–50 mikron çaplarında olmasının uygun olacağı literatürde belirtilmiştir. Mikrokapsüllerin ısı depolama kapasiteleri ve parçacık boyutu açısından tekstil materyallerine aplikasyonu için uygun olması gerekmektedir (Alay ve ark. 2009). Hazırlanan mikrokapsüllerin kumaşa aktarılmasında fulard aplikasyonu yöntemi uygulanacaktır.

**1.2. Literatür Araştırması**

FDM kullanımı çalışmaları son otuz 30 yıl içinde hız kazanmış görünse de, aslında bu tekniklerin ismi koyulmamış tarihi çok daha eskilere dayanır. FDM için ilk büyük ölçekli uygulama ise İngiliz demiryollarının yolcu konforu sağlamak için koltuklara FDM eklemesi olarak kabul edilir. Bu uygulamada erime noktası 44,4 C olan sodyum tiyosülfat pentahidrat kullanılmıştır (Mazman 2006).

Gizli ısı depolama yöntemleri için gerekli depo hacmi duyulur ısıya göre daha küçüktür. Depolama ya da enerji dönüşümü için araştırma maliyeti düşüktür. FDM'ler sabit bir sıcaklık aralığında depolama olanağı sağlar ve erime sıcaklığına bağlı olarak hem ısıtma hem soğutma amaçlı kullanılabilirler. Daha yakın bir zamanda NASA tarafından yapılan bir çalışmada; elektronik ortamlar için ısı kararlı bir ortam sağlamak amacıyla FDM kullanılmıştır. Bina uygulamalarında FDM kullanımı ilk olarak 1970'lerde Dr. Maria Telkes tarafından üniversite içindeki bir binada

denenmiştir. Bu çalışmada tuz hidratları kullanılmıştır.

**Sarı** ve **Kaygusuz** (2002), stearik, palmitik, miristik ve laurik asit yağ asitlerini kullanarak uzun erime donma döngüleri boyunca gösterdikleri kararlılıkları incelemiştir. Sarı (2000)'nın çalışmasında stearik asit, palmitik asit ve %65,7 miristik + %34,3 stearik asitten oluşan ötektik karışımın enerji depolayıcı madde olarak kullanılabilirliğini incelemiştir.

1982'de **Transphase System** Inc. tarafından ötektik tuz hidratları kullanılarak ticari soğutma amaçlı bir ürün geliştirilmiştir.

**Sharma** ve ark. (2002), ticari ölçekte (teknik) asetamid, stearik asit ve parafin kullanarak 1500 erime/donma döngüsü gerçekleştirilmiş ve bu döngüler boyunca erime aralığı ve erime gizli ısısını kontrol edecek deneyler yapmıştır.

**Dimaano** ve ark. (2002) soğutma uygulamaları için kaprik-laurik asit karışımını kullanmış, önce farklı oranlarda (90:10, 70:30, 50:50) karışımlar hazırlanarak DSC değerlerine bakılmıştır. **Sarı** (2003) güneş enerjisi sistemlerinde ısıtma amaçlı kullanılacak miristik ve palmitik asit ötektik karışımıyla çalışmıştır. Ötektik karışımın erime sıcaklığı 42,6 C olup %58 miristik asit içeriklidir.

Bir diğer çalışmada, ısı depolama özellikli tekstil ürünlerinin üretiminde kullanılmak üzere faz değistiren madde olarak hegzadekan içeren poli(etil akrilat) esaslı mikrokapsüllerin 3 farklı çapraz bağlayıcı varlığında üretilmesi ve üretilen mikrokapsüllerin karakterizasyonu hedeflenmiştir. Kullanılan çapraz bağlayıcılar allilmetakrilat, etilen glikol dimetakrilat ve glisidil metakrilattır (**Alay** ve ark. 2009).

**Feldman** ve ark. (1989), farklı yağ asiti karışımları hazırlayarak bunların ısı depolama açısından özelliklerini incelemiş ve yağ asitlerinin alan ısıtma için FDM olarak önerilebileceğini belirtmiştir. Bu çalışmada kullanılan yağ asidi karışımlarının (Kaprik, laurik, palmitik ve stearik) erime aralıkları 30 C'den 65 C'ye ergime gizli ısıları 153 J/g 'dan 182 J/g'a kadar çeşitlilik göstermiştir. Ayrıca bu çalışmada yağ

asitlerinin ikili karışımlarının ötektik noktalarıda belirlenmiştir.

**Kauranen** (1991) farklı oranlarda yağ asiti karışımları hazırlayıp özelliklerini çizelgelerde göstermiştir.

**Çizelge 1.9.** Yağ Asidi Karışımları 1

Karışım Ağırlıkça % Bileşim	Erime Aralığı (°C)	Erime Isısı kJ/kg	Kaynak
Kaprik – Laurik (61,5-38,5)	19,1	132	P. Kauranen, K. Peippo, P.D Lund, 1991
Kaprik – Miristik (73,5-26,5)	21	152	„
Kaprik – Palmitik (75,2-24,8)	22	153	„
Kaprik – Stearik (86,6-13,4)	27	160	„
Kaprik – Miristik (62,6-37,4)	32,6	156	„
Kaprik – Palmitik (64,0-36,0)	32,8	165	„
Kaprik – Stearik (75,5-24,5)	37	171	„
Miristik – Palmitik (51-49)	40	174	„
Miristik – Stearik (65,7-34,3)	44	181	„
Palmitik – Stearik (64,9-35,1)	50	179	„

**Çizelge 1.10.** Yağ Asidi Karışımları 2

Karışım Ağırlıkça % Bileşim	Erime Aralığı (°C)	Erime Isısı kJ/kg	Kaynak
Kaprik – Laurik (65-35 %mol + pentadekan ( 90-10)	13,3	142,2	Dimaano, 2001
Kaprik – Laurik (%65-%35 mol)	18	148	Zelba, 2002
Kaprik – Laurik (45-55)	21	143	Zelba, 2002
Miristik – Kaprik (34-66)	24	147,7	Lane, 1980
Miristik – Palmitik (58-42)	42,6	169,7	Sari, 2003
Asetamid / Stearic Acid	65	218	Lane, 1983

**KAYNAK:** MAZMAN, M. 2006. Gizli Isı Depolaması ve Uygulamaları. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

**Cabeza** ve ark. (2007) güneş enerjisiyle su ısıtma sistemleri için tasarlanmış depolama tankında, FDM kullanarak depolamaya katkıda bulunmaya çalışmışlardır.

Oak Ridge National Laboratory tarafından yapılan bir çalışmada geleneksel yapıdaki duvarlar içerisine % 10, % 20, % 30 oranlarında FDM'ler yerleştirilerek termofiziksel özellikleri (çizelgede) incelenmiştir. Kullanılan termal enerji depolama materyali parafin olduğundan, parafin miktarı arttıkça enerji depolama ve geri kazanma kapasitesinde bir artış olduğu gözlemlenmiştir.

**Çizelge 1.11.** Yapı malzemesi içerisindeki FDM'lerin termofiziksel özellikleri

Yapı Malzemesi	Yoğunluk [kg/m <sup>3</sup> ]	Özgül Isı [kJ/kg K]	İletkenlik W/m K	Gizli Isı [kJ/kg]
Geleneksel	696	1089	0,173	0
% 10 FDM	720	1215	0,187	19,3
% 16 FDM	760	1299	0,192	31,0
% 20 FDM	800	1341	0,204	38,9
% 30 FDM	998	1467	0,232	58,3

**KAYNAK:** KONUKLU, Y. 2008. Mikrokapsüllenmiş Faz Değiştiren Maddelerde Termal Enerji Depolama ile Binalarda Enerji Tasarrufu. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

**Çizelge 1.12.** Koaservasyon ve sprej kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin enerji depolama ve geri kazanma kapasitesi

Örnek	Enerji Depolama Kapasitesi (J/g)	Geri Kazanılan Enerji Kapasitesi (J/g)
Koaservasyon Yöntemi (2:1)	239,78	234,05
Sprej Kurutma Yöntemi (2:1)	216,44	221,517
Koaservasyon Yöntemi (1:1)	213,46	224,31
Sprej Kurutma Yöntemi (1:1)	210,78	211,66
Koaservasyon Yöntemi (1:2)	193,35	196,38
Koaservasyon Yöntemi (1:2)	145,28	148,32

Test kulubesi içerisinde mikrokapsüllenmiş FDM'lerin kullanılması ile 2,49 C'lik bir yalıtım ve soğutma yükünde %7,1 enerji tasarrufu sağlanmıştır. Yapılan ölçümlerde:

- Yalıtım malzemesi ve FDM'in sağladığı ortalama yalıtım katkısı 2,24 C
- FDM'lerin sağladığı ortalama yalıtım 1,61 C
- Yalıtım malzemesinin sağladığı ortalama yalıtım 1,26 C'dir.
- Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin test kulübesine eklenmesi ile soğutma yükünde %7,1 ısıtma yükünde ise yaklaşık %10 tasarruf sağlanmıştır.

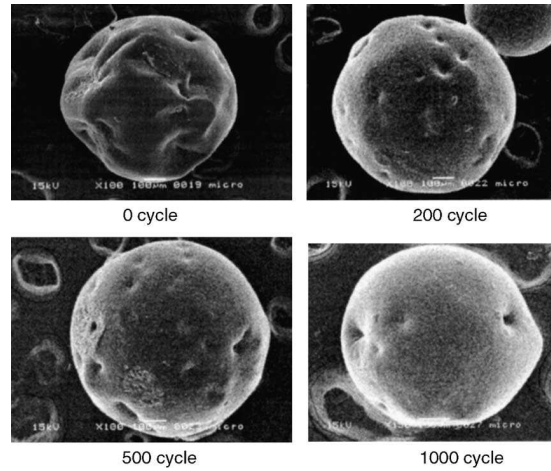
Enerjide sağlanan tasarrufun ayrıca çevresel bir boyutu mevcuttur. Sağlanan enerji tasarrufunun yanı sıra fosil yakıt tüketimi azalacağından sera gazı etkisi yaratan CO<sub>2</sub> gazı salınımında azalma gözlemlenecektir. Bina uygulamaları için parafinin daha uygun bir FDM olduğuna karar verilmiştir.

**Özonur** ve ark. (2006), termal enerji depolamasında kullanılması amacı ile hindistan yağ asidinin kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllenmesine yönelik bir çalışma yapmıştır. Yapılan analizlerle hazırlanan mikrokapsüllerin termal ve kimyasal yönden kararlı olduklarına karar verilmiştir. Hindistan yağ asitleri karışımı termal enerji depolamada FDM'ler olarak kullanılmak için hazırlanmıştır. Kapsül çeperi için çok fazla alternatif denenmiştir. Hindistan yağ asitleri 22- 34 C arasında erime ve donma sıcaklıklarında 50 defadan daha fazla termal döngüde bile geometrik şeklini

korumuşlardır. Jelatin + arap zamkı karışımı Hindistan yağı asitleri karışımı için en uygun çeper malzeme bulunmuştur. Bu çalışma en ucuz mikrokapsülleme hedeflenerek yapılmıştır.

Kapsül boyutunu etkileyici parametrelerin, karıştırma hızı, süresi ve dış duvar materyallerinin sıcaklığı olduğu gözlemlenmiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin erime-donma çevrimi sırasında fiziksel olarak bozulmadığı gözlemlenmiştir. Bu çalışmada kullanılan parafinin ve çalışmalar sonucu elde edilen parafin mikrokapsülünün mikroskop altındaki görüntüleri gösterilmektedir.

FDM olarak sodium tiyosülfat pentahidrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), aşılama tekniği ile betona uygulanmıştır. Mikrokapsülleme de küçük, küresel parçacıklar, ince, yüksek molekül ağırlıklı polimerik bir film ile kaplanmıştır. Kaplanan parçalar filme uygun bir matrisle birleştirilebilirler. Kapsüllenen parafin, 1000 kez işlemde sonra geometrik şeklini korumuştur. Parafin vakslar kompleks koaservasyon ve sprey kurutma ile hazırlanmıştır. Mikrokapsüllerin enerji depolama kapasiteleri, çekirdek üzerindeki kaplama oranına göre değişmektedir. Çekirdek oranı arttıkça, enerji depolama ve serbest bırakma artmakta ve koaservasyon yöntemi daha etkin hale gelmektedir (**Farid ve Khudhair** 2004).



**Şekil 1.10.** Isıl döngü sonrası kapsülde gözlenen değişim (SEM görüntüleri)

**KAYNAK:** FARİD, M. M., KHUDHAIR, A. M., RAZACK, S. 2004. A Review On Phase Change Energy Storage: Materials And Applications Energy Conversion And Management 45: 1597–1615.

**Hawlater** ve **Uddin** (2002), sprey kurutma ve kompleks koaservasyon yöntemlerini ile elde edilen mikrokapsüllerin karşılaştırmalarını içeren bir çalışma yapmıştır. Çalışma kapsül uygulanmış, yüklü dolgulu yatakların, akışkan ısınma prosesinin performansını geliştirmek amaçlı yapılmıştır. 20-60 C de 20, 50, 100,...1000 erime-donma döngüsü gerçekleştirilmiştir. Arap zımkı, paraffin ve jelâtin kullanarak elde ettiđi kapsüller 1000 ısıl döngüden sonra bile geometrik şekillerini korumaktadırlar. Bu çalışmada farklı parametrelerin kapsüllenme üzerindeki etkileri incelenip kapsüllenme verimi enerji depolama geri salınma kapasiteleri incelenmiştir. Farklı oranlardaki parafin: dış duvar materyallerinin enerji depolama ve geri kazanma kapasiteleri DSC yardımı ile izlenmiştir.

**Önder** ve arkadaşları (2008), tekstillere uygun üç parafin *n*-hexadecane, *n*-octadecane ve *n*-nonadecane, kompleks koaservasyon yöntemi ile doğal ve biyolojik olarak bozunabilen polimer gum arabic-gelatin karışımı ile ısı depolama ve salınımı geliştirmek amaçlı mikrokapsüllemiş ve dokuma kumaşlara kaplama yöntemi ile uygulamışlardır. Daha sonra örnekler üzerindeki kaplama miktarlarına bakılmıştır. Miktarlar kaplama kalınlığına bağlıdır. Ürün parametreleri, kolloid sistemin ph değeri, protein-polisakkarit molar oranı, koaservasyon esnasında ve sonrasında sistemin sıcaklığı, karışımın karıştırılma oranı ve elektrolit çözeltinin konsantrasyonu seçilmiştir. Kumaşların enerji absorblama kapasiteleri 2.5-4.5 kat arası değişmektedir. Yüksek ısıl depolama yoğunlukları, dayanıklılık ve kumaş yüzeyine kolay uygulanabilirlik özellikleri mevcuttur.

**Sun** ve **Zhang** (2002) çalışmasında, melamin formaldehit reçineleri, üre formaldehit reçineleri ve jelatin-arap zımkı kabukları mekanik dayanıklılık açısından kıyaslamıştır. Üç farklı kabuk malzemesinden oluşman bu mikrokapsüller sıkıştırılmaya maruz bırakılmış ve basınç altında MF ve ÜF mikrokapsülleri patlama gösterirken jelatin-arap zımkı kapsülleri patlamamıştır. Buna sebep olarak da jelatinin geçirgenlik özelliğine



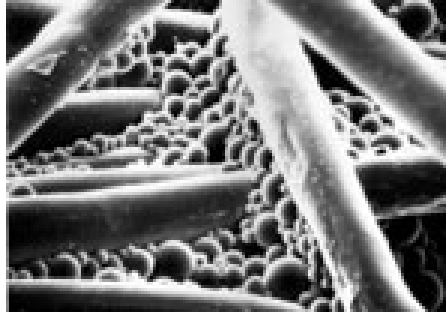
sahip olması ve çekirdek malzemeyi geçirdiği için patlama davranışının gözlenmemesi görülmüştür.

Kompleks koaservasyon yöntemi ile parafin yağı, jelatin ve arap zıncı içerisinde kapsüllenmiştir. Polielektrolit ilave olarak zıt yüklü bir surfactant, prosesin verimini arttırmıştır. İki katlı bir kapsülleme gözlenmiştir. Surfactant konsantrasyonu, iyi kalite kapsül elde etmede ve optimum verim sağlamada önemli bir parametre olarak gözlenmiştir. GE (jelatin) asit prosesi jelatinidir ve isoelektrik noktası yaklaşık 9 dur. İsoelektrik noktasının altında pozitif yüklenmiştir. AG (arap zıncı) ise negatif yüklenmiştir. Parafin yağının erime noktası 28 C dir. Çapraz bağlayıcı olarak glutaraldehit kullanılmıştır (**Mayya** ve ark. 2003).

**Shin** ve arkadaşları (2005 a), in-situ polimerizasyonu ile eicosane içeren melamin formaldehit mikrokapsülleri hazırlanmıştır. Hazırlanan kapsüller örme bir poliester kumaşa pad-dry konvensiyonel yöntemi ile termoregülasyonu geliştirmek amaçlı uygulanmıştır. Isı düzenleyici bu kumaşlar, çekirdek konsantrasyonuna bağlı olarak, 0.91– 4.44 J/g arası değerlerde ısı depolama kapasitesine sahiptirler. 5 yıkamadan sonra uygulama görmüş kumaşlar, ısı tutma kapasitelerinin %40 ını korumaktadırlar.

Tekstilde en çok uygulanan FDM'ler, heptadekan, heksadekan, oktadekan, nonadekan ve eicosane gibi n-parafin vaklarıdır. Uygulama alanları, elbiseler ve mobilya tekstilleridir. Kayak kıyafetleri, avcılık giysileri, botlar, eldivenler, kulak ısıtıcılar FDM içermektedir. Mikrokapsüller poliester kumaşa poliüretan ile pad-dry konvensiyonel yöntemi ile bağlanmışlardır. Mikrokapsüller tekstil materyallerinde, aşınmaya ve basınca karşı dayanıklı olmalıdırlar. Kumaşların görünüşünün uygulamadan sonra, çok düzgün olduğu gözlemlendi. Mikrokapsüller lifler arasına ve lif üzerine konumlandırıldı. Yıkama sayısı arttıkça ısı depolama kapasitesi azalmaktadır. En büyük kayıp ilk yıkamadan sonra gerçekleşmiştir. Partiküllerin ortalama boyutu 1.89 mikrometredir. Çekirdek/kabuk oranı yüksek olan mikrokapsüller, tekstillerin termoregülasyon özelliğini geliştirmede daha iyidirler.

Bir diğerk çalışmada, mikro FDM uygulaması görmüş bir kumaşın ısı özellikleri, hava geçirgenliği, buhar geçirgenliği, nem kazanma, düşük-basınç mekanik özellikleri incelenmiştir. Kumaşın, gerilme, kesme, bükülme, yüzey ve basınç gibi mekanik özellikleri Kawabata ölçüm sistemi ile ölçülmüştür. konsantrasyon arttıkça nem kazanma artarken, hava geçirgenliği ve buhar geçirgenliği özelliği azalmaktadır. Ayrıca geometrik pürüzlülük artarken, kesme özellikleri düşer. Kumaş işlem sonrası daha katı, daha az düzgün hale gelmiştir. (**Shin** ve ark. 2005b)



**Şekil 1.11.** Mikrokapsüllerin Tekstil Materyali Üzerindeki Konumu

**Fang** ve arkadaşları (2008), kabuk olarak polistren ve çekirdek olarak n-oktadekan kullanarak, FDM'leri nanokapsülleme yapmışlardır. mikrokapsüllenmiş materyaller belli bir aşamadan sonra etkisini kaybetmektedirler. Çünkü mikrokapsüller sıvı viskozitesini arttırmakla kalmaz aynı zamanda basınç esnasında da kolayca kırılabilirler. Dolayısıyla nanokapsüller geliştirilmiştir.

Başka bir çalışmada ise çift katlı kabukla mikrokapsüllenen FDM ler üretilmiştir. İn situ polimerizasyonu ile melamin reçineden kabuk ve n-docosane (C<sub>22</sub>H<sub>46</sub>) çekirdek ile mikrokapsül üretilmiştir. Ortalama parçacık boyutu 10 mikrometredir. Kompleks koaservasyon yönteminde kabuk olarak jelatin kullanılır. Arayüzey polimerizasyonunda ise poliamidler ve poliüretanlar kabuk malzeme olarak kullanılır. Çalışmadan elde edilen sonuçlara göre 10 mikrometre boyutunda mikrokapsüller elde etmek için 6000 devir/dak karıştırılmalıdır. Çekirdek kütle oranı %70 den daha az olmalıdır. DSC analizinde %60 çekirdek kütle miktarının en yüksek ısı depolama kapasitesi verdiği gözlenmiştir (**Rao** ve ark. 2006)

**Sarier** ve **Önder** (2007), çalışmalarında üç tip parafin vakslar seçmiştir: n-oktadekan, n-hekzadekan, n-eikosan. Nontoksik, aşındırmayan, kimyasal olarak inert, kolayca uygulanabilir ve rahatsız edici kokuya sahip olmama gibi özelliklerinden dolayı seçilmişlerdir.

Son zamanlardaki girişimler, oktadekanın arayüzey polimerizasyonu ile kapsüllenmesidir. Polimerik bir malzeme kabuk olarak kullanılmıştır. Kapsüller lif içerisine kolay girebilsin diye 1 mikrometreden daha küçük üretilmiştir. Termoregülasyon tekstillerinde dikkat edilmesi gereken önemli husus, ısı depolamayı arttırmak için kullandığımız maddelerin ağırlıkları arttıkça tekstil malzemesine ağırlık yapmaktadırlar. Böyle bir durumda kapsüllenen malzemenin verdiği ağırlık polimerik kabuğa göre daha fazladır. Poliüre kapsülasyonunda, TDI monomerinin difüzyonunu kolaylaştırmak için sikloheksan kullanılarak arayüzey polimerizasyonun etkinliğini artırır. Ancak sikloheksan kapsül içindeki FDM'in azalmasına sebep olmaktadır (**Siddhan** ve ark. 2007).

**Qingwen** ve arkadaşları (2007), FDM kapsüllerinde nano boyutta gümüş parçacıkları kullanmıştır. Bu durum termal stabiliteyi daha iyi hale getirmekle beraber, gümüş nanoparçacıkları, tekstil ürünlerine antimikrobiyal, mantara karşı olma özellikleri katmıştır. Ayrıca duvar dayanımını da arttırmıştır. Diğer kapsüllere göre gümüş parçacıklı kapsüller, daha yüksek ısıl stabiliteye sahiplerdir. Proses esnasında mikrokapsüllere zarar veren üç tane olasılık vardır.

1. İç basıncın artmasıyla, duvarda oluşan çatlaklar,
2. Çekirdek malzemenin kabuktan dağılması,
3. Duvarın termal bozunumu, arkasından çekirdek malzemenin serbest kalmasıdır.

Termal stabiliteyi ve mekanik dayanımı arttırmak için:

1. Uygun kabuk malzeme seçilmeli,
2. Çekirdek malzemenin ağırlık yüzdesi oranını düşürmek,
3. Çok katlı kabukla çekirdek kapsüllenmelidir,
4. Kapsül boyutunu arttırmak.

Son yıllarda nemlendirici, antiselülit, antiageing maddeleri gibi kozmetik ürünleri içeren tekstiller piyasada görünmeye başlamışlardır. Specialty Textile Products Ltd. A, D, E vitaminleri ve Aloe Vera içeren Biocap ticari markalı mikrokapsülleri sunmaktadır. Cognis firması çeşitli kozmetik maddeler içeren SkinTex serisi ile pazarda yer almaktadır. SkinTex'in kabuk materyali çitosandan oluşmaktadır (Celep 2007).

**Xie** ve arkadaşları (2006), Peach gum, yani şeftali zambını arap zambının yerine kullanmışlardır. Duvar malzemesi olarak jelatin-sakkaroz ve jelatin-şeftali zambı-sakkaroz kullanılmıştır. Çekirdek malzeme olarak da vitamin A kullanılmıştır. Şeftali zambının eklenmesiyle, jelatin esaslı kapsüllerin morfolojisi gelişmiştir. H-bağları artmıştır. Bu durum camsılaşma sıcaklığını yükseltmiştir. Şeftali zambı, mikrokapsül duvarı için kullanım potansiyeline sahiptir.

**Koo** ve arkadaşları (2008), enerji absorblama ve sıcaklık sabitlemeyi sağlayan FDM'leri kapsayan maddelerin, nylon kumaşa kaplama metotlarını araştırmışlardır. Kaplama kumaşlar, özellikle binder içermeyen poliüretan kaplama çözeltisinde dual-type kaplama metoduyla hazırlanmışlardır. Bu yöntemle hazırlanmış kumaşlara DSC testi uygulanmış ve SEM ile yüzey görüntüleri alınmıştır. Sonuçların vücut konforu için mükemmel ısı düzenleyici özelliğe sahip olduğu tespit edilmiş ve diğer kaplama yöntemlerine göre (kuru ve yağ kaplama) kıyaslama yapılmıştır

**Özonur** (2004) "Düşük sıcaklıkta termal enerji depolamasına uygun FDM'lerin mikrokapsüllenmesi" adlı bir araştırma yapmıştır. Bu araştırmada FDM olarak parafin ve hindistan yağ asidi karışımları kullanılmıştır. Hazırlanan hindistan yağ asidi kapsüllerinin 50 erime donma döngüsü sonucunda, erime ve donma noktası aralıklarının değişmediği ve kapsül yapısının bozulmadığı belirlenmiştir. Erime aralığı 22-24 C olan hindistan yağ asidi, bina yalıtımında kullanılacak uygun bir materyal olarak önerilmiştir.

**Cabeza** ve arkadaşları (2008), ısı enerjisi depolamada kullanılan FDM'lerin yağ asitlerinin ısı transferini yükseltmek için çalışmalar yapmışlardır. Çünkü yağ asitlerinin genellikle düşük ısı iletkenliğe sahip oldukları bilinmektedir. İletkenliğin yükseltilmesi

için FDM'nin yapısına paslanmaz çelik ve bakır parçacıkları eklenmiştir. Deneylerde, FDM olarak palmitik–laurik asit (80:20) (PL) ve stearik–miristik asit (80:20) (SM) kullanılmıştır. Testler sonucunda bakır parçacıklarının ısı transferini arttırmada daha etkili olduğu gözlemlenmiştir. Bakır parçacıklar sayesinde 1.7 kat fazla erime ve 3.8 kat fazla donma iletkenliğine sahip olan FDM'ler ısı enerji depolama sistemlerinde daha etkin kullanılabilirlerdir.

**Zhang** ve arkadaşları (2010), ısı transferinde ve enerji depolamada kullanılan FDM'lerin, enerji verimliliğini geliştirmek için soğutucularda uygulanabilirliklerini incelemişlerdir.

**Sánchez** ve arkadaşları (2010), parafin içeren polistren kapsüllerin, tekstil uygulamaları için uygunlukları üzerine çalışmışlardır. Mikrokapsüllerin tekstil yüzeyine fiksajı kaplama yöntemi ile uygulanmıştır. Farklı kaplama maddeleri ve farklı binder miktarları, kumaşlarda termal konforu sağlamak için denenmiştir. FDM kapsülleri, polimerik binder maddeleri TEXPRINT ECOSOFT N10® ve WST SUPERMOR® kullanılarak başarılı bir şekilde tekstillere aktarılmıştır. Kaplanmış bu kumaşlar, 7,6 J/g enerji depolama kapasitesine sahip olmuşlar ve kaplama maddesi kumaşlar üzerinde yüksek dayanıklılık ve yıkamadan sonra da sabit kalma özelliği göstermiştir. Kapsülle kaplanmamış kumaş ile kaplanmış kumaş arasında 8,8 C sıcaklık farkı tespit edilmiştir.

**Garcia** ve arkadaşları (2010), FDM olan Rubitherms RT 27 maddesini iki farklı metotla mikrokapsüllemişlerdir. Birinde kabuk materyal olarak jelatin-arap zıncı, diğesinde ise agar agar- arap zıncı kullanılmıştır. Kapsüller termal olarak DSC testine ve morfolojik olarak da SEM testine tabi tutulmuşlardır. Jelatin-arap zıncı kapsülünün boyutu 12 mikrometre iken agar agar- arap zıncı kapsülleri neredeyse nanometre boyutunda elde edilmiştir (4 mikrometre). Üretilmiş kapsüller ısı enerji depolama sistemlerini geliştirmek için uygun bulunmuştur.

Kapsüllemiş FDM'lerin lif yapısına katıldığı bir çalışmada, liflere %5–10 oranında mikrokapsül katılmış, FDM'ler yapıyla daimi olarak birleştirilirken, lif herhangi ilave bir prosese ihtiyaç duyulmaksızın, normal tutum, yumuşaklık ve sağlamlık özelliklerini

göstermiştir. Mikro kapsüllerin baskı patıyla yapıya katıldığı ve akrilik bir bağlayıcı ile bağlandığı fonksiyonel pamuklu bir kumaş, 15 kez yıkanmasına karşın yıkama dayanımı göstermiştir (**Önder ve Sarier** 2006).

**Renzi** ve arkadaşları (2010), doğal deri üzerine binderle, ısı düzenleyici amaçlı mikrokapsül kaplama uygulaması yapmışlardır. Termal ölçümleri DSC' den alınmıştır. Kaplama işlemi görmüş ve kaplanmamış kumaşın mekanik özellikleri kıyaslanmış ve kopma mukavemeti ile kopma uzaması kaplama sonucu önemli bir şekilde değişmemiştir.

**Salaün** ve arkadaşları (2010), parafin içerikli melamin-formaldehit mikrokapsülleri ile termoregülasyon amaçlı kumaş üretmişlerdir. Üretilen birçok kumaş, farklı kütle oranlarında poliüretan binder içermektedir. Mikrokapsüller poliüretan binder ile pamuklu kumaşlara aktarılmıştır. Binderin, 30 saat boyunca, soğuktan sığağa geçişlerde, sıcaklık artışında gecikmelere izin vermekte önemli bir rolü vardır. Isıl düzenleme işleminin büyük ölçüde binder miktarına bağlı olduğu tespit edilmiştir. Binder ile mikrokapsül arasındaki uygun oran 1:2 ve 1:4 olarak sonuçlandırılmıştır.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

### 2.1. Materyal

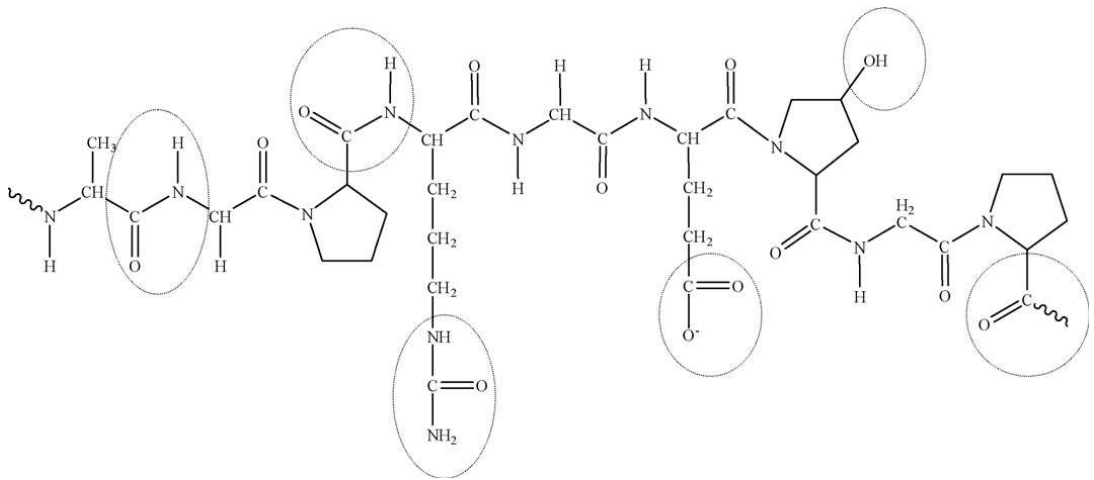
#### 2.1.1. Kabuk materyal

**Kabuk:** Arap zankı + jelatin (doğal)

**Jelatin:** Kemikten elde edilmiş, B tipi Jelatin. Hayvan bağ dokusundan yapılan, yarı şeffaf, katı bir maddedir. Jelatin, kollajenin geri dönüşsüz olarak hidrolize edilmesiyle oluşturulur. Jelâtin tamamen amino asitlerden meydana gelmiştir. Şişen jelâtin 49 Cye kadar ısıtılırsa tamâmen çözelti hâline geçer. İki tip jelâtin vardır. A ve B tipi.



Şekil 2.1. Toz Jelatin

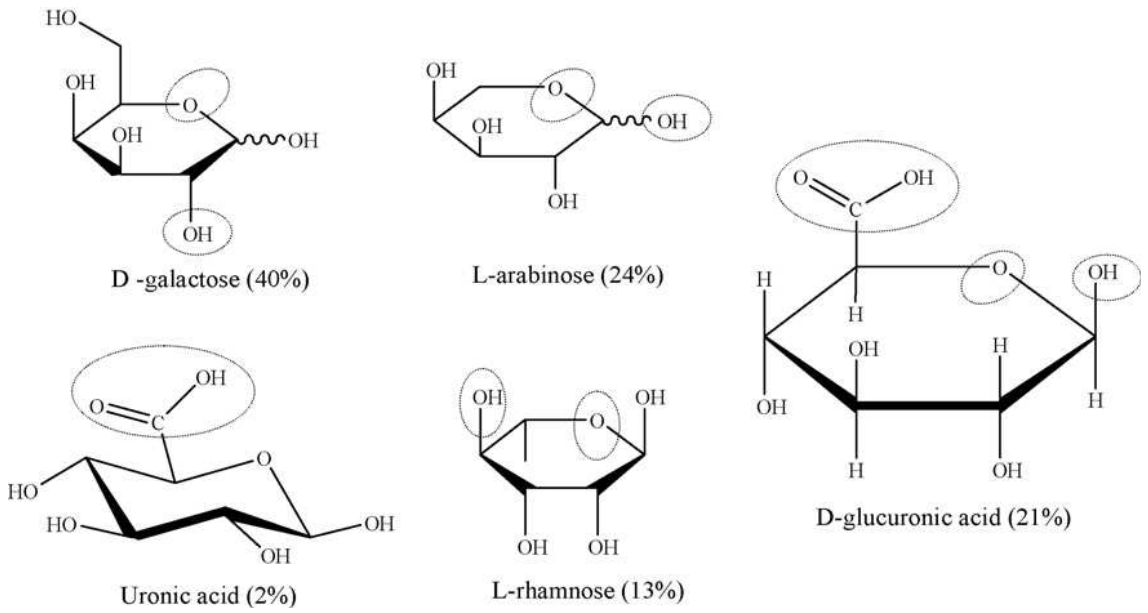


Şekil 2.2. Jelatinin kimyasal yapısı (kompleks koaservasyon boyunca polimerizasyondan sorumlu gruplar yuvarlak içindedir.)

**Arap Zamkı:** Akasya ağacından elde edilen doğal bir sakızdır.



**Şekil 2.3.** Arap Zamkı



**Şekil 2.4.** Arap zamkını formülize eden D-galaktoz, L-arabinoz, Üronik asit, L-rhamnoz, D-glukoronik asit

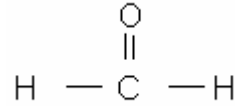
**KAYNAK:** ÖNDER, E., SARIER, N., ÇİMEN, E. 2008. Encapsulation of phase change materials by complex coacervation to improve thermal performances of woven fabrics. *Thermochimica Acta*. 467. s. 63–72



### 2.1.2. apraz baęlayıcılar

**Glutaraldehid özeltisi:** Merck (% 25),

**Formaldehid özeltisi:** Merck (% 37)

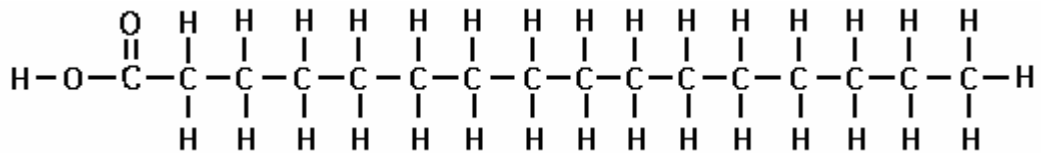


Glutaraldehidle jelatinin sertleşmesi moleküller arası apraz baęlarla olmaktadır. Jelatin molekülleri arasındaki bu baę amin grupları arasında olmaktadır. Glutaraldehidle aynı şartlarda işlem gören jelatin mikrokapsülleri sarı, formaldehidle işlem gören jelatin ise beyaz-bej renk olmaktadır.

### 2.1.3. ekirdek materyal

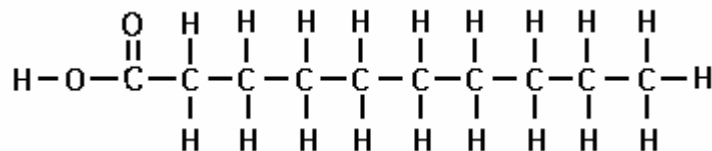
**ekirdek:** Hindistan yaę asitlerinden palmitik ve kaprik asit kullanılmıřtır.

**Palmitik asitin** (hegzadekanoik asit) kimyasal formülü  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$ 'tür.



řekil 2.5. Palmitik asit

**Kaprik asitin** (dekanoik asit) kimyasal formülü ise  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{COOH}$ 'tür.



řekil 2.6. Kaprik asit

Kimyasallar Merck'ten temin edilmiştir.

#### **2.1.4. Yağ asidi karışımlarının hazırlanması (Ötektik karışım)**

Birbirleri içinde çözünebilir bir grup maddenin, en düşük sıcaklıkta sıvılaşacak biçimde düzenlenmiş karışımıdır. Bu tür maddelerden rastgele seçilmiş sıvı bir karışım soğutulduğunda, bileşenlerden birinin katılarak sıvı karışımdan ayrılacağı bir sıcaklığa ulaşır. Sıcaklık daha da düşürüldüğünde, aynı bileşen katılmayı sürürerek katılan ayrılacağı için geride kalan sıvı diğer bileşen tarafından zenginleşir ve sonunda sıvının bileşimi her iki maddenin katı bir karışım halinde ve aynı anda ayrılmaya başladığı bir değere ulaşır. Sıvının katılmaya başladığı sıcaklığa ötektik noktası denir. Soğutulan sıvı başlangıçta ötektik noktasına ulaşmaya kadar herhangi bir katılma ve

ayrılma olmaz; bu sıcaklık derecesine ulaştığında, katılan her iki bileşen, sıvıdaki bileşim oranını koruyacak biçimde ayrılmaya başlar. Katılma süresinde gerek biriken katının, gerekse arta kalan sıvının bileşimi ve sıcaklığı değişmez.

Yapılan deneylerde kullanılan ve 27-29 C de eriyebilen çekirdek maddeyi elde etmek için belirlenen iki yağ asitinden belirli oranlarda alınarak ötektik karışımlar hazırlanmıştır. Bu karışım oranları belirlenirken arzulanan uygulama alanı esas alınmıştır. Karışım sonunda erime ve donma noktası farklı olan yeni bir karışım elde edilmiştir. Hazırlanan karışımlarla ergime gizli ısısı ve ergime aralıkları üzerinde etkili olunmaya çalışılmıştır. Ergime gizli ısısında önemli bir değişim gerçekleştirilmeden ergime aralığını uygulamada istenen noktalara çekmek hedeflenmiştir. Karışım oranları aşağıda belirtildiği gibidir.

❖ % 75.2 Kaprik Asit + %24.8 PalmitikAsit

**Çizelge 2.1.** Kaprik Asit ve Palmitik Asidin Kimyasal Özellikleri

Kimyasallar	Kaprik Asit	Palmitik Asit
Formüller	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>
Molekül Ağırlığı (g/mol)	172.27	256.43
Erime Sıcaklığı (°C)	30-33	62-65
Ergime Isısı (kJ/kg)	152.7	185-187
Isıl İletkenlik (W/mK)	0.153 (38,5 °C)	0.165 (80°C)
Yoğunluk (kg/m <sup>3</sup> )	Sıvı 878 (45°C)	847 (80°C)
	Katı 1004 (24°C)	989 (24°C)

Çözeltinin filtrasyonu için filtre kağıdı (1 mikrometrelik hassasiyetle) ve mikrokapsülleri kumaşa aktarmak için çözülmesini sağlayan iki farklı çözen kullanılmıştır. Bunlar NP10 ve BİODAG G10 dur.

### 2.1.5. Polyester kumaş

**Şekil 2.7.** Polyesterin Kimyasal Formülü**Çizelge 2.2.** Mikrokapsül Uygulamasında Kullanılan Kumaşın Özellikleri

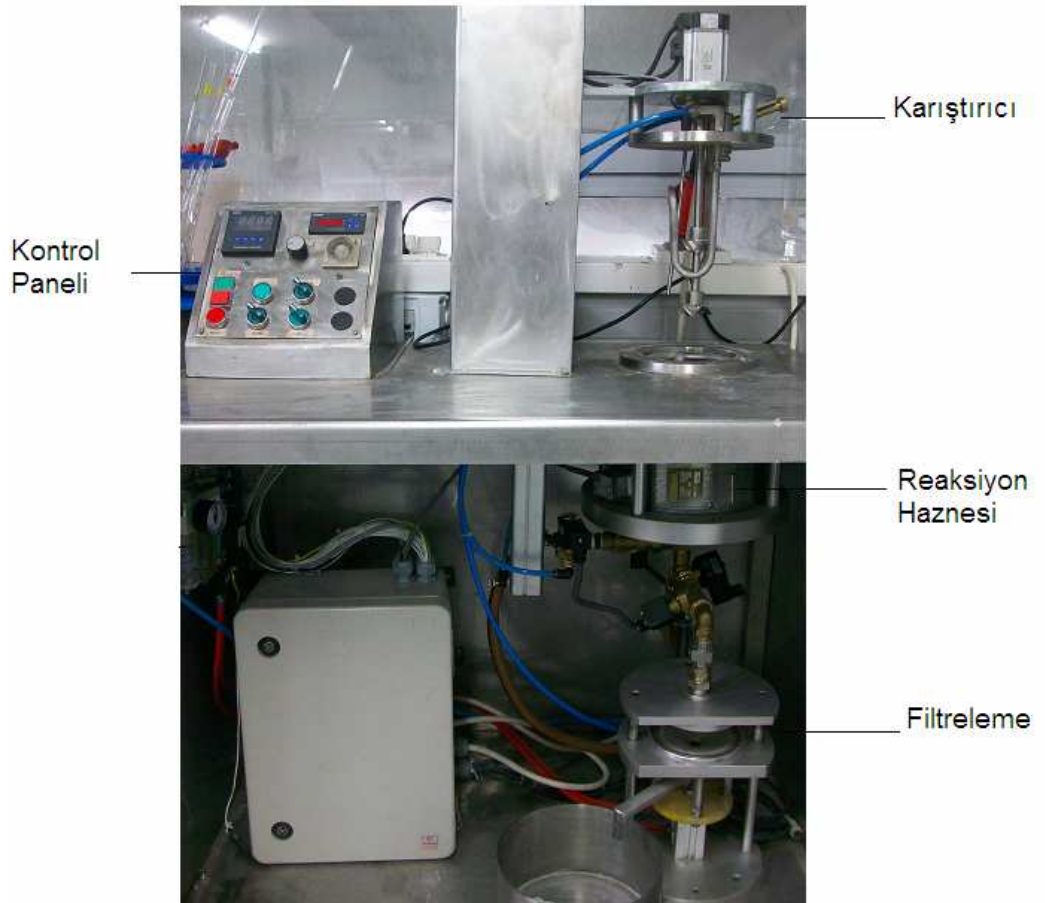
Kumaş Cinsi	% 100 PES Tafta Kumaş
İplik Numarası (Atkı)	150 Denye
İplik Numarası (Çözü)	75 Denye
Atkı Sıklığı (atkı/cm)	26
Çözü Sıklığı (çözü/cm)	60
Gramaj	200 gr/m <sup>2</sup>

## 2.2. Yöntem

### 2.2.1. Mikrokapsül yapımı

#### 2.2.1.1. Koaservasyon işlemi:

Koaservasyon işlemi, Berteks A.Ş. tarafından özel olarak yaptırılan aparatta gerçekleştirilmiştir. Kompleks koaservasyon yöntemiyle ısıl regülasyon sağlayabilecek FDM'lerin mikrokapsülasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Atmosferik koşullarda çalışan bu reaktörde doğal polimerlerle denemeler yapılmış ve prosesin gerekli yerlerinde manyetik karıştırıcıdan faydalanılmıştır.



Şekil 2.8. Koaservasyon İşleminin Gerçekleştiği Reaktör

Koaservasyon işlemi, Övez ve Yüksel (2002) ile Özonur ve arkadaşlarının (2006) çalışmaları incelenerek ve ortak noktalar ile sonuca olumlu etki eden noktaların entegrasyonu sonucu ortaya çıkan işlem basamakları dahilinde yapılmıştır. Mikrokapsül eldesi için ilk adım, sürekli faz olan su fazı (jelatin-arap zamkı çözeltisi) içinde, yağ asitlerini damlalar halinde dağıtmak yani emülsiyon elde etmektir. Burada yüzey aktif madde olan jelatin ve arap zamkı moleküllerinden bir kısmı birkaç molekül kalınlığında olmak üzere su/yağ arayüzeyine gelir, bir kısmı da çözeltide kalır ve daha sonra koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüller oluşur. Öncelikli olarak çalışılan doğal polimerler, jelatin, arap zamkı, hindistan cevizi yağ asitleri karışımıdır. Buna göre:

1. Reaktör içi sıcaklığını 40-45 C yapacak şekilde su çevrimi yapılan reaktörde 40 ml % 12,5(a/v) jelatin çözeltisi 1200 dev/dak hızla karıştırılır.
2. Üzerine 20 g yağ asidi karışımı (% 75,2 Kaprik Asit + % 24,8 Palmitik Asit) damla damla ilave edilerek bir emülsiyon hazırlanır.
3. Sürekli karıştırılan bu karışıma 5 dakika sonra üzerine 40 mL % 12,5 (a/v) arap zamkı çözeltisi yine damlalar halinde katılır ve 15 dakika daha aynı hızda karıştırılır.
4. Karışımın pH'sı (yaklaşık 5.00), asetik asit ilavesi ile pH=4.00' e ayarlandıktan sonra karıştırıcının hızı aynı kalmış ve hemen ardından karıştırma işlemi oda sıcaklığında devam etmiştir.
5. Karışımın seyreltilmesi için ise üzerine mümkün olduğunca yavaş ve düzenli bir şekilde 200 ml su püskürtülerek ilave edilmiştir.
6. Karışımın çapraz bağ oluşumu ile güçlendirilmesi amacı ile 12,5 mL formaldehid damla damla ilave edilmiştir. Tüm bu adımlar süresince, karışım oda sıcaklığında sabit tutulmuştur.
7. Bu işlem sonunda karışım, NaOH çözeltisi ile pH'sı 4.00' dan 9'a ayarlanarak karışım yaklaşık 5-10 C ye soğutulmuştur.
8. 2-4 saat bu sıcaklıkta kalan karışım, daha sonra filtrelenmiş ve kurutulmuştur.

Mikrokapsülleme üzerinde birçok patentli yöntemler oluşturulmuştur. Mevcut patent ve bilimsel literatürde koaservasyon yöntemi ile jelatin-arap zamkı mikrokapsüllerin yapımında, bilhassa akıcı toz haline getirmede birçok zorluklarla

karşılaştığı bildirilmektedir. Teknik, düşük karıştırma hızları, ısıtma gereksiniminin az oluşu, kısa polimerizasyon süresi, normal atmosfer şartlarında çalışma gibi avantajları ile endüstriyel boyutta uygulanabilir niteliktedir.

Yapılan deneyler sırasında optimum çalışma şartları ve en uygun madde miktarlarını belirlemek amaçlı denemeler yapılmıştır. İncelenen makalelerin genelinde kullanılan jelatin ve arap zıncı çözeltileri konsantrasyonu %10–12,5 arasındadır. Koaservasyon için gerekli sıcaklık değeri ise 40–45 C civarında tutulmuş, daha düşük sıcaklıklardan kaçınılmıştır.

Koaservasyonda mikrokapsüllerin büyüklükler karıştırma hızına oldukça bağlıdır. Karıştırma hızı arttıkça mikrokapsüller daha küçük olmaktadır. Önceki yapılan koaservasyon çalışmaları incelendiğinde karıştırma hızının kapsül şekli ve boyutunda çok etkili olduğu görülmüştür. Buna dayanarak karışıma bir an bile ara verilmeden işlemin sürdürülmesine özen gösterilmiştir. Çekirdek madde olarak kullanılan yağ asitleri ve karıştırıldıkları oranlar istenilen erime sıcaklığına uygun seçilmiştir. Deneyler için gerekli olan en uygun maddeyi elde edene kadar uzun çalışmalar yapılmış ve farklı FDM'ler kullanılmıştır. Sonuçta kaprik ve palmitik asitte karar kılınmıştır. Çekirdek madde olarak yağ asitlerinin seçilmesinin en önemli sebebi ise doğal olmaları, insan ve çevre sağlığına zararlı olmamalarıdır.

Koaservasyon işleminde jelatinin üzerine eklenen her maddenin damla damla ilavesi, deneyler sonunda beklenen sonucu elde etmede diğer önemli adımlardan biridir. Tüm işlem adımlarının aynı sıra ile yapıldığı ve tüm parametrelerin birebir aynı olduğu deneylerde sadece maddelerin eklenme şekillerinin birbirinden farklı olması, işlem çıktısının tamamen değişmesine sebep olmuştur. Damla damla eklenen maddelerle sürdürülen koaservasyon sonucunda kapsülleri elde ederken, doğrudan madde eklemeleri kapsül edinimine engel olmuştur.

Karışımın ilk pH'sının 4.00'a ayarlanması (asidik), yine incelenen literatürden ortak çıkarım olup, deneyler esnasında farklı bir değer denenmemiştir. Ancak ikinci yapılan pH ayarlanmasında, bazik değere getirilecek karışım için 9–11 arası pH'lar

uygulanmıştır. pH ayarlamasına kadar olan tüm işlemlerin aynı olup sadece bazik pH değerlerinin farkından kaynaklı ortaya çıkan karışımlardan, pH değeri  $9 \pm 0,4$  olan karışımdan filtreleme sonucu kapsül eldesi sağlanırken pH değeri 9,5–11 arası olan karışımlarda herhangi bir madde edinimi gerçekleşmemiştir. Bu durum aşırı bazik ortamın, kapsül oluşumunda bir engel teşkil ettiğinin açık bir göstergesidir. Sıvı karışım içinde, formaldehit ilavesinden sonra daha belirgin şekilde oluşan katı partiküller pH 9 değerinde gözlemlenebilirken, pH 9,5 ve üzerinde yavaş yavaş yok olmakta ve pH 11 de tamamen ortadan kaybolmaktadırlar.

Sıvı çözeltinin ilk pH ayarı sonrası üzerine eklenen suyun, eklenme şekli (en uygunu püskürtmedir) ve su miktarı önemli etkenlerden bir diğerleridir. Su, çözelti içindeki oluşacak mikro partiküllerin homojen dağılımını sağlamakta ve çözeltinin filtreden geçirilmesi aşamasında kolaylık sağlamaktadır. Hemen ardından eklenen formaldehit bahsedilen bu mikro parçaların oluşumuna ve kabuk materyalin sertleşmesine yardımcı olmaktadır. Böylelikle elde etmeye çalıştığımız mikrokapsüllerin kabuk materyalinin darbelere ve ezilmelere karşı dayanıklı olmasını, çekirdek maddenin kabuk içerisinde hapsolmesini sağlamaktadır. Deneylerde, tekrarlanarak uygulanan farklı miktarlarda formaldehit ilavelerinde en uygun miktar 12,5 mL olarak kaydedilmiştir. Formaldehit yerine denediğimiz diğer çapraz bağlayıcı olan glutaldehit bazik ortamda önce sararmış, ardından koyu turuncu bir renk almıştır. Bu sebeple glutaraldehit kullanımı mümkün olmamıştır.

Bazik pH ayarı arkasından yapılan çözelti soğutma işlemi, farklı yöntemlerle gerçekleştirilmiştir. Öncelikli yöntem şoklama, yani 0 C sıcaklıkta belli miktar su içerisine 45 C sıcaklığa sahip çözeltiyi ilave etmek ve katı parçacıkların ani soğuma ile ortaya çıkmasını kolaylaştırmaktır. Şoklanmış çözelti yaklaşık 10 C civarına gelmekte ve karışımı devam etmektedir. Bu yöntemle göre elde edilen mikro parçacık miktarı daha az olup başka teknikler denemesine gidilmiştir. Son olarak karar kılınan teknik ise formaldehit ilavesi yapılmış olan çözeltiyi doğrudan soğutucu içerisine alarak 2–4 saat boyunca bu karışımı 5–10 C sıcaklıkta tutmak olmuştur. Bu metotla edinilen parçacık miktarında daha başarılı olunmuştur. Çözelti soğutucu içerisine konulmadan önce de görülebilen partikül oluşumu, soğutucudan sonra artış göstermiştir.

Son olarak soğutma uygulanmış bu çözeltinin filtrasyonu, elde edilen mikrokapsüllerin yıkanması ve kurutulması işlemleri yer almaktadır. Filtreleme işlemi, çapı 1 mikrometre ve üzeri büyüklükte mikro partikülleri süzmeye yarayan filtre kağıdı ile gerçekleştirilmiştir. Saf su ile yıkanan partiküller, yıkanmadan önce pH  $9 \pm 0,4$  değerindeyken yıkandıktan hemen sonra pH 8,40 değerine gelmektedir. Ardından, kapsüller oda sıcaklığında ve 80 C sıcaklıkta kurutucularda kurutulmaya bırakılmıştır. Tespit edilen mikroskop görüntüleri sonucunda doğrudan kurutulan mikrokapsüllerin çepçepçerleri birbirlerine yapışık bir kütle oluşturmuşlar; oda sıcaklığında zamanla kuruyan kapsüller ise net görüntüler vermişlerdir. Ancak oda şartlarında kuruyan kapsüllerde de oldukça sert bir madde oluşumu görülmüştür. Bu sebeplerden dolayı mikrokapsülasyon işlemi için maddeyi kurutup, tekrar çözerek kumaşa aktarmak yerine sıvı-macun kıvamında iken emdirme banyosu hazırlanmış ve fulard aplikasyonu gerçekleştirilmiştir.

### **2.2.2. Elde edilen mikro FDM'lerle yapılan testler**

Mikrokapsül özelliklerinin test edilmesinde, DSC, FT-IR, SEM, stereo mikroskop test cihazları kullanılmıştır.

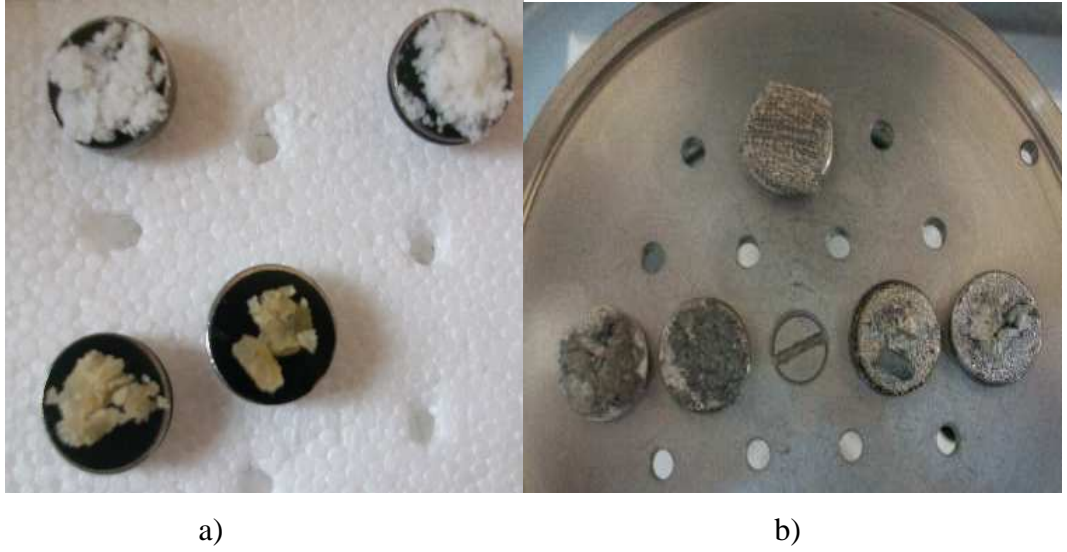
#### **2.2.2.1. SEM (Taramalı Elektron Mikroskopu)**

Mikrokapsüllerin yüzey özelliklerini tayin etmek için optik taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılmıştır. SEM görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir.

Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Çalışma prensibi olarak SEM: optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır.



Mikrokapsüllerin karakterize edilmesi işleminde elektron mikroskobunun yeri doldurulamayan bir önemi bulunmaktadır. Elektron mikroskobu polimerik mikrokapsüllerin sadece görünümünün izlenmesi için değil parçacık büyüklüğünün ve dağılımının da anlaşılmasına yarar. Parçacık büyüklüğünün bilinmesi üretilen mikrokapsüllerin istenilen uygulama için uygun olup olmadığına karar verilmesi açısından gereklidir.



**Şekil 2.9.** a) Mikrokapsüllenmiş toz halde FDM'lerin SEM görüntüsü için hazırlanmış numuneleri (kaplama öncesi) b) Kaplama sonrası

SEM görüntüsü alınacak numuneler öncelikle sabit duracak şekilde test aparatları üzerine konumlandırılmıştır. Numunelerden görüntü eldesi için üzerlerine kaplama cihazında altın - polodyum kaplama uygulanmıştır. 15 dak boyunca devam eden kaplama ardından numuneler vakumlanmak üzere SEM cihazına yerleştirilmiş ve bir miktar da vakum işlemi için beklenmiştir. Vakumlamadan sonra numuneler görüntü almak için hazır hale gelmişlerdir.



**Şekil 2.10.** SEM Numune Kaplama Cihazı

**Çizelge 2.3.** SEM Özellikleri

<b>CARL ZEISS EVO 40</b>	
Çözünürlük	3.0 nm 30 kV (SE) 4.5 nm 30 kV (BSD)
Voltaj	0.2 - 30 kV
Büyütme	7 - 1,000,000 x
Görüntü	3072 x 2304 piksel TIFF JPEG



**Şekil 2.11.** SEM Cihazı

### 2.2.2.2. FDM'lerin termal özelliklerinin belirlenmesi (DSC)

Faz deęişimini analiz etmenin başlıca teknikleri konvansiyonel kalorimetre, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve DTA (diferansiyel termal analiz) dır. Genellikle çeşitli üreticilerin verdikleri malzeme özellikleri açısından bir belirsizlik söz konusudur. Bu nedenle, DSC yöntemi ile daha doğru sonuçların elde edilmesi tavsiye edilmektedir.

DSC'de numune ve referansın sıcaklığını arttırmak için verilmesi gereken ısı miktarı sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülür. Örnek materyal ısıtılırken, soğutulurken veya sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan ya da salıverilen enerji miktarını ölçer. Bu teknikte, referans ile örnekten gelen veya uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa ya da zamana bağlı olarak gösterilir. Bu yöntemle örnekteki faz deęişimi sırasındaki ısı transferi miktarı saptanabilir. Referans malzemesinin ısı kapasitesinin taranan sıcaklık aralığı üzerinde iyi bir şekilde tanımlanmış olması gereklidir.



Şekil 2.12. Perkin Elmer, Diamond DSC

**Çizelge 2.4.** DSC'nin teknik Özellikleri

Sıcaklık aralığı	-170 °C ile 730 °C
Sıcaklık doğruluğu	± 0.1 °C
Sıcaklık çözünürlüğü	± 0.01 °C
İzleme hızı	0.01 °C ile 500 °C/dak.
Kalorimetre doğruluğu	< ± % 1
Kalorimetre çözünürlüğü	< ± % 0.1
Kalorimetre duyarlılığı	0.2 m W
Dinamik aralık	0.2 m W ile 800 mW
Eş sıcaklık kayması (10 Dak.)	-150/100 °C <15 m W/ < 10 m W

**Çizelge 2.5.** DSC'nin örnek özellikleri

Katı miktarı	maksimum 30 mg
--------------	----------------

Numuneler ısıtma olayları Perkin Elmer marka Diamond DSC' de, Azot ortamında, (-65-80 C) sıcaklık aralığında, 10 °C/ dak ısıtma hızında ölçülerek belirlenmiştir.

### 2.2.2.3. FTIR kullanarak kimyasal kararlılığı belirleme metodu

FT-IR (**Fourier dönüşümlü kızılötesi**), matematiksel Fourier Dönüşümü metodu ile bir dizi frekanslardan oluşan kırmızı ötesi sinyali frekanslarına ayıran ve herbirini şiddeti ile gösteren işlemdir. FTIR spektroskopi tekniğinde, hücresel bileşenlere zarar vermediği bilinen IR ışının soğurulması, moleküle özgü titreşime ve bunun sonucu olarak da belirli frekans değerlerinde karakteristik sinyallerin (bantların) oluşmasına neden olmaktadır. Bu sinyallerin şiddetinde, bant genişliğinde ve frekans değerinde meydana gelen değişiklikler, incelenen sistem hakkında moleküler düzeyde önemli bilgiler vermektedir.

FTIR, ısıtma düzenlemede kullanılan mikrokapsüllenmiş FDM'lerde kimyasal bir değişimin olup olmadığını belirlemek amacıyla kullanılmıştır.



**Şekil 2.13.** FTIR, Nicolet 6700, Thermo Scientific

Bu amaçla FDM'lerin FTIR spektrumları alınmıştır. Elde edilen spektrum sonucunda kimyasal yapılarında bir değişim olmadığı belirlenmiştir. Numuneler Nicolet 6700 Thermo Scientific cihazında ölçülmüştür. Ölçüm işleminden önce kullanılacak tüm aparatlar kloroform (organik çözücü) ile temizlenmiştir. Test edilecek maddeden (katı halde) az miktarda alarak potasyum bromür ile biririne karıştırılmıştır. Pres cihazına yerleştirilen numuneden bir adet pellet hazırlanmış ve ölçüm için FT-IR'a yerleştirilmiştir. Ölçüm orta dalga sayısı olan 400-4000 arasında yapılmıştır. Bu dalga sayısı oranik maddeler için uygun dalga sayısı olup potasyum bromür karışımları için kullanılmaktadır.

**Çizelge 2.6.** Nicolet 6700 Performans Özellikleri

Spektrum Aralığı (Standart)	7800 – 350 1/cm
Optik Çözünürlük	0.09 1/cm
Pikten Pike Ses (1 dak Tarama)	< 8.68 x 10 <sup>-6</sup> AU** (50,000:1)
Dikey lineerlik	0.07 %T
Dalga sayısı hassasiyeti	0.01 1/cm
En yavaş lineer tarama hızı	0.158 cm/s
En hızlı lineer tarama hızı	6.33 cm/s

#### 2.2.2.4. Mikrokapsüllerin kumaşa aktarılması

Hazırlanan mikrokapsüller, konvansiyonel aplikasyon yöntemlerine (emdirme-kurutma) göre %100 poliester olan perdelik kumaşa aktarılmıştır. Kumaşa aldırılmak istenen kapsül miktarı üzerinden hesaplanan ve oluşturulan çözelti, fulard aplikasyonu ile kumaşa aktarılmıştır.

$$\text{Kapsül Konsantrasyonu (g/L)} = \frac{\text{KM} \cdot 100.000}{[(\text{KA} + \text{AF}) \cdot 100]}$$

KM: Metrekareye uygulanacak kapsül miktarı

KA: Kumaş ağırlığı (g/m<sup>2</sup>)

AF: (%) Alınan flote oranı (% 70 istenmektedir.)

Hesaplamalar 200 g/L kapsül konsantrasyonu üzerinden yapılmıştır ve kumaş ağırlığına göre % 70 flote alımı sağlanmıştır. Mikrokapsüllerin çözünmesi/ çözelti içinde homojen dağılması için ticari ismi NP10 ve Biodağ G10 olan iki farklı organik çözügen kullanılmıştır. 6:3:1 oranı ile su: kapsül madde: çözügenden oluşan yaklaşık 40 C sıcaklıkta olan flote kumaşa emdirilmiştir. Ardından kumaş kurutulmuştur.



**Şekil 2.14.** Fulard Aplikasyonu Numune Cihazı



**Şekil 2.15.** Numune Kumaş Kurutucu

Son olarak kumaşların ısıl regülasyon özelliği ortam koşulu simule edilerek test edilmiştir. Mikrokapsül uygulanmış kumaşlar test kabini kullanılarak termal özellikleri ölçülmüştür. Kabin dış ortamda yalnızca penceresi güneş ışınlarına maruz kalacak şekilde konumlandırılmış ve içerisine yerleştirilen termometreyle, işlem görmüş ve görmemiş kumaşların, kabin sıcaklığını zamanla nasıl değiştirdiği gözlemlenmiştir.

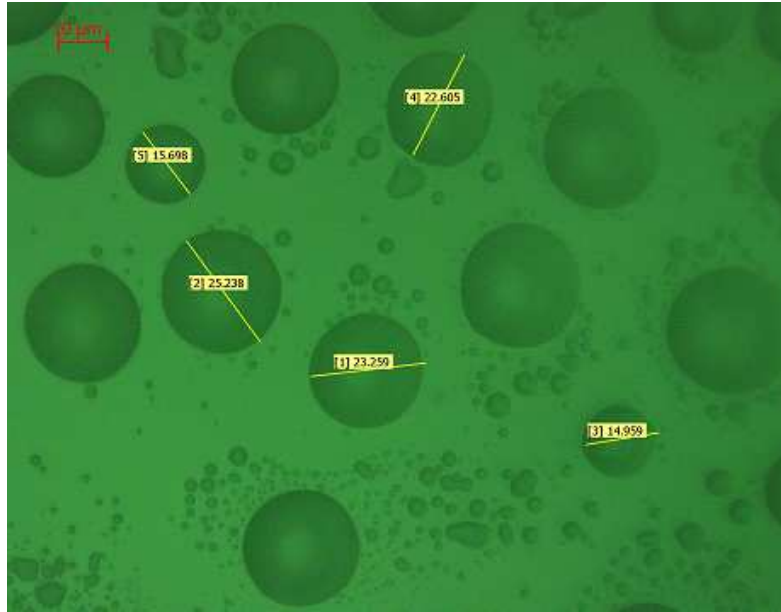
### 3. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Çeşitli denemeler sonucu elde edilen optimum deney koşullarıyla yürütülen proses ile farklı zamanlarda elde edilen mikrokapsüller **yöntem** kısmında SEM, FT-IR, DSC testlerine ve mikrokapsüllenmiş kumaş numuneleri ise SEM ile kabin testlerine tabi tutulmuşlardır. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir.

Test edilen numune kodları:

FDM 11, FDM 13 olup her iki kapsülleme metodunda da kabuk malzeme jelatin ve arap zankı, çekirdek malzeme ise palmitik ve kaprik yağ asitleri ötektik karışımıdır. Farklı zamanlarda uygulanan deneylerle edinilen bu numuneler arasındaki benzer ve farklı özellikler testler sonucu ortaya çıkmıştır. Ayrıca FDM 11 kodlu numune polyester kumaşın kapsüllemesinde kullanılmıştır ve kodu K dır.

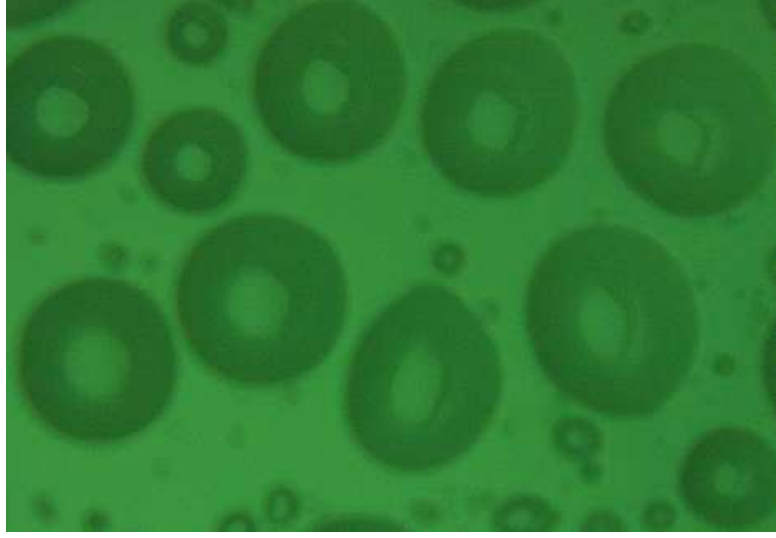
#### 3.1. SEM Test Sonuçları ve Görüntüleri



Şekil 3.1. Kapsüllerin stereo mikroskoptan elde edilen görüntüsü

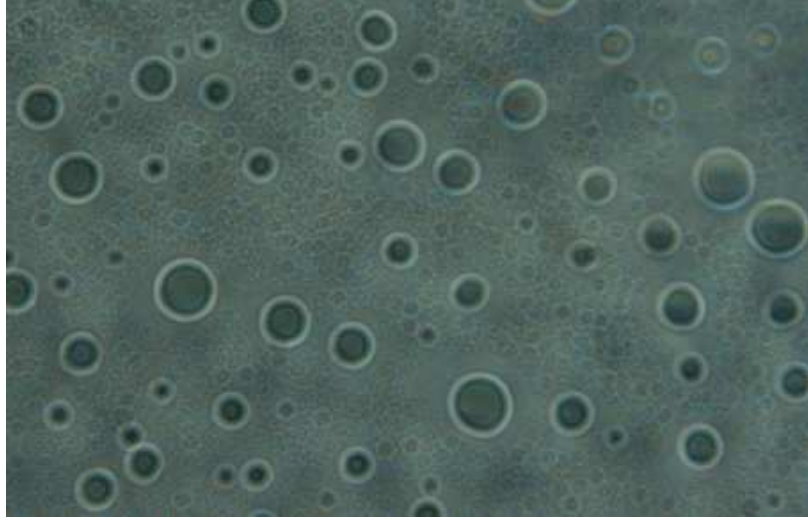


Şekil 3.1 de gözlenen görüntü, deneylerden elde edilen kapsüllerin kurutulmamış yani jel halinde stereo mikroskopta incelenmesi sonucu ortaya çıkmıştır. Bu görüntüde kapsüllerin 10–30 mikrometre büyüklükte oldukları ve küreciklerin düzgün şekle sahip oldukları tespit edilmiştir. Kapsüllerin düzgün küre formuna sahip olmasının, deney esnasında çözeltiyi karıştırma hızıyla birebir bağlantılı olduğu testler sonucunda görülmüş ve literatür taramasında da bu sonuç onaylanmıştır.



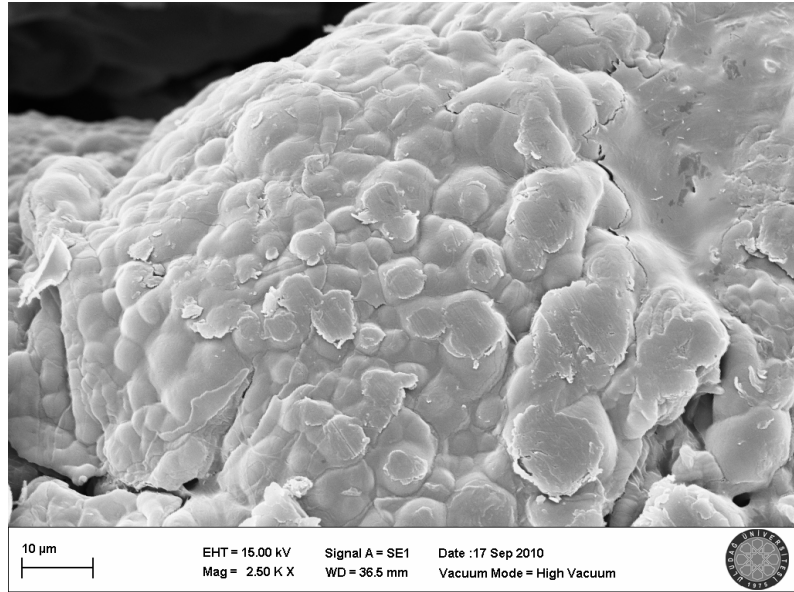
**Şekil 3.2.** Kapsüllerin stereo mikroskoptan elde edilen görüntüsü-2

Stereo mikroskoptan elde edilen 2. görüntüde ise mikro küreciklerin kabuk ve çekirdek görüntüleri net bir şekilde ortaya çıkmıştır. Burada doğal polimer kabuğun oldukça kalın olduğu ve çekirdek madde yüzdesinin ise çok az yer aldığı gözlemlenmiştir. Bu sonuç elde edilmek istenilen durumdan oldukça uzaktır. Çünkü mikrokapsül uygulanacak kumaşlara, ısı düzenleyici özelliğini asıl verecek madde olan çekirdek yani yağ asitleri karışımı, yapıda ne kadar az ise ısı düzenleme o denli yetersiz olacaktır.



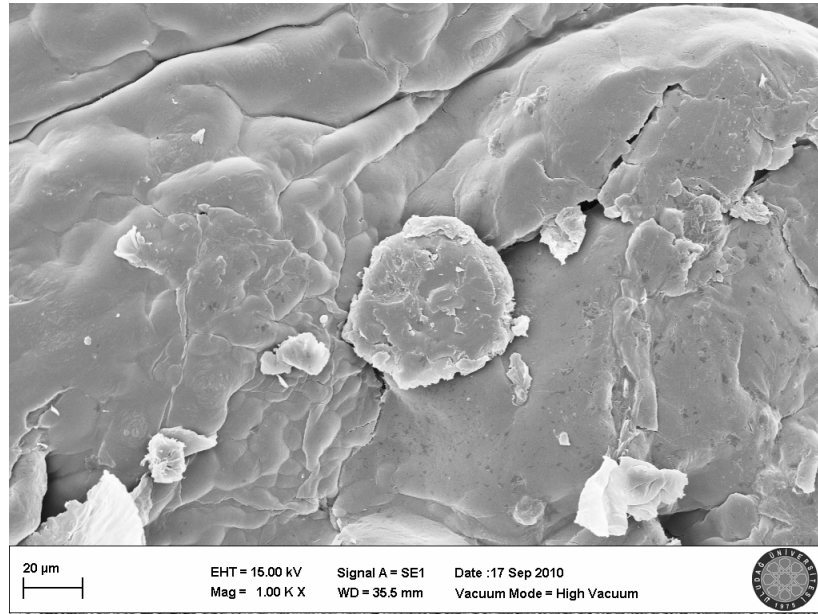
**Şekil 3.3.** Jel-Kapsüllerin stereo mikroskopta üstten aydınlatılmış görüntüsü

Şekil 3.3 te farklı bir zamanda elde edilmiş mikrokapsüllerin, test edilen jel formundan alınan sonuçlar stereo mikroskop görüntüsünde üstten aydınlatılma yapılmış ve kabuk ile çekirdek net bir şekilde izlenebilmiştir. Bu görüntüde Şekil 3.3' ün aksine kabuk kalınlığı olması gerektiği gibi oldukça incedir. Bundan dolayı da çekirdek oranı oldukça yüksektir ve bu durum mikrokapsüllerin uygulandığı tekstil ürünlerinde, bu ürünlere verilmek istenilen ısı regülesyon özelliğini sağlamada olumlu faktörlerden biri olmuştur.



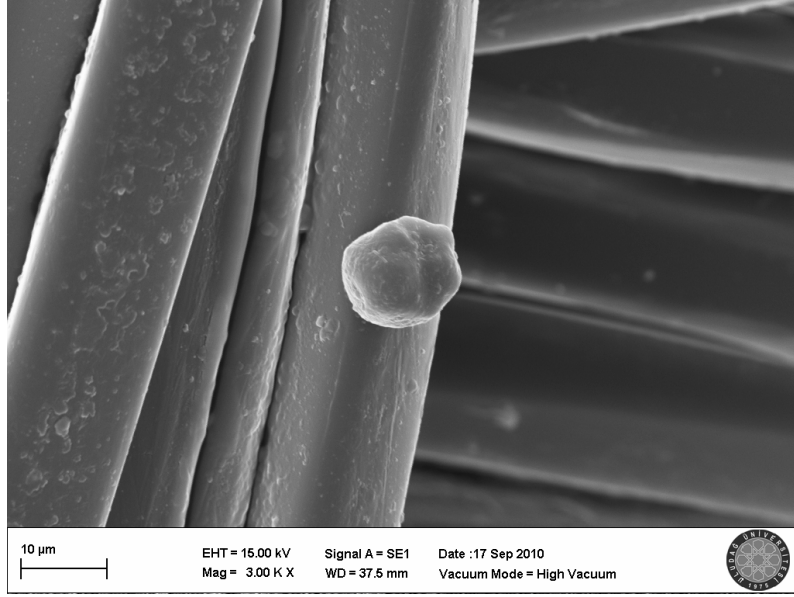
**Şekil 3.4.** FDM 13 kodlu numunenin SEM görüntüsü

Yine aynı proses dahilinde başka bir zamanda üretilmiş mikrokapsüllerin, yüksek sıcaklıkta kurutulmaları sonucu oluşan katı formdan alınan SEM görüntüleri yukarıda olduğu gibidir. Bu mikroskop görüntüsünde ise yaklaşık 5-10 mikro metre büyüklükte mikro küreciklerin olduğu ancak bunların yüksek sıcaklık sonucu birbirlerine yapıştıkları tahmin edilmektedir. Kapsül-jellerin, buradan hareketle oda sıcaklığında ya da 40-50 C sıcaklıkta kurutulması ön görülmektedir.



**Şekil 3.5.** FDM 11 kodlu numunenin SEM görüntüsü

Şekil 3.5 te ise elde edilen bir başka jel-mikrokapsül yapının kurutma ile kürecik formunu tamamen kaybettiği gözlemlenmiştir. Buradan yola çıkılarak jel kurutma işleminin 80 C sıcaklıkta uygun olmadığı ve kapsüllerin kürecik şeklini ya da kimyasal oluşumu bozduğu tahmin edilmektedir.



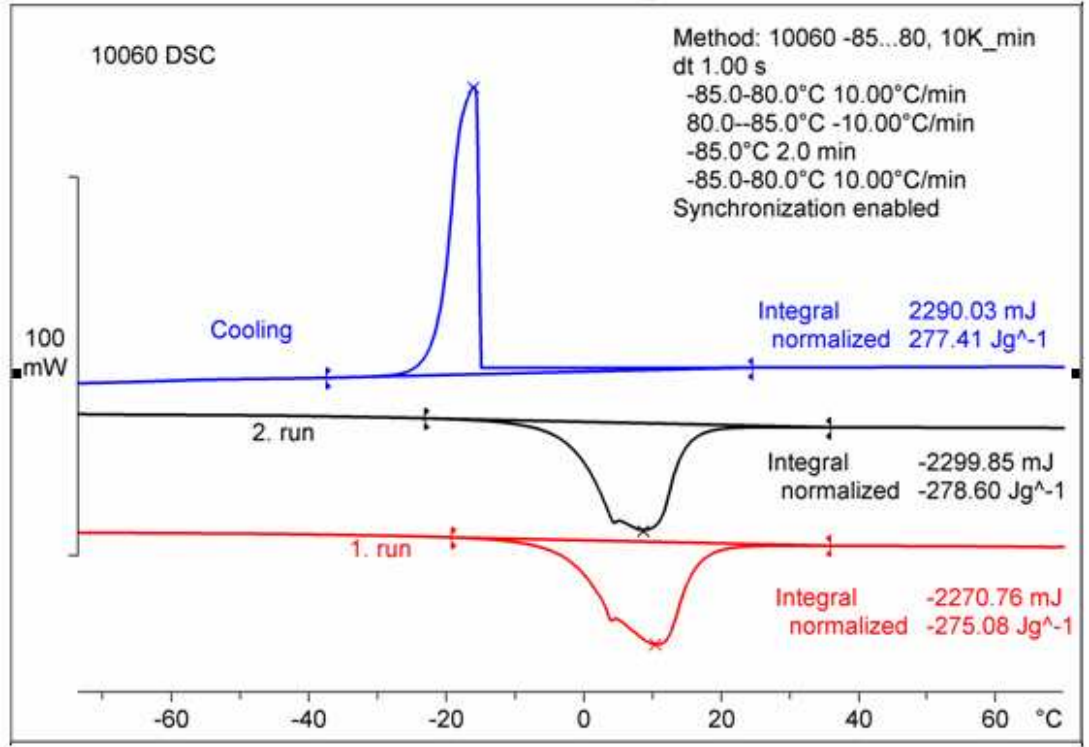
**Şekil 3.6.** Mikrokapsül uygulanmış kumaşın SEM görüntüsü (K) ( % 100 PES kumaş)

Deneyler sonucu ortaya çıkan mikrokapsül-jel yapı, çözgenle su içerisinde çözülmüş ve emdirme uygulaması ile (%70 flote oranı ile) %100 polyester kumaşa aktarılmıştır. SEM görüntülerinde, kapsüllerin kumaş üzerinde az miktarda konumlandığı gözlenmiştir. Bu durum üç koşuldan kaynaklı olabilir. Flote oranının az olması, oluşturulan flote içerisinde bulunan kapsül miktarının az olması ya da emdirme yönteminin kapsüllerin yüzeyde tutunması için uygun bir yöntem olmaması şeklinde yorumlanabilir. Bunlara çözüm olarak alınan flote oranını arttırmak yerine çözelti içindeki kapsül miktarını artırma ya da emdirme uygulaması yerine farklı yöntemler kullanmak tercih edilebilir.

Literatürde geçen diğer aktarma yöntemleri arasında, uygun bir binderle maddeyi kumaş yüzeyine kaplama işlemi yer almaktadır. Bu yöntemlerin etkili olduğu testler sonucu kabul edilmiş ve dolayısıyla bu konunun devam çalışmalarında kaplama yöntemine yer verilmesi mümkün görünmektedir.

### 3.2. DSC Analizleri

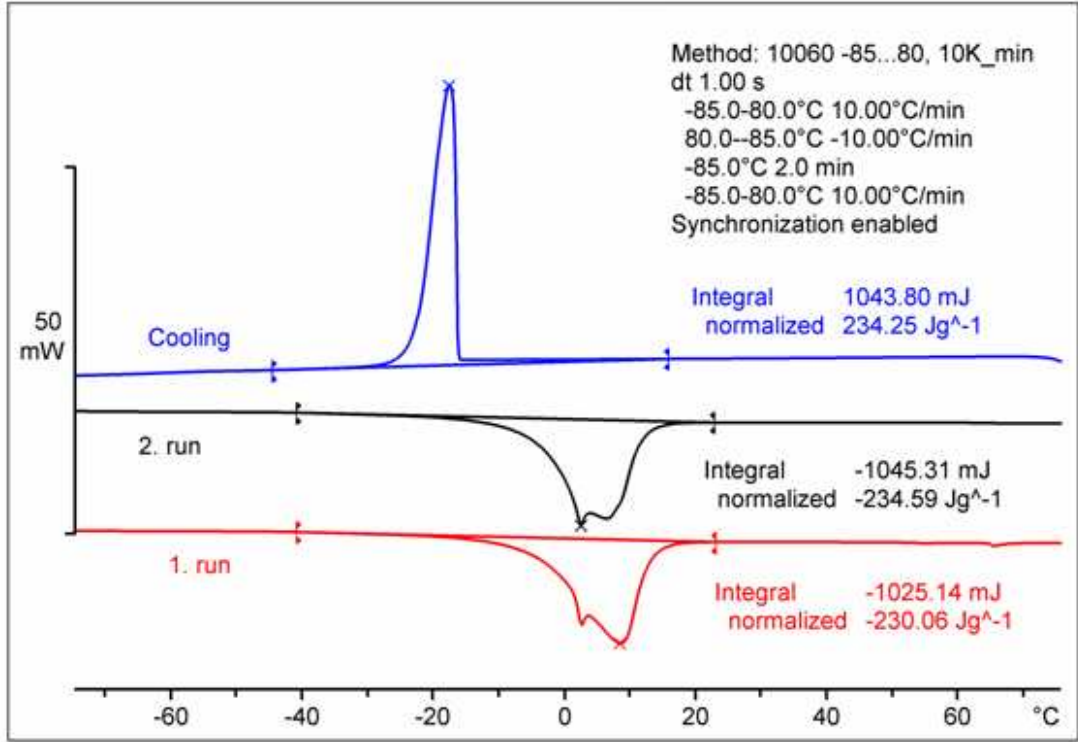
Numuneler (yaklaşık 5-10 mg) ön işlemsiz olarak alüminyum ölçüm kabına alınarak teste başlanmıştır. DSC'ye alınan her bir numune, önce (-85) - 80 C sıcaklık aralığında 10 C/dak ısıtma hızında ısıtılmış, hemen ardından 80 - (-85) C sıcaklıkları arasında 10 C/dak soğutma hızında soğutulmuş ve yine aynı ısıtma işlemi uygulanmıştır. Ölçümün yapıldığı atmosfer azot ortamıdır.



Şekil 3.7. DSC ısıtma, soğutma, ısıtma eğrileri, örnek 1

Çizelge 3.1. İlk örneğin erime sıcaklığı ve erime entalpisi

Örnek	1
1. erime	-272.9 J/g ± 4.7 J/g
Sıcaklık Aralığı	-20...30 C
2.erime	-276.7 J/g ± 4.3 J/g
Sıcaklık Aralığı	-20...30 C



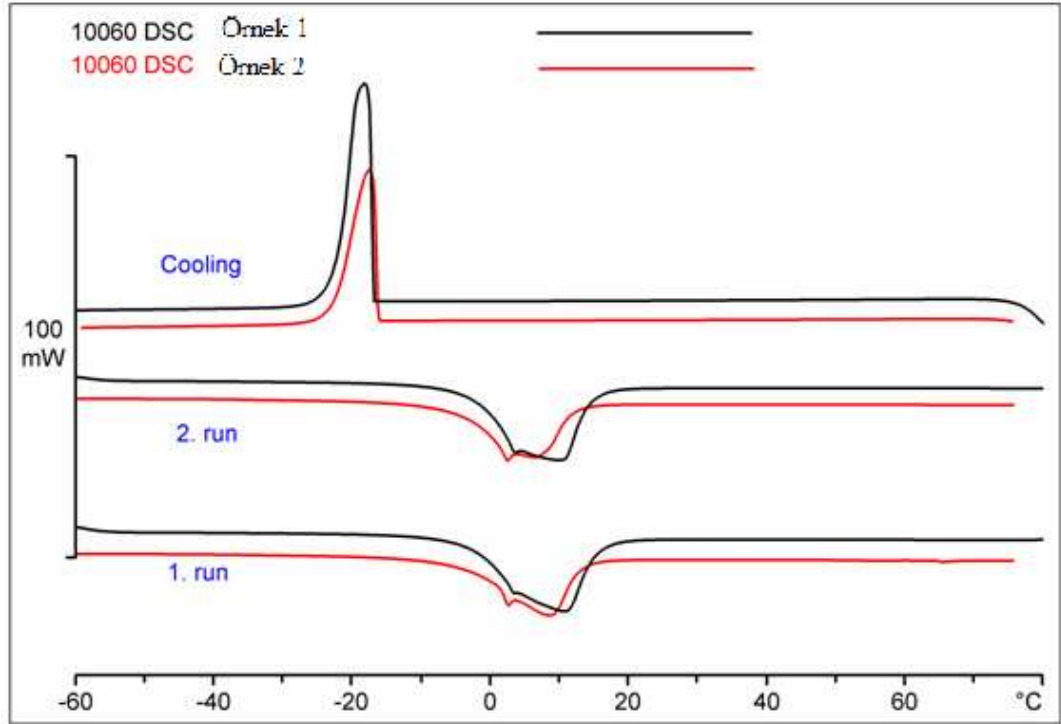
Şekil 3.8. DSC ısıtma, soğutma, ısıtma eğrileri, örnek 2

Çizelge 3.2. İkinci örneğin erime sıcaklığı ve erime entalpisi

Örnek	2
1. erime	-236.7 J/g ± 4.2 J/g
Sıcaklık Aralığı	-20...20 C
2.erime	-240.6 J/g ± 3.7 J/g
Sıcaklık Aralığı	-20...20 C

Aynı işlem adımlarıyla ancak farklı jelatin-arap zankı yüzdeleri kullanılarak ve farklı zamanlarda elde edilmiş bu iki örnekten de anlaşıldığı gibi, kullanılan maddelerin yüzde oranları çok önemlidir. İlk örnekte kullanılan %12,5'lik jelatin ve arap zankı çözeltisi bizim için daha uygun erime sıcaklık aralığı vermektedir. İkinci örnekte ise %10'luk çözelti kullanılmıştır. Kumaşlara uygulamak istediğimiz mikrokapsüllerin erime entalpilerinin de yüksek olması bu çalışmada istenen diğer önemli faktördür ve daha yüksek erime entalpisine sahip olan yine ilk numune olmuştur.

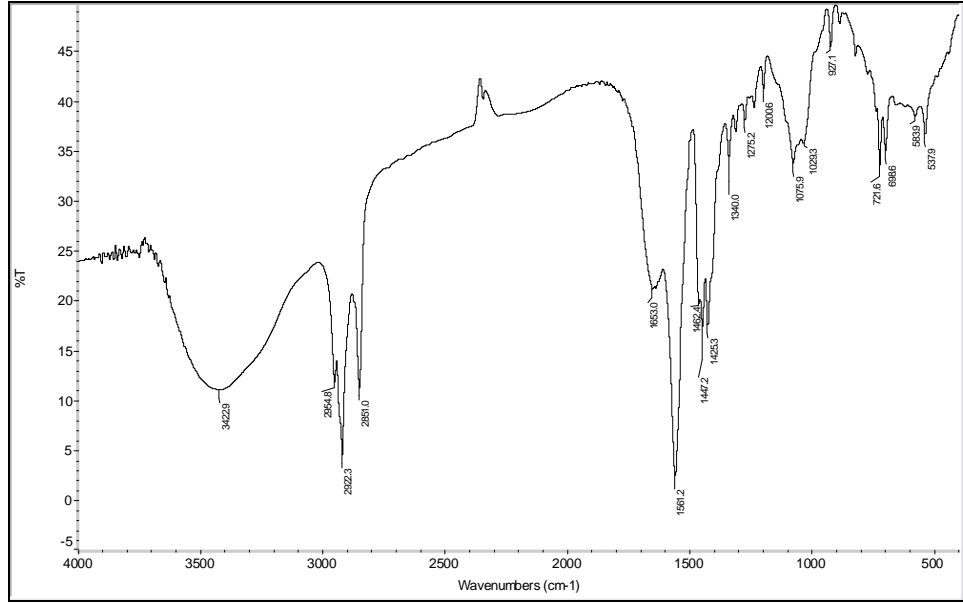
Mikrokapsüllerin kabuğunda kullanılan maddelerin yüzde miktarlarının fazla olması, çekirdek maddenin erimesini zorlaştırıcı etki sağlamıştır. Aynı zamanda çekirdek maddenin erimesi için ortama verilen ısı miktarında artış gözlenmiş yani erime entalpisi artmıştır. Bu durum, kapsül uygulanacak kumaşın, ortam ısısını daha fazla absorbe edebileceğinin kanıtıdır.



**Şekil 3.9.** İki örneğin DSC eğrilerinin kıyaslanması, ısıtma, soğutma, ısıtma eğrileri

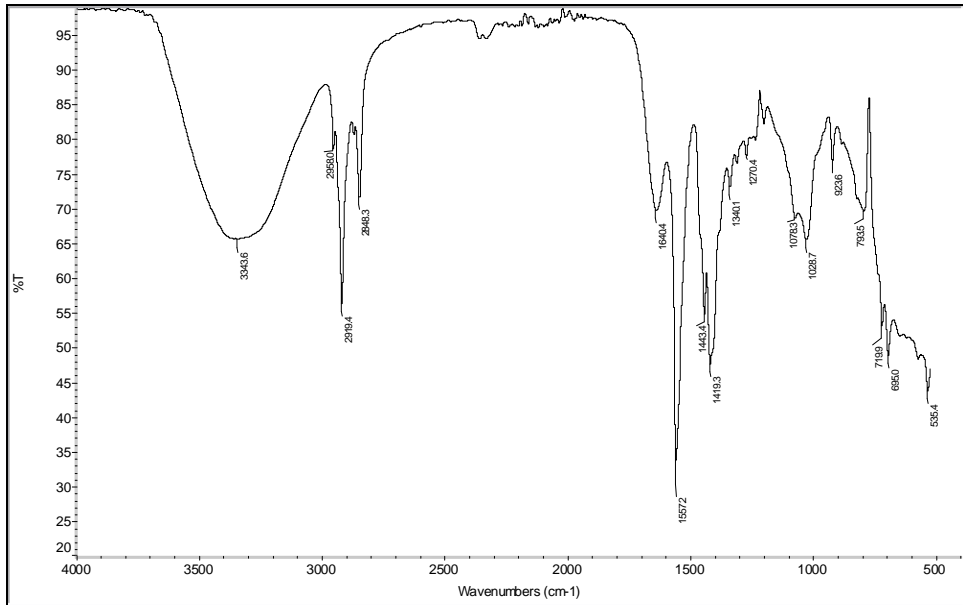
Yukarıda verilen iki örneğin kıyaslanan DSC eğrilerinde göze çarpan önemli fark erime piklerinin şekillerinin aynı olmamasıdır. Örneklerin erime aralıkları birbiriyle benzerdir. Bu aralık ilk örnek için -20 ile 30 C ve ikinci örnek için ise -20 ile 20 C'dir. Kristalizasyon çok hızlıdır çünkü kristalleşme piki erime piklerinin aksine fark edilemiştir. İki örneğin erime entalpileri de birbirinden farklıdır.

### 3.3. FT-IR Analizleri



Şekil 3.10. FDM 11'nin FT-IR Analizi

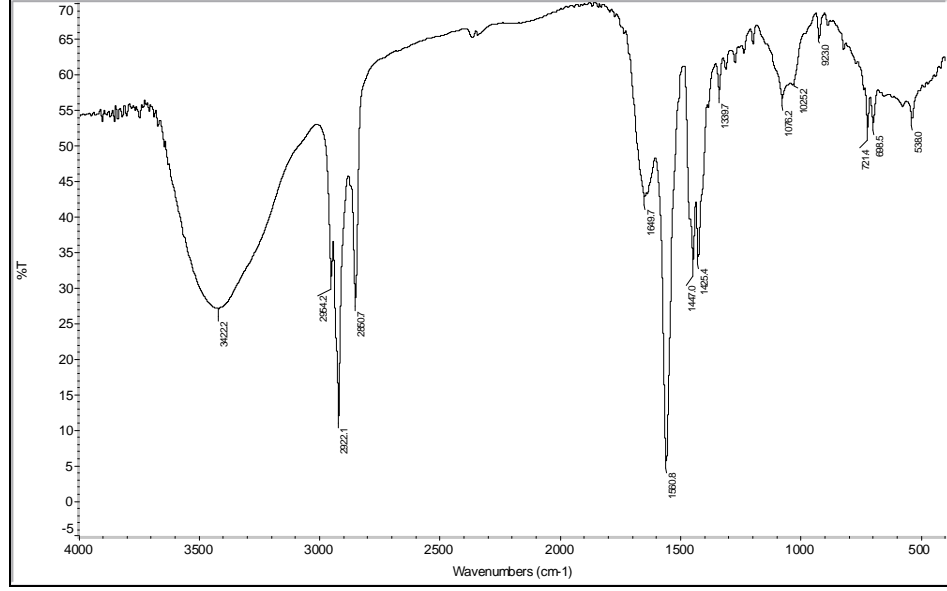
FT-IR testi sonucu elde edilen koaservat spektrumları, karakterize edilmiştir. FDM 11 için analiz sonuçlarında 3422, 2950, 2922, 2851, 1653, 1561, 1467, 1440, 1421, 1341, 1275, 1200, 1075, 1029, 927, 721, 698, 584, 538  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısında pikler gözlemlenmiştir.



Şekil 3.11. FDM 11'nin ATR Analizi

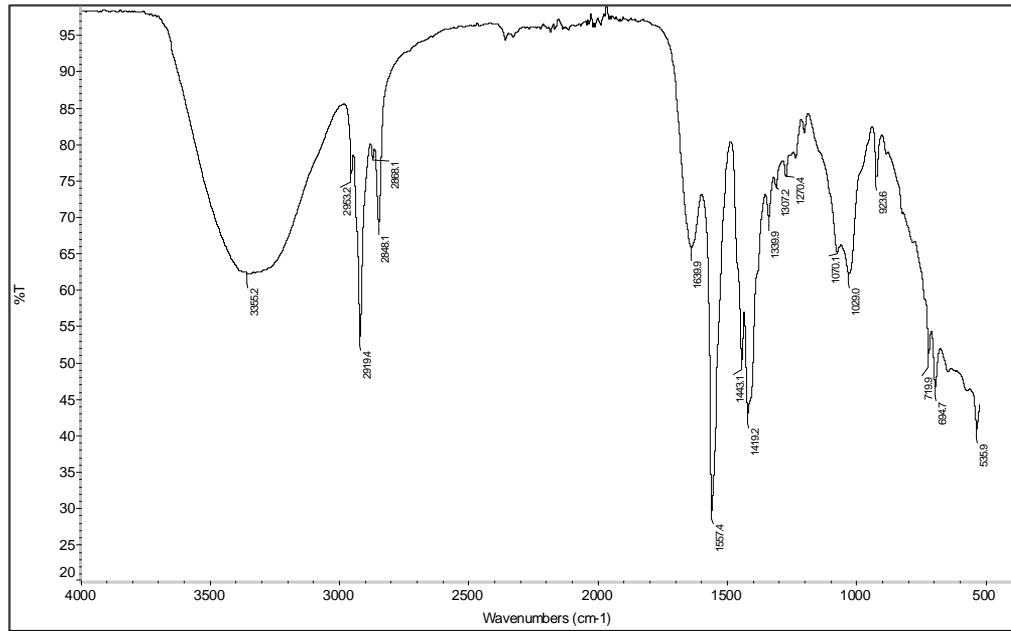


FDM 11 numunesinin ATR analizinde 3343, 2968, 2919, 2848, 1640, 1557, 1443, 1419, 1340, 1270, 1078, 1028, 923, 793, 721, 695, 535  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayılarında pikler görülmektedir.



Şekil 3.12. FDM 13'nin FT-IR Analizi

FDM 13 ile FDM 11 numuneleri madde içeriği ve miktarı açısından aynı olduğu için FT-IR ve ATR spektrumlarında dalga sayısı değerleri birbirine çok yakındır.



Şekil 3.13. FDM 13'nin ATR Analizi

Çalışmalardan elde edilen kompozit FDM'yi oluşturan CA-PA (kaprik asit-palmitik asit) ötektik karışımı, aralarındaki kimyasal uygunluğun karakterize edilmesi amacı ile FT-IR spektroskopisiyle test edilmiştir.

3600–3000  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısı aralığı  $\text{H}_2\text{O}$ , yani su piklerini ifade etmektedir. 3422  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısı yapıda suyun olduğunu göstermektedir. 2950 ve 2851  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayılarında ise C—H gerilme titreşimi görülmüştür.

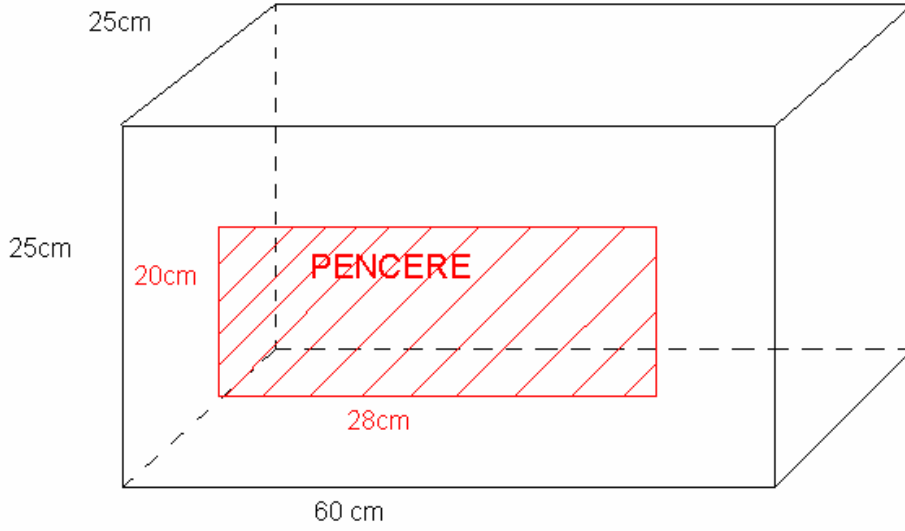
1655–1653  $\text{cm}^{-1}$  aralığında bulunan pikler –C–O–C (şeker) ve –NH<sub>2</sub> (protein) gruplarının birleşmiş olduğunu göstermektedir. FDM 11 mikrokapsüllerinin FT-IR spektrumunda yer alan 1653  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısı da jelatin ve arap zampkının birleşmiş olduğunu yani kompleks koaservasyon işleminin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. 1561–1559  $\text{cm}^{-1}$  arası yer alan pikler amino gruplarını ifade etmektedir. Bu durumda, elde edilen kimyasalda amino gruplar bulunmaktadır. Çünkü spektrumda 1561  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısında pik yer almaktadır. 1440  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısı karbonile komşu metilene ait absorpsiyonu ifade etmektedir. Bu değerde ortaya çıkan pikler yağ asitlerinin yapıdaki varlığını göstermektedir. Alifatik C–N titreşimi 1200-1170  $\text{cm}^{-1}$  arasında görünmüştür. Diğer taraftan eter köprüsünden dolayı C–O–C gerilme titreşimi 1075  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısında pikler yer almıştır. 698  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısı OH gerilmesine ait gözlenen absorpsiyonu ifade eder. Ötektik karışımın –OH fonksiyonel grubunun salınım ve titreşimlerine uygun düşen dalga sayısı 721  $\text{cm}^{-1}$ de bulunmuştur (Karaipekli ve Sarı 2008).

1467  $\text{cm}^{-1}$  ve 1341  $\text{cm}^{-1}$  deki bantlar C-H, OH veya CH<sub>2</sub> bükülmelerini temsil etmektedir. 1421  $\text{cm}^{-1}$  deki güçlü bant arap zampkındaki C-O gerilmesi ve OH bükülmesini göstermektedir. 1275  $\text{cm}^{-1}$ 'de C-O gerilmesi pikleri mevcuttur. 927  $\text{cm}^{-1}$ 'de O-H düzlem dışı eğilmesi absorpsiyon bantları bulunmaktadır.

FDM 11 ve FDM 13 kodlu mikrokapsül numunelerini aynı miktar malzemelerle ve aynı prosese farklı zamanlarda hazırlanmıştır. Her iki numune de FT-IR ve ATR spektroskopisinde hemen hemen aynı dalga sayılarında pikler vermiştir. Buradan yola çıkarak, farklı zamanlarda yapılmasına rağmen mikrokapsül maddelerin kimyasal

içeriklerinin aynı olduğu ve kimyasal uyumluluğun her zaman sağlanabildiği ortaya çıkmaktadır.

### 3.4. FDM’de Depolanan Enerji (Gizli Isı)



Şekil 3.14. Simule Odacık

Odanın sıcaklığını değiştirmek için gerekli olan ısı miktarı mikrokapsüllerin alacağı/vereceği ısıya eşit olduğundan yola çıkılarak;

$$Q_{\text{FDM}} = Q_{\text{hava}} \dots\dots\dots(1)$$

Odanın sıcaklığını 1,5 C değiştirmek için gerekli olan ısı miktarı;

$$Q_{\text{hava}} = m_{\text{hava}} \times C_{\text{V hava}} \times (T_{\text{ilk}} - T_{\text{son}}) \dots\dots\dots(2)$$

Odanın sıcaklığının istenilen derecede değiştirmek için mikrokapsüllenmiş FDM’lerin alacağı/vereceği ısı miktarı;

$$Q_{\text{FDM}} = m_{\text{FDM}} \times \Delta H_{\text{erime/donma}} \dots\dots\dots(3)$$

$$Q_{\text{depo}} = m_{\text{FDM}} \times H \dots\dots\dots(4)$$

$$Q_{\text{depo}} = 2220 \text{ g} \times 179,98 \text{ J/g} = 399555,6 \text{ J} \dots\dots\dots(5)$$

$$\text{Depolama verimi} = (Q_{\text{geri}} / Q_{\text{depo}}) \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

FDM'li kumaşın simule odacığın camına takılmasıyla iç sıcaklık değişiminin yaklaşık 0,5-1,5 C olduğu gözlemlenmiştir. Sıcaklık 27 C'nin üzerine çıkmaya başladığında faz değişimi başlamaktadır. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerde ise gündüz sıcaklığın yükselmesi ile gerçekleşen termal enerji depolama gece saatlerinde sıcaklık düşüşüyle birlikte sıvı-katı faz değişimi sırasında açığa çıkmakta (geri salınım) ve iç ortam sıcaklığının korunmasında yardımcı olmaktadır.

Döşemelikler gibi az yıkama gerektirecek son kullanım ürünlerinde muamele edilmiş PES liflerinin kullanılması iyi sonuçlar verir. Sonuçlar mikrokapsüllenmiş FDM'lerin kumaşların yapısına katılmalarıyla, pasif yalıtım etkisine ilaveten ekstra dinamik ısı yöntemi yapılabileceğini açıkça göstermektedir.

**Çizelge 3.3.** 500 kg/m<sup>3</sup> yoğunlukta paketlenmiş lif kitlesinin ısı iletkenliği

LİF CİNSİ	ISIL İLETKENLİK (miliW/m.K)
Pamuk	71
Yün	54
İpek	50
Nalyon	250
Polyester	140
Polietilen	340
Polipropilen	120
Durgun hava	25

Çizelgede görüldüğü gibi, tekstil liflerinin ısı iletkenliği havadan yüksek, dolayısı ile yalıtım yetenekleri daha düşüktür. Gerekli Değerler;

$$C_{V \text{ hava}} = 1.714 \text{ kcal/kg. C}$$

$$\Delta H_{\text{erime}} = 171,22 \text{ J/g ( kaprik asit / palmitik asit ötektik karışımı)}$$

$$\Delta H_{\text{donma}} = 173,16 \text{ J/g ( kaprik asit / palmitik asit ötektik karışımı)}$$

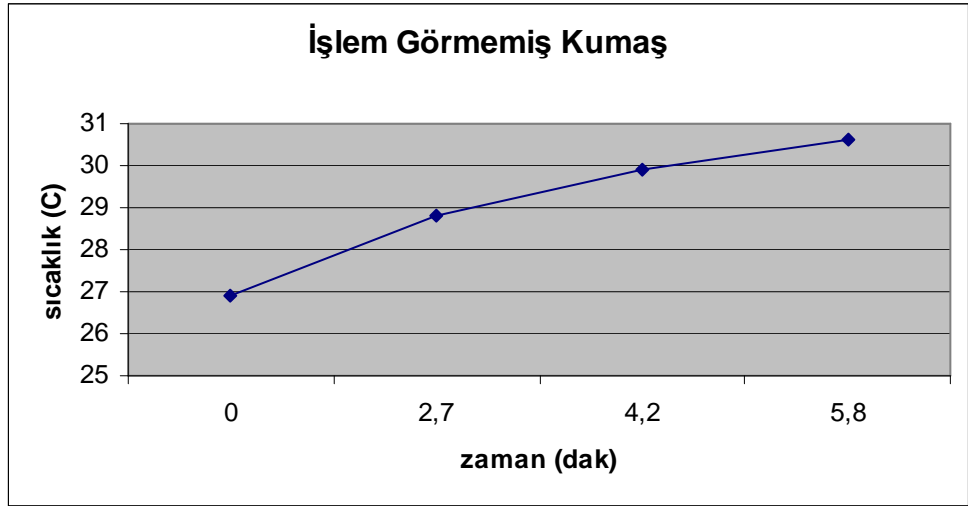
$$\rho_{\text{hava}} = 1.2922 \text{ kg/m}^3$$

Buradan yola çıkılarak yapılan hesaplamalar sonucunda 1,5 C lik ortam değişikliği için 3 gr lık kapsüllemiş FDM'nin gerekli olduğu görülmüştür.

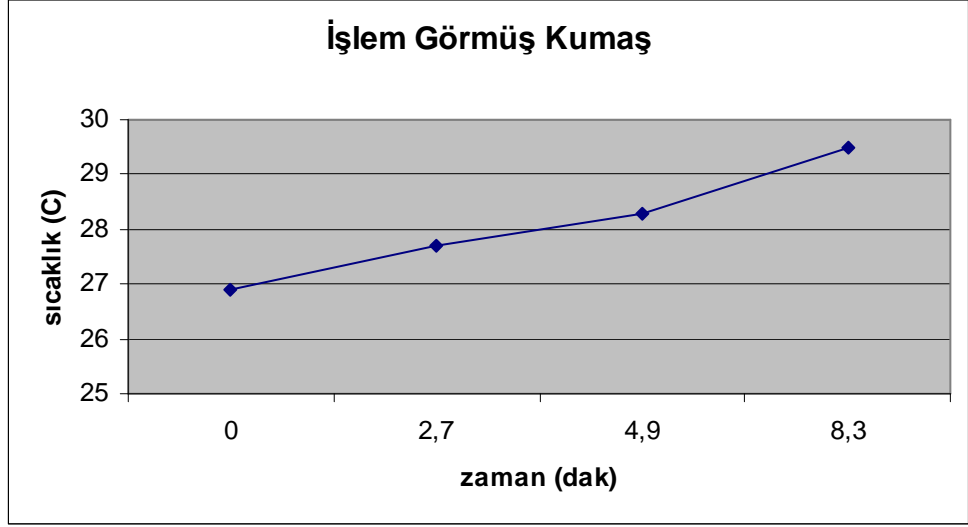
### 3.5. Kabin Testleri

Yukarıda şekli verilen, normal oda boyutları göz önüne alınarak hazırlanan, simule odacık ile mikrokapsülleme işlemine tabi tutulmuş % 100 PES kumaşlarla kabin testleri gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda işlem görmemiş kumaşlarla da yapılan kabin testlerinin sonuçları diğer sonuçlarla kıyaslanarak, mikrokapsülleme işlemi görmüş kumaşların kullanıldığı odalarda, perdelik kumaşların oda koşullarını etkileyip etkilemediği tespit edilmeye çalışılmıştır.

Farklı g/m<sup>2</sup> değerlerine sahip % 100 PES kumaşlar kabin testi için uygun perdelik boyutlara getirilerek, kabinin camına takılmak suretiyle testlere başlanmıştır. Testler sonucunda her bir kumaştan belli bir zaman sonrası elde edilen sıcaklık değerlerinin ortalaması alınarak sayısal sonuçlar grafiklere yansıtılmıştır.



**Şekil 3.15.** Simule Oda Sıcaklığının Zamanla Değişimi (İşlem Görmemiş Kumaşlar)



**Şekil 3.16.** Simule Oda Sıcaklığının Zamanla Değişimi (İşlem Görmüş Kumaşlar)

Şekil 3.15 ve 3.16 da sıcaklık-zaman grafiği verilen % 100 PES kumaşlara mikrokapsül işlemine tabi tutulmadan ve işlem sonrası odacık testi uygulanmıştır. Kumaşların herbiri birden fazla teste tabi tutulmuşlardır. Grafikteki sıcaklık ortalama değerleri  $\pm 0,5$  C sapmalar göstermektedir. Ölçümü yapılan kumaşların ise ortalama zaman değerleri, değişik kumaşlarda  $\pm 1$  dak farklılıklara sahiptirler. İşlem görmemiş kumaşlarla, odanın sıcaklığı ortalama 2,7 dak sonra 27 C'den yaklaşık 29 C'ye çıkarken, kapsül işlemi görmüş kumaşlarla aynı boyutlardaki oda aynı süre sonrası 27 C'den ortalama 27,7 C'ye çıkmıştır. İşlemsiz kumaşlar ile oda sıcaklığının 4,2 dak sonunda 29,9 C'ye ulaştığı gözlemlenirken, mikrokapsüllemiş kumaşların, 4,9 dak sonra oda sıcaklığını ortalama 28,3 C'ye kadar çıkmasına izin verdikleri görülmektedir.

İşlem görmemiş kumaşların perde olarak kullanıldığı odacıkta iç sıcaklık 30,6 C'de, ortalama 5.8 dak sonra sabitlenirken, mikrokapsüllü perdelerin kullanıldığı odada sıcaklık ortalama 8,3 dak sonra 29,5 C'de sabitlenmiştir. Bu kumaşlarla sağlanan kabin sıcaklığı, dış ortam sıcaklığından yaklaşık 3 C daha düşüktür. Ancak işlem görmemiş kumaşların bulunduğu ortam sıcaklığı dış ortam sıcaklığından 1,5-2 C düşüktür. Bu test esnasında dış ortam sıcaklığı 32-33 C civarındadır.

Dış sıcaklığa göre yaklaşık 3 C az olan odacık sıcaklığı istenilen ısı konforunu sağlamak için gayet uygun bir değerdedir.

Mikrokapsülleme işlemi görmüş ve bu işleme tabi tutulmamış kumaşların kullanıldığı kabin testlerinde, oda sıcaklık farklarının ortalama 0,5-1,5 C olduğu tespit edilmiştir. Bu durum kapsül işlemine tabi tutulmuş kumaşların ortamın ısı konforunu 0,5-1,5 C sıcaklık değerlerinde iyileştirdiğini göstermektedir. Ayrıca, sıcaklık-zaman grafiğinden işlem görmemiş kumaşın bulunduğu ortamda sıcaklığın daha hızlı ve sürekli bir artış gösterdiği net bir şekilde ortaya çıkmıştır. Mikrokapsülenmiş kumaşlarda ise sıcaklık artışının daha yavaş olduğu gözlemlenmiştir. Grafik değerleri, mikrokapsülleme işleminin, perdelik kumaşlarda oda içindeki ısı konforunu sağladığını göstermektedir.

Farklı gramajlara sahip kumaşlarla her biri için birim ağırlığına göre emdirilen kapsül miktarı aynıdır. Yapılan kabin testlerinde, oda ısı konforu açısından istenilen sonuçlarla karşılaşılmıştır. Kapsül işlemi görmüş kumaşların perdelik olarak kullanıldığı odalarda, işlem görmemiş kumaşların kullanıldığı odalara göre iç ortam sıcaklığında sağlanan ısı konfor değerleri (0,5-1,5 C), ulaşılmaya çalışılan değerlere göre (4-5 C) yetersiz kalmaktadır ancak kumaşa aktarılan kapsül miktarı göz önüne alındığında ortalama 1 C lik artış önemli sayılabilir. Daha yüksek ısı değişim değerleri elde edilebilmesi için kumaşa aktarılması gereken kapsül konsantrasyonu miktarının daha yüksek olmasında yarar olacaktır.

#### 4. SONUÇ

Bu çalışmada ev tekstilinde kullanılacak materyallerde, özellikle perdelik kumaşlarda, FDM'ler kullanılarak ısı regülasyonu sağlamaya yönelik mikrokapsül hazırlanmış ve hazırlanan bu mikrokapsüller doğru yöntemlerle kumaşlara uygulanmıştır. Çalışmada amaçlanan ise mikrokapsül işlemi uygulanmış kumaşların, uygulama görmemiş kumaşlara kıyasla buldukları ortamlarda ısı regülasyonu sağlamaları ve diğer ortamlara göre fark edilebilir bir ısı konforu elde edilmesidir. Yapılan deneylerden elde edilen madde ile kumaşların DSC, FT-IR, SEM ve kabin testleri incelendiğinde, çalışmanın amacına ulaştığı ancak muhtelif öneriler ile daha olumlu sonuçlara ulaşılacağı açıkça gözlemlenmiştir.

Mikrokapsülleme yöntemi olan koaservasyon tekniği, düşük karıştırma hızları, ısıtma gereksiniminin az oluşu, kısa polimerizasyon süresi, normal atmosfer şartlarında çalışma, endüstriyel boyutta uygulanabilir gibi avantajları dolayısıyla seçilmiş ve optimum proses şartları denemeler yoluyla bulunmuş ve uygulanmıştır. En verimli proses koşulları şu şekildedir:

1. İncelenen makalelerin genelinde kullanılan jelatin ve arap zıncı çözeltileri konsantrasyonu %10–12,5 arasındadır. Yapılan deneyler, bize arap zıncı-jelatin çözeltileri için en uygun miktarın %12,5 olduğunu göstermiştir.
2. Önceki yapılan koaservasyon çalışmaları incelendiğinde karıştırma hızının kapsül şekli ve boyutunda çok etkili olduğu görülmüştür. Buna dayanarak karışıma bir an bile ara verilmeden işlemin sürdürülmesine özen gösterilmiştir.
3. Çekirdek madde olarak kullanılan yağ asitleri ve karıştırıldıkları oranlar istenilen erime sıcaklığına uygun seçilmiştir. Bu oran % 75,2 kaprik asit + %24,8 palmitik asittir. Çekirdek madde olarak yağ asitlerinin seçilmesinin en önemli sebebi ise doğal olmaları, insan ve çevre sağlığına zararlı olmamalarıdır.
4. Damla damla eklenen maddelerle sürdürülen koaservasyon sonucunda kapsüller elde edilirken, doğrudan madde eklemeleri kapsül edinimine engel olmuştur.
5. pH değeri 9 olan koaservattan filtreleme sonucu kapsül eldesi sağlanırken pH



değeri 9,5–11 arası olan karışımlardan herhangi bir madde edinimi gerçekleşmemiştir. Bu durum aşırı bazik ortamın, kapsül oluşumunda bir engel teşkil ettiğinin açık bir göstergesidir.

6. Sıvı çözeltinin ilk pH ayarı sonrası üzerine eklenen suyun püskürtme yöntemi ile eklenmesi ve su miktarı önemli etkenlerden diğerleridir. Su, çözelti içindeki oluşacak mikro partiküllerin homojen dağılımını sağlamakta ve çözeltinin filtreden geçirilmesi aşamasında kolaylık sağlamaktadır.
7. Formaldehit, mikro parçaların oluşumuna ve kabuk materyalin sertleşmesine yardımcı olmaktadır; elde ettiğimiz mikrokapsüllerin, kabuk materyalinin darbelere ve ezilmelere karşı dayanıklı olmasını, çekirdek maddenin kabuk içerisinde hapsolmesini sağlamaktadır. Deneylerde, tekrarlanarak uygulanan farklı miktarlarda formaldehit ilavelerinde en uygun miktar 12,5 ml olarak kaydedilmiştir.
8. Koaservat hazırlanırken uygulanan karıştırma işleminde en uygun hız 1200 dev/dak belirlenmiştir.
9. Kapsül oluşumunda, çözeltinin soğutulma işleminin çok önemli bir yeri vardır. En yoğun kapsül oluşumu, formaldehit ilavesi ardından, çözeltiyi doğrudan soğutucu içerisine alarak 2–4 saat boyunca 5–10 C sıcaklıkta tutmak koşuluyla gerçekleşmiştir.
10. Mikroskop test görüntüleri sonucunda, 80 C sıcaklıkta doğrudan kurutulan mikrokapsüllerin çeperleri birbirlerine yapışık bir kütle oluşturmuşlar; oda sıcaklığında zamanla kuruyan kapsüller ise net görüntü vermişlerdir.

FDM kullanan sistemlerde en önemli problemler kullanım aralığına uygun madde bulma ve kullanılan organik FDM'lerin düşük ısı iletkenliğidir. Düşük ısı iletkenlik ısı depolama esnasında ısı yükleme ve geri kazanma zamanını arttırmakta ve ısı depolama etkinliğini düşürmektedir. Elde edilen sonuçlar dikkate alınarak, hazırlanan yağ asidi ötektik karışımların tatmin edici ısı özelliklerine sahip oldukları belirlenmiştir.

Tekstil alanında kullanılan ısı düzenleyici özelliğe sahip maddeler arasında, literatürde en fazla yer alanlar, çekirdek materyal olarak parafinler; kabuk materyal olarak ise melamin-formaldehittir. Bu maddelerin sentetik olmaları, insan ve çevre

sağlığı açısından tehdit oluşturmaları, bizi doğal polimerleri kullanmaya yöneltmiştir. Tamamen doğal FDM olan hindistan yağ asitlerinin toksisite değerlerinin sıfır olması, ötetiktik karışımları sonucunda ortaya çıkan ısı özelliklerinin, tekstillerde ısı düzenleyici olarak kullanılmaya uygun olması gibi sebeplerle deneylerimizde kaprik asit ve palmitik asit karışımı FDM'ler çekirdek madde olarak tercih edilmiştir. Arap zankı- jelatinin ise kabuk materyal olarak tercih edilmelerindeki sebep yine doğal polimer olmaları, kanserojen ya da sağlığa zararlı herhangi bir kimyasal içeriğe sahip olmamalarıdır.

Çeşitli denemeler sonucunda elde edilen optimum deney koşullarıyla yürütülen proses ile üretilen mikrokapsüller SEM, FT-IR, DSC testlerine ve mikrokapsülleme işlemine tabi tutulmuş kumaş numuneleri ise SEM ile kabin testlerinden geçmişlerdir. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir:

1. Deneylelerden elde edilen kapsüllerin kurutulmamış yani jel halleri stereo mikroskopta incelendiğinde, ortalama çap boyutlarının 10-30 mikrometre olduğu tespit edilmiştir.
2. Stereo mikroskopta incelenen kürecik görüntülerinin düzgün şekle sahip oldukları ve kapsüllerin düzgün küre formuna sahip olmasının, deney esnasında çözeltiyi karıştırma hızının birebir etkili olduğu testler sonucunda görülmüş ve literatür taramasında da bu sonuç onaylanmıştır.
3. Stereo mikroskoptan elde edilen görüntülerde mikro küreciklerin kabuk ve çekirdek görüntüleri net bir şekilde ortaya çıkmıştır. Burada kabuğun oldukça kalın olduğu ve çekirdek madde yüzdesinin ise çok az yer aldığı gözlemlenmiştir. Bu durum elde edilmek istenilen sonuçtan biraz uzaktır. Çünkü mikrokapsül uygulanacak kumaşlara, ısı düzenleyici özelliğini asıl verecek madde olan çekirdek, yapıda ne kadar az ise ısı düzenleme o denli yetersiz olacaktır.
4. Üretilmiş Mikrokapsül jellerin, yüksek sıcaklıkta kurutulmaları sonucu oluşan katı formdan alınan SEM görüntülerinde yaklaşık 5-10 mikro metre büyüklükte mikro kürecikler olduğu tespit edilmiş, ancak bunların yüksek sıcaklık sonucu birbirlerine yapıştıkları düşünülmüştür. Buradan hareketle, kapsül-jellerin, oda

sıcaklığında ya da 40-50 C sıcaklıkta kurutulması ön görülmektedir.

5. Yine, SEM görüntülerinden, jel kurutma işleminin 80 °C sıcaklıkta uygun olmadığı ve kapsüllerin kürecik şeklini ya da kimyasal oluşumu bozduğu tahmin edilmektedir.
6. SEM görüntülerinde, kapsüllerin kumaş üzerinde az miktarda konumlandığı gözlenmiştir. Bu durumun üç koşuldaki kaynaklı olabileceği sanılmaktadır. Flotte oranının az olması, oluşturulan flotte içerisinde bulunan kapsül miktarının az olması ya da emdirme yönteminin kapsüllerin yüzeyde tutunması için uygun bir yöntem olmaması şeklinde yorumlanabilir. Bunlara çözüm olarak alınan flotte oranını arttırmak yerine çözelti içindeki kapsül miktarını arttırma ya da emdirme uygulaması yerine farklı yöntemler kullanmak tercih edilebilir.
7. DSC testlerinde, mikrokapsüllerin kabuğunda kullanılan maddelerin yüzde miktarlarının fazla olmasının, çekirdek maddenin erimesini zorlaştırdığı gözlemlenmiştir. Aynı zamanda çekirdek maddenin erimesi için ortama verilen ısı miktarında artış gözlenmiş yani erime entalpisi de artmıştır.
8. DSC eğrilerinden, FDM'nin erime aralığının -20 ile 30C olduğu, erime entalpisinin ise  $-272.9 \text{ J/g} \pm 4.7 \text{ J/g}$  değere sahip olduğu tespit edilmiştir.
9. FDM 13 ile FDM 11 numuneleri madde içeriği ve miktarı açısından aynı olduğu için FT-IR ve ATR spektrumlarında dalga sayısı değerleri birbirine çok yakındır. Mikrokapsül yapılarda, su pikleri, C—H gerilme titreşimi, —C—O—C (şeker) ve —NH<sub>2</sub> (protein) grupları, karbonile komşu metilene ait absorpsiyonu, alifatik C—N titreşimi, OH gerilmesine ait absorpsiyon, C—H, OH veya CH<sub>2</sub> bükülmeleri, O—H düzlem dışı eğilmesi absorpsiyon bantları tespit edilmiştir.
10. Mikrokapsülenmiş FDM'lerin gerçekleşen termal çevrimler sırasında, sıcaklık yükselmesinden ve diğer dış etkiler ile yapısal yönden etkilenmediği belirlenmiştir.
11. Farklı gramajlara sahip kumaşlarla yapılan kabin testlerinde, oda ısı konforu açısından istenilen sonuçlarla karşılaşılmıştır. Kapsül işlemi görmüş kumaşların bu işleme tabi tutulmamış kumaşların kullanıldığı kabin testlerinde, oda sıcaklık farklarının ortalama 0,5-1,5 C olduğu tespit edilmiştir. Amaçlanan değerlere ulaşmak için kumaşa madde aktarımı metodlarını tekrardan gözden geçirmek ve bu yönde çalışmalar yapmakta fayda olacağı düşünülmektedir.

Sıcaklık deęişimlerine karşı tampon etkisi yapan FDM'lerin ısı düzenlemeye yönelik kullanımı, çevre koşullarına baęlı olarak sistem sıcaklığında meydana gelen deęişimleri en aza indirme amaçlıdır. Ortamda bulunan mevcut enerjiyi daha verimli kullanmak ve ortamın ısısal konforunu arttırmak amacıyla FDM'lerin kullanımı önem kazanmaktadır ve kısa süreli enerji depolamalarda FDM kullanımı oldukça yaygındır. Enerji ihtiyaçlarını karşılama açısından zorluklarla karşılaşılın bu dönemde en küçüğünden en büyüğüne bütün katkılara ihtiyaç vardır. Enerji üretim ve tüketimindeki ekonomik, temiz ve çevreyle dost olan yeni ve yenilenebilir enerji kaynakları arasında yer alan FDM'lerin ev tekstilinde kullanılması çevre sağlığı ve enerji tasarrufu açılarından aşağıdaki faydaları sağlamaktadır:

1. Fosil yakıt kullanımının azaltılması ile iklim deęişikliğine yol açın sera gazı emisyonlarının azaltılması,
2. Ortamın soęutma yükündeki azalmaya baęlı olarak gerekli soęutma cihazının kapasitesinin daha düşük olabilmesi ile tüketicinin ekonomisine katkı sağlaması,
3. Ozon tabakasına zarar veren soęutucu gaz gruplarına olan gereksinimin azaltılması,
4. Soęutma için kullanılan elektrik tüketiminin azaltılması ile soęutma yükünün çok arttığı yaz aylarında elektrik arzında karşılaşılın sıkıntılarn azaltılması,
5. Ekonomiklięin yanı sıra enerji güvenilirliği ve süreklilięi gibi önemli katkılar sağlanabilir.

Tez çalışmasından daha verimli sonuçların elde edilmesi için devam niteliğinde yapılması önerilen çalışmalar aşağıdaki başlıklarda toplanmıştır:

- Mikrokapsülleme sürecinde yüksek oranda FDM içeren kapsüllerin üretimini sağlayarak, termal kapasitesi maksimum seviyede mikro kürecikler üretmek,
- Geliştirilen mikrokapsülleme prosesini ideal uygulama şartlarına kavuşturmak üzere, karıştırma hızı, sıcaklık, süre ve pH gibi proses parametrelerinin çeşitli seviyelerini deneyerek, parametre seviyelerinin mikro küreciklerin büyüklüğü,

düzensüzlüğü, büyüklük dağılımı ve termal özellikleri üzerindeki etkilerini incelemek; 100 µm'dan küçük kürecik oranını yükseltmek,

- FDM içeren kumaşların kullanımları sırasında birden fazla yıkamaya ve kuru temizlemeye karşı dayanımlarını ve termal açıdan özelliklerini koruyup korumadıklarını test etmek,
- Tekstilde mikro FDM'lerin uygulanmasına ilave olarak mikrokapsüllenmiş koku, böcek kovucu maddeler, güç tutuşurluk maddeleri, antimikrobiyal maddeler, boyalar vb. uygulamalar yapılarak, tekstillerin kullanım alanlarını geliştirmek ve genişletmek,
- Farklı oranlarda ve değişik yağ asitleri denenerek, tekstilin kullanım alanına uygun ısıl özelliklere sahip doğal FDM'ler elde etmek,
- Mikrokapsül işlemine tabi tutulmuş ve işlem görmemiş kumaşların renk, ışık, yıkama haslıklarını kıyaslamak, ayrıca kumaşlara mukavemet testi uygulamak,
- SEM testleri sonucu mikrokapsüllerin kumaş üstünde az konumlanmasıyla, kumaş üzerinde daha fazla kapsül yerleşimini ve sağlam tutunmasını sağlamak amaçlı, uygun bir binderle maddeyi kumaş yüzeyine kaplama işlemi, emdirme yöntemi yerine uygulamak gibi çalışmalar, daha sağlıklı olabilir.

Bu çalışmada, mikrokapsüllenmiş FDM'ler, ev tekstili amaçlı kullanılacak perdelik ve döşemelik kumaşlara uygulanarak, ortamın ısıtma-soğutma yükünün azaltılması hedeflenmiştir. Tezin amacını gerçekleştirmek için FDM geliştirilmiş, ısıl özellikler belirlenmiş ve tekstil ürünlerinde FDM kullanımını uygulamalı olarak denenmiştir. FDM kapsüllenmesindeki amaç maddenin kapsül içinde hapsolarak faz değişimini kapsül içerisinde gerçekleştirmesidir. Böylece FDM'in kullanımını kolaylaştırırken ısı transferi açısından yüzey alanı artacağından daha elverişli bir ortam oluşmaktadır.

Sonuç olarak, yağ asitlerinin faz değiştirme aralıklarının sınırlı olduğu yönünde genel eleştiriye karşın, yağ asitlerinin ötektik karışımları ile uygun termal yalıtım özelliğine ve erime noktasına sahip doğal FDM'ler elde edilmiş ve tekstillere aktarılarak, buldukları ortamın ısını düzenleyici özellikleri taşıdığı testler sonucu tespit edilmiştir.

## KAYNAKLAR

- ABHAT, A. 1983. Low Temperature Latent Heat Thermal Energy Storage Materials. *Solar Energy*. 30(4): 313-332.
- ALKAN, C., SARI, A. 2008. Fatty Acid/Poly(Methyl Methacrylate) (PMMA) Blends As Form-Stable Phase Change Materials For Latent Heat Thermal Energy Storage. *Solar Energy*. 82: 118–124.
- ALKAN, C., SARI, A., KARAIPEKLI A., UZUN O. 2009. Preparation, Characterization, And Thermal Properties Of Microencapsulated Phase Change Material For Thermal Energy Storage. *Solar Energy Materials & Solar Cells* 93: 143–147.
- ALAY, Ş., GÖDE, F., ALKAN, C. 2009. Isıl Enerji Depolama İçin Poli(etil akrilat)/Hekzadekan Mikrokapsüllerinin Üretilmesi ve Karakterizasyonu. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*. Cilt: 3, No: 3, 33-46.
- BALCI, H. 2006. Akıllı (Fonksiyonel) Tekstiller, Seçilmiş Kumaşlarda Antibakteriyel Apre Ve Performans Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- CABEZA, F.,L., CASTELLÓN, C., NOGUÉS, M., MEDRANO, M., LEPPERS, R., ZUBİLLAGA, O. 2007. Use Of Microencapsulated PCM İn Concrete Walls For Energy Savings. *Energy And Buildings*. Volume 39, Issue 2. Pages 113–119.
- CABEZA, F., L., MAZMAN, M., MEHLİNG, H., PAKSOY, H., EVLİYA, H. 2008. Heat Transfer Enhancement Of Fatty Acids When Used As PCMs İn Thermal Energy Storage. *Int. J. Energy Res.* 32:135–143.
- CELEP, Ş. 2007. Nanoteknoloji Ve Tekstilde Uygulama Alanları. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- COŞKUN, E. 2007. Akıllı Tekstiller Ve Genel Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- DAI, X., SHEN, X. 2006. Research On Microcapsules Of Phase Change Materials. *Rare Metals*. Vol. 25. Spec. Issue. p .393.
- DİMAANO-ROXAS, M., N., WATANABE, T. 2002. The Capric And Lauric Acid Mixture With Chemical Additives As Latent Heat Storage Materials For Cooling Application. *Energy*. Volume 27, Issue 9. Pages 869-888.

ERKAN, G. 2004. Enhancing The Thermal Properties of Textiles With Phase Change Materials. RJTA, Vol. 8, No. 2. 57-64.

FANG, Y., KUANG, S., GAO, X., ZHANG, Z. 2008. Preparation And Characterization Of Novel Nanoencapsulated Phase Change Materials. Energy Conversion And Management.

FARİD, M. M., KHUDHAIR, M.A.. 2004. A Review On Energy Conservation İn Building Applications With Thermal Storage By Latent Heat Using Phase Change Materials. Energy Conversion And Management. 45. 263–275.

FARİD, M. M., KHUDHAIR, A. M., RAZACK, S. 2004. A Review On Phase Change Energy Storage: Materials And Applications Energy Conversion And Management 45: 1597–1615.

FEI, B., LU, H., QI, K., SHI, H. 2008. Multi-Functional Microcapsules Produced By Aerosol Reaction. Aerosol Science. 39, 1089–1098.

FELDMAN, D., SHAPIRO, M., M., BANU, D., FUKS, C., J. 1989. Fatty Acids And Their Mixtures As Phase-Change Materials For Thermal Energy Storage. Solar Energy Materials. Volume 18, Issues 3-4. Pages 201-216.

GARCIA, L. B., VENTOLA, L., CORDOBİLLA, R., BENAGES, R., CALVET, T. 2010. Phase Change Materials (PCM) microcapsules with different shell compositions: Preparation, Characterization And Thermal Stability. Solar Energy Materials & Solar Cells. 94, 1235–1240.

HAWLADER, M. N. A., UDDIN, M. 2002. Microencapsulated FDM Thermal Energy Storage System. Applied Energy. 74 S. 195-202.

HEBEISH, A., FOUUDA MOUSTAFA M.G., HAMDY I. A. 2008. Preparation Of Durable Insect Repellent Cotton Fabric: Limonene As Insecticide. Carbohydrate Polymers 74. 268–273.

HONG, K., PARK, S. 2000. Polyurea Microcapsules with Different Structures: Preparation and Properties. Journal of Applied Polymer Science. Vol. 78, 894–898.

HSIEH, W., CHANG, C. 2006. Controlled Release Properties Of Chitosan Encapsulated Volatile Citronella Oil Microcapsules By Thermal Treatments Colloids And Surfaces B: Biointerfaces 53 : 209–214.

İZGÜ, E., DOĞANAY, T. 1976. Jelatin Süksinat Kullanılarak Koaservasyonla Mikrokapsülleme Koşullarının ve Bu Mikrokapsüllerden Sulfizoksazolun Çıkış Hızının İncelenmesi. Ankara Ecz. Fak, Mec. J. Fac. Pharm. Ankara. s. 54-87.

JİANG, M., SONG, X., YE, G., XU, J. 2008. Preparation Of PVA/Paraffin Thermal Regulating Fiber By İn Situ Microencapsulation. Composites Science And Technology 68, 2231–2237.

- KARAIPEKLI, A., SARI, A. 2008. Capric–Myristic Acid/Vermiculite Composite As Form-Stable Phase Change Material For Thermal Energy Storage. *Solar Energy*.
- KAURANEN, P., PEÏPPO, K., LUND, P., D. 1991. A Multicomponent PCM Wall Optimized For Passive Solar Heating. *Energy and Buildings*. Volume 17, Issue 4. Pages 259-270.
- KELES, S., KAYGUSUZ, K., SARI, A. 2005. Lauric And Myristic Acids Eutectic Mixture As Phase Change Material For Low-Temperature Heating Applications *Int. J. Energy Res.* 29:857–870.
- KONUKLU, Y. 2008. Mikrokapsüllenmiş Faz Değiştiren Maddelerde Termal Enerji Depolama ile Binalarda Enerji Tasarrufu. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- KOO, K., PARK, Y., CHOE, J., KİM, E. 2008. The Application Of Microencapsulated Phase-Change Materials To Nylon Fabric Using Direct Dual Coating Method. *Journal Of Applied Polymer Science*. Vol. 108, 2337–2344.
- LING, J. J., LIN, C. S., JIE, Y. X., DE, L. L. 2007. The Dyeing Of Nylon With A Microencapsulated Disperse Dye. *Society Of Dyers And Colourists. Color Technology*. 123, 333–338.
- MAJI, T. K., HUSSAIN, M. R. 2009. Microencapsulation Of Zanthoxylum Limonella Oil (ZLO) In Genipin Crosslinked Chitosan–Gelatin Complex For Mosquito Repellent Application. *Journal Of Applied Polymer Science*. Vol. 111: 779–785.
- MAZMAN, M. 2006. Gizli Isı Depolaması ve Uygulamaları. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- MAYYA, K. S., BHATTACHARYYA, A., ARGILLIER, J-F. 2003. Micro-Encapsulation By Complex Coacervation: Influence Of Surfactant. *Polym Int.* 52:644–647.
- MONDAL, S. 2008. Phase Change Materials For Smart Textiles-An Overview. *Applied Thermal Engineering*. 28:1536-1550.
- MONLLOR, P., BONET, M. A., CASES, F. 2007. Characterization Of The Behaviour Of Flavour Microcapsules In Cotton Fabrics. *European Polymer Journal* 43. 2481–2490.
- NELSON, G. 2002. Application Of Microencapsulation In Textiles. *International Journal Of Pharmaceutics*. 242 :55–62.
- ÖNDER, E., SARIER, N. 2006. Sıcaklık Düzenleme İşlevi Olan Akıllı Tekstil Ürünlerinin Tasarımı. TÜBİTAK Projesi. No: MİSAG-238. İstanbul. 113 s.



ÖNDER, E., SARIER, N., ÇİMEN, E. 2008. Encapsulation Of Phase Change Materials By Complex Coacervation To Improve Thermal Performances Of Woven Fabrics. *Thermochimica Acta*. 467. S. 63–72.

ÖVEZ, B., YÜKSEL, M. 2002. Parfümlerin Çapraz Bağlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları. *Ekoloji Çevre Dergisi*. Cilt: 10 Sayı: 43, 26-29.

ÖZONUR, Y. 2004. Düşük Sıcaklıkta Termal Enerji Depolamasına Uygun Faz Değiştiren Maddelerin Mikrokapsüllenmesi Ç.Ü. Fen Bilimleri Ens. Yüksek Lisans Tezi. Adana.

ÖZONUR, Y., MAZMAN, M., PAKSOY, H.Ö., EVLIYA, H., 2006. Microencapsulation of Coco Fatty Acid Mixture for Thermal Energy Storage with Phase Change Materials. *International Journal of Energy Research*. 30:741–749

QINGWEN, S., YI, L., JIANWEI, X. 2007. Thermal Stability Of Composite Phase Change Material Microcapsules Incorporated With Silver Nano-Particles. *Polymer* 48: 3317-3323.

RAO, Y., LIN, G., LUO, Y., CHEN, S., Wang, L. 2006. Preparation And Thermal Properties Of Microencapsulated Phase Change Material For Enhancing Fluid Flow Heat Transfer. *Heat Trans Asian Res*, 36(1): 28–37.

RENZİ, A., CARFAGNA, C., PERSICO, P. 2010. Thermoregulated Natural Leather Using Phase Change Materials: An Example Of Bioinspiration. *Applied Thermal Engineering* 30, 1369-1376.

SALAÜN, F., DEVAUX, E., BOURBİGOT, S., RUMEAU, P. 2010. Thermoregulating Response Of Cotton Fabric Containing Microencapsulated Phase Change Materials. *Thermochimica Acta* 506. 82–93.

SÁNCHEZ, P., SÁNCHEZ-FERNANDEZ, M. V., ROMERO, A., RODRÍGUEZ, J. F., SİLVA, L. 2010. Development Of Thermo-Regulating Textiles Using Paraffin Wax Microcapsules. *Thermochimica Acta* 498. 16–21.

SARI, A., KAYGUSUZ, K., 2001a, Thermal Energy Storage System Using Some Fatty Acids As Latent Heat Energy Storage Materials. *Energy Sources*. 23: 275-285.

SARI, A., KAYGUSUZ, K., 2001b, Thermal Performance Of Myristic Acid As A Phase Change Material For Energy Storage Application. *Renewable Energy*. 303-317.

SARI, A., KAYGUSUZ, K., 2002. Thermal Performance Of Palmitic Acid As Phase Change Energy Storage Material. *Energy Conversion & Management*. 43: 863-876.

SARI, A., 2003. Thermal Characteristics Of A Eutectic Mixture Of Myristic And Palmitic Acids As Phase Change Material For Heating Applications. *Applied Thermal Engineering*. 23. p. 1005-1017.

SARI, A., ALKAN, C., KARAIPEKLI, A., UZUN, O., 2009. Microencapsulated N-Octacosane As Phase Change Material For Thermal Energy Storage. *Solar Energy*. 83(10): 1757-1763.

SARIER, N., ONDER, E. 2006. The Manufacture Of Microencapsulated Phase Change Materials Suitable For The Design Of Thermally Enhanced Fabrics. *Thermochimica Acta*. 452: 149–160.

SARIER, N., ONDER, E. 2007. Thermal Characteristics Of Polyurethane Foams Incorporated With Phase Change Materials. *Thermochimica Acta* 454: 90–98.

SHARMA, A., SHARMA, S.D., BUDDHI, D. 2002. Accelerated Thermal Cycle Test Of Acetamide, Stearic Acid And Paraffin Wax For Solar Thermal Latent Heat Storage Applications. *Energy Conversion and Management*. Volume 43, Issue 14. Pages 1923-1930.

SHIN, Y., YOO, D., SON, K. 2005a. Development Of Thermoregulating Textile Materials With Microencapsulated Phase Change Materials. II. Preparation And Application Of PCM Microcapsules. *J Appl Polym Sci*. 96: 2005–2010.

SHIN, Y., YOO, D., SON, K.. 2005b. Microencapsulated Phase Change Materials (Fdm). IV. Performance Properties And Hand Of Fabrics Treated With PCM Microcapsules. *J Appl Polym Sci*. 97: 910–915.

SIDDHAN, P., JASSAL, M., AGRAWAL, A.K. 2007. Core Content and Stability of n-Octadecane-Containing Polyurea Microencapsules Produced by Interfacial Polymerization. *Journal of Applied Polymer Science*. Vol. 106, 786–792.

SU, J., WANG, L., REN, L. 2006. Fabrication And Thermal Properties Of Microfdms: Used Melamine-Formaldehyde Resin As Shell Material. *J Appl Polym Sci*. 101: 1522–1528.

SU, J., F., WANG, L., REN, L. 2007. Synthesis Of Polyurethane Micropcms Containing N-Octadecane By Interfacial Polycondensation: Influence Of Styrene-Maleic Anhydride As A Surfactant. *Colloids And Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 299. 268–275

SU, J., HUANG, Z., REN, L. 2007. High Compact Melamine-Formaldehyde Microfdms Containing N-Octadecane Fabricated By A Two-Step Coacervation Method. *Colloid Polym Sci*. 285:1581–1591.

SUN, G., ZHANG, Z. 2002. Mechanical Strength Of Microcapsules Made Of Different Wall Materials. *International Journal Of Pharmaceutics*. 242. S.307–311.

WU, K., SONG, L., WANG, Z., HU, Y. 2008. Microencapsulation Of Ammonium Polyphosphate With PVA–Melamine–Formaldehyde Resin And Its Flame Retardance In Polypropylene. *Polymers For Advanced Technologies*. Doi: 10.1002/Pat.

XIE, Y.,L., ZHOU H., QIAN H. 2006. Effect Of Addition Of Peach Gum On Physicochemical Properties Of Gelatin-Based Microcapsule. *Journal of Food Biochemistry*. 30, 302–312.

XING, F., CHENG, G., YI, K. 2006. Study On The Antimicrobial Activities Of The Capsaicin Microcapsules. *Journal Of Applied Polymer Science*. Vol. 102: 1318–1321.

YILMAZ, M.Ö. 2005. Yeraltı Termal Enerji Depolamada Kullanılan Farklı Dolgu Maddelerinin Termal Özelliklerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

ZHANG, H., WANG, X. 2009. Fabrication And Performances Of Microencapsulated Phase Change Materials Based On N-Octadecane Core And Resorcinol-Modified Melamine–Formaldehyde Shell. *Colloids And Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 332. 129–138.

ZHANG, Y.P, LIN, K.P., YANG, R., DI, H.F., JIANG, Y., 2006. Preparation, Thermal Performance and Application of Shape Stabilized PCM In Energy Efficient Buildings. *Energy And Buildings*. 38. s. 1262-1269.

ZHANG, P., MA, Z.W., WANG, R.Z. 2010. An Overview Of Phase Change Material Slurries: MPCs and CHS. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 14.598–614.

ZOU,G., L., TAN, Z.,C., LAN,X., Z., SUN, L., X., ZHANG, T. 2004. Preparation And Characterization Of Microencapsulated Hexadecane Used For Thermal Energy Storage. *Chinese Chemical Letters*. Vol. 15, No. 6, pp 729-732.

## ÖZGEÇMİŞ

1984 yılında Çanakkale'nin Çan ilçesinde doğmuştur. İlk ve orta öğretimini Çanakkale' de tamamlamıştır. 2003 yılında Çanakkale Milli Piyango Anadolu Lisesi'den mezun olmuştur.

2003 yılında Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde eğitimine başlamıştır. 2007 yılı Haziran döneminde mezun olmuş ve 2007 yılı Eylül ayında Uludağ Üniversitesi'nde Tekstil Mühendisliği anabilim dalında yüksek lisansa başlamıştır.

2010 yılı Eylül dönemine kadar yüksek lisans eğitimini sürdürmüştür.

## TEŞEKKÜR

Master çalışmamın ilk gününden sonuna kadar geçen sürede desteğini esirgemeyen, bilgi birikimini, tecrübesini ve değerli zamanını benimle paylaşan, tezin oluşumunda, düzenlenmesinde ve değerlendirilmesinde her türlü katkıda bulunan danışman hocam Sayın Doç. Dr. Dilek Kut'a teşekkürlerimi sunuyorum.

Tez ve deneyler süresince birlikte çalışarak deneyimlerinden yararlanma şansı bulduğum Sayın M. Ekrem Akbulut'a, üstün teknik olanaklarıyla, deneylerimizi gerçekleştirme imkanı sağlayan BERTEKS A.Ş sahibi ve çalışanlarına, çalışmalarım sırasında yardımını eksik etmeyen arkadaşım Bilun Özerdem'e, teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamın test aşamasında teknik bilgi ve donanımlarıyla içten ve güleryüzlü yardımlarını sunan Prof. Dr. Gökay Kaynak, Araş. Gör. Dr. Hasene Mutlu ve Araş. Gör. Dr. Mehmet Orhan'a teşekkür ederim.

Manevi desteklerini her zaman yanımda hissettiğim ve nerede olurlarsa olsunlar bana sadece bir adım uzaklıkta olan sevgili aileme ve Ferhat Bayer'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

**EKLER****EK 1:** Ticari FDM'ler

FDM	Adı	Te °C	H kJ/kg	Kaynak	URL/Kaynak
E117		117	169	EPS Ltd	
RUBITHERM® RT 100	latent heat paraffin	99	168	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
RUBITHERM® RT 90	latent heat paraffin	90	194	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
E89		89	163	EPS Ltd	
TH89	Salthydrate	89	149	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
PCM 86	Erythritol/Trimethyrolthane	86,1	246	Mitsubishi Chemical	H Kakiuchi et al: Futurestock 2003
PCM 80	Erythritol/Trimethyrolthane/Trimethyrolpropane	80	231	Mitsubishi Chemical	H Kakiuchi et al: Futurestock 2003
RUBITHERM® PX 80	latent heat powder	77	91	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
RUBITHERM® GR 80	latent heat granulate	79	71	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
RUBITHERM® FB 80	latent heat fibre board	79	132	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
RUBITHERM® RT 80	latent heat paraffin	79	175	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
PCM72	Salzhydrat/Salz Eutektikum	72	0	Merck KGaA	
ClimSel C 70		70	194	Climator	<a href="http://www.climator.com">www.climator.com</a>
RUBITHERM® RT 65	latent heat paraffin	64	173	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
ClimSel C 58		58	364	Climator	<a href="http://www.climator.com">www.climator.com</a>
E58		58	226	EPS Ltd	
TH58	Salthydrate	58	226	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
STL55 (Sodiumacetatetrihydrat e)	Salthydrate	55	242	Mitsubishi Chemical	
??? (Mitsubishi license)	Salthydrate	55	242	Cristopia	
RUBITHERM® FB 54	latent heat fibre board	55	135	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
RUBITHERM® RT 54	latent heat paraffin	55	179	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
RUBITHERM® PX 52	latent heat powder	53	103	RUBITHERM GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
STL52 (Sodiumacetatetrihydrat e)	Salthydrate	52	201	Mitsubishi Chemical	
E48		48	201	EPS Ltd	
ClimSel C 48		48	324	Climator	<a href="http://www.climator.com">www.climator.com</a>
STL47 (Sodiumacetatetrihydrat e eut.)	Salthydrate	47	221	Mitsubishi Chemical	

<i>RUBITHERM</i> ® RT 6	latent heat paraffin	8	174	<i>RUBITHERM</i> GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
E8		8	140	EPS Ltd	
A8		8	220	EPS Ltd	
<i>RUBITHERM</i> ® RT 5	latent heat paraffin	7	156	<i>RUBITHERM</i> GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
E7		7	120	EPS Ltd	
ClimSel C 7		7	162	Climator	<a href="http://www.climator.com">www.climator.com</a>
TH 7		7	189	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
<i>RUBITHERM</i> ® RT -2	latent heat paraffin	6	214	<i>RUBITHERM</i> GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
A4		4	227	EPS Ltd	
TH 0		0	334	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
<i>RUBITHERM</i> ® RT -7	latent heat paraffin	-3	165	<i>RUBITHERM</i> GmbH	<a href="http://www.rubitherm.com">www.rubitherm.com</a>
SN03	Saltsolution	-3	328	Cristopia	
STL-3 (sodiumcarbonate sol)	Saltsolution	-3	328	Mitsubishi Chemical	
TH-4		-4	286	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
SN06	Saltsolution	-6	284	Cristopia	
STL-6 (potasiumhydrogencarb onate sol)	Saltsolution	-6	284	Mitsubishi Chemical	
TH-10		-10	283	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
SN10	Saltsolution	-11	310	Cristopia	
STLN10 (Pottasiumchloride solution)	Saltsolution	-11	271	Mitsubishi Chemical	
SN12	Saltsolution	-12	306	Cristopia	
SN15	Saltsolution	-15	311	Cristopia	
STL-16 (ammoniumchloride solution)	Saltsolution	-16	0	Mitsubishi Chemical	
TH-16		-16	289	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
SN18	Saltsolution	-18	268	Cristopia	
STL-21 (sodiumchloride solution)	Saltsolution	-21	240	Mitsubishi Chemical	
SN21	Saltsolution	-21	240	Cristopia	
TH-21		-21	222	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
SN26	Saltsolution	-26	268	Cristopia	
SN29	Saltsolution	-29	233	Cristopia	
TH-31		-31	131	TEAP	<a href="http://www.teappcm.com">www.teappcm.com</a>
SN33	Saltsolution	-33	245	Cristopia	

**EK 2:** Erime Noktası 20-30 °C Arasında Olan Ticari FDM'lerin Termofiziksel Özellikleri

PCM adı	türü	Erime sıcaklığı °C	H kJ/kg	°C	Kaynak
E30		30	201		EPS Ltd
STL30 (Trimethylolethane Hydrate)	org.Hydrate	30			Mitsubishi Chemical
TH29	Salthydrate	29	188		TEAP
RUBITHERM® RT 27	latent heat paraffin	28	179	19/34	RUBITHERM GmbH
RUBITHERM® GR 27	latent heat granulate	28	72	19/34	RUBITHERM GmbH
RUBITHERM® PX 27	latent heat powder	28	112	19/34	RUBITHERM GmbH
A28		28	245		EPS Ltd
S27	Salthydrate	27	207		Cristopia
STL27 (Calciumchloride hexahydrate)	Salthydrate	27	213		Mitsubishi Chemical
RUBITHERM® RT 26	latent heat paraffin	25	131	15/30	RUBITHERM GmbH
ClimSel C 24	Salthydrate	24	216	15/45	Climator
A22		22	220		EPS Ltd
RUBITHERM® RT 20	latent heat paraffin	22	172	11/26	RUBITHERM GmbH
E21		21	150		EPS Ltd



**EK 3:** Ticari olmayan FDM'ler

Hexadecane		18,1	236	Syukri Himran, Aryadi Suwono, 1994
Potassium fluoride tetrahydrate		18,5	231	Hawes, D.W.; Feldman, D.; Banu, D.: Energy Buildings 20 (1993) 77-86
Butyl Stearate		18,5	126,6	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; 1990
Propyl palmitate		19	186	Hawes, D.W.; Feldman, D.; Banu, D.: Energy Buildings 20 (1993) 77-86
Butyl stearate		19	140	Hawes, D.W.; Feldman, D.; Banu, D.: Energy Buildings 20 (1993) 77-86
capric (61,5 %w)-lauric acid(38,5%w) mixture		19	132	
Capric- Lauric 61,5-38,5 %		19,1	132	P. Kauranen, K.Peippo, P.D. Lund, 1991
Tech Grade Octadecane		19,2	207	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; Chartoff, Richard P.; Miller, Daniel E.; 1985
Butyl Stearate		19,5	150,5	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; 1990
Witco K-61		19,8	199,8	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; Chartoff, Richard P.; Miller, Daniel E.; 1985
Acetophenone	C6H5COCH3	20		Lane, George A. 1983
Octadecane		20,1	252	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; Chartoff, Richard P.; Miller, Daniel E.; 1985
n-heptadecane		20,7	179	Kedl, R.J.; 1991
Octadecane		20,7	159,3	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; 1990
capric(73,5%w) - myristic(26,5%w) acid mixture		21	152	
45/55 Capric-lauric acid		21	143	Hawes, D.W.; Feldman, D.; Banu,

				D.; 1993
Capric- Myristic 73,5-26,5 %		21,4	152	P. Kauranen, K.Peippo, P.D. Lund, 1991
Heptadecane		21,9	214	Syukri Himran, Aryadi Suwono, 1994
Witco 45-A/85010-1 (75/25)		21,9	155,1	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; Chartoff, Richard P.; Miller, Daniel E.; 1985
capric(75,2%w)-palmitic(24,8%w) acid mixture		22	153	(Kauranen P., Peippo K., and Lund P.D. 1991,
Capric- Palmitic 75,2-24,8 %		22,1	153	P. Kauranen, K.Peippo, P.D. Lund, 1991
Octadecane		22,5	205	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; 1990
Octadecane		24,4	244	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; 1990
	CaCl <sub>2</sub> -MgCl <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> O	25	41,7	Mehdi N. Bahadori
	Bu <sub>4</sub> NF* 32H <sub>2</sub> O	25		Lane, George A. 1983
Magnesium Nitrate Hexahydrate		25,8	125,9	Nagano, Muchida, Iwata, Hirujoshi, Domanski: 5th workshop of the IEA ECES Annex 10 , Tsu (Japan) 2000
		26	289	Peippo, Kimmo; 1989
1-dodecanol		26	200	Hawes, D.W.; Feldman, D.; Banu, D.; 1993
Diphenylmethane	(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	26		Lane, George A. 1983
Witco 45-A 100%		26,3	172,2	Salyer, O. Ival; Sircar, A.K.; 1997
Witco 45-A		26,3	167,2	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; Chartoff, Richard P.; Miller, Daniel E.; 1985
Witco 45-A 100%		26,3	167,2	Salyer, O. Ival; Sircar, Anil K.; Chartoff, Richard P.; Miller, Daniel E.; 1985