



MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**ISİL DÜZENLEME ÖZELLİĞİ GÖSTEREN
AKILLI TEKSTİL ÜRÜNLERİNİN
GELİŞTİRİLMESİ VE PERFORMANS
ÖZELLİKLERİİNİN İNCELENMESİ**

ELİF GÖZDE SARAÇ

DOKTORA TEZİ
Tekstil Mühendisliği
Anabilim Dalı

DANIŞMAN
Prof. Dr. Erhan ÖNER

EŞ-DANIŞMAN
Prof. Dr. Memet Vezir KAHRAMAN

İSTANBUL, 2020



MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**ISIL DÜZENLEME ÖZELLİĞİ GÖSTEREN
AKILLI TEKSTİL ÜRÜNLERİNİN
GELİŞTİRİLMESİ VE PERFORMANS
ÖZELLİKLERİİNİN İNCELENMESİ**

ELİF GÖZDE SARAÇ
(723415006)

DOKTORA TEZİ
Tekstil Mühendisliği
Anabilim Dalı

DANIŞMAN
Prof. Dr. Erhan ÖNER

EŞ-DANIŞMAN
Prof. Dr. Memet Vezir KAHRAMAN

İSTANBUL, 2020

ÖNSÖZ

Marmara Üniversitesi BAPKO FEN-C-DRP-200318-0117 numaralı projesi kapsamında yapılan bu doktora tez çalışması Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı'nda gerçekleştirilmiştir. Tez dahilinde yapılmış çalışmalarдан, SCI uluslararası hakemli dergilerde iki makale yayınlanmıştır.

Doktora eğitimim ve tez sürecimde bilgi ve tecrübelerini paylaşan, zamanını ve her daim desteklerini veren, akademik çalışma ve yayın yapma konularında çok şey öğrendiğim, öğrencileri olmaktan ve birlikte çalışmaktan onur ve mutluluk duyduğum kıymetli hocalarım tez danışmanım Prof. Dr. Erhan ÖNER'e ve eş danışmanım Prof. Dr. Memet Vezir KAHRAMAN'a, Tez İzleme Komitesi'nde yer alan, desteklerini aldığım değerli hocalarım Prof. Dr. S. Müge YÜKSELOĞLU ve Prof. Dr. H. Ziya ÖZEK'e,

Fiziksel testler ve kompozit çalışmasında yardımcılarından dolayı değerli hocam Doç. Dr. Erhan SANCAK'a, Tekstil Laboratuvarı çalışmalarında yardımcılarından dolayı Arş. Gör. Onur ATAK'a, termal kamera ölçümlerinde yardımcılarından dolayı Dr. Öğretim Üyesi Aslı Tunçay ATALAY'a, Kimya Bölümü Polimer Laboratuvarı'ndaki çalışmalarına destek veren Doç. Dr. Burcu OKTAY'a ve Dr. Emre BAŞTÜRK'e, Nanoteknoloji ve Biyomaterials Laboratuvarı'nda yapılan ölçümlerdeki yardımcılarından dolayı Öğr. Gör. Fatih SAYIN'a, Boğaziçi Üniversitesi İleri Teknolojiler Arge Merkezi'nde yürütülen testlerde yardımcılarından dolayı Dr. Bilge GEDİK ULUOCAK'a, kimyasal malzeme ve kumaş temininde yardımcılarından dolayı Organik Kimya firmasından Yeliz YALÇIN DOĞAN'a, Çalık Denim firmasından Dr. Münevver ERTEK'e, Feliks Plastik firmasından Mehmet SERTESER'e, geri dönüşümlü dokusuz tekstil kumaş teminini sağlayan değerli hocam Doç. Dr. Mustafa Sabri ÖZEN'e,

Sevgi ve desteklerini her zaman hissettiğim değerli babam Fahri BULUT ve annem Sezgin BULUT'a, sevgili eşim Gürani SARAÇ ve oğlum Yiğit SARAÇ'a, sevgili kardeşlerim Özge BULUT MARAŞLI ve Zeynep BULUT'a,

En içten teşekkürlerimi sunarım.

Elif Gözde SARAÇ

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	i
İÇİNDEKİLER	ii
ÖZET	v
ABSTRACT.....	vi
YENİLİK BEYANI	vii
SEMBOLLER.....	viii
KISALTMALAR	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	x
TABLO LİSTESİ.....	xiv
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Isıl Düzenleme Teknolojisi ve Tarihsel Gelişimi	3
2.2. Faz Değiştiren Malzemeler	5
2.2.1. İnorganik Faz Değiştiren Malzemeler	7
2.2.1.1. Hidrat İnorganik Tuzları	7
2.2.1.2. İnorganik Tuzlar.....	8
2.2.1.3. Metaller	8
2.2.2. Organik Faz Değiştiren Malzemeler	8
2.2.2.1. Polietilen Glikol (PEG).....	8
2.2.2.2. Lineer Uzun Zincirli Hidrokarbonlar.....	9
2.2.2.3. Yağ Asitleri.....	10
2.2.2.4. Hindistan Cevizi Yağı.....	11
2.2.3. Ötektikler	12
2.3. Mikrokapsülasyon Yöntemleri.....	13
2.3.1. Koaservasyon	15
2.3.2. Sol-gel	16
2.3.3. İn-situ Polimerizasyonu	16
2.3.4. Ara-yüz Polimerizasyonu.....	17

2.3.5. Emülsiyon Polimerizasyonu	18
2.3.6. Süspansiyon Polimerizasyonu	18
2.4. Faz Değiştiren Malzemelerin Tekstile Uygulanması.....	19
2.4.1. Life Uygulama Yöntemleri	19
2.4.2. Kumaşa Uygulama Yöntemleri.....	21
2.4.3. Kompozit Geliştirmeleri	23
2.5. Faz Değiştiren Malzeme İçeren Tekstiller.....	24
2.6. Faz Değiştiren Malzemelerin Ürün Karakterizasyonu ve Uygulama Yapılan Tekstilin Isıl Düzenleme Özelliklerinin Ölçülmesi	24
2.6.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümü.....	25
2.6.2. Fourier Transform İnfrared (FT-IR) Ölçümü	25
2.6.3. Termal Gravimetrik Analizi (TGA).....	25
2.6.4. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi	25
2.6.5. Kumaş Ölçümleri	26
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	27
3.1. Materyal	27
3.1.1. Faz Değiştiren Malzemeler	27
3.1.2. Mikrokapsülaysonda Kullanılan Duvar Maddeleri ve Yardımcı Kimyasallar	27
3.1.3. Mikrokapsüllerin Tekstil Uygulamalarında Kullanılan Bağlayıcı (Binder) ve Yardımcı Kimyasallar	28
3.1.4. Uygulama Yapılan Tekstil Kumaşları ve Özellikleri.....	28
3.1.5. Kullanılan Cihazlar	30
3.2. Yöntem.....	31
3.2.1. Mikrokapsülyasyon.....	31
3.2.1.1. İn-situ Polimerizasyonu: MF ve HMF Duvarlı mikroFDM	33
3.2.1.2. Süspansiyon Polimerizasyonu: PMMA ve PHEMA Duvarlı mikroFDM	37
3.2.1.3. Emülsiyon Polimerizasyonu: PGMA Duvarlı mikroFDM	39
3.2.1.4. Kompleks Koaservasyon: Sodyum Alginat-Jelatin Koaservatı.....	40
3.2.2. Üretilen Mikrokapsüllerin Kumaş Uygulamaları	42
3.2.2.1. Kaplama Yöntemi	43
3.2.2.2. Emdirme Yöntemi	52
3.2.2.3. Çektirme Yöntemi	55

3.2.2.4. Kompozit Uygulamaları.....	58
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	60
4.1. Karakterizasyon	60
4.2. Kullanılan Çekirdek Faz Değiştiren Malzemelerin DSC Analizleri.....	61
4.3. Sentezlenen MikroFDM’lerin Ürün Karakterizasyonları	65
4.3.1. DSC Analizleri ve Kapsülasyon Hesaplamaları	65
4.3.2. FT-IR Analizleri.....	71
4.3.3. Termal Gravimetrik Analizleri (TGA).....	74
4.3.4. SEM Analizleri	76
4.3.5. PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM’nin Antibakteriyellik Özelliğinin Değerlendirilmesi.....	82
4.4. MikroFDM Uygulanan Kumaşların Analizleri.....	82
4.4.1 DSC Analizleri.....	83
4.4.2 SEM Analizleri	87
4.4.3. Kompozit Uygulaması Kumaş Analizleri	94
4.4.3.1. Kompozit DSC Analizleri.....	94
4.4.3.2. Kompozit SEM Analizleri	95
4.4.3.3. Kompozit Fiziksel Testleri.....	95
4.4.4. MikroFDM Uygulanmış Kumaşların Yırtılma Mukavemeti ve Hava Geçirgenliği Ölçümleri	96
4.4.5. Kaplama Yapılmış Kumaşların Kalınlık Ölçümleri	98
4.4.6. Kaplanmış Kumaşların Ağırlıkça Kaplama Oranları (Add-on%) ve MikroFDM Oranı Hesaplamaları.....	98
4.4.7. Termografik Ölçümler	99
5. SONUÇLAR	104
KAYNAKLAR	111
TEZ KAPSAMINDA YAPILMIŞ ULUSLARARASI YAYINLAR	120
ÖZGEÇMİŞ.....	121

ÖZET

ISİL DÜZENLEME ÖZELLİĞİ GÖSTEREN AKILLI TEKSTİL ÜRÜNLERİİNİN GELİŞTİRİLMESİ VE PERFORMANS ÖZELLİKLERİİNİN İNCELENMESİ

Faz değiştiren malzemeler (FDM'ler), faz değişimi esnasında depoladıkları gizli ısı ile çevre sıcaklık değişimlerine tepki vererek ısınma veya serinleme sağlayan akıllı malzemelerdir. Bu özelliklerini sebebiyle ısıl enerji depolamada, solar sistemlerde, yapı malzemelerinde, elektroniklerin ısıl yönetiminde ve aynı zamanda uzay tekstili, koruyucu tekstiller, ev tekstili gibi fonksiyonel tekstil ürünlerinde kullanılmaktadır. Yeni malzeme ve teknik uygulama yöntemleri konusunda araştırmalar devam etmektedir.

Bu tez çalışmasında, yüksek miktarda gizli ısı depolayabilen ve ısıl düzenleme sağlayan biyo-bazlı hindistan cevizi yağıının ve bu yağı n-oktadekan ile karışımının FDM olarak tekstilde kullanımı araştırılmıştır. Çekirdek FDM farklı duvar maddeleri ve yöntemleri ile mikrokapsüllenerek dokuma kumaş ve dokusuz tekstillere uygulanmıştır.

Geliştirilen mikrokapsüllerin çekirdeğinde organik hindistan cevizi yağı ile organik hindistan cevizi yağı /n-oktadekan karışımı, kapsül duvarında ise melamin formaldehit, metil metakrilat, hidroksietil metakrilat, glisidil metakrilat monomerleri, sodyum alginat, jelatin maddeleri kullanılmıştır. Mikrokapsüller in-situ, süspansiyon, emülsiyon polimerizasyonu ve koaservasyon yöntemleri kullanılarak sentezlenmiştir. Mikrokapsüllerin DSC, FT-IR, TGA, SEM analizleri ile ürün karakterizasyonları yapılmış ve değerlendirilmiştir. Tekstile uygulamak üzere uygun bulunan mikrokapsüller pamuk, pamuk-elastan dokuma kumaşlarına kaplama, emdirme ve çektirme yöntemleriyle; dokusuz tekstillere kaplama ve kompozit işlemleriyle uygulanmıştır. İşlem görmüş kumaşların DSC ve SEM analizleri yapılarak ısıl enerji depolamaları, yıkamaya dayanım ve yüzey morfolojik özellikleri değerlendirilmiştir. İşlem görmemiş ve görmüş kumaşların yırtılma mukavemeti, hava geçirgenliği ve termografik sıcaklık ölçümleri yapılarak sonuçları değerlendirilmiştir.

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF THERMO-REGULATING SMART TEXTILES AND INVESTIGATION OF THEIR PERFORMANCE PROPERTIES

Phase change materials (PCMs) are smart materials which can respond to ambient temperature. They provide cooling or heating by absorbing or releasing the heat that they store during phase change. This feature makes PCMs to be used in thermal energy storage systems, building materials, solar systems, thermal management of electronics and in functional textiles such as space textiles, protective textiles and home textiles. Research studies on novel materials and their application methods to textiles have been progressing.

In this thesis work, bio-based coconut oil and its blend with n-octadecane which have high heat storage capacity were utilized in textiles as PCM for thermo-regulation. The core PCM was microencapsulated using various shell materials and encapsulation methods, then implemented to woven and nonwoven textiles.

Organic coconut oil and its blend with n-octadecane were used as the core; melamine formaldehyde, methyl methacrylate, hydroxyethyl methacrylate, glycidyl methacrylate, sodium alginate and gelatin were used as shell materials in the developed microcapsules. The microcapsules were synthesized by in-situ, suspension, emulsion polymerization and coacervation methods. They were characterized by DSC, FT-IR, TGA and SEM analyses. The microcapsules, which were found to be applicable to textiles, were implemented to cotton and cotton-elastane woven fabrics by coating, padding and exhaustion methods; to nonwoven textiles by coating and composite applications. The treated fabrics were examined by DSC and SEM analyses to determine their properties of thermal energy storage, durability to washing and morphology. Tear strength, air permeability and thermographic temperatures of untreated and treated fabrics were also assessed.

YENİLİK BEYANI

Bu doktora tez çalışmasında, insan vücudu konfor sıcaklığına yakın sıcaklıkta ıslı enerji depolaması yapabilen, bu özelliği ile ıslı düzenleme özelliği sağlayan hindistan cevizi yağıının ve hindistan cevizi yağı/n-oktadekan karışımının FDM olarak tekstilde kullanımı araştırılmıştır. Hindistan cevizi yağı, ıslı enerji depolamada yaygın olarak kullanılan petrol türevi faz değiştiren malzemelere sürdürülebilir ve biyo-bazlı bir alternatifdir. Çalışmada, organik hindistan cevizi yağı ve organik hindistan cevizi yağı/n-oktadekan karışımı mikrokapsullenmiştir. Mikrokapsülsasyonda, kapsül duvarını oluşturmak üzere farklı polimer maddeleri ile çalışılmış, in-situ, süspansiyon, emülsiyon polimerizasyonu ve koaservasyon yöntemleri kullanılarak yeni faz değiştiren malzemeler geliştirilmiştir. Mikrokapsullenmiş hindistan cevizi yağı ve hindistan cevizi yağı/n-oktadekan karışımının selülozik dokuma kumaşlarda ıslı düzenleme için kullanımının araştırılması yendir. Hindistan cevizi yağıının FDM olarak kullanımının değerlendirilmesi ve mikrokapsullenerek kompozit işlemiyle dokusuz tekstile entegrasyonu yendir.

Geliştirilen mikrokapsullenmiş FDM'ler (mikroFDM'ler) kaplama, emdirme, çekirme işlemleriyle selülozik esaslı dokuma kumaşlara; kaplama ve kompozit işlemleriyle dokusuz tekstillere farklı reçete ve proses koşullarıyla uygulanarak geniş bir araştırma yürütülmüştür. Çekirdeğinde organik hindistan cevizi yağı içeren mikroFDM, dokusuz tekstil kumaşının iki katmanı arasına hapsedilerek yüksek miktarda uygulanabilmiş ve yüksek performans sonuçları elde edilmiştir. Dokusuz tekstil yüzeyi geliştirilen mikroFDM ile kaplanmış, kaplanan yüzey dokusuz tekstil kumaşının iki katmanı içine yerleştirilmiş, oluşan üç kat yüzey sıcaklık ve pres uygulamasıyla birleştirilmiştir.

Bu tez çalışması kapsamında uluslararası hakemli dergilerde yayınlanan yayınlar aşağıdaki gibidir:

Saraç, E. G., Öner, E., Kahraman, M. V. (2020) **Developing a thermo-regulative system for nonwoven textiles using microencapsulated organic coconut oil**. Journal of Industrial Textiles, DOI: 10.1177/1528083720921490.

Saraç E. G., Öner E., Kahraman M.V. (2019) **Microencapsulated organic coconut oil as a natural phase change material for thermo-regulating cellulosic fabrics**. Cellulose, 26, 8939-8950.

SEMBOLLER

- T** : Sıcaklık (°C)
- T%5** : %5 kütle kaybının olduğu sıcaklık
- T%50** : %50 kütle kaybının olduğu sıcaklık
- µm** : Mikrometre
- nm** : Nanometre
- %T** : Transmitans yüzdesi
- %R** : Enkapsülasyon oranı
- %E** : Enkapsülasyon verimliliği
- %Y** : Enkapsülasyon ürün verimi
- dk.** : Dakika
- s** : Saniye
- Pa** : Pascal
- cP** : Centipoise

KISALTMALAR

- CO** : Organik hindistan cevizi yağı
DSC : Diferansiyel taramalı kalorimetre
FDM : Faz değiştiren malzeme
FT-IR : Fourier transform infrared spektroskopisi
GMA : Glisidil metakrilat
HEMA : Hidroksietil metakrilat
HMF : Melateks 700 kimyasalı ile çapraz bağlanmış melamin formaldehit
MF : Melamin formaldehit
MikroFDM: Mikrokapsüllenmiş faz değiştiren malzeme
MMA : Metil metakrilat
NaAlg-Gel : Sodyum alginat-jelatin koaservatı
OK : n-oktadekan
PEG : Poli etilen glikol
PET : Polietilen tereftalat
PGMA : Poli glisidil metakrilat
PHEMA : Poli hidroksietil metakrilat
PMMA : Poli metil metakrilat
PVP : Polivinilpirolidon
SDS : Sodyum dodesil sülfat
SEM : Taramalı elektron mikroskobu
TGA : Termal gravimetrik analiz

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1. Standart Isınma Eğrisi	6
Şekil 2.2. DSC Termogramı	6
Şekil 2.3. Mikrokapsül Örneği: Parafin Çekirdek ve Polimer Duvar [6].....	13
Şekil 2.4. Outlast® Mikrokapsüllenmiş FDM İçeren Viskon (b) Akrilik Lifi Enine Kesit Görüntüleri [13]	20
Şekil 3.1. Kullanılan Dokusuz Tekstil Kumaş Yapısı.....	29
Şekil 3.2. Uygulamalarda Kullanılan Kumaşlar (a) Denim-I (b) Denim-II (c)Pamuk Gömleklik (d)Dokusuz Tekstil (e) Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil.....	30
Şekil 3.3. (a) SEM ve (b) DSC Cihazları	31
Şekil 3.4. Kapsül duvarı için kullanılan monomerlerin yapıları (a) Melamin (b)Formaldehit (c)Metil metakrilat (d) 2-hidroksietil metakrilat (e) Glisidil metakrilat	32
Şekil 3.5. Kapsül duvarı için kullanılan doğal polimer molekül yapıları (a) Sodyum alginat (b) Jelatin	32
Şekil 3.6. (a) MF mikrokapsülasyon reaksiyonu (b) Kapsül oluşumu [35]	34
Şekil 3.7. (a) Resorsinol çapraz bağlayıcısıyla üretilmiş MF/CO mikrokapsülü ve (b) Melateks 700 çapraz bağlayıcısıyla üretilmiş HMF/CO mikrokapsülü	35
Şekil 3.8. Reaksiyon Düzeneği (a) Yellow Line OST Basic Karıştırıcı Düzeneği (b), (c) IKA Eurostar 20 High Speed Digital Karıştırıcı Düzeneği	35
Şekil 3.9. HMF/CO-OK Mikrokapsülü.....	36
Şekil 3.10. Süspansiyon Polimerizasyonu Reaksiyon Düzeneği	37
Şekil 3.11. PMMA/CO Mikrokapsülü	38
Şekil 3.12. PHEMA/CO Mikrokapsülü.....	38
Şekil 3.13. Emülsiyon Polimerizasyonu Reaksiyon Düzeneği	39
Şekil 3.14. PGMA/CO-OK Mikrokapsülü	40
Şekil 3.15. PGMA/CO-OK-Ag Mikrokapsülü.....	40
Şekil 3.16. Kompleks Koaservasyon Reaksiyonu Düzeneği (a) Reaksiyon Başı (b) Reaksiyon Sonu	41
Şekil 3.17. NaAlg-Gel/CO Mikrokapsülü.....	42
Şekil 3.18. Kaplama Proses Akışı	44
Şekil 3.19. Kaplama Makinası	44

Şekil 3.20. Denim-I Kumaşı KR1 MF/CO Uygulaması (a) Kaplama Öncesi (b) Kaplama Sonrası (c) Yıkama Sonrası.....	46
Şekil 3.21 Denim-II KR5 Kaplama Uygulaması (a) Referans (b) HMF/CO-OK (c) PGMA/CO-OK.....	50
Şekil 3.22. Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil (a) Kaplama Öncesi (b) Kaplama Sonrası	50
Şekil 3.23. KR6 Kaplama Uygulaması (a) Dokusuz Tekstil Referans (b) Dokusuz Tekstil KR6 ile kaplanmış (c) Denim-II Referans (d) Denim-II KR6 ile kaplanmış	52
Şekil 3.24. Emdirme İşlemi Proses Akışı.....	52
Şekil 3.25. Emdirme Makinası	52
Şekil 3.26. Pamuk Gömleklik Kumaşı (a) Referans apre ile işlem görmüş (b) HMF/CO-OK ile işlem görmüş (c) PGMA/CO-OK ile işlem görmüş	55
Şekil 3.27. Denim-II Kumaşı (a) Referans apre ile işlem görmüş (b) HMF/CO-OK ile işlem görmüş (c) PGMA/CO-OK ile işlem görmüş	55
Şekil 3.28. Çektirme İşlemi Proses Akışı.....	56
Şekil 3.29. Çektirme Makinası	56
Şekil 3.30. Denim-II Kumaşı Çektirme Uygulamaları a) Referans Reçete b) CR1 (%50) c) CR3 (%100) d) CR2 (%200) e) CR4 (%100).....	57
Şekil 3.31. Hürsan Pres Makinası	58
Şekil 3.32. Dokusuz Tekstil (a) Kaplama Öncesi (b) Kaplama Sonrası (c) Kompozit İşlemi Sonrası	59
Şekil 4.1. Organik Hindistan Cevizi Yağı DSC Grafiği (3 döngü).....	62
Şekil 4.2. n-Oktadekan DSC Grafiği.....	62
Şekil 4.3. %50 Organik Hindistan Cevizi Yağı (CO) %50 n-Oktadekan Karışımı (OK) DSC Grafiği.....	63
Şekil 4.4. %30 Organik Hindistan Cevizi Yağı (CO) %70 n-Oktadekan Karışımı (OK) DSC Grafiği.....	63
Şekil 4.5. %70 Organik Hindistan Cevizi Yağı (CO) %30 n-Oktadekan Karışımı (OK) DSC Grafiği.....	64
Şekil 4.6. Organik Hindistan Cevizi Yağı, PMMA/CO ve MF/CO mikroFDM' ye ait erime DSC Grafiği.....	67

Şekil 4.7. Organik Hindistan Cevizi Yağı, PMMA/CO ve MF/CO mikroFDM' ye ait kristalizasyon DSC Grafiği.....	68
Şekil 4.8. PHEMA/CO mikroFDM' ye ait DSC Grafiği	68
Şekil 4.9. HMF/CO mikroFDM' ye ait DSC Grafiği.....	69
Şekil 4.10. HMF/CO-OK mikroFDM' ye ait DSC Grafiği.....	69
Şekil 4.11. PGMA/CO-OK mikroFDM' ye ait DSC Grafiği.....	70
Şekil 4.12. PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM' ye ait DSC Grafiği.....	70
Şekil 4.13. NaAlg-Gel/CO Koaservatına ait DSC Grafiği.....	71
Şekil 4.14. MF/CO mikroFDM, HMF/CO mikroFDM ve Organik Hindistan Cevizi Yağı FT-IR Grafiği.....	71
Şekil 4.15. PMMA/CO mikroFDM ve Organik Hindistan Cevizi Yağı FT-IR Grafiği	72
Şekil 4.16. HMF/CO-OK mikroFDM ve %30 Org. Hindistan Cevizi Yağı %70 n-Oktadekan FT-IR Grafiği	72
Şekil 4.17. PGMA/CO-OK mikroFDM ve PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM FT-IR Grafiği.....	73
Şekil 4.18. NaAlg-Gel/CO mikroFDM ve Organik Hindistan Cevizi Yağı FT-IR Grafiği	73
Şekil 4.19. Org. Hindistan Cevizi Yağı, MF/CO mikroFDM ve PMMA/CO mikroFDM TGA Grafiği	74
Şekil 4.20. Org. Hindistan Cevizi Yağı, MF/CO mikroFDM ve PMMA/CO mikroFDM TGA Türev Grafiği.....	75
Şekil 4.21. (a), (b) ve (c) MF/CO mikroFDM SEM Görüntüsü.....	77
Şekil 4.22. HMF/CO mikroFDM SEM Görüntüsü	77
Şekil 4.23. (a) ve (b) HMF/CO-OK mikroFDM SEM Görüntüsü	78
Şekil 4.24. (a) ve (b) PGMA/CO-OK mikroFDM, (c) PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM SEM Görüntüleri	80
Şekil 4.25. PMMA/CO mikroFDM SEM Görüntüsü	80
Şekil 4.26. (a) ve (b) NaAlg-Gel/CO mikroFDM SEM Görüntüsü	81
Şekil 4.27. MikroFDM Uygulanmış Kumaşların Isınma Prosesi DSC Grafikleri.....	83
Şekil 4.28. MikroFDM Uygulanmış Kumaşların Soğuma Prosesi DSC Grafikleri.....	84
Şekil 4.29. HMF/CO-OK mikroFDM uygulanmış Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil DSC Grafiği.....	87

Şekil 4.30. (a) MF/CO mikroFDM (b)MF/CO mikroFDM Kaplamalı (KR1) Denim-I Kumaşı (c) PMMA/CO mikroFDM (d) PMMA/CO mikroFDM Kaplamalı (KR1) Denim-I Kumaşı SEM Görüntüleri	88
Şekil 4.31. (a), (b) HMF/CO-OK mikroFDM Kaplamalı (KR5) Denim-II Kumaşı SEM Görüntüsü	89
Şekil 4.32. (a), (b) HMF/CO-OK mikroFDM Kaplamalı (KR5) Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil Kumaşı SEM Görüntüsü	90
Şekil 4.33. (a), (b) PGMA/CO-OK mikroFDM Kaplanmış (KR5) Denim-II Kumaşı SEM Görüntüsü	91
Şekil 4.34. (a), (b) HMF/CO-OK mikroFDM Denim-II-Çektirme Uygulaması (ÇR2) SEM Görüntüsü	92
Şekil 4.35. HMF/CO-OK mikroFDM Denim-II Emdirme Uygulaması (ER1) SEM Görüntüsü	93
Şekil 4.36. HMF/CO-OK mikroFDM Pamuk Gömleklik Emdirme Uygulaması (ER1) SEM Görüntüsü	93
Şekil 4.37. (a) HMF/CO mikroFDM (b) İşlem Görmemiş Kumaş (c) ve (d) (KR8) Kaplamalı Kumaş SEM Görüntüleri	95

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1. Molekül Ağırlıklarına Göre PEG Isıl Enerji Depolama Kapasiteleri.....	8
Tablo 2.2. Lineer Uzun Zincirli Hidrokarbonların Isıl Özellikleri	9
Tablo 2.3. Yağ Asitlerinin Erime Sıcaklık ve Isı Değerleri.....	11
Tablo 3.1. Mikrokapsül Uygulaması Yapılan Dokuma Kumaş Özellikleri.....	29
Tablo 3.2. Üretilen Mikrokapsüller ve Sentez Yöntemleri.....	33
Tablo 3.3. Bağlayıcı Deneyi Reçete ve Proses Koşulları	43
Tablo 3.4. KR1 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları	45
Tablo 3.5. KR2 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları	46
Tablo 3.6. KR3 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları	47
Tablo 3.7. KR4 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları	48
Tablo 3.8. KR5 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları	49
Tablo 3.9. KR6 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları	51
Tablo 3.10. Uygulanan Emdirme Reçeteleri.....	53
Tablo 3.11. Uygulanan Reçetelerde Alınan Banyo Oranları (%)	54
Tablo 3.12. Uygulanan Çektirme Reçeteleri.....	57
Tablo 3.13. KR7-KR8 Kaplama Reçetesi.....	59
Tablo 4.1. Çekirdek FDM ve Karışımlarına Ait DSC Ölçüm Sonuçları.....	64
Tablo 4.2. MikroFDM DSC Analiz Sonuçları.....	65
Tablo 4.3. MikroFDM Enkapsülasyon Oranı ve Verimlilikleri	66
Tablo 4.4. Termal Gravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları	75
Tablo 4.5. MikroFDM'lerin Morfolojik Özellikleri	82
Tablo 4.6. MF/CO ve PMMA/CO mikroFDM Uygulanmış Kumaşların Isıl Enerji Depolama Özellikleri.....	84
Tablo 4.7. HMF/CO-OK ve PGMA/CO-OK mikroFDM Uygulanmış Kumaşların Isıl Enerji Depolama Özellikleri.....	86
Tablo 4.8. Çekirdek FDM, HMF/CO mikroFDM ve mikroFDM Uygulanmış Kompozit Kumaşların Isıl Enerji Depolama Özellikleri	94
Tablo 4.9. Yırtılma Mukavemeti Ölçüm Sonuçları	96
Tablo 4.10. Hava Geçirgenliği Ölçüm Sonuçları.....	97
Tablo 4.11. Kaplama Yapılmış Kumaşların Kalınlık Ölçümleri	98

Tablo 4.12. Ağırlıkça Kaplama Oranı % (Add-On%) ve MikroFDM Oranları	99
Tablo 4.13. Dokusuz tekstil referans kumaşı (sol tarafta) ve mikroFDM işlemi görmüş kompozit kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri ...	100
Tablo 4.14. Geri dönüşümlü dokusuz tekstil referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM işlemi görmüş kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri ..	100
Tablo 4.15. Denim-II referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM kaplama işlemi görmüş kumaşların (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri ..	101
Tablo 4.16. Denim-II referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM emdirme işlemi görmüş kumaşların (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri ..	101
Tablo 4.17. Denim-II referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM çekirme işlemi görmüş kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri ..	102
Tablo 4.18. Denim-I referans kumaş (sol tarafta) ve Rucotherm PCM 28 emdirme işlemi görmüş kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri ..	102

1. GİRİŞ

Teknolojinin günlük hayatımızda daha fazla yer almasıyla birlikte kullandığımız pek çok üründe fonksiyonellik ve konfor düzeyi beklenisi yükselmiş, akıllı tekstillere olan ilgi artmıştır. Son birkaç on yıl içinde teknik tekstil alanında geliştirilen lif, iplik, kumaş ve diğer katma değerli fonksiyonel yapılar, yüksek performans materyallerinin gelişimini ve bu materyallerin giyim sektöründe özellikle spor ve koruyucu giysilerde kullanımını sağlamıştır. Fonksiyonel tekstil alanında çok sayıda yeni kimyasal, materyal, lif ve tekstil yapıları geliştirilmiştir. Su itici-nefes alabilen, yanmayan, ütüye ihtiyaç duymayan, böcek itici gibi fonksiyonel özellikler bu geliştirmelere örnektir. Son yıllarda giyilebilir teknoloji yaklaşımı ile elektroniğin giysi ile birleştirildiği elektronik tekstiller, renk değiştiren kromik tekstiller, şekil hafızası olan tekstiller, iletken tekstiller gibi akıllı tekstiller üzerinde araştırmalar yapılmakta ve ürünler geliştirilmektedir.

Akıllı malzeme veya yapılar, mekanik, elektriksel, manyetik, kimyasal veya termal yollarla iletilebilen çevresel uyarıcıları hissedip tepki verebilen malzeme veya yapılar olarak tanımlanmaktadır. Tepki şekline göre pasif, aktif ve çok akıllı olmak üzere sınıflandırılabilirler. Uyarıcıyı sadece hisseden malzemeler pasif; uyarıcıyı hissedeni ve tepki veren malzemeler aktif; uyarıcıyı hissedeni, tepki veren ve çevreye uyum sağlayabilen malzemeler ise çok akıllı malzeme olarak değerlendirilmektedir [1].

Akıllı malzemelerden biri de faz değiştiren malzemelerdir (FDM). Tez çalışmasında, FDM'lerin kullanımıyla ani sıcaklık değişimlerinde ısıl düzenleme özelliği göstererek konfor sağlayan akıllı tekstil ürünlerini geliştirmek amaçlanmıştır. ısıl düzenleme özelliği gerektirebilecek koruyucu kıyafetler, spor giyim, ev tekstili ve günlük giysilerden yola çıkarak bir kısım tekstil yüzeyleri seçilmiş, uygun sıcaklık aralığında yüksek ısı depolayabilen yeni materyal ve uygulama proseslerinin geliştirilmesi üzerinde çalışılmıştır. ısıl düzenleme özelliği, faz değişimi sırasında ısıyı depolama ve serbest bırakma kapasitesine sahip FDM'lerin kullanımı ile kazandırılmıştır. Bu maddeler farklı yöntemler kullanılarak mikrokapsüllenmiş ve sonrasında çeşitli prosesler ile tekstil yüzeylerine uygulanmıştır.

Tez kapsamında, tekstile uygun sıcaklık aralığında [6,88] faz geçisi gösteren FDM içeren, yüksek ısı depolama kapasitesine sahip mikrokapsüller sentezlenmiş, pamuk, pamuk/elastan dokuma kumaşlar ile polipropilen dokusuz tekstile ve geri kazanılmış PET

polyester lifli dokusuz tekstile uygulanmıştır. FDM olarak mikrokapsül çekirdeğinde daha önce selülozik dokuma kumaşlarında kullanmak üzere ısı düzenlemeye amacıyla kullanımı araştırılmamış organik hindistan cevizi yağı ile organik hindistan cevizi yağı/n-oktadekan karışımıları kullanılmış, mikrokapsül duvarında çeşitli polimer maddeleri ve farklı kapsülleme yöntemleri denenmiştir. N-oktadekan vücut konfor sıcaklığında ısı depolayan, yüksek ısı depolama kapasitesine sahip, parafin bazlı, toksik olmayan bir faz değiştiren malzemedir. Hindistan cevizi yağıının n-oktadekan ile karışımının denenmesinde; ısı depolama kapasitesinin artırılması, erime sıcaklığının vücut konfor sıcaklığına [89,90] yakın 28-30 °C'ye getirilmesi, sadece n-oktadekan kullanımına göre maliyet avantajı sağlanması ve daha önce denenmemiş bu ikili karışımın tekstilde kullanımının araştırılması amaçlanmıştır. Elde edilen mikrokapsüllerin, ön terbiye işlemleri yapılmış kumaşlara çektirme, emdirme, kaplama ve kompozit yöntemleri kullanılarak farklı tekstil yüzeyleri üzerinde uygulama prosesleri geliştirilmiştir ve uygulanmıştır. Geliştirilen mikrokapsüllerin ürün karakterizasyonları yapılmış, uygulama yapılmış kumaşların ısıl performans, morfolojik özellikleri, bir kısım kumaşların yıkamaya dayanımları, mukavemet ve hava geçirgenliği özellikleri test edilerek incelenmiştir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Isıl Düzenleme Teknolojisi ve Tarihsel Gelişimi

İnsan vücutunun sıcaklığını koruması hayatı fonksiyonlarını sürdürmesi için önem taşımaktadır. Normal bir insan vücudu $36.5\text{--}37^{\circ}\text{C}$ dir ve gün içinde küçük farklılıklarla değişim gösterir. Fiziksel bir egzersiz esnasında, kaslardaki sıcaklık $39\text{--}40^{\circ}\text{C}$ ye çıkabilmektedir. Ayrıca yüzey sıcaklığımız çevre hava sıcaklığındaki değişimden etkilenebilmektedir. İnsan vücudu, ısıl dengeyi kurmak için çevre sıcaklığına bağlı olarak ısı üretir veya dağıtır. Isı dengesini etkileyen faktörler; üretilen ısı miktarı (fiziksel aktivite), çevre koşulları (sıcaklık, rüzgâr, nem), giyilen giysi ve kişinin bireysel özellikleridir [2]. İnsan vücutunun ısı dengesini sağladığı vücut içi sıcaklığı $36.5\text{--}37.5^{\circ}\text{C}$, deri yüzey sıcaklığı ortalama $31.5\text{--}33.5^{\circ}\text{C}$ dir. Konfor hissinin sağlanması için vücut sıcaklığının dengede olması gereklidir [89,90].

Bir tekstil ürünüğe ısıl düzenleme özelliği FDM'lerin tekstil yapısına dahil edilmesiyle kazandırılmakta, bu maddelerin belirli sıcaklık aralığında gizli ısı depolamaları ile sağlanmaktadır [89]. ısıl düzenleme, çevre sıcaklık değişimlerinde vücut sıcaklığının dengeye kavuşmasına yardımcı olarak kişinin konforuna katkı sağlamaktadır. Bu sebeple, bu özelliği içeren akıllı tekstil ürünlerinin geliştirilerek daha yaygın kullanımının önemi ve potansiyel geleceği bulunmaktadır.

FDM'ler, faz değişimi sürecinde yüksek miktarda gizli ısı depolayabilen maddelerdir. Tekstilde çoğunlukla katı-sıvı ve sıvı-katı faz geçişlerinde yüksek miktarda gizli ısı depolayan tipleri kullanılmaktadır. Ortam sıcaklığı arttığında ve FDM'nin erime sıcaklığına geldiğinde FDM katı fazdan sıvı faza geçerken ısıyı absorbe eder ve depolar; fazla ısıyı depoladığı içinisinin giysiden geçişini engelleyerek sıcaklığın artmadan sabit kalmasını sağlar. Tersi durumda; ortam sıcaklığı düştüğünde ve FDM'nin katılışma sıcaklığına geldiğinde, FDM sıvı fazdan katı faza geçerken depoladığı ısıyı yayar ve ısınma etkisi sağlar [3].

Faz değiştiren malzemeler tekstil alanında yüksek sıcaklık değişimlerinde sıcaklığı düzenlemek amacıyla ilk defa uzay kıyafetlerinde kullanılmış, sonraki yıllar içinde yapılan araştırmalar ve farklı uygulama geliştirmeleri neticesinde çeşitli koruyucu giysi ve ev tekstillerinde kullanılmaya başlamıştır. Günümüzde faz değiştiren malzemelerin

uygulandığı tekstiller; uzay giysileri, yatak ve aksesuarları, kayak, bisiklet ve koşucu giysileri, medikal giysiler, itfaiye giysileri ve eldivenleri, ayakkabı ve aksesuarları, otomotiv tekstilleri, yapı tekstil malzemeleri ile jeo-tekstillerdir [4,89]. Isıl düzenleme özellikli tekstiller ve giysiler için ticari ürünler mevcut olmakla birlikte bu konuda yapılan araştırmalar devam etmektedir.

Gizli ısı depolayan maddeler 1960'lardan bu yana yaygın şekilde kullanılan malzemelerdir [1]. FDM'ler üzerinde NASA (US National Aeronautics and Space Administration) uzayda büyük ısı dalgalanmalarına karşılık hassas cihazları korumak amacıyla geniş araştırmalar yapmış ve 1971'de faz değiştirme sıcaklıklarını ve ısı depolama kapasitelerini tanımlayan 500'den fazla faz değiştiren madde içeren *Phase Change Materials Handbook* kitabını yayımlamıştır [5]. Gizli ısı depolayan maddeler 1980'lerde bir Ay aracında kullanılmıştır [1]. Mikrokapsüllenmiş FDM'nin tekstilde kullanımı ise NASA araştırmaları dahilinde 1980'lerin başında olmuştur. Astronot kıyafetlerinin uzayda yüksek ısı dalgalanmalarına karşı korunma özelliği amaçlanmıştır [6]. 1980'ler ve sonrasında FDM'ler ısı enerji depolama için solar sistem uygulamalarında, bina yapı malzemeleri içinde ve elektroniklerin ısı yönetiminde kullanılmıştır [7].

Isıl enerji depolama özelliğini sağlamak üzere mikrokapsüllenmiş FDM'lerin tekstil lifleri içerisine yerleştirilmesi tekniği geliştirilmiştir [8]. Kumaşların ısı Özelliklerini iyileştirmek amacıyla belirlenmiş sıcaklıklarda spesifik ısı Özelliklere sahip FDM veya plastik kristaller içeren mikrokapsüllerin kumaş üzerine kaplanması tekniği bulunmuştur [9]. Polimer bağlayıcı içine disperslenmiş ve mikrokapsüllenmiş FDM'nin kumaş üzerine kaplanması tekniği geliştirilmiştir [10]. Akıllı tekstiller için, aktif madde içeren mikrokapsüllerin tekstile uygulama proseslerinde lifle kimyasal bağ kurulan, reaktif grup içeren, yıkamaya dayanıklı mikrokapsül geliştirilmiştir [11]. İyileştirilmiş tersinir ısı Özellikli rejeneratif selülozik lifleri ve üretim yöntemi bulunmuştur [12].

Günümüzde faz değiştiren malzeme içeren ve ticarileşen tekstillerin başında Outlast® ürünleri gelmektedir. Outlast® tekstilleri, uzay giysileri, yatak, dış giyim, çorap, ayakkabı, ev tekstili gibi çeşitli nihai kullanımlara yönelik ürünleri içermektedir. Outlast® teknolojisinde, ısıyı depolayan ve serbest bırakılan Thermocules™ adını verdikleri mikrokapsüllenmiş FDM'ler kullanıldığı ve bu malzemelerin kaplama, lif içine dahil

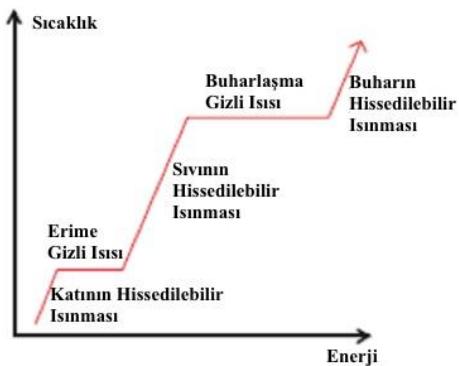
etme (akrilik, polyester, viskon) ve düz kumaşlar üzerine ince baskı yöntemleriyle uygulandıkları belirtilmektedir [13].

2.2. Faz Değiştiren Malzemeler

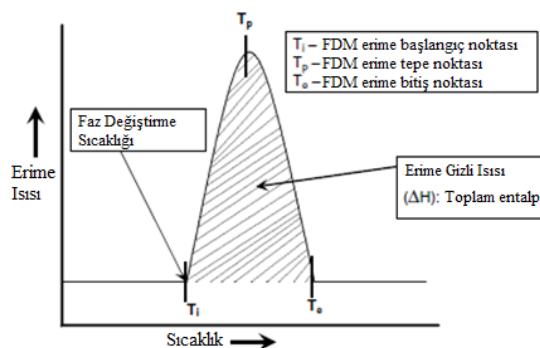
Maddelerin katı-sıvı, sıvı-gaz, katı-gaz, katı-katı olmak üzere dört çeşit faz değişimleri olmaktadır. Faz değişimi prosesinde absorbe edilen veya serbest bırakılan ısı ‘gizli ısı’ olarak adlandırılmaktadır. FDM’ler, faz değişimi esnasında küçük sıcaklık değişimleriyle yüksek miktarda gizli ısı depolayan veya serbest bırakın; bu geçişleri tekrarlı şekilde yapabilen maddelerdir. Bu özellikleyle sıcaklık dalgalanmalarını düzenlemek amacıyla kullanılırlar.

FDM’ler bina ve yapı malzemelerinde, tekstilde, güneş enerji sistemlerinde, soğutma ve iklimlendirme sistemlerinde, gıdaların soğuk tutulması ve taşınmasında, tıbbi malzemelerin ve organların soğuk muhafaza edilerek taşınmasında, elektronik aksamların sıcaklığının düzenlenmesinde kullanılmaktadır.

Isıl enerji depolama, yüksek veya düşük sıcaklık enerjisinin daha sonra kullanımı için geçici olarak depolanmasıdır. Hissedilebilir, gizli ve kimyasal reaksiyonla olabilen üç farklı ısı depolama vardır; yüksek miktarda olma özelliğiyle en önemlisi gizli ısıdır [1]. Şekil 2.1 standart bir ısınma prosesini göstermektedir [7]. Gizli ısı bir maddenin dar bir sıcaklık aralığında faz değişimine uğradığı ve faz değişimi sırasında absorbe ettiği veya yaydığı ısıdır. Hissedilebilir ısı ise sıcaklığın değişim gösterdiği ısıdır. Sıvı katı faz değişimi esnasında oluşan gizli ısı miktarı, aynı miktarda maddeyi ısıtırken veya soğuturken harcanan enerjinin 200 katına varan büyülükle ulaşabilmektedir [14]. Su, doğada var olan FDM’lerden biridir. Buz su içinde eridiğinde yaklaşık olarak 335 J/g gizli ısı absorbe ederken, su ısıtıldığında sadece 4 J/g hissedilebilir ısı absorbe etmektedir. Şekil 2.2’de FDM’nin katı-sıvı faz değişimine ait tipik bir DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Termogramı görülmektedir [6]. Taralı alan erime gizli ısı entalpisini göstermektedir.



Şekil 2.1. Standart Isınma Eğrisi



Şekil 2.2. DSC Termogramı

Katı-katı FDM’ler yüksek miktarda ısı depolayabilirler, faz değiştirirken yumuşar veya sertleşirler. Sadece bir kısım katı-katı FDM’ler ısı depolama için uygun bulunmaktadır. Sıvı-gaz FDM’lerin yüksek hacim değişimleri sebebiyle ısı depolamada pratikte kullanımları mümkün olmamaktadır [2]. Tekstilde, istenilen sıcaklık aralığında katı-sıvı faz değişimi gösteren, yüksek miktarda gizli ısı depolayan genellikle organik FDM’ler kullanılmaktadır.

Uygun FDM seçimi için en önemli kriterlerden biri faz değiştirme sıcaklık aralığıdır. Tekstil kumaş ve giysilerinde serinletme için, erime sıcaklığı 15°C ile 35°C aralığında olan FDM’lerin kullanımı en etkili olmaktadır [6]. Tekstil ürünlerinde ıslı düzenleme için erime sıcaklığı 20°C ile 40°C aralığında olan FDM’ler ve kristalizasyon sıcaklığı 30°C ile 10°C arasında olan FDM’lerin kullanılması verimli olmaktadır [1,88]. Bu sıcaklık aralığını karşılayan başlıca FDM’ler; hidrat inorganik tuzları, parafin vaksları lineer hidrokarbonlar, hidrokarbon alkoller, polietilen glikol (PEG), politetrametilen glikol (PTMG), yağ asitleri ve esterleridir. FDM’lerden beklenilen temel özellikler; yüksek ısı depolama kapasitesi, faz geçişinde düşük hacim değişimi, erime sıcaklığı ve katılma

sıcaklıklarının yakın olması, erime ve katılışma döngülerini tekrar edebilmesi ve stabil olması, yüksek ıslık iletkenliği, toksik ve çevreye zararlı olmamasıdır. Ayrıca, temin edilebilirliği ve maliyeti de önemlidir [1,2,6,15].

Faz değiştiren malzemeler organik, inorganik ve ötektikler olmak üzere üç ana gruba ayrılır. Organik FDM'ler kimyasal olarak stabil ve yüksek gizli ıslık depolamaya sahipken faz geçişinde yüksek hacim değişimi veya tutuşabilir özellikli olabilmektedir. İnorganik FDM'ler yüksek gizli ıslık depolamaya sahiptir, ancak ısınma-soğuma süreçlerinde faz değişimi döngülerinde kimyasal kararlılıklar zayıftır [2]. Ötektikler keskin erime sıcaklığına ve yüksek ıslık depolama yoğunluğuna sahiptir, ancak termo-fiziksel özelliklerinin daha ileri düzeyde araştırılmasına ihtiyaç bulunmaktadır [16].

2.2.1. İnorganik Faz Değiştiren Malzemeler

İnorganik FDM'ler hidrat tuzları, tuzlar ve metaller olarak sınıflandırılırlar. Organik FDM'lere göre daha az avantajları vardır. Yüksek ıslık depolama kapasitesine sahip olsalar da korozif olma, süper soğuma davranışları ve zayıf ıslık kararlılıklarını dezavantajları olmaktadır [17].

2.2.1.1. Hidrat İnorganik Tuzları

Hidrat inorganik tuzları genellikle 20-40 °C erime sıcaklığına sahip tekstilde kullanılabilen n su molekülü içeren tuz kristalleridir. Erime sıcaklığı 32.4 °C ve erime gizli ıslısı 254 J/g olan Glauber tuzu ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) fiziksel ve kimyasal özellikleri itibarıyle ıslık düzenleme için uygun olabilmektedir [6]. Glauber tuzu, sıcak ortamda çalışan kişiler için tasarlanmış serinletici yeleklerde kullanılmıştır [2]. Erime sıcaklığı 25.8 °C ve erime gizli ıslısı 125.9 J/g olan mangan(II) nitrat hekzahidrat ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) tuzu da temin edilebilme, toksik olmama ve tutushmama özellikleri ile ıslık depolama için çalışılmış maddelerden biridir [6]. Ancak pek çok inorganik hidrat tuzlarının ısınma-soğuma döngülerinde kararsız erime sıcaklıkları ve süper soğuma davranışları gösterdikleri görülmüştür. Yapılan bir lif uygulama çalışmasında, ısınma-soğuma sürecinde lityum nitrat trihidratın 25 döngü, kalsiyum klorürün hekzahidrat birkaç döngü ve sodyum sülfat dekahidratın ise bir döngü dayandığı belirtilmektedir [1].

2.2.1.2. İnorganik Tuzlar

Yüksek sıcaklık aralıkları için kullanılmaktadır ancak hidrat tuzlarına göre daha düşük ısı depolama kapasitesine sahiptirler. Güneş enerjisi güç tesislerinde ısı depolama için inorganik tuzlar kullanılabilmektedir.

2.2.1.3. Metaller

Bu grup düşük erime sıcaklığına sahip metaller ve metal ötektikleri kapsar. Birim hacimde depoladığı gizli ısı miktarı yüksektir; hacmin önemli olduğu durumlarda, faz değişim sıcaklığını yükseltmek üzere tercih edilirler. Yüksek ısıl iletkenlige ve düşük öz ısuya sahiptirler [17].

2.2.2. Organik Faz Değiştiren Malzemeler

2.2.2.1. Polietilen Glikol (PEG)

Polietenglikol (PEG) ısıl düzenlemede kullanılan başlıca FDM'lerden biridir. Polietilen glikol'ün tekrarlayan birimi oksietilen grubudur. Molekül ağırlığı 20000'den küçük olan PEG'nin molekül ağırlığı arttıkça erime sıcaklığı da artmaktadır. Faz geçiş sıcaklığı tekstil için uygun olan PEG 600'ün erime sıcaklığı 17.9°C, erime ısısı 121.1 J/g; PEG 1000'nin erime sıcaklığı 35.1°C, erime ısısı 137.3 J/g'dır. Tablo 2.1'de farklı moleküller ağırlıklı PEG'nin ısıl depolama kapasiteleri görülmektedir [1].

Tablo 2.1. Molekül Ağırlıklarına Göre PEG ısıl Enerji Depolama Kapasiteleri

PEG Ortalama Molekül Ağırlığı	Erime Sıcaklığı (°C)	Erime ısısı (J/g)	Katlaşma Sıcaklığı (°C)	Katlaşma ısısı (J/g)
400	3.2	91.4	-24.0	85.4
600	17.9	121.1	-6.9	116.2
1000	35.1	137.3	12.7	134.6
2000	53.2	178.8	25.2	161.3
4000	59.7	189.7	22.0	166.5
6000	64.8	189.0	32.9	160.9
10000	66.3	191.9	34.9	167.9
20000	68.7	187.8	37.7	161.0

Vigo ve Frost, 1983'de yaptıkları çalışmada [1] 400, 600, 1000 ve 3350 ortalama moleküler ağırlıklı PEG'yi kullanarak, ağırlıkça %57 PEG sulu çözeltisiyle içi boş polipropilen ve rayon liflerini doldurmuştur, ayrıca PEG'nin kumaş yüzeyine uygulamasını yapmışlardır [2]. DSC ölçümlerine göre doldurulan polipropilen lifin depoladığı ısı miktarının boş lifin 1.2-2.5 katı olduğu, doldurulan rayon lifinin depoladığı ısı miktarının işlem görmemiş lifin değerinin 2.2-4.4 katı olduğunu ve uygulama yapılan kumaşlarda sıcak ve soğuk ortama adaptasyon sağlayabildiğini bulmuşlardır. PEG'nin lif ve kumaş uygulaması başarılı olsa da PEG suda çözünür olduğundan kumaş yıkandığında uzaklaşmaktadır, bu bakımından yıkamaya dayanımı yoktur. Bu sebeple, Vigo ve Frost 1985'de farklı molekül ağırlığındaki PEG'i kumaşa çapraz bağlama ile kaplama üzerinde çalışmıştır [1]. Ayrıca kumasta, sıcaklığı adaptasyonu olan tekstil lifleri geliştirmek üzere, boş liflerin içini katı-katı faz değişimli plastik kristal materyaller ile doldurma veya life bağlama yöntemini geliştirmiştir [18]. Ancak bu maddelerin tekstilde kullanımı yüksek erime sıcaklıkları sebebiyle sınırlı kalmıştır.

2.2.2.2. Lineer Uzun Zincirli Hidrokarbonlar

Lineer uzun zincirli hidrokarbonlar tekstilde en çok tercih edilen FDM'lardır. Faz değişim sıcaklıkları vücut sıcaklığı çevresindedir. Erime ve katılışma faz geçişlerinde yüksek miktarda gizli ısı depolama kapasitesine sahiptirler. Bu maddeler genellikle katı veya sıvı haldeki parafin vaklarıdır. Kimyasal olarak, eikosan ($C_{20}H_{42}$), nonadekan ($C_{19}H_{40}$) ve oktadekan ($C_{18}H_{38}$) gibi C_nH_{2n+2} yapısında farklı zincir uzunluklarına sahip hidrokarbonlardır. Tablo 2.2'de karbon sayısına göre parafinlerin erime ve katılışma sıcaklıkları ile faz geçişinde depoladıkları gizli ısı miktarları görülmektedir [2].

Tablo 2.2.Lineer Uzun Zincirli Hidrokarbonların Isıl Özellikleri

Materyal	Karbon Sayısı	Erime Sıcaklığı (°C)	Erime Isısı (J/g)	Katılışma Sıcaklığı (°C)
n-Hekzadekan	16	18.5	237	16.2
n-Heptadekan	17	22.5	213	21.5
n-Oktadekan	18	28.2	244	25.4
n-Nonadekan	19	32.1	222	26.4
n-Eikosan	20	36.1	247	30.6

Parafinler katı-sıvı faz değişimini gösteren maddelerdir, sıvı hale geçiklerinde madde kaybı olmaması için tekstil yapılarına mikrokapsüllendikten sonra uygulanırlar. Kapsül materyali sürtünmeye, basınca, ısısı ve kimyasallara dayanıklı olmalıdır. Hidrokarbonlar toksik, korozif veya higroskopik değildir, birbiriyle karıştırılabilir. Petrol rafinasyonunda yan ürün olarak çıkar. Dezavantajı, yanmaya karşı düşük dirençli olmasıdır. Outlast®, Comfortemp® ve Thermasorb® ticarileşmiş mikrokapsül ve parafin bazlı faz değiştiren malzeme ürünleridir [2].

2.2.2.3. Yağ Asitleri

Yağ asitleri faz değiştiren malzeme uygulamaları için yenilenebilir enerji kaynaklarıdır. FDM olarak en çok tercih edilen petrol türevi parafin bazlı FDM'lere karşı bir biyomalzeme alternatifidir. Kimyasal olarak $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{2n}\text{COOH}$ yapısında uzun hidrokarbon zincirli karboksilik asitlerdir. Isıl bozunmaya uğramadan yüksek sayıda donma ve erime döngüleri sağlayabilirler. Toksik değildirler, iyi kimyasal ve ısıl kararlılık gösterirler. Farklı ısıl depolama uygulamalarına uygun erime sıcaklık aralığına sahiptirler. Doymuş yağ asitlerinin karbon zincir uzunluğu arttıkça, faz değiştirmeye sıcaklığı ve depoladığı gizli ısısı miktarı da artış göstermektedir [19]. Feldman ve arkadaşlarının, kaprik, laurik, palmitik, stearik yağ asitlerinin ve ikili karışımlarının ısıl özelliklerini üzerinde yaptıkları araştırmada, yağ asitlerinin ısıl depolama için uygun ve potansiyel malzemeler olduğu görülmüştür. Yağ asitlerinin erime sıcaklıklarının 30 °C-65 °C arasında ve erime gizli ısılarının 153-182 J/g. arasında olduğu tespit edilmiştir [20]. Bazı yağ asidi esterleri de FDM olarak kullanılmaktadır. Bütil stearat (erime sıcaklığı: 19 °C, erime ısisı 120 J/g) ve vinil stearat (erime sıcaklığı: 27 °C, erime ısisı 122 J/g) bu grupta yer almaktadır [6]. Yapılan son araştırmalar yağ asitleri, türevleri ve ötektik karışımlarının bina kaplama kompozitleri ve solar enerji sistemlerinde kullanım için çok iyi bir seçenek olduğunu göstermiştir [19]. Tablo 2.3'de bazı yağ asitlerine ait erime sıcaklık ve erime ısisı değerleri verilmiştir [21].

Tablo 2.3. Yağ Asitlerinin Erime Sıcaklık ve Isı Değerleri

Materyal	Karbon Sayısı	Erime Sıcaklığı (°C)	Erime Isısı (J/g)
Kaprilik Asit	8	16.1	144.2
Kaprik Asit	10	29.6-32.1	139.8-168.7
Laurik Asit	12	42.1-44.3	176-217
Miristik Asit	14	51.5-58	179-210
Palmitik Asit	16	58.9-65.5	190-233.2
Stearik Asit	18	53.8-70.9	159-259

2.2.2.4. Hindistan Cevizi Yağı

Tez kapsamında mikrokapsül çekirdeğinde FDM olarak organik hindistan cevizi yağı kullanılmıştır. Ticari hindistan cevizi yağı ‘kopra’ adı verilen meyvenin etli kısmının yağıının çıkarılmasıyla, işlenmemiş hindistan cevizi yağı ise cevizin içinde bulunan sütün yağıının çıkarılmasıyla elde edilmektedir [22]. Marina ve ark. (2009), Malezya ve Endonezya işlenmemiş hindistan cevizi yağlarını analiz etmiş, %46-48’inin laurik asitten ve kalan kısmının miristik asit, stearik asit, kaprilik asit, kaprik asit, linoleik asit ve kaproik asitten oluştuğunu tespit etmiş ve bu oranların yağın coğrafik menşeine göre değişimini belirtmişlerdir [22]. Silalahi ve ark. (2017), T-history yöntemini kullanarak organik hindistan cevizi yağıının sıvı-katı faz geçişindeki zamana karşı sıcaklık verilerini analiz etmişlerdir. Yaptıkları analiz sonucunda, yağın içerdiği çeşitli yağ asitleri sebebiyle faz değişiminin kademeli olarak gerçekleştiğini raporlamışlardır [23]. Wi ve ark. (2015), palm yağı ve hindistan cevizi yağı kullanarak şekli muhafaza edilebilen faz değiştiren malzemeler geliştirmiş ve vakum emdirme yöntemi ile grafit nanopartiküllere emdirmişlerdir. Oluşturdukları malzemeyi binalarda ve çeşitli alanlarda enerji tasarrufu amaçlı kullanım için tasarlamışlardır [24]. Nemeth ve ark. (2018) yaptıkları çalışmada, ısı depolayan biyomalzeme geliştirmek üzere ara-yüzey koaservasyon ve çapraz bağlama yöntemini kullanarak hindistan cevizi yağını kalsiyum alginat içine mikrokapsüleme yapmışlardır. Yaptıkları analiz sonuçlarına göre saf yağın erime ve donma isısını sırasıyla 115.3 J/g ve 108.1 J/g; elde ettikleri mikrokapsüllerin erime ve donma isılarını ise sırasıyla 84.7 J/g ve 84.5 J/g bulmuşlardır [25]. Udangawa ve ark. (2019), çekirdekte organik hindistan cevizi ve duvarda selüloz kullanarak koaksiyel eğirme ile biyokütle mikrolifleri geliştirmişler ve oluşturdukları kompozit lifin ıslı davranışını incelemiştir. Mikropor içine hapsettikleri hindistan cevizi yağıının 7 °C ile 22 °C sıcaklık aralığında faz değişimi gösterdiğini, hindistan cevizi yağıının kendisine göre öz

ısı kapasitelerinin ($J/g \ ^\circ C$) katı ve sıvı halde sırasıyla %98 ve %24 oranında artmış olduğunu raporlamışlardır [26]. Thaib ve ark. (2019), biyo-FDM olarak don yağı ile hindistan cevizi yağıının farklı oranlardaki karışımlarının termal özelliklerini incelemiştir ve binalarda duvar içinde kullanılabileceğini önermiştir [27]. Bakry ve ark. (2016), yağların mikrokapsülasyon teknikleri ile gıda, ilaç, ziraat, tekstil gibi çeşitli endüstrilerde kullanımlarına ilişkin geniş bir derleme yayını yapmıştır [69]. Khorasani ve ark. (2017), çekirdekte hindistan cevizi yağı bazlı alkid rezin ve duvarda melamin-üre-formaldehit kullanarak mikrokapsülasyon yapmışlardır. Metalik yüzeylerde korozyona karşılık kendiliğinden iyileşme sağlayan malzeme geliştirmeyi amaçlamışlardır [70]. Hee ve ark. (2015), hindistan cevizi yağını farklı duvar maddeleri kullanarak, sprey-kurutma yöntemi ile mikrokapsüllemiştir [71]. Hee ve ark. (2017) bir gıda ürünü elde etmek üzere, süper-kritik karbondioksit ve sprey-kurutma yöntemini kullanarak hindistan cevizi yağını mikrokapsüllemiştir [72]. Lopez tez çalışmasında (2018), hindistan cevizi yağı ve balmumu malzemelerini çekirdekte kullanarak mikrokapsullenmiş biyo-bazlı FDM üzerinde çalışmıştır [92].

2.2.3. Ötektikler

Isı depolama materyali ötektikler parafin, yağı asitleri, tuzlar, hidrat tuzları ve su çözeltileri olabilmektedir. Bir ötektik materyali, iki veya daha fazla bileşenden oluşan, kristalizasyon esnasında uyumlu olarak katılan veya erime esnasında uyumlu şekilde eriyen bir karışımıdır. Ötektik, bileşenleri ayırmadan erir veya katılır. Neredeyse sabit bir sıcaklıkta erir. Yapılan araştırmalarda erime ve katılışma döngülerinde ötektiklerin aşırı soğumaya uğramadan katıldığı, genellikle korozif olmadıkları ve stabil oldukları görülmüştür [28].

Bazı araştırmacılar faz değiştirmeye sıcaklık aralığını genişletmek üzere yağ asitlerinin ötektik karışımı üzerinde çalışmışlardır [19]. Ötektik sıcaklık, iki veya daha fazla bileşenin karışımının en düşük erime sıcaklığıdır. Ötektik karışım her bir bileşen ile aynı kararlılıkta özellik gösterir. Yağı asitlerinin ötektik karışımı yapılarak faz değiştirmeye sıcaklık aralığı genişletilmiş ve FDM olarak kullanım alanı artırılmıştır. Yağı asitlerinin ötektik karışımı genellikle ikili karışım halinde iki bileşenin yavaş erimesi ve homojen karışımı sağlanarak hazırlanır. Kütle oranı, faz değiştirmeye sıcaklığı ve gizli ısı miktarı DSC analizi ile tespit edilir. Bir karışımın erime sıcaklığını ve gizli ısı miktarını

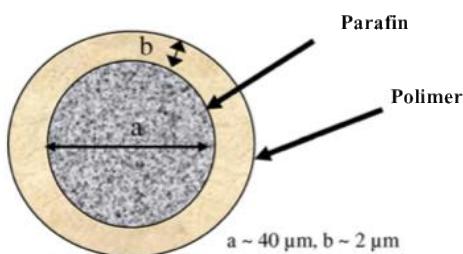
teorik yaklaşımıla tahmin etmek üzere termodinamik hesaplamalar yapılabilmektedir; bu konuda yapılmış çalışmalar bulunmaktadır [21].

2.3. Mikrokapsülasyon Yöntemleri

FDM'nin yapıda dağılmasının önlenmesi, daha az buharlaşma ve çevre ile minimum etkileşimi için araştırmacılar, FDM'yi depolamada 3 yöntem belirlemişlerdir [29].

- 1) Mikrokapsülasyon
- 2) Poliüretan köpük içine emdirme
- 3) FDM'yi başka bir malzeme matriksi içine yerleştirme ve şekil stabilizasyonu

FDM'lerin mikrokapsülasyonu en yaygın şekilde kullanılan depolama yöntemidir. Mikrokapsül formu daha az buharlaşma, ısı transferi için arttırlılmış alan ve giysi üzerinde daha fazla dayanımı sağlar [79]. Sıvı ve katıların mikrokapsülasyonu, partikül veya damlacıkların sürekli bir film ile kaplanmasıdır. Çekirdekte fonksiyonel aktif maddenin ve duvarda bir polimerik malzemenin kullanılması ile mikro ölçekteki kapsüllerin üretilimidir. İçinde aktif madde bulunan mikrokapsüllerin lif veya kumaşlara entegre edilmesi ile fonksiyonel ve teknik tekstillere farklı özelliklerin kazandırılması mümkün olmaktadır. Tekstil ürünlerine katma değer kazandırmak için yenilikçi bir uygulamadır. Şekil 2.3'te çekirdek malzeme ve ince bir polimer duvarından oluşan bir mikrokapsül örneği görülmektedir [6].



Şekil 2.3. Mikrokapsül Örneği: Parafin Çekirdek ve Polimer Duvar [6]

FDM mikrokapsülleri için kapsül çapı 0.5-1000 μm arasında değişebilmektedir. Genel olarak 1-10 μm çapındaki mikrokapsüller tekstil lifleri ile birleştirilmek, 10-100 μm çapındaki mikrokapsüller ise kumaşa kaplama ile uygulamak için uygun olmaktadır. Mikrokapsül çapına bağlı olarak, mikrokapsül hacminin %60-85'inin çekirdek maddeden oluşması durumunda polimer duvarın kalınlığı yaklaşık 1-2 μm olmaktadır. Daha yüksek

nem transferine izin veren 1-3 mm çapındaki FDM makrokapsülleri de tekstilde kullanılabilmektedir [2].

FDM mikrokapsülleri için temel parametreler şu şekilde sıralanabilir:

1. Partikül büyülüğu ve boyutsal dağılımı
2. Çekirdek-duvar oranı
3. Kapsül duvarının ısıl ve kimyasal kararlılığı
4. Mekanik etkilere dayanımı
5. Tekrarlı faz değişim döngülerine dayanımı
6. ısıl iletkenliği
7. Düşük maliyetli olması

Mikrokapsüller düzgün veya düzünsüz şekilde olabilmektedir. Morfolojik olarak, tek çekirdekli, çoklu çekirdekli ve matriks yapıda olabilmektedir. Matriks yapıda olan kapsüllerde çekirdek maddesi duvar maddesi içinde homojen olarak dağılır. Çekirdek maddenin çevre ile etkileşimi önleme, çok çeşitte çekirdek maddeyi kullanabilme, buharlaşmayı önleme ve raf ömrünü uzatma, çekirdek maddeyi güvenli ve doğru kontrol edebilme, kokuyu maskeleme mikrokapsülyasyonun avantajları arasında yer alır [29].

Duvar malzemesi ve kapsül büyülüğu, FDM mikrokapsülün faz değiştirme sıcaklığını etkilemektedir. Kapsül büyükükçe FDM mikrokapsülün faz değiştirme sıcaklığı FDM'nin faz değiştirme sıcaklığına yakın olmaktadır. Kapsül küçündükçe erime ve katılışma sıcaklıkları uzaklaşmaktadır. Kapsül duvar malzemesi ısıyı iyi iletmemeli ve faz değişimindeki hacim değişimine dayanıklı olmalıdır [2]. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin ısıl kararlılığını iyileştirmek üzere uygun duvar malzemesinin seçimi konusunda çok sayıda çalışma yapılmıştır. Bu araştırmalar incelendiğinde, mikrokapsüllenmiş FDM'lerin sentezinde üre formaldehit, poliamid, melamin formaldehit, poliüretan, melamin-formaldehit kopolimerleri, stiren, polimetil metakrilat, akrilat kopolimerleri ile jelatin, arap zamkı, nişasta gibi doğal polimerlerin duvar malzemesi olarak kullanıldığı görülmektedir [2,19].

Mikrokapsülyonda kullanılan teknolojiler şu şekilde sınıflandırılmaktadır [30]:

1. Fiziksel ve mekanik yöntemler: (i) Pan kaplama, (ii) Hava süspansiyon kaplama, (iii) Santrifüj ekstrüzyonu, (iv) Titreşimli başlık, (v) Sprey kurutma, (vi) Çözücü buharlaştırma.

2. Fiziko-kimyasal yöntemler: (i) İyonik jelleşme, (ii) Koaservasyon, (iii) Sol-gel.
3. Kimyasal yöntemler: (i) İn-situ polimerizasyonu, (ii) Ara yüz polimerizasyonu
(iii) Süspansiyon polimerizasyonu, (iv) Emülsiyon polimerizasyonu.

Bu yöntemler tekstil, ziraat, ilaç, gıda, kozmetik gibi pek çok alandaki materyallerin mikrokapsülasyonunda kullanılmaktadır. Fiziksnel yöntemlerde, kapsül duvarı çekirdek etrafında mekanik olarak oluşturulmakta ve kondanse edilmektedir. Bu gruptaki uygulamalar çoğunlukla gıda ve ilaç sanayinde kullanılmaktadır. Fiziko-kimyasal yöntemler içinde bulunan ‘iyonik jelleşme’ yaygın olarak ilaç taşıyıcı sistemlerinde kullanılmaktadır. Koaservasyon ve sol-gel yöntemleri FDM’lerin mikrokapsülasyonunda araştırılmış yöntemler arasındadır. Kimyasal yöntemler ise FDM’lerin ve tekstile entegre edilen FDM mikrokapsüllerin kapsülasyonunda kullanılan en yaygın yöntemlerdir.

2.3.1. Koaservasyon

Basit ve kompleks koaservasyon prosesleri mevcuttur. Basit koaservasyon, çözünmüş bir polimerin tuz gibi düşük moleküllü bir madde ile etkileşimi sonucu oluşur. Kompleks koaservasyon ise pozitif ve negatif yüklü iki kolloidal polimerin etkileşimi sonucu oluşur. Kompleks koaservasyon prosesinde öncelikle çekirdek madde sulu polimer çözeltisi içinde dağıtılır. Duvar polimerinin çekirdek partikülleri üzerinde kapsül oluşumu ikinci bir polimer sulu çözeltisinin eklenmesi ve sonrasında tuzun eklenmesi, pH ve sıcaklığın değiştirilmesi gibi işlemlerle sağlanır. Son aşamada, oluşan mikrokapsüllerin stabilizasyonu için çapraz bağlama veya ıslık işlem yapılır [29,30]. Jelatin ve arap zamkının kompleks koaservasyonu kağıt, ilaç, gıda sanayinde ve esans kapsülasyonunda kullanılmış ve daha sonra bu teknigin FDM’lerin mikrokapsülasyonunda kullanımı üzerine araştırmalar yapılmıştır. Önder ve arkadaşları (2008) n-hekzadekan, n-oktadekan ve n-nonadekan parafin çekirdek maddelerini, jelatin-arap zamkı karışımının kompleks koaservasyonu ile mikrokapsüllemişlerdir. Üretilen mikrokapsülleri dokuma kumaş üzerine kaplama ile uygulamışlar ve kumaşların ıslık depolama performanslarını ölçümlerdir. N-hekzadekan, n-oktadekan ve n-nonadekan koaservatlari ile sırasıyla 144.7 J/g, 165.8 J/g ve 57.5 J/g entalpileri elde etmişlerdir. Kumaş uygulamaları sonrasında, mikrokapsül uygulanmamış referans kumaşa göre, kumaşların ıslık enerji depolamalarında 2.5-4.5 kat iyileştirme sağladığını raporlamışlardır [31]. Bayes-Garcia ve arkadaşları (2010), duvarda sterilize jelatin-arap zamkı ve agar agar-arap zamkı

karışımlarını kullanarak farklı koaservatlar hazırlamış, oluşan mikrokapsüllerin ıslı özelliklerini incelemiştir. Çekirdekte parafin karışımı ticari bir FDM ürünü kullanmışlardır. Oluşan mikrokapsüllerde, ortalama 12 μm kapsül çapı, %48-49 enkapsülasyon oranı, 78-79 J/g ıslı depolama entalpisi elde etmişlerdir [32].

2.3.2. Sol-gel

Sol-gel prosesi, sıvı fazdaki öncü bir molekülün kondanse olması sonucu koloidal çözelti oluşturulması ve nihai durumda jelleşmesi olarak tanımlanabilir. Zhang ve arkadaşları (2010), ıslı iletkenliği iyileştirilmiş kapsül oluşturmak üzere, n-oktadekan'ı sol-gel yöntemiyle inorganik silika duvarı içinde mikrokapsüllemişlerdir. 7-16 μm çapında mikrokapsüller elde etmişler, oluşan mikrokapsüllerin ıslı iletkenliğinin çekirdek maddeye göre artmış olduğunu raporlamışlardır. Elde edilen mikrokapsüllerin erime entalpisi 123-184.9 J/g arasında değişmiştir [33]. Chen ve arkadaşları (2013), binalarda kullanım için ısı depolayan bir malzeme geliştirmek üzere stearik asit maddesini sol-gel prosesiyle SiO_2 duvarı içine mikrokapsüllemişlerdir. Oluşan kapsüllerde %90.7 enkapsülasyon oranı, 53.5 °C erime sıcaklığı ve 171 J/g erime entalpisi elde etmişlerdir [34].

2.3.3. İn-situ Polimerizasyonu

En yaygın kullanılan kimyasal kapsülasyon yöntemidir. Bu yöntemle mikrometre ve nanometre büyüklüklerinde kapsüller elde etmek mümkündür. Çekirdek madde yüzey aktif madde ile birlikte su fazında disperse edilir, monomer (melamin ve formaldehit, üre ve formaldehit gibi) veya prepolymerler (metilenmiş trimetilolmelamin, dimetilolüre gibi) ile birleştirilir ve disperse edilir. Prepolimerler uygun sıcaklık, pH ve karıştırma hızında, dağılmış çekirdek madde damlacıkları çevresinde kondanse olur ve dayanıklı kapsül duvarını oluşturur. İn-situ kapsülasyonunun özelliği, duvar maddesinin polimerizasyonunun su fazında meydana geliyor olmasıdır. Bu özellik, suda çözünmez ve yüksek derecede çapraz bağlı bir kapsül duvar yapısının oluşumunu sağlamaktadır. Bu yöntemle küresel, 1 μm 'den küçük ve 1-100 μm çapında kapsüller elde edilebilmektedir [30]. Zhang ve Wang (2009) in-situ polimerizasyonu ile n-oktadekan'ı resorsinol çapraz bağlı melamin fomaldehit duvarı içine mikrokapsüllemişlerdir. Yaptıkları çalışmada farklı emülgatörler denemiş, en iyi morfolojik sonucu anyonik emülgatör olan SMA

(stiren maleik anhidrit kopolimeri sodyum tuzu) kullanımını ve ağırlıkça 75/25 çekirdek /duvar oranı ile elde ettiklerini raporlamışlardır. 20 μm 'den küçük çapta mikrokapsüller elde etmişlerdir [35]. Karthikeyan ve arkadaşları (2014), in-situ polimerizasyon yöntemiyle parafin vaks malzemesini üre-formaldehit duvarı içine mikrokapsüllemişlerdir. Erime sıcaklığı 64.3 °C ve erime entalpisi 74.2 J/g. olan ortalama 256 nm çapında nanokapsüller elde etmişler, bu kapsülleri kumaşa uygulamış ve kumaş performanslarını ölçümlerdir [36]. Salaün ve arkadaşları (2010), geniş sıcaklık aralığında ısı depolama yapabilen FDM mikrokapsülü oluşturmak üzere, %4 oranında tetraetil ortosilikat katkılı n-hekzadekan ve n-eikosan ikili karışımını çekirdek malzemesi olarak kullanmış, in-situ polimerizasyonu ile melamin-formaldehit duvarı içine mikrokapsüllemişlerdir. -5 ile 30 °C aralığında 163-170 J/g gizli ısı depolayabilen, 150 °C'nin altında ısıl dayanımı olan, 1-3 μm çapında mikrokapsüller elde etmişlerdir [37].

2.3.4. Ara-yüz Polimerizasyonu

Kapsül duvarı yağ-su emülsyonu içinde hidrofilik ve lipofilik monomerlerin hızlı polimerleşmesi sonucu oluşur. Duvar polimerizasyonu iki fazın ara yüzünde meydana gelir. Çekirdek maddenin sulu çözeltisinde lipofilik monomer reaktanının emülsifiye edilmesi sonrasında hidrofilik monomer reaktanının eklenmesiyle polimerizasyon başlar. Kapsül duvarı kondanse olunca difüzyona engel oluşturur ve reaksiyon hızını kısıtlar. Duvar maddesi polyester, poliüre, poliüretan veya poliamid olabilir. Ara yüzde oluşan duvar maddesi sulu fazdan ayrılarak dağılmış çekirdek maddenin çevresinde kapsül oluşturur. Organik fazın su fazında dağıtılmrasında karıştırma hızı arttıkça daha küçük kapsüller elde etmek mümkün olmaktadır [29,30,38]. Bu yöntemin bir dezavantajı çekirdek ve monomeri çözmek için organik çözücü kullanılması gerekliliğidir [39]. Wei ve ark. (2013) ara yüz polimerizasyon yöntemini kullanarak parafin malzemesini poliamid duvarı ile mikrokapsüllemişlerdir. Polimerizasyonda, 1,3,5-benzentrikarbonilklorid (TMC) ve etilendiamin monomerleri kullanılmıştır. 6.4 μm çapında küresel mikrokapsüller elde edildiği, 121.7 J/g gizli ısı miktarı ve %87 enkapsülasyon oranı tespit edildiği raporlanmıştır [40]. Su ve ark. (2007), ara yüz polimerizasyon yöntemini kullanarak n-oktadekan içeren poliüretan mikrokapsülleri sentezlemiştir. Reaksiyondatoluen diizosiyanat, dietilen triamin monomerlerini ve

dispersan madde olarak stiren maleik anhidrit'i kullanmışlar, 5-10 μm çapında mikrokapsüller elde etmişlerdir [39].

2.3.5. Emülsiyon Polimerizasyonu

Bu yöntemde çekirdek madde yüzey aktif maddenin ilavesiyle su fazında dağıtılr. Monomerler eklenir ve yağ-su sisteminde emülsifiye edilir. Hazırlanan emülsiyona bir başlatıcının eklenmesi ve çözeltinin uygun sıcaklığa yükselmesi ile polimerizasyon reaksiyonu başlar. Başlatıcı su fazında çözünürdür. Oluşan kapsül büyülüğünde, yüzey aktif miselleri yardımıyla suda çözünen monomer oranı, yüzey aktif madde konsantrasyonu, başlatıcı konsantrasyonu ve polimerizasyon sıcaklığı parametreleri etkili olur [30]. Alay ve arkadaşları (2011), emülsiyon polimerizasyonu yöntemiyle n-hekzadekan çekirdek maddesini poli(bütilakrilat) duvarı ile mikrokapsüllemişler, pamuk, pamuk/pes karışımı kumaşlara uygulamışlardır. 17°C'de erime sıcaklığı, 65.7-120 J/g. erime entalpisi bulunan mikrokapsüller elde edildiği belirtilmiştir [41]. Sarı ve arkadaşları (2015), emülsiyon polimerizasyonu yöntemiyle tetrakosan-oktadekan ötektik FDM karışımını, polistiren duvar maddesi ile mikrokapsüllemişlerdir. Elde edilen kapsüllerin nano ve mikro ölçekte geniş aralıktta boyut dağılımına sahip olduğu, en yüksek miktarda çekirdek madde içeren kapsülde 25.96°C erime sıcaklığı ve 156.39 J/g erime entalpi değerleri elde edildiği raporlanmıştır [42]. Alkan ve arkadaşları (2014), tekstilde ısıl konforu iyileştirmek üzere, eikosan çekirdek maddesini poli (metilmetakrilat-ko-akrilik asit) kopolimeri duvarı ile emülsiyon polimerizasyonu yöntemini kullanarak mikrokapsüllemişlerdir. Çalışmada, farklı miktarlarda akrilik asit kullanım ile elde edilen kapsüller karakterize edilmiştir. Çalışma, yüksek enkapsülasyon oranı için düşük miktarda akrilik asit kullanımını önermektedir. Sentezlenen mikrokapsüllerin küresel ve 11.73-22.53 μm çaplarında olduğu, erime entalpi değerlerinin 50.4-90.4 J/g aralığında olduğu raporlanmıştır [43].

2.3.6. Süspansiyon Polimerizasyonu

Bu kapsülasyon yöntemi, suda çözünmeyen reaksiyon karışımının su fazında (sürekli faz) damlacıklar halinde süspansiyon haline getirilmesini içerir. Damlacıklar reaksiyon karışımının su fazında yüksek hızda karıştırılarak dağıtilması ile oluşur. Burreguero ve arkadaşları (2010), yapı malzemesi kireç taşının ısıl depolama kapasitesini artırmak

üzere, süspansiyon polimerizasyonu ile çekirdekte parafin vaks ve dış duvarda stiren monomeri kullanarak FDM mikrokapsülü geliştirmiştir. Uygulanan kapsülasyon yönteminde, PVP (polivinilpirolidon) stabilizörü ve deionize su ile sürekli faz; stiren monomeri, parafin vaks ve başlatıcı benzoil peroksit'i içeren sürekli olmayan faz hazırlanmıştır. Çalışmanın neticesinde, FDM mikrokapsülü katkılı kireç taşının, katkısız kireç taşına göre ıslık yalıtım kapasitesini artmış olduğu rapor edilmiştir [17]. Qiu ve ark. (2012) süspansiyon polimerizasyonu yöntemiyle, çekirdekte oktadekan, duvarda metilmetakrilat bazlı kopolimerleri kullanarak FDM mikrokapsüllerini üretmiştir. Reaksiyonda, pentaeritritol tetraakrilat (PETRA) çapraz bağlayıcı olarak kullanılmıştır. Çalışmada, monomerlerin yan zincir uzunluğu azaldıkça elde edilen kapsül faz değiştirmenin entalpilerinin ve kapsül çekirdek içeriğinin artmış olduğu tespit edilmiştir. En yüksek çekirdek oranının %77.3 ile çapraz bağlı poli (metil metakrilat-bütil metakrilat) P(MMA-BMA) kopolimer duvarlı FDM mikrokapsülünde sağlandığı ve en fazla 173.7 J/g erime ve 174.4 J/g kristalizasyon entalpisi elde edildiği raporlanmıştır [44].

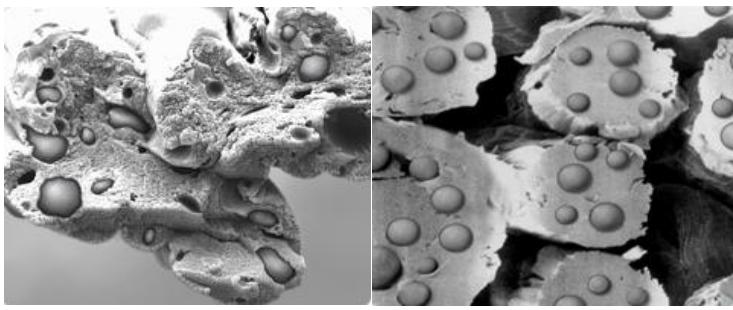
2.4. Faz Değiştiren Malzemelerin Tekstile Uygulanması

FDM'ler doğrudan veya çoğunlukla mikrokapsullenmiş olarak çeşitli yöntemlerle lif veya kumaşa uygulanmaktadır. Yıllar içinde geliştirilmiş bu yöntemler şu şekilde sıralanabilir [19]:

1. FDM'nin doğrudan polimer lif yapısına eklenmesi [45]
2. İçi boş lifin FDM ile doldurulması [46]
3. FDM mikrokapsüllerinin filament veya lifler ile birleştirilmesi [47]
4. FDM mikrokapsüllerinin bağlayıcı ve yardımcı kimyasallar ile kumaşa kaplanması veya emdirme-kurutma-termofiksaj ile uygulanması
5. FDM mikrokapsüllerinin ince bir polimer filmi ile birleştirilmesi ve bu filmin kumaşa laminasyonu [48]

2.4.1. Life Uygulama Yöntemleri

Lif teknolojisinde, mikrokapsullenmiş FDM, polimer çözeltisi veya eriyigine ilave edilerek eriyikten çekme, kuru veya yaş çekme yöntemleri ile lif haline getirilmektedir [6]. Şekil 2.4'de Outlast firmasına ait mikrokapsül içeren viskon ve akrilik liflerine ait enine kesit görüntüleri verilmiştir.



(a)

(b)

Şekil 2.4. Outlast® Mikrokapsüllenmiş FDM İçeren Viskon (b) Akrilik Lif Enine Kesit Görüntüleri [13]

Bryant ve Colvin (1988), sentetik lifin ıslı depolama özelliklerini iyileştirmek üzere FDM veya plastik kristal içerikli mikrokürelerin life doldurulması yöntemini geliştirmiştir ve patent almışlardır [8]. Zhang ve arkadaşları (2005), çekirdekte polietilen cipsleriyle harmanlanmış ağırlıkça %10-60 mikrokapsüllenmiş n-oktadekan mikrokapsüllerini ve dış kılıfta polietilen cipslerini kullanarak eriyikten lif çekme yöntemiyle kompozit lif geliştirmiştir. Kullanılan mikroFDM oranı lifte ağırlıkça %4-24 arasında değişmiştir. Erime ve ekstrüzyon proseslerinin yapılan işlemde önemli olduğu, %20 mikroFDM içeren lifte yaklaşık 11 J/g entalpi elde edildiği, liflerin mekanik özelliklerinin kabul edilebilir olduğu ve kumaş yapımında kullanılabileceği rapor edilmiştir [47]. Kuru ve Alay Aksoy (2014), faz değiştiren malzeme olarak PEG'i atık pamuk lifinin selüloz polimer ana zincirine aşılamışlardır. Katı-katı faz değişimi özelliklerini göstermesi amaçlanmıştır. PEG aşilanın selüloz liflerinin faz geçişlerinde 33°C'de 33.8 J/g ısı depoladığı ve 29.4 °C'de 31.5 J/g ısı açığa çıkardığını tespit etmişlerdir [49]. Zhang ve arkadaşları (2016), maleik asit polietilen glikol monoesterini, akrilonitril ve akrilamid kopolimeri iskeletine aşılayarak P(AN-co-AM)-MAPEG kopolimerini geliştirmiştir, su fazında çökeltiyle elde etmişlerdir. Geliştirdikleri kopolimeri elektrostatik eğirme yöntemiyle nanolif haline getirmiştir. Elde edilen nanoliflerin, katı-katı faz değiştiren materyal olduğu ve entalpi değerinin 66 J/g olduğu raporlanmıştır [50]. Ke ve Li (2016), katı-sıvı faz değiştiren madde olarak seçilen bir seri yağ asit esterlerini poliakrilonitril (PAN) nanoliflerinin gözenekli yapısına içeresine elektro eğirme ile dahil etmişlerdir. Kompozit nanolifler analiz edildiğinde, 1.26°C-31.93°C erime sıcaklıklarları ile 55.1-110.4 J/g erime entalpileri elde edilmiştir. Solar enerji depolama, yapı enerji korunması, akıllı

tekstil ve lifleri için kullanılabileceği önerilmiştir [51]. Hartmann ve arkadaşları (2016), rejenere selüloz materyali içinde dağılmış FDM mikrokapsülü içeren viskoz lifini geliştirmiş ve patent almışlardır [12].

2.4.2. Kumaşa Uygulama Yöntemleri

Literatür incelendiğinde, mikrokapsullenmiş FDM'nin kumaş üzerine çoğunlukla kaplama, emdirme ve laminasyon yöntemleri ile uygulanmış olduğu görülmektedir. Kaplama içeriği polimer bağlayıcı çözeltisi içinde disperslenmiş FDM mikrokapsülü, yüzey aktif madde, dispergatör, köpük kesici ve kıvamlaştırıcıdan oluşmaktadır. Hazırlanan karışım kumaş yüzeyine kaplanır [6,10,15]. Zuckerman ve arkadaşları (2003), FDM içeren mikroküreciklerin ıslatılması ve polimer bağlayıcı içinde dağıtımasıyla kaplama kompozisyonunun oluşturulması ve kumaşa kaplanması yöntemini geliştirmiştir, patent almışlardır [10]. Emdirme yönteminde mikrokapsullenmiş FDM içeren sulu karışım, çapraz bağlayıcı ile birlikte kumaşa fularda emdirilmekte ve yüzey uygulamasından sonra termofiksaj yapılmaktadır [15,41]. Koruyucu giysi üretimi için FDM bir polimer film ile birleştirilmekte ve film kumaş yüzeyine lamine edilmektedir [4,6,52].

Pause (2003), dokusuz koruyucu giysilerde, nefes alabilirliğin zayıf olması sebebiyle termo-fizyolojik konforu iyileştirmek üzere FDM kullanımını araştırmıştır. Yapılan çalışmada, FDM doğrudan ince bir polimer film ile birleştirilmiş ve film dokusuz bir koruyucu giysiye lamine edilmiştir. FDM gömülü polimer filmin kalınlığı, vücutun farklı noktalarındaki mikroklima sıcaklık ve nem yüzdesi test edilerek bilgisayar simülasyon programı yardımıyla belirlenmiştir. Araştırmada, FDM'nin vücuttaki fazla ısısı alıp vücutun ürettiği nem azalttığı ve mikroklima sıcaklık artışını ertelediği sonucuna varılmıştır [48].

Shin ve arkadaşları (2005), in-situ polimerizasyonu ile eikosan içeren melamin formaldehit mikrokapsülleri üretmişler, polyester örme kumaşa emdirme-kurutma-fiksaj prosesleri ile uygulamışlardır. İşlem görmüş kumaşların 0.91-4.44 J/g ısı depoladığını, 5 ev yıkama sonrası depolanan ısının %40'ını koruduğunu tespit etmişlerdir [53].

Gomes ve ark. (2008), akıllı tekstil ürünler için kullanılan mikrokapsüllerde, mikrokapsüllerin life kimyasal bağlanması için aktif ürün ile birlikte reaktif gruplar içeren

mikrokapsül yapısı geliştirmişler ve patent almışlardır [11]. Uygulama yöntemi olarak emdirme ve spreyleme, sonrasında termofiksaj önerilmektedir. Örme kumaşlara çekirme ile de verilebileceği belirtilmektedir.

Nejman ve Grabowska (2013), %100 polyester örme kumaşa ısil düzenleme özelliği kazandırmak üzere %85-90 oranında homojen parafin karışımı, %10-15 oranında duvar madde içeren mikrokapsülleri bıçak kaplama ile örme kumaş yüzeyine uygulamışlardır. Kaplamada bağlayıcı ile birlikte uygulanan parafin karışımı oranı %40'dır. Yapılan ölçümlerde, uygulanan mikrokapsüllenmiş FDM'nin sıcaklık aralığında, modifiye edilmiş örme kumaşa ısil düzenleme özelliği kazandırılmış olduğu ve işlem görmüş örme kumaşın, mikrokapsül FDM'nin ısısının %30-40'ı kadar ısı depolayabildiği belirtilmektedir [54].

Bartkowiak ve ark. (2013), hava geçirmeyen koruyucu giysilerdeki vücut ile giysi arasındaki mikroklima sıcaklık artışını engellemek üzere, koruyucu giysiler altında kullanılabilecek 3 tip örme iç giyim tasarlamıştır. Giysilerde mikrokapsüllenmiş FDM içerikli lif (SmartcelTM) ve örgü içine yerleştirilmiş makrokapsüllenmiş FDM kullanmıştır. Bu giysiler gönüllü kişilerce kullanılarak, mikroklima sıcaklık ve bağıl nem miktarı test edilmiştir. Testlerin sonucunda, giysi altı mikroklima sıcaklığında 2-4 °C ve bağıl nemde %10-15 azalma görüldüğü ve geliştirilen giysilerin ısil konforu iyileştirdiği belirtilmiştir [55].

Hagman tez çalışmasında (2016) soya vaksını, etilen diamin ve tolilen-2,4-diizosianat monomerlerini kapsül duvarında kullanarak ara-yüz polimerizasyonu ile mikrokapsüleme, bıçak kaplama ile pamuk tekstil yüzeyine uygulamıştır. Mikrokapsüllerde 20.5-125.4 J/g erime entalpisi elde etmiştir. Kumaşların kaplama sonrası ısil düzenleme özelliği IR kamerada, kumaşların 90 °C'ye ısıtıldıkten belirli süreler sonraki fotoğraflarına bakarak değerlendirilmiş ve mikrokapsül kaplı örneklerin serinleştirme özelliğini sağladığı sonucuna varılmıştır [56].

Bonet ve ark. yaptıkları çalışmada (2012), esans içeren mikrokapsüllerin pamuk kumaşa uygulanmasında çekirme ile emdirme yöntemlerini mukayese etmiştir. Yapılan testlerde, emdirme yöntemiyle yapılan uygulamada daha çok mikrokapsülün yüzeye tutunduğu ve daha yüksek bir proses verimi alındığı sonucu elde edilmiştir [57].

Doba Kadem ve Saraç (2017) denim giysiye ıslı düzenleme özelliği kazandırmak üzere, çektirme ve daldırma yöntemleriyle farklı konsantrasyonlarda parafin bazlı mikrokapsüllenmiş FDM uygulamışlardır. DSC sonuçlarına göre, uygulanan mikrokapsül konsantrasyonu arttıkça daha yüksek ısı depolamasının sağlandığı, daldırma yöntemiyle çektirme yöntemine göre daha yüksek entalpi değerlerinin elde edildiği ve SEM görüntülerinde daha fazla mikrokapsülün yüzeye tutunduğu raporlanmıştır [58].

2.4.3. Kompozit Geliştirmeleri

Literatürde yer alan kompozit çalışmaları incelendiğinde, FDM uygulanmış farklı katmanların birleştirilmesiyle elde edilen kompozitler ile birlikte faz değiştiren kompozit malzemelerin sentezlenmesi üzerinde araştırmaların yapılmış olduğu görülmektedir.

Borreguero ve arkadaşları (2013), ayakkabıların ıslı konforunu artırmak üzere, ayakkabılarda kullanılan bir dokusuz kumaş, 3 köpük ve deri kumaşlara FDM içeren mikrokapsül ve karbon nanolif uygulamışlar ve kompozit elde etmişlerdir. En yüksek oranda mikrokapsül uygulanan kompozitin ıslı depolama kapasitesi 13.74 J/g olarak tespit edilmiştir. Yapılan testler neticesinde FDM'in soğutma ve ısınma döngülerinde çalıştığı, karbon nanolif'in ıslı yalıtımı katkı sağladığı ve kompozitin ayakkabı sıcaklığını uzun süre koruduğu belirtilmiştir [59].

Khosrojerdi ve Mortazavi (2014) yaptıkları çalışmada, n-oktadekan'ı vakum emdirme yöntemi ile genişletilmiş dolomit malzemesi gözenekleri içine yerleştirerek tekstilde kullanmak üzere bir kompozit FDM elde etmeyi amaçlamıştır. Bu malzemeyi bağlayıcı kullanarak kaplama ile tekstile uygulamışlardır. Elde edilen kompozit malzemenin 43.35 J/g gizli ıslı depoladığı, kumaşa uygulama sonrasında kumasta nem transferi ve hava geçirgenliğini düşürdüğü, ıslı yalıtımı artırdığı tespit edilmiştir. Bu bakımdan geliştirilen malzemenin tekstilde ıslı yalıtım için kullanımı önerilmektedir [60].

Gök ve arkadaşları (2019), soğutma uygulamalarında ıslı depolayan malzeme olarak kullanılmak üzere poli (etilen glikol) ve mikrokristalin selüloz bileşenleriyle faz değiştiren reaktif bir kompozit malzeme geliştirmişlerdir. Katı-katı faz değiştirmek üzere PEG 1000'i selüloz zincirine aşılamışlardır. Reaksiyonda üretan bağı kurmak üzere toluen 2,4 diizosyanat kullanılmıştır. Geliştirilen malzemenin tekrarlı ıslı döngülerine dayanıklı olduğu belirtilmektedir. DSC analizlerinde, PEG 1000'in erime sıcaklığı 29 °C

ve erime entalpisi 180.4 J/g iken selüloza aşılanmış PEG 1000 kompozit malzemesinin 10 ısısı döngüsü öncesi ve sonrasında sırasıyla erime sıcaklığı 7.7 °C ve 8.3 °C, erime entalpisi 78.6 J/g ve 92.7 J/g olarak bulunmuştur [61].

2.5. Faz Değiştiren Malzeme İçeren Tekstiller

Faz değiştiren malzeme içeren tekstiller aşağıdaki gibi sıralanabilir:

1. Uzay kıyafetleri, eldiven, vb.
2. Yatak malzemeleri; yatak şiltesi, yatak koruyucu, yastık, uyku tulumu, vb.
3. Aktif spor giyim, kayak kıyafeti, eldiven, iç giyim, vb.
4. Ayakkabı ve aksesuarlarında kullanılan tekstiller (golf, dağcılık, kayak, vb.)
5. Medikal tekstiller; ameliyat elbiseleri, eldiven, şapka, bandaj, hasta yatak malzemeleri, vb.
6. Otomotiv tekstilleri, kılıf ve iç malzemeleri
7. Yapı tekstilleri (beton içine yerleştirilmiş tekstiller)
8. Güç tutuşur tekstiller (itfaiye kıyafetleri, eldivenleri)
9. Jeo-tekstiller

FDM uygulanan tekstilede serinleme, ısınma, çevre sıcaklığına uyum gösterme ve ısıl düzenleme etkileri sağlanmaktadır. Aynı zamanda aktivite seviyesine bağlı olarak vücutun sıcaklığının yükselmesinde bir bariyer etkisi de temin edilmektedir. ısıl düzenleme etkisi sınırlı bir süre için devam etmekte ve ancak sıcaklık değişimleri olduğunda ısısı depolama veya açığa çıkarma döngüsü tekrarlayabilmektedir. FDM uygulanan tekstillerin nefes alabilirliği ve mekanik dayanıklılığı da önemli olmaktadır [4].

2.6. Faz Değiştiren Malzemelerin Ürün Karakterizasyonu ve Uygulama Yapılan Tekstilin ısıl Düzenleme Özelliklerinin Ölçülmesi

Kumaşların ısıl özellikleri, denge durumunda sıcak plaka ölçümleri ile test edilirken, FDM içeren kumaşların ısıl performanslarının değerlendirilmesinde bu ölçüm şekli uygun olmamaktadır; ölçüm süresinin uzunluğu sonuçlarda sapmaya neden olabilmektedir [1]. Bu bakımdan faz değiştiren malzemelerin ve bu malzeme içerikli tekstillerin ısıl özelliklerinin değerlendirilmesinde DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) analizi yapılmaktadır. Faz değiştiren malzemenin ısıl kararlılığını tespit

etmek için TGA (termal gravimetrik analiz), morfolojik özelliklerini değerlendirmek için SEM (taramalı elektron mikroskopu), kimyasal yapı ve ürün karakterizasyonu için FT-IR (Fourier Transform Infra Red) ölçüm ve analizleri yapılmaktadır.

2.6.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümü

DSC ölçüm tekniği, malzemelerin ısıl özelliklerinin analizinde kullanılır. DSC cihazı, malzemeyi belirli sıcaklık artış hızında ısıtır ve soğutur. Cihaz, taranan sıcaklık aralığındaki ısı akış miktarlarını kayıt eder. DSC, ölçüm yapılan sıcaklık aralığında malzemenin faz değişimi sırasında absorbe ettiği ve serbest bıraktığı gizli ısı miktarı ile erime ve kristalizasyon sıcaklıklarını ölçümler. Temelde ölçüm seti, biri referans biri de numunenin konulduğu ısıtıcılardan, bu sistemi ısı kaybı olmadan tutan hücreden ve ısı akışını kontrol eden prosesör bilgisayardan oluşur. Test edilen numunenin ve referansın sıcaklığını artırmak için gerekli olan ısı akış miktarı, sıcaklığın zamana bağlı fonksiyonu olarak ölçülür ve kayıt edilir, ölçümün sonunda Sıcaklık- Isı Akışı grafiği elde edilir.

2.6.2. Fourier Transform İnfra Red (FT-IR) Ölçümü

FT-IR analizi, malzemelerin kimyasal yapısının tanımlanmasında kullanılan yaygın bir tekniktir. FT-IR analizinde, malzemelere ait infrared absorpsiyon spektrumu alınır. FT-IR cihazının oluşturduğu spektrumda malzemenin moleküller yapısında bulunan kimyasal bağları tespit etmek ve böylelikle bilinmeyen bir malzemeyi kimyasal olarak tanımlamak, hangi fonksiyonel grupları içerdigini belirlemek mümkün olmaktadır.

2.6.3. Termal Gravimetrik Analizi (TGA)

TGA, malzemelerin sıcaklık artışı ile ağırlıklarındaki kaybı ölçen bir tekniktir. Geniş bir sıcaklık ağırlığında, malzemenin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği elde edilir. Malzemenin hangi sıcaklıkta ağırlıkça değişim gösterdiği analiz edilerek malzemenin ısıl kararlılığı değerlendirilir.

2.6.4. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi

SEM analizi, malzemelerin morfolojik özelliklerinin değerlendirilmesinde kullanılır. FDM mikrokapsül, nanokapsül gibi partiküller ile partiküllerin uygulandığı yüzey veya malzemelerin morfolojik ve boyutsal analizinde SEM görüntülerinden faydalанılır. SEM

cihazında test edilen malzeme üzerine elektron demeti gönderilerek analiz için gerekli büyütülmüş görüntü elde edilir.

2.6.5. Kumaş Ölçümleri

Literatürde yer alan pek çok çalışmada FDM uygulanmış veya FDM entegre edilmiş tekstillerin ıslı düzenlemeye özelliklerinin DSC ölçümleri ile değerlendirildiği görülmektedir [41,53,54,55,56,58,94]. FDM uygulanmış ve uygulanmamış kumaşlar arasındaki sıcaklık değişimi farkını değerlendirmek üzere Infrared termografik kameralar da kullanılabilmektedir [92,93,94]. Infrared termografik kameralar, elektromanyetik spektrumda infrared aralığındaki radyasyonu tespit eder. Sıcaklık artışı ile birlikte yayılan radyasyon miktarı artar ve termografi sıcaklık değişiminin görünmesini sağlar [4]. Bunun yanı sıra bazı çalışmalarında giyim denemelerinin yapıldığı, ölçüm yapmak üzere manken veya test aparatlarının geliştirilmiş olduğu görülmektedir. Pause (2003) yaptığı çalışmada geliştirdiği giysinin ıslı-fizyolojik konforunu değerlendirmek üzere klimatik bir odada giyim denemesi yapmıştır. Deneme 1 saatlik bisiklet sürme içeren bir aktiviteyi içermiştir. Denemedede zamana bağlı olarak giysi ile vücut arasında kalan mikroklima bağıl nem değerleri ile ortalama vücut sıcaklığı ölçülerek değerlendirme yapılmıştır [48]. Bartkowiak ve arkadaşları (2013), geliştirdikleri FDM içerikli giysilere, mikroklimatik bir ortamda bisiklet ve yürüme aktiviteleri içeren gönüllülerce yürütülen giyim testi uygulamışlardır. Çalışmada vücut, cilt ve giysi altı mikroklima sıcaklık ve nem değerleri ölçülerek bir değerlendirme yapılmıştır [55]. Akgünoğlu ve arkadaşları (2018), mikrokapsüllenmiş FDM’yi emdirme ile uyguladıkları çorap örneklerinin ıslı performanslarını değerlendirmek için termal kamera ve T- history ölçümleri yapmışlar, kumaşlara sürtünme, hava geçirgenliği, hidrofilite testleri uygulamışlardır [62].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Materyal

3.1.1. Faz Değiştiren Malzemeler

Tez kapsamında mikrokapsül çekirdeğinde faz değiştiren malzeme (FDM) olarak organik hindistan cevizi yağı (Sri Lanka, LifeCo) kullanılmıştır. Ayrıca çekirdek maddenin gizli ısı depolama kapasitesini artırmak üzere yüksek ısı depolayabilen parafin bazlı FDM kullanımını değerlendirilmiş, vücut konfor sıcaklığında erime faz geçisi sağlayan n-oktadekan (Alfa Aesar, %99 kristalin eriyik) ile organik hindistan cevizi yağı karışımı kullanılmıştır. Farklı oranlarda karışıntılarına ait ısıl enerji depolamaları DSC ölçümleri ile analiz edilmiş, %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan karışımının kullanımı uygun bulunmuştur.

3.1.2. Mikrokapsülyonda Kullanılan Duvar Maddeleri ve Yardımcı Kimyasallar

Tez kapsamında üretilen mikrokapsüllerde duvar maddesi olarak, melamin (%99, Aldrich), formaldehit (%37'lik su çözeltisi, Merck), 2-hidroksietil metakrilat (HEMA, %98, Aldrich), metil metakrilat (MMA, %99, Aldrich), glisidil metakrilat (GMA, %97, Fluka Chemika), sodyum alginat (Sigma Aldrich) ve toz jelatin (Park Scientific Ltd, UK) maddeleri kullanılmıştır. Polimer sentez reaksiyonlarında emülsiyon yapıcı sodyum dodesil sülfat (SDS, Fluka Chemika); çapraz bağlayıcı resorsinol (1,3 Benzendiol, %99, Riedel-de Haen), Melateks 700 (metilol içeren hekzametoksi metil melamin, Melamin Kemicna); başlatıcı madde benzoil perkosit (%25 H₂O içeren, Merck); çapraz bağlayıcı gluteraldehit (%25'lik su çözeltisi, Merck); etilen glikol dimetakrilat (%98, 100 ppm metoksifenol ile stabilize edilmiş, Alfa Aesar), Polivinil pirolidon (PVP, ortalama mol ağırlığı 10.000, Sigma Aldrich); etanol (%99, Merck); metanol (%99.8); çekirdek yapıcı madde olarak amonyum klorür (ekstra saf, Riedel- de Haen); pH ayarlamada trietanolamin (%99, Merck) ve asetik asit kullanılmıştır.

3.1.3. Mikrokapsüllerin Tekstil Uygulamalarında Kullanılan Bağlayıcı (Binder) ve Yardımcı Kimyasallar

Mikrokapsüllerin tekstil uygulamalarında Organik Kimya San ve Tic. A.Ş. firmasına ait poliüretan bazlı Orgaresin PN 50 ile akrilik bazlı Orgal HC 77 ve Orgafix DX New bağlayıcıları kullanılmış, reçetelerde bağlayıcıların yanında nonyonik emülgatör Orgaprint EMU; akrilik kıvamlaştırıcı Orgal M 420; silikon bazlı köpük kesici Antifoam S6010 ile ıslanma ve iyi dispersiyon özelliği sağlayan anyonik dispergatör Dispersant K 850 yardımcı maddeleri kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin tekstil uygulamalarında kullanılacak bağlayıcıyı tespit etmek üzere yapılan ön çalışmada, Archroma firmasına ait Appretan N92100 ve Appretan DS703, Rudolf Duraner firmasına ait PU 326 bağlayıcıları denenmiş ve kullanılmıştır. Ayrıca, yapılan çalışmaların ısı depolama sonuçlarını ticari ürün sonucu ile mukayese etmek amacıyla Rudolf Duraner firmasına ait ısıl düzenleme özellikli Rucotherm PCM 28 apre kimyasalı kullanılmıştır.

3.1.4. Uygulama Yapılan Tekstil Kumaşları ve Özellikleri

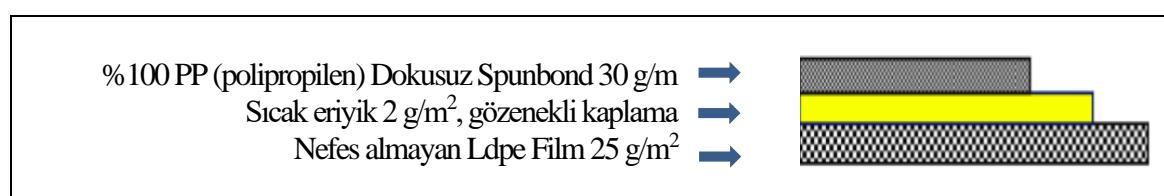
Üretilen mikrokapsüller, dış giyimde kullanılan atkı yönünde streç iki denim ve bir gömleklik dokuma kumaşlarına uygulanmıştır. Bir dokusuz tekstil kumaşı kullanılarak kompozit çalışması yapılmıştır. Ayrıca diğer bir uygulamada %100 geri kazanılmış PET polyester liflerinden tarak ve iğneleme teknolojisiyle üretilmiş geri dönüşümlü bir dokusuz tekstil kumaşı kullanılmıştır.

Denim kumaşlar Çalık Denim, gömleklik kumaş Altoteks Tekstil Giyim Boya Apre San. ve Tic. A.Ş., dokusuz tekstil kumaşı Feliks Plastik Laminasyon Ambalaj Malzemeleri San. ve Tic. Ltd. Şti., geri dönüşümlü dokusuz tekstil kumaşı Hassan Tekstil San. ve Tic. A.Ş. firmalarından temin edilmiştir. Uygulama yapılan dokuma kumaş özellikleri Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1. Mikrokapsül Uygulaması Yapılan Dokuma Kumaş Özellikleri

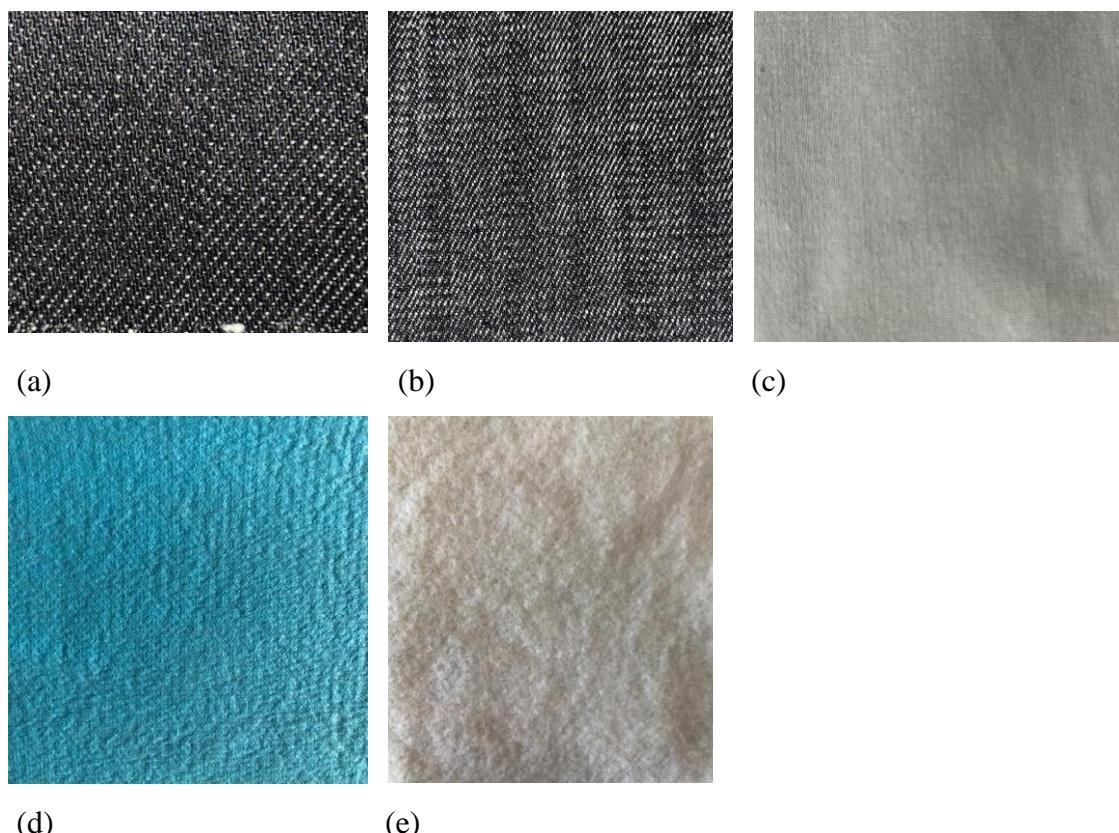
Kumaş Özellikleri	Denim-I	Denim-II	Gömleklik
Elyaf Kompozisyonu	%98 Pamuk %2 Elastan	%90 Pamuk %7 T400 %3 Elastan	%100 Pamuk
Örgü	3/1 Dimi (Z)	3/1 Dimi (Z)	3/1 Dimi (S)
Ağırlık (g/m^2)	280	275	110
Mamul Çözgü Sıklığı (tel/cm)	31.8	34	57
Mamul Atkı Sıklığı (tel/cm)	22.6	27	46
Boyama	Çözgü: İndigo boyalı, Atkı: Ekru	Çözgü: İndigo boyalı, Atkı: Ekru	Çözgü, Atkı: Ekru
Terbiye	Haşılı sökülmüş, merserizeli, sanforlanmış	Haşılı sökülmüş, merserizeli, sanforlanmış	Kasarlı, Merserizeli

Mikrokapsülün kaplama yapılarak uygulandığı ve sonrasında kompozit yapıldığı dokusuz tekstil kumasının yapısı Şekil 3.1'de verilmiştir. $56 \text{ g}/\text{m}^2$ ağırlığına sahiptir. Dokusuz yüzey hidrofil yapıya sahiptir.



Şekil 3.1. Kullanılan Dokusuz Tekstil Kumaş Yapısı

Uygulama deneylerinde kullanılan kumaşların görüntüleri Şekil 3.2'de verilmiştir.



Şekil 3.2. Uygulamalarda Kullanılan Kumaşlar (a) Denim-I (b) Denim-II (c) Pamuk Gömleklik (d) Dokusuz Tekstil (e) Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil

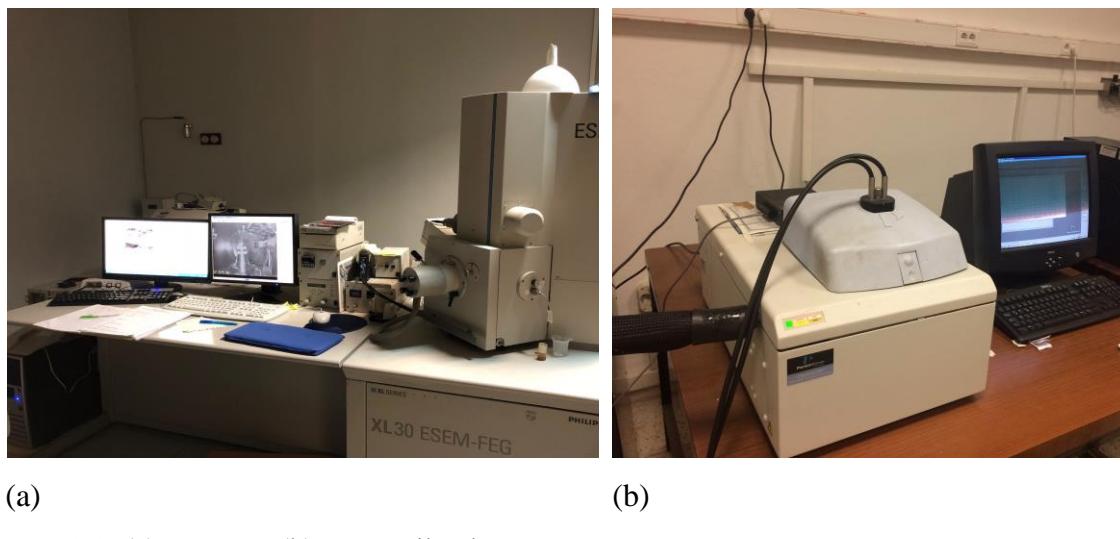
3.1.5. Kullanılan Cihazlar

Mikrokapsül hazırlama ve sentez reaksiyonlarında Yellow Line OST Basic (maksimum 2000 rpm) ve IKA Eurostar 20 High Speed Digital (maksimum 6000 rpm) mekanik karıştırıcıları, manyetik karıştırıcı, termostatlı yağ banyosu, genel laboratuvar gereçleri, etüp, vakumlu filtre ve Alpha 1-2 LD Plus Liyofilizatör kullanılmıştır.

Kumaş uygulama proseslerinde, Bransonic Sonifier 250W ultrasonik transdüzer, Brookfield DV-E Viscometer, Atac GK 40 RKL kaplama makinası, Roaches Padder BVP Emdirme makinası ve Roaches HT boyama-çektirme makinası kullanılmıştır.

Ölçüm ve analizde, Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizi için Perkin Elmer Diamond DSC, FT-IR analizi için Perkin Elmer Spectrum 100 FT-IR Spectrometer, Termal Gravimetrik analizi (TGA) için Perkin Elmer STA 6000 Simultaneous Thermal Analyzer ve Taramalı Elektron Mikroskopu analizi (SEM) için Philips XL 30 ESEM-

FEG ile Zeiss EVO-MA 10 cihazları kullanılmıştır. DSC ve SEM cihazları Şekil 3.3'de verilmiştir.



Şekil 3.3. (a) SEM ve (b) DSC Cihazları

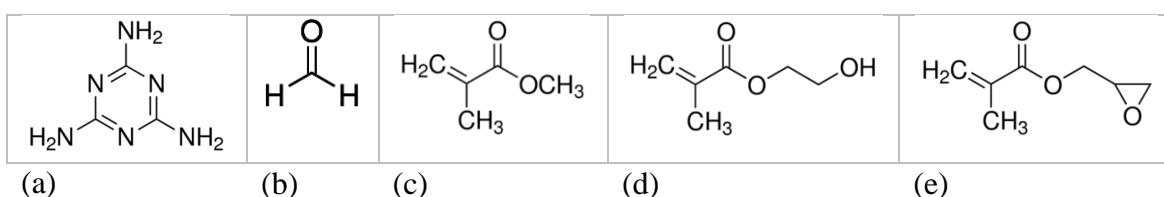
Kumaş ve kaplama kalınlığı ölçümü için Cloth Thickness Tester (R&B, James H. Heal & Co. Ltd.) cihazı, kumaş yırtılma mukavemet testleri için SDL Atlas Digital Elmendorf ve hava geçirgenliği ölçümü için SDL Atlas cihazları kullanılmıştır. Kumaş termografik sıcaklık ölçümelerinde Testo 885 Thermal Imager cihazı kullanılmıştır.

3.2. Yöntem

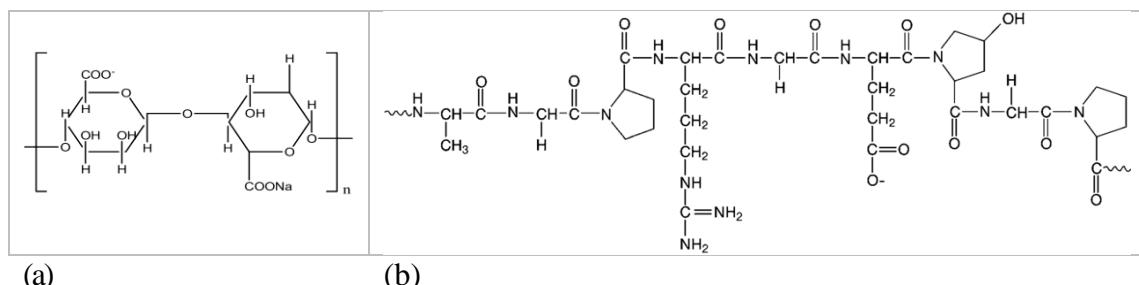
3.2.1. Mikrokapsülasyon

Çekirdekte FDM olarak organik hindistan cevizi yağı kullanılmış, bunun yanı sıra, gizli ısı depolama kapasitesini artırmak üzere %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan karışımı kullanılmıştır. Bu karışımı tespit etmek üzere parafin bazlı n-oktadekan, n-eikosan, 1-tetradekanol, 1-dodekanol maddeleri ile hindistan cevizi yağı karışımı hazırlanmış, DSC analizleri yapılmış ve gizli ısı entalpileri değerlendirilmiştir. Vücut konfor sıcaklığında ($28-30^{\circ}\text{C}$) faz geçisi gösteren, yüksek gizli ısı depolama kapasitesine sahip %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan karışımının kullanımı uygun bulunmuştur. Duvarda farklı polimer maddeleri kullanılarak mikrokapsül üretimleri yapılmıştır. Mikrokapsülasyonlarda in-situ polimerizasyonu, süspansiyon polimerizasyonu, emülsiyon polimerizasyonu ve kompleks koaservasyon yöntemleri denenmiş, uygun proses koşulları belirlenmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin

ürün karakterizasyonları yapılmış ve değerlendirilmiştir. Üretilen mikrokapsüller ve sentez yöntemleri Tablo 3.2'de verilmiştir. Kapsül duvarı oluşturmak üzere kullanılan monomer ve doğal polimerlere ait molekül yapıları Şekil 3.4 ve Şekil 3.5'de verilmiştir. Melamin formaldehit (MF), tekstil uygulamaları için önemli olan iyi ıslı ve kimyasal kararlılığı ile yüksek mekanik dayanım özellikleri [2,19] sebebiyle seçilmiştir. Literatürde, bu duvar maddesinin FDM'lerin mikrokapsülasyonunda çalışılan en yaygın duvar maddelerinden biri olduğu görülmektedir [2,29,35-37,63-66]. Duvar maddesi için kullanılan metil metakrilat (MMA), hidroksietil metakrilat (HEMA) ve glisidil metakrilat (GMA) monomerleri, kimyasal kararlılıklarının iyi olması ve literatürde yer alan mikrokapsülasyonlarda akrilik grubu duvar malzemeleri kullanımıyla tekstil uygulamalarında iyi sonuçlar alınmış olması sebepleriyle tercih edilmiştir [41,43]. 2-Hidroksietil metakrilat (HEMA) monomerinin çevre dostu olması ve hidrojen bağlarıyla selüloza tutunabileceğinin düşünülderek ayrıca araştırmaya değer bulunmuştur. GMA monomerinin ise molekülünde bulunan epoksi fonksiyonel grubunun selüloz lifiyle bağ kurabileceği ve dolayısıyla selülozik kumaşlarda iyi tutunma özelliği gösterebileceği düşünülderek kullanımı ön görülmüştür. Ayrıca, %100 biyo-bazlı mikrokapsüllenmiş FDM geliştirmek amacıyla, çekirdekte organik hindistan cevizi yağı ve duvarda sodyum alginat-jelatin kullanılarak koaservasyon ile mikrokapsülasyon yürütülmüştür.



Şekil 3.4. Kapsül duvarı için kullanılan monomerlerin yapıları (a) Melamin
 (b)Formaldehit (c)Metil metakrilat (d) 2-hidroksietil metakrilat (e) Glisidil metakrilat



Şekil 3.5. Kapsül duvarı için kullanılan doğal polimer molekül yapıları (a) Sodyum alginat (b) Jelatin

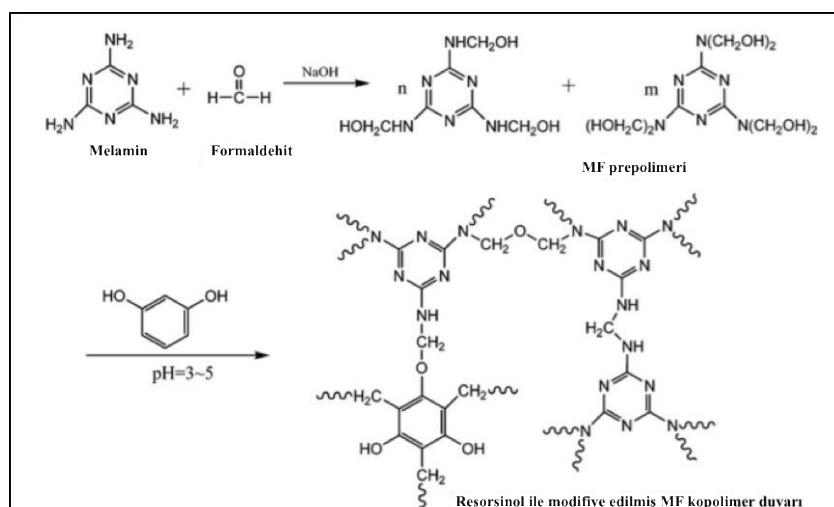
Tablo 3.2. Üretilen Mikrokapsüller ve Sentez Yöntemleri

Mikrokapsül Adı (Duvar/Cekirdek)	Cekirdek FDM	Duvar Polimeri	Polimerizasyon Yöntemi
MF/CO	Organik hindistan cevizi yağı (CO)	Resorsinol çapraz bağlı Melamin Formaldehit (MF)	İn-situ
HMF/CO	Organik hindistan cevizi yağı (CO)	Melateks 700 çapraz bağlı Melamin Formaldehit (HMF)	İn-situ
HMF/CO-OK	%30 organik hindistan cevizi yağı (CO) %70 n-oktadekan (OK)	Melateks 700 çapraz bağlı Melamin Formaldehit (HMF)	İn-situ
PMMA/CO	Organik hindistan cevizi yağı (CO)	Poli (Metil Metakrilat) (PMMA)	Süsponsiyon
PHEMA/CO	Organik hindistan cevizi yağı (CO)	Poli (Hidroksi etilmetakrilat) (PHEMA)	Süsponsiyon
PGMA/CO-OK	%30 organik hindistan cevizi yağı (CO) %70 n-oktadekan (OK)	Poli (Glisidil Metakrilat) (PGMA)	Emülsiyon
PGMA/CO-OK-Ag	%30 organik hindistan cevizi yağı (CO) %70 n-oktadekan (OK) Nano-Ag çözeltisi	Poli (Glisidil Metakrilat) (PGMA)	Emülsiyon
NaAlg-Gel/ CO	Organik hindistan cevizi yağı (CO)	Sodyum Alginat-Jelatin (NaAlg-Gel)	Kompleks Koaservasyon

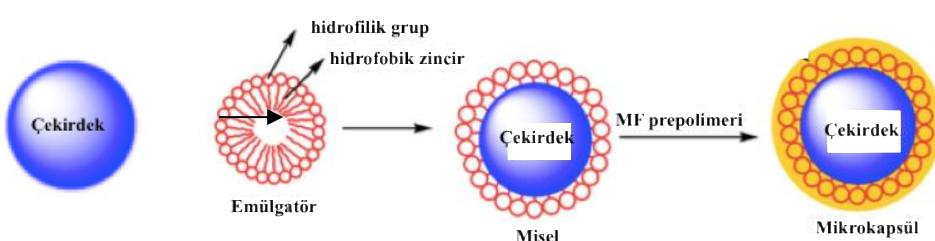
3.2.1.1. İn-situ Polimerizasyonu: MF ve HMF Duvarlı mikroFDM

İn-situ polimerizasyonu yöntemiyle [35], melamin formaldehit (MF) pre-polimeri kullanılarak çekirdekte organik hindistan cevizi yağı içeren MF duvarlı mikrokapsüller (mikroFDM) sentezlenmiştir. Yöntem, melamin ve formaldehit pre-polimerinin hazırlanması, suda yağ emülsyonunun hazırlanması ve iki çözeltinin karıştırılmasıyla mikrokapsül polimer sentezini içermektedir. Pre-polimer çözeltisi için, 4 g melamin ve 20 mL formaldehit, 20 mL distile su içinde 70 °C'de manyetik karıştırıcı ile 750 rpm hızında karıştırılmıştır. Çözelti pH'ı damla halinde trietanolamin ilavesiyle 8.5-9'a ayarlanmıştır. Çözelti berrak hale gelince 1 g melamin ve 10 mL distile su ilave edilmiş ve çözülmesi sağlanmıştır. Emülsiyon çözeltisi 20 g organik hindistan cevizi yağını 150 mL distile suda 50 °C'de Yellow Line OST Basic mekanik karıştırıcısı ile 1500 rpm hızında 2 saat karıştırılmasıyla elde edilmiştir. Çözeltiye emülgatör olarak 7.5 g SDS ve

çapraz bağlayıcı olarak 1 g resorsinol ilave edilmiştir. Asetik asit ilavesiyle emülsiyon pH'ı 3.5-4'e ayarlanmıştır. Resorsinol ilavesi sonrası çözeltide açık pembe renk oluşumu gözlenmiştir. Bu renk elde edilen mikrokapsülün de rengine tesir etmiştir. Kapsülasyon reaksiyonu için, pre-polimer çözeltisi damla halinde suda yağ emülsiyonuna ilave edilmiş, çekirdek yapıcı madde olarak 1 g amonyum klorür eklenmiş [35,56], mekanik karıştırıcı ile 600 rpm hızında 60 °C'de 100 dakika karıştırılarak kapsül oluşumu sağlanmıştır. Reaksiyon, çözelti pH'ının 8-8.5'a ayarlanması ile sonlandırılmıştır. Çözelti filtre edilerek mikrokapsüller toplanmış ve %30 etanol sulu çözeltisi ile tekrarlı şekilde yıkılmış, 24 saat süreyle 50 °C'de etüvde kurutulmuştur. Açık pembe renkte mikrokapsüller elde edilmiştir. Mikrokapsülasyon reaksiyonu ve kapsül oluşumu Şekil 3.6'da görülmektedir.



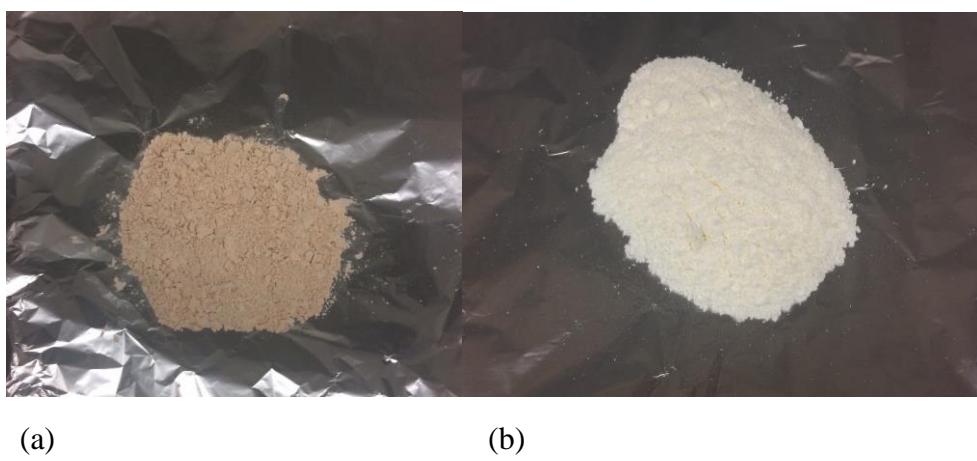
(a)



(b)

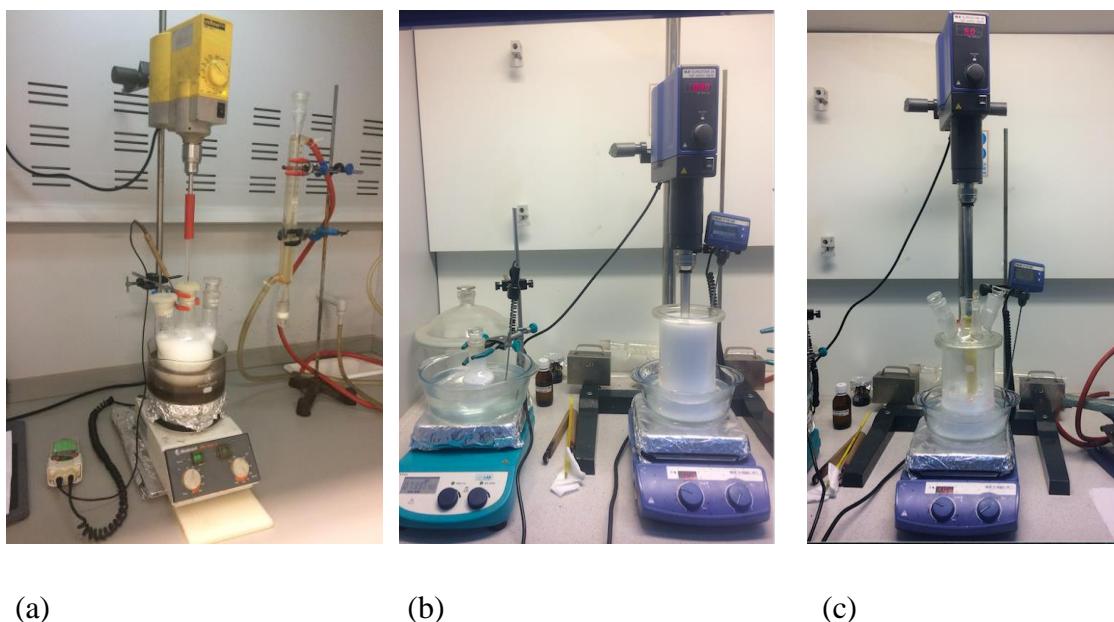
Şekil 3.6. (a) MF mikrokapsülasyon reaksiyonu (b) Kapsül oluşumu [35]

Beyaz renkte mikrokapsüller elde etmek üzere, aynı yöntem, aynı duvar ve çekirdek maddesi ile resorsinol yerine Melateks 700 (metilol içeren hekzametoksi metilolmelamin) çapraz bağlayıcısı kullanılarak mikrokapsülasyon yapılmıştır. Beyaz renkte mikrokapsüller elde edilmiştir (Şekil 3.7). Bu bakımından bu yöntemle daha sonra üretilen mikrokapsüllerde Melateks 700 çapraz bağlayıcısı kullanılmıştır.



Şekil 3.7. (a) Resorsinol çapraz bağlayıcısıyla üretilmiş MF/CO mikrokapsülü ve (b) Melateks 700 çapraz bağlayıcısıyla üretilmiş HMF/CO mikrokapsülü

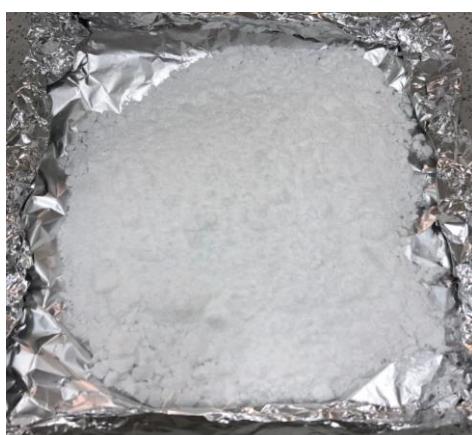
Mikrokapsülasyon reaksiyon düzeneği Şekil 3.8'de verilmiştir.



Şekil 3.8. Reaksiyon Düzeneği (a) Yellow Line OST Basic Karıştırıcı Düzeneği (b), (c) IKA Eurostar 20 High Speed Digital Karıştırıcı Düzeneği

Sonraki çalışmada, çekirdekte %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan kullanımıyla, proseste emülgatör miktarı ve emülsiyon karıştırma hızında değişiklik yapılarak yeni mikrokapsüller üretilmiştir. Emülsiyon fazında, fazla köpürme sebebiyle SDS konsantrasyonu düşürülmüş, yağın daha iyi disperse edilmesi ve daha küçük boyutta kapsül elde edilmesi amacıyla [83] mekanik karıştırıcı hızı 1500 rpm' den 2700 rpm' e çıkarılmıştır. Karıştırma süresi 2 saatten 3 saatte çıkarılmıştır. Hız artırıldığı için daha hızlı karıştırma işlemi yapabilen IKA Eurostar 20 High Speed Digital karıştırıcı kullanılmıştır.

Kapsül çoğaltmak üzere izlenen proses şu şekildedir: Pre-polimer çözeltisi için, 6 g melamin ve 30 mL formaldehit, 30 mL distile su içinde 70 °C'de manyetik karıştırıcı ile 750 rpm hızında karıştırılmıştır. Çözelti pH'sı trietanolamin ilavesiyle 8.5-9'a ayarlanmıştır. Çözelti berrak hale gelince 1 g melamin ve 10 mL distile su ilave edilmiş ve çözülmesi sağlanmıştır. Emülsiyon çözeltisi için 12 g organik hindistan cevizi yağı ile 28 g n-oktadekan 300 mL distile suda 50 °C'de IKA Eurostar 20 High Speed Digital mekanik karıştırıcısı ile 2700 rpm hızında 3 saat karıştırılarak iyi şekilde disperse edilmiştir. Çözeltiye emülgatör olarak 4 g SDS ve çapraz bağlayıcı olarak 1.5 g Melateks 700 ilave edilmiştir. Asetik asit ilavesiyle emülsiyon pH'sı 4.0'e ayarlanmıştır. Pre-polimer çözeltisi damla halinde emülsiyon fazına ilave edilmiş, sonrasında çekirdek yapıcı madde olarak 1 g amonyum klorür eklenmiş ve mekanik karıştırıcı ile 600 rpm hızında 60 °C'de 100 dakika karıştırılarak kapsül oluşumu sağlanmıştır. Reaksiyon, çözelti pH'sının 8-8.5'a ayarlanması ile sonlandırılmıştır. Çözelti filtre edilerek mikrokapsüller toplanmış ve %30 etanol çözeltisi ile tekrarlı şekilde yıkanmış, 24 saat süreyle 50 °C'de etüvde kurutulmuştur. Üretilen HMF/CO-OK mikrokapsülü Şekil 3.9'da verilmiştir.

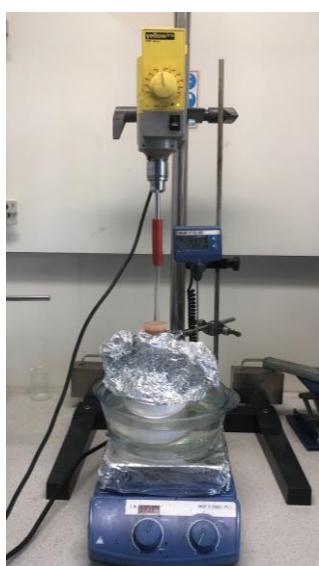


Şekil 3.9. HMF/CO-OK Mikrokapsülü

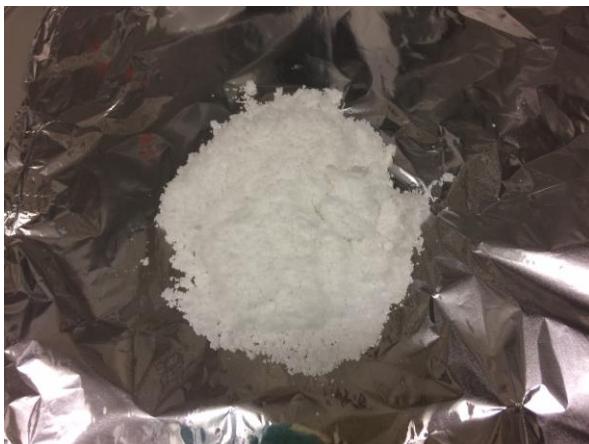
3.2.1.2. Süspansiyon Polimerizasyonu: PMMA ve PHEMA Duvarlı mikroFDM

Bu yöntem ile çekirdekte %100 organik hindistan cevizi yağı, kapsül duvarında MMA ve HEMA monomerleri kullanılarak mikrokapsüller sentezlenmiştir. Mikrokapsülasyon prosesi su fazının hazırlanması, organik fazın hazırlanması ve iki fazın karıştırılarak polimerizasyon reaksiyonunun başlatılmasını içermektedir [44].

3.2 g PVP, 320 mL distile suda, 35 °C'de, manyetik karıştırıcı ile 1000 rpm hızında 15 dakika süreyle karıştırılmış ve çözünmüştür. Reaksiyon balonunda, 69 g MMA monomeri, 34 g organik hindistan cevizi yağı ve reaksiyon başlatıcısı 1.1 g benzoil peroksitten oluşan organik fazı hazırlanmış, çekirdek maddenin erimiş olduğu 35 °C'de mekanik karıştırıcı ile 1000 rpm'de karıştırılarak disperse edilmiştir. Yellow Line OST Basic mekanik karıştırıcısı kullanılmıştır. Organik faza su fazı eklenerek 35 °C'de, 1000 rpm'de 15 dakika süresince iki fazın karışması sağlanmıştır. Sıcaklık 90-95 °C'ye yükseltilerek reaksiyon başlatılmış, sıcaklık bu aralıkta sabit tutulmuştur. Sıcaklık kontrolünün sağlanması önemli olmuştur. Sıcaklık kontrolünü sağlamak üzere 3 boyunlu reaksiyon balonunun çevresi folyo ile kapatılarak sıcaklığın düşmesi önlenmiştir (Şekil 3.10). 600 rpm karıştırma hızında 4.5 saat reaksiyona devam edilmiş, bu süre içinde reaksiyon çözeltisi içinde artan şekilde mikrokapsül oluşumu gözlenmiştir. Mikrokapsüller filtre edilmiş, metanol ile tekrarlı şekilde yıkanmış ve 50 °C'de 24 saat kurutulmuştur. Elde edilen mikrokapsül Şekil 3.11'de verilmiştir.



Şekil 3.10. Süspansiyon Polimerizasyonu Reaksiyon Düzeneği



Şekil 3.11. PMMA/CO Mikrokapsülü

Cekirdekte %100 organik Hindistan cevizi yağı ve kapsül duvarında HEMA monomeri kullanılarak, aynı yöntem, reçete ve şartlar izlenerek polimerizasyon işlemi yapılmıştır. 3 saat sonunda mikrokapsüllerin oluşmaya başladığı ve bu süreden sonra hızlı şekilde polimerleşme olduğu gözlenmiştir. 3.5 saat sonunda, polimer sıvısından örnek alınarak metanol'de çökme olup olmadığı kontrol edilmiş, çökmenin olduğu görüлerek reaksiyon sonlandırılmıştır. Oluşan polimerin, hidrojellerde olduğu gibi, sıvının büyük kısmını çektiği gözlenmiştir. Filtre edilmiş, metanol ile tekrarlı şekilde yıkanmış, 50 °C'de 24 saat etüvde kurutulmuştur. Ayrıca kalan sıvıyı uzaklaştırmak üzere liyofilizatörde 24 saat kurutma sağlanmıştır. Elde edilen mikrokapsülün topak halinde jelimsi bir yapıda olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.12). Bu yapıda olduğu için kumaş uygulamalarında kullanılmamıştır.



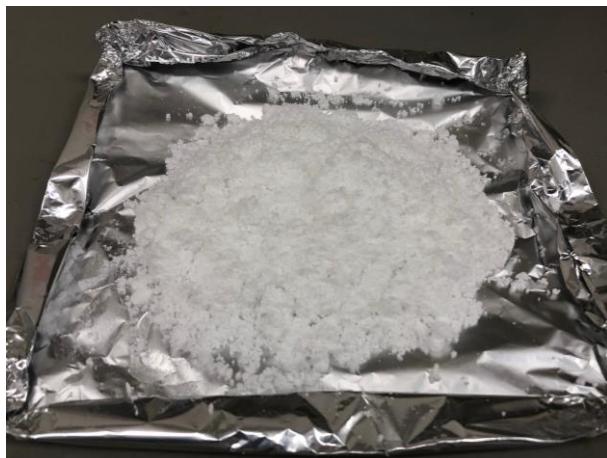
Şekil 3.12. PHEMA/CO Mikrokapsülü

3.2.1.3. Emülsiyon Polimerizasyonu: PGMA Duvarlı mikroFDM

Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile çekirdekte %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan içeren duvarda GMA monomerinin kullanıldığı mikrokapsüller üretilmiştir. Yöntem, çekirdek maddenin emülsiyonu, duvar monomerinin ve kısmi miktarda başlatıcının emülsiyona eklenmesi ve yüksek hızda karıştırılması, sonrasında başlatıcı maddeden tekrar eklenmesi ve sıcaklığın yükseltilmesi ile polimerizasyon reaksiyonunun oluşumunu içermektedir [41]. 100 mL distile su, 6 g organik hindistan cevizi yağı, 14 g n-oktadekan, emülgatör 1 g SDS ilavesiyle, Yellow Line OST Basic mekanik karıştırıcısı ile 40 °C'de 30 dakika 1000 rpm'de karıştırılmıştır. Oluşan emülsiyona 20 g GMA, çapraz bağlayıcı 2 g etilen glikol dimetakrilat ve başlatıcı 0.25 g benzoil peroksit ilave edilerek 40 °C' de 2000 rpm hızında 45 dakika karıştırılmıştır. Sonrasında, 0.30 g benzoil peroksit ilavesi yapılmış, sıcaklık 90 °C'ye yükseltilerek, karıştırma hızı 1000 rpm 'e düşürülerek reaksiyon başlatılmıştır. 1.5 saat sonra mikrokapsüllerin oluşmaya başladığı gözlenmiştir. Reaksiyon 3 saat devam ettirilmiş ve sonlandırılmıştır. Çözelti filtre edilmiş, mikrokapsüller %30 etanol çözeltisi ile tekrarlı şekilde yıkanmış, 50 °C'de 24 saat süreyle etüvde kurutulmuştur. Reaksiyon düzeneği Şekil 3.13'de verilmiştir. Elde edilen mikrokapsüller Şekil 3.14'de görülmektedir.



Şekil 3.13. Emülsiyon Polimerizasyonu Reaksiyon Düzeneği



Şekil 3.14. PGMA/CO-OK Mikrokapsülü

Aynı yöntem, aynı reçete ve proses koşulları uygulanarak, 6 g organik hindistan cevizi yağı, 14 g n-oktadekan çekirdek FDM' ye, FDM'nin ağırlıkça %20'si miktarında (4 g), daha önce sentezlenmiş gümüş nano partikül içeren bir çözeltiden [81] eklenerek mikrokapsülasyon işlemi yapılmıştır. Kapsül duvarında GMA monomeri kullanılmıştır. Çalışmada, gümüş nano partikül ilavesinin antibakteriyel özelliğe etkisi değerlendirilmiştir. Çekirdek maddeye gümüş nano partikül içerikli çözelti ilavesiyle emülsiyonun rengi grileşmiş, mikrokapsülasyon reaksiyonu ilerledikçe ve mikrokapsüller oluşukça çözelti renginin tekrar beyazlaşlığı gözlenmiştir. Elde edilen mikrokapsüller Şekil 3.15'de verilmiştir.



Şekil 3.15. PGMA/CO-OK-Ag Mikrokapsülü

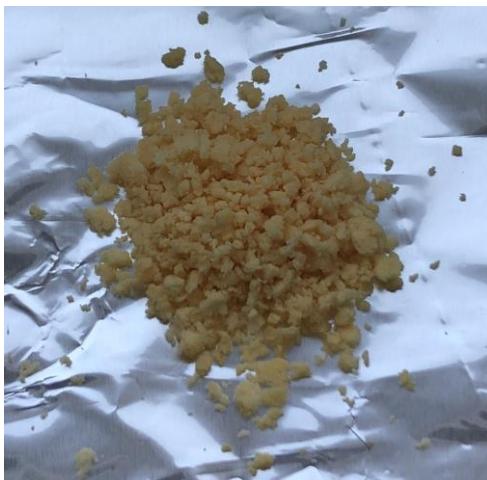
3.2.1.4. Kompleks Koaservasyon: Sodyum Alginat-Jelatin Koaservatı

Kompleks koaservasyon yönteminde, toz jelatin ve sodyum alginat doğal duvar maddeleri ile çekirdekte % 100 organik hindistan cevizi yağı kullanılarak mikrokapsüller üretilmiştir. Yöntem, polimer sulu çözeltisinin hazırlanması, çekirdek maddenin ilave

edilerek emülsiyonu, sonrasında tuzun ilave edilmesi ile oluşan emülsiyonun uygun pH ve sıcaklıkta karıştırılmasıyla koaservatın oluşumunu içermektedir [31,91]. Son adımda çapraz bağlama işlemi yapılmıştır. 5 g toz jelatin, 150 mL distile suda 60°C'de 2000 rpm hızında 15 dakika karıştırılarak çözülmüştür. Yellow Line OST Basic mekanik karıştırıcı kullanılmıştır. 10 mL içinde çözünmüş 0.5 g SDS sulu polimer çözeltisine damla damla ilave edilmiş ve sonrasında 10 g organik hindistan cevizi yağı eklenmiştir. 60 °C'de 2000 rpm hızında 20 dakika karıştırılmıştır. Diğer tarafta sodyum alginat çözeltisi hazırlanmış; bunun için 1.5 g sodyum alginat 40 mL distile su içinde çözülmüştür. Hazırlanan sodyum alginat çözeltisi, emülsiyon çözeltisine damla damla ilave edilerek 1000 rpm hızında 60°C'de 30 dakika karıştırılarak koaservat oluşumu sağlanmıştır. Bu sürenin sonunda, emülsiyon pH'ı damla halinde asetik asit ilavesiyle 4'e ayarlanmıştır. Emülsiyon 5-10 °C'ye soğutulmak üzere buzlu su banyosu içinde bekletilerek 1000 rpm'de karıştırılmaya devam edilmiştir. Bu sıcaklığa gelince, çapraz bağlama için 4 mL %25 gluteraldehit damla damla eklenmiş ve sıcaklık 60 °C'ye çıkarılarak 2.5 saat 600 rpm'de karıştırılarak reaksiyon sürdürülmüştür. Sonrasında oda sıcaklığına soğutulmuş ve karıştırma işlemi durdurularak reaksiyon sonlandırılmıştır (Şekil 3.16). Filtre edilip %30 etanol sulu çözeltisi ile tekrarlı şekilde yıkamış ve etüvde 50 °C'de 20 saat kurutulmuştur. Elde edilen NaAlg-Gel/CO koaservat mikrokapsülleri Şekil 3.17'de görülmektedir.



Şekil 3.16. Kompleks Koaservasyon Reaksiyonu Düzeneği (a) Reaksiyon Başı (b) Reaksiyon Sonu



Şekil 3.17. NaAlg-Gel/CO Mikrokapsülü

3.2.2. Üretilen Mikrokapsüllerin Kumaş Uygulamaları

Uygulama sürecinde, öncelikle üretilen mikrokapsüllerin DSC, SEM ve FTIR analizleri ile ürün karakterizasyonları yapılmış, kumaş uygulamalarına elverişli mikrokapsüller tespit edilmiştir. Renk, kapsül boyutu, şekli ve gizli ısı depolama kapasitelerine bakılarak değerlendirme yapılmıştır. Buna göre MF, HMF, PMMA, PGMA duvarlı mikrokapsüllerin kumaş uygulamalarının yapılması uygun bulunmuştur. NaAlg-Gel duvarlı mikrokapsülün rengi ve yapısı; PHEMA mikrokapsülün jelimsi yapısı ve ısıl depolamasının yeterli olmaması sebepleriyle kumaşa uygulaması yapılmamıştır.

Üretilen mikrokapsüllerin tekstil kumaş yapısına entegrasyonu için kaplama, emdirme, çekirme ve kompozit uygulamaları üzerinde çalışılmıştır. Her bir uygulama için reçete ve proses koşulları belirlenmiştir. Uygulama sürecinde, uygulamalar sonrasında tükenen mikrokapsüllerin çoğaltma işlemleri yapılmış ve uygulamalara devam edilmiştir.

Uygulama çalışmalarının başında, kumaş uygulama proseslerinde kullanılacak bağlayıcı(binder) ve yardımcı kimyasalları belirlemek üzere, uygulama sonrası tuşe ve yıkama sonrası yüzeyde dayanım özellikleri değerlendirilerek uygun bağlayıcı ve yardımcı kimyasalları tespit edilmiştir. Bunun için farklı marka bağlayıcı ve yardımcı kimyasalları tedarik edilmiş, denim-II kumaşına kaplanmıştır. Kaplama için Archroma firmasına ait Appretan N92100 akrilik bazlı ve Appretan DS703 akrilat bağlayıcıları, Organik Kimya firmasına ait Orgaresin PN 50 su bazlı poliüretan bağlayıcı ve Rudolf Duraner firmasına ait PU 326 sulu alifatik pes-poliüretan bağlayıcı kimyasalları denenmiştir. Bağlayıcı deneyi için uygulanan kaplama reçetesi ve proses koşulları Tablo

3.3'de verilmiştir. Kumaşların yarı kısımları BS EN ISO 105-C06: 2010 test metoduna göre 3 defa yıkamıştır [67]. Mamul ve yıkama sonrası yumuşak tuşe ve bağlayıcının yıkama sonrası yüzeyde belirgin kalmış olması özelliklerini dikkate alınarak kaplama için Orgaresin PN 50 su bazlı anyonik poliüretan bağlayıcı ile aynı firmaya ait olan Antifoam S 6010 silikon bazlı köpük kesici, Orgal M 420 akrilik kıvamlaştırıcı, Orgaprint EMU nonyonik emülgatör yardımcı kimyasallarının kullanımı uygun bulunmuştur.

Tablo 3.3. Bağlayıcı Deneyi Reçete ve Proses Koşulları

Kimyasal Adı	Miktar (g)	Toplam Ağırlıktaki Miktari (%)
Bağlayıcı	50	50
Orgaprint EMU (emülgatör)	1	1
Distile Su	46	46
Orgal M 420 (kıvamlaştırıcı)	3	3
Toplam	100	100

pH: 8-8.5 (%25'lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır)

Viskozite: 28100-31700 cP (Sp6, 10 rpm)

Kaplama hızı: 2 m/dk., Bıçak Yüksekliği: 0.65 sentil

Pasaj Sayısı:3

Kurutma: 110 °C, 5 dk., Fiksaj: 160 °C, 5 dk.

Emdirme ve çekirme uygulamaları için Organik Kimya firmasına ait Orgal HC 77 akrilik polimer bağlayıcısı kullanılmıştır. Bu malzemenin yanında fiksaj işlemi sırasında fiziksel ve kimyasal dayanımı artırmak üzere Orgafix DX New nonyonik, su bazlı çapraz bağlayıcısı kullanılmıştır. Orgal HC 77 bağlayıcısı bazı kaplama uygulamalarında da kullanılmıştır. Reçete ve proses koşulları için, kullanılan kimyasalların teknik bilgi dökümanlarında tavsiye edilen kullanım miktarları ve uygulama koşulları dikkate alınmıştır.

3.2.2.1. Kaplama Yöntemi

Kaplama prosesi temel adımları Şekil 3.18'de verilmiştir. Kaplama prosesi; kaplama patının hazırlanması, viskozite kontrolü, kaplanacak kumaş örnekleri ve makinanın

hazırlanarak kumaşın makinaya yerleştirilmesi, bıçak yüksekliği kontrolü ve ayarı, kaplama işleminin yapılması, kurutma işlemi ve sonrasında termal fiksaj işlemlerini içermektedir.



Şekil 3.18. Kaplama Proses Akışı

Kullanılan kaplama makinası Atac GK 40 RKL Şekil 3.19'da görülmektedir. Aynı makinada kaplama, kurutma ve termal fiksaj işlemleri yapılmıştır. Viskosite ölçümleri Brookfield DV-E Viscometer cihazında, Sp6, 10 rpm şartında yapılmıştır.



Şekil 3.19. Kaplama Makinası

Çekirdeğinde %100 organik hindistan cevizi yağı içeren MF/CO ile PMMA/CO mikrokapsülleri, denim-I ile pamuk gömleklik kumaşlarına kaplama ile uygulanmıştır. Her bir mikrokapsülü içeren iki ayrı kaplama patı Tablo 7'de verilen KR1 reçetesine göre hazırlanmıştır. Çözelti hazırlanırken önce emülgatör distile su içinde manyetik karıştırıcı ile 750 rpm'de 15 dk. karıştırılarak dağıtılmıştır. Sonrasında, bağlayıcı ve mikrokapsül ilave edilmiş ve 15 dk. süreyle aynı hızda karıştırılmıştır. Hazırlanan çözeltilere kıvamlaştırıcı eklenmeden önce toparlanmış mikro partiküller dağıtmak ve homojen bir çözelti elde etmek üzere Bransonic Sonifier 250W ultrasonik transdüseri kullanılarak 20 kHz frekansında 90 saniye boyunca karıştırma işlemi yapılmıştır. Ultrasonik karıştırma

esnasında çözeltinin ısınmasını engellemek için çözelti beheri buzlu su kabı içine yerleştirilmiştir. Karıştırma işlemi sonrasında kıvamlaştırıcı eklenmiş ve %25'lik amonyum hidroksit sulu çözeltisi ile pH 8-8.5'a ayarlanarak kıvam kazandırılmış ve kaplama patları hazırlanmıştır. MF/CO ve PMMA/CO mikrokapsüllerini içeren iki ayrı pat bu yöntem ile hazırlanmış ve denim-I ve pamuk gömleklik kumaşları kaplanmıştır. Kaplama makinasında bıçak yüksekliği 0.65 sentil ayarlanmış ve 3 pasaj uygulanmıştır. 110 °C'de 5 dakika kurutma ve sonrasında 160 °C'de 5 dakika süreyle termal fiksaj işlemleri yapılmıştır. Temel olarak bu yöntemle düzgün kaplama sağlanmış ancak reçetede ağırlıkça % 15.6 miktارında mikrokapsül kullanıldığından katı partiküllerin daha iyi homojenize edilmeye ihtiyacı olduğu görülmüştür. Yıkama dayanımını incelemek üzere, kaplanmış kumaşlara AATCC 61-2013 (Test No.1A) metoduna göre hızlandırılmış yıkama haslığı testi uygulanmıştır [68]. Denim-I kumaşının kaplama sonrası ve yıkama sonrası görüntüleri Şekil 3.20'de verilmiştir.

Tablo 3.4. KR1 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları

Kimyasal Adı	Miktar (g)	Toplam Ağırlıktaki Miktarı (%)
Mikrokapsül	5	15.6
Orgaprint EMU (emülgatör)	1	3.1
Orgaresin PN 50 (bağlayıcı)	15	46.9
Distile Su	10	31.3
Orgal M 420 (kıvamlaştırıcı)	1	3.1
Toplam	32	100

Uygulama Kumaşları: Denim-I, Pamuk Gömleklik

Uygulanan Mikrokapsül: MF/CO, PMMA/CO

pH: 8-8.5 (%25'lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır)

Bıçak Yüksekliği: 0.65 sentil, Kaplama hızı: 2 m/dk., 3 Pasaj

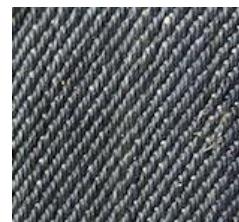
Kurutma: 110 °C, 5 dk., Fiksaj: 160 °C, 5 dk.



(a)



(b)



(c)

Şekil 3.20. Denim-I Kumaşı KR1 MF/CO Uygulaması (a) Kaplama Öncesi (b) Kaplama Sonrası (c) Yıkama Sonrası

Sonraki yapılan kaplamada hazırlanan pat miktarı artırılmış, mikrokapsülün mekanik karıştırıcı ile yüksek hızda karıştırılması yöntemi izlenmiştir. Çekirdeğinde %30 organik hindistan cevizi yağı ve %70 n-oktadekan içeren HMF/CO-OK mikrokapsülü denim-II ve dokusuz tekstil kumaşlarına uygulanmıştır. Uygulanan KR2 kaplama reçetesi ve proses koşulları Tablo 3.5’de verilmiştir. Kaplama çözeltisi, kıvamlaştırıcı ilavesi öncesinde koagüle olmuş mikrokapsülleri dağıtmak ve homojen karışım sağlamak üzere 30 dk. boyunca mekanik karıştırıcı kullanılarak 3000 rpm hızında karıştırılmıştır. Köpük oluşumu gözlenmiştir. Kıvamlaştırıcı ilavesi yapılmış, pH ayarlanmış ve viskozite ölçümü yapılmıştır. Hazırlanan kaplama patı örnek kumaşlara 3 pasaj kaplanmıştır. Denim-II’ ye 110 °C’de 5 dk. kurutma ve 160 °C’de 5 dk. termal fiksaj işlemleri uygulanmıştır. Dokusuz tekstil kumaşı, yüksek sıcaklıkta yapısı bozulduğundan, sadece 110 °C’de 15 dk. kurutulmuştur. Düzgün kaplama yüzeyleri sağlanmıştır.

Tablo 3.5. KR2 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları

Kimyasal Adı	Miktar (g)	Toplam Ağırlıktaki Miktarı (%)
Mikrokapsül	10	15.6
Orgaprint EMU (emülgatör)	2	3.1
Orgaresin PN 50 (bağlayıcı)	30	46.9
Distile Su	20	31.3
Orgal M 420 (kıvamlaştırıcı)	2	3.1
Toplam	64	100

Uygulama Kumaşları: Denim-II ve Dokusuz Tekstil

Uygulanan Mikrokapsül: HMF/ CO-OK

pH: 8-8.5 (%25’lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır); Viskozite: 35200 cP (Sp6, 10 rpm) ; Bıçak Yüksekliği: 0.65 sentil, Kaplama hızı: 2 m/dk., 3 Pasaj

Kurutma: 110 °C, 5 dk., Fiksaj: 160 °C, 5 dk. (Denim-II)

Kurutma: 110 °C, 15 dk. (Dokusuz tekstil)

Kapsül duvarında glisidil metakrilat ve çekirdeğinde %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan içeren PGMA/CO-OK ile Ag nano partikülü katkılı PGMA/CO-OK-Ag mikrokapsülleri için ayrı kaplama patları hazırlanarak, dokusuz tekstil yüzeyine uygulanmıştır. Uygulama reçetesi ve proses koşulları Tablo 3.6'da görülmektedir. Kullanılan mikrokapsülün akrilik bazlı duvar yapısı sebebiyle, reçetede Orgal HC 77 akrilik bağlayıcı kimyasalı kullanılmıştır. Kaplama patının hazırlanmasında mekanik karıştırıcı kullanılmıştır. Köpüğü gidermek için köpük kesici eklenmiştir. Bıçak yüksekliği 0.80 sentil ayarlanmış, kumaş üzerine verilen kaplama miktarının artırılması hedeflenmiştir. Hazırlanan kaplama patları dokusuz tekstil yüzeyine 3 pasaj kaplanmıştır. 110 °C'de 15 dk. kurutma yapılmıştır. Düzgün kaplama yüzeyleri elde edilmiştir. Çekirdeğinde Ag nano partikülü içeren PGMA/CO-OK-Ag mikrokapsülün kumaş uygulamasında ıslık düzenleme dışında antibakteriyel özelliğin kazandırılması düşünülmüş ve denenmiştir.

Tablo 3.6. KR3 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları

Kimyasal Adı	Miktar (g)	Toplam Ağırlıktaki Miktari (%)
Mikrokapsül	4.5	13
Orgaprint EMU (emülgatör)	1	2.9
Antifoam S 6010 (köpük kesici)	0.5	1.5
Orgal HC 77 (bağlayıcı)	16	46.4
Distile Su	10	29
Orgal M 420 (kıvamlasıcı)	2.5	7.2
Toplam	34.5	100

Uygulama Kumaşları: Dokusuz Tekstil

Uygulanan Mikrokapsül: PGMA/CO-OK, PGMA/CO-OK-Ag

pH: 8-8.5 (%25'lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır)

Viskozite: 23000 cP (Sp6, 10 rpm)

Bıçak Yüksekliği: 0.80 sentil, Kaplama hızı: 2 m/dk., 3 Pasaj

Kurutma: 110 °C, 15 dk.

Sonraki kaplama işleminde, denim-II kumaşına HMF/CO-OK mikrokapsülü uygulanmıştır. Uygulama reçetesi ve proses koşulları Tablo 3.7'da verilmiştir. Bu uygulamada, reçetede farklı olarak Orgaresin PN 50 bağlayıcısı yanında yüzeye daha iyi tutunmayı sağlamak üzere tavsiye edilen Orgafix DX New fiksatörü kullanılmıştır. Düzgün kaplama yüzeyi elde edilebilmiştir. Ancak katı partikül mikrokapsüllerin kaplama esnasında bıçak yüzeyine takılabilıldığı gözlenmiştir.

Tablo 3.7. KR4 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları

Kimyasal Adı	Miktar (g)	Toplam Ağırlıktaki Miktari (%)
Mikrokapsül	7.5	12
Orgaprint EMU (emülgatör)	1	1.6
Antifoam S 6010 (köpük kesici)	0.5	0.8
Orgaresin PN 50 (bağlayıcı)	25	40
Orgafix DX New (fiksatör)	2.5	4
Distile Su	21	33.6
Orgal M 420 (kıvamlaştırıcı)	5	8
Toplam	62.5	100

Uygulama Kumaşları: Denim-II

Uygulanan Mikrokapsül: HMF/CO-OK

pH: 8-8.5 (%25'lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır)

Viskozite: 26600 cP (Sp6, 10 rpm)

Bıçak Yüksekliği: 0.80 sentil, Kaplama hızı: 2 m/dk., 3 Pasaj

Kurutma: 110 °C, 5 dk., Fiksaj: 160 °C, 5 dk.

Sonraki çalışmada, mikrokapsülün daha iyi ıslatılması ve dağıtılması için sonraki kaplama uygulamalarında dispersan madde kullanılmıştır. Kullanılacak dispersan kimyasalı için ön çalışma yapılmış, iyi dispersiyon sağladığı görülen aynı zamanda ıslatma ajansı olan Dispersant K 850 kimyasalı kullanılmıştır. Pat hazırlanırken dispersan madde distile su içinde manyetik karıştırıcı ile 20 dk. dağıtılmış, sonra mikrokapsül eklenmiş ve 30 dk. karıştırılmaya devam edilmiştir. Bağlayıcı ve köpük kesici ilave

edilerek 30 dk. daha karıştırılmış, kıvamlaştıracı ilavesiyle pat hazırlanmıştır. Mikrokapsülün pat çözeltisi içinde ıslatılması ve yeterince disperse edilmesi hedeflenmiştir. Bu uygulamayı içeren KR5 reçetesi ve proses koşulları Tablo 3.8'de verilmiştir. Uygulamada, HMF/CO-OK ve PGMA/CO-OK mikrokapsüllerini içeren ayrı patlar hazırlanmış ve denim-II kumaşına kaplanmıştır. Ayrıca gümüş nano partikül katkılı PGMA/CO-OK-Ag mikrokapsülü için de ayrı pat hazırlanmış ve dokusuz tekstil yüzeyine kaplanmıştır. Düzgün kaplama yüzeyleri elde edilmiştir.

Tablo 3.8. KR5 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları

Kimyasal Adı	Miktar (g)	Toplam Ağırlıktaki
		Miktari (%)
Mikrokapsül	8	16.7
Dispersant K 850 (dispergatör)	0.25	0.5
Antifoam S 6010 (köpük kesici)	0.25	0.5
Orgaresin PN 50 (bağlayıcı)	16	33.3
Orgafix DX New (fiksatör)	1.6	3.3
Distile Su	19	39.6
Orgal M 420 (kıvamlaştıracı)	2.9	6
Toplam	48	100

Uygulama Kumaşları: Denim-II, Dokusuz Tekstil, Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil

Uygulanan Mikrokapsül: HMF/CO-OK, PGMA/CO-OK, PGMA/CO-OK-Ag

pH: 8-8.5 (%25'lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır)

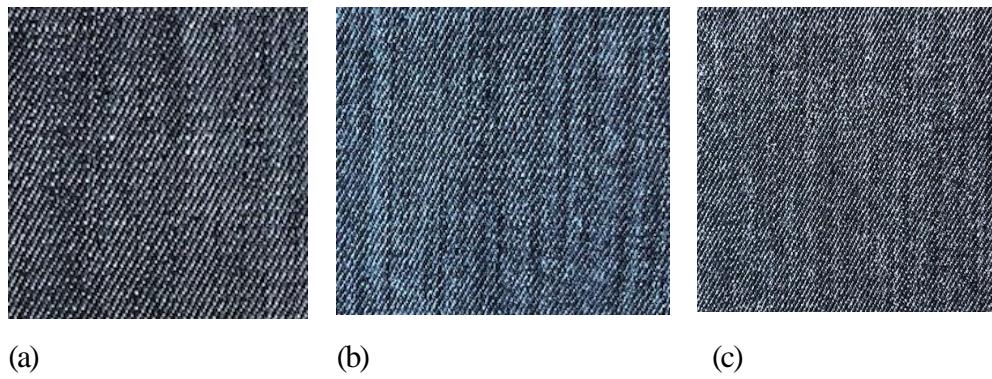
Viskozite: 20200 cP, 22300 cP, 23700 cP (Sp6, 10 rpm)

Bıçak Yüksekliği: 0.80 sentil, Kaplama hızı: 2 m/dk., 3 Pasaj

Kurutma: 110 °C, 5 dk., Fiksaj: 160 °C, 5 dk. (Denim-II)

Kurutma: 110 °C, 15 dk. (Dokusuz Tekstil, Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil)

Denim-II kumaşına uygulanan KR5 kaplamasına ait kumaşlar Şekil 3.21'de görülmektedir. Referans kumaş, mikrokapsül eklenmeden aynı reçete ile kaplanan kumaştır.



(a)

(b)

(c)

Şekil 3.21 Denim-II KR5 Kaplama Uygulaması (a) Referans (b) HMF/CO-OK (c) PGMA/CO-OK

%100 geri kazanılmış PET polyester liflerinden tarak ve iğneleme teknolojisiyle üretilen dokusuz tekstil kumaşına KR5 patı kullanılarak HMF/CO-OK mikroFDM uygulanmıştır. Uygulama öncesi ve sonrası kumaşlar Şekil 3.22'de verilmiştir.



(a)

(b)

Şekil 3.22. Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil (a) Kaplama Öncesi (b) Kaplama Sonrası

Sonraki yapılan çalışmada, PGMA-CO-OK mikrokapsülü Denim-II ve dokusuz tekstil yüzeyine kaplama ile uygulanmıştır. Uygulamada, farklı olarak kaplama patının hazırlanmasında mikrokapsülün ıslatılarak şişmesi ve patın içinde daha iyi dağıtılmaması hedeflenmiştir. Uygulama yöntemi için Mattila'nın (2006) önerdiği [2], Zuckerman ve arkadaşlarının [10] çalışmalarına dayanarak tariflediği kaplama kompozisyonu ve yöntemi baz alınmıştır. Yöntemde, kaplama patı kompozisyonunun polimer bağlayıcı, yüzey aktif madde ve dispersan yardımıyla ıslatılmış mikrokapsüller, köpük kesici ve kıvamlılaştırıcıdanoluştüğü belirtilmektedir. Karışım hazırlanırken önce suya yüzey aktif madde ve dispersan maddenin eklentiği ve karıştırıldığı sonrasında mikrokapsüllerin eklenerek ıslatıldığı, köpük kesicinin oluşan hava kabarcıkları gidermesi için yavaş

eklendiği ve oluşan karışımında mikrokapsüllerin şişmesi için 6-24 saat beklentiği tarif edilmiştir. pH değerinin 8.5 ve üzerine ayarlanması mikrokapsüllerin şişmesine yardımcı olduğu belirtilmiştir. Şişme süresinden sonra bu karışımın yine aynı pH düzeyinde, dispersan ile yüzey aktif madde içeren polimer bağlayıcı içine dahil edilmesi önerilmektedir. Kaplama kompozisyonu için genel olarak 70-300 kısım mikrokapsül ağırlığına karşılık 100 kısım bağlayıcı ve su miktارının nihai kaplama sıvı çözeltisinin %40-%60'ı oranında kullanıldığı belirtilmektedir. Bu yöntem dikkate alınarak hazırlanan kaplama çözeltisinde pH 9'a ayarlanmıştır. Mikrokapsüllerin şişmesi için 20 saat beklenmiştir. Sonrasında polimer bağlayıcı ile birleştirilerek kaplama patı hazırlığı tamamlanmıştır. Uygulanan KR6 reçete ve proses şartı Tablo 3.9'da verilmiştir.

Dokusuz Tekstil ve Denim-II kumaşına uygulanan KR6 kaplamasına ait kumaşlar Şekil 3.23'de görülmektedir. Referans kumaşlar, mikrokapsül eklenmeden aynı reçete ile kaplanan kumaşlardır.

Tablo 3.9. KR6 Kaplama Reçetesi ve Proses Koşulları

Kimyasal Adı	Miktar (g)	Toplam Ağırlıktaki Miktari (%)
Mikrokapsül	7	14.5
Dispersant K 850 (dispergatör)	0.1	0.2
Antifoam S 6010 (köpük kesici)	0.1	0.2
Orgaresin PN 50 (bağlayıcı)	11	22.8
Orgafix DX New (fiksatör)	1	2.1
Distile Su	25	51.9
Orgal M 420 (kivamlaştırıcı)	4	8.3
Toplam	48.2	100

Uygulama Kumaşları: Denim-II, Dokusuz Tekstil

Uygulanan Mikrokapsül: PGMA/CO-OK

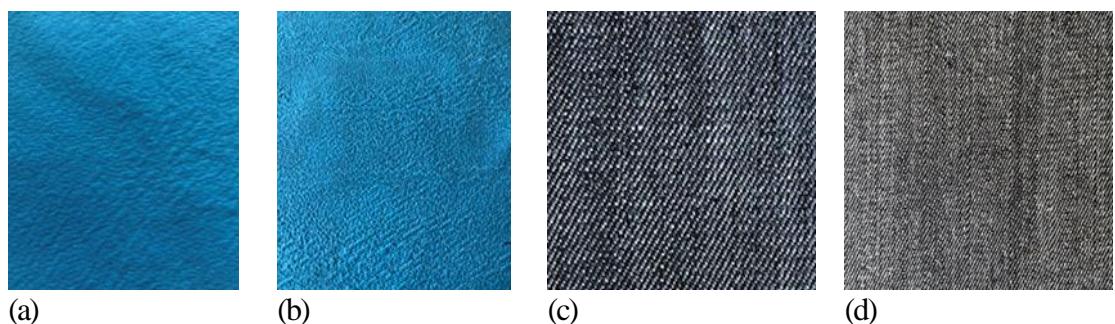
pH: 9 (%25'lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır)

Viskozite: 29000 cP (Sp6, 10 rpm)

Bıçak Yüksekliği: 0.80 sentil, Kaplama hızı: 2 m/dk., 3 Pasaj

Kurutma: 110 °C, 5 dk., Fiksaj: 160 °C, 5 dk. (Denim-II)

Kurutma: 110 °C, 15 dk. (Dokusuz tekstil)



Şekil 3.23. KR6 Kaplama Uygulaması (a) Dokusuz Tekstil Referans (b) Dokusuz Tekstil KR6 ile kaplanmış (c) Denim-II Referans (d) Denim-II KR6 ile kaplanmış

3.2.2.2. Emdirme Yöntemi

Emdirme yöntemi temel adımları Şekil 3.24'de verilmiştir. Proses; örnek kumaşların ve apre çözeltisinin hazırlanması, emdirme işlemi ve sıkma, emdirilen kumaşı kurutma ve termal fiksaj işlemlerini içermektedir.



Şekil 3.24. Emdirme İşlemi Proses Akışı

Emdirme işleminde kullanılan Roaches Padder BVP makinası Şekil 3.25'de görülmektedir.



Şekil 3.25. Emdirme Makinası

Çalışmalara başlamadan önce mikrokapsül içermeyen referans reçete ile denim-I, denim-II ile pamuk gömleklik kumaşları için alınan banyo alımları kontrol edilmiş ve en yüksek banyo alımını sağlamak üzere proses şartları gözden geçirilmiştir. Buna göre emdirme süresi: 3 dk., makina sıkma hızı: 5 m/dk., silindir baskı basıncı: 1 bar proses koşulları uygulanarak en yüksek %70 banyo alımı sağlanmıştır (Formül 1). Emdirme yapılan kumaşlar 110 °C'de 5 dk. kurutulmuş, 160 °C'de 5 dk. termal fiksaj yapılmıştır. Uygulanan emdirme reçeteleri Tablo 3.10'da verilmiş, uygulamalar tespit edilen bu proses koşulları ile yürütülmüştür. Reçeteler bazında banyo alımları hesaplanmış, Tablo 3.11'de verilmiştir.

$\text{Alınan Banyo Miktarı (\%)} = [(\text{İşlem sonrası yaş kumaş ağırlığı} - \text{Kuru kumaş ağırlığı}) / \text{Kuru kumaş ağırlığı}] \times 100$ (Formül 1).

Tablo 3.10. Uygulanan Emdirme Reçeteleri

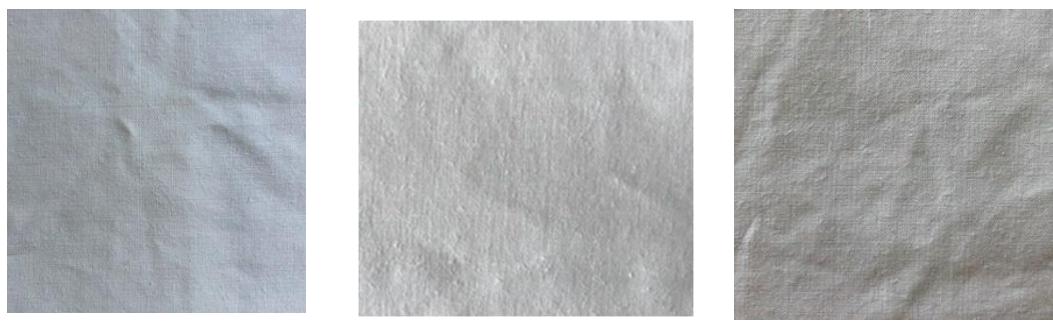
Kimyasal Adı / Reçete Kodu	ER- REF	ER1	ER2	ER3	ER4
Distile Su	173 mL	173 mL	173 mL	167 mL	167 mL
Dispersant K 850 (dispergatör)	3 g/L	3 g/L	3 g/L	3 g/L	3 g/L
Orgal HC 77 (bağlayıcı)	120 g/L	120 g/L	120 g/L	150 g/L	150 g/L
Orgafix DX New (fiksatör)	12 g/L	12 g/L	12 g/L	15 g/L	15 g/L
Mikrokapsül Miktarı	---	40 g/L	40 g/L	50 g/L	30 g/L
Mikrokapsül Adı	---	HMF /CO-OK	PGMA /CO-OK	PGMA /CO-OK	HMF /CO-OK
Banyo (Toplam)	200 mL	200 mL	200 mL	200 mL	200 mL
Banyo pH	6-7	6-7	6-7	6-7	6-7
Sıcaklık (°C)	30	30	30	30	30
Uygulama Kumaşı	Denim-I, Denim-II,	Denim-II, Pamuk	Denim-II, Pamuk	Denim-II, Pamuk	Denim-I, Denim-II, Pamuk gomleklik

Tablo 3.11. Uygulanan Reçetelerde Alınan Banyo Miktarı (%)

Kumaş Adı / Reçete Kodu	ER- REF	ER1	ER2	ER3	ER4
Denim-I	%67	%67
Denim-II	%65	%63	%62	%65	%72
Pamuk Gömleklik	%70	%65	%67	%68	%71

Emdirme işlemlerinde hazırlanan apre çözeltisinde kapsüllerin koagüle olması ve yüzeye çıkması gözlenmiş, homojen bir dispersiyon elde etmede zorluk görülmüştür. Bu bakımdan, çalışmanın başında farklı dispergatörler denenmiş ve en iyi dispersiyonun ıslatma özelliğine sahip anyonik yapıda Dispersant K 850 ile sağlandığı görülmüş ve çalışmalar bu dispersan madde ile sürdürülmüştür. Aynı zamanda farklı karıştırma yöntemleri ve farklı mikrokapsül konsantrasyonları denenmiştir. Dispergatör ve karıştırma teknikleri homojenizasyona olumlu etki etmiştir.

Tüm reçetelerde apre çözeltisi hazırlanırken önce distile su içine dispergatör eklenmiş, manyetik karıştırıcı ile 750 rpm'de 15 dk. karıştırılmıştır. Daha sonra mikrokapsül ilavesi yapılmış ve manyetik karıştırıcı ile aynı hızda karıştırılarak iyi bir karışım sağlanmaya çalışılmıştır. Bağlayıcı ilave edilmiş 750 rpm'de 15 dk. süresince karıştırılmaya devam edilmiş, sonrasında homojen bir karışım elde etmek üzere Bransonic Sonifier 250W ultrasonik transdüzer ile 20 kHz frekansında ER1'de 2 dk., ER2 ve ER3'de 4 dk. sürelerinde karıştırma işlemi yapılmıştır. ER4'de bağlayıcı ilavesinden sonra hazırlanan karışım 30 dk. boyunca 750 rpm'de manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Emdirme uygulamalarına ait kumaş resimleri Şekil 3.26 ve Şekil 3.27'de verilmiştir.

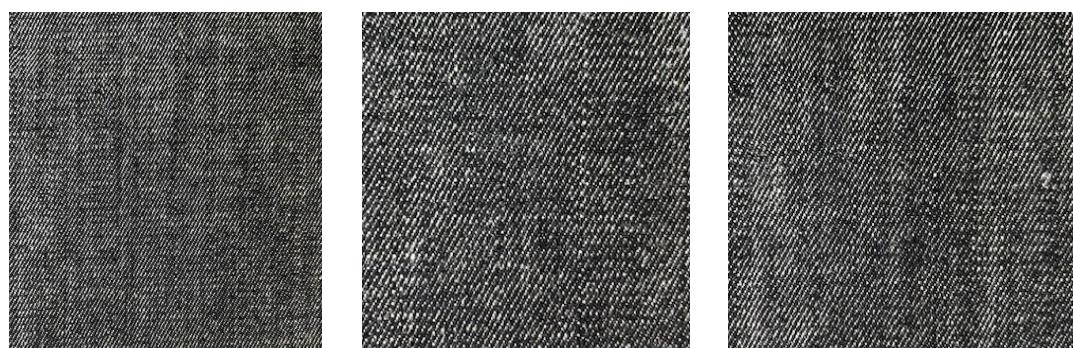


(a)

(b)

(c)

Şekil 3.26. Pamuk Gömleklik Kumaşı (a) Referans apre ile işlem görmüş (b) HMF/CO-OK ile işlem görmüş (c) PGMA/CO-OK ile işlem görmüş



(a)

(b)

(c)

Şekil 3.27. Denim-II Kumaşı (a) Referans apre ile işlem görmüş (b) HMF/CO-OK ile işlem görmüş (c) PGMA/CO-OK ile işlem görmüş

Ayrıca çalışmaların sonuçlarını mukayese etmek üzere, Rudolf Duraner firmasının ıslı düzenleme özelliği kazandıran Ruco-Therm PCM 28 kimyasalı tavsiye edilen 40 g/L ve 200 g/L konsantrasyonlarında emdirme ile uygulanmış ve DSC analizi yapılmıştır.

3.2.2.3. Çektirme Yöntemi

Çektirme işlemi temel adımları Şekil 3.28'de verilmiştir. Proses, örnek kumaşların ve banyo çözeltisinin hazırlanması, çektirme işlemi, kurutma ve termal fiksaj işlemlerini içermektedir.



Şekil 3.28. Çektirme İşlemi Proses Akışı

Çektirme işleminin yapıldığı Roaches HT makinası Şekil 3.29'da verilmiştir. Çektirme reçete ve prosesine yönelik ön çalışma yapılmıştır [86]. Sonrasında reçete optimize edilerek Tablo 3.12'de verilen reçeteler uygulanmıştır. Banyo Oranı Formül 2'ye göre, Elyaf Ağırlığı Üzerinden Madde Miktarı (%) Formül 3'e göre hesaplanmıştır. Çektirme yapılan kumaşların işlem sonrası aldığı Kuru Madde Miktarı (%) Formül 4'e göre hesaplanmıştır. Çektirme deneylerine ait kurutma işlemleri 110 °C'de 5 dk. ve termal fiksaj işlemleri 160 °C'de 5 dk. süreyle yapılmıştır.

Banyo Oranı = Kumaş Ağırlığı (g) / Banyo Miktarı (mL) (*Formül 2*)

Elyaf Ağırlığı Üzerinden Madde Miktarı (%) = (Madde Miktarı / Kumaş Ağırlığı) x 100 (*Formül 3*)

Çektirme ile Kumaşın Aldığı Kuru Madde Miktarı (%) = [(İşlem Sonrası Kuru Ağırlık - İşlem Öncesi Kuru Ağırlık) / İşlem Öncesi Kuru Ağırlık]x100 (*Formül 4*)

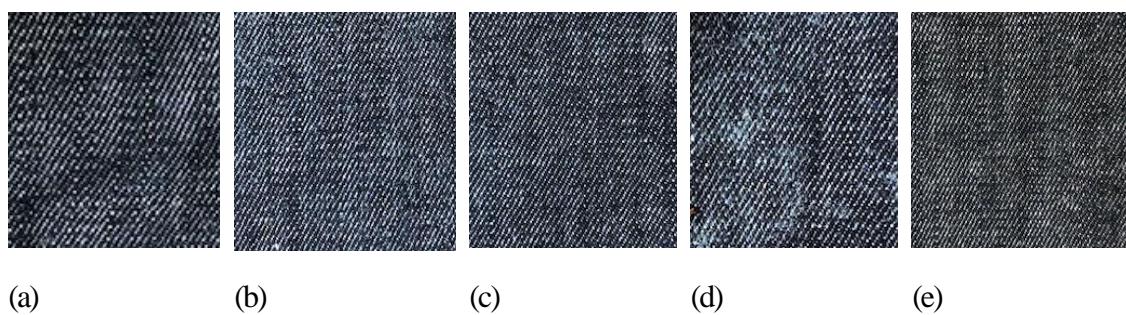


Şekil 3.29. Çektirme Makinası

Tablo 3.12. Uygulanan Çektirme Reçeteleri

Kimyasal Adı / Reçete Kodu	ÇR-REF	ÇR1	ÇR2	ÇR3	ÇR4
Banyo (Toplam)	160 mL	160 mL	160 mL	225 mL	225 mL
Banyo Oranı	1/50	1/50	1/50	1/50	1/50
Dispersant K 850 (dispergatör)	3 g/L	3 g/L	3 g/L	3 g/L	3 g/L
Mikrokapsül (%) (Elyaf ağırlığı üzerinden)	---	%50	%200	%100	%100
Mikrokapsül Adı	---	HMF /CO-OK	HMF /CO-OK	HMF /CO-OK	PGMA /CO-OK
Orgal HC 77 (bağlayıcı) (%) (Elyaf ağırlığı üzerinden)	%50	%50	%200	%100	%100
Orgafix DX New (fiksatör) (%) (Elyaf ağırlığı üzerinden)	%5	%5	%20	%10	%10
Banyo pH	6-7	6-7	6-7	6-7	6-7
Sıcaklık (°C)	60	60	60	60	60
Süre (dk.)	60	60	60	60	60
Uygulama Kumaşı	Denim-II	Denim-II	Denim-II	Denim-II	Denim-II
Çektirme ile Alınan Kuru Madde (%)	%1.5	%2.2	%5.4	%2.3	%2.7

Çektirme işlemi uygulanan kumaşlara ait görüntüler Şekil 3.30'da verilmiştir.



Şekil 3.30. Denim-II Kumaşı Çektirme Uygulamaları a) Referans Reçete b) ÇR1 (%50)
c) ÇR3 (%100) d) ÇR2 (%200) e) ÇR4 (%100)

Elyaf ağırlığı üzerinden mikrokapsül oranı %50 ve %100' lük çekirme uygulamalarında düzgün yüzeyler elde edilmiş, %200'lük uygulamada yüzeyde düzgünsüz alım gözlenmiştir.

3.2.2.4. Kompozit Uygulamaları

Çekirdeğinde %100 organik hindistan cevizi yağı içeren HMF/CO mikrokapsülü, çift kat lamine edilmiş dokusuz tekstil kumaşının, gözenekli ve hidrofilik yapıdaki %100 polipropilen dokusuz yüzeyine farklı miktarda bıçak kaplama ile kaplanmıştır. Kaplama yapılan yüzey, kumaşın iki katı arasına dahil edilerek Hürsan Pres makinasında (Şekil 3.31) 4 dk. süreyle 140 °C'de sıcaklık ve 12 g/cm² basınç uygulanarak kompozit yapılmıştır. Sandviç tekniğiyle uygulanan bu işlemle daha fazla mikrokapsüllenmiş FDM'yi kumaşa uygulama imkânı olmuştur.



Şekil 3.31. Hürsan Pres Makinası

Dokusuz tekstil yüzeyine uygulanan kaplama reçeteleri Tablo 3.13'de verilmiştir. Kaplama patları 1:5 ve 1.5:5 (Mikrokapsül ağırlığı: Mikrokapsül hariç patın ağırlığı) oranlarında hazırlanmıştır. Kaplama işlemi Atac GK 40 RKL makinasında, 2 m/dk. hızında 4 pasaj uygulanmıştır. Kaplama sonrasında 110 °C'de 15 dk. kurutma işlemi yapılmıştır. Kaplanmış dokusuz yüzey katı, dokusuz tekstil kumaşına ait 2 kat içine yerleştirilmiş ve 3 kat halinde sıcaklık ve pres uygulamasıyla birleştirilmiştir. Kaplanmış kompozit kumaşa KR7 ve KR8 reçeteleri için ağırlıkça kaplanan miktar % (add-on %)

%46 ve %55 (*Formül 5*), kompozit kumaştaki ağırlıkça mikrokapsül miktarı ise %7.7 ve %12.7 olarak hesaplanmıştır (*Formül 6*).

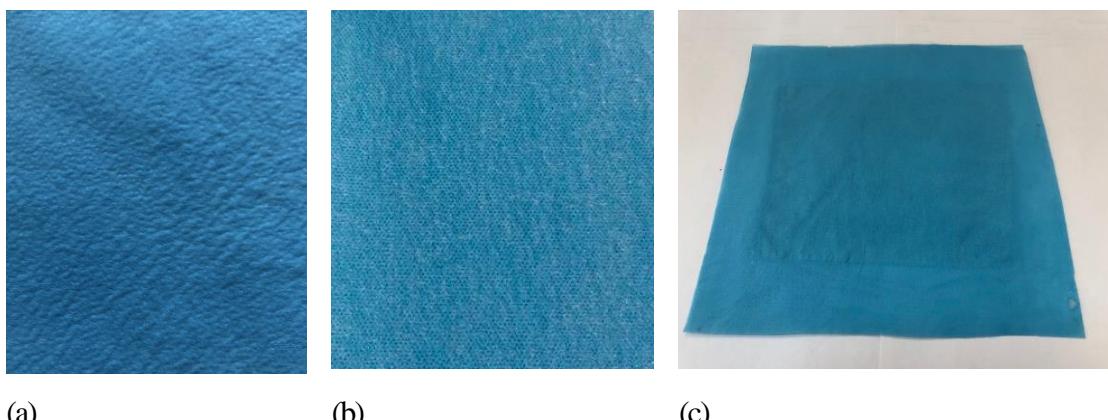
Ağırlıkça Kaplanan Miktar (%) (add-on %) = [(Kompozit Kumaş Ağırlığı – Kaplama Öncesi 3 kat Kumaş Ağırlığı) / Kaplama Öncesi 3 kat Kumaş Ağırlığı] x 100 (*Formül 5*)
Ağırlıkça Mikrokapsül Miktarı (%) = Ağırlıkça Kaplanan Miktar (%) x Reçetedeki Mikrokapsül Miktarı (%) (*Formül 6*)

Tablo 3.13. KR7-KR8 Kaplama Reçetesi

Kimyasal Adı	Miktar (g)	
	KR7	KR8
HMF/CO mikroFDM	10	15
Orgaprint EMU (emülgatör)	0.5	0.5
Orgal HC 77 (bağlayıcı)	30	30
Distile Su	17	17
Orgal M 420 (kivamlaştırıcı)	2.5	2.5
Toplam	60	65

pH:8-9 (%25'lik amonyum hidroksit ile ayarlanmıştır)
Viskozite: 23800 cP (Sp6, 10 rpm) ; Bıçak Yüksekliği: 0.80 sentil
Kaplama hızı: 2 m/dk., 4 Pasaj ; Kurutma: 110 °C, 15 dk.

Şekil 3.32'de kaplama ve kompozit işlemleri öncesi ve sonrası kumaş resimleri verilmiştir.



Şekil 3.32. Dokusuz Tekstil (a) Kaplama Öncesi (b) Kaplama Sonrası (c) Kompozit İşlemi Sonrası

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Karakterizasyon

Çekirdek FDM ve sentezlenen mikrokapsüllerin kimyasal kompozisyonları, Fourier Transform Infrared Spektroskopisi’nde (Perkin Elmer Spectrum 100 FT-IR) 380 cm^{-1} ve 4000 cm^{-1} frekans aralığında analiz edilerek değerlendirilmiştir.

Çekirdek FDM, geliştirilen mikrokapsüller ve mikrokapsül uygulanan kumaşların erime ve kristalizasyon sıcaklık ve entalpileri diferansiyel taramalı kalorimetre (Perkin Elmer Diamond DSC) cihazında ölçülmüş ve analiz edilmiştir. DSC ölçümleri $10\text{ }^{\circ}\text{C/dk.}$ ısıtma veya soğutma hızında, $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığı ile $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığında, 25 mL/dk. akış hızında nitrojen atmosferi altında yürütülmüştür.

Mikrokapsülün FDM içeriğini gösteren enkapsülasyon oranı (%R), enkapsülasyon verimliliği (%E) ve enkapsülasyon ürün verimi (%EY) Formül 7, 8 ve 9'a göre hesaplanmış ve değerlendirilmiştir [33,73,74,75].

$$\%R = (\Delta H_{m,\text{mikroFDM}} / \Delta H_{m,\text{FDM}}) \times 100 \text{ (Formül 7)}$$

$$\%E = [(\Delta H_{m,\text{mikroFDM}} + \Delta H_{c,\text{mikroFDM}}) / (\Delta H_{m,\text{FDM}} + \Delta H_{c,\text{FDM}})] \times 100 \text{ (Formül 8)}$$

$$\%EY = (m_{\text{mikroFDM}}/m_t) \times 100 \text{ (Formül 9)}$$

FDM çekirdek faz değiştiren malzemeyi, mikroFDM mikrokapsullenmiş FDM'yi, ΔH_m erime entalpisini, ΔH_c kristalizasyon entalpisini, m_{mikroFDM} kuru kapsül ağırlığını, m_t duvarda kullanılan polimer bileşenlerin ve çekirdek maddenin toplam ağırlığını temsil etmektedir.

Çekirdek FDM ve kumaşlara uygulanan bir kısım mikrokapsüllerin ısıl kararlılığı Termal Gravimetrik Analizi (Perkin Elmer STA 6000 Simultaneous Thermal Analyzer) ile 20 mL/dk. nitrojen atmosferi altında, $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıklarında, $10\text{ }^{\circ}\text{C/dk.}$ ısıtma hızında belirlenmiştir.

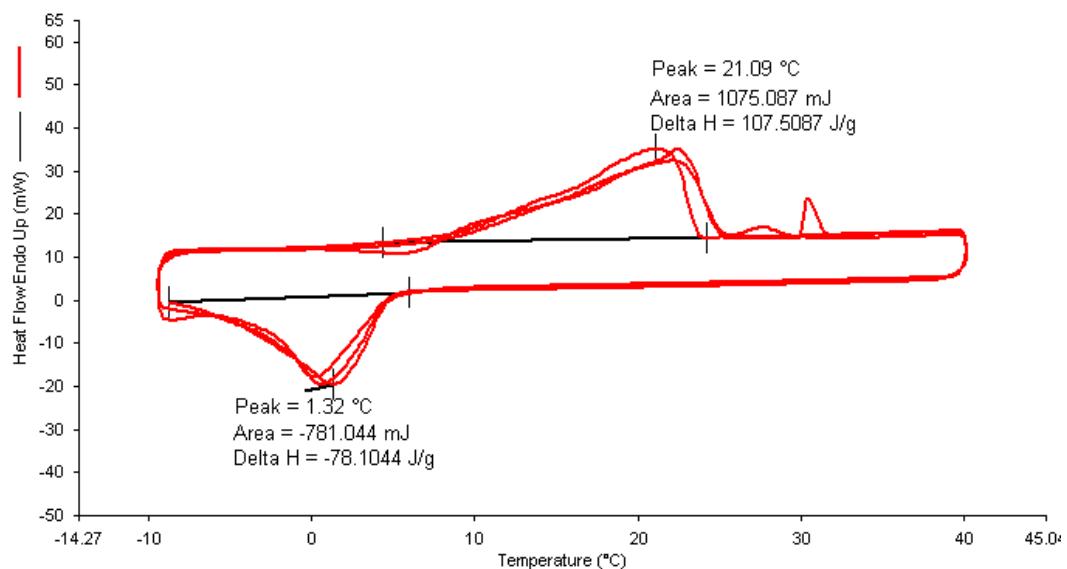
Geliştirilen mikrokapsüllerin ve mikrokapsül uygulanmış kumaşların yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskopu (SEM) (Philips XL 30 ESEM-FEG , Zeiss EVO-MA 10 ile analiz edilmiş ve değerlendirilmiştir.

Mikrokapsül uygulanmış bir kısım kumaşların yıkama sonrası ısısı depolama kapasitesinin dayanımını incelemek üzere, kumaşların ISO 105-C06 (A1S) yöntemine göre yıkama

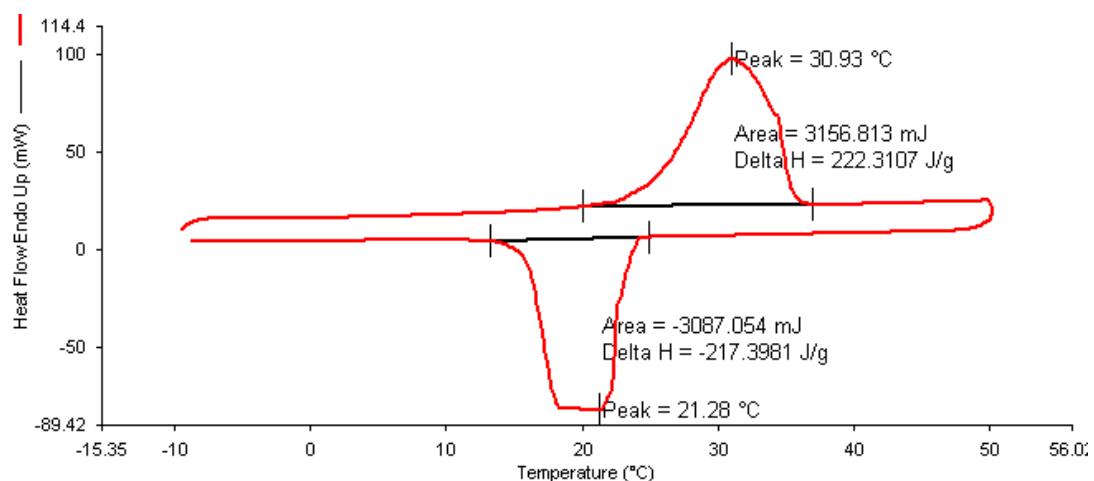
işlemi yapılmıştır [67]. Ayrıca, tekrarlı yıkamalar sonrası dayanımı değerlendirmek üzere, 40 °C'de 5 el yıkaması ile benzeri etki gösteren AATCC Test Metodu 61-2013 (Test No. 1A)'a göre yıkamalar yapılmıştır [68]. Kumaşların, yıkama öncesi ve yıkama sonrası gizli ısı entalpileri DSC ile analiz edilmiştir. Kumaş ve kaplama kalınlığı ölçümlünde Cloth Thickness Tester (R&B, James H. Heal & Co. Ltd.) cihazı kullanılmıştır. Kumaş yırtılma mukavemeti testleri ASTM D1424-96 yöntemine göre SDL Atlas Digital Elmendorf cihazında, hava geçirgenliği testleri TS 391 EN ISO 9237 yöntemine göre SDL Atlas cihazında yapılmıştır. Kumaş termal kamera ölçümlerinde Testo 885 Thermal Imager cihazı kullanılmıştır.

4.2. Kullanılan Çekirdek Faz Değiştiren Malzemelerin DSC Analizleri

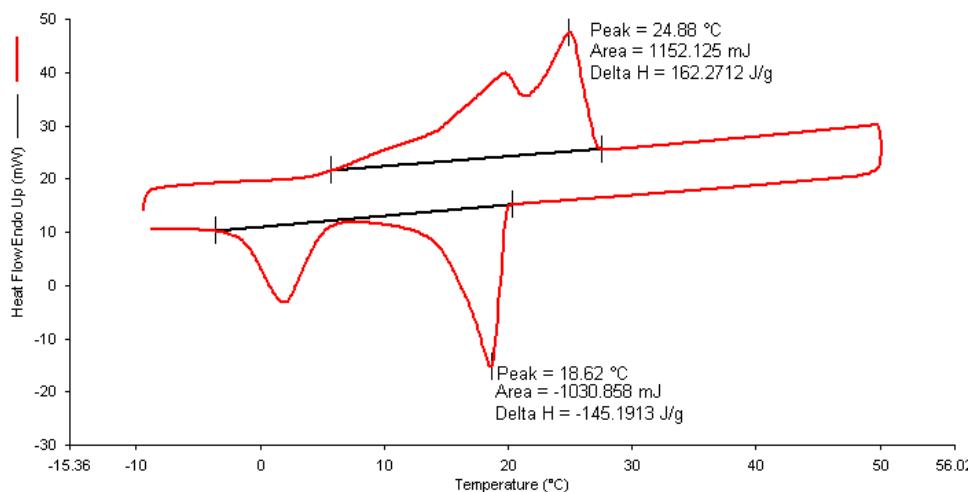
Mikrokapsülasyon öncesi, kullanılacak çekirdek FDM için DSC analizleri yapılmıştır. Çekirdek FDM için %100 organik hindistan cevizi yağı kullanılmış, aynı zamanda organik hindistan cevizi yağı ile n-oktadekan karışımı kullanılmıştır. Isıl depolama miktarını yükseltmek, erime sıcaklık değerini vücut konfor sıcaklığına [89,90] yakın 28-30 °C aralığına getirmek ve bu ikili karışımın mikrokapsüllenerek tekstilde kullanımını araştırmak üzere bu karışım kullanılmıştır. Aynı zamanda sadece n-oktadekan kullanımına göre karışım, maliyet avantajı da sağlamaktadır. Hindistan cevizi yağı, yaygın kullanılan n-oktadekan'dan daha düşük maliyete sahip bir malzemedir. Erime sıcaklığı ve isıl depolama sonuçları dikkate alınarak %30 organik hindistan cevizi yağı ve %70 n-oktadekan karışımının kullanımı uygun bulunmuştur. %100 organik hindistan cevizi yağı ile karışımlara ait DSC grafikleri Şekil 4.1-4.5'de verilmiştir. Ölçüm sonuçları, Tablo 4.1'de yer almaktadır.



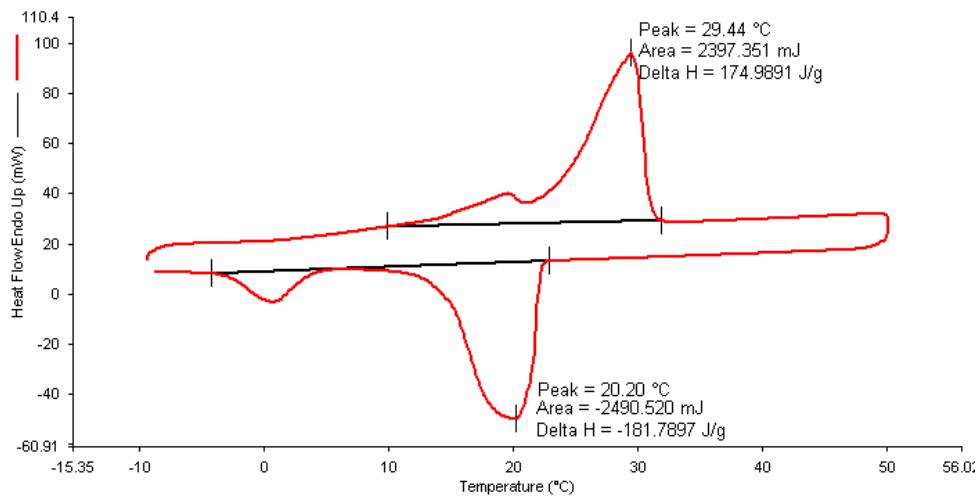
Şekil 4.1. Organik Hindistan Cevizi Yağı DSC Grafiği (3 döngü)



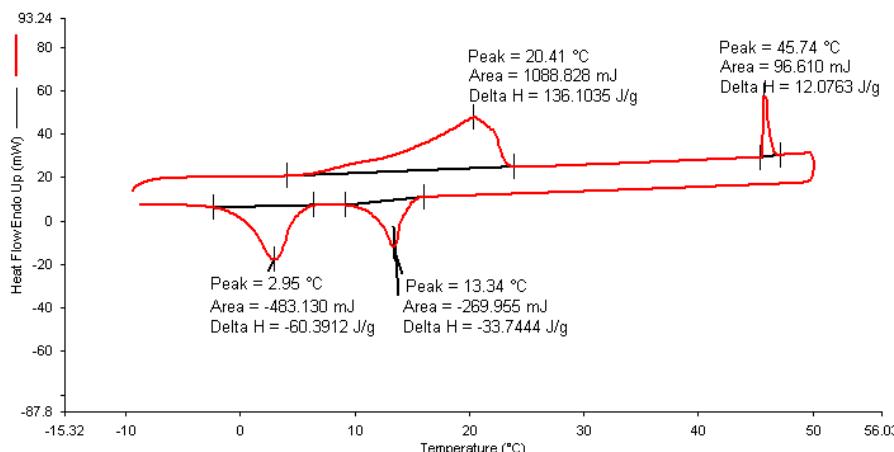
Şekil 4.2. n-Oktadekan DSC Grafiği



Şekil 4.3. %50 Organik Hindistan Cevizi Yağı (CO) %50 n-Oktadekan Karışımı (OK)
DSC Grafiği



Şekil 4.4. %30 Organik Hindistan Cevizi Yağı (CO) %70 n-Oktadekan Karışımı (OK)
DSC Grafiği



Şekil 4.5. %70 Organik Hindistan Cevizi Yağı (CO) %30 n-Oktadekan Karışımı (OK) DSC Grafiği

Tablo 4.1. Çekirdek FDM ve Karışımlarına Ait DSC Ölçüm Sonuçları

Çekirdek FDM	Erime Pik Sıcaklığı (° C)	Erime Entalpisi ΔH _m (J/g)	Kristalizasyon Pik Sıcaklığı (° C)	Kristalizasyon Entalpisi ΔH _c (J/g)
%100 org. hindistan cevizi yağı	21.1	107.5	1.3	-78.1
%100 n-oktadekan	30.9	222.3	21.3	-217.4
%50 org. hindistan cevizi yağı	24.9	162.3	18.6	-145.2
%50 n-oktadekan				
%30 org. hindistan cevizi yağı	29.4	175	20.2	-181.8
%70 n-oktadekan				
%70 org. hindistan cevizi yağı	20.4	136.4	2.95	-94.2
%30 n-oktadekan				

Tekstilde kullanmak için en etkili FDM'ler erime sıcaklığı 15-35 °C arasında olan FDM'lerdir [6]. Hedeflenen sıcaklık aralığında yüksek gizli ısı depolama kapasitesi, yüksek performanslı bir faz değiştiren malzeme için en önemli özelliklerin başında gelmektedir. Organik hindistan cevizi yağı erime pik sıcaklığı 21.1° C olarak bulunmuştur, bu sıcaklık değeri vücut konfor sıcaklığı içindedir. Erime gizli ısı miktarı 107.5 J/g olarak belirlenmiştir; bu değer yüksek bir ısıl depolama değeridir. Bulunan değerler hindistan cevizi yağıının tekstilde kullanım için potansiyel bir doğal kaynak

olduğunu doğrulamaktadır. Organik hindistan cevizi yağı ile n-oktadekan karışımılarına ait DSC ölçümleri değerlendirildiğinde, 28-30 °C aralığını yüksek bir entalpi değeri ile sağlayan %30 organik hindistan cevizi yağı ile %70 n-oktadekan karışımının, 29.4 °C erime pik sıcaklığında 175 J/g erime gizli ısısı depoladığı ve 20.2 °C kristalizasyon pik sıcaklığında 181.8 J/g kristalizasyon gizli ısısı gösterdiği belirlenmiştir. Karışma ait DSC grafiğinde, ısınma ve soğuma süreçlerine ait eğrilerde organik hindistan cevizi yağına ait küçük tepe ve n-oktadekan'a ait büyük tepe oluşumları gözlenmiştir. Karışımın kullanılması ile daha yüksek entalpi değerleri elde edilmiş ve daha geniş bir sıcaklık aralığında çalışan bir malzeme geliştirilmiştir. Bu karışımında, yaklaşık olarak 10 ile 32 °C arasında erime, -4 ile 22 °C arasında kristalizasyon süreçlerinin meydana geldiği görülmüştür.

4.3. Sentezlenen MikroFDM'lerin Ürün Karakterizasyonları

4.3.1. DSC Analizleri ve Kapsülasyon Hesaplamaları

Geliştirilen mikrokapsüllenmiş FDM'lere (mikroFDM) ait DSC analiz sonuçları Tablo 4.2'de, enkapsülasyon oranı ve verimlilik hesaplamaları Tablo 4.3'de verilmiştir. Mikrokapsül DSC grafikleri Şekil 4.6-4.13'de yer almaktadır.

Tablo 4.2. MikroFDM DSC Analiz Sonuçları

MikroFDM Adı (Duvar/Cekirdek)	Erime Pik Sıcaklığı (° C)	Erime Entalpisi ΔH_m (J/g)	Kristalizasyon Pik Sıcaklığı (° C)	Kristalizasyon Entalpisi ΔH_c (J/g)
MF/CO	22.1	81.9	0.3	-17.8
PMMA/CO	21.5	39.1	1.4	-4.9
PHEMA/CO	22.2	14	0.1	-2
HMF/CO	22.8	72.9	0.6	-16
HMF/CO-OK	28.1	111	15.6	-107.7
PGMA/CO-OK	27.9	75.8	18.9	-62.6
PGMA/CO-OK-Ag	28.3	69.7	19.1	-60.7
NaAlg-Gel/ CO	23.9	80.4	1.2	-14.6

Tablo 4.3. MikroFDM Enkapsülasyon Oranı ve Verimlilikleri

MikroFDM Adı (Duvar/Çekirdek)	%R	%E	%EY
MF/CO	76.2	53.7	54.4
PMMA/CO	36.4	23.7	77.6
PHEMA/CO	13	8.6	*
HMF/CO	67.8	47.9	51.9
HMF/CO-OK	63.4	61.3	70.3
PGMA/CO-OK	43.3	38.8	78.3
PGMA/CO-OK-Ag	39.8	36.5	78.2
NaAlg-Gel/ CO	74.8	51.2	38.9

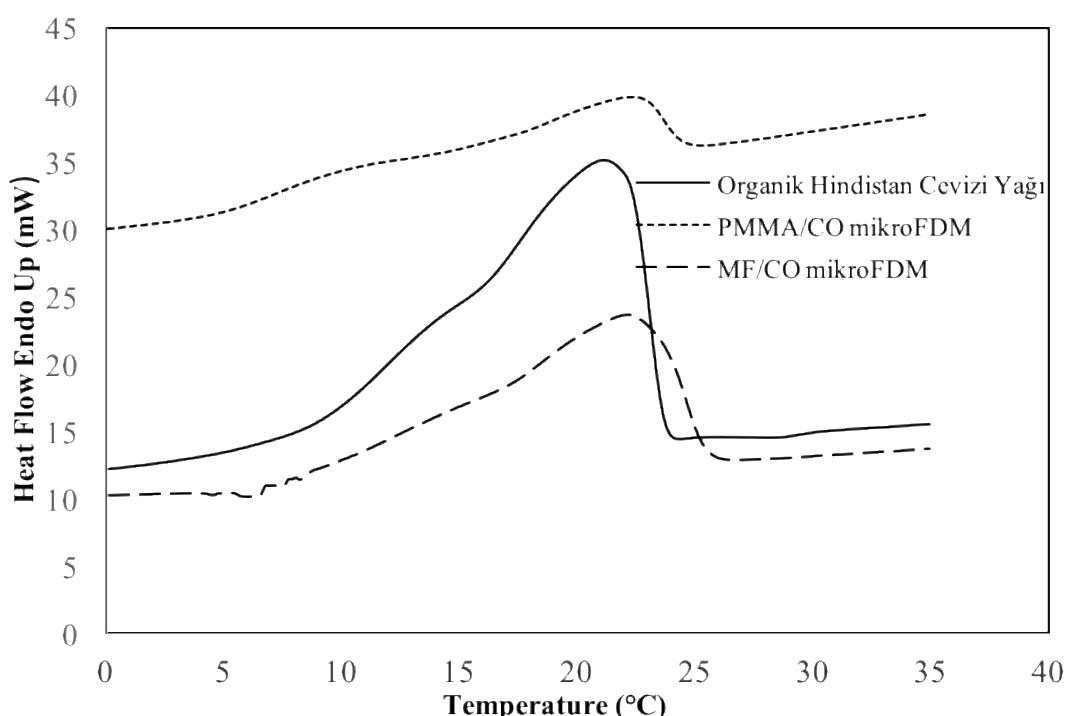
*Hidrojel yapısı ve bünyesine fazla sıvı almış olması sebebiyle enkapsülasyon ürün verimi (%EY) hesaplaması yapılmadı.

DSC ölçüm sonuçları, enkapsülasyon oranı ve verimlilikleri incelendiğinde, en yüksek enkapsülasyon oranının (%R) %76.2-%67.8 ile sırasıyla MF ve HMF duvarlı mikroFDM'lerde ve %74.8 ile NaAlg-Gel koaservasyonunda elde edildiği görülmüştür. PGMA duvarlı kapsülasyonlarda %39.8-43.3 kapsülasyon oranı elde edilmiş, bunun yanı sıra %78.2-78.3 ile en yüksek mikrokapsül ürün veriminin (%EY) sağlandığı gözlenmiştir. PMMA duvarlı mikroFDM'de %36.4 enkapsülasyon oranı (%R) ve %23.7 enkapsülasyon verimliliği (%E) elde edilmiştir; bu değerlerin MF, HMF ve PGMA duvarlı mikroFDM'lere ait değerlere göre düşük olduğu görülmüştür. Üretilen PHEMA/CO mikroFDM'nin enkapsülasyon oranı ve ıslı depolama özelliklerinin yeterli olmadığı belirlenmiş, ileri analizlerine devam edilmemiştir. Enkapsülasyon oranı (%R), çekirdek FDM ile mikroFDM erime entalpilerinin birbirine oranıdır ve çekirdekte bulunan FDM içeriğini göstermektedir [73]. Mikrokapsülüne çekirdek miktarı arttıkça daha yüksek gizli ısı kapasitesi elde edilir [43].

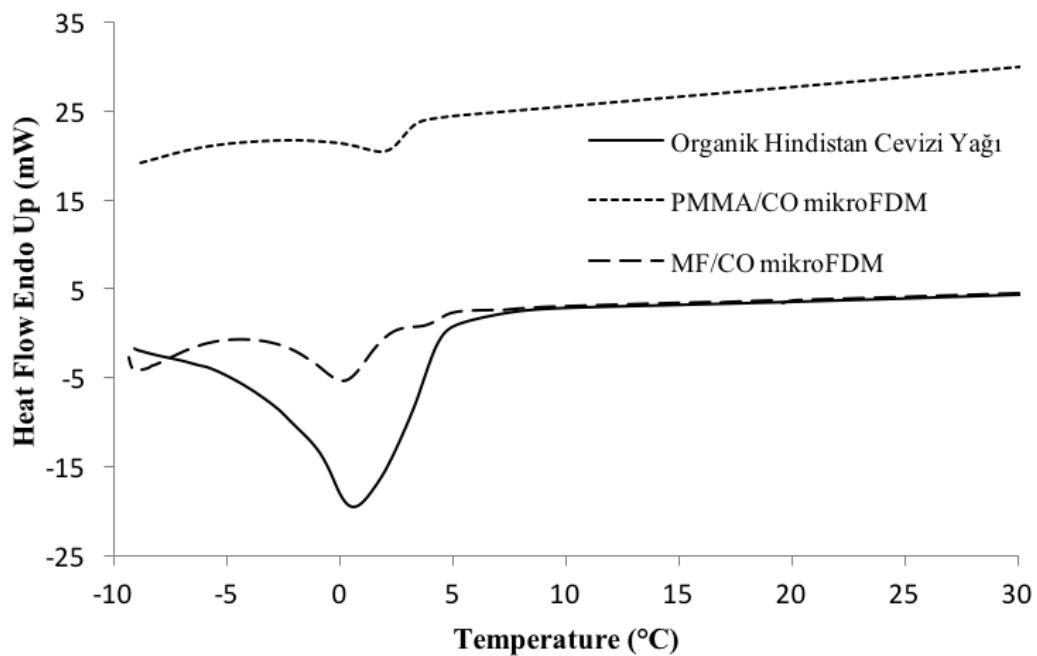
Cekirdekte %100 organik hindistan cevizi yağı kullanılan mikroFDM'lerin 21.5-23.9 °C erime pik sıcaklığında 39.1-80.4 J/g gizli ısı depoladığı ve 0.2-1.4 °C kristalizasyon pik sıcaklığında 4.9-17.8 J/g gizli ısı gösterdiği belirlenmiştir. Bu grup içinde en yüksek entalpi değeri ve ıslı depolama kapasitesi MF/CO mikroFDM ile sağlanmıştır. Genel

olarak, organik hindistan cevizi yağı mikroFDM'lerinin kristalizasyon entalpilerinin düşük olduğu gözlenmiştir.

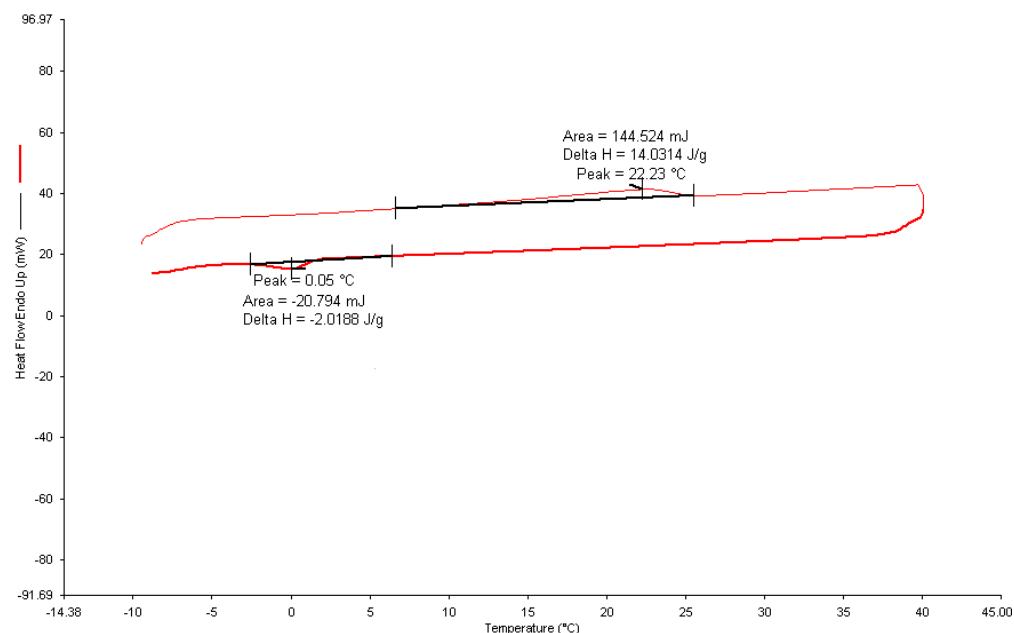
Çekirdekte %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan kullanılan mikroFDM'lerin 27.9-28.3 °C erime pik sıcaklığında 69.7-111 J/g ve 15.6-19.1 °C kristalizasyon pik sıcaklığında 60.7-107.7 J/g entalpi değerlerini sağladığı görülmüştür. HMF/CO-OK mikroFDM ile en yüksek enkapsülasyon oranı ve gizli ısı depolama kapasitesi elde edilmiştir.



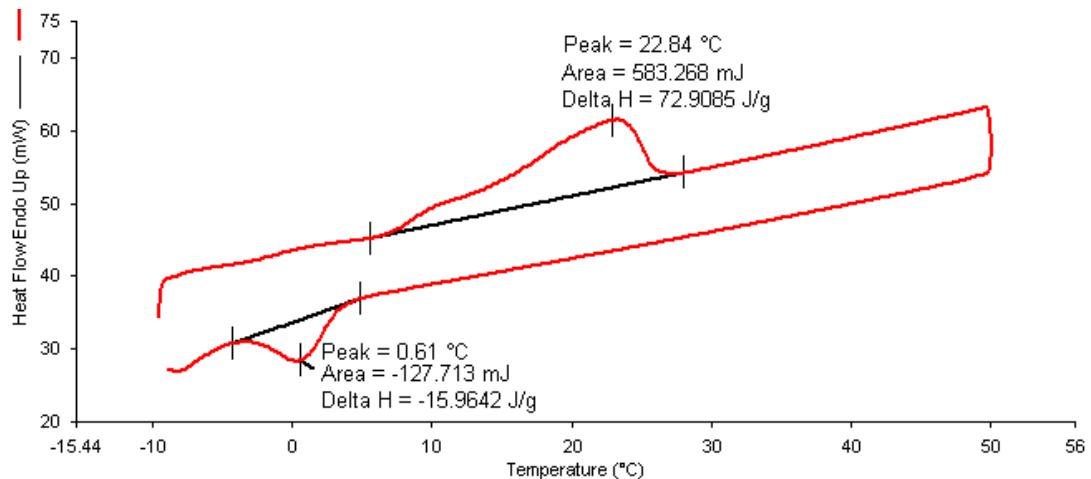
Şekil 4.6. Organik Hindistan Cevizi Yağı, PMMA/CO ve MF/CO mikroFDM' ye ait erime DSC Grafiği



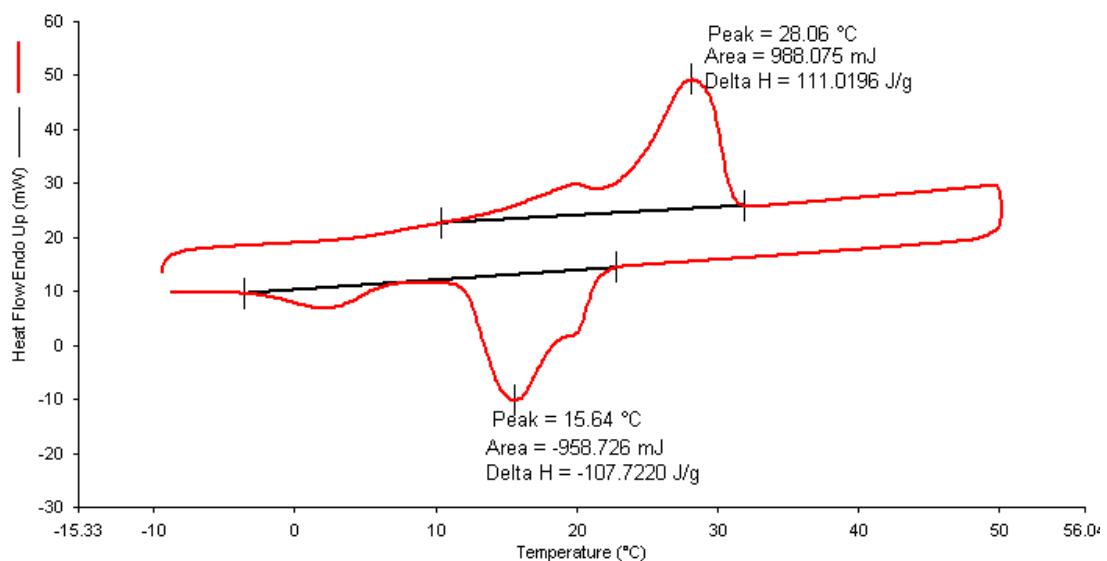
Şekil 4.7. Organik Hindistan Cevizi Yağı, PMMA/CO ve MF/CO mikroFDM' ye ait kristalizasyon DSC Grafiği



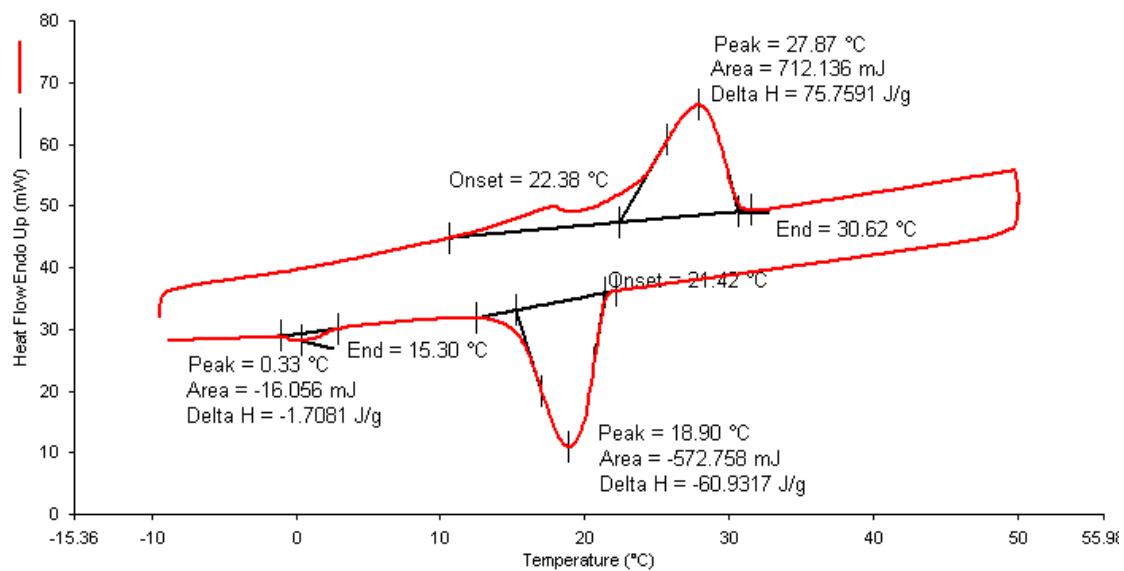
Şekil 4.8. PHEMA/CO mikroFDM' ye ait DSC Grafiği



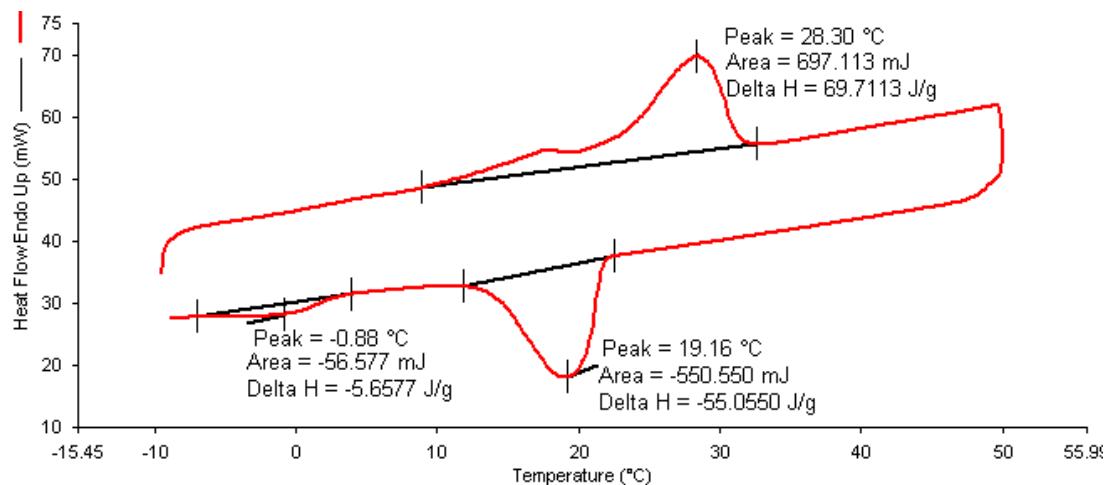
Şekil 4.9. HMF/CO mikroFDM' ye ait DSC Grafiği



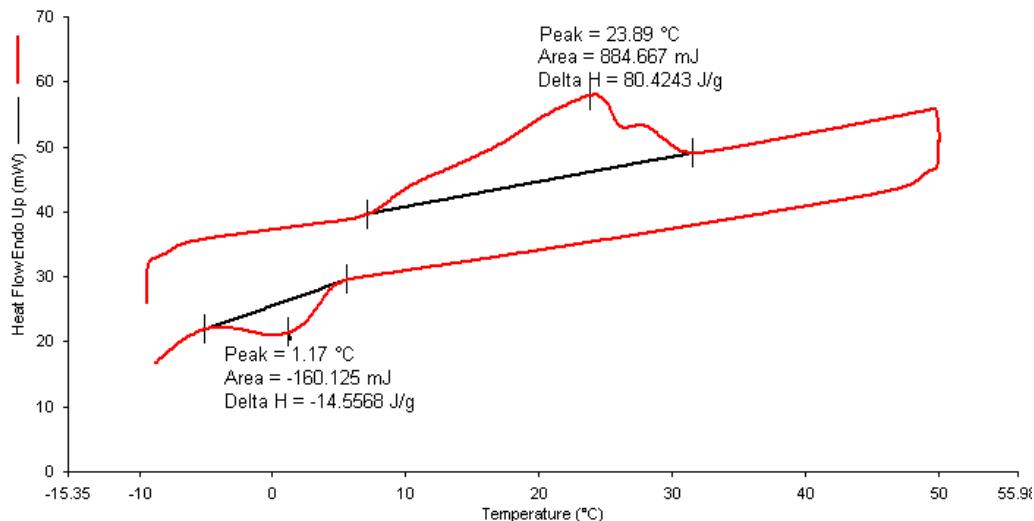
Şekil 4.10. HMF/CO-OK mikroFDM' ye ait DSC Grafiği



Şekil 4.11. PGMA/CO-OK mikroFDM' ye ait DSC Grafiği



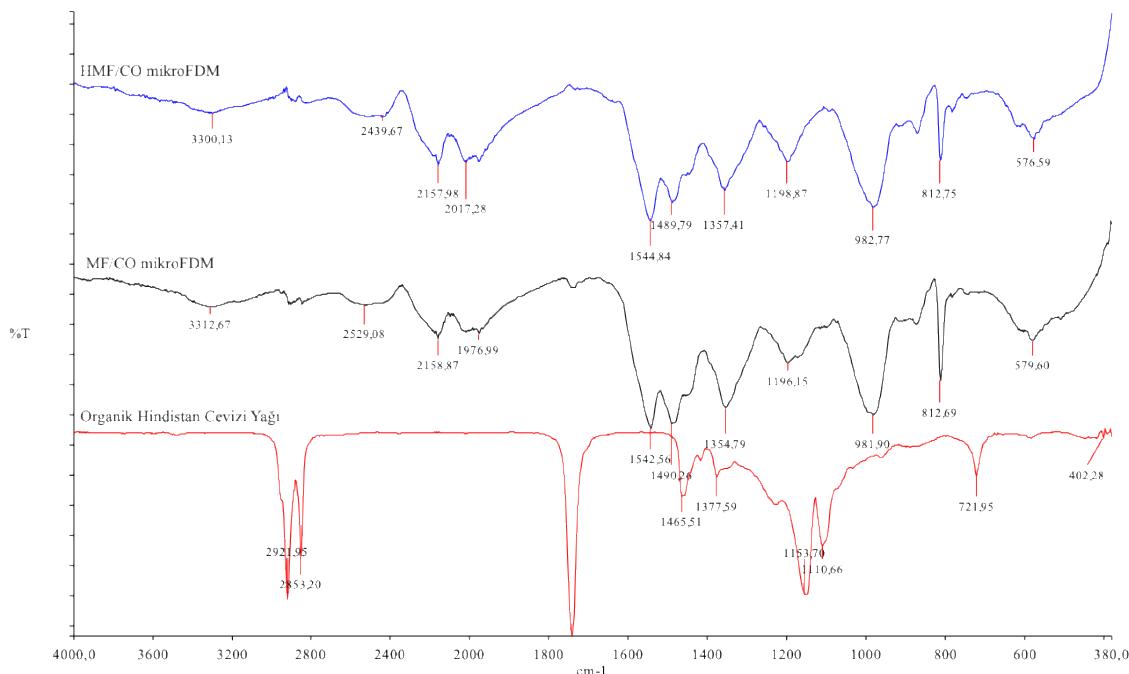
Şekil 4.12. PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM' ye ait DSC Grafiği



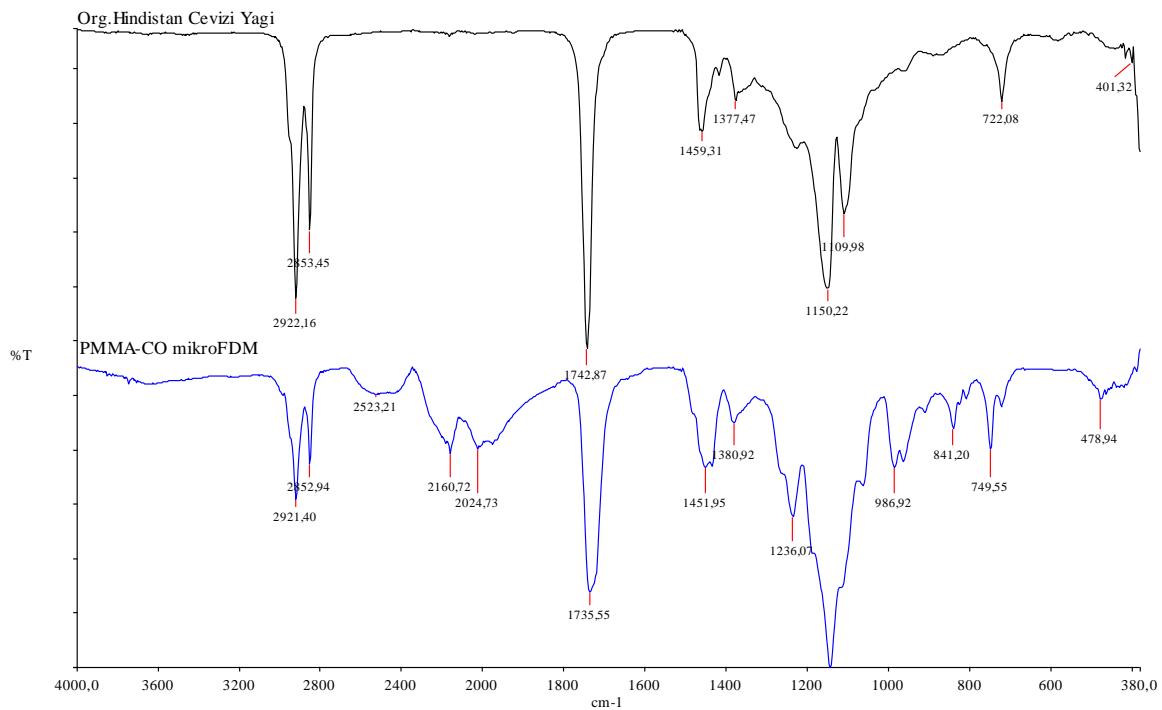
Şekil 4.13. NaAlg-Gel/CO Koaservatına ait DSC Grafiği

4.3.2. FT-IR Analizleri

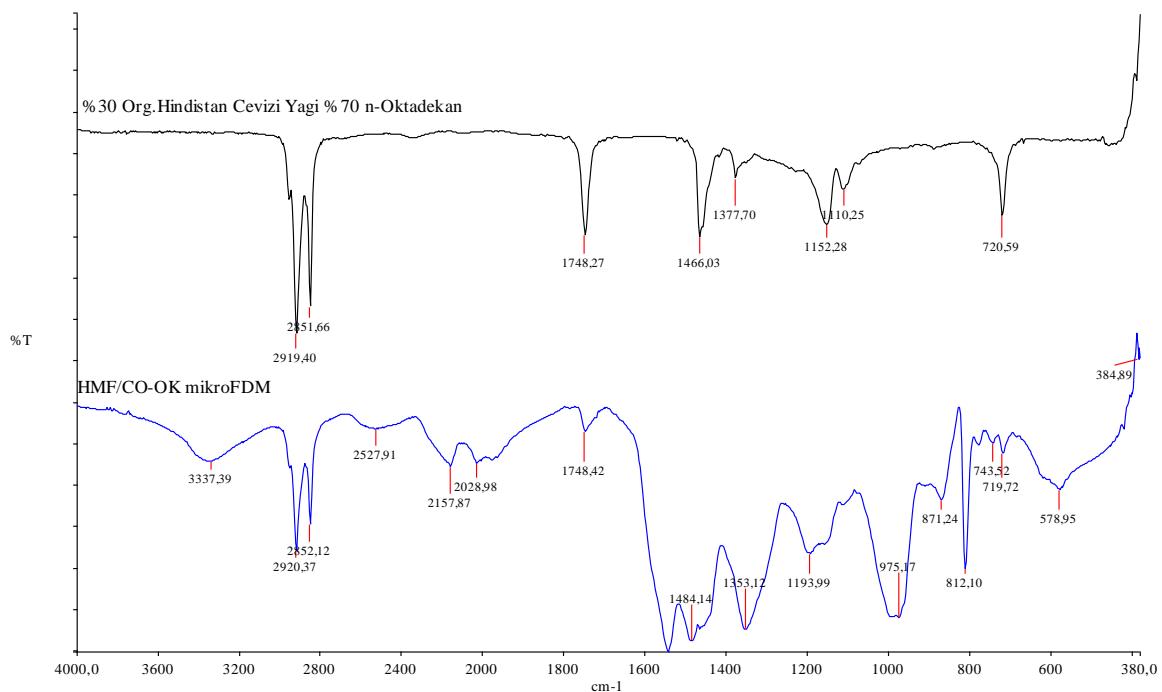
Çekirdek FDM'ler ile birlikte MF/CO, HMF/CO, PMMA/CO, HMF/CO-OK, PGMA/CO-OK, PGMA/CO-OK-Ag ve NaAlg-Gel/CO mikroFDM'lere ait ATR FT-IR ölçümleri yapılmış, FT-IR grafikleri Şekil 4.14-4.18'de verilmiştir.



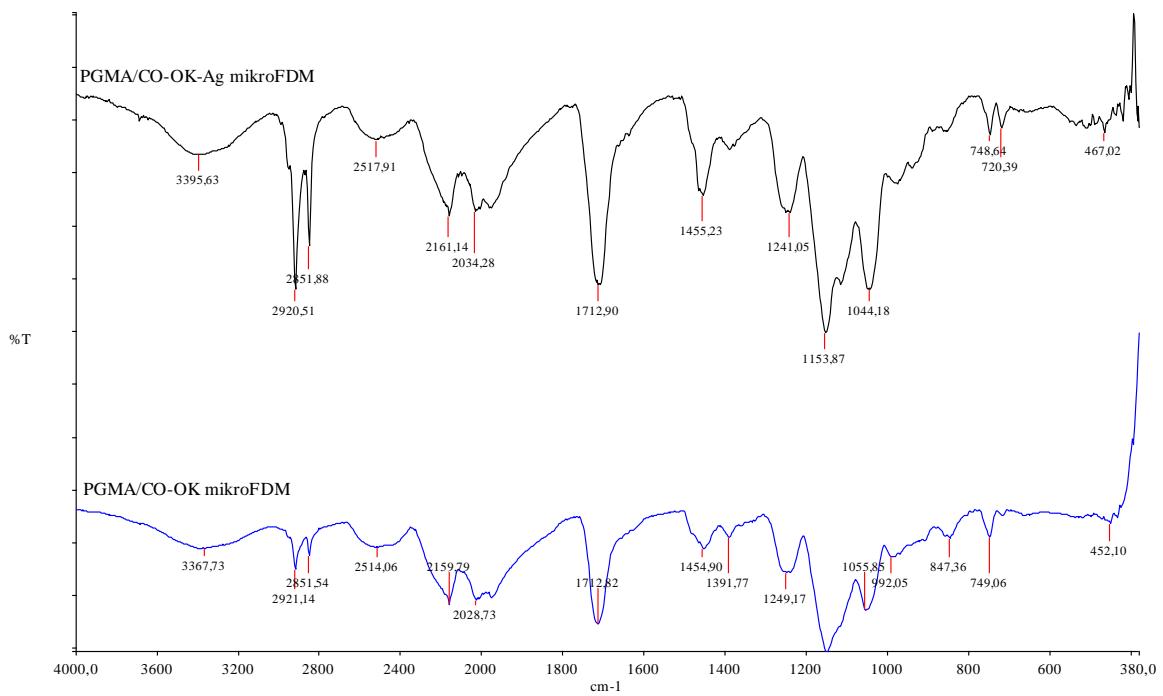
Şekil 4.14. MF/CO mikroFDM, HMF/CO mikroFDM ve Organik Hindistan Cevizi Yağı FT-IR Grafiği



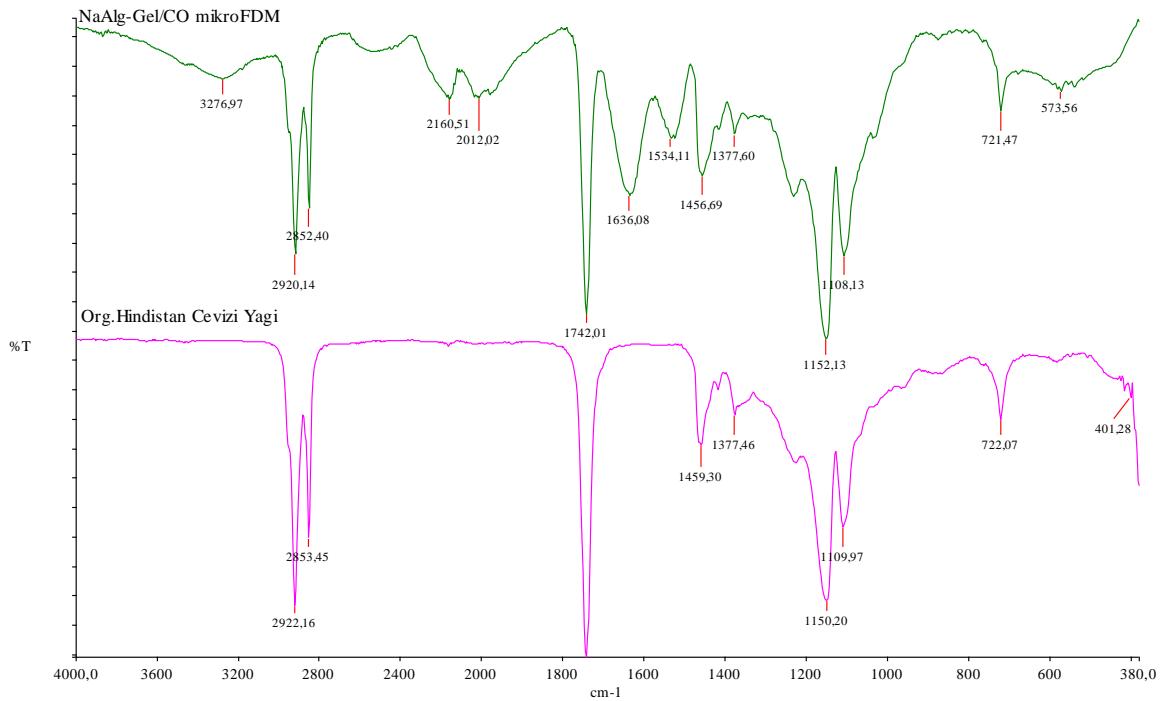
Şekil 4.15. PMMA/CO mikroFDM ve Organik Hindistan Cevizi Yağı FT-IR Grafiği



Şekil 4.16. HMF/CO-OK mikroFDM ve %30 Org. Hindistan Cevizi Yağı %70 n-Oktadekan FT-IR Grafiği



Şekil 4.17. PGMA/CO-OK mikroFDM ve PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM FT-IR Grafiği



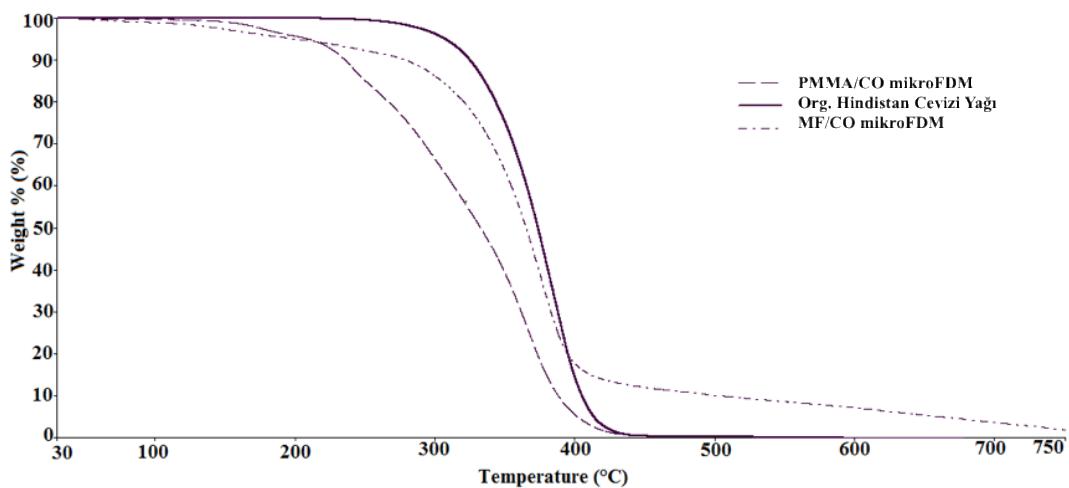
Şekil 4.18. NaAlg-Gel/CO mikroFDM ve Organik Hindistan Cevizi Yağı FT-IR Grafiği

MF ve HMF duvarlı mikroFDM'lerin FT-IR grafiklerinde yaklaşık 3330 cm^{-1} titreşim bandında yer alan pikler, resorsinol ve metilol içerikli melamin reçine ile çapraz

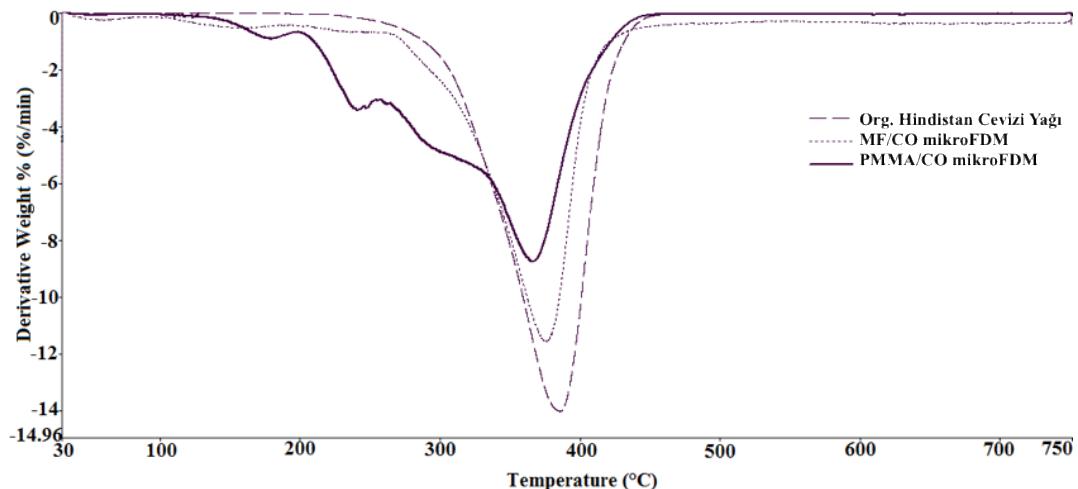
bağlanmış melamin formaldehitte bulunan O-H ve N-H bağları titreşimleridir. 2920 ve 2850 cm^{-1} bandında yer alan pikler C-H bağı titreşimlerine atfedilmiştir. 1545 ve 1490 cm^{-1} pikleri melamin formaldehit duvarlı mikroFDM'lerin C=N ve C-N bağı titreşimleridir. 813 cm^{-1} de yer alan pik noktası triazin halkası titreşimine aittir [35,66]. Yaklaşık 1740 cm^{-1} bandında yer alan kuvvetli pik noktalarının organik hindistan cevizi yağı spektrumunda görülen yağ asidinde bulunan, aynı zamanda metil metakrilat ve melamin formaldehitte bulunan karbonil grub C=O bağı titreşimine atfedilmiştir [87]. PMMA duvarlı mikroFDM FT-IR grafiğinde 1150 cm^{-1} bandında görülen kuvvetli pik metakrilat ve yağ asidinde bulunan C-O-C bağı titreşimidir. PGMA duvarlı mikroFDM'lere ait FT-IR grafiğinde 1713 cm^{-1} bandında yer alan titreşimin glisidil metakrilat molekül yapısında bulunan C=O karbonil grubu titreşimine, 1153 cm^{-1} bandında yer alan kuvvetli pik'in C-O-C bağı titreşimine, yaklaşık $847\text{-}910\text{ cm}^{-1}$ bandında bulunan pik'lerin epoksi grubu gerilim titreşimine ait olduğu değerlendirilmiştir [84-85]. NaAlg-Gel/CO duvarlı mikroFDM grafiğinde yer alan 1534 cm^{-1} ve 1636 cm^{-1} pik'leri COO⁻ bağı titreşimine atfedilmiştir [87,91]. FT-IR ölçüm sonuçları mikrokapsülasyonların başarılı olduğunu doğrulamıştır, literatür ile uyumludur.

4.3.3. Termal Gravimetrik Analizleri (TGA)

Yürüttülen TGA analizlerine ait grafikler Şekil 4.19-4.20'de ve analiz sonuçları Tablo 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.19. Org. Hindistan Cevizi Yağı, MF/CO mikroFDM ve PMMA/CO mikroFDM TGA Grafiği



Şekil 4.20. Org. Hindistan Cevizi Yağı, MF/CO mikroFDM ve PMMA/CO mikroFDM TGA Türev Grafiği

Tablo 4.4. Termal Gravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

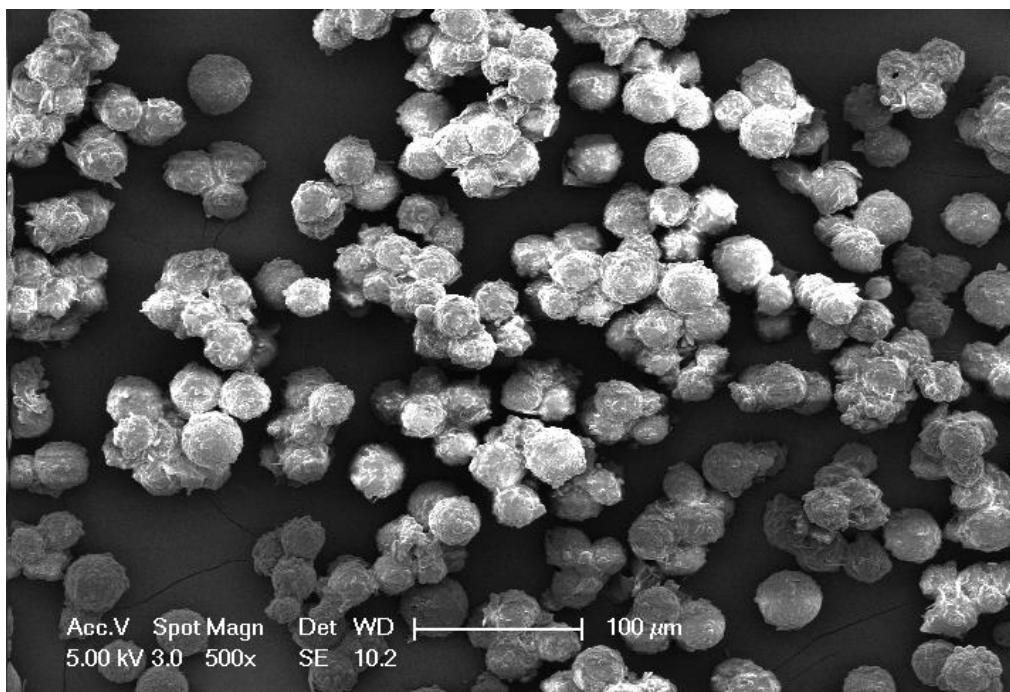
Numune Adı	T _{%5}	T _{%50}	Bozunma	Kül
	(°C)	(°C)	Sıcaklığı (°C)	Miktarı (%)
Org.Hindistan Cevizi Yağı	309	374	339	0.00
MF mikroFDM	209	365	322	1.95
PMMA mikroFDM	213	333	224 , 356	0.07

T_{%5} ve T_{%50}, sırasıyla %5 ve %50 ağırlık kaybı sıcaklıklarıdır.

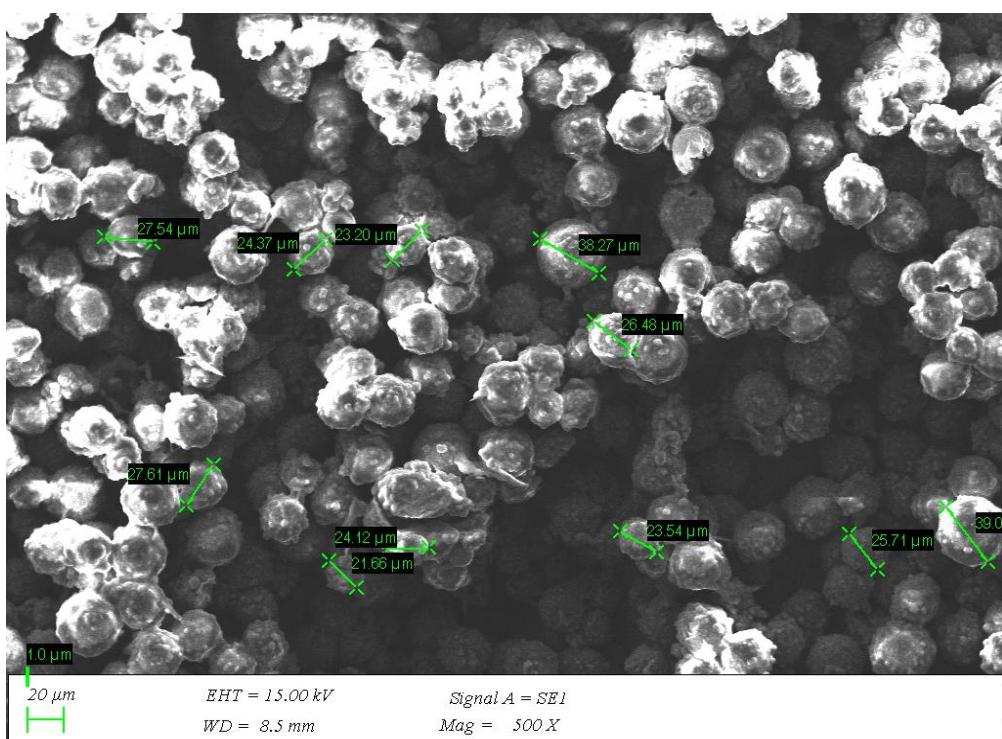
TGA sonuçları incelendiğinde, organik hindistan cevizi yağıının %5 ağırlık kaybının 309 °C'de, MF mikroFDM ile PMMA mikroFDM'nin %5 ağırlık kaybının sırasıyla 209 °C ve 213 °C'de gerçekleştiği görülmüştür. Organik hindistan cevizi yağı 339 °C'de; MF/CO mikroFDM 322 °C'de kimyasal bozunmaya uğrarken, PMMA/CO mikroFDM 224 °C ve 356 °C olmak üzere iki sıcaklıkta kimyasal bozunma göstermiştir. Kül miktarı oranı organik hindistan cevizi yağı, MF mikroFDM ve PMMA mikroFDM için sırasıyla %0, %1.95 ve %0.07 olarak bulunmuştur. Organik hindistan cevizi yağı ve PMMA mikroFDM'nin kül miktarı oranları hidrokarbon bazlı malzemeler olduklarından, neredeyse sıfır bulunmuş, MF mikroFDM'nin kül miktarı oranı ise azot miktarı sebebiyle daha yüksek bulunmuştur.

4.3.4. SEM Analizleri

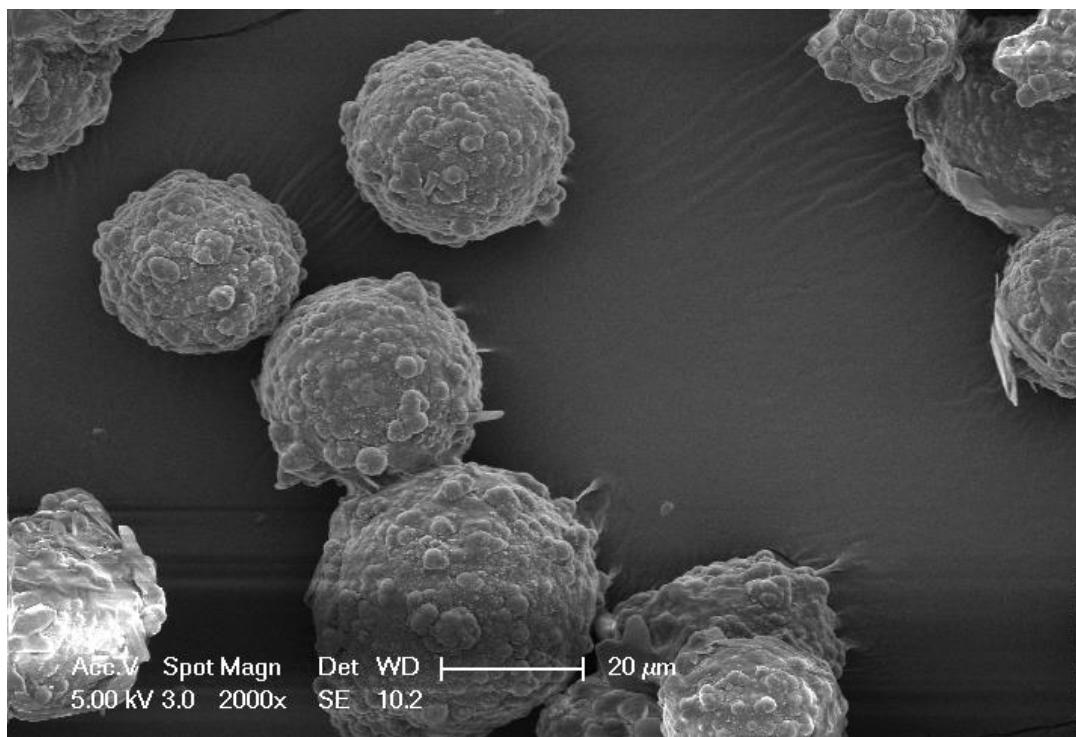
Geliştirilen mikroFDM'lerin morfolojik özellikleri SEM analizleri ile değerlendirilmiştir. SEM görüntüleri Şekil 4.21-4.26'da verilmiştir.



(a)

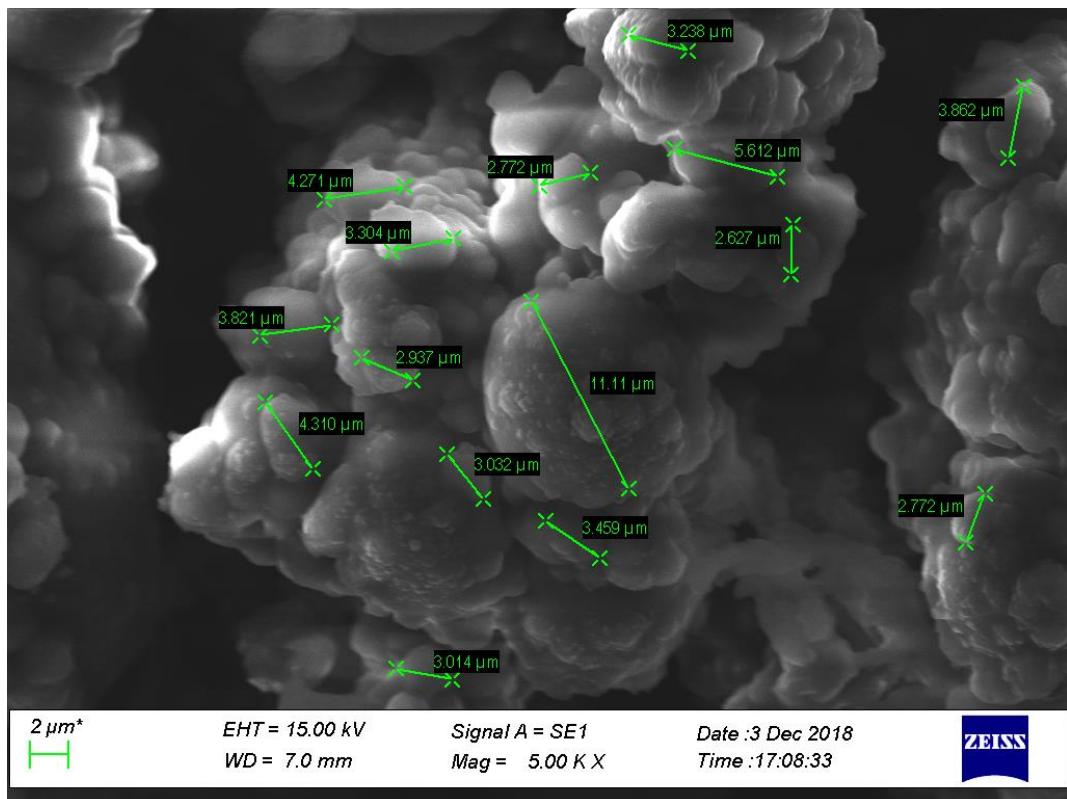


(b)

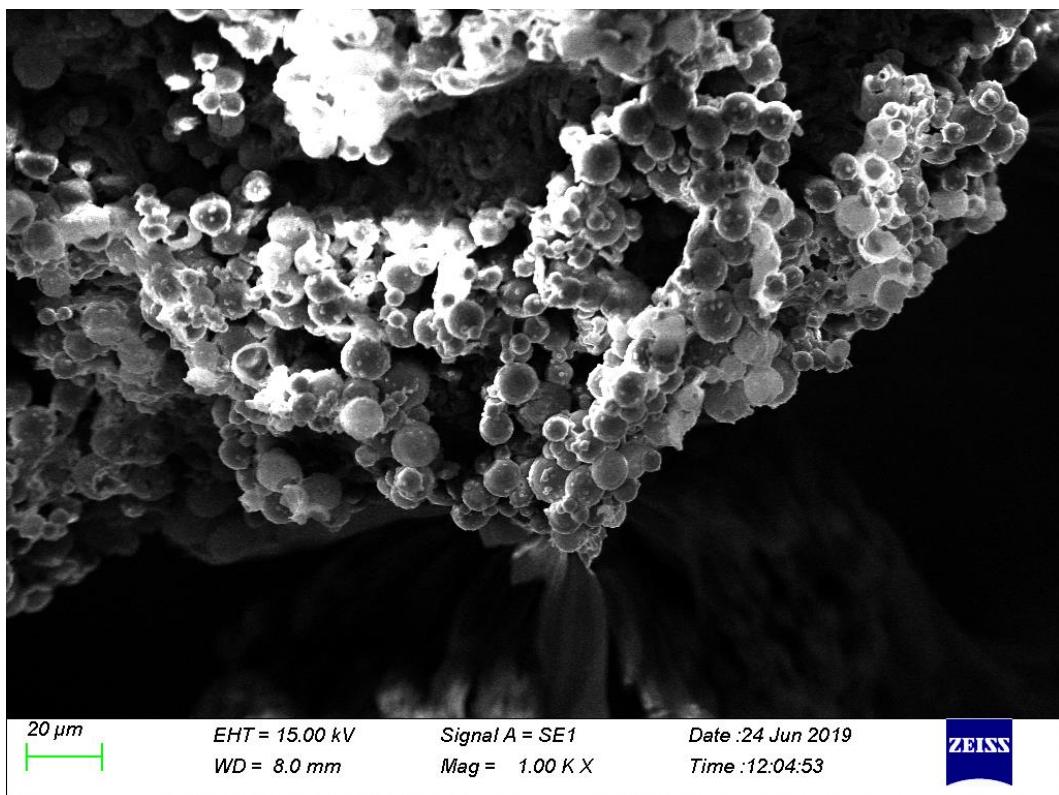


(c)

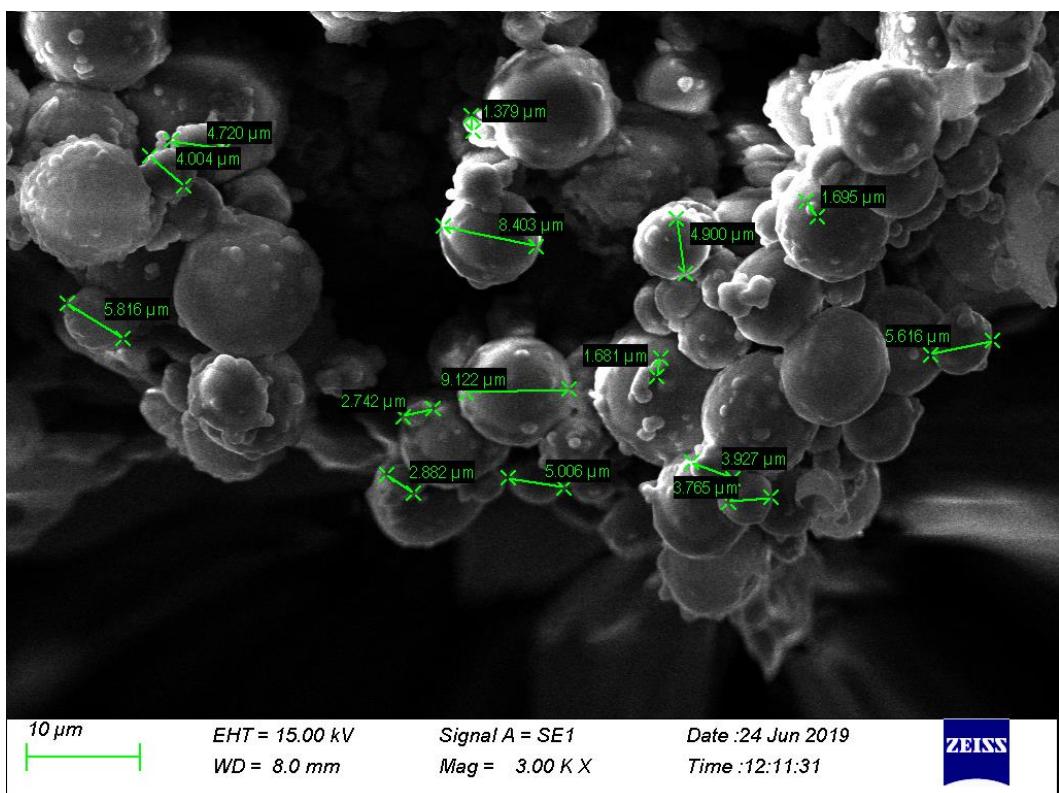
Şekil 4.21. (a), (b) ve (c) MF/CO mikroFDM SEM Görüntüsü



Şekil 4.22. HMF/CO mikroFDM SEM Görüntüsü

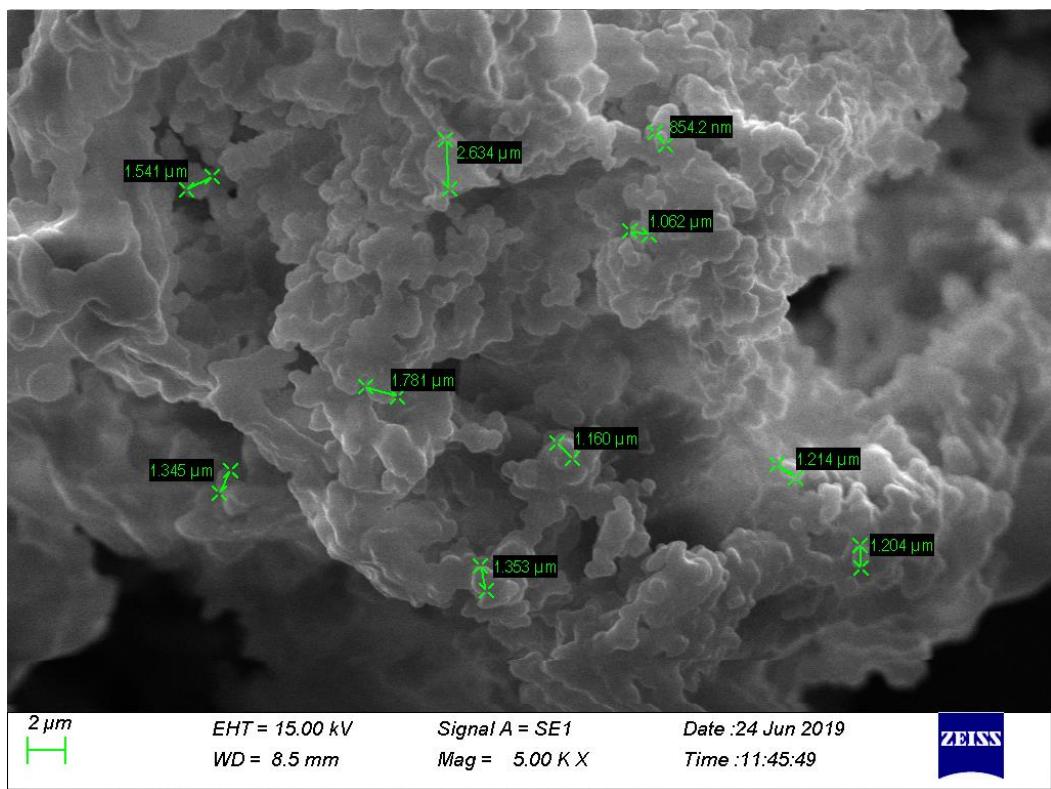


(a)

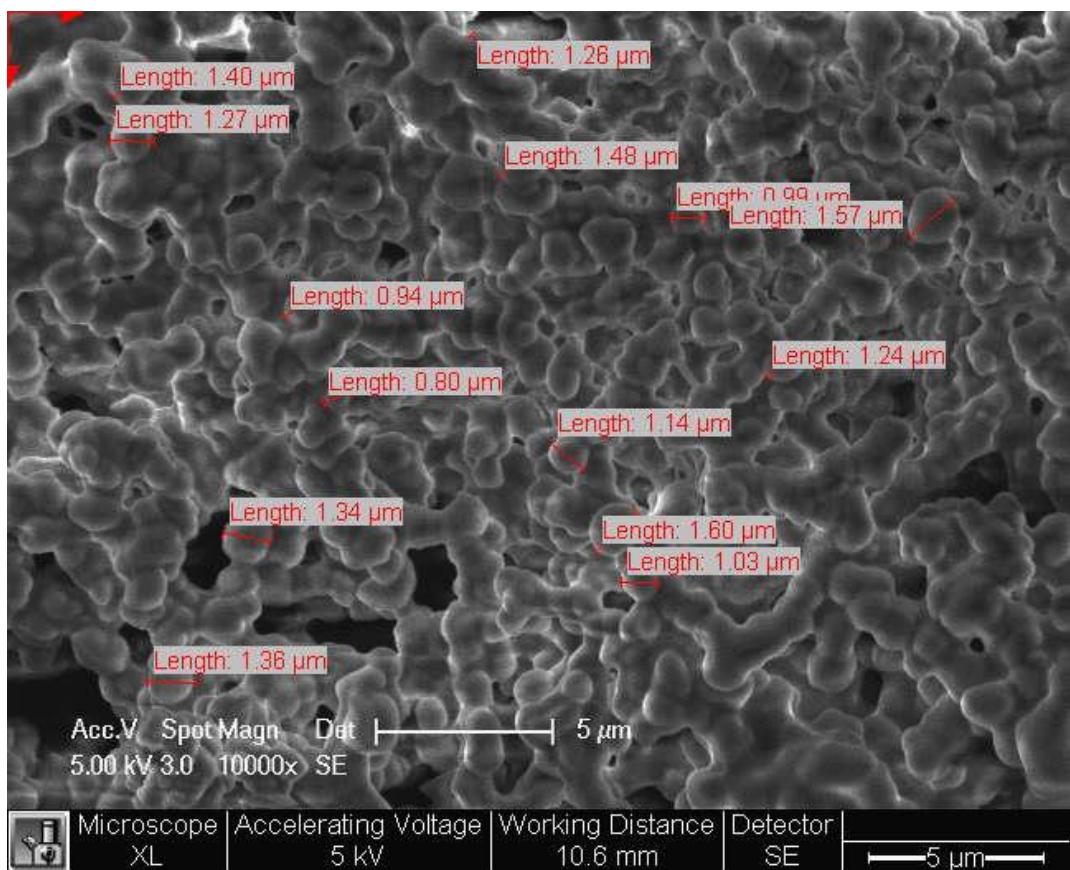


(b)

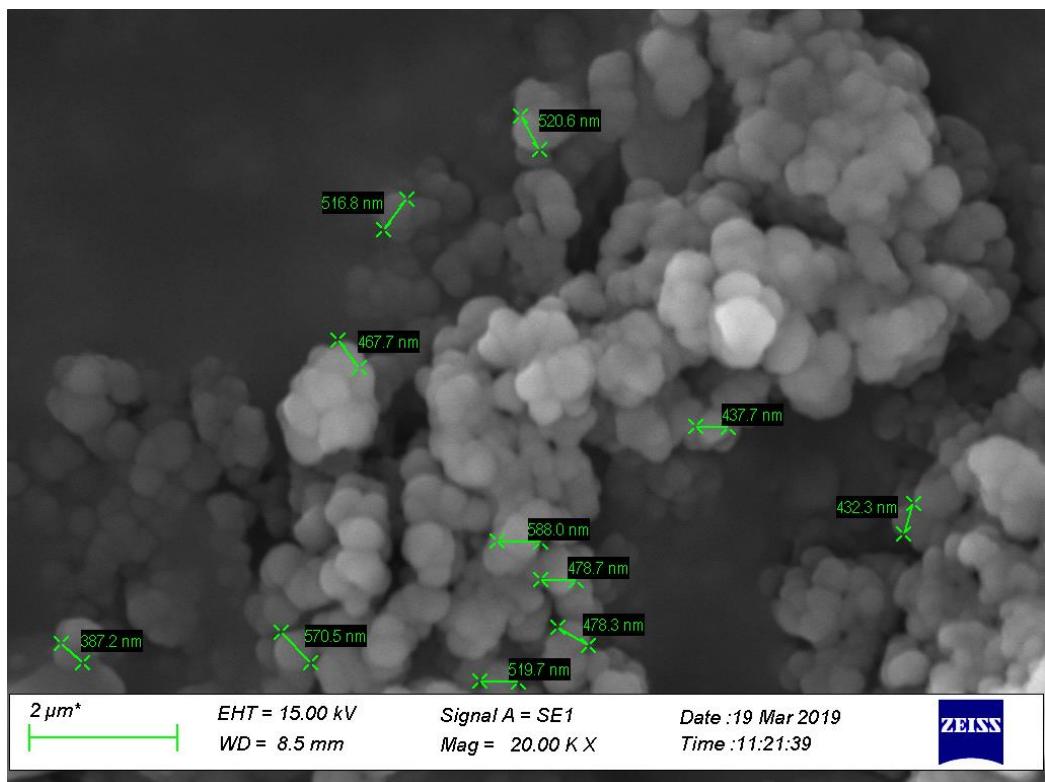
Şekil 4.23. (a) ve (b) HMF/CO-OK mikroFDM SEM Görüntüsü



(a)

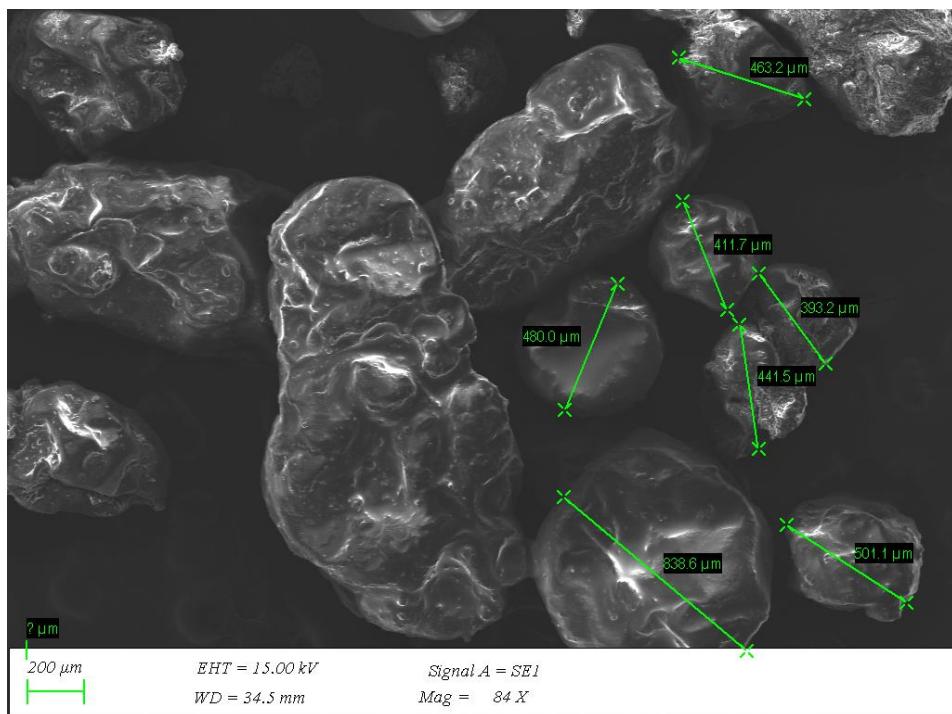


(b)

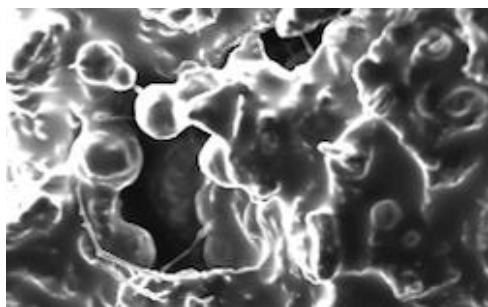


(c)

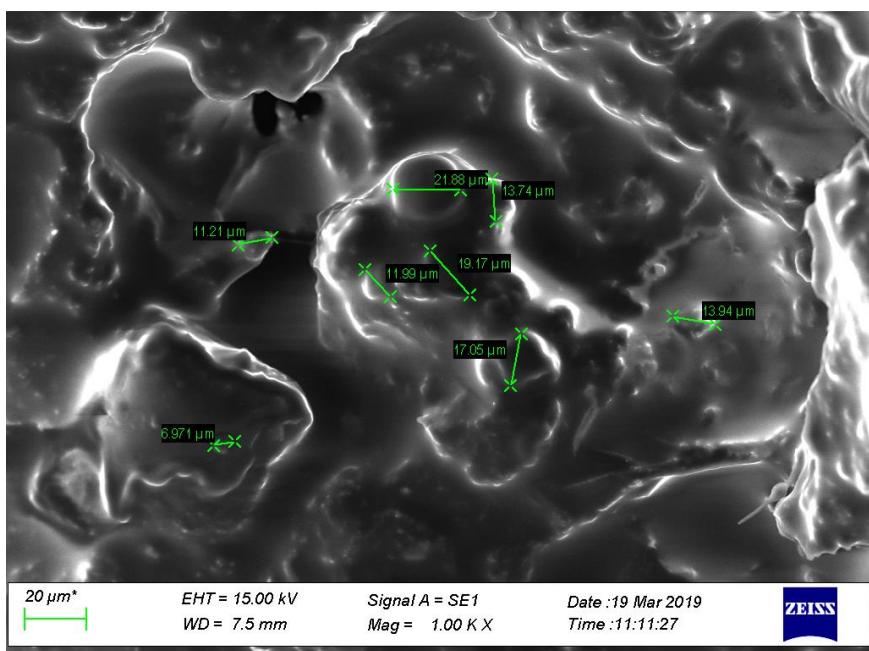
Şekil 4.24. (a) ve (b) PGMA/CO-OK mikroFDM, (c) PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM SEM Görüntüleri



Şekil 4.25. PMMA/CO mikroFDM SEM Görüntüsü



(a)



(b)

Şekil 4.26. (a) ve (b) NaAlg-Gel/CO mikroFDM SEM Görüntüsü

SEM görüntüleri incelendiğinde, elde edilen mikrokapsüllerin şekil, yaklaşık boyut ve dağılımları değerlendirilmiş ve Tablo 4.5'de özetlenmiştir. MF ve HMF duvarlı mikrokapsülasyonlarda düzgün ve küresel kapsüller olduğu ve bu kapsüllerin kendi içinde boyutları değerlendirildiğinde, kapsülasyon prosesinde çekirdek maddenin daha yüksek karıştırma hızında dağıtılmasıyla daha küçük boyutta kapsüller elde edilmiş olduğu görülmüştür. Mikrokapsüller üzerinde görülen küçük boyutlu partiküllerin reaksiyon hızı ve pH'ına bağlı olarak oluşmuş olabilen [82] melamin formaldehit kümeleri olabileceği değerlendirilmiştir. PMMA duvarlı mikrokapsülasyon sonucunda küresel olmayan, koagüle olmuş büyük boyutta kapsüller elde edilmiştir. Karıştırma hızı, proses sıcaklığı, yağ fazının viskozitesi ve emülgatör konsantrasyonu kapsül boyutu,

dağılımı ve morfolojisi üzerinde etkili olan parametrelerdir [83]. PGMA duvarlı mikrokapsülasyonlarda ise küçük boyutta küresel ve homojen yapıda kapsüllerin olduğu görülmüştür. Sodyum alginat ile jelatin koaservasyonu ile elde edilen koaservatın içinde küresel mikrokapsüllerin var olduğu gözlenmiştir.

Tablo 4.5. MikroFDM'lerin Morfolojik Özellikleri

MikroFDM Adı (Duvar/Çekirdek)	Kapsül Şekli	Yaklaşık	Kapsül Dağılımları
		Kapsül Boyutu	
MF/ CO	Küresel	22-39 μm	Homojen
HMF/ CO	Küresel	2-6 μm	Homojen
HMF/ CO-OK	Küresel	3-9 μm	Homojen
PGMA /CO-OK	Küresel	1-3 μm	Homojen
PGMA /CO-OK-Ag	Küresel	400-600 nm	Homojen
PMMA/CO	Amorf	393-839 μm	Homojen olmayan, değişken büyüklükler
NaAlg-Gel/ CO	Amorf yapısı içinde küreler	7-22 μm	Homojen olmayan

4.3.5. PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM'nin Antibakteriyellik Özelliğinin Değerlendirilmesi

0.1 M gümüş nano partikül içeren çözeltiden [81] çekirdek faz değiştiren maddenin ağırlıkça %20'si oranında kullanılmasıyla üretilen PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM'nin antibakteriyellik özelliğine etki edip etmediğini değerlendirmek üzere dokusuz tekstil kumaşına kaplama işlemi yapılmış, kaplanmış kumaş örneği AATCC147 yöntemine göre test edilerek inhibisyon bölgesi çapı ölçülmüştür. Sonuçlara göre, kumaş örneğinin antibakteriyel özelliği kazanmamış olduğu belirlenmiş, kullanılan gümüş nano partikül miktarının bu özelliğin kazanımına yeterli olmadığı tespit edilmiştir.

4.4. MikroFDM Uygulanan Kumaşların Analizleri

Kaplama, emdirme, çektirme, kompozit yöntemleri ile mikroFDM uygulanmış kumaşların erime ve kristalizasyon sıcaklıklarını depoladıkları gizli ısı entalpileri DSC

ölçüm ve analizi yapılarak değerlendirilmiştir. Uygulama yapılan kumaşların yüzey morfolojileri SEM analizleri ile incelenmiştir. Yapılan işlemin yıkama sonrası dayanımını test etmek üzere, mikroFDM uygulanmış bir kısım yıkanabilir kumaşlara ISO 105-C06 (A1S) metoduna göre yıkama yapılmıştır [67]. Ayrıca, tekrarlı yıkamalar sonrası dayanımı değerlendirmek üzere, şiddetli koşullarda yıkama olan ve 40 °C'de 5 el yıkamasıyla benzeri etki gösteren AATCC Test Metodu 61-2013 (Test No. 1A)'a göre yıkamalar yapılmıştır [68]. Kumaşların, yıkama öncesi ve yıkama sonrası DSC ve SEM analizleri yapılarak karşılaştırılmıştır.

4.4.1 DSC Analizleri

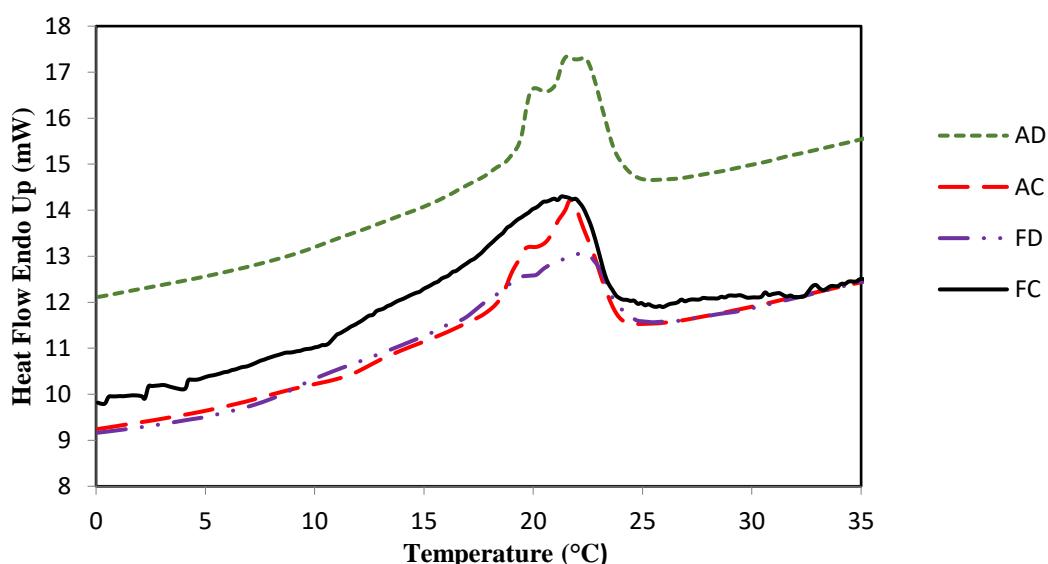
KR1 kaplama reçetesi ile MF/CO ile PMMA/CO mikroFDM uygulanan denim-I ve pamuk gömleklik kumaşların işlem sonrası, yıkama sonrası [67] ve şiddetli koşullarda yıkama sonrası [68] numunelerinin ıslık depolama özellikleri DSC ölçümleri yapılarak analiz edilmiştir. Isınma ve soğuma proseslerine ait DSC grafikleri Şekil 4.27 ile 4.28'de verilmiştir. Kumaşların ıslık enerji depolama özellikleri Tablo 4.6'da yer almaktadır.

AD: PMMA/CO microFDM kaplamalı denim-I kumaşı,

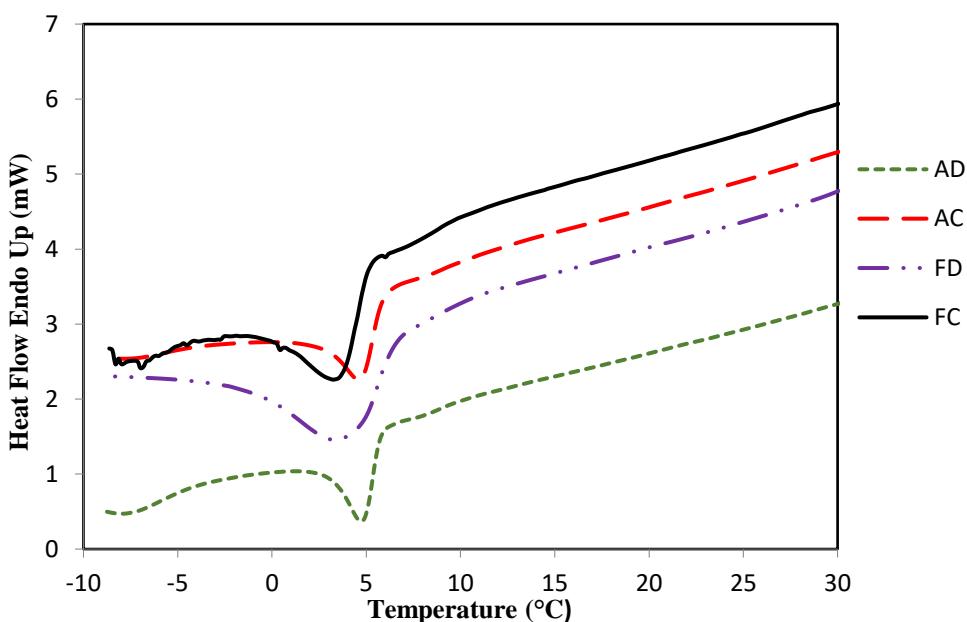
AC: PMMA/CO mikroFDM kaplamalı pamuk gömleklik kumaşı,

FD: MF/CO mikroFDM kaplamalı denim-I kumaşı,

FC: MF/CO mikroFDM kaplamalı pamuk gömleklik kumaşı temsil etmektedir.



Şekil 4.27. MikroFDM Uygulanmış Kumaşların Isınma Prosesi DSC Grafikleri



Şekil 4.28. MikroFDM Uygulanmış Kumaşların Soğuma Prosesi DSC Grafikleri

Tablo 4.6. MF/CO ve PMMA/CO mikroFDM Uygulanmış Kumaşların Isıl Enerji Depolama Özellikleri

Numune Adı	Erime Entalpisi ΔH_m (J/g)	Erime Pik ve Başlangıç-Bitiş Sıcaklıklarları* T_m (°C)	Kristalizasyon Entalpisi ΔH_c (J/g)	Kristalizasyon Pik ve Başlangıç-Bitiş Sıcaklıklarları* T_c (°C)
AD	6.7	21.3 (14.5-25.2)	-1.0	4.8 (6.4-2.2)
AD yıkama sonrası	6.4	21.0 (13.6-24.8)	-0.8	4.7 (5.3-2.7)
AD şiddetli koşullarda yıkama sonrası	2.6	19.1 (10.2-24.1)	-1.2	8.4 (12.3-6.5)
AC	10.1	21.8 (15.7-25.0)	-1.6	4.6 (6.7-0.8)
AC yıkama sonrası	5.1	22.1 (16.5-24.8)	-3.1	4.5 (7.0-0.2)
AC şiddetli koşullarda yıkama sonrası	3.0	18.1 (11.2-21.9)	-2.6	4.0 (8.4-2.3)
FD	7.0	22.7 (14.4-25.0)	-6.9	3.9 (7.1- -2.4)
FD yıkama sonrası	4.8	22.0 (15.5-24.7)	-6.9	4.9 (7.5-0.3)
FD şiddetli koşullarda yıkama sonrası	4.2	18.3 (9.0-23.3)	-2.4	4.3 (11.0-2.8)
FC	14.9	21.6 (13.8-25.6)	-3.9	3.6 (5.9 - -1.2)
FC yıkama sonrası	10.2	22.8 (13.5-24.3)	-3.3	3.2 (5.8- -1.0)
FC şiddetli koşullarda yıkama sonrası	3.7	17.0 (8.5-21.0)	-3.0	1.2 (5.4- -1.0)

(*) Başlangıç, bitiş sıcaklıklarını parantez içinde verilmiştir.

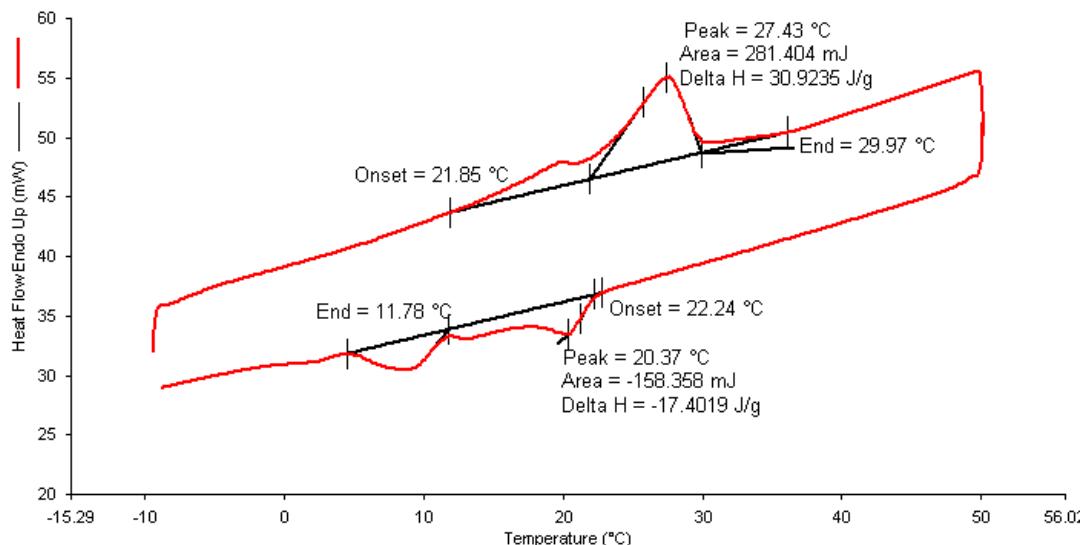
DSC analiz sonuçları, MF/CO ve PMMA/CO mikroFDM uygulanan kumaşların sırasıyla, 22.7-21.6 °C pik sıcaklığında 7.0-14.9 J/g ve 21.3-21.8 °C pik sıcaklığında 6.7-10.1 J/g gizli ısı depolayabildiklerini göstermiştir. MikroFDM eklenmemiş kaplama patı ile işlem görmüş kumaşların da DSC ölçümleri değerlendirilmiştir; faz geçisi ve ısı depolama olmadığı görülmüştür. DSC sonuçları, MF/CO ve PMMA/CO mikroFDM uygulanan kumaşların şiddetli koşullarda yıkama sonrasında erime entalpilerinin, sırasıyla, %25-60'ı ile %30-39'unu koruduğunu ortaya çıkarmıştır. Pamuk gömleklik kumaşın erime entalpi değerlerinin streç denim kumaşa göre daha yüksek olduğu gözlenmiştir; bu sonucun gömleklik kumaş ağırlığının streç denim kumaşa göre daha düşük olmasına ilgili olduğu düşünülmüştür. Literatür incelendiğinde, işlem görmüş kumaşların gizli ısı depolama değerlerinin yüksek düzeyde olduğu görülmüştür [36,58,77,78,80]. MikroFDM kaplanmış kumaşların T_c değerlerinin mikroFDM'lere göre 1-4 °C daha yüksek olduğu gözlenmiştir; bunun kaplama malzemelerinin perdeleme etkisi ile olmuş olabileceği düşünülmüştür. Kumaşlar ile mikroFDM'ler arasında van der Waals bağları ile hidrojen bağları gibi zayıf bağlar bulunmaktadır. Temelde, mikrokapsüllerin kumaş yüzeyine fiksajını kaplama reçetesinde bulunan polimerik bağlayıcı sağlamıştır.

HMF/CO-OK ile PGMA/CO-OK mikrokapsüllerinin kaplama, emdirme ve çekirme uygulamalarına ait ısı depolama gösteren örneklerinin DSC ölçüm sonuçları Tablo 4.7'de verilmiştir. Ayrıca ticari ürün sonuçları ile mukayese etmek üzere, ısı düzenlemeye özellikli Outlast atkı ipliği içeren bir denim kumaşı ile Rucotherm PCM 28 ısı düzenlemeye özelliği kazandıran apre kimyasalının denim-I kumaşına emdirme ile 40 g/L ve 200 g/L uygulamalarına ait örneklerin DSC ölçümleri yapılmış, sonuçları Tablo 4.7'de gösterilmiştir. MikroFDM eklenmemiş reçeteler ile işlem görmüş kumaşların DSC ölçümleri değerlendirilmiştir, faz geçisi ve gizli ısı depolama yapmadığı doğrulanmıştır. Ölçüm sonuçlarına göre, mikroFDM uygulamaları yapılan kumaşların ağırlıkla 24-26 °C erime pik sıcaklığında, 1-3.5 J/g arasında erime gizli ısısı gösterdiği görülmüş, kristalizasyon gizli ısısı göstermediği gözlenmiştir. Kaplama işlemlerinin diğer yöntemlere göre mikroFDM'leri kumaş yüzeyine bağlamada daha başarılı sonuçlar verdiği görülmüştür. Elde edilen ısı depolama değerlerinin, Outlast iplığının kullanıldığı ticari kumaş ve FDM içerikli ticari kimyasalın uygulandığı kumaşların ısı depolama değerleri çevresinde olduğu gözlenmiştir.

Tablo 4.7. HMF/CO-OK ve PGMA/CO-OK mikroFDM Uygulanmış Kumaşların Isıl Enerji Depolama Özellikleri

Reçete ve Kumaş Adı	MikroFDM	Erime Entalpisi ΔH_m (J/g)	Erime Pik Sıcaklığı T_m (°C)	Kristalizasyon Entalpisi ΔH_c (J/g)	Kristalizasyon Pik Sıcaklığı T_c (°C)
KR2 Denim-II	HMF/CO-OK	0.9	25.7	-1.2	18
KR2 Dokusuz T.	HMF/CO-OK	3.5	29.4	-2	19
KR4 Denim-II	HMF/CO-OK	2.4	24.6	--	--
KR5 Denim-II	HMF/CO-OK	3.3	25.6	--	--
KR5 Denim-II	GMA/CO-OK	3.1	25.1	--	--
KR6 Dokusuz T.	GMA/CO-OK	1.1	21.8	-1.5	13.1
ER1 Denim-II	HMF/CO-OK	2.0	27.2	--	--
ER2 Denim-II	GMA/CO-OK	1.7	24.4	--	--
ER3 Pamuk G.	GMA/CO-OK	0.4	20.4	--	--
ÇR2 Denim-II	HMF/CO-OK	2.6	24.4	--	--
Outlast Kumaş	--	2.9	20.6	-3.9	3.6
PCM28-40 g/L	--	0.5	27.5	--	--
PCM28-200 g/L	--	3.3	28.4	-1.1	18.5

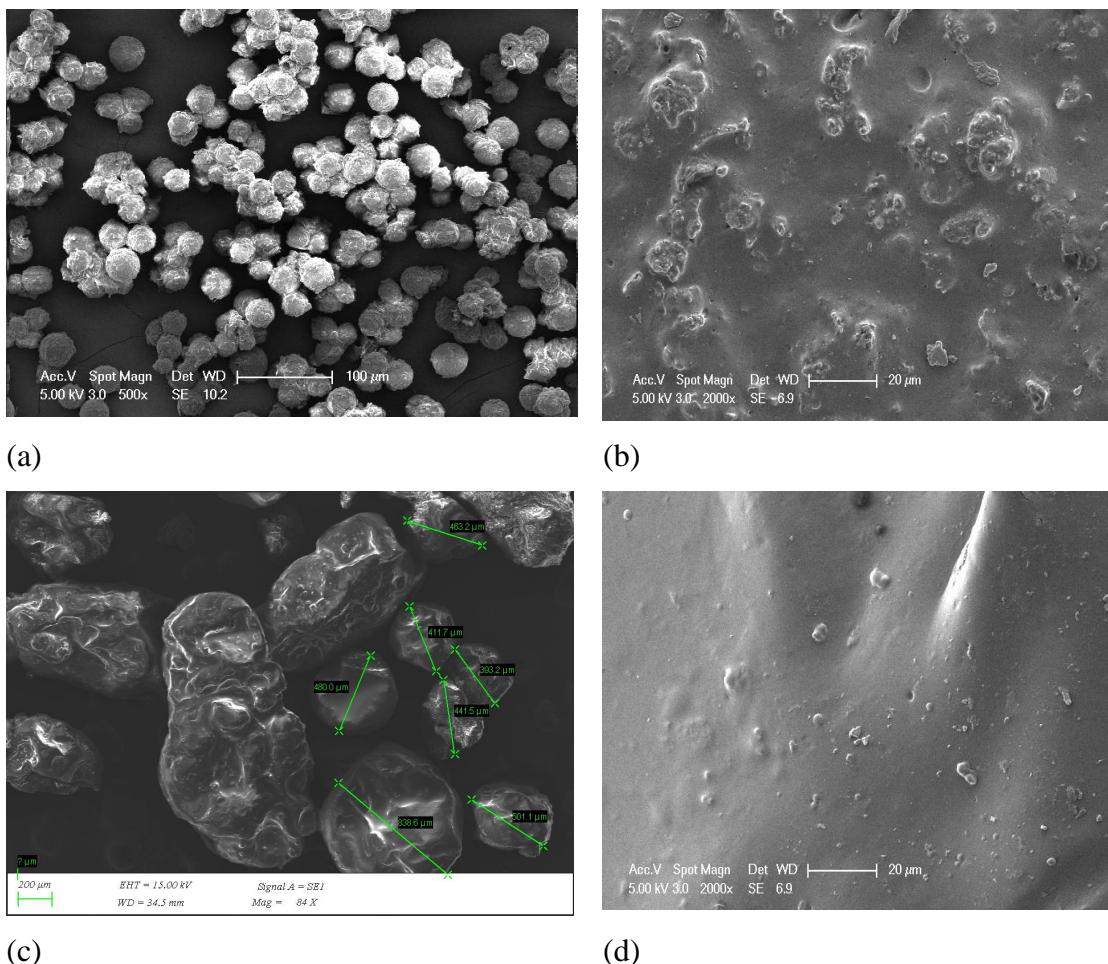
HMF/CO-OK mikroFDM'nin %100 geri kazanılmış PET polyester liflerinden üretilen geri dönüşümlü dokusuz tekstil yüzeyine KR5 patı ile uygulamasına ait DSC grafiği Şekil 4.29'da verilmiştir. DSC ölçümleri, bu uygulamayla geri dönüşümlü dokusuz tekstilin 27.4 °C erime pik sıcaklığında 30.9 J/g gizli ısı ve 20.4 °C kristalizasyon pik sıcaklığında, 17.4 J/g gizli ısı depoladığını göstermiştir. Elde edilen ısı depolama değeri oldukça yüksek bir değerdir [36,58,77,78,80].



Şekil 4.29. HMF/CO-OK mikroFDM uygulanmış Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil DSC Grafiği

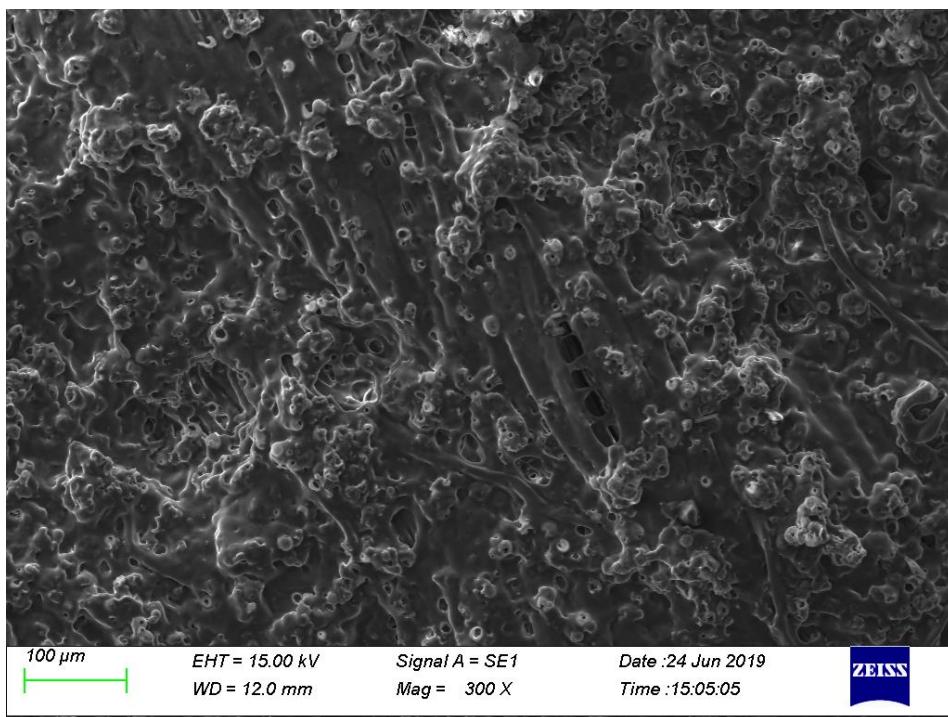
4.4.2 SEM Analizleri

MF/CO ile PMMA/CO mikroFDM uygulanmış kumaşlara ait yüzey morfolojileri SEM analizleri ile incelenmiş, uygulanan mikrokapsül ve kaplanmış kumaşların SEM görüntülerini Şekil 4.30' da verilmiştir. MikroFDM'lerin poliüretan bağlayıcı içinde gömülü olduğu gözlenmiştir. PMMA duvarlı mikroFDM kaplanmış kumaş yüzeyi incelendiğinde, koagüle olmuş büyük partikül yapılı PMMA mikroFDM'lerinin kaplama patı hazırlanırken uygulanan sonikasyon işlemiyle dağılmış olabileceği değerlendirmesi yapılmıştır.

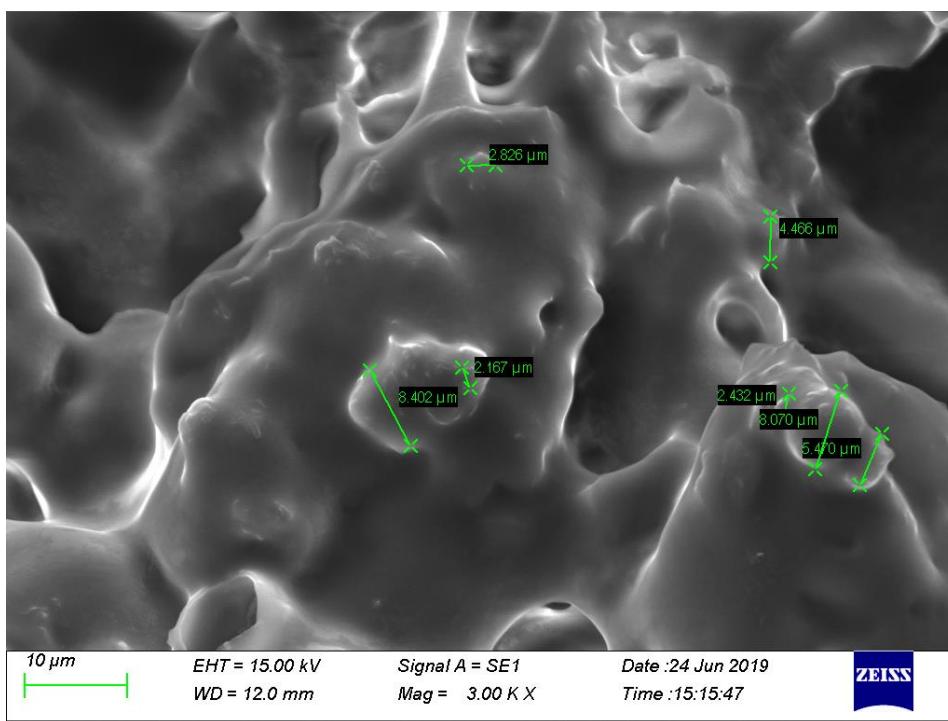


Şekil 4.30. (a) MF/CO mikroFDM (b)MF/CO mikroFDM Kaplamalı (KR1) Denim-I Kumaşı (c) PMMA/CO mikroFDM (d) PMMA/CO mikroFDM Kaplamalı (KR1) Denim-I Kumaşı SEM Görüntüleri

HMF/CO-OK ile PGMA/CO-OK mikroFDM kaplama uygulamalarına ait SEM görüntülerı Şekil 4.31-4.33'de verilmiştir. Yüzeyde yoğun ve homojen dağılmış, kaplama bağlayıcısının içine gömülüş mikroFDM'ler gözlenmiştir. Çektirme ve emdirme uygulamalarına ait SEM Görüntüleri Şekil 4.34-4.36'da verilmiştir. Bu iki uygulamada da mikroFDM'lerin kumaş yüzeylerinde lifler üzerinde dağılmış ve tutunmuş olduğu gözlenmiştir.

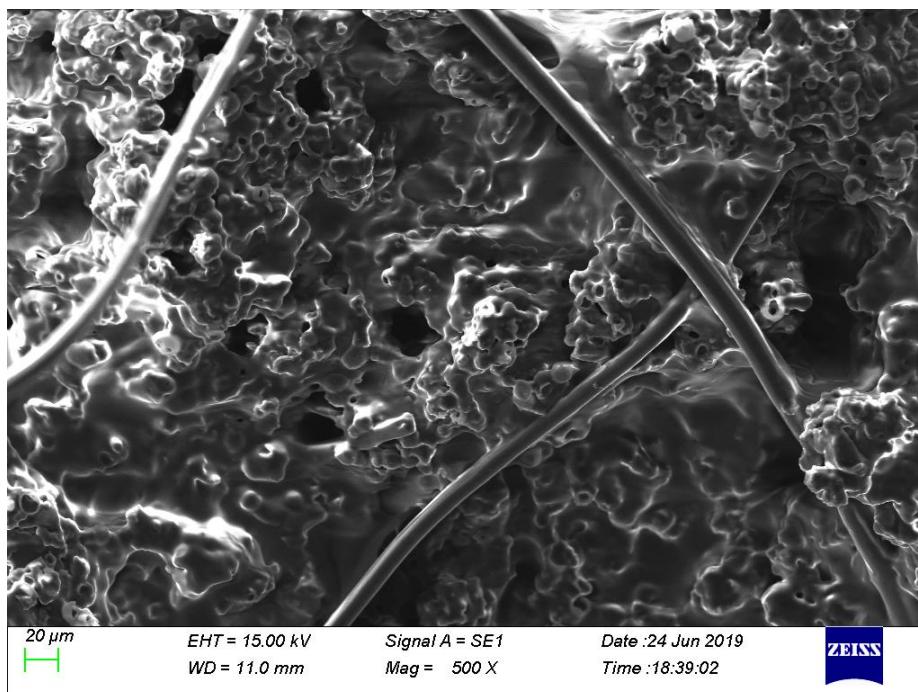


(a)

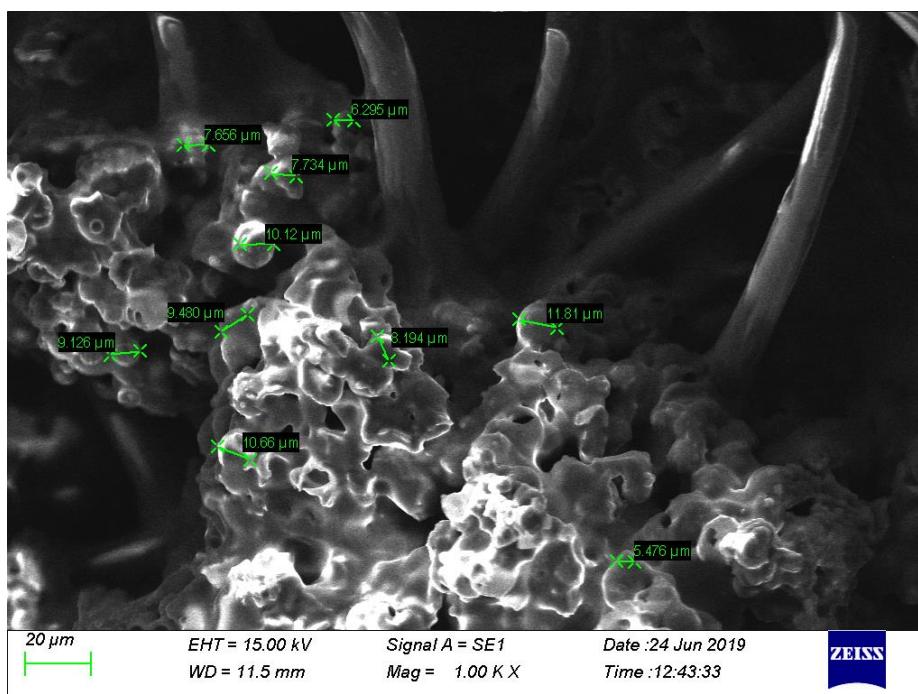


(b)

Şekil 4.31. (a), (b) HMF/CO-OK mikroFDM Kaplamalı (KR5) Denim-II Kumaşı SEM Görüntüsü

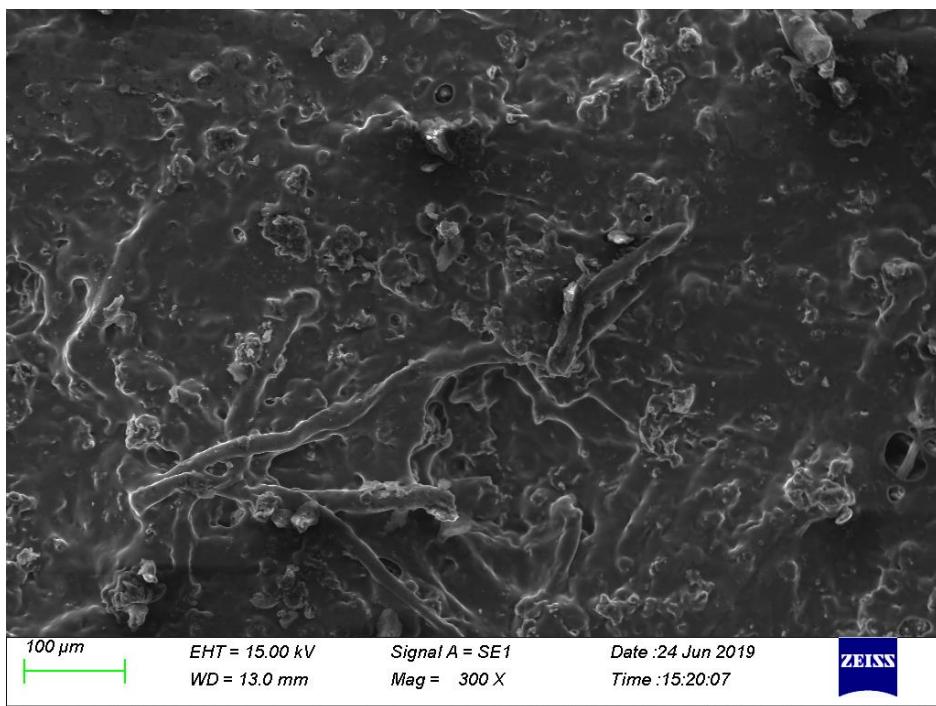


(a)

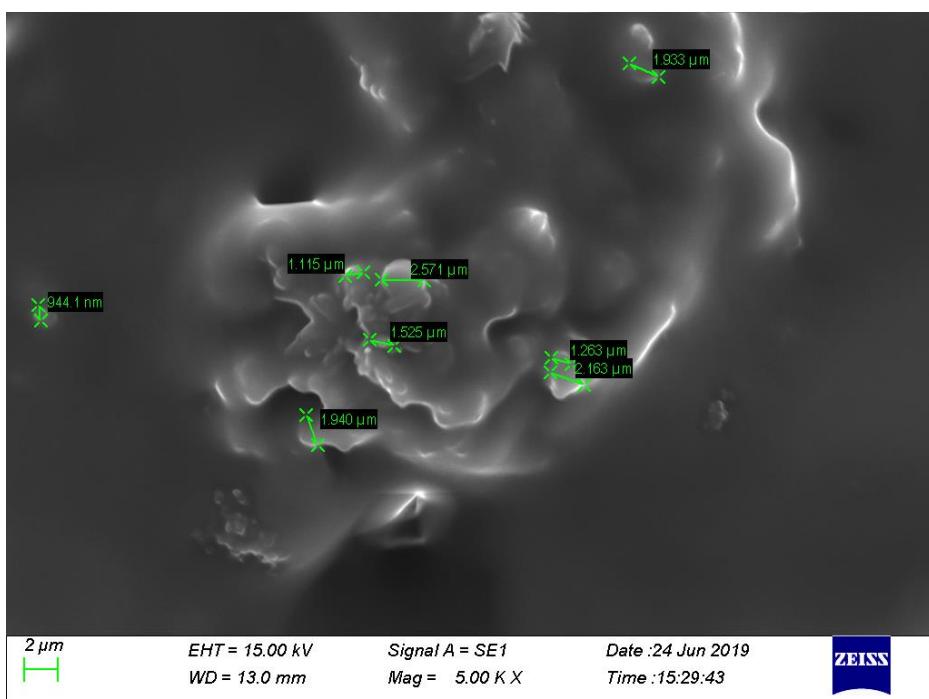


(b)

Şekil 4.32.(a), (b) HMF/CO-OK mikroFDM Kaplamalı (KR5) Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil Kumaşı SEM Görüntüsü

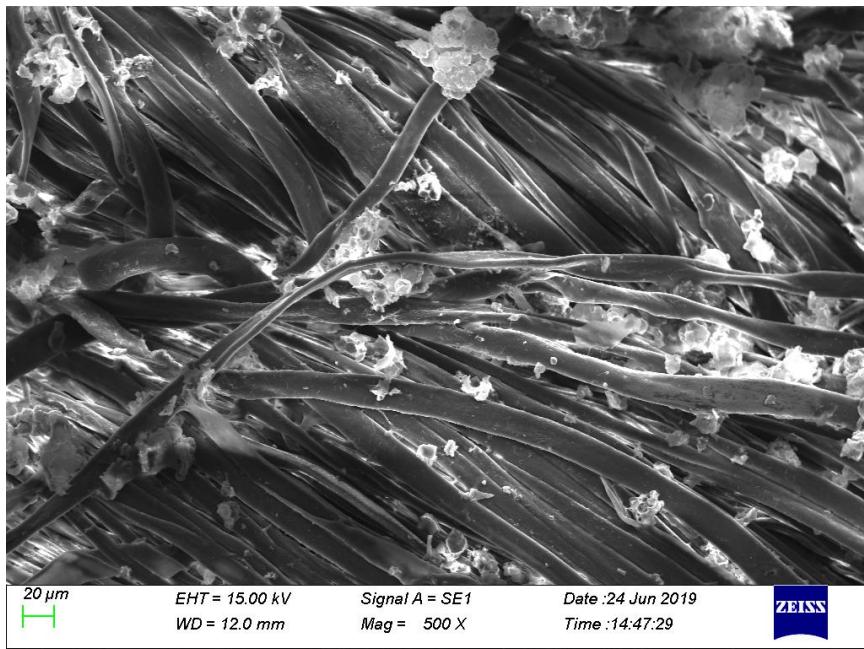


(a)

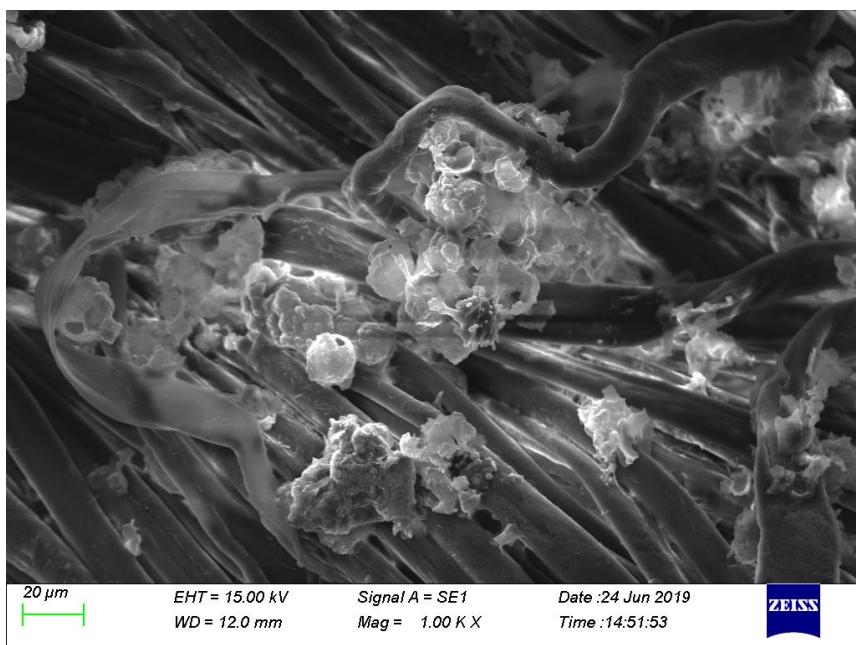


(b)

Şekil 4.33.(a), (b) PGMA/CO-OK mikroFDM Kaplanmış (KR5) Denim-II Kumaşı SEM Görüntüsü

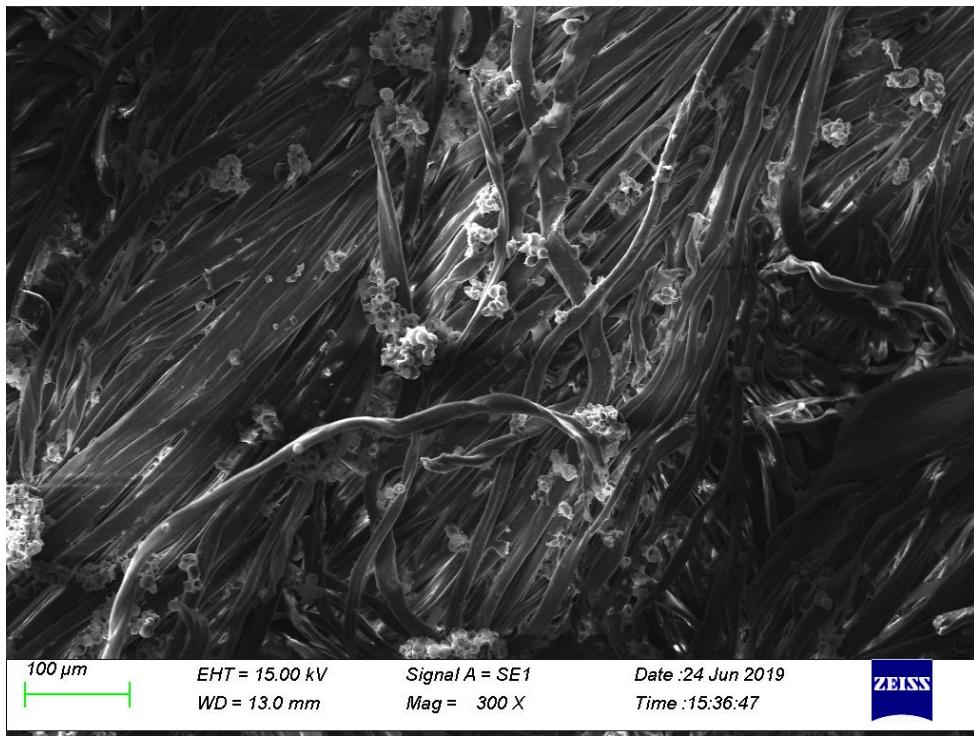


(a)

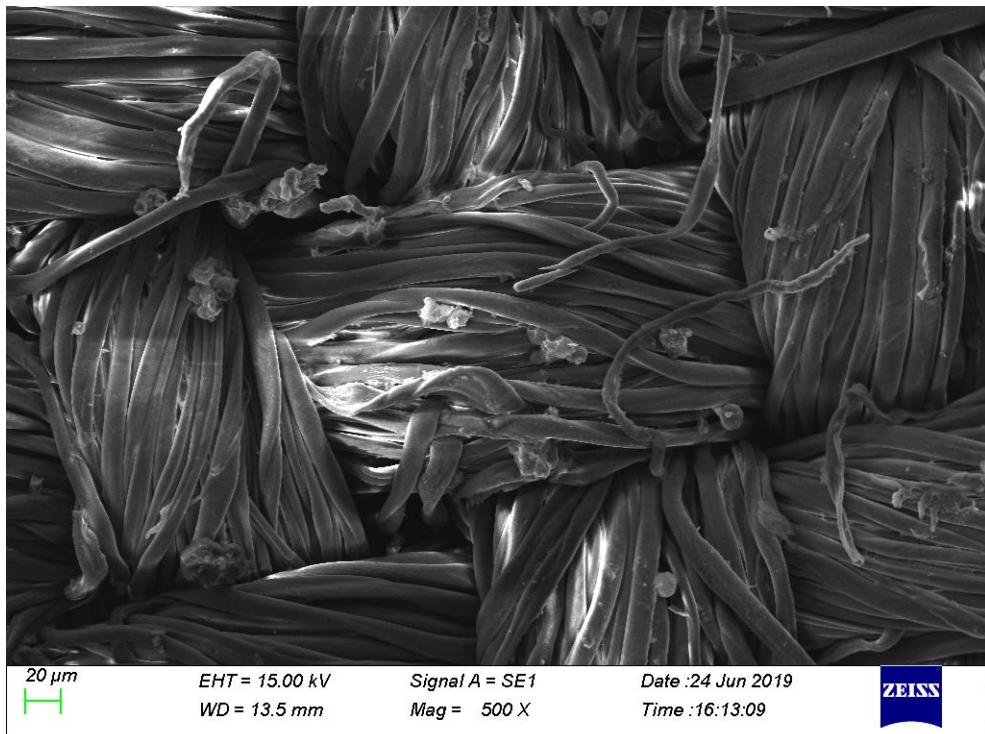


(b)

Şekil 4.34.(a), (b) HMF/CO-OK mikroFDM Denim-II-Çektirme Uygulaması (CR2) SEM Görüntüsü



Şekil 4.35. HMF/CO-OK mikroFDM Denim-II Emdirme Uygulaması (ER1) SEM Görüntüsü



Şekil 4.36. HMF/CO-OK mikroFDM Pamuk Gömleklik Emdirme Uygulaması (ER1) SEM Görüntüsü

4.4.3. Kompozit Uygulaması Kumaş Analizleri

Organik hindistan cevizi yağı içeren HMF/CO mikroFDM'nin dokusuz tekstil yüzeyine kaplanması ve kompozit haline getirilmesi uygulamasını değerlendirmek üzere DSC ve SEM analizleri ile birlikte bazı fiziksel testler yürütülmüştür.

4.4.3.1. Kompozit DSC Analizleri

Çekirdek FDM, mikroFDM, KR7 ve KR 8 reçeteleri ile kaplanan kompozit kumaşlarına ait DSC analiz sonuçları Tablo 4.8'de verilmiştir.

Tablo 4.8. Çekirdek FDM, HMF/CO mikroFDM ve mikroFDM Uygulanmış Kompozit Kumaşların Isıl Enerji Depolama Özellikleri

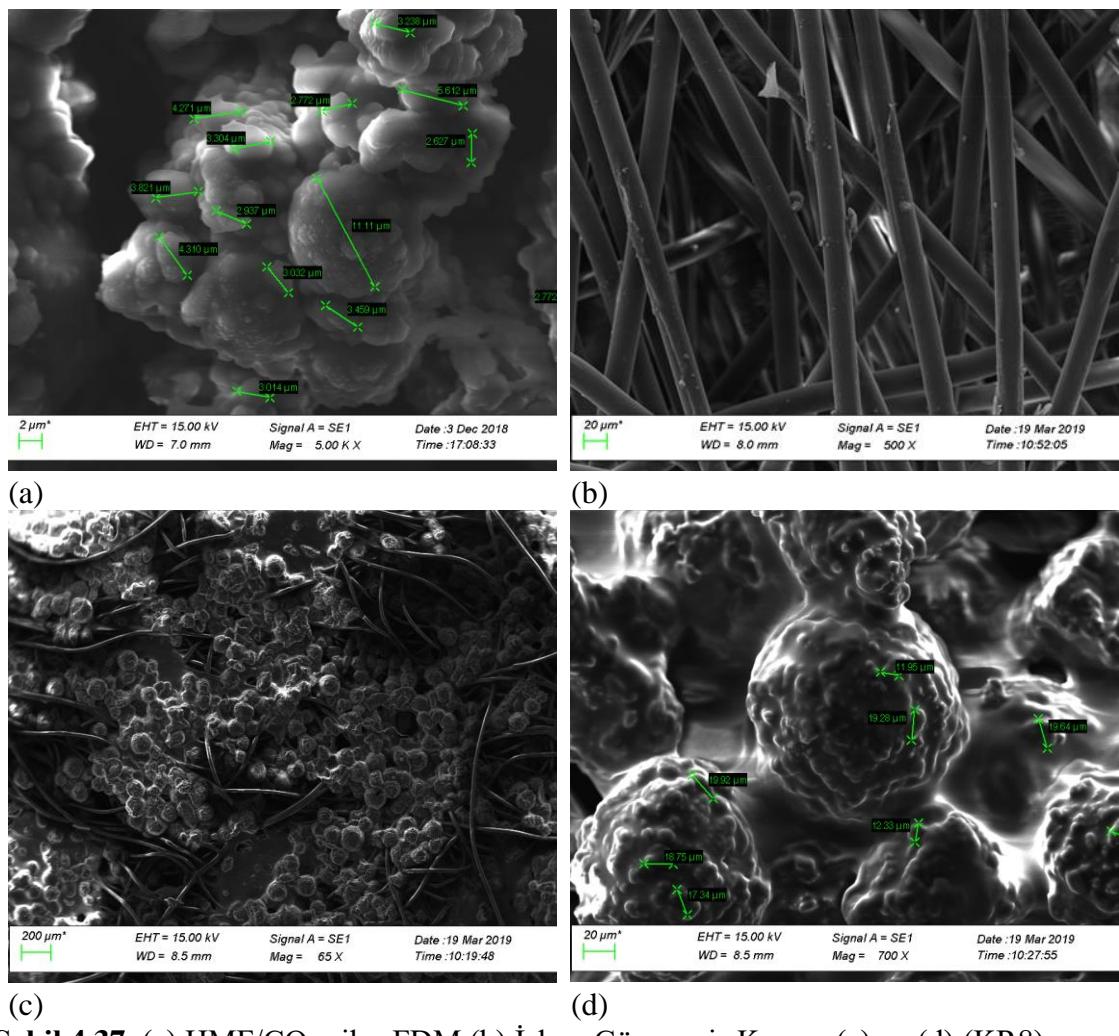
Numune Adı	Erime Entalpisi ΔH_m (J/g)	Erime Pik Sıcaklığı T_m (°C)	Kristalizasyon Entalpisi ΔH_c (J/g)	Kristalizasyon Pik Sıcaklığı T_c (°C)
Organik Hindistan Cevizi Yağı	107.5	21.1	-78.1	1.3
HMF/CO mikroFDM	72.9	22.8	-16	0.6
Kaplanmış (KR7)	8.4	22.4	-2.1	0.5
Kompozit Kumaş (1:5) *				
Kaplanmış (KR8)	11.4	21.6	-4.6	1.0
Kompozit Kumaş (1.5:5) *				

*Ağırlıkça mikroFDM: mikroFDM içermeyen kaplama patı oranıdır.

DSC ölçüm sonuçları geliştirilen kompozit sistemin depoladığı gizli ısı entalpi değerlerini göstermiştir. Erime ve kristalizasyon sırasında depolanan gizli ısı miktarları, ısıtma ve soğutma etkisi sağlamaktadır [19]. DSC, tekstillerin ısı depolama ve yayma kapasitelerini test etmede en yaygın kullanılan ölçme yöntemidir [4]. Ölçüm sonuçları, KR7 ve KR8 kaplamalı kompozit kumaşlarının sırasıyla, 22.4 ve 21.6 °C'de 8.4 ve 11.4 J/g erime gizli ısısı depoladığını göstermiştir.

4.4.3.2. Kompozit SEM Analizleri

Kaplama öncesi ve kaplama sonrası dokusuz tekstile ait yüzey morfolojis SEM analizi ile değerlendirilmiştir. MikroFDM ile işlem öncesi ve sonrası kumaşlara ait SEM görüntülerini Şekil 4.37'de verilmiştir. Mikrokapsüllerin dokusuz tekstil yüzeyinde düzgün bir dağılımla kaplanmış olduğu görülmüştür.



Şekil 4.37. (a) HMF/CO mikroFDM (b) İşlem Görmemiş Kumaş (c) ve (d) (KR8)

Kaplamlı Kumaş SEM Görüntüleri

4.4.3.3. Kompozit Fiziksel Testleri

Bazı fiziksel özelikleri mukayese etmek ve değerlendirmek üzere, dokusuz tekstil kumasının işlem öncesi ve sonrası örnekleri test edilmiştir. İşlem görmemiş kumasın, işlem görmüş kompozit kumasın ve kaplama filminin kalınlıkları Cloth Thickness Tester

(R&B, James H. Heal & Co. Ltd.) ile değerlendirilmiştir. Sırasıyla, ortalama 0.36, 0.64 ve 0.29 mm bulunmuştur. İşlem görmemiş kumaşın ve işlem görmüş kompozit kumaşın yırtılma mukavemetleri ASTM D1424-96'ya göre test edilmiştir. İşlem öncesi ve sonrası (CD, makine karşı yönünde) sırasıyla 1088 g ve 896 g bulunmuş, işlem sonrası kumaşa %17.6 mukavemet kaybı belirlenmiştir.

4.4.4. MikroFDM Uygulanmış Kumaşların Yırtılma Mukavemeti ve Hava Geçirgenliği Ölçümleri

MikroFDM uygulamasının dokuma kumaş yırtılma mukavemetine etkisini değerlendirmek üzere, yüksek miktarda mikroFDM uygulanan, işlem görmüş ve işlem görmemiş denim-II kumaş örneklerinin atkı yırtılma mukavemetleri ASTM D1424-96'ya göre test edilmiştir. Sonuçları Tablo 4.9'da verilmiştir.

Tablo 4.9. Yırtılma Mukavemeti Ölçüm Sonuçları

Kumaş Adı	İşlem Adı	Atkı Yırtılma Mukavemeti (g)
Referans Kumaş	---	2780
MikroFDM içermeyen emdirme çözeltisi uygulanmış	Emdirme	2450
PGMA/CO-OK mikroFDM içeren emdirme çözümeli uygulanmış (ER2)	Emdirme	2418
MikroFDM içermeyen kaplama patı uygulanmış	Kaplama	2234
HMF/CO-OK mikroFDM içeren kaplama patı uygulanmış (KR5)	Kaplama	2244
PGMA/CO-OK mikroFDM içeren kaplama patı uygulanmış (KR5)	Kaplama	2191

Örnek kumaşlara ait sonuçlar, mikroFDM içermeyen emdirme ve kaplama işlemlerinin, referans kumaş değerlerine göre atkı yırtılma mukavemetini sırasıyla %11.9 ve %19.6 düşürdüğünü göstermiştir. MikroFDM içermeyen emdirme ve kaplama işlemli kumaş

mukavemet sonuçlarına göre mikroFDM içeren emdirme ve kaplama işlemli kumaşların değerlerinin %0-1.9 düşük olduğu ve mikroFDM ilavesinin yırtılma mukavemetine önemli bir tesiri olmadığı görülmüştür.

MikroFDM uygulamasının hava geçirgenliğine etkisini değerlendirmek üzere, yüksek miktarda mikroFDM uygulanan işlem görmüş ve işlem görmemiş denim-II ve pamuk gömleklik kumaş örneklerinin hava geçirgenlikleri TS 391 EN ISO 9237'ye göre (Numune alanı: 20 cm²) test edilmiştir. Test sonuçları Tablo 4.10'da verilmiştir.

Tablo 4.10. Hava Geçirgenliği Ölçüm Sonuçları

Kumaş Adı	İşlem Adı	Hava Geçirgenliği (mm/s) (200 Pa)	Hava Geçirgenliği (mm/s) (100 Pa)
Denim-II Referans Kumaş	---	38.4	20.9
Denim-II mikroFDM içermeyen emdirme çözeltisi uygulanmış	Emdirme	33.4	17.5
Denim-II PGMA/CO-OK mikroFDM içeren emdirme çözeltisi uygulanmış (ER2)	Emdirme	27.6	16.7
Pamuk Gömleklik Referans Kumaş	---	---	112.7
Pamuk Gömleklik mikroFDM içermeyen emdirme çözeltisi uygulanmış	Emdirme	---	108.6
Pamuk Gömleklik PGMA/CO-OK mikroFDM içeren emdirme çözeltisi uygulanmış (ER2)	Emdirme	---	91.9
Denim-II mikroFDM içermeyen kaplama patı uygulanmış	Kaplama	0.8	---
Denim-II HMF/CO-OK mikroFDM içeren kaplama patı uygulanmış (KR5)	Kaplama	5.8	---
Denim-II PGMA/CO-OK mikroFDM içeren kaplama patı uygulanmış (KR5)	Kaplama	2.1	---

Sonuçlar incelendiğinde, mikroFDM içermeyen emdirme işleminin hava geçirgenliğini denim ve pamuk gömleklik kumaşlarında sırasıyla %13-16.3 ve %3.6 düşürdüğü görülmüştür. MikroFDM içeren emdirme işleminin mikroFDM içermeyen kumaş değerlerine göre hava geçirgenliğini denim ve pamuk gömleklik kumaşlarında sırasıyla

%4.6-17.4 ve %15.4 düşürdüğü belirlenmiştir. MikroFDM içeren ve mikroFDM içermeyen kaplama işlemeli denim kumaşların ise hava geçirgenliği değerlerinin düşük olduğu gözlenmiştir. İşlem görmüş ve işlem görmemiş dokusuz tekstil örnekleri de test edilmiş, ancak bir katının nefes almayan LDPE (düşük yoğunluk poli etilen) film kaplı olması sebebiyle hava geçirgenliğinin ölçülemediği görülmüştür.

4.4.5. Kaplama Yapılmış Kumaşların Kalınlık Ölçümleri

MikroFDM ile kaplanmış denim-I, denim-II, pamuk gömleklik ve geri dönüşümlü PET dokusuz tekstil kumaş örneklerinin kaplama öncesi ve kaplama sonrası kumaş kalınlıkları Cloth Thickness Tester (R&B, James H. Heal & Co. Ltd.) cihazı ile ölçülmüştür. Sonuçlar Tablo 4.11'de verilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde, denim-I ve denim-II kumaşlarının kaplama işlemiyle daha yassı hale gelerek kumaş kalınlıklarının azalmış olduğu söylenebilir. Kaplama film kalınlığının pamuk gömleklik kumaşı ve geri dönüşümlü PET lifli dokusuz tekstil için sırasıyla 0.02 mm ve 0.38 mm olduğu belirlenmiştir.

Tablo 4.11. Kaplama Yapılmış Kumaşların Kalınlık Ölçümleri

Kumaş Adı	Kaplama Öncesi	MikroFDM Kaplama
	Ortalama Kumaş	Sonrası Ortalama Kumaş
	Kalınlığı (mm)	Kalınlığı (mm)
Denim-I	0.75	0.69
Denim-II	0.58	0.55
Pamuk Gömleklik	0.25	0.27
Geri dönüşümlü PET dokusuz tekstil	1.84	2.22

4.4.6. Kaplanmış Kumaşların Ağırlıkça Kaplama Oranları (Add-on%) ve MikroFDM Oranı Hesaplamaları

Kaplama ile kumaşlara yüklenen mikroFDM miktarı *Formül 6*'ya göre hesaplanmıştır. Bu hesaplamayı yapabilmek için kaplama yapılmış kumaş örneklerinin işlem öncesi ve

İşlem sonrası kumaş ağırlıkları ölçülmüş, kumaşa kaplanan miktar (%) (add-on %) belirlenmiştir (*Formül 5*). Sonuçlar, Tablo 4.12'de verilmiştir.

Ağırlıkça Kaplanan Miktar % (add-on %) = [(Kaplama Sonrası Kumaş Ağırlığı – Kaplama Öncesi Kumaş Ağırlığı) / Kaplama Öncesi Kumaş Ağırlığı] x 100 (*Formül 5*)
 Kumaş Üzerindeki Ağırlıkça mikroFDM Miktarı % = Ağırlıkça Kaplanan Miktar (%) x Reçetedeki mikroFDM Miktarı (%) (*Formül 6*)

Tablo 4.12. Ağırlıkça Kaplanan Miktar % (add-on %) ve MikroFDM Miktarları

Kumaş Adı (Reçete Kodu)	Ağırlıkça Kaplanan Miktar (%) (add-on %)	Reçetedeki mikroFDM Miktarı (%)	Kumaş Üzerindeki Ağırlıkça mikroFDM Miktarı (%)
Denim-I (KR1-MF mikroFDM)	6.0	15.6	0.94
Pamuk Gömleklik (KR1-MF/CO mikroFDM)	19.2	15.6	2.99
Denim-II (KR4-HMF/CO-OK mikroFDM)	3.7	12	0.44
Denim II (KR5-HMF/ CO-OK mikroFDM)	6.7	16.7	1.12
Denim-II (KR5-PGMA/CO-OK mikroFDM)	8.6	16.7	1.43
Denim-II (KR6-PGMA/CO-OK mikroFDM)	6.1	14.5	0.88
Dokusuz Tekstil (KR5-PGMA/CO-OK mikroFDM)	71.2	16.7	11.89
Dokusuz Tekstil (KR6-PGMA/CO-OK mikroFDM)	44.3	14.5	6.42
Geri Dönüşümlü Dokusuz Tekstil (KR5-HMF/CO-OK mikroFDM)	171	16.7	28.56

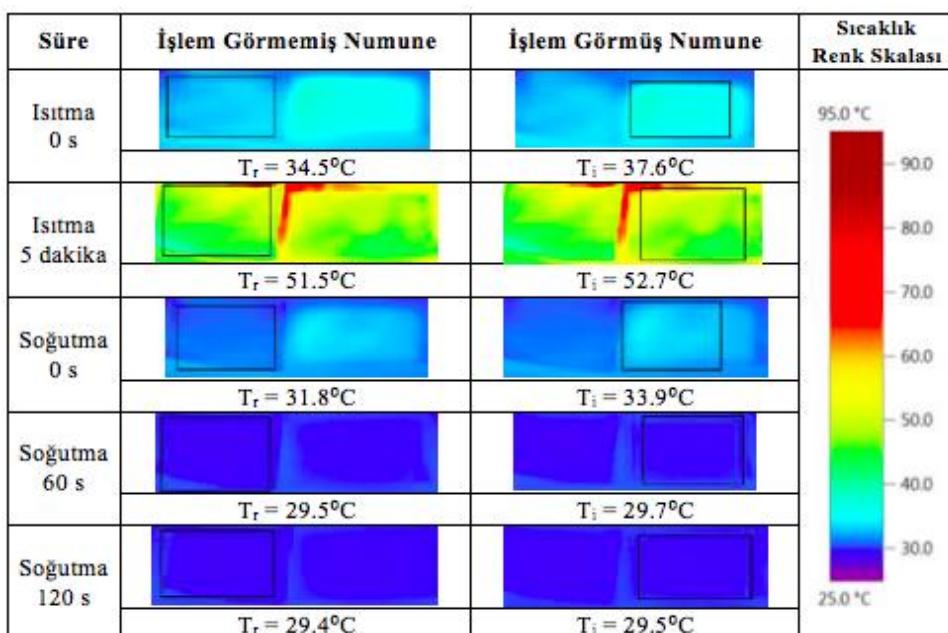
Sonuçlara göre kaplama yapılan dokuma kumaşlara ağırlıkça %0.44-2.99, dokusuz tekstillere ise, kumaşların hafif olmaları sebebiyle daha büyük oranda, %6.42-28.56 mikroFDM yüklemesi yapıldığı tespit edilmiştir.

4.4.7. Termografik Ölçümler

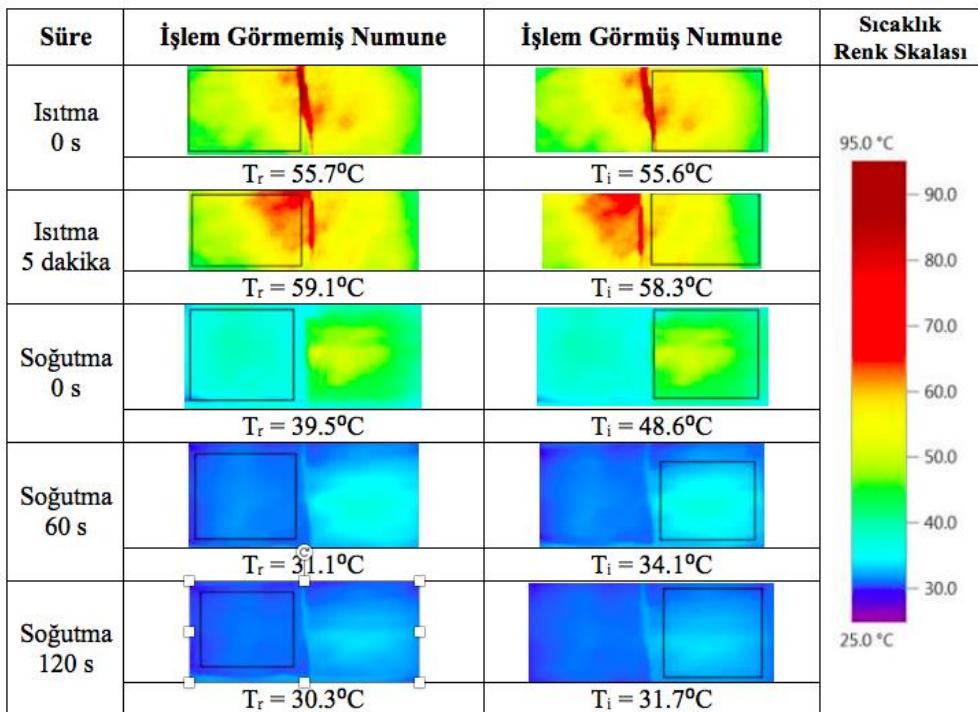
MikroFDM uygulanmış kumaş örneklerine Testo 885 Thermal Imager cihazı kullanılarak termografik sıcaklık ölçümleri yapılmıştır. Kumaş örnekleri sıcaklığı kontrol edilebilen, 50-70 °C sıcaklığtaki bir ısıtıcı üzerine yerleştirildikten sonra 5 dakika bekletilmiş, daha

sonra ısıtıcı üzerinden alınarak soğumaya bırakılmış; ısıtıcı üzerine yerleştirildiği andaki, ısıtıcı üzerinde 5 dakika bekletme sonrasında ve ısıtıcı üzerinden alındıktan sonraki ilk 0 s, 60 s ve 120 s'deki sıcaklıklarını görüntülenmiştir. T_r , işlem görmemiş referans kumaş üzerinde belirtilen seçili alandaki ortalama sıcaklığı; T_i , işlem görmüş kumaş üzerinde belirtilen seçili alandaki ortalama sıcaklığı temsil etmektedir. Termografik görüntüler ve sıcaklık ölçümleri Tablo 4.13-4.17'de verilmiştir. Ayrıca ticari ürün karşılaştırması yapmak amacıyla Rucotherm PCM 28 kimyasalının emdirme ile uygulandığı kumaş ile işlem görmemiş kumaşın termografik sıcaklıklarını görüntülenmiş, Tablo 4.18'de verilmiştir. Ortam sıcaklığı 28.5°C 'dir.

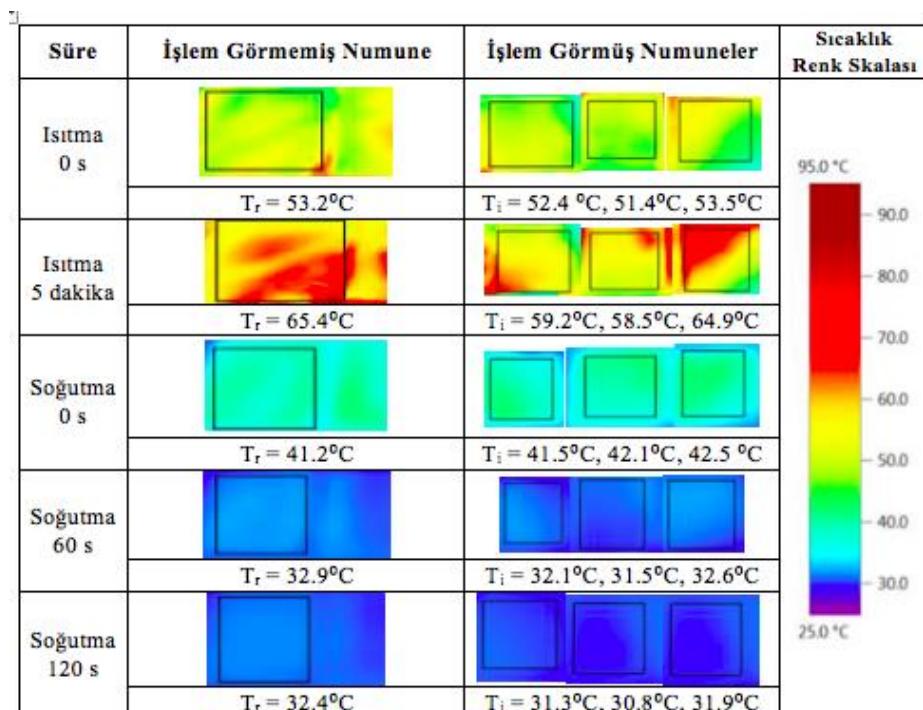
Tablo 4.13. Dokusuz tekstil referans kumaşı (sol tarafta) ve mikroFDM işlemi görmüş kompozit kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntülerı



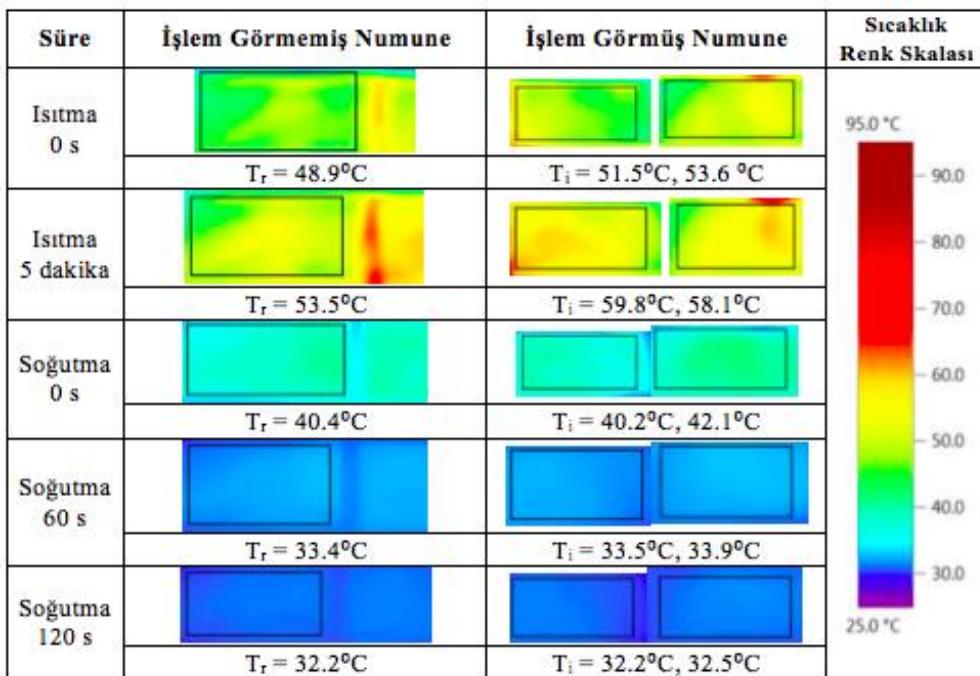
Tablo 4.14. Geri dönüşümlü dokusuz tekstil referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM işlemi görmüş kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntülerı



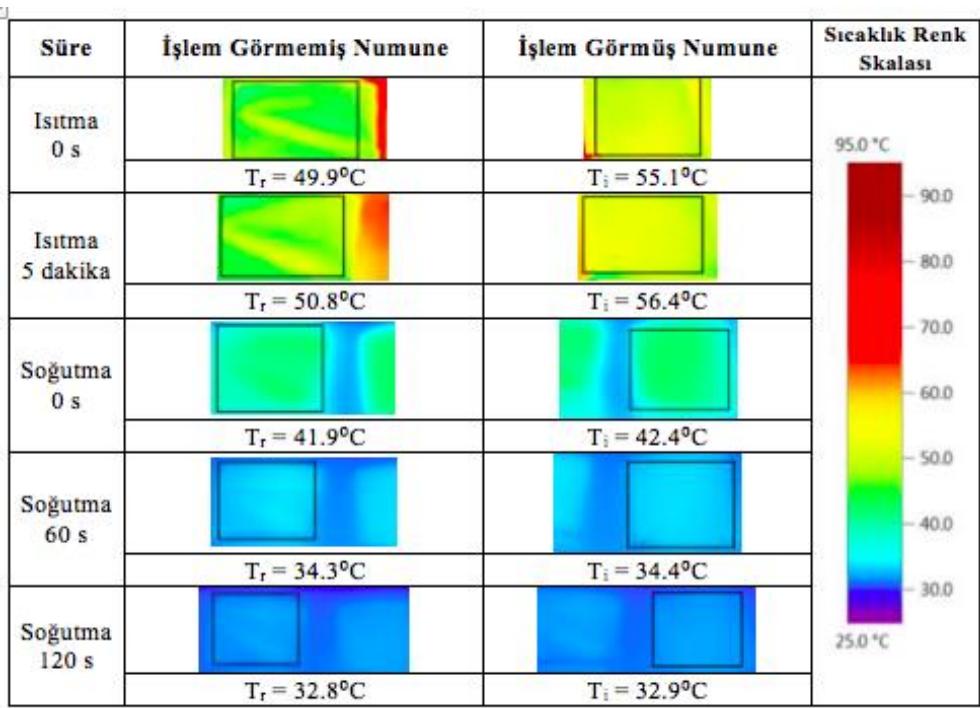
Tablo 4.15. Denim-II referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM kaplama işlemi görmüş kumaşların (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri



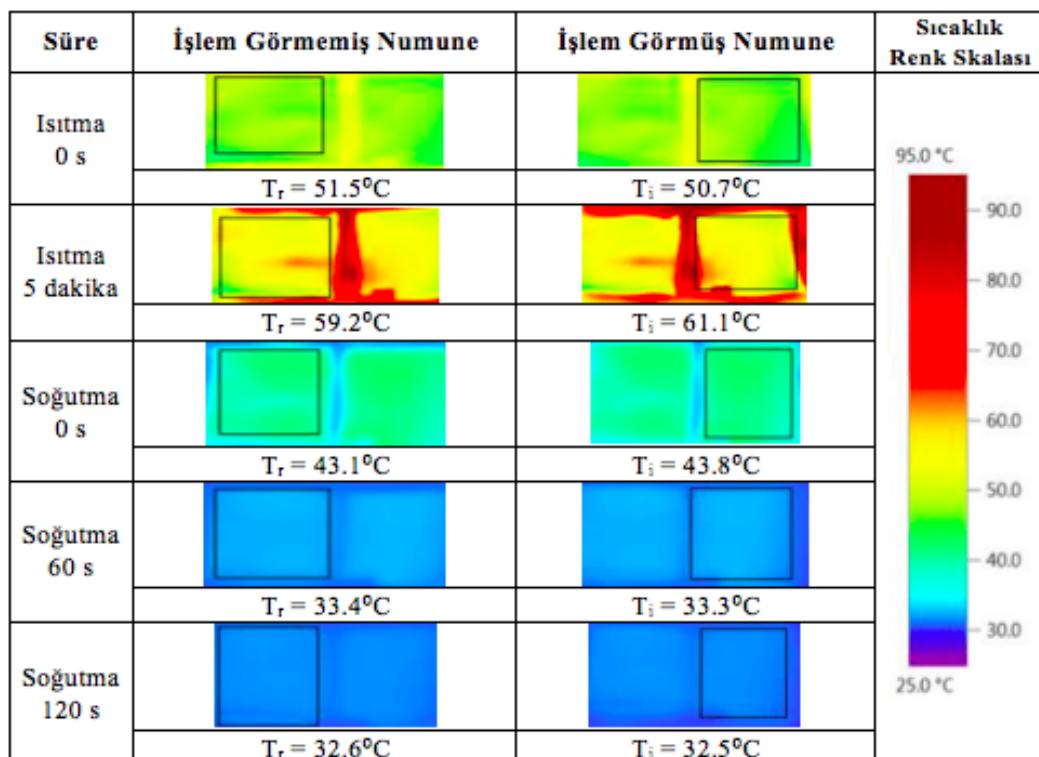
Tablo 4.16. Denim-II referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM emdirme işlemi görmüş kumaşların (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri



Tablo 4.17. Denim-II referans kumaş (sol tarafta) ve mikroFDM çektirme işlemi görmüş kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri



Tablo 4.18. Denim-I referans kumaş (sol tarafta) ve Rucotherm PCM 28 emdirme işlemi görmüş kumaşın (sağ tarafta) ısıtma ve soğutma sonrası termografik görüntüleri



Görunütülenen ortalama sıcaklık değerleri incelendiğinde, işlem görmemiş kumaşlara göre mikroFDM uygulanmış kumaşların ısınma sürecinde ısınıyı daha fazla absorbe ettiği ve soğuma sürecinde sıcaklıklarının daha yavaş düşüğü gözlenmiştir. İşlem görmüş kumaşların içerdikleri mikroFDM sebebiyle ısıl enerjiyi depoladıkları ve daha uzun süreyle tuttukları söylenebilir. Literatür incelendiğinde benzeri sonuçların bulunduğu görülmüştür [92,94].

5. SONUÇLAR

Faz değiştiren malzemeler, erime ve kristalizasyon faz geçisi sırasında yüksek ısı depolayan malzemelerdir. Bu özellikleriyle, çevre sıcaklığına göre faz değişimi sıcaklıklarında ısı absorbe ederek serinleme veya depoladığı ısını yayarak ısınma etkisi sağlarlar. Bu malzemeler inşaat-yapı, solar sistemler, elektroniklerin ısıl yönetimi, soğutma-iklimlendirme gibi farklı alanlarda kullanıldığı gibi uzay tekstilleri, ev tekstilleri, fonksiyonel dış giyim, koruyucu tekstil gibi akıllı tekstiller için de kullanılmaktadır. Faz değiştiren maddeler life veya kumaşa entegre edilerek ısıl düzenleme özelliği sağlanmaktadır. Erime ve kristalizasyon sırasında depolanan gizli ısı miktarları, ısıl düzenleme etkisi sağlamaktadır [19]. Faz değiştiren malzemelerin tekstilde kullanımı sınırlıdır ve yaygınlaşması için önemli fırsatlar bulunmaktadır. Malzeme ve uygulama yöntemleri konusunda araştırmalar devam etmektedir.

Tez çalışmasında, hindistan cevizi yağı ve hindistan cevizi yağı/n-oktadekan karışımının biyo-bazlı faz değiştiren malzeme olarak mikrokapsüllenerek dokuma kumaş ve dokusuz tekstillerde kullanımı araştırılmıştır. Çalışmada çekirdek FDM olarak organik hindistan cevizi yağı ve %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan karışımı kullanılmıştır. FDM'ler, kapsül duvarında çeşitli polimer maddeleri kullanılarak farklı enkapsülasyon yöntemleri ile mikrokapsüllenmiş ve yeni mikroFDM'ler sentezlenmiştir. Geliştirilen mikroFDM'ler selülozik denim ve gömleklik dokuma kumaşlarına kaplama, emdirmeye ve çekirme yöntemleriyle; polipropilen içerikli dokusuz tekstile kaplama ve kompozit işlemiyle; geri kazanılmış PET lifi dokusuz tekstile kaplama işlemiyle uygulanmıştır.

Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir:

1. DSC analizlerine göre, kullanılan organik hindistan cevizi yağı 21.1 °C erime pik sıcaklığında 107.5 J/g erime gizli ısısı, 1.3 °C kristalizasyon pik sıcaklığında 78.1 J/g kristalizasyon gizli ısısı göstermiştir. Tekstilde kullanım için serinleştirme amaçlı en etkili FDM'ler erime sıcaklığı 15-35 °C arasında olan FDM'lerdir [6].
2. %30 organik hindistan cevizi %70 n-oktadekan karışımı araştırılarak, daha yüksek erime ve kristalizasyon pik sıcaklıklarında, daha geniş bir sıcaklık aralığında ısıl enerji depolama sağlanmıştır. Karışımın, 29.4°C erime pik

sıcaklığında 175 J/g gizli ısı depoladığı, 20.2 °C pik kristalizasyon sıcaklığında 181.8 J/g gizli ısı yaydığı tespit edilmiştir. DSC analizinde, bu karışımın yaklaşık olarak 10-32 °C arasında erime, -4 ile 22 °C arasında kristalizasyon gösterdiği görülmüştür.

3. Çekirdekte organik hindistan cevizi yağı kullanılarak in-situ polimerizasyonu yöntemiyle MF/CO ve HMF/CO, süspansiyon polimerizasyonu yöntemiyle PMMA/CO, kompleks koaservasyon yöntemiyle NaAlg-Gel/CO mikroFDM'leri; çekirdeğinde %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan kullanılarak in-situ polimerizasyonu yöntemiyle HMF/CO-OK, emülsiyon polimerizasyonu yöntemiyle PGMA/CO-OK ve PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM'leri başarıyla üretilmiştir. Mikrokapsül oluşumları, kapsül duvarı polimerlerindeki fonksiyonel grup ve bağların FT-IR titreşimleri piklerine göre doğrulanmıştır. Mikrokapsül FT-IR ölçüm sonuçları literatür ile uyumludur [35,66,84,85,87,91].
4. DSC ve SEM analiz sonuçlarına göre, in-situ polimerizasyonu yöntemiyle üretilen MF/CO, HMF/CO ve HMF/CO-OK mikroFDM'lerinde %63.4-%76.2 enkapsülasyon oranları ve sırasıyla 22-39 µm, 2-6 µm, 3-9 µm boyutlarında homojen ve küresel mikrokapsüller elde edilmiştir. Kapsülasyonda, çekirdek maddenin yüksek hızda dispersiyonu ile daha küçük boyutta kapsül elde edildiği görülmüştür. DSC analizlerine göre, MF/CO ve HMF/CO mikroFDM'leri sırasıyla 22.1-22.8 °C erime pik sıcaklığında 81.9-72.9 J/g, HMF/CO-OK mikroFDM ile 28.1 °C pik erime sıcaklığında 111 J/g ısı enerji depolama sağlamıştır.
5. Süspansiyon polimerizasyonu ile üretilen PMMA/CO mikroFDM'lerde, DSC analizine göre %36.4 enkapsülasyon oranı ve 21.5 °C erime pik sıcaklığında 39.1 J/g gizli ısı depolama kapasitesi elde edilmiştir. SEM analizlerinde mikrokapsüllerin küresel olmadığı, yaklaşık 393-839 µm boyutunda olduğu görülmüştür. MF duvarlı kapsülasyonlara göre elde edilen enkapsülasyon oranı düşüktür; bu sonuca göre kapsüldeki çekirdek oranının daha düşük ve kapsül duvarının daha kalın olduğu söylenebilir. Aynı yöntemle üretilen PHEMA/CO mikroFDM'sinde 22.8 °C erime pik sıcaklığında 14 J/g ısı depolama kapasitesi elde edilmiştir. Bu mikroFDM'nin düşük ısı depolama

kapasitesi, düşük enkapsülasyon oranı, hidrojel formu sebebiyle ileri çalışmaları ve kumaş uygulaması yapılmamıştır.

6. Emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen PGMA/CO-OK mikroFDM'si DSC sonuçlarına göre $27.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ erime pik sıcaklığında 75.8 J/g erime entalpisi göstermiştir. %43.3 enkapsülasyon oranı elde edilmiştir. SEM analizlerinde, $1\text{-}3\text{ }\mu\text{m}$ boyutunda homojen ve küresel kapsüllerin oluşmuş olduğu görülmüştür. Isıl depolamanın yanı sıra antibakteriyellik özelliği kazandırılması amaçlanan ve çekirdek maddenin ağırlıkça %20'si oranında gümüş nano partikül çözeltisinden [81] kullanılarak üretilen PGMA/CO-OK-Ag mikrokapsülü, $28.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 69.7 J/g erime entalpisi göstermiştir. %39.8 enkapsülasyon oranı sağlanmıştır. 400-600 nm büyüğünde homojen ve küresel mikrokapsüller elde edilmiştir. Çalışılan tüm mikrokapsülasyonlar içinde en küçük boyutta elde edilen mikroFDM olmuştur. AATCC 147 yöntemine göre yapılan teste antibakteriyel özelliğin sağlanmadığı görülmüştür. Ancak kullanılan gümüş nano partikül miktarının artırılmasıyla bu özelliğin kazandırılması üzerinde daha ileri çalışma yürütülebilir.
7. Kompleks koaservasyon yöntemiyle geliştirilen, çekirdeğinde organik hindistan cevizi yağı ve duvarında biyo-bazlı sodyum alginat-jelatin koaservati bulunduran NaAlg-Gel/CO mikroFDM'si, DSC sonuçlarına göre, $23.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ erime pik sıcaklığında 80.4 J/g erime gizli ısısı göstermiştir. %74.8 ile yüksek bir enkapsülasyon oranı sağlanmıştır. SEM analizinde, küresel $7\text{-}22\text{ }\mu\text{m}$ boyutunda mikrokapsüller gözlenmiştir. Kapsülasyon başarılıdır, renkli bir kapsül eldesi sağlandığından kumaş uygulaması yürütülmemiştir.
8. İn-situ, emülsiyon ve süspansiyon yöntemleriyle geliştirilen mikrokapsüller içinde en yüksek enkapsülasyon oranı MF ve HMF duvarlı mikrokapsüllerde sağlanmıştır; akrilat bazlı kapsül duvarlarına göre daha ince duvar oluşumları sağlandığı sonucuna varılmıştır.
9. Çekirdeğinde %100 organik hindistan cevizi yağı bulunan mikroFDM'lerin $0.1\text{-}1.4\text{ }^{\circ}\text{C}$ pik sıcaklığında $2\text{-}17.8\text{ J/g}$ ve çekirdeğinde %30 organik hindistan cevizi yağı %70 n-oktadekan bulunduran mikroFDM'lerin $15.6\text{-}19.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ pik sıcaklığında $60.7\text{-}107.7\text{ J/g}$ kristalizasyon gizli ısısı gösterdiği görülmüştür. Organik hindistan cevizi yağıının kristalizasyon entalpisinin kapsülasyon

sonrası önemli miktarda düşüğü gözlenmiştir.

10. Isıl enerji depolama kapasitesi, mikrokapsül boyut, dağılım ve rengi dikkate alınarak MF/CO, PMMA/CO, HMF/CO, HMF/CO-OK, PGMA/CO-OK, PGMA/CO-OK-Ag mikroFDM'lerinin kumaş uygulamaları yapılmıştır.
11. DSC, tekstillerin isıl depolama ve yayma kapasitelerini test etmede en yaygın kullanılan ölçme yöntemidir [4]. DSC sonuçları, MF/CO ve PMMA/CO mikroFDM kaplama (KR1) uygulamasının denim-I kumaşı ve pamuk gömleklik kumaşlarına 21.3-22.7 °C pik erime sıcaklıklarında 6.7-14.9 J/g erime gizli ısısı kazandırdığını, aynı zamanda MF/CO ve PMMA/CO mikroFDM uygulama yapılmış kumaşların erime entalpilerini şiddetli koşullarda yıkama sonrasında, sırasıyla, %25-60'ı ile %30-39'unu koruduğunu göstermiştir. Bu sonuçlar, organik hindistan cevizi yağıının doğal bir FDM kaynağı olarak isıl düzenleme özelliğini kazandırmak üzere selülozik kumaşlar için kullanılabileceğini göstermiştir. Literatür ile karşılaşıldığında, işlem görmüş kumaşların isıl enerji depolama değerlerinin yüksek düzeyde olduğu görülmüştür [36,58,77,78,80].
12. HMF/CO-OK ile PGMA/CO-OK mikroFDM'lerinin kaplama, emdirme ve çekirme kumaş uygulamalarına ait DSC ölçümlerinde, uygulama yapılan kumaşların ağırlıkla 24-26 °C erime pik sıcaklığında, 1-3.5 J/g gizli ısı depoladığı görülmüş ve kristalizasyon gizli ısısı göstermediği gözlenmiştir. Isıl düzenleme özellikli ticari kumaş ve kimyasal uygulamasına ait DSC analizi yapılmış ve 20.6-28.4 °C erime pik sıcaklığında 0.5-3.3 J/g gizli ısı depoladıkları tespit edilmiştir. MikroFDM kumaş uygulamalarına ait erime entalpi sonuçlarının ticari ürün ve uygulamalarının ısı depolama sonuçları ile benzer olduğu görülmüştür.
13. DSC ve SEM analizlerine göre mikroFDM'nin kumaş yüzeyine fiksajında ve isıl enerji depolama özelliğinin kazandırılmasında kaplama yöntemiyle daha iyi sonuçlar alınabildiği görülmüştür. Kumaştaki görsel ve tutumdaki etkiye bakıldığından ise emdirme uygulamasının daha iyi olduğu gözlenmiştir. Emdirme reçetelerinde 30-50 g/L mikroFDM uygulanmıştır. Elyaf ağırlığı üzerinden %50-%100-%200 oranında yapılan mikroFDM çekirme işlemlerinde %200 çekirme ile gizli ısı depolama sağlanmış, daha düşük

oranlarda yapılan işlemlerde, uygulanan deney koşullarında, ısı depolamanın sağlanamadığı görülmüştür. Emdirme ve çekirme çözeltilerinde mikrokapsül konsantrasyonu arttırıldığında, yüksek konsantrasyonda mikrokapsülü stabil olarak disperse edebilmek yaşanılan temel zorluk olmuştur.

14. Kaplama yapılan dokuma kumaşlara ağırlıkça %0.44-2.99, dokusuz tekstillere ise %6.42-28.56 mikroFDM yüklemesi yapıldığı tespit edilmiştir.
15. Kompozit çalışmasında, dokusuz tekstil kumaşına yüksek oranda mikroFDM yükleyebilmek ve ıslı düzenleme özelliği kazandırabilmek amaçlanmıştır. Bunun için, çekirdeğinde organik hindistan cevizi yağı içeren HMF/CO mikroFDM çift kat kumaşın tek kat dokusuz yüzeyine kaplama ile iki farklı konsantrasyonda uygulanmış, kaplanmış yüzeyler sandviç teknigiyle kumaşın çift katı içine hapsedilerek sıcaklık ve baskı ile kompozit haline getirilmiştir. Isı depolama kapasitesine sahip yeni bir malzeme geliştirilmiştir. DSC ölçüm sonuçları, geliştirilen kompozit kumaşların 1:5 ve 1.5:5 (ağırlıkça mikroFDM: kaplama patı) kaplama oranları ile sırasıyla 22.4-21.6 °C erime pik sıcaklığında 8.4-11.4 J/g erime gizli ısısı kazandırdığını ortaya koymuştur. Elde edilen entalpi değerlerinin literatürde yer alan FDM kumaş uygulamaları değerlerine göre yüksek olduğu görülmüştür [36,58,77,78,80]. Bu çalışma, dokusuz tekstillere yüksek oranda FDM entegre edebilmek üzere kompozit işlemini yeni bir yöntem olarak önermektedir.
16. HMF/CO-OK mikroFDM uygulanmış % 100 geri kazanılmış PET polyester liflerinden üretilen geri dönüşümlü dokusuz tekstil kumaşının DSC ölçümleri, kumaşın 27.4 °C erime pik sıcaklığında 30.9 J/g ve 20.4 °C kristalizasyon pik sıcaklığında 17.4 J/g gizli ısı entalpisine sahip olduğunu göstermiştir. En yüksek ıslı enerji depolama bu çalışmada elde edilmiştir. Geri dönüşümlü bir kumaşa ıslı düzenleme özelliğinin kazandırılması sürdürülebilir tekstil açısından ayrı bir katma değer yaratmaktadır. Böyle bir malzemenin ev tekstili, otomotiv tekstili ve jeotekstiller gibi farklı alanlarda ıslı enerji depolama ve ıslı düzenleme amacıyla destek veya dolgu malzemesi olarak kullanımı mümkün olabilir.
17. MikroFDM uygulanmış ve uygulanmamış kumaş örneklerine termografik sıcaklık ölçümleri yapılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde, işlem görmemiş

kumaşlara göre mikroFDM uygulanmış kumaşların, içerdikleri FDM sebebiyle ısınma sürecinde ısıyı daha fazla absorbe ettiği ve depoladığı; soğuma sürecinde sıcaklıklarının daha yavaş düşüğü gözlenmiştir. Literatür incelediğinde benzeri bulguların elde edildiği görülmüştür [92,94].

18. MikroFDM işlemlerinin dokuma kumaş yırtılma mukavemetine etkisini değerlendirmek amacıyla, işlem görmemiş referans kumaş, mikroFDM içermeyen ve mikroFDM içeren emdirme ve kaplama işlemeli kumaş örneklerinin ASTM D1424-96'ya göre atkı yırtılma mukavemetleri test edilmiştir. Sonuçlar, mikroFDM içermeyen emdirme ve kaplama işlemlerinin, referans kumaş değerlerine göre atkı yırtılma mukavemetini sırasıyla %11.9 ve %19.6 düşürtüğünü göstermiştir. Ayrıca, mikroFDM işlemeli örnek kumaşların mikroFDM içermeyen işlemeli kumaşların atkı yırtılma mukavemetini %0-1.9 düşürtmiş olduğu ve mikroFDM ilavesinin yırtılma mukavemetine önemli bir tesiri olmadığı görülmüştür. Dokusuz tekstil kompozit kumaşında işlem öncesi ve sonrası mukavemet testi yapılmış, işlem sonrası kumaşa CD yönünde (makine karşı yönünde) %17.6 mukavemet kaybı belirlenmiştir.
19. MikroFDM uygulamalarının hava geçirgenliği özelliğine etkisini değerlendirmek amacıyla işlem görmemiş ve işlem görmüş kumaş örneklerinin hava geçirgenlikleri TS 391 EN ISO 9237'ye göre test edilmiştir. Sonuçlar, mikroFDM içermeyen emdirme işleminin hava geçirgenliğini denim ve pamuk gömleklik kumaşlarda işlem görmemiş referans kumaş değerlerine göre sırasıyla %13-16.3 ve %3.6 düşürtüğünü göstermiştir. MikroFDM içeren emdirme işleminin mikroFDM içermeyen kumaş değerlerine göre hava geçirgenliğini denim ve pamuk gömleklik kumaşlarında sırasıyla %4.6-17.4 ve %15.4 düşürtüğü belirlenmiştir. MikroFDM içeren ve içermeyen kaplama işlemeli denim kumaşların ise hava geçirgenliği değerlerinin düşük olduğu gözlenmiştir. İşlem görmüş ve işlem görmemiş dokusuz tekstil örnekleri de test edilmiş, ancak bir katının nefes almayan LDPE (düşük yoğunluk poli etilen) film kaplı olması sebebiyle hava geçirgenliğinin ölçülemediği görülmüştür.
20. Organik hindistan cevizi yağı ve organik hindistan cevizi yağı / n-oktadekan

karışımı çekirdek FDM'lerinin mikrokapsüllenerek selülozik dokuma kumaşlara, polipropilen içerikli dokusuz tekstil ve geri kazanılmış PET polyester lifli dokusuz tekstile yapılan uygulamaları ısıl düzenleme özelliği kazandırmada başarılı sonuçlar vermiştir. Yapılan tez çalışması, doğal ve sürdürülebilir bir FDM kaynağı olarak organik hindistan cevizi yağıının tekstile ısıl düzenleme amacıyla kullanımının önemli ölçüde potansiyeli olduğunu göstermektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Tao, X. (2001) Smart Fibres, Fabrics and Clothing, Woodhead Publishing Limited, UK.
- [2] Mattila, H. R. (2006) Intelligent Textiles and Clothing, Woodhead Publishing Limited, UK.
- [3] Tang, S. L. P., Stylios, G. K. (2006) An overview of smart technologies for clothing design and engineering. International Journal of Clothing Science and Technology, 18(2), 108-128.
- [4] Onofrei, E., Rocha, A. M., Catarino, A. (2010) Textiles integrating PCMs- A review. Buletinul Institutului Politehnic Din Iași, Fasc 2.
- [5] Hale, D. V., Hoover, M. J., O'Neill, M. J. (1971) Phase Change Materials Handbook, NASA Contractor Report, Alabama, USA.
- [6] Mondal, S. (2008) Phase change materials for smart textiles-An overview. Applied Thermal Engineering, 28, 1536-1550.
- [7] Fleischer, A. S. (2015) Thermal Energy Storage Using Phase Change Materials Fundamentals and Applications, Springer International Publishing AG.
- [8] Bryant, Y.G., Colvin, D. P. (1988) Fiber with reversible enhanced thermal storage properties and fabrics made therefrom. US Patent 4756958A.
- [9] Bryant, Y.G., Colvin, D. P. (1994) Fabric with reversible enhanced thermal properties. US Patent 5366801.
- [10] Zuckerman, J. L., Pushaw, R. J., Perry, B. T., Wyner, D. M. (2003) Fabric coating containing energy absorbing phase change material and method of manufacturing same. US Patent 6660667B2.
- [11] Gomes, J. I. N. R., Vieira, R. M. M. V., Barros, S. M. P. C. (2008) Microcapsules with functional reactive groups for binding to fibres and process of application and fixation. US Patent 20080193761 A1.
- [12] Hartmann, M. H., Worley, J. B., North, M. (2016) Cellulosic fibres having enhanced reversible thermal properties and methods of forming thereof. US Patent 9434869B2.
- [13] Outlast Technologies LLC, <http://www.outlast.com/en/applications/>, 17 Mayıs 2020.
- [14] Scott, R. A. (2005) Textiles for Protection, Woodhead Publishing Limited, UK.

- [15] Kuru, A., Alay Aksoy, S. (2012) Faz değiştiren maddeler ve tekstil uygulamaları, *Tekstil ve Mühendis*, 19(86), 41-48.
- [16] Zhou, D., Zhao, C. Y., Tian, Y. (2012) Review on thermal energy storage with phase change materials (PCMs) in building applications. *Applied Energy*, 92, 593-605.
- [17] Giro-Paloma, J., Martinez, M., Cabeza, L., Fernandez, AI. (2016) Types, methods, techniques and applications for microencapsulated phase change materials (MPCM): a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 53, 1059–1075.
- [18] Vigo, T. L., Frost, C. M. (1989) Temperature-adaptable textile fibres and method of preparing same. US Patent 4871615A.
- [19] Iqbal, K., Khan, A., Sun, D., Ashraf, M., Rehman, A., Safdar, F., Basit, A., Maqsood H. S. (2019) Phase change materials, their synthesis and application in textiles- A review. *The Journal of The Textile Institute*, 110, 625-638.
- [20] 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*, 18(3-4), 201-216.
- [21] Yuan, Y., Zhang, N., Tao, W., Cao, X., He, Y. (2014) Fatty acids as phase change materials: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 29, 482-498.
- [22] Marina, A. M., Che, Man, Y. B., Nazimah, S. A. H., Amin, I. (2009) Chemical properties of virgin coconut oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 86, 301-307.
- [23] Silalahi, A.O., Sukmawati, N., Sutjahja, I.M., Kurnia, D., Wonorahardjo, S. (2017) Thermophysical parameters of organic PCM coconut oil from T-history method and its potential as thermal energy storage in Indonesia. *IOP Conference Series: Material Science and Engineering*, 214, 012034.
- [24] Wi, S., Seo, J., Jeong, S., Chang, S.J., Kang, Y., Kim, S. (2015) Thermal properties of shape-stabilized phase change materials using fatty acid ester and exfoliated graphite nanoplatelets for saving energy in buildings. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 143, 168-173.
- [25] Nemeth, B., Nemeth, A. S., Ujhidy, A., Toth, J., Trif, L., Gyenis, J., Feczko, T. (2018) Fully bio-originated latent heat storing calcium alginate microcapsules with high coconut oil loading. *Solar Energy*, 170, 314-322.
- [26] Udangawa, W. M. R. N., Willard, C. F., Mancinelli, C., Chapman, C., Linhardt, R.

- J., Simmons, T.J. (2019) Coconut oil-cellulose beaded microfibers by coaxial electrospinning: An Eco-model system to study thermoregulation of confined phase change materials. *Cellulose*, 26, 1855-1868.
- [27] Thaib, R., Amin, M., Umar, H. (2019) Thermal properties of beef tallow /coconut oil bio pcm using T-history method for wall building applications. *European Journal of Engineering Research and Science*, 4 (11).
- [28] Oro, E., Gracia, A., Castell, A., Farid, M. M., Cabeza, L. F. (2012) Review on phase change materials (PCMs) for cold thermal energy storage applications. *Applied Energy*, 99, 513-533.
- [29] Sarier, N., Önder, E. (2012) Organic phase change materials and their textile applications-An overview. *Thermochimica Acta*, 540, 7-60.
- [30] Jamekhorshid, A., Sadrameli, SM., Farid, M. (2014) A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 31, 531–542.
- [31] Önder, E., Sarier, N., Çimen, E. (2008) Encapsulation of phase change materials by complex coacervation to improve thermal performances of woven fabrics. *Thermochimica Acta*, 467, 63-72.
- [32] Bayes-Garcia, L., Ventola, L., Cordobilla, L., Benages, R., Calvet, T., Cuevas-Diarte, M. A. (2010) Phase change materials (PCM) microcapsules with different Shell compositions: Preparation, characterization and thermal stability. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 94, 1235-1240.
- [33] Zhang, H., Wang, X., Wu, D. (2010) Silica encapsulation of n- octadecane via sol-gel process: a novel microencapsulated phase change material with enhanced thermal conductivity and performance. *Journal of Colloid Interface Science*, 343, 246–255.
- [34] Chen, Z., Cao, L., Fang, G., Shan, F. (2013) Synthesis and characterization of microencapsulated parrafin microcapsules as shape-stabilized thermal energy storage materials. *Nanoscale and Microscale Thermophysical Engineering*, 17(2), 112-123.
- [35] 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: Physicochemical and Engineering Aspects*, 332, 129-138.
- [36] Karthikeyan, M., Ramachandran, T., Shanmuga Sundaram, O. L. (2014) Synthesis,

characterization, and development of thermally enhanced cotton fabric using nanoencapsulated phase change materials containing paraffin wax. *The Journal of the Textile Institute*, 105(12), 1279-1286.

- [37] Salaün, F., Devaux, E., Bourbigot, S., Rumeau, P. (2010) Development of phase change materials in clothing Part I: Formulation of microencapsulated phase change. *Textile Research Journal*, 80(3), 195-205.
- [38] Alshannaq, R., Farid, M. M., Al-Muhtaseb, S.A., Kurdi, J. (2015) Emulsion stability and cross-linking of PMMA microcapsules containing phase change materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 132, 311-318.
- [39] Salaün, F. (2011) The manufacture of microencapsulated thermal energy storage compounds suitable for smart textile. *Developments in Heat Transfer*, InTech. <https://www.intechopen.com/books/developments-in-heat-transfer/the-manufacture-of-microencapsulated-thermal-energy-storage-compounds-suitable-for-smart-textile>, 18 Mayıs 2020.
- [40] Wei, J., Li, Z., Liu, L., Liu, X. (2013) Preparation and characterization of novel polyamide paraffin MEPCM by interfacial polymerization technique. *Journal of Applied Polymer Science*, 127, 4588-4593.
- [41] Alay, S., Göde, F., Alkan, C. (2011) Synthesis and thermal properties of poly (n-butyl acrylate)/n-hexadecane microcapsules using different cross-linkers and their application to textile fabrics. *Journal of Applied Polymer Science*, 120, 2821-2829.
- [42] Sarı, A., Alkan, C., Kahraman Döğüşçü, D., Kızıl, Ç. (2015) Micro/nano encapsulated n-tetracosane and n-octadecane eutectic mixture with polystyrene shell for low temperature latent heat thermal energy storage applications. *Solar Energy*, 115, 195-203.
- [43] Alkan, C., Alay Aksoy, S., Altun Anayurt, R. (2015) Synthesis of poly (methyl methacrylate-co-acrylic acid)/n-eicosane microcapsules for thermal comfort in textiles. *Textile Research Journal*, 85(19), 2051–2058.
- [44] Qiu, X., Li, W., Song, G., Chu, X., Tang, G. (2012) Microencapsulated n-octadecane with different methyl methacrylate-based copolymer shells as phase change materials for thermal energy storage. *Energy*, 46, 188–199.
- [45] Salyer, I. O. (1999) Phase change materials incorporated throughout the structure of polymer fibres. US Patent 5885475.

- [46] Vigo, T. L., Frost, C. M. (1983) Temperature adaptable hollow fibres containing polyethylene glycols. *Journal of Coated Fabrics*, 12(4), 243-254.
- [47] Zhang, X. X., Wang, X. C., Tao, X. M., Yick, K. L. (2005) Energy storage polymer/microPCMs blended chips and thermo-regulated fibres. *Journal of Materials Science*, 40, 3729-3734.
- [48] Pause, B. (2003) Nonwoven protective garments with thermo-regulating properties. *Journal of Industrial Textiles*, 33(2).
- [49] Kuru, A., Alay Aksoy, S. (2014) Cellulose–PEG grafts from cotton waste in thermo-regulating textiles. *Textile Research Journal*, 84(4), 337-346.
- [50] Zhang, L., Guo, J., You, X., Liu, Y., Yang, L., Zhang, B., Zhang, S., Gong, Y. (2016) Preparation and properties of P(AN-co-AM)-g-MAPEG phase-change nanofibers. *High Performance Polymers*, 28(2), 231-238.
- [51] Ke, H., Li, Y. (2016) A series of electrospun fatty acid ester/ polyacrylonitrile phase change composite nanofibers as novel form-stable phase change materials for storage and retrieval of thermal energy. *Textile Research Journal*, 87(19).
- [52] Khalil, E. (2015) Application of phase change materials in textiles: A review. *International Journal of Research and Review*, 2(5).
- [53] Shin, Y., Yoo, D., Son, K. (2005) Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). II. Preparation and application of PCM microcapsules. *Journal of Applied Polymer Science*, 96, 2005-2010.
- [54] Nejman, A., Goetzendorf-Grabowska, B. (2013) Heat balance of textile materials modified with the mixtures of PCM. *Thermochimica Acta*, 569, 144–150.
- [55] Bartkowiak, G., Dabrowska, A., Marszalek, A. (2013) Analysis of thermoregulation properties of PCM garments on the basis of ergonomic tests. *Textile Research Journal*, 83(2), 148-159.
- [56] Hagman, S. (2016) The Application of Microencapsulated Biobased Phase Change Material on Textile. Thesis for the Degree of Master in Science, Swedish School of Textile.
- [57] Bonet, M. A., Capablanca, L., Monllor, P., Diaz, P., Montava, I. (2012) Stuying bath exhaustion as a method to apply microcapsules on fabrics. *Textile Research Journal*
- [58] Doba Kadem, F., Saraç, E. G. (2017) An experimental application on denim garment

to give thermal regulation property. *The Journal of the Textile Institute*, 108, No.3: 353-360.

- [59] Borreguero, A. M., Talavera, B., Rodriguez, J. F., Valverde, J. L., Gonzales, J. L., Carmona, M. (2013) Enhancing the thermal comfort of fabrics for the footwear industry. *Textile Research Journal*, 83(16), 1754-1763.
- [60] Khosrojerdi, M., Mortazavi, S. M. (2014) Improving thermal properties of n-nonadecane/expanded dolomite composite phase change material for thermo-regulating textiles. *Journal of Thermal Science and Engineering Applications*, 6, 041014.
- [61] Gök, Ö., Alkan, C., Konuklu, Y. (2019) Developing a poly(ethylene glycol)/cellulose phase change reactive composite for cooling application. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 191, 345-349.
- [62] Akgünoğlu, B., Özkaralar, S., Kaplan, S., Alay Aksoy, S. (2018) Faz değiştiren madde (FDM) içerikli mikrokapsül uygulanmış fonksiyonel çorapların konfor performanslarının incelenmesi, 25(111), 225-233.
- [63] Konuklu, Y., Unal, M., Paksoy, H. (2014) Microencapsulation of caprylic acid with different wall materials as phase change material for thermal energy storage. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 120, 536-542.
- [64] Konuklu, Y., Paksoy, H., Unal, M., Konuklu, S. (2014) Microencapsulation of a fatty acid with poly (melamine-urea-formaldehyde). *Energy Conversion and Management*, 80, 382-390.
- [65] Alic, B., Sebenik, U., Krajnc, M. (2012) Microencapsulation of butyl stearate with melamine-formaldehyde resin: Effect of decreasing the pH value on the composition and thermal stability of microcapsules. *eXPRESS Polymer Letters*, 6, No.10, 826-836.
- [66] Zhu, K., Qi, H., Wang, S., Zhou, J., Zhao, Y., Su, J., Yuan, X. (2012) Preparation and characterization of melamine-formaldehyde resin micro and nanocapsules filled with n-dodecane. *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 51, 1976-1990.
- [67] ISO 105-C06: 2010 (2010) Textiles: tests for colour fastness— part C06: colour fastness to domestic and commercial laundering. The International Organization for Standardization (ISO), Geneva.

- [68]AATCC Test Method 61-2013 (2013) Colorfastness to laundering, home and commercial: accelerated. American Association of Textile Chemists and Colorists Technical Manual.
- [69]Bakry, A. M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M.Y., Mousa, A., Liang, L. (2016) Microencapsulation of oils: A comprehensive review of benefits, techniques and applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15, 143-182.
- [70]Khorasani, N. S., Ataei, S., Neisiany, R. E. (2017) Microencapsulation of a coconut oil-based alkyd resin into poly(melamine-urea-formaldehyde) as shell for self-healing purposes. *Progress in Organic Coatings*, 111, 99-106.
- [71]Hee, Y. Y., Tan, C. P., Rahman, R. A., Noranizan, M.A., Lai, W. T., Chong, G. H. (2015) Influence of different wall materials on the microencapsulation of virgin coconut oil by spray drying. *International Journal of Food Engineering*, 11(1), 61-69.
- [72]Hee, Y. Y., Tan, C P., Rahman, R. A., Noranizan, M., Smith Jr., R. L., Chong, G. H. (2017) Production of virgin coconut oil microcapsules from oil-in-water emulsion with supercritical carbon dioxide spray drying. *The Journal of Supercritical Fluids*, 130, 118-124.
- [73]Fashandi, M., Leung, S. N. (2017) Preparation and characterization of 100% bio-based polylactic acid/palmitic acid microcapsules for thermal energy storage. *Materials for Renewable and Sustainable Energy*, 6, 14.
- [74]Irani F, Ranjbar Z, Moradian S, Jannesari, A. (2017) Microencapsulation of n-heptadecane phase change material with starch shell. *Progress in Organic Coatings*, 113, 31-38.
- [75]Roy, C. J., Ferri, A., Giraud, S., Jinping, G., Salaün, F. (2018) Chitosan-carboxymethylcellulose-based polyelectrolyte complexation and microcapsule shell formulation. *International Journal of Molecular Sciences*, 19, 2521.
- [76]Karthikeyan, M., Ramachandran, T., Shanmuga Sundaram, O. L. (2014a) Nanoencapsulated phase change materials based on polyethylene glycol for creating thermoregulating cotton. *The Journal of Industrial Textiles*, 44 (1), 130-146.
- [77]Shin, Y., Son, K., Yoo, DI. (2010) Development of natural dyed textiles with thermo-regulating properties. *Thermochimica Acta*, 511, 1–7.
- [78]Kim, J., Cho, G. (2002) Thermal storage/release, durability, and temperature sensing

- properties of thermostatic fabrics treated octadecane-containing microcapsules. *Textile Research Journal*, 72(12), 1093–1098.
- [79] Hassabo, A.G. (2014) New approaches to improving thermal regulating property of cellulosic fabric. *Carbohydrate Polymers*, 101, 912–919.
- [80] Chung, H., Cho, G. (2004) Thermal properties and physiological responses of vapor-permeable water-repellent fabrics treated with microcapsule-containing PCMs. *Textile Research Journal*, 74(7), 571–575.
- [81] Toker, R.D., Kayaman-Apohan, N., Kahraman, M. V. (2013) UV-curable nano-silver containing polyurethane based organic–inorganic hybrid coatings. *Progress in Organic Coatings*, 76, 1243-1250.
- [82] Lee, H. Y., Lee, S. J., Cheong, I. W., Kim, J. H. (2002) Microencapsulation of fragrant oil via in situ polymerization: effects of pH and melamine-formaldehyde molar ratio. *Journal of Microencapsulation*, 19, No.5, 559-569.
- [83] Ahangaran, F., Navarchian, A.H., Picchioni, F. (2019) Material encapsulation in poly (methyl methacrylate) shell: a review. *Journal of Applied Polymer Science*, <https://doi.org/10.1002/app.48039>.
- [84] Safa, K. D., Nasirtabrizi, M. H., Tofangdarzadeh, S. (2008) Synthesis and characterization of glycidyl methacrylate polymers containing tris(trimethylsilyl) methyl groups. *Iranian Polymer Journal*, 17(1), 39-47.
- [85] Bakhshi, H., Zohuriaan-Mehr, M. J., Bouendi, H., Kabiri, K. (2009) Spectral and chemical determination of copolymer composition of poly(butyl acrylate-co-glycidyl methacrylate) from emulsion polymerization. *Polymer Testing*, 28, 730-736.
- [86] Öner E., Sarac E.G., Kahraman M.V. (2019) A study on developing thermo-regulating denim fabric by integrating of microencapsulated phase change material using exhaustion method. *Annals of the University of Oradea Fascicle of Textiles, Leatherwork*, 357, 89-94, <http://textile.webhost.uoradea.ro/Annals/Volumes.html>.
- [87] Nemeth, B., Nemeth, A. S., Ujhidy, A., Toth, J., Trif, L., Jankovics, H., Kriszt, B., Dobolyi, C., May, Z., Gyenis, J., Feczko, T. (2020) Antimicrobial functionalization of Ca alginate-coconut oil latent heat storing microcapsules by Ag nanoparticles. *International Journal of Energy Research*, 1-17.
- [88] Jain, V., Juikar, V. (2020) Fabrication of phase change material functionalized regenerated cellulosic fibres with thermoregulation capability for textile applications.

International Research Journal of Engineering and Technology, 7(2), 1030-1036.

- [89] Erkan, G. (2004) Enhancing the thermal properties of textiles with phase change materials. Reserach Journal of Textile and Apparel, 8(2).
- [90] Marmaralı, A., Oğlakçıoğlu, N. (2013) Giysilerde Isıl Konfor. 11. Ulusal Tesisat Mühendisliği Kongresi, Isıl Konfor Sempozyumu, İzmir.
- [91] Devi, N, Hazarika, D., Deka, C., Kakati, D.K. (2012) Study of complex coacervation of gelatin A and sodium alginate for microencapsulation of olive oil. Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry, 49, 936-945.
- [92] Lopez Hernandez, E.O. (2018) %100 Bio-based microencapsulated phase change materials as regulator of temperature of textile fabric. Master's degree in Textile Engineering.
- [93] Özçelik, M. (2014) Study on textiles with phase change Materials. M.Sc. Thesis.
- [94] Nejman, A., Gromadzinska, E., Kaminska, I., Cieslak, M. (2020) Assessment of thermal performance of textile materials modified with PCM microcapsules using combination of DSC and infrared thermography methods. Molecules, 25,122.

TEZ KAPSAMINDA YAPILMIŞ ULUSLARARASI YAYINLAR

Bu tez çalışması kapsamında uluslararası hakemli dergilerde yayınlanan makaleler aşağıdaki gibidir:

- Saruç, E. G., Öner, E., Kahraman, M. V. (2020) **Developing a thermo-regulative system for nonwoven textiles using microencapsulated organic coconut oil.** Journal of Industrial Textiles, DOI: 10.1177/1528083720921490.
- Saruç E. G., Öner E., Kahraman M.V. (2019) **Microencapsulated organic coconut oil as a natural phase change material for thermo-regulating cellulosic fabrics.** Cellulose, 26, 8939-8950.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Elif Gözde SARAÇ
Doğum Yeri ve Tarihi	: Mersin, 10.03.1973
Yabancı Dili	: İngilizce (profesyonel yetkinlik)
E-Posta	: egsarac@gmail.com

Öğrenim Durumu

Derece	Bölüm	Üniversite/Lise	Mezuniyet Yılı
Y. Lisans	Tekstil Mühendisliği	Çukurova Üniversitesi	2015
Y. Lisans	İşletme (MBA)	Çukurova Üniversitesi	2004
Lisans	Kimya	Boğaziçi Üniversitesi	1995
Lise		Adana Fen Lisesi	1990

Sertifikalar- Eğitimler

- 6 Sigma Proje Lideri –Yeşil Kuşak, Yeterlilik Kimliği: GB/09/1495, Adana, 2009.
- CRM (Müşteri İlişkileri Yönetimi), İstanbul, 2003.
- ISO 9001 İç Tetkikçi Eğitimi, Adana, 2003.
- Sabancı Holding Talent Pool Programı, Kişisel Gelişim Eğitimleri, İstanbul, 1998-2000.
- Novozymes, Denim Yıkama Eğitimi, Kopenhang-Danimarka, 1997.

İş Deneyimi

- FABU Mühendislik A.Ş., Yönetim Kurulu Üyesi, İş Geliştirme ve Pazarlama, 2012-Halen.

BOSSA T.A.Ş., Denim & Sporgiyim İşletmeleri, Denim Ürün Yönetimi ve Ürün Geliştirme Yöneticisi (ARGE Merkezi), 2007-2012.

BOSSA T.A.Ş., Denim & Sporgiyim İşletmeleri, Velvet Denim Ürün Yöneticisi, 2003-2004.

BOSSA T.A.Ş., Denim & Sporgiyim İşletmeleri, Pazarlama Şefi, 2002-2003.

BOSSA T.A.Ş., Denim & Sporgiyim İşletmeleri, Kalite Kontrol ve Müşteri Teknik Hizmetleri Şefi, 2000-2002.

BOSSA T.A.Ş., Denim & Sporgiyim İşletmeleri, Koleksiyon ve Ürün Geliştirme Şefi, 1998-2000.

BOSSA T.A.Ş., Denim & Sporgiyim İşletmeleri, Ürün Geliştirme Uzmanı, 1995-1998.

Ödüller

UTIB VIII. ARGE Proje Pazarı, Kumaş Teknolojisindeki Yenilikler Kategorisi 5.'lik Ödülü, Faz Değiştiren Materyalin Denim Kumaş Üzerine Deneysel Uygulaması, Bursa, 2015.

Bilimsel Eserler

Yüksek Lisans Tezi

Denim Giyside Isıl Düzenleme Özelliğinin Geliştirilmesi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 2015.

Danışman: Doç. Dr. Füsun DOBA KADEM

Uluslararası Hakemli Dergilerde Yayınlanan Makaleler

- Sarac, E. G., Öner, E., Kahraman, M. V. (2020) Developing a thermo-regulative system for nonwoven textiles using microencapsulated organic coconut oil. Journal of Industrial Textiles, DOI: 10.1177/1528083720921490.
- Sarac E. G., Öner E., Kahraman M.V. (2019) Microencapsulated organic coconut oil as a natural phase change material for thermo-regulating

cellulosic fabrics. *Cellulose*, 26, 8939-8950.

- Doba Kadem, F., Saraç, E.G. (2017) An experimental application on denim garment to give thermal regulation property. *The Journal of the Textile Institute*, 108(3), 353-360.

Diğer Dergilerde Yayınlanan Makaleler

- Öner E., Saraç E.G., Kahraman M.V. (2019) A study on developing thermo-regulating denim fabric by integrating of microencapsulated phase change material using exhaustion method. *Annals of the University of Oradea Fascicle of Textiles, Leatherwork*, Article No: 357, 89-94.
<http://textile.webhost.uoradea.ro/Annals/Volumes.html>

Ulusal ve uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında basılan bildiriler

- Saraç E. G., Öner E. (2017) Tekstilde faz değiştiren maddelerin kullanımının bugünü ve geleceği. 16. Uluslararası Tekstil Teknolojisi ve Kimyasındaki Gelişmeler Sempozyumu, 4-6 Mayıs 2017, Bursa, Türkiye (Poster Sunumu).
- Saraç E. G., Öner E. (2017) The use of phase change materials in textile structures. Innovative Thermal Storage Materials (INOTES) Symposium & Workshop, March 27-28, 2017, Tokat, Turkey (Poster Sunumu).
- Saraç E. G., Kadem Doba F. (2014) An experimental study about improvement of denim fabric's thermal comfort. Future Technical Textiles (FTT 2014), Marmara University, October 15-17, 2014, İstanbul, Turkey (Poster Sunumu).