

**UKUROVA NİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Sinem TÜMÜK

**FAZ DEĞİŞTİREN MALZEMELERİN
MİKROKAPSÜLASYON YÖNTEMİ İLE TEKSTİL
UYGULAMALARI**

KİMYA ANABİLİM DALI

ADANA-2022

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**FAZ DEĞİŞTİREN MALZEMELERİN MİKROKAPSÜLASYON
YÖNTEMİ İLE TEKSTİL UYGULAMALARI**

Sinem TÜMÜK

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Bu Tez 18/02/2022 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından
Oybirliği/Oyçokluğu ile Kabul Edilmiştir.

.....
Prof. Dr. Emel YILDIZ
DANIŞMAN

.....
Doç. Dr. Füsun DOBA KADEM
ÜYE

.....
Doç. Dr. Başak DOĞRU MERT
ÜYE

Bu Tez Enstitümüz Kimya Anabilim Dalında hazırlanmıştır.

Kod No:

Prof. Dr. Sadık DİNÇER
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge ve fotoğrafların kaynak göstermeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZ
YÜKSEK LİSANS TEZİ

**FAZ DEĞİŞTİREN MALZEMELERİN MİKROKAPSÜLASYON
YÖNTEMİ İLE TEKSTİL UYGULAMALARI**

Sinem TÜMÜK

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANA BİLİM DALI**

Danışman : Prof. Dr. Emel YILDIZ
Yıl: 2022, Sayfa: 69
Jüri : Prof. Dr. Emel YILDIZ
: Doç. Dr. Füsun DOBA KADEM
: Doç. Dr. Başak DOĞRU MERT

Son dönemlerde tekstil sektöründe bedensel konforu geliştirmek ve kişilerin hava değişimlerine karşı ısı konforunu sağlamak amaçlı birçok tekstil malzemesi üretilmiştir. Bu çalışmada n-dokosan bazlı çekirdek malzeme melamin/formaldehit kabuk malzemesi ile uygun koşullarda kapsüllenmiştir. Geliştirilen kapsüllerin antimikrobiyal özellik göstermeleri amacı ile AgNO₃ ile değişik yöntemlerle kabuk malzemeye eklenmiştir. Daha sonra oluşan kapsüllerin SEM, DSC, FT-IR ve antimikrobiyal özellikleri incelenmiş, kumaşa emdirme yöntemi ile uygulanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Faz Değiştiren Malzeme, Gümüş İndirgeme, Melamin/Formaldehit

ABSTRACT

MSc. THESIS

TEXTILE APPLICATIONS OF PHASE CHANGE MATERIALS WITH MICROCAPSULATION METHOD

Sinem TMK

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF SCIENCES
UNIVERSITY OF UKUROVA

Supervisor : Prof. Dr. Emel YILDIZ
Year: 2022, Pages: 69
Jury : Prof. Dr. Emel YILDIZ
: Assoc. Prof. Dr. Fsun DOBA KADEM
: Assoc. Prof. Dr. Bařak DOĖRU MERT

Recently, many textile materials have been produced in the textile industry to improve bodily comfort and to provide thermal comfort for people against weather changes. In this study, n-docosan-based core material was encapsulated with melamine/formaldehyde shell material under appropriate conditions. In order for the developed capsules to show antimicrobial properties, AgNO₃ was added to the shell material with different methods. Then, the SEM, DSC, FT-IR and antimicrobial properties of the formed capsules were applied to the fabric by the impregnation method.

Keywords: Phase change material, silver reduction, melamine/formaldehyde

GENİŞLETİLMİŞ ÖZET

Tüketilen enerjiyi dış kaynaklardan sağlayan ülkeler için enerjinin verimli olarak kullanılması ve enerjiden tasarruf sağlanması oldukça önemlidir. Bunun yanı sıra gelişen çevre kirliliği, atmosfer değişimleri vb. zararları engellemek adına temiz enerji, enerji verimi ve enerjinin depolanabilmesi konularının önemi gitgide artmaktadır.

Termal enerjiyi gizli ısı olarak depolayabilen maddelere faz değiştiren malzemeler denilmektedir. Faz değiştiren malzemeler, bir fazdan başka bir faza geçiş yaparlar. Faz değiştiren malzemeler ortamdaki sıcaklık artışıyla, malzemenin ısı absorbe etmesi ve sıcaklık azalması ile absorbe ettiği ısıyı dış ortama vermesi prensibine dayanır.

Son dönemlerde faz değiştiren malzemeler, inşaat sektörü, gıda ambalaj sektörü, tekstil sektörü vb. yerlerde oldukça önemli rol almaktadır. Tekstil sektöründe faz değiştiren malzemeler kişisel konforu artırmaya yönelik kullanılmaktadır ve istenilen bazı özellikler materyale kazandırılabilir.

Bu çalışmada n-dokosan kimyasal faz değiştiren malzeme olarak kullanılmaktadır ve kabuk malzeme melamin/formaldehittir. Uygun pH, sıcaklık ve karıştırma oranlarında gerçekleştirilen reaksiyon sonucu oluşan kapsüller süzülür ve oda koşullarında kurutulur. Daha sonra oluşan mikrokapsüllere AgNO_3 kimyasal değişik yöntemlerle uygulanmıştır. Ag içeren mikrokapsüllerin antibakteriyel özellikleri incelenmiştir ve oluşan kapsüllerin SEM, DSC, FT-IR analizleri incelenmiştir.

Sonuç olarak farklı pH derecelerinde gerçekleştirilen in-situ polimerizasyon işleminin, kapsüllerin küresel şeklinin sağlanmasında oldukça önemli olduğu görülmüştür. Antibakteriyel özellik kazanılması beklenen kapsüllere 3 farklı yöntem ile gümüş ilavesi yapılmış kapsüller gram negatif Escherichia coli ve gram pozitif Staphylococcus aureus bakteri türlerine uygulanmıştır ve AgNO_3 içeren kapsüllerin antibakteriyel özellik segiledikleri görülmüştür. Kapsüller emdirme

yöntemi ile kumaşa uygulandıktan sonra penetrasyon sağlanamamıştır, tekstilde kullanılan FDM’lerde kullanılan miktarlar uygulama için yeterli gelirken uzayan hidrokarbon zinciri ile bu miktarlarda kumaşa gerekli penetrasyonu sağlayamadığı görülmüş, bu nedenle bu miktarların değiştirilerek veya çektirme yöntemi gibi değişik yöntemler ile penetrasyon sağlanabileceği öngörülmektedir. Bunların yanısıra uygulaması yapılan %100 penye suprem kumaş yerine literatürde yaygın uygulama alanı olan denim kumaşa uygulaması yapılabileceği düşünülmektedir.



TEŞEKKÜR

Yüksek lisans sürecim boyunca desteğini hep hissettiğim, tüm bilgi ve aydınlatıcı yönlendirmelerinden dolayı değerli danışman hocam Prof. Dr. Emel Yıldız'a,

Tekstil Laboratuvarı çalışmalarındaki destek ve yardımları için Çukurova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Doç. Dr. Füsun Doba Kadem ve Arş. Görevlisi Şehpal Özdemir'e

Desteğini hiçbir zaman esirgemeyen arkadaşım Ece Varan'a ve desteklerini her zaman yanımda hissettiğim annem, babam ve anneanneme teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZ	I
ABSTRACT.....	II
GENİŞLETİLMİŞ ÖZET	III
TEŞEKKÜR.....	V
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	X
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	XII
1. GİRİŞ.....	1
1.1.Faz Değiştiren Maddeler.....	2
1.1.1. Gizli Isı Depolama.....	4
1.1.1.1. Katı-Sıvı Faz Değişim Gizli Isısı.....	4
1.1.1.2. Sıvı-Gaz Değişim Gizli Isısı.....	4
1.1.1.3. Katı- Katı Değişim Gizli Isısı.....	5
1.1.2. Görünür Isı Depolama	5
1.2. Faz Değiştiren Malzemelerin Çeşitleri	5
1.2.1. Organik Faz Değiştiren Malzemeler.....	5
1.2.2. İnorganik Faz Değiştiren Malzemeler	6
1.2.3. Ötektik Faz Değiştiren Malzemeler.....	6
1.3. Faz Değiştiren Malzemelerin Sahip Olması Gereken Özellikler	7
1.4. Faz Değiştiren Malzemelerin Kapsüllenmesi	8
1.4.1. Kapsül Çeşitleri	8
1.4.2. Kapsülleme Amacı ve Çeşitleri	9
1.4.3. Kimyasal Yöntemler.....	10
1.4.3.1. Basit koaservasyon Yöntemi	10
1.4.3.2. Kompleks Koaservasyon Yöntemi	10
1.4.3.3. In-situ Polimerizasyon Yöntemi.....	10
1.4.3.4. Arayüz Polimerizasyon Yöntemi.....	11

1.4.3.5. Sol-gel Yöntemi.....	11
1.4.3.6. Emülsiyon Polimerizasyonu.....	11
1.4.4. Fiziksel Yöntemler.....	11
1.4.4.1. Sprey Soğutma Yöntemi.....	11
1.4.4.2. Sıvıların katılaştırılması-delik yöntemi	12
1.4.4.3. Püskürterek Kurutma Yöntemi.....	12
1.5. Kapsüllere Gümüş Eklemeesi.....	12
1.6. Faz Değıştiren Maddelerin Kullanım Alanları.....	13
1.6.1. Faz Değıştiren Malzemelerin Bina Yapılarına Uygulamaları	14
1.6.2. Faz Değıştiren Malzemelerin Tekstil Uygulamaları.....	14
1.6.3. Gıda Ambalajı Uygulamaları.....	15
1.7. Faz Değıştiren Malzemelerin Tekstile Uygulama Yöntemleri	15
1.7.1. Lif Teknolojisi Yöntemi	15
1.7.2. Kaplama Yöntemi.....	15
1.7.3. Laminasyon Yöntemi.....	16
1.7.4. Emdirme Yöntemi	16
1.8. FDM Uygulanan Tekstil Türleri	16
1.8.1. Spor Giyim	16
1.8.2. Tıbbi Uygulamalar.....	17
1.8.3. Yatak ve Yatak Malzemeleri	17
1.8.4. Uzak Kıyafetleri.....	17
1.9. Faz Değıştiren Malzemelerin Karakterizasyonu.....	17
1.9.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümü.....	17
1.9.2. FT-IR Spektroskopisi.....	18
1.9.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz	18
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	19
3. MATERYAL VE METOD	31
3.1. Materyal	31

3.2. Metod	33
3.2.1. Kapsülasyon İşlemi.....	33
3.2.2. Gümüş Nanopartiküllerin Sentezi ve İndirgeme Yöntemleri	34
3.2.3. Kapsüllerin Antibakteriyel Uygulaması	35
3.2.4. Kapsüllerin Kumaşa Uygulanması	36
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	37
4.1. Sentezlenen Kapsüllerin Analizleri.....	37
4.1.2. Sentezlenen Kapsüllerin DSC Analizi.....	42
4.1.3. Sentezlenen Kapsüllerin FT-IR Analizi	47
4.2. Kumaşa Uygulanan Kapsüllerin Analizleri	52
4.2.1. Kumaşların SEM Analizleri.....	52
4.2.2. Kumaşların DSC Analizleri	54
4.2.3. Kumaşların FT-IR Analizleri.....	55
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	57
KAYNAKÇA.....	61
ÖZGEÇMİŞ	69

ÇİZELGELER DİZİNİ

SAYFA

Çizelge 1.1. Tekstil alanında kullanılan faz değıştiren malzemeler.....	14
Çizelge 1.2. Tekstil alanında kullanılan faz değıştiren malzemeler.....	15
Çizelge 3.1. Kullanılan Kimyasal adı, formülü ve kullanım amaçları.....	32
Çizelge 4.1. Sentezlenen kapsüllerin şekli ve kapsül boyutları.	42
Çizelge 4.2. Sentezlenen kapsüllerin DSC analizi sonucu değeri.....	46



ŞEKİLLER DİZİNİ

SAYFA

Şekil 1.1	Sıcaklı Assoc. Prof. ık/ Enerji diyagramı (Dal, 2020).	3
Şekil 1.2.	Isı Enerjinin depolama yöntemleri (Aydın & Okutan 2010).	4
Şekil 1.3.	Kapsül boyutları.....	8
Şekil 1.4.	Gümüş nanopartikül oluşumu.	13
Şekil 3.1.	Laboratuvar tipi fular makinası.....	36
Şekil 3.2.	Laboratuvar tipi kurutma makinası	36
Şekil 4.1.	Numune 1 SEM analizi görüntüleri	37
Şekil 4.2.	Numune 2 SEM analizi görüntüleri	37
Şekil 4.3.	Numune 3 SEM analizi görüntüleri.	38
Şekil 4.4.	Numune 4 SEM analizi görüntüleri.	38
Şekil 4.5.	Numune 5 SEM analizi görüntüleri.	38
Şekil 4.6.	Numune 6 SEM analizi görüntüleri	39
Şekil 4.7.	Numune 7 SEM analizi görüntüleri.	39
Şekil 4 8.	Numune 1 görüntüsü.....	42
Şekil 4 9.	Numune 2, Numune 3 ve Numune 4 görüntüsü.....	42
Şekil 4 10.	Numune 5 görüntüsü.....	42
Şekil 4 11.	Numune 6, Numune 7 görüntüsü.....	42
Şekil 4 12.	Numune 1 DSC analizi sonuçları.....	43
Şekil 4.13.	Numune 2 DSC analizi sonuçları.....	434
Şekil 4.14.	Numune 3 DSC analizi sonuçları.....	443
Şekil 4.15.	Numune 4 DSC analizi sonuçları.....	44
Şekil 4.16.	Numune 5 DSC analizi sonuçları.....	44
Şekil 4.17.	Numune 6 DSC analizi sonuçları.....	45
Şekil 4.18.	Numune 7 DSC analizi sonuçları.....	45
Şekil 4.19.	Numune 1 FT-IR analizi sonuçları	48
Şekil 4.20.	Numune 2 FT-IR analizi sonuçları	49

Şekil 4.21. Numune 3 FT-IR analizi sonuçları	49
Şekil 4.22. Numune 4 FT-IR analizi sonuçları	50
Şekil 4.23. Numune 5 FT-IR analizi sonuçları	50
Şekil 4.24. Numune 6 FT-IR analizi sonuçları	51
Şekil 4.25. Numune 7 FT-IR analizi sonuçları	51
Şekil 4.26. Antibakteriyel etkisi (Demirsoy, 2014).	53
Şekil 4.27. %100 penye suprem kumaş SEM analizi.....	53
Şekil 4.28. Numune 3 içeren kumaş SEM analizi.....	52
Şekil 4.29. Numune 7 içeren kumaş SEM analizi.....	52
Şekil 4.30. Boş kumaş ve Numune 3, Numune 7 ile işlem görmüş kumaşların DSC analizi.	55
Şekil 4.31. Boş kumaş ve Numune 3, Numune 7 ile işlem görmüş kumaşların FT-IR analizi.....	56

SİMGELER VE KISALTMALAR

Ag	: Gümüş
Ag ₂ O	: Gümüş Oksit
AgNO ₃	: Gümüş Nitrat
APC	: Sulu Potasyum Klorür
Au	: Altın
C ₆ H ₁₀ O ₅	: Glukoz
DAHP	: Di-Amonyum Hidrojen Fosfat
DMF	: Dimetil Formamid
DNA	: Deoksiribo Nükleik Asit
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
EDX	: X-Işını Dedektörü
FDM	: Faz Değiştiren Malzeme
FESEM	: Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu
FT-IR	: Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi Spektrometresi
HCOH	: Formaldehit
MF	: Melamin-Formaldehit
N ₂ H ₄ .H ₂ O	: Hidrazin Hidrat
N ₂ H ₄ OH	: Hidrazinyum Hidroksit
NaBH ₄	: Sodyumborohidrit
NaOH	: Sodyum Hidroksit
NASA	: Ulusal Havacılık ve Uzay Dairesi
Ni	: Nikel
NP	: Nanopartikül
p(MM-co-MA)	: Poli(Metil Metakrilat-Ko-Metakrilik Asit)
PA	: Parafin
PA6	: Poliamid 6

PCL	: Polikaprolakton
PEG	: Polietilen Glikol
PET	: Polietilen Tereftalat
Pt	: Platin
PVA	: Polivinil Alkol
SA	: Stearik Asit
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SiO ₂	: Silisyum Dioksit
SLS	: Sodyum Lauril Sülfat
TEOS	: Tetraetil Ortosilikat
TG	: Termogravimetri
TGA	: Termogravimetrik Analiz
TiO ₂	: Titanyum Dioksit
TRM	: Termoregülasyon malzemeleri
UV	: Ultraviyole



1. GİRİŞ

Enerji insanlar için temel ihtiyaçlardan biridir. Ancak enerjinin bulunabilirliği ve sürekliliği günümüzdeki en önemli sorunlardan biridir. Bu sorun dünyamızda sanayi devrimi ile gelmiştir. İnsanoğlunun dünya kaynaklarını kontrolsüz bir şekilde tüketmeye başlaması ve bunun sonucunda gelişen çevre kirliliği, atmosfer değişimleri vb. zararları engellemek adına temiz enerji, enerji verimi ve enerjinin depolanabilmesi konularının önemi gitgide artmaktadır. Artan insan nüfusu gelişen ve hala gelişmekte olan teknoloji ile insan konfor talepleri artmaktadır ve bu artan talep ile enerji kaynakları hızla tüketilmektedir. Fosil yakıtların 100 yıl içerisinde tükenebilme olasılığının olması, maliyet artışı ve ortaya çıkardığı CO2 salınımı sonucu dünya problemi haline gelmiş olan küresel ısınma nedeniyle yeni temiz enerji kaynakları arayışlarına gidilmektedir. 21.YY 'da temiz enerjinin önemi fark edilmiş olup araştırmalar ve geliştirmeler başlamıştır. Fosil kaynaklarda enerjinin depolanma gibi bir sorun ile karşılaşılmazken, temiz enerji kaynaklarında; güneş enerjisi, jeotermal enerji, rüzgâr enerjisi vb. depolama kolaylığı bu kaynaklarda yoktur. Enerji depolama yöntemleri arasında en verimli ve ekonomik olanı termal (ısı) enerji depolama yöntemidir. Termal enerji depolama genel olarak duyulur ısı depolama ve gizli ısı depolama olmak üzere ikiye ayrılır. Enerji, duyulur ısı depolamada maddenin sıcaklığının değişmesi yoluyla depolanırken, gizli ısı depolamada maddenin faz değiştirmesi yoluyla depolanır. Bir fazdan başka bir faza geçiş sırasında, ısı soğurabilen ve depolayabilen, tam tersi faz değişimi durumunda ise depoladığı bu ısıyı yayabilen maddelere faz değiştiren maddeler (FDM) denir. Artan insan nüfusu gelişen ve teknoloji ile insan konfor talepleri artmasıyla gelişen bu istek tekstil sektöründe de etkisini göstermektedir. Beden konforunu geliştirmek ve değişken hava koşullarına karşı kişinin çevresel bu etkenlere ısı konforunu sağlamak amaçlı birçok tekstil malzemesi üretilmiştir. Isıl kapasitesi artırılmış bir tekstil malzemesi üretimi ile amaç tekstil malzemelerinin sadece ısıyı iletmesini kontrol etmek değil, aynı zamanda malzemelerin ısı alışverişini

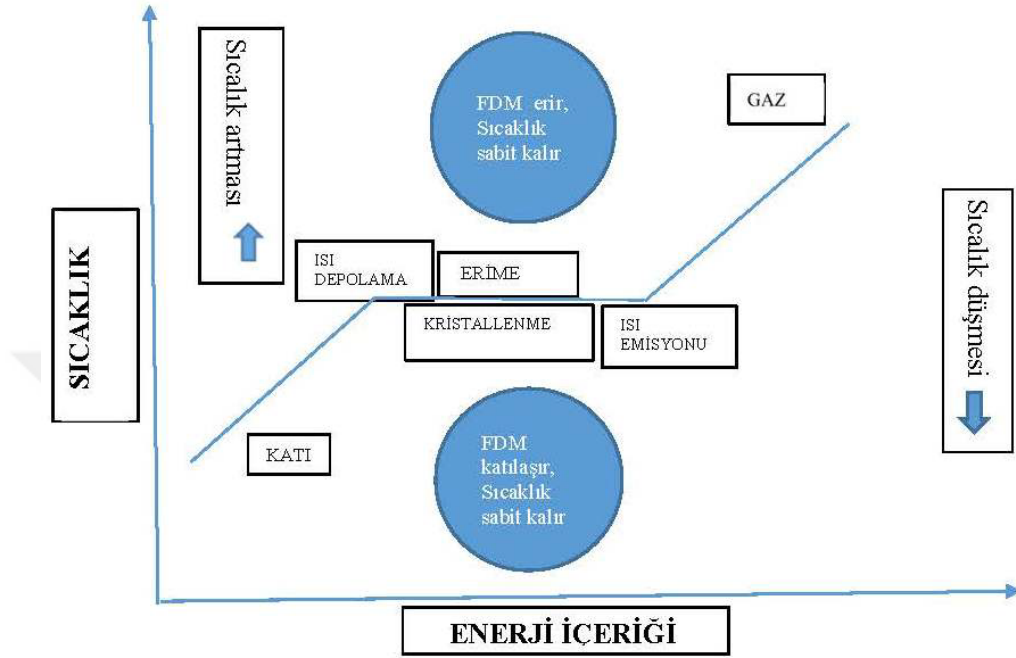
yaparak ve ısı depolayarak, ısı yönetiminde aktif bir rol almasını sağlamaktır. Fakat bu faz değiştiren maddelerin kumaşa direkt aplike edilmesiyle, öz malzemenin akışkan olduğu durumlarda, ana malzemeyi terk etmektedir. Bu nedenle kapsülleme işleme ile faz değiştiren maddelerin kalıcılığı artırılmaktadır.

1.1. Faz Değiştiren Maddeler

Termal enerjiyi gizli ısı olarak depolayabilen maddelere faz değiştiren malzemeler denilmektedir. Faz değiştiren malzemeler bir fazdan başka bir faza geçiş yaparlar. Bu faz değişimleri katı-sıvı, sıvı-gaz, katı-gaz ve katı-katı olarak 4 çeşittir. Gizli ısıyı depolama, katı-sıvı, katı-katı, sıvı-buhar ve buhar-katı hal değişimleri kullanılarak gerçekleştirilebilir. Hal değişimi esnasında ısıyı soğurup depolayan ve tam tersi durumda depoladığı ısıyı yayabilme özellikleri vardır. Faz değiştiren madde tamamen eriyene ve katılaşıp katar kadar yani bir fazdan başka bir faza geçiş yaptığı süre boyunca sıcaklık sabit kalmaktadır (Kuru & Aksoy, 2012).

Faz değiştiren malzemelerin çalışma prensibi sıcaklığın, faz değişim sıcaklığının üzerine çıktığında çevreden ısı alması (gizli ısı) ve bu ısıyı tekrar çevreye vermesidir (Güler, 2010). Yani FDM katı halden sıvı hale faz geçişi yaparken ortamdaki ısıyı absorbe eder, depolar. Ortamdaki fazla ısıyı depolaması nedeniyle uygulaması yapılan materyalden geçişini engeller ve sıcaklığın sabit kalmasını sağlar. Tam tersi durumda yani sıvı halden katı hale faz değişimi durumunda ortam sıcaklığı düştüğünde hal değişimi sırasında depoladığı ısıyı yayar ve materyal ısınma etkisi sağlar (Saraç, 2020).

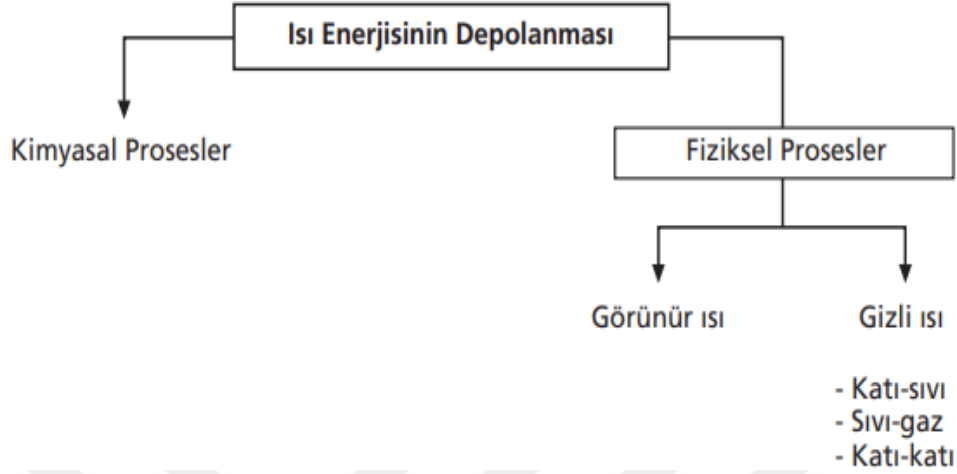
Isıl enerji depolama, sıcaklık enerjisinin daha sonra kullanımı için geçici olarak depolanmasıdır. Isı depolama; görünür ısı, gizli ısı ve kimyasal reaksiyonla olabilen ısı depolama olarak 3 çeşide ayrılır. Bu ısı depolama çeşitlerinden en önemlisi gizli ısıdır. Gizli ısı belirli bir sıcaklıkta hal değişiminin olduğu ve bu esnada absorbe ettiği veya yaydığı ısıdır. Sıvı-katı faz değişimi esnasında oluşan gizli ısı miktarı, aynı miktarda maddeyi ısıtırken veya soğuturken harcanan enerjinin 200 katına varan büyüklüğe ulaşabilmektedir (Saraç, 2020).



Şekil 1.1 Sıcaklık/ Enerji diyagramı (Dal, 2020).

Faz değiştiren malzemelerin, gizli ısı depolama özelliğine sahip olmaları, ısı iletkenliğe sahip olmaları, yanıcı olmamaları, ucuz, kolay temin edilebilir olmaları, zehirli/korozif olmamaları ve stabil bir kimyasal yapıya sahip olmaları, faz değişimi sırasında hacimsel genişlemelerinin az olması özelliklerine bakılarak tercih edilir.

Kısacası prensipte, katı haldeki faz değiştiren malzeme sıcaklık artışı ile erir ve ortamdaki sıcaklığı absorblar, böylece sıvı faza dönüşür, sıcaklık düşüşü ile faz değiştiren malzeme katı hale geçer ve absorbladığı ısı enerjisini ortama verir ve katı faza dönüşür.



Şekil 1.2. Isı Enerjinin depolama yöntemleri (Aydın & Okutan 2010).

1.1.1. Gizli Isı Depolama

1.1.1.1. Katı-Sıvı Faz Değişim Gizli Isısı

Enerji depolamada en yaygın olarak kullanılan hal değişimi katı halden sıvı hale faz değiştiren çekirdek malzemelerin fiziksel özelliğidir. Çekirdeğin katı halden sıvı hale geçmesi esnasında ısı depolama işlemi sabit hacimde ve tersinir olmaktadır ve tersinir işlemin sürekli olması gerekmektedir (Aydın & Okutan 2010). Katı- sıvı hal değişimlerinden faz değişimi esnasında sızıntı olmaması ve kolay hazırlanması gibi avantajları mevcuttur (Alkan, Günther, Hiebler, Ensari, & Kahraman 2012).

1.1.1.2. Sıvı-Gaz Değişim Gizli Isısı

1.1.1.3. Katı- Katı Değişim Gizli Isısı

Katı- katı faz değişimlerinde faz değiştiren malzemenin kristal yapısındaki değişimler ile ısı enerjisi gizli ısı olarak depolanmaktadır, faz değişimi esnasında yumuşama ve sertleşme davranışı sergilemektedirler (Aydın & Okutan 2010).

1.1.2. Görünür Isı Depolama

Görünür ısı depolama, ısı depolama materyalde oluşan sıcaklık değişimleri sonucunda ortaya çıkan ısı çeşitidir. Görünür ısı depolamanın avantajı çok sayıda depolama ve geri kazanma çevriminin gerçekleşebilmesi iken, dezavantajı ihtiyaç duyulan depo hacminin büyük olmasıdır.

1.2. Faz Değiştiren Malzemelerin Çeşitleri

Faz Değiştiren malzemeler genellikle Organik, inorganik ve ötektik olarak 3 grupta incelenirler.

1.2.1. Organik Faz Değiştiren Malzemeler

En yaygın kullanılan organik faz değiştiren malzeme parafinlerdir. Yaygın olarak kullanılmalarının sebepleri; toksik olmamaları, termal kararlılıkları, tedariklerinin kolay olması, korozyona sebebiyet vermemeleri, düşük maliyetli olmaları, yüksek ısı kapasitesine sahip olmaları, termal enerji depolama kapasiteleri yüksek olması ve erime/donma sonucunda hacim değişimlerinin az olması gibi avantajlara sahip olmalarıdır (Kılıç 2018). Parafin, petrol türevli malzemelerdir. C_nH_{2n+2} genel formülüne sahiptir. Tekli bağlarla birleştirilmiş karbon ve hidrojen atomlarından oluşmaktadırlar (Gigiroo-Paloma, Martínez, Cabeza, & Fernández, 2016).

Parafinin dezavantajı ise termal iletkenliklerinin az olması ve bu nedenle parafinlerin ısı transferini iyileştirmek için bazı yöntemler geliştirilmektedir (Yılmaz, 2008).

Parafinlerin yanı sıra, bazı yağ asitleri de sıkça kullanılmaktadır. Yağ asitlerinin avantajları, düşük maliyetli olmaları, kararlılıklarının yüksek olması, oda sıcaklığı veya altında erime aralığına sahip olmaları, birbirleriyle kolaylıkla karışabilir olmaları, toksik olmamaları, kötü kokmamaları ve yüksek gizli ısı kapasitelerine sahip olmaları gibi birçok avantajı mevcuttur (Kılıç, 2018). Kimyasal yapıları genel olarak $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{2n}\text{COOH}$ şeklindedir. Hayvansal ve bitkisel yağlar termal enerji depolama sistemlerine uygun erime aralıklarına sahip organik maddelerdir. Dezavantajları ise parafine nazaran yüksek maliyete sahip olup, parafinden 2-2,5 kat pahalı olmalarıdır (Mazman, 2006).

Yaygın olarak kullanılan parafin ve yağ asidinin yanı sıra esterler, alkol, polietilen glikollerde kullanılmaktadır.

1.2.2. İnorganik Faz Değiştiren Malzemeler

İnorganik faz değiştiren malzemeler tuzlar, tuz hidratlar, metaller ve alaşımlar olarak gruplara ayrılabilirler. Avantajları incelendiğinde piyasa içerisinde tedariklerinin kolay olması, uygun fiyatlı olmaları hacimsel olarak yüksek gizli erime noktasına sahip olmaları gibi konular yer almaktadır. Dezavantajları ise bazı metallerle korozyon özelliğine sahip olmaları, faz ayırmaları, tuz ve tuz hidratların aşırı soğuma davranışı sergilemeleri, tahriş edici özelliklerinin olması, yüksek hacim değişimi sergilemeleridir (Merve & Mert, 2018).

En yaygın kullanılan inorganik faz değiştiren malzeme hidrat tuzlarıdır. Yüksek termal ısısal iletkenlikleri ve hidrat tuzları yüksek hacimsel depolama yoğunlukları özellikleri nedeni ile inorganik faz değiştiren maddeler arasında oldukça fazla tercih edilmektedirler (Aydın & Okutan 2010).

1.2.3. Ötektik Faz Değiştiren Malzemeler

Ötektik karışımlar, iki veya daha fazla bileşenin birleşimi olarak ifade edilebilir. Ötektik maddeler eş anlı erime ve donma özelliği sergilerler ve faz ayrımı söz konusu olmamaktadır. Avantajları, tek bir erime sıcaklığına sahip olması ve

hacimsel ısı depolama yoğunluğunun yüksek olmasıdır. Dezavantajı ise termofiziksel özellikleriyle ilgili fazla veri olmamasıdır (Merve & Mert, 2018).

1.3. Faz Değiştiren Malzemelerin Sahip Olması Gereken Özellikler

Kullanılan faz değiştiren maddeler kullanım alanına göre değişmektedir. Genel olarak bir faz değiştiren maddeden bazı termal, kinetik, kimyasal, ekonomik ve çevresel özelliklerin olması beklenilmektedir. Bu özellikler; termal, kinetik, kimyasal ve ekonomik özellikler olarak ayrılmaktadır.

Bazı termal özellikler;

- Belirli sıcaklıklarda faz değiştirme özelliğine sahip olmaları,
- Belirli sıcaklıklardaki faz değiştirme durumunda düşük hacimsel değişim özelliği sergilemeleri,
- FDM'nin sahip olduğu depolama biriminin hacmine göre yüksek geçiş entalpisi özelliği göstermeleri,

Bazı kinetik özellikler;

- Kristalleşme oranlarının yüksek olması,
- Faz değiştirme işlemlerinin kısa sürede gerçekleşmesi,

Bazı kimyasal özellikler;

- Uzun ömürlü olmaları, faz değiştirmeye dayanıklı olmalı,
- Aşındırıcı, toksik, çevreye zarar verici özelliklere sahip olmamalı,

Bazı ekonomik özellikler;

- Maliyetlerinin uygun olması,
- Tedarikleri kolay gerçekleşmesi,

1.4. Faz Değiştiren Malzemelerin Kapsüllenmesi

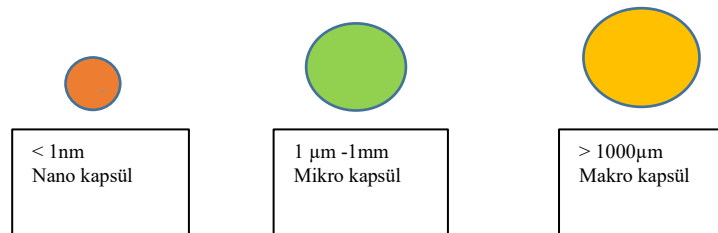
Faz değiştiren malzemelerin hal değişimi sırasında özellikle sıvı faza geçiş durumlarında, sıvı fazın kaybını engellemek amacı ile kapsülleme işlemleri yapılmaktadır.

Kapsülleme faz değiştiren bir malzemenin etrafının polimer kabuk tabaka ile makro, mikro ve nano boyutlarında kaplanmasıdır.

Faz değiştiren bir çekirdeğin kapsül ile kaplanmasının birçok avantajı vardır. FDM'lere kullanım amaçlarına göre, uygun olan kapsülleme işlemi yapılmaktadır. Kapsüller çekirdeğe dayanıklılık, korozyonu engellemek, ısısal kararlılık, esneklik, amaçlı özellikler kazandırmaktadırlar (Erzin, 2019).

1.4.1. Kapsül Çeşitleri

Faz değiştiren bir çekirdeğin, etrafının polimerik bir kapsül ile hapsedilmesindeki kapsül boyutu, kapsülün hazırlanma yöntemi ile değişkenlik gösterir. Kapsül boyutu 1000 μm 'den büyük ise kapsül çeşidi makro iken, kapsül boyutu 1 μm ve 1mm arasındaki ise kapsül çeşidi mikro, kapsül boyutu 1nm'den küçük olanlar nano boyutta yapılan kapsül çeşitidir (Güler, 2010). Bu kapsülleme çeşitlerinden en yaygın olarak kullanılan yöntem mikrokapsülasyondur.



Şekil 1.3. Kapsül boyutları.

1.4.2. Kapsülleme Amacı ve Çeşitleri

Çekirdek olan faz değiştiren malzemenin dış etkenlerden korunması, hal değişimi sırasında çekirdeğin kaybını engellemek, çekirdeğin taşınmasını ve depolanmasını kolaylaştırmak, başka bileşenler ile reaksiyona girmesini engellemek gibi nedenlerle kapsülleme oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır (Pektaş, 2017).

Bu nedenle kullanılan kapsüller, hal değişimi esnasındaki hacim değişimine karşı dirençli gösterme ve ısıyı iyi iletme kapasitesine sahip olmalıdırlar.

Kapsül çeşitlerinde depolama için en yaygın kullanılan kapsül tipi mikro boyutundaki mikrokapsüllerdir. Kapsülleme yöntemini belirlemede çekirdek tipi, istenilen partikül boyutu, kabuk materyalinin geçirgenliği vb. gibi özellikler dikkate alınmaktadır (Eyüpoglu & Kut 2016). Bu istenilen ve mevcut özellikler dikkate alınarak faz değiştiren çekirdeğin kapsülasyon işlemi kimyasal ve fiziksel yöntemler olmak üzere 2 çeşitte gerçekleştirilmektedir.

Kimyasal yöntemler;

- Süperkritik Akışkan,
- Basit Koaservasyon,
- Kompleks Koaservasyon,
- İn-Situ Polimerizasyon,
- Arayüz Polimerizasyon yöntemleri olmak üzere 5 'e ayrılır.

Fiziksel yöntemler;

- Sıcak Eriyik Yöntemi,
- Soğutarak Kurutma,
- Elektrostatik,
- Akışkan Yatak,
- Rotasyonel Süspansiyon Ayırma,
- Santrifüj,
- Püskürterek Kurutma olarak 7'e ayrılır.

Bu kapsülasyon yöntemlerinden basit koaservasyon yöntemi, in-situ polimerizasyon yöntemi, arayüz polimerizasyon yöntemi ve püskürterek kurutma yöntemi gibi çeşitli yöntemler oldukça yaygın kullanılmaktadır.

1.4.3. Kimyasal Yöntemler

1.4.3.1. Basit koaservasyon Yöntemi

Basit koaservasyon yöntemi kimyasal yöntemler arasına girmektedir. Tuz veya alkol gibi suya ilgisi yüksek olan maddelerin eklenmesiyle basit koaservasyon işlemi gerçekleşmektedir. Sıcaklık, pH, çözücü ve tuz uygun oranlarda seçilmiş ise herhangi bir sulu polimer çözeltisi basit koaservasyona uğramaktadır ve yoğun ve seyreltik kolloit damlacıklar iki faz oluşturmaktadır (Pektaş, 2017).

1.4.3.2. Kompleks Koaservasyon Yöntemi

Kompleks koaservasyon, iki adet suda çözünürlüğü olan bir poli-anyon ve bir poli-kasyon arasındaki zıt yüklü iki kolloidin etkileşiminden kaynaklanır. Karmaşık koaservasyon oluşturmak için çeşitli makromoleküler sistemler kullanılmaktadır (Buldur & Kok, 2011).

1.4.3.3. In-situ Polimerizasyon Yöntemi

In-situ yöntemi kimyasal yöntemler arasına girmektedir. Bu polimerizasyon yönteminde monomerlerin ön polimerizasyonu ile bir ön polimer oluşturulur. Bu oluşturulan ön polimerlerin polimerizasyonu ile damlacık yüzeyinde kabul oluşturulur. In situ polimerizasyon basamakları; sulu yüzey aktif madde çözeltisine faz değiştiren maddenin eklenmesiyle su içerisinde yağ emülsiyonu oluşturmak, su içerisinde yağ çözeltisine, hazırlanan ön polimerin eklenmesi ve uygun sıcaklık, süre vb. reaksiyon ortamının hazırlanması ve mikrokapsüllerin sentezlenmesi şeklindedir (Peng, Dou, Hu, Sun & Chen, 2020).

1.4.3.4. Arayz Polimerizasyon Yntemi

Arayz polimerizasyon kimyasal yntemler arasına girmektedir. Bu yntemde, iki monomer yaę fazında ve sulu fazda ayrı ayrı czlr ve daha sonra bařlatıcı ile yaę-su ara yzeyinde polimerizasyon meydana gelir. Ara yzey polimerizasyonu; faz deęiřtiren malzemeler ve hidrofobik monomer ieren, su ierisinde yaę emlsiyonu oluřturulması, polimerizasyonun bařlaması iin hidrofilik olan dięer monomerin eklenmesi, yıkama ve kurutma ile mikrokapsllerin eldesi řeklinde-dir (Peng, Dou, Hu, Sun & Chen 2020).

1.4.3.5. Sol-gel Yntemi

Sol-jel yntemi, ncl olarak yksek kimyasal aktif bileřen ieren bir bileřik kullanmak, bu ham maddeleri sıvı fazda homojen bir řekilde karıřtırmak ve czelti iinde kararlı řeffaf bir sol sistemi oluřturmak iin hidroliz ve yoęuřma kimyasal reaksiyonları gerekleřtirmektedir (Wang, 2020).

1.4.3.6. Emlsiyon Polimerizasyonu

Emlsiyon polimerizasyonu, ckirdeęin su ierisinde emlgatrler yardımı ile emlsifikasyonu ile bařlamaktadır. Daha sonra emlgatrlerin birleřip misel oluřturması ve oluřan bu misellerin ierisine ckirdeęin difze olması sz konusudur. Bařlatıcının eklenmesi ve reaksiyonun uygun sıcaklık aralıęına getirilmesi ile polimerizasyon bařlamaktadır.

1.4.4. Fiziksel Yntemler**1.4.4.1. Sprey Soęutma Yntemi**

Bu yntemde faz deęiřtiren ckirdek ve kabuk manyetik karıřtırıcı altında karıřtırılır ve oluřan damlacıklar soęuk bir yere alınır bu řekilde katılařması saęlanır (Erzin, 2019).

1.4.4.2. Sıvıların katılaştırılması-delik yöntemi

FDM olan çekirdek tüpten geçirilerek kabuk içine püskürtülür. Meydana gelen kapsüller sertleştirici banyo içine düşer ve kapsüller elde edilir (Erzin, 2019).

1.4.4.3. Püskürterek Kurutma Yöntemi

Püskürterek kurutma, fiziksel yöntemler arasına girmektedir. Bu yöntem, çekirdek ve kabuk malzemesinin karışımının ısıtılmış bir bölmeye püskürtülmesi ve hızla buharlaşma ile mikrokapsüllerin üretilmesi yöntemidir. Püskürterek kurutma; besleme çözeltisinin veya emülsiyonun bir atomizer vasıtasıyla küçük damlacıklar halinde püskürtülmesi, çözücünün tamamen buharlaşması için gerekli sıcaklıkta gaz akımı ile temas halinde önceki dağılımı yerleştirme, gaz fazının taşıdığı katı partiküllerin siklonlar ve/veya filtreler vasıtasıyla ayrıştırılması şeklindedir (Jamekhorshid, Sadrameli, & Farid, 2014).

1.5. Kapsüllere Gümüş Ekleme

Gümüş, metaller arasında oldukça yüksek elektriksel ve termal iletkenliğe sahip olması ve antimikrobiyal özellikleri, oksidatif katalizdeki önemli özellikleriyle sıkça kullanılmaktadır.

Çözelti içindeki metal nanoparçacıkların sentezi için;

- Metal Öncü,
- İndirgeyici Ajan,
- Stabilize Edici Ajan bileşenleri mevcut olmalıdır.

Gümüş (I) iyonlarının indirgenmesi ve kolloidal çözeltilerin oluşum mekanizması çekirdeklenme ve büyüme aşamalarında gerçekleşmektedir.

İlk aşama olan çekirdeklenme durumunda yüksek aktivasyon enerjisi gerekmektedir, diğer aşama olan büyüme durumunda ise düşük aktivasyon enerjisi gerekmektedir. Metalik öncü olarak genellikle AgNO_3 ve indirgeyici ajan NaBH_4 ile

indirgenmesi kullanılmaktadır. Bu yaygın yöntem ile 10 nm'lik ve dar bir boyut dağılımı gösteren Ag NP'ler üretebilir.

Bu tip reaksiyonlarda, oluşan nanopartiküllerin oksidasyonu, gümüşün yüksek indirgeme potansiyeli nedeniyle termodinamik olarak desteklenmez, bu da sulu veya alkollü süspansiyonlara stabilize edici ajanlar olmadan izin verir. Ayrıca, düşük iyonik kuvvete sahip koloidal çözeltilerde nanoparçacıkların etrafında oluşan çift elektrik katmanları, nanoparçacıkların agregasyonunu engeller. Yüksek iyonik kuvvete sahip koloidal çözeltiler veya organik faz durumunda, kendiliğinden oluşan tek tabakalar, yüzey aktif maddeler, polimerler veya dendrimerler olarak hareket eden stabilize edici maddelerin kullanılması gerekir.

Bu ajanlar sadece nanopartikülleri çevreden korumak ve aglomerasyonlarını engellemek amacıyla değil, bunların yanı sıra şekil ve boyut kontrolünde de önemli bir rol oynar.

Gümüş nanoparçacıklarının sentezi ile alakalı birçok yöntem bulunmaktadır. Sulu sodyum borohidrit (NaBH_4), hidrazinyum hidroksit ($\text{N}_2\text{H}_4\text{OH}$), dimetil formamid (DMF) çözeltisi kullanılarak kimyasal indirgeme, UV ışıması ile foto-indirgeme ve basit ısıtım bu yöntemlerden bazılarıdır. (Demirsoy,2015)



Şekil 1.4. Gümüş nanopartikül oluşumu.

1.6. Faz Değiştiren Maddelerin Kullanım Alanları

Fosil yakıtların azalması ve neden oldukları zararlı etkenler nedeniyle, temiz, yenilenebilir, depolanabilir enerji kaynaklarına yönelim hızla artmaktadır. Bu nedenlerden kaynaklı birçok alanda faz değiştiren maddeler yaygın olarak kullanılmaktadır. Bina uygulamaları, tekstil uygulamaları, gıda ambalajı uygulamaları vb. alanlarda sıkça karşımıza çıkmaktadır.

1.6.1. Faz Değiştiren Malzemelerin Bina Yapılarına Uygulamaları

Son yıllarda binalarda, bina duvarlarının ısıl kütlelerini artırarak enerji tasarrufu sağlayan ve enerjiyi ısıl kütlede gizli ısı olarak depolayan böylece ısıtma ve soğutmayı kolaylaştıran faz değiştiren malzemeler oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır (Canım & Kalfa, 2021).

1.6.2. Faz Değiştiren Malzemelerin Tekstil Uygulamaları

Kişisel konforu artırmaya yönelik faz değiştiren malzemeler tekstil alanından kumaşa istenilen, ısıl düzenleme özelliğine sahip nihai ürün sağlamaktadırlar. Kumaşa uygulaması yapılan faz değiştiren madde, sıcaklık değişimi ile ısıyı soğurması ve ısıyı yayması prensibine dayanmaktadır. Kullanılan kabuk malzeme ile istenilen antimikrobiyal, güç tutuşurluk, koku vb. farklı özellikler de kazandırılabilir.

Faz değiştiren malzemeleri tekstil yapısına dahil etme ABD’de geliştirilmiştir. 1980’lerin başında NASA tarafından astronotların uzayda maruz kaldığı ani sıcaklık değişimlerine karşı koruma sağlamak amaçlı kıyafetlerinde kullanmıştır (Mondal, 2008).

Çizelge 1.1. Tekstil alanında kullanılan bazı faz değiştiren malzemeler

Numune	Erime Noktası (°C)	Uygulama Alanı
<i>n- eikosan (C20)</i>	36.8	<i>Tekstil</i>
<i>n-heptadekan (C17)</i>	22.0	<i>Tekstil</i>
<i>n-pentadekan (C17)</i>	10.0	<i>Tekstil</i>
<i>n-tridekan (C13)</i>	-5.5	<i>Tekstil</i>

1.6.3. Gıda Ambalajı Uygulamaları

Soğuk zincir taşımacılığı sırasındaki sıcaklık artışları gıdaların bozulması, kaliteyi düşürmesi, raf ömrünü azaltması gibi olumsuz etkilere neden olabilmektedir. Faz değiştiren malzeme applike edilmiş paketler ile ani sıcaklık artış ve azalışının etkilerini kontrol altına alma, ürünü istenilen sıcaklık aralığında tutma sağlanmaktadır. Hem tüketiciler hem de perakendeciler için maliyet ve kalite endişelerini daha iyi karşılama fırsatları sunan akıllı gıda ambalajının geleceğidir.

Çizelge 1.2. Kutu sektöründe kullanılan bazı faz değiştiren malzemeler

Numune	Erime Noktası	Uygulama Alanı
<i>Hekzadekanoik asit (C16)</i>	<i>59,1/64,77</i>	<i>Soğuk depolama</i>
<i>Hekzadekanoik asit (C16)</i>	<i>61,58</i>	<i>Soğutulmuş gıdalar</i>
<i>Heneikosan (C21)</i>	<i>39/60</i>	<i>Gıda paketlenme</i>

1.7. Faz Değiştiren Malzemelerin Tekstile Uygulama Yöntemleri

1.7.1. Lif Teknolojisi Yöntemi

FDM'nin bir elyaf malzemesine dahil edilebilmesi için ilk olarak FDM'nin mikrokapsüllenmesini gerekmektedir. FDM'ler sıvı polimere, polimer çözeltisine veya baz malzemeye eklenip, elyaf daha sonra kuru veya ıslak büküm ve erimiş polimerin ekstrüzyonu gibi geleneksel yöntemlere göre eğrilecektir. Mikrokapsüllenmiş FDM lifleri, ısıyı uzun süreler boyunca depolayabilmektedirler. Ortam sıcaklığı düşerse, lif yavaş yavaş ısı yaymaktadır (Saraç, 2020).

1.7.2. Kaplama Yöntemi

FDM, tekstil mamülüne kaplama yöntemi ile uygulanabilir. Kaplama çözeltisi 5 kısımdan meydana gelmektedir. Bunlar;

- yüzey aktif madde,
- polimer bağlayıcı,

- dağıtıcı,
- kalınlaştırıcı,
- köpük önleyici madde boyunca dağılmış bir faz değişim malzemesi içeren ıslak mikrokürelerden oluşur.

Daha sonra oluşturulan kaplama solüsyonu çeşitli yöntemlerle tekstil mamulüne uygulanacaktır. Bu yöntemler emdirme, daldırma kaplama, gravür, transfer kaplamadır vb. yöntemlerden oluşmaktadır.

1.7.3. Laminasyon Yöntemi

Mikrokapsüllenen faz değiştiren malzemelerin kumaşa uygulanmasının diğer bir yöntemi laminasyondur. Kumaşın iç kısmına faz değiştiren malzemenin ince bir film şeklinde uygulanmasına laminasyon yöntemi denilmektedir. Çoğu zaman faz değiştiren malzeme, poliüretan gibi malzemelere ilave edilir ve daha sonra kumaşa uygulaması yapılır. Genellikle petek gibi kendine has bir yapıya sahip olan ve havayı içine hapseden ve onu yalıtım malzemesi yapan poliüretan köpük kullanılmaktadır (Saraç, 2020).

1.7.4. Emdirme Yöntemi

Tekstilde yaygın olarak kullanılan emdirme yöntemi ile kapsüllenmiş çekirdekler, bir çapraz bağlayıcı yardımı ile fular sisteminde uygulanmasıdır.

1.8. FDM Uygulanan Tekstil Türleri

1.8.1. Spor Giyim

Vücut hareket halindeyken, vücut ısısının artması ve bu ısının dış ortama salınmaması termal stresi artırır. Kişisel konforu artırmaya yönelik, termo düzenleyici özelliklerine sahip olan spor kıyafetleri için faz değiştiren malzemeler tekstil mamullerine uygulanmaktadır. Vücut ısısının artması ile faz değiştiren malzeme tarafından vücutta oluşan ısı emilir ve gerektiğinde serbest bırakılır. Faz değiştiren malzemeye sahip bir kıyafet spor yaparken vücutta oluşan ısı ile ortamdan

salınan ısı arasında termal bir denge oluşturmalıdır. Snowboard eldivenleri, taytlar, buz tırmanışı, bisiklet ve koşu için iç giyim, dalgıç kıyafetlerinde, spor giyimde kullanılan ürünler faz değiştiren malzemelerin spor alanında kullanıldığı alanlara örnek olarak verilebilirler (Saraç, 2020).

1.8.2. Tıbbi Uygulamalar

Vücut ısını istenilen aralıkta tutabilmek için uygulanabilen faz değiştiren malzemeler tıbbi alanda bandajlarda, hasta kıyafetlerinde, yatak örtülerinde kullanılabilmektedirler. Sadece ısı konfor için değil kabuk malzemeye eklenebilen çeşitli kimyasallar ile antibakteriyal özellikler de kazandırılabilir (Özçelik, 2015).

1.8.3. Yatak ve Yatak Malzemeleri

Vücut ısının artması ile ısının faz değiştiren malzeme tarafından emilmesi ve vücudun soğuması tam tersi durumda vücut ısı depolanan enerjiyi azaltır ve böylece vücut sıcaklığını korur bu prensip ile faz değiştiren malzemeler yatak örtüsü, yastık kılıfı hatta yatak yüzeyine uygulama alanları bulunmaktadır (Özçelik, 2015).

1.8.4. Uzay Kıyafetleri

1980 yıllarının başlarında NASA tarafından astronotların maruz kaldığı ani sıcaklık değişimlerine karşı astronotların kullandıkları kıyafetlerde faz değiştiren malzemeleri kullanmışlardır. Böylece astronotlar uzayda karşılaştıkları ani soğuk ve sıcak hava dalgalarından etkilenmeyecek ve termal stabilite sağlanacaktır.

1.9. Faz Değiştiren Malzemelerin Karakterizasyonu

1.9.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümü

Numunenin termal davranışını belirlemek için DSC cihazı kullanılmaktadır. DSC cihazı erime ve kristallenme noktaları ile numunenin ısıtılırken, soğutulurken veya sabit bir sıcaklıkta tutulurken, soğurulan ya da salınan enerji miktarını

lmektedir. Numunedeki faz deęiřimi sırasındaki ısı transferi miktarı saptanır ve numunenin termal davranıřı belirlenir (Yılmaz, 2008).

1.9.2. FT-IR Spektroskopisi

Her kimyasal yapıda bulunan fonksiyonel grupların kendilerine zg titreřim sıklıęına sahiptir. Kızıl tesi blgesinde kimyasal baęların sergiledikleri titreřim hareketlerindeki deęiřme, piklerin oluřumunu saęlamaktadır. Bylece kimyasal baę ve fonksiyonel grup tespiti yapılabilir. Olduka yaygın kullanılan karakterizasyon yntemidir (Kılı & Karahan, 2010).

1.9.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz

SEM cihazları ok yksek znrlęe sahip olması zellikleriyle malzemelerin morfolojik zelliklerinin belirlenmesini saęlamaktadır. Geri saılmalı elektronlar ve ikincil elektronlar detektre bilgi vererek yapının yzey analizi yapılabilir (Aydemir & Demirtař, 2021). Bylece kapsllerin yzey zellikleri hakkında bilgi alınmaktadır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Younsook Shin ve ekibinin yaptığı çalışmada, eikosan içeren melamin-formaldehit mikrokapsülleri, yerinde polimerizasyonla hazırlayıp; yapıları, morfolojisi, boyut dağılımı, termal özellikleri ve stabiliteleri açısından karakterize edilmiştir. İşlemden geçirilen kumaşlar, morfolojileri ve termal özellikleri bakımından karakterize edilip, çamaşır yıkama dayanıklılığı pratik kullanım için değerlendirilmiştir. Hazırlanan mikrokapsüller küresel ve eikosan içeren melamin-formaldehit reçine kabuğuna sahipti. Yapılan çalışmada eikosan içeren melamin-formaldehit mikrokapsülleri içeren kumaşlar 0,91-4,44 J/g ısı depolama kapasiteleri göstermiştir. İşlem görmüş kumaşlar, beş yıkamadan sonra ısı depolama kapasitelerinin yaklaşık %40'ını korumuştur. Sonuçlar, kumaşların termoregülasyon verimliliğini artırmak için daha yüksek çekirdek/kabuk oranlarına sahip mikrokapsüllerin yapılması gerektiğini göstermektedir. Ayrıca, yıkama dayanıklılığını iyileştirmek için bağlayıcı türleri ve yükleme yöntemlerini içeren bir bitirme işleminin daha fazla araştırılması gerekmektedir (Shin, Yoo & Son, 2005).

Xiaoyu Zhang ve ekibi 2016 yılında gümüş / silika çift katmanlı bir kabuk ile mikrokapsüllenmiş faz değiştiren maddelerin enerji depolama, elektriksel iletim ve antimikrobiyal etkinlik özelliklerini incelemek amacıyla çalışma yapmışlardır. Mikrokapsüller, ağırlıkça %33 kabuk malzemelerinin kapsüllenmesi altında yaklaşık ağırlıkça %67'lik bir n-eikosan çekirdek içeriği elde edilmiştir. Böyle bir çekirdek/kabuk oranı, mikrokapsüller için faz değiştirme özellikleri ile kapsülleme etkisi arasında iyi bir denge sağlamıştır. Mikrokapsüller ile iyi bir gizli ısı depolama kapasitesi elde etmiştir. En önemlisi, mikrokapsüller, 130 µm'lik yüksek bir iletkenlik altında dikkate değer bir elektriksel iletkenlik sergilemiştir. Mikrokapsüller ayrıca beklendiği gibi iyi bir antimikrobiyal etkinlik sergilemiştir. 4 saatlik temas süresinde %95'in üzerinde bir sterilizasyon oranı elde etmişlerdir. Bu mikrokapsüller özellikle Staphylococcus aureus ve Bacillus subtilis'e karşı yüksek antibakteriyel aktiviteye sahiptir (Zhang, Wang & Wu 2016).

Arzu ve arkadaşları tekstil sektöründe bulunan faz değiştiren malzemelerin tekstil ürünlerine uygulama yöntemleri hakkında bilgi vermişlerdir. Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde en yaygın olarak kullanılan faz değiştiren malzemelerin organik esaslı parafinler ve PEG polimerinin olduğu tespit edilmiştir. Mikrokapsülleme işleminden sonra kumaşa uygulamasında, mikrokapsüllerin boyutu ve miktarı lifin mukavemetini olumsuz yönde etkilememelidir, bu problemler dikkate alınarak kaplama ve emdirme gibi bitim işlemleri ile kumaşlara uygulanabilmektedir. Bitim işlemi ile kumaşlara aplike edilen mikrokapsüllerin yıkamaya karşı direnci için kimyasal olarak tutundurulması önemli bir husustur (Kuru & Aksoy, 2012).

Fateme ve arkadaşlarının çalışmasında çekirdek malzeme olarak n-heptadekan, kabuk malzemesi olarak patates nişastası kullanılmıştır. Karıştırma hızı, reaksiyon süresi, nişasta/n-heptadekan ve nişasta/su oranlarının kapsül özelliklerine etkisi incelenmiştir. Ayrıca n-heptadekan ağırlık oranının mikrokapsüllerin faz değişim entalpilerine etkisi olduğu görülmüştür. Nişasta kabuğu ile mikrokapsüllü n-heptadekanın fiziksel ve termal özelliklerinin araştırılan parametreler değiştirilerek kontrol edilebileceği sonucuna varılmıştır. Hazırlanan mikrokapsüller tekstiller ve binalar için yüzey kaplamaları için kullanılabilir (Irani, Ranjbar, Moradian & Jannesari, 2017).

P.F. De Castro ve arkadaşları çalışmasında poliüretan mikrokapsüller, n-dokosan ile mini emülsiyon ara yüzey polimerizasyonu ile hazırlandı. Mikrokapsüllerin sentezi için üç adım izlendi. İlk olarak, farklı silikon yağı/poli(etilen glikol)/4,4'-difenilmetan diizosiyanat ağırlıkça % oranında inert bir şablon olarak silikon yağı çekirdeğine dayalı poliüretan mikrokapsüller sentezlendi. Silikon yağı/poli(etilen glikol)/4,4' difenilmetan diizosiyanat %10/20/20 ağırlık oranına sahip kapsüller en iyi performansı göstermiştir. Ortalama parçacık boyutu ile morfolojik özellikler ve kabuk kararlılığı yaklaşık 4 µm ve n-dokosanın mikroenkapsülasyonu için seçilmiştir. İkinci aşamada, silikon yağı bileşiminin yarısı n-dokosan ile değiştirildi ve son olarak da silikon yağının tamamı değiştirildi.

Kapsüllerin termal ve döngüsel stabilitesi, termal gravimetrik analiz, TGA ile araştırıldı ve faz değişim davranışı, diferansiyel tarama kalorimetrisi, DSC ile değerlendirildi (De Castro & Shchukin 2015).

Nurten Şahan ve arkadaşları bu çalışmada, in situ emülsiyon ara yüzey hidrolizi ve polikondenzasyon tekniği kullanılarak kabuk malzemesi olarak SiO₂ içeren iki farklı türde organik FDM'nin çevreye zararsız mikrokapsüller üretilmiştir. Kabuk malzemesi olarak SiO₂'nin organik FDM'lerin termal ve kimyasal özellikleri üzerindeki etkileri araştırıldı. Parafin ve stearik asidin nanokapsüllerinin sentezi, yerinde emülsiyon ara yüzey hidrolizine ve TEOS'un (tetraetil ortosilikat) polikondenzasyon işlemine dayanır. Bu çalışmada, farklı fonksiyonel gruplara sahip organik FDM'ler olan parafin (PA) ve stearik asit (SA), aynı teknik kullanılarak biyolojik olarak parçalanabilen ve biyolojik olarak uyumlu SiO₂ kabuğu ile kapsüllenmiştir. Bu kapsülleme tekniği, polimerik kapsülleme yönteminden daha avantajlı olması nedeniyle tercih edilmiştir. SASiO₂ nanokapsüllerinin gizli ısı depolama kapasitesi, PASiO₂ değerinden %71 daha yüksek olan 46 J/g olarak ölçülmüştür. SASiO₂'nin kapsülleme oranı da yaklaşık %52 yüksekti (Şahan& Paksoy, 2017).

Suman Singh ve arkadaşları bu çalışmada, kararlı TRM (Termoregülasyon malzemeleri) elde etmek için zein mikroyapıları içinde tet ve APC'nin (sulu potasyum klorür) mikrodalga destekli kapsüllenmesi gerçekleştirilmiştir. Kapsüllenmiş TRM'lerin morfolojik, kimyasal ve termal özellikleri karakterize edildi. Mikrodalga destekli sıvı-sıvı dispersiyon tekniği ile tet başarıyla kapsüllendi (%81-98 verimlilik) ve elde edilen mikrokürelerin ortalama çapı 13950 nm idi. Bu yeni yöntem, kapsülleme için enerji açısından verimlidir. Zein/tet'in erime ve kristalleşme sıcaklıkları sırasıyla 4.95 ve 0.68 °C, gizli ısıları ise 107.5 ve 107.1 J g⁻¹ olarak belirlendi, bu da zein/tet'in biyo-ambalaj için uygun olduğunu gösteriyor. Tet'in termal özellikleri de ötektik bir potasyum klorür karışımı kullanılarak modifiye edilmiştir. Zein/tet/APC, sırasıyla 3.59 ve - 0.15 °C'lik erime ve

kristalleşme sıcaklıkları sergiler. 100 ısıtma ve soğutma döngüsünden sonra bile, kapsüllenmiş zein/tet ve zein/tet/APC, yeterli termal enerji depolaması sergiler.

Çalışmamızın sonuçları, kapsüllenmiş zein/tet'in bozulabilir gıda ambalajlarında termal tamponlama uygulamaları için uygun ve kararlı bir malzeme olduğunu ve nakliye sırasında sıcaklıkları 5 °C'nin altında tutulmasını sağladığını göstermektedir (Singh, Gaikwad, Lee & Lee, 2018)

Hong-Minh Hoang ve arkadaşları, bu çalışmada yüksek voltajlı bir eğirme teknolojisi ile yapılan elektrospining yöntemiyle faz geçiş sıcaklığı 5 °C olan soğutulmuş gıda muhafazası için uygun olan çekirdek ve en uygun kabuk malzememesi olan polikaprolakton (PCL) kullanılmıştır. Tekniğin önemli bir avantajı, biyokütleden türetilen materyallerin ve biyobozunur polimerlerin kapsülleme elemanları olarak uygun kullanımı ve buna karşılık gelen çevresel faydalardır. Sonuçlar, bu malzemenin, bozulabilir ürünlerin termal korumasını artırabilen standart bir ambalaj malzemesine kıyasla -2°C ile 10°C arasında daha iyi bir termal kapasitesine sahip olduğunu gösterdi. (Hoang, Leducq, Masia, Lagaron & Alvarez, 2014).

Rocío Pérez ve arkadaşları bu çalışmada, elektro-eğirme kullanılarak bir biyopolimerik matris içinde faz değiştiren bir malzemenin (PCM) kapsüllemesi yoluyla ısı yönetimi özelliklerine sahip yeni malzemeler geliştirilmiştir. Kabuk malzeme olarak zein (bir mısır proteini) ve çekirdek malzeme olarak dodekan (10°C'de bir geçiş sıcaklığına sahip bir PCM parafin) kullanılmıştır. Sonuçlar, dodekanın farklı koşullar altında zein matrisi içinde uygun şekilde kapsüllenebileceğini göstermektedir, ancak verim ve dolayısıyla ısı yönetim özellikleri, geliştirilen yapılar, kapsülleme morfolojisine ve kullanılan elektrospinning parametrelerine/konfigürasyonuna göre değişir. Bu kapsülleme teknolojileri, sıcaklık kontrolünü sağlama yeteneğine sahip yeni akıllı ambalaj malzemeleri geliştirmek için gıda endüstrisinde ilgi çekici olabilir (Pérez-Masiá, López-Rubio & Lagarón, 2013).

Simge Özkayalar ve arkadaşlarının bu çalışmadaki amacı gizli ısı enerjisi depolama özelliklerine sahip nanokapsüller ve nanolifler üretmektir. Bu nedenle, gizli ısı enerjisi depolama malzemeleri olarak yağ alkollerine dayalı faz değişim malzemeleri kullanılmıştır. N-dodekanol ve 1-tetradekanol yağ alkollerini, emülsiyon polimerizasyonu kullanılarak poli(metil metakrilat-ko-metakrilik asit) (p(MM-co-MA)) duvar ile nanoenkapsül edildi, elektroegirme yöntemi kullanılarak poliakrilonitril nanoliflere dahil edildi. Bu çalışmada, iki aşamalı bir emülsiyon polimerizasyon süreci tanımlanmış ve tek aşamalı olarak tanımlanan bilinen emülsiyon polimerizasyon yöntemi ile karşılaştırılmıştır. Sonuçlara göre, yüksek termal stabiliteye ve enerji depolama kapasitesine sahip tipik çekirdek-kabuk yapılı, küresel şekilli, homojen nano boyutlu parçacıklar başarıyla üretildi. İki aşamalı işlem ile hazırlanan nanokapsüllerin entalpi değerleri daha yüksek çıkmış ve 171 J/g'a kadar çıkmıştır. Nanokapsüllerin termal bozunma stabilitesinin iki aşamalı emülsiyon polimerizasyon yöntemi kullanılarak geliştirilebileceği sonucuna varıldı. Ayrıca nanokapsüller, koaksiyel elektroegirme yöntemi kullanılarak poliakrilonitril nanoliflere dahil edilmiş ve 19 J/g enerji depolama kapasitesine sahip kompozit nanolifler üretilmiştir (Özkayalar & Aksoy, 2021).

Jinyu Wang ve arkadaşlarının bu çalışma ile amaçları, UV koruması ve sıcaklık regülasyonu için faz değiştiren malzemelere, polietilen glikol (PEG) dayalı yeni bir akıllı tekstil geliştirmektir. Bir FDM olarak PEG, destek malzemeleri olarak poliamid 6 (PA6) ve titanyum dioksit (TiO₂) kombinasyonu sayesinde, akıllı tekstiller tek nozüllü elektro-egirme ile üretildi. TiO₂'nin mükemmel ultraviyole emici özelliği, güneş ışığı altında verimli UV koruması sağladı. Sonuçlara göre, akıllı tekstiller uygun yüzey morfolojisi, iyi uyumluluk ve termal stabilite ile başarılı bir şekilde üretildi. Akıllı tekstiller 51,14 J/g gizli ısıya sahiptir ve 500 ısıtma-soğutma döngüsünden sonra iyi bir termal güvenilirlik gösterir. Bu çalışma, çok işlevli tekstillerde kullanıma uygun olabilir ve rahat akıllı giyim için anlamlı bir rehberlik sağlayabilir (Wang, Xu & He, 2021).

Elif Gözde Saraç bu çalışmasında, Hindistan cevizi yağı, %70 hindistan cevizi yağı ve %30 n-oktadekan karışımı ile mikrokapsüllenen dokuma kumaş ve dokusuz tekstillerde kullanımı araştırılmıştır. FDM'ler, kapsül duvarında çeşitli polimer maddeleri kullanılarak farklı enkapsülasyon yöntemleri ile mikrokapsüllendirilmiş ve yeni mikroFDM'ler sentezlenmiştir. Geliştirilen mikroFDM'ler selülozik denim ve gömleklik dokuma kumaşlarına kaplama, emdirme ve çektirme yöntemleriyle; polipropilen içerikli dokusuz tekstile kaplama ve kompozit işlemiyle; geri kazanılmış PET lifi dokusuz tekstile kaplama işlemiyle uygulanmıştır (Saraç, 2020).

Mohaddes ve arkadaşları n-eikosan çekirdekli melamin formaldehit kabuklu mikrokapsüllerin gizli füzyon ısısını artırmaya yönelik bir çalışma yapmışlardır. Daha sonra elde edilen bu mikrokapsüller kumaşlara uygulanmıştır. Bu mikrokapsüllerin DSC, SEM, FT-IR cihazları ile karakterizasyonları yapılmıştır. Melamin formaldehit ön polimeri hazırlanıp pH 9'a ayarlanmıştır. Emülsiyon fazı olarak eikosan çekirdek ve emülgatör ile hazırlanmıştır. Emülsiyon solüsyonu ön polimere eklenir pH 4'e ayarlanır ve mikrokapsüller elde edilir. Hazırlanan mikrokapsüller poliestere viskone aplike edildi. Geliştirilen mikrokapsüller, bu alanda gerçekleştirilen önceki çalışmalarla karşılaştırıldığında, 162.4 J/g'nin üzerinde, aşırı erime ve kristalizasyon aralıklarında mükemmel ısı depolama kapasiteleri gösterdi. Mikroenkapsülasyondan önce konsantre eikosan emülsiyonunun ultra homojenleştirilmesi, elde edilen faz değişim entalpilerinden 32 J/g daha fazla olan eikosan ile karşılaştırıldığında ısı kapasitesinin yüksek tutulması (%75'in üzerinde) ile sonuçlanmıştır (Mohaddes, Islam, Shanks, Fergusson, Wang & Padhye, 2014).

Fabien Salau ve arkadaşı içsel bir şişen sistem olarak birçok melamin-formaldehit mikrokapsül hazırlanmıştır, hazırlanırken yerinde polimerizasyon kullanılmıştır. Elde edilen mikrokapsüllerin yapısal ve termal özellikleri incelenmiştir. Mikrokapsüllerin yüzey morfolojisi ve kimyasal yapısı sırasıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskop (FT-IR), numunelerin termal özellikleri, termogravimetrik analiz (TGA) ve

diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) kullanılmıştır. Sonuçlar, termo-fiziksel özelliklerin, doğal çekirdek içeriğine ve sentez koşullarına güçlü bir şekilde bağlı olduğunu göstermiştir. Termal analizden, di-amonyum hidrojen fosfat (DAHP) içeren mikrokapsüllerin, termal bozunmaları sırasında şişen bir sistemin özelliklerini sergilediği ve fosfat ile melamin arasındaki etkileşim nedeniyle yorumlanabileceği sonucuna varıldı. Mikrokapsülün çekirdek içeriği ve sentez koşulları olmak üzere birbiriyle ilişkili birçok parametreden etkilendiğini göstermiştir. Termal iletkenlik polimerik kabuğun kimyasal yapısına bağlıdır, ısı kapasitesi ise mikrokapsülün çekirdek içeriği ile ilgilidir. Ayrıca, DAHP içeren mikrokapsüller için yüksek sıcaklıkta daha iyi termal stabilite bulundu (Salaün & Vroman, 2008).

Wei Li ve arkadaşları melamin-formaldehit reçinesi (MF) kabuklu mikrokapsüllü n-oktadekan, yerinde polimerizasyon ile sentezlendi. Amonyum klorür, MF'nin doğal özelliklerinden kaynaklanan mikrokapsüllenmiş faz değişim malzemelerinin kalıntı formaldehit içeriğini azaltmak için kullanıldı. Çeşitli mikrokapsülleme periyotlarında üretilen mikroFDM'lerin yüzey morfolojisi incelendi ve kabuk kalınlığı ölçüldü. Isıl işlemin yüzey morfolojisi, kalıntı formaldehit içeriği, faz değişim özellikleri ve mikrokapsüllerin termal stabilitesi üzerindeki etkileri sistematik olarak araştırıldı. Isıl işlem görmüş mikrokapsüllerin termal stabilitesi, mikrokapsülleme süresi arttıkça önemli ölçüde arttı; ek olarak, mikrokapsüllerin kalıntı formaldehit içeriği düşmüştür (Li, Wang, Wang, Wu & Zhang, 2007).

Kongying Zhu ve arkadaşları bu çalışmada yaklaşık -10 °C'de bir faz değişim sıcaklığına sahip bir tür FDM olan kapsüllenmiş n-dodekanı, melamin formaldehit kabuk (MF) ile yerinde bir polimerizasyon yöntemi ile mikro ve nano ölçekte hazırlamak ve karakterize etmektir. Taramalı elektronik mikroskopi, Fourier transform kızılötesi spektroskopisi ve 13 °C nükleer manyetik rezonans ile analizler yapılmıştı. Faz değişim malzemeleri içeren kapsüller, ısı transferi, ısı depolama özellikleri, ndodekanın emülsifikasyonu sırasında karıştırma hızı tarafından kontrol edilen ortalama çaplara ve ayrıca emülsiyonlaştırıcı maddenin konsantrasyonuna ve

reaksiyon sıcaklığına bağlıydı. Termogravimetrik analiz, ndodekan kapsüllerinin, azaltılmış çapla termal stabilitelerini arttırdığını gösterdi. Diferansiyel tarama kalorimetrisinin sonuçları, nanokapsüllerdeki n-dodekanın aşırı soğutma derecesinin mikrokapsüllerdekinden biraz daha yüksek olduğunu gösterdi ve aşırı soğumanın bastırılması düşünüldü. Karıştırma hızının artmasıyla çaplar küçülürken, karıştırma hızı arttıkça boyut dağılımı daralmıştır. Yapılan çalışma sonucunda, bir faz değişim malzemesi olarak mikrokapsüllenmiş ndodekanın kullanımını sınırlı olduğu sonucuna varılmıştır. Bu sorunu çözmek için olası yöntemler devam etmektedir ve gelecekteki bir yayında yayınlanacaktır (Zhu, Qi, Wang, Zhou, Zhao, Su & Yuan, 2012).

Peihua Wen a ve arkadaşları Ag nanopartiküllerini melamin-formaldehit (MF) koloidal partiküller üzerine Ag partiküllerinin tutturulduğu kolay ve çevre dostu bir yaklaşım önerildi. MF/Ag kompozit mikro küreleri üretmek için diğer yöntemlerden farklı olarak, yaklaşımımız için ne yüzey öncesi aktivasyon ne de ekstra indirgeyiciler gerekli değildi. Bu MF/Ag kompozit mikroküreler, E. coli ve S. aureus'a karşı gelişmiş antibakteriyel aktiviteler sergilemiştir. Bu avantajlı özelliklere dayanarak, bu MF/Ag kompozit mikrokürelerin çevresel uygulamalar için ve pratikte biyomedikal uygulamalar için antibakteriyel malzemeler olarak umut verici adaylardır. Rasyonel uyarılma ile bu yöntem, farklı metalik (Au, Pt, Ni vb.) nanokabuklarla kaplanmış çekirdek-kabuk yapılı metallodielektrik kompozit kürelerin üretimi için yeni bir paradigma olarak kabul edilebilir. Bu nedenle üretilen kompozit malzemeler biyomedikal ve çevresel uygulamalarda uygulama bulabilir (Wen, Wang, Wang, Zhang, Peng & Deng, 2018).

Bu makalede Cheng ve arkadaşları, gümüş nano-parçacıklarla kaplanmış mikrokapsüllü, duvar olarak melamin formaldehit (MF) reçinesi ve çekirdek faz değişim malzemesi parafin ile yerinde polimerizasyon ve bir kimyasal indirgeme yöntemiyle ilk kez hazırlanmasını bildirmektedir. Farklı oranlarda çekirdek kabuk oranları denenmiştir. Numunelerin morfolojisi, kimyasal yapısı, yüzey elemanı ağırlık yüzdesi ve termal özellikleri (DSC), taramalı elektron mikroskobu (SEM),

fourier dönüştürülmüş kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) enerji dağılımlı X-ışını dedektörü (EDX) ve diferansiyel tarama ile karakterize edildi. Bir kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak Ag'ün ısı iletimi ve ısı depolama kapasitelerini iyileştirdiği görülmüştür (Wang, Shi, Zhang & Cheng, 2013).

H.H. Nersisyan ve arkadaşları Nano boyutlu üniform gümüş tozları ve gümüşün kolloidal dispersiyonları, yüzey aktif madde olarak sodyum dodesil sülfat varlığında Ag₂O koloidal dispersiyonunun ara hazırlığını içeren bir kimyasal indirgeme yöntemiyle AgNO₃'ten hazırlandı. Hidrazin hidrat (N₂H₄.H₂O), formaldehit (HCOH) ve glukoz (C₆H₁₀O₅) gibi birkaç indirgeyici ajanın pratik açıdan bu çalışmada tercih edildiği bulunmuştur. Nano boyutlu gümüş tozunun hazırlanmasına ilişkin deneylerin ayırt edici bir özelliği, Ag₂O kolloidal dispersiyonunun ara hazırlığını içeren iki aşamada gerçekleştirilmesiydi. Başlangıçta AgNO₃, NaOH tarafından Ag₂O'ya dönüştürüldü. Daha sonra, Ag₂O, bir kolloidal dispersiyon oluşumuna kadar sodyum dodesil sülfat varlığında manyetik karıştırma işlemine tabi tutuldu. X-ışını difraktometresi (XRD) ile analiz edilmiştir. Mikroyapı çalışması, mikron altı yapının gözlemlenmesi için alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile donatılmış taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kolloid solüsyondaki partikül boyutunun dağılımı tespit edildi. 60-120 nm partikül boyutlarına sahip gümüş tozunun ve ortalama 10-50 nm gümüş partikül boyutuna ve ağırlıkça % 0.5-2 konsantrasyonuna sahip kolloidal dağılıma sahip gümüş tozunun hazırlanması için koşullar oluşturulmuştur (Nersisyan, Lee, Son, Won & Maeng, 2003).

Stephanie Marín Gamboa ve arkadaşları gümüş nanoparçacıkların sentezi için çok çeşitli yöntemler bahsetmişlerdir. Reaksiyonda seçilen kimyasallar, nanoparçacıkların şekli ve özellikleri de buna bağlı olacaktır. Sentez yöntemi olarak NaBH₄ ve DMF indirgeyici olarak askorbik asit stabilize edici ajan olarak kullanılmasıyla, sentezlenmiş ve bu sentezlerin karakterizasyon işlemleri yapılmıştır. Sonuç olarak boyut, şekil, genel olarak nanopartiküllerin morfolojisi, reaksiyon kinetiği, sıcaklık, pH vb. gibi faktörlerin spesifik kontrolüne bağlıdır,

böylece sentez yöntemi, sentezlenmek istenen nanopartikülün elde edilmesinde seçici olduğu görülmüştür. AgNP'nin karakterizasyonu, özelliklerini değerlendirmek ve bileşim, yapı ve morfoloji hakkında bilgi elde etmek için temel bir süreçtir. Ayrıca sentez sürecinin ne zaman sonuçlandığını bilmemizi ve kalitesini değerlendirmemizi sağlar. AgNP'nin bakterisidal etkisinin olası mekanizması, mikropları, DNA'yı ve proteinleri bozan ve hücre zarının ölümüne neden olan reaktif oksijen türlerinin oluşmasıdır (Gamboa, Rojas, Martínez & Vega-Baudrit, 2019).

S. Iravani ve arkadaşları Gümüş nanoparçacıklar (NP'ler) optik, antimikrobiyal ve elektriksel özelliklere bağlı olarak boyut ve şekil vb. özelliklerinden dolayı bu konuyu ele almışlardır. Gümüş NP'ler, benzersiz özellikleri ve tıp, kataliz, tekstil mühendisliği, biyoteknoloji, nanobiyoteknoloji, biyo-mühendislik bilimleri, elektronik, optik ve su arıtma gibi çeşitli alanlarda kanıtlanmış uygulanabilirlikleri nedeniyle büyük ilgi görmüştür. Bu NP'lerin mikrobiyal patojenlere karşı önemli inhibitör etkileri vardır ve çeşitli ürünlerde antimikrobiyal ajanlar olarak yaygın olarak kullanılırlar. Gümüş NP'lerin şekil, boyut ve boyut dağılımı, indirgeyici ajan, stabilizatör gibi reaksiyon koşulları ayarlanarak veya farklı sentetik yöntemler kullanılarak kontrol edilebilir. Bu nedenle, reaksiyon koşullarının NP'lerin morfolojisi ve boyutu üzerindeki etkilerini aydınlatmak önemlidir. Lazer ablasyonu, gama ışıması, elektron ışıması, kimyasal indirgeme, fotokimyasal yöntemler, mikrodalga işleme ve gümüş oksalatın su ve etilen glikol içinde termal ayrışması ve biyolojik sentetik dahil olmak üzere çeşitli şekil ve boyutlarda gümüş NP'ler elde etmek için farklı yöntemler geliştirilmiştir. NP'lerin biyosentetik yöntemleri, doğal indirgeyici ve stabilize edici ajanlar kullanılarak NP'lerin uygun şekilde sentezlenmesi için yeni bir olanak sağlar. Kimyasal ve fiziksel yaklaşımlara çevre ve ekonomik açıdan dost alternatifler olarak, organizmalar kullanılarak metal ve yarı iletken NP'lerin biyosentezi önerilmiştir. NP sentezinin değerlendirilmesinde monodispersite ve partikül boyutu ve şekli çok önemli parametrelerdir. Bu nedenle, NP'lerin morfolojisi ve monodispersitesi üzerindeki etkin kontrol araştırılmalıdır. Reaksiyon koşulları optimize edilmelidir.

Yüksek üretim kapasitesine sahip taranmış organizmalar kullanılarak ve reaksiyon koşulları kontrol edilerek, iyi karakterize edilmiş NP'ler, sentez oranlarıyla daha hızlı veya kimyasal ve fiziksel yaklaşımlarla uyumlu olarak elde edilebilir. Bu çevre dostu yöntem, farmasötikler, kozmetikler, gıdalar ve tıbbi uygulamalar dahil olmak üzere çeşitli alanlarda potansiyel olarak kullanılabilir (Iravani, Korbekandi, Mirmohammadi & Zolfaghari, 2014).

Kashif Iqbal ve arkadaşları, akıllı tekstiller alanında pratik uygulamalarla tekstiller üzerinde mevcut organik ve inorganik FDM'lerin, farklı kapsülleme tekniklerinin, karakterizasyon tekniklerinin, elyafın içine dahil edilmesi uygulamasının araştırılmasını ve analizini özetlemektedir. Tekstil materyali içeren FDM'ler, erime sırasında gizli ısıyı emerek ve ters soğutma veya kristalizasyon işlemi sırasında serbest bırakarak ortamdaki sıcaklığı değiştirme yeteneği sergiledikleri ve termo-düzenleyici bir etki sağladığı için akıllı kabul edilir. PCM'ler dahil tekstiller, spor giyim, yapı malzemeleri, otomotiv tekstili, tarımsal tekstil, havacılık tekstili, jeotekstil ve medikal tekstil gibi birçok alanda uygulamaları için uygun olmasını sağlayan olağanüstü termal depolama özellikleri sergiler. Bu gözden geçirme makalesi, farklı FDM türlerini, çeşitli kapsülleme yöntemlerini, karakterizasyon tekniklerini, kumaş üzerinde farklı uygulama tekniklerini ve liflere dahil edilmesini, modelleme ve simülasyonu ve tekstil sektöründeki ana uygulama alanlarını araştırmıştır (Iqbal, Khan, Sun, Ashraf, Rehman, Safdar, & Maqsood, 2019).

Gökhan Erkan ve arkadaşları bu çalışmada, melamin ve formaldehit monomerleri kullanılarak in situ polimerizasyon ile terbinafin, allilamin esaslı mantar önleyici madde mikroenkapsüle edilmiştir. Melamin ve formaldehitin dört farklı mol oranları uygulanmıştır. Terbinafinin termal davranışı ve XRD tepe noktaları, 8:1 mol oranında melamin-formaldehit kabuğu ile tamamen taranmıştır. Melamin formaldehit polimerin karakteristik FTIR bantları ve terbinafin'in 2773 cm⁻¹'de gerilmesi tüm mol oranlarında gözlemlendi. Mikrokapsüller, dihidroksi-yetilenüre bazlı çapraz bağlama maddesi kullanılarak pamuklu kumaşa dolgu yöntemiyle

başarıyla uygulandı. 25 yıkama döngüsünden sonra mikrokapsüller mevcuttu. Uygulanan kumaşların antifungal özellikleri, *A. niger* için 25 yıkama döngüsüne ve *T. rubrum* için 15 yıkama döngüsüne kadar hala korunmuştur. Bunlara ek olarak bu çalışma, antifungalor antimikotik kumaşların mikrokapsülasyon ile oluşturulabileceğini göstermektedir. Daha ileri çalışmalar, mikro kapsüllü antifungal ajanların kontrollü salınımına odaklanacaktır. (Erkan, Sarişik & Pazarlioğlu, 2010).



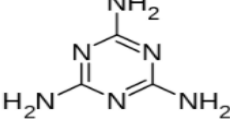
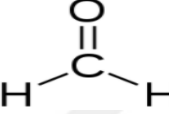
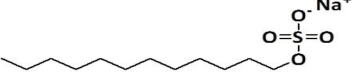
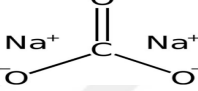
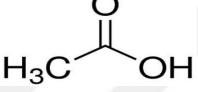
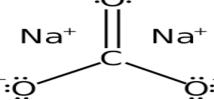
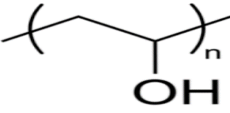
3. MATERYAL VE METOD

3.1. Materyal

Bu alıřmada termal enerji depolayan faz deęiřtiren malzeme, Sigma Aldrich ‘ten temin edilen parafin bazlı n-dokosan kullanılmıřtır. ekirdeęin sıvı faza getięinde kaybını engellemek ve dıř etkilerden korumak amalı melamine-formaldehit kabuk malzeme olarak kullanılmıřtır. Melamin kimyasalı Sigma Aldrichten temin edilirken, %37’lik formaldehit Tekkim firmasından temin edilmiřtir. pH ayarlamaları iin kullanılan sodyum karbonat ve asetik asit kimyasalları Merck firmasından temin edilmiřtir.

Hazırlanan kapsllerin kumařa baęlanması iin Akkim firmasından temin edilen Agapol Binder Srd 1945 akrilik asit ester bazlı apraz baęlayıcı kimyasal kullanılmıřtır. Kumař olarak %100 suprem kumařlar tercih edilmiřtir. Kapsllerin kumařa emdirme yntemi ile kumařa uygulanması iin Fular makinası kullanılmıřtır. Emdirme iřlemi uygulanan kumařlar Termal Laboratuvar Aletleri marka kurutma makinası ile kurutma iřlemine tabi tutulmuřtur. Sentezlenen kapsllerin karakterizasyon iřlemleri iin Thermo Scientific marka Nicolet iS10 FT-IR, Mettler Toledo marka, Dsc 3 model DSC cihazı, Fei marka, Quanta FEG 650 model SEM, cihazları kullanılmıřtır.

Çizelge 3.1. Kullanılan Kimyasal adı, forml ve kullanım amaçları.

Kimyasal Adı	Kimyasal Forml	Kullanım Amacı
N-DOCOSANE		ÇEKİRDEK
MELAMİNE		KABUK
FORMALDEHİT		KABUK
SODYUMLAURİL SULFAT		EMLGATR
SODYUM KARBONAT		PH AYARLAMA
ASETİK ASİT		PH AYARLAMA
SODYUM KARBONAT		PH AYARLAMA
POLİVİNİLALKOL		MİKROKAPSL KORUMA AJANI
AKRİLİK ASİT ESTER	----	ÇAPRAZ BAĞLAYICI
GMŞ NİTRAT		ANTİMİKROBİYAL ZELLİK

3.2. Metod

3.2.1. Kapslasyon İřlemi

Literatrde melamine-formaldehit kabuk malzemesine sahip kapsllerin in situ polimerizasyon teknięi kullanılarak retilmesi olduka yaygın kullanılmaktadır. Melamine-formaldehit kabuklar, sahip olduęu termal ve mekanik stabilitesi nedeniyle tercih edilmektedirler. Bu polimerizasyon tipi 3 ařamadan oluřmaktadır.

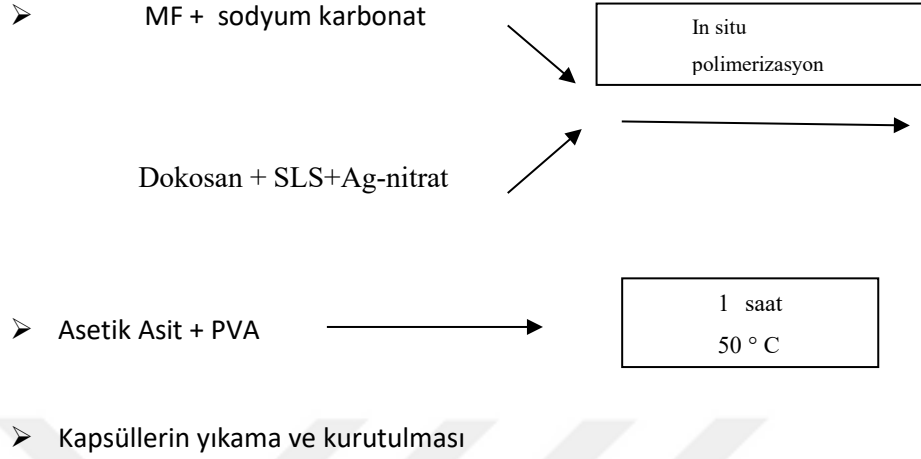
İlk olarak yaę fazı hazırlanır. Eritilmiř olan ekirdek malzeme olan n-dokosan ve emlgatr malzeme olarak kullanılan SLS kimyasalı bir behere eklenir ve 6000 rpm hızda karıřtırılarak yaę fazı oluřturulur. 6000 rpm de karıřtırma iřlemi homojen zelti elde edene kadar devam etmektedir. Hazırlanan bu zelti emlsiyon zeltisidir.

İkinci adım ise sulu fazın hazırlanmasıdır, 3 boyunlu balon ierisinde 97 mL saf su, 0,1 M melamin ve 0,3 M %37'lik formaldehit 100 mL'lik zelti hazırlanır. %10'luk hazırlanan kalsiyum karbonat zeltisi ile pH 8-9 'a ayarlanır ve 70°C 'de yaklaşık 1 saat tutulur. Sıcaklık ile uygun pH deęerinde melamin znp berrak zelti oluřacaktır. Hazırlanan bu zelti n polimerdir.

Daha sonra ekirdeęi duvar metaryali ile kaplayıp kapsllenmiř FDM elde etmek iin hazırlanan n polimere, hazırlanan emlsiyon fazı kontroll bir řekilde eklenir.

Hazırlanan emlsiyon zeltisi n polimere dahil edilir ve reaksiyon asetik asit ile pH 3, pH 4 ve pH 5'e ayarlanır. Bylece pH deęiřiminin kapslasyona etkisi incelenecektir. Reaksiyon ayarlanan pH deęerinde 1 saat 50 °C'de tutulur.

In-situ polimerizasyonu sonucunda kapslleri korumak iin zeltiye 0,001 M PVA zeltisi eklenir ve 50 °C'de 1 saat karıřtırma iřlemi devam eder. Reaksiyon sresinin bitmesiyle reaksiyon szlr, yıkanır ve etvde kurutulur. Elde edilen kapsllere daha sonra gmř indirgemesi yapılır.



3.2.2. Gmş Nanopartikllerin Sentezi ve İndirgeme Yntemleri

3 yntem ile gmş eklenmesi yapılmıřtır. Direkt gmş eklemesi, DMF ve PVA ile gmş indirgeme denemeleri yapılmıřtır.

- PVA ile yapılan denemelerde, taze hazırlanmıř bir sulu AgNO_3 zltisinin (1.0 M) beher iindeki sulu PVA zltisine damla damla eklenmesi manyetik bir karıřtırma ile 60–70 °C'de gerekleřtirilir.

Bu sırada PVA moleklleri $\text{Ag}^+ \rightarrow \text{Ag}$ reaksiyonunu gerekleřtirir. Ag partiklleri, nanokolloidlerin yerinde PVA moleklleri yoluyla daęılır. Bařlangıta berrak sıvı renginden yavař yavař sarıya dner (Gautam & Ram, 2010). Elde edilen ve kurutulan 1 gram mikrokapsl hazırlanan zlti ierisine eklenir ve 1 saat 60°C'de beklendikten sonra reaksiyon sonlandırılır. Mikrokapsller vakum altında szlr, yıkanır ve oda kořullarında kurutulur.

- DMF ile yapılan denemelerde, DMF'nin, herhangi bir harici indirgeyici ajanın yokluęunda bile Ag^{+1} iyonlarını sıfır deęerlikli metale indirgeyebildięi bildirilmektedir. Ag^{+1} iyonlarının DMF'de koruyucu

bir ajan olmadan kendiliğinden indirgenmesi, çözelti ile temas halinde olan temiz cam yüzeyler üzerinde gmş nanoparçacıkların homojen bir şekilde birikmesine yol açar (Mondal, 2008).

Elde edilen ve kurutulan 1 gram kapsl ve 1 gram AgNO₃ 48 mL DMF çözeltisine eklenir ve oda koşullarında 2 saat boyunca karıştırılır bu esnada reaksiyon ışıktan muhafaza edilir. (Zhang, Wang & Wu, 2016).

- Bunun yanı sıra kapsllerin reaksiyon aşamasında pH ayarlaması yapıldıktan sonra verilen 4mL PVA ile 0,3gram AgNO₃ eklenmiştir ve 1 saat 50 °C de reaksiyon devam ettirilmiştir.

3.2.3. Kapsllerin Antibakteriyal Uygulaması

Numune 1, Numune 2, Numune 3, Numune 4, Numune 5, Numune 6 ve Numune 7 isimli kimyasalların antimikrobiyal aktiviteleri çalışılmıştır. Antimikrobiyal etkinlik gram negatif *Escherichia coli* ve gram pozitif *Staphylococcus aureus* olmak üzere 2 bakteriye karşı test edilmiştir. Bu amaçla, kimyasalları içeren (0.025g/ml) 2 mL nutrient broth besiyerleri hazırlanmıştır. Her bir besiyerine mikroorganizma ekimleri yapılmıştır. Kontrol grubu olarak herhangi bir kimyasal içermeyen nutrient broth'a aynı miktarda bakteri ekimi yapılmıştır. Tm tplerdeki mikroorganizma konsatrasyonu 0.62 absorbansa (optik yoğunluk) ayarlanmıştır. (yaklaşık olarak 1x10⁸ CFU/mL bakteri yoğunluğunu ifade etmektedir).

Mikroorganizma ekimleri her bir tpe yapıldıktan sonra, tpler 37°C de 24 saat 150 rpm' de inkbe edilmiştir. 24 saatin sonunda tplerdeki bakteri gelişme durumları gözlemlenmiş, spektrofotometre ile ölçm yapılarak optik yoğunluk kontrol edilmiştir.

3.2.4. Kapsllerin Kumařa Uygulanması

40 g/L retilen mikrokapsl, 6g/L Agapol Binder Srd 1945 apraz baęlayıcı, 148 mL distile su ile zelti hazırlanır. Hazırlanan bu zelti %100 sprem kumařa 1 mL/dk hızıyla, 3,8 kg/Pa basıncıyla emdirme yntemi ile 5 gram kesilmiş kumařlara uygulanmıřtır. Uygulaması yapılan kapsller 110 derecede kurutma iřlemine tabi tutulurlar.



řkil 3.1. Laboratuvar tipi fular makinası



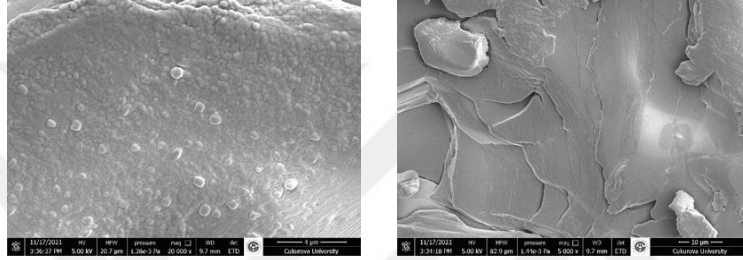
řkil 3.2. Laboratuvar tipi kurutma makinası

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Sentezlenen Kapsllerin Analizleri

4.1.1. Hazırlanan Kapsllerin SEM Analizi

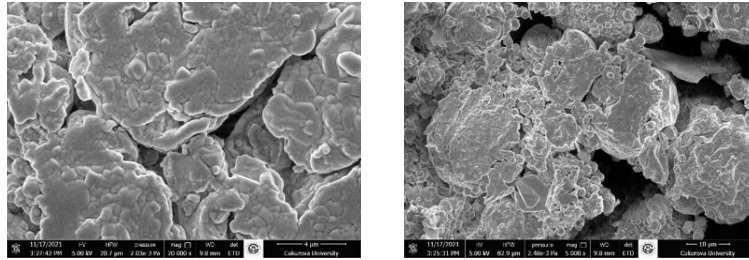
Numune 1: ncelikli olarak reaksiyonda ekirdek madde olarak yer alan dokosanın SEM grnts ařağıdaki řekildedir.



řekil 4.1. Numune 1 SEM analizi grntleri.

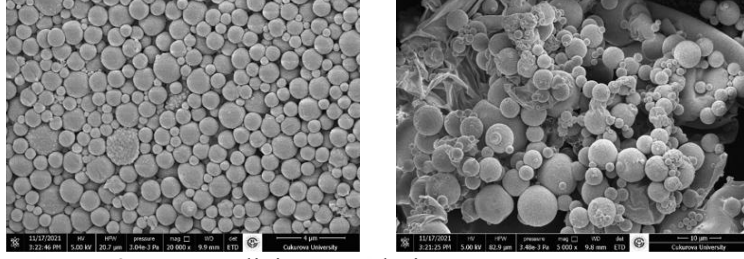
Sentezlenen bazı kapsllerin SEM analizleri ise;

- Numune 2: pH 3 de gerekleřtirilen reaksiyon sonucu oluřan SEM grntleri ařağıdaki řekildedir.



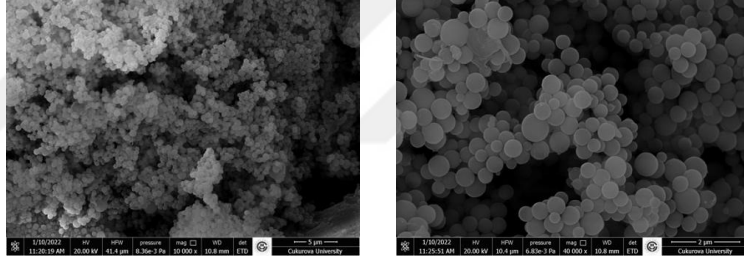
řekil 4.2. Numune 2 SEM analizi grntleri.

- Numune 3: pH 4 de gerekleřtirilen yerinde polimerizasyon sonucu oluřan SEM grntleri ařağıdaki řekildedir.



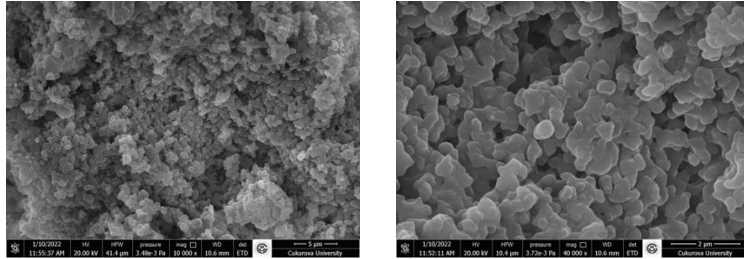
řekil 4.3. Numune 3 SEM analizi grntleri.

- Numune 4: pH 5 de gerekleřtirilen yerinde polimerizasyon sonucu oluřan SEM grntleri ařağıdaki řekildedir.



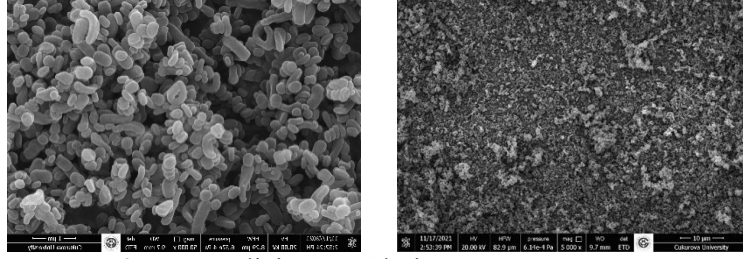
řekil 4.4. Numune 4 SEM analizi grntleri.

- Numune 5: Gmř indirgemesi yapılmadan sentezlenen kapsllerin SEM grntleri ařağıdaki řekildedir.



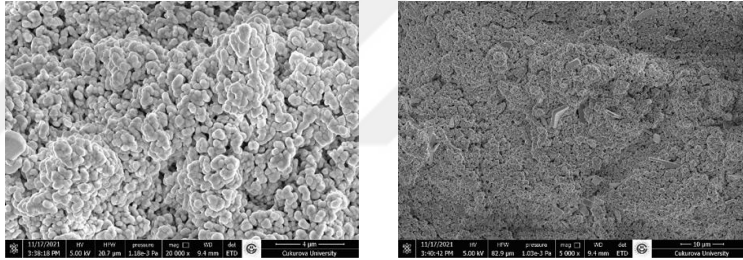
řekil 4.5. Numune 5 SEM analizi grntleri.

- Numune 6: DMF ile indirgeme yapılarak sentezlenen kapsllerin SEM grntleri ařağıdaki řekildedir.



řekil 4.6. Numune 6 SEM analizi grntleri

- Numune 7: PVA ile indirgeme yapılarak sentezlenen kapsllerin SEM grntleri ařağıdaki řekildedir



řekil 4.7. Numune 7 SEM analizi grntleri.



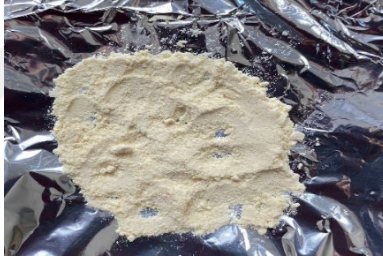
řekil 4.8. Numune 1 grnts.



Şekil 4.9. Numune 2, Numune 3 ve Numune 4 görüntüsü.



Şekil 4.10. Numune 5 görüntüsü.



Şekil 4.11. Numune 6 ve Numune 7 görüntüsü.

Yapılan denemeler sonucunda SEM görüntüleri incelendiğinde, elde edilmiş kapsüllerin küresel şeklinin pH ile doğrudan ilişkili olduğu görlmektedir. Çekirdek olarak kullanılan n-dokosanın morfolojik yapı özellikleri Şekil 4.1’de görlmektedir. Ph 3 de gerçekleştirilen reaksiyonda Şekil 4.2 de görldüğü gibi küresel kapsüller elde edilememiş ve amorf bir yapı meydana gelmiştir, pH 4 itibari ile kapsüller küreselleşmeye başlamıştır, Şekil4.3. pH 3, pH 4 ve pH 5 ortamlarında gerçekleştirilen reaksiyonlar sonucunda kapsüllerin küresel ve düzgün şekilde

oluřmaları iin uygun en uygun kořulların pH 4 ve pH 5 olduėu řekil 4.3 ve řekil 4.4 aıka grlmektedir.

Yapılan alıřmada pH 4 deėeri azaldıka, ekirdek malzeme ve kapslleme verimliliėi azalmaktadır. Bu, daha dřk pH deėeri altında oluřturulan melamin reinesinin daha sıkı  boyutlu rijit yapısı ile aıklanabilir. Bununla birlikte, pH deėeri 4’n altında olduėunda topaklanma grlr ve bu da kapsllemenin tamamen bařarısız olmasına neden olur (Yin, Ma, Geng, Zhang & Zhang, 2015).

MF prepolimerlerinin hidroksimetilindeki nitrojen atomu, H^+ ’ı absorblar ve asidik emlsiyona eklendiėinde pozitif olarak yklenir. Pozitif ykl MF prepolimerleri, asidik kořullar altında yksek reaktivite sergiler. H^+ konsantrasyonunun artması, amino-hidroksimetilamino yoėunlařmasını ve hidroksimetilamino-hidroksimetilamino yoėunlařmasını teřvik eder ve bazıları n polimerlerin ekirdekler zerine birikmesinden nce srekli fazda retilen kk MF paracıklarının oluřumunu hızlandırmaktadır (Wang & Zhao, 2017).

Reaksiyon sırasında $AgNO_3$ taneciklerinin direkt mekanik karıřtırma ile eklenmesi řekil 4.5 de de grldėu gibi meydana gelmiřtir, oluřan kapsllerin řekli istenilen kresellikte olmamıřtır bu nedenle homojen daėılımı saėlamak ve stabiliteyi artırabilmek iin indirgeme yntemleri denenmiřtir.

Gmř indirgemesi ile yapılan reaksiyonlar sonucunda yapılan SEM analiz grnt sonuları řekil 4.6 ve řekil 4.7 de gsterilmiřtir. DMF ile indirgeme yapılan kapsller řekil 4.6 da grldėu gibi kresel řeklini kaybedip, ubuksu bir řekil almıřtır.

řekil 4.7 de gsterilmiřtir. Gmř indirgeme sonucunda retilen kapsllerin mevcut kresel řeklini kaybettiėi grlmektedir.

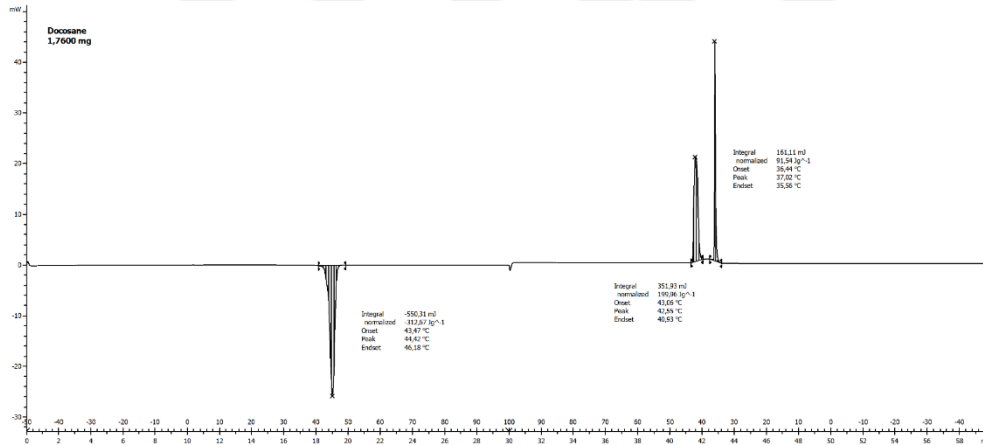
Ayrıca resimlerde grldėu gibi Numune 2, Numune 3 ve Numune 4 beyaz toz formundayken, Numune 5 kahverengi toz, Numune 6 ve Numune 7 hafif sarı rengini almıř toz formunda grlmektedir.

Çizelge 4.1. Sentezlenen kapsüllerin şekli ve kapsül boyutları.

Numune Adı	Kapsül Dağılımı ve Şekli	Kapsül Boyutu
Numune 1	-	-
Numune 2	Amorf yapı	-
Numune 3	Küresel ve homojen yapı	663,6 nm-1.772 μ m
Numune 4	Küresel ve homojen yapı	800,8 nm-1.388 μ m
Numune 5	Küresel ve homojen olmayan yapı	259,5-623,6 nm
Numune 6	Küresel ve homojen olmayan yapı	676,9-918,9 nm
Numune 7	Küresel olmayan yapı	652,5-832,6 nm

4.1.2. Sentezlenen Kapsüllerin DSC Analizi

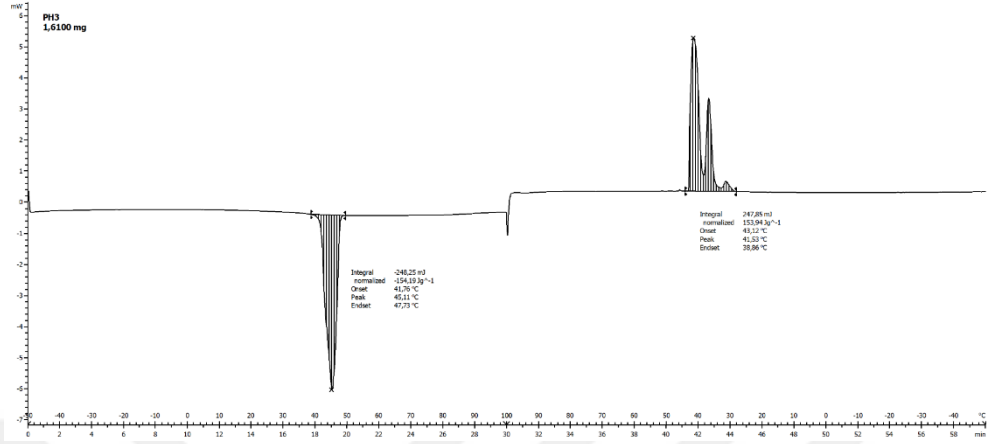
➤ Numune 1: Öncelikli olarak çekirdekte bulunan n-dokosanın DSC analiz sonuçları aşağıdaki şekildedir.



Şekil 4.12. Numune 1 DSC analizi sonuçları.

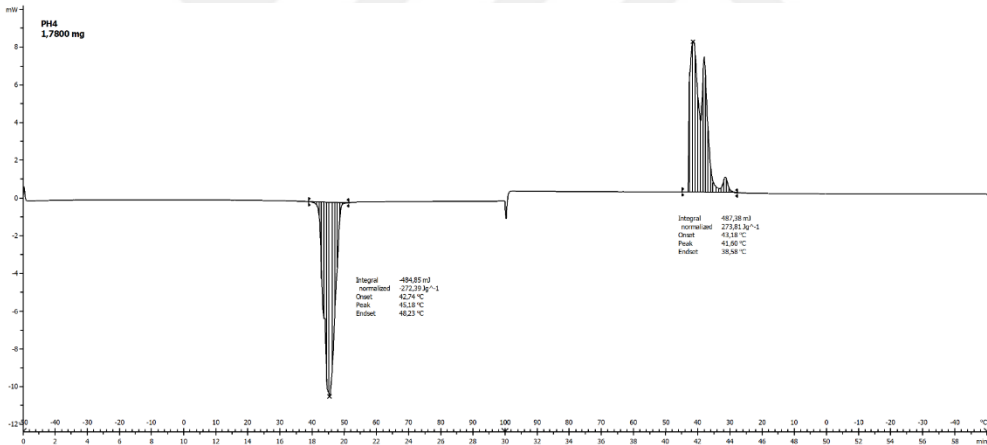
Sentezlenen bazı kapsüllerin DSC analizleri ise;

➤ Numune2: pH 3 değerinde gerçekleştirilen yerinde polimerizasyon sonucu oluşan DSC analizi sonucu aşağıdaki şekildedir



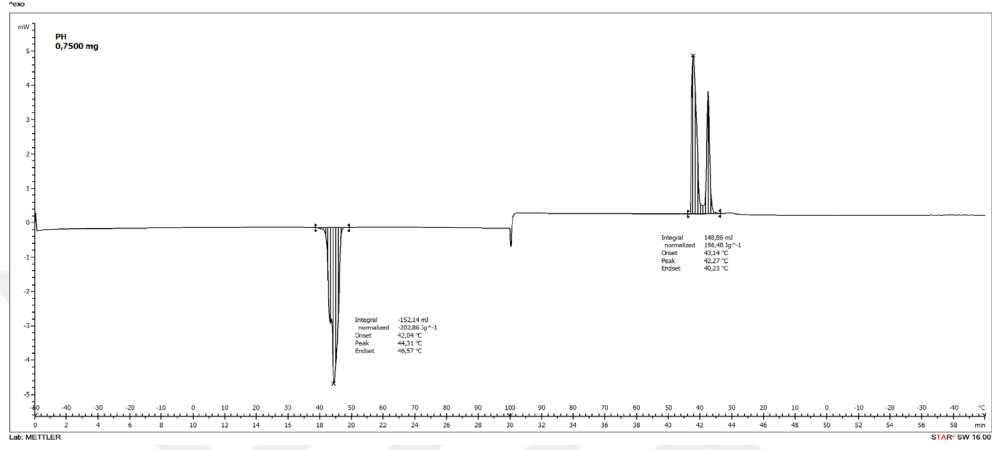
Şekil 4.13. Numune2 DSC analizi sonuçları.

- Numune3: pH 4 deęerinde geręekleřtirilen yerinde polimerizasyon sonucu oluřan DSC analizi sonucu ařaęıdaki řekildedir



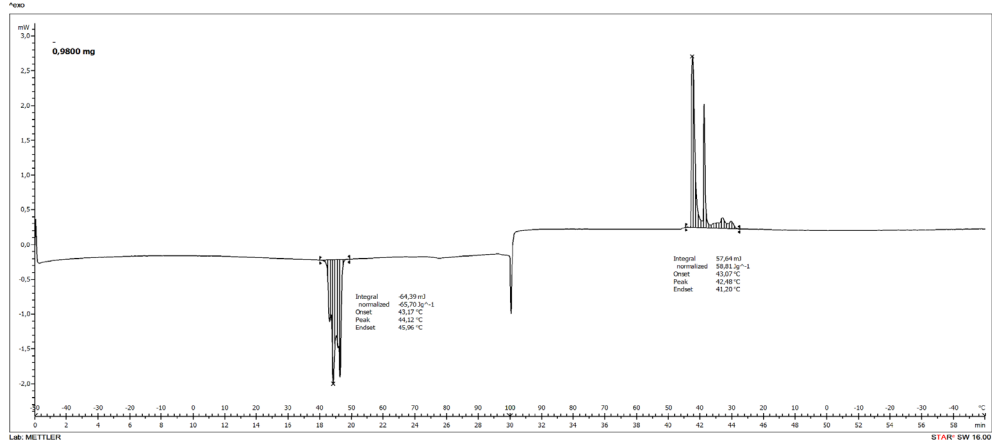
Şekil 4.14. Numune 3 DSC analizi sonuçları.

- Numune 4: pH 5 değerinde gerçekleştirilen yerinde polimerizasyon sonucu DSC analizi sonucu aşağıdaki şekildedir.



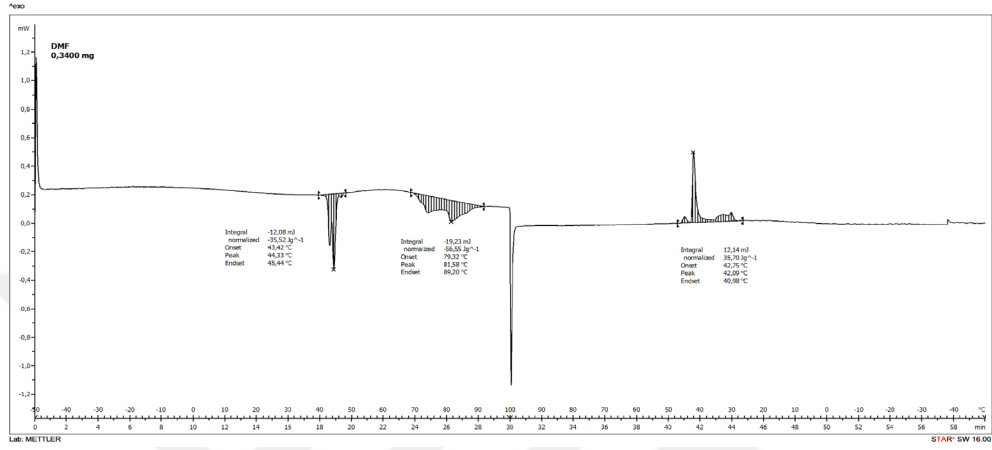
Şekil 4.15. Numune 4 DSC analizi sonuçları.

- Numune 5: Gümüş indirgemesi yapılmadan sentezlenen kapsüllerin DSC analizi sonucu aşağıdaki şekildedir



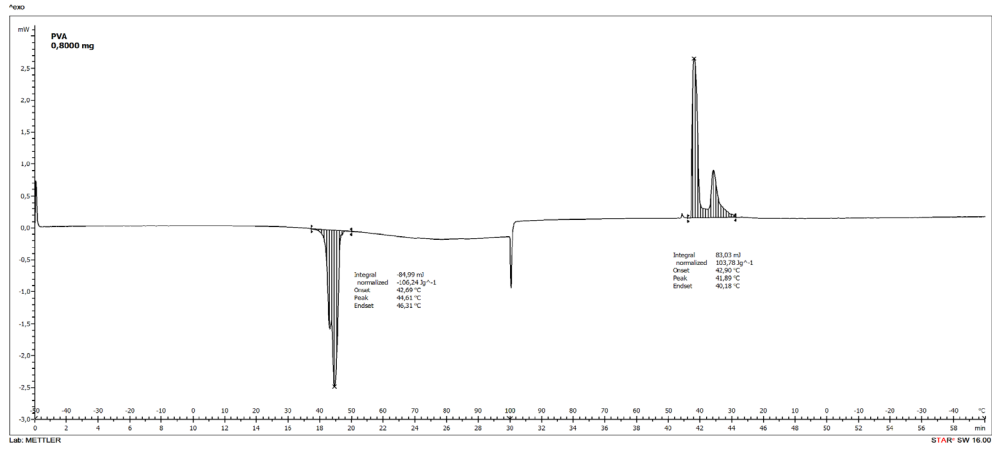
Şekil 4.16. Numune 5 DSC analizi sonuçları.

- Numune 6: DMF ile indirgeme yapılarak sentezlenen kapsllerin DSC analizi sonucu ařağıdaki řekildedir



řekil 4.17. Numune 6 DSC analizi sonuları.

- Numune 7: PVA ile indirgeme yapılarak sentezlenen kapsllerin SEM grntleri ařağıdaki řekildedir



řekil 4.18. Numune 7 DSC analizi sonuları.

Çizelge 4.2. Sentezlenen kapsüllerin DSC analizi sonucu değerleri.

<i>Numune</i>	<i>Kristalizasyon</i>	<i>Kristalizasyon</i>	<i>Erime</i>	<i>Erime</i>
<i>Adı</i>	<i>Noktası</i>	<i>Entalpisi</i>	<i>Noktası</i>	<i>Entalpisi</i>
<i>Numune 1</i>	46,18	-312,67	40,93	199,96
<i>Numune 2</i>	47,73	-154,19	38,86	153,94
<i>Numune 3</i>	48,23	-232,39	38,58	273,81
<i>Numune 4</i>	46,57	-202,86	40,23	198,48
<i>Numune 5</i>	45,96	-65,70	41,20	58,81
<i>Numune 6</i>	45,44	-35,52	40,98	35,70
<i>Numune 7</i>	46,31	-106,24	40,18	103,78

DSC ölçümleri -50 °C ve 100 °C aralığında 5 °C/dk. ısıtma veya soğutma hızında yapılmıştır.

Numune 1, analiz sonuçları incelendiğinde, 40,93 °C’de erime, erime pik sıcaklığında 199,96 J/g erime gizli ısı depoladığı aynı zamanda 46,18 °C’de kristalizasyon, -312,67 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediği görülmüştür

Numune 2, analiz sonuçları incelendiğinde, 38,86 °C’de erime, erime pik sıcaklığında 153,94 J/g erime gizli ısı depoladığı aynı zamanda 47,73 °C’de kristalizasyon, -154,19 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediği görülmüştür.

Numune 3, analiz sonuçları incelendiğinde, 38,58 °C’de erime, erime pik sıcaklığında 273,81 J/g erime gizli ısı depoladığı aynı zamanda 48,23 °C’de kristalizasyon, -232,39 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediği görülmüştür

Numune 4, analiz sonuçları incelendiğinde, 40,23 °C’de erime, erime pik sıcaklığında 198,48 J/g erime gizli ısı depoladığı aynı zamanda 46,57 °C’de kristalizasyon, -202,86 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediği görülmüştür.

Numune 5, analiz sonuçları incelendiğinde, 41,20 °C’de erime, erime pik sıcaklığında 58,81 J/g erime gizli ısı depoladığı aynı zamanda 45,96 °C’de kristalizasyon, -65,70 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediği görülmüştür

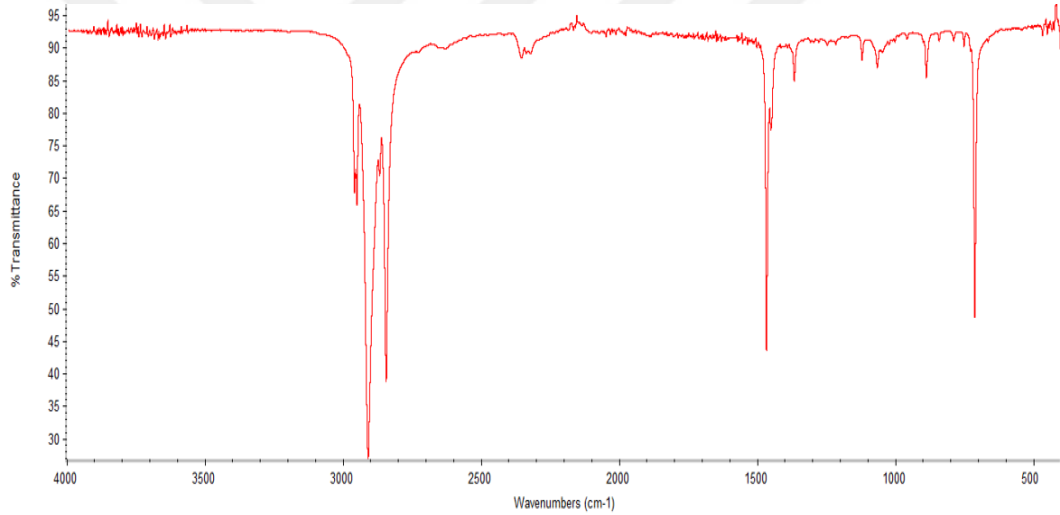
Numune 6, analiz sonuları incelendiğinde, 40,98 °C’de erime, erime pik sıcaklığında 35,70 J/g erime gizli ısı depoladığı aynı zamanda 45,44 °C’de kristalizasyon, -35,52 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediğı görlmştr

Numune 7, analiz sonuları incelendiğinde, 40,18 °C’de erime, erime pik sıcaklığında 103,78 J/g erime gizli ısı depoladığı aynı zamanda 46,31 °C’de kristalizasyon, -106,24 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediğı görlmştr

4.1.3. Sentezlenen Kapsllerin FT-IR Analizi

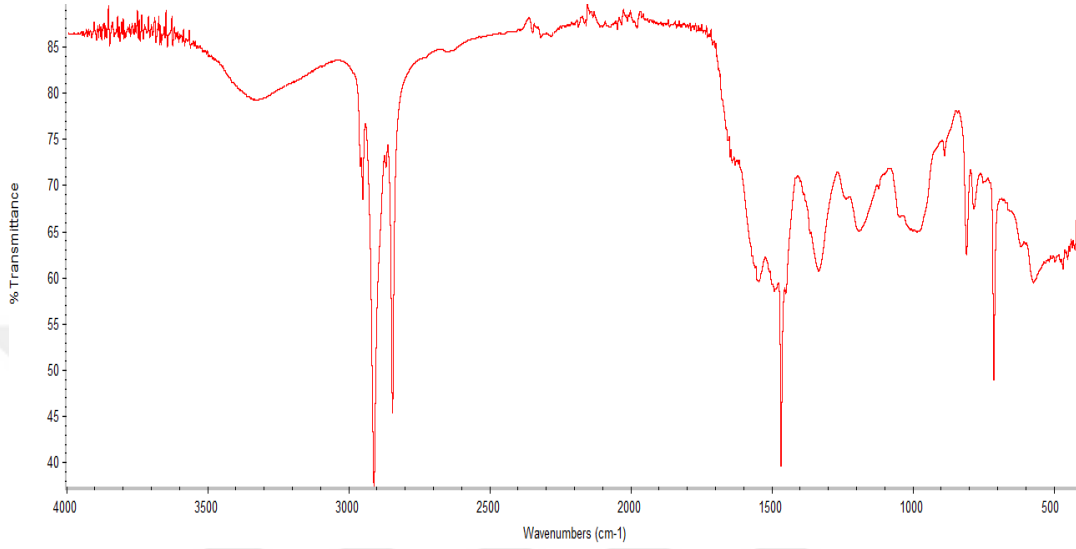


Numune 1: n-dokosane FT-IR sonuları



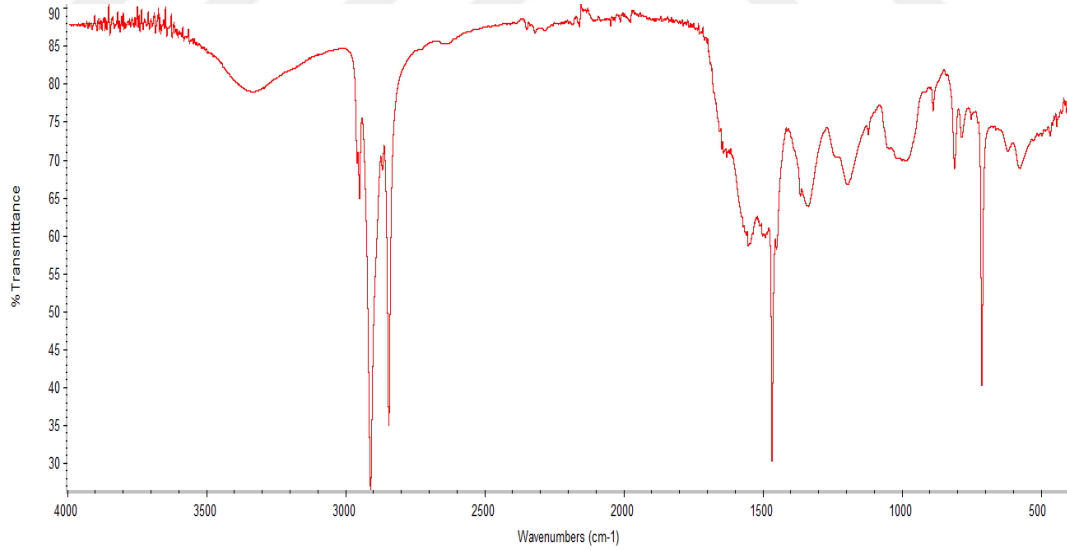
Şekil 4. 19. Numune 1 FT-IR analizi sonuları.

➤ **Numune 2: pH 3 deęerinde geręekleşen reaksiyon FT-IR Sonuęları**



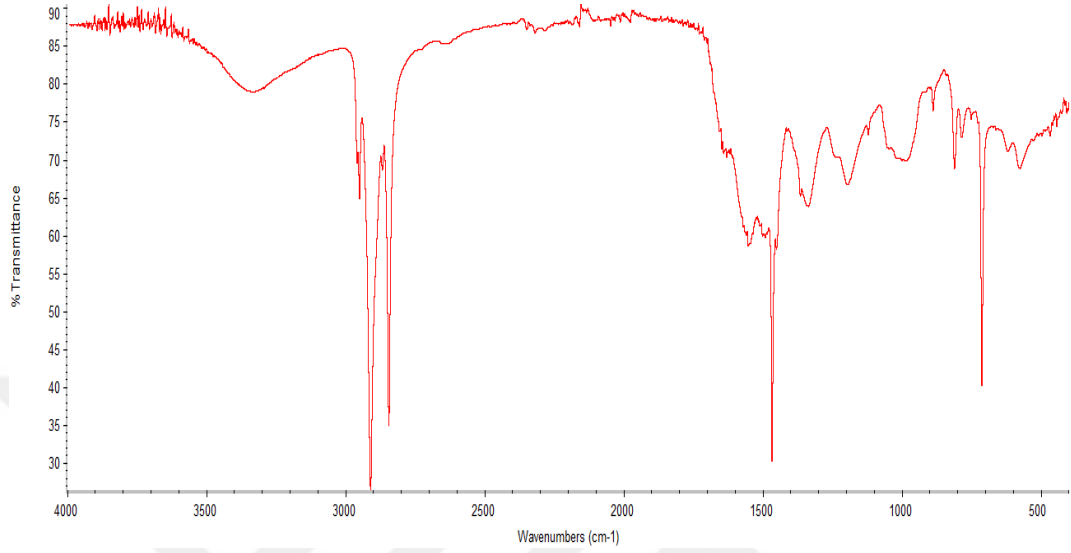
Şekil 4. 20. Numune 2 FT-IR analizi sonuęları.

➤ **Numune 3: pH 4 deęerinde geręekleşen reaksiyon FT-IR Sonuęları**



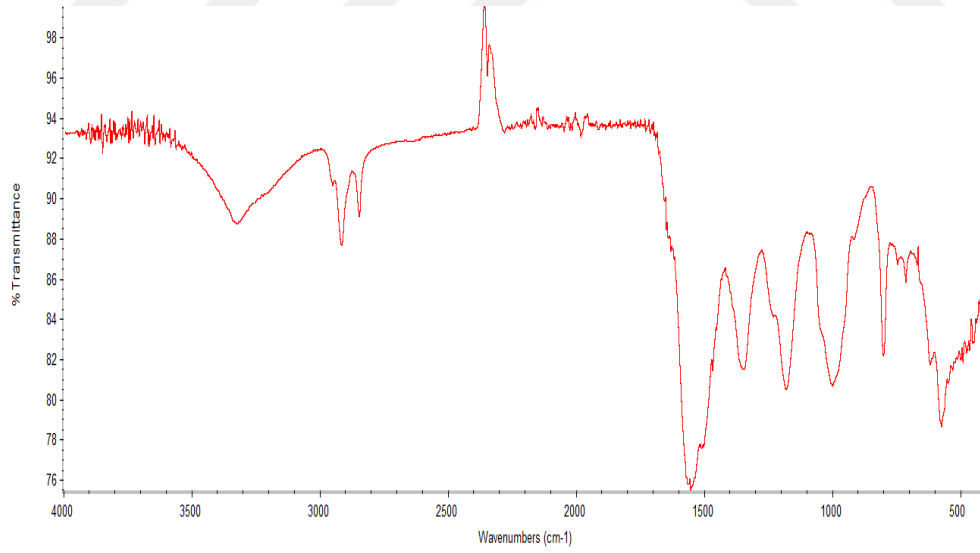
Şekil 4. 21. Numune 3 FT-IR analizi sonuęları.

➤ **Numune 4: pH 5 deęerinde geręekleřen reaksiyon FT-IR Sonuęları**

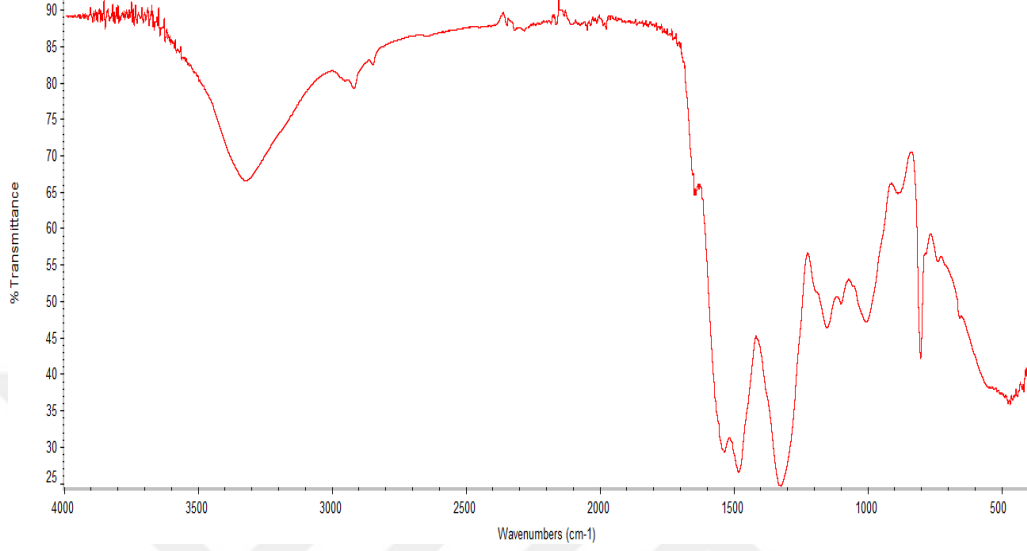


Şekil 4. 22. Numune 4 FT-IR analizi sonuęları.

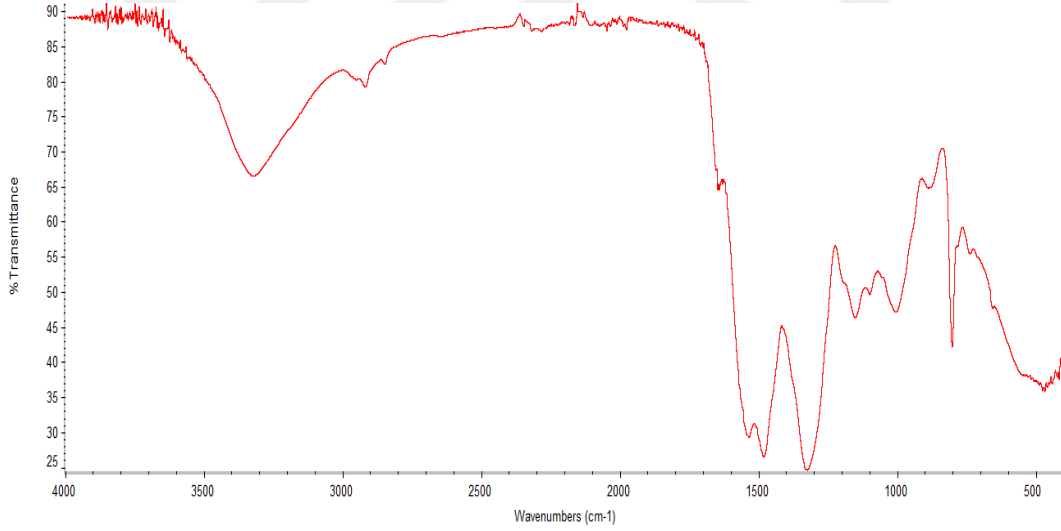
➤ **Numune 5: Gmř indirgemesi yapılmadan geręekleřen reaksiyonun FT-IR Sonuęları**



Şekil 4. 23. Numune 5 FT-IR analizi sonuęları.

➤ **Numune 6: DMF ile Ag indirgemesi yapılan reaksiyon FT-IR Sonuları**

Şekil 4. 24. Numune 6 FT-IR analizi sonuları.

➤ **Numune 7: PVA ile Ag indirgemesi yapılan reaksiyon FT-IR Sonuları**

Şekil 4. 25. Numune 7 FT-IR analizi sonuları.

Numune 3 ve Numune 4 ‘de pikler oldukça benzerdir. Şekil 4.17 ve Şekil 4.18’de 3330 cm^{-1} titreşim bandında yer alan pikler, melamin formaldehitte bulunan O-H ve N-H bağlarına ait titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. 2920 ve 2850 cm^{-1}

bandında yer alan pikler C-H baęı titreřimlerini temsil etmektedir. 810 cm⁻¹'deki pik, triazin halkalarının germe titreřimine aittir.

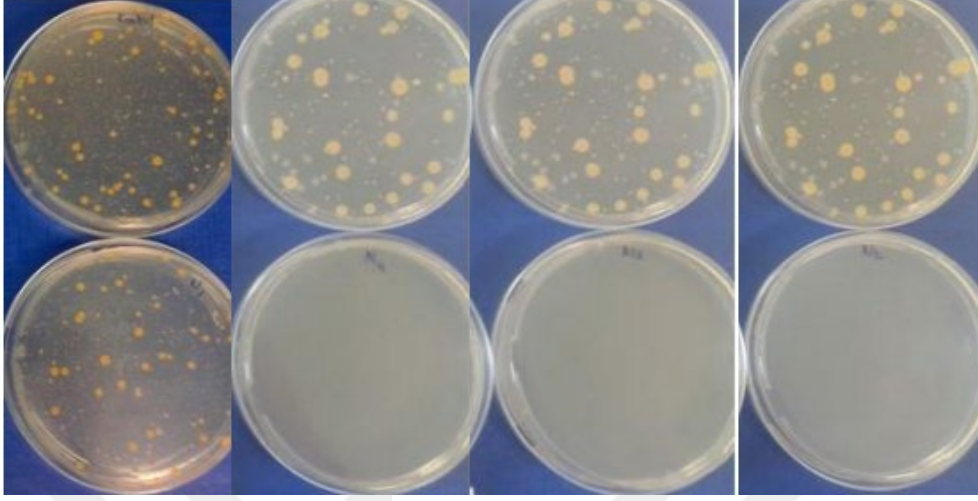
Numune 5, Numune 6 ve Numune 7 'deki pikler řekil 4.19 řekil 4.20 ve řekil 4.21' de grldę gibi 3330 cm⁻¹ titreřim bandında yer alan, 2920 - 2850 cm⁻¹ bandında yer alan ve 810 cm⁻¹'de yer alan piklerin řiddetinin azaldıęı grlmektedir.

4.1.4. Sentezlenen Kapsllerin Antibakteriyal Analizi

Antimikrobiyal etkinlik gram negatif *Escherichia coli* ve gram pozitif *Staphylococcus aureus* olmak zere 2 bakteriye karřı test edilmiřtir.

Mikroorganizma ekimleri her bir tpe yapıldıktan sonra, tpler 37°C de 24 saat 150 rpm' de inkbe edilmiřtir. 24 saatin sonunda tplerdeki bakteri geliřme durumları gzlemlenmiř, spektrofotometre ile lm yapılarak optik yoęunluk kontrol edilmiřtir.

Elde edilen bulgulara gre Numune 1, Numune 2, Numune 3 ve Numune 4 kimyasalları antimikrobiyal aktive gstermezken, Numune 5, Numune 6 ve Numune 7 kimyasallarının bulunduęu tplerde bakteri remesi tespit edilmemiřtir. Gmř eklemesi yapılarak sentezlenen kapsllerin antibakteriyal zellik sergiledikleri grlmřtir.



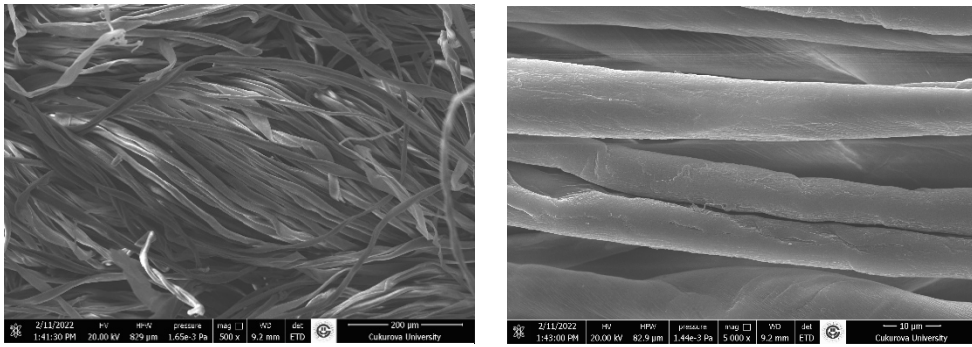
Şekil 4.26. Antibakteriyel etkisi (Demirsoy, 2014).

4.2. Kumaşa Uygulanan Kapsllerin Analizleri

Kapsllerin SEM, DSC ve FT-IR analizleri incelendiğinde en iyi sonuç pH 4 de gerekleřtirilen Numune 3 ve PVA ile gmř indirgemesi yapılan Numune 7'nin kumař uygulaması yapılmıřtır.

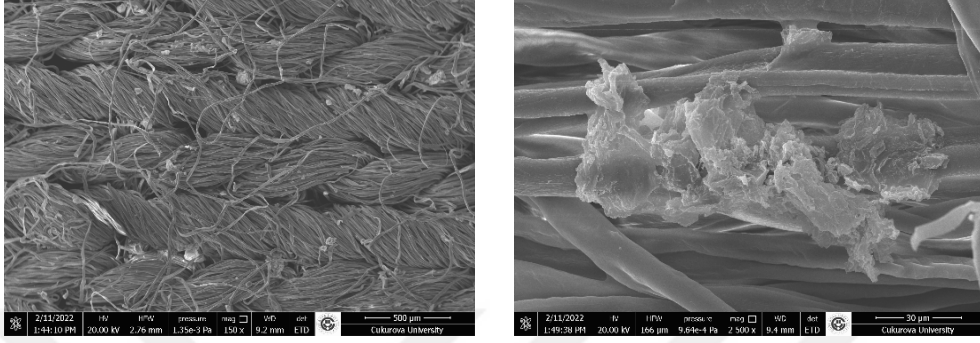
4.3. Kumařların SEM Analizleri

- İřlem grmemiř %100 penye suprem kumařın karřılařtırmalı analizleri ařağıdaki řekildedir.



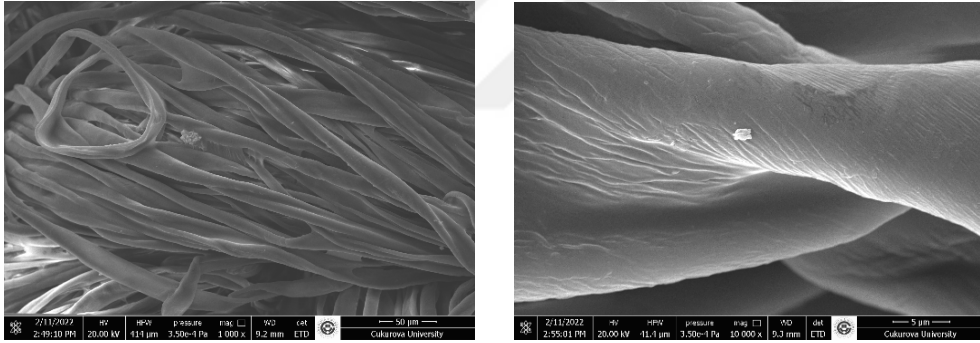
Şekil 4.27. %100 penye suprem kumař SEM analizi.

➤ Numune 3 ile iřlem gren %100 suprem kumařın SEM sonuları



řekil 4.28. Numune 3 ieren kumař SEM analizi.

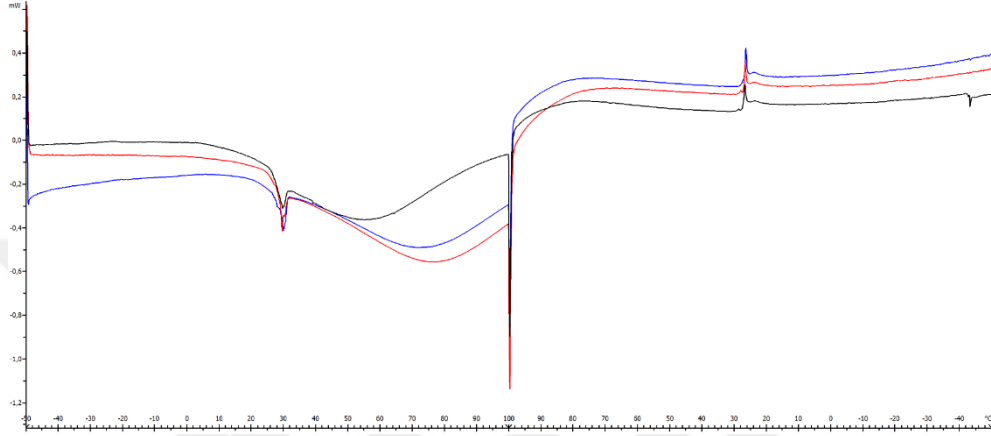
➤ Numune 7 ile iřlem gren %100 suprem kumařın SEM sonuları



řekil 4.29. Numune 7 ieren kumař SEM analizi.

4.3.1. Kumařların DSC Analizleri

- Numune 3, Numune 7 ve iřlem grmemiř %100 suprem kumařın karřılařtırmalı analizleri ařağıdaki řekildedir.



řekil 4.30. Boř kumař ve Numune 3, Numune 7 ile iřlem grmüř kumařların DSC analizi.

Siyah pik: Numune 7 uygulaması yapılan kumařa aittir.

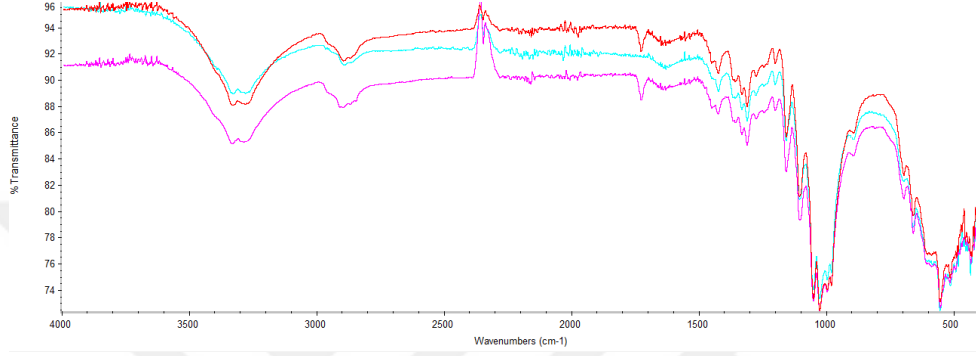
Kırmızı pik: Numune 3 uygulaması yapılan kumařa aittir.

Mavi pik: Kapsl uygulaması yapılmayan %100 penye suprem kumařa aittir.

DSC analiz sonucunda emdirme yntemi ile kapsllerin kumařa penetre olmadığı grlmektedir.

4.3.2. Kumařların FT-IR Analizleri

- Numune 3, Numune 7 ve iřlem grmemiř %100 suprem kumařın karřılařtırılmalđ analizleri ařağıdaki řekildedir.



řekil 4.31. Boř kumař ve Numune 3, Numune 7 ile iřlem grmř kumařların FT-IR analizi.

Kırmızı pik: Kapsl uygulamasđ yapılmayan %100 penye suprem kumařa aittir.

Mavi pik: Numune 3 uygulamasđ yapılan kumařa aittir.

Pembe pik: Numune 7 uygulamasđ yapılan kumařa aittir.

FT-IR analiz sonucunda emdirme yntemi ile kapsllerin kumařa penetre olmadđğı grlmektedir.



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Termal enerjiyi gizli ısı olarak depolayabilen maddelere faz değiştiren malzemeler denilmektedir. Faz değiştiren malzemeler bir fazdan başka bir faza geçiş yaparlar. Faz değiştiren malzemeler ortamdaki sıcaklık artışıyla, malzemenin ısı absorbe etmesi ve sıcaklık azalması ile absorbe ettiği ısıyı dış ortama vermesi prensibine dayanır.

Faz değiştiren malzemeler, inşaat sektörü, gıda ambalaj sektörü, tekstil sektörü vb. yerlerde oldukça önemli rol almaktadır. Tekstil sektöründe faz değiştiren malzemeler kişisel konforu artırmaya yönelik kullanılmaktadır ve istenilen bazı özellikler materyale kazandırılabilir.

Bu çalışmada, melamin-formaldehit in situ polimerizasyon yoluyla FDM kapsülleri hazırlanmıştır.

Sentezlenen kapsüllerin yüzeyine AgNO_3 kimyasalı, değişik yöntemlerle eklenmiştir. Gümüş içeren kapsüllerin antibakteriyal özellikleri incelenmiştir ve oluşan kapsüllerin SEM, DSC, FT-IR analizleri incelenmiştir.

Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir:

- Kabuk oluşumu özellikle pH değeri ile doğrudan bağlantılıdır. Bu parametre kapsüllerin termal kabuk morfolojisini önemli ölçüde belirler. Başarılı bir homojen ve kompakt MF kabuğu oluşumu, uygun pH değerini bulmak için gerçekleştirilen denemelerde, SEM görüntüleri incelendiğinde, pH 3, pH 4 ve pH 5 değerlerinde gerçekleştirilen reaksiyonlar arasında kapsüllerin küresel ve düzgün şekilde oluşmaları için uygun en uygun koşulların pH 4 ve pH 5 değerleri olduğu Şekil 4.3, Şekil 4.4 açıkça görülmektedir, pH 3 değerinde herhangi bir kapsül oluşumu görülmemiştir, reaksiyon sonucu oluşan yapı amorfur.

Ph 4 değerinde elde edilen kapsüllere direkt AgNO_3 ilavesi yapılarak reaksiyon gerçekleştirilmiştir. Oluşan kapsüllere AgNO_3 taneciklerinin direkt mekanik karıştırma ile eklenmesi gümüş nano

partiküllerinin agglomera olma riskini artırmaktadır Şekil 4.5 de de görüldüğü gibi oluşan kapsüllerin şekli istenilen küresellikte olmamıştır bu nedenle homojen dağılımı sağlamak ve stabiliteyi artırabilmek için indirgeme yöntemleri denenmiştir (Özçelik, 2015). Genel olarak kimyasal indirgeme için metal öncüsü, indirgeyici ajan ve stabilize edici ajan kullanılmaktadır.

Gümüş indirgemesi ile yapılan reaksiyonlar sonucunda yapılan SEM analiz görüntü sonuçları Şekil 4.6 ve Şekil 4.7 de gösterilmiştir. Gümüş indirgeme sonucunda üretilen kapsüllerin mevcut küresel şeklini kaybettiği görülmektedir. DMF ile yapılan gümüş indirgeme yöntemiyle çubuksu şekle sahip kapsüller meydana gelmiştir. PVA ile yapılan indirgeme yöntemiyle tam küresel olmayan bir yapı meydana gelmiştir.

- DSC ölçümleri -50 °C ve 100 °C aralığında 5 °C/dk. ısıtma veya soğutma hızında yapılmıştır.

En iyi sonuç Numune 3'den alınmıştır. Bunun sebebi dokosanın sahip olduğu gizli ısı depolama 199,96 J/g kapasitesini iyileştirerek 273,81 J/g 'a çıkarmıştır. Numune 3 38,58 °C'de erime, bu erime sıcaklığında 273,81 J/g erime gizli ısı depoladığı görülmüştür. Aynı zamanda 48,23 °C'de kristalizasyon, -232,39 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediği görülmüştür.

En kötü sonuç DMF ile gümüş indirgeme yapılan reaksiyon olmuştur, analiz sonuçları incelendiğinde, 40,98 °C'de erime, erime pik sıcaklığında 35,70 J/g erime gizli ısı depoladığı, aynı zamanda 45,44 °C'de kristalizasyon, -35,52 J/g kristalizasyon gizli ısı sergilediği görülmüştür.

Parafin malzemelerin çok iyi bir iletken olmamasına rağmen melamin-formaldehit kabuk ile kapsüllenme işleminden sonra, erime ve kristallenme noktasında bir önemli değişme görülmemiştir, ısı depolama kapasitesinin ise Numune 3 ile arttığı görülmüştür.

- FT-IR analizleri sonucunda MF kabuklu FDM'lerin yaklaşık 3330 cm⁻¹ titreşim bandında yer alan pikler, melamin formaldehitte bulunan O-H ve N-

H bağlarına ait titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. 2920 ve 2850 cm^{-1} bandında yer alan pikler C-H bağı titreşimlerini temsil etmektedir. 810 cm^{-1} 'deki pik, triazin halkalarının germe titreşimine aittir formaldehit duvarlı FDM'lerin C=N ve C-N bağı titreşimleridir (Saraç, 2020).

Numune 2 Numune 3 ve Numune 4 incelendiğinde kapsüllerin FTIR spektrumları kapsüllerin n-dokosan içerdiğini gösterir. Numune 2 ve Numune 3, Numune 4 arasında 810 cm^{-1} da gelen pik şiddeti farklıdır, bunun sebebi SEM analizinde de görüldüğü gibi Numune 4 ve Numune 5 de daha baskın kapsülasyon oluşumudur.

Gümüş eklenen kapsüllerde ise oluşan kabuk ve faz değiştiren maddenin şiddeti oldukça azalmıştır.

- Sentezlenen kapsüllere antimikrobiyal testi yapıldığında Numune 1, Numune 2, Numune 3 ve Numune 4 de gümüş olmaması nedeniyle herhangi bir bakteriye karşı direnç göstermemiştir.

Gümüş eklemesi yapılan Numune 5, Numune 6 ve Numune 7 bakteri testine karşı olumlu sonuç vermiştir ve bakteri üremesini engellemiştir.

- Sentezlenen Numune 3 ve Numune 7'nin SEM, DSC ve FT-IR analizleri incelendiğinde, kapsüllerin kumaşa penetre olmadığı görülmüştür.

Tekstil mamulüne parafinik hidrokarbonlar oldukça yaygın kullanılmaktadır. Yapılan çalışmalarla farklı karbon zincir uzunluğuna bağlı parafin yapılı malzemelerin uygun koşullarda melamin-formaldehit kabuk ile kapsüllenebildiği bilinmektedir.

Tekstil sektöründe Melamin-formaldehit kabuğa sahip faz değiştiren malzemelerde, 16-20 karbon sayısına sahip parafin bazı malzemelerin kullanılmasının daha uygun olduğu görülmüştür. Bunun sebebi tekstilde kullanmak üzere en uygun sıcaklık aralığının 15-35 °C olmasıdır. Faz değiştiren malzemenin artan hidrokarbon zinciri ile erime noktasında artış olduğu görülmüştür. N-dokosanın erime noktasının yüksek

olması tekstil mamulne uygulanmasının ok uygun olmadığını gstermiştir.

Kapsller emdirme yntemi ile kumaşı uygulandıktan sonra penetrasyon saęlanamamıştır, tekstilde kullanılan FDM’lerde kullanılan miktarlar uygulama iin yeterli gelirken uzayan hidrokarbon zinciri ile bu miktarlarda kumaşı gerekli penetrasyonu saęlayamadığı grlmş, bu nedenle bu miktarların deęiştirilerek veya ektirme yntemi gibi deęişik yntemler ile penetrasyon saęlanabileceęi ngrlmektedir. Bunların yanısıra uygulaması yapılan %100 penye suprem kumaş yerine literatrde yaygın uygulama alanı olan denim kumaşı uygulaması yapılabileceęi dşnlmektedir.

FDM’ler kapsllendięi kabuk malzemenin eşidine gre erime noktası ve erime entalpisinde deęişiklik yaşanmaktadır bu nedenle yksek ısı kapasitesine ve uzun karbon zincire sahip parafın bazlı FDM’lerin tekstil mamulne uygulanabilirliği irdelendięinde MF kabuk ile n-dokosanın sahip olduęu yksek erime noktası sergilemesiyle bu koşullarda jeotekstil uygulamalarında veya yksek ısı kapasitesi ve erime noktasına sahip olması nedeniyle gıda paketlenmesi sektrnde kullanılabileceęi dşnlmektedir.

KAYNAKLAR

- Alič, B., Šebenik, U., & Krajnc, M. (2012). Microencapsulation of butyl stearate with melamineformaldehyde resin: Effect of decreasing the pH value on the composition and thermal stability of microcapsules. *Express polymer letters*, 6(10).
- Alkan, C., Günther, E., Hiebler, S., Ensari, Ö. F., & Kahraman, D. (2012). Polyurethanes as solid-solid phase change materials for thermal energy storage. *Solar Energy*, 86(6), 1761-1769.
- Aydemir, U., & T., Demirtaş, (2021). İki Boyutlu Gase Katkılı Pvp İnce Film Tabanlı Fotodedektörlerin Üretilmesi Ve İncelenmesi
- Aydın, A. A., & Okutan, H. (2010). Faz Değişim Malzemeleri ve Isı Enerjisinin Depolanması.
- Buldur, P. M., & Kok, F. N. (2011). Encapsulation of food flavors via coacervation method. *Current Opinion in Biotechnology*, (22), S96.
- Canım, D. S. C., & Kalfa, S. M. K. (2021). Faz Değiştiren Malzemelerin Bina Kabuğunda Kullanımı. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, 12(2), 355-371.
- Dal, İ. (2020). Yüksek performanslı stabil faz değişim malzemesinin geliştirilmesi (Master's thesis, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Dal, İ. (2020). Yüksek performanslı stabil faz değişim malzemesinin geliştirilmesi (Master's thesis, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü).
- De Castro, P. F., & Shchukin, D. G. (2015). New polyurethane/docosane microcapsules as phase-change materials for thermal energy storage. *Chemistry-A European Journal*, 21(31), 11174-11179.
- Demirsoy, N., (2015). Development Of Silver Nitrate Loaded Polyacrylonitrile Composite Nanofibers

- Demirsoy, N., Uçar, N., Önen, A., Kızıldağ, N., Vurur, Ö. F., Eren, O., ... & Ustamehmetoğlu, B. (2014) THE IMPORTANCE OF REDUCTION METHODS AND RATIO OF PVP FOR COMPOSITE PAN-SILVER NANOFIBER.
- Erkan, G., Sariışık, M., & Pazarlıoğlu, N. K. (2010). The microencapsulation of terbinafine via in situ polymerization of melamine-formaldehyde and their application to cotton fabric. *Journal of applied polymer science*, 118(6), 3707-3714.
- Erzin, F. (2019). Akıllı deri tekstil uygulamaları için faz değıştiren maddelerin mikrokapsüllenmesi (Master's thesis, Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Eyüpoglu, S., & Kut, D. (2016). Mikrokapsülasyon Teknolojisi Ve Tekstil Sektöründe Kullanımı/Microencapsulation Technology And The Use Of Microencapsulation Technology In Textile Industry. *İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 15(29), 9.
- Gamboa, S. M., Rojas, E. R., Martínez, V. V., & Vega-Baudrit, J. (2019). Synthesis and characterization of silver nanoparticles and their application as an antibacterial agent. *Int. J. Biosen. Bioelectron*, 5, 166-173.
- Gautam, A., & Ram, S. (2010). Preparation and thermomechanical properties of Ag-PVA nanocomposite films. *Materials Chemistry and Physics*, 119(1-2), 266-271.
- Giro-Paloma, J., Martínez, M., Cabeza, L. F., & Fernández, A. I. (2016). Types, methods, techniques, and applications for microencapsulated phase change materials (MPCM): a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 53, 1059-1075.
- Güler, Z. (2010). Ev tekstilinde kullanılacak materyallerde ısı regülasyon sağlamaya yönelik mikrokapsül hazırlanması ve uygulanması (Master's thesis, Uludağ Üniversitesi).
- Hoang, H. M., Leducq, D., Masia, R. P., Lagaron, J. M., & Alvarez, G. (2014, June). Heat transfer modelling of encapsulated phase change materials for food

- packaging. In 3rd IIR International Conference on Sustainability and the Cold Chain, ICCC 2014 (pp. 405-411). International Institute of Refrigeration.
- Iqbal, K., Khan, A., Sun, D., Ashraf, M., Rehman, A., Safdar, F., ... & Maqsood, H. S. (2019). Phase change materials, their synthesis and application in textiles—a review. *The Journal of the Textile Institute*, 110(4), 625-638.
- 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.
- Iravani, S., Korbekandi, H., Mirmohammadi, S. V., & Zolfaghari, B. (2014). Synthesis of silver nanoparticles: chemical, physical and biological methods. *Research in pharmaceutical sciences*, 9(6), 385.
- Jamekhorshid, A., Sadrameli, S. M., & Farid, M. (2014). A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 31, 531-542.
- Kılıç, G. A. (2018). Endüstriyel soğutma uygulamalarında ötektik soğutucuların etüdü ve parametrelerinin incelenmesi.
- Kılıç, G. B., & Karahan, A. G. (2010). Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektroskopisi ve laktik asit bakterilerinin tanısında kullanılması. *Gıda*, 35(6), 445-452.
- Konuklu, Y., & Paksoy, Ö. H. (2011). Faz Değiştiren Maddeler ile Binalarda Enerji Verimliliği. *Ulusal Tesisat Mühendisliği Kongresi, İzmir*.
- Kuru A., & Aksoy, S., (2012). Faz Değiştiren Maddeler Ve Tekstil Uygulamaları. *Journal of Textiles & Engineers/Tekstil ve Mühendis*, 19(86).
- Li, T., Cao, M., Zhang, B., Yang, L., & Du, G. (2018). Effects of molar ratio and pH on the condensed structures of melamine-formaldehyde polymers. *Materials*, 11(12), 2571.

- Li, W., Wang, J., Wang, X., Wu, S., & Zhang, X. (2007). Effects of ammonium chloride and heat treatment on residual formaldehyde contents of melamine-formaldehyde microcapsules. *Colloid and Polymer Science*, 285(15), 1691-1697.
- Mazman, M. (2006). Gizli ısı depolaması ve uygulamaları (Doctoral dissertation, Doktora Tezi, ÇÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana).
- Mert, M. S., Merve, S. E. R. T., & Mert, H. H. (2018). Isıl Enerji Depolama Sistemleri İçin Organik Faz Değiştiren Maddelerin Mevcut Durumu Üzerine Bir İnceleme. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 6(1), 161-174.
- Mohaddes, F., Islam, S., Shanks, R., Fergusson, M., Wang, L., & Padhye, R. (2014). Modification and evaluation of thermal properties of melamine-formaldehyde/n-eicosane microcapsules for thermo-regulation applications. *Applied thermal engineering*, 71(1), 11-15.
- Mondal, S. (2008). Phase change materials for smart textiles—An overview. *Applied thermal engineering*, 28(11-12), 1536-1550.
- Mondal, S. (2008). Phase change materials for smart textiles—An overview. *Applied thermal engineering*, 28(11-12), 1536-1550.
- Nersisyan, H. H., Lee, J. H., Son, H. T., Won, C. W., & Maeng, D. Y. (2003). A new and effective chemical reduction method for preparation of nanosized silver powder and colloid dispersion. *Materials Research Bulletin*, 38(6), 949-956.
- Ollier, R. P., & Alvarez, V. A. (2017). Synthesis of epoxy-loaded poly (melamine-formaldehyde) microcapsules: effect of pH regulation method and emulsifier selection. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 520, 872-882.
- Özçelik, M. (2015). Faz Değişim Malzemelerinin Tekstil Ürünlerinde İncelenmesi (Doctoral dissertation, Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Özkayalar, S., & AKSOY, S. A. (2021). Production and Characterization of Nanoencapsulated Phase Change Materials (PCMs) and Bicomponent PCM Nanofibers. *Textile and Apparel*, 31(3), 156-170.

- Pektaş, A. G. K. (2017) Mikroenkapsülasyon Üretim Yöntemleri.
- Peng, G., Dou, G., Hu, Y., Sun, Y., & Chen, Z. (2020). Phase change material (PCM) microcapsules for thermal energy storage. *Advances in polymer technology*, 2020.
- Pérez-Masiá, R., López-Rubio, A., & Lagarón, J. M. (2013). Development of zein-based heat-management structures for smart food packaging. *Food Hydrocolloids*, 30(1), 182-191.
- Prajapati, D. G., & Kandasubramanian, B. (2020). A review on polymeric-based phase change material for thermo-regulating fabric application. *Polymer Reviews*, 60(3), 389-419.
- Salaün, F. (2019). Phase change materials for textile application. *Textile Industry and Environment*.
- Salaün, F., & Vroman, I. (2008). Influence of core materials on thermal properties of melamine-formaldehyde microcapsules. *European polymer journal*, 44(3), 849-860.
- Saraç, E., G., (2020) Isıl düzenleme özelliği gösteren akıllı tekstil ürünlerinin geliştirilmesi ve performans özelliklerinin incelenmesi.
- Sharma, A., Tyagi, V. V., Chen, C. R., & Buddhi, D. (2009). Review on thermal energy storage with phase change materials and applications. *Renewable and Sustainable energy reviews*, 13(2), 318-345.
- Shin, Y., Yoo, D. I., & 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(6), 2005-2010.
- Singh, S., Gaikwad, K. K., Lee, M., & Lee, Y. S. (2018). Microwave-assisted micro-encapsulation of phase change material using zein for smart food packaging applications. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 131(3), 2187-2195.

- Singh, S., Gaikwad, K. K., Lee, M., & Lee, Y. S. (2018). Temperature-regulating materials for advanced food packaging applications: a review. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12(1), 588-601.
- Şahan, N., & Paksoy, H. (2017). Determining influences of SiO₂ encapsulation on thermal energy storage properties of different phase change materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 159, 1-7.
- Wang X., (2020). Preparation, synthesis and application of Sol-gel method
- Wang, J., Xu, J., & He, Y. (2021). Novel smart textile with ultraviolet shielding and thermo-regulation fabricated via electrospinning. *Journal of Energy Storage*, 42, 103094.
- Wang, K., Shi, L., Zhang, J., & Cheng, J. (2013, August). Preparation of paraffin@melamine-formaldehyde resin microcapsules coated with silver nanoparticles. In *2013 International Conference on Materials for Renewable Energy and Environment (Vol. 2, pp. 508-512)*. IEEE.
- Wang, X., & Zhao, T. (2017). Effects of parameters of the shell formation process on the performance of microencapsulated phase change materials based on melamine-formaldehyde. *Textile Research Journal*, 87(15), 1848-1859.
- Wen, P., Wang, Y., Wang, N., Zhang, S., Peng, B., & Deng, Z. (2018). Preparation and characterization of melamine-formaldehyde/Ag composite microspheres with surface-enhanced Raman scattering and antibacterial activities. *Journal of colloid and interface science*, 531, 544-554.
- Yılmaz, S. (2008). Soğutma uygulamaları için faz değiştiren maddelerde termal enerji depolama. Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana. Yüksek Lisans Tezi.
- Yin, D., Ma, L., Geng, W., Zhang, B., & Zhang, Q. (2015). Microencapsulation of n-hexadecanol by in situ polymerization of melamine-formaldehyde resin in emulsion stabilized by styrene-maleic anhydride copolymer. *International Journal of Energy Research*, 39(5), 661-667.

- Zhang, X., Wang, X., & Wu, D. (2016). Design and synthesis of multifunctional microencapsulated phase change materials with silver/silica double-layered shell for thermal energy storage, electrical conduction and antimicrobial effectiveness. *Energy*, 111, 498-512.
- 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*, 51(10), 1976-1990.



ÖZGEÇMİŞ

Sinem Tümük, ilkokul ve lise eğitimini Adana’da tamamladı. 2013 yılında Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya bölümünde eğitimine başladı. 2018 yılı Ocak döneminde mezun olmuş ve 2018 yılı Eylül ayında Çukurova Üniversitesi’nde Kimya bölümünde yüksek lisansa başladı.

