

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

Beyza BEYHAN

**BİNALARDA ENERJİ VERİMLİLİĞİNİN ARTIRILMASI
İÇİN KAPSÜLENMİŞ FAZ DEĞİŞTİREN MADDE
GELİŞTİRİLMESİ**

KİMYA ANABİLİM DALI

ADANA- 2020

ÖZ

DOKTORA TEZİ

**BİNALARDA ENERJİ VERİMLİLİĞİNİN ARTIRILMASI İÇİN
KAPSÜLENMİŞ FAZ DEĞİŞTİREN MADDE GELİŞTİRİLMESİ**

Beyza BEYHAN

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI**

Danışman : Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
Yıl: 2020, Sayfa: 149
Jüri : Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
: Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ
: Doç. Dr. Yeliz KONUKLU
: Prof. Dr. H.Hüseyin ÖZTÜRK
: Prof. Dr. Ahmet Murat GİZİR

Bu çalışmada, binalarda enerji verimliliğinin artırılabilmesi için bina yapı malzemeleriyle birlikte kullanılacak mikrokapsülenmiş faz değıştiren maddelerin geliştirilmesi hedeflenmiştir. İlk olarak bina konfor sıcaklıklarında faz değıştiren maddeler araştırılmış ve yağ asidi karışımlarından meydana gelen %75 Kaprik asit - %25 Miristik asit karışımı (ΔH : 155,6 J/g, Te: 26,5) ve %70 Kaprik asit - %30 Laurik asit (ΔH : 131,6 J/g, Te: 21,6 °C) mikrokapsülenmek üzere seçilmiştir. FDM'lerin kapsülenmesi için koaservasyon ve emülsiyon polimerizasyonu yöntemleri kullanılmıştır. Kapsülenmiş FDM'lerin beton karışım içinde kırılmasını önleyebilmek amacıyla deney koşulları optimize edilmiştir. Toplamda 50 mikrokapsül denemesi gerçekleştirilmiş ve numuneler için DSC, SEM, FTIR analizleri, ısınma-soğuma eğrileri oluşturulmuştur. 13 mikrokapsül örneğinin entalpi değeleri ΔH mFDM ≥ 70 J/g olarak saptanmıştır. En iyi termal ve mekanik özellikte olan D11(FDM: 75% Kaprik asit - %25 Miristik asit, kabuk malzemesi: Polimetilmetakrilat, tanecik boyutu: 350-550 nm, Te aralığı: 24,1-28,1°C, $\Delta H=97,6$ J/g) ve D38 (FDM: %75 Kaprik asit + %25 Miristik asit, kabuk malzemesi: Polistiren, tanecik boyutu: 300-550 nm, Te aralığı: 17,2-25,4 °C, $\Delta H=86,5$ J/g) kodları verilen iki mFDM adayı seçilmiştir. Yapı elemanları içerisindeki mFDM'lerin yapısal uygunluklarını belirlemek amacıyla SEM analizleri yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Mikrokapsülenmiş Faz Değıştiren Madde (mFDM), Binalarda Termal Enerji Depolama, Mikrokapsülleme

ABSTRACT

PhD THESIS

DEVELOPMENT OF CAPSULATED PHASE CHANGE MATERIAL FOR INCREASING ENERGY EFFICIENCY IN BUILDINGS

Beyza BEYHAN

ÇUKUROVA UNIVERSITY
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
CHEMISTRY DEPARTMENT

Supervisor: Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
Year: 2020, Pages: 149
Jury : Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
: Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ
: Assoc. Prof. Dr. Yeliz KONUKLU
: Prof. Dr. H.Hüseyin ÖZTÜRK
: Prof. Dr. Ahmet Murat GİZİR

The aim of this study is to develop microencapsulated phase change materials (mPCM) to be used along with the building materials in order to increase energy efficiency in buildings. Firstly phase change materials suitable for building comfort temperatures were investigated and fatty acid mixtures selected for microencapsulation were 75% Capric acid(CA)-25% Myristic acid(MA) mixture (ΔH :155,6 J/g, T_m :26,5°C) and 70%Capric acid(CA)-30%Lauric acid(LA) (ΔH :131,6 J/g, T_m : 21,6 °C). Coacervation and emulsion polymerization methods were used to encapsulate. 50 microcapsule experiments were carried out and DSC, SEM, FTIR analysis and heating-cooling curves were done for the mPCMs. Entalpy values of 13 microcapsule samples were determined as higher than 70 J/g. Two mPCM candidates with the best thermal and mechanical properties with the codes D11 (PCM: 75% CA– 25% MA mixture, Shell material: Polymethylmetacrylate, T_m range: 24,1-28,1°C, ΔH =97,6 J/g) and D38 (PCM: 75% CA– 25% MA mixture, Shell material: Polystyrene, T_m range: 17,2-25,4 °C, ΔH =86,5 J/g) were selected. SEM analyzes were performed to determine the structural suitability of mPCMs.

Keywords: Microencapsulated Phase Change Material (mPCM), Thermal Energy Storage in Building, Microencapsulation

GENİŞLETİLMİŞ ÖZET

Nüfustaki artış, teknolojiye yaşanan gelişmeler, daha rahat ve fonksiyonel bir yaşam isteği ve çağın gerekliliklerini karşılayabilmek için enerjiye olan ihtiyaç her geçen gün artmaktadır. Bu durum enerji tüketiminin hızla artmasına ve buna paralel olarak enerji kaynaklarının hızla tükenmesine yol açmaktadır. Tükenmekte olan doğal enerji kaynakları ve yarattıkları küresel iklim krizi alternatif temiz enerji kaynaklarının araştırılması ve geliştirilmesinin önemini arttırmaktadır. Binalar, çok uzun ömürlü kullanılan, büyük ölçüde enerji tüketiminin gerçekleştiği ve çok geniş kullanıma sahip alanlardır. Bu sebeple binalarda enerji verimliliği alanında yapılacak olan iyileştirmeler tüm ekonomiyi olumlu etkileyebilecektir. Binalarda enerji tüketiminin azaltılması ve yenilenebilir kaynaklardan daha etkin yararlanılabilmesi için faz değıştiren maddelerde (FDM) termal enerji depolanması konusu araştırılmaktadır.

FDM'ler termal enerjiyi gizli ısı şeklinde depolayan maddelerdir. Enerji alan madde erir ve tekrar donarken aldığı bu enerjiyi geri verir. Böylece ortam sıcaklığı faz değışim sıcaklığına çok yakın bir sıcaklık aralığında tutulmuş olur. Isı depolama amacıyla, belirli sıcaklıklarda faz değışimlerine uğrayan ve gizli ısı değeri yüksek olan materyallerden yararlanır. Bina yapı malzemesine eklenen FDM gündüz bina yüzeyinin ısınmasıyla erirken bina içine daha az ısı girişine neden olur. Gece dış ortam sıcaklığının düşmesiyle donan FDM ısı salarak binanın ısınmasına katkı sağlar. Bu yöntemle güneş enerjisinden pasif olarak yararlanır ve bina içinde daha homojen bir sıcaklık dağılımı elde edilir. Yapı malzemelerinin termal performansını geliştirmek için parafinler, yağ asitleri, ötektik karışımlar, yağ alkoller, neopentil glikol ve inorganik FDM kullanılabilir. Parafinik hidrokarbonlar, yağ asitleri ve yağ alkoller düşük çözünürlüğe sahip maddeler olmakla birlikte, su içerisinde hiç çözünmezler. Bu yüzden yapı malzemeleri uygulamaları için tercih edilirler. FDM uygulamalarında parafininin gözenekli yapıdan dışarıya akması arařtırmaları kapsüllenmiş FDM kullanımına yöneltmiştir.

Kapsülleme, bir maddenin farklı boyutlardaki taneciklerinin çevresinin polimer, metal veya seramik gibi bir diğer maddeyle sarılması işlemidir. Kapsüller sıvı materyallerin katı bir şekilde kullanılmasını sağlarlar ve faz değişimi sırasında gerçekleşecek hacim değişimine izin verirler. Kapsül içinde hapsedilen faz değiştiren maddenin kullanımı kolaylaşırken ısı transferi açısından yüzey alanı artacağından daha elverişli bir ortam oluşmaktadır. Kapsüller kabuk ve çekirdek olmak üzere iki kısımda incelenebilir. Çekirdek (iç kısım) aktif bileşeni içerirken kabuk ise çekirdeği kalıcı veya geçici olarak dış atmosferden korumaktadır. Ayrıca kapsülleme işleminin gerçekleştirilmesi ile aşağıda sıralanan kazanımlar elde edilmektedir;

- Kararlı olmayan ya da bulunduğu ortama karşı duyarlı olan maddelerin korunması
- Daha iyi işlenebilirlik
- Oksidasyon, dehidratasyon gibi yıkımda rol alan tepkimeleri önleyerek maddenin ömrünün uzatılması
- Kontrollü, sürdürülebilir ya da zamanlanmış salınım olanağı
- Toksik materyallerin güvenli ve uygun kullanımı
- Tat ve kokunun maskelenmesi
- Sıvıların katı materyal içerisine hapsedilmesi ile taşımada kolaylık

Ara yüzey, süspansiyon ve emülsiyon polimerizasyonu, püskürtmeli kurutma, koaservasyon, miniemülsiyon polimerizasyonu FDMlerin mikro boyutta kapsüllemesinde kullanılan genel yöntemlerdir. Kapsülleme yönteminin seçiminde yüksek ısıl enerji depolama kapasitesine sahip malzeme hazırlanması en önemli noktadır. Bu amaçla dış kabuk malzemesinin seçimi, belirlenen FDM ve uygulama şartları için uygun olmalıdır. Tez kapsamında bina yapı malzemeleriyle uyumlu,

bina konfor sıcaklıklarına uygun kapsüllenmiş FDM'lerin geliştirilmesiyle binalarda enerji verimliliğinin artırılabilmesi hedeflenmektedir.

Bu tez çalışması TÜBİTAK tarafından desteklenen 111M557 kapsamında yürütülen iki doktora tez çalışmasından biridir. Bu tez çalışmasının ilk aşamasında FDM 'de termal enerji depolama sistemi ile bina konfor sıcaklığının sağlanabilmesi için FDM seçimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla faz değişim (erime/donma) sıcaklığının konfor sıcaklığını içine alacak şekilde 20 – 30 °C arasında olmasına karar verilmiş ve bu sıcaklık aralığında faz değiştiren maddelerin literatür araştırılması yapılmıştır. Yapılan karakterizasyon araştırmaları sonunda bina konfor şartlarına uygun olarak aşağıdaki FDM adayları belirlenmiştir:

- Kaprik asit (%75 k)+ Miristik asit (%25 k) - ΔH : 155,6 J/g, Te: 26,5 °C
- Kaprik asit (%70 k)+ Laurik asit (%30 k) - ΔH : 131,6 J/g, Te: 21,6 °C

Tezin ikinci aşamasında FDM'nin faz değişim esnasında beton yapı içerisinden sızma probleminin giderilmesi için mikrokapsülleme yöntemleri araştırılmıştır. Laboratuvar koşullarında 2 farklı yöntem kullanılarak 50 farklı mikrokapsül sentezlenmiştir. Koaservasyon yöntemiyle 8 mikrokapsül denemesi gerçekleştirilmiş ve geriye kalan denemeler için emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılmıştır. Bu aşamada mikrokapsül verimliliğini arttırmak için reaksiyon sıcaklığı, süresi, karıştırma, süzme, yıkama ve kurutma, monomer/komonomer seçimi ve oranları, emülsifiyer ve başlatıcı kullanımının optimize edilmiştir.

Sonraki aşamada elde edilen mikrokapsüllenmiş FDM örneklerinin termal karakterizasyonu için DSC analizi, kimyasal karakterizasyonu için FTIR analizi ve mikro yapı karakterizasyonu için SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca bina uygulamalarında kullanılacak mikrokapsüllerin uzun ömürlü kullanım gereklilikleri göz önüne alınarak termal çevrimler gerçekleştirilmiştir. Termal çevrimler sonrasındaki kimyasal kararlılıklarının değişip değişmediğini incelemek üzere her

200 çevrimde bir FTIR analizleri yapılarak elde edilen spektrumlar değerlendirilmiştir. Bütün değerlendirmeler sonrasında beton karışımlarda kullanmaya uygun olarak aşağıdaki mikrokapsüller aday olarak belirlenmiştir:

- Kodu: D11, FDM: Kaprik asit (%75 k)+ Miristik asit (%25 k), kabuk malzemesi: Polimetilmetakrilat, tanecik boyutu: 350-550 nm, Te aralığı: 24,1-28,1°C, $\Delta H=97,6$ J/g
- Kodu: D38, FDM: Kaprik asit (%75 k)+ Miristik asit (%25 k), kabuk malzemesi: Polistiren, tanecik boyutu: 300-550 nm, Te aralığı: 17,2-25,4 °C, $\Delta H=86,5$ J/g

Mikrokapsüllenmiş FDM eklenmiş beton örneklerinin kırılmasıyla yapılan SEM analizlerinde mikrokapsüllerin beton içindeki morfolojik yapıları gözlemlenmiştir. BASF tarafından üretilen ticari ürünler olan Micronal PCM 5001 ve Micronal PCM 5008 mikrokapsülleri ile hazırlanan küp numunelerinden aynı şekilde alınan örneklerle SEM analizi yapılarak sonuçlar karşılaştırılmıştır. Üretilen mikrokapsüllü beton denemesi için SEM görüntüleri incelendiğinde küresel görünümün korunduğu, kabuk kısmının zarar görmediği ve tanecik boyutunun 290-350 nm arasında değiştiği gözlemlenmektedir. Micronal beton numunesinin SEM görüntüleriyle karşılaştırma yapıldığında ise Micronal taneciklerinde kabuk kırılmaları görülürken tanecik boyutunun daha büyük olduğu gözlemlenmiştir. Termal ve mekanik test sonuçları değerlendirilerek D38 kodlu mikrokapsüllenmiş FDM'den (2×2×0,12) m ebatlarında prefabrik cephe paneli yapımında kullanılmak üzere 16 kg üretilmiştir. Prefabrik cephe paneliyle test bina yapımı ve enerji performansının izlenmesi TÜBİTAK tarafından desteklenen 111M557 kapsamında yürütülen ikinci doktora tez çalışmasında gerçekleştirilmiştir.

TEŞEKKÜR

Çukurova üniversitesine geldiğim ilk günden beri yardımlarını ve desteğini benden esirgemeyen, bilgi ve deneyimlerinden faydalandığım danışman hocam Sayın Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY'a sonsuz teşekkürler.

Proje ekibimizde yer alan bizimle tecrübelerini paylaşan değerleri hocalarım Doç. Dr. Okan Karahan, Prof. Dr. Cengiz Dünder ve Doç. Dr. Yeliz Konuklu'ya ve bu çalışmanın zenginleşmesine katkıda bulunan hocam Sayın Prof. Dr. Gülfeza Kardaş'a, katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Bu yolda nazımı çektikleri, manevi desteklerini ve yardımlarını esirgemedikleri için yol arkadaşlarım Kemal Cellat, Berk Kazancı, Selma Yılmaz, Dilek Akbaşlar, Onur Demirkol, Nilay Kantarcı Güler, Derya Altıparmak ve Ülkü Acar'a çok teşekkür ederim.

Bu çalışmanın gerçekleşmesinde rol alan Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu'na (TUBİTAK Proje No:111M557); Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) birimine (Proje No: FDK-2015- 3278) ve diğer gerekli tüm imkânları sağlayan Kambeton AŞ'ye teşekkür ederim.

Hayattaki en büyük şansım olduğunu düşündüğüm, varlıklarını ve sevgilerini her an içimde hissettiğim babam Yaşar Beyhan, annem Zekiye Beyhan ve ablam Sevgi Beyhan'a sevgileri ve destekleri için minnettarım.

İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZ	I
ABSTRACT.....	II
GENİŞLETİLMİŞ ÖZET	III
TEŞEKKÜR.....	VII
İÇİNDEKİLER	VIII
ÇİZELGELER DİZİNİ	X
ŞEKİLLER DİZİNİ	XII
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	XX
1. GİRİŞ	1
1.1. Binalarda Enerji Performansı.....	2
1.2. Binalarda Isıl Konforunda Yenilenebilir Enerji Kaynaklarının Kullanılmasında Termal Enerji Depolama	5
1.3. Faz Değiştiren Maddelerde Termal Enerji Depolama	6
1.3.1. Organik FDM'ler.....	8
1.3.2. İnorganik FDMler.....	9
1.3.3. Ötektik FDM'ler.....	9
1.4. Bina Uygulamaları İçin Fdm Seçim Kriterleri.....	10
1.5. FDM 'lerin Kapsüllemesi	11
1.5.1. Makro Kapsüller	12
1.5.2. Mikro Kapsüller.....	13
1.5.2.1. Mikrokapsül Kabuk Materyalleri	14
1.5.2.2. Mikrokapsülleme Yöntemleri	16
1.5.2.3. FDM Mikrokapsüllerinin Karakterizasyonu	22
1.6. Çalışmanın Amacı.....	24
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	27
3. METARYAL VE METOD	37
3.1. Beton Karışımlarında Kullanılacak Faz Değiştiren Madde Seçimi	37

3.2. Faz Deęiřtiren Maddelerin Mikrokapsllenmesi	37
3.3. FDM Adaylarının Karakterizasyonları	49
3.3.1. Termofiziksel Özelliklerin Belirlenmesi	49
3.3.2. Termal Kararlılık Deneyleri	51
3.3.3. Mikroyapı Analizi.....	51
4. BULGULAR VE TARTIřMA	53
4.1. FDM Adaylarının Belirlenmesi	53
4.2. Mikrokapslleme Deney Sonuçları.....	58
4.3. Yapı Elemanları İçerisindeki Kapsllenmiş Fdm'lerin Mikro Yapı Analizi.....	131
4.4. Prefabrik Panelde Kullanılacak Mikrokapsllenmiş Fdmlerin Üretilmesi	134
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	137
5.1. Sonuçlar	137
5.2. Öneriler	140
KAYNAKLAR	141
ÖZGEÇMİř	149

ÇİZELGELER DİZİNİ

SAYFA

Çizelge 1.1.	Termal enerji depolama malzemelerin genel karşılaştırılması.....	7
Çizelge 1.2.	FDM'lerin avantaj ve dezavantajları	10
Çizelge 3.1.	Önceki çalışmalarda kapsüllenen FDM'ler, boyutları ve kapsül materyalleri	40
Çizelge 3.2.	Emülsiyon polimerizasyonunda kullanılan kimyasallar	45
Çizelge 4.1.	Literatürde bulunan bina uygulamalarında kullanılan FDM'ler	54
Çizelge 4.2.	DSC analizlerinden elde edilen erime entalpileri ve erime noktaları (Cellat, 2017)	57
Çizelge 4.3.	İnkübatör ve su banyosu içindeki ısınma soğuma eğrilerinden elde edilen erime sıcaklığı aralıkları (Te) (Cellat, 2017).....	57
Çizelge 4.4.	Koaservasyon yöntemiyle farklı kombinasyonlarda yapılan mikrokapsülleme deneyleri.....	59
Çizelge 4.5.	Farklı mikrokapsüllerin elde edilen gizli ısı ve etkin madde yükleme kapasitesi değerleri.....	63
Çizelge 4.6.	Emülsiyon polimerizasyonu ile farklı kombinasyonlarda yapılan ilk mikrokapsülleme deneyleri.....	76
Çizelge 4.7.	Emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen ilk mikrokapsül denemelerinin maliyetleri ve %verim hesabı.....	77
Çizelge 4.8.	Emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen ilk mikrokapsül denemeleriyle elde edilen gizli ısı ve etkin madde yükleme kapasitesi değerleri	83
Çizelge 4.9.	Emülsiyon polimerizasyonu ile yapılan ilk mikrokapsüllemiş FDM adaylarının erime-donma aralıkları	84
Çizelge 4.10.	D9 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.	99

Çizelge 4.11. D10 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişimi	100
Çizelge 4.12. D11 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.	101
Çizelge 4.13. D14 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi ve erime sıcaklıklarındaki değişim.	102
Çizelge 4.14. D16 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi ve erime sıcaklıklarındaki değişim	103
Çizelge 4.15. D17 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.	104
Çizelge 4.16. D18 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.	105
Çizelge 4.17. D19 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi ve erime sıcaklıklarındaki değişim.	106
Çizelge 4.18. Emülsiyon polimerizasyonu ile yapılan ikinci mikrokapsülleme deneyleri.....	114
Çizelge 4.19. Emülsiyon polimerizasyonu ile gerçekleştirilen ikinci mikrokapsül denemelerinden elde edilen gizli ısı, erime aralığı ve etkin madde yükleme kapasitesi değerleri	122
Çizelge 4.20. Mikrokapsüllemiş FDM adayları olarak belirlenen maddeler	131

ŞEKİLLER DİZİNİ

SAYFA

Şekil 1.1.	Türkiye’de karbon emisyon miktarının yıllara göre değişimi).....	1
Şekil 1.2.	Ekim 2019 Döneminde Faturalanan Elektrik Tüketiminin Tüketici Türü Bazında Dağılımı (%).....	2
Şekil 1.3.	Binalarda enerji parametreleri (http://www1.mmo.org.tr)	3
Şekil 1.4.	Enerji kimlik belgesi	4
Şekil 1.5.	Enerji kimlik belgesinde yer alan enerji sınıfları.....	5
Şekil 1.6.	Duyulur ve Gizli Isı Depolama.....	6
Şekil 1.7.	FDM’lerin Sınıflandırılması.....	8
Şekil 1.8.	Bina uygulamalarında kullanılan yaygın makro kapsülleme formları	13
Şekil 1.9.	Mikrokapsüllemiş FDM ler için kabuk materyalleri	15
Şekil 1.10.	Mikrokapsülleme yöntemlerinin sınıflandırılması	17
Şekil 1.11.	Kimyasal yöntemle mikrokapsül oluşturma yöntemlerinin şematik gösterimleri: (a) İn situ Polimerizasyon, (b) Ara yüzey polimerizasyonu, (c) süspansiyon polimerizasyonu, ve (d) emülsiyon polimerizasyonu.....	18
Şekil 2.1.	Aynı dış ortam koşullarında 2 farklı test odası.....	29
Şekil 2.2.	Bal peteği şeklinde tasarlanmış duvar kaplaması ve yerleştirme planı	31
Şekil 2.3.	Proje de kullanılan 3 test binası ve FDM beton çatı.....	34
Şekil 3.1.	Bir mikro kapsülün şematik gösterimi	38
Şekil 3.2.	Koaservasyon prosesinin şematik gösterimi (a) Çekirdek maddesinin polimer çözeltisi içerisinde dağılımı (b) Koaservatın çözeltiden ayrılması (c) Çekirdek maddesinin koaservatın mikro damlacıklarıyla kaplanması (d) Çekirdek partikülleri etrafında kalıcı kabuk oluşması.....	39
Şekil 3.3.	Mikrokapsülleme deney düzeneği.....	42
Şekil 3.4.	Emülsiyon polimerizasyonunun şematik diyagramı.....	43

Şekil 3.5.	Emülsiyon polimerizasyonu yöntemiyle mikrokapsül üretim aşamaları.....	47
Şekil 3.6.	Deney düzeneği 1	48
Şekil 3.7.	Deney düzeneği 2	48
Şekil 3.8.	Cam reaktör elemanları	48
Şekil 3.9.	Perkin Elmer Diamond DSC cihazı.....	49
Şekil 3.10.	Binder marka inkübatör	50
Şekil 3.11.	Isıtmalı soğutmalı su banyosu	50
Şekil 3.12.	Agilent Model No: 34970A veri kayıt cihazı (Data-Logger)	51
Şekil 3.13.	N/N-24-T tipi ısı çiftler	51
Şekil 4.1.	Faz değıştiren maddelerin erime sıcaklığı ve entalpilerine göre sınıflandırılması (Bayrak, 2017).....	53
Şekil 4.2.	A1 numunesi için DSC analizi	60
Şekil 4.3.	A2 numunesi için DSC analizi	60
Şekil 4.4.	A3 numunesi için DSC analizi	61
Şekil 4.5.	A5 numunesi için DSC analizi	61
Şekil 4.6.	A6 numunesi için DSC analizi	62
Şekil 4.7.	A7 numunesi için DSC analizi	62
Şekil 4.8.	A8 numunesi için DSC analizi	63
Şekil 4.9.	Kapsüllenmemiş FDM (%75 Kaprik Asit+ %25 Miristik Asit) FTIR spektrumu	64
Şekil 4.10.	Üre için FTIR spektrumu	64
Şekil 4.11.	Melamin için FTIR spektrumu	65
Şekil 4.12.	Formaldehit FTIR spektrumu	65
Şekil 4.13.	A1 numunesi için FTIR spektrumu	66
Şekil 4.14.	A2 numunesi için FTIR spektrumu	66
Şekil 4.15.	A3 numunesi için FTIR spektrumu	67
Şekil 4.16.	A5 numunesi için FTIR spektrumu	67
Şekil 4.17.	A6 numunesi için FTIR spektrumu	68

Şekil 4.18. A7 numunesi için FTIR spektrumu	68
Şekil 4.19. A8 numunesi için FTIR spektrumu	69
Şekil 4.20. Kapsüllenmemiş yağ asidi karışımı ve üre-formaldehit kabuk maddesine sahip A1, A2 ve A5 koaservantlarına ait FTIR spektrumlarının karşılaştırması	70
Şekil 4.21. Kapsüllenmemiş yağ asidi karışımı ve melamin-formaldehit kabuk maddesine sahip A3, A6, A7 ve A8 koaservantlarına ait FTIR spektrumlarının karşılaştırması	71
Şekil 4.22. A1 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri	73
Şekil 4.23. A2 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri	73
Şekil 4.24. A3 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri	74
Şekil 4.25. A5 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri	74
Şekil 4.26. A6 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri	74
Şekil 4.27. A8 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri	75
Şekil 4.28. D1 numunesi için DSC analizi	78
Şekil 4.29. D3 numunesi için DSC analizi	78
Şekil 4.30. D9 numunesi için DSC analizi	79
Şekil 4.31. D10 numunesi için DSC analizi	79
Şekil 4.32. D11 numunesi için DSC analizi	80
Şekil 4.33. D14 numunesi için DSC analizi	80
Şekil 4.34. D16 numunesi için DSC analizi	81
Şekil 4.35. D17 numunesi için DSC analizi	81
Şekil 4.36. D18 numunesi için DSC analizi	82
Şekil 4.37. D19 numunesi için DSC analizi	82
Şekil 4.38. Emülsiyon polimerizasyonu ile yapılan ilk mikrokapsül denemelerinin ısınma-soğuma eğrileri	84
Şekil 4.39. Kapsüllenmemiş FDM (%75 Kaprik Asit+ %25 Miristik Asit) FTIR spektrumu	85
Şekil 4.40. Metil metakrilat için FTIR spektrumu.....	85

Şekil 4.41. Metakrilik asit için FTIR spektrumu	86
Şekil 4.42. Glisidil metakrilat asit için FTIR spektrumu.....	86
Şekil 4.43. 2-Hidroksi eti akrilat asit için FTIR spektrumu.....	87
Şekil 4.44. 2-Hidroksi etil metakrilat asit için FTIR spektrumu	87
Şekil 4.45. D1 numunesi için FTIR spektrumu	88
Şekil 4.46. D3 numunesi için FTIR spektrumu	88
Şekil 4.47. D9 numunesi için FTIR spekturumu	89
Şekil 4.48. D10 numunesi için FTIR spektrumu	89
Şekil 4.49. D11 numunesi için FTIR spektrumu	90
Şekil 4.50. D14 numunesi için FTIR spektrumu	90
Şekil 4.51. D16 numunesi için FTIR spektrumu	91
Şekil 4.52. D17 numunesi için FTIR spektrumu	91
Şekil 4.53. D19 numunesi için FTIR spektrumu	92
Şekil 4.54. D1 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	93
Şekil 4.55. D3 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	94
Şekil 4.56. D9 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	94
Şekil 4.57. D10 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	95
Şekil 4.58. D11 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	95
Şekil 4.59. D14 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	96
Şekil 4.60. D16 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	96
Şekil 4.61. D17 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	97
Şekil 4.62. D18 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	97
Şekil 4.63. D19 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü	98
Şekil 4.64. D9 numunesi için 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları (pembe:200, sarı:400, mavi:600, yeşil:800, siyah:1000)	99
Şekil 4.65. D10 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (yeşil: 0, siyah:200, pembe:400, turkuaz:600, mavi:800, kırmızı:1000)	100

Şekil 4.66.	D11 numunesi için 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (yeşil:200, pembe:400, turuncu:600, turkuaz:800, siyah:1000).....	101
Şekil 4.67.	D14 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (yeşil: 0, siyah:200, pembe:400, turkuaz:600, mavi:800, kırmızı:1000)	102
Şekil 4.68.	D16 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (pembe: 0, yeşil:200, sarı:400, mavi:600, siyah:800, -:1000).....	103
Şekil 4.69.	D17 numunesi için 0, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (kırmızı: 0, -:200, yeşil: 400, pembe:600, siyah:800, turuncu:1000)	104
Şekil 4.70.	D18 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (Siyah: 0, mavi:200, yeşil: 400, turkuaz:600, pembe:800, kırmızı:1000)	105
Şekil 4.71.	D19 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (Pembe:0, mavi:200, siyah:400, turkuaz:600, yeşil:800, kırmızı:1000).....	106
Şekil 4.72.	D9 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	107
Şekil 4.73.	D10 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	108
Şekil 4.74.	D11 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	108
Şekil 4.75.	D14 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	109
Şekil 4.76.	D16 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	109

Şekil 4.77. D17 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	110
Şekil 4.78. D18 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	110
Şekil 4.79. D19 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri.....	111
Şekil 4.80. D17 numunesinin organik çözücülerle yıkandıktan sonraki görüntüsü (a:aseton, b:metanol, c:n-hekzan ve d:toluen).....	112
Şekil 4.81. D22 numunesi için DSC analizi	115
Şekil 4.82. D23 numunesi için DSC analizi	116
Şekil 4.83. D24 numunesi için DSC analizi	116
Şekil 4.84. D25 numunesi için DSC analizi	117
Şekil 4.85. D26 numunesi için DSC analizi.....	117
Şekil 4.86. D27 numunesi için DSC analizi	118
Şekil 4.87. D28 numunesi için DSC analizi	118
Şekil 4.88. D29 numunesi için DSC analizi	119
Şekil 4.89. D30 numunesi için DSC analizi	119
Şekil 4.90. D31 numunesi için DSC analizi	120
Şekil 4.91. D35 numunesi için DSC analizi	120
Şekil 4.92. D38 numunesi için DSC analizi	121
Şekil 4.93. D39 numunesi için DSC analizi	121
Şekil 4.94. D40 numunesi için DSC analizi	122
Şekil 4.95. D22 numunesi için SEM görüntüsü	123
Şekil 4.96. D23 numunesi için SEM görüntü.....	124
Şekil 4.97. D24 numunesi için SEM görüntüsü	124
Şekil 4.98. D25 numunesi için SEM görüntüsü	125
Şekil 4.99. D26 numunesi için SEM görüntüsü	125
Şekil 4.100. D27 numunesi için SEM görüntüsü.....	126
Şekil 4.101. D28 numunesi için SEM görüntüsü.....	126

Şekil 4.102. D29 numunesi için SEM görüntüsü.....	127
Şekil 4.103. D30 numunesi için SEM görüntüsü.....	127
Şekil 4.104. D31 numunesi için SEM görüntüsü.....	128
Şekil 4.105. D35 numunesi için SEM görüntüsü.....	128
Şekil 4.106. D38 numunesi için SEM görüntüsü.....	129
Şekil 4.107. D39 numunesi için SEM görüntüsü.....	129
Şekil 4.108. D40 numunesi için SEM görüntüsü.....	130
Şekil 4.109. %10'luk mikrokapsüllenmiş FDMli beton örneğinin farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....	132
Şekil 4.110. %10'luk Micronal'li beton örneğinin farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....	133
Şekil 4.111. Mikrokapsüllenmiş FDM içeren betonlarda yapılan mikro yapısal inceleme	134



SİMGELER VE KISALTMALAR

2-HEMA	: 2-hidroksi etil metakrilat
2-H-MA	: 2-hidroksi etil akrilat
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskopisi
CH	: Portlandit
CSH	: Tobermorit
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
EGDM	: Etilen glikol dimetakrilat
EKB	: Enerji Kimlik Belgesi
FDM	: Faz Deęiřtiren Madde
FTIR	: Fourier Dönüřümlü İnfrared Spektroskopisi
GM	: Glisidil metakrilat
KA	: Kaprik Asit
KPP	: Ksilitopenta palmitat
KPS	: Ksilitopenta stearat
LA	: Laurik Asit
MA	: Miristik Asit
MA	: Metakrilik asit
MF	: Melamin-formaldehit
mFDM	: Mikrokapsüllenmiř faz deęiřtiren madde
MMA	: Metilmetakrilat
OM	: Optik Mikroskop
PA	: Palmitik Asit
PMF	: Polimelamin formaldehit
PMMA	: Polimetil metakrilat
PSA	: Parçacık Boyut Analizi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopu
Te	: Erime Sıcaklığı

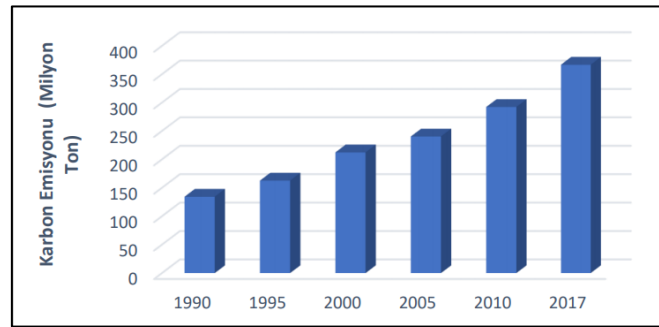
TEDA : Termal Enerji Depolayan Agrega
TGA : Termo-Gravimetrik Analiz
ÜF : Üre-formaldehit
 ΔH : Gizli Isısı
 ΔH_e : Erime Gizli Isısı



1. GİRİŞ

Enerji, insan yaşamının devamlılığının sağlanması için gerekli ve toplumsal hayatın düzenlenmesi için temel bir gereksinimdir. Bu gereksinimin karşılanması için kaynağından başlayarak üretim, depolama ve geri kazanım aşamaların her birinde çevreye ve doğaya olumsuz etkilerin en aza indirgenmesi gerekmektedir. Uluslararası Enerji Ajansı(UEA) tarafından yapılan araştırmalar, mevcut enerji politikaları ve enerji arzı tercihlerinin devamlılığı durumunda dünya birincil enerji talebinin 2007-2030 yılları arasında %40 oranında artacağına işaret etmektedir(www.enerji.gov.tr).

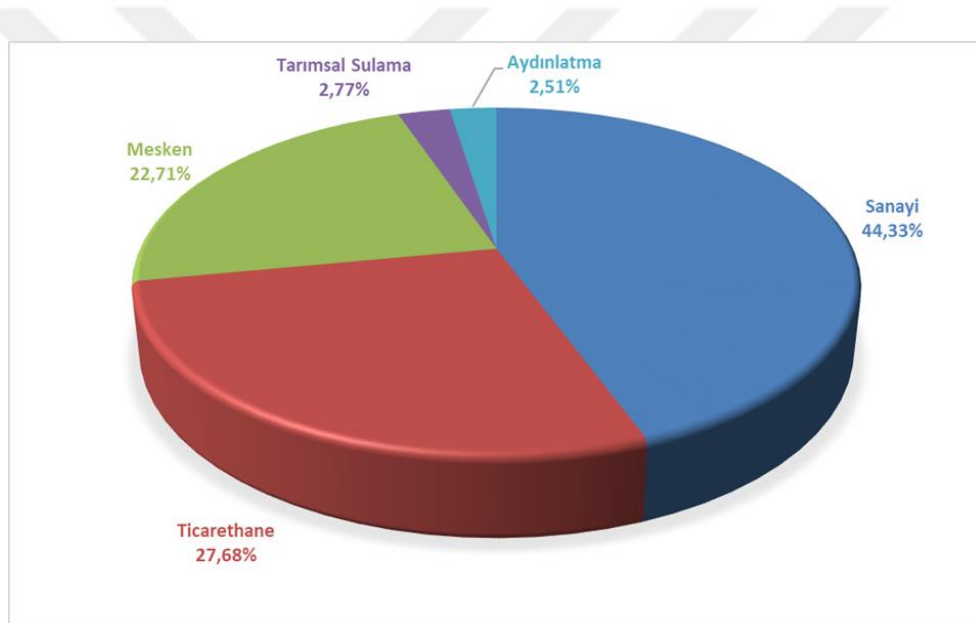
Sanayileşme ve nüfus artışı gibi birçok etmenden dolayı dünya ve Türkiye genelinde enerji talebinde artış gitgide artmaktadır. Türkiye de enerji ihtiyacının karşılanması için genelde fosil yakıtlar (petrol ve kömür gibi) kullanılmakta olup dışa bağımlı bir enerji politikası izlenmektedir. Bu kaynaklar hızla tükenmekte ve fosil yakıtların tüketilmesiyle ortaya çıkan sera gazları küresel ısınma ve iklim değişikliğine neden olmaktadır. Şekil 1.1 'de Türkiye'de karbon emisyon miktarının yıllara göre değişimi gösterilmektedir. Yüzdesele olarak bakıldığında ise 1990 - 2017 yılları arasında toplam sera gazı emisyonu %135,4 artış göstermiştir (Kahraman, G., 2019).



Şekil 0.1. Türkiye'de karbon emisyon miktarının yıllara göre değişimi (Kahraman G.2019).

Ülkemizde birincil enerji kaynakları talebinin %70 den fazlasının yurtdışından karşılanmasının getirdiği risklerin azaltılması ve küresel ısınmayla mücadelenin artırılması amacıyla enerjinin üretim aşamasından tüketim aşamasına kadar olan her aşama da tasarruf sağlanmalıdır.

Ülkemizde en son 2019 yılının Ekim ayında yayınlanan Elektrik Piyasası Sektör Raporunda sektörel binaların tükettiği enerji toplam tüketimin %22.71'i olup(Şekil 1.2.), bu oranın % 70-80 -ısıtma ve soğutmada kullanılmaktadır(www.epdk.org.tr).



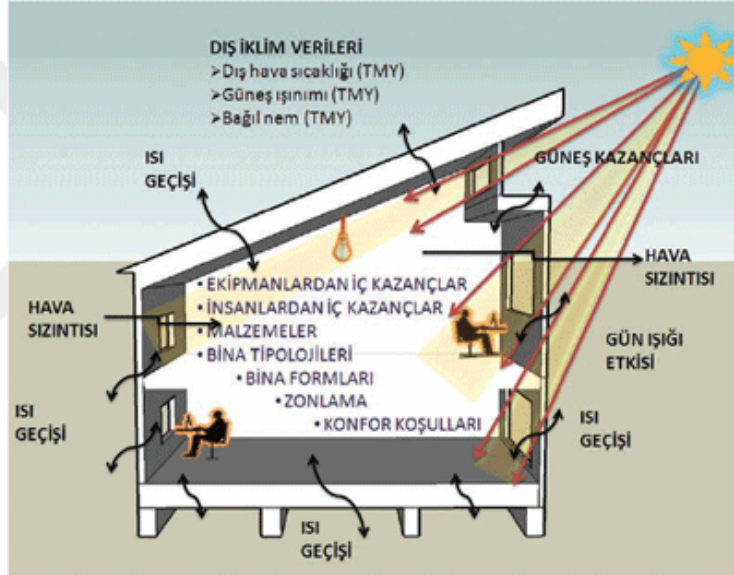
Şekil 0.2. Ekim 2019 Döneminde Faturalanan Elektrik Tüketiminin Tüketici Türü Bazında Dağılımı (%)

1.1. Binalarda Enerji Performansı

Bina enerji performans hesaplanması için aşağıdaki parametreler dikkate alınmaktadır(Şekil 1.3) (<http://www1.mmo.org.tr>).

- Binaların ısıtılması ve soğutulması için binanın ihtiyacı olan net enerji miktarı;

- Net enerjiyi karşılayacak kurulu sistemlerden oluşan kayıpları ve sistem verimlerini de göz önüne alarak binanın toplam ısıtma-soğutma enerji tüketimi;
- Havalandırma enerjisi tüketimi;
- Binalarda günışığı etkileri göz önüne alınarak, günışığından yararlanılmayan süre ve günışığının etkili olmadığı alanlar için aydınlatma enerji ihtiyacı ve tüketimi;
- Sıhhi sıcak su için gerekli enerji tüketimi.



Şekil 0.1. Binalarda enerji parametreleri (<http://www1.mmo.org.tr>)

Yenilenebilir Enerji Genel Müdürlüğü ülkemizde bina sektöründe %35 düzeyinde enerji tasarrufu potansiyeli olduğu saptamıştır(<http://www.yegm.gov.tr>). Binalarda etkin ve verimli kullanılabilen enerji ve enerji kaynakları ile enerji israfının önlenmesini, bina asgari enerji ihtiyacının çevreye dost kaynaklarla karşılanması, sera gazı salımı seviyesinin indirgenmesi, yalıtım özelliklerinin iyileştirilmesi ve ısıtma ve/veya soğutma sistemlerinin verimliliğinin artırılması amacıyla 5627 Sayılı Enerji Verimliliği Kanunu ve bu kanuna dayanarak Binalarda

Enerji Performansı Yönetmeliği yürürlüğe girmiştir. Bu amaçla yönetmelik kapsamında yeni ve mevcut binalarda Enerji Kimlik Belgesi(EKB) alma zorunluluğu getirilmiştir (şekil 1.4).



Şekil 0.2. Enerji kimlik belgesi (Binalarda Enerji Performans Yönetmeliği, T.C. Resmi Gazete, 5.12.2008 Tarih ve 27075 Sayı)

Enerji kimlik belgesi, binaların enerji tüketimi ve sera gazı salınımını A ile G arasında sınıflandırmaktadır. Bir binanın enerji sınıfı mevcut bina için hesaplanan tüketim değerleri ile aynı binanın, aynı yerde yasalarda belirtilen asgari şartlarda imal edilmesi durumunda oluşacak tüketim değerlerinin birbirine oranlanmasıyla belirlenmektedir. Asgari şartları sağlayan enerji kimlik belgesi bina enerji sınıfı endeksinde 100 puan alacak iken daha verimli binalarda bu rakam düşmekte, daha verimsiz binalarda da artış göstermektedir (Şekil 1.5).

Enerji sınıfı	E_p aralıkları
A	0-39
B	40-79
C	80-99
D	100-119
E	120-139
F	140-174
G	175-...

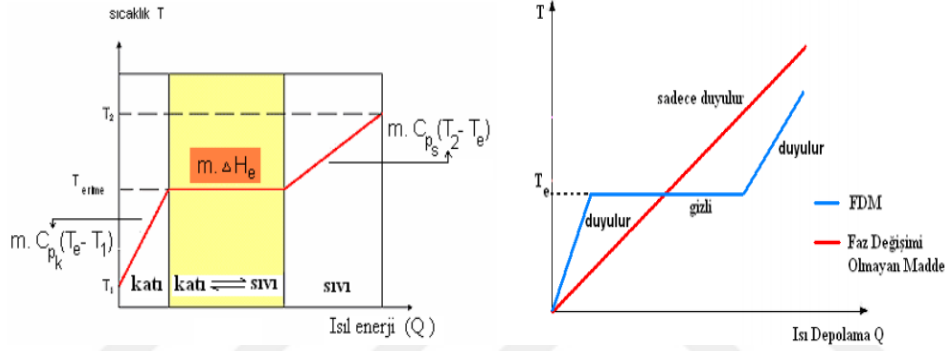
Şekil 0.3. Enerji kimlik belgesinde yer alan enerji sınıfları (<http://www.bep.gov.tr/>)

EKB, binanın enerji ihtiyacı ve tüketim sınıflandırması, yalıtım özellikleri ve ısıtma ve/veya soğutma sistemlerinin verimi ile ilgili bilgileri içerir. Türkiye’deki hesaplamalarda kullanılmak üzere “Basit Saatlik Dinamik Hesaplama Yöntemi” tercih edilmiştir. Bu yöntem, zorunlu hale getirilen “Enerji Kimlik Belgesi” hazırlanmasında kullanılan BEP-TR yazılım programının temelini oluşturmaktadır. Sonuçları incelendiğinde enerjinin etkin kullanılması adına geliştirilen yapı elemanlarının, enerji kazanımlarının artırılmasındaki rolü ve öneminin sonuçlarda yeterince etkili olmadığı görülmüştür. Bu nedenle özellikle yeni binalarda enerji verimliliğini artırıcı önlemler alınması kritik önem kazanmaktadır.

1.2. Binalarda Isıl Konforunda Yenilenebilir Enerji Kaynaklarının Kullanılmasında Termal Enerji Depolama

Yenilenebilir enerji kaynaklarından biri olan güneş enerjisinden yararlanılarak konutların ısıtılması ve soğutulması alternatif enerji uygulamaları alanında önemli bir araştırma konusudur. Gün geçtikçe bu alandaki çalışmalar artarak devam etmektedir. Güneş enerjisinden azami olarak yararlanılabilmesi için güneşin var olduğu zamanlarda depolanarak kesintiye uğradığı akşam/gece saatlerinde depolanan enerjinin geri kazanılması gerekmektedir. Enerjinin termal (ısı) olarak depolanması duyulur ısı, gizli ısı veya termokimyasal ısı olmak üzere üç şekilde yapılmaktadır. Isının, maddenin sıcaklığının değişimi yoluyla

depolanmasına "duyulur ısı depolama", faz değişimi yoluyla depolanmasına da "gizli ısı depolama" denir. Isıtma ve soğutma uygulamalarında verimliliğin artırılarak enerji tüketiminin azaltılmasında faz değiştiren maddelerde (FDM) termal enerji depolamasından yararlanılır (Şekil 1.6). Termokimyasal ısının depolanması ise tümüyle tersinir reaksiyonlarda molekülün oluşumu ve parçalanması sırasında bağlarda enerjinin emilmesi ve serbest kalması prensibine dayanmaktadır.



Şekil 0.1. Duyulur ve Gizli Isı Depolama (Sarı A., 2011)

1.3. Faz Değiştiren Maddelerde Termal Enerji Depolama

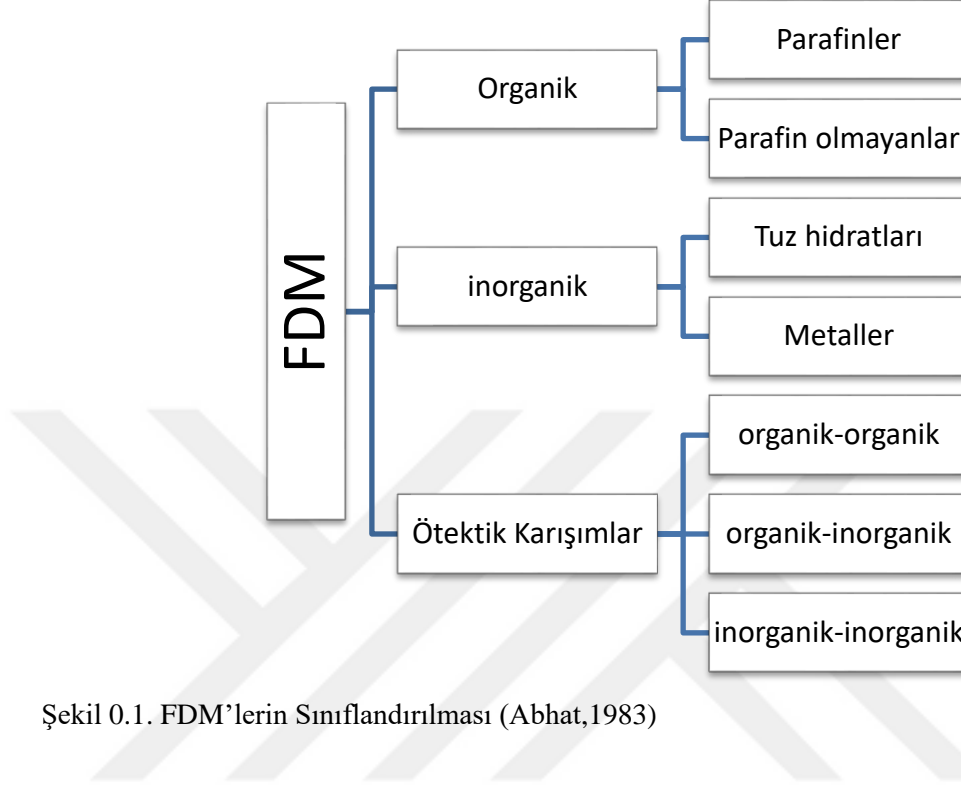
Faz değişimi süresince sabit sıcaklıkta iç enerji artışı ile madde ısı enerjisi depolar (Fleischer, 2015). Belirli bir sıcaklık değerinde katı-sıvı, sıvı-gaz ve katı-katı faz dönüşümleri gerçekleştirerek enerji absorblayan veya salan maddelere Faz Değiştiren Madde (FDM) adı verilir. Katı-gaz ve sıvı-gaz geçişleri daha yüksek gizli ısı değerine sahiptir. Fakat, bu faz değişimi sırasında büyük olan hacim değişimini kontrol altında tutabilmek zordur. Sıvı-sıvı faz dönüşümlerinde depolanabilecek enerji miktarı nispeten daha azdır. Katı-katı geçişlerinde ise maddenin kristal yapısı değiştiği için hacim değişimi minimum seviyededir, ancak depolanabilecek gizli ısı enerjisi miktarı daha azdır (Wang ve ark., 2000; Pillai ve Brinkwarth, 1976).

Isı depolama amacıyla, belirli sıcaklıklarda faz değişimlerine uğrayan ve gizli ısı değerleri yüksek olan materyallerden yararlanılması daha avantajlıdır. Bu nedenle, ısı depolamaya uygun faz değişimi katı-sıvıdır. Katı-sıvı faz değişiminde enerji alan madde erir ve tekrar donarken aldığı bu enerjiyi geri verir. Böylece ortam sıcaklığı faz değişim sıcaklığına çok yakın bir sıcaklık aralığında tutulmuş olur. Termal enerjinin depolanması sırasında FDM öncelikle sıradan ısı depolama malzemesi gibi davranarak ısıyı soğurdukça sıcaklığını artırır. Fakat sıradan malzemelerden farklı olarak faz değişim sıcaklığına ulaştığında çok daha büyük miktarlardaki enerjiyi çok büyük bir sıcaklık değişimi göstermeden bünyesine alır. Malzemenin çevresindeki sıcaklık düştüğünde de malzeme ters yönde davranarak bünyesindeki gizli ısıyı ortama verir. FDM'ler su, tahta, taş gibi malzemelere göre birim kütlede çok daha fazla ısıyı tutuklayabilirler (Hasnain, 1998). Çizelge 1.1'de sıradan malzemeler ile FDM'ler arasındaki farklar genel olarak verilmiştir. FDM' nin yapı elemanlarında ve malzemelerinde kullanımı ile bina ısıl kütlesi artarak, ısıtma ve soğutma yükleri azalabilmektedir.

Çizelge 0.1. Termal enerji depolama malzemelerin genel karşılaştırılması (Hasnain,1998).

Özellik	Taş	Su	Organik FDM	Anorganik FDM
Yoğunluk, kg/m ³	2240	1000	800	1600
Görünür Isı, kJ/kg.K	1	4,2	2	2
Gizli Isı, kJ/kg	-	-	190	230
Gizli Isı, kJ/m ³	-	-	152	368
10 ⁶ J için Depolama, kg	67000	16000	5300	4350
Oransal Depolama Kütleli	15	4	1,25	1

FDMler organik, inorganik ve ötektik karışımlar olmak üzere üç ana grupta toplanır(şekil 1.7).



Şekil 0.1. FDM'lerin Sınıflandırılması (Abhat,1983)

1.3.1. Organik FDM'ler

Organik FDMler, parafin ve parafin olmayan (yağ asitleri, şeker alkolleri gibi) FDMler olarak sınıflandırılmaktadır. Parafinler, düz zincirli yapıya sahip olup erime sıcaklıkları ve faz değişim entalpileri karbon zincirinin uzunluğu arttıkça artmaktadır. Molekül yapılarındaki karbon atomlarının sayısı 13 ile 28 arasında olduğunda, erime sıcaklıkları -5 ile 60°C arasında yer almaktadır (Mehling ve Cabeza, 2008). Parafin olmayan FDM'ler ise parafinler gibi birbirlerine yakın özellikler göstermeyip her bir faz değiştiren madde kendine özgü farklı özellikler göstermektedir (Sharma ve ark., 2009). Bu maddeler geniş sıcaklık aralığında kullanılabilirler (20°C - 70°C) ve katı-sıvı faz geçişi gösterirler. Kimyasal olarak inert olmaları sebebiyle yapı elemanlarıyla uyumludurlar. Faz değişimi sırasında küçük hacim değişimi gösterirler ve faz ayırımına uğramazlar. Uzun vadede ısı olarak dayanıklıdırlar. Yüksek gizli erime ısısına sahiptirler (120 J/g dan 210 J/g'a

kadar). Toksik ve tahriş edici özellik göstermezler. Tehlikesiz oldukları için geri dönüştürülebilirler. Donma sırasında aşırı soğuma göstermezler ya da çok az gösterirler. Bu malzemelerin bir diğer avantajı ise düşük maliyetli olmalarıdır. Bunların yanında, düşük ısı iletkenliğe sahip olmaları (0,2W/mK civarında) ve buna bağlı olarak daha büyük bir yüzey alanı gerektirmeleri, kısmen alevlenebilmeleri ve plastik konteynırlarla her zaman uyumlu olmamaları organik FDM' lerin dezavantajları olarak sayılabilir (Baetens ve ark., 2010).

1.3.2. İnorganik FDMler

İnorganik FDM' ler tuzlar, tuz hidratlar, metaller ve alaşımlar şeklinde gruplandırılabilir. Sodyum sülfat dekahidrat (Glauber tuzu), kalsiyum klorür hekzahidrat, sodyum tiyosülfat pentahidrat, sodyum asetat trihidrat ve baryum hidroksit oktahidrat gibi tuz hidratlar düşük maliyetlerinden dolayı geniş araştırma alanı bulmuştur (Verma ve ark., 2008). İnorganik maddeler organik maddelere göre birim hacimde iki kat daha fazla depolama kapasitesine sahiptir (Verma ve ark., 2008; Mohamed ve ark., 2017). Ayrıca inorganik FDMler yüksek sayıdaki erime/donma çevrimden sonra dahi erime ısısını (350 MJ/m³) koruyabilmelerine rağmen, bazıları uyumsuz (inkongruent) erime özelliğine sahiptirler (Sharma ve ark., 2015). Hacimsel olarak yüksek gizli erime ısısına sahip olmaları, yüksek ısı iletkenliğe sahip olmaları ucuz ve kolay bulunabilmeleri inorganik FDMlerin avantajları olsa da tuz ve tuz hidratların aşırı soğuma göstermeleri ve faz ayrımına uğramaları, çoğu metallere karşı korozif olmaları, tahriş edici olmaları ve yüksek hacim değişimi göstermeleri dezavantajları olarak sayılabilir.

1.3.3. Ötektik FDM'ler

Ötektik karışımlar iki veya daha fazla bileşenin birleşimi şeklinde olabilir. Ötektik maddeler eş anlı erime ve donma özelliği gösterirler ve faz ayrımına uğramazlar (Sharma ve ark., 2009). Aynı zamanda tek bir erime sıcaklığına sahip olması, hacimsel ısı depolama yoğunluğunun yüksek olması ötektik FDMlerin

avantajlarıdır. Termofiziksel özellikleriyle ilgili sınırlı veri olması ise dezavantajlarıdır (Memon, 2014). FDM'lerin avantaj ve dezavantajları Çizelge 1.2' de karşılaştırmalı olarak gösterilmektedir.

Çizelge 0.1. FDM'lerin avantaj ve dezavantajları

FDM	Avantajlar	Dezavantajlar
Organik FDM	<ul style="list-style-type: none"> *İyi ısı kararlılık *Aşırı soğuma olmadan donma *Düşük buhar basıncı *Özgün çekirdekleşme özelliği *Reaktif ve zehirli değil *Uyumlu eriyebilme *Düşük hacim değişiklikleri *Geleneksel yapı malzemeleri ile uyumluluk *Geniş çalışma sıcaklığı aralığı 	<ul style="list-style-type: none"> *Sıvı FDM' nin sızması *Düşük termal iletkenliği (yaklaşık 0,2W/mK) *Yanıcı
İnorganik FDM	<ul style="list-style-type: none"> *Yüksek hacimli gizli ısı depolama kapasitesi *Yanıcı değil *Düzensiz faz değişimi *Yüksek termal ısı iletkenlik 	<ul style="list-style-type: none"> *Aşırı soğumaya eğilimli *Ayrışma *Uyumlu eriyememe *Yüksek hacim değişiklikleri *Metalle korozif olma *Tekrarlanan faz döngüleri üzerinde faz ayrılma
Ötektik FDM	<ul style="list-style-type: none"> *Keskin erime noktaları *Özellikleri özel isteklere göre yapılabilir 	<ul style="list-style-type: none"> *Yüksek maliyetli *Termofiziksel özellikleri sınırlı veriler

1.4. Bina Uygulamaları için FDM Seçim Kriterleri

Sürekli yaşam alanları düşünüldüğünde en önemli unsurlarının başında ısı konfor gelmektedir. Bu nedenle bina uygulamaları için seçilecek FDM' nin termal konfor sıcaklığında faz değişimine sahip olması kritik öneme sahiptir. Bunun yanı sıra bu temel özelliğin haricinde bir malzemede aranan diğer özellikler aşağıda belirtilen termo-fiziksel, kimyasal ve ekonomik özellikler olmak üzere alt gruplarla sıralanmıştır (Mehling ve Cabeza, 2007).

Termo-fiziksel özellikler:

- ✓ Birim hacim/kütle başına yüksek gizli ısı kapasitesi
- ✓ Yüksek ısı iletim katsayısı
- ✓ Yüksek termal iletkenlik
- ✓ Faz değişim esnasında düşük hacim değişikliği
- ✓ Düzenli faz değiştirme özelliği
- ✓ Düşük erime ve donma sıcaklık farkı

Kimyasal özellikler:

- ✓ Tersinir donma ve erime döngüsü
- ✓ Yüksek sayıda termal çevrim sonrası kimyasal bozunmaya uğramamak
- ✓ Malzemenin aşındırıcı etkisinin bulunmaması
- ✓ Malzemenin güvenlik sebebiyle zehirli, alev alıcı veya patlayıcı olmaması

Ekonomik Özellikler:

- ✓ Düşük fiyat
- ✓ Çevresel ve ekonomik nedenlerden ötürü malzemenin yeniden kullanılabilmesi
- ✓ Malzemenin kolay temin edilebilmesi

1.5. FDM'lerin Kapsüllenmesi

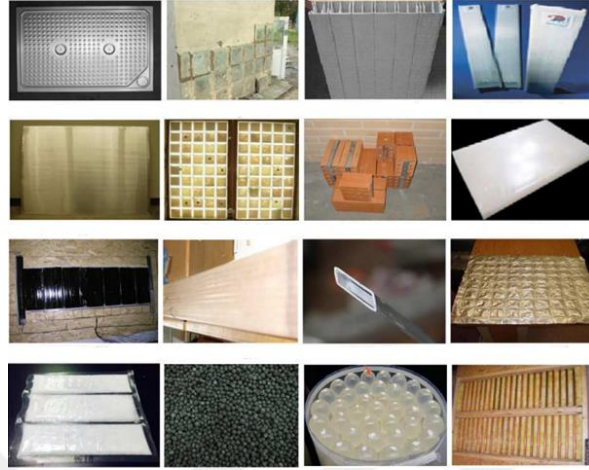
FDM' nin faz değişimi esnasında, bina yapı malzemelerinde uygulandığında gözenekli yapıdan dışarıya akması problemlere yol açmaktadır. Bu durum FDM' nin kapsüllenmesi ile dış çevreyle bağlantısının kesilmesi konusunu gündeme getirmiştir. Ayrıca FDM' lerin ısı aktarım ortamının etkin bir şekilde kullanılması için de kapsülleme işleminin geliştirilmesi önem kazanmaktadır.

Özetle, FDM' lerde kapsüllemenin amacı, seçilen FDM nin dış etkilere maruz kalmasını azaltmak, faz değişimi sırasında katı kabuk içerisinde belirli bir hacimde tutmak ve ısı transfer yüzeyini arttırmaktır (Zhao ve Zhang, 2011).

Kapsülasyon; bir maddenin veya karışımın inert bir kabuk ile kaplanması veya hapsedilmesi olarak tanımlanmaktadır (Madene v.d., 2006). Kapsüller, genel olarak makro ve mikro boyutta oluşturulabilmektedir (Zhao ve Zhang., 2011; Khudhair ve ark., 2004; Su ve ark., 2015) . Mikrokapsüllerin boyutları 1-1000 µm arasındadır. 1000 µm'den büyük kapsüllere makro-kapsüller, 1 µm'den küçük olanlara ise nanokapsüller denir (Konuklu, 2008).

1.5.1. Makro kapsüller

FDMler makro boyutta tüpler, torbalar, küreler, paneller veya sabit şekilli kutularda paketlenmektedir(Şekil 1.8). Bina uygulamalarında kullanılmak üzere FDM lerin makro boyutta kapsüllemesi (paketlenmesi) daha esnek kullanım şekilleri ve farklı kabuk materyalleri sunduğu için pratiktir. Fakat etkin performans elde etmek için hem FDM hem de kabuk materyalin şekli ve cinsi dikkatlice seçilmelidir. Odaklanması gereken en önemli parametre kabuk malzemesinin FDM nin erime süresi üzerindeki etkisidir. Boyut küçüldükçe (mikro ve nano) ısı transfer alanı artmaktadır. Dolayısıyla makro boyutlu sistemler daha küçük boyutta ki sistemlere göre dezavantaja sahiptir (Liu ve ark., 2018).



Şekil 0.1. Bina uygulamalarında kullanılan yaygın makro kapsülleme formları(Liu ve ark., 2018)

1.5.2. Mikro Kapsüller

Mikrokapsül katı, sıvı damlası veya gazın mikro boyutlu olarak polimerik film ile kaplanması işlemidir(Çimen, 2007). Mikrokapsül içerisindeki materyal çekirdek, iç faz ya da dolgu olarak tanımlanırken, kapsül çeperi ise kabuk, kalkan, kaplama veya membran olarak adlandırılır(Hammad,2011). Çekirdek maddeyi dış ortam şartlarından koruma gibi bir özelliğinin yanında mikrokapsülasyon işleminin birçok avantajı vardır. Bu avantajlar aşağıdaki gibi sıralanabilir(Gosh, 2006):

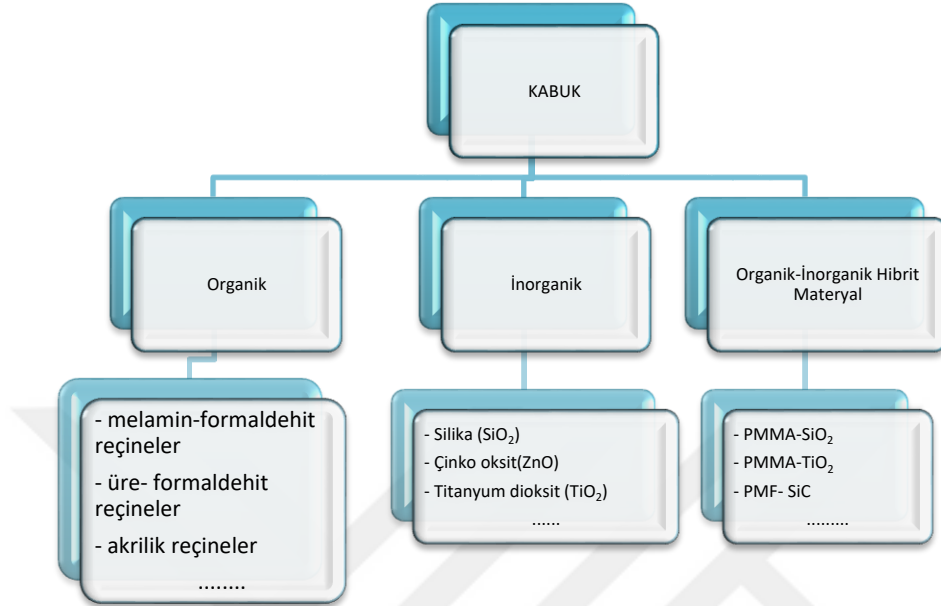
- Kullanılacakları çevre koşullarına uyumlu olmayan bazı maddeleri bu çevre koşullarından korumak,
- Sıvıları katı formda tutmak
- Toksik maddeleri uygun ve güvenli bir ortamda tutmak
- Çekirdek maddenin buharlaşma ve difüzyon hızını düşürmek
- Kontrollü, uzun süre korunabilir ve zamanlanmış bir salınım gerçekleştirmek
- Oksidasyon gibi parçalayıcı reaksiyonları önlemek
- Koku veya tatları maskelemek

- Amaca yönelik madde salınımı gerçekleştirmek

FDM lerin mikrokapsüllenmesi ile kullanıldığı sistemde birçok avantaj sağlanabilir. Bu avantajlardan biri FDM'nin yüksek termal çevrimde kararlı yapısını koruyabilmesine olanak sağlamasıdır. Ayrıca büyük hacim değişikliği göstermez ve parçacık büyüklüğündeki değişim sayesinde “yüzey alanı/hacim oranı” sağlanarak ısı iletkenlik artırılabilir (Al-Shannaq ve ark., 2016). Enerji depolama ortamında ısıyı transfer eden akışkan (su, hava gibi) ile doğrudan temas ettiği için hızlı enerji depolayabilme ve salıverebilme özelliği kazanabilmektedir. Bunun yanı sıra FDM'nin korozif etkisini önleyebilirken kokuyu maskeleyebilmektedir. Ek olarak sistemde depolama kabının kullanılması gerekmediğinden küçük hacimli, hafif ve daha ucuz enerji depolama sistemleri oluşturulabilir.

1.5.2.1. Mikrokapsül Kabuk Materyalleri

Kabuk maddesi mikrokapsülün yapısal, mekanik ve termal özellikleri üzerinde etkin rol oynamaktadır (Jamekhorshid ve ark., 2014). Şekil 1.9' da gösterildiği gibi organik, inorganik ve organik-inorganik hibrit materyaller şeklinde sınıflandırılabilir (Agyenim ve ark., 2010).



Şekil 0.1. Mikrokapsülenmiş FDM ler için kabuk materyalleri

Organik Kabuk: Organik kabuk materyalleri, iyi sızdırmazlık özelliklerine ve iyi yapısal esnekliğe sahip, buna bağlı olarak FDM faz dönüşümü sırasında hacim değişikliğine karşı direnç gösteren doğal ve sentetik polimerden oluşan yapılardır(Umair ve ark.,2019).

Çoğunlukla organik kabuk olarak melamin-formaldehit(MF) reçine, üre-formaldehit(ÜF) reçine ve akrilik reçine kullanılmaktadır. MF reçine düşük maliyet, termal kararlılık ve kimyasal uyumluluk gibi avantajlara sahiptir. Akrilik reçineler içinde metakrilatlar, toksik olmayan, kolay hazırlanabilen kimyasal ve termal kararlılığa sahip organik kabuk maddeleridir(Chen ve ark., 2015).

İnorganik Kabuk: Son yıllarda, inorganik materyaller de mikrokapsül uygulamalarında kabuk maddesi olarak kullanılmaktadır. Organik materyallerle karşılaştırıldıklarında inorganik kabuk maddeleri; daha sert, termal iletkenlikleri daha yüksek ve mekanik mukavemetleri daha fazladır(Umair ve ark.,2019). Genellikle inorganik kabuk malzemeleri olarak silika (SiO₂), çinko oksit (ZnO),

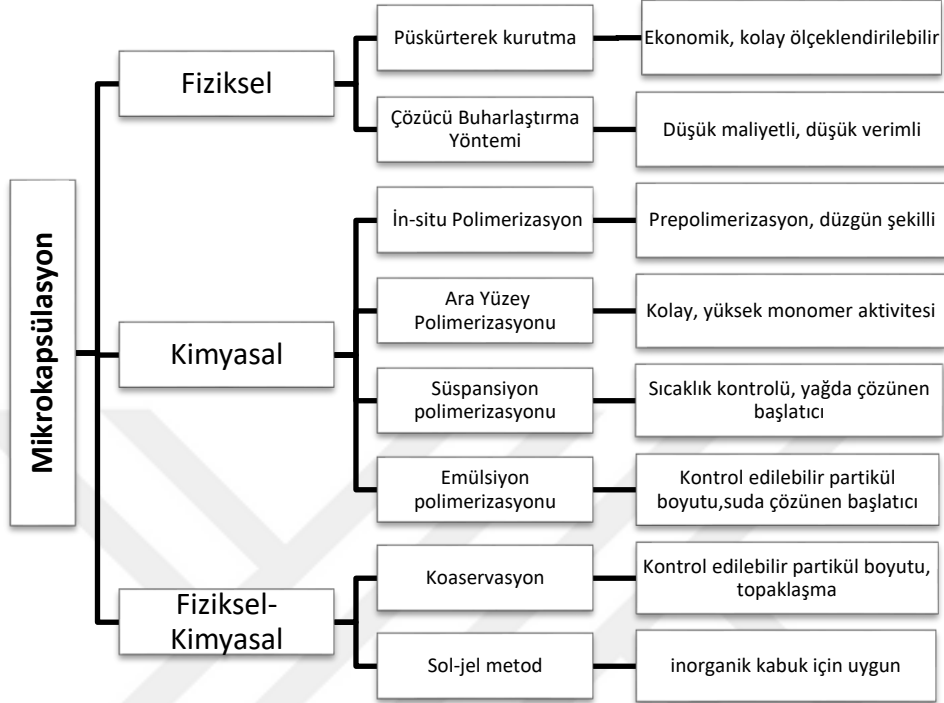
titanyum dioksit (TiO_2) ve kalsiyum karbonat ($CaCO_3$) kullanılmaktadır. Silika, yüksek ısı iletkenliđi, yangına karřı dayanıklılık ve kolay hazırlama gibi özelliklere sahip olduđu için en yaygın kullanılan kabuk malzemelerden biridir. Silikalar genellikle organik parafin, inorganik hidrat tuzları ve yađ asitlerinin mikrokapsüllenmesi için kullanılır.

$CaCO_3$ kabuk malzemesi silika ile karřılařtırıldıđında, daha yüksek sertlik ve daha düzenli bir kimyasal yapı sergiler (Yu ve ark., 2014). ZnO ve TiO_2 gibi metal oksit kristalleri kabuk maddesi olarak seçildiđinde mikrokapsül yapısına katalitik, fotokimyasal ve antibakteriyel özellikler katar (Li ve ark.,2015).

Organik- İnorganik Hibrit Kabuk: Arařtırmacılar dezavantajların üstesinden gelmek için organik ve inorganik yapıların avantajlarından yararlanmak istemiřlerdir. Bu sebeple iki farklı grubun avantajlı yönlerini birleřtirerek yeni organik-inorganik hibrit kabuk malzemeleri geliřtirmiřlerdir. Hibrit kabukta, organik materyallerin sađladıđı yapısal esneklik alınırken inorganik maddelerden mekanik mukavemet, termal kararlılık ve termal iletkenlik özellikleri alınmaktadır (Umair ve ark.,2019). Genelde FDM kapsüllenmesi için poli metilmetakrillat(PMMA) ve poli melamin formaldehit (PMF) gibi polimerik yapılara SiO_2 veya TiO_2 katkılanmasıyla oluřturulan kabuk yapıları kullanılır(Palkovitsve ark., 2005, Wang ve ark., 2018, Li ve ark., 2019).

1.5.2.2. Mikrokapsülleme Yöntemleri

Mikrokapsülleme iřlemi, katı veya sıvı formunda ve 1–1000 μm boyutundaki parçacıkların film formundaki polimer tabakasıyla kaplanması iřlemidir. Bu iřlem Şekil 1.10’da listelenen 3 farklı yöntemle yapılmaktadır.

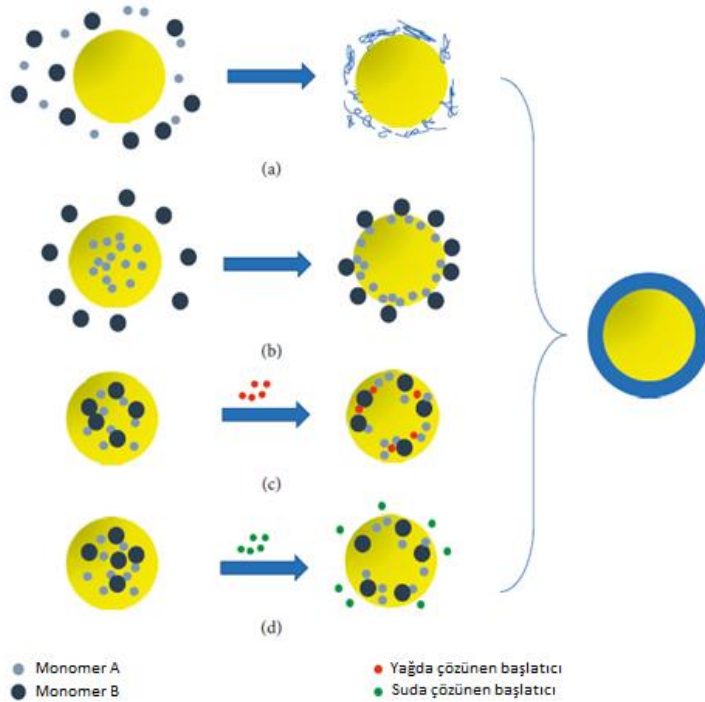


Şekil 0.1. Mikrokapsülleme yöntemlerinin sınıflandırılması

Fiziksel yöntem: Bu yöntemde sadece mikrokapsül kabuk formunun oluşturulması için kurutma, dehidrasyon ve yapışma gibi fiziksel işlemlerden yararlanır. En yaygın olarak sprey kurutma ve çözücü buharlaştırma yöntemleri kullanılır. Sprey kurutma yönteminde ilk aşamada FDM ve kabuk materyalini içeren su-yağ emülsiyonu oluşturulur. Daha sonra elde edilen emülsiyon atomizer kullanılarak sprey kurutucunun ısıtılmış odasına damla şeklinde besleme yapılır. Damlacıklar ısıtılmış bölgede hızlıca kurur. Son aşama da oluşan katı partiküller tutucu ve filtre yardımıyla ayrılır (Alva ve ark., 2017). Bu yöntemle oluşturulan mikrokapsüller 10-300 µm arasında çapa sahiptir. Sprey kurutma yöntemi kolay uygulanabilir olmasına rağmen fazla ham madde ve yüksek işlem maliyeti gerektirmektedir (Çimen, 2007).

Çözücü buharlaştırma metodunda ise ilk aşamada kabuk materyali uçucu bir çözücü içerisinde çözülerek polimer çözeltisi oluşturulur. Daha sonra yağ/su emülsiyonu şeklindeki FDM çözeltisi ortama eklenir. Son aşamada çözücü uzaklaştırılarak damlacıkların etrafı kabuk materyali ile kaplanır. Mikrokapsül içeren katı partiküller filtreden geçirilir ve kurutulur(Lin ve ark., 2018).

Kimyasal yöntem: Kimyasal mikrokapsülleme yöntemlerinde polimerizasyon işlemi yağ-su arayüzünde monomerler, oligomerler veya prepolimerler şeklinde kabuklar oluşturur. Bu yöntem temelde in-situ polimerizasyon, ara yüzey polimerizasyonu, süspansiyon polimerizasyonu ve emülsiyon polimerizasyonu olmak üzere dörde ayrılır. Dört polimerizasyon işlem arasındaki farklılıklar şekil 1.11’de gösterilmektedir(Peng ve ark., 2020).



Şekil 0.2. Kimyasal yöntemle mikrokapsül oluşturma yöntemlerinin şematik gösterimleri: (a) İn situ Polimerizasyon, (b) Ara yüzey polimerizasyonu, (c) süspansiyon polimerizasyonu, ve (d) emülsiyon polimerizasyonu (Peng ve ark., 2020)

İn situ polimerizasyonunun genel işlem basamakları aşağıda sıralanmaktadır(Konuklu ve ark., 2014).

1. Yüzey aktif madde içeren sulu çözeltiye FDM eklenmesiyle yağ/su emülsiyonu hazırlanır
2. Prepolimer çözeltisi oluşturulur
3. Uygun reaksiyon koşullarında yağ/su emülsiyonu içerisine prepolimer çözeltisi eklenir
4. Mikrokapsül sentezi gerçekleşir

Ara yüzey polimerizasyonunda iki reaktif monomer yağ fazı ve su fazında ayrı ayrı çözülür. Daha sonra başlatıcı madde varlığında birbiri ile karışmayan iki fazın ara yüzeyinde polimerizasyon başlar. FDM nin ara yüzey polimerizasyonu ile mikrokapsülasyonu aşağıdaki yollar sırayla izlenerek gerçekleştirilir;

- FDM ve hidrofobik monomer içeren yağ/su emülsiyonu oluşturulur
- Uygun koşullarda emülsiyon içerisine hidrofilik monomer eklenerek polimerizasyon başlatılır
- Oluşturulan mikrokapsüller filtrelenir, yıkanır ve kurutulur

Genellikle bu metod poliüre ve poliüretan gibi organik kabuklu materyallerin hazırlanmasında kullanılır(Alva ve ark., 2017)

Süspansiyon polimerizasyonu işleminde FDM, monomer ve başlatıcı ajan, genellikle su olan taşıyıcı bir ortamda sürfaktan ve mekanik karıştırıcı yardımıyla damlalar halinde dağıtılır. Polimerizasyon başlatıcısı olarak monomerde (organik fazda) çözünen başlatıcılar kullanılmaktadır. Polimerizasyon sonunda elde edilen toz polimer sudan süzülerek ayrılır ve kurutulur (Wang ve ark., 2016).

Emülsiyon polimerizasyonunun prosesinde, ilk önce sürfaktant ve kuvvetli mekanik karıştırma aracılığıyla monomer ve FDM taşıyıcı faz içerisinde ayrı damlacıklar şeklinde süspanse edilir. Daha sonra suda çözünen başlatıcılar eklenerek polimerizasyon işlemi tetiklenir(Huang ve ark., 2019). Emülsiyon polimerizasyonu süspanسیون polimerizasyonu ile karıştırıldığı görülmektedir. Süspanسیون polimerizasyonundan farklı olarak, başlatıcı madde taşıyıcı faz (su) içerisinde çözünmektedir. Ek olarak emülsiyon yapıcı maddeler yardımıyla monomer fazı taşıyıcı faz içerisinde emülsiyon şeklinde sabit tutulur.

Emülsiyon polimerizasyonunun diğer yöntemlere göre aşağıda sıralanan avantajları mevcuttur. Bunlar:

- ✓ Diğer proseslerin hemen hepsinde, genellikle polimerizasyon hızıyla polimerizasyon derecesinin (ortalama molekül ağırlığının) azaldığı bilinmektedir. Oysa emülsiyon polimerizasyonunda yüksek polimerizasyon hızı ile diğer yöntemlere göre çok daha yüksek molekül ağırlıklarına çıkılabilmektedir.
- ✓ Polimerizasyon sıcaklığı göreceli olarak düşük (0-80 °C) sıcaklıklarda olup, reaksiyon basamaklarını kontrol etmek kolaydır.
- ✓ Diğer yöntemlere göre ortam yoğunluğu düşük olup, karıştırma, ısı transferi ve ürünün filtrelenmesi kolaylıkla yapılır.
- ✓ Sürekli proses gerçekleştirilebilir.
- ✓ Taşıyıcı faz olarak kullanılan su hem ucuzdur, hem de diğer çözücülere göre çok daha sağlıklıdır.

Bu polimerizasyon işleminin avantajları olduğu gibi dezavantajları da vardır. Diğer yöntemlere göre çok daha fazla katkı maddesi kullanılması dolayısıyla kirlenme oranı yüksektir. Ayrıca, katı partikül tercih edilmesi durumunda prosese ilave olarak ayırma, saflaştırma ve kurutma işlemlerinin yapılması maliyetini artırır(Aygün M., 2004).

Fizikokimyasal Yöntem: Bu yöntemle fiziksel ve kimyasal işlemler birleştirilmektedir. Mikrokapsülasyonun gerçekleştirilmesi için faz ayırma, ısıtma ve soğutma gibi fiziksel yöntemlerle birlikte hidroliz, çapraz bağlanma ve yoğunlaşma gibi kimyasal işlemler birlikte uygulanmaktadır. En yaygın olarak kullanılan fizikokimyasal yöntemler koaservasyon ve sol-jel yöntemidir.

Koaservasyon, basit koaservasyon ve karmaşık koaservasyon yöntemi olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Basit koaservasyon yöntemiyle mikrokapsüllerin hazırlanmasında sadece tek tip kabuk materyali kullanılırken kompleks koaservasyon yönteminde iki çeşit zıt yüklü kabuk maddesi kullanılmaktadır. Genellikle, kompleks koaservasyon yöntemiyle mikrokapsül üretimi daha iyi morfoloji, daha düzgün boyut ve daha iyi kararlılığa sahip olduğu için tercih edilir. Kompleks koaservasyon yöntemi aşağıda gösterilen işlem basamakları ile gerçekleştirilmektedir(Arshad ve ark.,2019);

- ✓ Emülsiyon oluşturmak için FDM sulu polimer çözeltisi içerisinde dağıtılır
- ✓ İkinci bir polimer çözeltisi emülsiyon içerisine eklenir. Böylelikle polimer-polimer kompleks oluşumu başlatılmış ve elektrostatik çekim nedeniyle çekirdek yüzeyindeki kabuk oluşumunu başlatmak için bir tabaka meydana getirilmiş olur.
- ✓ Isıl işlem, çapraz bağlanma veya pH gibi reaksiyon koşulları iyileştirilerek mikrokapsüllerin kararlı hale gelmesi sağlanır.

Sol- jel metodu ile FDM mikrokapsülasyonu diğer proseslerden farklı olarak ucuz ve çok ılımlı koşullarda meydana gelebilen bir prosesdir. Bu yöntemle ilk önce FDM içeren reaktif madde, başlatıcı, çözücü ve emülsifiyer ile taşıyıcı fazda sürekli karıştırılarak hidroliz reaksiyonu ile kolloidal bir çözelti haline getirilir. Daha sonra monomerlerin yoğunlaşma polimerizasyonu ile üç boyutlu ağ

yapısında jel meydana gelir. Son olarak mikrokapsüller kurutma, sinterleme ve kütleme proseslerinden sonra nihai şeklini alır(Arshad ve ark.,2019).

1.5.2.3. FDM Mikrokapsüllerinin Karakterizasyonu

Mikrokapsülasyon prosesi boyunca saf maddeden kapsül oluşumuna kadar olan süreçte fiziksel, kimyasal, termal ve mekanik özelliklerin kontrol edilmesi FDM mikrokapsül özelliklerin belirlenmesinde önemli ölçüde etkilidir.

Fiziksel Karakterizasyon: Kurutularak toz haline getirilmiş mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutu ve boyut dağılımlarının belirlenmesi için genelde iki yöntem kullanılmaktadır. Bunlardan biri parçacık boyut analizi (PSA) diğeri ise görsel istatistiklerdir. Parçacık boyutu analiz ölçümünden önce mikrokapsüller su içerisinde homojenizatör ile karıştırılır ve homojen mikrokapsül dispersiyonu elde edilir. Böylece mikrokapsüllerin kümeleşmesi ile oluşan büyük partiküllerin dağıtılmasına çalışılır. Daha sonra lazer ışın demeti parçacıklı ortamdan geçirilir ve bu ışının kırınımından yararlanılarak parçacık boyut dağılımı saptanır.

Görsel veriler taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve optik mikroskop (OM) gibi yöntemler kullanılarak belirlenebilir. Bu yöntemlerle tanecik boyutu yanında morfoloji hakkında bilgiler edinilebilir.

Termal Karakterizasyon: Mikro yapıdaki numunenin sıcaklığının kontrollü bir şekilde değiştirilirken numunenin herhangi bir özelliğinin (ağırlık, enerji, iletkenlik, manyetik özellikler vb.) sıcaklıkla değişiminin ölçüldüğü yöntemler aracılığıyla termal karakteri hakkında bilgi edinilebilir.

Termal özelliklerin belirlenmesi için kullanılan en yaygın yöntemlerden biri Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) yöntemidir. DSC cihazı ile örnek ısıtılırken, soğutulurken veya sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan veya salınan enerji miktarı ölçülür. Bu teknikte, referans ile numuneden gelen veya uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. Eğer numune ile referans arasında bir sıcaklık farkı saptanırsa sıcaklığı aynı tutmak için örneğe

verilen enerji miktarı değiştirilir. Bu yolla örnekteki faz değişim sırasındaki ısı transferi miktarı hesaplanabilir. Ayrıca DSC sonuçlarına göre mikrokapsülleme verimi hesaplanabilir. Mikrokapsülleme verimi, kabuk kütlelerinin çekirdek kütlelerine oranı olarak tanımlanabilir. Ancak çekirdeğin ve kabuğun kütlelerini ölçmek oldukça zordur. Bu sebeple DSC analizi ile belirlenen gizli ısı değerlerinden (1.1) eşitliği ile verim hesabı yapılabilir.

$$\text{mikrokapsülleme verimi} = \frac{\Delta H_{\text{mikrokapsül}}}{\Delta H_{\text{FDM}}} \times 100 \quad (1.1)$$

Mikrokapsül numunesinin faz değişim sırasındaki davranışının belirlenmesi için ısınma-soğuma eğrilerinin oluşturulması diğer bir termal yöntemdir. Bu yöntemde numune belirlenen bir sıcaklık programına tabi tutularak eritilir veya dondurulur. Erime ve donma sırasında numunenin sıcaklığı zamana bağlı olarak ölçülür ve kaydedilir. Böylece elde edilen ısınma ve soğuma eğrileri oluşturulur ve eğrinin eğiminin değiştiği bölgeler belirlenerek faz değişim aralıkları belirlenir.

Termal karakterizasyon için kullanılan diğer bir yöntem ise termogravimetrik Analiz (TGA) yöntemidir. Termogravimetrik analizde kontrol edilen mikrokapsül numunesinin kütlesi, sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak sıcaklığa karşı kaydedilir. Kütle ve kütle yüzdesinin, zamana, sıcaklığa ve atmosferdeki değişime karşı grafiği, termogram veya termal bozunma eğrisi olarak adlandırılır. Mikrokapsülün yapısı, termogramdaki karakteristik olan bozunma davranışlarından yararlanılarak belirlenebilir.

Kimyasal Karakterizasyon: Çekirdek, kabuk ve/veya diğer katkı maddelerinin kimyasal karakterizasyonu Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) spektroskopisi yöntemi yardımıyla belirlenebilir. Bu yöntemde bir molekül veya bileşik yapısında bulunan bağlar hakkında tanımlayıcı bilgiler edinilebilir. Mikrokapsül numunesinden geçirilen ışımının dalga boyu değiştirilir ve değişik dalga

boylarında numune tarafından soğurulan ışın miktarı ölçülür. Yapıdaki çeşitli bağların titreşim frekansları ölçülerek moleküldeki fonksiyonel gruplar hakkında bilgi alınır.

Kimyasal karakterizasyon için yardımcı olacak bir diğer analiz metodu X-ışını Kırınım (XRD) yöntemidir. Bu yöntem, her bir kristal fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Böylece FDM ve kabuk malzemelerinin kimyasal bileşimlerine ait karakteristik kırınım pikleri tanımlanabilir.

Mekanik Karakterizasyon: Mikrokapsüllerin mekanik özelliklerini belirlemek için genel olarak atomik kuvvet mikroskopisi (AFM) ve mikro / nano sertlik testi kullanılır. AFM atomik boyutlara kadar sivriltilmiş bir iğne ucu yardımıyla, yüzeyin yüksek çözünürlükte, üç boyutlu görüntülenmesini sağlar. Görüntüleme, iğne ucunun yüzey ile etkileşiminin incelenmesi sonucunda gerçekleştirilir.

Mikro / nano sertlik testinde, numune üzerine uygun bir çentik açıcı ile dik olarak belirlenen bir maksimum değere kadar yük uygulanır ve bu yük değerine ulaşıldıktan sonra tekrar dereceli olarak geri yükleme yapılır. Yükleme ve geri yükleme sonucunda elde edilen yük(N) - derinlik (nm) eğrileri analiz edilerek örneğin mekanik özellikleri belirlenir.

1.6. Çalışmanın Amacı

Bu çalışmanın amacı binalarda güneş enerjisinden pasif olarak yararlanarak enerji tasarrufunun artırılması için bina yapı malzemeleri için mikrokapsüllenmiş FDM'lerin geliştirilmesidir. Bu amaca uygun olarak aşağıda sıralanan işlem basamaklarının yürütülmesi hedeflenmektedir:

- Uygun konfor sıcaklığını sağlamak amacıyla bina yapı malzemesi olan beton karışımlarında kullanılacak FDM alternatiflerinin araştırılması

- Belirlenen alternatiflerden uygun FDM'lerin seçilmesi
- FDM'lerin mikrokapsüllemesi için uygun yöntemin ve şartların belirlenmesi
- Sentezlenen mikro kapsüllerin termal karakterizasyonu, kimyasal karakterizasyonu ve mikro yapı karakterizasyonunun gerçekleştirilmesi
- Mikrokapsüllemiş FDM'lerin beton karışımlarına eklenmesi
- Yapı elemanları içerisindeki kapsüllemiş FDM'lerin mikro yapı analizinin incelenmesi



2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Banu ve arkadaşları 1998 yılında, ağırlıkça %20 oranında FDM kullanarak alçı plakalar hazırlamışlardır. Hazırladıkları bu plakaların gizli ısı depolama kapasitesini belirlemek için diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazını kullanmışlardır. DSC test sonuçlarının, FDM'li alçı plakaların geliştirilmesinde yeterli olduğu rapor edilmiştir.

Yaz aylarında soğutma yükünün azaltılması ve aşırı ısınmanın engellenmesi amacıyla yapılan bir çalışmada sıva içerisine erime sıcaklığı 25°C olan mikrokapsüllenmiş FDM eklenmiştir(Schossing 2003). 2002 yılında alınan ölçümlerde referans odasının sıcaklığı 50 saat boyunca 28°C'nin üzerindeyken, FDM'li test odasının sıcaklığının sadece 5 saat boyunca 28 °C'nin üzerinde olduğu gözlemlenmiştir. Böylece aktif soğutma sistemine olan ihtiyaç azaltılmıştır.

2004 yılında Zhang ve arkadaşları iki basamaklı üretim prosesiyle termal enerji depolayan beton malzeme geliştirmişlerdir. İlk basamakta gözenekli agrega içerisine vakum yöntemiyle FDM (Bütül Stearat) emdirilerek termal enerji depolayan agrega(TEDA) oluşturulmuştur. İkinci basamakta ise TEDA kullanılarak normal kimyasal bileşen oranlarında ve karıştırma yönteminde termal enerji depolayan beton üretilmiştir. Deneysel sonuçlar, agrega gözenekli yapısının geometrik özelliklerinin FDM'yi emme kabiliyetleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Buna ek olarak büyük gözenek yapısına sahip agregaların ve sınır bölümündeki taşıyıcı tünellerin daha fazla FDM'yi absorbe edebilmesine olanak sağladığı belirlenmiştir. Faz değişim davranışının betonun içerisindeki FDM hacminden etkilendiği de tespit edilmiştir.

Xu ve arkadaşları, kış aylarında kullanılmak üzere bina zemininde FDM kullanımının termal performans üzerine etkisini araştırmışlar ve bunun için bir simülasyon çalışması gerçekleştirmişlerdir (Xu ve ark., 2005). Çalışmalarının sonucunda, zemin döşeme malzemesinin seçiminin, zemin ile FDM arasındaki

hava boşluğunun ve FDM kalınlığının sistem performansında etkili olduğu belirtilmiş ve FDM kalınlığının 20mm den fazla olması gerektiği eklenmiştir.

Sıva içine FDM eklenerek yapılan diğer bir çalışmada ise elde edilen materyalin mekanik özellikleri incelenmiştir(Zamalloa ve ark.,2006). Bina içindeki termal salınım ve enerji ihtiyacı soğutmada % 3, ısıtmada yaklaşık % 10-15 azaltılmıştır.

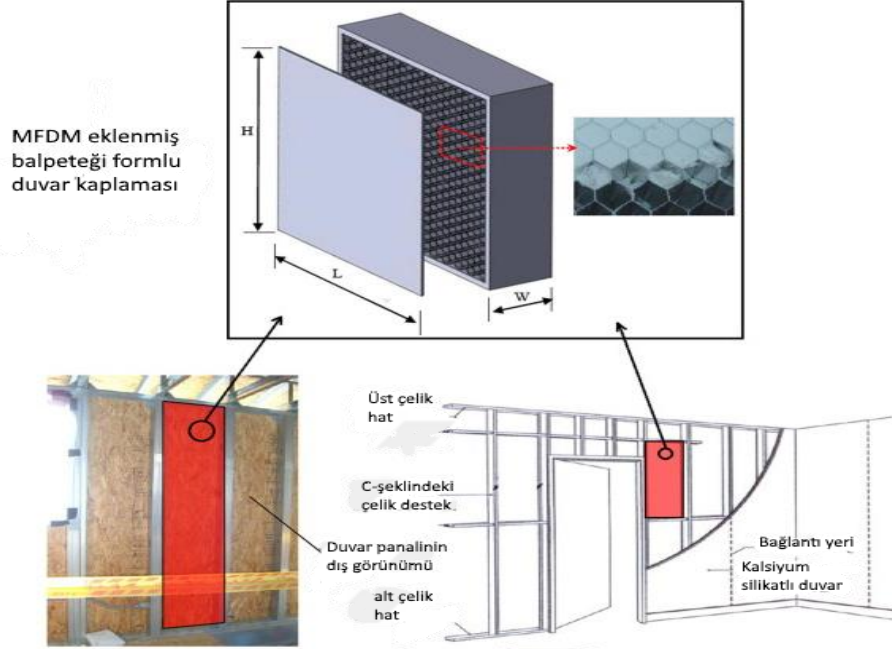
Özonur ve ark. (2006), termal enerji depolama malzemesi olarak parafinin ve yağ asitlerinin mikrokapsüllerini kompleks koaservasyon yöntemi ile hazırlamışlardır. Bu çalışmada, mikrokapsülleme verimini etkileyen parametreler üzerinde durulmuştur. Kapsül boyutunu etkileyici parametrelerin, karıştırma hızı, süresi ve dış duvar materyallerinin sıcaklığı olduğu gözlemlenmiştir. Hazırlanan mikrokapsüllerin erime-donma çevrimi sırasında fiziksel olarak bozulmadığı gözlemlenmiştir(Özonur ve ark., 2006).

Kuznik ve arkadaşları (2008) çalışmalarında duvar veya tavan kısmına monte edilebilen ticari FDM plaka kullanmışlardır. Kullandıkları FDM'li plaka 5mm kalınlığında olup %60 oranında mikrokapsüllemiş FDM içermekte ve 22 °C'de faz değiştirmektedir. Denemeler 24 saatte bir tekrarlanan ve iklim sıcaklık koşullarının 15 °C' den 30°Cye değiştiği iki test odasında gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde, standart duvara göre FDM plaka monte edilmiş duvarın iki kat daha fazla enerji depoladığı belirlenmiştir. Bununla birlikte FDM 'li plaka kullanıldığında sıcaklığın 4,7 °C azaldığı gözlemlenmiştir.

Voelker ve arkadaşları Şekil 2.1 'de gösterilen aynı dış ortam koşullarında 2 farklı odada denemeler gerçekleştirmişlerdir. Odalardan biri boş iken diğerinin iç duvarlarına FDM'li alçı plakalar yerleştirilmiş ve iki oda arasındaki sıcaklık farkları belirlenmiştir. Ölçüm sonuçlarında, enerjinin en yoğun kullanıldığı zaman boyunca 4 °C lik sıcaklık düşüşünün gerçekleştiği rapor edilmiştir. Bununla birlikte iki oda birbirinden farklı tasarlandığı için termal özelliklerinin karşılaştırılmasının güç olduğu belirtilmiştir (Voelker ve ark., 2008)

Sarı ve arkadaşları 2012 yılında yaptıkları çalışmalarında vakum adsorbsiyon yöntemiyle alçı, çimento, diatomit, perlit ve vermikülit içerisine ksilitolpenta palmitat(KPP) ve ksilitolpentastearat(KPS) esterleri emdirerek farklı FDM kompozitleri hazırlamışlardır. FDM karışımlarının karakterizasyonunu belirlemek amacı ile SEM görüntüleri alınmış, FT-IR, DSC ve TG analiz teknikleri kullanılmıştır. Alçı, çimento, diatomit, perlit ve vermikülit içerisindeki KPS ve KPP'nin her ikisinin emdirme oranları sırasıyla 22, 17, 67, 48 ve 42 (k) olarak bulunmuştur. DSC sonuçlarında FDM karışımlarının erime sıcaklıkları ve gizli ısıları 20 °C den 35 °C ye ve gizli ısıları 38 J/g dan 126 J/g a değişiklik göstermiştir. Maksimum adsorbsiyon oranına göre FDM'ler karışımlar içerisine %10-80 (k/k) arasında eklenmiştir. FT- IR ile FDM'lerin esterleşmesi (C=O) gözlenmiştir. FDM'lerin erime durumunda karışımlarda sızıntı görülmemiştir. FDM kompozitlerinde grafit eklenmesi ile termal iletkenlikte artma gözlenmiştir(Sarı ve ark., 2012).

Lai ve Hakoı 2014 yılında bal peteđi şeklinde tasarlanmış duvar kaplaması içerisine mikrokapsüllenmiş FDM ekleyerek bu yapının termal özelliklerini incelemişlerdir(Şekil 2.2). Araştırmaları sonucunda tasarladıkları yapı malzemesinin sıcaklık kontrolünün sağlanmasında iyi bir materyal olduğunu belirtmişlerdir.



Şekil 0.2. Bal peteği şeklinde tasarlanmış duvar kaplaması ve yerleştirme planı(Lai ve Hakoi, 2014)

Johan ve arkadaşları 2015 yılında, binalarda termal enerji depolama malzemesi olarak kullanılmak üzere mikrokapsüllenmiş FDM üretmişlerdir. FDM olarak parafin kullanılırken kabuk malzemesi olarak titanyum dioksit (TiO_2) seçilmiştir. Sentezlenen mikrokapsülün termal özellikleri incelendiğinde parafinle benzer termal özelliklerin gözleendiği ve kapsüllenme yüzdesinin %85.5 olduğu belirtilmiştir(Johan H. Ve ark., 2015).

Figueredo ve arkadaşları 2016 yılında yayınladıkları makalelerinde mikrokapsüllenmiş faz değıştiren maddenin beton karışımına eklenmesiyle betonun mekanik özelliklerinin negatif yönde etkilendiği belirtilmiştir. Ayrıca mikrokapsüllenmiş beton numunesinin mekanik özelliklerinin referans betonla karşılaştırıldığında basınç dayanımında %68 oranında ve çekme dayanımında %51 oranında azalma olduğu da eklenmiştir. Bu mekanik kayıplara rağmen şap beton uygulamaları için FDM eklenmesinin hala kabul edilir düzeyde olduğu

vurgulanmıştır. Beton yoğunluğu ile ilgili görünür özelliklere baktıklarında ise önemli bir değişikliğin olmadığı rapor edilmiştir. Test odasında yapılan termal testlerin sonuçlarına göre FDM eklenmesinin ısı özellikleri nispeten arttırdığı gözlemlenmiştir. Bu bilgilerin ışığında şap betonuna eklenmiş FDM'nin iç ortam pik sıcaklığını ve günlük sıcaklık değişimini azalttığı vurgulanmıştır. Çalışmanın özeti olarak, betona FDM eklenmesinin termal özellikleri iyileştirmeye yardımcı bir potansiyele sahip olduğu ancak mekanik özelliklerin göz ardı edilmemesi gerektiği belirtilerek beton FDM karışım proseslerinin ve üretim tekniklerinin optimize edilmesi gerektiği vurgulanmıştır.

2017 yılında Ramakrishnan ve arkadaşları çimento harcının içerisine yeni bir faz değiştiren madde ekleyerek çimento bazlı termal enerji depolama kompoziti (TEDK) geliştirmişlerdir. Kompozitteki FDM, parafin ve hidrofobik genişletilmiş perlit ile oluşturulurken çimento yapısı içerisinde kararlılık göstermiştir. Kompozit numune ince agrega yerine %20, %40, %60 ve %80 oranlarında karışıma eklenmiştir. Çalışmada mekanik ve termal özellikler incelenmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde yeni geliştirilen kompozitin uygun mekanik özelliklerde yüksek termal performansa sahip olduğu belirlenmiştir. %80 oranında eklenerek oluşturulan yapının (TEDK-80) yoğunluğu 1100 kg/m^3 ve 28 günlük basınç dayanımı 18 MPa olarak ölçülmüştür. Normal çimento harcının termal enerji depolama oranı ve kapasitesiyle TEDK-80 kompoziti karşılaştırıldığında sırayla %56 ve %166 oranında artış görülmüştür(Ramakrishnan ve ark., 2017).

Yun ve arkadaşları (2019) ağaç bir evin zeminine yerleştirmek üzere makro paketlenmiş faz değiştiren madde üretmişler ve bu sistemin iç ortam sıcaklığına ve termal enerji depolamaya katkısını araştırmışlardır. Çalışmalarında, faz değiştiren madde adaylarını parafinik n-oktadekan, n-eikosan ve n-dokasan olarak belirlemişlerdir. Ölçümler sonucunda bina ısıtma yükünün % 8- 43 aralığında azaltıldığı not edilmiştir (Yun ve ark., 2019).

Xie ve arkadaşları 2019 yılında binalarda kullanılmak üzere enerji depolama ve yalıtım malzemesi olarak FDM kompozit metaryal geliştirmişlerdir. Araştırmada

FDM olarak tuz hidrat ötektik karışımı ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) seçilirken çekirdekleştirici ajan olarak %2 oranında Borax kullanılmıştır. FDM kompozitin erime noktası ve gizli ısısı sırayla $25.41 \text{ }^\circ\text{C}$ ve 195.3 J/g olarak rapor edilmiştir. FDM kompozitin faz değişimi esnasındaki sıvı fazın akmasının engellenmesi için FDM vakum adsorbsiyon yöntemiyle genişmiş vermikülit içerisine emdirilmiştir. Emdirilen FDM oranı sızıntı testiyle % 60 olarak belirlenmiştir. Üretilen yeni kompozitin erime noktası ve entalpisi DSC cihazı yardımıyla ölçülerek sırayla $23.98 \text{ }^\circ\text{C}$ ve 110.3 J/g bulunmuştur. Fiziksel özelliklerin gözlenmesi için SEM, FT-IR ve XRD analizleri yapılmış ve sonuç olarak FDM'nin vermikülit içerisindeki çok katmanlı yapıya tamamen emdirildiği belirlenmiştir. TG ve termal çevrim testleri ile kompozitin termal kararlılığının ve güvenilirliğin iyi olduğu görülmüştür. Kompozitin düşük termal iletkenliğe sahip olması nedeniyle izolasyon malzemesi olarak kullanılabilmesi rapor edilmiştir. Bu çalışmalara ek olarak tuz hidrati/genleştirilmiş vermikülit kompozitiyle laboratuvar ölçeğinde FDM'li duvar içeren test odası oluşturulmuş ve termal performansı ölçülmüştür. FDM'li duvar sayesinde iç ortam sıcaklığının uzun bir süre boyunca konfor sıcaklığında kaldığı ve referans odayla karşılaştırıldığında gün içerisindeki en yüksek sıcaklığın $4.8 \text{ }^\circ\text{C}$ düşürüldüğü kaydedilmiştir. Yanıcı olmadığı belirtilen kompozitin aynı zamanda üretim maliyetinin düşük olması sebebiyle büyük ölçekli üretim yapılabileceği öngörülmüştür. Sonuç olarak, bu çalışmada geliştirilen FDM kompozitin, bina uygulamalarında enerji tüketimini azaltmak için iyi bir potansiyeli olduğu saptanmıştır (Xie ve ark., 2019).

Meng ve arkadaşları (2019) termal performansın test edilmesi için 3 test binası inşa etmişlerdir. Her bina eş olup boyutları $2 \times 1.5 \times 2.7 \text{ m}^3$ olarak belirlenmiş ve her binanın kuzey duvarında $121 \times 96 \text{ m}^2$ boyutlarında bir pencere yerleştirilmiştir. Termal ölçümler için temmuz ve ağustos aylarında 8 günlük periyotlar seçilmiştir. Bu iki periyot için meteorolojik veriler değerlendirildiğinde temmuz dönemi boyunca günler güneşli iken 17,21 ve 22 ağustos tarihlerinde bulutlu olduğu rapor edilmiştir. İlk 8 günlük ölçümde (23 temmuz -30 temmuz)

yansıtıcı yüzeyle kaplanmış çatıya sahip test binası, FDM beton çatılı test binası ve referans binanın termal ölçümleri alınarak karşılaştırılmıştır. İkinci 8 günlük periyotta(17Ağustos -24 Ağustos) ise FDM beton çatı üzerine yansıtıcı yüzey film kaplanarak binanın termal performansı referans binasıyla karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Bu çalışmada FDM beton; çimento, kum ve kompozit FDM (4:5:3) karışımından oluşurken kompozit FDM grafit ve parafin den oluşmaktadır. Bina iç ortam hava sıcaklığı ve yüzey sıcaklıklarının kaydedilmesi amacıyla bina ortasına ve her bir duvar yüzeyine termal çiftler yerleştirilmiştir. Ayrıca güneş ışınımı ve dış ortam sıcaklığına ait veriler de ölçülmüştür. Her ölçüm 10 dakikada bir alınarak kaydedilmiştir. Proje de kullanılan 3 test binası ve FDM beton çatı şekil 2.3’de gösterilmiştir.



Şekil 0.3. Proje de kullanılan 3 test binası ve FDM beton çatı (Meng ve ark.,2019)

Sonuçlar değerlendirildiğinde yüksek yansıtıcılığa sahip FDM tavanlı bina için;

- iç hava sıcaklığı dalgalanması bulutlu günde % 8,5, güneşli günde% 17,0 azaltıldığı
- tavan iç yüzey sıcaklığının 2,2 ° C azaltıldığı
- iç yüzey ısı akısının % 66,8 oranında azaltıldığı

belirlenmiştir. Fakat yukarıda belirtilen pozitif veriler elde edilirken yüksek yansıtıcılığa sahip FDM beton çatılı binanın iç yüzey ısı akışına ait ölçümler negatif yöndedir. Buna ek olarak yüksek yansıtıcılı film güneş ışınımlarından gelen ısı kazancı önemli ölçüde düşürebilmektedir ve yansıtıcı yüzeyden geçen ısının büyük bir kısmı FDM tabakası tarafından emilmektedir(Meng ve ark.,2019).

Bao ve arkadaşları (2019) araştırmalarında, yapı elemanlarına FDM kompozitlerini entegre ederek inşaat yapı elemanlarının termal enerji depolama özelliklerini arttırmayı amaçlamışlardır. Yapı elemanı olarak çimento kullanılırken FDM kompozit olarak mikrokapsüllenmiş FDM, nano silika ve karbon elyaf kullanmışlardır. Yeni oluşturdukları FDM kompozitli çimento karışımının mekanik özelliklerini, mikro yapısını, termal iletkenliğini ve termal enerji depolama kapasitesini ölçmüşler ve aşağıda belirtilen sonuçları bulmuşlardır.

- Mekanik dayanımın ölçülmesi için $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ 'lük prizma örnek oluşturulmuş ve 3, 7 ve 28 günlük basınç dayanımları ölçülmüştür. Mikrokapsüllenmiş FDMli çimento karışımının basınç dayanımı, normal çimento pastasına göre düşük bulunmuştur. Ancak karışıma nano silika ve karbon elyaf eklendikçe 3 günlük basınç dayanımının %58 oranında arttığı gözlemlenmiştir.
- Termal iletkenliğin ölçülmesi için 30mm (çap) \times 20 mm (yükseklik) ebatlarında silindir örnekler kullanılmıştır. Sonuçlar değerlendirildiğinde Mikrokapsüllenmiş FDMli çimento karışımına nano silika eklendiğinde termal iletkenliğin düştüğü gözlenirken karbon elyafın eklenmesiyle termal iletkenliğin 0.669 dan 0.788 W/mK çıkarak % 17.8 oranında yükseldiği görülmüştür.
- Test odası için 20 (kalınlık) \times 200 (en) \times 200 (boy) mm^3 ebatlarında paneller oluşturulmuştur. Paneller kızılötesi termal görüntü analizi ile değerlendirilmiş ve Mikrokapsüllenmiş FDMli çimento karışımına

karbon elyaf eklendiğinde ısı değişim verimliliğini pozitif yönde etkilendiği görülmüştür.

Bu araştırmanın sonuçları değerlendirildiğinde mikrokapsülenmiş FDM'li beton karışımına eklenen karbon elyaf ve/veya nano silika kombinasyonlarının beraber tepkimeye girerek karışımın tek başına sahip olduğundan belirgin bir biçimde daha güçlü ya da bütünüyle farklı bir etki gösterme eğiliminde olduğu rapor edilmiştir (Bao ve ark.,2019).



3. METARYAL VE METOD

3.1. Beton Karışımlarında Kullanılacak Faz Deęiřtiren Madde Seęimi

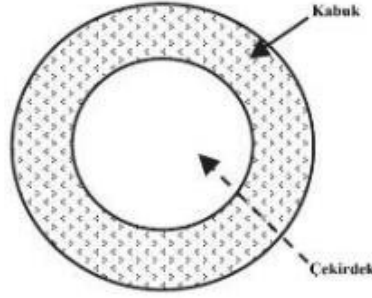
Faz deęiřtiren maddeler (FDM) erirken sabit sıcaklıkta ısı alırlar donarken ısıyı geri verirler. Bu fiziksel faz deęiřiminden yararlanarak bina uygulamalarında sıcaklık kontrolü yapılabilir. Bu ařamada bina yapı malzemelerinde kullanılmak üzere bina konfor sıcaklığına uygun FDM'lerin arařtırılması, kullanılacak FDM'lerin seęimi ve termal özelliklerinin belirlenmesi hedeflenmiřtir. Bu amaçla 20-30 °C arasındaki erime sıcaklığına sahip FDM'lerle ilgili literatürde yer alan çalıřmalar arařtırılmıřtır. FDM seęimi yapılırken maddenin ařaęıdaki özellikleri dikkate alınmıřtır.

- ✓ erime noktası/aralıęı,
- ✓ erime entalpisi,
- ✓ toksik ve korosif etki,
- ✓ kimyasal ve termal kararlılık,
- ✓ maliyet

3.2. Faz Deęiřtiren Maddelerin Mikrokapsülleme

Son yıllarda organik kimyasallara mikrokapsülleme iřlemi uygulanarak, kullanımı daha kolay ve verimli FDM'ler üretilmektedir (Özonur ve ark.,2006). Mikrokapsülleme iřleminde küçük sıvı veya katı partiküller 1-1000µm çaplı katı bir dıř kabuk ięerisinde hapsedilir. Kapsüller küresel veya düzensiz řekillerde olabilir. Mikrokapsüller kabuk ve çekirdek olmak üzere iki kısımda incelenebilir. Çekirdek (iç kısım) aktif bileřeni ięerirken kabuk ise çekirdeęi kalıcı veya geçici olarak dıř ortamdan korumaktadır (řekil 3.1). Mikrokapsülleme ile ařaęıdaki avantajlar saęlamaktadır(Gosh, 2006);

- Kararlı olmayan ya da bulunduğu ortama karşı duyarlı olan maddelerin korunması
- Daha iyi işlenebilirlik (çözünürlük, dispersiyon, akışkanlık)
- Oksidasyon, dehidratasyon gibi yıkımda rol alan tepkimeleri önleyerek maddenin ömrünün uzatılması
- Kontrollü, sürdürülebilir ya da zamanlanmış salınım olanağı
- Toksik materyallerin güvenli ve uygun kullanımı
- Tat ve kokunun maskelenmesi
- Enzim ve mikroorganizma immobilizasyonu
- Kontrollü ve hedeflenmiş ilaç iletimi
- Sıvıların katı materyal içerisine hapsedilmesi ile taşımada kolaylık.



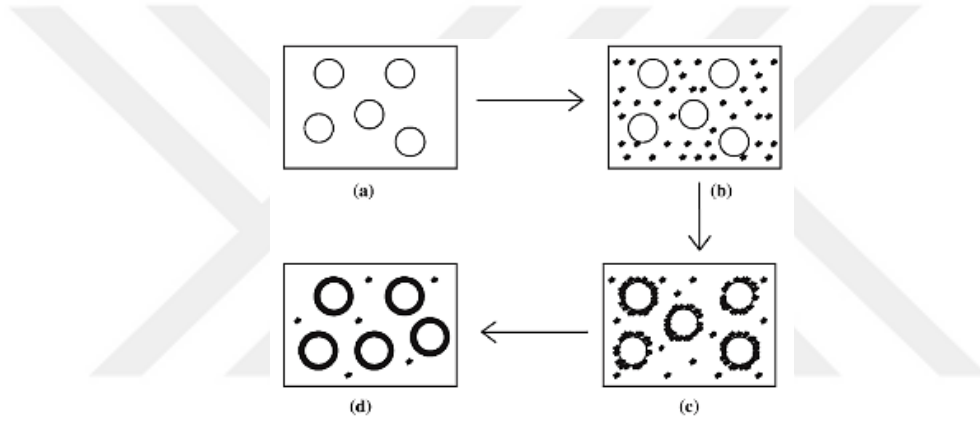
Şekil 3.1. Bir mikro kapsülün şematik gösterimi (Gosh,2006)

Mikrokapsüller giriş bölümünde detaylı olarak anlatıldığı gibi fiziksel veya kimyasal yöntemlerle hazırlanabilir. Bu çalışmada, FDM aday olarak belirlenen yağ asitlerinin kapsüllemesinde bu tekniklerden koaservasyon ve emülsiyon polimerizasyonu olmak üzere iki farklı polimerizasyon tekniği kullanılmıştır.

Koaservasyon Yöntemi

Koaservasyon yöntemi, polimer özellik gösteren bir çözeltiden, kaplama materyaline ait sıvı fazın ayrılması ve bu fazın asılı çekirdek partikülleri etrafında

üniform bir tabaka halinde tutulmasını içermektedir(Desai ve Park, 2005). Yöntemde çekirdek ve kaplama materyalinin yüzey enerjileri, sıcaklık, pH ve bileşimleri gibi bazı sistem özellikleri değiştirilerek, kümeleşmeleri sağlanmaktadır. İşlem tamamlandıktan sonra mikrokapsüller filtrasyon ve santrifügasyon gibi ayırma tekniklerinden biri kullanılarak ortamdan ayrılmakta ve daha sonra da partiküller standart bir teknik kullanılarak kurutulmaktadır (Şekil 3.2) (Kınık ve ark., 2003). Çizelge 3.1’de önceki çalışmalarda kapsüllenen FDM’ler, boyutları ve kapsül materyalleri gösterilmektedir.



Şekil 3.2. Koaservasyon prosesinin şematik gösterimi (a) Çekirdek maddesinin polimer çözeltisi içerisinde dağılımı (b) Koaservatın çözeltiden ayrılması (c) Çekirdek maddesinin koaservatın mikro damlacıklarıyla kaplanması (d) Çekirdek partikülleri etrafında kalıcı kabuk oluşması (Ghosh, 2006).

Çizelge 3.1. Önceki çalışmalarda kapsüllenen FDM'ler, boyutları ve kapsül materyalleri

Kapsül Materyali	Boyutu (µm)	Kapsüllenen FDM	Referans
Melamin reçine	2,2	n-Oktadekan	Inaba H., 2003
PVAc	23,11	Tetradekan	Yang ve ark., 2003
PMMA	16,73	Tetradekan	Yang ve ark., 2003
PEMA	18,36	Tetradekan	Yang ve ark., 2003
PMMA	2-10	Hekzadekan	Gschwander ve ark.,2004
PMMA	100	Dokasan	Alkan ve ark., 2009
Amino formaldehit	100/250	n-Eikosan	Goel ve ark., 1994
Silika	6	Oktadekan	Miao ve ark., 2007
TDI-DETA* Sikloheksan(poliüre)	1	Oktadekan	JeongSook ve ark., 2002
TDI-ETA	20-35	Bütül Stearat	Liang ve ark., 2009
Amino Plastikler	8	1-Bromo Hekzadekan	Zeng ve ark., 2009
* Toluen-2,4 dioksiyanat/dietilentriamin			

Beton içerisinde daha dayanıklı ve depolama kapasitesi yüksek mikrokapsüller geliştirmek amacıyla belirlenen aday FDM'ler ile farklı kabuk maddeleri ve değişkenler belirlenerek mikrokapsülleme deneylerine başlanmıştır. Farklı denemeler ile kabuk materyali, emülsifiyer, yağ asidi miktarı, pH ve karıştırıcı tipi gibi değişkenlerin etkileri incelenmiştir. Mikrokapsülleme deneylerinde aşağıdaki kimyasallar kullanılmıştır.

1. FDM adayı
2. Emülsifiyerler
 - Tween-40 (Sigma-Aldrich)
 - Tween-80 (Merc)
 - Triton X-100 (Merc)
3. Mikrokapsül kabuk maddesi

- Üre (teknik) – FormAldehit (% 37 Riedel- de Haen)
 - Üre (teknik) - Melamin (Sigma-Aldrich) -FA
 - Melamin (Sigma-Aldrich) - FA
4. pH ayarlaması için
 - % 10 (v/v) Asetik Asit (Riedel- de Haen)
 5. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (teknik)

Deneyler magnetik karıştırıcı, dibi düz iki boyunlu balon, geri soğutucu ve termometreden oluşan Şekil 3.3' deki düzenekte gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemde kullanılan işlem basamakları şunlardır:

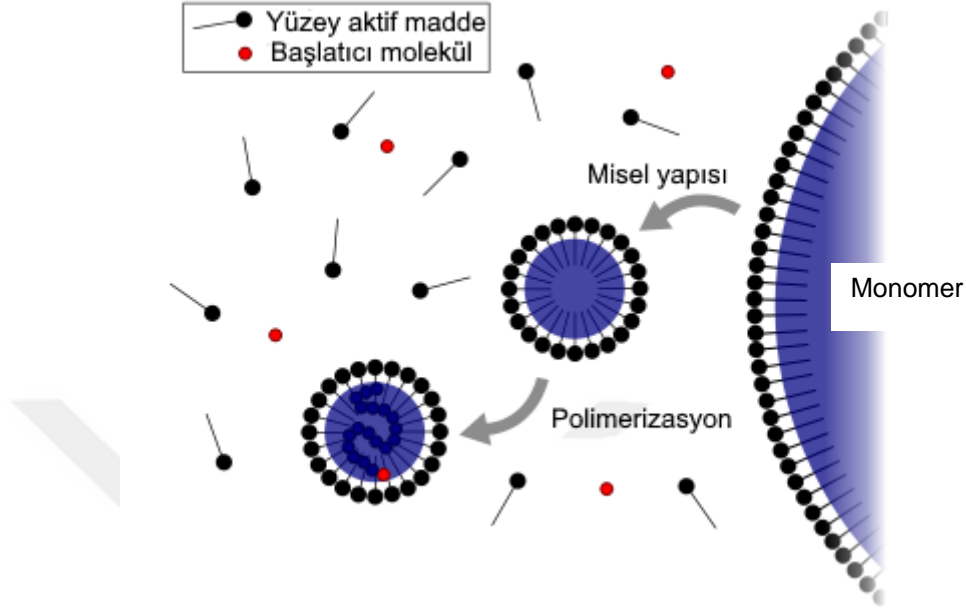
1. 40 mL saf su içerisine 0,68g emülgatör eklendi.
2. Üzerine 0,17 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ eklendi ve magnetik karıştırıcıda 10 dakika karıştırıldı.
3. Karışıma 1,67 g Üre (veya melamin) eklenerek 40-50°C'de (melamin için 70-80 °C) çözüldü.
4. FDM damla damla eklenerek karıştırma hızı arttırıldı, 10-15 dakika karıştırıldı.
5. pH kontrolü yapıp, pH 3,5-5 aralığının dışında olması durumunda %10'luk HAc ile pH ayarlaması yapıldı. 10 dakika boyunca yüksek devirde karıştırıldı.
6. 3,5 mL formaldehit eklendi ve sıcaklık 65-70 °C 'ye (melamin için 80-85°C'ye) arttırıldı.
7. Yaklaşık 5 saat karıştırılıp, süzme düzeneği ile süzüldü.
8. Etüvde 30°C'de kurutuldu.
9. Sentezlenen örneklerin DSC ve FTIR analizleri yapıldı.
10. Uygun örnekler SEM analizine gönderildi.



Şekil 3.3. Mikrokapsülleme deney düzeneği

Emülsiyon polimerizasyonu

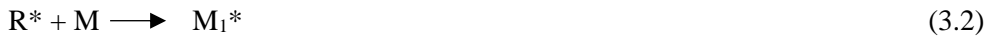
Emülsiyon polimerizasyonunun en önemli özelliği baştan sona heterojen olmasıdır. Monomer(ler), su ve emülgatör(ler) karıştırıldığında moleküller, monomerle şişmiş hidrofobik kabuğu olan misellere ayrılır. Başlatıcı eklendiğinde sulu fazda radikaller oluşur ve bu radikaller sulu fazda çözünmüş monomer moleküllerine (toplam monomerin küçük bir kısmı) eklenerek oligoradikallere dönüşür. Bu noktada bir veya daha fazla mekanizma parçacık nükleasyonu polimer parçacıklarını oluşturmak üzere başlar. Bu arada monomer damlalarından monomer difüzyonu ile polimer parçacıkları şişer ve parçacığın gelişmesinde ilerleme reaksiyonlarının meydana geldiği ana yer olur. Reaksiyon başlamamış misellerdeki emülgatörler dağılır ve gelişmiş parçacıkların yüzeylerine adsorbe olarak parçacıkların koloidal kararlılığını sağlarlar. Bütün monomerler polimere dönüştüğünde polimerizasyon tamamlanır (Can, 2003). Şekil 3.4’de emülsiyon polimerizasyonunun şematik diyagramı gösterilmektedir.



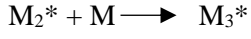
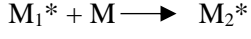
Şekil 3.4. Emülsiyon polimerizasyonunun şematik diyagramı (Blackley, 1975)

Emülsiyon polimerizasyonu zincir polimerleşmesinin radikaller üzerinden yürüyen bir türü olup seçiciliği yoktur. Serbest radikal polimerizasyonu başlama, büyüme ve sonlanma basamakları olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır. İlk olarak monomer molekülleri emülsiyon ortam başlatıcıları yardımıyla serbest radikallere dönüştürülür ve radikal monomere katılır (Eşitlik 3.1 - 3.2).

Başlama

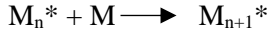


Büyüme basamağında polimerizasyon ilerler, polimer zinciri büyür ve molekül ağırlığı artar. Hızlı gerçekleşir (Eşitlik 3. 3)

Büyüme

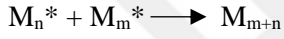
.

.



(3.3)

Büyümekte olan polimer zincirlerinin çoğalması bir noktada durur. Burada aktif uçlar pasifleşerek yapıyı kararlı hale getirirler ve polimerleşme tamamlanır(Eşitlik 3.4).

Sonlanma

(3.4)

Emülsiyon polimerizasyonu ile mikrokapsül üretimi sırasında kullanılan kimyasallar ve miktarları Çizelge 3.2' de gösterilmektedir. Kabuk dayanımını artırmak amacıyla polimerizasyonda monomerle beraber farklı reaktif gruplarından komonomerler de araştırılmıştır.

Çizelge 3.2. Emülsiyon polimerizasyonunda kullanılan kimyasallar

	Kimyasal	Miktar	Tedarikçi firma
Yağ asidi	%75 kaprik asit - %25 miristik asit karışımı	50g (1:1 yağ asidi/monomer oranı)	Kaprik asit: SAFC Miristik asit: Merck
		25g (1:2yağ asidi/monomer oranı)	
		1,25g (1:40 yağasidi/monomer oranı)	
Monomer	metil metakrilat(MMA)	50g	Merck
Komonomer	metakrilik asit (MA)	0,5g (%1) 2,5g (%5) 0,5g (%10)	Metakrilik asit: Merck
	glisidil metakrilat (GM)		Diğer komonomer ler: Sigma Aldrich
	2-hidroksi etil metakrilat(2-HEMA)		
	2-hidroksi etil akrilat (2-H-MA)		
Çapraz Bağlayıcı	Etilen glikol dimetakrilet (EGDM)	10g	Merck
Emülsifiyer	TritonX100	5g	Merck
Emülsiyon ortam başlatıcıları	Demir sülfat çözeltisi	4ml (1:1 yağ asidi/monomer oranı) 3ml (1:2yağ asidi/monomer oranı)	Merck
	Amonyum persülfat	0,5 g	
	Sodyum tiyosülfat	0,25g	
	% 70'lik tersiyerbütül hidroperoksit	1g	

Mikrokapsül üretimi ise Şekil 3.5’de gösterilen aşamalarla gerçekleştirilmiştir [Alkan ve ark., 2009, Alay ve ark., 2010].

1.Aşama - Yağ emülsiyonu hazırlanması: Aşağıdaki bileşenler 200 ml deiyonize su içerisinde 50 °C sıcaklıkta 3000 dev/dk (rpm) yarım saat karıştırılarak yağ emülsiyonu hazırlanmıştır.

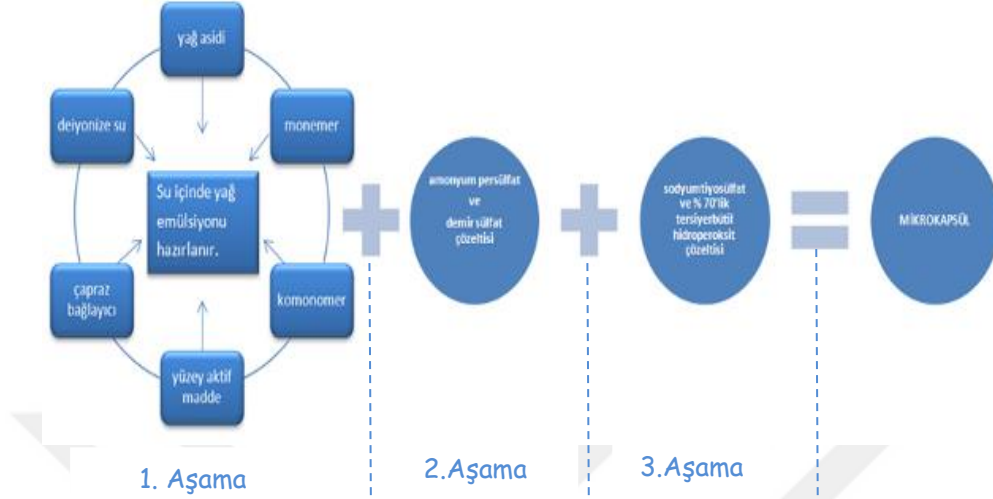
- ✓ Yağ asidi
- ✓ Monomer
- ✓ Komonomerler
- ✓ Çapraz bağlayıcı
- ✓ Emülsifiyer

2.Aşama - Başlatıcı eklenmesi: Emülsiyon ortamına başlatıcı olarak eklenenler aşağıda verilmiştir.

- ✓ Demir sülfat çözeltisi (0,15 gram demir sülfat 100 mL deiyonize su içerisinde çözülerek hazırlanmıştır.)
- ✓ Amonyum persülfat

3.Aşama - Mikrokapsül oluşumu, süzme ve kurutma: Bu aşamada aşağıdaki bileşenler ilave edilip, 80 °C’de 500 dev/dak(rpm) hızda karıştırmaya devam edilmiştir. Beş saat karıştırma sonunda sulu ortamdan alınan mikrokapsüller etüvde 50 °C sıcaklıkta kurutulmuştur.

- ✓ 0,25 g sodyumtiyosülfat
- ✓ 1g % 70’lik tersiyerbütül hidroperoksit çözeltisi



Şekil 3.5. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemiyle mikrokapsül üretim aşamaları

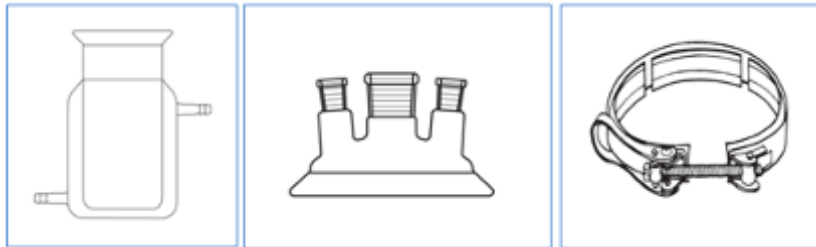
Yukarıda anlatılan yöntemle gösterilen 40 ayrı deneme yapılmıştır. Deneylerde farklı komonomer, komonomer yüzdesi ve yağ asidi/monomer oranı kullanılarak kapsül verimi üzerindeki etkileri gözlemlenmiştir. Deneylerde iki farklı düzenek kullanılmıştır. Deney düzeneği 1'de iç içe geçmiş iki beherle yağ banyosu oluşturulmuştur. Isıtma elektrikli ısıtıcı yardımıyla sağlanmış ve beherler alüminyum folyo ile kapatılmıştır. İlk 12 denemede kullanılan deney düzeneği (Şekil 3.6) ile yapılmıştır. Daha sonraki denemeler üç boyunlu cam reaktör ile hazırlanan yeni düzenek ile (Şekil 3.7) gerçekleştirilmiştir. Deney düzeneği 2'de ceketli cam reaktör, üç boyunlu kapak, kelepçe ve silindirik reaksiyon kabından oluşmaktadır (Şekil 3.8). Isıtma işlemi programlanabilir ısıtmalı ve soğutmalı su banyosundan sürekli sirkülasyon ile yapılmıştır. Her iki sistemde de karıştırma işlemi 3000 dev/dk karıştırma hızına çıkabilen mekanik karıştırıcıyla gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.6. Deney düzeneği 1



Şekil 3.7. Deney düzeneği 2



Şekil 3.8. Cam reaktör elemanları

3.3. FDM Adaylarının Karakterizasyonları

3.3.1. Termofiziksel Özelliklerin Belirlenmesi

Beton karışımlarında kullanılacak FDM'lerin gizli ısılarını ve faz değiştirme aralıklarını belirlemek amacı ile Çukurova Üniversitesi Kimya Bölümünde bulunan Perkin Elmer Diamond DSC kullanılmaktadır(Şekil 3.9). DSC analizlerinin tamamının Çukurova Üniversitesi'nde yapılması planlanmıştır. Ancak cihazın fırınında meydana gelen arızadan dolayı deneyler tamamlanamamıştır. Geriye kalan DSC analizleri proje ortağı Niğde Üniversitesi'nde yapılmıştır. Çukurova Üniversitesi'nde yapılan analizler 1°C/dk ısıtma-soğutma hızında, 10 ile 40°C sıcaklık aralığındadır ve ısınma eğrisi üst bölgede gösterilmektedir. Niğde Üniversitesi'nde yapılan analizler ise 10°C/dk ısıtma-soğutma hızında, -30 ile 60°C sıcaklık aralığında yapılmıştır ve ısınma eğrisi alt bölgede görülmektedir.



Şekil 3.1. Perkin Elmer Diamond DSC cihazı

DSC eğrilerinden elde edilen erime gizli ısıları (ΔH) değerlerinden yararlanılarak Eşitlik 3.5' e göre herbir mikrokapsül için Etkin Madde Yükleme Kapasitesi değerleri hesaplanmıştır.

$$\text{Etkin Madde Yükleme Kapasitesi} = \frac{\text{Mikrokapküllenmiş FDM } \Delta H}{\text{Kapsüllenmemiş FDM } \Delta H} \times 100 \quad (3.5)$$

FDM adaylarının faz deęiřtirme aralıklarının ve faz deęiřim davranıřlarının incelenmesi amacı ile ısınma soęuma eęrileri, FDM'nin beklenen faz deęiřim aralıęını da iine alan bir sıcaklık aralıęında zamana baęlı olarak sıcaklık deęiřimi llerek belirlenmiřtir. Bu sıcaklık aralıęında Binder marka inkbator (řekil 3.10) ve su banyosu (řekil 3.11) kullanılmıřtır. Agilent 34970A marka datalogger ve 34901A 20 kanallı multiplekser ile 10 saniyede bir lm alınarak, sıcaklık verileri zel veri tabanında kaydedilmektedir (řekil 3.12).

Sıcaklık lm iin N/N-24-T tipi ift duyarlıklılı ısıll iftler ile kullanılmaktadır. Isıll iftlerin alıřma sıcaklık aralıęı $-100 - 370^{\circ}\text{C}$ arasında olup, $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ hassasiyette lm yapabilmektedir(řekil 3.13).



řekil 3.2. Binder marka inkbator



řekil 3.3. Isıtlmalılı soęutmalılı su banyosu



Şekil 3.4. Agilent Model No: 34970A veri kayıt cihazı (Data-Logger)



Şekil 3.5 N/N-24-T tipi ısı çiftleri

3.3.2. Termal Kararlılık Deneyleri

FDM adaylarının kullanım ömrü ve termal kararlılığının belirlenmesi amacıyla termal çevrimler (erime ve donma) 1000 kez tekrarlanmıştır. Başlangıç ve her 200 çevrim sonunda (0, 200, 400, 600, 800, 1000) termal özelliklerdeki olası değişimleri incelemek için yukarıda marka ve modeli verilen DSC ile analizi yapılmıştır.

FDM adaylarının termal çevrimler sonrasında kimyasal yapılarında değişim olup olmadığını belirlemek için Çukurova Üniversitesi Kimya Bölümünde bulunan Thermo Scientific marka Fourier Transform Infra Red Spektrofotometresi ile $365-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığında alınan FTIR spektrumları incelenmiştir.

3.3.3. Mikroyapı Analizi

Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin tane boyutlarının beton içerisindeki çimento, agrega gibi malzemelerle uyum göstermesi gerekmektedir. Bu amaçla kullanılan mikrokapsüllenmiş FDM'lerin mikro yapı analizleri Çukurova Üniversitesi Kimya Bölümünde bulunan COXEM marka CX220 Taramalı Elektron

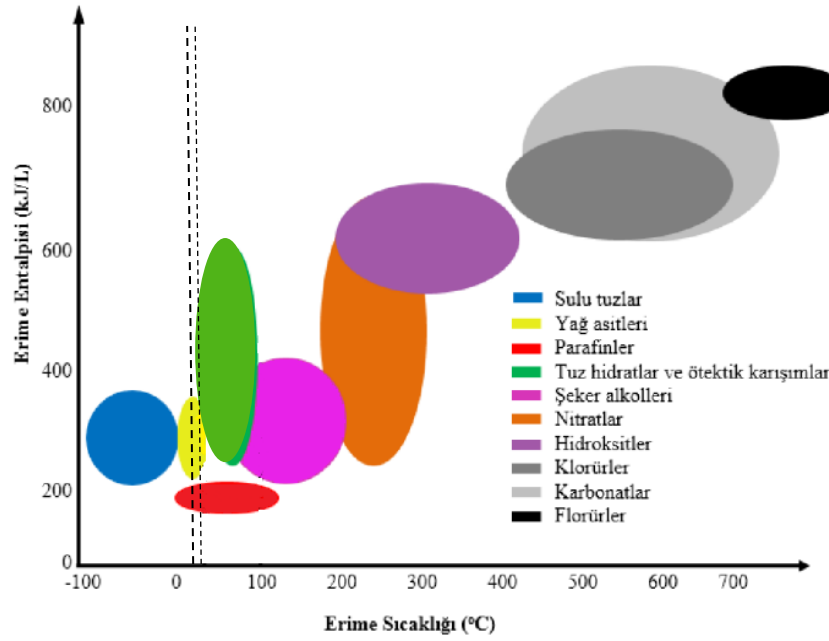
Mikroskobu (SEM), Mersin Üniversitesinde bulunan Zeiss Supra 55 marka SEM ve Erciyes Üniversitesi'nde bulunan Carlz Zeis Evo 440 SEM cihazları ile yapılmıştır. SEM analizleri alınırken, analiz öncesinde numunelere platin kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Platin kaplama işlemi yüzeydeki iletkenliği artırarak iyi görüntü elde edilebilmesi için uygulanmaktadır.



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. FDM Adaylarının Belirlenmesi

Kullanılacak FDM 'de termal enerji depolama sistemi ile bina konfor sıcaklığının sağlanabilmesi hedeflenmiştir. Bu nedenle faz değiştiren madde seçiminde, erime/donma sıcaklığının konfor sıcaklığını içine alacak şekilde 20 – 30 °C arasında olmasına karar verilmiştir. Şekil 4.1'de FDM olarak kullanılabilir malzemeler erime aralıkları, gizli ısı değerlerine karşılık gösterilmektedir. Burada kesikli çizgiler arasındaki bölge bina uygulamalarında kullanılabilir maddeleri göstermektedir.



Şekil 0.1. Faz değiştiren maddelerin erime sıcaklığı ve entalpilerine göre sınıflandırılması (Bayrak, 2017)

Şekil 4.1’ de gösterilen yaklaşık 20 – 30 °C arasındaki bölgedeki FDM’ler parafin, yağ asitleri ve tuz hidratları ile onların karışımlarından meydana gelmektedir. Faz değiştiren maddeler bina içerisinde beton, sıva, sandviç panel, alçı gibi çeşitli uygulamalarda kullanılmıştır. Literatür araştırması sonucu belirlenen bina uygulamalarında kullanılan FDM’ler Çizelge 4.1’de verilmiştir.

Çizelge 0.1. Literatürde bulunan bina uygulamalarında kullanılan FDM’ler

FDM	T _e (°C)	ΔH _e (J/g)	Referans
%52 bütil stearat + %48 bütil palmitat	18-22	140	Feldman ve ark.,1996
n-Heptadekan	19	240	Zalba ve ark., 2003
%61.5 kaprik asit + %38.5 laurik asit	19,1	132	Kenisarin ve Mahkamov, 2007
Bütil stearat	19	140	1.Mehling ve Cabeza, 2008 2. Zalba ve ark., 2003 3. Tyagi ve Buddhi, 2007
Ksilitol pentapalmitat	20	38	Sarı ve Biçer, 2012
FeBr ₃ ·6H ₂ O	21	105	Sharma ve ark., 2009
C ₁₂ H ₂₂ O ₄ (Dimethylsabacate)	21	120-135	1.Mehling ve Cabeza,2008 2.Zalba ve ark.,2003 3.Tyagi ve Buddhi, 2007
%45 kaprik asit+ %55 laurik asit	21	143	Hawes ve ark., 1993
Oktodesil 3-merkaptopropilat	21	143	Mehling ve Cabeza, 2008
%26.5 miristik asit + %73.5 kaprik asit	21,4	152	Kenisarin ve Mahkamov, 2007
Eritritol pentapalmitat	21,6	35,9	Karaipekli ve Sarı, 2011
Parafin C17	21.7	213	Sharma ve ark., 2009
Poliglikol E600	22	127,2	1.Dincer ve Rosen, 2002 2.Mehling ve Cabeza, 2008 3. Zalba ve ark., 2003 4. Tyagi ve Buddhi, 2007
Oktadekan	22	244	Koschenz veLehmann, 2004
%75.2 kaprik asit + %24.8 palmitik asit	22,1	153	Kenisarin ve Mahkamov, 2007
%65–90 metil palmitat + %35–10 Metil stearat	22-25,5	120	Kenisarin ve Mahkamov, 2007

Parafin C13–C24	22–24	189	1.Mehling ve Cabeza, 2008 2.Zalba ve ark., 2003 3. Tyagi ve Buddhi, 2007
Micronal DS 5008X	23	110	Entrop ve ark., 2011
Etilpalmitat	23	122	Kenisarin ve Mahkamov, 2007
%34 C ₁₄ H ₂₈ O ₂ + %66 C ₁₀ H ₂₀ O ₂	24	147,7	Sharma ve ark., 2009
%55–65 LiNO ₃ ·3H ₂ O+ %35–45 Ni(NO ₃) ₂	24,2	230	Mehling ve Cabeza, 2008
%50 CaCl ₂ + %50 MgCl ₂ +6H ₂ O	25	95	Sharma ve ark., 2009
%66.6 CaCl ₂ ·6H ₂ O+ %33.3 MgCl ₂ ·6H ₂ O	25	127	1. Mehling ve Cabeza, 2008 2. Zalba ve ark., 2003 3.Tyagi ve Buddhi, 2007
%45 Ca(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O+ %55 Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	25	130	Mehling ve Cabeza, 2008
Oktadekan + dokozan	25,5-27	203.8	Kenisarin ve Mahkamov, 2007
Mn(NO ₃)·6H ₂ O	25,5	125,9	1.Mehling ve Cabeza, 2008 2.Tyagi ve Buddhi, 2007 3. Sharma ve ark., 2009
Oktadekan + heneikoza	25,8-26	173,9	Kenisarin ve Mahkamov, 2007
Oktodesil tiyoglikolat	26	90	Mehling ve Cabeza, 2008
Micronal 5001	26	110	Oliver, 2012
34% miristik asit + 66% kaprik asit	26	147,7	1. Mehling ve Cabeza, 2008 2.Tyagi ve Buddhi, 2007
Laktik asit	26	184	Sharma ve ark., 2009
1-Dodekanol	26	200	1. Mehling ve Cabeza, 2008 2. Tyagi ve Buddhi, 2007
%86.6 kaprik asit + %13.4 stearik asit	26,8	160	1. Zalba ve ark., 2003 2. Tyagi ve Buddhi, 2007
Vinilstearat	27	122	Sharma ve ark., 2009
50% CH ₃ CONH ₂ + 50% NH ₂ CONH ₂	27	163	Kenisarin ve Mahkamov, 2007
Parafin C18	28	244	1. Mehling ve Cabeza, 2008 2. Zalba ve ark., 2003 3. Tyagi ve Buddhi, 2007
n-Octadekan	28	245	Zalba ve ark., 2003
%48 CaCl ₂ + %4.3 NaCl + %0.4 KCl + %47.3	26,8	188	1. Mehling ve Cabeza, 2008 2. Zalba ve ark., 2003

H ₂ O			3.Tyagi ve Buddhi, 2007
%4.3 NaCl + %0.4 KCl + %48 CaCl ₂ + %47.3 H ₂ O	27	188	Mehling ve Cabeza, 2008

Çizelge 4.1’de özetlenen önceki çalışmalar incelenerek ve FDM seçiminde önceki bölümlerde belirtilen diğer kriterler dikkate alınarak aşağıda verilen yağ asidi karışımları belirlenmiştir.

- %80 Kaprik asit-%20 Palmitik asit
- %75 Kaprik asit-%25 Palmitik asit
- %70 Kaprik asit-%30 Palmitik asit
- %80 Kaprik asit-%20 Laurik asit
- %75 Kaprik asit-%25 Laurik asit
- %70 Kaprik asit-%30 Laurik asit
- %60 Kaprik asit-%40 Laurik asit
- %80 Kaprik asit-%20 Miristik asit
- %75 Kaprik asit-%25 Miristik asit
- %70 Kaprik asit-%30 Miristik asit

Bu karışımların erime sıcaklığı (T_e), erime gizli ısılarını (ΔH_e) belirlemek için DSC analizleri ve ısınma-soğuma eğrileri, TÜBİTAK Proje No 115M557 ekibimizde yer alan Cellat tarafından yapılarak Çizelge 4.2 ve 4.3’de özetlenmiştir (Cellat, 2017).

Çizelge 0.2. DSC analizlerinden elde edilen erime entalpileri ve erime noktaları (Cellat, 2017)

FDM	ΔH_e (J/g)	T_e (°C)
KA	148,9	34,6
LA	169,4	46,9
MA	175,1	56,5
PA	204,1	65,7
KA-PA(80:20 k/k)	107,0	27,8
KA-PA(75:25 k/k)	90,0	29,1
KA-PA(70:30 k/k)	141,2	29,0
KA-LA(80:20 k/k)	124,5	25,1
KA-LA(75:25 k/k)	136,2	23,0
KA-LA(70:30 k/k)	131,6	23,5
KA-LA(60:40 k/k)	127,0	25,1
KA-MA(80:20 k/k)	117,5	26,4
KA-MA(75:25 k/k)	155,7	26,5
KA-MA(70:30 k/k)	188,4	26,1

Çizelge 0.3. İnkübatör ve su banyosu içindeki ısınma soğuma eğrilerinden elde edilen erime sıcaklığı aralıkları (T_e) (Cellat, 2017)

FDM	T_e (°C) (inkübatör)	T_e (°C) (su banyosu)
KA	30-33	29-32
LA	43-48	41-43
MA	52-56	52-57
PA	62-65	60-62
KA-PA(80:20 k/k)	24-29	23-32
KA-PA(75:25 k/k)	30-32	22-30
KA-PA(70:30 k/k)	24-28	23-29
KA-PA(60:40 k/k)	24-28	23-26
KA-LA(80:20 k/k)	26-30	21-28
KA-LA(75:25 k/k)	23-27	22-29
KA-LA(70:30 k/k)	21-25	21-26
KA-LA(60:40 k/k)	27-29	20-24
KA-MA(80:20 k/k)	24-29	21-27
KA-MA(75:25 k/k)	22-26	22-26
KA-MA(70:30 k/k)	22-25	22-26
KA-MA(60:40 k/k)	20-25	23-30

Elde edilen analiz sonuçları değerlendirilerek mikrokapsülleme üzere belirlenen FDM adayları aşağıda listelenmiştir:

- Kaprik asit (%75 k)+ Miristik asit (%25 k) - ΔH : 155,6 J/g, T_e : 26,5 °C
- Kaprik asit (%70 k)+ Laurik asit (%30 k) – ΔH : 131,6 J/g, T_e : 21,6 °C

4.2. Mikrokapsülleme Deney Sonuçları

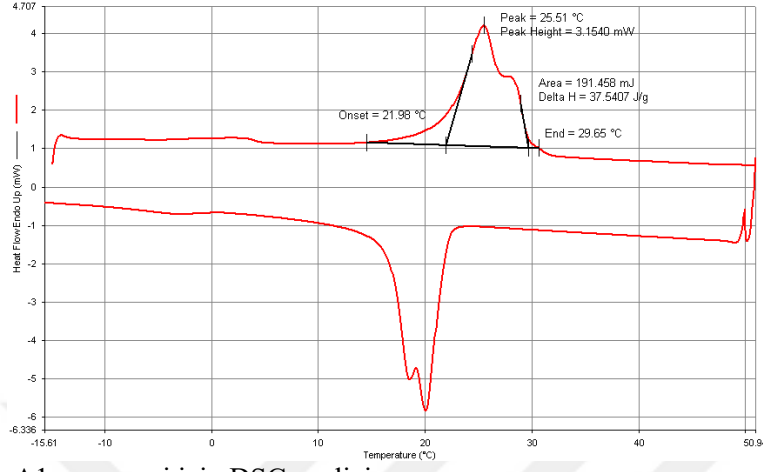
Laboratuvar koşullarında 50 farklı mikrokapsül sentezlenmiştir. Koaservasyon yöntemiyle 8 mikrokapsül denemesi gerçekleştirilmiş geriye kalan denemeler için emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılmıştır. Elde edilen mikrokapsülleri BASF tarafından üretilen 2 ticari mikrokapsül örneği (Micronal PCM 5001 ve Micronal PCM 5008) ile karşılaştırmak amacıyla da araştırmalar yapılmıştır.

Koaservasyon yöntemiyle sentezlenen mikrokapsül örnekleri kodlarıyla birlikte Çizelge 4.4' de gösterilmektedir. Mikrokapsülleme deneyleri sonucunda mikrokapsüller elde edilerek özellikleri belirlenmiştir. Farklı kombinasyonlar denenerek, bu değişkenlerin kapsülleme verimi üzerine etkisi incelenmiştir.

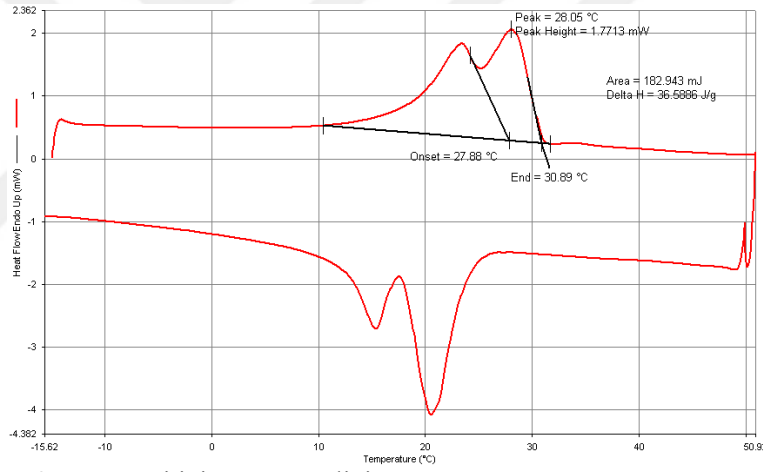
Çizelge 0.1. Koaservasyon yöntemiyle farklı kombinasyonlarda yapılan mikrokapsülleme deneyleri

Kod	FDM (ml)	Kabuk Maddesi	Emülgatör	pH	Karıştırıcı	Görünüm
A1	5	Üre - FA	Tween 40	3,70	magnetik	toz
A2	2,5	Üre - FA	Triton X-100	4,11	mekanik	toz
A3	2,5	melamin-FA	Triton X-100	4,70→3,70	magnetik	toz
A4	2,5	üre - FA	Tween-80	5,80	mekanik	yağlı
A5	2,5	üre-FA	Tween-80	4,25	mekanik	karma
A6	2,5	melamin-FA	Tween-80	4,25	magnetik	toz
A7	4	melamin-FA	Triton X-100	5,81	magnetik	toz
A8	3	melamin-FA	Tween 40	6,60→4,38	magnetik	toz

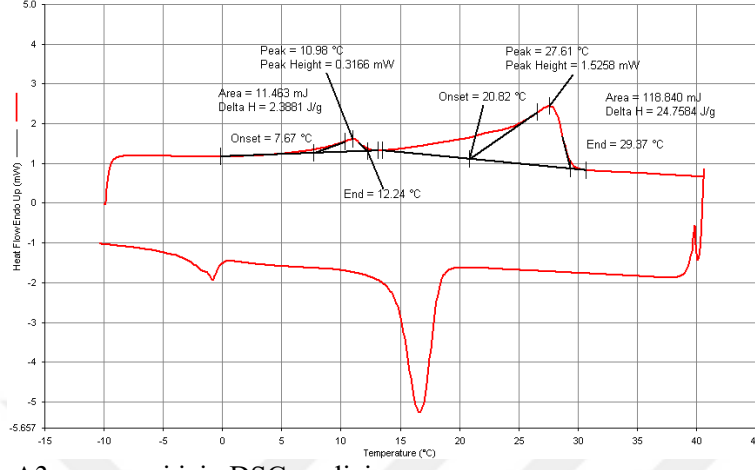
Çizelge 4.4’de görülen farklı kodlarla adlandırılan örnekler öncelikle dış görünümlerine göre değerlendirilip daha sonra ileri analizlere (DSC, FTIR, SEM) geçilmiştir. Buna göre, dış görünümü yağlı olan ve kapsüllemenin tamamen gerçekleşmediği düşünülen A4 numunesi için sonraki analizler yapılmamıştır. Örneklerin termal karakterizasyonu için DSC analizi, kimyasal karakterizasyonu için FTIR analizi ve mikro yapı karakterizasyonu için SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.2- 4.8’de mikrokapsüllerin DSC analizleri ve çizelge 4.5 de analiz sonuçları verilmektedir.



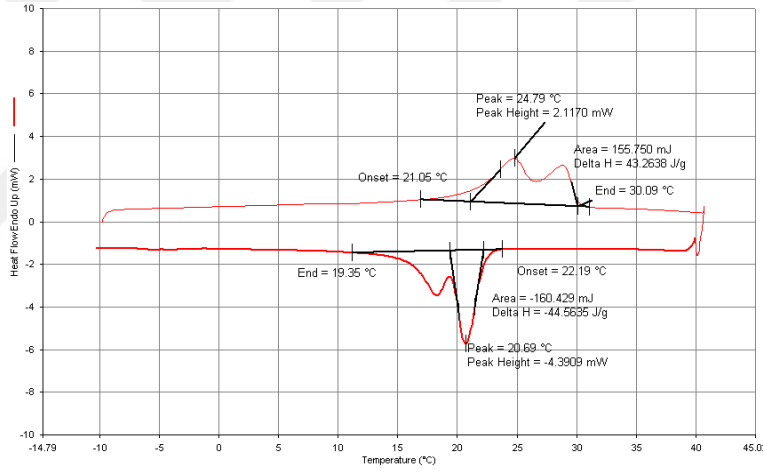
Şekil 0.1. A1 numunesi için DSC analizi



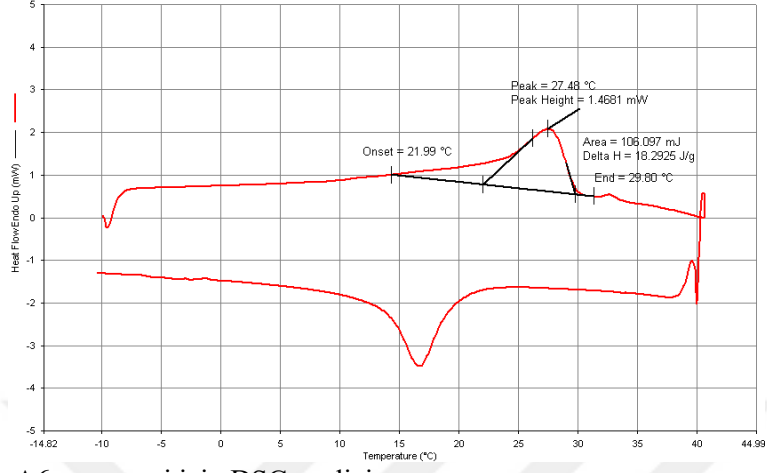
Şekil 0.2. A2 numunesi için DSC analizi



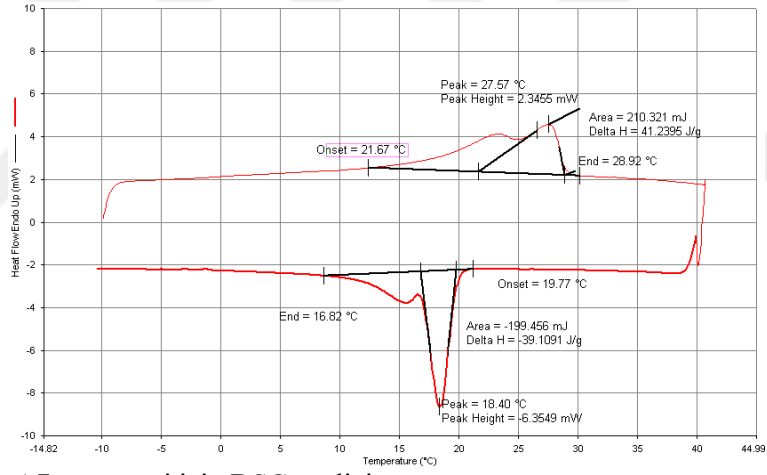
Şekil 0.3. A3 numunesi için DSC analizi



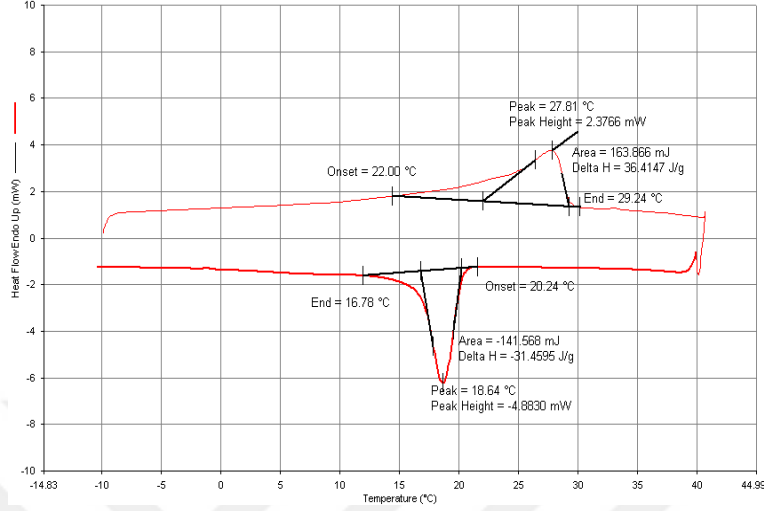
Şekil 0.4 A5 numunesi için DSC analizi



Şekil 0.5. A6 numunesi için DSC analizi



Şekil 0.6. A7 numunesi için DSC analizi

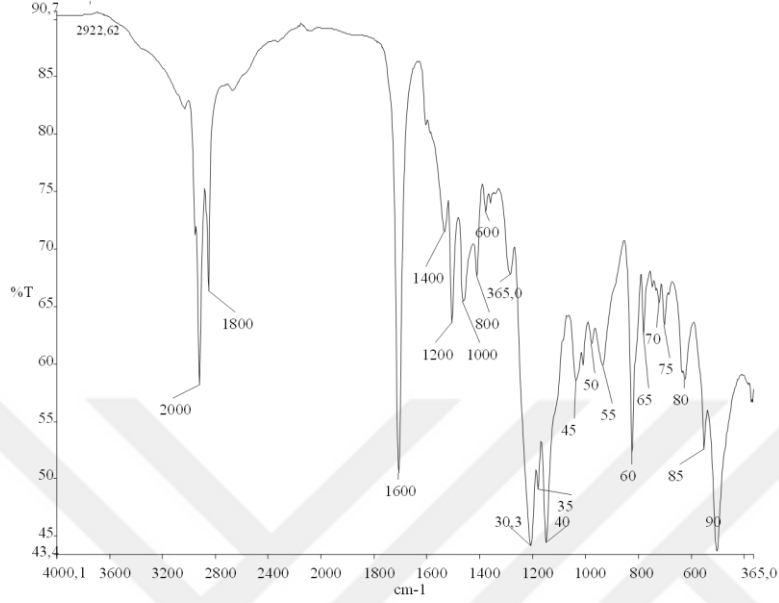


Şekil 0.7. A8 numunesi için DSC analizi

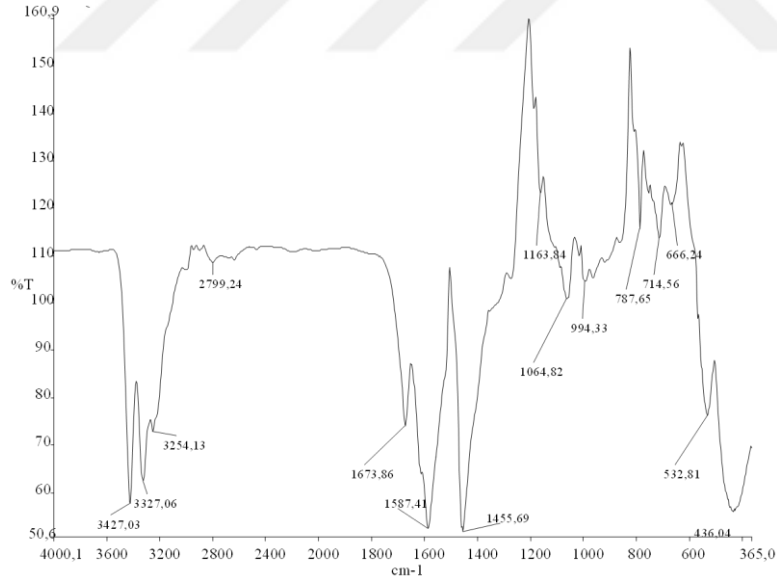
Çizelge 0.2. Farklı mikrokapsüllerin elde edilen gizli ısı ve etkin madde yükleme kapasitesi değerleri

Kod	ΔH Kapsüllenmemiş FDM (J/g)	ΔH Kapsüllenmiş FDM (J/g)	Etkin Madde Yükleme Kapasitesi (%)
A1	155,71	37,54	24,11
A2	155,71	36,58	23,50
A3	155,71	27,14	17,43
A5	155,71	43,26	27,78
A6	155,71	18,29	11,75
A7	155,71	41,23	26,48
A8	155,71	36,41	23,38

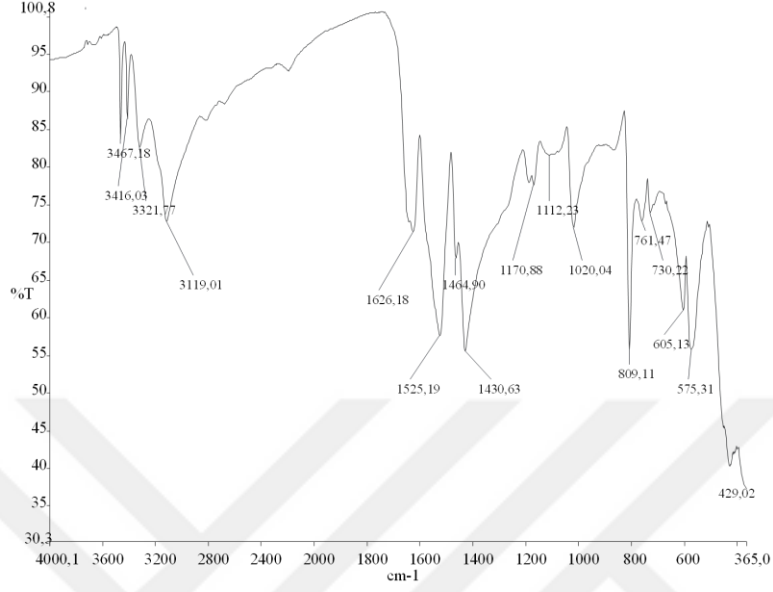
Mikrokapsüllerin kimyasal yapılarının aydınlatılması amacıyla FTIR analizleri yürütülmüştür. Öncelikle kapsüllenmemiş FDM ve kabuk maddelerinin FTIR analizi yapılarak elde edilen spektrumlar mikrokapsüllerin spektrumları ile karşılaştırılmıştır (Şekil 4.9 -4.21).



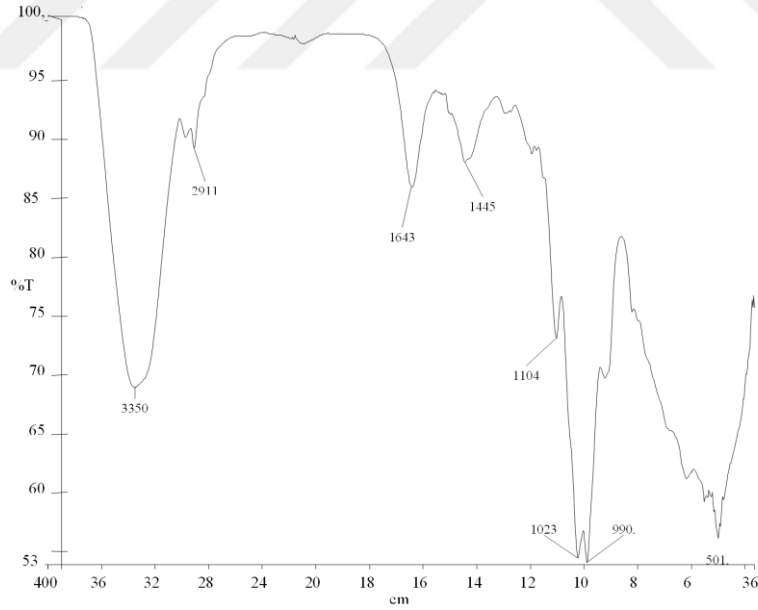
Şekil 0.8. Kapsüllenmemiş FDM (%75 Kaprik Asit+ %25 Miristik Asit) FTIR spektrumu



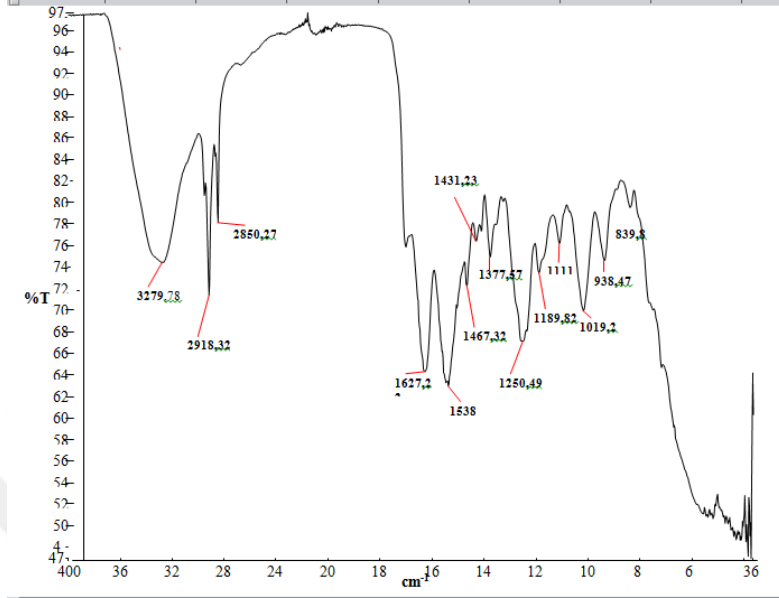
Şekil 0.9. Üre için FTIR spektrumu



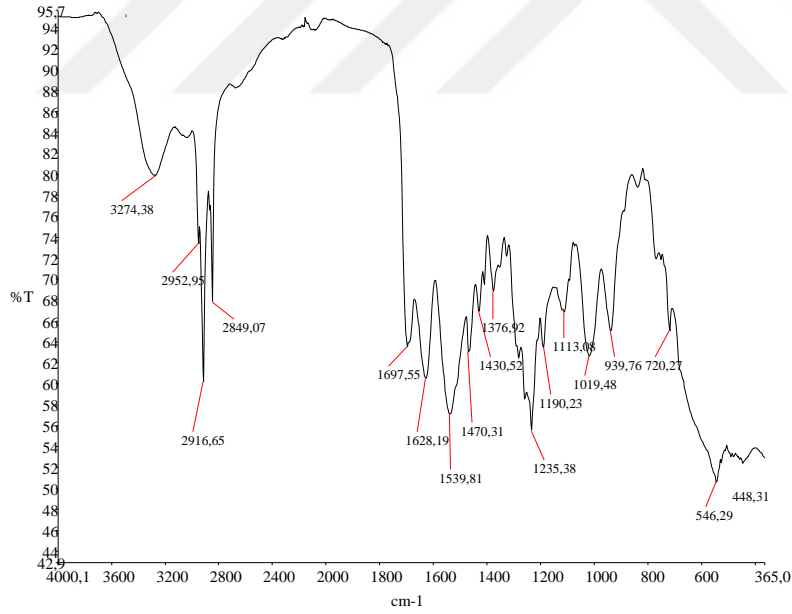
Şekil 0.10. Melamin için FTIR spektrumu



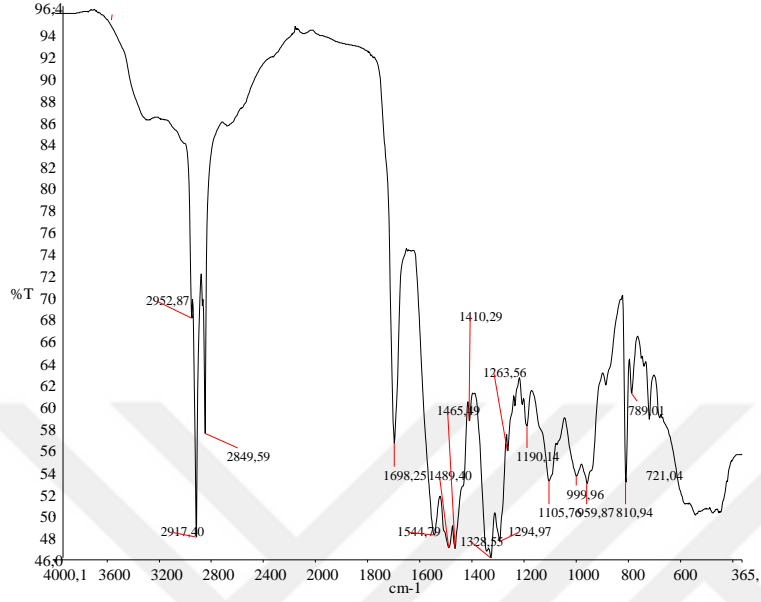
Şekil 0.11. Formaldehit FTIR spektrumu



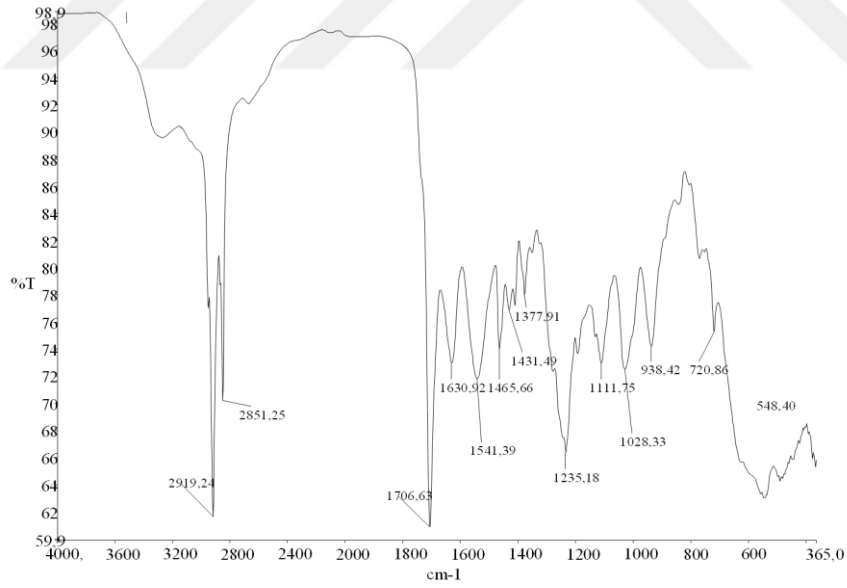
Şekil 0.12. A1 numunesi için FTIR spektrumu



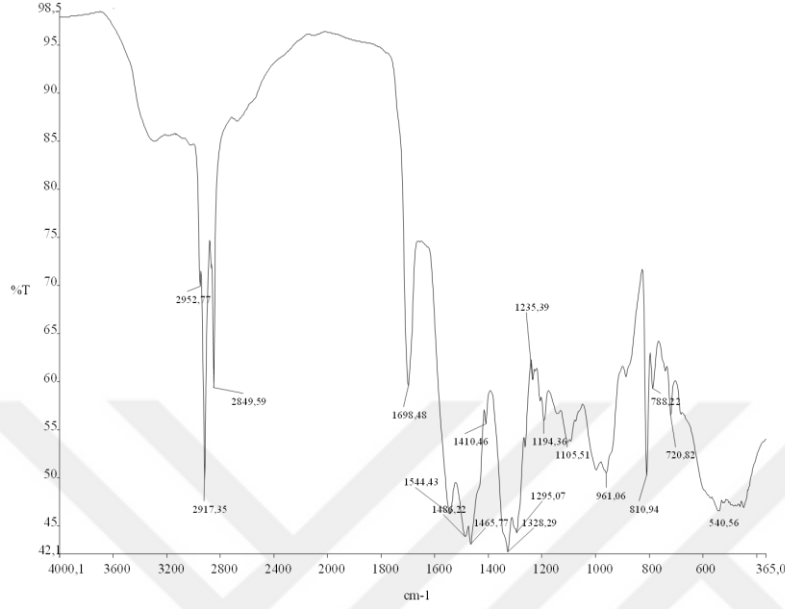
Şekil 0.13. A2 numunesi için FTIR spektrumu



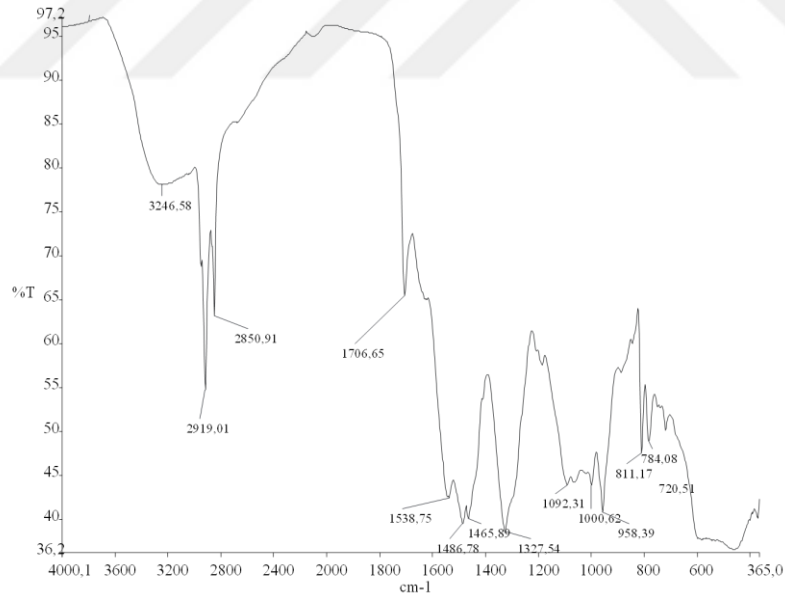
Şekil 0.14. A3 numunesi için FTIR spektrumu



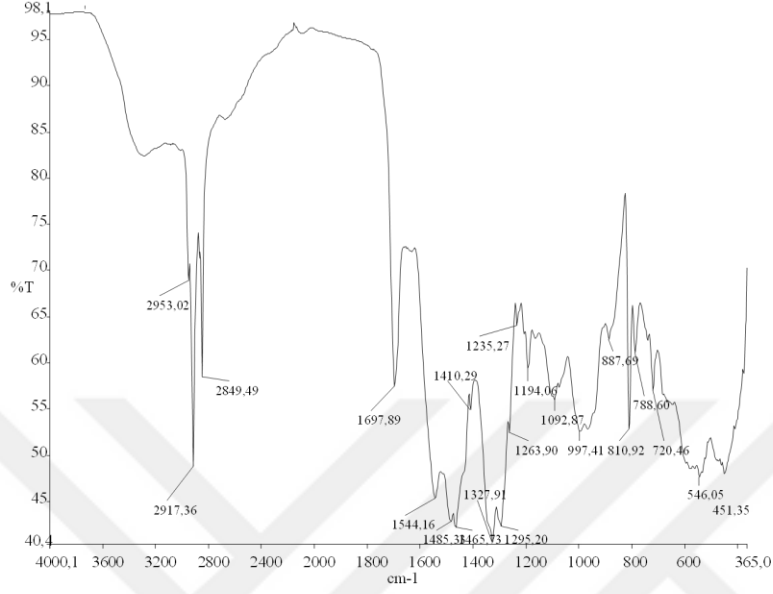
Şekil 0.15. A5 numunesi için FTIR spektrumu



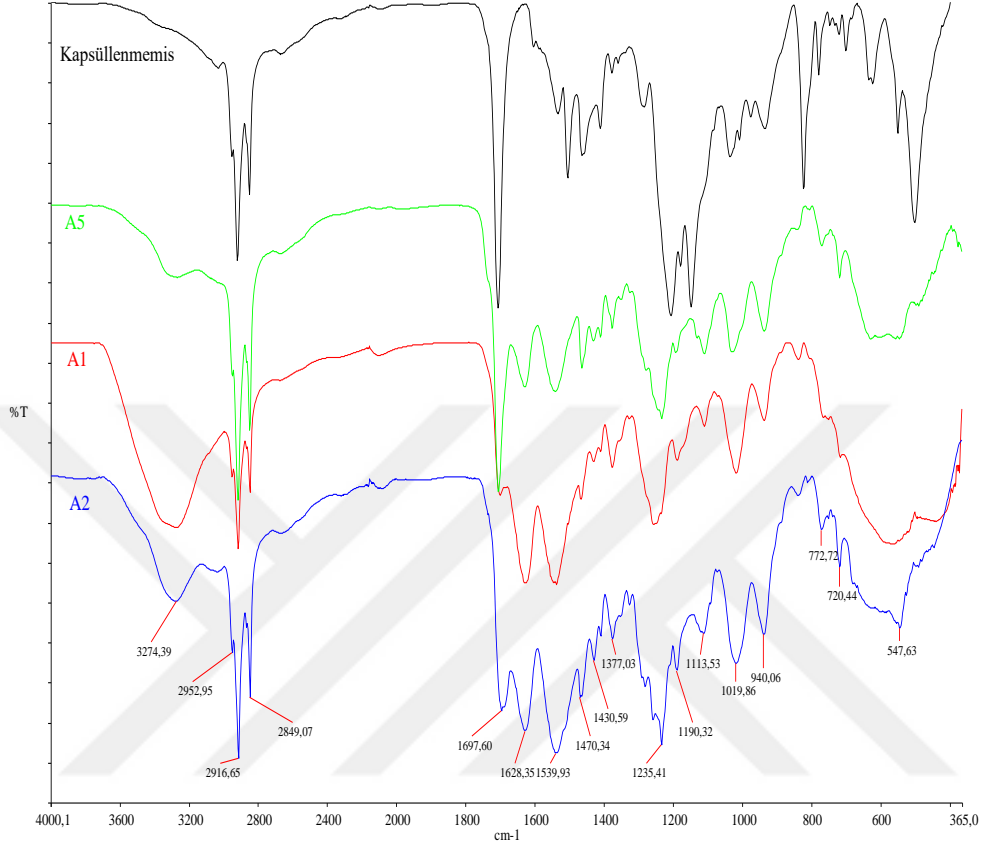
Şekil 0.16. A6 numunesi için FTIR spektrumu



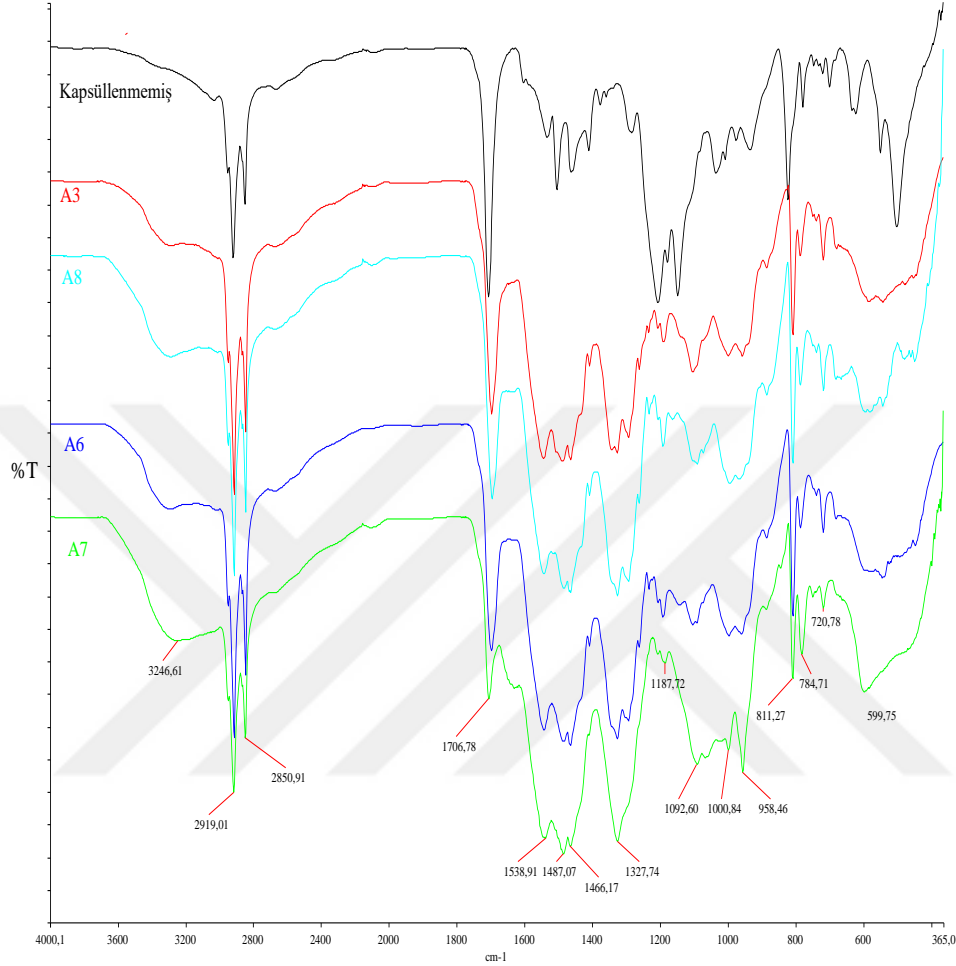
Şekil 0.17. A7 numunesi için FTIR spektrumu



Şekil 0.18. A8 numunesi için FTIR spektrumu



Şekil 0.19. Kapsüllenmemiş yağ asidi karışımı ve üre-formaldehit kabuk maddesine sahip A1, A2 ve A5 koaservantlarına ait FTIR spektrumlarının karşılaştırması



Şekil 0.20. Kapsüllenmemiş yağ asidi karışımı ve melamin-formaldehit kabuk maddesine sahip A3, A6, A7 ve A8 koaservantlarına ait FTIR spektrumlarının karşılaştırması

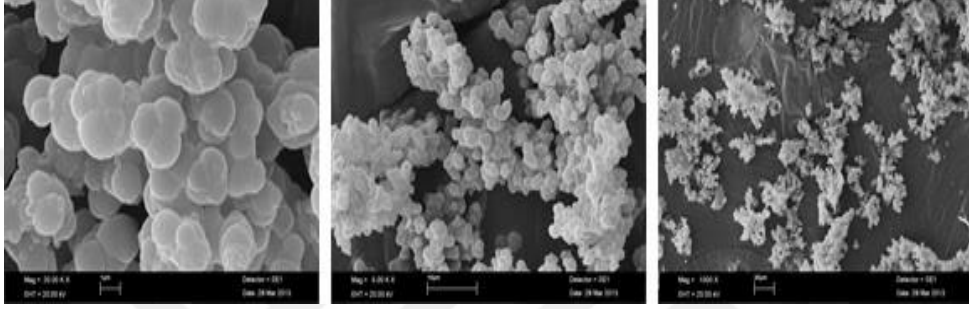
Şekil 4.20'de kapsüllenmemiş yağ asidi karışımı ve üre-formaldehit kabuk maddesine sahip A1, A2 ve A5 koaservantlarına ait FTIR spektrumlarının karşılaştırılmıştır. Kaprik-Miristik asit karışımına ait FTIR spektrumunda 1708cm⁻¹'de gözlemlenen pik, yağ asitlerinin C=O grubuna ait gerilme titreşimidir. Üre-FA kabuk maddesine sahip koaservatlarda bu pikin absorpsiyon frekansı 1697 cm⁻¹'e kaymıştır (1697 cm⁻¹ 'deki şiddetli pik C=O grubu ile ürede bulunan amit grubunun

gerilme titreşimine aittir). –OH fonksiyonel grubundan kaynaklanan düzlem dışı eğilme titreşim ve düzlem içi gerilme titreşim bantları 935 ve 824 cm^{-1} 'de gözlemlenmiştir. Koaservatta ise bu pikler 1015 ve 940 cm^{-1} 'e kaymıştır. 2922 ve 2853 cm^{-1} 'deki pikler ise –CH₂ fonksiyonel grubunun asimetric ve simetric titreşimlerine aittir. Bu pikler de kabuk çekirdek etkileşimlerden dolayı 2916 ve 2849 cm^{-1} 'e kaymıştır. Koaservatlarda 3274 cm^{-1} 'de görülen geniş bant –OH grubuna ait olup, N-H gerilme titreşiminin karakteristik piki ise 1628 cm^{-1} 'de, C-N gerilme titreşimi de 1235 cm^{-1} 'de görülmüştür. Böylelikle Üre-FA ile kapsüllenmiş örneklerden alınan FTIR spektrumunda gözlemlenen bu karakteristik piklerden elde edilen bilgiler ışığında kabuk maddesinin üre-FA ve çekirdek maddesinin de kullanılan FDM olduğunu kanıtlar niteliktedir.

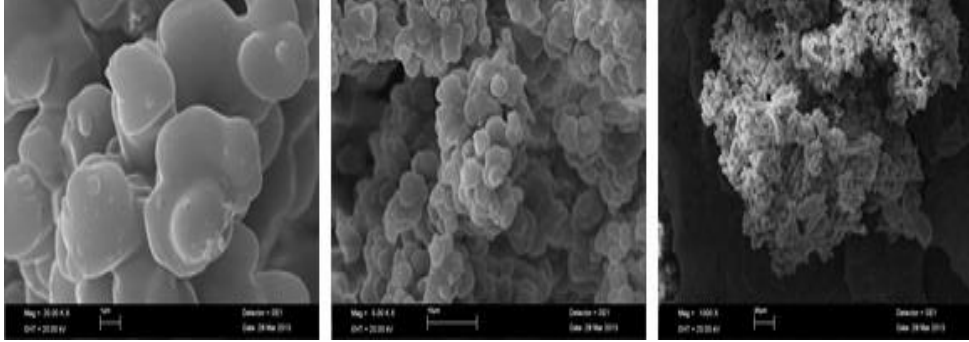
Şekil 4.21'de ise kapsüllenmemiş yağ asidi karışımı ve melamin-formaldehit kabuk maddesine sahip A3, A6, A7 ve A8 koaservantlarına ait FTIR spektrumlarının karşılaştırılması yapılmıştır. Kapsüllenmemiş yağ asidi karışımına ait FTIR spektrumunda 1708 cm^{-1} 'de gözlemlenen, yağ asitlerinin C=O grubuna ait gerilme titreşim piki, melamin-FA kabuk maddesine sahip koaservatlarda 1706 cm^{-1} 'e kaymıştır. –OH fonksiyonel grubundan kaynaklanan düzlem dışı eğilme titreşim ve düzlem içi gerilme titreşim bantları 935 ve 824 cm^{-1} 'de gözlemlenirken koaservatta ise bu 1000 ve 958 cm^{-1} 'de gözlemlenmiştir. 3246 cm^{-1} 'de görülen geniş bant -OH grubuna aittir, C-N absorpsiyonuna ait bant 1327 cm^{-1} 'de, C-O gerilmesine ait bant 958 cm^{-1} 'de gözlemlenmiştir. Bunlar melamin pre-polimerinin formasyonu ve yağ asidi karışımının spesifik absorpsiyon bandlarıdır. Bu karakteristik piklerden elde edilen bilgiler ışığında kabuk maddesinin melamin-FA ve çekirdek maddesinin de kullanılan FDM olduğunu kanıtlar niteliktedir.

Mikrokapsüllenmiş FDM denemelerinin tanecik boyutlarının beton içerisindeki çimento, agrega gibi malzemelerle uygunluk göstermesi gerekmektedir. Bu amaçla mikro yapı analizleri Erciyes Üniversitesi'nde bulunan Carlz Zeis Evo 440 SEM ile yüksek vakum, 10 kV EHT koşulları altında

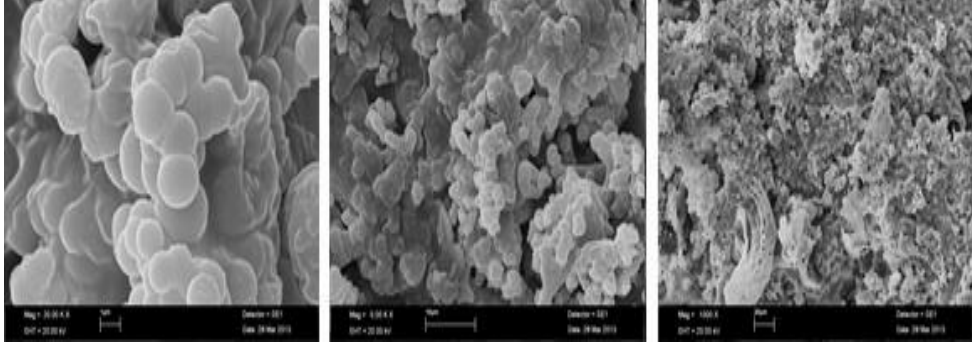
yapılmıştır. Şekil 4.22-4.27 'de sentezlenen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelendiğinde, taneciklerinin çaplarının $10\mu\text{m}$ 'nin altında olduğu gözlenmektedir. Ayrıca mikro boyuttaki taneciklerin birbirlerine yapışarak büyük küresel partiküller oluşturduğu da gözlenmiştir.



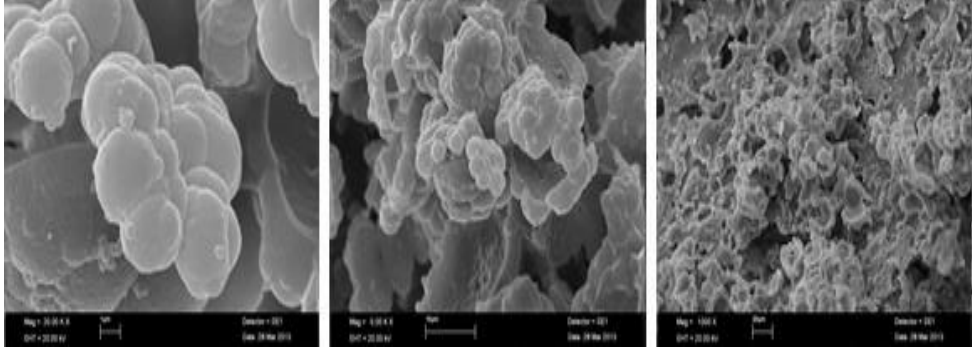
Şekil 0.21. A1 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri



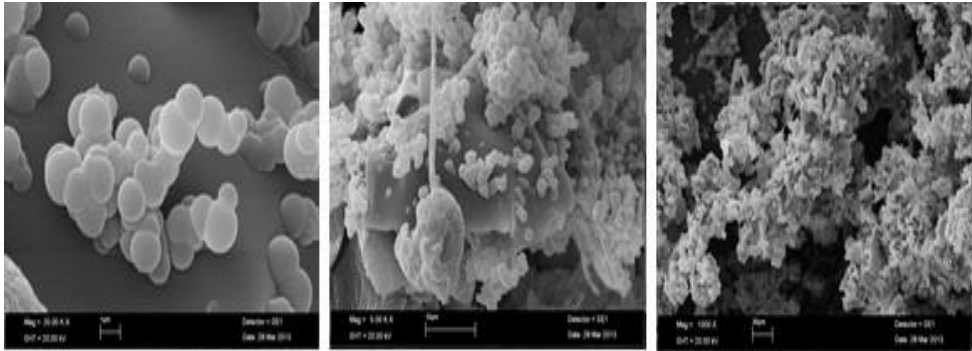
Şekil 0.22. A2 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri



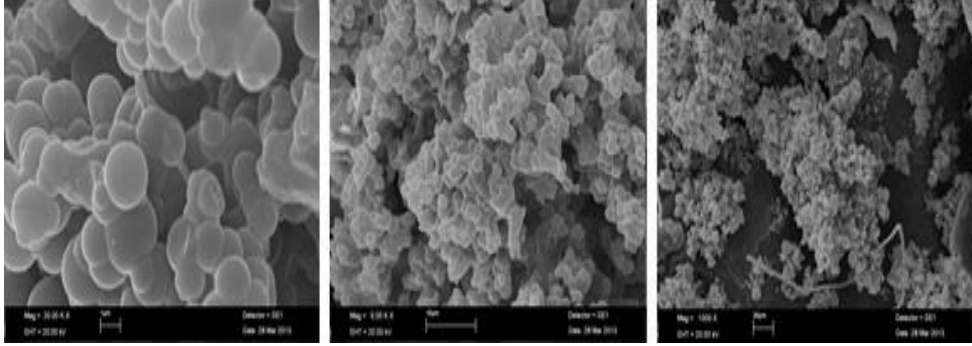
Şekil 0.23. A3 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri



Şekil 0.24. A5 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri



Şekil 0.25. A6 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri



Şekil 0.26. A8 kodlu koaservata ait SEM görüntüleri

Koaservasyon yöntemiyle gerçekleştirilen denemelerin sonuçları değerlendirildiğinde, mikrokapsülenmiş FDM örneklerinin gizli ısılarının ve etkin madde yükleme kapasitelerinin düşük olduğu gözlemlenmiştir. Bu nedenle farklı bir kapsülleme yöntemi olan emülsiyon polimerizasyonu denenmiş ve farklı kabuk malzemeleri araştırılmıştır. Çizelge 4.6'da gösterilen 20 ayrı deneme yapılmıştır. Deneylerde farklı komonomer, komonomer yüzdesi ve yağ asidi/monomer oranı kullanılarak kapsül verimi üzerindeki etkileri gözlemlenmiştir.

Çizelge 0.3. Emülsiyon polimerizasyonu ile farklı kombinasyonlarda yapılan ilk mikrokapsülleme deneyleri

Kod	Yağ asidi Miktarı(g)	Komonomer	Yağ asidi: MMA oranı	Komonomer %	Verim %
D1	5	GM	1:2	1	42,8
D2	5	GM	1:2	%5	Kapsül oluşmadı
D3	5	GM	1:2	%10	41,3
D4	1,25	MA	1:40	%1	21,1
D5	1,25	MA	1:40	%1	21,2
D6	25	MA	1:2	%1	Kapsül oluşmadı
D7	50	GM	1:1	%1	Kapsül oluşmadı
D8	25	GM	1:2	%1	Kapsül oluşmadı
D9	25	2-H-EA	1:2	%5	54,3
D10	25	GM	1:2	%10	39,5
D11	25	2-H-EMA	1:2	%5	31,9
D12	25	MA	1:2	%5	Kapsül oluşmadı
D13	25	2-H-EMA	1:1	%5	Kapsül oluşmadı
D14	25	2-H-EA	1:2	%10	33,6
D15	50	2-H-EMA	1:1	%5	Kapsül oluşmadı
D16	50	GM	1:1	%5	68,0
D17	50	MA	1:1	%5	72,9
D18	50	2-H-EA	1:1	%5	78,3
D19	50	2-H-EA	1:1	%1	76,3
D20	50	GM	1:1	%1	Kapsül oluşmadı

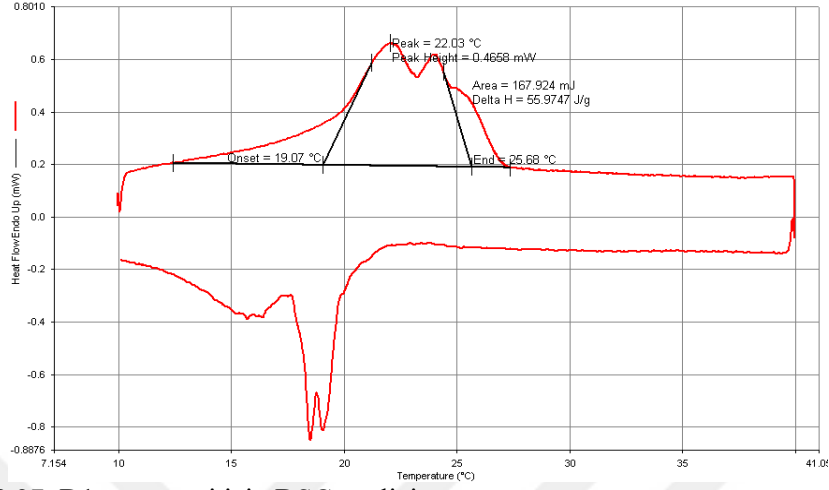
Çizelge 4.7’de verilen denemelerden mikrokapsül oluşmalar için kapsül üretim maliyeti % verimle beraber gösterilmektedir. Sonuçlar değerlendirildiğinde % verim arttıkça gram başına düşen kapsülleme maliyetinin düştüğü gözlemlenmektedir. Kapsülleme maliyeti yağ asidi maliyetine göre en az 0,01TL en çok 0,46 TL artış göstermektedir. Deneyde kullanılan kimyasalların düşük

maliyette olanları tercih edilerek ve çok miktarda satın alma yapılarak kapsül maliyetinin düşürülebileceği öngörülmektedir.

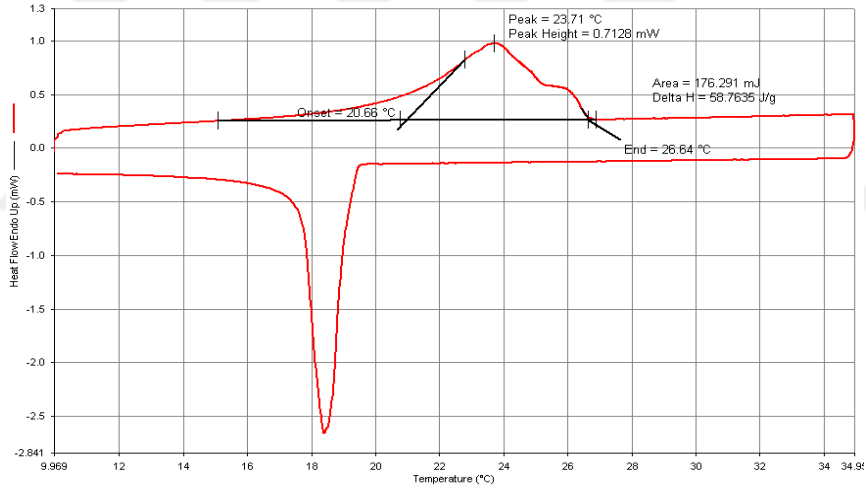
Çizelge 0.4. Emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen ilk mikrokapsül denemelerinin maliyetleri ve %verim hesabı

Kod	Yağ asidi maliyeti (TL/g)	Kapsülleme maliyeti (TL/g)	Toplam maliyet (TL/g)	%Verim
D1	0,19	0,14	0,33	42,8
D3	0,19	0,24	0,43	41,3
D4	0,19	0,37	0,56	21,1
D5	0,19	0,46	0,65	21,2
D9	0,19	0,09	0,28	54,3
D10	0,19	0,26	0,45	39,5
D11	0,19	0,26	0,45	31,9
D14	0,19	0,31	0,50	33,6
D16	0,19	0,05	0,24	68,0
D17	0,19	0,01	0,20	72,9
D18	0,19	0,01	0,20	78,3
D19	0,19	0,01	0,20	76,3

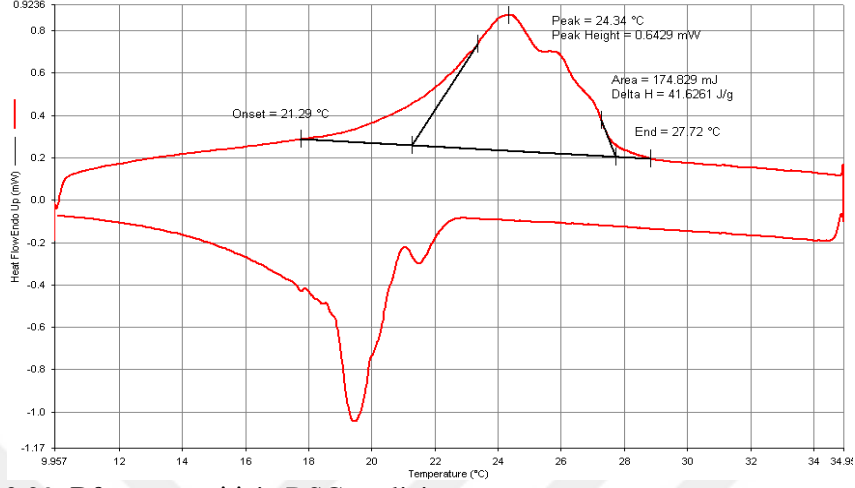
Sentezlenen mikro kapsüllerin termal karakterizasyonu için DSC analizi ve ısınma-soğuma eğrisi oluşturulmuş, kimyasal karakterizasyonu için FTIR analizi ve mikro yapı karakterizasyonu için SEM analizleri yapılmıştır. DSC analizleri Şekil 4.28-4.37 'de gösterilmektedir. Emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen ilk mikrokapsül denemeleriyle elde edilen gizli ısı ve etkin madde yükleme kapasitesi değerleri Çizelge 4.8'de verilmiştir.



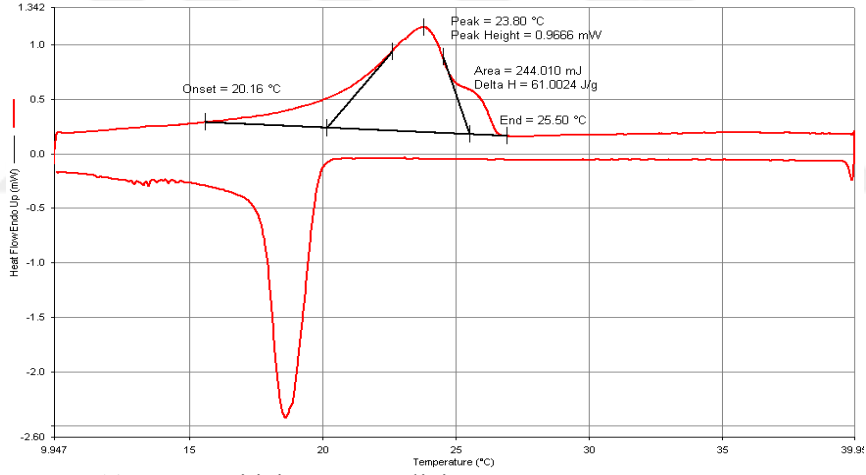
Şekil 0.27. D1 numunesi için DSC analizi



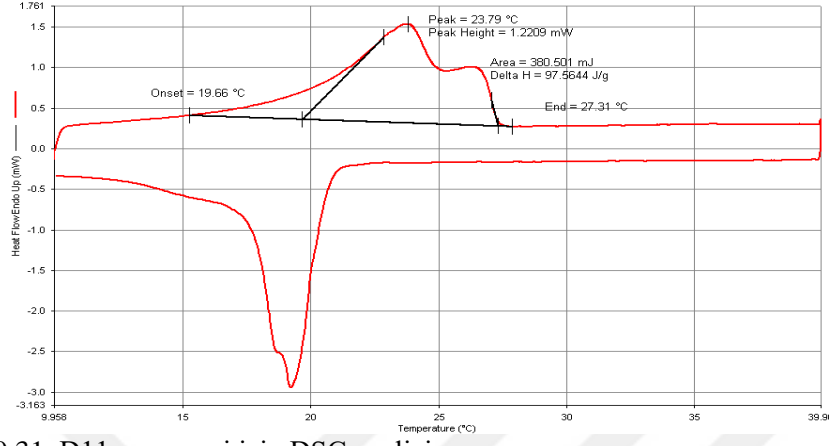
Şekil 0.28. D3 numunesi için DSC analizi



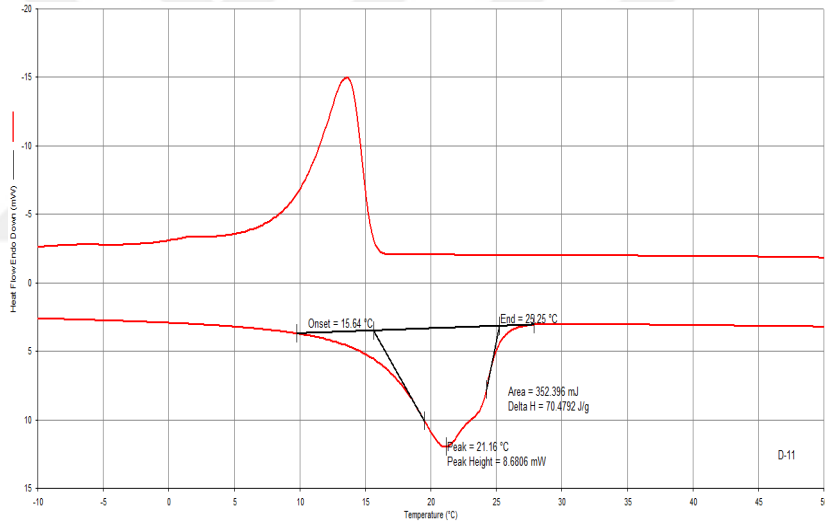
Şekil 0.29. D9 numunesi için DSC analizi



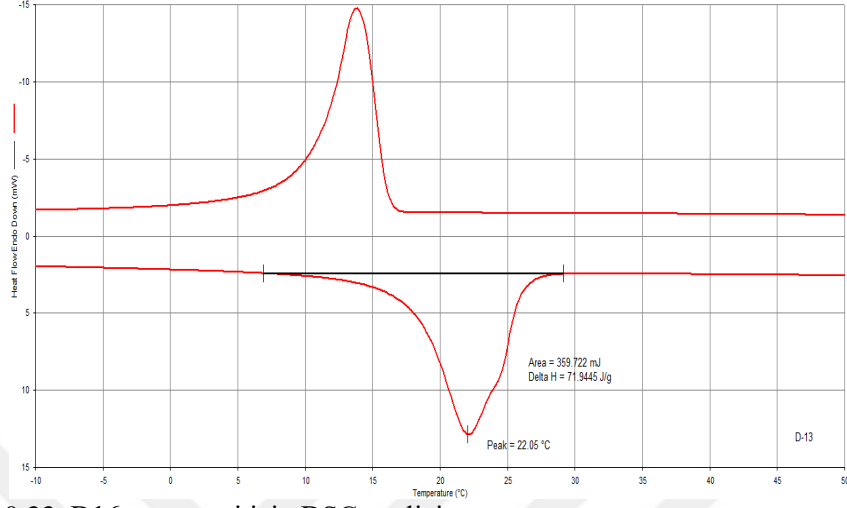
Şekil 0.30. D10 numunesi için DSC analizi



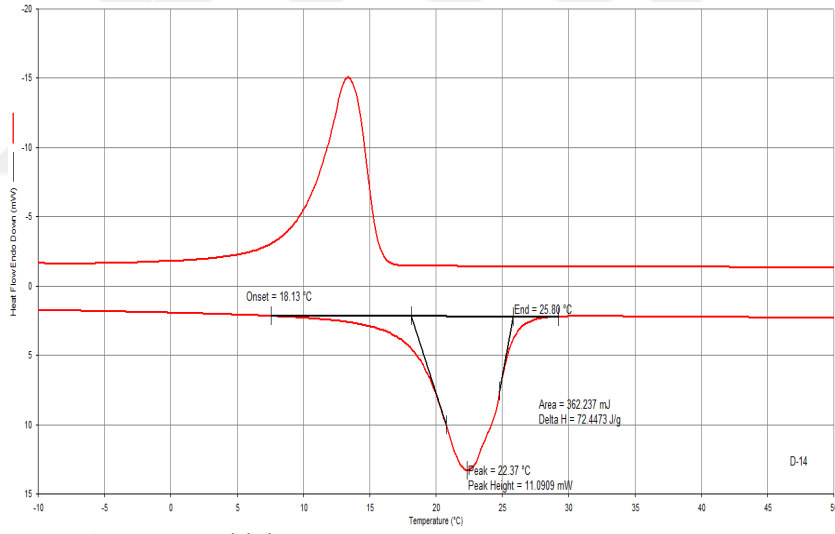
Şekil 0.31. D11 numunesi için DSC analizi



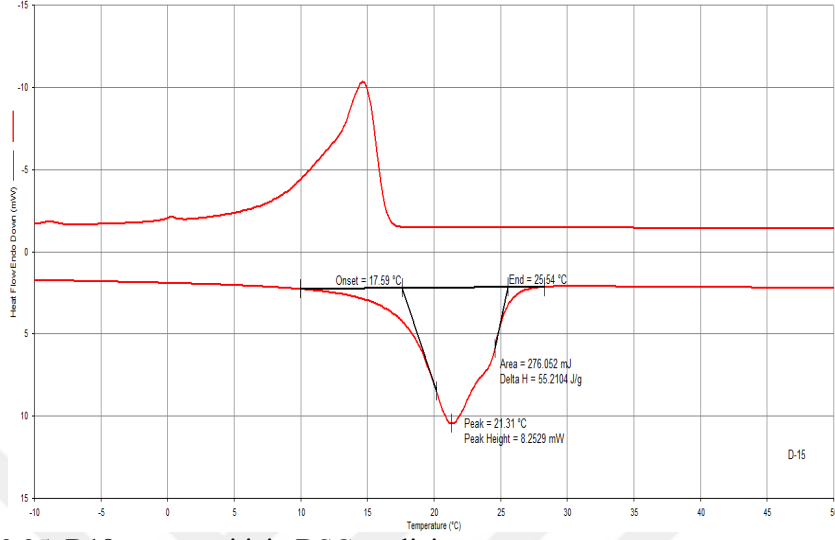
Şekil 0.32. D14 numunesi için DSC analizi



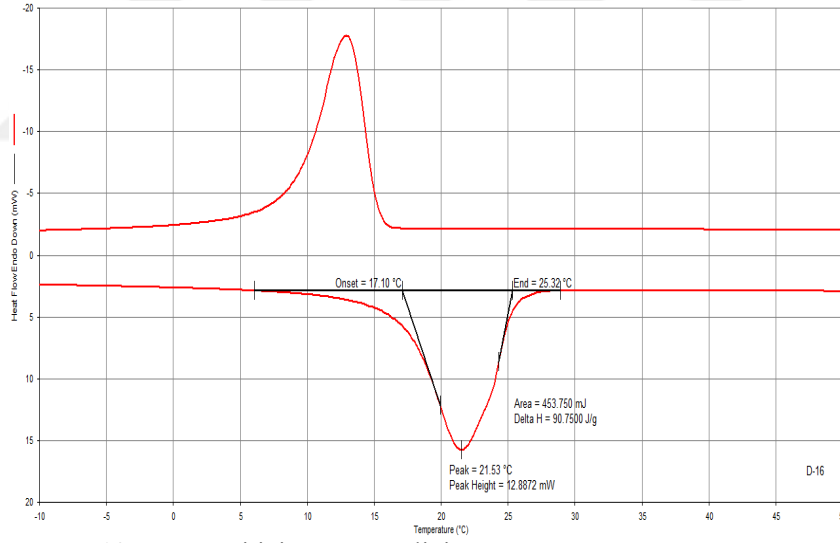
Şekil 0.33. D16 numunesi için DSC analizi



Şekil 0.34. D17 numunesi için DSC analizi



Şekil 0.35. D18 numunesi için DSC analizi

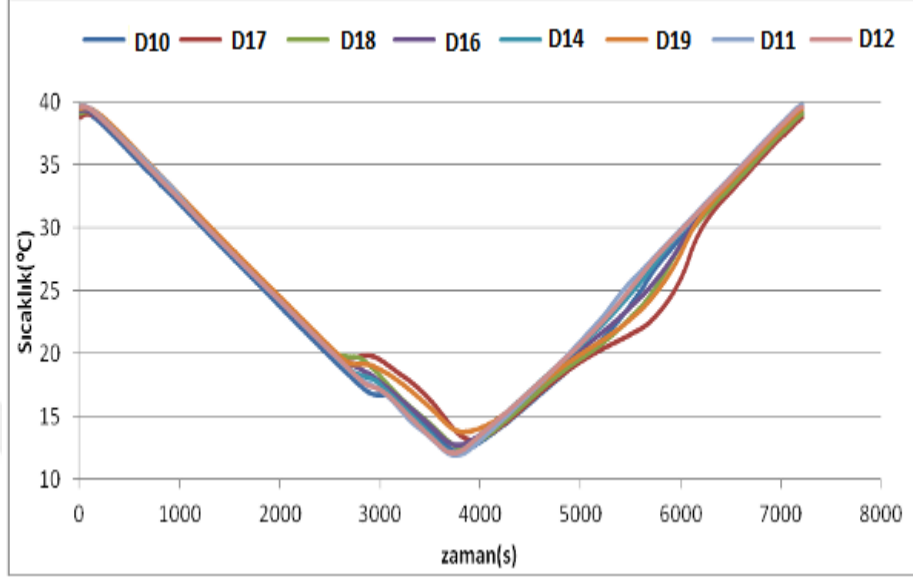


Şekil 0.36. D19 numunesi için DSC analizi

Çizelge 0.5. Emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen ilk mikrokapsül denemeleriyle elde edilen gizli ısı ve etkin madde yükleme kapasitesi değerleri

Kod	ΔH Kapsüllenmemiş FDM (J/g)	ΔH Kapsüllenmiş FDM (J/g)	Etkin Madde Yükleme Kapasitesi (%)
D1	155,7	56,0	36,0
D3	155,7	58,8	37,8
D9	155,7	41,6	26,7
D10	155,7	61,0	39,2
D11	155,7	97,6	62,7
D14	155,7	70,5	45,3
D16	155,7	71,9	46,2
D17	155,7	72,4	46,5
D18	155,7	55,2	35,4
D19	155,7	90,8	58,3

Faz değiştirme aralıkları ve faz değişim davranışlarını belirlemek için ısınma ve soğuma eğrilerinden de yararlanılmıştır. Bu amaçla mikrokapsüllenmiş FDM örneklerinin beklenen faz değişimini içine alan 10-40 °C aralığında zamana bağlı olarak sıcaklık değişimi ölçülmüştür (Şekil 4.38). Deney sonucunda numuneler için belirlenen faz değiştirme aralıkları Çizelge 4.9’da verilmiştir. Erime sıcaklıklarının projede hedeflenen konfor sıcaklık aralığına yakın olduğu, ancak donma sıcaklığında soğutma hızından kaynaklanan aşırı soğuma nedeniyle donma aralıklarının erime aralıklarının altında olduğu görülmektedir. Bina uygulamalarında beton içinde faz değişiminin çok daha yavaş olacağı düşünüldüğünde aşırı soğumanın görülmeyeceği öngörülmüştür.



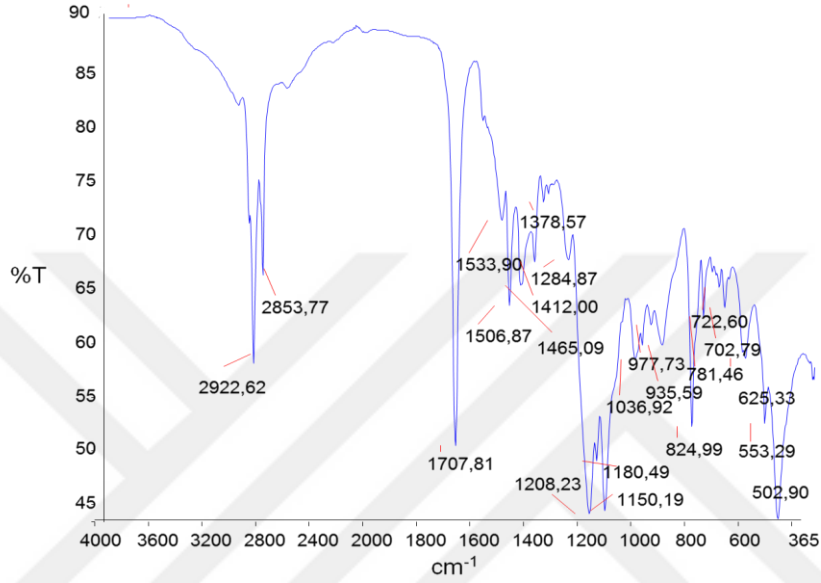
Şekil 0.37 Emülsiyon polimerizasyonu ile yapılan ilk mikrokapsül denemelerinin ısınma-soğuma eğrileri

Çizelge 0.6. Emülsiyon polimerizasyonu ile yapılan ilk mikrokapsüllemiş FDM adaylarının erime-donma aralıkları

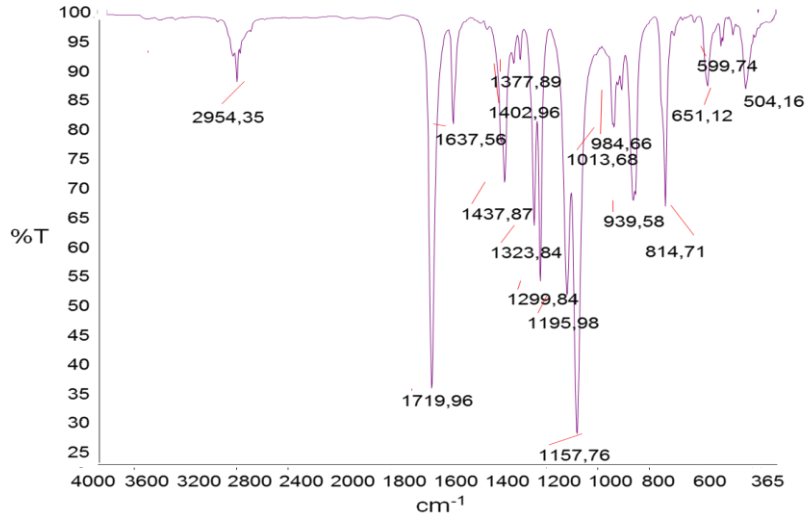
Kod	Erime aralığı (°C)	Donma aralığı (°C)
D9	22,5-27,1	17,1-17,6
D10	25,1-28,1	16,7-16,9
D11	24,1-28,1	17,3-17,8
D14	24,7-29,5	17,8-18,6
D16	25,0-29,3	18,9-19,5
D17	21,0-28,9	19,8-19,9
D18	21,5-28,4	19,7-19,9
D19	22,2-29,5	19,0-19,2

Mikrokapsüllerin kimyasal yapılarının aydınlatılması amacıyla FTIR analizleri yürütülmüştür. Öncelikle kapsüllememiş FDM'nin, polimerizasyon

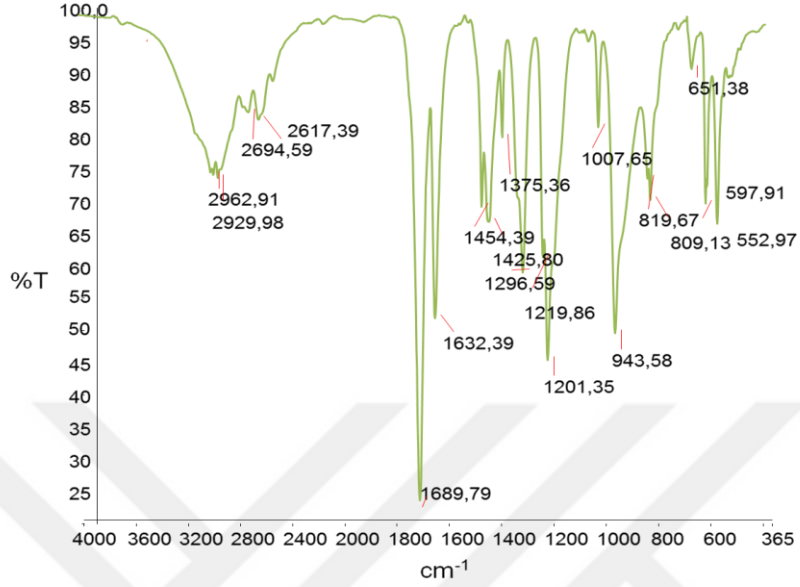
işleminde kullanılan bütün kimyasalların ve elde edilen mikrokapsül örneklerinin FTIR analizi yapılarak elde edilen spektrumlar değerlendirilmiştir(Şekil 4.39-4.53).



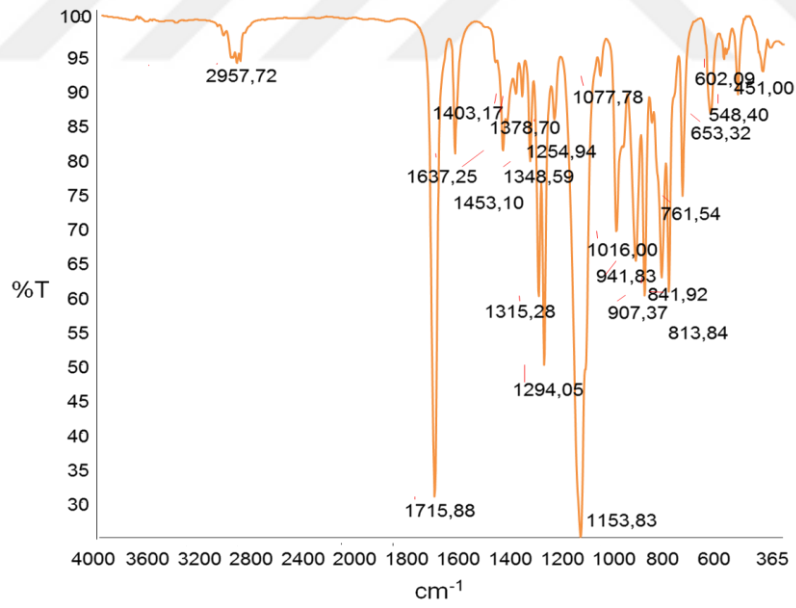
Şekil 0.38. Kapsülenmemiş FDM (%75 Kaprik Asit+ %25 Miristik Asit) FTIR spektrumu



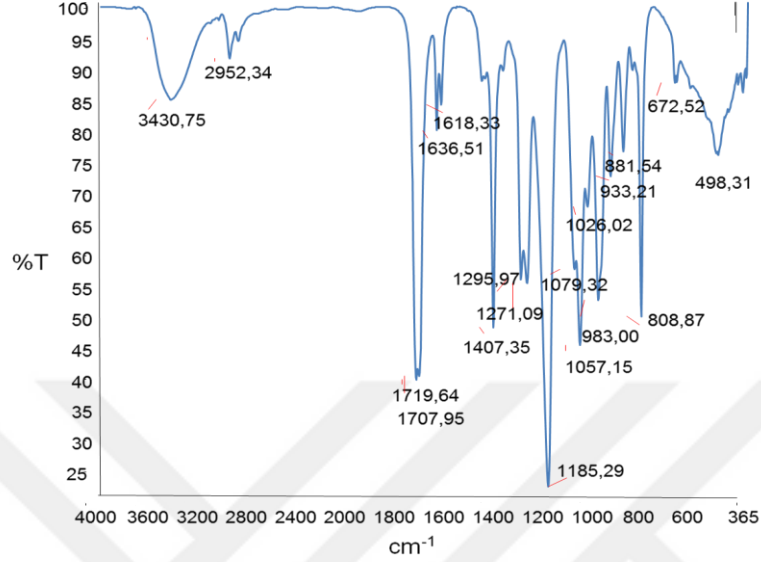
Şekil 0.39. Metil metakrilat için FTIR spektrumu



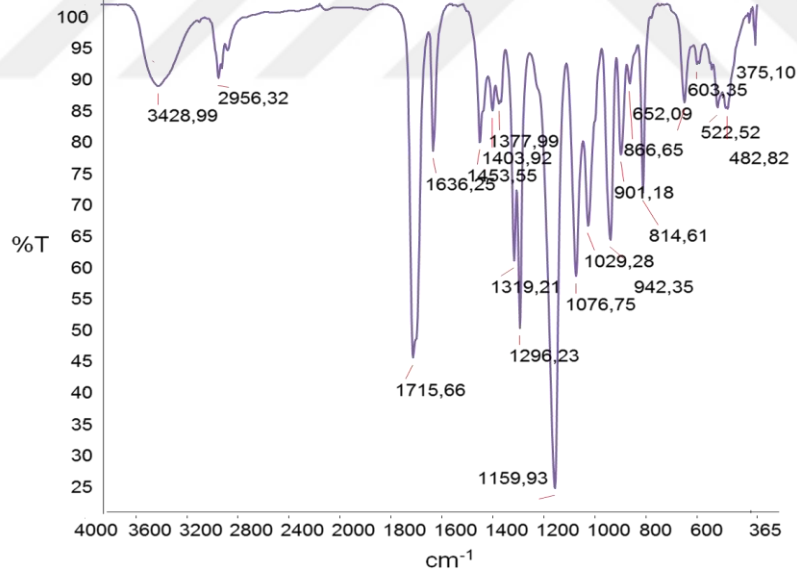
Şekil 0.40. Metakrilik asit için FTIR spektrumu



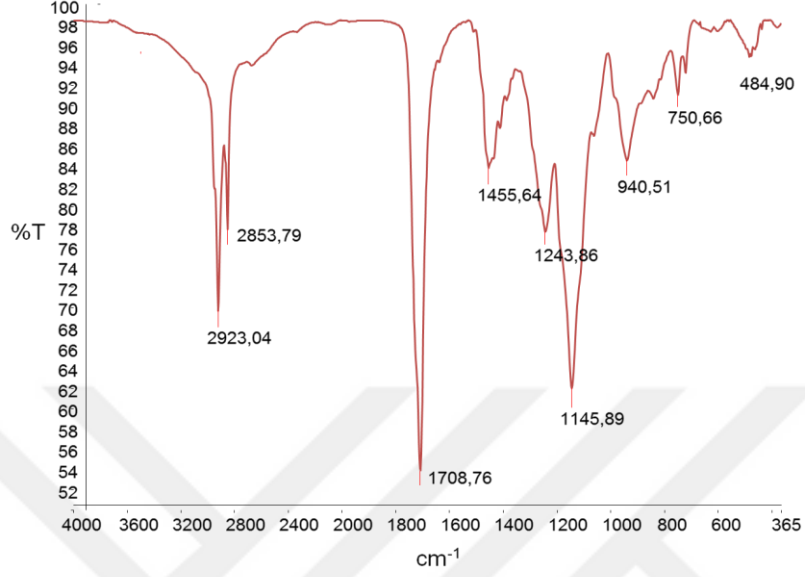
Şekil 0.41. Glisidil metakrilat asit için FTIR spektrumu



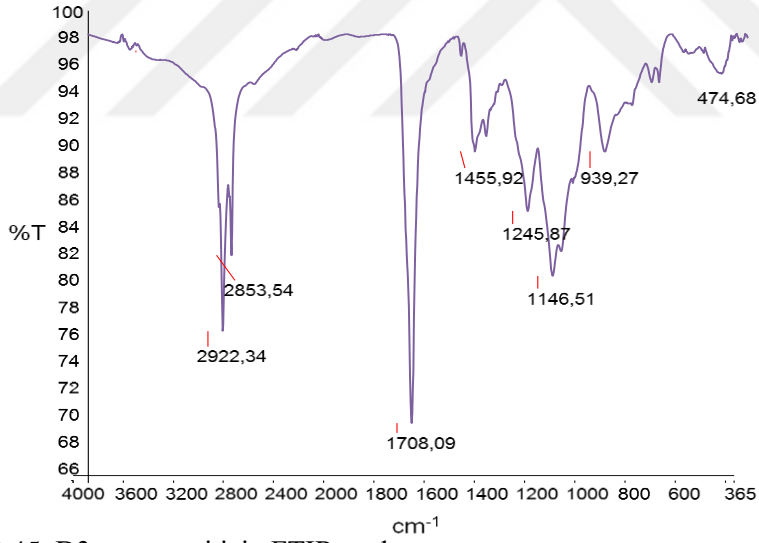
Şekil 0.42. 2-Hidroksi eti akrilat asit için FTIR spektrumu



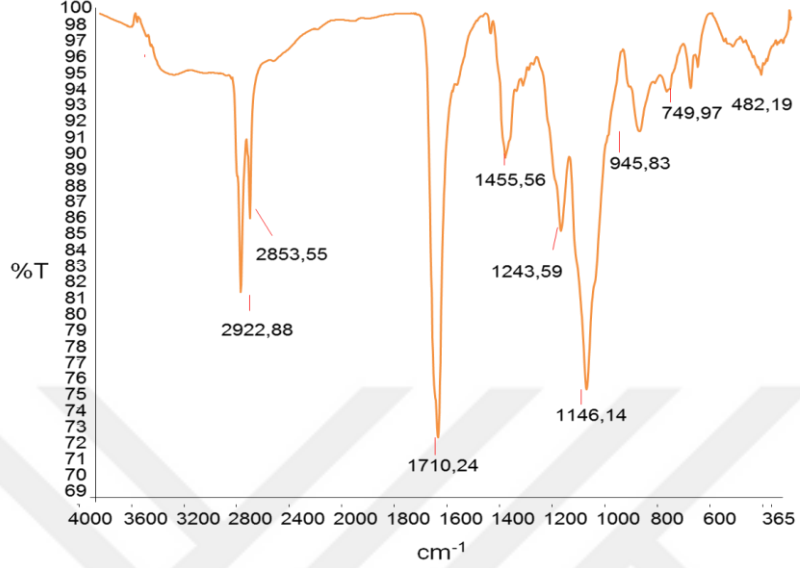
Şekil 0.43. 2-Hidroksi etil metakrilat asit için FTIR spektrumu



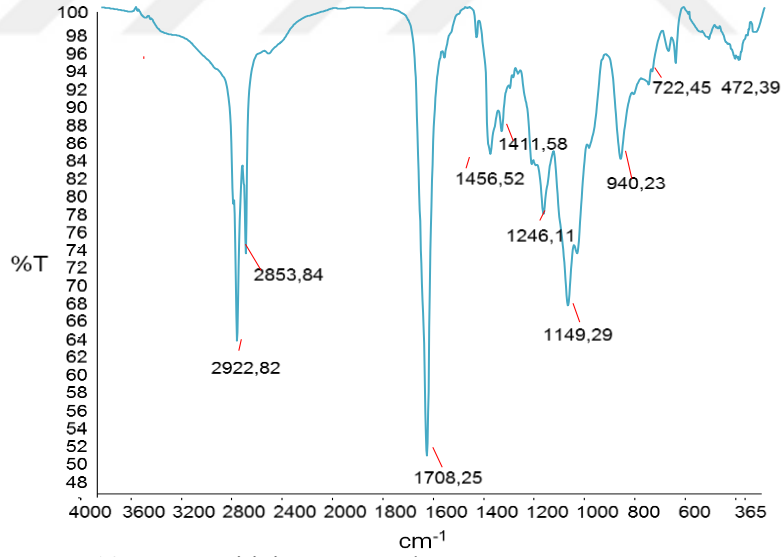
Şekil 0.44. D1 numunesi için FTIR spektrumu



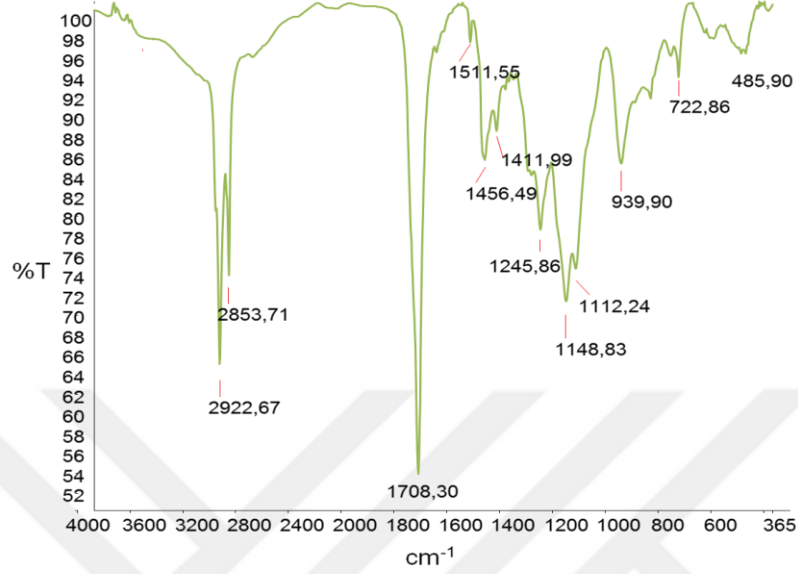
Şekil 0.45. D3 numunesi için FTIR spektrumu



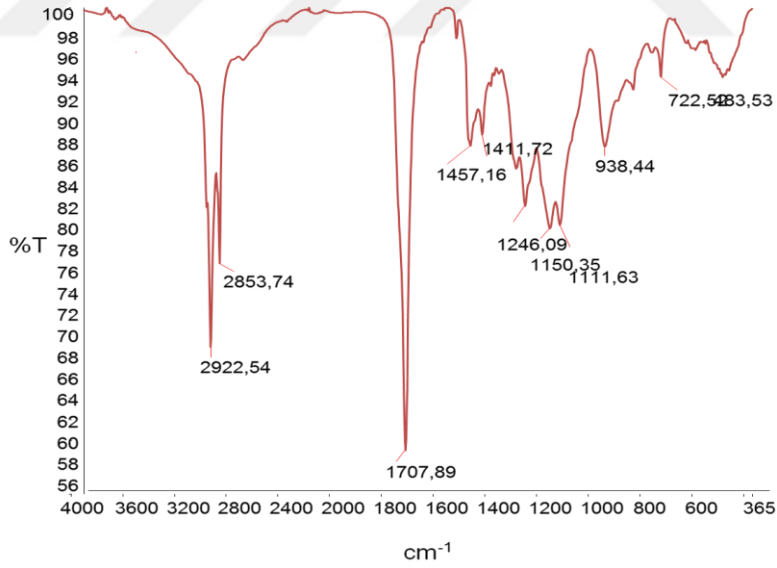
Şekil 0.46. D9 numunesi için FTIR spekturumu



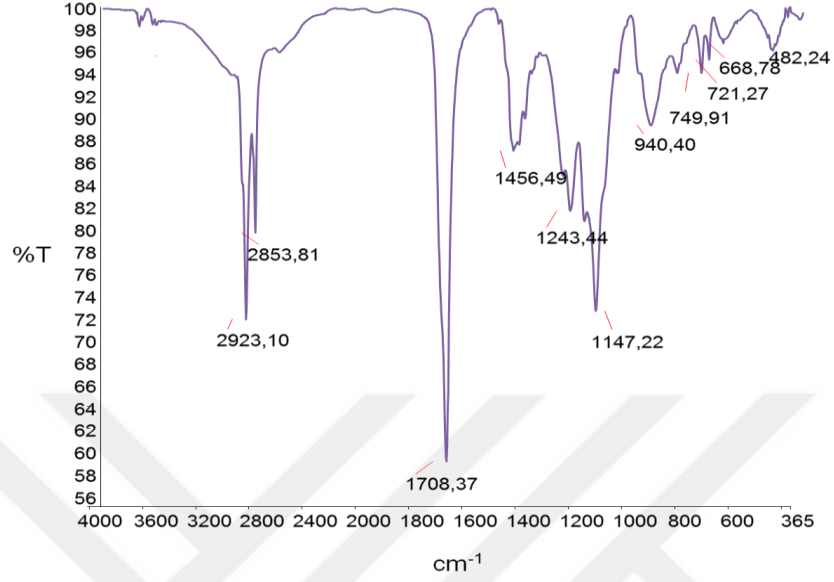
Şekil 0.47. D10 numunesi için FTIR spekturumu



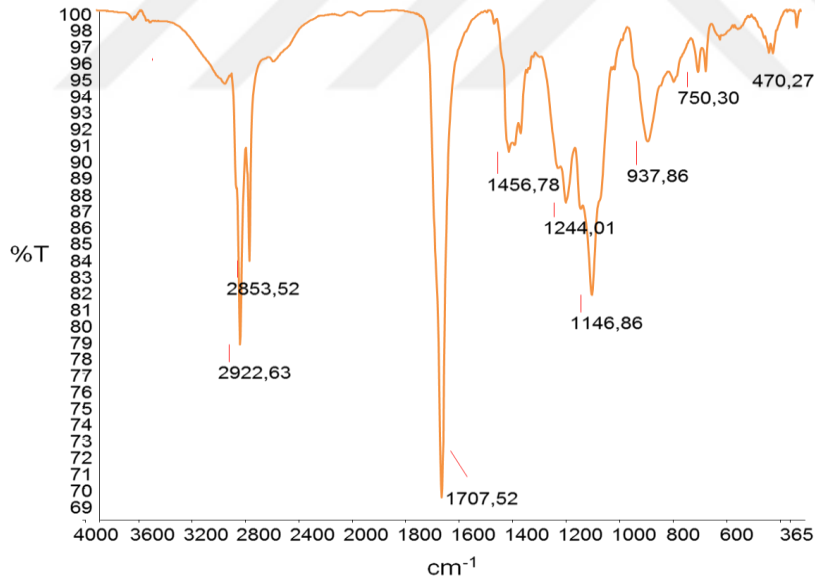
Şekil 0.48. D11 numunesi için FTIR spektrumu



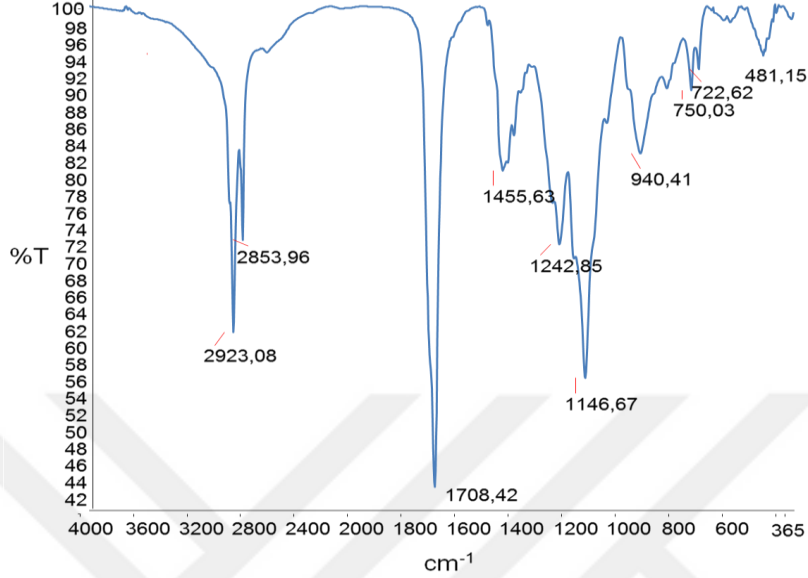
Şekil 0.49. D14 numunesi için FTIR spektrumu



Şekil 0.50. D16 numunesi için FTIR spektrumu



Şekil 0.51. D17 numunesi için FTIR spektrumu

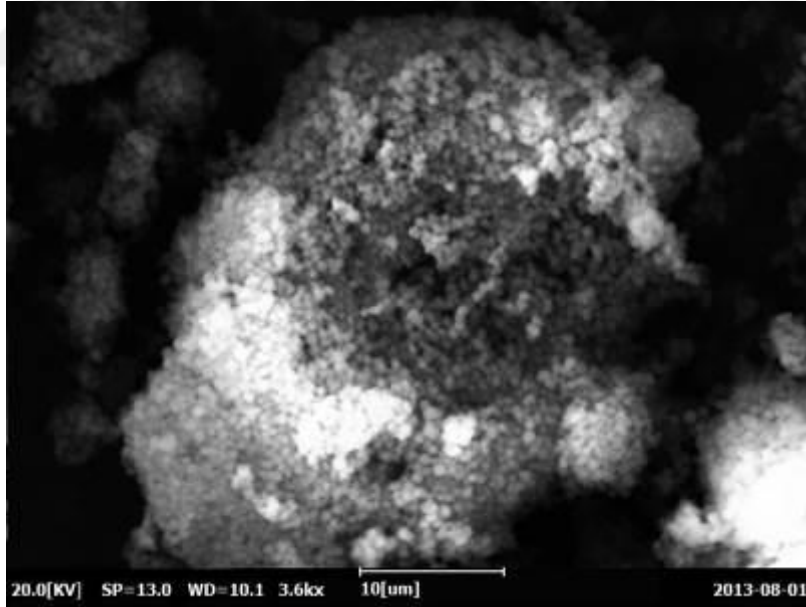


Şekil 0.52. D19 numunesi için FTIR spektrumu

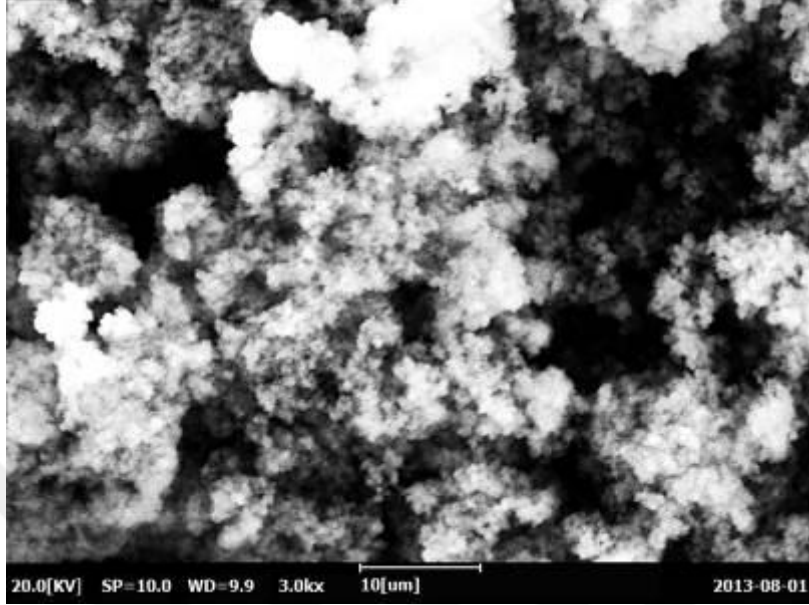
Kaprik-Miristik asit karışımına ait FTIR spektrumunda(Şekil 4.39) 1708 cm^{-1} 'de gözlemlenen pik, yağ asitlerinin C=O grubuna ait gerilme titreşimidir. –OH fonksiyonel grubundan kaynaklanan düzlem dışı eğilme titreşim ve düzlem içi gerilme titreşim bantları sırasıyla 935 ve 824 cm^{-1} 'de gözlemlenmiştir. 1400 bölgesinde görülen pikler C-H gruplarına aittir. Metil metakrilat FTIR spektrumunda (Şekil 4.40) 1719 cm^{-1} de görülen gerilme titreşimi karbonil grubuna aittir, 2950-3000 cm^{-1} dolaylarındaki gerilme titreşimleri CH_2 ve CH_3 gruplarına, 1400-1450 CH_2 ve CH_3 gruplarının eğilme titreşimi, 1157 ve 1299 cm^{-1} de ise C-O grubunun gerilme titreşimi görülmektedir. Kapsüllenmemiş ve kapsüllenmiş yağ asitlerinin spektrumları (Şekil 4.39 - 4.53) karşılaştırıldığında kabuk maddesine ait baskın piklerin varlığını koruduğunu ve FDM olarak kullanılan yağ asidi karışımının spesifik piklerinin de görüldüğü gözlemlenmiştir. Mikrokapsüllenmiş yağ asidi parçacıkların FTIR spektrumlarında kaprik asit/miristik asit ve metil metakrilat monomerinin pikleri büyük ölçüde birlikte yer almaktadır. Örneklerden alınan FTIR spektrumunda gözlemlenen bu karakteristik piklerden elde edilen

bilgiler ışığında kabuk maddesinin ve çekirdek maddesinin de kullanılan FDM olduğunu kanıtlar niteliktedir.

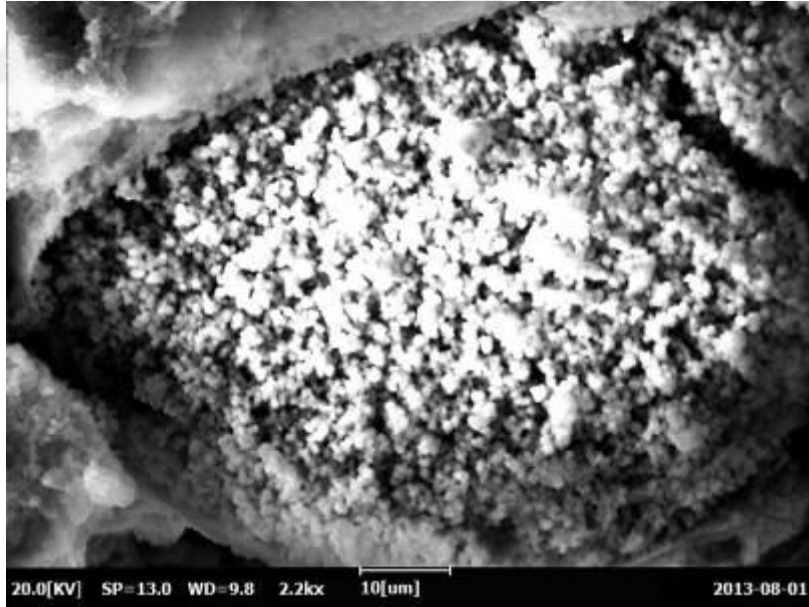
Emülsiyon polimerizasyonu ile elde edilen ilk mikrokapsülenmiş FDM adaylarının mikro yapı analizleri yapılmıştır. Şekil 4.54-4.63’de sentezlenen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelendiğinde, taneciklerinin çaplarının 1-10µm arasında olduğu gözlenmiştir. D1, D3 ve D9 mikrokapsül denemelerinin SEM analizleri alınırken, analiz öncesinde numuneler platinle kaplanamamıştır. Diğer numunelerde kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Platin kaplama işlemi yüzeydeki iletkenliği artırarak iyi görüntü elde edilebilmesi için uygulanmaktadır. Bu nedenle analizlerdeki görüntü niteliklerinde farklılıklar mevcuttur. D16 ve D17 dışındaki bütün mikrokapsül örneklerinde küresel tanecikler görülmektedir. Ayrıca mikro boyuttaki taneciklerin kapsüllenemeyen yağ asitleri nedeniyle birbirlerine yapışarak büyük küresel partiküller oluşturduğu da gözlenmiştir.



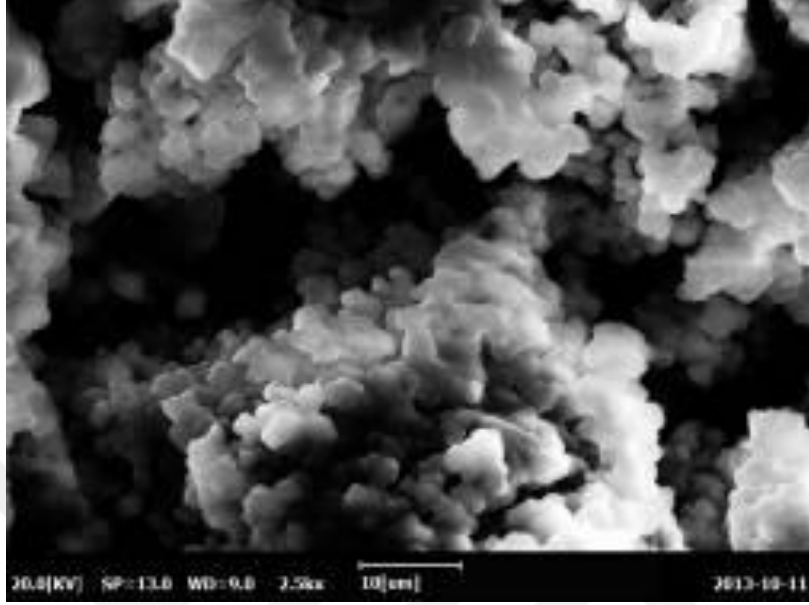
Şekil 0.53. D1 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



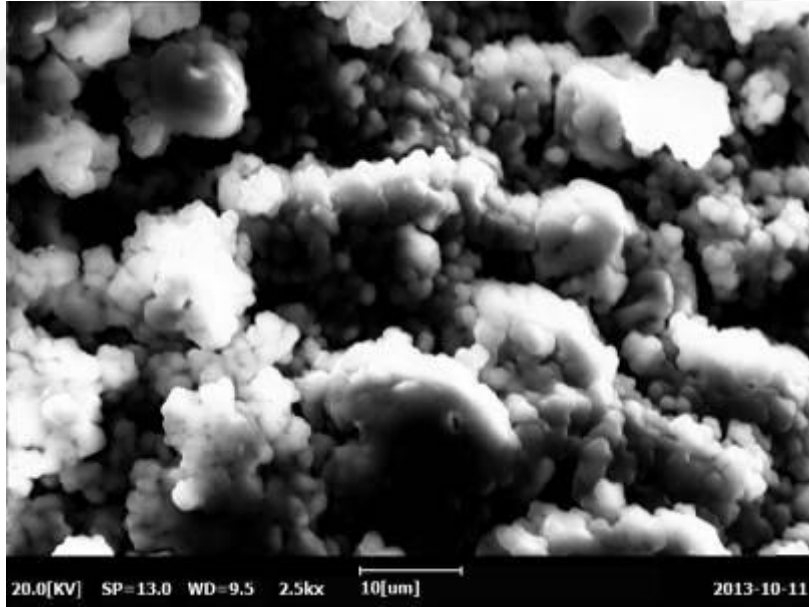
Şekil 0.54. D3 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



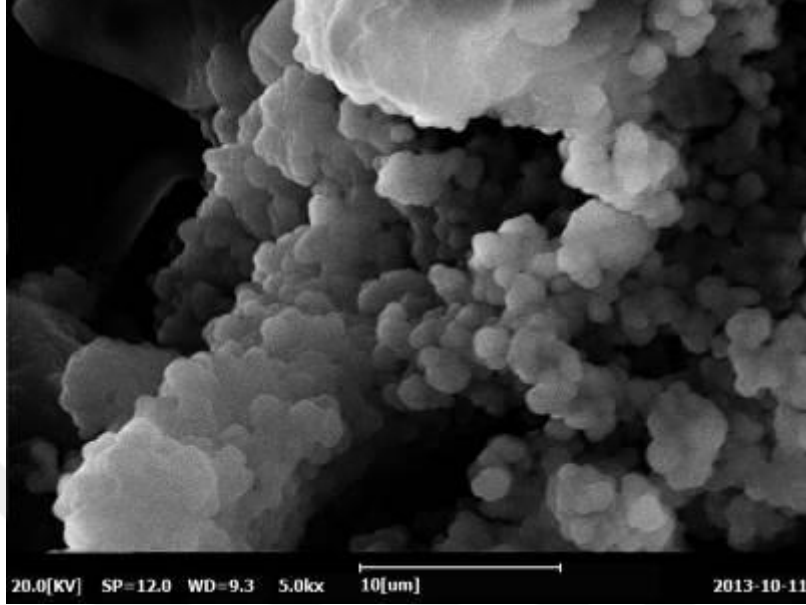
Şekil 0.55. D9 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



Şekil 0.56. D10 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



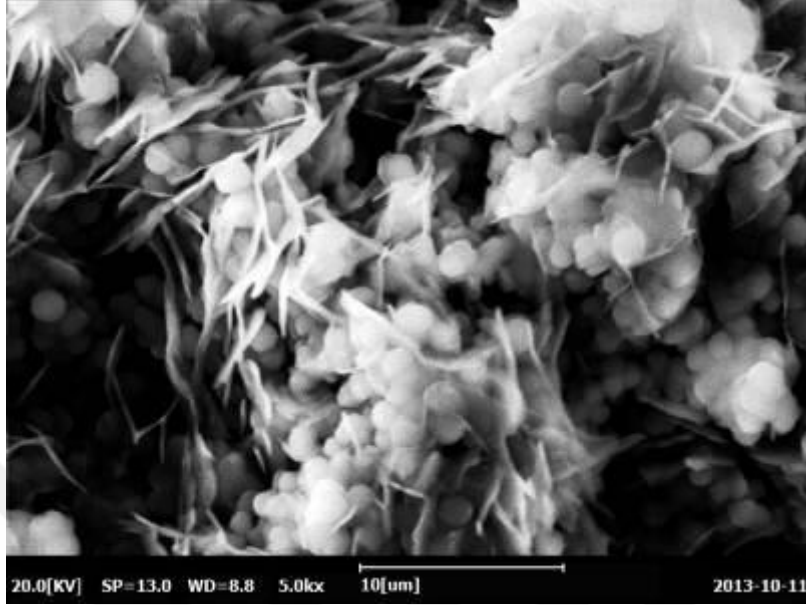
Şekil 0.57. D11 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



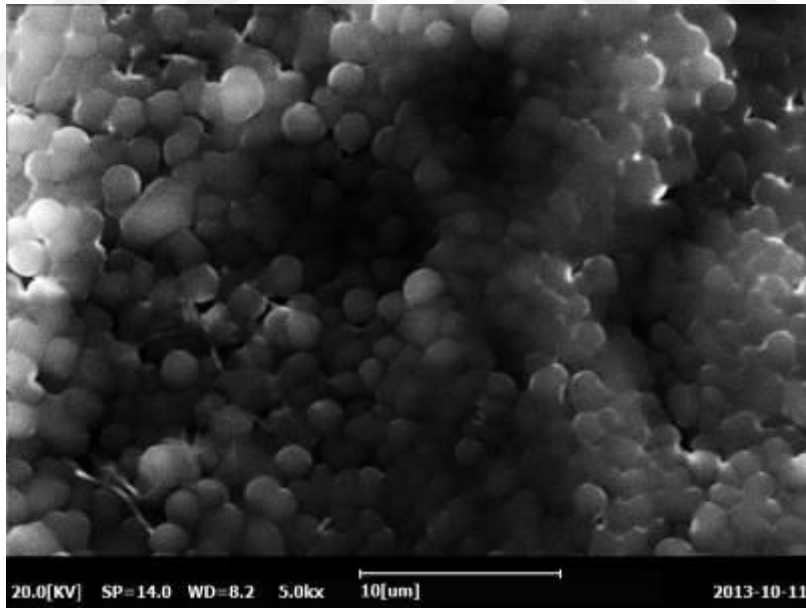
Şekil 0.58. D14 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



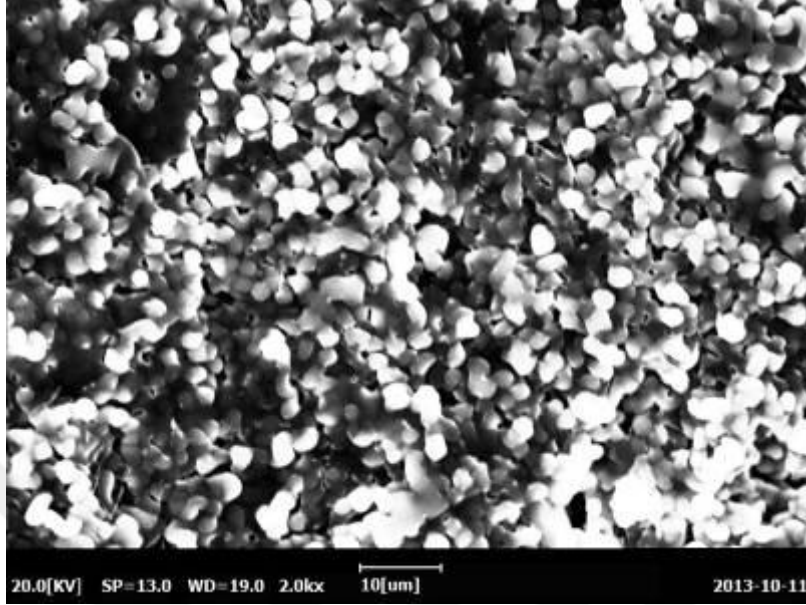
Şekil 0.59. D16 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



Şekil 0.60. D17 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü

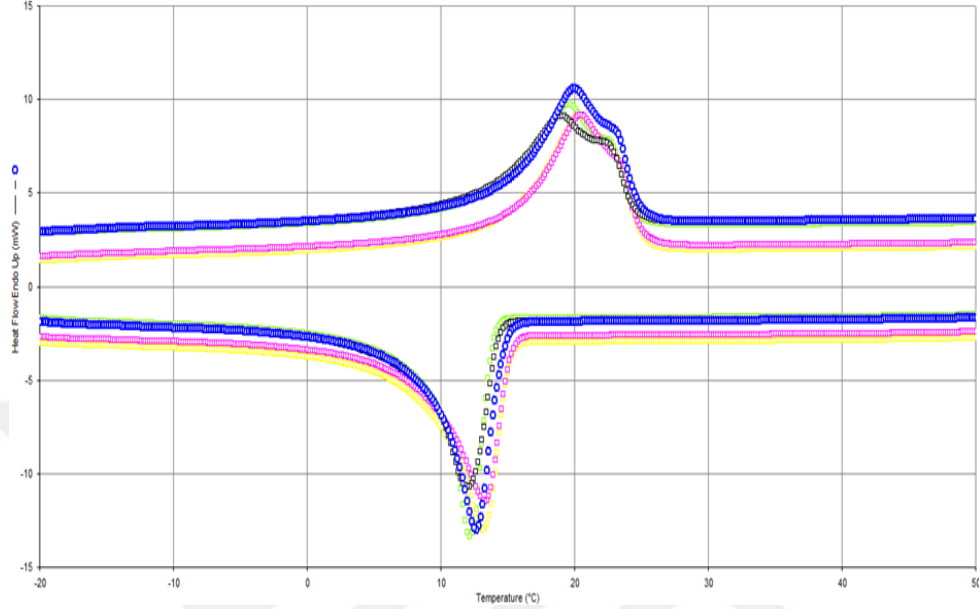


Şekil 0.61. D18 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü



Şekil 0.62. D19 kodlu mikrokapsüle ait SEM görüntüsü

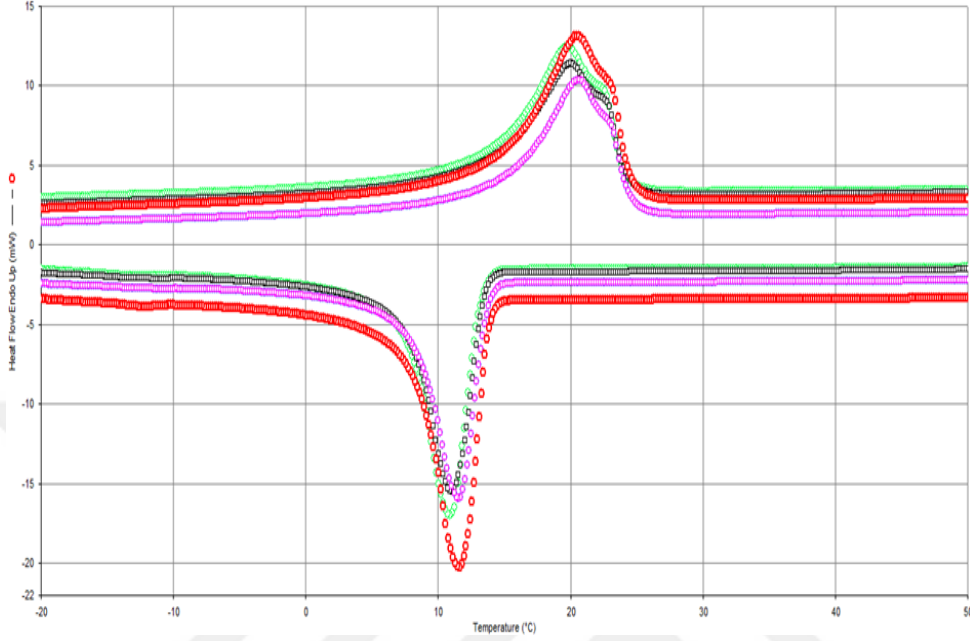
Sentezlenen mikrokapsül örneklerinin (D9-D19) 1000 termal çevrimi tamamlanmıştır. 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda alınan DSC'ler Şekil 4.64-4.71' de üst üste çakıştırarak verilmiştir. Elde edilen ΔH ve erime aralıkları da Çizelge 4.10-4.17' de gösterilmiştir. Termal çevrimlere başlamadan alınan DSC analizleri Çukurova Üniversitesi'nde yapılmıştır. Çukurova Üniversitesi'ndeki DSC cihazının fırınının bozulması nedeniyle termal çevrimlerden sonraki analizler Niğde Üniversitesi'nde tamamlanmıştır. Bu nedenle Çizelge 4.10-4.17' de gösterilen ilk ölçümlerin diğerlerinden sapma gösterdiği, diğerlerinin birbiriyle uyumlu olduğu görülmektedir. Sonuçlar incelendiğinde mikrokapsül denemelerindeki erime aralıklarında ve gizli ısı depolama kapasitelerinde belirgin bir azalma görülmediği ve termal kararlılığın korunduğu görülmüştür. Dolayısıyla bu karışımların FDM olarak uzun ömürlü kullanılabilirliğinin mümkün olduğunu söylenebilmektedir.



Şekil 0.63. D9 numunesi için 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları (pembe:200, sarı:400, mavi:600, yeşil:800, siyah:1000)

Çizelge 0.7. D9 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.

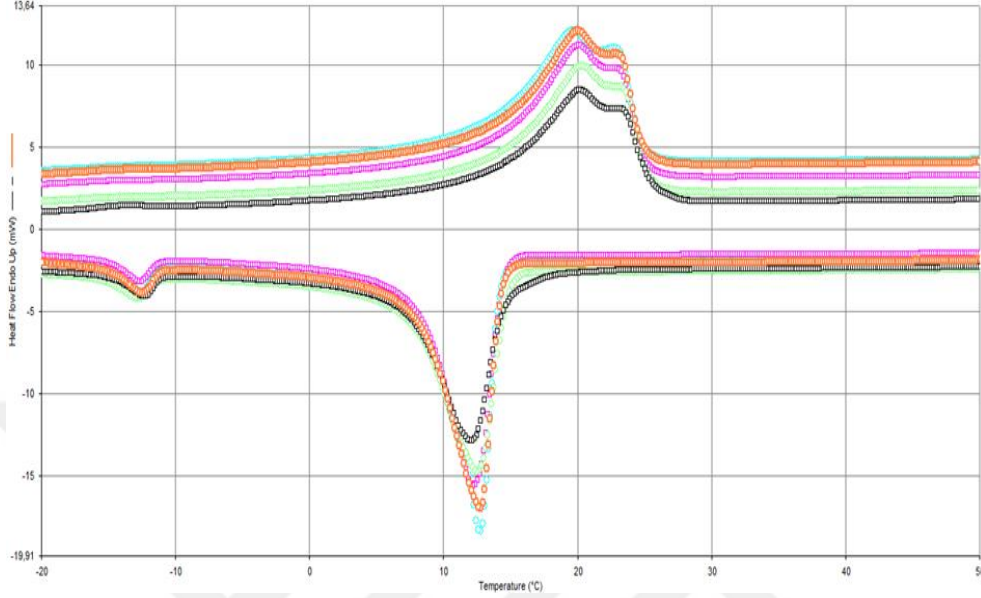
	D9	ΔH (J/g)	Erime Noktası (°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	41,6	21,47	27,68	24,33
	200	57,3	15,37	25,00	20,42
	400	61,4	15,07	24,93	20,42
	600	63,4	14,62	24,87	20,07
	800	58,0	14,01	24,43	19,58
	1000	54,9	13,10	24,47	19,11



Şekil 0.64. D10 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (yeşil: 0, siyah:200, pembe:400, turkuaz:600, mavi:800, kırmızı:1000)

Çizelge 0.8. D10 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişimi

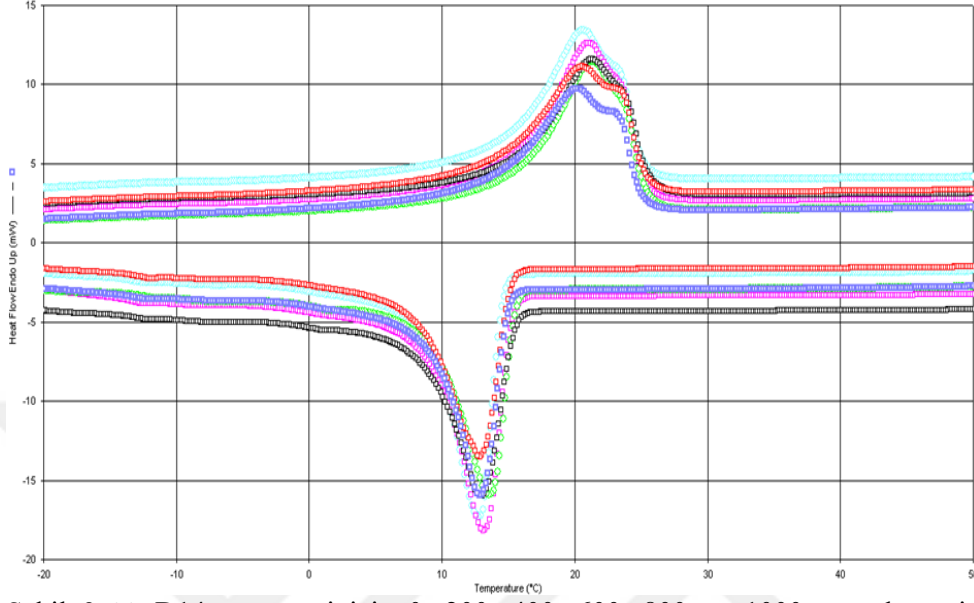
D10		ΔH (J/g)	Erime Noktası (°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	61,0	20,15	25,51	23,80
	200	70,0	15,02	24,42	20,57
	400	87,0	14,70	24,46	20,50
	600	74,7	14,35	24,15	20,19
	800	78,1	13,99	23,97	19,88
	1000	73,2	14,03	24,19	20,05



Şekil 0.65. D11 numunesi için 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (yeşil:200, pembe:400, turuncu:600, turkuaz:800, siyah:1000)

Çizelge 0.9. D11 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.

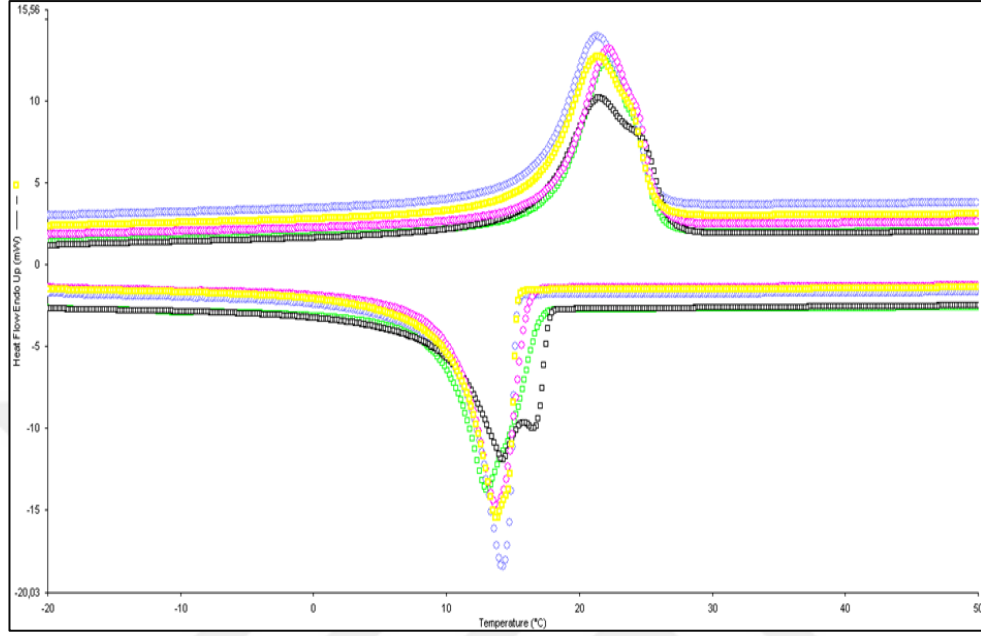
D11		ΔH (J/g)	Erime Noktası (°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	97,6	18,57	26,90	23,05
	200	76,2	13,82	25,86	20,41
	400	77,9	13,81	24,72	20,86
	600	80,0	13,80	24,70	20,04
	800	81,6	13,11	24,77	19,71
	1000	70,4	13,70	25,45	20,26



Şekil 0.66. D14 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (yeşil: 0, siyah:200, pembe:400, turkuaz:600, mavi:800, kırmızı:1000)

Çizelge 0.10. D14 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi ve erime sıcaklıklarındaki değişim.

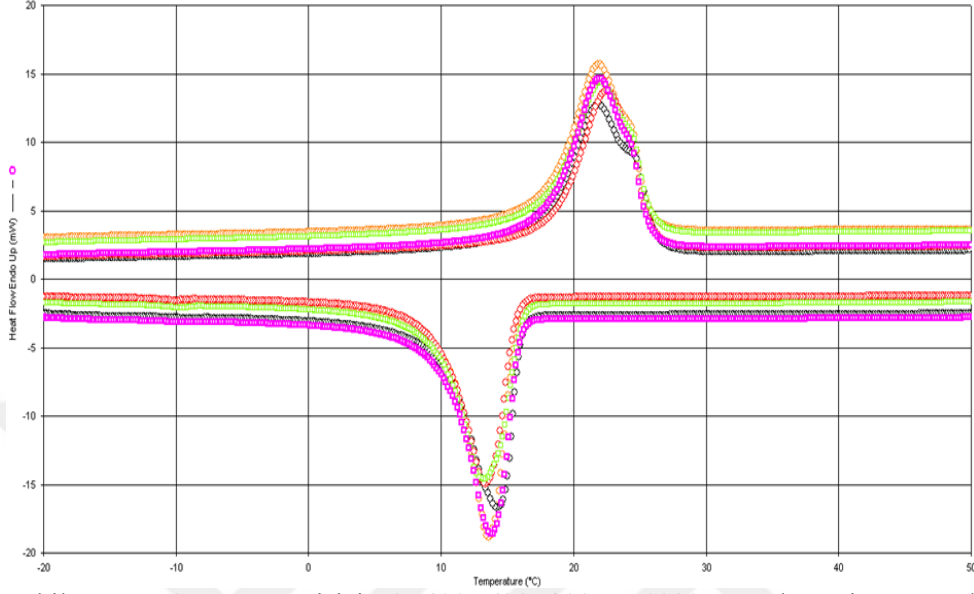
D14		ΔH (J/g)	Erime Noktası (°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	80,5	15,55	25,29	21,37
	200	76,3	15,39	25,54	21,37
	400	88,2	15,08	25,19	21,01
	600	84,7	14,66	24,99	20,69
	800	76,7	13,80	24,93	20,24
	1000	78,2	14,03	25,21	20,55



Şekil 0.67. D16 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (pembe: 0, yeşil:200, sarı:400, mavi:600, siyah:800, -:1000)

Çizelge 0.11. D16 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi ve erime sıcaklıklarındaki değişim

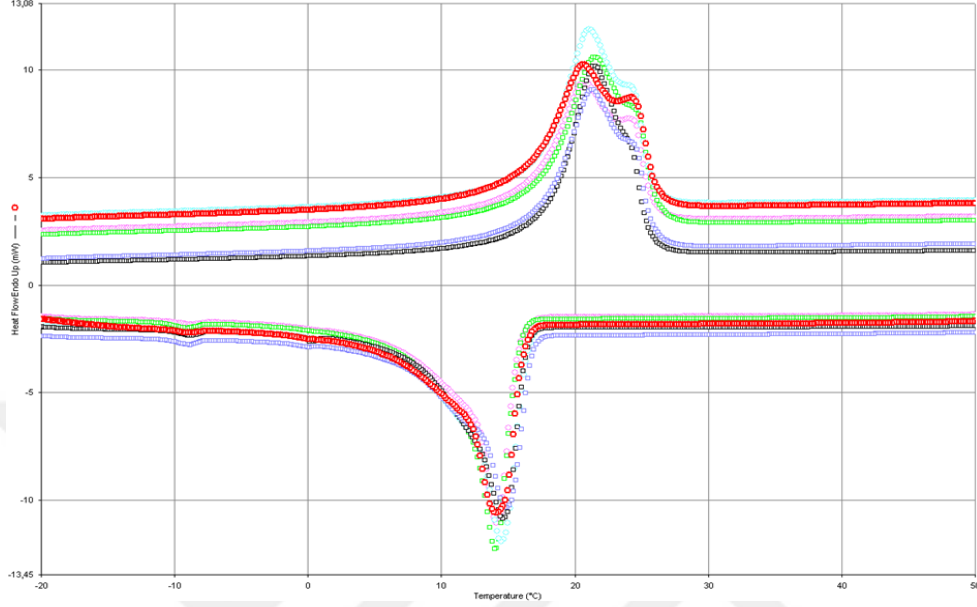
	D16	ΔH (J/g)	Erime Noktası (°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	73,1	18,04	25,91	22,19
	200	71,3	17,93	26,03	22,03
	400	75,4	16,83	25,63	21,37
	600	78,1	16,77	25,64	21,33
	800	73,2	16,70	26,74	21,55
	1000	-	-	-	-



Şekil 0.68. D17 numunesi için 0, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (kırmızı: 0, -:200, yeşil:400, pembe:600, siyah:800, turuncu:1000)

Çizelge 0.12. D17 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.

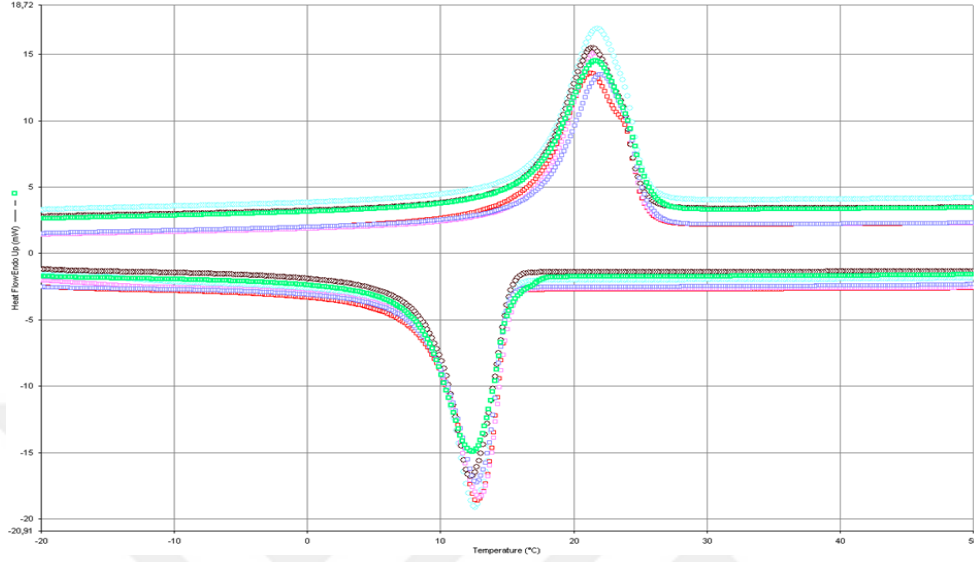
D17		ΔH (J/g)	Erime Noktası(°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	74,2	18,33	25,87	22,50
	200	-	-	-	-
	400	77,9	17,77	26,00	22,00
	600	84,0	17,89	25,72	21,97
	800	79,2	17,66	26,10	21,86
	1000	84,3	17,74	25,64	21,82



Şekil 0.69. D18 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (Siyah: 0, mavi:200, yeşil:400, turkuaz:600, pembe:800, kırmızı:1000)

Çizelge 0.13. D18 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpi, ve erime sıcaklıklarındaki değişim.

	D18	ΔH (J/g)	Erime Noktası(°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	58,1	17,53	25,55	21,31
	200	54,2	17,02	26,07	21,18
	400	60,2	16,93	26,06	21,39
	600	61,3	16,89	28,85	20,93
	800	54,3	16,08	25,77	20,62
	1000	59,7	15,99	26,38	20,64

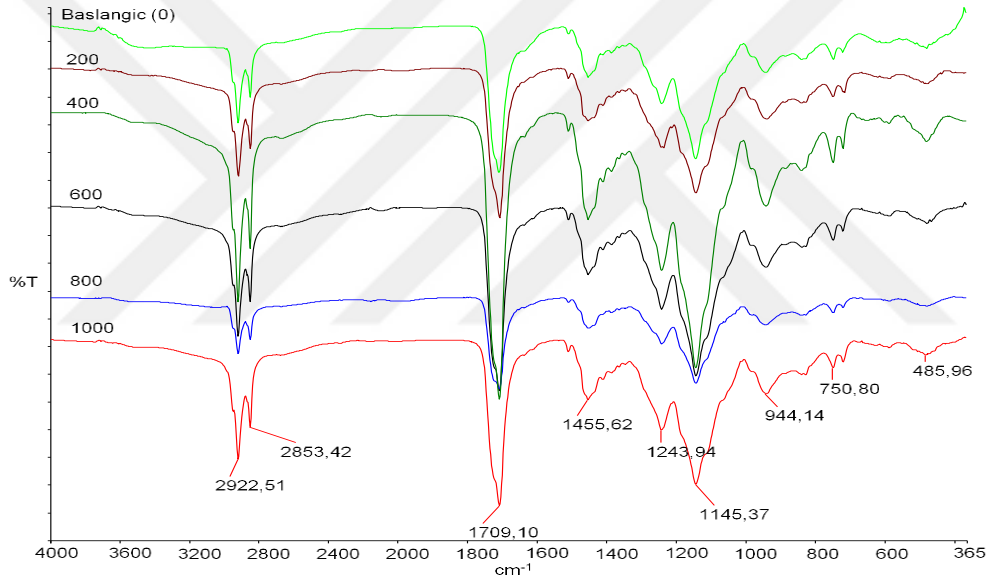


Şekil 0.70. D19 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen DSC diyagramları. (Pembe:0, mavi:200, siyah:400, turkuaz:600, yeşil:800, kırmızı:1000)

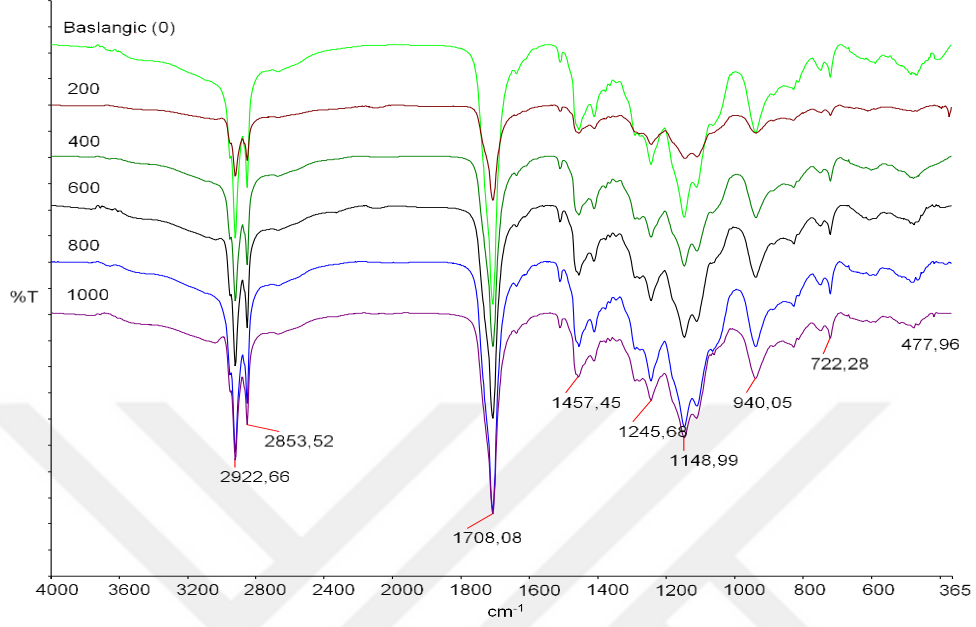
Çizelge 0.14. D19 numunesi için başlangıç, 200, 400, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda DSC verilerinden elde edilen erime entalpisi ve erime sıcaklıklarındaki değişim.

D19		ΔH (J/g)	Erime Noktası(°C)		
			Onset	End	Peak
Çevrim Sayısı	Başlangıç	90,8	17,15	25,31	21,53
	200	81,7	17,33	25,69	22,00
	400	86,0	16,88	25,05	21,48
	600	87,9	17,14	25,36	21,78
	800	86,7	16,72	25,86	21,67
	1000	88,4	16,54	25,31	21,32

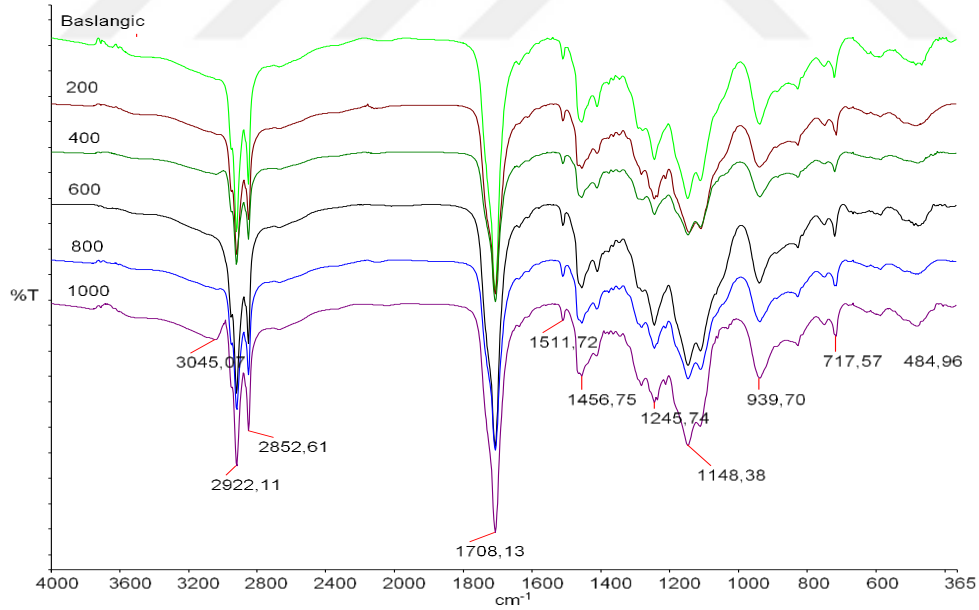
Mikrokapsüllerin termal çevrimler sonrasındaki kimyasal kararlılıklarının değişip değişmediğini incelemek üzere her 200 çevrimde bir FTIR analizleri yapılarak elde edilen spektrumlar değerlendirilmiştir (Şekil 4.72- 4.79). Örneklerin her 200 termal çevrim sonrasında alınan FTIR spektrumları 0. Çevrim FTIR spektrumu ile karşılaştırıldığında gözlemlenen karakteristik piklerin korunduğu belirgin bir farklılığın olmadığı gözlemlenmektedir. Bu değerlendirmenin bir sonucu olarak mikrokapsül örneklerinin kimyasal kararlılıklarının korunduğu ve uzun süreli kullanım için uygun olabileceği düşünülmektedir.



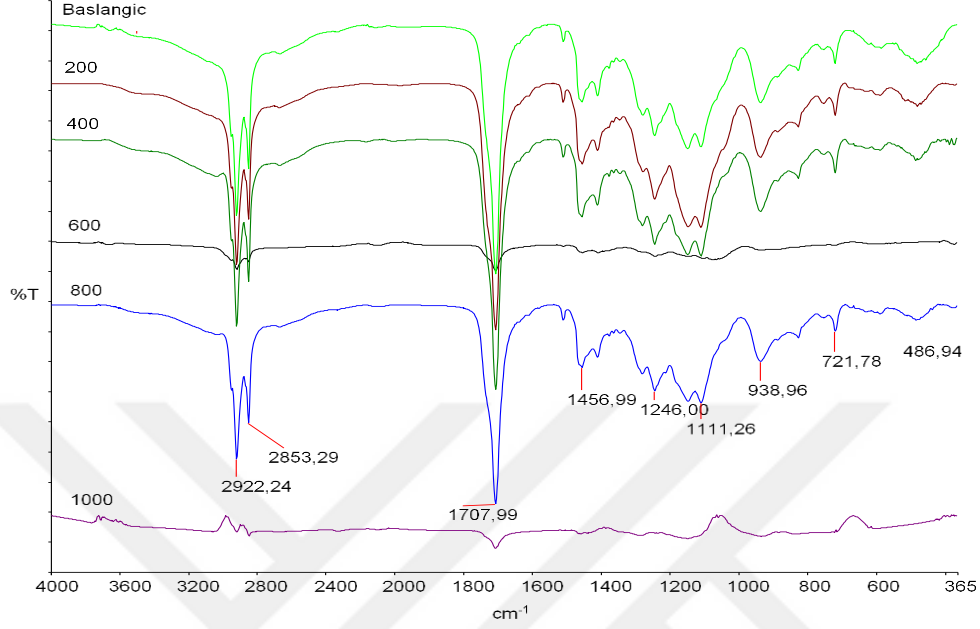
Şekil 0.71. D9 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri



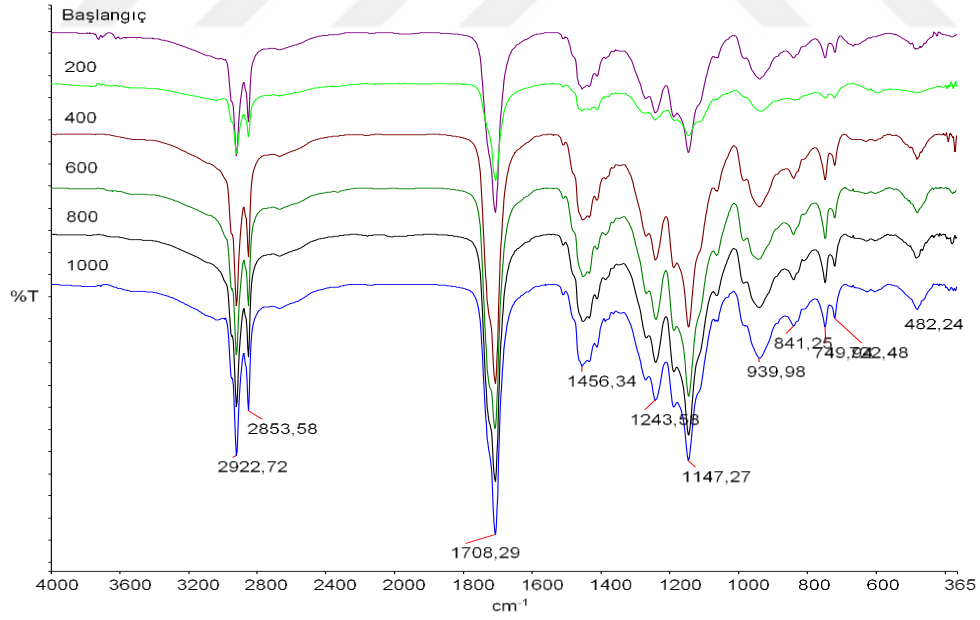
Şekil 0.72. D10 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri



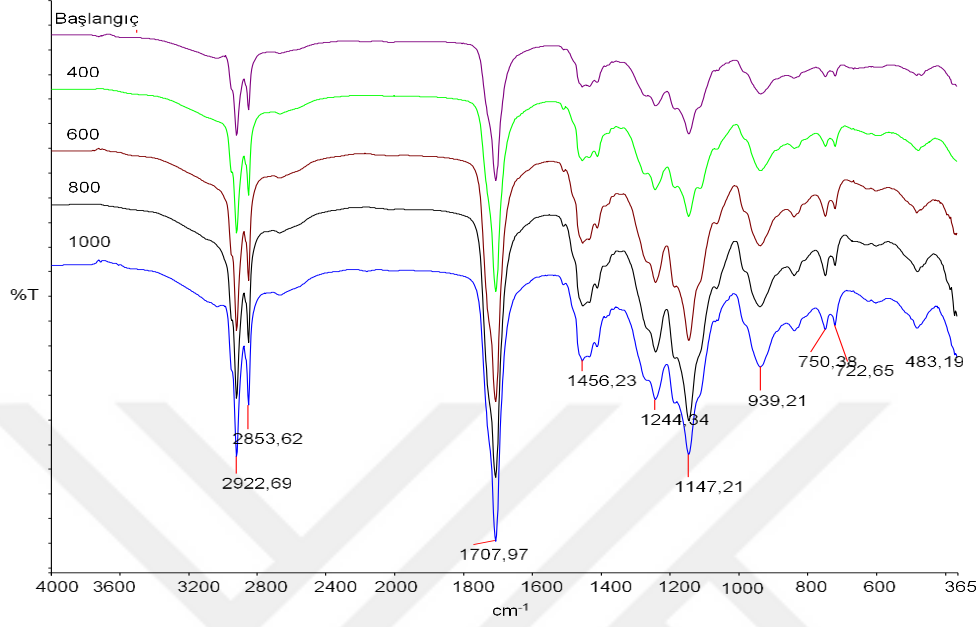
Şekil 0.73. D11 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri



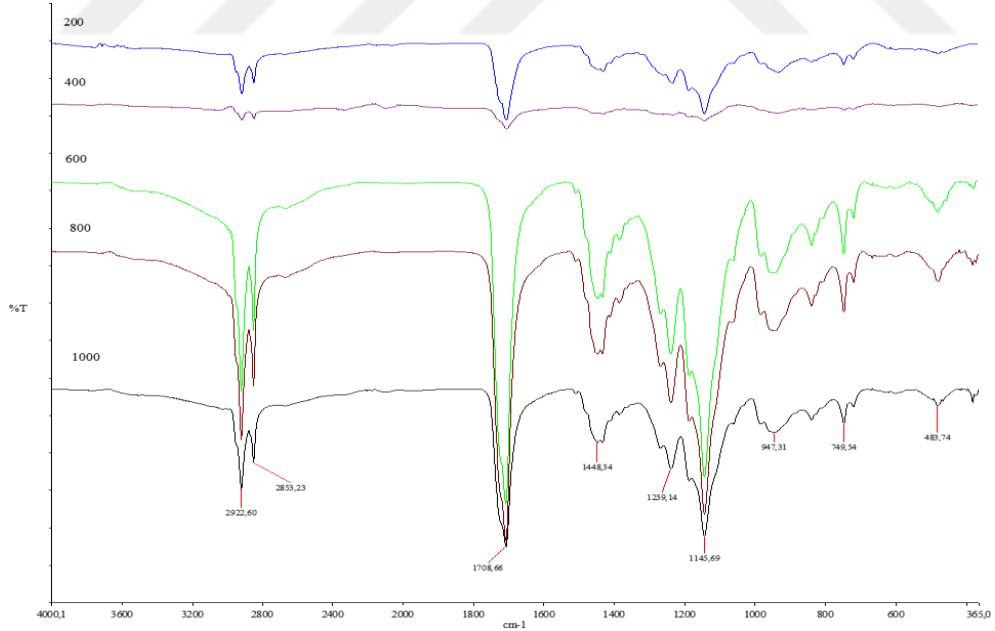
Şekil 0.74. D14 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri



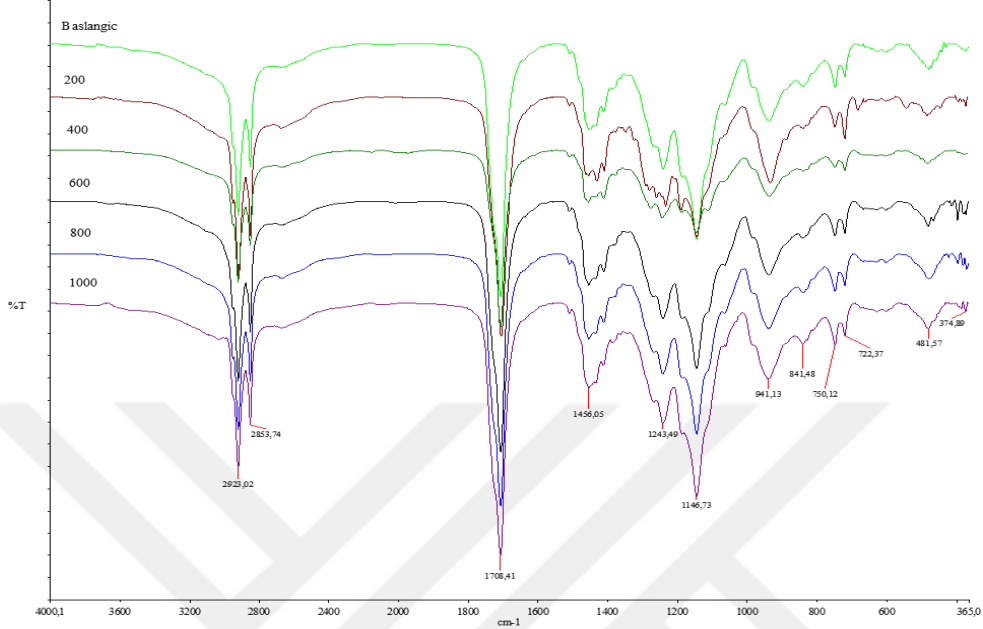
Şekil 0.75. D16 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri



Şekil 0.76. D17 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri



Şekil 0.77. D18 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri



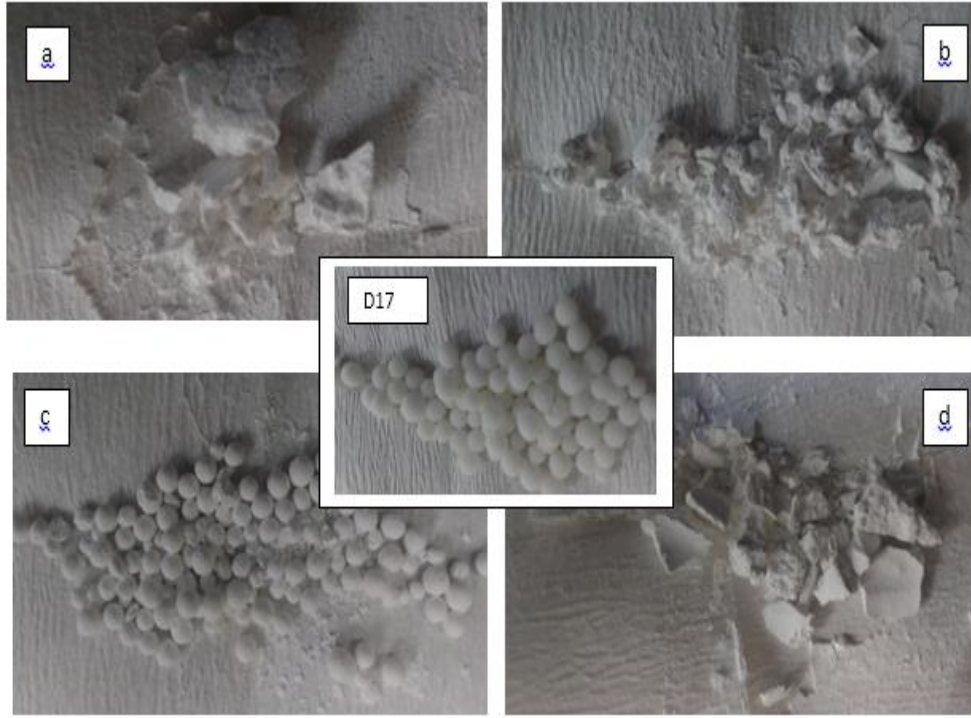
Şekil 0.78. D19 numunesi için 0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim sonunda elde edilen FTIR analizleri

İlk denemeler sonrasında kapsül örneklerinin yapışarak daha büyük küresel partiküller oluşturması ve kapsüllerin kuruduktan sonra koku yayması gibi sorunlar meydana gelmiştir. Bu sorunların giderilmesi için kapsülleme yöntemi değiştirilmeksizin ara basamaklarda aşağıda ayrıntıları verilen işlemlerle mikrokapsüllerin amaca uygun bir şekilde iyileştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda 20 yeni deneme gerçekleştirilmiştir. Çizelge 4.18’de denemeler için verilen kodlar ve aşağıda harflerle belirtilen iyileştirme koşulları verilmiştir.

a. Yıkama İşleminde Yapılan Değişiklikler

Yapışıklık probleminin giderilmesi için farklı organik çözücülerle yıkama işlemi gerçekleştirilmiştir. Organik çözücü olarak aseton, metanol, n-hekzan ve toluen kullanılmıştır. Şekil 4.80’ de D17 numunesinin organik çözücülerle yıkayıp kurutulduktan sonraki görüntüleri gösterilmektedir. Aseton, metanol ve toluenle yıkanan D17 kodlu mikrokapsül örneğine bakıldığında taneciklerin bu çözücülerle

parçalanıp toz halini aldığı görülmektedir. n-hekzanla yıkanan örnekte ise diğer çözücülerde görünen etki görülmemekle birlikte parçalanmalar mevcuttur. Bu nedenle çözücülerin mikrokapsüllerin kabuk kısmına zarar verebileceği düşünülmektedir. Kapsüllenemeyen yağ asidini uzaklaştırmak için organik çözücülerle yıkama işlemi yerine yağ asidinin erime noktasından yüksek sıcaklığa çıkarılan saf suyla yıkama işleminin gerçekleştirilmesine ve yıkama suyu miktarının artırılmasına karar verilmiştir.



Şekil 0.79. D17 numunesinin organik çözücülerle yıkandıktan sonraki görüntüsü (a:aseton, b:metanol, c:n-hekzan ve d:toluen)

b. Emülsiyon Hazırlama

Üç farklı emülsiyon hazırlama yöntemi kullanılmıştır. İlk yöntemde yüzey aktif madde, yağ asidi ve su 50°C - 3000 dev/dk hızda karıştırılmış daha sonra bu

karışımın üzerine monomer, komonomer ve çapraz bağlayıcı karışımı yavaş yavaş eklenerek yağ emülsiyonu hazırlanmıştır. İkinci yöntemde ise monomer, komonomer, yüzey aktif madde ve çapraz bağlayıcı su içerisinde 50°C ve 3000 dev/dk' da karıştırmaya başlanmış yarım saat sonra yağ asidi karışıma azar azar eklenmiştir. Son yöntemde monomer, komonomer, yüzey aktif madde ve çapraz bağlayıcı su içerisinde 50°C ve 3000 dev/dk' da 1 saat karıştırılmıştır. Başlatıcılar ortama eklendikten hemen sonra yağ asidi damla damla eklenmiştir.

c. Ultrasonik Homojenizatör Kullanılması

Yağ-su emülsiyonunda parçacıkların koloidal kararlılığını sağlamak için karıştırma işleminde ultrasonik homojenizatör kullanımının etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla Bandelin marka ultrasonik karıştırıcı kullanılarak yapılan denemeler sonrasında süzüntüde yağ ve yağlı partikül oluşumu gözlemlenmiştir. Bu sonucun karıştırma esnasında ısıl kontrolün sağlanamamasından dolayı yağ asidinin tam olarak kapsüllenememesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

d. Reaksiyon Sıcaklığının Değiştirilmesi

Emülsiyon ortamına başlatıcı eklendiğinde sulu fazda radikaller oluşur ve bu radikaller sulu fazda çözülmüş monomer moleküllerine eklenerek oligoradikallere dönüşür. Bu noktada bir veya daha fazla mekanizma parçacık nükleasyonu **polimer** parçacıklarını oluşturmak üzere başlar. Emülsiyon polimerizasyonu ile yapılan ilk denemelerde reaksiyon sıcaklığı 80 °C'de tutularak gerçekleştirilmiştir. Reaksiyon kabı sıcaklığı değiştirilerek 70 ve 90°C'de ayrı ayrı denemeler yapılmış ve polimerleşme üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

e. Kurutma Yöntemi

Bir önceki denemelerde inkübatörde kurutulan mikrokapsül örneklerinin kuruması esnasında hava sirkülasyonunun olmayışının koku problemine yol açtığı

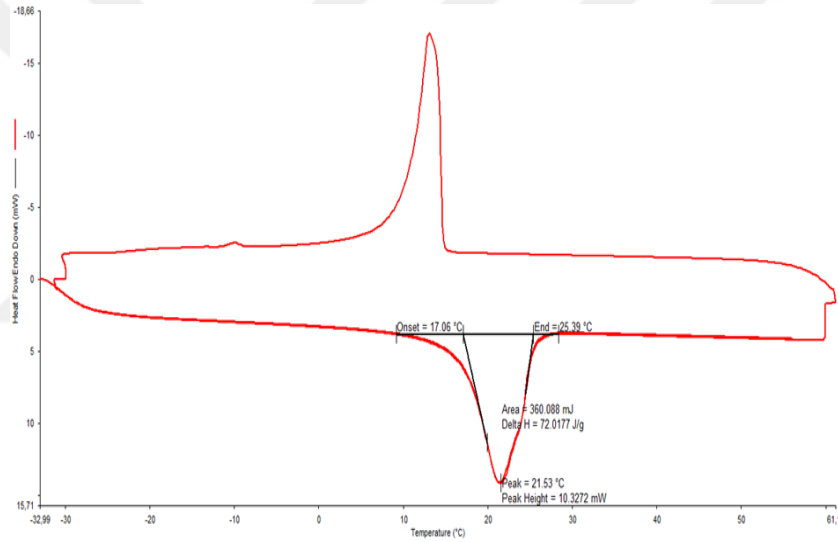
düşünülmektedir. Bu nedenle reaksiyon bitiminde bol saf suyla yıkanan partiküller açık havada kurumaya bırakılmıştır. Sonuçlar değerlendirildiğinde sorunun büyük ölçüde giderildiği gözlemlenmiştir.

Çizelge 0.15. Emülsiyon polimerizasyonu ile yapılan ikinci mikrokapsülleme deneyleri

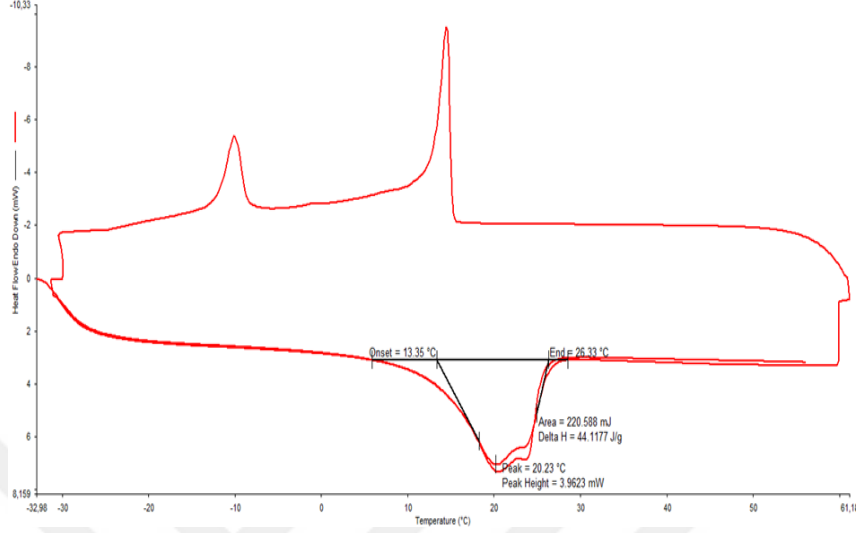
Kod	Yağ asidi Miktarı (g)	Komonomer	Yağ asidi: MMA oranı	Monomer	Komonomer %	İyileşme için İşlem numarası
D21*	50	GM	1:1	MMA	10	a,b,d
D22	50	2-HEA	1:1	MMA	5	a,b,d
D23	25	2-HEA	1:2	MMA	10	a,b,d
D24	25	GM	1:2	MMA	5	a,b,d
D25	50	2-HEA	1:1	MMA	5	a,b,c,d
D26	50	2-HEA	1:1	MMA	5	a,b,c,d
D27	50	GM	1:1	MMA	10	a,b,d
D28	50	2-HEA	1:1	MMA	1	a,d,e
D29	25	2-HEMA	1:2	MMA	5	a,e
D30	25	2-HEMA	1:2	MMA	5	a,c,e
D31	25	2-HEMA	1:2	MMA	5	a,d,e
D32*	75	2-HEMA	1,5:1	MMA	5	a,d,e
D33*	25	2-HEMA	1:2	MMA	5	a,b,d,e
D34*	25	2-HEMA	1:2	MMA	5	a,b,d,e
D35	25	2-HEMA	1:2	MMA	5	a,b,d,e
D36*	25	MA	1:2	MMA	10	a,d,e
D37*	25	MA	1:2	MMA	5	a,b,d,e
D38	50	-	1:1	Stiren	-	a,e
D39	50	2-HEMA	1:1	Stiren	5	a,e
D40	50	2-HEA	1:1	Stiren	1	a,e

(* ile gösterilen mikrokapsül denemelerinde kapsül oluşumu gözlenmemiştir.)

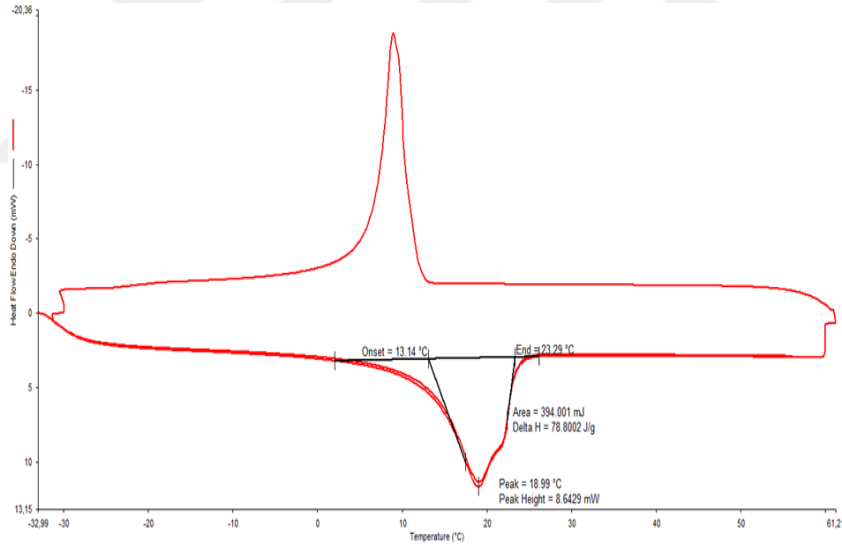
İyileştirme sonrasında üretilen 20 mikrokapsül denemesinin termal analizi DSC analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.81-4.94’ de verilen DSC analizlerinden elde edilen gizli ısı ve erime aralıkları Çizelge 4.19 ‘da verilmiştir. Ayrıca numunelerin yağlı olmalarından kaynaklanan yüksek entalpi değerlerini kontrol etmek için kağıt testi yapılmıştır. Bu test ile numunelerin bir kağıt üstünde bekletilip, yağı emme davranışları gözlenerek gerçekleştirilmiştir. Çizelge 4.19’da kağıt testi sonrasında mikrokapsüllerin yağlı olup olmadığına dair notlar da yer almaktadır.



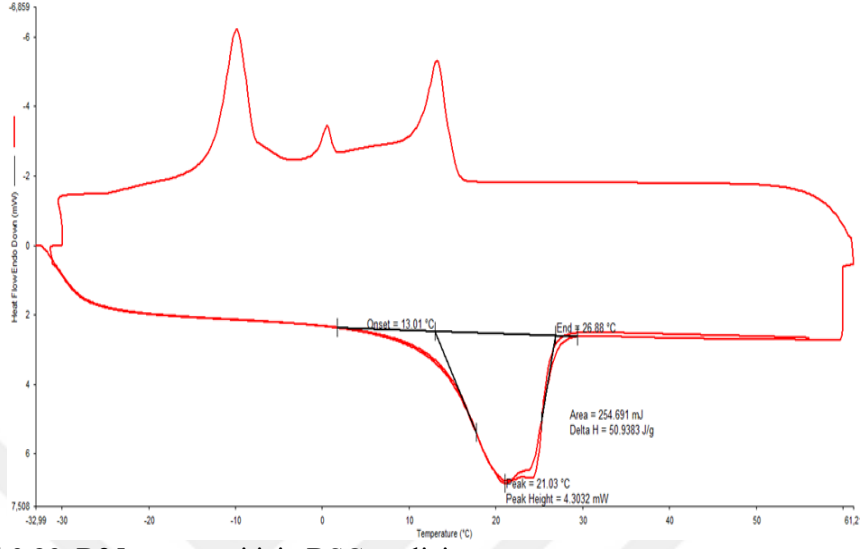
Şekil 0.80. D22 numunesi için DSC analizi



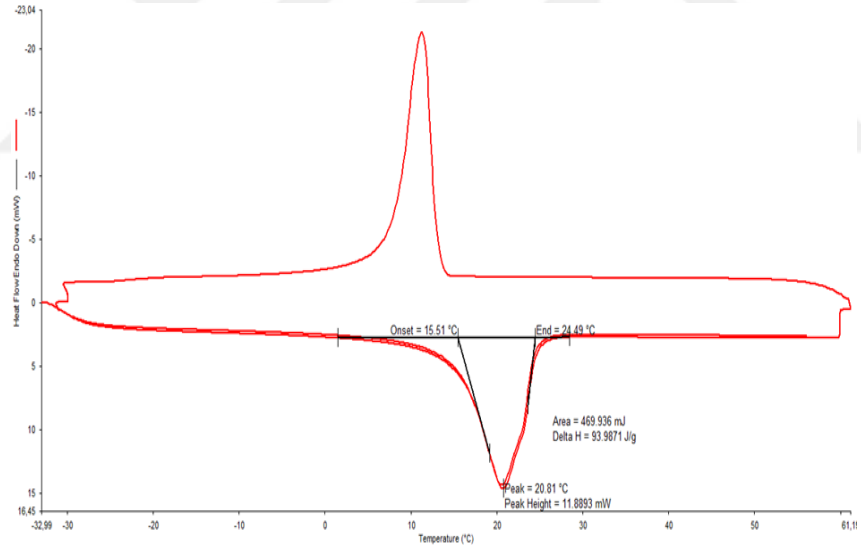
Şekil 0.81. D23 numunesi için DSC analizi



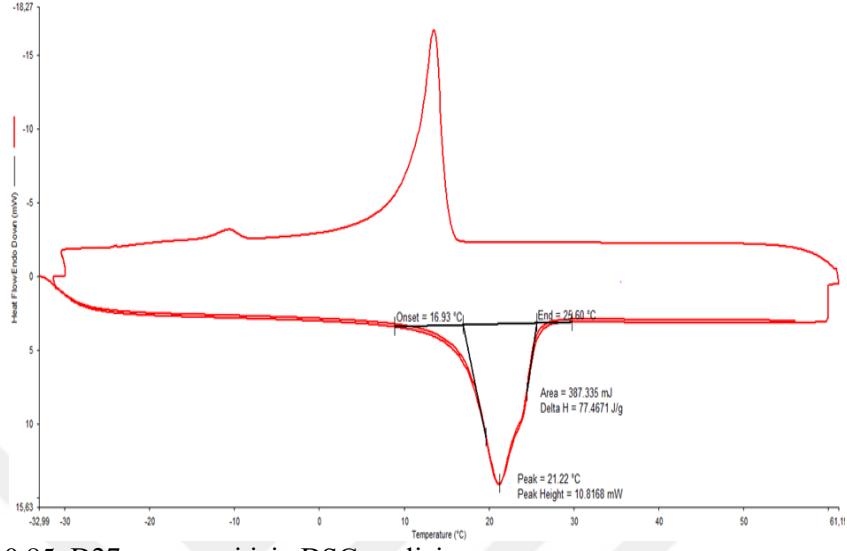
Şekil 0.82. D24 numunesi için DSC analizi



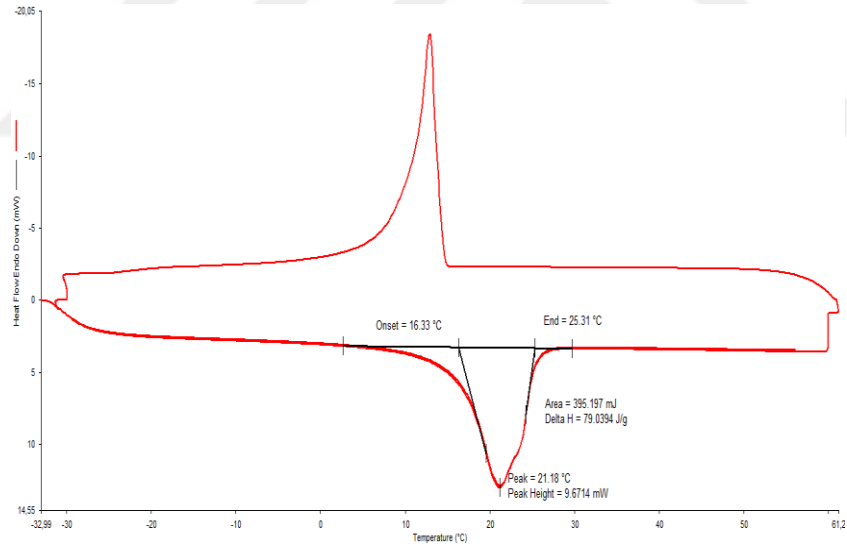
Şekil 0.83. D25 numunesi için DSC analizi



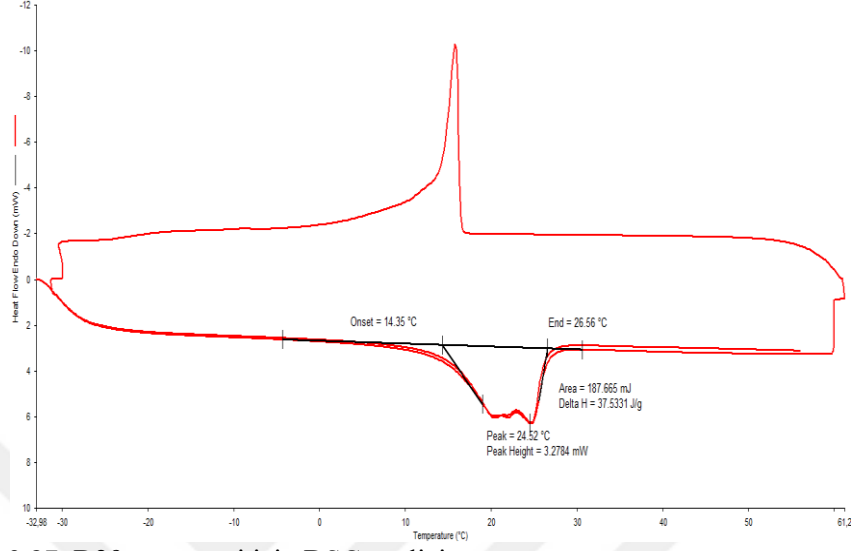
Şekil 0.84. D26 numunesi için DSC analizi



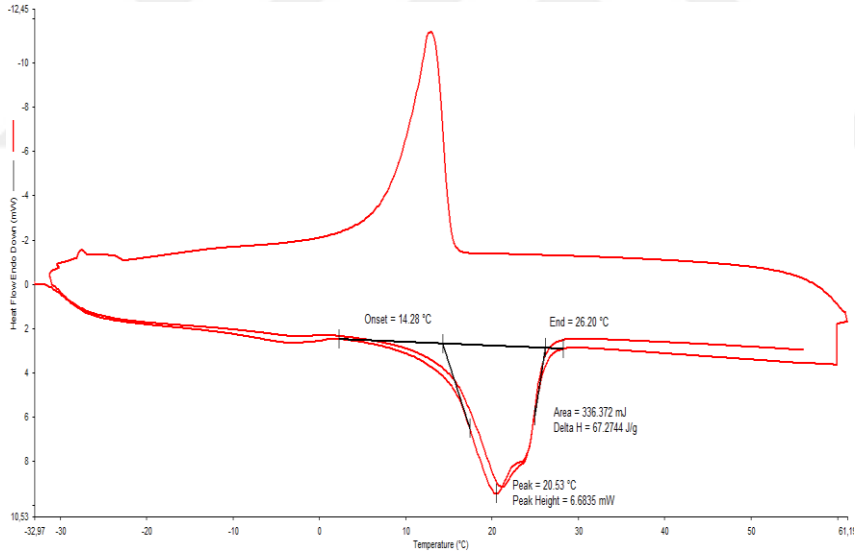
Şekil 0.85. D27 numunesi için DSC analizi



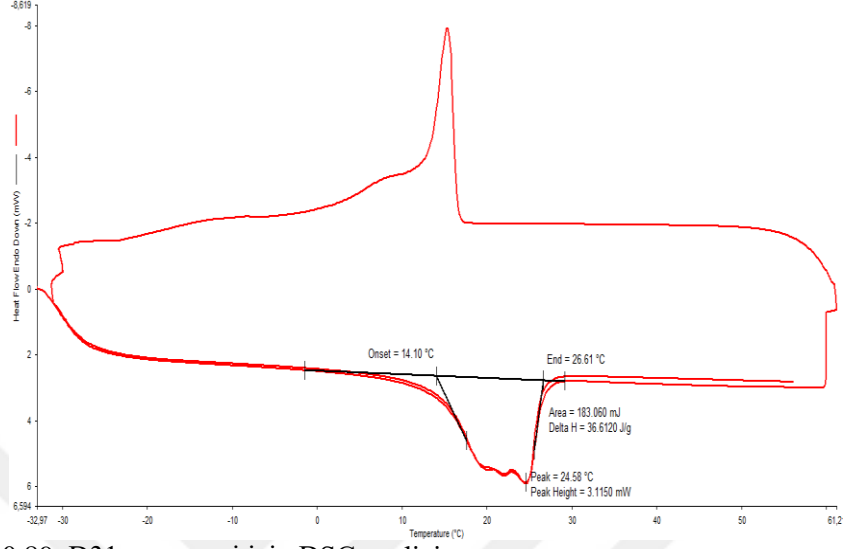
Şekil 0.86. D28 numunesi için DSC analizi



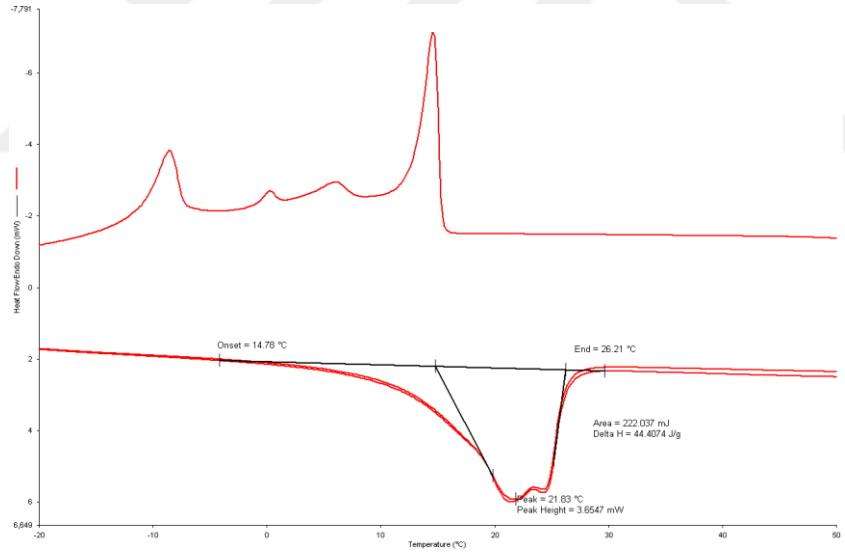
Şekil 0.87. D29 numunesi için DSC analizi



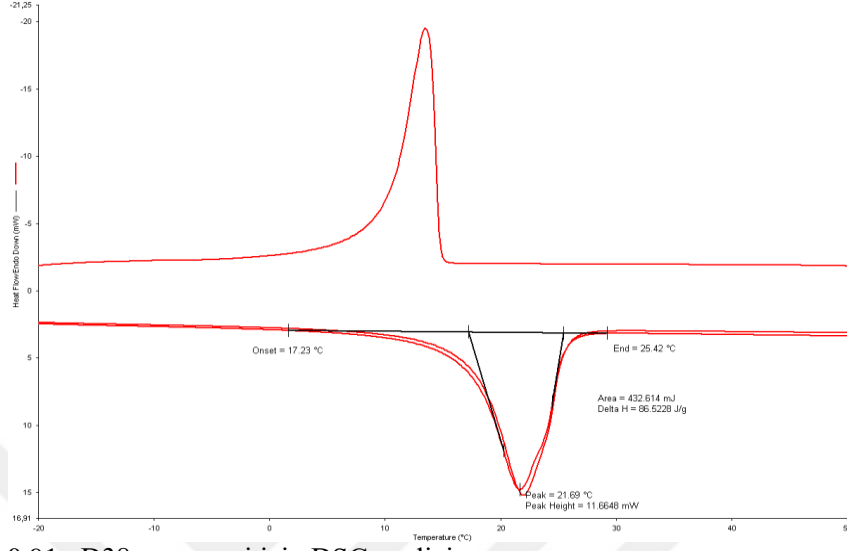
Şekil 0.88. D30 numunesi için DSC analizi



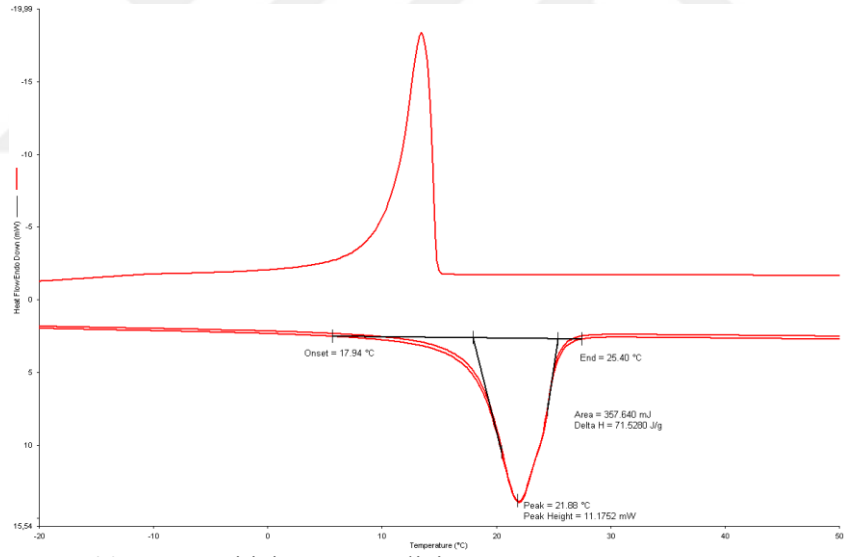
Şekil 0.89. D31 numunesi için DSC analizi



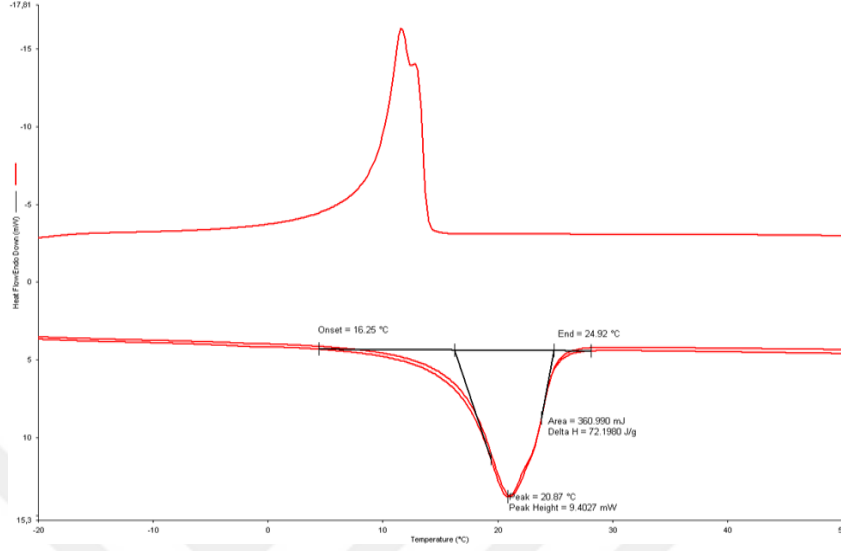
Şekil 0.90. D35 numunesi için DSC analizi



Şekil 0.91. D38 numunesi için DSC analizi



Şekil 0.92. D39 numunesi için DSC analizi



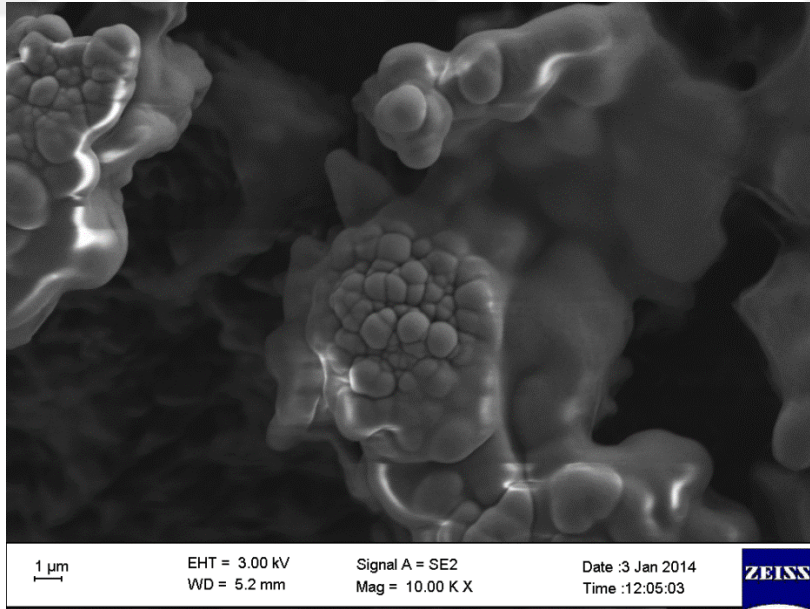
Şekil 0.93. D40 numunesi için DSC analizi

Çizelge 0.16. Emülsiyon polimerizasyonu ile gerçekleştirilen ikinci mikrokapsül denemelerinden elde edilen gizli ısı, erime aralığı ve etkin madde yükleme kapasitesi değerleri

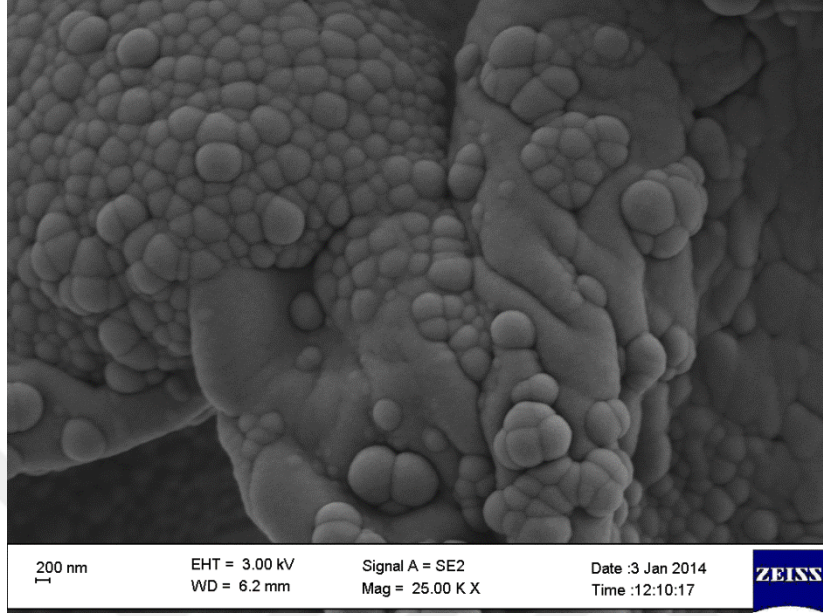
Kod	ΔH Kapsüllenmemiş FDM (J/g)	ΔH Kapsüllenmiş FDM (J/g)	Erime aralıkları (°C) (onset/end)	Etkin Madde Yükleme Kapasitesi (%)	Kağıt testi
D22	155,7	72,0	17,1/25,4	46,2	yağlı
D23	155,7	44,1	13,5/26,3	28,3	-
D24	155,7	78,8	13,1/23,3	50,6	yağlı
D25	155,7	50,9	13,0/26,9	32,6	-
D26	155,7	94,0	15,5/24,5	60,3	yağlı
D27	155,7	77,5	17,0/25,6	49,8	yağlı
D28	155,7	79,0	16,3/25,3	50,7	yağlı
D29	155,7	37,5	14,3/26,6	24,1	-
D30	155,7	67,3	14,3/26,2	43,2	-
D31	155,7	36,6	14,1/26,6	23,5	-
D35	155,7	44,4	14,8/26,2	28,5	-
D38	155,7	86,5	17,2/25,4	55,5	-
D39	155,7	71,5	17,9/25,4	45,9	-
D40	155,7	72,2	16,2/24,9	46,4	-

D38, D39 ve D40 denemelerinde monomer olarak metil metakrilat yerine stiren kullanılmıştır. Ayrıca D38 kapsül denemesi komonomer kullanılmadan gerçekleştirilmiştir. DSC sonuçları değerlendirildiğinde yağlı olan numunelerin entalpilerinin yağsız olanlara göre daha yüksek olduğu saptanmaktadır. Ancak monomer olarak stirenin kullanıldığı numunelerin yağsız olmasına rağmen, bütün kapsül denemeleri içinde, yağlı olanlardan bile daha yüksek entalpiye (86,5 J/g) sahip olduğu görülmektedir.

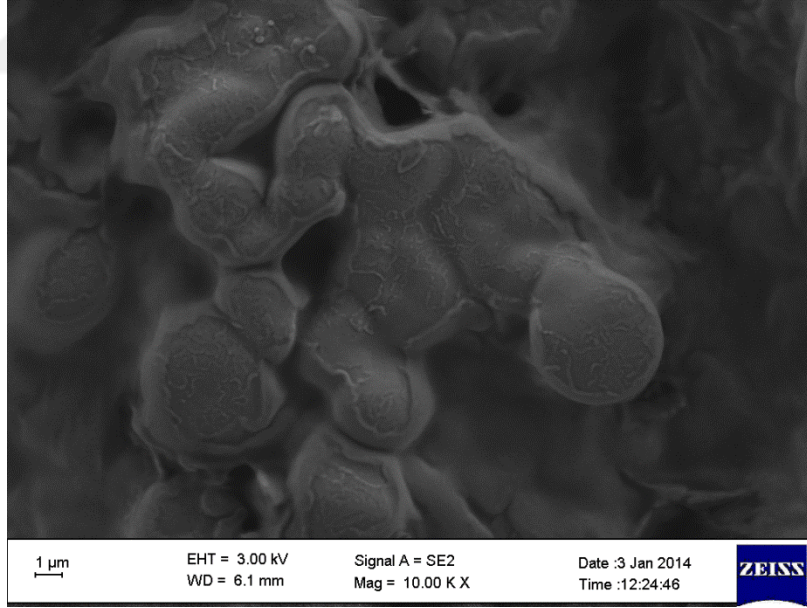
Mikrokapsüllerin SEM analizleri yapılmış, Şekil 4.95- 4.108’de verilmiştir. SEM analizleri alınırken, analiz öncesinde D24, D29, D30 ve D31 dışındaki bütün numuneler platinle kaplanamamıştır. Platin kaplama işlemi yüzeydeki iletkenliği artırarak iyi görüntü elde edilebilmesi için uygulanmaktadır. Bu nedenle analizlerdeki görüntülerinde ışık yansımaları mevcuttur. D29, D31, D35 ve D39 mikrokapsül örneklerinde düzgün küresel tanecikler görülmüştür. Bu küresel tanecikler 150nm -1µm arasındaki boyutlardadır.



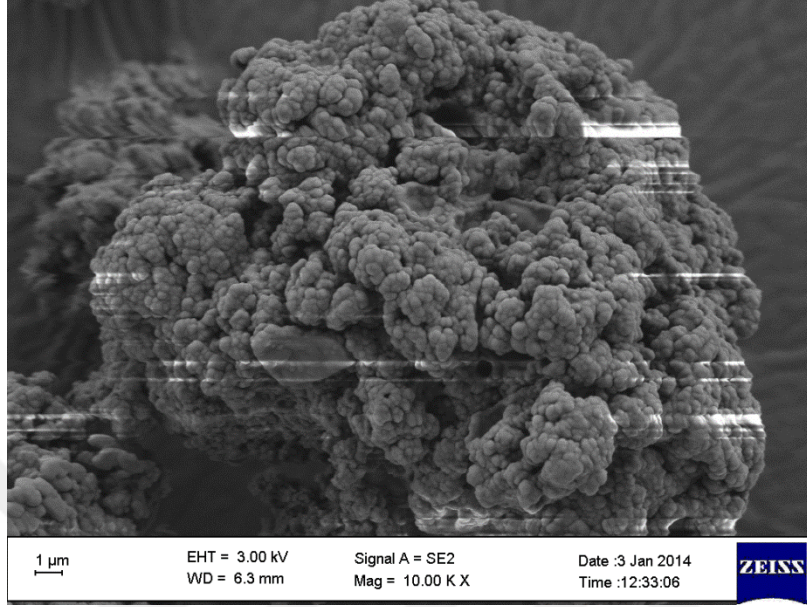
Şekil 0.94. D22 numunesi için SEM görüntüsü



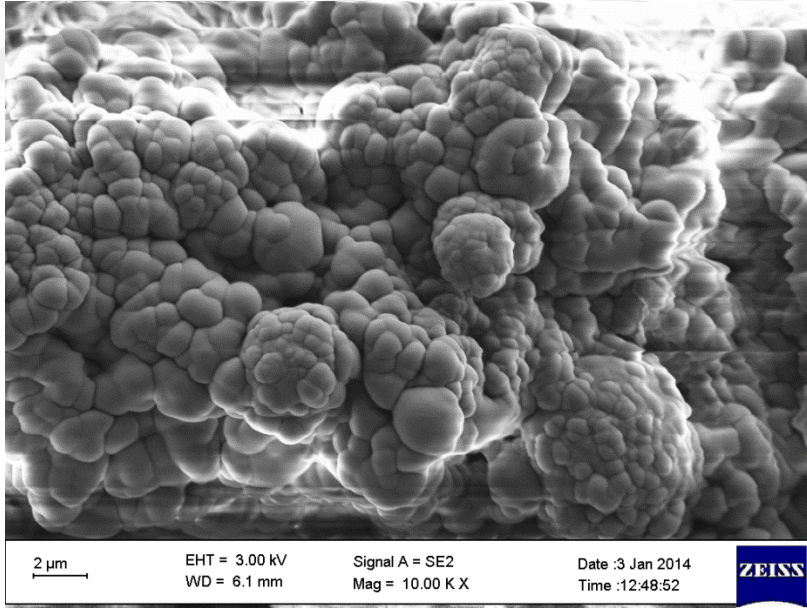
Şekil 0.95 . D23 numunesi için SEM görüntü



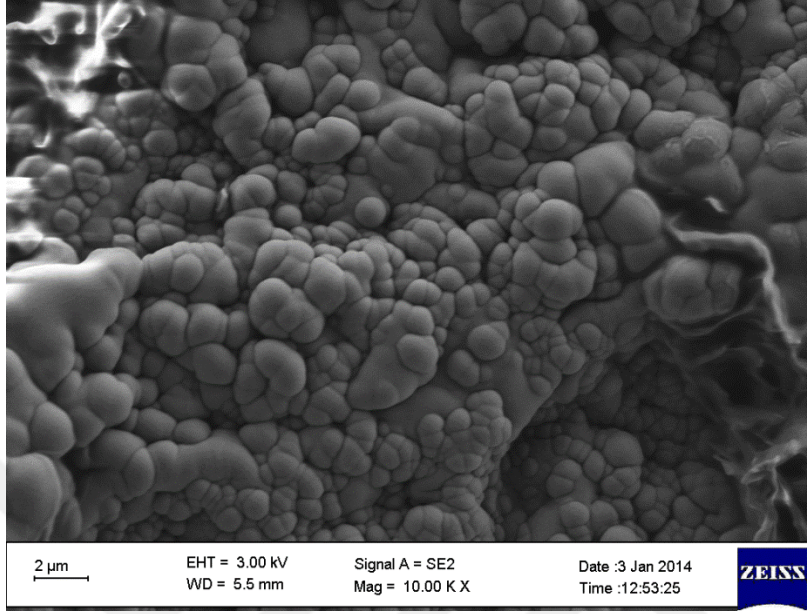
Şekil 0.96. D24 numunesi için SEM görüntüsü



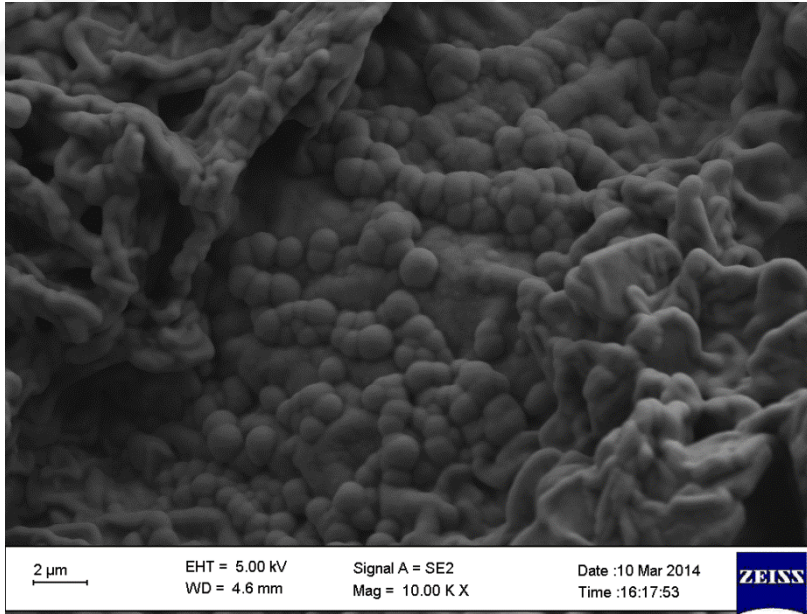
Şekil 0.97. D25 numunesi için SEM görüntüsü



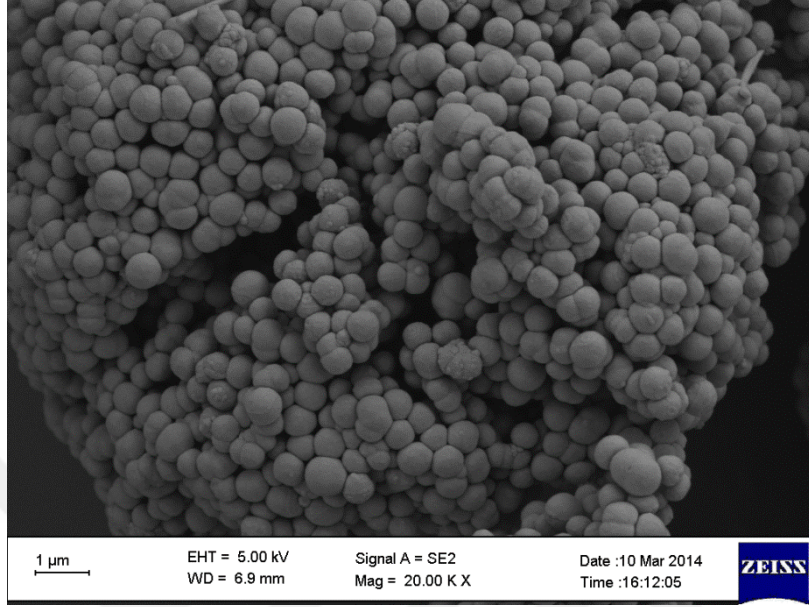
Şekil 0.98. D26 numunesi için SEM görüntüsü



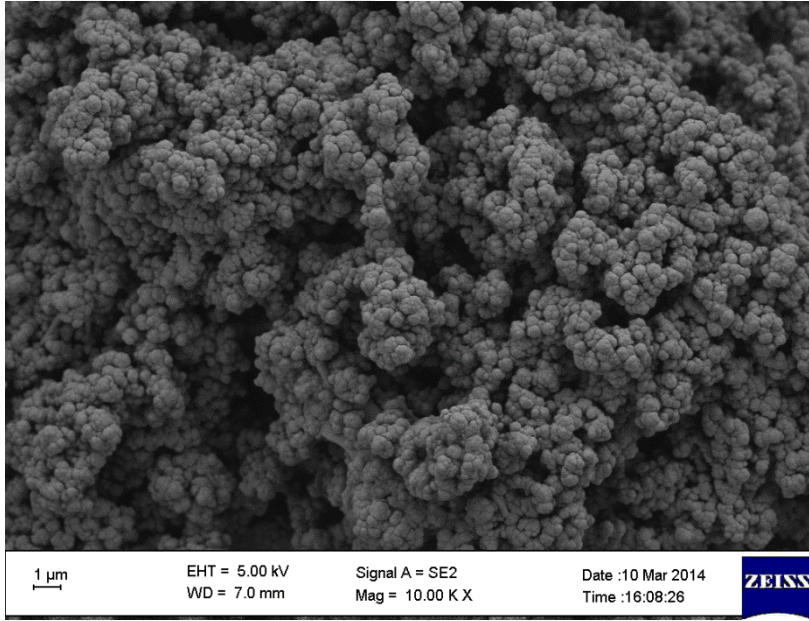
Şekil 0.99. D27 numunesi için SEM görüntüsü



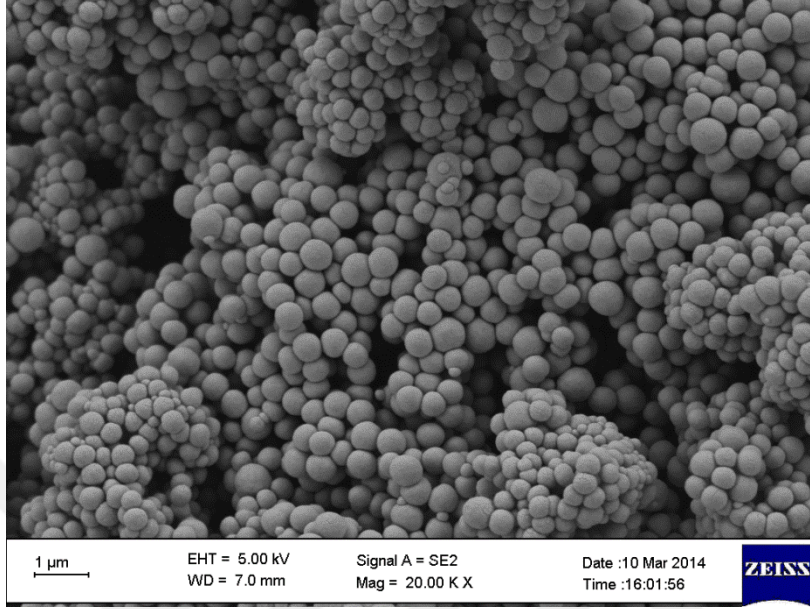
Şekil 0.100. D28 numunesi için SEM görüntüsü



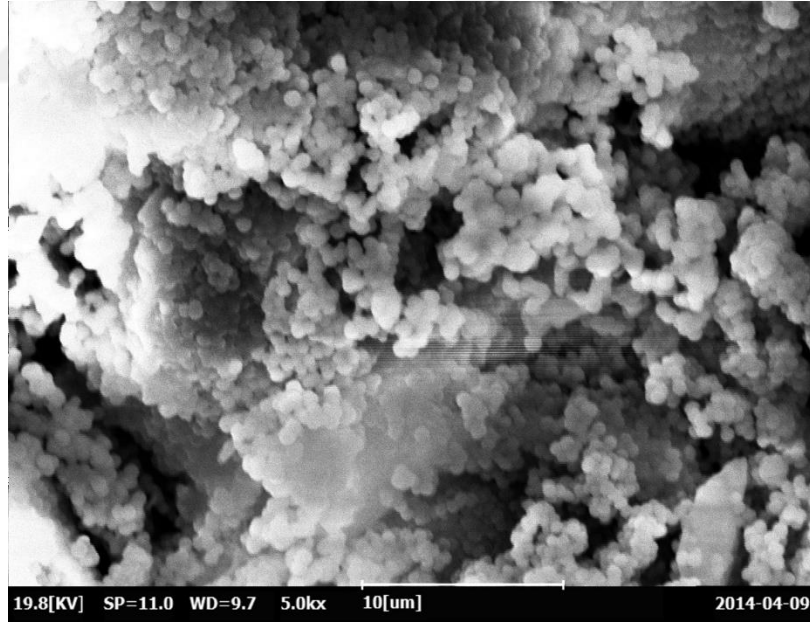
Şekil 0.101. D29 numunesi için SEM görüntüsü



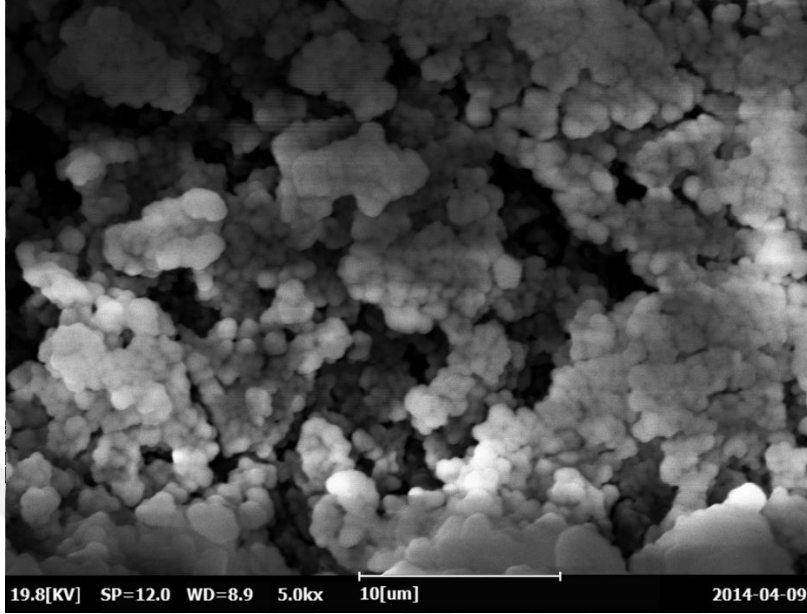
Şekil 0.102. D30 numunesi için SEM görüntüsü



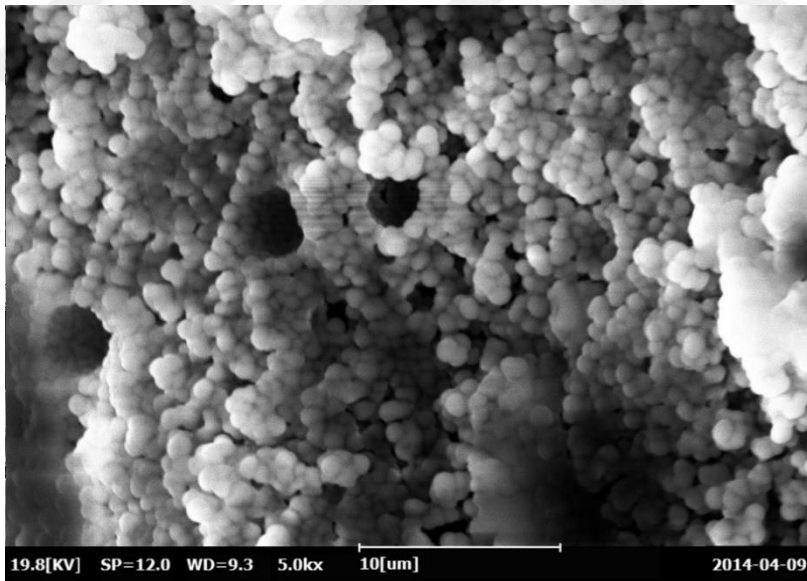
Şekil 0.103. D31 numunesi için SEM görüntüsü



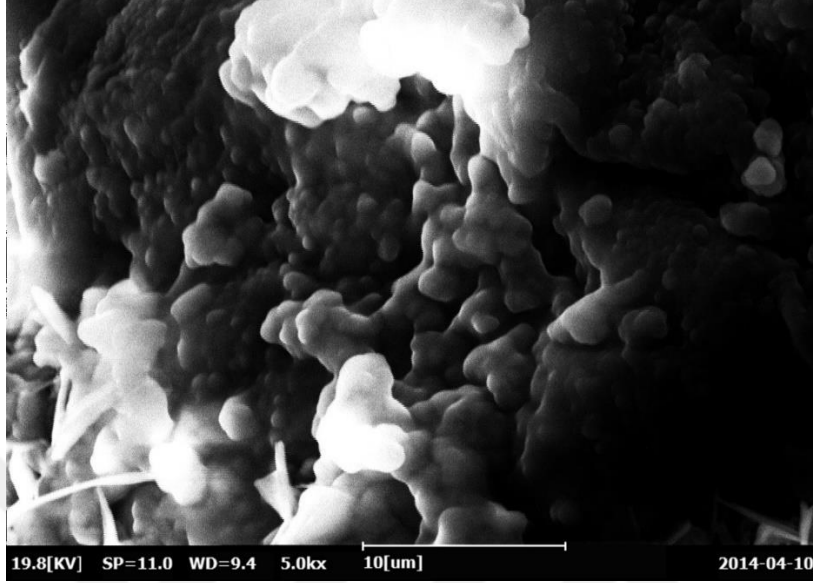
Şekil 0.104. D35 numunesi için SEM görüntüsü



Şekil 0.105. D38 numunesi için SEM görüntüsü



Şekil 0.106. D39 numunesi için SEM görüntüsü



Şekil 0.107. D40 numunesi için SEM görüntüsü

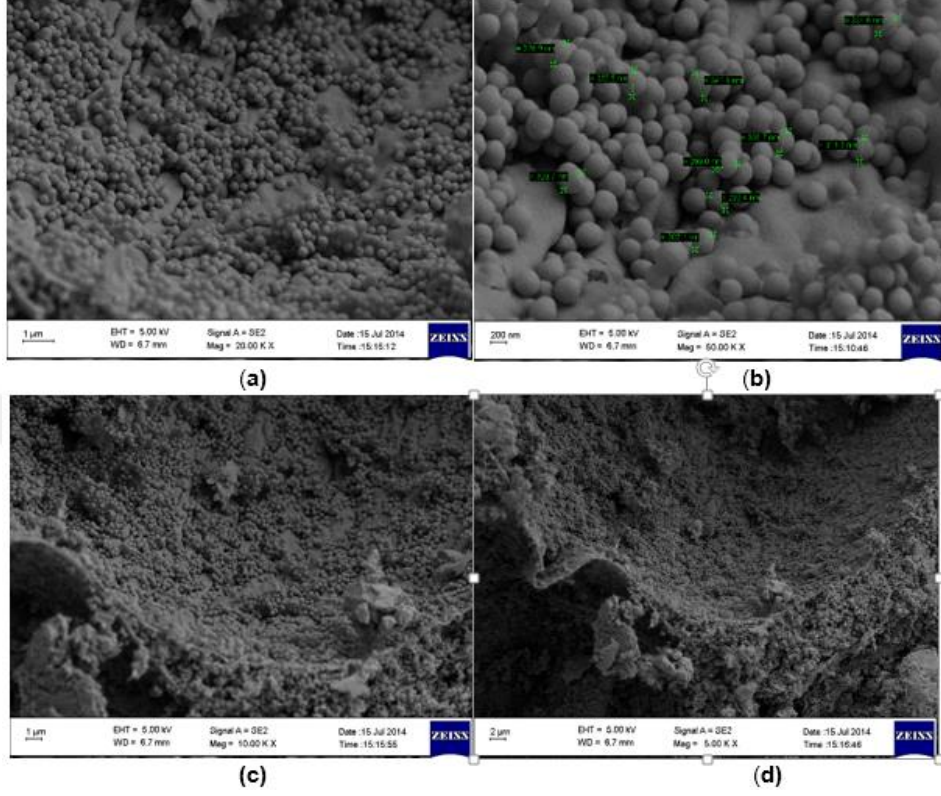
Prefabrik test kulübesinde denenmek üzere farklı iki metod kullanılarak yaklaşık 50 mikrokapsül denemesi gerçekleştirilmiştir. Koaservasyon yöntemiyle yapılan mikrokapsül denemelerinde mikrokapsüllemiş FDM örneklerinin gizli ısılarının ve etkin madde yükleme kapasitelerinin düşük olduğu gözlemlenmiştir. Bu nedenle sonraki denemeler için farklı bir kapsülleme yöntemi olan emülsiyon polimerizasyonu denenmiş ve farklı kabuk malzemeleri araştırılmıştır. Örneklerin termal, kimyasal ve yapısal özellikleri incelenerek gizli ısıları, etkin yükleme kapasiteleri, erime-donma noktaları, küresel görünüşleri ve maliyet kriterleri göz önüne alınarak deneme kulübesinde kullanılacak mikrokapsüllemiş FDM adayları olarak Çizelge 4.20’de gösterilen mikrokapsül denemeleri seçilmiştir.

Çizelge 0.17. Mikrokapsüllenmiş FDM adayı olarak belirlenen maddeler

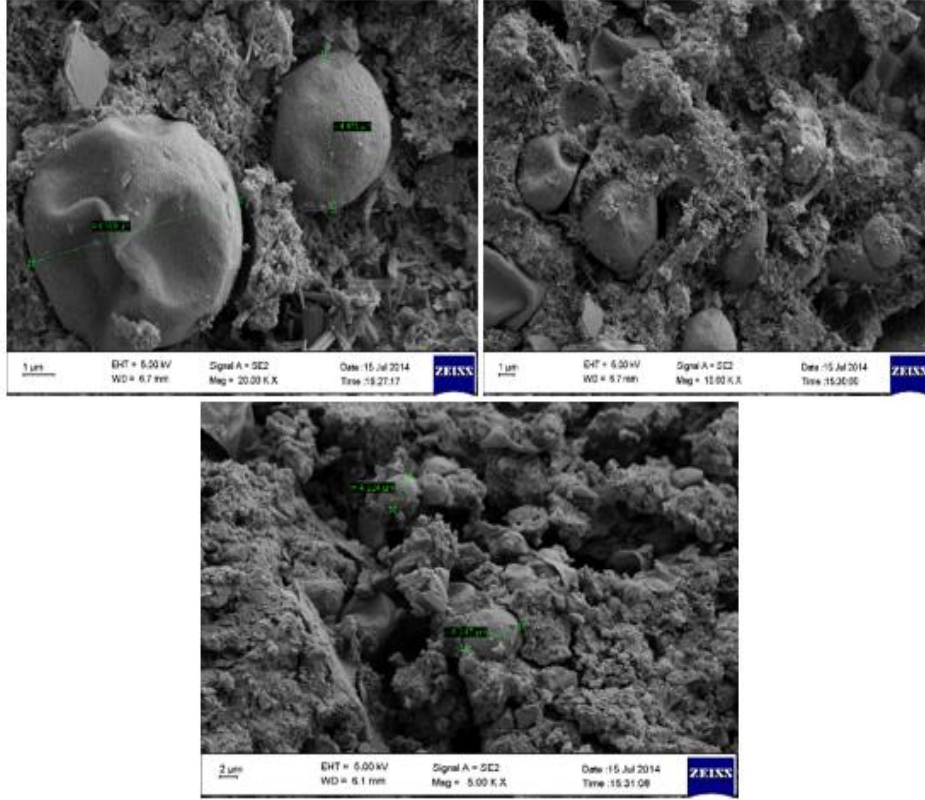
Kod	Kabuk Malzemesi	Tanecik boyutu(nm)	Erime aralıkları(°C) (onset/end)	Erime entalpisi (J/g)
D11	Polimetilmetakrilat	350-550	24,1-28,1	97,6
D38	Polistiren	300-350	17,2-25,4	86,5

4.3. Yapı Elemanları İçerisindeki Kapsüllenmiş FDM'lerin Mikro Yapı Analizi

Seçilen mikrokapsül adayının (D38) kabuk malzemesinin beton karışımı içindeki davranışını incelemek üzere %10 oranında küp beton numune oluşturulmuş ve kırılan numunenin iç tarafından alınan örneklerden SEM görüntüleri alınmıştır (Şekil 4.109). Ayrıca sonuçları karşılaştırmak amacıyla BASF tarafından üretilen ticari ürünler olan Micronal PCM 5001 ve Micronal PCM 5008 ile de küp beton numuneler oluşturulmuştur. Şekil 4.110'da verilen DSC sonuçlarına göre faz değişim aralıkları ve gizli ısıları Micronal 5008 ve 5001 için sırasıyla 23 - 28°C, 91 J/g ve 22 - 26°C, 95 J/g olarak belirlenmiştir. Şekil 4.109' da %10 Micronal içeren beton örneğinden alınan SEM görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 0.1. %10'luk mikrokapsülenmiş FDMLi beton örneğinin farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri

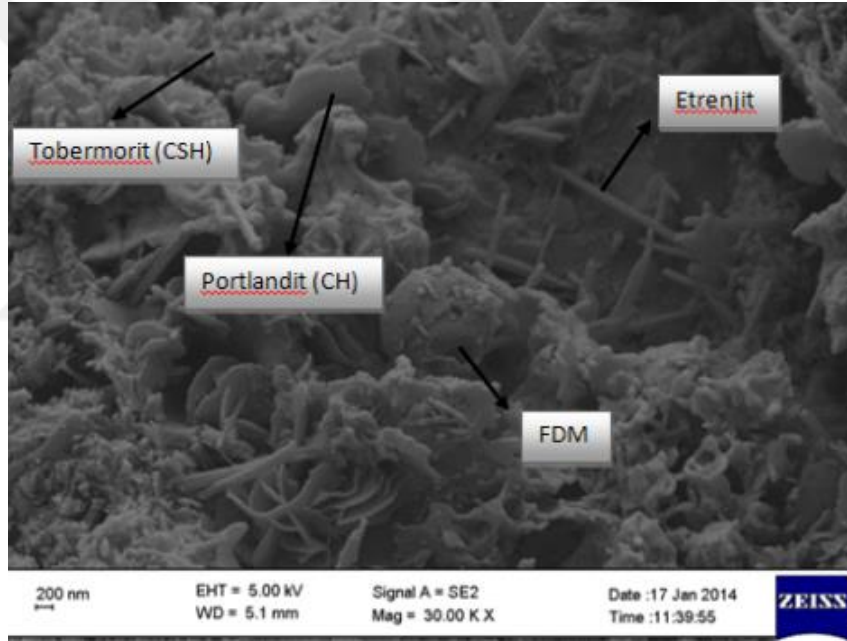


Şekil 0.2. %10'luk Micronal'li beton örneğinin farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri

Üretilen mikrokapsüllü beton denemesi için SEM görüntüleri incelendiğinde küresel görünümün korunduğu, kabuk kısmının zarar görmediği ve tanecik boyutunun 290-350 nm arasında değiştiği gözlemlenmektedir. Micronal beton numunesinin SEM görüntüleriyle karşılaştırma yapıldığında ise Micronal taneciklerinde kabuk kırılmaları görülürken tanecik boyutunun daha büyük olduğu gözlemlenmiştir.

Şekil 4.111' de görüldüğü üzere, FDM içeren betonlarda yapılan mikro yapısal incelemeler sonunda Tobermorit (CSH), Portlandit (CH) ve Etenjit birimlerinden oluşmakta olduğu görülmektedir. Öte yandan, FDM içeren betonların yoğun ve homojen olduğu görülmektedir. CSH jelleri agrega ile bağ yaparak beton

matrisini ve çimento pastasının yaklaşık %70'lik bölümünü oluştururlar. Aynı zamanda geçirimsizdirler ve çimentolu sistemlerin dayanımından sorumlu fazlardır. CH ise su ile etkileşince çözülerek çimentonun boşluklu yapısına neden olurlar. Bu nedenle çimentonun dayanıklılığını etkileyen en önemli birimdir. Etreanjit ise trikalsiyum alüminat C3A'nın alçıtaşı ile reaksiyonu sonucu ortaya çıkan, çimento prizi ile ilişkili ve dayanımı etkilemeyen bir birimdir. Mikro yapısal inceleme sonucunda mikrokapsüllemiş FDM'nin varlığında betonun yapısında beklenen birimlerin engellenmediği görülmektedir.



Şekil 0.3. Mikrokapsüllemiş FDM içeren betonlarda yapılan mikro yapısal inceleme

4.4. Prefabrik Panelde Kullanılacak Mikrokapsüllemiş FDM'lerin Üretilmesi

Test kulübesi inşasında kullanılmak üzere aday olarak belirlenen mikrokapsül numunesinden (D38 kodlu) büyük ölçekte üretim gerçekleştirilmiştir. Yapılacak ön FDM'li beton testleri için küçük ölçekli üretimde deneyler 500

mL'lik ceketli cam reaktörde gerçekleştirilmiş ve günde en fazla 90 g kuru numune elde edilmiştir. Test kulübesi için toplamda eklenecek FDM miktarı 16 kg olarak hesaplanmıştır. Kısa zamanda 16 kg mikrokapsüllenmiş FDM üretimi için büyük ölçekli üretim yapılmasına ihtiyaç duyulmuştur. Bu amaçla 1 L ve 2 L hacminde iki farklı ceketli cam reaktör satın alınmış ve aynı anda kullanılmalarıyla büyük ölçekli deney düzeneği kurulmuştur. Mikrokapsül numunelerinin istenilen özelliklerde elde edilebilmesi için optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Sulu ortamda oluşan ürünler süzülerek önce açık havada sonra inkübatörde 40°C de iyice kurutularak toz haline getirilmiştir. Sonuç olarak günlük üretilen mikrokapsül miktarı 750 g'a kadar çıkarılmıştır.



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında binalarda enerji tasarrufu amacıyla beton karışımı içerisine eklenecek mikrokrokapsüllemiş Faz Değiştiren Madde sentezlenmesi amaçlanmıştır. Şimdiye kadar yapılan çalışmalar incelendiğinde FDM nin doğrudan beton yapısına eklenmesiyle faz değişimi esnasında yapıdan akması ve bunun bir sonucu olarak kimyasal yapının bozulması, mekanik dayanımın azalması, buharlaşma yoluyla insan sağlığına olumsuz etkileri ve yanıcılık özelliğinin artması gibi olumsuz özellikler meydana gelmektedir. Bu bilgilerin ışığında tez çalışması boyunca uygun FDM seçimi ve seçilen adayların en etkin şekilde mikrokapsüllemesi için çalışmalar yürütülmüştür. Tamamlanan çalışmalar sonrasında elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

5.1. Sonuçlar

1. Bina uygulamaları için kullanılacak olan FDM erime/donma sıcaklığının konfor sıcaklığını içine alacak 20 – 30 °C sıcaklık aralığında olması planlanmıştır. Bu amaçla önceki çalışmalar incelenerek detaylı bir tablo oluşturulmuştur.
2. Tablo incelenerek daha önceki bölümlerde belirtilen FDM seçim kriterleri göz önüne alınarak aşağıda listelenen adaylar belirlenmiştir.

- ✓ %80 Kaprik asit-%20 Palmitik asit
- ✓ %75 Kaprik asit-%25 Palmitik asit
- ✓ %70 Kaprik asit-%30 Palmitik asit
- ✓ %80 Kaprik asit-%20 Laurik asit
- ✓ %75 Kaprik asit-%25 Laurik asit
- ✓ %70 Kaprik asit-%30 Laurik asit
- ✓ %60 Kaprik asit-%40 Laurik asit
- ✓ %80 Kaprik asit-%20 Miristik asit

- ✓ %75 Kaprik asit-%25 Miristik asit
 - ✓ %70 Kaprik asit-%30 Miristik asit
3. Belirlenen karışımların direk ve termal çevrimler sonrasında termal ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi için DSC analizleri, ısınma-soğuma eğrileri ve FTIR analizleri gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde %75 Kaprik asit - %25 Miristik asit karışımı (ΔH : 155,6 J/g, T_c : 26,5°C) FDM adayı olarak belirlenmiştir.
4. Mikrokapsüllenme için yaygın olarak kullanılan yöntemler araştırılmıştır. İki farklı yöntem kullanılarak toplamda 50 farklı mikrokapsül sentezi gerçekleştirilmiştir.
- ✓ Öncelikle koaservasyon yöntemiyle farklı kabuk malzemesi ve reaksiyon koşullarıyla ilk 8 deneme yapılmış ve DSC, FTIR, SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Denemelerin sonuçları değerlendirildiğinde, mikrokapsüllenmiş FDM örneklerinin gizli ısılarının ve etkin madde yükleme kapasitelerinin düşük olduğu gözlemlenmiştir.
 - ✓ İkinci yöntem olarak emülsiyon polimerizasyon yöntemi seçilmiştir. Emülsiyon polimerizasyon yönteminin FDM adayı olarak seçilen yağ asidi karışımlarına uygulanabilmesi için reaksiyon sıcaklığı, süresi, karıştırma, süzme, yıkama ve kurutma yöntemleri, monomer/komonomer seçimi ve oranları, emülsifiyer ve başlatıcı kullanımının farklı kombinasyonları denenerek sonucu optimum koşullar belirlenmiştir. Elde edilen mikrokapsül denemeleri için DSC, FTIR, SEM analizleri yapılmış ve ısınma-soğuma eğrileri oluşturulmuştur.

5. Mikrokapsül oluşumun gerçekleştiği bazı adaylar için kapsül üretim maliyeti hesaplanmıştır. Sonuçlara göre % verim arttıkça kapsülleme maliyetinin düştüğü gözlemlenmektedir. Kapsülleme maliyeti yağ asidi maliyetine göre en az 0,01 TL/g en çok 0,46 TL/g artış göstermektedir. Deneyde kullanılan kimyasalların düşük maliyette olanları tercih edilerek ve çok miktarda satın alma yapılarak kapsül maliyetinin düşürülebileceği öngörülmektedir.
6. Binalar uzun süreli kullanım alanı olan yapılar olduğu için kapsül denemeleri için termal çevrimler (0, 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrim) gerçekleştirilmiştir. 1000 termal çevrime kadar her 200 termal çevrim de bir numuneler alınarak kimyasal ve termal yapısının bozulup bozulmadığı incelenmiştir.
7. Beton karışımlarda kullanmaya uygun olarak aşağıdaki mikrokapsüller aday olarak belirlenmiştir:
 - ✓ Kodu: D11, FDM: Kaprik asit (%75 k)+ Miristik asit (%25 k), kabuk malzemesi: Polimetilmetakrilat, tanecik boyutu: 350-550 nm, Te aralığı: 24,1-28,1°C, $\Delta H=97,6$ J/g
 - ✓ Kodu: D38, FDM: Kaprik asit (%75 k)+ Miristik asit (%25 k), kabuk malzemesi: Polistiren, tanecik boyutu: 300-550 nm, Te aralığı: 17,2-25,4 °C, $\Delta H=86,5$ J/g
8. Seçilen mikrokapsül adayının (D38) kabuk malzemesinin beton karışımı içindeki davranışını incelemek üzere %10 oranında küp beton numune oluşturulmuş ve kırılan numunenin iç tarafından alınan örneklerden SEM görüntüleri alınmıştır. SEM analizlerinde mikrokapsüllerin beton içinde kırılmadan düzgün dağılım gösterdiği belirlenmiştir.

9. Karşılaştırma amacıyla BASF tarafından üretilen ticari ürünler olan Micronal PCM 5001 ve Micronal PCM 5008 mikrokapsülleri için de beton numuneleri oluşturulmuş ve aynı yöntemle örnek alınarak SEM analizi yapılmıştır. SEM görüntüleriyle karşılaştırıldığında Micronal taneciklerinde kabuk kırılmaları görülürken tanecik boyutunun sentezlenen mikrokapsül örneğine göre daha büyük olduğu gözlemlenmiştir.
10. D38 kodlu mikrokapsüllemiş FDM'den prefabrik cephe paneli yapımında kullanılmak üzere seri üretim yapılarak 16 kg üretilmiştir.

5.2. Öneriler

Daha sonra yapılması planlanan çalışmalar için aşağıdaki öneriler getirilmiştir:

1. Farklı mikrokapsülleme yöntemleri, farklı reaksiyon koşulları veya kabuk malzemesi gibi değişkenlerle farklı araştırmalar yaparak yeni kapsül denemelerinin gerçekleştirilmesi
2. Beton numuneleriyle kullanılacak olan mikrokapsüllemiş FDM örnekleri için mekanik dayanımlarının belirlenmesi
3. Beton numune içerisine eklenen mFDM 'nin yapısında bulunan herhangi bir kimyasalın buharlaştığında insan sağlığını kötü etkileyecek bir etkisinin olup olmadığının uzun vadeli olarak araştırılması
4. mFDM nin yanıcılık özelliğinin belirlenmesi
5. Çoklu üretime geçilmesi halinde mFDM üretim maliyetinin azaltılması için farklı kriterlerin araştırılması
6. Bina kullanım ömrü düşünüldüğünde daha uzun süreli kullanıma uygun olarak mFDM termal çevrimlerinin arttırılarak kimyasal ve termal yapısının değişip değişmediğinin incelenmesi

KAYNAKLAR

- Abhat, A., (1983). Low temperature latent heat thermal energy storage: heat storage materials. *Solar Energy*, 30, p. 313–332.
- Agyenim F., Hewitt N., Eames P., and Smyth M., (2010). A review of materials, heat transfer and phase change problem formulation for latent heat thermal energy storage systems (LHTESS), *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 14, no. 2, pp. 615–628.
- Alkan, C., Sarı, A., Karaipekli, A., & Uzun, O. (2009). Preparation, characterization, and thermal properties of microencapsulated phase change material for thermal energy storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 93(1), 143–147.
- Al-Shannaq R., Kurdi J., Al-Muhtaseb S., and Farid M., (2016). Innovative method of metal coating of microcapsules containing phase change materials, *Solar Energy*, vol. 129, pp. 54–64.
- Alva G., Lin Y., Liu L., and Fang G., (2017). Synthesis, characterization and applications of microencapsulated phase change materials in thermal energy storage: a review, *Energy and Buildings*, vol. 144, pp. 276–294.
- Arshad A., Jabbal M., Yan Y., and Darkwa J., (2019). The micro-/nano-PCMs for thermal energy storage systems: a state of art review, *International Journal of Energy Research*, vol. 43, no. 11, pp. 5572–5620.
- Aygün M., (2004). Emülsiyon Polimerizasyonu Yöntemiyle Yağ Bazlı Polimer Üretimi, Yüksek Lisans Tezi İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Baetens, R., Jelle, B. P., & Gustavsen, A. (2010). Phase change materials for building applications: A state-of-the-art review. *Energy and Buildings*, 42(9), 1361–1368.
- Banu, D., Feldman, D., & Hawes, D. (1998). Evaluation of thermal storage as latent heat in phase change material wallboard by differential scanning

- calorimetry and large scale thermal testing. *Thermochimica Acta*, 317(1), 39–45. doi:10.1016/s0040-6031(98)00368-2
- Bayrak, F., 2017. Fotovoltaik panellere bütünleştirilmiş farklı pasif yöntemlerin sistem verimliliğine etkisinin sayısal ve deneysel analizi, Doktora Tezi, F.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Behzadi S., Farid M.M., (2010). Energy storage for efficient energy utilization in buildings, International High Performance Buildings Conference (P6).
- Binalarda Enerji Performans Yönetmeliği, T.C. Resmi Gazete, 5.12.2008 Tarih ve 27075 Sayı)
- Blackley D.C (1975) Emulsion Polymerization, Theory and Practice. London: Applied Science Publishers.
- C. Lai, S. Hokoi, (2014). Thermal performance of an aluminum honeycomb wallboard incorporating microencapsulated PCM, *Energy Build.* 73, 37–47, [http:// dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.01.017](http://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.01.017).
- C. Voelker, O. Kornadt, M. Ostry, (2008). Temperature reduction due to the application of phase change materials, *EnergyBuild.* 40, 937–944.
- Can, S., (2003). Emülgatörsüz emülsiyon polimerizasyonu kinetiği ve polimerik ürünün özellikleri üzerine tuz etkisi. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Cellat, K. Binalarda enerji tasarrufu için güneş enerjisini faz değiştiren maddede pasif depolayan yeni beton karışımların geliştirilmesi ve uygulanması. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, 2017.
- Chen Z., Wang J., Yu F., Zhang Z., and Gao X., (2015). Preparation and properties of graphene oxide-modified poly(melamineformaldehyde) microcapsules containing phase change material n-dodecanol for thermal energy storage, *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 3, no. 21, pp. 11624–11630.
- Çimen E., (2007). Mikrokapsülleme Yöntemiyle Dokuma Kumaşlara Yeni Özellikler Katma Olanakları. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 62s.

- Desai K., Park H. J. 2005. “Recent developments in microencapsulation of food ingredients”, *Drying Technology*, 23, 1361–1394.
- Figueiredo, A., Lapa, J., Vicente, R., & Cardoso, C. (2016). Mechanical and thermal characterization of concrete with incorporation of microencapsulated PCM for applications in thermally activated slabs. *Construction and Building Materials*, 112, 639–647.
- Fleischer, A. S. (2015). *Thermal energy storage using phase change materials: fundamentals and applications*. Springer.
- Ghosh, S. K. (2006) *Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective*, in *Functional Coatings: by Polymer Microencapsulation* (ed S. K. Ghosh), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, FRG.
- Hamad, S. A., Dyab, A. F. K., Stoyanov, S. D., & Paunov, V. N. (2011). Encapsulation of living cells into sporopollenin microcapsules. *Journal of Materials Chemistry*, 21(44), 18018. doi:10.1039/c1jm13719k
- Hasnain, S. M., 1998. Review on sustainable thermal energy storage technologies, Part 1: heat storage materials and techniques, *Energy Convers Mng*, 39, 1127-1138.
- Huang X., Zhu C., Lin Y., and Fang G., (2019). Thermal properties and applications of microencapsulated PCM for thermal energy storage: a review, *Applied Thermal Engineering*, vol. 147, pp. 841–855.
- Jamekhorshid A., Sadrameli S. M., and 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*, vol. 31, pp. 531–542.
- Johan H., Chris B., and Viktoria M. 2015. “Combining thermal energy storage with buildings – a review” *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 42, 1305–1325.

- Kahraman G., (2019). Türkiye’de Kentleşmenin Enerji Tüketimi ve Karbon Salınımı Üzerine Etkisi. *Journal of the Institute of Science and Technology*. 9(3), 1566-1559.
- Khudhair, A. M., & Farid, M. M. (2004). A review on energy conservation in building applications with thermal storage by latent heat using phase change materials. *Energy Conversion and Management*, 45(2), 263–275. doi:10.1016/s0196-8904(03)00131-6.
- Kınık Ö., Kavas G., Yılmaz E., 2003. “Mikroenkapsülasyon tekniği ve süt teknolojisindeki kullanım olanakları”, *Gıda*, 28, 401–407.
- Konuklu Y., Unal M., and Paksoy H. O., (2014). Microencapsulation of caprylic acid with different wall materials as phase change material for thermal energy storage, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 120, pp. 536–542.
- Konuklu, Y. (2008). Mikrokapsüllenmiş Faz Değiştiren Maddelerde Termal Enerji Depolama ile Binalarda Enerji Tasarrufu. Doktora Tezi, Kimya Anabilim Dalı Çukurova Üniv, 172.
- Kośny, J., Biswas, K., Miller, W., & Kriner, S. (2012). Field thermal performance of naturally ventilated solar roof with PCM heat sink. *Solar Energy*, 86(9), 2504–2514.
- Kuznik, F., Virgone, J., & Roux, J.-J. (2008). Energetic efficiency of room wall containing PCM wallboard: A full-scale experimental investigation. *Energy and Buildings*, 40(2), 148–156.
- Li C., Yu H., Song Y., Liang H., and Yan X., (2019). Preparation and characterization of PMMA/TiO₂ hybrid shell microencapsulated PCMs for thermal energy storage, *Energy*, vol. 167, pp. 1031–1039.
- Li F., Wang X., and Wu D., (2015). Fabrication of multifunctional microcapsules containing n-eicosane core and zinc oxide shell for low-temperature energy storage, photocatalysis, and antibiosis, *Energy Conversion and Management*, vol. 106, pp. 873–885.

- Lin Y., Zhu C., Alva G., and Fang G., (2018). Microencapsulation and thermal properties of myristic acid with ethyl cellulose shell for thermal energy storage, *Applied Energy*, vol. 231, pp. 494–501.
- Liu Z, Yu ZJ, Yang T, Qin D, Li S, Zhang G, Haghghat F, Joybari MM, A review on macro-encapsulated phase change material for building envelope applications, *Building and Environment* (2018), doi: 10.1016/j.buildenv.2018.08.030.
- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J., & Desobry, S. (2006). Flavour encapsulation and controlled release - a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 41(1), 1–21.
- Mehling H., Cabeza L.F. (2007) Phase Change Materials and Their Basic Properties. In: Paksoy H.Ö. (eds) *Thermal Energy Storage for Sustainable Energy Consumption*. NATO Science Series (Mathematics, Physics and Chemistry), vol 234. Springer, Dordrecht
- Mehling, H., & Cabeza, L. F. (2008). *Heat and cold storage with PCM –An up to date introduction into basics and applications*. Berlin: Springer.
- Memon, S. A. (2014). Phase change materials integrated in building walls: A state of the art review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 31, 870–906.
- Meng, E., Wang, J., Yu, H., Cai, R., Chen, Y., & Zhou, B. (2019). Experimental study of the thermal protection performance of the high reflectivity-phase change material (PCM) roof in summer. *Building and Environment*, 164, 106381.
- Mohamed, S. A., Al-Sulaiman, F. A., Ibrahim, N. I., Zahir, M. H., Al-Ahmed, A., Saidur, R., ... Sahin, A. Z. (2017). A review on current status and challenges of inorganic phase change materials for thermal energy storage systems. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 70, 1072–1089.
- Özonur, Y., Mazman, M., Paksoy, H. Ö., & Evliya, H. (2006). Microencapsulation of coco fatty acid mixture for thermal energy storage with phase change

- material. *International Journal of Energy Research*, 30(10), 741–749.
doi:10.1002/er.1177
- Palkovits R., Althues H., Ruplecker A et al.,(2005). Polymerization of w/o microemulsions for the preparation of transparent SiO₂/PMMA nanocomposites, *Langmuir*, vol. 21, no. 13, pp. 6048–6053.
- 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, 1–20. doi:10.1155/2020/9490873.
- Pillai, K., Brinkworth, B., (1976). The storage of low grade thermal energy using phase change materials. *Applied Energy*, 2(3), 205-216.
- Ramakrishnan, S., Wang, X., Sanjayan, J., & Wilson, J. (2017). Thermal Energy Storage Enhancement of Lightweight Cement Mortars with the Application of Phase Change Materials. *Procedia Engineering*, 180, 1170–1177.
- Sarı A., Kimya Lisans Öğrencileri Araştırma Projesi Eğitimi Çalıştayı Kimya-2 (Çalıştay 2011) 20-28 Temmuz 2011 - Çanakkale BİDEB, Faz Değişimi Yoluyla Isıl Enerjinin Depolanması ve Bu Alanda Yapılan Çalışmalar.
- Sarı, A., & Biçer, A. (2012). Thermal energy storage properties and thermal reliability of some fatty acid esters/building material composites as novel form-stable PCMs. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 101, 114–122.
- Schossig, P., Henning, H. M., Haussman, T., & Raicu, A. (2003, September). Encapsulated Phase-Change Materials integrated into construction materials. In *Proceedings of the 9th International Conference on Thermal Energy Storage–Futurestock*. Zhang, D., Li, Z., Zhou, J., & Wu, K. (2004).
- Sharma, A., & Shukla, A. (2015). Thermal cycle test of binary mixtures of some fatty acids as phase change materials for building applications. *Energy and Buildings*, 99, 196–203. doi:10.1016/j.enbuild.2015.04.028
- 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.

- Su, W., Darkwa, J., & Kokogiannakis, G. (2015). Review of solid–liquid phase change materials and their encapsulation technologies. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 48, 373–391.
- Umair M. M., Zhang Y., Iqbal K., Zhang S., and Tang B., (2019). Novel strategies and supporting materials applied to shapestabilize organic phase change materials for thermal energy storage-A review, *Applied Energy*, vol. 235, pp. 846–873.
- Verma, P., Varun, & Singal, S. (2008). Review of mathematical modeling on latent heat thermal energy storage systems using phase-change material. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 12(4), 999–1031.
- Wang H., Luo J., Yang Y., Zhao L., Song G., and Tang G., (2016). Fabrication and characterization of microcapsulated phase change materials with an additional function of thermochromic performance, *Solar Energy*, vol. 139, pp. 591–598.
- Wang X., Li C., and Zhao T., (2018). Fabrication and characterization of poly(melamine-formaldehyde)/silicon carbide hybrid microencapsulated phase change materials with enhanced thermal conductivity and light-heat performance, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 183, pp. 82–91.
- Wang, X., Lu, E., Lin, W., Wang, C., (2000). Micromechanism of heat storage in a binary system of two kinds of polyalcohols as a solid–solid phase change material. *Energy Conversion and Management*, 41(2), 135-144.
- Xiaohua Bao , Yuanyuan Tian , Lei Yuan , Hongzhi Cui , Waiching Tang , W.H. Fung , He Qi , (2019). Development of High Performance PCM Cement Composites for Passive Solar Buildings, *Energy & Buildings*.
- Xie, N., Luo, J., Li, Z., Huang, Z., Gao, X., Fang, Y., & Zhang, Z. (2019). Salt hydrate/expanded vermiculite composite as a form-stable phase change material for building energy storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 189, 33–42.

- Xu, X., Zhang, Y., Lin, K., Di, H., & Yang, R. (2005). Modeling and simulation on the thermal performance of shape-stabilized phase change material floor used in passive solar buildings. *Energy and Buildings*, 37(10), 1084–1091.
- Yahay, N. A., & Ahmad, H. (2011). Numerical Investigation of Indoor Air Temperature with the Application of PCM Gypsum Board as Ceiling Panels in Buildings. *Procedia Engineering*, 20, 238–248.
- Yu S., Wang X., and Wu D., (2014). Microencapsulation of noctadecane phase change material with calcium carbonate shell for enhancement of thermal conductivity and serving durability: synthesis, microstructure, and performance evaluation, *Applied energy*, vol. 114, pp. 632–643.
- Yun, B.Y., Yang, S., Cho, H.M., Chang, S.J., Kim, S., Design and analysis of phase change material based floor heating system for thermal energy storage, *Environmental Research* (2019), doi:https://doi.org/10.1016/j.envres.2019.03.049.
- Zamalloa A, Embil1 MJ, Zuniga J, Zubillaga O, Cano F, Flores I. PCM containing indoor plaster for thermal comfort and energy saving in buildings. Vitoria, Spain, 2006.
- Zhang, D., Li, Z., Zhou, J., & Wu, K. (2004). Development of thermal energy storage concrete. *Cement and concrete research*, 34(6), 927-934.
- Zhao, C. Y., & Zhang, G. H. (2011). Review on microencapsulated phase change materials (MEPCMs): Fabrication, characterization and applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(8), 3813–3832.

<http://www.bep.gov.tr/>

<http://www.epdk.org.tr>

<http://www1.mmo.org.tr>

www.yegm.gov.tr

ÖZGEÇMİŞ

1 Nisan 1981 de Bolu'da doğdu. İlk ve ortaöğrenimini Mersin'de tamamladıktan sonra 1999 yılında kazandığı Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Kimya Bölümünü 2004 yılında tamamladı. 2006 yılında bir sene aldığı hazırlık eğitiminden sonra Çukurova Üniversitesi Kimya Bölümünde yüksek lisans eğitimine başladı ve 2010 yılında başladığı yüksek lisans programını tamamladı. Ardından 2011 yılında aynı üniversitede doktora programına başladı.

