

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Berk KAZANCI

**BİNA YAPI MALZEMELERİNDE KULLANILACAK
ORGANİK ESASLI MİKROKAPSÜLENMİŞ FAZ
DEĞİŞTİREN MADDELERE GÜÇ TUTUŞURLUK ÖZELLİĞİ
KAZANDIRILMASI**

KİMYA ANABİLİM DALI

ADANA-2016

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BİNA YAPI MALZEMELERİNDE KULLANILACAK
ORGANİK ESASLI MİKROKAPSÜLENMİŞ FAZ
DEĞİŞTİREN MADDELERE GÜÇ TUTUŞURLUK
ÖZELLİĞİ KAZANDIRILMASI**

Berk KAZANCI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Bu tez 26/09/2016 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından
Oybirliği/Oyçokluğu İle Kabul Edilmiştir.

.....
Prof. Dr.Halime Ö.PAKSOY
DANIŞMAN

.....
Prof. Dr.Gülfeza KARDAŞ
ÜYE

.....
Doç. Dr. Özgür SÖNMEZ
ÜYE

Bu tez Enstitümüz Kimya Anabilim Dalında hazırlanmıştır.

Kod No:

**Prof. Dr. Mustafa GÖK
Enstitü Müdürü**

**Bu Çalışma Ç. Ü. Araştırma Projeleri Birimi Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: FYL-2015-4447**

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

ÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**BİNA YAPI MALZEMELERİNDE KULLANILACAK
ORGANİK ESASLI MİKROKAPSÜLENMİŞ FAZ
DEĞİŞTİREN MADDELERE GÜÇ TUTUŞURLUK
ÖZELLİĞİ KAZANDIRILMASI**

Berk KAZANCI

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

Danışman : Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
Yıl: 2016, Sayfa: 69
Jüri : Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
: Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ
: Doç. Dr. Özgür SÖNMEZ

Binalar dünyada enerji ihtiyacının en fazla olduğu sektörlerdendir. Binalarda enerji verimliliğini arttırmak üzere yapı malzemelerinde termal enerji depolama (TED) sistemleri geliştirilmiştir. Bunların en yaygın olanı faz değıştiren maddeler (FDM) ile gizli ısı depolama sistemleridir. Uygun ısı özellikleri bakımından tercih edilen parafin içerikli FDM'lerin yüksek yanıcılık özellikleri dezavantaj oluşturmaktadır. Bu çalışma ile organik FDM'lere güç tutuşurluk özelliğı kazandırılması amaçlanmıştır. Yapılan deneysel çalışmalarda parafin FDM kullanılarak polistiren kabuk maddesi ile emülsiyon polimerizasyonu ile mikrokapsüllenmiştir. Yeni bir yaklaşımla alev geciktirici malzeme mikrokapsüllenmiş FDM (mFDM)'ye polimerizasyon sırasında eklenmiştir. Alev geciktirici malzeme olarak orto fosforik asit (OFA) ve pentaeritritol (PER) uygulanmıştır. Sentezlenen örneklerin karakterizasyonu TGA, DSC, FT-IR, SEM analizleriyle ve güç tutuşurluk özelliklerinin belirlenmesinde ise yanma ısı tayini, tutuşmazlık testi ve alevlenme testi yapılmıştır. Sonuçlar alev geciktiricilerin toz haldeki mFDM'lerin yanıcılığını olumlu yönde değıştirdiğini göstermiştir. İkinci bir yöntem olarak OFA malzemesine daldırılarak emdirme yapılan mFDM'lerin yanma ısılarının %30 oranında azaldığı belirlenmiştir. Alev geciktirici içeren mFDM eklenmiş beton örneklere yapılan yangın güvenliğı analizlerinde en iyi sonuç OFA90 eklenen mFDM ile elde edilmiştir. Mikrokapsülleme sırasında alev geciktirici eklenmesiyle organik mFDM'lerin güç tutuşurluk özelliklerinin iyileştirilebileceğı ve binalarda güvenli olarak kullanılabileceğı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Faz Değıştiren Madde, Termal Enerji Depolama, Alev Geciktiriciler

ABSTRACT

MSc THESIS

ENHANCING INFLAMMABILITY PROPERTIES OF ORGANIC BASED MICROENCAPSULATED PHASE CHANGE MATERIALS USED IN BUILDING CONSTRUCTION MATERIALS

Berk KAZANCI

ÇUKUROVA UNIVERSITY
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
DEPARTMENT OF CHEMISTRY

Advisor : Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
Year: 2016, Pages: 69
Jury : Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
: Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ
: Assoc. Prof. Dr. Özgür SÖNMEZ

Buildings is one of the sectors with highest energy demand. Thermal energy storage systems for buildings have been developed to increase energy efficiency in buildings. Latent heat storage in Phase Change Materials (PCM) is the most common one. Paraffinic PCMs with suitable thermal properties are preferred. However, high flammability is a drawback. The purpose of this study is to improve inflammability properties of organic PCMs. In the experimental work carried out, paraffin as PCM is microencapsulated with polystyrene shell using emulsion polymerization. With a new approach flame retardants are added to micro-encapsulated PCM (mPCM) during polymerization. Ortho phosphoric acid (OFA) and pentaerythritol were applied as fire retardants. Characterization of the synthesis products were done by TGA, DSC, FT-IR, SEM analysis and flammability properties were determined by calorific value, non-combustibility test and single flame source test. Results show that flame retardants improve the inflammability properties of mPCMs in powdered form. With the second method of soaking mPCMs in OFA solution calorific value has been decreased by 30%. Fire safety analysis carried out with concrete samples including mPCMs with flame retardants, the best result was obtained for OFA90. It was determined that inflammability properties of organic mPCMs can be enhanced by adding flame retardants during microencapsulation and these materials can be used safely in buildings.

Key Words: Phase Change Materials, Thermal Energy Storage, Flame Retardants

TEŞEKKÜR

Öncelikle ders ve tez çalışmasının her aşamasında desteğini gördüğüm, bilgi, öneri ve yardımlarıyla bana yol gösteren değerli danışmanım Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY'a teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Lisans aşamasından bu yana her zaman desteğini gördüğüm, yetişmemde katkısı olan tüm Kimya Bölümü Hocalarıma çok teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım boyunca her zaman yan yana olduğum ve her türlü desteklerini gördüğüm çalışma arkadaşlarım ve dostlarım Beyza BEYHAN ve Kemal CELLAT'a çok teşekkür ederim.

Tanıştığım günden bu yana tüm içtenlikleriyle bana destek olup yanımda olan dostlarım Mehmet OĞLAKÇI, Mehmet Burak KOCA ve Ufuk Güney TOK'a ve ismini saymadığım dost ve arkadaşlarıma çok teşekkür ederim.

İlkokul sıralarından bu yana omuz omuza olduğum, iyi kötü her anımda yanımda olan ve değerini asla kelimelere sığdıramayacağım can dostum İbrahim Soner ZORBAKIR'a çok teşekkür ederim.

Yaşamımın her evresinde bir parçası olmaktan gurur duyduğum, bu günlere gelmemi sağlayan, ayırt etmeden her konuda desteklerini ve varlıklarını her an bana hissettiren sevgili annem Ayşe KAZANCI, babam Sabahattin KAZANCI, kardeşim Duygu KAZANCI'ya ve tez sürecimin sonlarında aramızdan ayrılan sevgili büyükannem Hatice ÇALIŞKAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tanıştığım ilk andan itibaren sevgisini hissettirip yanımda olan, varlığıyla beni mutlu ve huzurlu kılan, bundan sonraki hayatımda hep yan yana olacağım Özge ATIŞ'a sonsuz teşekkür ederim.

Bu çalışma; Ç.Ü. Bilimsel Araştırma Projeleri ve Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu (TUBİTAK) 2210-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yüksek Lisans Burs Programı tarafından desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER	SAYFA
ÖZ.....	I
ABSTRACT	II
TEŞEKKÜR	III
İÇİNDEKİLER.....	IV
ÇİZELGELAR DİZİNİ	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	X
SİMGELER VE KISALTMALAR	XII
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Enerji	1
1.1.1. Binalarda Enerji Kullanımı ve Önemi	1
1.2. Termal Enerji Depolama	2
1.2.1. Duyulur Isı Depolama	3
1.2.2. Gizli Isı Depolama.....	4
1.2.2.1. Parafinler	4
1.2.2.2. Yağ Asitleri	5
1.2.2.3. Ötektik Karışımlar	5
1.2.2.4 Tuz Hidratları	5
1.2.3 Termokimyasal Depolama.....	5
1.3. Binalarda Faz Değiştiren Maddeler Kullanılması	5
1.4. Mikrokapsülleme	7
1.5. Alev Geciktiriciler	8
1.6. Çalışmanın Amacı	9
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	11
3. MATERYAL VE METOD	19
3.1. Materyal.....	19
3.1.1. Faz Değiştiren Madde.....	19
3.1.2. Polistiren.....	21

3.1.3. Alev Geciktiriciler	21
3.1.3.1. Orto Fosforik Asit.....	21
3.1.3.2 Pentaeritritol	21
3.1.4. Bina Yapı Malzemeleri.....	21
3.1.4.1. Çimento	22
3.1.4.2. Su.....	22
3.1.4.3. Agregası	22
3.1.4.4. Kimyasal Katkı Maddesi	22
3.1.5. Beton Numune Kalıpları.....	23
3.2. Metod.....	23
3.2.1. FDM'lerin Mikrokapsüllenmesi	23
3.2.2. FDM'lere Alev Geciktiricilerin Uygulanması	26
3.2.3. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin Karakterizasyonu.....	27
3.2.3.1. Simültane Termal Analiz Cihazı.....	27
3.2.3.2. Kimyasal Yapı Analizi.....	27
3.2.3.3. Morfolojik Yapı Analizi	28
3.2.4. Mikrokapsüllenmiş FDM İçeren Beton Numunelerinin Hazırlanması.....	28
3.2.5. Yanıcılık Testleri	29
3.2.5.1. Yanma Isısı Tayini.....	29
3.2.5.2. Tutuşmazlık Testi	31
3.2.5.3. Alevlenme Testi	32
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	35
4.1. FDM'lerin Termal Analizleri	35
4.2. FDM'lerin Kimyasal Analizleri.....	47
4.3. SEM Analizi	53
4.4. Yanıcılık Testleri	56
4.4.1. Yanma Isısı Tayini (TS EN ISO 1716).....	56
4.4.2. Tutuşmazlık Testi (TS EN ISO 1182)	58

4.4.3. Alevlenme Testi (TS EN ISO 11925-2)	59
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	61
KAYNAKLAR.....	65
ÖZGEÇMİŞ.....	69





ÇİZELGELAR DİZİNİ

SAYFA

Çizelge 3.1. Organik ve İnorganik FDM'lerin Karşılaştırılması.....	19
Çizelge 3.2. Parafin 42-44 Özellikleri.....	20
Çizelge 3.3. Mikrokapsüllemede Kullanılan Yöntemler	23
Çizelge 3.4. Standart küp beton numunelerinin gram cinsinden yaklaşık kütleleri	29
Çizelge 4.1. DSC sonuçları ve kapsüllenme yüzdeleri.....	41
Çizelge 4.2. Azot + oksijen ortamı DSC sonuçları.....	43
Çizelge 4.3. TGA analiz sonuçları	46
Çizelge 4.4. FT-IR karakteristik pikler.....	47



ŞEKİLLER DİZİNİ

SAYFA

Şekil 1.1. Türkiye’de 2013 yılında enerji tüketim paylarının sektörlere göre dağılımı.....	2
Şekil 1.2. Termal Enerji Depolamada Kullanılan Yöntemler.....	3
Şekil 1.3. 1 cm FDM ye karşılık gelen farklı yapı malzemelerin kalınlıkları	7
Şekil 1.4. Mikrokapsüllenmiş FDM’ nin şematik gösterimi	8
Şekil 3.1. Emülsiyon polimerizasyonu	25
Şekil 3.2. Yanma Isısı Tayini-Kalorimetre cihazı bombası.....	30
Şekil 3.3. Yanma Isısı Tayini-Parr 6200 kalorimetre cihazı	30
Şekil 3.4. Tutuşmazlık Testi-Fırın.....	31
Şekil 3.5. Alevlenme Testi-Numune	32
Şekil 3.6. Alevlenme Testi-Fırın	33
Şekil 4.1. Parafin DSC analizi.....	36
Şekil 4.2. Mikrokapsüllenmiş parafin DSC analizi	37
Şekil 4.3. Mikrokapsüllenmiş Parafin + OFA (85 °C) DSC analizi.....	38
Şekil 4.4. Mikrokapsüllenmiş Parafin + OFA (90 °C) DSC analizi.....	39
Şekil 4.5. Mikrokapsüllenmiş Parafin + Pentaeritritol DSC analizi	40
Şekil 4.6. Azot + oksijen ortamında DSC analizi.....	42
Şekil 4.7. Azot Ortamında TGA analizi	45
Şekil 4.8. Azot-Oksijen Ortamında TGA analizi	46
Şekil 4.9. Parafin 42-44 FT-IR verileri.....	48
Şekil 4.10. Mikrokapsüllenmiş FDM FT-IR verileri.....	49
Şekil 4.11. Mikrokapsüllenmiş FDM + OFA (85 °C) FT-IR verileri	50
Şekil 4.12. Mikrokapsüllenmiş FDM + OFA (90 °C) FT-IR verileri	51
Şekil 4.13. Mikrokapsüllenmiş FDM + PER FT-IR verileri	52
Şekil 4.14. FT-IR verileri karşılaştırması	53
Şekil 4.15. Mikrokapsüllenmiş FDM SEM görüntüsü	54
Şekil 4.16. Mikrokapsüllenmiş FDM + OFA85 SEM görüntüsü.....	54

Şekil 4.17. Mikrokapsüllenmiş FDM + OFA90 SEM görüntüsü.....	55
Şekil 4.18. Mikrokapsüllenmiş FDM + PER SEM görüntüsü	55
Şekil 4.19. Mikrokapsül Yanma Isısı Tayini (TS EN ISO 1716).....	57
Şekil 4.20. Beton-Mikrokapsül karışımı Yanme Isısı Tayini (TS EN ISO 1716)...	58
Şekil 4.21. Beton-Mikrokapsül karışımı Tutuşmazlık Testi (TS EN ISO 1182).....	59



SİMGELER VE KISALTMALAR

FDM	: Faz Deęiřtiren Madde
TED	: Termal Enerji Depolama
mFDM	: Mikrokapsüllenmiř Faz Deęiřtiren Madde
OFA	: Orto Fosforik Asit
PER	: Pentaeritritol
EG	: Expanded Graphite (Geniřletilebilir grafit)
APP	: Ammonium Polyphospate (Amonyum polifosfat)
IFR	: Intumescent Flame Retardant (řiřen alev geciktirici)
HDPE	: High Density Polyethylene (Yüksek yoğunluklu polietilen)
ZB	: Zinc Borate (çinko borat)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı elektron mikroskobu)
FT-IR	: Fourier Transform İnfrared (Fourier dönüşümlü infrared)
STA	: Simultaneous Thermal Analysis (Simultane termal analiz)
TGA	: Thermogravimetric Analysis (Termogravimetrik Analiz)
DSC	: Differential Scanning Calorimetry (Diferansiyel taramalı kalorimetre)



1. GİRİŞ

1.1. Enerji

İnsanlar yaşamları boyunca hayatın neredeyse her evresinde enerjiye ihtiyaç duyarlar. Fiziksel gereksinimlerini biyolojik yollarla veya gıdalarla sağlarlar. Bunların yanında günlük hayatta kullandıkları iletişim, ulaşım, ısınma vs. gibi ihtiyaçlar da yine çeşitli enerji türleri sayesinde gerçekleştirilir. Bu nedenle enerjinin insan hayatında önemi çok büyüktür.

Dünya nüfusunun artmasıyla birlikte birçok sektörde enerji ihtiyacı da doğru orantılı olarak artmaktadır. Bu ihtiyaç göz önüne alındığında binalar enerji talebi en yüksek sektörlerdendir. Bu nedenle binalarda uygulanmak üzere enerjiden tasarruf ettirecek çözümler gerekmektedir.

1.1.1. Binalarda Enerji Kullanımı ve Önemi

Binalar %35'e ulaşan payıyla sanayi ile beraber birincil enerji tüketiminde öncü sektörlerdendir (Şekil 1.1). Bu tüketimin önemli bir kısmı; ekonomik sebeplerin de etkisiyle ithal fosil yakıtlarla karşılanmaktadır. Bu durum enerji talebinin %75'i aşan kısmını dış kaynaklarla karşılayan ülkemiz ekonomisine büyük bir yük oluşturmaktadır.

Ekonomik yükünün yanı sıra fosil yakıt kullanımı sonucu başta CO₂ olmak üzere atılan sera gazları dünyamızın geleceğini tehdit eden iklim değişikliğine yol açmaktadır. Fosil yakıtların yol açtığı olumsuzluklar nedeniyle, daha uzun ömürlü ve çevreye minimum etkisi olacak yeni enerji kaynakları arayışı devam etmektedir. Bu arayış insanları yenilenebilir enerji kullanmaya ve bu enerjiyi depolayarak tasarruf etmeye yönlendirmiştir. Bu sayede depolanan enerjinin diğer kaynakların kesintiye uğradığı zamanlarda da kullanılmasına imkan vermektedir.



Şekil 1.1. Türkiye’de 2013 yılında enerji tüketim paylarının sektörlere göre dağılımı (www.dektmk.org.tr).

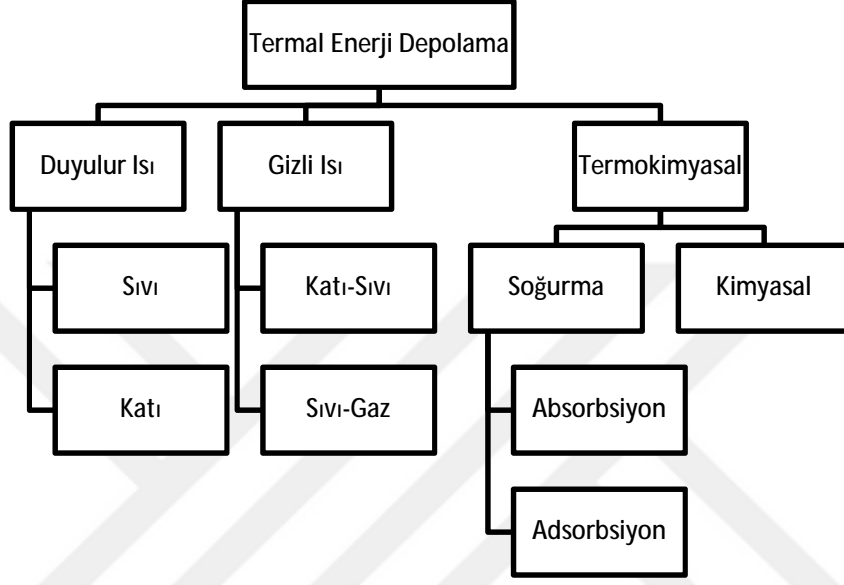
1.2. Termal Enerji Depolama

Termal enerji bir maddeyi oluşturan atom veya moleküllerin kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamıdır. Atomik veya moleküler titreşim sonucunda oluşur ve bu enerjinin aktarımı sıcaklık farkından kaynaklı ısı akışıyla gerçekleşir (Sarıkaya, 2011.).

Termal enerji depolama (TED), yenilenebilir enerji kaynaklarının elde edilmesiyle, arz-talep arasındaki fark ve yer-zaman arasındaki uyumsuzluğunu giderirken, hem ısıtma hem de soğutma için çözümler verir. Konut, sanayi, tarım ve ulaşım sektörlerinde uygulama şansı bulunan TED, elektrik enerjisi ve kömür, doğal gaz, petrol gibi fosil yakıtlardan tasarruf sağlayarak enerji verimliliğini artırmaktadır (Paksoy, 2007). Bu nedenle son yıllarda bu teknikle ilgili birçok yöntem geliştirilmiştir.

Termal enerjiyi depolamak için temelde üç yöntem kullanılmaktadır. Bunlar; duyulur, gizli ve termokimyasal ısı depolamalarıdır. Bu yöntemler birim hacimde depolayabildikleri enerji bakımından ayrılırlar (Lane, 1983). Termal

enerjinin depolanması için genel olarak kullanılan yöntemler Şekil 1.2’de şematik olarak verilmiştir.



Şekil 1.2. Termal Enerji Depolamada Kullanılan Yöntemler

1.2.1. Duyulur Isı Depolama

TED materyalinin sıcaklığındaki değişimden faydalanılarak depolama gerçekleşir. Depolanacak ısı miktarı; ortamın ısı kapasitesine, sıcaklıktaki değişim miktarına ve depolama materyalinin miktarına bağlıdır. Katı veya sıvı materyallerde depolama yapılabilir. Sıvılar arasında bol bulunması, sağlığı tehdit edecek özellik taşımaması ve en ucuz maliyetli olması nedeniyle en çok sudan yararlanılır. Su, birim hacimde oldukça yüksek miktarda ısı depolayabilir. Örneğin 1 m³ su 1 °C ısıtıldığı zaman 4198 kJ lük enerji depolarken, 1 m³ hacimdeki kaya ise suyun depoladığı enerjinin yarısı kadar enerji depolamaktadır (Kovach, 1976; Sarı, 2000).

Duyulur ısı depolama yönteminde sistem tersinirdir. Yani ısı depolama ve geri kazanım özelliği materyalin ömrü boyunca değişmez.

1.2.2. Gizli Isı Depolama

Bu depolama yönteminde faz deęiřtiren maddeler (FDM) kullanılır ve maddelerin uygun sıcaklıklarda gösterdięi faz deęiřimi sırasında ortaya çıkan ısının depolanmasıyla gerekleřir. Katı-gaz ya da sıvı-gaz faz deęiřimleri genellikle pratik olmadıkları için gizli ısı depolamada tercih edilmezken, en ok katı-sıvı faz deęiřimleri kullanılır.

1.2.2.1. Parafinler

FDM olarak kullanılan parafinler petrol turevidir ve oęunlukla hidrokarbonlardan meydana gelirler. C_nH_{2n+2} formülü ile gösterilirler. Oda sıcaklığında mumsu kıvamdadırlar. Düz zincirli ve dallanmış zincirli şekilde basit yapıdadırlar. Zincir uzunluęuna doęru orantılı olarak, erime ve donma sıcaklıkları artar ya da azalır. Isı enerjisini depolama kapasiteleri yüksektir. Isı depolama özellikleri, ucuz ve kolay bulunabilir olmaları, kimyasal olarak kararlı olmaları sebebiyle ok tercih edilirler. Bunun yanında yüksek erime gizli ısısına sahip olmaları ve sıcaklık aralığı geniş olmalarından dolayı gizli ısı depolama için kullanılırlar (Kaya, 2007).

Alkanların karbon sayısının artmasına doęru orantılı olarak erime noktaları artmaktadır. Karbon sayısı 12–40 arası olan alkanlar $-100\text{ }^\circ\text{C}$ ile $800\text{ }^\circ\text{C}$ arası erime noktasına sahiptirler. Alkanların karbon sayısına baęlı olarak ilk beř elemanı normal řartlar altında gaz halindedir. Molekül aęırlıklarıyla doęru orantılı olarak buharlaşma oranları azalır. Karbon sayısı 5-15 arası olan n-alkan grubu sıvıdır. Bu maddelerin erime noktaları ve erime ısıları molekül aęırlıklarıyla artar (Abhat, 1983). 15'den fazla karbon atomu bulunan bileřikler oda sıcaklığında mum gibi katı durumdadır. Bunların ergime ısıları ve ergime noktaları molekül aęırlıklarıyla artar. Böylece $C_{14}H_{30}$ 'dan $C_{40}H_{82}$ 'ye kadar olan seri içindeki bileřiklerden birinin seilmesiyle $6\text{ }^\circ\text{C}$ 'den $80\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar deęiřen ergime sıcaklığında ısı depolama için uygun parafin seilebilir. Karbon sayısı ift olan parafinler ucuz, bol ve kimyasal olarak kararlı olduklarından ısı depolama için tercih edilirler (Mazman, 2006).

1.2.2.2. Yağ Asitleri

Yağ asitleri, trigliserit adı verilen yağlardan elde edilirler. Organik faz değiştiren maddelerdir ve formül olarak $CH_3(CH_2)_{2n}COOH$ şeklinde gösterilirler. Parafinlerle benzer özelliklere sahiptirler. Yağ asidi zincirinde bulunan karbon sayısı arttıkça viskozite artar. Oda sıcaklığında, düşük karbon sayısına sahip yağ asitleri sıvı halde bulunurken yüksek sayıda karbon sayısına sahip yağ asitleri katı halde bulunurlar (Karaipekli, 2006).

1.2.2.3. Ötektik Karışımlar

Ötektik karışımlar, organik ya da inorganik yapıda, iki veya daha fazla bileşenin kristallenme sürecinde kristallerinin, minimum erime noktalı ve her birinin düzenli olarak eriyebildiği ve katılaşabildiği yapılarıdır(Sarı, 2005).

1.2.2.4. Tuz Hidratları

Anorganik yapılu tuz hidratları, termal enerji depolama kapasiteleri yüksek yapılarıdır. Organik FDM'ler ile karşılaştırıldığında ısı iletkenlikleri daha yüksektir. Faz değişimleri sırasında hacim değişimleri azdır (Yılmaz, 2008).

1.2.3. Termokimyasal Depolama

Kimyasal tepkime sırasında, bağ oluşumu ya da kopmasıyla açığa çıkan ısı enerjisinin depolanmasıyla gerçekleşir. Tersinir tepkimelerden yararlanır. Birim hacimdeki enerji depolama yoğunluğu bakımından en yüksek TED tekniğidir.

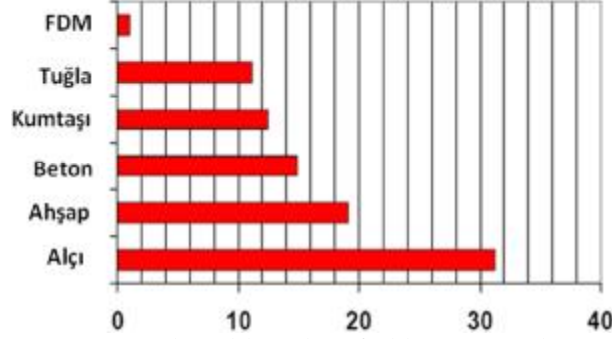
1.3. Binalarda Faz Değiştiren Maddeler Kullanılması

TED için geliştirilen yöntemlerden biri de bina yapı malzemelerinde FDM kullanılmasıdır. Bina yapı malzemesine eklenen FDM, gündüz bina kabuğunun ısınmasıyla erirken bina içine daha az ısı geçişine neden olur. Gece dış ortam sıcaklığının düşmesiyle donan FDM ısı salarak binanın iç ortam havasının ısınmasına katkı sağlar. Bu uygulamada kullanılacak FDM nin bina konfor

sıcaklığına yakın erime noktasına sahip olması gerekir. Uluslararası Enerji Ajansı tarafından hazırlanan raporda bina kabuğunda yapılacak iyileştirmeler binaların enerji tüketimini %20 oranında azaltabileceği bildirilmektedir (<http://www.iea.org/publications>). Bu nedenle bina kabuğunda FDM kullanımıyla binalarda önemli oranlarda enerji tasarrufu sağlanabilir. Binalarda FDM uygulanmasıyla elde edilebilecek avantajlardan bazıları şunlardır:

- Bina kabuğunun ısı kütlesinin artırılarak bina içi sıcaklık dağılımı salınımlarının azaltılması,
- Isıtma ve soğutma için kullanılan enerjinin azaltılması,
- Isıtma ve soğutma enerjisi kullanımını düşük tarifeli zamana kaydırılması,
- Soğutma ve ısıtmanın daha verimli kullanılması (Pomianowski ve ark., 2013).

Bina yapı malzemelerinin yaklaşık ısı kapasitesi 0,75 ile 1 kJ/kg-K kadarken, faz değiştiren madde olarak parafin eklendiğinde, termal enerji depolama yaklaşık 110 kJ/kg olan gizli ısı değeri oranında artış gösterecektir (Pomianowski ve ark., 2013). Şekil 1.3'de bina ve iç ortam arasında 10 °C'lik bir artış sağlamak için gerekli farklı yapı malzemesi kalınlıkları FDM ile karşılaştırılmaktadır (Paksoy, 2007). Bu durum FDM kullanılarak enerji tasarrufunun yanı sıra bina yapı malzemesinden de tasarruf edileceğini göstermektedir.



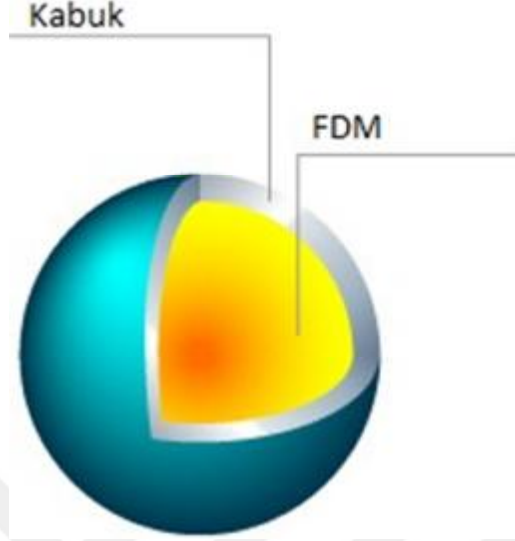
Şekil 1.3. 1 cm FDM ye karşılık gelen farklı yapı malzemelerin kalınlıkları (Paksoy, 2007).

1.4. Mikrokapsülleme

Mikrokapsülleme, dispersiyon, sıvı damlacıklar veya küçük katı tanecikler gibi çekirdek malzemelerin kaplanması ile atmosfer etkileri ve aşındırıcı olabilecek dış ortam etkilerinden korunmasını sağlayan bir yöntem olarak tanımlanabilir. Çekirdek malzeme su veya hava geçirmez duvar ile kaplanır.

Mikrokapsüller, kapsülün çapı, kabuğunun inceliği, izin verdiği ısı iletimi ve yapısal esnekliği gibi özelliklerle belirlenebilir. Partikül büyüklükleri ortalama olarak birkaç mikron ile 400-500 mikron arası değişebildiği gibi sentez yöntemi ve deneysel koşullara göre nano boyutlarda da olabilir (Çimen, 2015; Karataş, 1989).

FDM'lerin kontrollü olarak faz değişimini sağlamak amacıyla mikrokapsülleme işlemi yapılmaktadır. Şekil 1.4'te mikrokapsüllemiş FDM'nin şematik görünümü verilmiştir. Böylece sıvı faza geçtiğinde dışarı akmadan ve ortamla kimyasal etkileşime girmeden termal enerji depolama işlevini görebilmektedir. Aynı zamanda FDM nin mikrokapsüllemesiyle yüzey alanı artırılması ısı transferini de olumlu yönde etkilemektedir. Mikrokapsülleme sırasında çeşitli polimerler duvar malzemesi olarak kullanılırlar (Cabeza ve ark., 2011; Konuklu ve ark., 2014).



Şekil 1.4. Mikrokapsüllenmiş FDM'nin şematik gösterimi
(http://www.ljspecialities.co.uk/newsletters/2013_03.html).

1.5. Alev Geciktiriciler

Bina uygulamalarında uygun erime aralıkları nedeniyle parafin ve yağ asitleri gibi organik FDM'ler tercih edilmektedir. Organik maddelerin yanıcılıkları özellikle bina yapı malzemeleriyle beraber kullanılmaları açısından önemli bir dezavantajdır. Bu dezavantajı ortadan kaldırmak amacıyla alev geciktirici malzemelerin kullanılması araştırılmaktadır.

18. yüzyıldan beri, bazı kimyasalların eklenmesiyle çeşitli maddelere yangın özelliklerini engellemeye yönelik çalışmalar bulunmaktadır. En eski kaynaklardan elde edilen bilgilere göre 1735 yılında Wyld, alüminyum sülfat, metal sülfat veya sülfürik asit ve boraks kullanarak tekstil malzemeleri ve kağıt üzerinde yanabilirliği iyileştirmesi çalışması bulunmaktadır (www.yanginguvenlik.com).

Alev geciktirici olarak adlandırılan kimyasallar, yanmayı önler ya da geciktirici rol oynar. Yanma sırasında gerçekleşen ısınma, bozunma, tutuşma veya alevin büyümesi adımlarından birinde etkilidir. Alev geciktiriciler 3 grupta incelenebilir. Bunlar halojenli, fosforlu ve hidratize (sulu) alev geciktiricilerdir.

Yapılarında brom (Br), klor (Cl) ve flor (F) gibi elementleri içeren alev geciktirici maddeler halojenli alev geciktiriciler olarak adlandırılırlar. Malzemenin yanmasında etkin rol oynayan moleküllerin oluşumunu engeller, yanmayan gazlardan bir örtü oluşturarak alevin üzerini kaplar. Parçalanırken verdikleri reaksiyon endotermik olduğundan ısıyı azaltarak soğutma etkisi gösterirler.

Yapılarında fosfor (P) bulduran alev geciktirici malzemeler fosforlu alev geciktiriciler olarak adlandırılır. Malzeme yüzeyinde yanmayan bir katman oluşturarak, yanma bölgesinin oksijenle bağlantısını keserler. Yanma sırasında açığa çıkan ısıyı absorbe ederek yanmanın durmasını sağlayarak yanmaya karşı malzemenin mukavemetini artırırlar.

Yapılarında su bulduran inorganik yapılı alev geciktirici malzemeler hidratlı (sulu) alev geciktiriciler olarak adlandırılırlar. Isı altında, alev geciktirici malzemenin yapısında bulunan su molekülleri yapıdan ayrılıp soğutma etkisi oluşturarak yanmayı yavaşlatırlar. Ancak sulu alev geciktiriciler yapıları sebebiyle malzemenin mekanik özelliklerini kötü etkileyerek kullanımı açısından dezavantaj oluştururlar. (Tuzcu, 2010).

1.6. Çalışmanın Amacı

Bu çalışmada termal enerji depolama uygulamalarında kullanılacak güç tutuşurluk özelliğine sahip organik mikrokapsüllenmiş malzemeler geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bu hedefe uygun olarak aşağıdaki çalışmaların yapılması amaçlanmıştır:

- Mikrokapsüllenmiş organik bazlı FDM üretilmesi,
- Üretilen mikrokapsüllenmiş FDM'lerin termal, kimyasal ve morfolojik özelliklerinin incelenmesi,
- Mikrokapsüllenmiş FDM'lere alev geciktiricilerin uygulama yönteminin geliştirilmesi,

- Alev geciktirici uygulanmış mikrokapsülenmiş FDM'lerin güç tutuşurluk özelliklerinin belirlenmesi.



2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Pielichowska ve arkadaşları, termal enerji depolamak için faz değıştiren maddeleri incelemiřlerdir. Yaptıkları çalıřma hem FDM'lerin günümüzdeki enerji depolama uygulamalarının geliřme seviyelerinin bir incelemesini sunmaktadır, hem de geliřtirilmiř performans ve güvenli yeni FDM'lerin geliřiminin anlaşılmasını saęlamaktadır. Kapsülleme yöntemlerinin, hem termal iletkenlik, hem de kararlı duruma getirme prosedürlerinin geliřiminin incelenmesine ayrıca özen gösterilmiřtir. Bunlara ek olarak; alev geciktirme özellikleri ve alev geciktirme performansları göz önünde bulundurularak inřaat, elektronik, biyomedikal, tekstil ve otomotivde, FDM'lerin geniř çapta uygulamaları ele alınmıř ve gelecek arařtırma yönelimleri belirlenmiřtir. İnorganik FDM'lerin organik yapılı malzemelere oranla daha yüksek bir gizli ısı depolama ve daha yüksek termal iletkenliğe sahip olduklarını ancak metalik malzemelere karşı daha korozif ve aşırı soęuma etkilerinin dezavantaj oluřturacaęı, çekirdekleřtirici ve koyulařtırıcı ajanların bu dezavantajları ortadan kaldırılabileceęi fakat faz deęiřim özelliklerinin de olumsuz yönde etkilenebileceęi belirlenmiřtir (Pielichowska ve ark., 2014).

FDM'ler inřaat sektörünü de kapsayan geniř çapta uygulamalarında, enerji tasarrufu saęlamak bakımından gelecek vaat eden bir stratejidir. FDM'lerin yapı malzemelerinin termal özellikleri üzerine etkisini deęerlendirmek amacıyla birçok çalıřma yapılmıřtır; ama FDM'lerin dięer destek malzemeleri üzerine etkisi hakkında çok az bilgi bulunmaktadır. Bu bilgi, FDM içeren malzemelerin kullanımı ve uygulamasının elverişlilięini belirlemek için gereklidir. Haurie ve arkadaşları, yaptıkları çalıřmada mikrokapsüllenmiř FDM'lerin farklı yüzdelerde eklenmesinin iki farklı, ticari, tek katmanlı sıvanın özellikleri üzerine etkisi arařtırmıřtır. %10 ve %20 oranında FDM eklenen tek katmanlı harçların yanma testlerinde ilk alevlenme süresi, alevlenme sayısı ve ortalama yanma süresi gözlemlenmiřtir. %10 FDM kullanılan malzeme ilk alevlenme süresi ve alevlenme

sayısı olarak %20 FDM kullanılan örneğe göre daha yüksek değerler vermiştir. Fakat ortalama yanma süresi göz önüne alındığında %20'lik örnekler çok daha uzun sürelerle sahiptir (Haurie ve ark., 2016).

Küresel ısınma kaygıları dolayısıyla ve termal enerji depolama yetenekleri sayesinde FDM'lerin yapılarda enerji tasarrufu sağlayabilme yeteneklerinden dolayı, FDM'lerin yapısal malzemelerde olası katkısı, dünya çapında çok fazla araştırma için ilgi odağı olmuştur. Geçmiş 20 yıl sürecince, FDM'lerin betonlarda kullanımı hakkında çok sayıda araştırma yapılmıştır. Sonuçlara göre; FDM'li betonlar daha iyi termal performans ve daha iyi gizli ısı depolama gibi faydalı karakteristik özelliklere sahiptir. Diğer bir taraftan FDM'lerin, beton özellikleri üzerinde olumsuz etkileri vardır. Fakat FDM'li beton üretimi süresince uygun FDM kullanılır ve uygun miktarda katkı olursa bu olumsuz etkiler en aza indirilebilir. Ling ve arkadaşları yaptıkları çalışmada; farklı tipte FDM'lerin katkı ortalamaları ve hem taze hem de setleşmiş aşamada beton özelliklerine değerlendirilmiştir. Betondaki termal performansları gibi FDM'lerin kararlılığı da, betonda kullanımındaki sorunlar bağlamında sunulmuştur. Sonuçlara göre organik FDM'ler ve özellikle parafin, betonda kullanılacak en uygun gizli ısı depolama malzemelerinden biri olarak belirlenmiştir. Başlıca nedenleri ise kimyasal kararlılık, faz değişim aralığının konfor sıcaklığı olması, aşırı soğuma özelliğinin düşük olmasıdır. Bunların yanında daha ucuz ve arzu edilen termal kararlılığa sahiptir (Ling ve ark.,2013).

Tyagi ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, yapılarda ısıtma ve soğutma sistemlerinin farklı yöntemlerinin karşılaştırmalı bir incelemesini sunmaktadır. FDM duvar kaplaması, FDM duvar kalıbı, FDM temeller, havayla ısıtma sistemleri, zemin ısıtma, tavan kaplama v.b. çeşitli sistemlerin termal performansları sunulmuştur. Tüm sistemlerin FDM'ler sayesinde, ısıtma ve soğutma için yüksek potansiyele sahip olduğu ve ayrıca yapılarda enerji tasarrufu sağlanmasının da önünü açtığı belirlenmiştir (Tyagi ve ark, 2007).

Davis ve arkadaşları, oktadekan FDM içeren ticari mikrokapsüllenmiş madde üzerine borik asit, sodyum karbonat ve sodyum silikat alev geciktiricileri denemiştir. Çatı dayanım malzemeleri esas alınarak yapılan bu çalışmada dikey alev testiyle yapılan inceleme sonucu 44 cm'lik bir yanma mesafesi elde etmişlerdir. Bunun üzerine çekirdek malzemesi sentetik balmumu ile değiştirilip selüloz yapı ile kabuğa izolasyon oluşturulduğunda yanma mesafesi 35 cm'ye kadar düşürülmüştür (Davis ve ark., 2009).

Sittisart ve arkadaşları, alev geciktirici eklenmiş yapıcı kararlı FDM ürünleri parafin, HDPE ve alev geciktiriciler kullanarak hazırlamışlardır. Alev geciktirici olarak, magnezyum hidroksit, alüminyum hidroksit, EG, APP, PER ve işlenmiş montmorilonit gibi çeşitli tiplerde malzemeler kullanıp, yanma performansını dikey yanma testi, TGA ve DSC ile sınıflandırmışlardır. Dikey yanma testi sonucunda, en iyi sonucu kalıntılar da göz önüne alınarak IFR eklenen FDM kompozit vermiş ve bu teste göre kullanılan malzemeler içerisinde yangına daha dayanıklı olduğu gözlemlenmiştir. TGA grafiklerince alev geciktirici eklenmesi kalıntı miktarının artmasına ya da yapısına bağlı olarak termal kararlılığı artırmış ve konik kalorimetre testleriyle desteklenmiştir. DSC sonuçları doğrultusunda FDM'ye eklenen alev geciktiricilerin önemli ölçüde termal özellikleri değiştirmedeği görülmüştür (Sittisart ve ark., 2011).

Wang ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, magnezyum hidroksit, kırmızı fosfor, inorganik fosfor ve organik alev geciktiricileri incelenmiştir. Mikrokapsüllenmiş alev geciktiriciler ve mikrokapsüllenmiş kompozitlerin yapısal özelliklerindeki farklı kabuk malzemelerinin etkisi etraflıca tartışılmıştır. Sonuçlara göre mikrokapsülleme; daha iyi su geçirmezlik, alev geciktirme, uyumluluk ve daha yüksek ısıl bozunma sıcaklığı gibi özellikler sağlamaktadır. Uygun kabuk malzemesiyle, mikrokapsüller sadece daha iyi özellik sağlamaz; aynı zamanda daha sert durumlarda da kullanılabilir (Wang ve ark., 2015).

Sun ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, ortak kapsüllenmiş APP ve PER melamin formaldehit reçinesi kullanılarak polimerizasyon yöntemi kullanılarak

hazırlamış ve enerji dağılımlı spektrometre ile FTIR cihazları kullanılarak karakterize edilmiştir. Termal stabilite ve alev dayanım davranışı analiz edilmiş ve kıyaslanmıştır. APP ve PER ortak mikrokapsüllenmesinin termal stabilitesinin önemli oranda gelişmesine yol açtığı termogravimetrik analizler ile belirlenmiştir. APP ve PER ortak mikrokapsüllenmesinin maksimum kütle kaybı sıcaklığı APP/PER karışımına oranla 30 °C daha yüksektir. Kaplama kompoziti olarak Ortak kapsüllenmiş APP ve PER in alev geciktirici etkisi karbonlama yoğunluğu, alev yayılma hızı ve konik kalorimetre ile değerlendirilmiştir. Sonuçlar kaplama kompoziti olarak ortak kapsüllenmiş APP ve PER in alev geciktirici özelliklerinin APP/PER karışımının kompozit kaplamasından daha iyi olduğunu göstermektedir (Sun ve ark.,2012).

Zhang ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, parafin ve yüksek yoğunluklu polietilen üzerine tutturulup sağlamlaştırılmış faz değiştiren madde, termal enerji depolama için kullanmıştır. Bu depolama ortamı, parafin sıvı haldeyken ve parafinin olmadığı gözlemlendiğinde yapıyı da koruyabilir fakat düşük termal iletkenliğe sahip ve kolay alevlenebilir olması, termal enerji depolamanın faydasını sınırlar. Yaptıkları çalışma ile yapıcı kararlı FDM'nin termal iletkenliğini ve alev geciktirici özelliğini artırmayı amaçlamışlardır. Yapıcı kararlı aleve dayanıklı FDM yapımı için parafin, HDPE, genişlemiş grafit ve şişebilen alev geciktiriciden kullanılmıştır. Elde edilen ürünün karakterizasyonu için SEM, DSC, ATR-FTIR ve konik kalorimetre ölçümleri kullanılmış, morfolojik yapıları, kristallenme davranışları ve termal özellikleri belirlenmiştir. SEM sonuçlarında parafin ve EG'nin, HDPE ile ağ örgüsünde iyi dağıldığı görülmüştür. Ayrıca IFR'ın termal iletkenlik ve alev geciktirici etkisine sahip olduğu, bu özelliklerin EG eklenerek geliştirilebileceği belirlenmiştir. Parafin/HDPE/IFR/EG mümkün olan alev geciktirici mekanizması yapıcı kararlı FDM olarak önerilmiştir (Zhang ve ark., 2010).

Asimakopoulou ve arkadaşları, parafin bazlı FDM ile mikrokapsülendirilerek güçlendirilmiş alçı plakalar gibi yenilikçi yapı malzemeleri kullanımının yangın

güvenliği özelliklerine, kapsamlı deneysel ve nümerik simülasyon çalışması bağlamında ışık tutmayı amaçlamışlardır. Bu amaçla TGA, DSC, konik kalorimetre, SEM kullanılarak FDM katkılı alçı plakaların hem temel termofiziksel özellikleri hem de alevdeki davranışı incelenmiştir. Varılan sonuca göre; yangın sırasında gelişen yüksek sıcaklıklı ortamda, FDM parafinler buharlaşım hatalı kapsül kabuklarından ve alçı plakasının gözenekli yapısından alevli bölgeye sızar ve burada etkin alev yükünü artırır. Deneysel veriler kullanılarak FDM katkılı alçı plakaların alevdeki davranışını kesin bir şekilde tanımlayan nümerik bir model geliştirilerek bilgisayar ortamında konik kalorimetre test sonuçları ile doğrulanmıştır. Parafin bazlı FDM katkılı yapı malzemelerinin (mikro kapsülleme kabuğu hataları olduğu durumlarda) yapının yangın güvenliği karakteristiğini olumsuz yönde etkileyebileceğini bilgisayar destekli simülasyonlar kullanarak belirlemişlerdir (Asimakopoulou ve ark., 2015).

Cai ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, halojensiz, alev geciktirici, yapıcı kararlı, parafin/yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) kompozit bazlı FDM'ler kullanmışlardır. Çinko borat (ZB) ve amonyum polifosfat gibi farklı sinerjistik (eş etkin: birinin diğerinin etkinliğini arttırdığı) katkılı ve genleşmiş grafitli(EG), şişen yapıları alev geciktirici sistem temelli, biçimce kararlı FDM kompozitlerin yapıları ve özellikleri SEM, TGA, FTIR, DSC ve konik kalorimetre ile karakterize edilmiştir. TGA sonuçlarına göre alev geciktiricinin termal bozunumundan dolayı halojensiz alev geciktirici yapıcı kararlı FDM kompozitlerin kütle kaybının daha düşük sıcaklıklarda başlamasına karşın, 700 °C'de daha büyük miktarda yanma sonrası kalıntı bırakmıştır. DSC ölçümlerine göre, alev geciktirici eklenmesinin, faz değişim piklerinin sıcaklık değerleri ve termal enerji depolama özelliği üzerine etkisi çok azdır. Bununla birlikte bu katkıdan dolayı parafinin iç sıcaklığının donma işlemi süresince performansı daha iyi olur. Dinamik FTIR görüntüleme sonuçlarına göre; artan termo-oksidasyon sıcaklığı ile farklı kalıntı oluşumları ve (HDPE ve parafin) ana zincirlerinin bozulmasında artış olduğu ortaya çıkmıştır. Ayrıca, konik kalorimetre testlerinde, ısı salma oranı pikinde (PHRR) belirgin

küçülme olduğu bulunmuştur. Hem PHRR'nin küçülmesi hem de yanmadan sonraki yanık artığı yapısı şunu göstermektedir; halojensiz alev geciktirici yapıcı kararlı FDM kompozitlerin, EG ve APP arasındaki sinerjistik etkiden dolayı yanıcılık özellikleri geliştirilmiştir (Cai ve ark.,2008).

Cai ve arkadaşları, parafin/yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) kompozit bazlı, termal enerji depolayan FDM'ler hazırlamışlardır. EG ve APP'nin alev geciktirici olarak eklendiği FDM kompozitlerin özellikleri ve morfolojisi SEM, DSC, TGA ve konik kalorimetre testleri ile karakterize edilmiştir. SEM sonuçlarında, parafinin, HDPE tarafından oluşturulan 3 boyutlu ağ yapısında oldukça dağıldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca EG ve APP'nin FDM kompozitler içerisinde oldukça dağıldığı belirlenmiştir. DSC ölçümlerinde alev geciktirici eklenmesinin faz değişim sıcaklığına ve termal enerji depolama özelliğine etkisinin çok az olduğu belirlenmiştir. TGA sonuçlarına göre EG ve APP'nin 650 °C'de FDM kompozitlerin yanma sonrası kalıntısını ve maksimum kütle kaybı sıcaklığını arttırdığı; iyileşmiş termal kararlılık özelliklerine katkı sağladığı görülmüştür. Konik kalorimetre testlerinden ısı salınım oranı pikinin (PHRR) belirgin bir biçimde azaldığı ortaya çıkmıştır. EG ve APP arasındaki sinerjistik etkiyi daha fazla araştırmak için SEM testlerinde; yanma sonrasındaki homojen ve kompakt yanık artığı yapısının gelişmiş termal kararlılığa katkı sağladığı, FDM kompozitlerin yanıcılık ve kendi kendine sönmeye özelliklerini geliştirdiği gözlemlenmiştir (Cai ve ark., 2009).

Haurie ve arkadaşları çalışmalarında, binalar için, hafif agrega içerisinde gömülü FDM içerikli çimento harcının alev ile tepkimesini incelemişlerdir. FDM'nin alevdeki davranışının niceliksel etkisini araştırmak amacıyla, farklı FDM kütle oranına sahip birçok örnek hazırlanmış ve test edilmiştir. FDM entalpi-sıcaklık eğrisi T-history yöntemiyle ölçülmüş ve bir alev kaynağının kullanıldığı deney düzeneği ile FDM'nin çimento harç malzemesinin sıcaklık davranışına olan etkisi incelenmiştir. Kompozit malzemenin alevle tepkimesini karakterize etmek amacıyla; yanma sırasındaki alev damlaları oluşumuna, duman salınımına ve alev

sürekliliğine dikkat ederek küçük ölçekte laboratuvar testleri yapılmış. Test sonucunda alev kaynağına maruz bırakıldıktan sonra kaynaktan uzaklaştırılan FDM'li çimento harç malzemesinin kendi kendine sönmeyi yeteneğinin arttığı belirlenmiştir. Ayrıca %10 oranında FDM eklenen malzemenin sınırlı duman salınımı ve düşük değerde ısı salınımı testlerden elde edilmiştir. Bunun yanı sıra küçük ölçekli yangın direnci testinde kütlece %25 oranında FDM eklenen harcın performansının önemli oranda değişmediği gözlemlenmiştir (Haurie ve ark.,2014).





3. MATERYAL VE METOD

3.1. Materyal

3.1.1. Faz Deęiřtiren Madde

Termal enerji depolama uygulamalarında kullanılacak FDM seçiminde, erime-donma aralıkları, ısıl depolama kapasiteleri ile birlikte korozif ve toksik olmayan, aşırı soęuma göstermeyen, faz deęiřimi sırasında küçük hacim deęiřimi gösteren, kimyasal ve termal olarak kararlı ve yanıcı olmaması gibi özellikler göz önünde bulundurulur. Bu amaçla kullanılacak FDM'ler organik ve inorganik FDM'ler olmak üzere ikiye ayrılırlar. Her iki gruptaki FDM'lerin kendine özgü avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Çizelge 3.1'de inorganik ve organik FDM'lerin avantajları ve dezavantajları karşılaştırılmıştır.

Çizelge 3.1. Organik ve İnorganik FDM'lerin Karşılaştırılması

	ORGANİKLER	İNORGANİKLER
AVANTAJLAR	Korozif deęildirler.	Daha büyük faz deęiřtirme entalpisine sahiptirler.
	Düşük veya hiç aşırı soęuma göstermezler.	
	Kimyasal ve termal olarak kararlıdır.	
DEZAVANTAJLAR	Daha düşük faz deęiřtirme entalpisine sahiptirler.	Aşırı soęuma gösterirler.
	Düşük termal iletkenliğine sahiptirler.	Koroziftirler.
	Yanıcıdır.	Faz ayrışması meydana getirirler.

Çizelge 3.1 incelendiğinde inorganik FDM'lerin daha büyük faz deęiřtirme entalpisine sahip olmalarına raęmen korozif etkileri, hidrat sayılarının deęiřmesi gibi etkilerden dolayı bina uygulamalarında kullanılması tercih edilmez. Bu nedenle, tez çalışmasında mikrokapsül çekirdek malzemesi olarak bir organik FDM olan parafin 42-44 kullanılmış ve Merck'ten temin edilmiştir (Çizelge 3.2).

Çizelge 3.2. Parafin 42-44 Özellikleri (Merck)

Uygulama	Parafin 42-44, blok halinde yer alır. pH (H ₂ O) nötr.
Fizikokimyasal Bilgiler	
Kaynama noktası	> 300 °C (1013 hPa)
Yoęunluk	0.90 g/cm ³ (20 °C)
Tutuřma sıcaklıęı	> 300 °C
Donma noktası	42 – 72 °C
Toksikolojik Bilgiler	
LD 50 oral	LD50 Fare > 5000 mg/kg
LD 50 dermal	LD50 Tavřan > 3600 mg/kg
Güvenlik Bilgileri	
Depolama sınıfı	10 – 13 dięer sıvılar ve katılar
Depolama	5 °C ile 30 °C aralıęında
Özellikler	
Kimlik (IR spektrumu)	Bařarılı
Asidite ve alkalinite	Bařarılı
Katılařma noktası	42 – 44 °C
Sülfat (SO ₄)	≤ 0.015 %

3.1.2. Polistiren

Merck'ten temin edilmiş ve FDM'lerin mikrokapsülenmesi sırasında kabuk maddesi olarak kullanılmıştır. Üretim öncesi stiren monomeri NaOH ile yıkanarak saflaştırılmıştır. Saflaştırma işleminde 150 mL stiren monomeri için 1M 50 mL NaOH kullanılmıştır.

3.1.3. Alev Geciktiriciler**3.1.3.1. Orto Fosforik Asit**

Sıvı halde bulunan %85 saflıkta OFA (H_3PO_4) Sigma Aldrich'ten temin edilmiştir. Alev geciktirici olarak, ekstra saflaştırma işlemi yapılmadan, polimerizasyonun emülsiyon aşamasının ardından başlatıcılar ile birlikte FDM'nin %20'si oranında ilave edilmiştir. Bunun yanında, farklı bir yöntem olarak mikrokapsülenmiş FDM'lerin daldırılarak OFA'e maruz kalması sağlanmıştır.

3.1.3.2. Pentaeritritol

Toz halde bulunan %98 saflıktaki pentaeritritol (PER) $C_5H_{12}O_4$ Sigma Aldrich'ten temin edilmiştir. Alev geciktirici olarak polimerizasyonun emülsiyon aşamasının ardından başlatıcılar ile birlikte eklenmiştir. FDM'nin %20 si oranında kullanılmıştır.

3.1.4. Bina Yapı Malzemeleri

Geliştirilen güç tutuşurluk özelliğine sahip mikrokapsülenmiş FDM'lerin bina yapı malzemelerinde kullanıma uygunluğunun araştırılması için beton içinde denemeler de gerçekleştirilmiştir. Beton; çimento, su, agrega ve katkı maddelerinin belli oranlarda karıştırılmasıyla oluşan, şekil verilebilen ve zamanla katılaşıp sertleşerek mukavemet kazanan başlıca yapı malzemesidir.

3.1.4.1. Çimento

Hidrolik bağlayıcı maddeler, su ile reaksiyonu sonucu sert bir kütle oluşturduktan sonra su içerisinde dağılmayan, sertliğini ve mukavemetini muhafaza eden veya artıran bağlayıcı maddelerdir (www.adanacimento.com.tr).

Bu çalışmada TS EN 206-1 standardında beton karışımlarını hazırlamak amacıyla TS EN 197-1 standartlarına uygun Oyak Çimento tarafından üretilen CEM I 42,5 R çimento kullanılmıştır. Çimentonun nem alarak topaklaşmaması için özel kaplarda muhafaza edilmiştir.

3.1.4.2. Su

Beton karma işleminde kullanılan su, TS EN 1008 standartlarına göre asit reaksiyonu göstermemesi, agresif karbonik asit, mangan bileşikleri, amonyum tuzları, serbest klor, organik maddeler ve endüstri atıkları bulundurmaması gerekmektedir. Deneyde kullanılan suyun gerçek üretim koşullarını da yansıtmaması amacıyla, şehir suyu şebekesinden elde edilen içme suyu kullanılmıştır.

3.1.4.3. Agrega

Beton karışımı içerisinde bulunan; kırma taş, çakıl veya kum gibi malzemeler agrega olarak adlandırılır. Deneysel çalışmalarımızda TS 706 EN 12620 standartlarında 0-3 mm, 5-10 mm boyutlarında 2 çeşit agrega kullanılmıştır.

3.1.4.4. Kimyasal Katkı Maddesi

Beton ve harç karışımlarında işlenebilirliği sağlamak amacı ile yüksek oranda su azaltan, erken ve nihai yüksek dayanım ve dayanıklılığa gereksinim duyulan hazır beton ve prefabrik beton endüstrisi için geliştirilmiş yeni nesil hiper akışkanlaştırıcı kullanılmıştır. Kullanılan hiper akışkanlaştırıcı polikarboksilik eter bazlı olup, BASF tarafından üretilmiştir.

3.1.5. Beton Numune Kalıpları

Çalışmalarda mekanik ve ısı testlerde kullanılması amacıyla 7x7x7 cm boyutlarında küp beton numune kalıpları kullanılmıştır.

3.2. Metod

3.2.1. FDM'lerin Mikrokapsüllemesi

FDM'ler mikrokapsüllemeye tabi olarak faz değişiminin kabuk malzemesi içinde, dışarıya sızmadan gerçekleşmesi sağlanır. Böylece FDM farklı ortamlarda kimyasal etkileşime girmeden, gözenekli yapılarda dışarıya sızmadan kullanılabilirler. Özellikle betona katkı maddesi olarak uygulandıklarında, eklenen FDM'nin betonun mekanik dayanımını azaltmaması, eridiğinde betonun gözeneklerinden dışarı sızmaması ve betonla beraber demir kullanıldığında korozyona neden olmaması gerekir. Bu nedenle bina uygulamalarına da uygun olabilecek şekilde FDM'nin mikrokapsülleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Kapsüllemiş FDM'lerin beton karışımı içinde davranışları önem kazanmaktadır. Kabuk kırılmasını önleyebilmek için kapsül duvar malzemesinin sertliğini arttırmak ve yüksek termal performansa sahip kapsüllemiş FDM üretebilmek amacıyla farklı maddeler ve deney koşulları belirlenmiştir. Çizelge 3.3'de mikrokapsüllemede kullanılan yöntemler verilmiştir.

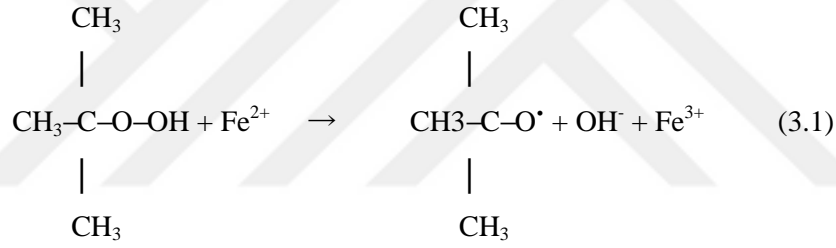
Çizelge 3.3. Mikrokapsüllemede Kullanılan Yöntemler

Kimyasal Proses	Fiziko-Kimyasal Proses	Fiziko-mekanik
<ul style="list-style-type: none"> • Süspansiyon, dispersiyon ve emülsiyon • Polikondensasyon 	<ul style="list-style-type: none"> • Koaservasyon • Katman katman birleştirme • Sol-jel kapsülleme • Süperkritik CO₂ yardımıyla kapsülleme 	<ul style="list-style-type: none"> • Sprey kurutma • Akışkan yatak kaplama • Çok başlıklı spreyleme • Santrifüjleme • Vakum kapsülleme • Elektrostatik kapsülleme

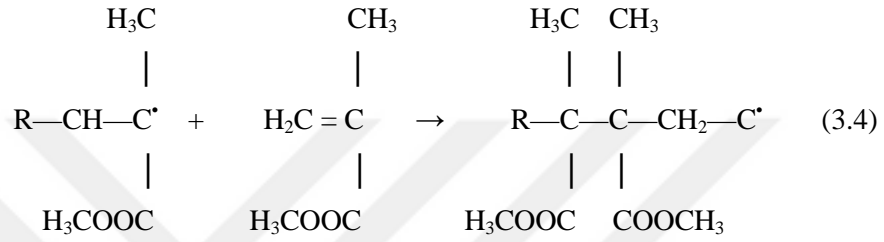
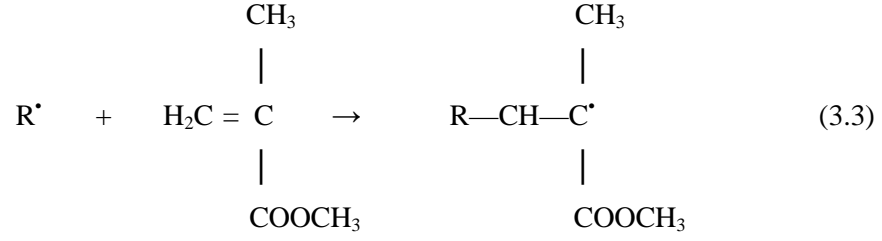
Emülsiyon polimerizasyonu, nanometre boyutunda polimer partikülleri üretmek için kullanılan çok aşamalı bir reaksiyondur. Birbiri ile karışmayan iki faz söz konusudur. Monomer faz dağıtma fazı içerisinde emülsiyon halde dağıtılmıştır. Başlatıcılar dağıtma fazında çözünür. Çeşitli emülsiyon yapıcı maddeler kullanılarak monomer fazı, dağıtma fazı içerisinde emülsiyon halde stabil tutulur.

Emülsiyon polimerizasyonu başlıca üç basamakta meydana gelmektedir. Reaksiyon basamakları aşağıdaki gibidir:

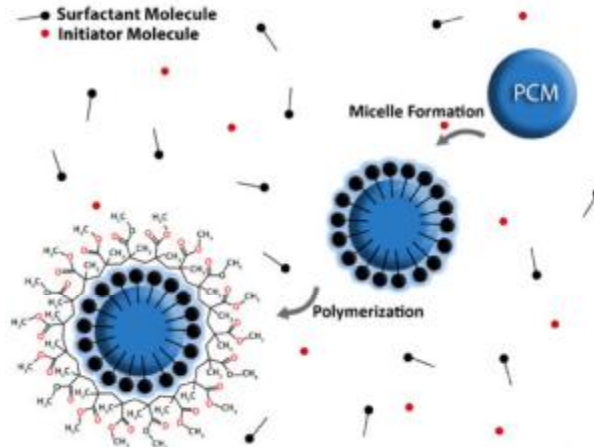
1. İlk basamak başlatma adımındır. Bu adımda çeşitli başlatıcı sistemleri kullanılabilir. Bu çalışmada, amonyum persülfat ve demir sülfat kombinasyonu redoks başlatıcı olarak kullanılmıştır. (Eşitlik (1) ve (2)).



2. İkinci basamak yayılma adımındır. Bu adımda reaktif türler (serbest radikal, anyon ya da kation olabilir) yeni radikal, kation ya da anyon formu oluşturmak için pi bağına açarak bir monomer molekül ekler. Süreç reaktif merkezini genişletmek için çok daha fazla monomer molekülü eklenerek tekrarlanır. (Eşitlik (3) ve (4)).



3. Üçüncü basamak sonlandırma adıdır. Bu adımda radikal zincir sonuna kadar transfer gerçekleştirilir ve büyüme sonlandırılır (Beyhan ve ark., 2016).



Şekil 3.1. Emülsiyon Polimerizasyonu (Beyhan ve ark.,2016)

Emülsiyon polimerizasyonu ile mikrokapsülleme işlemi yukarıda basamaklar halinde verilen yöntem ile gerçekleştirilirken süreç aşağıdaki gibidir:

1. 50 gram parafin, 50 gram stiren ($C_6H_5CH=CH_2$), 10 gram etilen glükol dimetakrilat ($CH_2=C(CH_3)COOCH_2CH_2OCOC(CH_3)=CH_2$) ve 5 gram Triton X100 yüzey aktif madde ($t-Oct-C_6H_4-(OCH_2CH_2)_xOH$, $x= 9-10$) 200 mL deiyonize su içerisinde karıştırılmıştır. Karışım $50\text{ }^\circ C$ sıcaklıkta 3.000 dev/dk (rpm) hızda yarım saat karıştırılarak su içinde yağ emülsiyonu hazırlanmıştır.
2. Hazırlanan emülsiyon ortamına başlatıcı olarak 0,5 g amonyum persülfat ($(NH_4)_2S_2O_8$) ve 3 mL demir sülfat ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) çözeltisi ilave edildi. Demir sülfat çözeltisi 0,15 gram demirsülfat 100 mL deiyonize su içerisinde çözülerek hazırlanmıştır.
3. Karışıma 0,25 g sodyumtiyosülfat ($Na_2S_2O_3$) ve % 70'lik tersiyerbütül hidroperoksit çözeltisi ($(CH_3)_3COOH$) ($\approx 1g$) ilave edilip, $70\text{ }^\circ C$ 'de 600 dev/dak hızda karıştırmaya devam edilmiştir. Beş saat karıştırma sonunda sulu ortamdan alınan mikrokapsüller ılık su ile yıkanıp süzildükten sonra normal şartlar altında çeker ocak içerisinde yaklaşık 36-48 saatte kurutulmuştur.

3.2.2. FDM'lere Alev Geciktiricilerin Uygulanması

Bina uygulamalarında kullanılacak mikrokapsüllenmiş FDM'lere alev geciktirici özelliği kazandırmak amacıyla, pentaeritritol (PER) ve OFA uygulanmıştır. Bunun için iki yöntemden faydalanılmıştır. Bunlardan ilki ve en yaygın olanı mikrokapsül oluşturulduktan sonra alev geciktirici çözeltisi hazırlanıp daldırılarak kabuğa uygulama yapılmasıdır (Davis ve ark., 2009). Mikrokapsüllenmiş FDM, falcon tüp içerisine konulup üzerine OFA konulmuş ve vortex cihazı kullanılarak karıştırılmıştır.

Bu çalışmada yeni bir yaklaşımla, alev geciktirici malzeme, mikrokapsüllemenin emülsiyon aşamasının ardından başlatıcılar ile birlikte eklenerek, FDM ile birlikte kapsülün içerisinde yer alması sağlanmıştır. Bu iki etken maddenin aynı matris içerisinde yer alması sağlanarak FDM'nin yanıcı

etkisinin daimi olarak giderilmesi hedeflenmiştir. Böylece kullanıcı, ayrıca bir alev geciktirme işlemi yapmadan mikrokapsüllenmiş FDM'yi doğrudan uygulayabilecektir.

FDM'nin mikrokapsüllenme prosesi dahilinde, emülsiyon polimerizasyon reaksiyonunda başlatıcılar ile beraber OFA ve PER maddeleri eklenmesiyle gerçekleştirilmiştir. OFA için 85 °C ve 90 °C olmak üzere iki farklı reaksiyon sıcaklığında ve pentaeritritol için 70 °C reaksiyon sıcaklığında mikrokapsülleme gerçekleştirilmiştir.

3.2.3. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin Karakterizasyonu

Geliştirilen mikrokapsüllenmiş FDM'lerin uzun ömürlü olması için termal ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi gerekmektedir.

3.2.3.1. Simültane Termal Analiz Cihazı

Simültane Termal Analiz (STA) cihazı ile Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ve Termogravimetrik Analiz (TGA) analizleri beraber gerçekleştirilebilmektedir. Bu amaçla Çukurova Üniversitesinde bulunan Perkin Elmer STA 6000 cihazı kullanılmıştır. Yaklaşık 5-10 mg örnek, seramik numune kaplarına yerleştirilerek 20 °C/dk tarama hızında, 30-600 °C sıcaklık aralığında, inert azot gazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yanma ürünlerinin belirmesi için aynı koşullar altında oksijen gazı ile analizler tekrarlanmıştır.

3.2.3.2. Kimyasal Yapı Analizi

Mikrokapsülleme prosesinin ve eklenen alev geciktiricilerin kimyasal yapılarının analizi için Thermo Scientific marka Fourier Dönüşümlü İnfrared Spektrofotometresi (FTIR) cihazı ile 365-4000 cm⁻¹ dalga boyu aralığında alınan spektrumları incelenmiştir.

3.2.3.3. Morfolojik Yapı Analizi

Morfolojik yapı karakterizasyonları Zeiss Supra 55 Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) cihazıyla belirlenmiştir. Örnekler SEM analizleri öncesinde platin ile kaplanmıştır.

3.2.4. Mikrokapsüllenmiş FDM İçeren Beton Numunelerinin Hazırlanması

Çalışmada, yüksek dayanımlı, kendinden yerleşen, su/çimento oranı 0,42 olan ve içerisinde %0 (şahit) ve %10 FDM içeren farklı beton karışımları elde edilmiştir. Karışım miktarlarının hesabı TS 802' de verilen metoda göre yapılmıştır. Karışım oranları her bir bileşenin miktarlarının yer aldığı reçete Çizelge 3.4'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.4. Standart küp beton numunelerinin gram cinsinden yaklaşık kütleleri

Malzeme	Şahit	%10
Katkı1 (PCE)	1,9	1,9
Katkı2 (FDM)	0	5,4
0-3 Kaya Kırması	376,6	161,4
5-10 Kaya Kırması	258,4	221,4
Su	65,8	64
Çimento	157,6	157,6
Toplam Ağırlık	860,3	773,1

Beton karışımlarının üretiminde agregalar bir süre kuru olarak karıştırılmış ve üzerine çimento ilave edilerek bir süre daha karıştırılmıştır. Daha sonra hiper

akışkanlaştırıcı katkı maddesi karışım suyu içerisinde karışıma ilave edilmiştir. Kapsüllerin kırılmasını önlemek amacı ile faz değiştiren madde karışım içerisine en son dahil edilmiştir.

3.2.5. Yanıcılık Testleri

Mikrokapsüllenmiş FDM ve alev geciktirici eklenmiş mikrokapsüllerin yanıcılık özellikleri akredite bir laboratuvar olan ERA LABORATUVAR A.Ş.'nde gerçekleştirilen TS EN ISO 1716 (Yanma ısısının tayini), TS EN ISO 1182 (Tutuşmazlık deneyi) ve TS EN ISO 11925-2 (Alevlenme testi) testleri ile 5 farklı örnek üzerinde belirlenmiştir.

3.2.5.1. Yanma Isısı Tayini

Yanma ısısının tayini TS EN ISO 1716 standardına uygun olarak Parr 6200 Kalorimetre (Şekil 3.3) cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Bu standart, bir bomba kalorimetresinde sabit hacimde yapı ürünlerinin yanma ısısının tayini için bir deney metodunu kapsar.

Toz numuneler ve beton halden toz hale getirilen numunelerden 0.5 g tartılıp, 0.5 g yanmayı kolaylaştırıcı olarak benzoik asitle (aşırı yanıcı maddelerde benzoik asit miktarı azaltılabilir ya da hiç kullanılmayabilir) birlikte pota içerisine yerleştirildi. Pota oksijen bombasına (Şekil 3.2) yerleştirilir ve ateşleme teli pota içerisindeki toza değecek şekilde ayarlandı (Telin tozdan başka hiçbir yere temas etmemesi sağlanmalıdır). Daha sonra oksijen bombası kalorimetre cihazı içerisine yerleştirilerek test gerçekleştirildi. Deney sonucunda yanma ısısı, kalorifik değer olarak (MJ/kg) verilmiştir.



Şekil 3.2. Yanma Isısı Tayini -Kalorimetre cihazı oksijen bombası



Şekil 3.3. Yanma Isısı Tayini-Parr 6200 kalorimetre cihazı

3.2.5.2. Tutuřmazlık Testi

Numunelerin tutuřmazlıklarının belirlenmesi amacıyla, TS EN ISO 1182 standardına uygun olarak Őekil 3.4'de gsterilen fırın yardımıyla gerekleřtirilmektedir. Bu standart, homojen yapı rnlerinin ve homojen olmayan rnleri oluřturan bileřenlerin, belirtilen kořullar altındaki tutuřmazlık performansının tayini iin kullanılan bir deney yntemini kapsar.

Deney iin, numuneler silindirik halde ve yaklařık olarak hacmi 76 cm^3 , apı 45 mm ve ykseklięi 50 mm olacak Őekilde hazırlandı. Toz numuneler har ile birlikte karıřtırılarak kalıplara yerleřtirilip ve uygun numuneler haline getirildi. Hazırlanan numuneler standartlara gre Őartlandırmaya bırakıldı ve sabit tartım alınana kadar Őartlandırma sreci devam etti. Sabit tartım elde edildikten sonra alınan beton numuneler fırın ierisine yerleřtirilerek test gerekleřtirildi.

30 dakikalık srenin ardından test sona erdirilerek beton numune fırından ıkarılarak desikatr ierisinde oda sıcaklıęına gelene kadar bekletildi. Numune oda sıcaklıęına geldięinde son aęırlıęı llerek veriler elde edildi.

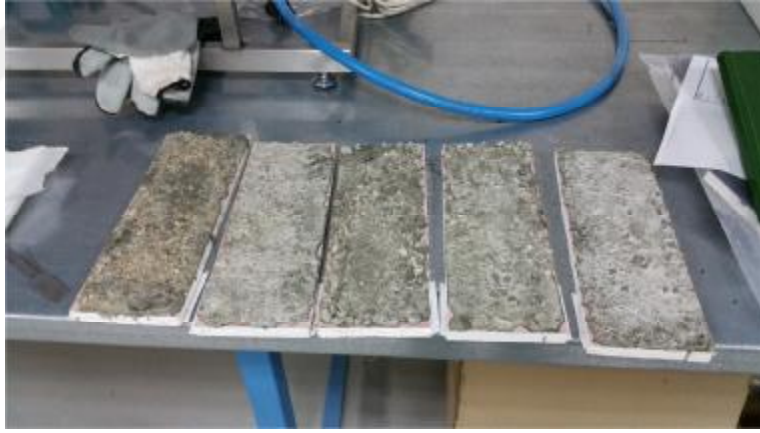


Őekil 3.4. Tutuřmazlık Testi-Fırın

3.2.5.3 Alevlenme Testi

Örneklerin yangına karşı dayanımı-aleve doğrudan maruz kaldığında tutuşabilirlik deneyleri için TS EN ISO 11925-2 standardına uygun olarak, içerisinde kızaklı alev kaynağı olan bir fırın yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Bu standart, düşey konumdaki deney numunelerinin doğrudan küçük bir aleve maruz bırakılmak suretiyle yapı ürünlerinin yanabilirliğinin tayini için uygulanan bir yöntemi kapsar.

Deney için, numuneler 250 mm uzunluğunda, 90 mm genişliğinde ve 60 mm kalınlığında olmalıdır. Toz numuneler harç haline getirilerek belirtilen ölçülerdeki yanmaz tabakalara uygulanarak hazırlandı (Şekil 3.5). Hazırlanan numune için standartlara uygun olarak şartlandırma gerçekleştirildi ve şartlandırmanın ardından numune Şekil 3.6'daki fırına dik konumda olacak şekilde yerleştirildi.



Şekil 3.5. Alevlenme Testi-Numune

Fırın içerisinde düşey durumda bulunan bekin gazı açılarak, yakılıp alevin kararlı hale gelmesi için beklendi. Kararlı hale gelen alev yüksekliği ölçme aparatı yardımıyla, bekin vanası ile ($20 \pm 0,1$) mm'ye ayarlandı.

DüŖey eksene göre bek 45° eğildi ve deney numunesinin üzerine alev temas edinceye kadar bek yatay konumda hareket ettirilerek deney başlatıldı. Alev 15 ve 30 saniye süreyle deney numunesine temas ettirilip, geriye çekildi.



Ŗekil 3.6. Alevlenme Testi-Fırın (<http://www.fire-testing.com/en-iso-11925-2>)



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

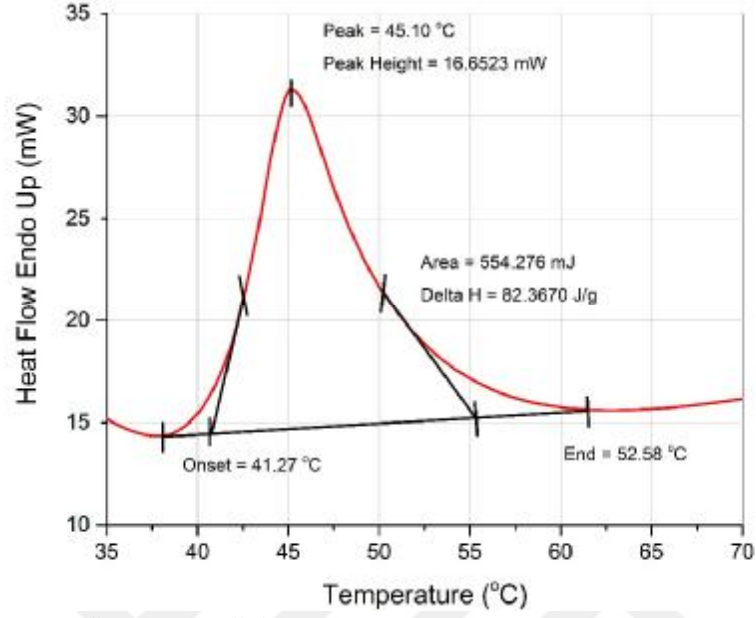
Bu çalışmada, çekirdek malzemesi olarak parafin içeren ve kabuk malzemesi olarak stirenin kullanıldığı mikrokapsüllenmiş faz deęiřtiren maddelere (mFDM) güç tutuşurluk özellięi kazandırılması araştırılmıştır. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemiyle hazırlanan mikrokapsüllenmiş faz deęiřtiren maddelerin karakteristik özellikleri belirlenmiştir. Geliştirilen yeni bir yöntem ile alev geciktiriciler mFDM'lere mikrokapsülleme sırasında uygulanmıştır. Toz halindeki mFDM ve mFDM eklenmiş beton numunelerin yanıcılık özelliklerine bakılarak bina uygulamalarına uygunluęu tartışılmıştır.

4.1. FDM'lerin Termal Analizleri

Simültane termal analiz cihazıyla aynı örnek için, eş zamanlı yapılan TGA ve DSC analizlerinde kapsüllenme yüzdesi, bozunma ve yanma sıcaklıkları, faz deęişim aralıkları, gizli ısı depolama kapasite deęerleri belirlenmiştir. TGA analizleri azot ve 240 °C den sonra oksijen ortamında olmak üzere yapılmıştır. Azot ortamında yapılan analizlerde termal bozunma, oksijen ortamında yapılan analizlerde de yanma özellikleri incelenmiştir.

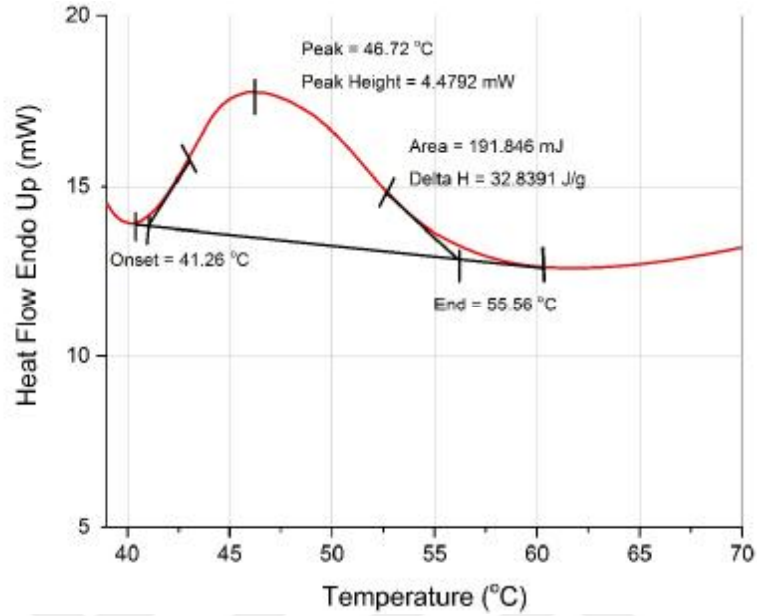
Şekil 4.1 - 4.5 arasında azot ortamında yapılan analizlerin DSC sonuçları verilmiştir. Bu şekillerde DSC sonuçları gizli ısı depolama kapasitelerini belirleyebilmek için, faz deęiřtirme aralıęını da içine alacak şekilde 35 -70 °C aralıęı için verilmiştir.

Parafinin DSC analizi Şekil 4.1 de verilmiştir. Buna göre parafin 42 °C de erimeye başlayıp 52 °C de faz deęişimini tamamlamıştır. Gizli ısı depolama kapasitesi 82 J/g olarak ölçülmüştür.



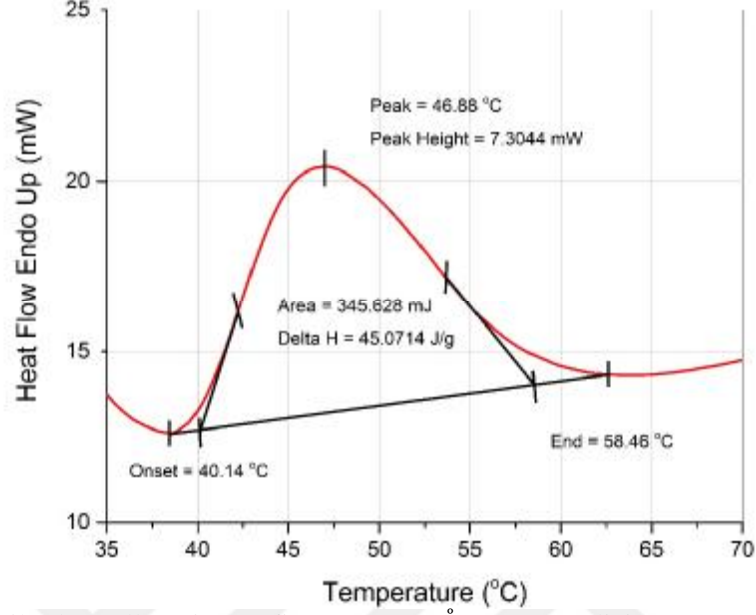
Şekil 4.1. Parafin DSC analizi

Mikrokapsüllenmiş parafin DSC analizi Şekil 4.2 de verilmiştir. Buna göre mikrokapsüllenmiş parafin 41 °C de erimeye başlayıp 55 °C de faz değişimini tamamlamıştır. Gizli ısı depolama kapasitesi 32 J/g olarak ölçülmüştür.



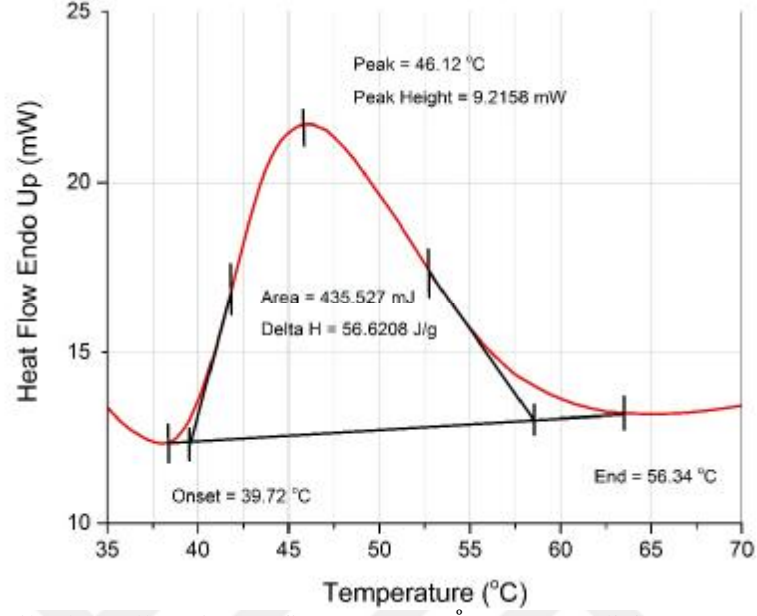
Şekil 4.2. Mikrokapsülenmiş parafın DSC analizi

Alev geciktirici olarak OFA ve 85 °C reaksiyon sıcaklığı kullanılarak elde edilen mikrokapsülenmiş parafının DSC analizi Şekil 4.3 de verilmiştir. Buna göre mikrokapsülenmiş parafın 40 °C de erimeye başlayıp 58 °C de faz değişimini tamamlamıştır. Gizli ısı depolama kapasitesi 45 J/g olarak ölçülmüştür.



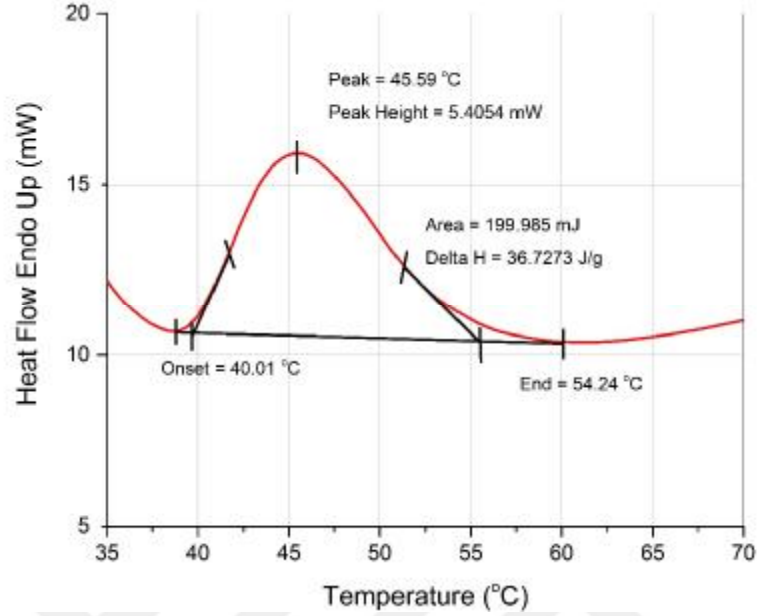
Şekil 4.3 Mikroksülennmiş Parafin + OFA (85 °C) DSC analizi

Alev geciktirici olarak OFA ve 90 °C reaksiyon sıcaklığı kullanılarak elde edilen mikroksülennmiş parafinin DSC analizi Şekil 4.4 de verilmiştir. Buna göre mikroksülennmiş parafin 39 °C de erimeye başlayıp 56 °C de faz değişimini tamamlamıştır. Gizli ısı depolama kapasitesi 56 J/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.4. Mikroksüllenmiş Parafin + OFA (90 °C) DSC analizi

Alev geciktirici olarak PER malzemesi kullanılarak yapılan mikroksüllenmiş parafinin DSC analizi Şekil 4.5 de verilmiştir. Buna göre mikroksüllenmiş parafin 40 °C de erimeye başlayıp 54 °C de faz değişimini tamamlamıştır. Gizli ısı depolama kapasitesi 36 J/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.5. Mikroksüllenmiş Parafin + PER DSC analizi

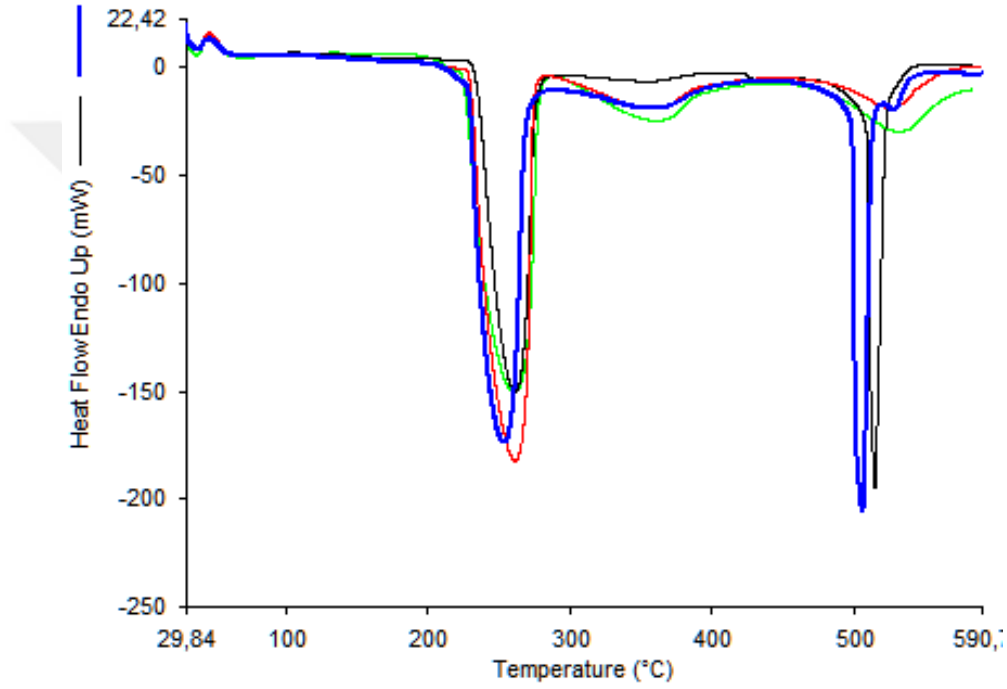
DSC den elde edilen termal enerji depolama özellikleri Çizelge 4.1 de özetlenmiştir. Buna göre parafinin faz değiştirme aralığının mikroksülleme ve alev geciktirici ekleme işlemlerinden sonra önemli bir değişim göstermediği belirlenmiştir. Parafinin 85 J/g olan gizli ısısı mikroksülleme sonucunda 32 J/g a düşerek, kapsülleme yüzdesi %65 olarak belirlenmiştir. Bu kapsülleme yüzdesi literatürde daha önce farklı polimerizasyon yöntemleriyle yapılan parafinin mikroksüllemesi için elde edilen %25 ile %66 arasında değişen değerlerle karşılaştırılabilir düzeydedir (Beyhan ve ark., 2016). Alev geciktirici eklenmiş kapsülleme yüzdeleri gizli ısı değerleri kullanılarak OFA85 eklenmiş mFDM %68, OFA90 eklenmiş mFDM için %78 ve PER ekleniş mFDM için %57 olarak hesaplanmıştır. Mikroksüllenmiş FDM'den daha büyük olarak elde edilen kapsülleme yüzdeleri, alev geciktiricilerin kapsül içerisinde FDM ile yer aldığını göstermektedir.

Çizelge 4.1 DSC sonuçları ve kapsüllenme yüzdeleri

Ürün	Faz Değişirme Sıcaklığı (°C)	Gizli Isı Depolama Kapasitesi (J/g)	Kapsüllenme Oranı (%)
Parafin (FDM)	42-52	82	
mFDM	41-55	32	65
mFDM + OFA (85 °C)	40-58	45	68
mFDM + OFA (90 °C)	39-58	56	78
mFDM + PER	39-54	36	57

Şekil 4.6'da azot ve oksijen ortamında elde edilen DSC sonuçları, yanma özelliklerini inceleyebilmek için 600 °C ye kadar verilmektedir. Burada 40 °C civarında görülen endotermik pik, Şekil 4.1 - 4.5 de tartışılan faz değişirmeye karşılık gelmektedir. Şekil 4.6'da görülen iki adet ekzotermik pik grubu yanma olaylarına karşı gelmektedir. Birinci ekzotermik pik grubu tüm örnekler için 225 °C ila 277 °C arasında gerçekleşmiş, alev geciktirici içerenlerde, pikin devamında görülen omuz pikinde 400 °C'nin üzerine ulaşılmıştır. Bu değer eklenen alev geciktiricilerle literatürde bulunan parafinin tutuşma sıcaklığı olan 300 °C'nin (www.merckmillipore.com) üstüne çıkılabildiğini göstermektedir. Ancak parafinin önemli bir kısmı 300 °C'nin altında yanmaktadır. Bu durumun alev geciktiricileri miktarı artırılarak geliştirilebileceği öngörülmektedir. İkinci ekzotermik pik grubu tutuşma sıcaklıkları 490 °C olan (www.merckmillipore.com; www.sciencelab.com) kabuk malzemesi olarak kullanılan polistiren ve alev geciktirici PER 'e karşılık gelmektedir. PER içeren ve alev geciktirici içermeyen mFDM örnekleri (siyah ve mavi eğriler) tamamen yanarken, OFA içeren örneklerinin (yeşil ve kırmızı), bir kısmının 500 °C'nin üstünde yanmadan kaldığı görülmüştür. Çizelge 4.2'de piklerin elde edildiği aralıklar ve yanma ısıları verilmektedir. Birinci pik

grubunda parafine karşılık gelen yanma ısıları, literatürle uyumlu olarak ikinci pik grubundan yüksek olarak gerçekleşmiştir. Alev geciktirici eklenmiş mFDM örneklerinde ise yanma ısıları OFA içeren örnekler mFDM'ye yakınken PER içeren örneğin yanma ısı artmaktadır. Bu durum alev geciktirme özelliği açısından OFA'nın daha etkili olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.6 Azot+oksijen ortamında DSC analizi (Siyah:mFDM, Kırmızı:mFDM+OFA85, Yeşil:mFDM+OFA90, Mavi:mFDM+PER)

Çizelge 4.2 Azot + oksijen ortamı DSC sonuçları

		Faz Değişirme Sıcaklığı (°C)	Gizli Isı Depolama Kapasitesi (J/g)	Pik Alanı (mJ)	Pik Yüksekliği (mW)
mFDM	2.Pik	235-274	-1244.8	-8818.8	-151.6
	3.Pik	508-520	-575.9	-5080.5	-192.1
mFDM+OFA85	2.Pik	230-273	-1348.3	-11204.6	-180.4
	3.Pik	484-546	-281.1	-2335.8	-16.5
mFDM+OFA90	2.Pik	225-277	-1334.1	-12696.3	-151.9
	3.Pik	480-565	-341.7	-3322.1	-20.5
mFDM+PER	2.Pik	230-268	-1544.7	-9838.9	-169.7
	3.Pik	499-511	-803.1	-5114.8	-200.4

FDM'nin bozunmadan kullanılabileceği sıcaklık aralığının ve yanma özelliklerinin belirlenmesinde TGA verileri önem taşımaktadır. Parafin, mikrokapsüllenmiş parafin ve alev geciktirici eklenmiş mikrokapsüllere ait TGA analizleri sonucu elde edilen termogramlar Şekil 4.7 ve Şekil 4.8'de verilmiştir. Şekil 4.7'de azot ortamında gerçekleştirilen bozunma incelenirken, Şekil 4.8'de azot ve oksijen ortamı kullanılarak bozunmanın yanında yanma reaksiyonu da incelenmiştir.

Şekil 4.7'de parafinin 223-300 °C'de tek basamakta bozunduğu, % 5'lik ilk kütle kaybının ise 205 °C'de olduğu gözlemlenmiştir. Bu kütle kaybı parafinin buharlaşmasından kaynaklanmıştır. Parafin kalıntı bırakmadan 335 °C'de tamamen tükenmiştir.

Mikrokapsüllenmiş parafin 220 °C ve 300 °C'de iki basamakta bozunmaktadır (Şekil 4.7). İlk basamak çekirdek maddesinin buharlaşmasına, ikinci basamak ise kabuk maddesinin bozunmasına ait kütle kaybını temsil

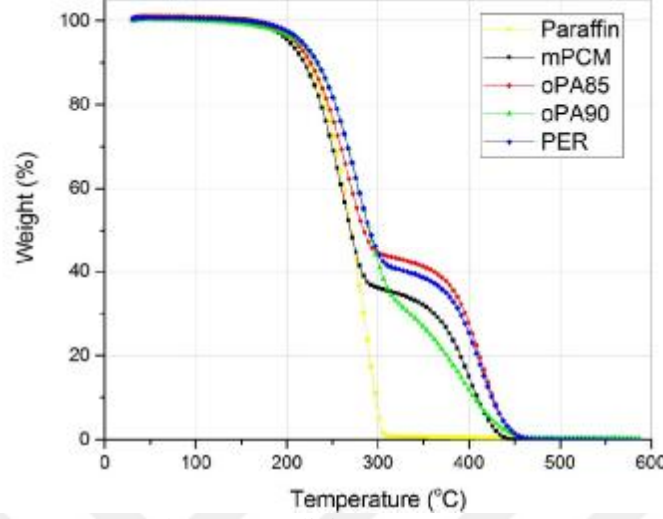
etmektedir. % 5'lik kütle kaybı ise 206 °C'de gözlemlenmiştir. Malzeme 450 °C'de tamamen tükenmiştir.

Mikrokapsüllenmiş parafin + OFA (85 °C) 228-300 °C'de iki basamakta bozunmaktadır. İlk basamak çekirdek maddesinin buharlaşmasına, ikinci basamak ise kabuk maddesinin bozunmasına ait kütle kaybını temsil etmektedir. % 5'lik kütle kaybı ise 205 °C'de gözlemlenmiştir. Malzeme 465 °C'de tamamen tükenmiştir.

Mikrokapsüllenmiş parafin + OFA (90 °C) 232-300 °C lerde iki basamakta bozunmaktadır. İlk basamak çekirdek maddesinin buharlaşmasına, ikinci basamak ise kabuk maddesinin bozunmasına ait kütle kaybını temsil etmektedir. % 5'lik kütle kaybı ise 205 °C'de gözlemlenmiştir. Malzeme 460 °C'de tamamen tükenmiştir.

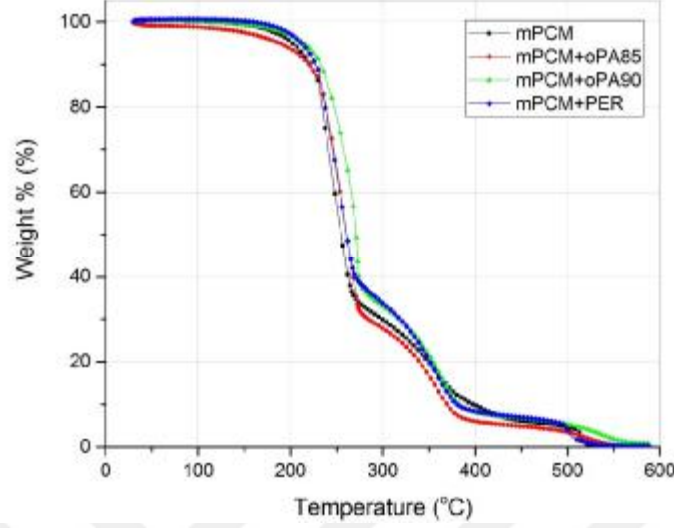
Mikrokapsüllenmiş parafin + pentaeritritol 219-300 °C'de iki basamakta bozunmaktadır. İlk basamak çekirdek maddesinin buharlaşmasına, ikinci basamak ise kabuk maddesinin bozunmasına ait kütle kaybını temsil etmektedir. % 5'lik kütle kaybı ise 206 °C'de gözlemlenmiştir. Malzeme 465 °C'de tamamen tükenmiştir.

Parafin 335 °C'de tamamen tükenirken mikrokapsüllenmiş parafin ve alev geciktirici eklenen mikrokapsüllenmiş parafin numunelerinde kütle kaybının çeşitli yüzdelerde azaldığı görülmektedir. 335 °C'de mFDM %31, mFDM+OFA85 %43, mFDM+OFA90 %30, mFDM+PER %40 oranlarında malzeme bulunduğu belirlenmiştir. Mikrokapsüllenenek parafin malzemesinin termal kararlılığının artırıldığı gözlemlenmiş, eklenen alev geciktirici malzemeler ile kütle kaybının %13 e kadar azaltıldığı belirlenmiştir.



Şekil 4.7. Azot Ortamında TGA analizi

Azot ile bozunması gözlemlenen malzemelerin azot ve oksijen kademeli kullanılarak yapılan analizler sonuçları Şekil 4.8’de karşılaştırılmıştır. Çekirdek malzemesi ve kabuk olarak iki basamakta gerçekleşen bozunmada 205 °C’den itibaren %5 oranında bir kütle kaybı gözlemlenmiştir. Parafinin tutuşma sıcaklığının üstünde, 335 °C de gözlem yapıldığında mFDM %23 oranında kalıntı verirken, mFDM+OFA85 %22, mFDM+oPA90 ve mFDM+PER %25 oranında kalıntıya sahiptir. Buna göre OFA90 ve PER malzemeleri mFDM ile karşılaştırıldığında %2 oranında yanmaya bağlı kütle kaybının azaldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca azotla yapılan analizlerde 450 °C’de termal bozunma tamamlanırken, oksijenle yapılan analizlerde yanmanın tamamlanması farklı sıcaklıklarda gerçekleşmiştir. mFDM için 525 °C iken, mFDM+OFA85 için 555 °C, mFDM+OFA90 ve mFDM+PER için 560 °C olarak gerçekleşmiştir. Bu durum eklenen alev geciktiricilerin yanmayı ertelediğini göstermektedir. Bu verilere dayanarak alev geciktirici malzemelerin mikrokapsüllenmiş parafine olumlu yönde etki ettiği gözlemlenmiştir.



Şekil 4.8. Azot-Oksijen Ortamında TGA Analizi

Örneklerin TGA analizlerinden elde edilen %5lik ilk kütle kaybı, ilk bozunma sıcaklığı, bozunma ve yanmadan sonraki kalan madde yüzdeleri, Çizelge 4.3’de özetlenmiştir.

Çizelge 4.3. TGA analiz sonuçları

Ürün	%5 lik ilk kütle kaybı (°C)	İlk Bozunma Sıcaklığı (°C)	Azot Ortamında Kalan Madde (%) (335 °C)	Azot+ Oksijen Ortamında Kalan Madde (%) (335 °C)
Parafin (FDM)	205	223	0	0
mFDM	205	220	31	23
mFDM + OFA (85 °C)	206	230	43	22
mFDM + OFA (90 °C)	207	232	30	25
mFDM + PER	207	232	40	25

4.2. FDM'lerin Kimyasal Analizleri

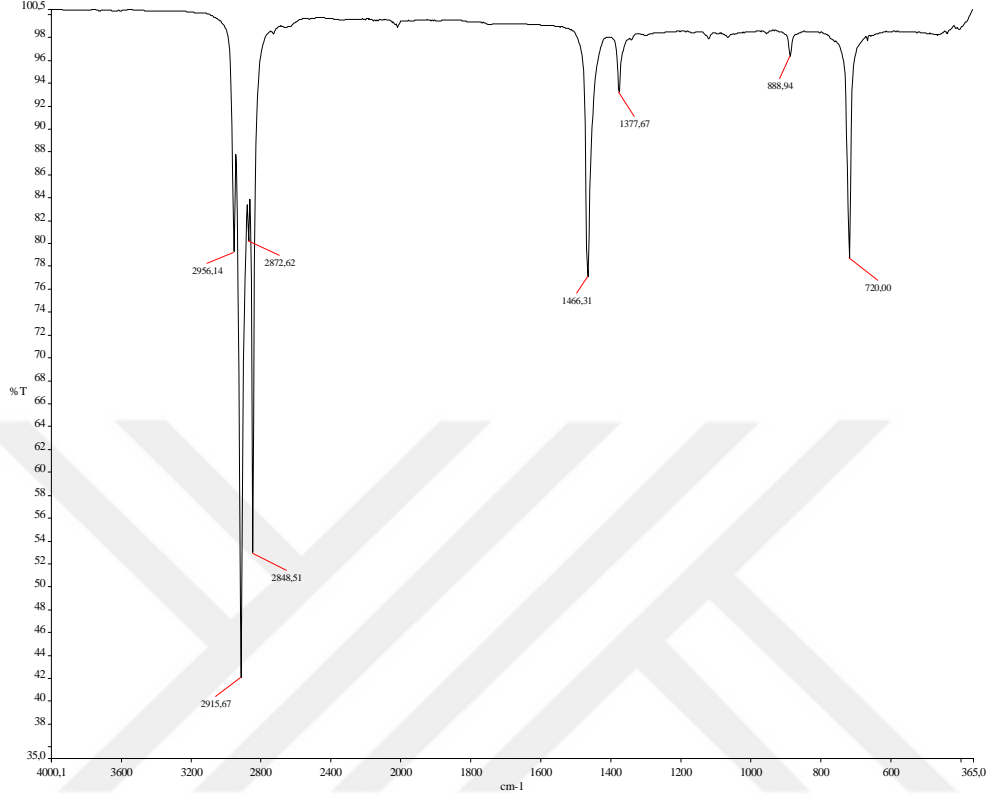
FT-IR analizleriyle sentezlenen maddelerin fonksiyonel grupları belirlenerek mikrokapsülleme işleminin gerçekleştirilmesi ve kabuk malzemesi ve çekirdek arasında bir kimyasal etkileşimin incelenmesi yapılmıştır.

FTIR spektrumları incelenirken Çizelge 4.4'de verilen karakteristik pikler kullanılarak değerlendirme yapılmıştır.

Çizelge 4.4. FT-IR karakteristik pikler

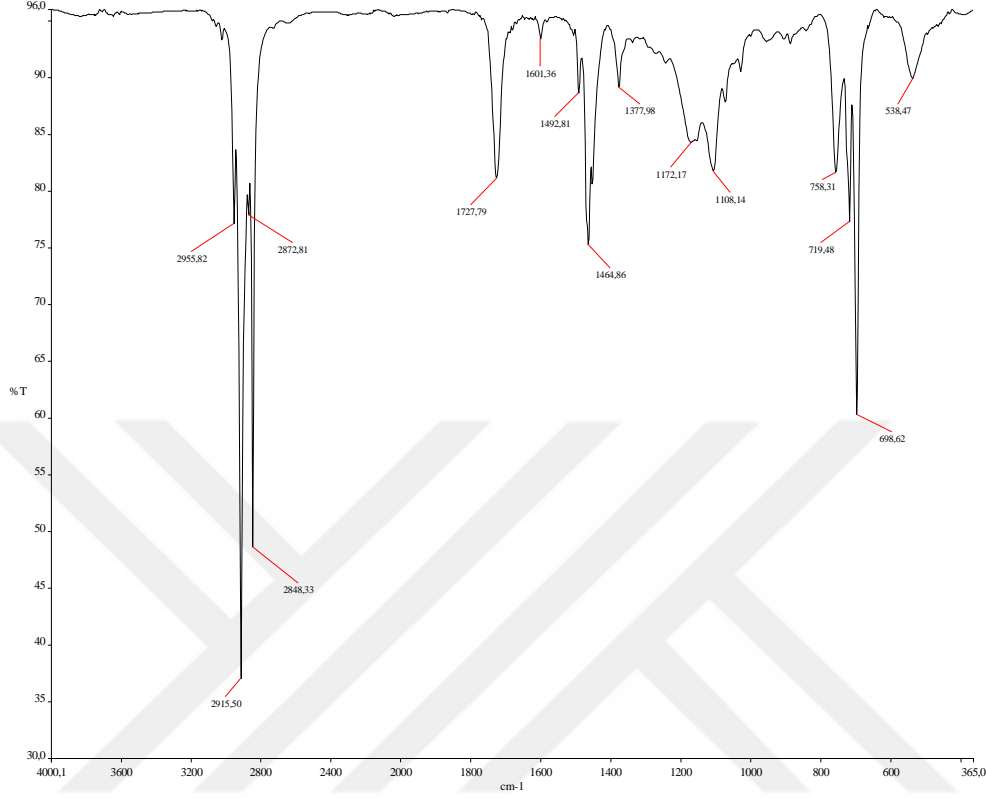
C-H bağı gerilmesi (alifatik)	2700 – 3300 cm^{-1}
C=C bağı gerilmesi (aromatik)	1450 – 1650 cm^{-1}
C-H bağı gerilmesi (aromatik düzlem dışı)	650 – 750 cm^{-1}
P=O bağı gerilmesi (OFA)	1400 cm^{-1}
P-O bağı gerilmesi (OFA)	950 cm^{-1}

Parafin malzemesinin FT-IR spektrumu incelendiğinde 2900 cm^{-1} de alifatik C-H'lara ait pikler gözlemlenmiştir (Şekil 4.9).



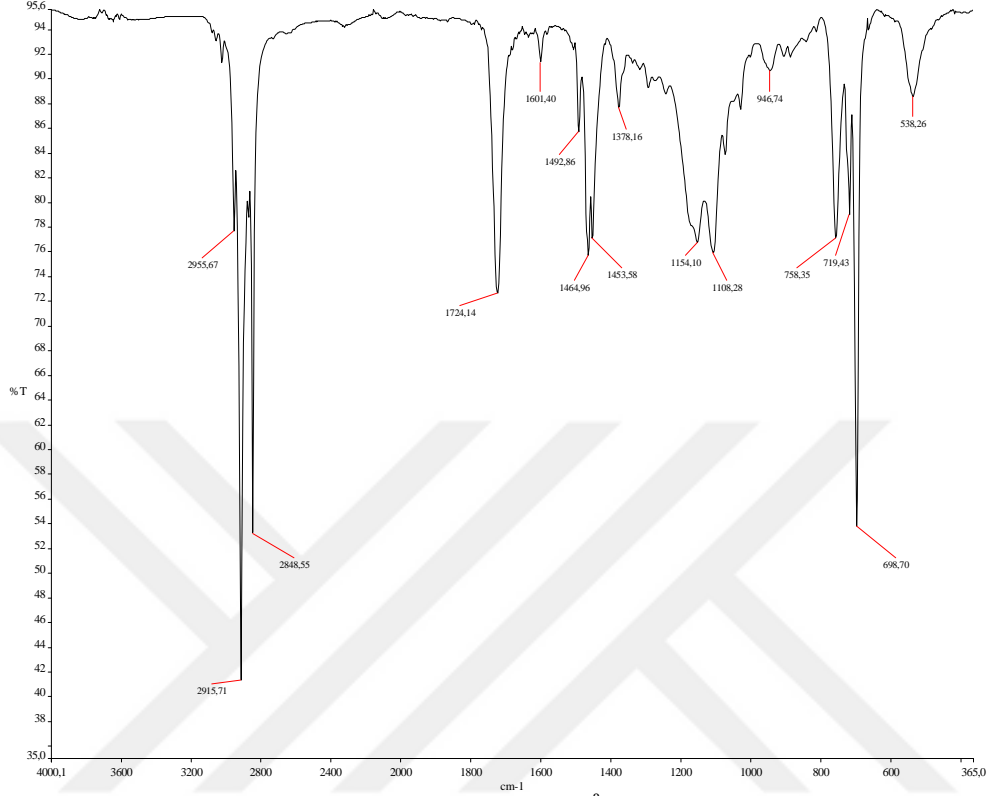
Şekil 4.9. Parafin 42-44 FT-IR Verileri

Mikrokapsüllenmiş parafin malzemesinin FT-IR spektrumu incelendiğinde parafinden kaynaklı alifatik C-H lara ait 2900 cm^{-1} deki pikler, aromatik halkadan kaynaklı C=C lara ait 1601 cm^{-1} deki pikler, aromatik halkaya ait C-H ların 699 cm^{-1} deki pikler gözlemlenmiştir (Şekil 4.10).



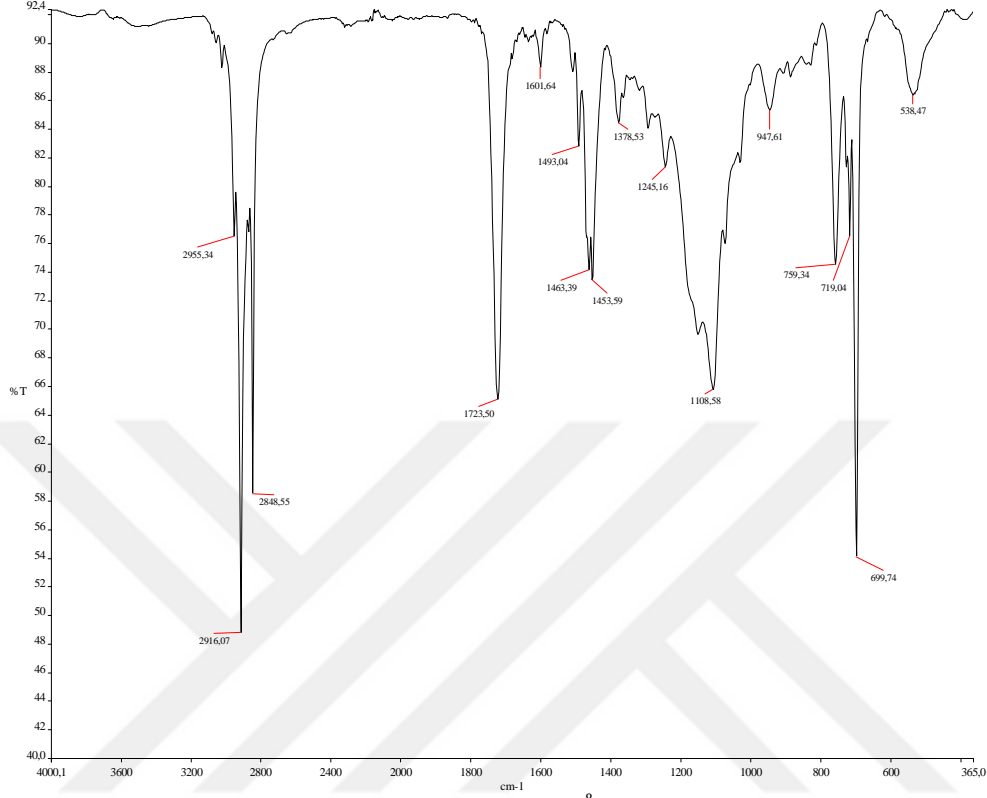
Şekil 4.10. Mikrokapsülenmiş FDM FT-IR Verileri

Mikrokapsülenmiş parafin + OFA (85 °C) malzemesinin FT-IR spektrumu incelendiğinde parafinden kaynaklı alifatik C-H lara ait 2900 cm^{-1} deki pikler, aromatik halkadan kaynaklı C=C lara ait 1601 cm^{-1} deki pikler, aromatik halkaya ait C-H ların 699 cm^{-1} deki pikleri, orto fosforik asitten kaynaklı P=O lara ait 1400 cm^{-1} civarındaki pikler, P-O ya ait 946 cm^{-1} deki pikler gözlemlenmiştir (Şekil 4.11).



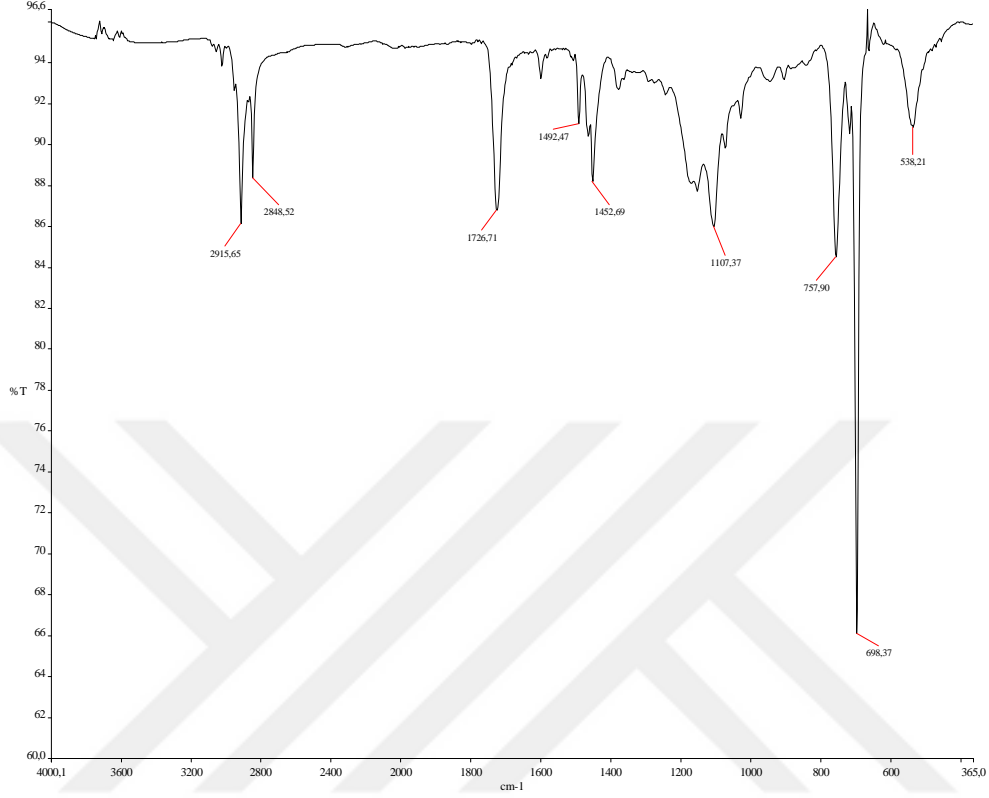
Şekil 4.11. Mikrokapsülenmiş FDM + OFA (85 °C) FT-IR Verileri

Mikrokapsülenmiş parafin + OFA (90 °C) malzemesinin FT-IR spektrumu incelendiğinde parafinden kaynaklı alifatik C-H lara ait 2916,2955 ve 2848 cm⁻¹ deki pikler, aromatik halkadan kaynaklı C=C lara ait 1601 cm⁻¹ deki pikler, aromatik halkaya ait C-H ların 699 cm⁻¹ deki pikleri, orto fosforik asitten kaynaklı P=O lara ait 1400 cm⁻¹ civarındaki pikler, P-O ya ait 947 cm⁻¹ deki pikler gözlemlenmiştir (Şekil 4.12).



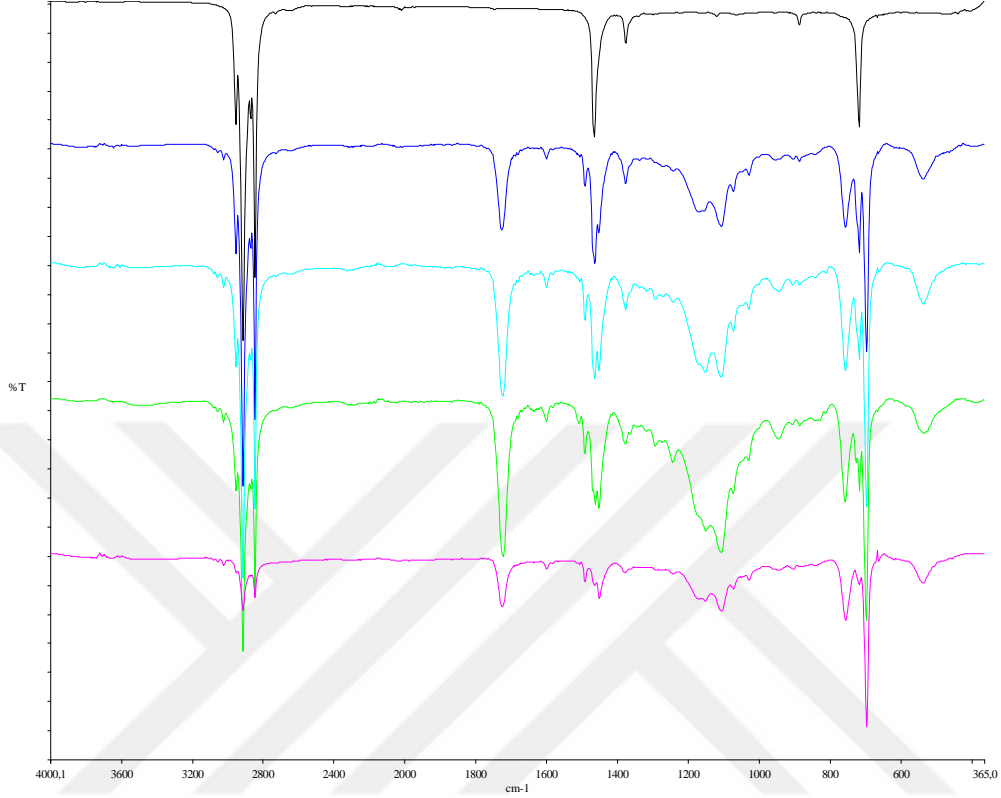
Şekil 4.12. Mikrokapsülenmiş FDM + OFA (90 °C) FT-IR Verileri

Mikrokapsülenmiş parafin + PER malzemesinin FT-IR spektrumu incelendiğinde parafinden kaynaklı alifatik C-H lara ait 2915 ve 2848 cm⁻¹ deki pikler, aromatik halkadan kaynaklı C=C lara ait 1500-1600 cm⁻¹ deki pikler, aromatik halkaya ait C-H ların 698 cm⁻¹ deki pikler gözlemlenmiştir (Şekil 4.13).



Şekil 4.13. Mikrokapsüllenmiş FDM + PER FT-IR Verileri

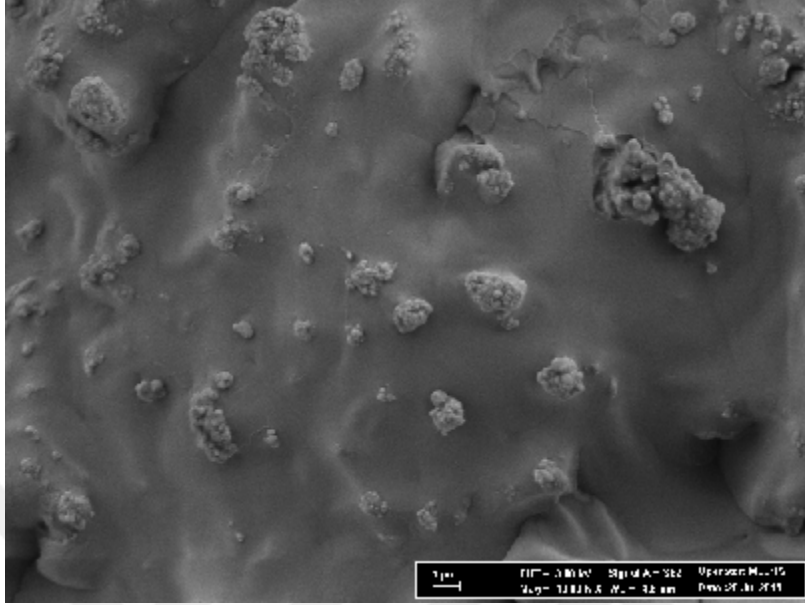
Şekil 4.14'de tüm FTIR'lar beraber verilmiştir. Mikrokapsüllenmiş parafin ve yine mikrokapsüllere eklenen alev geciktirici malzemeler ile birlikte kapsüllendiği belirlenmiştir. Tüm malzemelerin karakteristik pikleri gözlemlenmiştir.



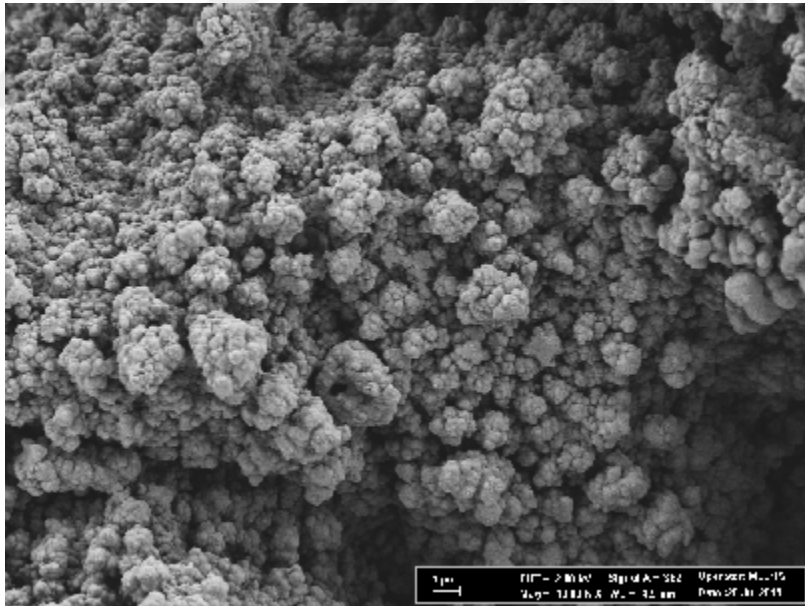
Şekil 4.14. FT-IR Verileri Karşılaştırması (Siyah: parafin, lacivert: mikroapsülenmiş FDM, turkuaz: mikroapsülenmiş FDM+ OFA90, yeşil: mikroapsülenmiş FDM + OFA85, pembe: mikroapsülenmiş FDM + PER)

4.3. SEM Analizi

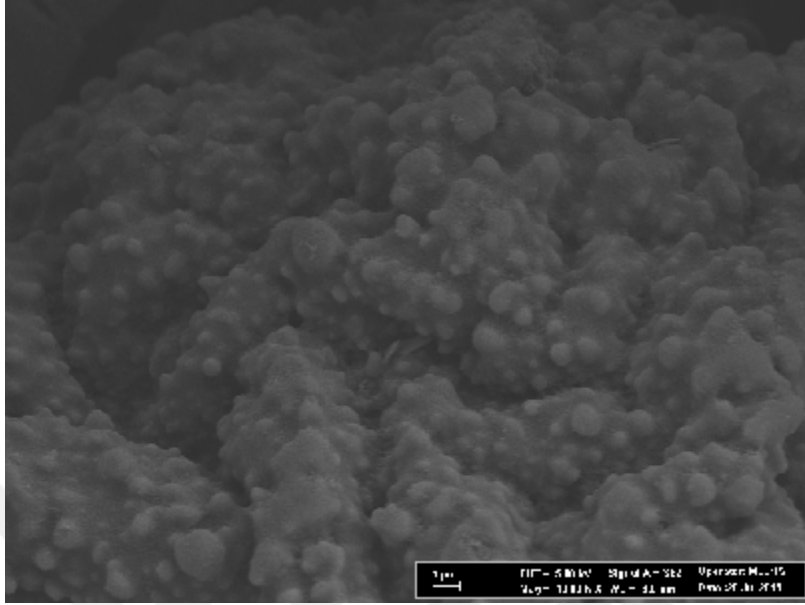
SEM analizinden elde edilen veriler ile mikroapsülenmiş FDM'lerin mikro yapısal durumları gözlemlenmiştir. Görüntüler 10.000x büyütme gerçekleştirilerek elde edilmiş, mikroapsüllerin boyutlarının ortalama 1 mikron büyüklüğünde olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.15 - 4.18 de elde edilen veriler doğrultusunda FDM'nin mikroapsüllemesinin gerçekleştiği, literatürde belirtilen karnabahar yapısında toplandığı görüntülenmektedir (Luch, 2009).



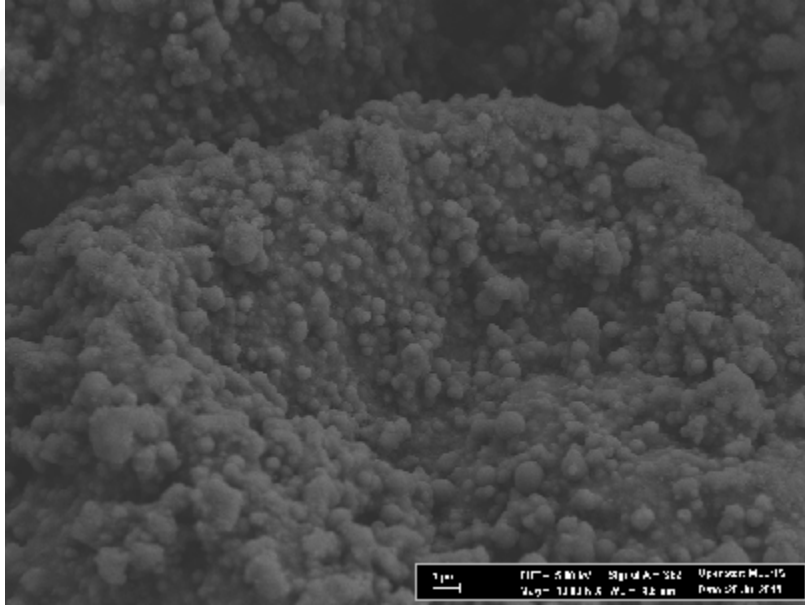
Şekil 4.15. Mikrokapsülenmiş FDM SEM görüntüsü



Şekil 4.16. Mikrokapsülenmiş FDM + OFA85 SEM görüntüsü



Şekil 4.17. Mikrokapsülenmiş FDM + OFA90 SEM görüntüsü



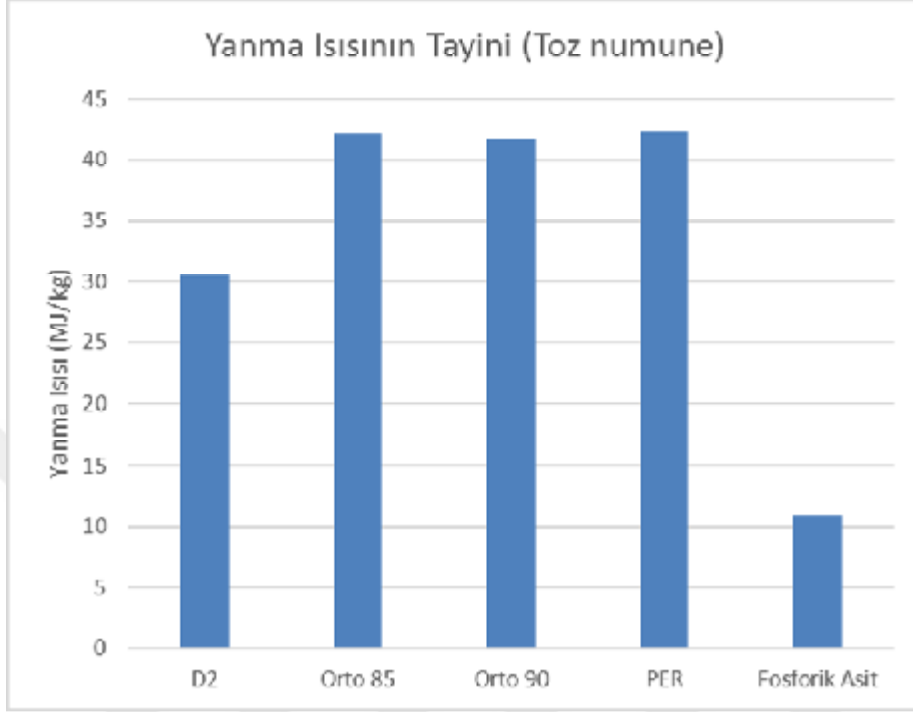
Şekil 4.18. Mikrokapsülenmiş FDM + PER SEM görüntüsü

4.4 Yanıcılık Testleri

Alev geciktirici maddelerin eklenmesiyle birlikte bu konuda akredite olan Kocaeli'deki ERA LABORATUVARLARI A.Ş. de yapılan testlerle maddelerin yanmaya karşı gösterdiği direnç gözlemlenmiştir.

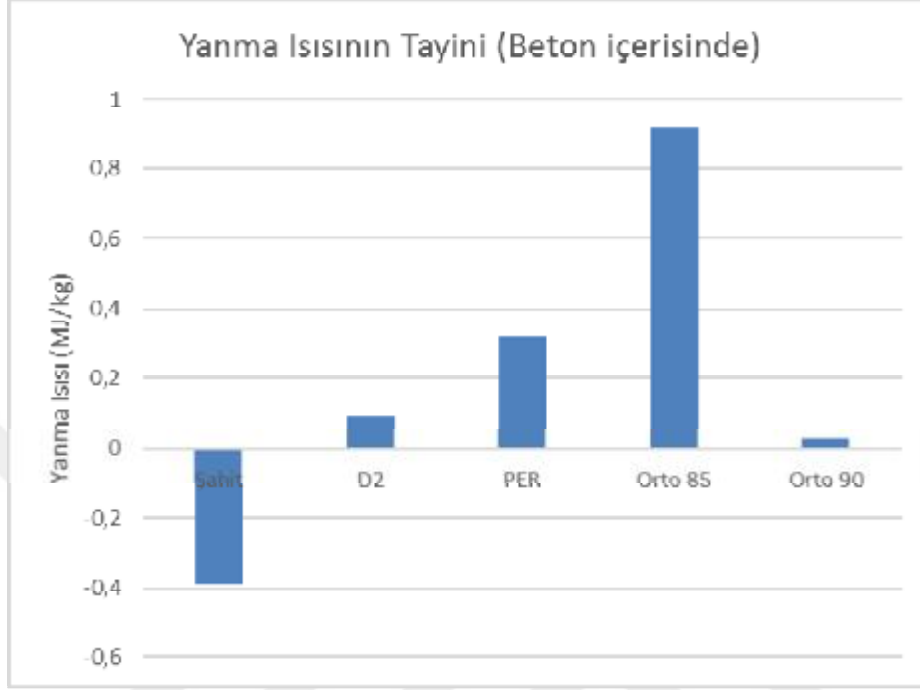
4.4.1. Yanma Isısı Tayini (TS EN ISO 1716)

Oksijen bombasıyla gerçekleştirilen testlerde toz haldeki numunelerin yanma ısıları sırasıyla; mikrokapsüllenmiş FDM 30.54 MJ/kg, mikrokapsüllenmiş FDM+OFA85 42.23 MJ/kg, mikrokapsüllenmiş FDM+OFA90 41.78 MJ/kg, mikrokapsüllenmiş FDM+PER 42.31 MJ/kg, fosforik asite daldırılmış mikrokapsüllenmiş FDM 10.89 MJ/kg olarak belirlenmiştir (Şekil 4.19). Toz halde bulunan mikrokapsüller oksijen ile bombardıman edilerek yanma ısıları belirlenirken eklenen alev geciktiriciler birbirine yakın değerler göstermektedir. Bunların yanında yaygın olan yöntem kullanılarak orto fosforik aside daldırılan mikrokapsüllerin yanma ısıları %30 oranında azalmaktadır.



Şekil 4.19. Mikrokapsül Yanma Isısı Tayini (TS EN ISO 1716)

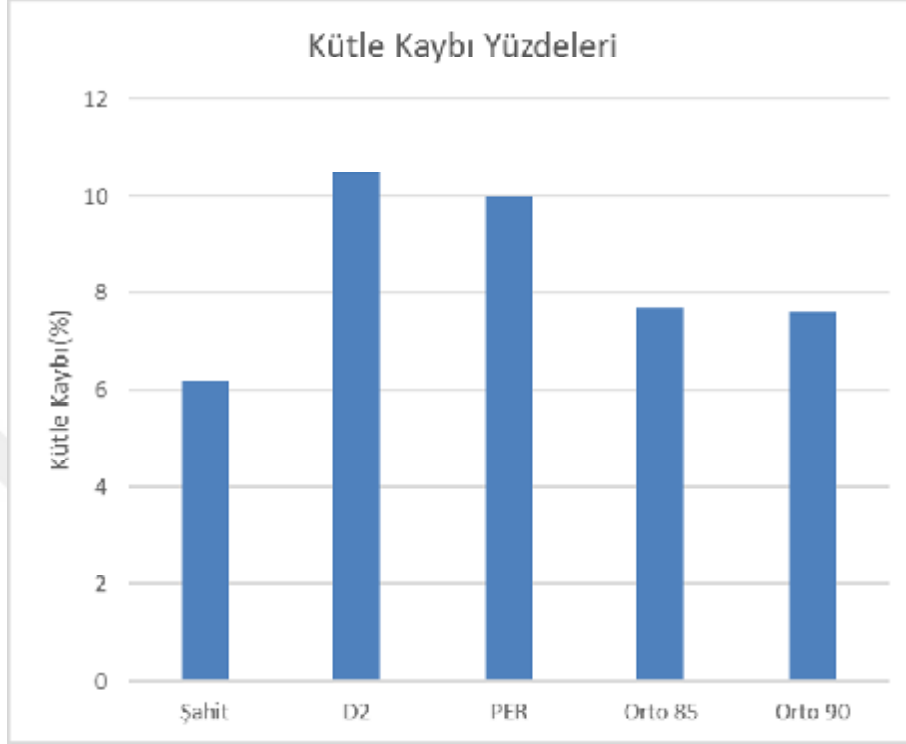
Mikrokapsül eklemiş beton örneklerin oksijen bombasıyla gerçekleştirilen testlerinde sırasıyla; beton şahit -0.39(~0) MJ/kg, mikrokapsüllenmiş FDM (D2) 0.09 MJ/kg, mikrokapsüllenmiş FDM+PER 0.32 MJ/kg, mikrokapsüllenmiş FDM+OFA85 0.92 MJ/kg, mikrokapsüllenmiş FDM+OFA90 0.03 MJ/kg olarak belirlenmiştir. Oksijenle bombardıman edilerek gerçekleştirilen yanma ısı tayinince şahit malzemeye en yakın veriler elde ettiğimiz OFA90 numunesi bu teste göre en verimli örnek olurken yanma özelliğini çok az göstermektedir (Şekil 4.20).



Şekil 4.20. Beton-Mikrokapsül karışımı Yanma Isısı Tayini (TS EN ISO 1716)

4.4.2 Tutuşmazlık Testi (TS EN ISO 1182)

Beton malzemelerin fırın içerisindeki yanmadan kaynaklı kütle kayıpları incelenmiştir. Sırasıyla; beton şahit % 6.2, mikrokapsüllenmiş FDM (D2) % 10.5, mikrokapsüllenmiş FDM+PER % 10, mikrokapsüllenmiş FDM+OFA85 % 7.7, mikrokapsüllenmiş FDM+OFA90 % 7.6 oranlarında kütle kayıpları gözlemlenmiştir. Hiçbir maddede sürekli alevlenme gözlenmemiştir. OFA90 ve OFA85 malzemeleri şahite en yakın ve verimli sonuçlar vermiş, kütle kaybı neredeyse şahit seviyesindedir (Şekil 4.21).



Şekil 4.21. Beton-Mikrokapsül karışımı Tutuşmazlık Testi (TS EN ISO 1182)

4.4.3 Alevlenme Testi (TS EN ISO 11925-2)

Harç haline getirilip alçı plakalar üzerine uygulanan numunelere çeşitli açılardan alev uygulanmıştır. 45°'lik açıyla plaka yüzeyine ve plaka yan kısmına uygulanan bu denemeler sonucunda damlama ve alevlenme gözlenmemiştir. Beton içerisine eklenen alev geciktirici eklenmiş mikrokapsüllerin tek alev kaynağı ile yapılan alevlenme testinde olumsuz bir sonuca rastlanmamıştır.



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Binalarda enerji verimliliğinin artırılması için yeni yapı malzemelerinde FDM uygulamaları en çok tercih edilen yöntemlerdendir. Gizli ısı depolama yeteneklerine göre FDM'ler seçilirken organik malzemeler fiyat, depolama kapasitesi ve bulunabilirliği açısından üstün özellikler göstermektedir. Fakat bu malzemelerin yanıcı olmaları bina uygulamalarındaki kullanımlarında önemli bir dezavantaj oluşturmaktadır. Bu tez çalışmasıyla mikrokapsüllenmiş organik FDM'lerin yanıcılık özelliklerini azaltmak üzere araştırmalar yapılmış ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

1. Alev geciktiricinin mikrokapsül içine FDM olarak parafin ile beraber eklenmesi literatürde ilk defa bu tez çalışmasında gerçekleştirilmiştir. Emülsiyon polimerizasyonu ile parafinin mikrokapsüllemesi sırasında iki farklı alev geciktirici malzeme eklenmesi (OFA ve PER), kapsülleme yüzdeleri arttırmıştır
2. En yüksek kapsülleme yüzdesi OFA malzemesinin kullanıldığı 90 °C polimerizasyon sıcaklığında elde edilmiştir. DSC verilerine göre mFDM'nin 32 J/g olan gizli ısı depolama kapasitesinin, OFA eklenmesiyle 85 °C'de 45 J/g ve 90 °C 56 J/g değerlerine arttığı gözlemlenmiştir.
3. TGA analizleri azot ortamında ve 240 °C den sonra yalnız oksijen ortamında olmak üzere iki farklı yöntemle yapılmıştır. Azot ortamıyla yapılan analizlerde termal bozunma düzeyleri belirlenerek, kalıntı miktarı bakımından, %43 oranıyla OFA85 en iyi alev geciktirici davranışı vermiştir. Ayrıca tüm alev geciktirici malzemelerde tükenme sıcaklıklarında 10-15 °C'lik gecikmeler olması güç tutuşma özelliğine katkı sağlandığını göstermektedir. Oksijen ortamında yapılan TGA analizlerinde ise mFDM %23 oranında kalıntı verirken OFA90 ve PER malzemeleri

%25 oranında kalıntı vermişlerdir. Burada tükenme sıcaklıklarında 30 -35 °C lik artışlar olması tutuşmanın geciktirildiğini göstermektedir.

4. Standart yanmazlık deneyleri yangın güvenliği akredite laboratuvarında yaptırılmıştır. Toz numune için yanma ısı, mFDM eklenmiş beton için yanma ısı, tutuşmazlık ve alevlenme testleri gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsüllenmiş FDM içine eklenen alev geciktirici içeren toz numunelerin yanma ısısının 30 MJ/kg'dan 40 MJ/kg değerine çıkarak %50'ye varan atışlar gösterdiği, OFA'ya daldırılarak hazırlanan mFDM'lerde ise %67 oranında yanma ısının azaldığı görülmüştür. Yanma ısısının artmasında FDM ile beraber polimer kapsül malzemesi de etkili olmuştur. Beton numunelerde ise, yanma ısıları tüm örneklerde 1 MJ/kg altında gerçekleşmiş, en iyi sonuç OFA90 eklenen mFDM eklenmiş beton örneğinde görülmüştür. Tutuşmazlık deneylerinde tutuşma sonucu meydana gelen kütle kayıpları tüm alev geciktirici eklenmiş mFDM içeren beton örneklerinde %23'e varan oranlarda düşürülmüştür.
5. TGA, DSC ve yanmazlık testlerinin sonuçları alev geciktirici eklenmiş mFDM'lerin güç tutuşurluk özelliklerinin iyileştirildiğini ve bina yapı malzemelerinde güvenli olarak kullanılabileceğini göstermektedir.

Tez çalışması sonuçlarına göre ileriye yönelik aşağıdaki çalışmalar önerilebilir:

- Alev geciktirici eklenen mikrokapsüllenmiş FDM'lerin termal çevrimleri yapılarak, faz değiştirme kararlılığının ne yönde etkilendiği belirlenmesi.
- Farklı oranlarda alev geciktirici malzeme kullanılarak sonuçlara etkisinin değerlendirilmesi

- Alev geciktirici eklenen mikrokapsülenmiş FDM'nin yanma sonundaki SEM analizleri yapılarak alev geciktiricinin mikrokapsülün morfolojik özellikleri üzerindeki etkilerinin incelenmesi
- Farklı kabuk malzemeleriyle mFDM hazırlanarak güç tutuşurluk arařtırmalarının yapılması





KAYNAKLAR

- Abhat, A. (1983). Low temperature latent heat thermal energy storage: heat storage materials. *Solar energy*, 30(4), 313-332.
- Asimakopoulou, E. K., Kolaitis, D. I., & Founti, M. A. (2015). Fire safety aspects of PCM-enhanced gypsum plasterboards: An experimental and numerical investigation. *Fire Safety Journal*, 72, 50-58.
- Beyhan, B. (2010). Sera uygulamaları için faz deęiřtiren maddelerde termal enerji depolama, Yüksek Lisans Tezi, ÇÜ Fen Bil. Ens., Adana.
- Beyhan, B., Cellat, K., Konuklu, Y., Gungor, C., Karahan, O., Dundar, C., & Paksoy, H. (2016). Robust microencapsulated phase change materials in concrete mixes for sustainable buildings. *International Journal of Energy Research*, 10.1002/er.3603.
- Cabeza, L. F., Castell, A., Barreneche, C., De Gracia, A., & Fernández, A. I. (2011). Materials used as PCM in thermal energy storage in buildings: a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(3), 1675-1695.
- Cai, Y., Wei, Q., Huang, F., & Gao, W. (2008). Preparation and properties studies of halogen-free flame retardant form-stable phase change materials based on paraffin/high density polyethylene composites. *Applied Energy*, 85(8), 765-775.
- Cai, Y., Wei, Q., Huang, F., Lin, S., Chen, F., & Gao, W. (2009). Thermal stability, latent heat and flame retardant properties of the thermal energy storage phase change materials based on paraffin/high density polyethylene composites. *Renewable Energy*, 34(10), 2117-2123.
- Çimen, E. (2015). Mikrokapsülleme Yöntemiyle Dokuma Kumařlara Yeni Özellikler Katma Olanakları (Doctoral dissertation, Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Davis, D. A., Work, D. E., & Riazzi, T. J. (2009). U.S. Patent Application No. 12/575,507.

- Haurie, L., Mazo, J., Delgado, M., & Zalba, B. (2014). Fire behaviour of a mortar with different mass fractions of phase change material for use in radiant floor systems. *Energy and Buildings*, 84, 86-93.
- Haurie, L., Serrano, S., Bosch, M., Fernandez, A. I., & Cabeza, L. F. (2016). Single layer mortars with microencapsulated PCM: Study of physical and thermal properties, and fire behaviour. *Energy and Buildings*, 111, 393-400.
- Karaipekli, A. (2006). Faz deęişimli enerji depolama maddelerinde ısı iletkenlięin zenginleřtirilmesi.
- Karatař, A. (1989). Asetaminofen'in koaservasyon-faz ayrışması yöntemiyle mikrokapsüllerinin hazırlanması, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Ü. Sağlık Bil. Ens.
- Kaya, K. (2007). Isıl enerji depolama amaçlı polipropilen/parafin karışımının hazırlanması ve ısı iletkenliklerinin belirlenmesi.
- Konuklu, Y., Unal, M., & 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*, 120, 536-542.
- Kovach, E. G. (Ed.). (2013). *Thermal Energy Storage: The Report of a NATO Science Committee Conference Held at Turnberry, Scotland, 1st-5th March, 1976*. Elsevier.
- Lane, G. A., (1983), *Solar energy latent heat material* , Volume I, CRC Pres Inc. Boca Raton /Florida,450
- Ling, T. C., & Poon, C. S. (2013). Use of phase change materials for thermal energy storage in concrete: an overview. *Construction and Building Materials*,46, 55-62.
- Lluch, A. V., Ferrer, G. G., & Pradas, M. M. (2009). Surface modification of P (EMA-co-HEA)/SiO₂ nanohybrids for faster hydroxyapatite deposition in simulated body fluid?. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 70(2), 218-225.

- Mazman, M. (2006). Gizli Isı Depolaması ve Uygulamaları. Doktora Tezi, ÇÜ Fen Bil. Ens., Adana.
- Paksoy, H. Ö. (Ed.). (2007). Thermal energy storage for sustainable energy consumption: fundamentals, case studies and design (Vol. 234). Springer Science & Business Media.
- Pielichowska, K., & Pielichowski, K. (2014). Phase change materials for thermal energy storage. *Progress in Materials Science*, 65, 67-123.
- Pomianowski, M., Heiselberg, P., & Zhang, Y. (2013). Review of thermal energy storage technologies based on PCM application in buildings. *Energy and Buildings*, 67, 56-69.
- Sarı, A. (2000). Bazı yağ asitleri ve ötektik karışımlarının enerji depolayıcı madde olarak kullanılabilirliğinin incelenmesi, Doktora Tezi, Gaziosman Paşa Ü. Fen Bil. Ens., Tokat.
- Sarıkaya, Y. (2011). Fizikokimya. Gazi Kitabevi..
- Sittisart, P., & Farid, M. M. (2011). Fire retardants for phase change materials. *Applied Energy*, 88(9), 3140-3145.
- Sun, L., Qu, Y., & Li, S. (2012). Co-microencapsulate of ammonium polyphosphate and pentaerythritol and kinetics of its thermal degradation. *Polymer Degradation and Stability*, 97(3), 404-409.
- Tuzcu, H. (2010). Isı yalıtımı ve otomotiv endüstrilerinde kullanılan yanmaya dirençli poliüretan esaslı malzemelerin tutuşma ve yanma karakteristiklerinin deneysel incelenmesi (Doctoral dissertation, Pamukkale Üniversitesi).
- Tyagi, V. V., & Buddhi, D. (2007). PCM thermal storage in buildings: a state of art. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11(6), 1146-1166.
- Wang, B., Sheng, H., Shi, Y., Hu, W., Hong, N., Zeng, W., ... & Hu, Y. (2015). Recent advances for microencapsulation of flame retardant. *Polymer Degradation and Stability*, 113, 96-109.

Yılmaz, S. (2008). Soğutma uygulamaları için faz değıştiren maddelerde termal enerji depolama. ukurova niversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yksek Lisans Tezi. Adana.

Zhang, P., Hu, Y., Song, L., Ni, J., Xing, W., & Wang, J. (2010). Effect of expanded graphite on properties of high-density polyethylene/paraffin composite with intumescent flame retardant as a shape-stabilized phase change material. Solar Energy Materials and Solar Cells, 94(2), 360-365.

www.adanacimento.com.tr

www.dektmk.org.tr

www.iea.org/publications

www.merckmillipore.com

www.sciencelab.com

www.yanginguvenlik.com

ÖZGEÇMİŞ

25 Şubat 1990 tarihinde Adana'da doğdu. İlk ve ortaokulu Gaziantep'te tamamladıktan sonra yine Gaziantep'te 2008 yılında F.N. Tekerekođlu Anadolu Lisesi'nden mezun oldu. 2013 yılında Çukurova Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nden mezun oldu. 2014 yılında Çukurova Üniversitesi Kimya Bölümü'nde yüksek lisans eğitimine başladı.

