

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SİLİKA ESASLI ÜSTÜN YALITIM
PERFORMANSINA SAHİP MALZEMELERİN
GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ceren ÖNEY KIROĞLU

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimya Mühendisliği Programı

MAYIS 2014

**SİLİKA ESASLI ÜSTÜN YALITIM
PERFORMANSINA SAHİP MALZEMELERİN
GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Ceren ÖNEY KIROĞLU
(506121002)**

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimya Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Yüksel GÜVENİLİR

MAYIS 2014

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506121002 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Ceren ÖNEY KIROĞLU**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**SİLİKA ESASLI ÜSTÜN YALITIM PERFORMANSINA SAHİP MALZEMELERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Yüksel GÜVENİLİR**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Nuran DEVECİ AKSOY**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. Didem OMAV
Yalova Üniversitesi

Teslim Tarihi : **05 Mayıs 2014**
Savunma Tarihi : **27 Mayıs 2014**

Babama,

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tez çalışmalarım boyunca sonsuz destek veren, hoş sohbeti ve güler yüzüyle her zaman yanımda olarak beni motive eden çok değerli hocam ve tez danışmanım Prof.Dr.Yüksel AVCIBAŞI GÜVENİLİR'e teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım süresince mühendis olarak aralarında bulunduğum çok değerli Arçelik A.Ş. Merkez Ar-Ge'ye Sayın Cem KURAL şahsında teşekkür ederim.

Tez çalışma konumdaki tecrübelerini bana aktararak, deneysel çalışmalarım boyunca desteklerini esirgemeyen Dr. Yusuf YUSUFOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans tez çalışmalarım boyunca desteklerini ve laboratuvar imkanlarını esirgemeyen Arçelik A.Ş. Malzeme Teknolojileri Yöneticisi Sayın Dr. Mustafa SEZER'e teşekkür ederim.

Çok değerli tecrübelerini paylaşarak her zaman daha iyisini yapmamı sağlayan sevgili çalışma arkadaşım Sayın Ozan KOVANCI'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarında sonsuz emeği bulunan, bana her zaman gerekli teknik desteği vermekten kaçınmayan ve katkılarını asla göz ardı edemeyeceğim çok değerli çalışma arkadaşım Sayın Kadir ERDOĞAN'a, elektron mikroskobu ve fotoğraflandırma çalışmalarında desteklerini esirgemeyen Sayın Sinan KARASU'ya ve mukavemet testlerini gerçekleştirmeme yardımcı olan Sayın Burak YURT'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tüm bu süreç boyunca birlikte çalışma fırsatı bulduğum, her zaman yanımda olan çok değerli çalışma arkadaşlarım ve dostlarım Sayın Ceren YARGICI'ya, Sayın Ezgi YILMAZ'a, Sayın Hakan ÖZKAN'a, Sayın İpek Hazal ÜNVER'e, Sayın Merve ZAKUT'a, Sayın Muhammed Ali Duran ÜNLÜTÜRK'e, Sayın Nazlı SEZEK'e, Sayın Pınar YAVUZ'a ve Sayın Sel Didem AKKOYUNLU'ya sevgilerimi ve teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisansım ve tez çalışmalarım süresince desteklerini esirgemeyen, sevgi ve sabırla beni hep daha iyiye yönlendiren çok kıymetli ailem ve sevgili eşim Sayın Erhan KIROĞLU'na gönülden teşekkür ederim

Mayıs 2014

Ceren ÖNEY KIROĞLU
(Kimya Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xvii
SUMMARY	xix
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı	2
1.2 Geleneksel Yalıtım Teknolojileri	3
1.3 Vakumlu Yalıtım Teknolojileri ve VIP'ler	4
1.4 Vakum İzolasyon Paneli Bileşenleri	7
1.4.1 İç dolgu malzemesi	7
1.4.2 Dış zarf filmi	11
1.5 Literatür Araştırması	15
2. ISI İLETİM MEKANİZMALARI VE ISI İLETİM KATSAYISI	27
2.1 Isı İletim	27
2.1.1 Kondüksüyon (iletim) ile ısı transferi	27
2.1.2 Konveksiyon (taşınım) ile ısı transferi.....	31
2.1.3 Radyasyon (ışınım) ile ısı transferi	33
2.2 Isı İletim Katsayıları.....	34
2.2.1 Isı iletim katsayısının değişimi	35
2.2.2 Isı iletim katsayısına nemin etkisi	36
2.2.3 Isı iletim katsayısının belirlenmesi	36
2.3 Vakum İzolasyon Panellerinin Isı İletim Katsayıları	37
2.3.1 VIP'lerde ışınlım ile ısı transferi.....	38
2.3.2 VIP'lerde gaz taşınımı ile ısı transferi	39
2.3.3 VIP'lerde katı iletimi ile ısı transferi	42
3. ALTERNATİF VIP İÇ DOLGU MALZEMELERİ VE YÖNTEMLER.....	43
3.1 Alternatif İç Dolgu Malzemeleri	44
3.1.1 Silika esaslı toz malzeme	44
3.1.2 Sepiyolit	44
3.1.3 Bentonit	45
3.1.4 Pirinç kabuğu külü	46
3.2 Kullanılan Ekipmanlar ve Yöntemler	47
3.2.1 Toz karıştırma mikseri	47
3.2.2 Pres.....	48
3.2.3 Kurutma fırını	48
3.2.4 Kaynak presi (Isıl yapıştırma).....	49
3.2.5 Vakum cihazı	49
3.2.6 Isı iletim katsayısı ölçüm cihazı.....	50

3.2.7 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	51
3.2.8 Termal gravimetrik analiz cihazı (TGA).....	52
3.2.9 Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)	52
3.2.10 Fiziksel adsorpsiyon, yüzey alanı ve gözeneklilik ölçüm cihazı	53
3.2.11 Klimatize kabin	54
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	55
4.1 VİP Numuneleri Üretimi	56
4.2 Silika Esaslı Toz Malzeme ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu	57
4.3 Pirinç Kabuğu Külü ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu	63
4.4 Sepiyolit ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu.....	69
4.5 Bentonit ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu	72
4.6 Yoğunluk ile Isı İletim Katsayısı Değişimi	77
4.7 S Eğrisinin Çıkarılması.....	81
4.8 VİP Servis Ömrü Tayin Çalışmaları.....	82
4.8.1 Zamana bağlı VİP iç basıncı ölçümü	85
4.9 VİP Mukavemet Testleri	87
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	89
KAYNAKLAR.....	93
ÖZGEÇMİŞ	101

KISALTMALAR

A	: Yüzey alanı
D	: Bir akış olayını tanımlayan karakteristik uzunluk
d_p	: Por çapı
k	: Stephan Boltzmann sabiti
Kn	: Knudsen sayısı
L_{ort}	: Ortalama serbest yol uzunluğu
M	: Moleküler ağırlık
Re	: Reynolds sayısı
μ	: Bir gazın dinamik viskozitesi
ρ	: Bir gazın yoğunluğu
ξ	: Bir molekülün çapı
ε	: Isı iletim katsayısı – viskozite bağıntısında düzeltme katsayısı
τ	: İki molekülün çarpışması arasında geçen ortalama süre
γ	: Politropik üs
α	: Yerleşim katsayısı
λ	: Isı iletim katsayısı
δt	: Diferansiyel zaman aralığı

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 1.1 : Vakumlu İzolasyon Panellerinde Kullanılan Malzeme Cinsleri	5
Çizelge 1.2 : Geleneksel Yalıtım Malzemeleri ve Isı İletim Katsayıları.....	6
Çizelge 1.3 : Fumed Silikaya Ait Özellikler.....	9
Çizelge 1.4 : Farklı bileşimlerde patlatılmış perlit ve fumed silika kompozit VİP'leri	17
Çizelge 2.1 : Bazı malzemelere ait Isı İletim Katsayıları (20°C'de)	30
Çizelge 2.2 : Bazı Akış Şartlarında Taşınım İletim Katsayıları	33
Çizelge 2.3 : Bazı Malzemeler Ait Yayma Oranı (ϵ) Değerleri	34
Çizelge 3.1 : Silika Türleri ve Boyutları.....	44
Çizelge 3.2 : Çökeltilmiş Silika Özellikleri.....	44
Çizelge 3.3 : Sepiyolit Kimyasal Bileşimi.....	45
Çizelge 3.4 : Bentonit Kimyasal Bileşimi	46
Çizelge 4.1 : Farklı Yoğunluklar İçin Hazırlanan Deney Setleri ve Sonuçları	61
Çizelge 4.2 : Silika Esaslı Toz VİP'lerinin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları	63
Çizelge 4.3 : Pirinç Kabuğu Külü VİP'lerinin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları	68
Çizelge 4.4 : Sepiyolit VİP'lerinin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları.....	72
Çizelge 4.5 : Bentonit VİP'lerinin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları	76
Çizelge 4.6 : Farklı Yoğunluklar İçin Hazırlanan Deney Setleri ve Sonuçları	78

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 : Türkiye’de elektrik enerjisi tüketimi	2
Şekil 1.2 : Konutlarda enerji tüketimi dağılımı	2
Şekil 1.3 : Şematik bir VİP görünümü	5
Şekil 1.4 : Geleneksel yalıtım malzemeleri ve VİP ısı iletim katsayıları	6
Şekil 1.5 : Aynı ısı dirençleri gösteren farklı kalınlıklı yalıtım malzemeleri	7
Şekil 1.6 : Fumed silika eldesi reaksiyonu	8
Şekil 1.7 : Fumed silika üretimi ve aglomere taneciklerin oluşum şeması	8
Şekil 1.8 : Fumed silika ve yapısı	9
Şekil 1.9 : Fumed silikanın farklı bağıl nemlerde adsorpladığı su buharı miktarı	10
Şekil 1.10 : Cam elyafı görüntüsü	11
Şekil 1.11 : Cam elyafı ile fumed silika karışımına ait SEM ve TEM görüntüleri ..	11
Şekil 1.12 : VİP’ler için kullanılan metalize-polimer lamine çok katmanlı film	12
Şekil 1.13 : Dış zarf filmi SEM görüntüleri	13
Şekil 1.14 : Al dış zarf filminde bulunan bir deliğin SEM görüntüsü	14
Şekil 1.15 : VİP termal köprü etkisi	14
Şekil 1.16 : Yalıtım paneline ait şematik çizim	14
Şekil 1.17 : Çok katmanlı staggered beam VİP dolgusu	18
Şekil 1.18 : Farklı dolgu malzemeleri için basınç ile ısı iletim katsayısı ilişkisi	19
Şekil 1.19 : Termal köprü etkisinin şematik gösterimi	20
Şekil 1.20 : Termal köprü etkisinin ısı akısına etkisi	20
Şekil 1.21 : Al-metalize filmdeki iğne delikleri dağılımı ve boyutlarının optik mikroskop görüntüsü	21
Şekil 1.22 : Cam elyafların SEM ve şematik görüntüsü	22
Şekil 1.23 : Farklı kurutma koşullarında cam elyafı VİP ısı iletim katsayısı	23
Şekil 1.24 : Taze(solda) ve yaşlanmış(sağda) fumed silika TEM görüntüleri	23
Şekil 1.25 : Farklı sıcaklık değerlerinde spesifik gaz salınım oranları	25
Şekil 2.1 : ısı iletim mekanizmaları	27
Şekil 2.2 : Silindirik koordinatların şematik gösterimi	29
Şekil 2.3 : Küresel koordinatların şematik gösterimi	29
Şekil 2.4 : Oda sıcaklığındaki malzemelerin ısı iletim katsayıları aralıkları	30
Şekil 2.5 : Konveksiyonla ısı taşınımının şematik gösterimi	32
Şekil 2.6 : Bazı metallerin sıcaklıkla ısı iletim katsayısı değişimleri	37
Şekil 2.7 : VİP ısı iletim mekanizması modeli	38
Şekil 2.8 : İç dolgu malzemelerinde basıncın ısı iletim katsayısına etkisi	41
Şekil 2.9 : Gözenek çapı ve gaz basıncının ısı iletimine etkisi	41
Şekil 3.1 : Pirinç bitkisi, pirinç kabukları ve pirinç kabuğu külleri	46
Şekil 3.2 : Toz karıştırma mikseri	47
Şekil 3.3 : Elektromekanik pres makinası	48
Şekil 3.4 : Kurutma fırını	48
Şekil 3.5 : Isıl yapıştırma cihazı	49

Şekil 3.6 : Vakum cihazı.....	49
Şekil 3.7 : Isı iletim katsayısı ölçüm cihazı şematik görünümü	50
Şekil 3.8 : Isı iletim katsayısı ölçümlerinin gerçekleştirildiği ekipman	51
Şekil 3.9 : Çalışmalarda görüntü almak amacıyla kullanılan SEM cihazı.....	51
Şekil 3.10 : Termal gravimetrik analiz (TGA) cihazı.....	52
Şekil 3.11 : FTIR cihazı.....	53
Şekil 3.12 : Yüzey alanı ve gözenek dağılımı ölçüm cihazı	54
Şekil 3.13 : Klimatize kabin	54
Şekil 4.1 : VIP numuneleri üretimi aşamaları.....	54
Şekil 4.2 : Silika esaslı toz malzeme SEM görüntüsü	54
Şekil 4.3 : Silika esaslı toz malzeme SEM görüntüsü ve tanecik büyüklüğü.....	54
Şekil 4.4 : Silika esaslı toz malzeme FTIR spektrumu	54
Şekil 4.5 : Silika esaslı toz malzeme kütüphane veritabanı karşılaştırması.....	58
Şekil 4.6 : Silika esaslı toz malzeme TGA analizi.....	59
Şekil 4.7 : Silika esaslı toz malzeme BET izoterminin	60
Şekil 4.8 : Silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan VIP'ler	61
Şekil 4.9 : Silika esaslı toz ile hazırlanan VIP'lere ait SEM görüntüsü-1	62
Şekil 4.10 : Silika esaslı toz ile hazırlanan VIP'lere ait SEM görüntüsü-2	62
Şekil 4.11 : Kül haline gelen pirinç kabuklarının görüntüsü	64
Şekil 4.12 : Pirinç kabuğu küllerine ait FTIR spektrumu	64
Şekil 4.13 : Pirinç kabuğu kül spektrumu veritabanı karşılaştırması	65
Şekil 4.14 : Pirinç kabuğu külünün TGA analizi.....	65
Şekil 4.15 : Kül haline gelen pirinç kabuklarının görüntüsü-1.....	66
Şekil 4.16 : Kül haline gelen pirinç kabuklarının görüntüsü-2.....	66
Şekil 4.17 : Pirinç kabuğu küllerine ait BET adsorbsiyon izoterminin	67
Şekil 4.18 : Pirinç kabuğu külü ile hazırlanan numunelerin görüntüsü.....	68
Şekil 4.19 : Sepiyolit SEM görüntüsü	69
Şekil 4.20 : Sepiyolite ait EDS analizi.....	69
Şekil 4.21 : Sepiyolite ait FTIR spektrumu	70
Şekil 4.22 : Sepiyolit FTIR spektrumu ve veritabanı karşılaştırması	70
Şekil 4.23 : Sepiyolite ait BET adsorbsiyon izoterminin.....	71
Şekil 4.24 : Sepiyolit ile hazırlanan VIP numunesi	72
Şekil 4.25 : Bentonite ait FTIR spektrumu	73
Şekil 4.26 : Bentonit FTIR spektrumu ve veritabanı karşılaştırması.....	73
Şekil 4.27 : Bentonite ait SEM görüntüsü	74
Şekil 4.28 : Bentonite ait EDS analizi	74
Şekil 4.29 : Bentonit TGA analizi	75
Şekil 4.30 : Bentonite ait BET adsorbsiyon izoterminin	75
Şekil 4.31 : Bentonit ile hazırlanan VIP numunesi.....	76
Şekil 4.32 : 3 deney seti için panel yoğunluğu ile ısı iletim katsayısı değişimi	79
Şekil 4.33 : Panel yoğunluğu ile ısı iletim katsayısı değişimi	80
Şekil 4.34 : Değişen panel yoğunlukları ile VIP yüzey kalitesi ilişkisi.....	81
Şekil 4.35 : Silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan VIP'lerin S-eğrisi	82
Şekil 4.36 : Silika esaslı tozlu VIP'lerin zamanla ısı iletim katsayısı değişimi.....	84
Şekil 4.37 : Basınç sensörü ile VIP iç basıncı ölçümü	85
Şekil 4.38 : Zamanla VIP iç basıncı değişimi.....	86
Şekil 4.39 : Zamanla artan iç basınç seviyesi ile ısı iletim katsayısı değişimi	86
Şekil 4.40 : Basma mukavemet testi sonucu deformasyonlar	87
Şekil 4.41 : Basma mukavemet testi sonucu numunelere ait deformasyon eğrileri ..	88

SİLİKA ESASLI ÜSTÜN YALITIM PERFORMANSINA SAHİP MALZEMELERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Günümüzde hızla tükenen enerji ve su kaynakları ve artan sera gazı emisyonları gibi çevresel sorunlar mevcut kaynakların bilinçsiz tüketiminin önüne geçilmesini ve enerjinin verimli kullanılmasını zorunlu kılmıştır. Tüm bu çevresel kaygıların sonucu olarak uluslararası enerji düzenlemeleri uygulamaya konulmuştur. Son zamanlarda Türkiye’yi de içine alan yönetmeliklerdeki enerji tüketimi sınır değerleri oldukça zorlu seviyelere getirilmiştir. Yıllık enerji tüketiminde önemli bir payı bulunan konutlarda enerji verimliliği konusu da bu bağlamda dikkat çeken bir araştırma ve teknoloji geliştirme alanı haline gelmiştir.

2011-2012 yıllarında Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı ile Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı’nın teşvik ve destekleriyle enerji verimliliği sağlayan beyaz eşyaların üretimi hız kazanmıştır. Yapılan araştırma ve incelemeler konutlarda tüketilen enerjinin kaynağının büyük bölümünün buzdolapları olduğunu ortaya koymuştur. Buzdolabı ve soğutucu sistemlerin enerjiyi kabin içini ortam sıcaklığından daha düşük seviyelerde tutmak için kullandığı düşünüldüğünde, minimum enerji tüketimi sağlayacak ürünlerin ortam ile ısı transferinin de en düşük seviyede tutulması gerekmektedir. Buzdolabı gibi soğutucu cihazlarda ısı transferinin engellenerek enerji verimliliği sağlanması kullanılan yalıtım malzemelerinin performansı ile ilişkili olmaktadır. Üstün özelliklere sahip izolasyon malzemelerinin ısı dirençlerinin yüksek olması ancak düşük ısı iletim katsayısına sahip malzemelerin kullanılması ile mümkün hale gelecektir. Tez çalışmaları kapsamında buzdolabı gibi soğutucu sistemlerde kullanılmak üzere üstün yalıtım performansına sahip Vakum İzolasyon Panelleri (VIP) için alternatif iç dolgu malzemeleri geliştirilmiştir. Vakum İzolasyon Panelleri toz, köpük ya da fiber esaslı bir iç dolgu malzemesinin, nem tutacak bir kimyasal malzeme ile birlikte sızdırmaz bir zarfın içerisinde vakumlanarak atmosfere kapatılması tekniği ile oluşturulmaktadır. En yaygın kullanım alanları bina izolasyonu olmakla birlikte, oldukça düşük kalınlıklarda üretilebilmeleri ve hafiflikleri ile buzdolabı, soğutucular, soğuk taşıma araçları ve konteynerleri gibi pek çok alanda kullanılmaktadırlar.

VIP’ler cam yünü, polistiren köpük ve poliüretan gibi yaygın kullanılan geleneksel yalıtım malzemelerine oranla yaklaşık on kata kadar daha iyi ısı yalıtım performansı göstermektedirler. Isı transferinin katısal iletim, gaz taşınımından kaynaklanan iletim ve ışınmadan oluşan üç ana mekanizması bir VIP içerisinde de aynı şekilde gerçekleşmektedir. Düşük kesit alanı ile dahi gösterdikleri üstün termal direnç iç dolgu malzemelerinin temelini oluşturan silika esaslı, vakumlanmaya olanak veren gözenekli yapıdaki toz malzemeden ileri gelmektedir. VIP’ler temel olarak üç ana öğeden oluşmaktadır. Bunlar; ana yapıyı oluşturan çekirdek malzemesi, nem tutma performansına sahip ‘getter’ adı verilen bir kimyasal ve sızdırmazlığı sağlayacak metal ve polimer katmanlarından oluşan lamine dış zarf filmidir.

Vakumlu yalıtım panellerinde kullanılacak iç dolgu malzemesinin yalıtımı sağlayan ana ögesi genellikle silika esaslı toz malzemelerdir. İç dolgu malzemesinden beklenen başlıca özellikler katı iletimini en düşük seviyede tutacak ve vakuma olanak verecek gözeneklere sahip olmasıdır. Bunun yanı sıra, ışıınımdan kaynaklanan iletimi elimine edecek SiC, karbon siyahı gibi opaklaştırıcı bir malzeme de VIP iç dolgusuna ilave edilmektedir.

Tez çalışmaları kapsamında silika esaslı toz malzeme geliştirilmesi amaçlanmıştır. VIP'lerde iç dolgu olarak kullanılacak alternatif malzemeler geliştirilmiş ve karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Malzemelerin kimyasal yapılarının anlaşılması için FTIR spektrumları alınmıştır. Genel yapılarının ve fiziksel özelliklerinin belirlenmesi için SEM görüntüleri alınmış, yüzey özellikleri ve gözenekliliklerinin tayini için ise BET metodu kullanılarak yüzey alanı analizleri gerçekleştirilmiştir. Kullanılacak olan iç dolgu alternatiflerinin termal özelliklerinin belirlenmesi için TGA kullanılarak termogramları elde edilmiştir. Üretilen VIP prototiplerindeki silika ve elyafların tutunmalarının incelenmesi amacıyla SEM görüntüleri alınmış, panellerin mukavemetlerinin belirlenebilmesi için basma mukavemet tesleri gerçekleştirilmiştir.

Bu kapsamda, pirinç kabuğu külleri, bentonit, sepiyolit ve bir diğer silika esaslı toz malzeme ile VIP prototipleri üretilerek ısı yalıtım performansları ölçülmüştür. Pirinç kabuğu külleri 5,39 mW/m.K, bentonit 4,79 mW/m.K, sepiyolit 5,72 mW/m.K, silika esaslı toz malzeme ise 4,39 mW/m.K ortalama değerlerinde ısı iletim katsayılarına sahip olduğu görülmüştür.

Yalıtım malzemelerinde katısal iletimin etkisi oldukça büyüktür. Bu etkinin boyutlarının belirlenebilmesi amacı ile 190 g/L ile 370 g/L değerlerindeki farklı yoğunluklara sahip paneller üretilmiş ve ısı iletim katsayıları ölçülmüştür. Böylece VIP'lerde ısı iletim katsayısı ile panel yoğunluğunun birbirleri ile ilişkisinin anlaşılması amaçlanmıştır.

VIP'lerin alternatif yalıtım malzemelerine göre oldukça avantajlı olmasının esas sebebi içerideki hava ve diğer gazlardan arındırılmış olmalarıdır. Panellerin farklı basınç seviyelerinde vakumlanmaları sağlanırsa panel iç basınç seviyesi ile ısı iletim katsayıları arasında ilişki kurulabilecektir. Çalışmalar süresinde üretilen VIP numuneleri 0,01 ile 1000 mbar aralığında vakumlanarak ısı iletim katsayıları ölçülmüş ve panellerin farklı basınç seviyelerindeki yalıtım performansları ortaya konulmaya çalışılmıştır.

Bu çalışmalara paralel olarak seçilen VIP'lerin içerisine basınç sensörleri yerleştirilerek zamanla ısı iletiminin değişimi incelenmiştir. İlk günlerde hızlı bir kötüleşme gösteren ısı iletim katsayısının ilerleyen zamanla değişmediği ve sabit bir platoya oturduğu görülmüştür.

Binalarda ya da beyaz eşyalarda kullanılacak VIP'lerin servis ömürleri araştırılması gereken oldukça kritik bir konudur. Literatürde bu kapsamda detaylı bir çalışma bulunmamakla birlikte farklı VIP üreticilerinin ya da malzeme enstitülerinin kendi oluşturdukları standartlar mevcuttur. Çalışmalar kapsamında bir hızlandırılmış yaşlandırma test prosedürü oluşturularak panellerin zaman içerisindeki davranışları simüle edilmeye çalışılmıştır. İklimlendirme kabinlerinde -15°C ve 80°C'lik 8 gün süren çevrimlerden sonra %50 bağıl nem ve 23°C sıcaklık ile 6 ay süren termal yaşlandırmalar yürütülmüştür. Her 30 günlük çevrimin sonunda ısı iletim katsayıları ölçülerek zamanla VIP yalıtım performansının değişimi araştırılmıştır.

DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION OF SILICA BASED SUPER INSULATION MATERIALS

SUMMARY

As a consequence of environmental concerns such as rapid depletion of energy and natural resources and increasing of greenhouse gas emissions, development of novel and promising technological solutions to decrease the energy consumption and provide the efficient usage of energy has become compulsory. Recently, for many countries including Turkey, the energy consumption limit values specified in the regulations has been quite challenging especially for the industrial manufacturers. In this regard, providing energy efficiency products for residential usage with a significant share of annual energy consumption is also attracting attention in this context and has become a promotive research and technology development area. In 2011 and 2012 with great supports and industrial stimulations of the Ministry of Energy and Natural Resources and the Ministry of Industry and Technology, manufacturing of energy efficient white goods and products have been accelerated.

The researches and investigations that carried out to analyze the residential energy usage revealed that the large portion of consumption belongs to the refrigerators and other coolant systems. Therefore, to prevent heat flow and to keep constant the temperature in refrigerators for reducing the energy consumption will become feasible with high-performance insulation materials. For this purpose, the development of new insulation systems and materials needed. The aim of preventing heat transfer and heat loss can achieved by thermally resistive and consequently high performance insulation materials owning low heat transfer coefficient.

Since effective thermal isolation applications are able to reduce energy consumption rates dramatically, developing novel materials with enhanced thermal insulation features is become necessary. Vacuum insulation panels (VIPs) seem to be one of the most promising solutions for the achievement of reduced energy consumption. Evacuated insulation technology enables a VIP to have approximately 10 times higher thermal resistance than the conventional insulators such as glass fiber, glass wool, expanded polystyrene foam or polyurethane. Vacuum insulation panels (VIP) are superior thermal insulation materials provides better insulation, which allows energy savings without increasing the insulation thickness. Moreover, there are numerous applications of evacuated insulation panels in building insulations, refrigerators and cooling devices, transportation boxes or vessels.

As a strong alternative to the conventional insulating techniques, vacuum insulation technology is based on a core insulation material inside of an ultra-high barrier laminated film and evacuating the air and the other gases from inside of the panel. The core material provides mechanical strength and thermal insulating capacity by blocking the free flow of the gas molecules thereby eliminating the heat transfer arising from collisions of gas molecules and air conduction. Furthermore, the laminated gas barrier foil provides the air, gas and vapour tight enclosure for the

inner of an evacuated isolation panel. Depending on the core material, the getter (adsorbent or desiccant) is added to the infiller material to adsorb permeating atmospheric gases or water vapour in the VIP enclosure.

VIPs have reached an effective heat transfer coefficient as low as 3 to 8 mW/m²K depending on the core material used inside of a VIP and the inner vacuum level in 0,1 to 1 mbar units. The general heat transfer mechanisms as solid conductivity, gaseous conductivity and radiative transfer operate in a vacuum tight insulation material as well as other conventional insulation technologies. The solid matrix conduction depends on the structure and characteristics of the core material. The gaseous conduction by gas molecules depends on the inner gas pressure and the thermal radiation depends on the structure and optical properties of the core material additives.

Vacuum insulation materials' superior thermal resistance is arising from the internal filling material based on silica and the open cell porous structure that allows to evacuation process. Therefore, the core material plays a crucial role in the thermal performance, mechanical properties and service life of the insulation system. The most commonly used core materials are heat treated fumed (or pyrogenic) silica, glass fibre, open-cell polyurethane foam, open-cell polystyrene foam, precipitated silica and nanogels. In the core, silica based nanoporous powders, which have an average particle size of 20 nm, used to obtain very low heat transfer coefficient and silicon carbide (SiC) used as opacifier in order to reduce the radiation. As a reinforcement additive, glass fiber is needed to enhance the panel strength and provides great manufacturability of the samples. Since glass fiber also has a low thermal conductivity below the critical pressure of the core material, it supports insulation properties of the vacuum panels. When the vacuum level inside a VIP decreases, the convection heat transfer also reduces. There is a critical pressure value where the effective thermal conductivity of the panels is decline dramatically and it can become negligible. Under that critical inner pressure level, the heat transfer coefficient and the thermal conductivity of the material is about 4,5 to 5 mW/m.K.

VIPs' main components can be divided into three groups: the core material which is a mixture of silica based powder insulation core, glass fiber as a reinforcement and insulator additive and SiC as opacifier agent to reduce the heat loss because of the radiative heat transfer, the laminated gas barrier film provides the air tight enclosure and the getter material for adsorbing the residual gases, air or water vapour in the panel enclosure.

In the scope of the thesis, silica-based powder material has developed as an alternative inner core materials for vacuum insulation panels and their characterizations were carried out in the in the experimental process. For the understanding of the chemical structure of the materials, Fourier Transmission Infrared (FTIR) analysis performed to obtain structure and chemical composition of VIP. The resulting spectrum represented the molecular transmission, creating a molecular fingerprint of the sample, which corresponds to the vibration frequencies of chemical bonds. The Si-OH band seen in the FTIR spectrum indicates the silicon based structure of the materials. Furthermore, the determination of general structure and physical properties of the alternative filler materials and VIP specimens Scanning Electron Microscopy (SEM) used. Besides the general morphology of the panel, diameter and the fiber-silica adherence also investigated. SEM performed to obtain the diameter and length of fibers and their attraction with other core materials.

Thermal properties determined by Thermo Gravimetric Analysis (TGA) and TGA thermograms obtained. TGA used to obtain percentage of water and inorganic material in the panel. For an exact determination of the surface properties and porosity, surface area analysis performed using the BET method.

In this context, rice husk ash, bentonite, sepiolite and vacuum insulation panels with other silica-based powder materials prototypes produced and measured their thermal insulation performance. These alternative materials selected for their high silicon content, high surface area, high thermal stability, open cell structure and porous structure with small pore diameters. The bentonite, sepiolite and silica-based powder insulation materials supplied from their manufacturers. The rice husk ash was prepared with burning of rice hulls at 600°C –700°C in a controlling furnace with a rate of 10°C per minute for six hours. Before the incineration process, the rice husks washed with distilled water and then dried until reaching to the constant mass value. The prepared vacuum insulation panels with rice husk ashes 5,39 mW/mK, bentonite 4,79 mW/mK, sepiolite 5,72 mW/mK and silica based powder material by the 4,39 mW/mK in thermal conductivity with the average value was found.

The effect of solid conduction in the insulation materials is quite large. In order to determine the impact of solid matrix, different panel specimens with different densities between 190 g/L and 370 g/L were produced and their thermal conductivity were measured. Thus, the correlation between heat transfer coefficient and VIP density performed. There is an optimum point for minimum heat transfer coefficient, and with increasing density, the thermal conductivity is also rising. Below this optimum density, heat transfer of the core material has radiation tendency, and above this value, solid conduction mechanism is dominant.

The core material provides high thermal insulating capacity by preventing the free flow of the gas molecules thereby eliminating the heat transfer arising from gas and air conduction. In the progress of experimental studies, the relationship between inside vacuum level and heat transfer coefficient investigated. Samples produced during studies are in the range 0.01 to 1000 mbar, their thermal conductivity measured, and the insulation performance of the panels are set forth in the different pressure levels. It is revealed that, for silica based VIP core materials there is a critical pressure value. Above this critical pressure, the insulation performance of panel starts to deteriorate. In parallel with this study, the selected VIPs placed pressure sensors and the thermal conductivity change versus time investigated. In the first days, showing a rapid deterioration of the heat transfer coefficient has not changed over the following days.

The service life of the panels is a critical issue that should investigated fairly. In this context, a detailed study in the literature could not reach. Although different VIP manufacturers' different material or standards are available, they create their own internal standard. For this purpose, an accelerated aging test procedure established to simulate the panel insulation performance behavior over the time. In a climate chamber for 8 days cycle of 80°C - 15°C and after aging 23°C with 50% relative humidity the thermal aging studies carried out for 6 months. At the end of each 30 days cycle, the heat transfer coefficients measured. The samples for aging tests were prepared with silica based powder insulation materials and with a start value of 4mW/m.K. At the end of the 6 months, just a 12,5% thermal insulation performance deterioration was observed.

1. GİRİŞ

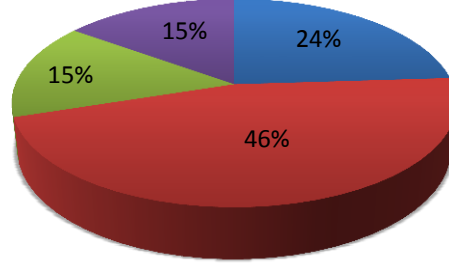
Enerji sektörü ve enerji verimliliği konusu ülkelerin iç ve dış politikası ile beraber ekonomik faaliyetlerini de ciddi olarak etkilemekte ve buna bağlı olarak önemi her geçen gün artmaktadır. Türkiye kömür, su, rüzgâr gibi yollarla enerji elde edebilse de, enerji ihtiyacının karşılanmasında temel rol oynayan zengin petrol ve doğalgaz yataklarına sahip değildir. Türkiye'nin enerji bağımlılığına karşı geliştirdiği strateji, yenilenebilir enerji ve enerji verimliliği politikalarına eğilmek olmuştur. Bu sayede birim iş için tüketilen enerjiyi düşürerek daha verimli enerji kullanmak amaçlanmaktadır. Bunun yanı sıra, her türlü iş kolunda, konutlarda ve ulaşımda gerekli önlemlerinin alınması ile tüketilen enerji azaltılabilir ve tasarruf sağlanabilir [1].

Dünya Enerji Konseyi Türk Milli Komitesi 2012 Enerji Raporu verilerine göre elektrik enerjisi net tüketimi 2011 yılında 187,6 Milyar kWh olmuştur. Türkiye Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı Türkiye Enerji İstatistikleri Raporu verilerine göre ise 2013 Ağustos ayına kadar olan dönemde elektrik enerjisi tüketim miktarı ortalama 217 Milyar kWh'tir ve bu tüketimin %24'ünü konutlar oluşturmaktadır. Türkiye'de elektrik enerjisi tüketiminin dağılımı Şekil 1.1'de verilmektedir. Konutlardaki toplam elektrik enerjisi tüketiminin ise Şekil 1.2'de görüldüğü gibi yaklaşık olarak %55'i beyaz eşya kaynaklıdır. Bu yüzdelik dilimde ise en büyük pay %31'lik bir oran ile buzdolabına aittir [2]. Dolayısıyla konutlarda enerji verimliliği çalışmalarına yönelildiğinde 'düşük enerji tüketimli buzdolapları' dikkat çeken bir araştırma ve teknoloji geliştirme alanı haline gelmiştir. 2011-2012 yıllarında Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı ile Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı'nın teşvik ve destekleriyle enerji verimliliği sağlayan beyaz eşyaların üretimi hız kazanmıştır.

Buzdolabı gibi soğutucu cihazlarda yüksek enerji verimliliğinin sağlanması ileri yalıtım malzemeleri ile mümkün olabilmektedir. Isı geçişini minimum seviyeye indirerek enerji tüketimini azaltacak yalıtım malzemeleri geliştirme çalışmaları da bu kapsamda hız kazanmıştır. Isı geçişini minimuma indirmek ancak düşük ısı iletim katsayılı yalıtım malzemeleri ile sağlanabilmektedir.

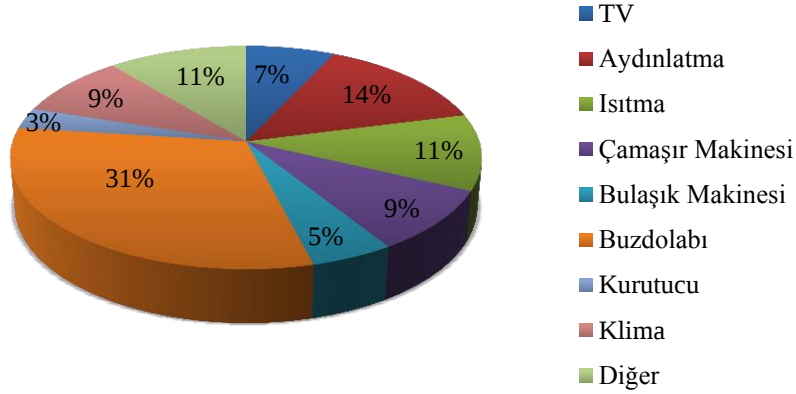
Türkiye'de Elektrik Enerjisi Tüketimi

■ Konutlar ■ Sanayi ■ Ulaştırma ■ Diğer



Şekil 1.1 : Türkiye’de elektrik enerjisi tüketimi [2].

Konutlarda Enerji Tüketimi Dağılımı



Şekil 1.2 : Konutlarda enerji tüketimi dağılımı [2].

Enerji tüketiminde bir diğer büyük pay da ısıtma ve soğutma işlemlerine aittir. Kullanılan enerji miktarının düşürülmesi binaların ısı yalıtımının sağlanması ile mümkündür. Soğutucu cihazlarda olduğu gibi binalarda da ısı iletimini engelleyecek düşük ısı iletim katsayılı malzemeler gerekmektedir.

1.1 Tezin Amacı

Bu çalışmada, binalar veya soğutucu cihazlar gibi ısı yalıtımının önemli olduğu sistemlerde enerji verimliliğini sağlamak amacıyla kullanılacak ısı iletim katsayısı

düşük, toz esaslı yalıtım malzemelerinin araştırılması ve denenmesi amaçlanmıştır. Çalışmanın ilk bölümünde vakumlu izolasyon panellerinin (VIP) üretimleri, kullanımları ve içerikleri ile ilgili literatür bilgisi sunulmuştur.

Çalışmanın ikinci bölümünde, vakumlu ısı yalıtım malzemeleri ve ısı iletim mekanizmaları ile ilgili literatür araştırması yer almaktadır. Çalışmanın devamında, VIP’lerde kullanılan toz esaslı malzemelere ilişkin bilgiler sunulmuş ve alternatif malzemeler tanımlanmıştır. VIP’lerde yaygın olarak kullanılan toz esaslı malzemelerin ve alternatiflerinin DSC, TGA, FTIR, ASAP 2420 BET ve SEM cihazları ile kimyasal karakterizasyonları ve yüzey özellikleri belirlenmiştir.

Çalışmanın üçüncü bölümünde, alternatif bir toz malzeme olan silika türü ile VIP üretimleri gerçekleştirilerek, panel yoğunluklarının ve vakum seviyesinin ısı iletim katsayısına olan etkisi incelenmiştir.

Çalışmanın son bölümünde, üretilen VIP’lerin servis ömürlerini tayin etmek amacıyla uygulanan hızlandırılmış yaşlandırma test sonuçları ve bu çalışmanın devamında neler yapılabileceği ile ilgili öneriler sunulmuştur.

1.2 Geleneksel Yalıtım Teknolojileri

Termal yalıtım için özellikle inşaat sektöründe kullanılan geleneksel yalıtım malzemelerinin geliştirilmesi 1960’lı yıllara dayanmakla beraber asıl yükselişi 1970’lerde olmuştur. 1960’lı yıllardan önce geliştirilen pek çok ısı yalıtım malzemesi mevcut olmasına rağmen, 1973 yılındaki petrol krizi sonrasında binalarda verimli enerji kullanımı için ısı yalıtımın önemli bir sorun haline gelmesiyle yalıtım sektörü ivme kazanmıştır [3].

Fiberler ve hücreli yapılar kuşatılmış havanın yığın hareketinin engellenmesi için yalıtım malzemelerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Hava molekülleri hareketsiz olduğunda ısı transferi, iletim ve ışıyım yoluyla olmaktadır. Hava hareketi engellenmediğinde ve taşınım ile ısı transferine izin verildiğinde, konvektif ısı iletimi artarken katı iletimin etkisi azalır ve sonuç olarak ısı iletim katsayısı artar. Havanın yalıtkan olarak kullanıldığı durumlarda mümkün olan en düşük ısı iletim katsayısı 0.026 W/m.K’dir ve ısı yalıtım için limit değeri olarak kabul edilmektedir [4].

Havadan daha iyi yalıtım performansına sahip malzemelerin geliştirilmesi için pek çok teknik kullanılmaya devam etmektedir. Bu tekniklerden bazıları hava yerine

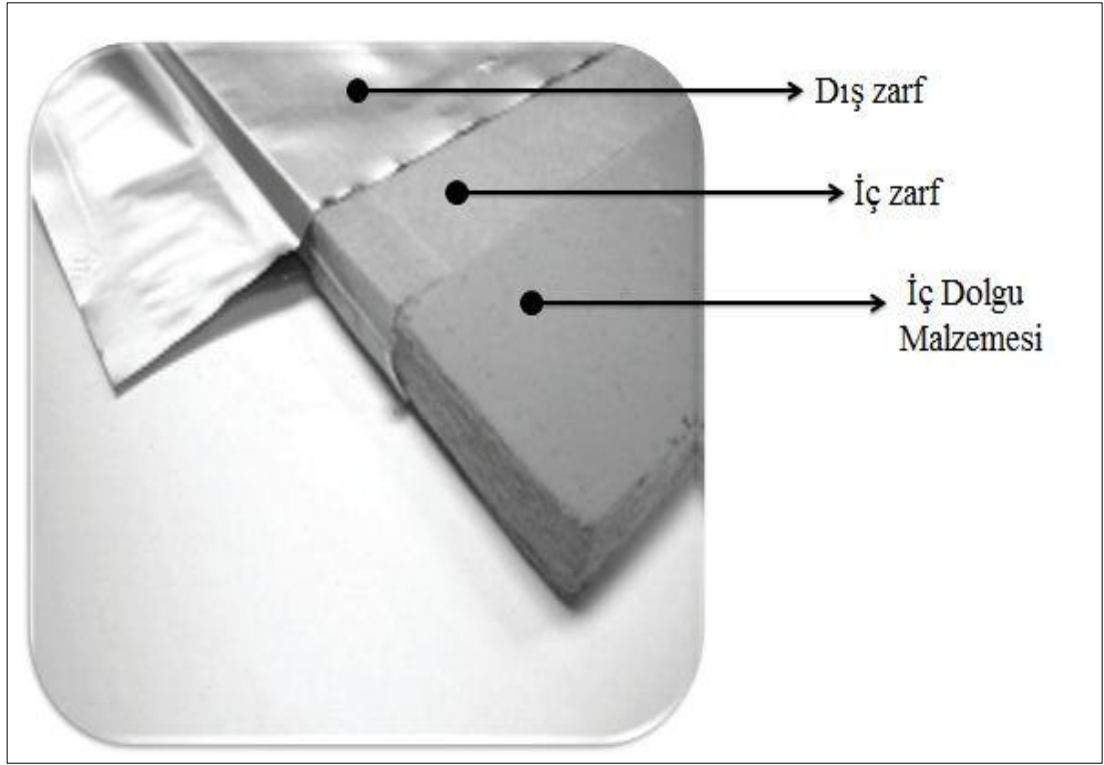
farklı alternatif gazların kullanılması, ışınlama ısı transferini absorblayacak ya da saçılımını sağlayacak malzemelerin ilavesi ya da malzeme içerisindeki havanın vakumlanmasıdır. Bu yöntemlerin herbirinin amacı iletim, taşınım ve ısıtım mekanizmalarından birini ya da birkaçını hedef alarak elimine etmektir. Performansı daha yüksek yalıtım malzemelerinin geliştirilebilmesi için bu transfer mekanizmalarının tek tek incelenmesi ve herbirinin minimum seviyeye indirilmesi gerekmektedir.

1.3 Vakumlu Yalıtım Teknolojileri ve VIP'ler

Vakumlu ortamlar, ısı transferinin en az olduğu ortamlar olarak bilinmektedirler. İlk olarak pencere camlarının vakumlanması ile inşaat sektöründe de uygulama alanı bulan vakum tekniği, ısı yalıtım açısından oldukça verimli bir yöntemdir [5,6].

Oxford Üniversitesi bilim adamlarından Sir James Dewar 1892 yılında temel olarak iç içe geçirilmiş iki şişenin arasında kalan alanı vakumlayarak havadan arındırmış ve vakumlu yalıtım teknolojilerinin bilinen ilk uygulamalarından birini oluşturmuştur. Dewar'ın 'vakumlu matara' adını verdiği bu buluş 1902 yılında 'Thermos GmbH' adlı firma tarafından ticari olarak üretilmeye başlanmış ve 'termos' adıyla günümüze kadar gelmiştir. Termoslar, iç içe geçirilmiş iki cam şişenin arasında kalan alanın tamamen vakumlanması ile gaz iletiminin yok edildiği bir yalıtım sistemine sahiptir. Bilinen modern termoslarda şişelerin yüzeyleri cilalanarak radyasyon ile gerçekleşebilecek ısı transferi de elimine edilmeye çalışılmıştır [4].

Vakumlu izolasyon panelleri, iç kısmında yalıtımda esas görevi bulunan bir çekirdek malzemenin iç zarf ve dış zarf ile kaplanması ve vakumlanarak atmosfere kapatılması tekniğiyle oluşturulmaktadır. Şematik bir VIP görünümü Şekil 1.3'te verilmektedir. Gerek görüldüğü takdirde iç basınç seviyesinin artmasını önlemek amacıyla gaz giderici malzemeler de kullanılmaktadır. Gaz gidericiler kimyasal elemanlardır ve panel içindeki atık gazları ve su buharını tutmaktadırlar. VIP'leri oluşturan ana elemanlar olan iç dolgu malzemesi, zarf malzemesi ve gaz giderici malzemelerin en yaygın kullanılanları Çizelge 1.1'de verilmiştir [7]. VIP'lerde kullanılan iç dolgu malzemelerinin atmosfer ortamında sahip oldukları ısı iletim katsayıları, geleneksel yalıtım malzemelerine eş veya daha yüksek olmakla birlikte, vakuma alındıktan sonra önemli ölçüde düşmektedir.



Şekil 1.3 : Şematik bir VIP görünümü.

Vakumlanarak yalıtım amacı ile kullanılacak malzemelerin vakumlanmaya olanak vermesi ve gaz iletiminin minimize edilebilmesi için mümkün olduğunca çok sayıda, açık ve küçük çaplı gözenekler bulundurması gereklidir. Ayrıca katı iletiminin etkisinin en aza indirilebilmesi için iç dolgu malzemesinin olabildiğince küçük temas noktalarına sahip olması beklenmektedir. Bu amaçla kullanılan en yaygın malzemeler cam yünü, mineral yünü, polistiren köpük, genleştirilmiş polistiren köpük ve poliüretan köpüktür [4].

Çizelge 1.1 : Vakumlu İzolasyon Panellerinde Kullanılan Malzeme Çeşitleri [6].

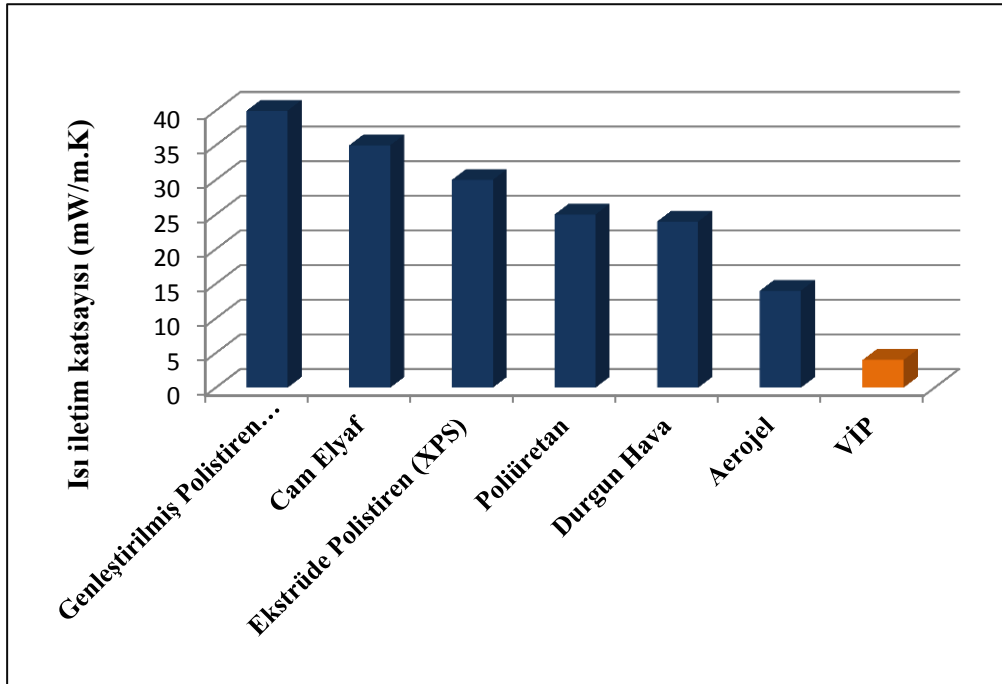
İç Dolgu Malzemesi	Aerojel
	Açık Hücreli Poliüretan
	Açık Hücreli Ekstrüde Edilmiş Polistiren
	Cam Elyaf
	Toz Esaslı Malzemeler
Dış Zarf	Plastik
	Paslanmaz Çelik
	Alüminyum İçeren Çok Katmanlı Filmler
Gaz Gidericiler	Zeolit
	Karbon Tozu
	Desikant
	Kimyasal Gaz Gidericiler

Geleneksel olarak kullanılan yalıtım malzemeleri içlerindeki havayı saran gözenekli, granüler, lifli veya köpüklü yapılardır. En yaygın kullanılanları; poliüretan köpükler, ekstrüde edilmiş polistiren köpükler, cam yünü, çeşitli silika (SiO_2) bazlı toz malzemeler ve hidrojellerdir [8]. Yalıtım amacıyla sıklıkla kullanılan bu malzemelerin ısı iletim katsayıları Çizelge 1.2’de verilmektedir.

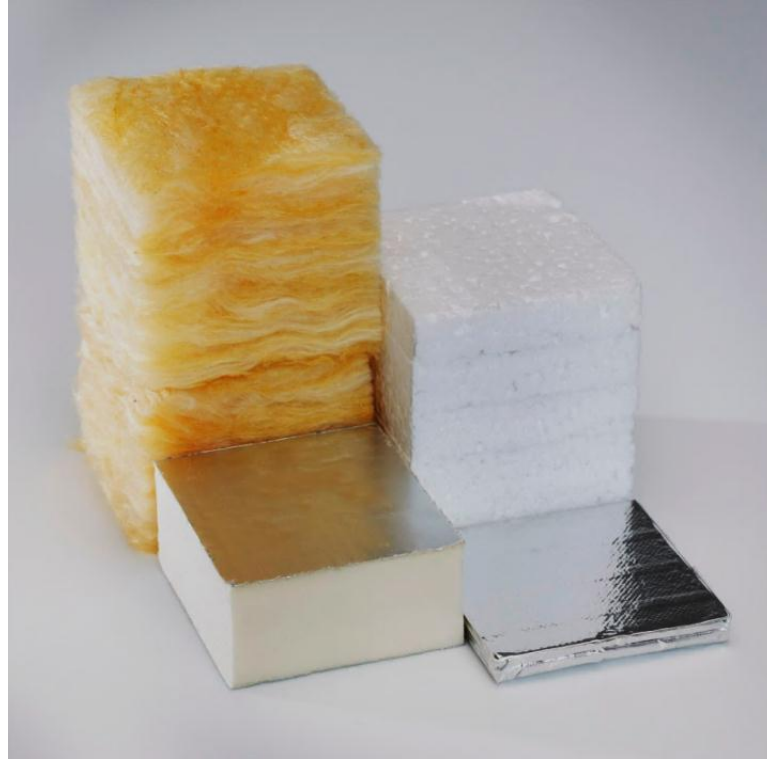
Çizelge 1.2 : Geleneksel Yalıtım Malzemeleri ve Isı İletim Katsayıları.

Yalıtım Malzemesi	Isı İletim Katsayısı (mW/m.K)
Cam yünü	40-50
Taş yünü	35-45
Poliüretan (şişirici ajanı CO_2)	23-25
Poliüretan (şişirici ajanı n-pentan)	21-22
Poliüretan (şişirici ajanı c-pentan)	19,5-20,5
Ekstrüde Polistiren	32-35
Aerojel	19,5-20

VİP’lerin yaklaşık olarak 4-6 mW/m.K aralığında değişen ısı iletim katsayıları ile geleneksel yalıtım malzemelerinden 10 kat daha iyi yalıtım performansına sahip oldukları söylenebilmektedir. Ayrıca birim uzunlukta gösterdikleri ısı dirençleri açısından da VİP’ler diğer yalıtım malzemelerinin önüne geçmektedir. Aynı yalıtım performansı kalın bir cam yünü plakasına oranla çok daha ince bir VİP ile sağlanabilmektedir. Bu fark Şekil 1.4. ve 1.5’te gösterilmiştir.



Şekil 1.4 : Geleneksel yalıtım malzemeleri ve VİP ısı iletim katsayıları.



Şekil 1.5 : Aynı ısı dirençleri gösteren farklı kalınlıklı yalıtım malzemeleri.

1.4 Vakum İzolasyon Paneli Bileşenleri

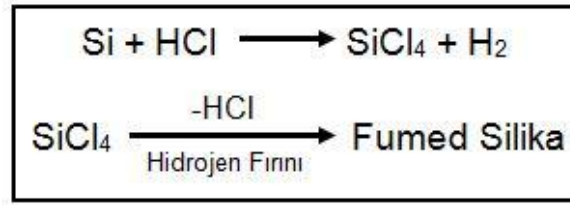
1.4.1 İç dolgu malzemesi

VİP’ler temel olarak iç dolgu malzemesi karışımı ve sızdırmazlığı sağlayacak bir dış zarftan oluşmaktadır. VİP’lerin servis ömürleri ve yalıtım performansları yüksek oranda iç dolgu malzemesine bağlıdır. Vakumlu paneller için vakumlanmaya olanak sağlamaları bakımından genellikle gözenekli malzemeler tercih edilmektedir. Çizelge 1.1’de belirtildiği gibi cam yünü, silika esaslı toz malzemeler, genişletilmiş polistiren köpük, poliüretan köpük gibi pek çok farklı yalıtım malzemesi VİP iç dolgusu olarak kullanılabilir. Özellikle polistiren, poliüretan ve fenolik köpükler düşük maliyetlerinden ötürü çok tercih edilmekle birlikte geniş gözenek boyutları ve yeni nesil malzemelere göre düşük yalıtım performansları sebebiyle vakumlu paneller için çok uygun görünmemektedir [9].

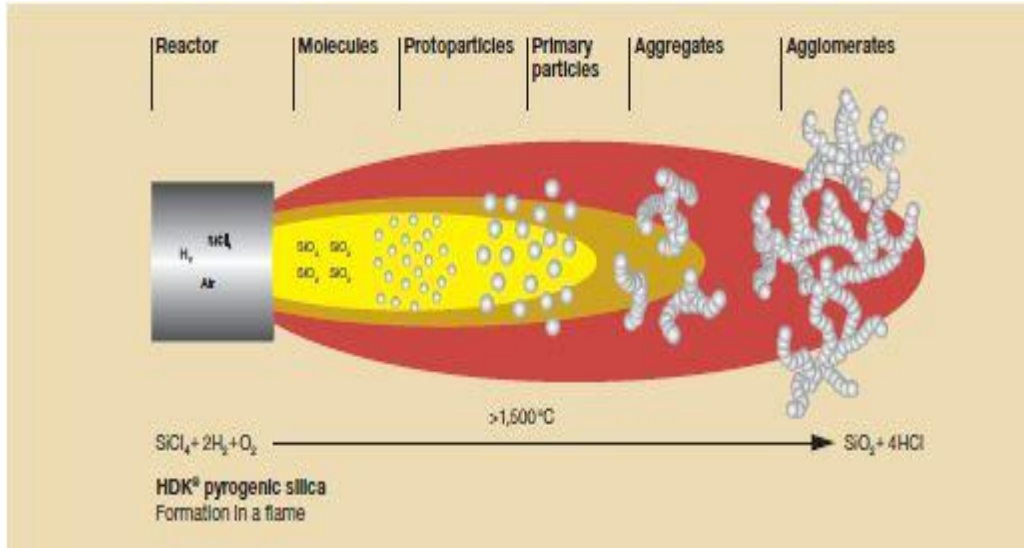
Günümüzde VİP iç dolgu malzemesi olarak en yaygın kullanılan malzeme opaktırlanmış ‘fumed (ısı işlem görmüş) silika’dır. Fumed silika; temel malzeme olan kumdan elde edilen silisyumun HCl ile reaksiyonu sonucunda elde edilen

silisyum-tetraklorür veya triklorosilan adı ile bilen SiCl_4 'ün yaklaşık 1500°C sıcaklıkta H_2 ve hava ile reaksiyonu ile elde edilmektedir.

Şekil 1.6 ve 1.7'de görüldüğü gibi uçucu klorosilanların oksihidrojen alevi ile karşılaşması sonucunda ilk olarak yüksek viskoziteli ve 5-30 nm boyutunda partiküller elde edilir. Bu partiküller mikro gözenekli değildir ancak oldukça düzgün yüzeylere sahiptir. Alev içerisinde, bu birincil partiküller birbirleri ile kaynaşarak 100-1000 nm boyutunda ve 'aggregate' adı verilen kümeler oluştururlar. Soğutma aşamasına geçildiğinde bu kümeler mekanik olarak topaklaşarak 1-250 μm boyutunda aglomere yapılar meydana getirirler. Oluşan bu üçüncül yapılar açık ve mezo boyutlarda gözeneklere sahip özel taneciklerdir. Kümeler halinde birleşen birincil taneciklerin küçük çapları ve aglomere olmuş yapıların erişilebilen yüksek yüzey alanları nedeniyle BET yüzey alanları oldukça yüksektir ($170\text{-}230\text{m}^2/\text{g}$) [10].



Şekil 1.6 : Fumed silika eldesi reaksiyonu.



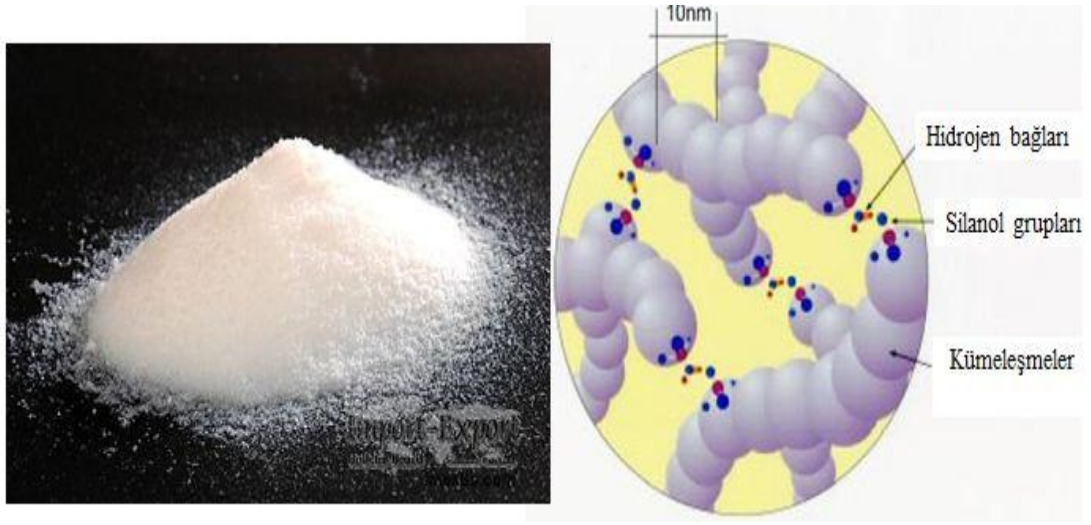
Şekil 1.7 : Fumed silika üretimi ve aglomere taneciklerin oluşum şeması.

Şekil 1.8'de görülmekte olan fumed silikaya ait kimyasal ve fiziksel özellikler Çizelge 1.3'te verilmiştir. Vakum izolasyon panelleri'nde fumed silika karışımına, ısıtım ile gerçekleştirilecek ısı kayıplarını elimine etmek amacıyla SiC veya karbon

siyahı gibi opaklaştırıcı malzemeler de ilave edilmektedir. Fumed silikanın yüksek higroskopik özellikleri sayesinde ‘getter’ adı verilen ekstra bir gaz giderici ve nem tutucu kimyasal malzeme ilavesine gerek bulunmamaktadır.

Çizelge 1.3 : Fumed Silikaya Ait Özellikler [11].

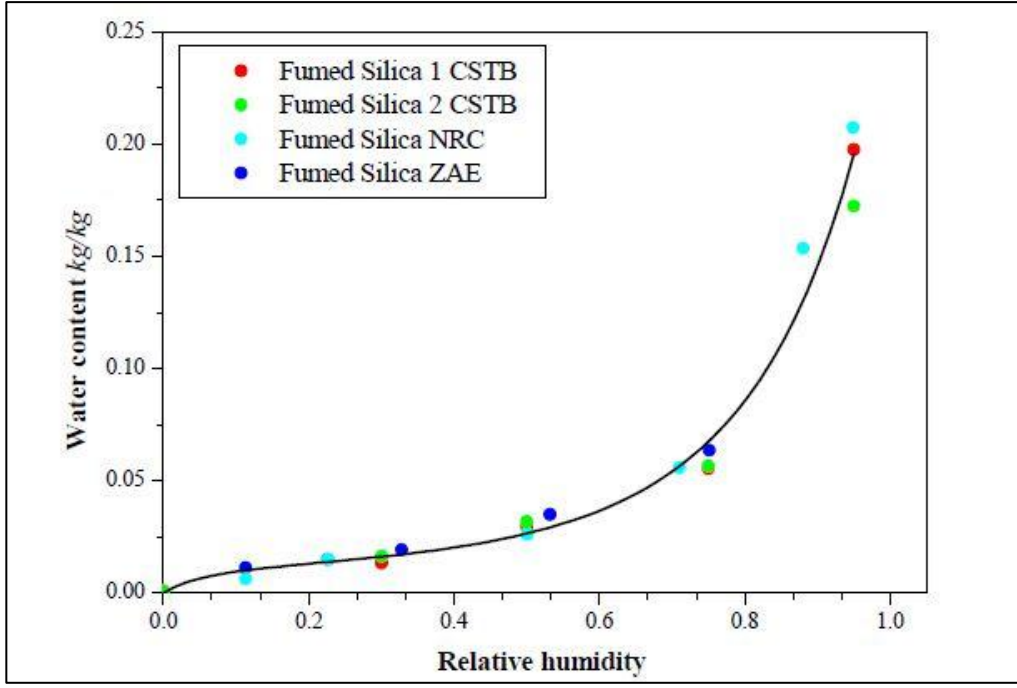
SiO ₂ miktarı (%)	Gözeneklilik (ε)	Yoğunluk (kg/m ³)	Tanecik boyutu (μm)	Yüzey alanı (m ² /g)	Por çapı (μm)	Kritik basınç (mbar)
≈99,8	85-90	≈200	10-100	170-230	107x10 ⁻⁴	10



Şekil 1.8 : Fumed silika ve yapısı.

Bu üstün özelliği de fumed silikayı vakumlu yalıtım sektöründe iç dolgu maddesi olarak cazip kılmaktadır. Fumed silikanın nem tutma kapasitesinin belirlenmesi amacıyla Qunard ve Sallee tarafından yapılan çalışmada EN ISO 12571 [12] standardında belirtildiği gibi öncelikle 106°C’de kurutulan dört farklı firmadan temin edilen fumed silikalar 23°C’de ve %30, %50, %75 ve %95 bağıl nemlerde klimatize kabinde tutulduktan sonra kül testi yapılarak adsorpladıkları su buharı miktarı belirlenmiştir ve sonuçlar Şekil 1.9’da gösterilmektedir [13].

Ancak cam elyafı, cam yünü, poliüretan veya polistiren köpükler gibi düşük maliyetli malzemelere oranla daha pahalı oluşu fumed silikaya alternatif olabilecek malzemelerin geliştirilmesi ihtiyacını doğurmuştur. Tez çalışmasının üçüncü bölümünde fumed silikaya alternatif olabilecek malzemelerden bahsedilecektir.

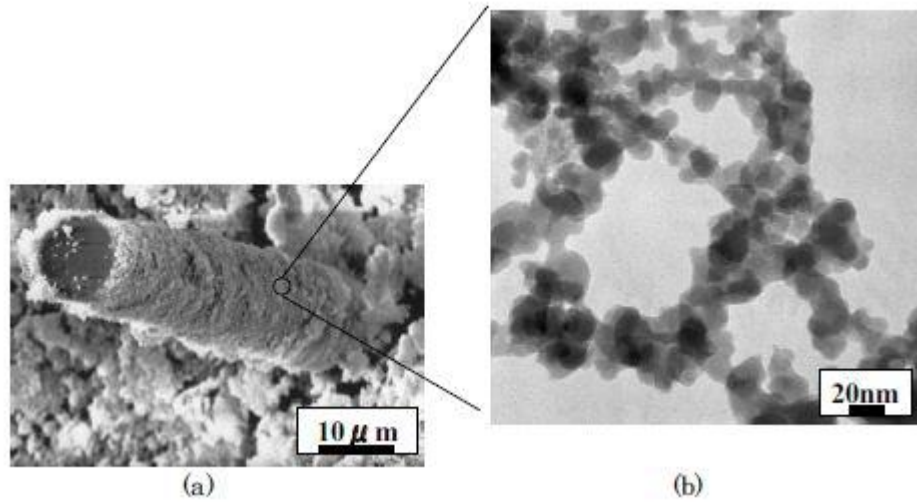


Şekil 1.9 : Fumed silikanın farklı bağıl nemlerde adsorpladığı su buharı miktarı.

Paneller atmosfere göre yaklaşık olarak 1000-2000 kat daha düşük basınçlarda vakumlandıkları ve plaka haline getirilebilmeleri amacıyla preslendikleri için, düşük ısı iletim katsayısının yanında presleme kuvvetine de dayanıklı olmaları gerekmektedir. Bu amaçla VIP iç dolgusuna kuvvetlendirici takviye olarak cam elyafı, cam yünü veya taş yünü gibi malzemeler ilave edilmektedir. En yaygın kullanılan takviye malzemesi olan cam elyafı Şekil 1.10’da verilmiştir. Cam elyafı eklenen VIP’lerde silika tanelerinin cam liflerinin oluşturduğu kafeslerin içerisine Şekil 1.11’deki SEM ve TEM görüntülerinde görüldüğü gibi girmesiyle mukavim plakalar elde edilebilmektedir [14] . İç dolgu karışımı hazırlanırken silikaların mümkün olduğunca çok noktadan elyaflara tutunabilmesi için, elyaf yumaklarını ayrıştırmak amacıyla bir ön karıştırma uygulanmaktadır. Cam elyafı ayrıca kendi başına da yalıtım malzemesi olarak kullanılmakta olduğundan VIP’lerde mukavemet dışında düşük katısal iletim desteği de sağlar. Cam elyaflarının yanı sıra bitkilerin odunsu gövdelerinin çeşitli kimyasal işlemlere tabii tutulmasıyla elde edilen selülozik elyaflar da bulunmaktadır. Ayrıca borosilikatın çeşitli tekniklerle elde edilmesi ile elde edilen cam yünü de hem yalıtım hem de destek amaçlı kullanılan liflerdendir. Elyaflar ısı yalıtımının yanı sıra ses yalıtımı da sağlarlar, yanmaz özelliğe sahiptirler ve korozyondan etkilenmezler.



Şekil 1.10 : Cam elyafı görüntüsü.



Şekil 1.11 : Cam elyafı ile fumed silika karışımına ait

a) SEM görüntüsü

b) TEM görüntüsü [14].

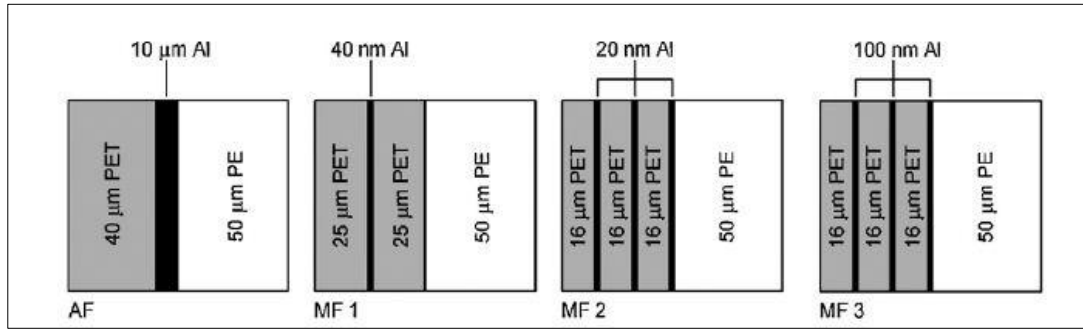
1.4.2 Dış zarf filmi

Vakumlu panellerin üstün performanslarını servis ömürleri boyunca sürdürebilmeleri, vakumlu halin korunmasına bağlıdır. Dolayısıyla panelleri atmosfere kapatarak hava, nem ve gaz sızdırmazlığını sağlayan dış zarf filmleri ve bu filmlerin özellikleri oldukça kritiktir.

VİP’lerde dış zarf olarak en yaygın kullanılan filmler, çok katmanlı polimer lamine-metalize filmler ve metal katmanlı ince yaprak halindeki filmlerdir. Çok katmanlı metalize filmler üç kat veya daha fazla alüminyum – PET (polietilenteraftalat) - PE(polietilen) ya da PP(polipropilen) katmanlar içermektedir. Metal katmanlı

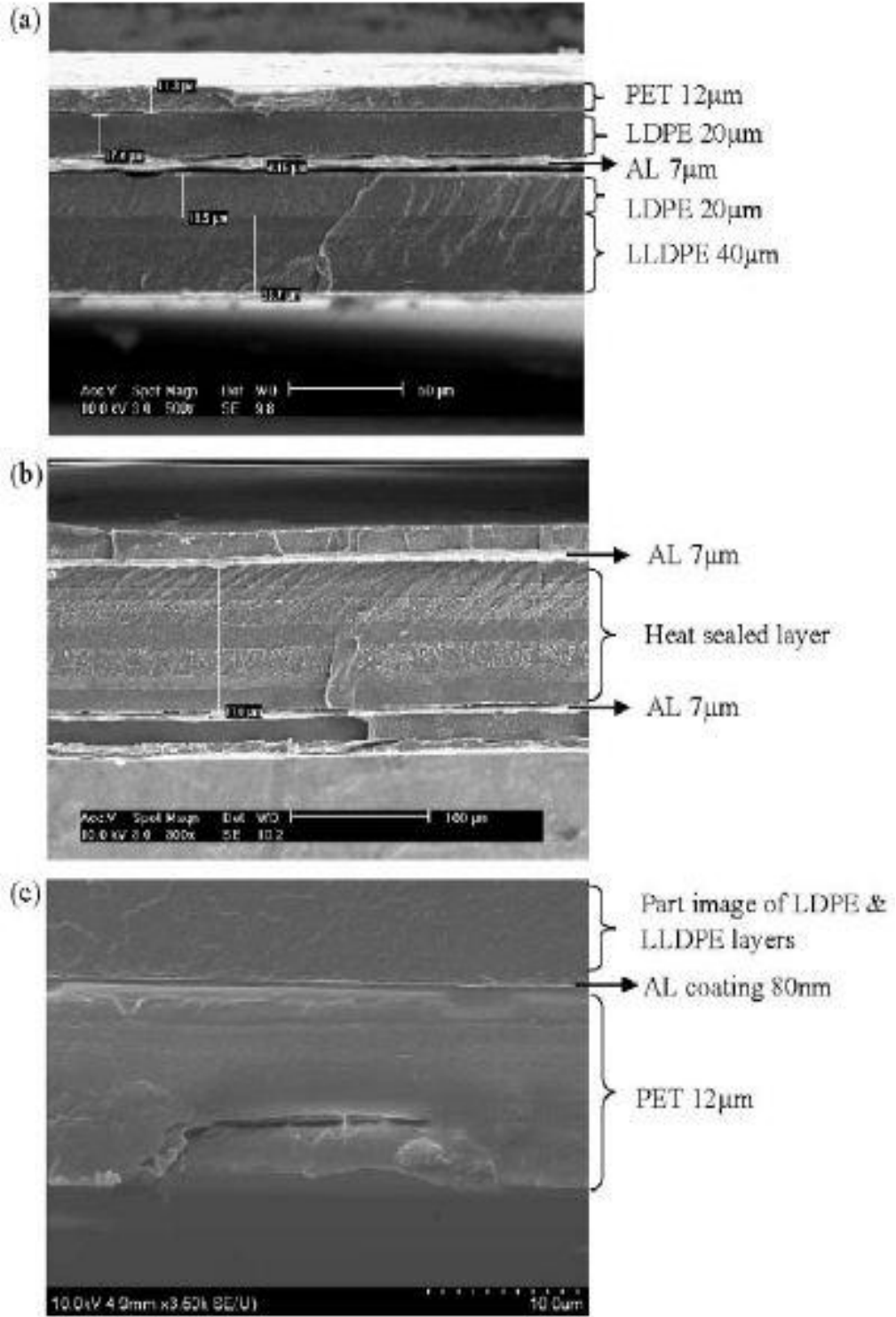
foliyolar ise 10µm ve daha fazla kalınlıkta merkezi bir Al katmanının PET katmanını ile mukavemeti artırmak için laminasyonu ile oluşturulur [3]. Şekil 1.12’de sırasıyla Al film ve farklı katmanlara sahip metalize-lamine filmler görülebilmektedir. Şekil 1.13’te ise sırasıyla metalize film, Al katmanlı folyo ve metalize bir filmin enine kesiti SEM görüntüleri görülmektedir.

VİP içindeki basıncın 30-50 yıl boyunca 100 mbar’ı geçmemesi gerekmektedir aksi halde iç dolgu malzemesinin ısı iletim katsayısı yükselecektir. Bu değere ulaşılması için zarf filminin oksijen geçirgenlik oranının (OTR: Oxygen Transmission Rate) 1 bar’lık basınç farkında $0,01\text{cm}^3/(\text{m}^2.\text{gün})$ ‘ü geçmemesi gerekir [15]. Su buharı geçirgenlik oranı (WVTR: Water Vapor Transmission Rate) ise $10^{-4}\text{g}/(\text{m}^2.\text{gün})$ ’ün altında olmalıdır. Çok katmanlı bi metalize film için OTR 0,001-0,002 $\text{cm}^3/(\text{m}^2.\text{gün})$, WVTR ise 0,003-0,005 $\text{g}/(\text{m}^2.\text{gün})$ aralığında olduğu bilinmektedir [16]. Bu konuda yapılan deneysel çalışmalar WVTR değerinin Al katman kalınlığı ile exponansiyel olarak azaldığı yönündedir. Filmlerde kullanılan polimerik katmanlar daha çok ısıl yapıştırmaya olanak vermesi ve katmanlar arası yapıştırıcı olarak görev yapmakta ve geçirgenliğe olan katkıları oldukça düşüktür.



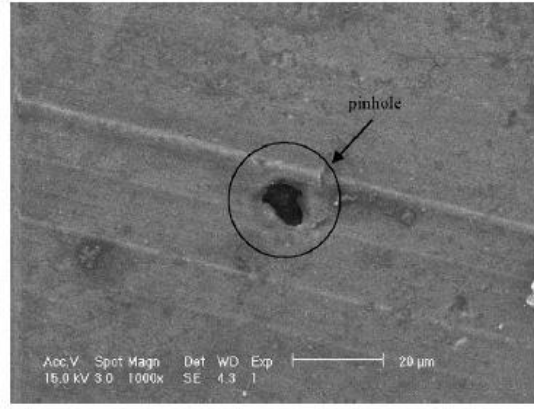
Şekil 1.12 : VİP’ler için kullanılan metalize-polimer lamine katmanlı film.

Gaz ve nem geçirgenliği oranı sadece panelin geçirgenlik özellikleri ile sınırlı kalmamaktadır. Bariyer filminde Şekil 1.14’te gösterildiği gibi ‘iğne deliği’ (pinhole) adı verilen küçük boyutlarda bulunabilecek noktalardan da gaz ve nem geçişi olmakta ve panelin yalıtım performansını olumsuz yönde etkilemektedir. Gaz ve nem geçirgenlik değerlerinin düşük olmasının yanı sıra kullanılacak filmlerin ısı iletim katsayılarının da düşük olması istenir. Ancak sızdırmazlığı sağlamak ve geçirgenliği önlemek için kullanılan metal katmanlarının ısı yalıtımına etkisi olumsuz yönde olmaktadır.



Şekil 1.13 : Dış zarf filmi SEM görüntüleri [17]

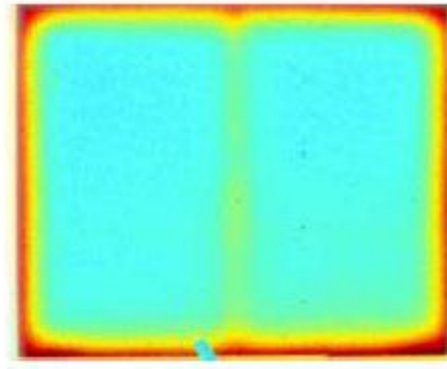
- a) Çok katmanlı Al-metalize film
- b) Çok katmanlı Al folyo
- c) Çok katmanlı metalize filmin enine kesiti.



Şekil 1.14 : Al dış zarf filminde bulunan bir deliğin SEM görüntüsü [17].

En çok karşılaşılan ve engellenmesi neredeyse mümkün olmayan durum ise ‘kenar etkisi’ de denilen termal köprü kavramıdır. Dış zarf filmlerinde bulunan metal katmanları diğer bir panelle temas halinde olduğunda bu metal katmanları arasında bir ısı kaybı yaşanması kaçınılmazdır.

Özellikle silika bazlı iç dolgu malzemelerinin kullanıldığı VİP’lerde merkezi ısı iletim katsayısı yaklaşık 0,004-0,005 W/m.K olarak ölçülse de bu değer panelin her bölgesinde sağlanamamaktadır. Malzemeyi saran filmin içerdiği metal katmanlar sebebiyle ısı iletim katsayısı oldukça yüksektir (20-250 W/m.K) [8]. Özellikle de VİP’lerin yan duvarlarında ve filmin katlanma noktalarında bu etki Şekil 1.15’te gösterildiği gibi açıkça görülebilmektedir.



Şekil 1.15 : VİP termal köprü etkisi [18].

Yapılan ısı ölçümleri ve matematiksel hesaplamalar metalize bir dış zarf bariyer filminin köşelerinden aktarılan ve geçen ısıya iç dolgu malzemesinin tamamından geçen ısıdan daha fazla olabileceğini göstermektedir [19].

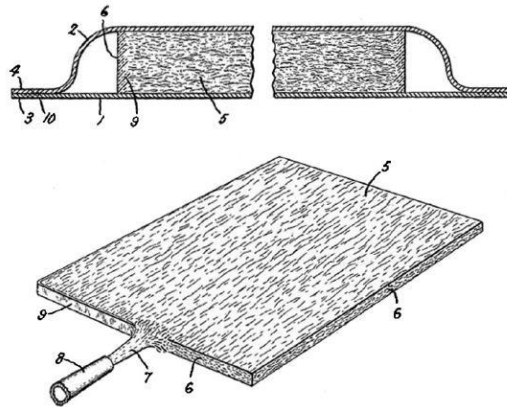
Kenar etkisi de göz önünde bulundurularak tüm panelin ısı iletim katsayısı hesaplanmak istenilirse Eşitlik 1.1 kullanılabilir. Böylece VIP’ler için ‘etkin ısı iletim katsayısı’ elde edilmiş olunur [19].

$$\lambda_{etk} = \lambda_{merkez} + \lambda_{kenar} = \lambda_{merkez} + \lambda_{vip} \times d \times p/A \quad (1.1)$$

Burada λ_{etk} , etkin ısı iletim katsayısını, λ_{merkez} , panel merkezinde ölçülen ısı iletim katsayısını, λ_{vip} , tüm panelin ölçülen ısı iletim katsayısını W/m.K cinsinden ifade etmektedir. ‘d’ ile gösterilen panelin kalınlığını (m), ‘p’ ile gösterilen panelin çevre uzunluğunu (m), A ise panelin yüzey alanı (m²) göstermektedir [19].

1.5 Literatür Araştırması

Vakum izolasyon panelleri için yapılan geçmiş ve güncel çalışmaların sunulacağı bu bölümde öncelikle VIP’lerin tarihsel gelişiminden detaylı olarak bahsetmek doğru olacaktır. Fricke ve arkadaşlarının araştırmalarına göre VIP’ler ile ilgili en eski patent 1930 yılında Almanya’da alınmıştır [20]. Bu patentte çok kapalı olarak kağıt kullanılarak vakumlanmış gözenekli malzemelerin avantajlarından bahsedilir [21]. Daha kesin ve açık bilgiler 1955 yılında Amerikan Patent Ofisi tarafından onaylanan patentte verilmiştir. Patent çekirdek malzemesi olarak cam elyafı kullanılan ve çelik film ile vakumlanmış yalıtım panellerinden söz etmekte ve buna ilişkin Şekil 1.16 ‘da görülen şematik çizimler vermektedir [22].



Şekil 1.16 : Yalıtım paneline ait şematik çizim.

Nano yapılı çekirdek malzemeleri ise ilk olarak 1964 yılındaki Amerikan patentinde tanımlanmıştır [23]. Nano malzemeler için öncü çalışmalar ise Kistler tarafından 1930’larda silika aerogelin ıslak kimya yöntemleri ile sentezlenmesi ile başlamıştır. Kistler’in bulduğu malzemenin açık havadaki ısı iletim katsayısı 0,020 W/m.K

olarak ölçülmüş ve diğer yalıtım malzemelerinden oldukça düşük olduğu belirtilmiştir. Kistler ayrıca 10 mbar seviyesine vakumlanan silika aerogelde gazlardan kaynaklanan ısı transferinin bastırılacağını da öngörmüştür [24]. Bazı büyük firmalar Kistler'in araştırma ve buluşlarını ticari hayata geçirmeye çalışmış ancak yüksek maliyeti sebebiyle silika aerogelin seri üretiminin mümkün olmadığı görülmüştür [25].

1990'ların başında Degussa firması soğutucu ve buzdolabı uygulamalarında kullanılmak üzere VIP'ler üretmiştir. Bu VIP'lerde iç dolgu malzemesi olarak yaklaşık 200 kg/m^3 yoğunluğa sahip silica esaslı toz malzeme kullanılmıştır. Üretilen VIP'lerin 1 mbar vakum seviyesinde sahip oldukları ısı iletim katsayıları 0,006-0,007 W/m.K olarak ölçülmüş ve yaklaşık 15 yıllık (15 yılın sonunda ısı iletim katsayılarının en çok 0,008 W/m.K olacağı öngörülerek) servis ömürleri olduğu belirtilmiştir. Aynı tarihlerde Owens Corning firması da elyaf kullanarak yaklaşık 240 kg/m^3 yoğunluğunda ve electron ışını ile kaynaklanmış $75\mu\text{m}$ kalınlığında çelik filmlerle vakumlanmış VIP'ler üreterek ısı iletim katsayılarının 0,002 W/m.K mertebelerinde olduğunu belirtmiştir [26]. Harward Üniversitesi ise $100\mu\text{m}$ kalınlıklı çelik filmlerle iç dolgu olarak diatomit kullanarak yaklaşık 400 kg/m^3 yoğunluğunda paneller üreterek 0,01 mbar seviyelerinde vakumlanmış ve ısı iletim katsayılarını 0,005-0,010 W/m.K aralığında ölçmüştür [27].

1994 yılında ICI firması açık hücreli poliüretan sentezleyerek VIP iç dolgusu olarak kullanılabileceğini belirtmiş ve ticari olarak VACPACTM adında vakumlu paneller üretmiş ve buzdolaplarına uygulamayı denemiştir. Bu panellerde çekirdek malzemesinin yoğunluğu yaklaşık 60 kg/m^3 , açık hücrelerin boyutları yaklaşık $100\mu\text{m}$ ve 0,01mbar'da vakumlanmış panellerin ısı iletim katsayıları 0,005-0,007 W/m.K'dir. Ancak panellerin performansını uzun süre muhafaza edebilmesi için gaz giderici malzeme kullanmanın zorunlu olduğu belirtilmiştir [28]. 1999 yılında Würzburg'da ZAE Bayern tarafından fumed silika kullanılarak üretilen yaklaşık 100 adet VIP bir binaya uygulanarak VIP'lerin binalarda yalıtım amacı ile kullanılmasının öncüsü olunmuştur [29].

Alam ve arkadaşları düşük maliyetli VIP iç dolgu malzemelerine alternatif olarak fumed silika ve patlatılmış perlit'ten oluşan farklı yüzdelerde hazırladıkları VIP'lerin deneysel karakterizasyonunu gerçekleştirmiş, termal ve fiziksel özelliklerini belirlemişlerdir. Perlitin nispeten düşük yoğunluğu ($35\text{-}120 \text{ kg/m}^3$), gözenekli yapısı

ile vakuma elverişli oluşu ve düşük termal iletkenliği pozitif yönleri olmakla beraber, sahip olduğu gözeneklerin ortalama $3\mu\text{m}$ 'yi bulması gazsal ısı iletimini artırmaktadır. Alam ve arkadaşlarının önerisine göre, patlatılmış perlit fumed silika ile karıştırılırsa büyük boydaki gözenekler fumed silika ile doldurulur ve ortalama $0,2-0,3\ \mu\text{m}$ 'lik nispeten daha küçük porlar elde edilebilir [30,31].

Çalışmanın temel amacı; patlatılmış perlit, fumed silika, polyester elyaf ve SiC bileşenlerinin farklı yüzdelerdeki karışımları ile alternatif VIP iç dolgu malzemesi geliştirmek ve bu panellerin ısı iletkenlik performanslarını belirlemektir. Çizelge 1.4'te görüldüğü gibi 12 farklı bileşimde VIP hazırlanmış ve ısı iletim katsayıları ölçülmüştür. Polyester elyaf panelin mukavemetini artırmak için, SiC ise ısınımdan kaynaklanan ısı kayıplarını önlemek için opaklaştırıcı olarak eklenmiştir. Ancak SiC'ün yoğunluğunun yüksek olması katısal iletimi artırıcı yönde etki yapmaktadır. Diğer bir yandan patlatılmış perlit miktarı çok arttırıldığında büyük gözenek çapları nedeniyle $0,01\text{mbar}$ 'a kadar daha düşük seviyelerde vakum gerektirmektedir. Yapılan ölçümler sonucunda 3 nolu bileşim kullanılarak $0,5\ \text{mbar}$ 'a vakumlanmış panelde $7,6\text{mW/m.K}$ ile en düşük ısı iletim katsayısı elde edilmiştir.

Çizelge 1.4 : Farklı bileşimlerde patlatılmış perlit ve fumed silika kompozit VIP'leri.

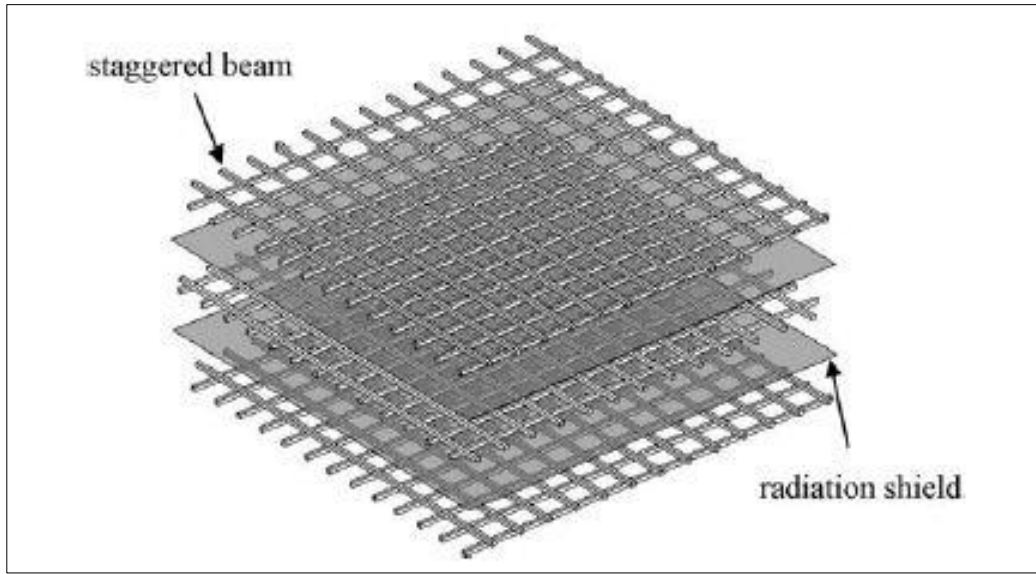
Örnek No:	Bileşim (% ağırlık)			
	Fumed silika	Patlatılmış perlit	SiC	Polyester elyaf
1	80	0	12	8
2	60	20	12	8
3	50	30	12	8
4	40	40	12	8
5	20	60	12	8
6	58	30	12	0
7	57	30	5	8
8	52	30	10	8
9	47	30	15	8
10	57	20	15	8
11	46	46	0	8
12	62	30	0	8

Bu değerin $0,3-1\ \text{mW/m.K}$ 'lik bölümünün ısınımdan, $0,012\ \text{mW/m.K}$ 'lik bölümünün gaz taşınımından geldiği belirlenmiştir. Işınım katsayısı FTIR kullanılarak geçirgenlik değerinin formül üzerinden yayınım değerine dönüştürülmesi ile; gaz hareketinden kaynaklanan iletim ise panellerin farklı vakum seviyelerinde vakumlanması ve vakumlama işleminin sadece gazsal iletimi engellediği kabulü ile

belirlenmiştir. Araştırma boyunca maliyet analizi de yapılmış ve yaygın olarak kullanılan fumed silika yerine fumed silika-patlatılmış perlit karışımının kullanılması ile %20'den daha fazla bir maliyet iyileştirmesi elde edilebileceği belirtilmiştir [32].

Sung Kwon ve çalışma arkadaşları, VIP'leri Şekil 1.17'te şematik olarak görüldüğü gibi polikarbonat yapılı bal peteği kullanarak oluşturmuşlardır. Panellerin vakumlanabilmesi ve minimum ısı iletimi için gerekli gözenekli yapıların daha çok porlu toz ve köpük malzemelerle sağlandığını ancak balpeteği gibi yapay yapıların da bu amaçla kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

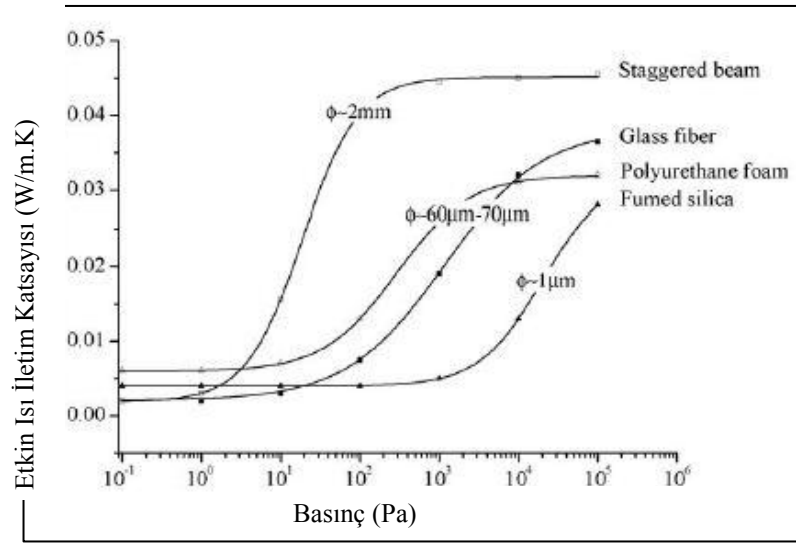
Bu teknikle oluşturulan VIP'lerde panel içerisindeki gaz basıncı artışının nedenleri ve VIP servis ömrüne olan etkisi araştırılmıştır. Bal peteği yapısının yalıtım için etkin olmakla birlikte, sahip olduğu geniş boşluk boyutları sebebiyle (2mm) diğer VIP'lere kıyasla iç basınç artışlarına karşı daha duyarlı oldukları belirlenmiş ve Şekil 1.18'deki grafik ile gösterilmiştir.



Şekil 1.17 : Çok katmanlı bal peteği VIP dolgusu.

Çalışmalar boyunca dış zarf filminin alüminyum katmanlı veya alümine-metalize olan türleri ile gaz geçirgenliği için teorik modeller oluşturulmuş, vakum sensörleri kullanılarak iç basınç artışı tespit edilmeye çalışılmıştır.

Gaz geçirgenliğinin etkisinin azaltılması için iki katmanlı zarflama önerilmiştir. Aynı şekilde paneli oluşturan elementlerin ve zarf filminin alt yüzeyinin 'outgassing' adı verilen gaz salınımlarının kritik oldukları belirtilerek vakumlama esnasında bir ısıtma işlemi uygulanarak gaz salınımlarının metaller seviyesine indirilmesi amaçlanmıştır.



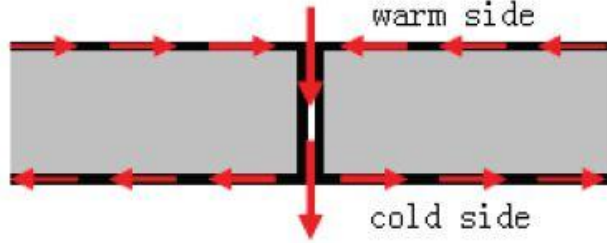
Şekil 1.18 : Farklı dolgu malzemeleri için basınç-ısı iletim katsayısı ilişkisi.

Ancak ‘getter’ adı verilen $BaLi_4$, CaO , Co_3O_4 içeren gaz giderici kimyasal malzemenin olmaması durumunda panelin kritik basıncına 2 yıl gibi kısa bir zamanda ulaştığı belirtilmiştir. Daha uzun işletme ömrü için mutlaka gaz giderici malzeme kullanılması gerektiği, çift katmanlı zarflama ile birlikte 20 yıla kadar uzun servis ömrünün sağlanabileceği belirlenmiştir [17].

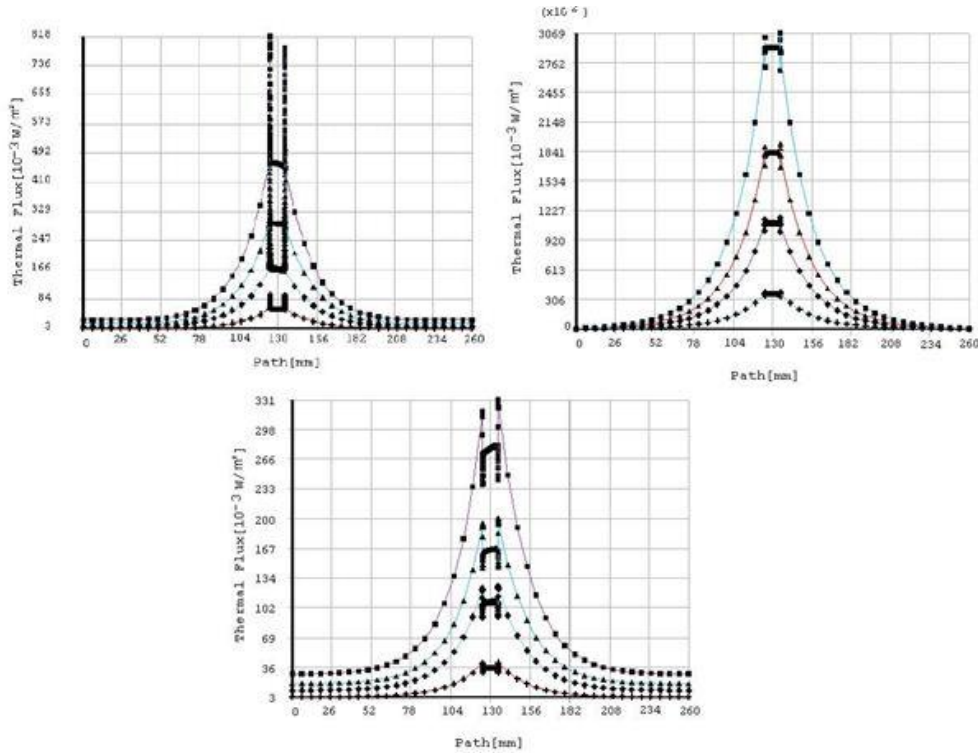
Yang, Gao ve Shao araştırmalarında katmanlı alüminyum folyoların(AF) ve alüminyum katmanlı metalize filmlerin(MF) yarattığı kenar etkisi ve termal köprü kavramları ile ilgili bilgiler sunmuştur. Tahmin edileceği gibi, belirli bir kalınlığa sahip panelin her tarafını kaplayan dış zarf filmlerinin içerisinde bulunan ve sızdırmazlığa pozitif etkisi bulunan Al katmanı, iletken bir metal olması dolayısı ile (ısı iletim katsayısı $225W/m.K$) geniş çerçevede bakıldığında panellerin ısı iletim katsayılarını arttırarak yalıtım performansını olumsuz etkilemektedir. İç dolgunun sahip olduğu yaklaşık $0,004 W/m.K$, filmi oluşturan ve ısıyı yapışmayı sağlayan polimerik katmanların ise yaklaşık $0,25-0,30 W/m.K$ ’lik düşük ısı iletim katsayısının yanında Al metali oldukça iletken kalmaktadır [32]. Al katmanlı dış zarf filminin dolgu malzemesini tamamen sarması dolayısı ile VİP kenar kısımlarında önlenemeyen bir ısı kaybı yaşanmaktadır.

Yang ve arkadaşları bugüne kadar termal köprü ve kenar etkisi ile ilgili araştırmalar olduğunu belirtmiş ancak hiçbirisinin dış zarf filminin bütün katmanlarının ısı performanslarını belirlemek için yeterli olmadığını savunmuştur. Bu amaçla

çalışmalarında, VIP'in sıcak ve soğuk yüzeyleri arasındaki farklı sıcaklık farklarında her katmanın ısı akısının belirlenmesi için iki boyutlu, lineer olmayan, yatışkın hal ısı transfer modelini öngörmüşlerdir. Zarf filmindeki her katmanın sıcaklığa bağlı ısı iletim katsayılarını heplayarak, her katmanın optimizasyonunu sağlamayı amaçlamışlardır. Filmdeki ısı akışların ve sıcaklık bölgelerini belirlemek için ANSYS isimli sonsuz elemanlar yöntemini esas alan bir bilgisayar programı kullanmışlardır. Çalışmaları boyunca boşluk ve gaz giderici malzeme etkisini göz önünde bulundurmamışlardır. VIP'in sıcak ve soğuk yüzeylerinde 10, 30, 50 ve 80°C olmak üzere dört farklı sıcaklık farkı kullanılmıştır. Şekil 1.19 ve 1.20'deki grafikleride görüldüğü gibi panelin merkezini gösteren ve X ekseninde gösterilen 0-50mm ile 200-260mm bölgesinde ısı akısı, 100-130mm ile gösterilen kenar bölgelerine göre oldukça düşüktür [33].



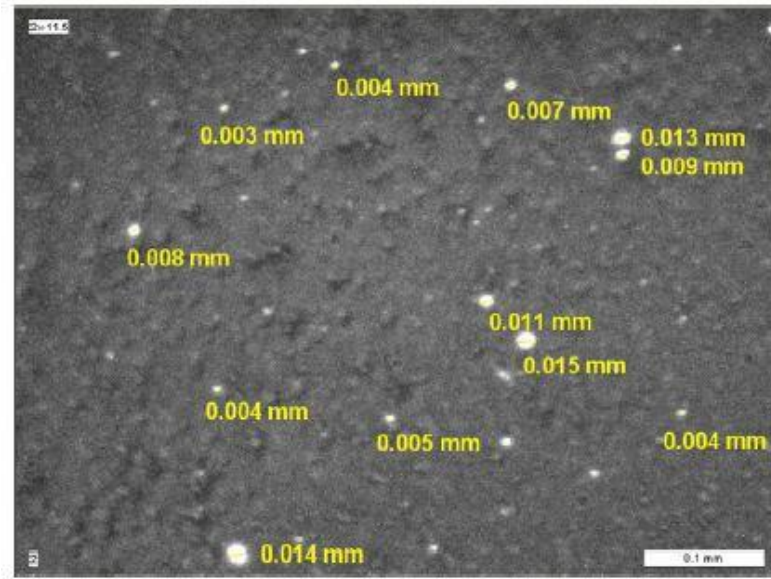
Şekil 1.19 : Termal köprü etkisinin şematik gösterimi [32].



Şekil 1.20 : Termal köprü etkisinin ısı akısına etkisi [32].

Termal köprü ve kenar etkisinin daha büyük paneller kullanılarak azaltılabileceği belirtilerek, film katmanlarının daha düşük ısı iletim katsayılı malzemelerden oluşturulması öngörülmüştür [33].

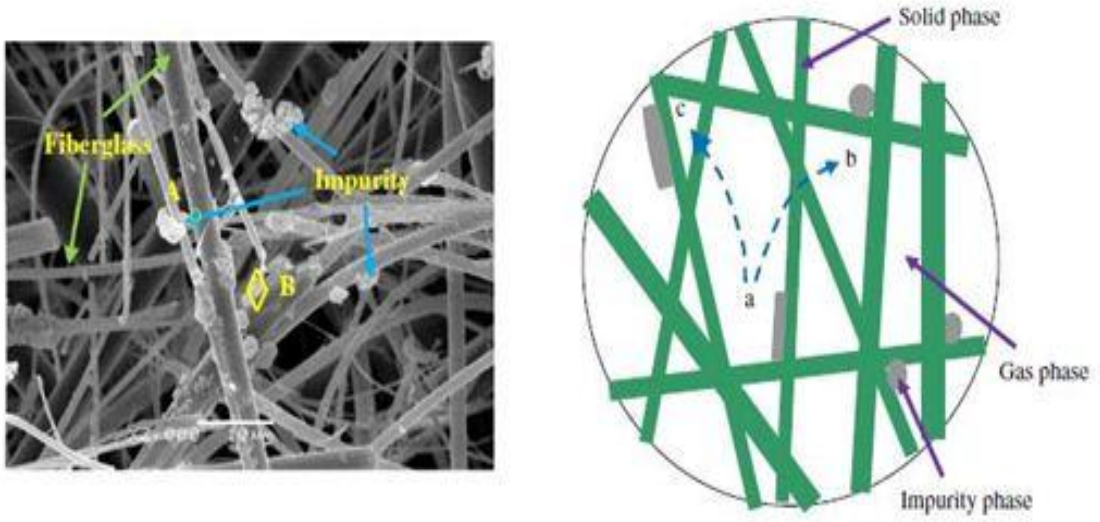
Jung ve çalışma arkadaşları da VIP'ler için oldukça kritik olan gaz geçirgenliği, sızdırmazlık ve gaz salınımı konuları üzerinde durmuşlar, bu amaçla geliştirdikleri basınç farkı yaratan bir aparat ve cihaz yardımıyla Al-metalize filmlerde gaz geçirgenliği ölçüm çalışmaları gerçekleştirmişlerdir. Elde edilen sonuçlar 'RGA100® Residual Gas Analyser' kullanılarak karşılaştırılmıştır. Deneysel çalışmalarda H₂, N₂, O₂ ve CO₂ gazları ve su buharı kullanılmış; film olarak ise 12µm PET ve 33nm Al katmana sahip 12µm PET film üzerinden deneyler yürütülmüştür. Sonuç olarak Al katmanı bulunan film geçirgenliğinin kaplanmamış PET filminin %4.1'i olduğu saptanmıştır. Bu değer halen yüksek olduğu, sebebinin ise film üzerinde bulunan çok küçük boyutlardaki 'iğne deliği' adı verilen deliklerden kaynaklandığı belirlenerek Şekil 1.21'de görüldüğü gibi optik mikroskop ile deliklerin dağılımı ve boyut analizleri gerçekleştirilmiştir [34].



Şekil 1.21 : Al-metalize filmdeki iğne delikleri dağılımı ve boyutlarının optik mikroskop görüntüsü.

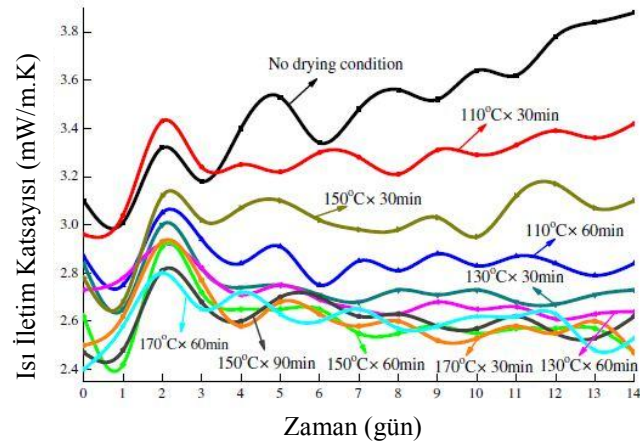
Dong Li ve çalışma arkadaşları iç dolgusu olarak cam elyaf kullanılan VIP'lerin yalıtım performansını artırılmasına elyafların vakumlama öncesinde kurutulmasının etkisini incelemişlerdir. Cam elyaflar üstün kalıplama özellikleri, düşük yoğunlukları, yüksek ısı ve ses yalıtım performansları ve 1000°C'nin üzerinde dahi yüksek kimyasal ve termal kararlılıkları sebebiyle VIP iç dolgusu olarak sıklıkla

kullanılan malzemeler haline gelmiştir [16]. Ancak, Şekil 1.18’de gösterildiği gibi içerdikleri bazı safsızlıklar, uçucu bileşenler, elyaf yüzeylerine tutunan su buharı tanecikleri sebebiyle iç basınçlarının stabil kalması pek mümkün değildir. Kullanılan gaz giderici ve nem tutucu malzemelerin ise gas absorpsiyon kapasiteleri sadece başlangıç anında etkin olmakta, geçen zamanla porlarda biriken gazların basıncının düşürülmesinde oldukça az miktarda etkileri bulunmaktadır [35]. Bu nedenle yüksek kalitede ve stabil bir VIP için iç dolgu malzemesinin kuru halde olması oldukça kritiktir. Konveksiyon yöntemi ile kurutma nemli elyaf malzemelerden nemin çekilmesi için oldukça popüler olmakla beraber, tam performanslı bir kurutma işlemi için uzun bir zaman ve yüksek sıcaklıklar gerektirmektedir [36].



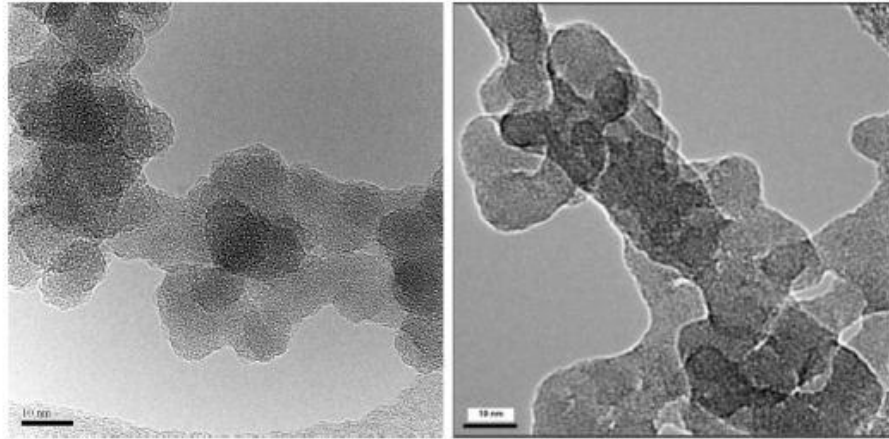
Şekil 1.22 : Cam elyafların SEM ve şematik görüntüsü.

Dong Li ve grubu, araştırmaları süresince ıslak yöntemle üretilen ve 2-6µm uzunluğundaki elyaflardan oluşan cam elyaf plakalarının faz bileşimi, kimyasal bileşimi, kopma-çekme gerilmesi ve mikro yapıları gibi özelliklerini incelemiştir. Ancak çalışmanın temel amacı farklı kurutma parametrelerinin ısı iletim katsayısına etkileridir. VIP iç dolguları 30dk. ve 60dk. 110°C’de, 30dk. ve 60dk. 130°C’de, 30dk., 60dk. ve 90dk. 150°C’de, 30dk. ve 60dk. boyunca 170°C’de kurutulmuşlardır. Panellerin son ısı iletim katsayıları ölçülerek 150°C’de 60 dakika boyunca kurutmanın optimum olduğuna karar verilmiştir. 150°C’nin ve 60 dakikanın üzerindeki kurutmaların da çok farklı olmamakla birlikte efektif olduğu ancak daha fazla enerji tüketimine gerek olmadığı belirtilmiştir. Deneysel sonuçlar Şekil 1.23’de gösterilmektedir [37].



Şekil 1.23 : Farklı kurutma koşullarında cam elyafı VIP ısı iletim katsayısı.

Samuell Brunner ve Ghazi K. Wakili VIP servis ömrü ve yaşlanması ile ilgili yürüttükleri araştırmalarında ilk olarak, panel içindeki gaz salınımı ve dış zarf filminin geçirgenliğinden kaynaklanan gaz basıncı artışına ek olarak üçüncü bir yaşlandırma etkisinden söz etmişlerdir. Brunner ve Wakili'ye göre çözünen iyonlarda bulunan serbest Si ve O atomları ile dış zarftan penetre olan su moleküllerinin nano boyuttaki SiO₂ iskeleti ile etkileşimi taneciklerin birbiri ile bağlantısını arttırdığından katısal iletimi de arttırmaktadır [38]. Morel ve arkadaşları tarafından çekilen Şekil 1.24'te verilen saf ve yaşlanmış SiO₂ TEM görüntüsü ile de iskelettaki değişim açıkça görülebilmektedir [39].



Şekil 1.24 : Taze(solda) ve yaşlanmış(sağda) fumed silika TEM görüntüleri.

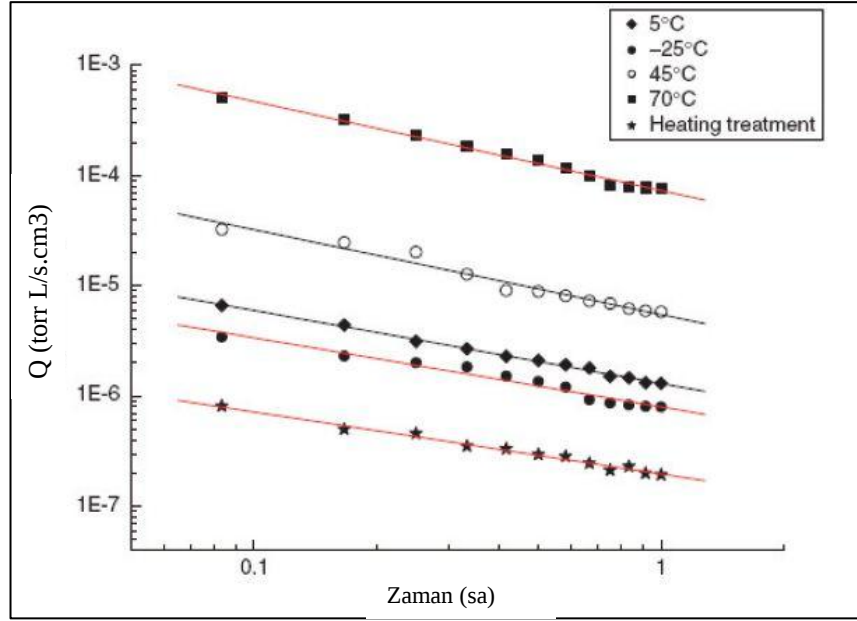
Yeo ve arkadaşları da VIP servis ömrü için kritik olan ve vakumu sağlayan eleman olan dış zarf filminin geçirgenliği üzerine araştırmalar yürütmüşler ve su buharı, O₂, CO₂ ve N₂ gazlarının film içerisinden penetrasyonlarını teorik modeller üzerinden ve deneysel olarak incelemişlerdir. Yapılan çalışmalar sonucunda sırasıyla su buharı, N₂

ve O₂'nin ısı yalıtım performansını kötüleştirmede öne çıktıkları belirlenmiştir. Ayrıca dış zarf filmi katmanlarından LLDPE'nin cam yünü kullanılarak yapılan VIP'lerde servis ömrünün kısalmasında çok etkin olduğu, fümed silikada ise böyle bir tehlikenin söz konusu olmadığı belirtilmiştir [40].

İç dolgu malzemesi olarak kullanılan malzemelerden biri olan cam elyaf özellikle de kendine buzdolabı ve soğutucular için üretilen VIP'lerde geniş kullanım alanı bulmakta ve buzdolapları için %25'e kadar enerji tasarrufu sağlamaktadır [41]. Cam elyaf ve adsorbant kullanılarak oluşturulan VIP'lerin ısı iletim katsayıları 0,003 W/m.K'nin altında olabilmekte ve buzdolabı kullanımında yaklaşık olarak 15 yıllık servis ömürleri bulunmaktadır [42,43]. Xiaobo Di ve arkadaşları da sıklıkla kullanılan cam elyafı VIP'lerin içerisine konulan ve iç basınç seviyesinin artmamasında oldukça kritik öneme sahip CaO yapısındaki farklı adsorbant malzemeleri deneyerek ısı iletim katsayısına etkilerini incelemiştir [44].

Kwon ve çalışma arkadaşları fiberler, köpükler, yapay balpeteği yapıları ve tozlar gibi alternatif olabilecek tüm malzemelerin konvektif, kondüktif ve radyatif ısı iletim performanslarını ölçerek her mekanizmanın ısı iletim katsayısını belirlemeyi amaçlamıştır. Çalışmaları boyunca çeşitli teorik ve ampirik formüller ve modeller kullanan Kwon ve ekibi elde ettiği sonuçlar doğrultusunda her malzemenin farklı üstün ısı yalıtım özelliği olduğunu belirterek en uygun malzemenin elyaflar ve yapay yapılar olduğunu belirtmiştir [45].

Bilinen alternatif VIP iç dolgu malzemelerinden olan açık hücreli poliüretan köpük ile de VIP çalışmaları yürütülmektedir. Açık hücreli vakuma elverişli poliüretanların düşük ısı iletim katsayıları ve yüksek sıkıştırılabilirlik kuvvetleri iç dolgu malzemesi olarak oldukça dikkat çekicidir [46]. Yang, Gao ve Xu'da çalışmalarını açık hücreli poliüretan dolgulu VIP'lerin gaz salınımlarının ısı iletim katsayılarına etkileri yönünde gerçekleştirmiştir. Poliüretan köpüklerde gaz salınımının sıcaklık ile ilişkisinin incelenmesi amacıyla -25, 5, 30, 45 ve 70°C'de deneyler yürütülmüştür. Sonuçları Şekil 1.25'te gösterildiği gibi sıcaklık düşüşü ile gaz salınım oranı doğru orantılıdır. Yüksek sıcaklıklarda gazların desorpsiyon kabiliyetleri arttığından yüzeydeki gaz derişimi kopmalara bağlı olarak düşer. Ayrılan gaz moleküllerinin konsantrasyonları yığın fazda artar.



Şekil 1.25 : Farklı sıcaklık değerlerinde spesifik gaz salınım oranları.

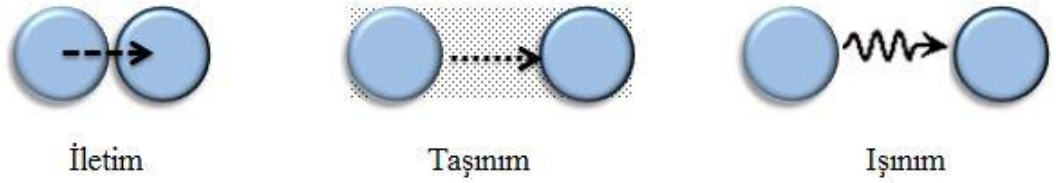
Örnekteki gazların konsantrasyonlarının ve dolayısıyla kinetik enerjilerinin artmasıyla yığın fazdan(örnekten) gerçekleşen gaz difüzyonu artar. Dolayısıyla sıcaklık arttığında genel çerçevede gaz salınım oranı artacaktır [41]. Çalışmalar boyunca ayrıca, sıcaklığı ayarlanabilir bir fırın kullanılarak vakum öncesinde ön ısıtma ve kurutma uygulanmıştır. Tartılan numunelerin 120°C’de 15 dakika bekletilmesinden sonra ağırlıklarının sabit kaldığı görülmüştür. Şekil 1.25’ten de görüleceği gibi ön ısıtma uygulanan numunelerin gaz salınım oranları diğerlerine oranla daha düşüktür [41].

VİP’ler bina yalıtım uygulamalarında oldukça verimli termal yalıtım malzemeleri olarak kullanılmakla beraber diğer geleneksel izolasyon malzemelerine göre daha yüksek maliyetli oluşu her zaman bir dezavantaj olmuştur [47]. Cho ve arkadaşları prototip bir eve yalıtım amacıyla uygulanan VİP’lerin ilk yatırım ve işletme maliyetlerini 40 yıllık bir periyod için LCCA (life cycle cost analysis technique) modeli kullanarak hesaplamış ve %88,28 ve %136,98 aralığında değişen yüzdelerde geleneksel yalıtım malzemelerine göre avantaj sağladığını belirlemişlerdir. Yapılan hesaplamalara göre en yüksek maliyet avantajı işletmenin onuncu yılında elde edilmektedir. Maliyet avantajının yanı sıra düşük enerji tüketimi sağlaması nedeniyle sera etkisini de önlediğinden oldukça yeşil bir uygulama olduğu belirtilmiştir [48].

2. ISI İLETİM MEKANİZMALARI VE ISI İLETİM KATSAYISI

2.1 Isı İletim

Katı veya akışkan bir ortam içinde, bir sıcaklık farkı olması durumunda gerçekleşen enerji aktarımı için ‘ısı iletimi’ terimi kullanılmaktadır [49]. Sistemler arası ısı transferi temel olarak üç mekanizma ile gerçekleşmektedir. Bu mekanizmalar Şekil 2.1’de görüldüğü gibi; konveksiyonla (taşınım) ısı transferi, kondüksüyonla (iletim) ısı transferi ve radyasyonla (ışınım) ısı transferidir. VIP iç dolgu maddesinin ısı iletkenliği, dolgu malzemesi içindeki akışkanlardan kaynaklanan ısı taşınım kapasitesi ve malzemenin radyatif özelliğinden kaynaklanan ısı iletkenliğinin toplamı bir vakumlu panelin ısı iletim kapasitesini vermektedir.



Şekil 2.1 : Isı iletim mekanizmaları.

2.1.1 Kondüksüyon (iletim) ile ısı transferi

İletim, bir maddenin daha yüksek enerjili parçacıklardan daha düşük enerjili parçacıklarına, bu parçacıklar arasındaki etkileşimler sonucunda enerjinin aktarılmasıdır [49]. Bir kütlede herhangi bir noktadaki sıcaklık, o noktanın yakın çevresinde bulunan gaz moleküllerinin enerjisi ile ilişkilidir. Bu enerji, moleküllerin dönme ve titreşim hareketleriyle olduğu kadar, rastgele dönme hareketleriyle de ilişkilidir. Daha yüksek enerjili moleküller daha yüksek sıcaklıktadırlar ve komşu moleküller sürekli olarak çarpışırken, daha çok enerjili moleküllerden daha az enerjili moleküllere bir enerji aktarımı mutlaka gerçekleşir.

İletimle ısı geçişine örnekler oldukça fazladır. Bir fincan sıcak kahveye aniden daldırılan metal bir kaşığın dışarda kalan ucu kaşık boyunca enerji iletimi sonucunda

ısınır. Aynı prensiple, bir kış gününde ısıtılan odadan dışarıdaki havaya belli miktarda bir enerji kaybı olur. Bu kayıp, esas olarak odanın havasını dış ortamdan ayıran duvar üzerinden iletim yoluyla ısı transferi ile gerçekleşir [49].

İletim yoluyla ısı geçişi birim zamanda aktarılan enerji miktarı hesaplanarak belirlenebilir. Isı iletiminin üç boyutta ve homojen olduğu kabulü yapıldığında, yataşkın durumdaki ısı iletimi Eşitlik 2.1’de gösterildiği gibi ‘Fourier Yasası’ ile hesaplanabilir.

$$\mathbf{q}' = -\lambda \cdot \nabla T = -\lambda \left(i \frac{\partial T}{\partial x} + j \frac{\partial T}{\partial y} + k \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (2.1)$$

Burada ∇ üç boyutlu operatörü $T(x,y,z)$ skaler sıcaklık dağılımıdır. Her bir sıcaklık gradyeni, sıcaklığın değişimini vermektedir. q' (W/m^2) ısı akısını, λ ($W/m^2.K$) ise ısı iletim katsayısını göstermektedir. Isı akısı vektörünün izotermal yüzeylere dik bir yönde olduğu Eşitlik 2.1’de görülmektedir, dolayısıyla Fourier Yasası Eşitlik 2.2’deki gibi genel bir ifade ile yazılabilir.

$$q'_n = -\lambda \frac{\partial T}{\partial n} \quad (2.2)$$

Burada q'_n (W/m^2) bir izotermal dik olan n yönündeki ısı akısıdır. Isı akısı, eş sıcaklıktaki (izotermal) yüzey denilen sabit bir sıcaklık yüzeyine dik olmalıdır. Isının her zaman azalan sıcaklık yönünde geçmesi nedeniyle eksi işareti kullanılmaktadır. ‘A’ ile gösterilen izotermal yüzeyden geçen ısı miktarı Eşitlik 2.3 kullanılarak hesaplanabilir.

$$q_n = -\lambda \cdot A \cdot \nabla T \quad (2.3)$$

Bu eşitliklerden hareketle;

$$q'_x = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \quad q'_y = -\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \quad q'_z = -\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \quad (2.4)$$

elde edilir. Eşitlik 2.4’te görülen ifadelerin her biri, bir yüzeydeki ısı akısının yüzeye dik yöndeki sıcaklık gradyeni ile ilişkisini göstermektedir. Ayrıca Eşitlik 2.2 ısı transferinin gerçekleştiği ortamın izotropik olduğunu göstermektedir. Böyle bir ortamda ısı iletim katsayısının değeri eksen yönünden bağımsızdır.

Farklı geometriler için düzenlenen Fourier Yasası'nın silindirik ve küresel koordinatlar için hesaplanışı Eşitlik 2.5 ve Eşitlik 2.6'da verilmiştir.

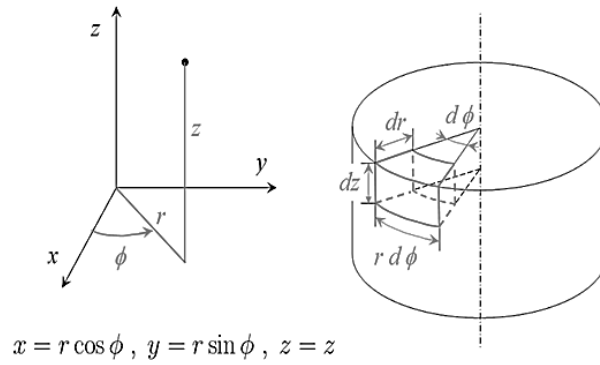
$$\mathbf{q}' = -\lambda. \nabla T = -\lambda \left(\mathbf{i} \frac{\partial T}{\partial r} + \mathbf{j} \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial \phi} + \mathbf{k} \frac{\partial T}{\partial z} \right) = -\lambda. (\mathbf{q}'_r + \mathbf{q}'_\phi + \mathbf{q}'_z) \quad (2.5)$$

Burada q'_r , q'_ϕ ve q'_z (W/m^2) sırasıyla radyal, açısall ve eksenel yönlerde ısı akışı bileşenleridir.

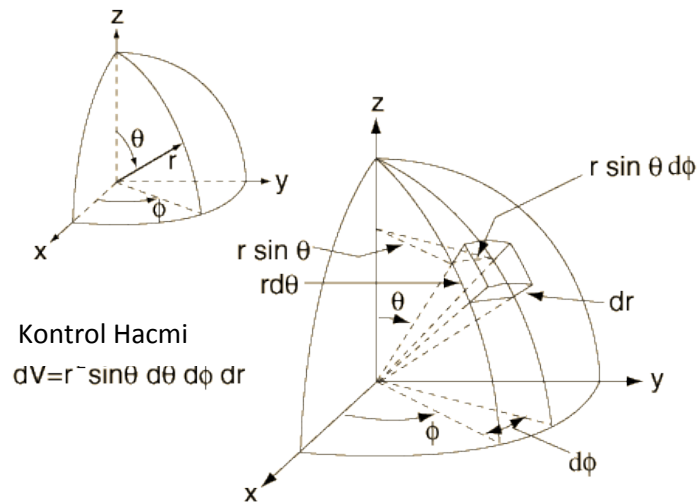
$$\mathbf{q}' = -\lambda. \nabla T = -\lambda \left(\mathbf{i} \frac{\partial T}{\partial r} + \mathbf{j} \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial T}{\partial \theta} + \mathbf{k} \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial T}{\partial \phi} \right) = -\lambda. (\mathbf{q}'_r + \mathbf{q}'_\theta + \mathbf{q}'_\phi) \quad (2.6)$$

Burada q'_r , q'_θ ve q'_ϕ (W/m^2) sırasıyla radyal, kutupsal ve açısall yönlerde ısı akışı bileşenleridir.

Silindirik ve kutupsal koordinatlara ait şematik gösterimler sırasıyla Şekil 2.2 ve Şekil 2.3'te verilmiştir.



Şekil 2.2 : Silindirik koordinatların şematik gösterimi.

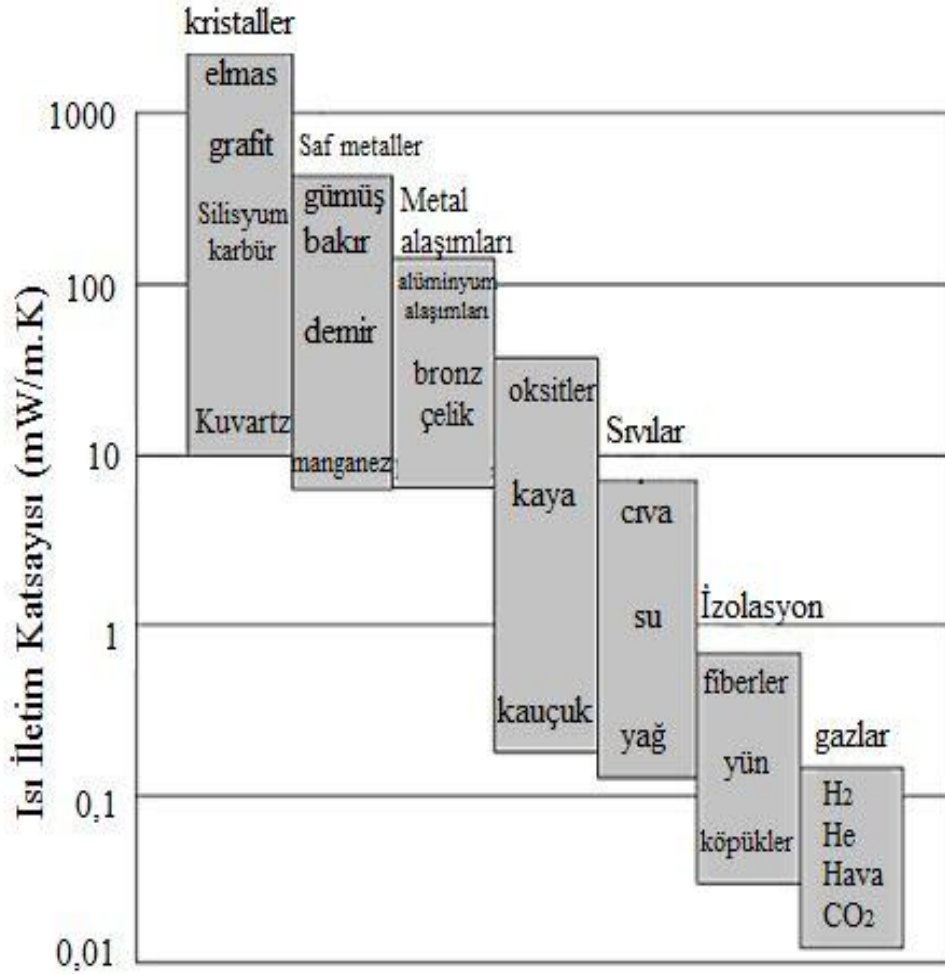


Şekil 2.3 : Küresel koordinatların şematik gösterimi.

Fourier Yasası'nın kullanılması için ısı iletim katsayısının bilinmesi gereklidir. Bir aktarım özelliği olarak bilinen bu özellik geçen enerjinin bir göstergesi olup maddenin atomik, moleküler ve fiziksel yapısına bağlıdır [49]. Bazı malzemeler için ısı iletim katsayıları Çizelge 2.1'de verilmiştir. Oda sıcaklığındaki malzemelerin ısı iletim katsayısı aralıkları genel haliyle Şekil 2.4'te verilmiştir.

Çizelge 2.1 : Bazı Malzemelere Ait Isı İletim Katsayıları.

Malzeme	λ (W/m ² .K)
Bakır (saf)	401
Alüminyum (saf)	237
Tuğla	0,72
Cam yünü	0,038
Su	0,556
Etilen glikol	0,249
Hava	0,024
Karbondioksit	0,0146



Şekil 2.4 : Oda sıcaklığındaki malzemelerin ısı iletim katsayıları aralıkları.

2.1.2 Konveksiyon (taşıım) ile ısı transferi

Konveksiyon ile ısı transferi mekanizması enerjinin akışkan molekülleri tarafından taşınımı ile gerçekleşmektedir. Konveksiyonla ısı transferi temel olarak iki mekanizmaya sahiptir. Bu mekanizmalardan ilki; enerjinin akışkan moleküllerinin rastgele hareketlerinden kaynaklı taşınımıdır ve ‘difüzyon’ olarak da adlandırılır. İkinci mekanizma ise; akışkanın yığın veya makroskopik boyuttaki hareketinden kaynaklanan ısı transferidir ve ‘adveksiyon’ olarak adlandırılır. Adveksiyon, yatay akışkan akımları ile ısı transferi olarak da tanımlanmaktadır [50].

Hareketli akışkan tanecikleri yüksek sıcaklık bölgesinden düşük sıcaklık bölgesine enerji taşınımını sağlarlar. Dolayısıyla, daha hızlı akışkan hareketinin daha yüksek ısı taşınımına sebep olacağı söylenebilmektedir. Konveksiyonla ısı transferi akışkan akımının karakterine göre sınıflandırılabilir. Akışkan bir pompa, fan veya körük ile yapay olarak bir yüzey üzerinden akmaya zorlanıyorsa ‘zorlanmış konveksiyon’; farklı sıcaklıktaki akışkan bölgelerinden kaynaklanan yoğunluk farkının yarattığı itici güç ile akışkan hareketi gerçekleşiyorsa ‘serbest konveksiyon’ veya ‘doğal konveksiyon’ olarak isimlendirilir [50].

Konveksiyonla ısı taşınımında kullanılan temel yasa ‘Newton’un Soğuma Kanunu’dur. Bu yasaya göre, ısı transferi yüzey ile akışkan arasındaki sıcaklık farkı Eşitlik 2.7’de görüldüğü gibi matematiksel olarak doğru orantılıdır.

$$q' = h \cdot (T_s - T_\infty) \quad (2.7)$$

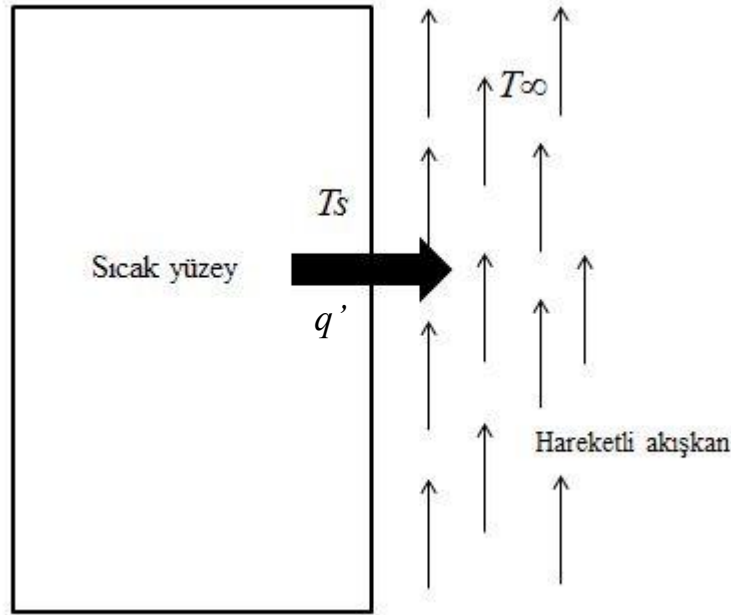
Burada, q' (W/m^2) bölgesel ısı akısını; h ($W/m^2.K$) ısı taşınım katsayısını göstermektedir. T_s ve T_∞ (K) ise sırasıyla yüzeyin sınır tabaka sıcaklığını ve yüzeyden çok uzak noktadaki akışkanın sıcaklığını ifade etmektedir. Toplamda gerçekleşen ısı transfer miktarı ise Eşitlik 2.8’deki gibi hesaplanabilmektedir.

$$q = h \cdot A \cdot (T_s - T_\infty) \quad (2.8)$$

Burada ısı transferinin gerçekleştiği yüzeyin alanı ‘A’ ile ifade edilmektedir. Şematik bir konveksiyonla ısı transfer mekanizması Şekil 2.5’te görülmektedir.

Taşınım ile ısı transferinde, çevre ile söz konusu yüzey arasındaki sıcaklık farkı ile taşınım miktarı arasındaki oran ‘h’ ile belirlenmektedir. Taşınım ile ısı transfer

katsayısı olan h ; malzemeler için sabit bir değer değildir ve yüzey geometrisi, dinamik viskozite (μ), yoğunluk (ρ), akışkan hızı (v) ve akışkan ısı iletim katsayısı (λ) gibi parametrelere bağlıdır.



Şekil 2.5 : Konveksiyonla ısı taşınımının şematik gösterimi.

Bazı tipik akışlar için ısı transfer katsayısı değerleri Çizelge 2.2’de verilmiştir. Taşınım ile ısı transfer katsayısının belirlenmesi için Eşitlik 2.9’da görülen ‘Nusselt sayısı’ adı verilen boyutsuz bir grup kullanılmaktadır.

$$Nu = \frac{h.L}{\lambda} \quad (2.9)$$

Burada ‘ L (m)’ karakteristik uzunluktur ve farklı geometriler için değişebilmektedir. Bir silindirin dış yüzeyinden akış için silindirin dış çapı, yatay bir plakanın uzunluğu ya da küre yüzeyinden akış durumunda kürenin çapı karakteristik uzunluk olarak alınmaktadır. λ ($W/m^2.K$) ise ısı iletim katsayısını göstermektedir. Eşitlik 2.9’da görüleceği gibi Nusselt sayısı aynı zamanda katı iletimi ısı direnci ile akışkanın konvektif ısı direncinin oranlarıdır. Doğal konveksiyonla ısı taşınımında Nusselt sayısı, Rayleigh sayısı ve Prandtl sayısının bir fonksiyonu olarak $Nu=f(Ra,Pr)$ şeklinde ifade edilir. Zorlanmış konveksiyon mekanizmasında ise Nusselt sayısı genel olarak Reynolds sayısı ve Prandtl sayısının fonksiyonu olarak $Nu=f(Re,Pr)$ şeklinde gösterilir. Çeşitli geometriler için Nusselt sayısının ampirik korelasyonları

da mevcuttur. Eşitlik 2.10, 2.11 ve 2.12’te sırasıyla Reynolds, Prandtl sayıları ve bir duvar üzerinden doğal konveksiyon için kullanılan Rayleigh sayısı verilmiştir.

$$Re = \frac{\rho v L}{\mu} = \frac{v L}{\nu} \quad (2.10)$$

$$Pr = \frac{\nu}{\alpha} = \frac{c_p \mu}{\lambda} = \frac{\text{viskoz difüzyon oranı}}{\text{termal difüzyon oranı}} \quad (2.11)$$

$$Ra = \frac{g \beta}{\nu \alpha} (T_s - T_\infty) x^3 \quad (2.12)$$

Çizelge 2.2 : Bazı Akış Şartlarında Taşınım İle Isı İletim Katsayıları.

Akışkan Akış Şartı	h (W/m ² .K)
Hava (doğal konveksiyon, 1 bar)	6-30
Hava (zorlanmış konveksiyon, 1 bar)	10-200
Su (doğal konveksiyon)	500-1000
Su (zorlanmış konveksiyon)	600-8000
Suyun buharlaşması	2500-10000
Buharın yoğunlaşması	4000-25000

2.1.3 Radyasyon (ışınım) ile ısı transferi

Isıl ışıınım, sonlu sıcaklığa sahip bir cismin yaydığı enerji olarak tanımlanabilir. Işıınım alanının enerjisi, elektromagnetik dalgalar veya fotonlar ile aktarılır. Işıınım iletimin gerçekleşmesi için katı iletiminden farklı olarak maddesel bir ortamın varlığına ihtiyaç yoktur. Aksine boşlukta ışıınım ile aktarımın daha iyi gerçekleştiği bilinmektedir [49].

Yüzeyin yaydığı ışıınım, yüzeyin sardığı cismin ısı enerjisinden kaynaklanır ve birim zamanda birim yüzeyden serbest bırakılan enerji (W/m²) yüzeyin yayma gücü ‘E’ olarak adlandırılır. Yayma gücünün ‘Stefan-Boltzman’ yasası ile tanımlanmış hali Eşitlik 2.13’te görülmektedir.

$$E = \sigma T_s^4 \quad (2.13)$$

$$(\sigma = 5,67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4)$$

Burada T_s, yüzeyin mutlak sıcaklığı (K) olup σ, Stefan-Boltzman sabitidir. Böyle bir yüzey, ideal ışıınım yayıcı veya ‘siyah cisim’ olarak adlandırılır. Gerçek bir cismin

yaydığı ısı akısı, aynı sıcaklıkta bulunan bir siyah cisme göre daha azdır ve eşitlik 2.14 ile ifade edilir [49].

$$E = \varepsilon \sigma T_s^4 \quad (2.14)$$

Burada ε , ‘yayma oranı’ olarak adlandırılır ve yüzeye dair bir özelliktir. 0 ile 1 aralığında değerler alan bu özellik, bir yüzeyin ne denli enerji yaydığının bir ölçüsüdür. Bazı malzemeler için farklı sıcaklıklardaki yayma oranları Çizelge 2.3’te verilmiştir. T_s (K) sıcaklığındaki bir yüzey ile bu yüzeyi tamamen çevreleyen T_∞ (K) sıcaklığındaki yüzeylerin birim alanından ışıınım ile gerçekleşen net ısı geçişinin belirlenmesi için Eşitlik 2.15 kullanılmaktadır.

$$q' = \varepsilon \cdot \sigma \cdot (T_s^4 - T_\infty^4) \quad (2.15)$$

Burada T_s , yüzeyin mutlak sıcaklığı (K), T_∞ (K) bu yüzeyi tamamen çevreleyen ortam sıcaklığı olup σ , Stefan-Boltzman sabitidir.

Çizelge 2.3 : Bazı Malzemelere Ait Yayma Oranı (ε) Değerleri.

Malzeme	Sıcaklık (K)	ε	Malzeme	Sıcaklık (K)	ε
Alüminyum	600	0,06	Seramik	300	0,85
Platin	1000	0,13	Kaolin Yalıtım Tuğlası	800	0,70
Paslanmaz Çelik	1000	0,30	Toprak	300	0,96

2.2 Isı İletim Katsayıları

Isıl iletkenlik, maddelerin ısıyı iletme yeteneklerini tarif eden ve malzemeye özgü olan bir özelliktir. Isıl iletkenlik; birim sıcaklık değişiminde birim alandan gerçekleşen ısı transferi olarak da tanımlanabileceği gibi malzeme içerisinden ısının ne kadar hızlı akacağının da bir ölçüsüdür. Yüksek bir ısı iletim katsayısı değerine sahip malzemenin iyi bir iletken, düşük ısı iletim katsayısına sahip malzemenin ise zayıf bir iletken ya da yalıtkan olduğu söylenebilir.

Isı iletim katsayısının değeri enerjinin üzerinden transfer edildiği maddenin özellikleri ile ilişkilidir. Saf metaller sahip oldukları kristal kafeslerin titreşimleri sebebiyle diğer malzemelere oranla ısının daha hızlı iletilmesini sağlarlar. Dolayısıyla saf haldeki bir metalin maksimum ısı iletim katsayısı değerine sahip

olduğu ve iyi bir iletken olduğu söylenebilir. Metalin içerdiği safsızlıkların artmasıyla ısı iletim performansı da düşecektir.

Gazlar, daha hızlı moleküler hareketlerinden dolayı enerjiyi daha hızlı iletirler. Gazlarda ısıl iletkenlik mutlak sıcaklığın karesiyle orantılı olmaktadır. Sıvılarda ısı iletim mekanizması da gazlardaki mekanizma ile benzerdir. Ancak, sıvı moleküllerinin gazlara oranla birbirine daha yakın olması ve moleküllerin birbirleriyle etkileşimleri ve çarpışma olasılıklarının enerji değişimi üzerinde önemli bir etkiye sahip olması sıvılardaki mekanizmanın nispeten daha kompleks olmasına yol açmaktadır. Genellikle sıvıların ısıl iletkenlikleri katılar ile gazlar arasında değişen bir aralıkta olmaktadır.

2.2.1 Isı iletim katsayısının değişimi

Sıcaklık, bir maddenin moleküllerinin kinetik enerjilerinin bir ölçüsüdür. Dolayısıyla, ısıl iletkenlik de sıcaklığın bir fonksiyonu olmakla beraber, akışkanlarda aynı zamanda basınçla da değişim göstermektedir.

Katılarda sıcaklığın ısı iletimine etkisini incelemek için metaller ve metal olmayan malzemeler olarak gruplandırmak mümkündür. Metallerde ısı enerjisi serbest elektronların göçü ve kafes titreşimleri olmak üzere iki temel mekanizma ile açıklanmaktadır. Genel olarak serbest elektronların hareketi metalin iyi bir iletken olup olmadığını belirlemekte ancak katı iletimi metal kafesleri içindeki titreşimlerden kaynaklanmaktadır. Sıcaklıktaki bir artış, moleküllerin titreşimlerinin şiddetini arttırmakla beraber serbest elektronların akışlarını da engellediğinden serbest elektronlardan doğan ısı iletimi azalacaktır. Bu durumda ısı akışında net bir düşüşe sebep olur. Bu yüzden çoğu metalde sıcaklık arttığında ısı iletim performansı düşmektedir.

Metal olmayan malzemelerde serbest haldeki elektronların olmaması sebebiyle ısı transferi sadece kafes titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. Sıcaklık arttığında, birim zamandaki çarpışma sayısı da artacağından ısı transfer oranı da artmaktadır. Dolayısıyla metal olmayan malzemelerin ısı iletim katsayıları artan sıcaklıkla birlikte artar. Sıvıların büyük çoğunluğunda ise ısı iletim katsayısı artan sıcaklığa bağlı

olarak azalmaktadır. Genel kurala göre sıvılarda ısı iletim katsayısı, moleköl ağırlıkları ile ters orantılıdır.

Gazlarda, moleküller sürekli ve rastgele bir hareket halindedir. Sıcaklık artışıyla, moleküllerin hızı düşük sıcaklık bölgedekine göre artış gösterir. Yüksek sıcaklık bölgesinden düşük sıcaklık bölgesine hareket eden moleküller çarpışmalar yoluyla enerjilerini düşük enerjili moleküllere transfer ederler. Bu yüzden, gazların ısı iletim katsayıları sıcaklığın artmasıyla mutlak sıcaklığın karesiyle doğru orantılı olarak artar. Gazlardaki ısıl iletkenlik sıcaklığın yanı sıra, nem ve basınç değişimlerinden de etkilenmektedir.

2.2.2 Isı iletim katsayısına nemin etkisi

Isı iletim katsayısına nemin etkisi yoğunlaşan su buharı nedeniyle gözenekli yapının içerisinde ısı geçişini artırma yönünde olmaktadır. Tanecikler arasında nemden adeta bir köprü kurularak ısı iletimi arttırılmaktadır. Nem alan gözeneklerde meydana gelen ısı transferinin bir diğer türü ise ‘gözenek difüzyonu’ olarak tanımlanmaktadır. Bu terim, su moleküllerinin yoğunlaşması ve buharlaşması ile meydana gelen gizli ısı iletimi ile ilişkilidir. Sıcaklık ile nemlenmiş gözenek düşünüldüğünde denge durumunda, buharlaşma ve yoğunlaşma tüm yüzeye eşit oranda olur. Ancak su molekülleri sıcak bölgeden buharlaşacaktır ve difüzyon sonunda da bu bölgeden yoğunlaşacaktır. Bu etkinin miktarı gözenekiçi difüzyon ısı iletkenliği λ_{diff} olarak tanımlanır. Eğer atmosferik basınçtaki sıcaklık buharlaşma sıcaklığına yaklaşırsa, nemli malzemenin gözenek difüzyonundan doğan ısı iletkenliği, kuru malzemenin toplam efektif ısı iletimine göre 10 kata kadar artacaktır[51]. Özellikle vakum altında buharlaşma sıcaklığının düşmesi ile, düşük sıcaklıklarda gözenek difüzyon etkisi meydana gelmektedir. Bu da yalıtım uygulamaları için istenmeyen bir durum olduğundan vakumlu yalıtım panellerinin işlem öncesinde nem etkisinden arındırılıncaya kadar kurutulması oldukça kritik bir adımdır.

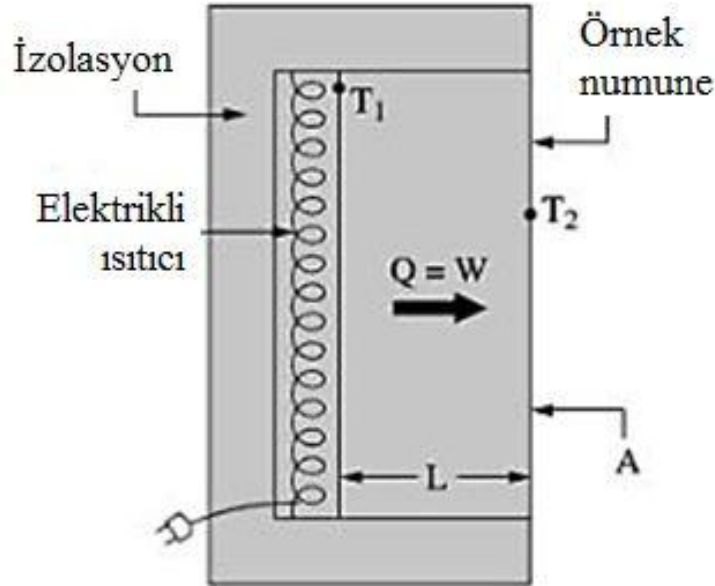
2.2.3 Isı iletim katsayısının belirlenmesi

Isı iletim katsayısı, λ , Eşitlik 2.16’da görüldüğü gibi Fourier yasası kullanılarak hesaplanabilir.

$$\lambda = -\frac{\left(\frac{Q}{A}\right)}{dT/dx} \quad (2.16)$$

L kalınlıėındaki ve A yzzey alanına sahip bir katı tabakası bir elektrik rezistans kullanarak ısıtılır. Eėer plakanın dıř yzzeyi Őekil 2.6'da gırılduėu gibi tamamen izole edilirse, rezistans tarafından ızetilen tım enerji maruz kalan yzzey boyunca transfer edilecektir. Yatıřkın hale ulařıldığında, plakanın iki yzzeyinin sıcaklıkları (T_1 ve T_2) olėulerek Eřitlik 2.17 kullanarak ısı iletim katsayısı belirlenebilir.

$$\lambda = \frac{Q \cdot L}{A \cdot (T_1 - T_2)} \quad (2.17)$$



Őekil 2.6 : Bazı metallerin sıcaklıkla ısı iletim katsayısı deėiřimleri.

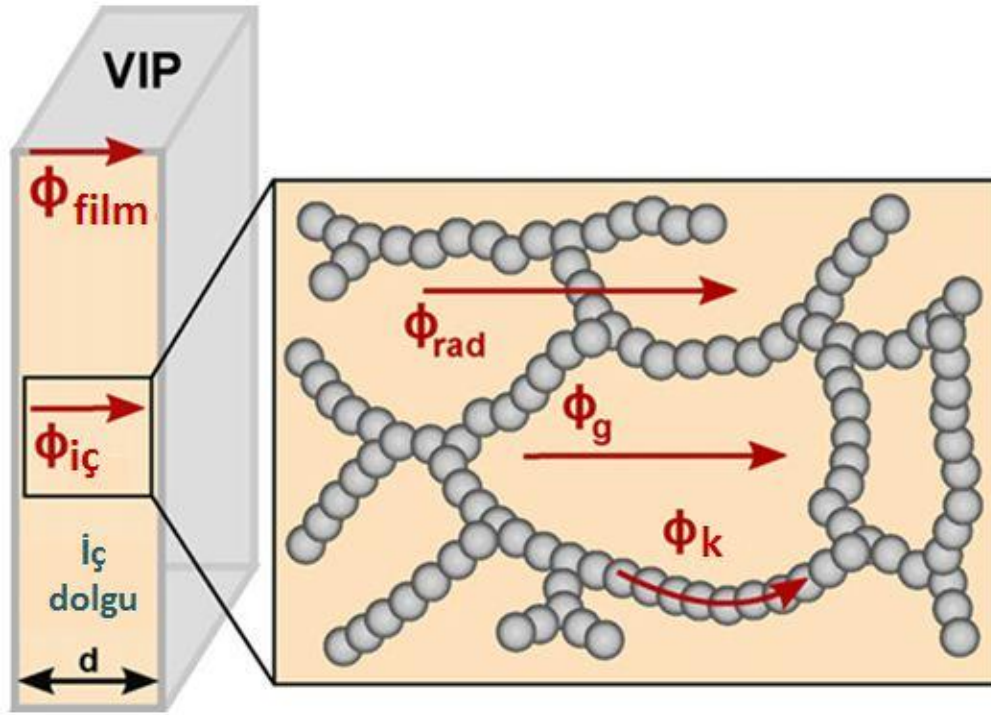
2.3 Vakum İzolasyon Panellerinin Isı İletim Katsayıları

VİP'lerde ısı iletimi de temel olarak üç mekanizma ile gerėekleřmektedir; katı matrisinin ısı iletimi, gaz moleküllerine ait ısı transferi ve ışıınım ile ısı transferi. VİP'lerde katı matrisini iç dolgu malzemesi oluřturmaktadır ve ısı iletim katsayısı $\lambda_{iç}$ olarak tanımlanacaktır. İç dolgunun toplam ısı iletim katsayısı Eřitlik 2.18'de olduėu gibi tım katkıların ısı iletkenliklerinin toplanması ile elde edilebilir. Bu modele ait bir şematik gösterim Őekil 2.7'de verilmektedir.

$$\lambda_{iç} = \lambda_k + \lambda_g + \lambda_{rad} \quad (2.18)$$

2.3.1 VİP’lerde ışı nım ile ısı transferi

VİP’lerde iç dolgu olarak kullanılan malzemeler genellikle yarı transparan malzemelerdir. Opak plakalar elde edebilmek amacıyla, SiC veya karbon siyahı gibi maddeler kullanılarak paneller opaklaştırılabilir. Sonuç olarak elde edilen panel optik olarak koyudur ve 1cm’lik bir panel kalınlığı için termal fotonların ortalama serbest yolları yaklaşık olarak 100µm’dir [9].



Şekil 2.7 : VİP ısı iletim mekanizması modeli.

ışı nım ile ısı transferi Eşitlik 2.19’da verilen Rosseland yaklaşımı kullanılarak hesaplanabilir. Burada, $\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ W/(m}^2\text{K}^4)$ Stefan-Boltzmann sabiti, n kırılma indisi, $E(T)$ sönümlenme katsayısı, T ise sıcaklıktır. Çoğu geleneksel opaklaştırılmış iç dolgu malzemesi için kırılma indisi yaklaşık olarak ‘1’ kabul edilmektedir [50].

$$\lambda_{rad} = \frac{16}{3} \frac{\sigma n^2 T^3}{E(T)} \quad (2.19)$$

$E(T)$ sönümlenme katsayısı yerine taşınım sönümleme katsayısı ile malzemenin görünür yoğunluğunun oranları da kullanılabilir: $e(T) = E(T)/\rho$. Bu değer opaklaştırıcı madde kullanılmamış iç dolgu malzemelerinde yaklaşık olarak 3 kat daha fazladır [52].

2.3.2 VİP'lerde gaz taşınımı ile ısı transferi

Vakumlanmış, düşük basınçlı panellerde gaz taşınımı ile moleküler ısı transferini açıklamak için gaz moleküllerinin hareket ortamı olan iç dolgu maddesinin mikro, mezo ya da makro boyutlardaki gözeneklerinden bahsetmek gereklidir. Gaz molekülleri bu porlarda 'Knudsen Difüzyon Mekanizması' ile bir ortalama serbest yol (mean free path) boyunca hareket ederler. Ortalama serbest yol; bir gaz molekülünün diğer moleküllerle çarpışmaya ya da etkileşime girmeden önce aldığı ortalama yol olarak tanımlanmaktadır[53]. Eşitlik 2.20'de Knudsen sayısı verilmiştir.

$$Kn = \frac{L}{\delta} \quad (2.20)$$

Burada, δ , malzemenin karakteristik boyutu (gözenekli malzemelerde por çapı olarak tanımlanır) ve L moleküllerin ortalama serbest yoludur. Gazlar için ortalama serbest yol uzunluğu Eşitlik 2.21 kullanılarak belirlenir.

$$L = \frac{K_b T}{\sqrt{2} \pi p d_g^2} \quad (2.21)$$

Burada $K_b = 1.38 \times 10^{-23}$ J/K Boltzmann sabiti, T (K) sıcaklık, d_g gaz molekülünün metre cinsinden görünür çapı, P (Pa) ise basınç olarak tanımlanmıştır. Standart atmosferik koşullarda (300°K ve 1 bar) ortalama 100 nm karakteristik çapa sahip silika esaslı malzemelerde moleküllerin ortalama serbest yolu yaklaşık olarak 70 nm'dir ve Knudsen sayısı 1'e yakın olmaktadır. Aynı koşullarda havanın ortalama serbest yolu ise 74nm'dir [12].

Gözenekli malzemelerde gaz moleküllerinin bulunabilme olasılığı olan bölgeler porlar olduğundan, gaz iletimi ile malzeme porozitesi arasında Eşitlik 2.22'de görüldüğü gibi doğrudan bir ilişki bulunmaktadır.

$$\lambda_g = \varepsilon \lambda'_g \quad (2.22)$$

Burada, λ'_g etkin gaz iletimi, ε porozite ve λ_g malzeme porozitesinin bir fonksiyonu olarak gaz iletimi katkısıdır. Nanoporlu silikaların poroziteleri yaklaşık olarak %95 olduğundan $\lambda_g \approx \lambda'_g$ kabul edilmektedir [53].

Bir hacim içerisinde kuşatılmış olarak bulunan gaz moleküllerinin etkin ısı iletimi için Eşitlik 2.23 ilk olarak Kaganer tarafından öngörülmüş ve kullanılmıştır.

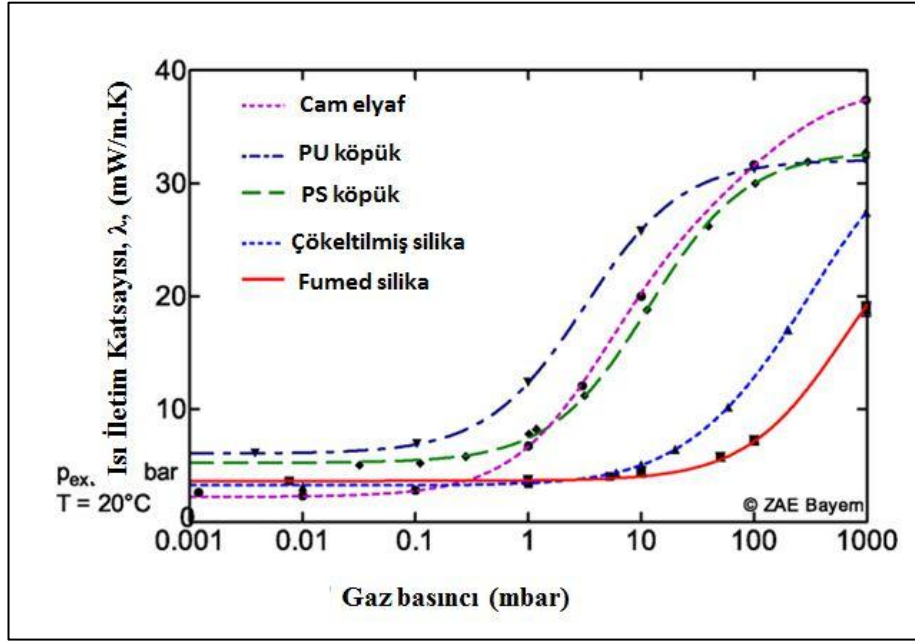
$$\lambda'_g = \frac{\lambda_g^0(T)}{1+2\beta Kn} \quad (2.22)$$

Burada, λ_g^0 kuşatılmamış serbest havanın ısı iletkenliği, $\beta = 2K_g(2-\omega)/(\omega(K_g+1))$ boyutsuz bir sabit, ω konaklama katsayısı ve K_g spesifik gaz sabitidir. Knudsen sayısının eşitlikte yerleştirilmesi ile Eşitlik 2.24 elde edilir.

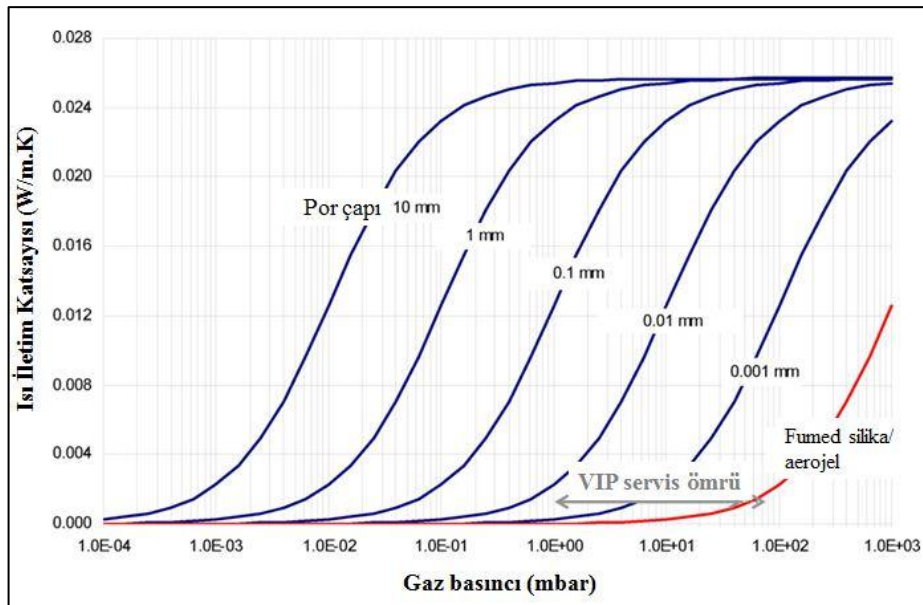
$$\lambda'_g = \frac{\lambda_g^0}{1+2\beta\left(\frac{K_b T}{\pi \delta d_g^2 p}\right)} \quad (2.24)$$

Eşitlik 2.24'ten görüleceği gibi por çapı ya da ortam basıncı azaldığında gaz iletimi de azalacaktır. Bu etki VIP'lerin termal etkinliklerinin temelidir; çok düşük basınç ve çok küçük çaplı gözenekli iç dolgu malzemeleri ile gazdan gelen ısı iletimi elimine edilebilecek düzeye gelir. Ayrıca iç dolgu malzemesinin yoğunluğu azaldığında boşluk hacminin katı bölgeye olan oranı artacağından ısı iletimi katsayısı genel olarak artacaktır. Çalışmanın ilerleyen bölümlerinde iç basınç ve yoğunluğun ısı iletimine olan etkisi de incelenecektir. Farklı iç dolgu malzemeleri için gaz iletiminin ısı iletim katsayısına olan etkisi Şekil 2.8'de verilmektedir. Isıl işlem görmüş (fumed) ve silica esaslı toz malzemenin azalan basınçla ısı iletim katsayılarının diğer gözenekli malzemelere oranla daha hızlı düştüğü açıkça görülmektedir. Bu durumun temel sebebi bu malzemelerdeki nano boyuttaki gözeneklerdir. Gözenek boyutu ve gaz basıncı ile ısı iletim katsayısı arasındaki ilişki Şekil 2.9'da verilmiştir. Gözenek boyutunun artmasıyla beraber, aynı panel iç basıncı değeri için ısı iletim katsayısı da artmaktadır. Eşitlik 2.24'te gösterildiği gibi artan gözenek çapı ile ısı iletim katsayısı arasında pozitif bir ilişki bulunmaktadır. Nano boyutta porlara sahip olan fumed silika ve aerjel gibi malzemelerin Şekil 2.8'de de görüldüğü gibi ısı iletim katsayıları oldukça düşük seviyelerdedir. Şekil 2.8 ve 2.9'da görülmekte olan VIP iç basıncına karşılık ısı iletim katsayılarının verildiği eğriler malzemeler için karakteristik olup, 'S eğrisi' adını almaktadır. Belirli bir basınç seviyesine ulaşıncaya kadar sabit ve oldukça düşük olan ısı iletim katsayıları iç basıncın artmasıyla artarak ve bir seviyeden sonra basınçtan bağımsız hale gelerek sabit kalmaktadır. Malzeme yapısına göre değişen ve ısı iletim katsayısının ani artış göstermeye başladığı bu

basınç değerine ‘kritik basınç’ adı verilmektedir. Kritik basınç değeri, vakumlu yalıtım malzemeleri için, panelin yalıtım performansını ve ömrünü belirleyecek oldukça önemli bir parametredir. Kritik basınç değerine ulaşıldığında, hareket halindeki gaz moleküllerinin ortalama serbest yol uzunlukları malzemenin gözenek çapına eşit durumdadır. Dolayısıyla moleküler çarpışmaların etkisiyle ısı iletim katsayısı kritik basınç değerinin üzerine çıktığında artar ve eğride S formunu veren kırılmalar meydana gelir.



Şekil 2.8 : İç dolgu malzemelerinde basıncın ısı iletim katsayısına etkisi.



Şekil 2.9 : Gözenek çapı ve gaz basıncının ısı iletimine etkisi.

Kritik basınç değerinin altında ise, gaz moleküllerinin ısı iletimi ve taşınımı çarpışmaların azalmasına bağlı olarak azalacağından; ısı transferi sadece katısal iletim ve ışıma gerçekleşmektedir. Işıma ile ısı transferinin opaklaştırıcı malzeme ilavesiyle elimine edildiği kabul edildiğinde, kritik basınç altında iletimin sadece katısal iletim ile gerçekleştiği söylenebilmektedir [54].

2.3.3 VİP’lerde katı iletimi ile ısı transferi

Vakumlu panellerde katı iletimi iç dolgu malzemesinin iskeletinde, birbiri ile fiziksel temas halinde bulunan taneciklerin üzerinden gerçekleşmektedir. Katı iletiminin ölçüsü, malzeme yapısına, yoğunluğuna ve etki eden dış basınca bağlıdır. Eşitlik 1.26’da verilen korelasyon iç dolgu malzemesinin yoğunluğuna bağlı olarak panel içerisindeki katı iletiminin değişimini göstermektedir.

$$\lambda_k = \rho^\alpha \quad (1.26)$$

Burada, ρ (kg/m^3) malzemenin yoğunluğunu, α ise köpük malzemeler için 1, nano boyutta porlu yapılar için ise 1,5-2 aralığında değişen bir indistir. Eşitlikten de anlaşılacağı gibi katı iletimi, düşük yoğunluklu iç dolgu malzemeleri için daha düşüktür [55].

3. ALTERNATİF VİP İÇ DOLGU MALZEMELERİ VE YÖNTEMLER

VİP üretiminde fumed silika oldukça gözenekli, düşük yoğunluklu, küçük gözenek çaplı ve yüksek nem tutma kapasitesine sahip olması sebebiyle yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak vakum yalıtım panellerinin yaygınlaşmasında en önemli engel yüksek üretim maliyetleridir. Bir vakumlu panelde iç dolgu maliyetinin % 92.7'sini, toplam maliyetinin ise %52.3'ünü fumed silika oluşturmaktadır. Enerji verimliliğinin oldukça önemli hale geldiği ve uluslararası regülasyonların katıldığı bu günlerde VİP gibi oldukça verimli bir yalıtım malzemesinin kullanımının her alanda yaygınlaşması için yüksek maliyet dezavantajının ortadan kaldırılması gerekmektedir.

Hem düşük maliyetli hem de ısı yalıtım olarak performansı fumed silika ile eşdeğer olabilecek alternatiflerin belirlenmesi oldukça kritik bir konudur. Binalar, soğuk hava depoları gibi yapılar olmak üzere, ısıtma-soğutma ekipmanları, soğuğa yada sıcağa karşı hassas yük taşımacılığı ve ısıtıcı-soğutucu beyaz eşyalar gibi yüksek performanslı yalıtım gerektiren tüm alanlarda VİP'lerin yaygın biçimde uygulanabilmesi için bu maliyet engelinin aşılması gerekmektedir.

Yalıtım amacıyla kullanılan bu panellerde aranan en temel özellik yüksek yalıtım performansıdır. Bu nedenle; vakuma olanak vermesi ve gaz taşınımı etkisinin elimine edilebilmesi için açık ve küçük çaplarda gözeneklere sahip olması beklenmektedir. VİP'lerde vakumlanarak atmosfere kapatıldıklarında m² başına yaklaşık olarak 10 tonluk bir kuvvet iç ve dış basınç farklarından dolayı etki etmektedir. Kullanılan malzemenin bu yükü çökmeden ve dağılmadan karşılayabilecek özellikte olması gerekmektedir. Bu nedenle alternatif malzemelerde aranan temel özelliklerden biri de yeterli sıkıştırma direncine sahip olmasıdır.

Tez çalışmasının bu bölümünde alternatif iç dolgu malzemelerinin özellikleri ve seçim kriterleri, VİP üretim prosesleri ve ısı performansları gibi konularda deneysel çalışmalardan elde edilen bulgular sunulmuştur.

3.1 Alternatif İç Dolgu Malzemeleri

3.1.1 Silika esaslı toz malzeme

Silikalar temelde tanecik büyüklüklerine göre sınıflarına ayrılmış olup, buna bağlı olarak da farklı yüzey özelliklerine ve performanslara sahip olmaktadır. Çizelge 3.1’de görüldüğü gibi silika ailesi temelde kristalin ve amorf olarak ayrılmaktadır [56].

Çizelge 3.1 : Silika Türleri ve Boyutları.

Tanecik boyutu (µm)	
Doğal (kristalin)	
Kuvars	1-10
Diyatomit	1-5
Sentetik (amorf)	
Fumed silika	0,005-0,02
Çökeltilmiş silika	0,01-0,03 0,04-0,08
Ferro-silikon yan ürünleri	0,10

Endüstride ticari olarak kullanılan silika esaslı toz malzemelere ait özellikler ise Çizelge 3.2’de verilmektedir.

Çizelge 3.2 : Silika Esaslı Toz Malzeme Özellikleri [57,58].

Özellik	
BET yüzey alanı (m ² /g)	≈115-200
Yığın yoğunluk (g/L)	100-280
Nem içeriği (%)	3-7
pH (%5 suda)	6,2
SiO ₂ içeriği (%)	>97

3.1.2 Sepiyolit

Sepiyolit ya da diğer bilinen adıyla ‘lületaşı’ beyaz renkli, düşük özgül ağırlıklı, yüksek absorpsiyon kapasiteli, yüksek yüzey alanlı, gözenekli ve düşük ısı iletim katsayısına sahip Si₁₂Mg₈O₃₀(OH,F)₄(OH₂)₄.8H₂O bileşiminde doğal bir hidratlı magnezyum silikat mineralidir. Bu özellikleriyle sondaj sıvıları, boyalar, ilaç, kağıt,

çimento, deterjan ve temizlik malzemeleri yapımı, tarım ve seramik gibi pek çok farklı uygulamada kullanılmaktadır [59].

Sepiyolit minerali, nano boyutta tünel yapılarından oluşmaktadır ve 2-10µm uzunluk aralığında mikro fiber yapılar içermektedir. Bu özel yapılanma sepiyolite 300m²/g mertebelerine kadar çıkan yüksek yüzey alanı ve 0,4cm³/g⁻¹ gözenek hacmi sağlamaktadır [60]. Sahip olduğu bu yapısal özelliklerden dolayı adsorbant, kıvamlaştırıcı, katalizör veya katalizör taşıyıcı olarak kullanılabilen olan sepiyolit kullanım alanları Robertson tarafından özetlenmiştir [61]. İçerdiği Silanol grupları (Si-OH) sayesinde yüzeyleri kolayca modifiye edilebilmektedir ve polimer çalışmalarında sıklıkla kullanılmaktadır [62].

Dünya pazarının en büyük sepiyolitik kil üreticisi İspanya'dır. Türkiye ve ABD'de de küçük tonajlarda sepiyolitik kil madenciliği yapılmaktadır [63]. Çalışmalarda kullanılan sepiyolit minerali Eskişehir'deki Sakarya Madencilik'ten temin edilmiştir. Çizelge 3.3'te görüleceği gibi sepiyolit mineralinin yaklaşık %60'ı silikadır.

Çizelge 3.3 : Sepiyolit Kimyasal Bileşimi [64].

Madde	Bileşim (%)
SiO ₂	60,60
MgO	22,45
Al ₂ O ₃	1,73
Na ₂ O	0,16
K ₂ O	0,58
Fe ₂ O ₃	0,62
CaO	0,40

3.1.3 Bentonit

Bentonit sözcüğü ilk defa 1898 yılında Knight tarafından, A.B.D'de Wyoming'de yüksek koloidal özellikli plastik killer için kullanılmıştır. Bentonitler, esas minerali montmorillonit olan killer (montmorillonit miktarı en az %75 civarında) için yaygın ve ticari olarak kullanılan bir terim olup yumuşak koloidal özellikli bir alüminyum hidrosilikattır. Bentonit; volkanik tuf ve küllerin bozulması sonucunda meydana gelen içerisinde (Na,Ca)_{0,8}(Al,Fe,Mg)₄Si₈O₂₀(OH)₄.nH₂O bulunan, yoğunluğu 2.2-2.7 gr/cm³ olan, su emme özelliği gösteren doğal bir kildir [65]. Bentonitler; asit, baz, tuz ve çeşitli organik maddelerle etkileştirilerek özellikleri daha da geliştirilebilmektedir. Bentonitlerin organik maddelerle etkileşimi sonucunda mineral katmanları arasına büyük organik moleküller girmekte; katmanlar arasındaki uzaklık artmakta ve bentonitin absorplama ve reolojik özellikleri büyük ölçüde değişmektedir.

Bentonit kil minerali, diğer kil minerallerine göre daha yüksek yüzey alanına sahiptir ($\sim 80\text{m}^2/\text{g}$). Yüzey alanının büyük kısmını mikro ve mezo gözeneklerden oluşturmaktadır. Bu özeliğinden dolayı absorplama kapasitesi oldukça yüksektir [66].

Bentonitler genellikle katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Bentonitlerin ticari amaçla değerlendirilmesinde kimyasal özelliklerinden çok fiziksel özelliklerinden yararlanılmaktadır. Çalışmalarda kullanılan bentonit minerali Ordu Fatsa'daki Laviosa firmasından temin edilmiştir. Çizelge 3.4'te görüleceği gibi bentonit mineralinin yaklaşık %60'ı silikadır.

Çizelge 3.4 : Bentonit Kimyasal Bileşimi [66].

Madde	Bileşim (%)
SiO ₂	60,29
Al ₂ O ₃	34,75
Fe ₂ O ₃	1,64
MgO	1,40
CaO	1,74
Na ₂ O	0,354
K ₂ O	0,093

3.1.4 Pirinç kabuğu külü

Pirinç (*Oryza sativa*) ilk olarak, yaklaşık 10.000 yıl önce Çin'de yetiştirilmeye başlanmıştır. Dünya çapında yılda 7×10^8 metrik ton üretim ile mısırdan sonra en büyük paya sahiptir. Hasat edilen pirincin yaklaşık 5'te 1'i Şekil 3.1'de görüldüğü gibi kabuk kısmı olmaktadır ve her yıl küresel bazda $1,2 \times 10^8$ ton pirinç kabuğu üretilmektedir [67-69].



Şekil 3.1 : Pirinç bitkisi, pirinç kabukları ve pirinç kabuğu külleri.

Pirinç kabukları hava ortamında yakıldıklarında, içerdikleri organik yapılar ayrışır ve geriye kalan en temel madde silika olur. Şaşırtıcı bir şekilde, bu teknikle elde edilen silika oldukça saf ve kuru kabuk ağırlığının yaklaşık %20'si kadardır [70]. Ayrıca,

pirinç kabuklarının içerdikleri silika doğal olarak nano partiküller halindedir [71]. Canlı pirinç bitkileri silikayı topraktan silisik asit formunda absorblamakta ve böylece silika selülozik mikro yapılarda biriktirilmektedir. Bu nedenle pirinç kabukları nano yapılı silika ve türevlerine oldukça uygun bir kaynak oluşturmaktadır [72].

Pirinç kabuklarından silika eldesinin kritik basamağı yakma adımıdır. Sıcaklık ve yakma süresi, kül eldesinden önce kabuklara uygulanan ön işlemler gibi farklı adımlar da elde edilen silika miktarını ve saflığını etkilemektedir. Kabukların içerdikleri metal iyonlarından ve safsızlıklardan arındırılmaları için deiyonize su ile yıkanmaları ve HCl asit ile ekstrakte edilmeleri önerilmektedir. Bu konuda pek çok çalışma bulunmaktadır. Yapılan optimizasyon çalışmaları sonucunda genel olarak 4-6 saat boyunca 600-800°C sıcaklıkları arasında yakma işleminin uygun olduğu belirlenmiştir [73-75]. Liu ve çalışma arkadaşlarının yaptığı çalışmada, küller asit ile yıkandıktan sonra 700°C’de yakılmış ve elde edilen amorf silika partiküllerinin boyutlarının 80nm ve civarında olduğu belirlenmiştir [76].

3.2 Kullanılan Ekipmanlar ve Yöntemler

3.2.1 Toz karıştırma mikseri

İç dolgu malzemesi gözenekli bir çekirdek malzemesinden, bir opaklaştırıcı malzemedan ve panele mukavemet kazandıracak lif katkısından oluşmaktadır. Karışımın Arçelik A.Ş. tarafından özel olarak yaptırılan Şekil 3.2’de görülen 90 rpm mekanik karıştırıcı ve 2600 rpm turbo karıştırıcısına sahip 25 litrelik çırpıcı kullanılmaktadır. Tam ve homojen bir karışım için çırpıcı tasarım parametreleri göz önüne alınarak mekanik karıştırıcılara temasın engellenmemesi için çırpıcının en az %40’ının en çok %70’inin hacmen doldurulmasına dikkat edilmiştir.



Şekil 3.2 : Toz karıştırma mikseri.

3.2.2 Pres

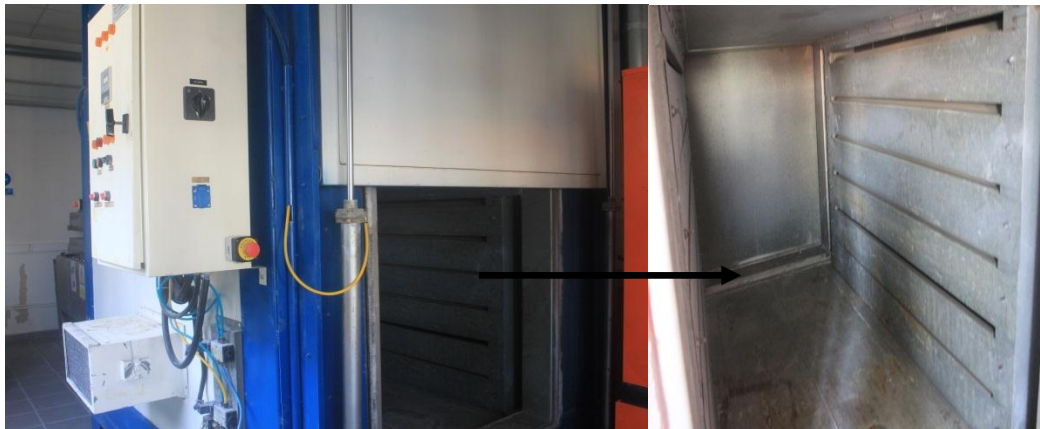
Karıştırılan malzemenin sıkıştırılarak istenen şekil ve ebatlarda panel haline getirilmesi Şekil 3.3'te görülen elektromekanik pres ile sağlanmaktadır.



Şekil 3.3 : Elektromekanik pres makinası.

3.2.3 Kurutma fırını

VİP'lerde düşük ısı iletim katsayısının elde edilebilmesi için nemin panel içerisinden kurutularak uzaklaştırılması gerekmektedir. Bu amaçla pres ile plaka haline getirilen paneller Şekil 3.4'te görülen kurutma fırınında belirli aralıklarla alınan tartım sonuçları sabitleninceye kadar tutulmuştur.



Şekil 3.4 : Kurutma fırını.

3.2.4 Kaynak presi (Isıl yapıştırma)

VİP'lerin düşük ısı iletim katsayılarının kaynağı vakumlanmış olmalarıdır. Kurutulmuş panelleri vakumlamak üzere dış zarf filmine yerleştirdikten sonra atmosfere kapatmak amacıyla ısı yapıştırma uygulanmaktadır. Şekil 3.5'de görülen ısı yapıştırma ile kaynak presi 160°C'de 4 saniye boyunca ısıtıldıktan sonra 6 saniye boyunca soğutulur ve presleme etkisi kaldırılır.



Şekil 3.5 : Isıl yapıştırma cihazı.

3.2.5 Vakum cihazı

Deneysel çalışmalar boyunca Leybold COMBIVAC CM 31 modelindeki vakum cihazı kullanılmıştır. Şekil 3.6'da görülen cihaz, içerdiği vakum pompaları ile teorik olarak 10-9 mbar ile açık hava basıncı değeri aralığında vakum yapmaya imkan vermektedir. Vakumlama süreleri malzemenin içerdiği nem miktarına göre değişmektedir.



Şekil 3.6 : Vakum cihazı.

3.2.6 Isı iletim katsayısı ölçüm cihazı

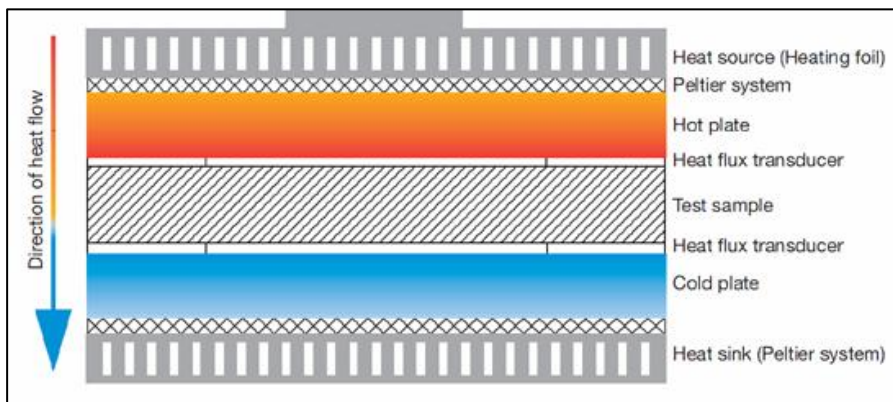
Isı akışını ölçen cihaz temel prensip olarak Eşitlik 3.1’de gösterilen tek boyuttaki Fourier kanununu kullanmaktadır.

$$q' = -\lambda \left(\frac{dT}{dx} \right) \quad (3.1)$$

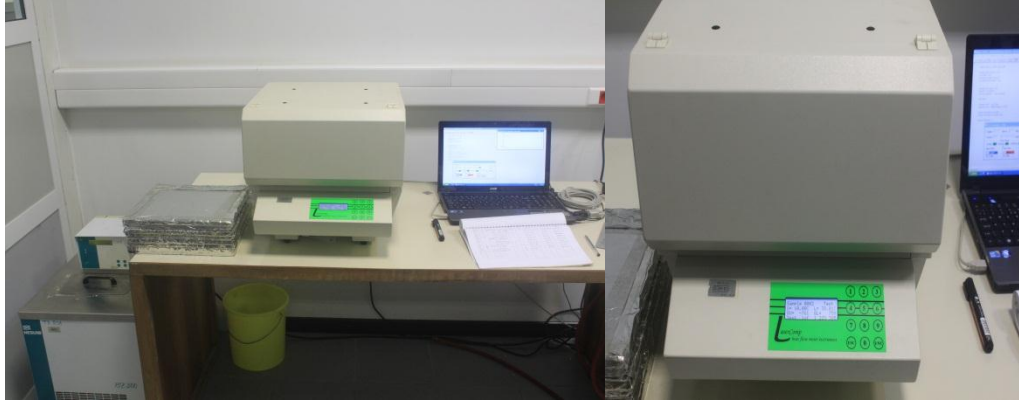
Burada q' örnek üzerinden geçirilen ısı akışını (W/m^2), λ numunenin ısı iletim katsayısını (W/m.K), dT/dx ise eş sıcaklık yüzeylerindeki sıcaklık gradyeni (K/m) göstermektedir.

Eğer ölçülmek istenen numune, iki farklı sıcaklık değerine sahip iki eş sıcaklık yüzeyine arasına yerleştirilirse ve tek boyutlu, üniform bir sıcaklık alanı bölgesi oluşturulursa tüm numune hacmi içerisinde de sıcaklık alanının üniform olduğu söylenebilecektir. (Numune boyutunun kalınlığından çok daha fazla olması gerekmektedir.) Numune üzerinde oluşan sıcaklık gradyeni sıcak ve soğuk yüzeylerin sıcaklık farkları ölçülerek belirlenebilir ($\Delta T = T_{\text{sıcak}} - T_{\text{soğuk}}$). Numune kalınlığının bilinen bir Δx değerinde olduğu göz önüne alınırsa sıcaklık gradyeni bu noktada $-\Delta T / \Delta x$ olacaktır. Cihaz tarafından verilen enerji miktarı bilindiğinden Eşitlik 3.1 ile λ ısı iletim katsayısı (W/m.K) belirlenebilir [77]. Deneysel ölçümlerin gerçekleştirildiği cihazda bu sıcaklıklar sıcak plaka için 10°C , soğuk plaka için 38° olarak belirlenmiştir. Ölçümler ISO 8301 standart test metodu kullanılarak gerçekleştirilmektedir [78].

Şekil 3.7 ve 3.8’de sırasıyla ısı iletim katsayısını ısı akışı ile ölçen cihazın şematik görünümü ve ölçümler için kullanılan ekipman verilmektedir.



Şekil 3.7 : Isı iletim katsayısı ölçüm cihazı şematik görünümü.



Şekil 3.8 : Isı iletim katsayısı ölçümlerinin gerçekleştirildiği ekipman.

3.2.7 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (scanning electron microscope) elektron tabancası ile hızlandırılmış elektron demetini incelenecek numune üzerine odaklar ve elektron demeti ile numune atomları arasında çeşitli girişimler meydana gelir. Bu girişimlerden kaynaklanan etkileşimlerin ekrana iletilmesi yolu ile SEM görüntüsü elde edilir.

Yüksek enerjili numune atomlarının dış yörünge elektronları ile girişimi sonucunda enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek toplanırlar. Bu elektronlar ‘ikincil elektron’ olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm altından veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır [79]. Şekil 3.9’da çalışmalarda görüntü almak için kullanılan Jeol JSM 6400 SEM cihazı görülmektedir.

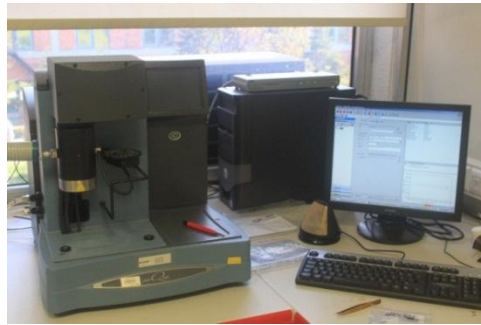


Şekil 3.9 : Çalışmalarda görüntü almak amacıyla kullanılan SEM cihazı.

3.2.8 Termal gravimetrik analiz cihazı (TGA)

Termogravimetrik analiz ile numune 1200°C'ye ulaşan sıcaklıklara kadar ısıtılarak kütledeki değişim sürekli olarak izlenir. Böylece numunenin kalitatif ve kantitatif analizi yapılabilir. Bu cihazlarda hassa bir terazi, bir yüksek sıcaklık fırını, sıcaklık kontrolörü ve programlayıcı bulunmaktadır. TGA cihazları bir malzemenin saflığı, bozunma sıcaklığı ve davranışları ve kimyasal kinetiği hakkında bilgi verir. Cihazın sahip olduğu program ile malzemenin hangi sıcaklık aralığı ile hangi noktaya kadar çıkacağı veya ne kadar bu sıcaklıkta kalacağı belirlenebilmektedir [80].

TGA'nın en çok kullanıldığı malzemeler polimerlerdir. Çeşitli polimerik malzemelerin bozunma mekanizmaları 'termogram' adı verilen sıcaklığa karşı kütle değişimini veren grafikler ile açıklanabilir ve her polimer için karakteristik olan bozunma davranışlarının analiz edilmesiyle polimerlerin tayini gerçekleştirilir. Çalışmalar boyunca Şekil 3.10'da görülen Q500 termal gravimetrik analiz cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.10 : Termal gravimetrik analiz (TGA) cihazı.

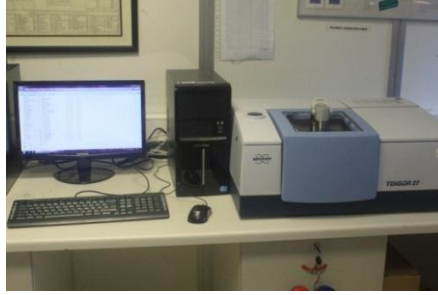
3.2.9 Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)

Bir kaynaktan çıkan ışın demeti, enerjiyi kontrol eden bir bölgeden geçerek bir interferogram sinyali oluşturulur. Bu sinyal örneğin üzerine yönlendirilerek malzemenin özelliğine göre örnekten geçirilir veya yansıtılır. Bu enerjinin özel frekansları numune tarafından absorblanır. Örnekten geçen son ışın demeti dedektöre gönderilir ve sinyal dedektör tarafından algılanarak sayısallaştırılır ve bilgisayara gönderilir. Bu noktada matematiksel Fourier transformasyonu gerçekleştirilerek IR spektrumu kaydedilir [81].

Bir kızılötesi spektrumu malzemeyi oluşturan atomların bağları arasındaki titreşim frekanslarına karşılık gelmektedir ve bu frekansların verdikleri pikler o malzemenin

‘parmak izi’ni oluşturmaktadır. Her malzemenin atomlarının kombinasyonları özgün olduğu için, bu yöntemle malzemenin niteleyici karakterizasyonu yapılabilmektedir.

Çalışmalarda, numunelerin içeriğinin tespit edilebilmesi amacıyla Şekil 3.11’de görülen, dalga boyu $400-4000\text{ cm}^{-1}$ arasındaki The Excalibur FTS 3000 MX spektrometresi, oda şartlarında kullanılmıştır.



Şekil 3.11 : FTIR cihazı.

3.2.10 Fiziksel adsorpsiyon, yüzey alanı ve gözeneklilik ölçüm cihazı

Malzemelerin gözenek boyutları ve yüzey alanlarının belirlenmesi amacıyla kullanılan cihaz, BET (Brunauer, Emmett, Teller) teorisini kullanarak yüzey alanını hesaplamaktadır. Bu yöntemle toz ve granül haldeki numunelerin yüzey alanı, mezo ve makro por boyutları ve por boyut dağılımı analizleri gerçekleştirilmektedir. Ölçüm katı maddelerin yüzey enerjileri nedeniyle atmosferdeki gaz moleküllerini fiziksel olarak adsorplama prensibi üzerine kurulmuştur. Numune yüzeyini kaplamak için gerekli gaz miktarını tayin ederek hesaplamalar gerçekleştirmektedir. Genellikle ölçüm sırasında azot gazı ve sıvı azot kullanılmaktadır [82].

Çalışmalarda kullanılan BET analizi cihazı Şekil 3.12’de görülmekte olan Micromeritics ASAP 2420 modelidir. Numunelerin yüzey alanı ve por dağılımı analizlerinin etkin bir şekilde yapılabilmesi için öncelikle adsorpladıkları gazlardan ve nemden arındırılmaları gerekmektedir.

Bu amaçla işlem öncesinde kurutulan numuneler daha sonra cihazın ‘Degas’ bölümünde belirli bir süre sıcaklık ve vakum altında bekletilirler. Sonrasında analiz portlarına alınarak, gerekli koşullar bilgisayar programına girilerek analiz başlatılır. 12 adet degas ve 6 adet analiz portu sayesinde ASAP 2420, pek çok numunenin aynı anda farklı programlar çalıştırılarak analiz edilmesine olanak tanımaktadır.



Şekil 3.12 : Yüzey alanı ve gözenek dağılımı ölçüm cihazı.

3.2.11 Klimatize kabin

Deneyisel çalışmalarda Angelantoni CH250 E modelindeki program tekrarlama özelliği de bulunan güçlü hava sirkülasyonu ile çok iyi sıcaklık ve nem dağılımı ve kararlılığı sağlayan Şekil 3.13'teki iklimlendirme kabini kullanılmıştır.



Şekil 3.13 : Klimatize kabin.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu bölümde tez çalışmaları kapsamında gerçekleştirilen deneysel çalışmalar sunulmaktadır. İlk olarak VIP numunelerinin üretim adımları anlatılmıştır. Vakumlu yalıtım panellerinde sıklıkla kullanılan fumed silikaya alternatif olabilecek toz bazlı malzemelerin TGA, FTIR, SEM, EDS, yüzey alanı ölçüm cihazı (BET) gibi enstrümental analiz cihazları kullanılarak fiziksel ve kimyasal karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Ayrıca alternatif olarak öngörülen malzemelerle VIP numuneleri hazırlanarak ısı iletim katsayıları ölçülmüş ve elektron mikroskobu yardımı ile iç yapı daha iyi anlaşılmasına çalışılmıştır.

Önceki bölümlerde söz edildiği üzere, vakumlu panellerde vakumlanarak içerisindeki gazların boşaltılması sayesinde gaz taşınımından gelen iletim etkisi yok edilmeye çalışılmaktadır. Bu durumda paneli oluşturan çekirdek malzemesinden kaynaklanan katı iletim ısı yalıtım performansında öncelikli rol oynamaktadır. Çalışmalar boyunca silika esaslı toz malzeme kullanılarak farklı yoğunluklarda VIP numuneleri üretilmiş ve katı matrisin yoğunluğunun yalıtım performansına olan etkisi araştırılmıştır.

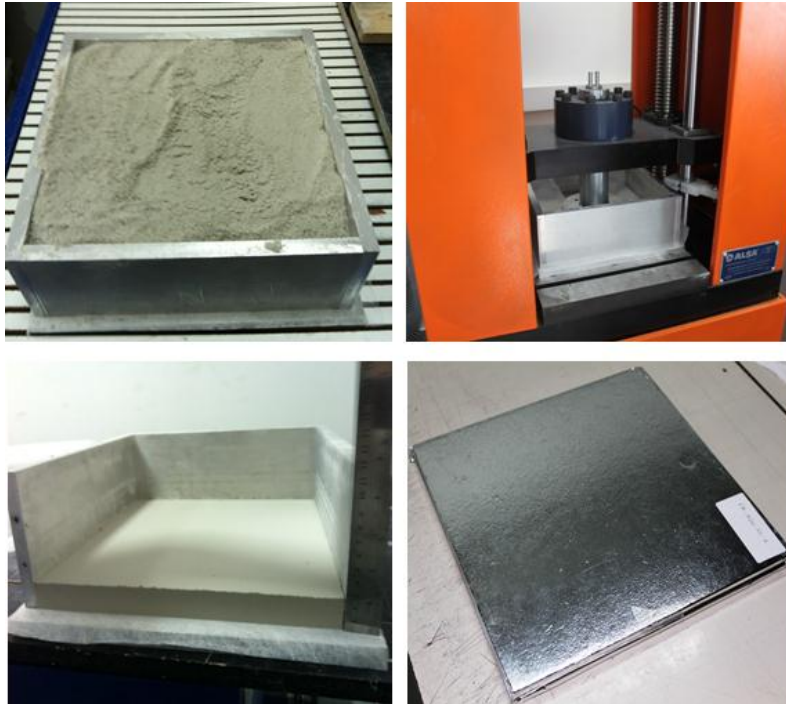
Açık gözenekli malzemelerde gözenekler içerisinde hareket eden akışkan taneciklerinin panel içerisindeki iç basınç seviyesine göre ısı iletimine olan etkileri değişebilmektedir. Farklı vakum seviyelerinde vakumlanan panellerin ısı iletim katsayıları ölçülerek kullanılan silika esaslı toz malzemeye özgü S-eğrisi'nin çıkarılması amaçlanmıştır.

Vakumlu yalıtım panellerinin ömürlerinin ne kadar sürede dolacağı halen çalışılan bir konudur. Panellerin iç basınç seviyeleri bariyer filminin geçirgenliğinden veya iç dolgu malzemesinin yapacağı gaz salınımından artabileceği gibi dış zarf filminin ısı yapıştırmasındaki bir kaynak hatasından da kaynaklanabilmektedir. Ancak çalışmalar boyunca ısı ve nem etkisiyle artan bariyer filminin nem ve hava geçirgenliği göz önünde bulundurulmuştur. Özellikle beyaz eşyalarda kullanılması planlanan VIP'lerin servis ömürlerinin tayini için klimatize kabinlerde hızlandırılmış

yaşlandırma test prosedürleri oluşturularak ısı iletim katsayılarındaki kötüleşme takip edilmiştir.

4.1 VİP Numuneleri Üretimi

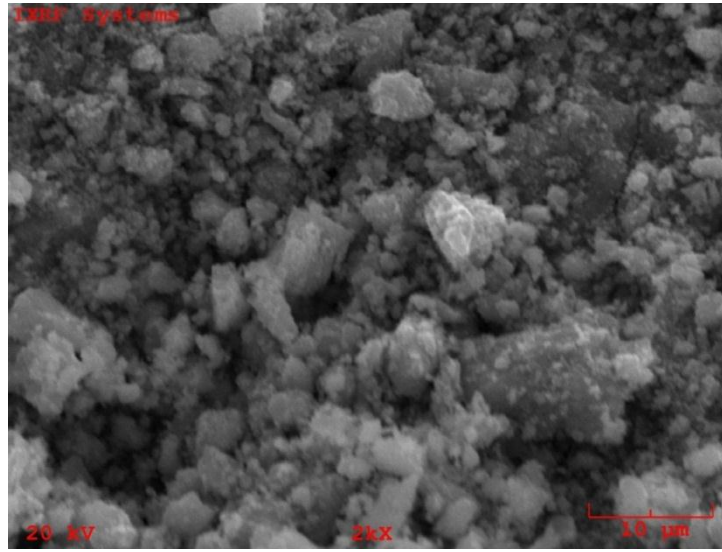
Numunelerin üretimi için öncelikle panellerin iç dolgusunu oluşturacak malzemeler tartılarak toz karıştırma mikserinde homojen bir karışım elde edilinceye kadar 90 rpm'lik mekanik, 2600 rpm'lik turbo karıştırıcı bıçaklarla karışım hazırlanır. Karışımında kullanılan toz malzemenin, liflerin ve opaklaştırıcı katkının tamamen homojen bir şekilde dağılması gerekmektedir. Elde edilen karışım 300x300 mm ebatlarındaki metal kalıba dökülerek istenilen form verilir ve elektromekanik preste istenen kalınlık değerine kadar preslenir. Bu kalınlık değerleri çalışmalar boyunca 15 ile 35 mm arasında değişmektedir. Preste kuvvet altında yaklaşık 5 dakika boyunca tutulan plakalar kurutma fırınına alınarak yaklaşık 140°C'de ağırlığı sabitleninceye kadar kurutularak absorbladığı nemden arındırılır. Yaklaşık 2,5 saatin sonunda fırından alınan plakalar daha önceden 3 tarafı ısıl yapıştırma ile kapatılan bariyer film zarflarına yerleştirilerek vakum cihazında istenen iç basınç değerine vakumlanmaktadır. Vakumlanma süresi, ayarlanan basınç değeri ve numunenin içerdiği nem oranına göre değişmekle beraber ortalama 2,5-5 dakika arasındadır. Şekil 4.1'de VİP numunelerinin üretim aşamaları gösterilmektedir.



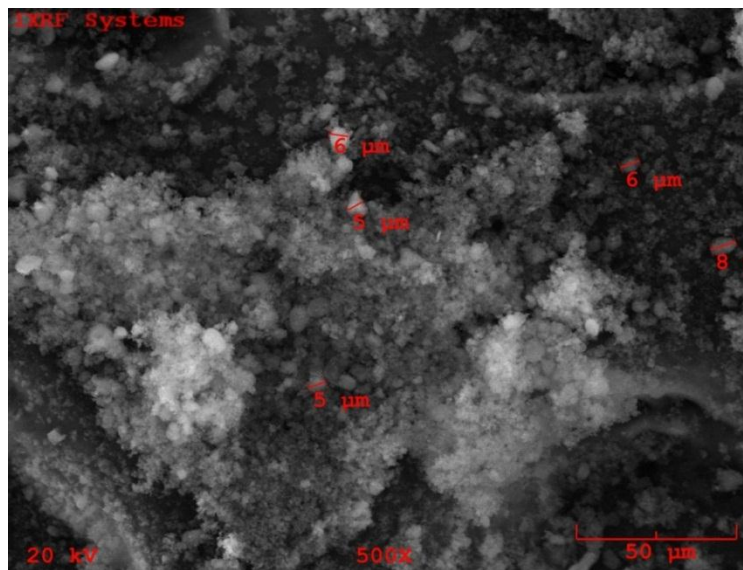
Şekil 4.1 : VİP numuneleri üretimi aşamaları.

4.2 Silika Esaslı Toz Malzeme ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu

VİP’lerde iç dolgu malzemesi olarak kullanılabilecek üstün özellikli bir diğer malzeme de silika esaslı diğer toz malzemelerdir. Tez çalışmalarında kullanılan numunenin genel morfolojik yapısının ve tanecik büyüklüğünün araştırılabilmesi için elektron mikroskobu 2000x ve 500x büyütme ile alınan görüntüler Şekil 4.2 ve 4.3’te görülmektedir. Elektron mikroskobu görüntülerinde aglomerasyonlar açıkça görülmekte olup aglomerasyonların büyüklüğü tam olarak anlaşılamasa da ortalama 5-10 μm olduğu tahmin edilmektedir.

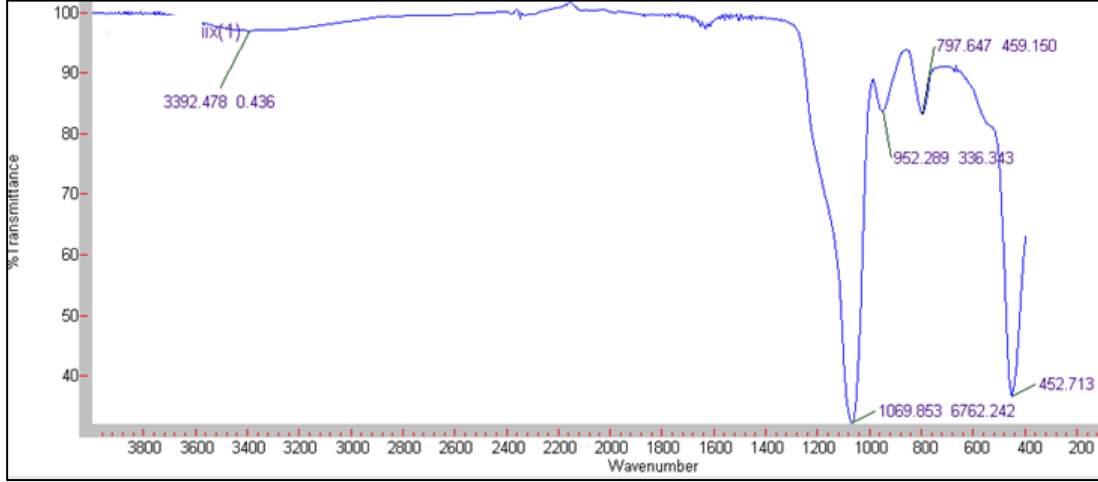


Şekil 4.2 : Silika esaslı toz malzeme SEM görüntüsü.



Şekil 4.3 : Silika esaslı toz malzeme SEM görüntüsü ve tanecik büyüklüğü.

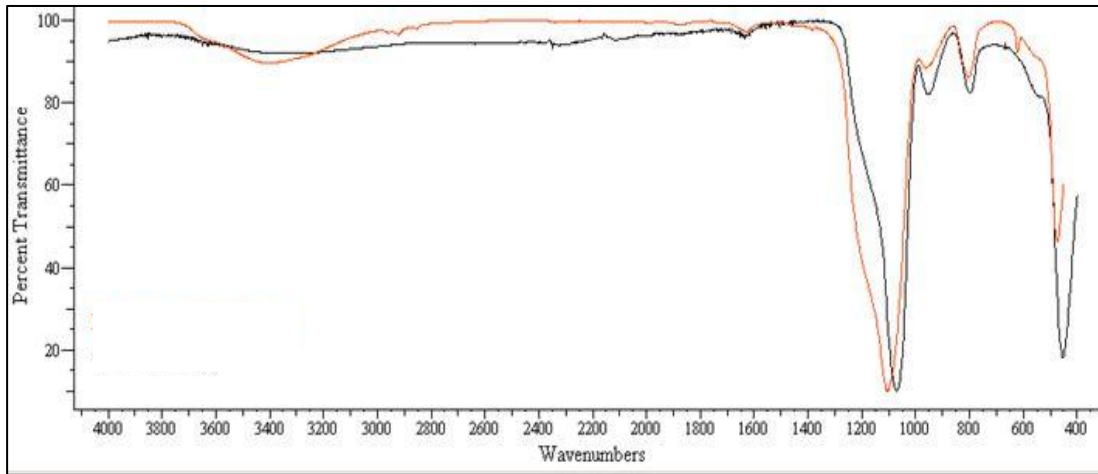
Silika esaslı toz malzeme numunesinin kimyasal karakterizasyonu için alınan FTIR spektrumu Şekil 4.4'te verilmiştir.



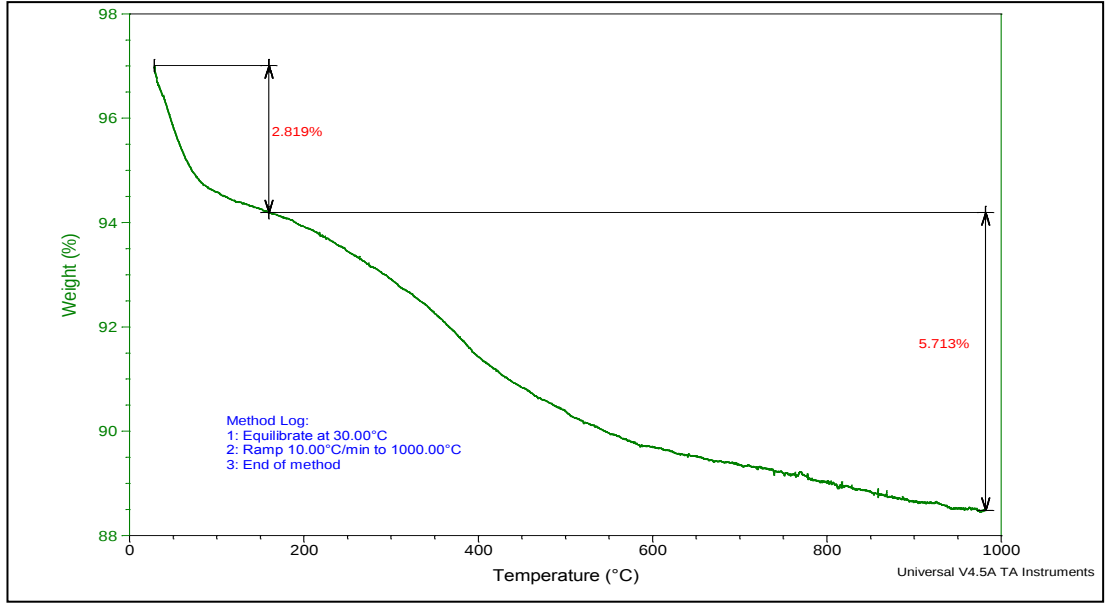
Şekil 4.4 : Silika esaslı toz malzeme FTIR spekturumu.

3392 cm^{-1} dalga boyunda görülen pik –OH bağlarının gerilmelerinin bir sonucudur ve malzeme tarafından adsorplanan nemden kaynaklanmaktadır. 1090-1010 cm^{-1} dalga boyu aralığındaki pik Si-O-Si siloksan zincirlerindeki bağların gerilmelerinden kaynaklanmaktadır [83]. 800 cm^{-1} bölgesindeki pikler numunedeki Si-O bağlarının esneme ve bükülmelerinin bir sonucudur. 475-405 cm^{-1} dalga boyunda görülen yüzde geçirgenlik değerleri ise asimetric Si-O-C titreşimlerinden ve plato dışı Si-O bağ titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [83,84].

Cihaz kütüphanesinden karşılaştırma yapıldığında Şekil 4.5'te görüldüğü gibi ticari olarak bulunan bir çökeltilmiş silika ile eşleşmiştir.



Şekil 4.5 : Silika esaslı toz malzeme kütüphane veritabanı karşılaştırması.



Şekil 4.6 : Silika esaslı toz malzeme TGA analizi.

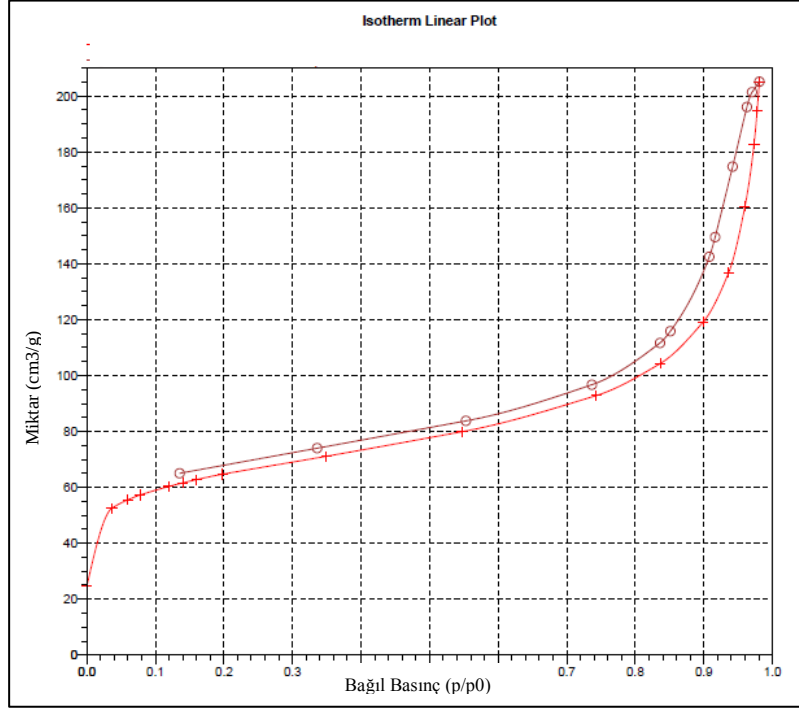
Silika esaslı toz malzeme numunesinin termal gravimetrik analizi dakikada 10°C’lik artış ile 1000°C’ye çıkılarak gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.6’da görülen termograma ve literatür bilgisine göre kütle kaybı 150 ile 180°C’de başlamakta ve gözenekli yapıdaki dehidroksilasyondan kaynaklanan kütle kaybı geniş bir aralık boyunca devam etmektedir [85].

Pek çok araştırmacının çalışması göstermektedir ki 120 ile 200°C arasında keskin görülen kayıp SiO₂ yüzeyine fiziksel olarak tutunmuş su moleküllerinden kaynaklanmaktadır ve kütledeki bu kayıp yaklaşık 300°C’ye kadar devam etmektedir. 650°C’den itibaren ise SiO₂ yüzeyine koordine bir şekilde bağlanmış H₂O moleküllerinin 62 kcal/mol’den daha fazla enerjiye sahip merkezlerle etkileşimi ile ayrılması gerçekleşmektedir [85].

Silika esaslı toz malzemenin yüzey alanı değerleri literatürden edinilen bilgiye göre 115-200 m²/g mertebelerinde olmaktadır [57,58]. Tez çalışmaları için temin edilen silika esaslı toz malzeme oldukça üstün özelliklere sahip bir silika türevi olup yüzey alanı değeri 227,92 m²/g, gözenek boyutu ise yaklaşık 52 nm’dir. Silika esaslı toz malzemeye ait BET izotermi Şekil 4.7’de görülmektedir.

Numunelerin yüzey alanı ve gözeneklilikleri Micromeritics ASAP 2420 analiz cihazı ile tayin edilmiştir. Relatif basınçlara (P_s/P₀) karşılık adsorblanan azot hacminin (V_{ad}) eşsıcaklık eğrileri (izoterm) BET metodu ile hesaplanarak yüzey alanı verileri

elde edilmiştir. Tipik bir BET adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi 0 ile 1 arasındaki relatif basınç değerlerinde üç segmente bölünerek incelenebilir.



Şekil 4.7 : Silika esaslı toz malzeme BET izotermi.

Başlangıçtaki içbükeylik azot gazının ilk olarak oldukça küçük boyutlardaki mikro gözenekleri (<20nm) doldurmasından kaynaklanmaktadır. İlerleyen düz platoda azotun numune yüzeyine çok katmanlı olarak adsorpsiyonundan kaynaklandığını söylemek mümkündür. İzoterm sonunda dış bükeylik mezo (2-50nm) ve makro (>50nm) boyuttaki gözeneklerin daha yüksek relatif basınçlarda dolmasının göstergesidir. BET metodu ile yüzey alanı belirlenmesinde 0,05 ile 0,3 aralığındaki relatif basınçlardaki düz bölgedeki veriler yeterli olmaktadır [86].

IUPAC sınıflandırmasına göre belirlenmiş izoterm tiplerine göre silika esaslı toz malzeme tip IV olarak bilinen, düşük bağıl basınçlarda tek tabakalı adsorpsiyon gerçekleşirken, daha yüksek bağıl basınçlarda çok katmanlı adsorpsiyonun gerçekleştiği izoterm tipi ile benzerlik göstermektedir. Bu tip izoterm gösteren malzemelerde yüksek bağıl basınçlarda görülen adsorpsiyon yüzeyde değil mezo gözeneklerde oluşmaktadır. Ayrıca bu tip katı parçacıklarda ‘kapiler yoğuşma’ nedeniyle mezo gözeneklerin dolması ve boşalması arasında izlenen yolun farklı olması sebebiyle ‘histerizis’ oluşumu gözlenmektedir [87].

Silika esaslı toz malzeme kullanılarak hazırlanan VİP numuneleri Çizelge 4.1’de görülen deney parametrelerine göre hazırlanmıştır.

İç dolgu malzemesi olarak panel mukavemetini arttırması için cam elyafı ve ısınım ile gerçekleşen ısı kaybını elimine etmesi için opaklaştırıcı olarak SiC kullanılmıştır. İç dolu malzemeleri belirli yüzdelerde karıştırılarak kalınlığı yaklaşık 25 mm paneller oluşturulmuştur. Çalışmalarda kullanılan cam elyafı Cam Elyaf San. A.Ş.’den, SiC ise SİLKA’den temin edilmiştir.

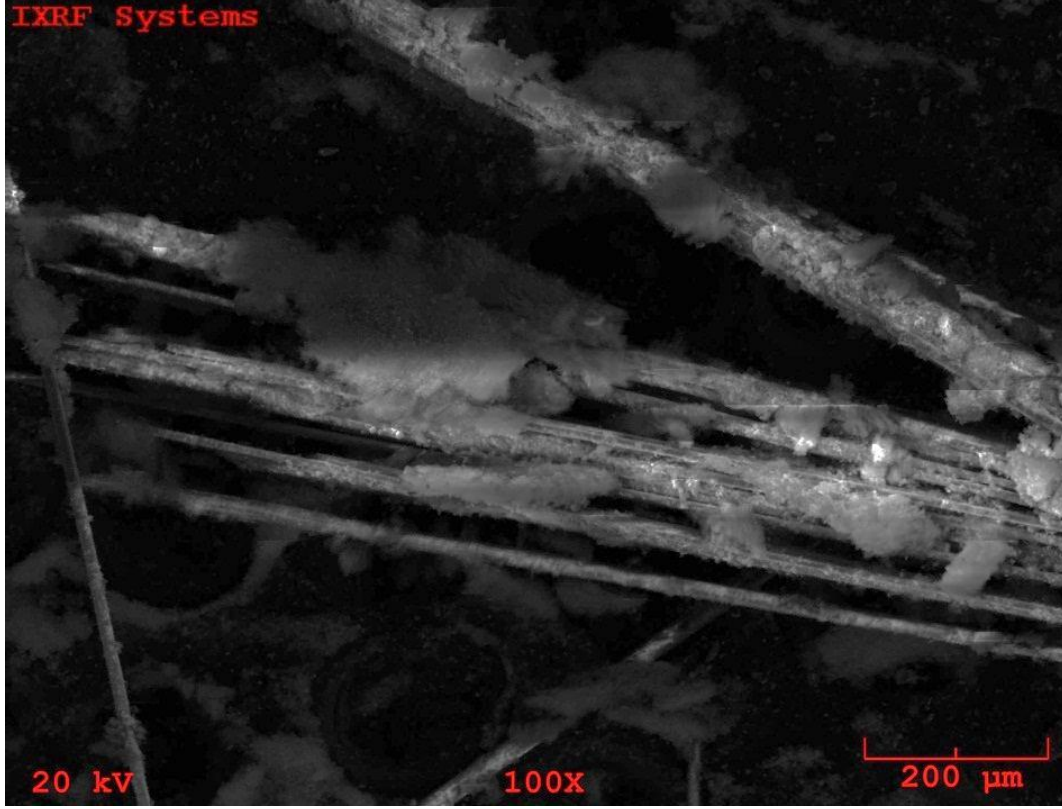
Çizelge 4.1: Silika Esaslı Toz Malzeme VİP’leri İçin Deney Parametreleri.

İç dolgu malzemesi	Karıştırma süresi	Kurutma süresi	Kurutma sıcaklığı	Presleme kuvveti	Presleme süresi	Vakum
Silika tozu	Homojen karışım elde edilinceye dek	~2-2,5 saat	120-140°C	~5-15 kN yük altında	5 dakika	0,2-0,5 mbar
Cam elyaf						
SiC						

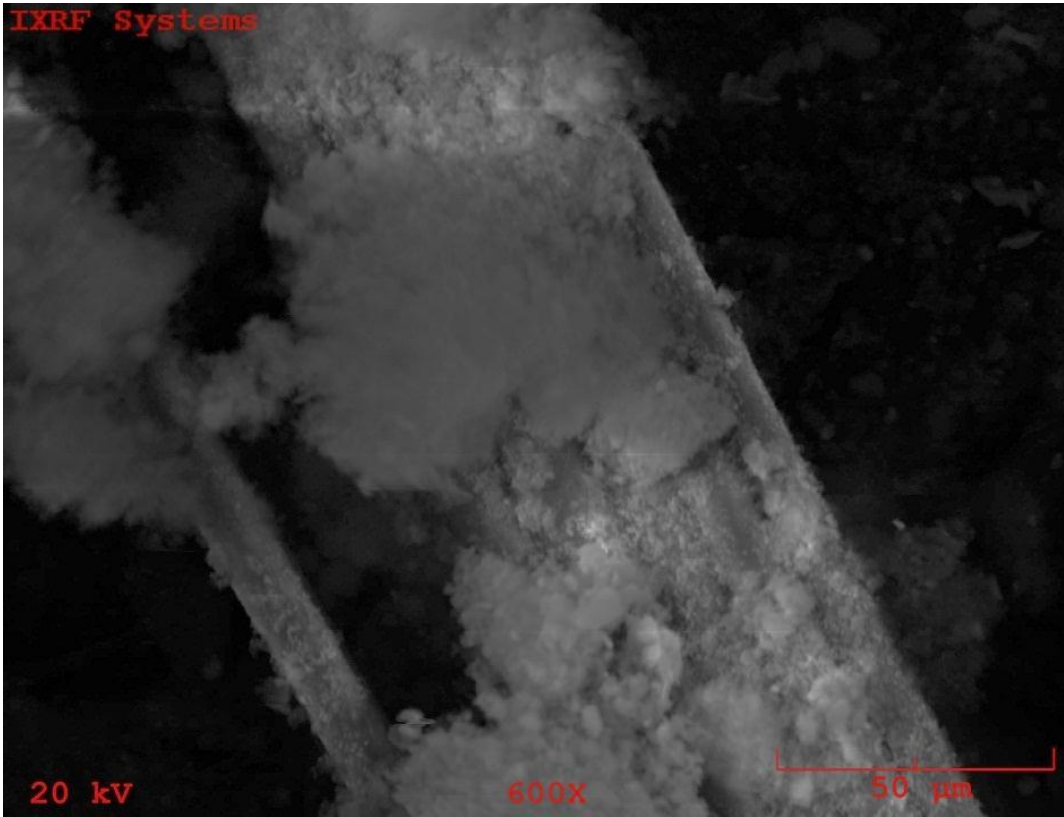
VİP numunelerinin vakumlanmadan önceki görüntüsü Şekil 4.8’de görülmektedir. Panel içerisinde silika ile liflerin etkileşiminin incelenmesi için alınan 100x ve 600x büyütmedeki SEM görüntüleri ise Şekil 4.9 ve Şekil 4.10’da verilmiştir. Elde edilen paneller oldukça mukavim, elle taşınıp vakumlanmaya uygun, üretilebilir panellerdir. Yüzeyleri oldukça pürüzsüz ve sert haldedir.



Şekil 4.8 : Silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan VİP’ler.



Şekil 4.9 : Silika esaslı toz ile hazırlanan VİP'lere ait SEM görüntüsü-1.



Şekil 4.10 : Silika esaslı toz ile hazırlanan VİP'lere ait SEM görüntüsü-2.

Çizelge 4.1’de verilen parametrelerle üretilen numunelerin ısı iletim katsayı ölçüm sonuçları Çizelge 4.2’de gösterilmektedir. Elde edilen en düşük ısı iletim katsayısı 4,38 mW/m.K olmuştur.

Çizelge 4.2. Silika Esaslı Toz VİP’lerinin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları.

Numune no.	Isı iletim katsayısı (mW/m.K)		
	1.ölçüm	2.ölçüm	3.ölçüm
1. NUMUNE	4,39	4,39	4,38
2. NUMUNE	4,58	4,61	4,57
3. NUMUNE	4,46	4,45	4,46
4. NUMUNE	4,45	4,45	4,43
5. NUMUNE	4,43	4,43	4,42

4.3 Pirinç Kabuğu Külü ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu

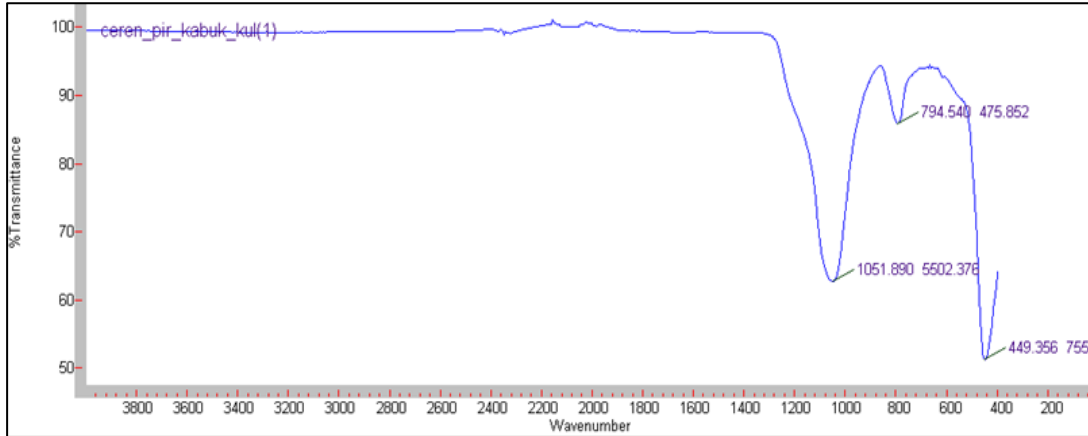
Vakum izolasyon panellerinde iç dolgu olarak kullanılacak malzemelerin sahip olması gereken özellikler önceki bölümlerde anlatıldığı gibi, vakuma olanak vermesi ve katı iletimini engellemesi amacıyla gözenekli malzemelerdir. Ayrıca düşük yoğunluklu ve küçük gözenek çapına sahip olmaları beklenir. Literatürden edinilen bilgiler ışığında pirinç kabuğu küllerinin yüksek silika oranına sahip ve düşük yoğunluklu malzemeler olması vakumlu yalıtım panellerinde alternatif olarak kullanılabileceğini düşündürmüş ve tez çalışmaları kapsamında temin edilen pirinç kabuklarından elde edilen küllerin kimyasal ve fiziksel karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Ayrıca belirli oranlarda iç dolgu malzemesine katılarak VİP numuneleri üretilmiştir.

Pirinç kabukları Eskişehir’de bulunan Erdoğanlar Gıda A.Ş.’den temin edilmiştir. Distile su ile yıkanıp kurutulan kabuklar, literatür araştırmalarında uygun olduğu belirlenen 600°C’de dakikada 10°C’lik artışla 6 saat boyunca Şekil 4.8’de görüldüğü gibi leylak rengi ile gri karışımı bir renk alıncaya kadar yüksek sıcaklık kül fırınında yakılmıştır. Elde edilen küller daha sonra oda sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır.



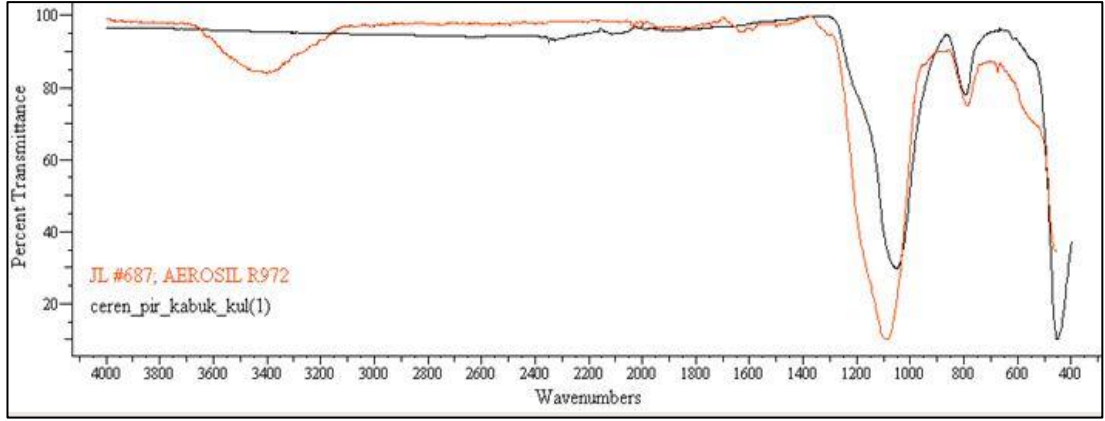
Şekil 4.11 : Kül haline gelen pirinç kabuklarının görüntüsü.

Pirinç kabuklarının yakılması ile elde edilen küllerin kimyasal karakterizasyonu için FTIR analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.9’da küllere ait FTIR spekturmu görülmektedir.



Şekil 4.12 : Pirinç kabuğu küllerine ait FTIR spektrumu.

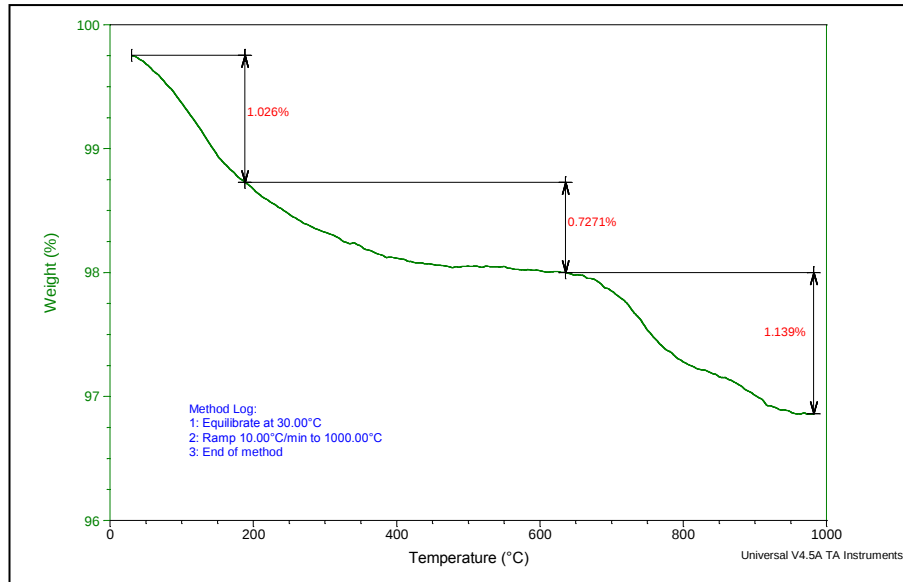
1090-1010 cm^{-1} dalga boyu aralığındaki pik Si-O-Si siloksan zincirlerindeki bağların gerilmelerinden kaynaklanmaktadır [83]. 800 cm^{-1} bölgesindeki pikler numunedeki Si-O bağlarının esneme ve bükülmelerinin bir sonucudur. 475-405 cm^{-1} dalga boyunda görülen yüzde geçirgenlik değerleri ise asimetric Si-O-C titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [83,84]. FTIR cihazının numune kütüphanesinden bakıldığında Şekil 4.10’da görüldüğü gibi ‘Aerosil’ ticari isimli bir fumed silika ile benzerlik göstermesi pirinç kabuğu küllerinin silika yapısında olduğunu ve silis bağları içerdiğini kanıtlamaktadır.



Şekil 4.13 : Pirinç kabuğu kül spektrumu veritabanı karşılaştırması.

Yaklaşık 3500 cm^{-1} dalga boyunda görülen pik –OH bağlarının gerilmelerinin bir sonucudur ve malzeme tarafından adsorplanan nemden kaynaklanmaktadır. Ticari olan silikada bulunan neme ait bu pike, yakılmış küllerde rastlanmamıştır. Kabuk küllerinin higroskopik olarak ‘Aerosil’ silikasıdan daha düşük performanslı olduğu söylenebilir.

Pirinç kabuğu küllerinin $10^\circ\text{C}/\text{dak}$ ile 1000°C 'ye kadar çıkılarak gerçekleştirilen TGA analizi Şekil 4.14'te verilmiştir.

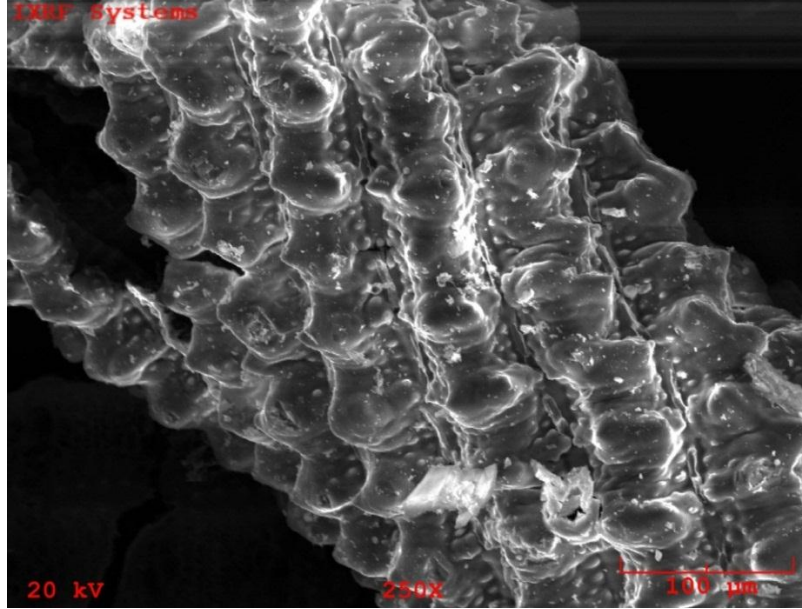


Şekil 4.14 : Pirinç kabuğu külünün TGA analizi.

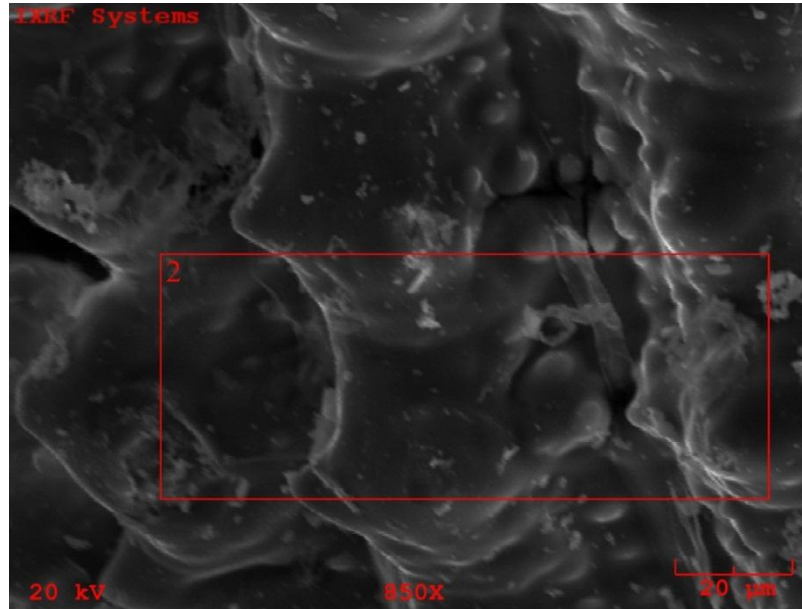
Elde edilen termogramdan da görülebileceği gibi yaklaşık $180\text{--}200^\circ\text{C}$ ile 600°C arasındaki kütle kaybının yapıda bulunan polisakkaritlerin dehidratasyonundan kaynaklandığı söylenebilmektedir. 600°C sonrasında görülen eğimin yapıda

bulunabilecek tridimit¹ ve kristobalitlerin kristalizasyonundan kaynaklandığı literatürde belirtilmiştir [88].

Elde edilen küllerin genel yapısının analizi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinden faydalanılmıştır. Şekil 4.15 ve 4.16’da pirinç kabuğu küllerine ait SEM görüntüsü verilmektedir.



Şekil 4.15 : Kül haline gelen pirinç kabuklarının görüntüsü-1.



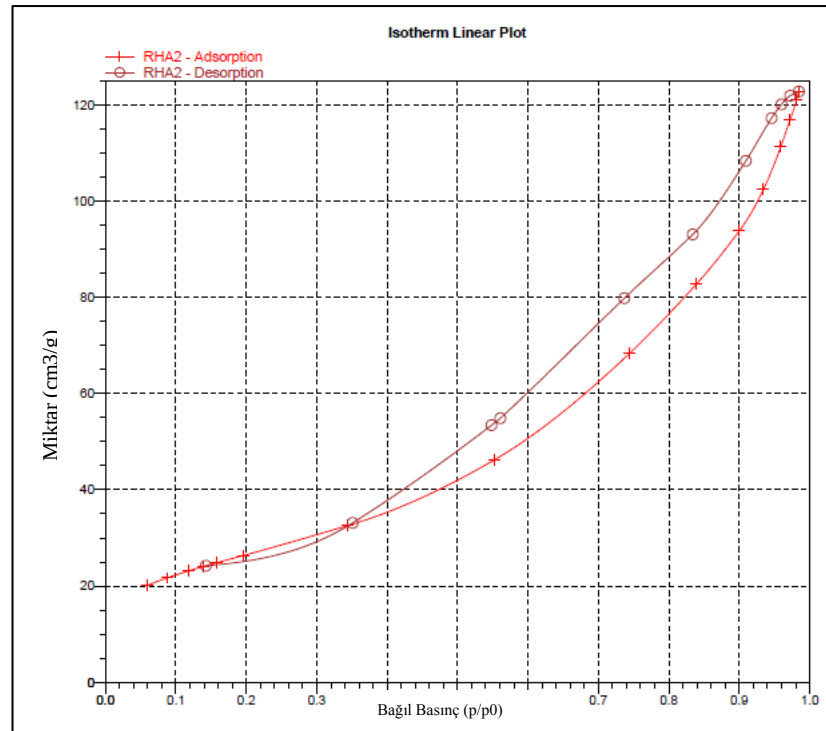
Şekil 4.16 : Kül haline gelen pirinç kabuklarının görüntüsü-2.

¹ Tridimit ve kristobalit: Silikanın yüksek sıcaklıkta kalsine edilmesiyle oluşan yüksek saflıkta ve beyazlıkta kimyasal inert ürünlerdir.

Pirinç kabuklarının %55-60'ının hidratlı silika, selüloz ve hemi selüloz; %22'sinin ise lignin olduğu bilinmektedir [89]. Fırın içerisinde 250-300°C'ye kadar ısınan kabukların 300-400°C'den itibaren yanmaya başladığı ve bu sıcaklık değerinden itibaren stabil bir halde yanmaya devam ettiği görülmüştür. SEM mikrograflarında görülmekte olan çöküntülerin ve küçük gözeneklerin 250-400°C arasında gerçekleşen hızlı termal bozunmadan dolayı yüzeyden uzaklaşan organik uçuculardan kaynaklandığı söylenilebilir. Tomurcuk şeklindeki çıkıntılar ise buharlaşma sırasında silikaların o bölgelerde tıkanmış olmasından kaynaklanmaktadır.

Numunelerin yüzey alanı ve gözeneklilikleri Micromeritics ASAP 2420 analiz cihazı ile tayin edilmiştir. Silika esaslı toz malzeme örneğinde olduğu gibi IUPAC sınıflandırmasına göre belirlenmiş izoterm tiplerine göre pirinç kabuğu külleri tip IV olarak bilinen, düşük bağıl basınçlarda tek tabakalı adsorpsiyon gerçekleşirken, daha yüksek bağıl basınçlarda çok katmanlı adsorbsiyonun gerçekleştiği izoterm tipi ile benzerlik göstermektedir. Bu izoterm Şekil 4.17'de verilmektedir.

Yüzey alanı ve gözeneklilik ölçüm cihazının BET metodu ile yüzey alanı ve gözenek boyutu hesaplamaları sonuçlarına göre pirinç kabuğu küllerinin BET yüzey alanı 96,28 m²/g olup gözenek boyutu ortalama 69 nm'dir.



Şekil 4.17 : Pirinç kabuğu küllerine ait BET adsorbsiyon izotermi.

Bu sonuçlardan da anlaşılacağı gibi küllerin genel olarak mezo ve makro boyutlarda gözeneklere sahip olduğu söylenebilmektedir. Ayrıca yüzey alanının gözeneklilikle doğru orantılı olduğu kabul edildiğinde pirinç kabuğu küllerinin panelin vakumlanmasına olanak verecek gözeneklere sahip olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca firmadan temin edilen pirinç kabuklarının yakılmadan da yüzey alanı ölçümleri gerçekleştirilmiş ancak sonuç alınamamıştır. Bu durum da ısı etkisi ile buharlaşan uçucu organiklerin oluşturduğu boşluklu yapıların ve silikanın oluşturduğu iskelet yapının bir kanıtı niteliğindedir.

Pirinç kabuğu küllerinin katkı olarak belirli yüzdelerde kullanılması ile hazırlanan VIP'lerin üretim parametreleri Çizelge 4.1'de verildiği gibidir. Üretilen VIP numunelerinin vakumlanmadan önceki genel görüntüsü ise Şekil 4.18'de verilmektedir. Görüldüğü gibi yüzeyde herhangi bir kırılma yada çatlama bulunmamakla beraber, panel mukavemeti silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan VIP'lere kıyasla daha iyi durumdadır.



Şekil 4.18 : Pirinç kabuğu külü ile hazırlanan numunelerin görüntüsü.

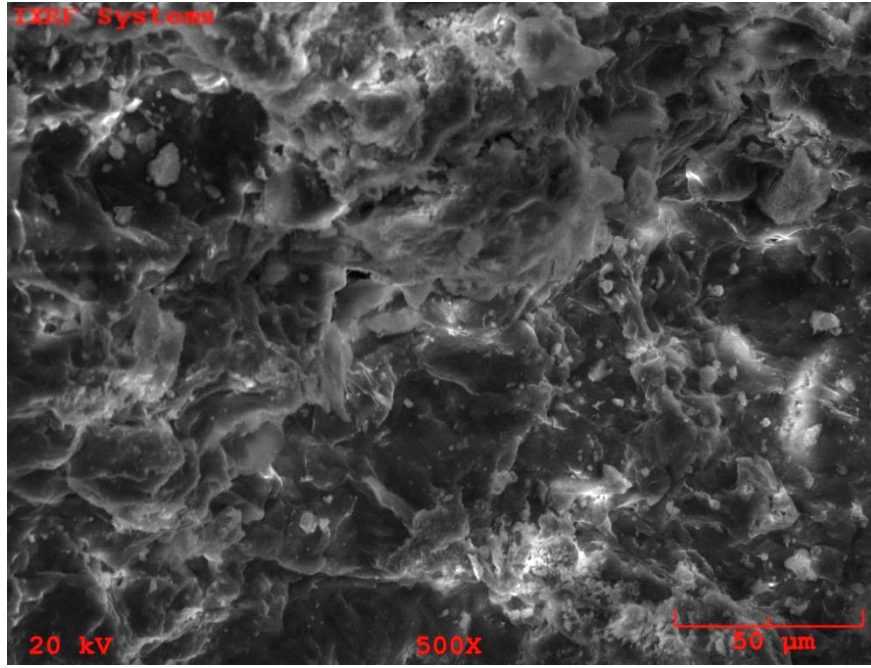
Pirinç kabuğu külleri ile üretilen numunelerin ısı iletim katsayı ölçüm sonuçları Çizelge 4.3'te gösterilmektedir. Kül eldesinin uzun ve zor bir proses olması sebebi ile mevcut sürede bir adet numune üretilenmiştir.

Çizelge 4.3. Pirinç Kabuğu Külü VIP'lerinin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları.

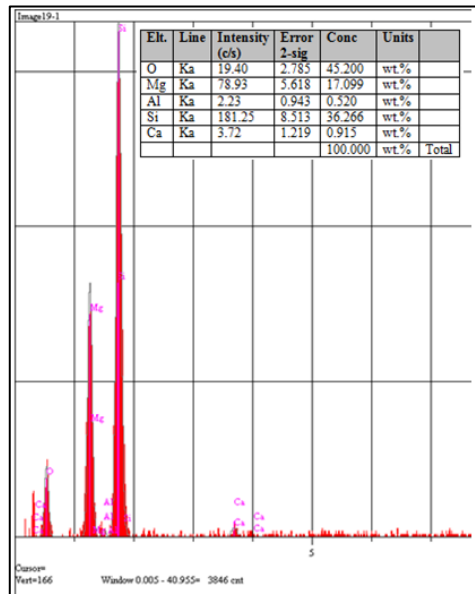
Numune no.	Isı iletim katsayısı (mW/m.K)		
	1.ölçüm	2.ölçüm	3.ölçüm
1. NUMUNE	5,39	5,39	5,38

4.4 Sepiyolit ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu

Literatürden edinilen bilgiler ışığında özel modifikasyonlarla $300\text{m}^2/\text{g}$ 'ı bulan yüzey alanı ve %60 mertebelerindeki silika oranı ile sepiyolit mineralinin toz halinin VİP'ler için alternatif dolgu malzemeleri olabileceği düşünülmüştür. Çalışmalarda kullanılan sepiyolit minerali Eskişehir'deki Sakarya Madencilik'ten temin edilmiştir. Temin edilen sepiyolitın yapısal analizi için elektron mikroskobu kullanılmıştır ve Şekil 4.19'da görüldüğü gibi 500x büyütmede görüntüsü alınmıştır.

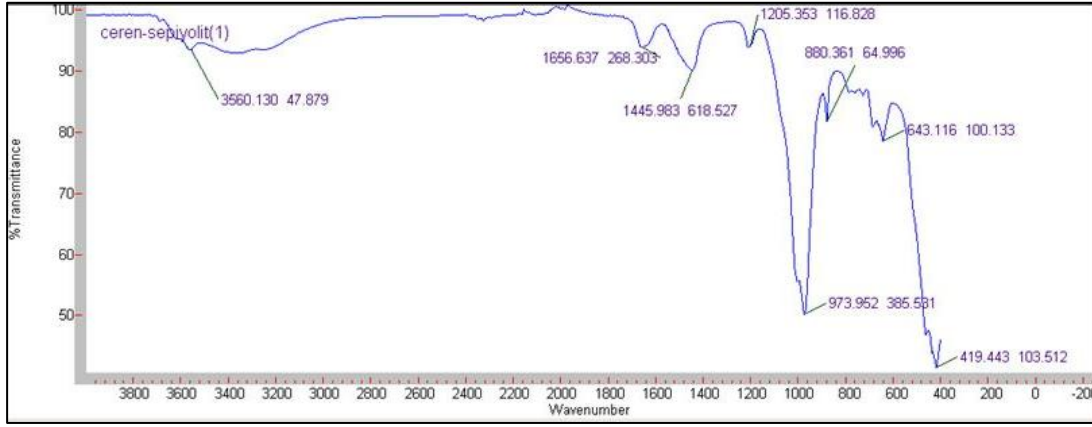


Şekil 4.19 : Sepiyolit SEM görüntüsü.



Şekil 4.20 : Sepiyolite ait EDS analizi.

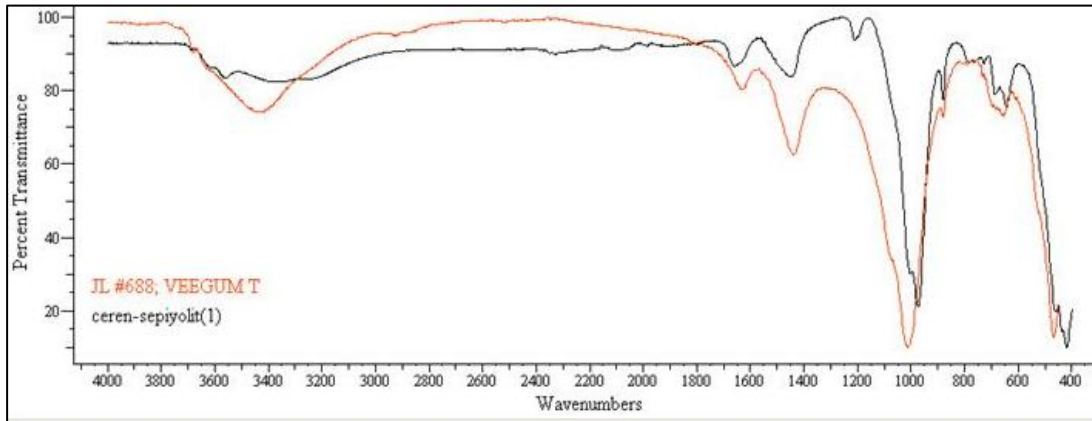
Şekil 4.20’de görüldüğü üzere, SEM numunesi üzerinden alınan EDS analizinde sepiyolit kilinin yapısında ağırlıkla magnezyum ve silisyum, ayrıca kalsiyum ve alüminyumun bulunduğu gösterilmiştir.



Şekil 4.21 : Sepiyolite ait FTIR spektrumu.

Şekil 4.21’de verilen FTIR spektrumunda 800 cm^{-1} bölgesindeki pikler numunedeki Si-O bağlarının esneme ve bükülmelerinin bir sonucudur. $475\text{-}405\text{ cm}^{-1}$ dalga boyunda görülen yüzde geçirgenlik değerleri ise asimetric Si-O-C titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [83,84]. FTIR cihazının numune kütüphanesinden bakıldığında Şekil 4.22’de görüldüğü gibi ‘Veegum’ ticari isimli bir magnezyum-alümina silikat ile benzerlik göstermesi sepiyolitın silika yapısında olduğunu ve silis bağları içerdiğini kanıtlamaktadır.

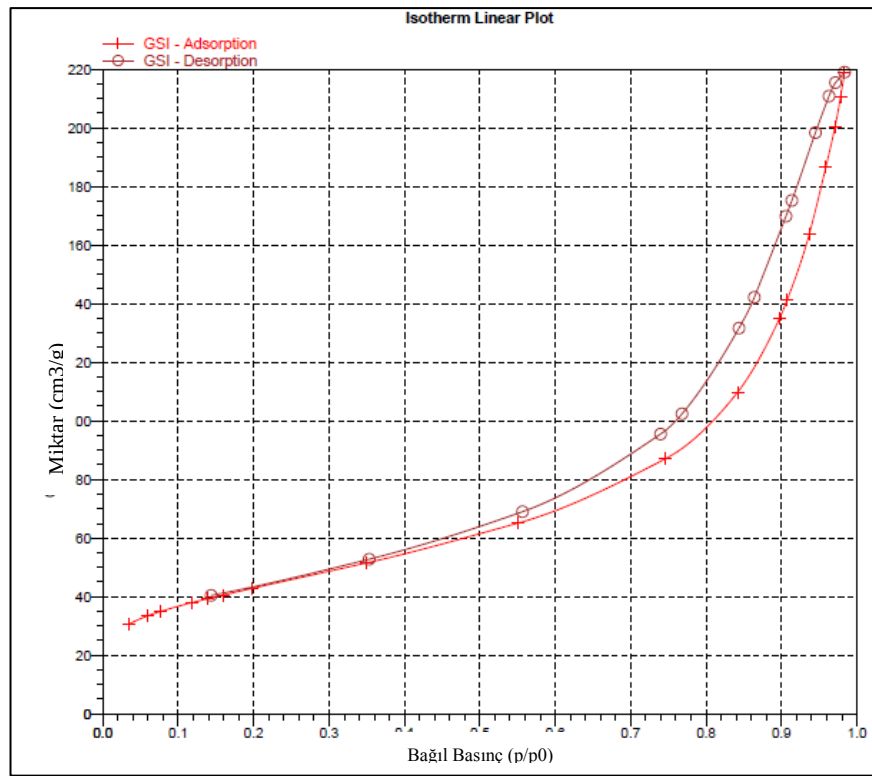
Yaklaşık 3500 cm^{-1} dalga boyunda görülen pik –OH bağlarının gerilmelerinin bir sonucudur ve malzeme tarafından adsorplanan nemden kaynaklanmaktadır. Ticari olan silikatta bulunan neme ait bu pike, sepiyolit numunesinde rastlanmamıştır. Bunun sebebinin numunelerin analizler öncesinde kurutulması olduğu söylenebilir.



Şekil 4.22 : Sepiyolit FTIR spektrumu ve veritabanı karşılaştırması.

Sepiyolit numunelerinin yüzey alanı ve gözeneklilikleri Micromeritics ASAP 2420 analiz cihazı ile tayin edilmiştir. Şekil 4.23'te izotermi görülmekte olan sepiyolit, IUPAC sınıflandırmasına göre belirlenmiş izoterm tiplerine göre tip IV olarak bilinen, düşük bağıl basınçlarda tek tabakalı adsorpsiyon gerçekleşirken, daha yüksek bağıl basınçlarda çok katmanlı adsorbsiyonun gerçekleştiği izoterm tipi ile benzerlik göstermektedir.

Yüzey alanı ve gözeneklilik ölçüm cihazının BET metodu ile yüzey alanı ve gözenek boyutu hesaplamaları sonuçlarına göre sepiyolitın BET yüzey alanı 154,07 m²/g olup gözenek boyutu ortalama 85 nm'dir.



Şekil 4.23 : Sepiyolite ait BET adsorbsiyon izotermi.

Belirli oranlarda sepiyolit kullanılarak, cam elyafı ve SiC katkısı ile hazırlanan VİP numunelerinin deney parametreleri Çizelge 4.1'de verildiği gibi silika esaslı toz malzemeli VİP'ler ile aynıdır. Hazırlanan VİP numunelerinin ısı iletim katsayısı ölçüm sonuçları Çizelge 4.4'te verilmektedir.

İç dolgu malzemesi olarak sepiyolit kullanılarak hazırlanan VİP numunelerinin vakumlanmadan önceki görüntüsü Şekil 4.24'te görülmektedir. Herhangi bir çatlama ya da mukavemette kötüleşme gözlenmemiş olup, sadece sepiyolit kilinin kendi renginden kaynaklanan bir renk değişimi meydana gelmiştir.



Şekil 4.24 : Sepiyolit ile hazırlanan VİP numunesi.

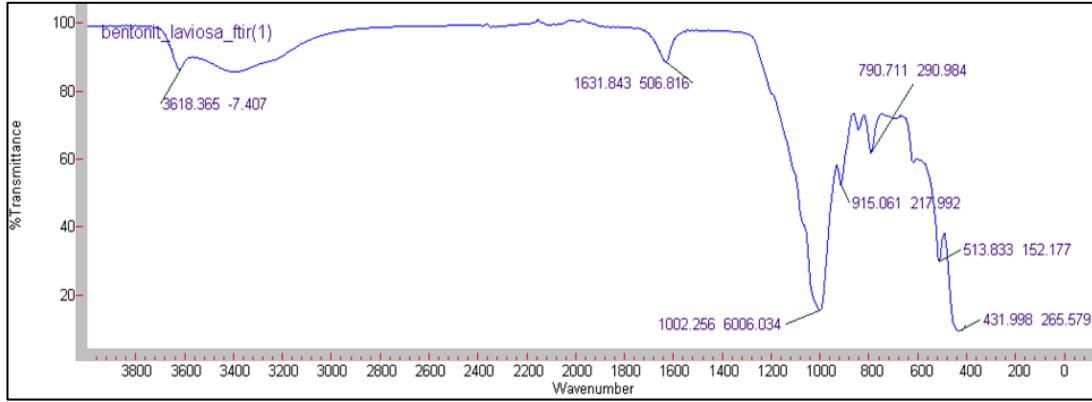
Çizelge 4.4. Sepiyolit İle Hazırlanan VİP’lerin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları.

Numune no.	Isı iletim katsayısı (mW/m.K)		
	1.ölçüm	2.ölçüm	3.ölçüm
1. NUMUNE	5,72	5,78	5,74
2. NUMUNE	5,82	5,88	5,82
3. NUMUNE	5,71	5,75	5,82

4.5 Bentonit ile VİP Çalışmaları ve Karakterizasyonu

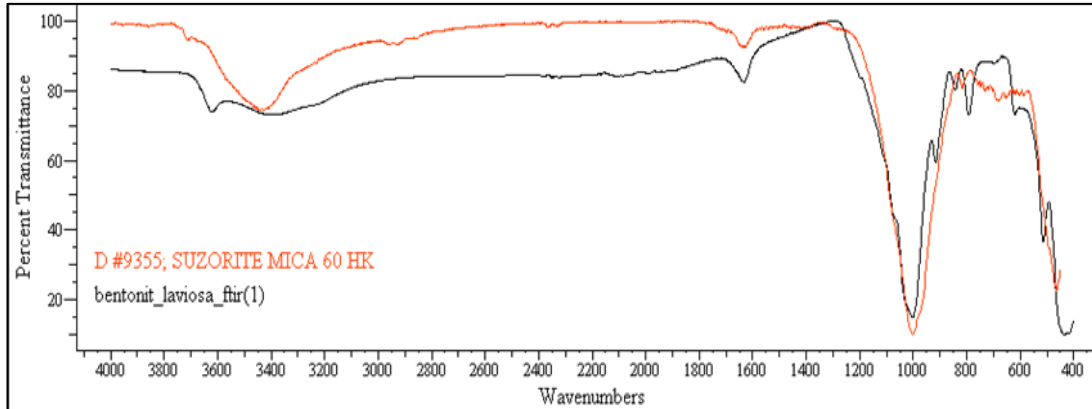
Yüksek silika oranı ve nispeten düşük yoğunluğu ile alternatif olabileceği düşünülen bentonit minerali Ordu Fatsa’daki Laviosa firmasından temin edilmiştir. Kullanılacak bentonitin kimyasal karakterizasyonu için FTIR analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.25’de numuneye ait FTIR spekturmu görülmektedir. 3618 cm^{-1} dalga boyunda görülen pik yapısal hidroksil gruplarının gerilmelerinden kaynaklanmaktadır. 1631 cm^{-1} dalga boyunda görülen pik ise yapıda bulunan H_2O moleküllerinin bükülmelerinin bir sonucudur[90]. $1090\text{-}1010\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığındaki pik Si-O-Si siloksan zincirlerindeki bağların gerilmelerinden kaynaklanmaktadır [84].

790 cm^{-1} dalga boyunda ise Si-O gerilmelerinden kaynaklı pik görülmektedir. 513-525 cm^{-1} dalga boyu aralığındaki pikler bentonit yapısındaki Al-O-Si bükülmelerinden kaynaklanmaktadır[90].



Şekil 4.25 : Bentonite ait FTIR spektrumu.

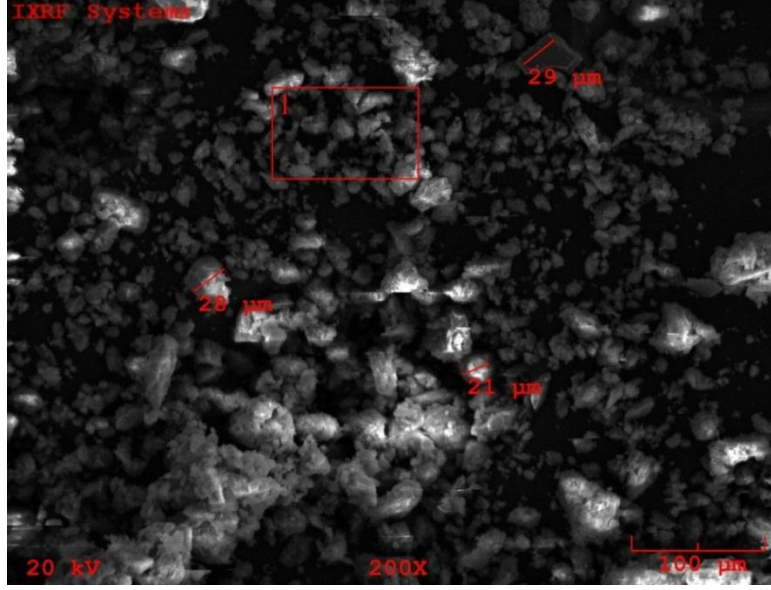
FTIR cihazının numune kütüphanesinden bakıldığında Şekil 4.26’da görüldüğü gibi ‘Suzorite Mica’ ticari isimli bir filosilikat (tabakalı silikat) ile benzerlik göstermesi sepiyolitın silika yapısında olduğunu ve silis bağları içerdiğini kanıtlamaktadır.



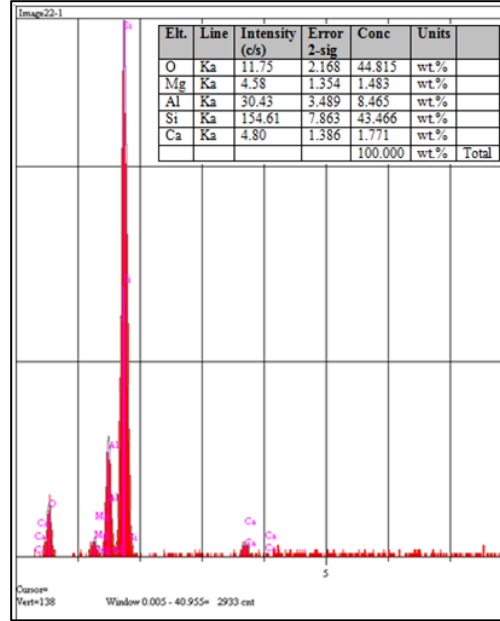
Şekil 4.26 : Bentonit FTIR spektrumu ve veritabanı karşılaştırması.

Bentonit numunesinin fiziksel karakterizasyonu için farklı büyütmelerde SEM görüntüleri alınmıştır. Şekil 4.27’de 200x büyütmedeki SEM görüntüsü verilmektedir. Burada da görülebileceği gibi bentonit, 20-30 μm boyutlarında değişen tanecikler içermektedir.

İşaretlenen bölgeden elemental analiz için EDS yapılmıştır. Şekil 4.28’de verilen EDS analiz sonuçları farklı oranlarda silisyum, kalsiyum, alüminyum ve magnezyum içerdiğini göstermektedir.

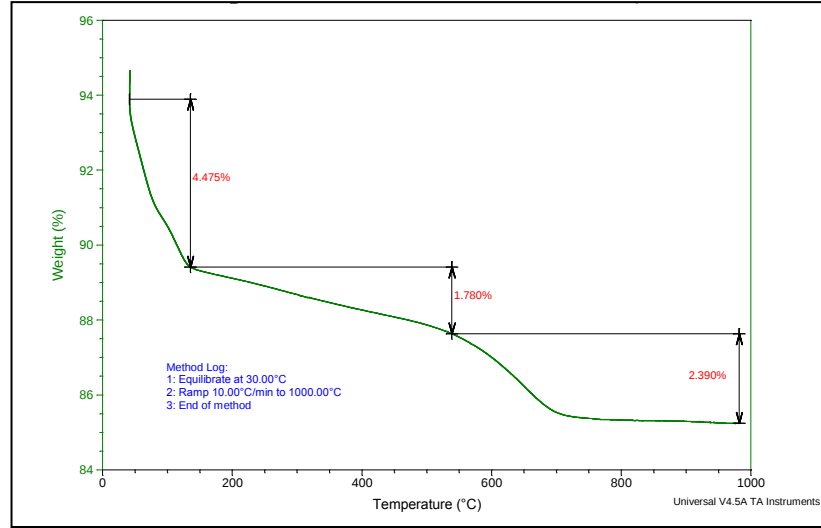


Şekil 4.27 : Bentonite ait SEM görüntüsü.



Şekil 4.28 : Bentonite ait EDS analizi.

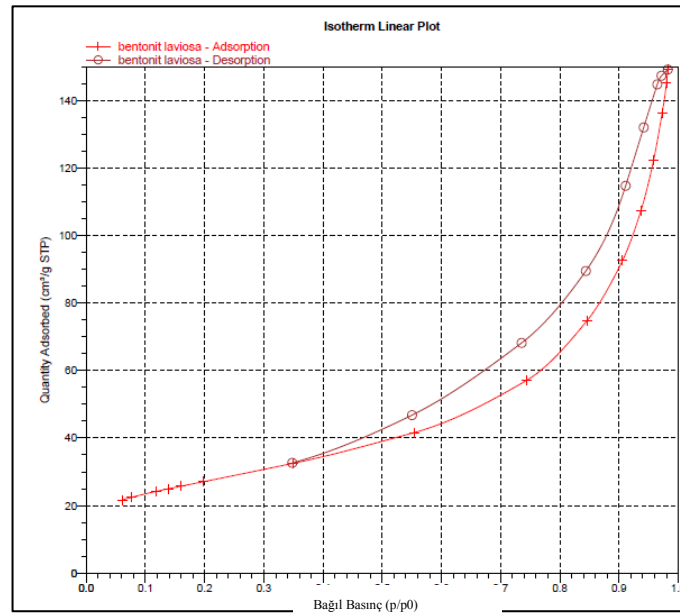
Termal gravimetrik analizi gerçekleştirilen bentonit numunelerinin termogramları Şekil 4.29’da görülmektedir. 150°C’ye kadar olan aralıkta görülen kütle kaybı numunenin içerdiği nemin evaporasyonundan ve bentonite kimyasal olarak bağlanan ‘kristal’ haldeki suyun uçmasından kaynaklanmaktadır. 500°C’ye yaklaşan aralıktaki kütle kaybının sebebi ise bentonit kilinin içerdiği organik bileşiklerin dekompozisyonudur. Yaklaşık 700°C’de görülen kütle kaybı ise numunenin ana kil malzemesinin bozunmasından ve mineral yapıya bağlı haldeki suyun evaporasyonundan kaynaklanmaktadır [91].



Şekil 4.29 : Bentonit TGA analizi.

Bentonit numunelerinin yüzey alanı ve gözeneklilikleri Micromeritics ASAP 2420 analiz cihazı ile tayin edilmiştir. Şekil 4.30’da izotermi görülmekte olan bentonit, IUPAC sınıflandırmasına göre belirlenmiş izoterm tiplerine göre tip IV olarak bilinen ve malzemenin mezo gözenekli olduğu hakkında bilgi veren izoterm tipi ile benzerlik göstermektedir.

Yüzey alanı ve gözeneklilik ölçüm cihazının BET metodu ile yüzey alanı ve gözenek boyutu hesaplamaları sonuçlarına göre bentonitin BET yüzey alanı 96,95 m²/g olup gözenek boyutu ortalama 92 nm’dir.



Şekil 4.30 : Bentonite ait BET adsorbsiyon izotermi

İç dolgu malzemesi olarak farklı yüzdelerde bentonite kili kullanılarak hazırlanan vakum izolasyon paneli numunelerinin vakumlanmadan önceki görüntüsü Şekil 4.31’de görülmektedir. Herhangi bir çatlama ya da mukavemette kötüleşme gözlenmemiştir.

Belirli oranlarda bentonit kullanılarak hazırlanan VIP numunelerinin deney parametreleri Çizelge 4.1’de verilen silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan vakum izolasyon panellerinin üretim parametreleri ile aynıdır. Hazırlanan VIP numunelerinin ısı iletim katsayısı ölçüm sonuçları Çizelge 4.5’te verilmektedir.



Şekil 4.31 : Bentonit ile hazırlanan VIP numunesi.

Çizelge 4.5. Bentonit İle Hazırlanan VIP’lerin Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları.

Numune no.	Isı iletim katsayısı (mW/m.K)		
	1.ölçüm	2.ölçüm	3.ölçüm
1.NUMUNE	4,79	4,81	4,79
2.NUMUNE	5,01	5,01	4,92
3.NUMUNE	4,77	4,79	4,81

4.6 Yoğunluk ile Isı İletim Katsayısı Değişimi

Vakumlu yalıtım panellerinde ortamdaki gazların vakumlanması sonucu olarak ısı iletimi esas olarak katısal iletim ve ışıma yoluyla olmaktadır. Katı iletimi iç dolgu malzemesinin iskeletinde, birbiri ile fiziksel temas halinde bulunan taneciklerin üzerinden gerçekleşmektedir. Katı iletiminin ölçüsü, malzeme yapısına, yoğunluğuna ve etki eden dış basınca bağlıdır.

Daha önce Eşitlik 1.26'da verildiği gibi katı iletimi, düşük yoğunluklu iç dolgu malzemeleri için daha düşüktür [55].

$$\lambda_k = \rho^\alpha \quad (1.26)$$

Panel yoğunluklarının ısı iletim performansı üzerindeki etkisini incelemek amacı ile 190 g/L ile 370 g/L aralığında değişen farklı yoğunluk değerlerine sahip VIP numuneleri hazırlanmıştır. Her yoğunluk değeri etrafında 3'er set deneme paneli yapılarak her panel üzerinden de ısı iletim katsayısı ölçümleri 3'er kez tekrar edilmiştir.

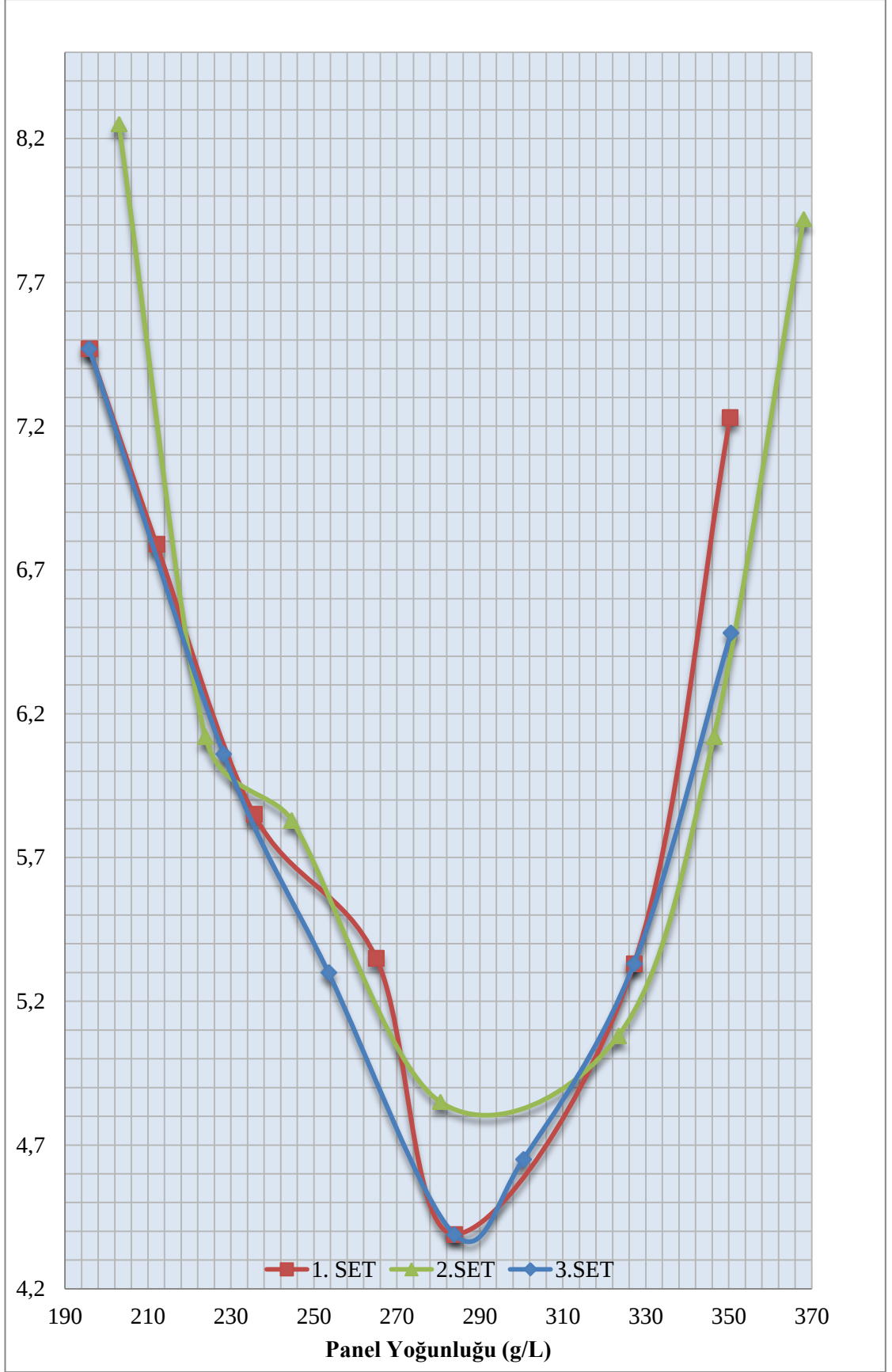
Vakum izolasyon panelleri'nin sınır yoğunluk değerleri belirlenirken üretilebilirlik esas alınmıştır. Elle taşınabilen ve nispeten mukavim sayılabilecek VIP'ler için en düşük yoğunluk değeri 190g/L olarak belirlenmiştir. Preslenerek şekil verilen Vakum izolasyon panelleri'nde kırılmadan, uygulanan yüksek kuvvete dayanabilecek maksimum yoğunluk değeri ise 370 g/L olarak belirlenmiştir. VIP'ler üretilirken miktar 530g olarak belirlenmiş ve sabit tutulmuştur. Eşit en ve boya sahip panellerin presteki basma oranları ayarlanarak yükseklikleri değiştirilmiş ve farklı yoğunluktaki paneller bu yöntemle üretilmiştir.

Ölçüm alınan tüm VIP'ler 300x300 mm ebatlarında olup üretim proses parametreleri Çizelge 4.1'de verildiği gibi birebir aynıdır. Preste basıldıktan sonra ağırlığı sabitleninceye kadar fırında kurutulan panellerin tamamı 0,5 mbar basınç seviyesinde vakumlanmıştır.

Deney setleri ve sonuçları Çizelge 4.6'da özetlenmiştir. Deney setlerinden elde edilen veriler ile oluşturulan yoğunluk-ısı iletim katsayısı grafikleri Şekil 4.32'de görülmektedir.

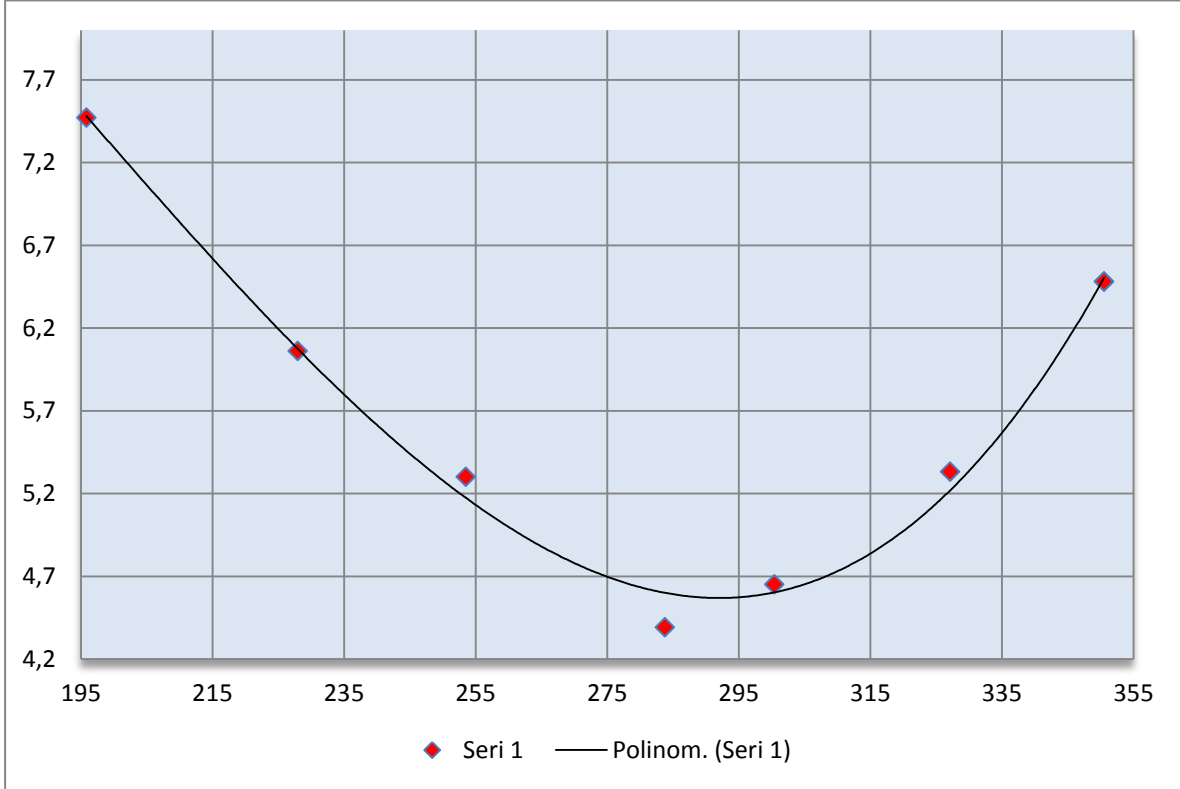
Çizelge 4.6: Farklı Yoğunluklar İçin Hazırlanan Deney Setleri ve Sonuçları.

	VİP Yoğunluğu [g/L]	Isı İletim Katsayısı [mW/m.K]			
		1.ölçüm	2.ölçüm	3.ölçüm	Ortalama
1.SET	195,84	7,47	7,45	7,47	7,46
	212,04	6,84	6,79	6,75	6,79
	235,56	5,85	5,86	5,83	5,85
	265,03	5,35	5,35	5,35	5,35
	283,80	4,65	4,65	4,64	4,65
	327,16	5,33	5,35	5,33	5,34
	350,32	7,23	7,33	7,20	7,25
2.SET	203,00	8,25	8,24	8,24	8,24
	223,83	6,12	6,12	6,11	6,12
	244,64	5,83	5,86	5,87	5,85
	280,42	4,85	4,87	4,84	4,85
	323,39	5,08	5,10	5,12	5,10
	346,41	6,12	6,11	6,14	6,12
	368,06	7,92	7,98	7,92	7,94
3. SET	195,57	7,47	7,47	7,49	7,48
	228,00	6,06	6,08	6,06	6,07
	253,50	5,30	5,32	5,35	5,32
	283,80	4,65	4,65	4,66	4,65
	300,45	4,94	5,01	4,94	4,96
	327,16	5,33	5,35	5,33	5,34
	350,53	6,48	6,48	6,47	6,48



Şekil 4.32 : 3 deney seti için panel yoğunluğu ile ısı iletim katsayısı değişimi.

Şekil 4.25'te görüldüğü gibi yaklaşık 280 g/L yoğunluk değerinde 4,6-4,8 mW/m.K aralığındaki ısı iletim katsayısı için taban değerleri elde edilmiştir. Devam eden sonuçlar ve ölçümler savunma sunumunda eklenerek yorumlamalar yapılacaktır. Genel olarak yoğunluğun ısı iletim katsayısı ile değişimi daha geniş bir aralığı kapsamayı sebebiyle 3. deney seti baz alınarak elde edilmiş ve Şekil 4.33'ta gösterilmiştir.

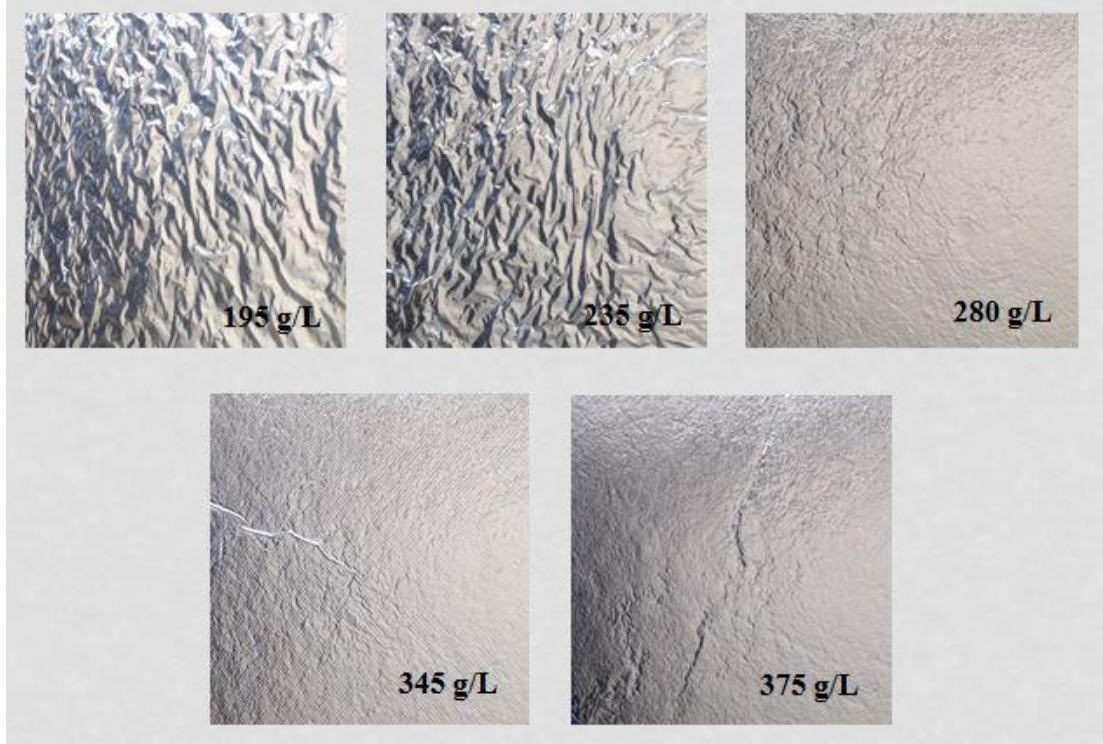


Şekil 4.33 : Panel yoğunluğu ile ısı iletim katsayısı değişimi.

Eğrinin taban noktasından sonraki yani sağda kalan alanda iletimin katısal iletim ağırlıklı olduğu söylenebilir. Eğrinin taban noktasından önceki düşük yoğunluklu bölümde ise taneciklerin birbiri ile temas mesafelerinin daha az olmasına bağlı olarak katısal iletim daha az etkindir. Bu bölümde ışıma ile ısı transferi mekanizması ısı iletkenlik performansını belirlemektedir.

Panel yoğunluklarının değişmesi tabiki elde edilen VIP'lerin yüzey kalitelerini de değiştirmektedir. Ticari kullanımda binaların yüzeylerinde ya da buzdolabı kapak ve yan duvarlarında kullanıcak VIP'lerin yüzeylere tutturulabilmesi gerekmektedir.

Bu nedenle maksimum temas için VIP'lerin mümkün olduğunca pürüzsüz yüzeylere sahip olması gerekmektedir. Panel yoğunlukları ile değişen yüzey kaliteleri Şekil 4.34'te görülmektedir.



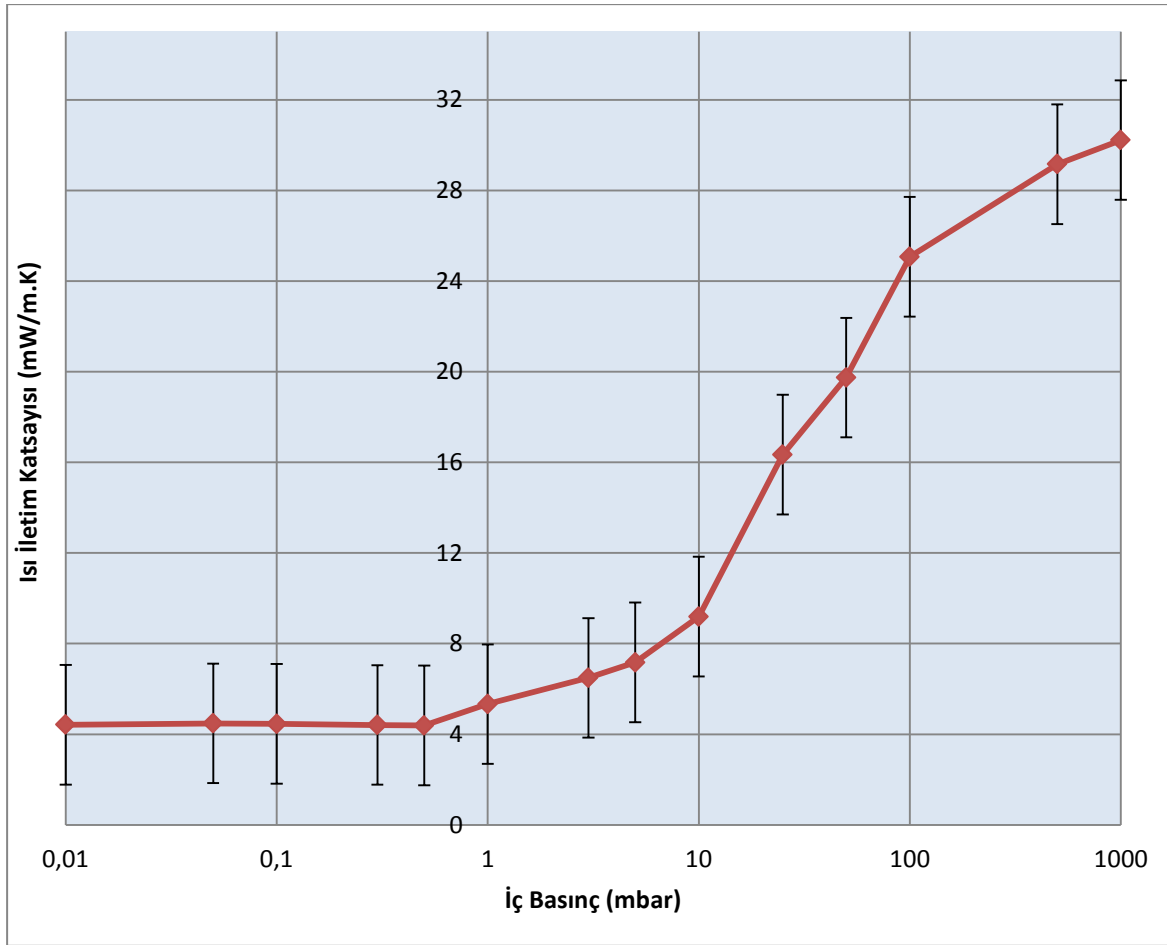
Şekil 4.34 : Değişen panel yoğunlukları ile VIP yüzey kalitesi ilişkisi.

Düşük yoğunluklu panellerin yüzeyleri pürüzlü ve girintili çıkıntılı iken yoğunluk arttıkça yüzey kalitesi de artmaktadır. Ancak 370 g/L değerlerinden sonra panellerin presleme aşamasında fazla yüke maruz kalması sebebiyle çatlamlar meydana gelmeye başlamıştır.

4.7 S Eğrisinin Çıkarılması

Panel içi basıncın yalıtım performansına olan etkisini incelemek amacıyla silika esaslı toz malzeme kullanılarak VIP numuneleri hazırlanmıştır. Bu numuneler 0,01 mbar ile 1000 mbar arasında değişen basınç seviyelerinde vakumlanmış ve ısı iletim katsayısı ölçümleri üç tekrarlı olarak alınmıştır.

DeneySEL veriler sonucunda elde edilen, malzemeye özgü S-eğrisi Şekil 4.35'te görülmektedir. Grafikten elde edilen veriler ışığında kritik basıncın bu malzeme için yaklaşık 0,7-1 mbar aralığında olduğu belirlenmiştir. Bu basınç değerinin üzerinde, ısı iletim katsayısı hızla artmakta ve atmosferik basınca ulaşıldığında 30 mW/mK'i bulmaktadır. Kritik basıncın altındaki değerlerde ısı iletim katsayısı yaklaşık olarak 4 mW/m.K mertebelerinde olmaktadır.



Şekil 4.35 : Silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan VIP'lerin S-eğrisi.

4.8 VIP Servis Ömrü Tayin Çalışmaları

Vakum izolasyon panellerinin sahip olduğu üstün yalıtım performansının esas kaynağı içerde bulunan gazların ve havanın vakumlanarak ortamdan alınmasıdır. Dolayısı ile vakum seviyesi değişen panellerin önceki bölümlerde anlatıldığı gibi zamanla ısı iletim katsayısı da kötüleşecektir. Özellikle binalarda ısı yalıtım ve beyaz eşyalarda enerji tasarrufu amacıyla kullanılan bu panellerin ömürlerinin ne kadar olacağı kritik bir konudur.

Geliştirilen yeni malzemelerin günlük hayatta kullanımlarını simüle ederek ne kadarlık bir servis ömrüne sahip oldukları çeşitli yaşlandırma testleri ile tahmin edilebilmektedir. Ancak VIP hızlandırılmış yaşlanma testleri ile ömür tayininde üniversitelerin, araştırma kuruluşlarının ve VIP üreticilerinin uyguladıkları sabit ve standart bir test metodu bulunmamakla birlikte, genel olarak yapılan yaşlandırmanın gerçekte ne kadarlık bir zaman dilimine denk olduğu ile ilgili veriler son derece kısıtlıdır.

Ticari VİP üreticileri ve çeşitli araştırma kuruluşları tarafından ömür tayininine yönelik çeşitli araştırmalar bulunmaktadır. Artırılan sıcaklık ve nem değerlerinde bekletilen panellerin ısı iletiminin iki katına çıkacağı ya da tamamen vakumunu kaybedeceği zamanlar simüle edilmeye çalışılmıştır [3, 92-94].

Literatür ve patent araştırmalarından elde edilen bilgiler ışığında aşağıda görüldüğü gibi bir yaşlandırma prosedürü takip edilmiştir.

Prosedür:

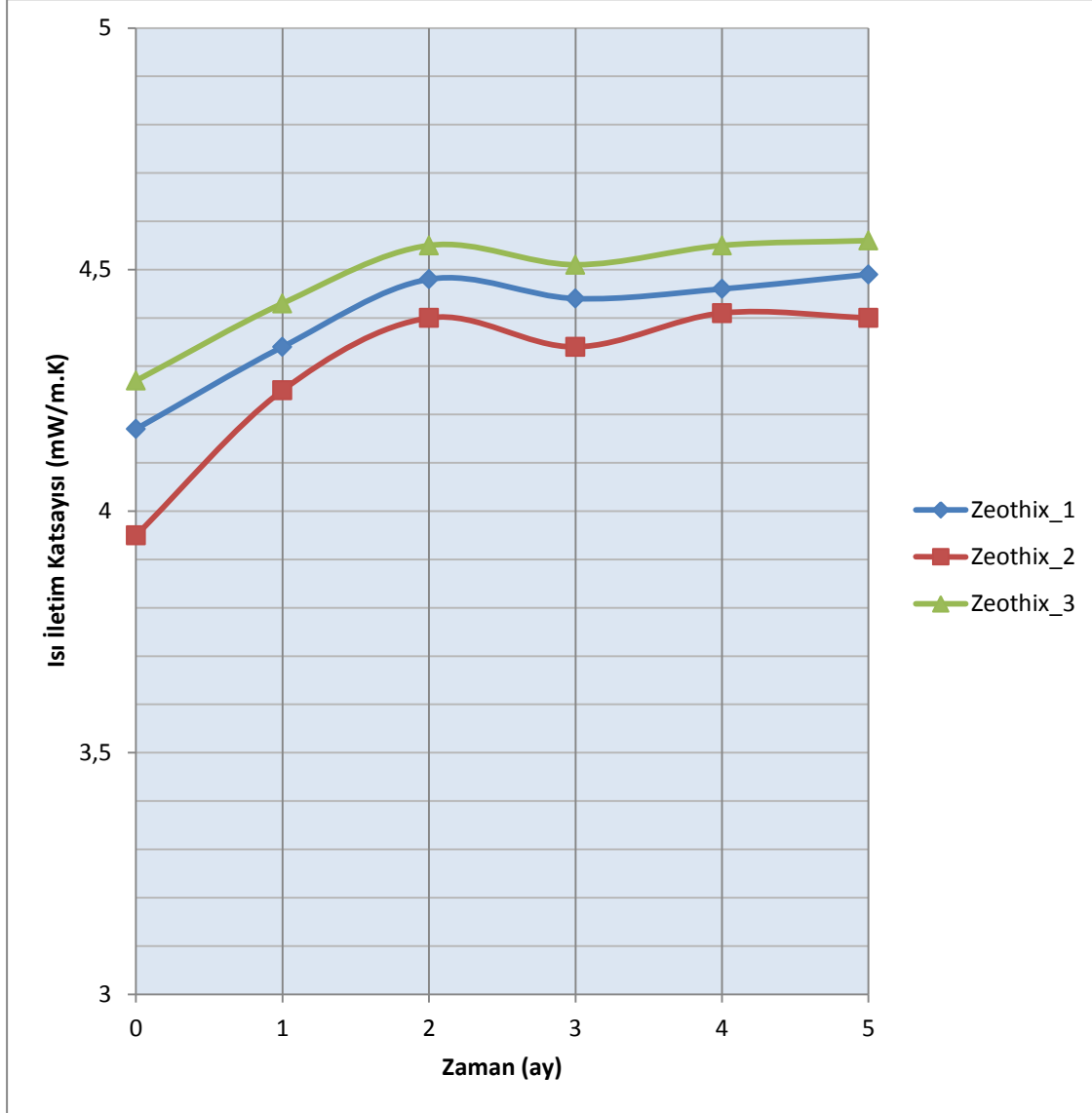
1. Başlangıç ısı iletim katsayısı ölçülür.
2. 8 çevrim boyunca klimatize kabinde toplam 8 gün bekletilir.
3. Her bir çevrim:
 - 8 saat 80°C ve %50 nem
 - 16 saat -15°C 'de bekletmeden oluşmaktadır.
4. 8 çevrim sonunda ısı iletim katsayısı tekrar ölçülür.
5. 30 gün boyunca klimatize kabinde 23°C ve %80 bağıl nemde yaşlandırma yapılır.
6. 30.gün sonundaki ısı iletim katsayısı ölçülür.
7. Tekrar 30 gün boyunca klimatize kabinde 23°C ve %80 bağıl nemde yaşlandırma yapılır.
8. Son ısı iletim katsayısı ölçülür.

Hızlandırılmış yaşlandırma ile ömür tayini çalışmaları için silika esaslı toz malzeme ile hazırlanmış VİP numuneleri testlere alınmış ve 30 günde bir ısı iletim katsayıları ölçülmüştür. Kabinden çıkan VİP'lerde gözle görülebilen herhangi bir bozulma olmamış, bariyer filmlerinde delaminasyon gözlemlenmemiştir. 5 ay sonunda panellerin ısı iletim katsayılarındaki değişim Şekil 4.36'da görülmektedir.

Silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan paneller kontrol amacı ile çoklu hazırlanarak takip edilmiştir ve 5 ayın sonunda ısı iletim katsayılarındaki kötüleşme %12'yi geçmemiştir.

FIW München and ZAE in Würzburg tarafından bir test prosedürü uygulanmış ve sonuçlar 2009 tarihli bir raporla belgelenmiştir. Test uygulanan VİP'ler tez

çalışmaları için üretilen VIP'lerde kullanılan (Hanita Coatings'den temin edilmiş) metalize film malzemesinden oluşmaktadır. 4.2 mW/m.K başlangıç ısı iletim katsayısına sahip VIP'ler, test sonunda 5.3 mW/m.K seviyesine çıkarak %26 mertebelerinde kötüleşmiş ve bu artışın 15 yıllık bir zaman aralığını kapsadığı belirtilmiştir [93].



Şekil 4.36 : Silika esaslı tozlu VIP'lerin zamanla ısı iletim katsayısı değişimi.

Bu veriler ışığında ve EMPA'nın deklarasyonuna göre panellerin iç basıncındaki artışın yılda 1 mbar'dan az olacağı belirtilmiştir [93]. Sonuç olarak silika esaslı toz malzeme ile hazırlanan VIP'lerin servis ömürlerinin 15 yıldan fazla olacağı söylenebilecektir.

4.8.1 Zamana bağılı VİP iç basıncı ölçümü

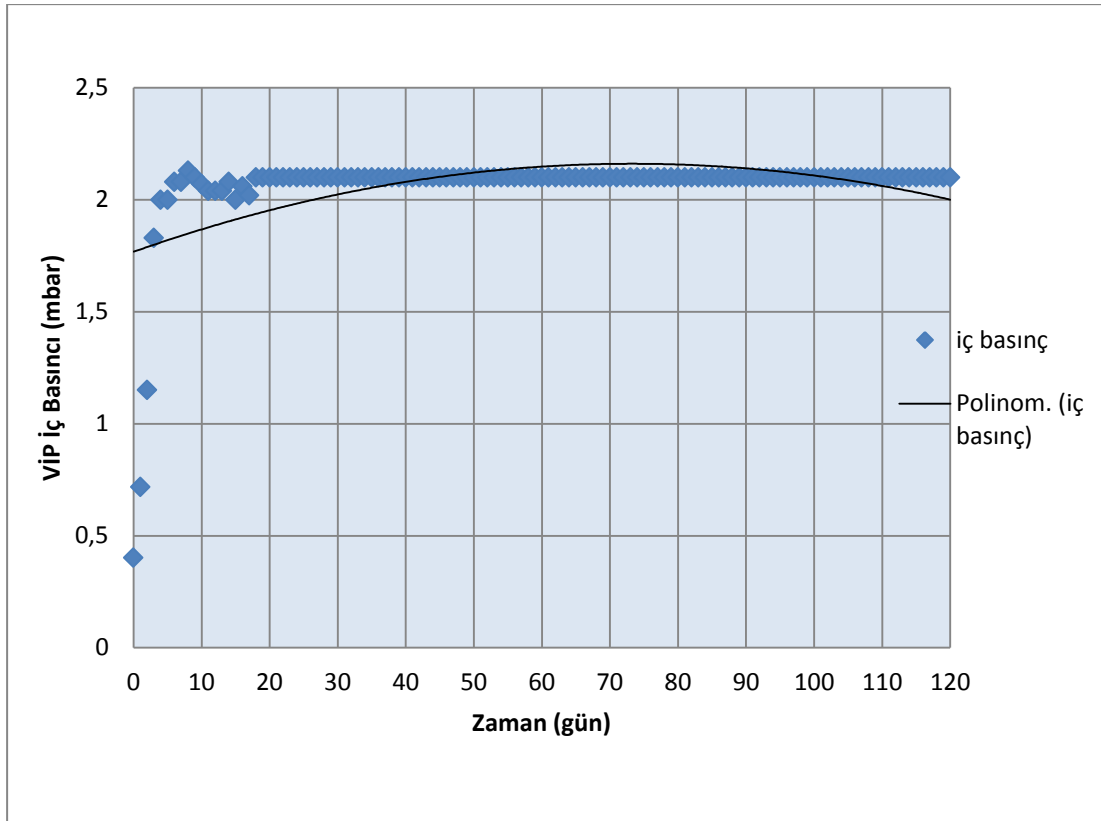
VİP'lerin sahip oldukları üstün yalıtım performansı, vakumlu olmaları sebebiyle sağladıkları düşük gaz iletiminden kaynaklanmaktadır. Dolayısı ile bir panelin servis ömrü artan iç basınç seviyesi ile ters orantılı olarak azalacaktır. Tez çalışmalarında bu amaçla plaka içerisine yerleştirilen bir sensör yardımı ile panelin zamanla iç basıncındaki değişim gözlenmiştir. Kullanılan basınç sensörü mA cinsinden oluşturulan akım sinyalinı dönüştürerek dijital ekrana mbar cinsinden yansıtır. Şekil 4.37'de sensörün yerleştirilmesi ve ölçüm aşamasına dair resimler verilmiştir.

120 gün boyunca günlük olarak takip edilen sensör yerleştirilmiş VİP'in iç basıncındaki değişim Şekil 4.38'de görülmektedir. İlk zamanlarda günlük bazda dahi değişim gösteren basınç seviyesi 15 günün sonunda sabit bir platoya oturmuştur.

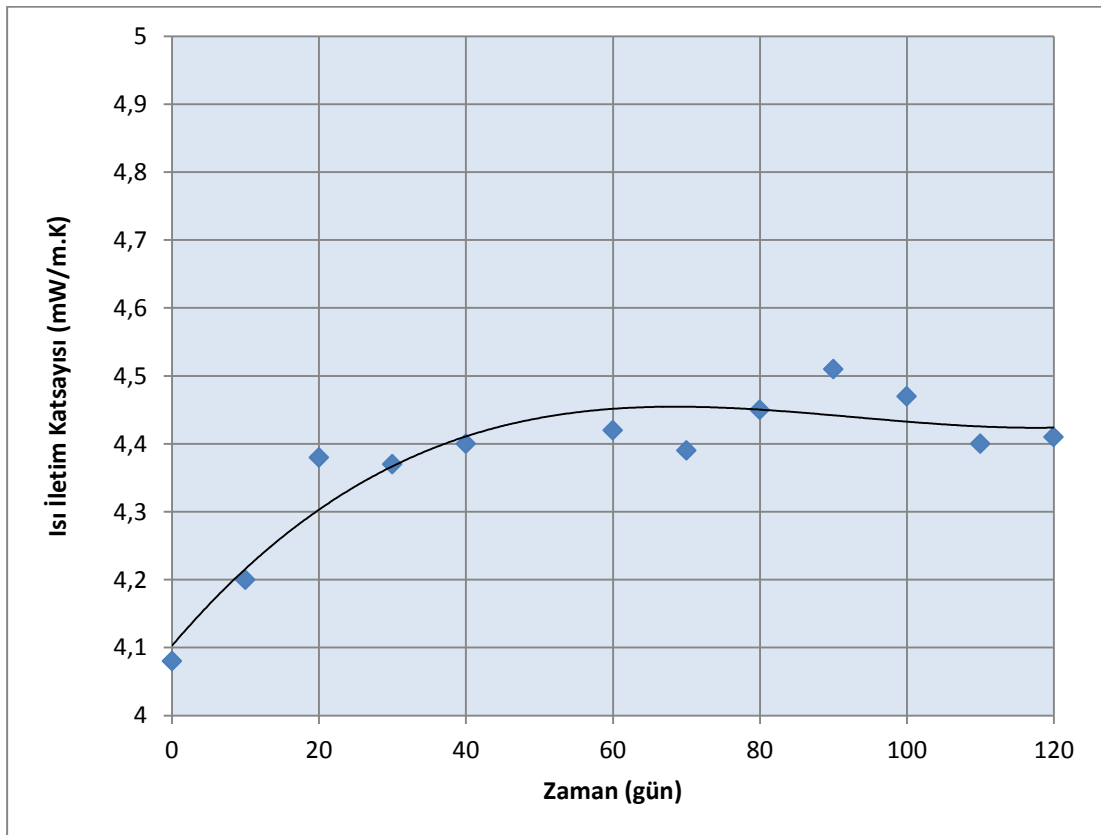


Şekil 4.37 : Basınç sensörü ile VİP iç basıncı ölçümü.

İç basınç seviyesinin ısı iletim katsayısına olan etkisini incelemek amacı ile 10 günlük periyotlarla ısı iletim katsayısı ölçülmüştür ve sonuçlar Şekil 4.39'da gösterildiği gibidir. 4,1 mW/m.K mertebelerinde başlayan ısı iletim katsayısı değeri 120 günün sonunda ve 2,1 mbar'lık vakum seviyesinde 4,4 mW/m.K mertebelerine ilerlemiştir. Bu durum zamanla ısı iletim katsayısının artan iç basınca karşılık arttığını kanıtlamaktadır. Bu konuda yapılan çalışmalarda da gaz salınım oranının ilk günlerde maksimum seviyede olup daha sonra azalan bir ivmeyle devam edeceği belirtilmiştir. Bu bağlamda elde edilen sonuçlar literatür ile de paralellik göstermektedir [95].



Şekil 4.38 : Zamanla VIP iç basıncı değişimi.



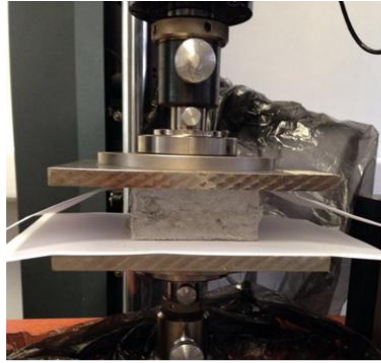
Şekil 4.39 : Zamanla artan iç basınç seviyesi ile ısı iletim katsayısı değişimi.

4.9 VİP Mukavemet Testleri

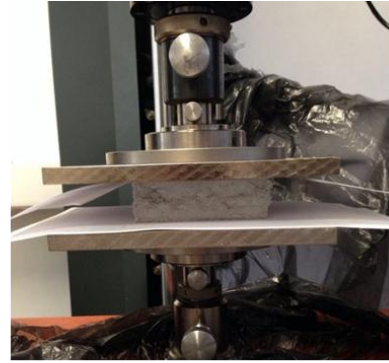
Vakumlu izolasyon panellerinin mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla basma mukavemet testleri gerçekleştirilmiştir. EN 826 standartlarında belirtilen deney parametreleri ile panelin mukavemeti araştırılmıştır. Belirtilen test prosedürüne göre;

- Test numuneleri 50 mm olarak seçilmiştir.
- Basma çeneleri arasındaki mesafe 53 mm olarak tanımlanmıştır.
- 5 N'luk bir ön yükleme uygulanmıştır. Ön yükleme 2 mm/dak olarak belirlenmiştir.
- Kalınlığa bağlı basma hızı 5 mm/dak olacak şekilde ayarlanmıştır.
- Numune ve çeneler eş merkezli olması için kılavuz kullanılmıştır.
- Numuneler toplam %60'lık deformasyona tabi tutularak inceleme yapılmıştır.

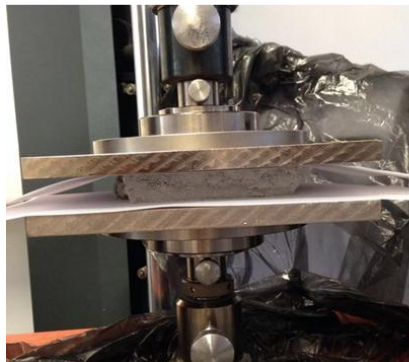
Numunelerin %10, %20, %30 ve %40 deformasyon miktarlarındaki hasar durumları incelenmiştir. Şekil 4.40'ta numunelerin testten sonraki deformasyona uğramış görüntüleri verilmektedir.



%10 deformasyon



%20 deformasyon



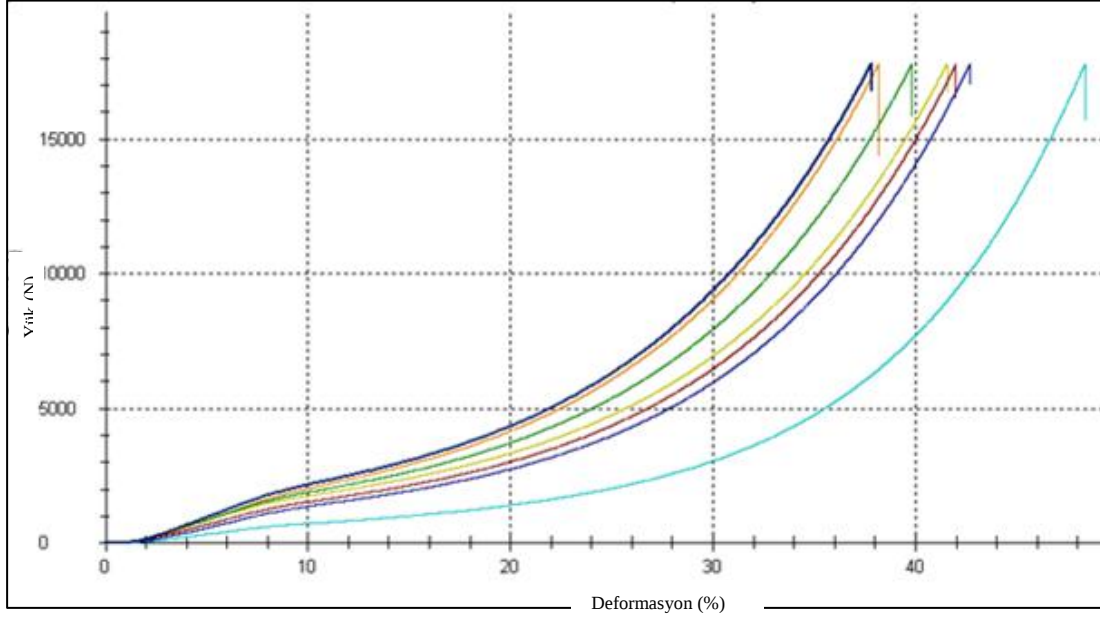
%30 deformasyon



%40 deformasyon

Şekil 4.40 : Basma mukavemet testi sonucu deformasyonlar.

VİP numunlerinin %10, %20, %30 ve %40 deformasyonlardaki deformasyon eğrileri Şekil 4.41’de gösterilmektedir.



Şekil 4.41 : Basma mukavemet testi numunelerin deformasyon eğrileri.

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Enerji kaynaklarının son yıllardaki hızlı tüketişi sebebiyle artan çevresel kaygıların sonucu olarak uluslararası enerji düzenlemeleri uygulamaya konulmuştur. Yönetmeliklerdeki enerji tüketimi sınır değerlerinin oldukça zorlu seviyelere getirilmesiyle enerji tüketiminde önemli bir payı bulunan konutlarda enerji verimliliği konusu da dikkat çeken ve üzerine eğilinmesi gereken bir konu olmuştur.

2011-2012 yıllarında Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı ile Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı'nın teşvik ve destekleriyle enerji verimliliği sağlayan beyaz eşyaların üretimi zorunlu kılınmıştır. Yapılan araştırmalar konutlarda tüketilen enerjinin büyük bölümünün buzdolapları kaynaklı olduğunu göstermektedir. Buzdolabı gibi soğutucu cihazlarda ısı transferinin engellenerek enerji verimliliği sağlanması kullanılan yalıtım malzemelerinin performansı ile ilişkilidir. Üstün performansa sahip izolasyon teknolojileri ancak düşük ısıl iletkenliğe sahip malzemelerin kullanılması ile mümkün hale gelecektir.

Tez çalışmaları kapsamında buzdolabı gibi soğutucu sistemlerde kullanılmak üzere üstün yalıtım performansına sahip Vakum İzolasyon Panelleri (VIP) için alternatif iç dolgu malzemeleri geliştirilmiştir. Vakum İzolasyon Panelleri toz, köpük ya da fiber esaslı bir iç dolgu malzemesinin, nem tutacak bir kimyasal malzeme ile birlikte sızdırmaz bir zarfın içerisinde vakumlanarak atmosfere kapatılması tekniği ile oluşturulmaktadır.

Isı transferinin temeldeki üç ana mekanizması olan katısal iletim, gaz taşınımından kaynaklanan iletim ve ışıyım ile iletim VIP içerisinde de aynı şekilde gerçekleşmektedir. VIP'lerde gaz ve hava moleküllerinin vakumlama işlemi ile panelden arındırılması sayesinde gaz iletiminin ısı kaybına olan etkisi elimine edilebilmektedir. Ancak bunun yanında VIP'lerde vakumlamaya olanak veren ve her halukarda panelde bulunacak gaz moleküllerinin iletimini minimize edecek küçük gözenek çaplarına sahip iç dolgu malzemesi vakumlu yalıtım panellerinin üstün performanslarının temelini oluşturmaktadır. Genellikle silika esaslı toz malzemelerden en yaygın kullanılanı ısıl işlem görmüş silikadır.

Tez çalışmaları kapsamında iç dolgusu olarak kullanılabilecek silika esaslı toz malzemelerin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Malzemelerin kimyasal yapılarının anlaşılması için FTIR spektrumları alınmıştır. Elde edilen spektrumlar malzemelerdeki Si-O-Si siloksan ve Si-O bağlarının varlığını göstererek silika esaslı olduklarını kanıtlamıştır. Genel yapılarının ve fiziksel özelliklerinin belirlenmesi için SEM görüntüleri alınmış, yüzey özellikleri ve gözenekliliklerinin tayini için ise BET metodu kullanılarak yüzey alanı analizleri gerçekleştirilmiştir. Kullanılacak olan iç dolgu alternatiflerinin termal özelliklerinin belirlenmesi için TGA kullanılarak termogramları elde edilmiştir. Üretilen VIP prototiplerindeki silika ve elyafların tutunmalarının incelenmesi amacıyla SEM görüntüleri alınmış, panellerin mukavemetlerinin belirlenebilmesi için basma mukavemet tesleri gerçekleştirilmiştir.

Bu kapsamda, pirinç kabuğu külleri, bentonit, sepiyolit ve bir diğer silika esaslı toz malzeme ile VIP prototipleri üretilerek ısı yalıtım performansları ölçülmüştür. Pirinç kabukları üreticisinden temin edilerek distile su ile yıkanmış ve ağırlıkları sabitleninceye kadar kurutulmuştur. Daha sonra 600°C ve 700°C’de dakikada 10°C’lik bir artışla kontrollü olarak yüksek sıcaklık fırınında yakılmıştır. Yakılan küller fırın içinde soğumaya bırakılmış ve renklerinin gri-beyaz karışımına döndüğü görülmüştür. Diğer doğal kil materyalleri ise farklı firmalardan temin edilmiştir.

Sonuç olarak, değişen yüzdelerde karışımlar hazırlanmış, panele mukavemet desteği vermesi amacıyla cam elyaf katkısı, opaklaştırarak ışıınımı engellemesi için de SiC katkısı yapılmıştır. Hazırlanan VIP numunelerinin her birinden üçer ölçüm alınarak sonuçlar kaydedilmiştir. Pirinç kabuğu külleri 5,39 mW/m.K, bentonit 4,79 mW/m.K, sepiyolit 5,72 mW/m.K, silika esaslı toz malzeme ise 4,39 mW/m.K ortalama değerlerinde ısı iletim katsayılarına sahip olduğu görülmüştür.

Yalıtım malzemelerinde katısal iletimin etkisi oldukça büyüktür. Bu etkinin boyutlarının belirlenebilmesi amacı ile 190 g/L ile 370 g/L değerlerindeki farklı yoğunluklara sahip paneller üretilmiş ve ısı iletim katsayıları ölçülmüştür. Böylece VIP’lerde ısı iletim katsayısı ile panel yoğunluğunun birbirleri ile ilişkisinin anlaşılması amaçlanmıştır. Çalışmalar ve ölçümler hala devam etmekle birlikte minimum etkin ısı iletim katsayısının elde edilebileceği optimum bir yoğunluk aralığı olduğu görülmüştür. Oluşacak eğrinin içbükey olması ve artan yoğunluk değeriyle termal iletkenliğin de artması beklenmektedir.

Vakumlu yalıtım panellerinde panel içerisinde hareket halinde olan gazların ısı taşınmasıyla gerçekleşen konveksiyonel iletim, vakumlanarak gazlardan arındırılması ile elimine edilebilmekte ve böylece üstün performansta izolasyon malzemeleri geliştirilebilmektedir. Dolayısı ile VIP'lerin alternatif yalıtım malzemelerine göre oldukça avantajlı olmasının esas sebebi içerideki hava ve diğer gazlardan arındırılmış olmalarıdır. Eğer panellerin farklı basınç seviyelerinde vakumlanmaları sağlanırsa panel iç basınç seviyesi ile ısı iletim katsayıları arasında ilişki kurulabilecektir. Çalışmalar süresinde üretilen VIP numuneleri 0,01 ile 1000 mbar aralığında vakumlanarak ısı iletim katsayıları ölçülmekte ve panellerin farklı basınç seviyelerindeki yalıtım performansları ortaya konmaktadır. Literatürden edinilen bilgiler, her iç dolgu malzemesi için minimum etkin ısı iletim katsayısının elde edildiği 'kritik basınç' adı verilen bir vakum değeri olduğunu göstermektedir.

Bu çalışmalara paralel olarak seçilen VIP'lerin içerisine basınç sensörleri yerleştirilerek zamanla ısı iletiminin değişimi incelenmiştir. İlk günlerde hızlı bir kötüleşme gösteren ısı iletim katsayısının ilerleyen zamanla değişmediği ve 2,1 mbar değerlerinde sabit bir platoya oturduğu görülmüştür.

Endüstriyel olarak yalıtım uygulamalarında kullanılacak olan VIP'lerin servis ömürleri araştırılması gereken oldukça kritik bir konudur. Literatürde bu kapsamda detaylı bir çalışma bulunmamakla birlikte farklı VIP üreticilerinin ya da malzeme enstitülerinin kendi oluşturdukları standartlar mevcuttur. Çalışmalar kapsamında bir hızlandırılmış yaşlandırma test prosedürü oluşturularak panellerin zaman içerisindeki davranışları simüle edilmeye çalışılmıştır. İklimlendirme kabinlerinde 8 gün süren -15°C ve 80°C'lik çevrimlerden sonra %50 bağıl nem ve 23°C sıcaklık ile 6 ay süren termal yaşlandırmalar yürütülmüştür. Her 30 günlük çevrimin sonunda ısı iletim katsayıları ölçülerek zamanla VIP yalıtım performansının değişimi araştırılmıştır. Yaklaşık 4mW/m.K etkin ısı iletim katsayısı değeri ile başlayan hızlandırılmış yaşlandırma testleri, 6 ay sonunda sadece %12,5'luk kötüleşme göstermiştir.

KAYNAKLAR

- [1] **Türkay, M. ve Yılmaz, Ş.** (2012). Türkiye'nin Enerji Verimliliği Haritası ve Hedefler Raporu, Enerji Verimliliği Derneği ve KOÇ Üniversitesi, İstanbul, Türkiye. Alındığı tarih: 02.01.2014, adres: <http://www.enver.org.tr/UserFiles/Article/eff9ce19-a1ec-4cef-862d-7b8a5951a149.pdf>
- [2] **T.C. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı Türkiye Enerji İstatistikleri Raporu** (2012), Ankara, Türkiye. Alındığı tarih: 02.01.2014, adres: http://www.enerji.gov.tr/index.php?dil=tr&sf=webpages&b=yayinlar_raporlar&bn=550&hn=&id=3273
- [3] **Wegger, E., Jelle, B.P., Sveipe, E., Grynning, S., Gustavsen, A., Baetens, R. ve Thue, J.V.** (2010). Aging effects on thermal properties and service life of vacuum insulation panels, *Journal of Building Physics*, 35(2), 128-167.
- [4] **Thorsell, T.** (2012). *Advances in thermal insulation-vacuum insulation panels and thermal efficiency to reduce energy usage in buildings*, (doktora tezi), KTH Royal Institute of Technology, Brinellvägen, Stockholm.
- [5] **Deniz, E. ve Binark, A. K.** (2008). Vakumlu Yalıtım Panelleri, 7. Ulusal Temiz Enerji Sempozyumu (UTES'2008), İstanbul, Türkiye, 17-19 Aralık.
- [6] **Erb, M. Ve Pauili, E.** (2005). High performance thermal insulation, 7th *International Vacuum Insulation Symposium*, Zurich, Duebendorf, Switzerland, 28-29 Eylül.
- [7] **Soysal, A.** (2000). Vakumlanmış izolasyon panellerinin ısı iletim katsayılarının deneysel olarak incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- [8] **Kumlutaş, D. ve Yılmaz, U.** (t.y.) Binalarda vakum izolasyon paneli kullanılmasının soğutma yüküne olan etkisi, *Mühendis ve Makine Dergisi*, 49, 583. Alındığı tarih: 03.01.2014, adres: http://www.mmo.org.tr/resimler/dosya_ekler/6b20716fbd5b253_ek.pdf?dergi=401
- [9] **Kim, J. Ve Song, T.** (2013). Vacuum insulation properties of glass wool and opacified fumed silica under variable pressing load and vacuum level, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 64, 783-791.
- [10] Wacker Silicones tanıtım broşürü, t.y.
- [11] **Taşkın, D.** (2002). Toz malzeme bazlı vakumlu yalıtım teknolojisinin buzdolaplarının yalıtım performansına olan etkisinin incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.

- [12] Hygrothermal performance of building materials and products- Determination of hygroscopic sorption properties, EN ISO 12571 standardı.
- [13] **Quenard, D. ve Sallee, H.** (2005). Micro-Nano Porous Materials for High Performance Thermal Insulation, *2nd International Symposium on Nanotechnology in Construction*, Bilbao, Spain, 13-16 Kasım.
- [14] **Naito, M., Abe, H., Kondo, A., Yokoyama, T. ve Huang, C.C.** (2009). Smart powder processing for advanced materials, *KONA Powder and Particle Journal*, 27, 130-143.
- [15] **Berge, A. ve Johansson, P.** (2012). Literature Review of High Performance Thermal Insulation, *Report in Building Physics 2012:2*, Department of Civil and Environmental Engineering Division of Building Physics, Chalmers University of Technology, Gottenbur, Sweden.
- [16] **Garnier, G., Marouani, S., Yrieix, B., Pompeo, C., Chauvois, M., Flandin, L. ve Brechet, Y.** (2011). Interest and durability of multilayers: from model films to complex films, *Polymers for Advanced Technologies*, 22(6), 847-856.
- [17] **Kwon, J.S., Jang, C.H., Jung, H. ve Song, T.H.** (2010). Vacuum maintenance in vacuum insulation panels exemplified with a staggered beam VIP, *Energy and Buildings*, 42, 590-597.
- [18] HiPTI-High Performance Thermal Insulation IEA/ECBCS Annex 39 Report. Alıntı tarihi: 07.02.2014, adres: http://www.ecbcs.org/015F500A-7F92-48E6-AE84-5D3C4A1BBA07/FinalDownload/DownloadId-F6AEF72AE76FC801EBD2DE53421449EA/015F500A-7F92-48E6-AE84-5D3C4A1BBA07/docs/Annex_39_Report_Subtask-B.pdf
- [19] **Wakili, G., Nussbaumer, T. ve Bundi, R.** (2005). Thermal Performance of VIP Assemblies in Building Constructions, *7th International Vacuum Insulation Symposium*, Zurich, Duebendorf, Switzerland, 28-29 Eylül.
- [20] **Fricke, J., Heinemann, U. ve Ebert, H.P.** (2008). Vacuum insulation panels- from research to market, *Vacuum*, 82, 680-690.
- [21] Patentschrift Nr. 516377, Klasse 80b, Gruppe 9 des Reichspatentamtes, Deutsches Reich, Sterchamolwerke Dortmund and Hemman O, Bad Dörenberg, 1930.
- [22] **Bovenker, H.P.** (1952). Insulating structure and method of forming same, *United Sattes Patent*, No: 2700633 tarih: 25.01.1955.
- [23] **Benson, D.K. ve Potter, T.F.** (1990). Improved compact vacuum insulation, *United Sattes Patent*, No: 3151365 tarih: 18.09.1996.
- [24] **Kistler, S.S.** (1932). Coherent expanded aerogels, *Journal of Physical Chemistry*, 34, 52-64.
- [25] **Fricke, J., Heinemann, U., Ebert, H.P. ve Hetfleisch J.** (1989). Opaque Silica Aerogel Insulations as Substitues for Polyurethane(PU) Foams, *21th International Thermal Conductivity Conference*, Lexington, Kentucky, U.S.A, 1989.

- [26] **McGrath, R., Owens Corning.** (1993). Vacuum Insulation Panels(VIPs), *Non-Fluorocarbon Insulation, Refrigeration And Air-Conditioning Technology Workshop*, Wiesbaden, Germany, 1993.
- [27] **Schilf, L., NBB.** (1993). Vacuum Super Insulation(VSI), *Non-Fluorocarbon Insulation, Refrigeration And Air-Conditioning Technology Workshop*, Wiesbaden, Germany, 1993.
- [28] **Hamilton, A.J.** (1999). Vuoto scienza e tecnologia (Vacuum science and technology), 28, 27-30.
- [29] **Caps, R., Heinemann, U. ve Fricke J.** (2000). Application of Vacuum Insulation in Buildings. *Vacuum Insulation Association Symposium, Vancouver, U.S.A*, 2000.
- [30] **Pfundstein, M., Gellert, R., Spitzner, M.H. ve Rudolphi, A.** (2007). Insulating Materials: Principles, Materials and Applications.
- [31] “Evacuated Perlite” Perlite Institute U.S.A. Alındığı tarih: 06.02.2014, adres: <https://www.google.com/search?hl=en&q=evacuated+perlite>
- [32] **Alam, M., Singh, H., Brunner, S. Ve Naziris, C.** (2014). Experimental characterization and evolution of the thermo-physical properties of expanded perlite-Fumed silica composite for effective vacuum insulation panel(VIP) core, *Energy and Buildings*, 69, 442-450.
- [33] **Platzer, W., Stramm, C. ve Schwab, S.A., (2005).** Development of Innovative Insulation Systems on the Basis of Vacuum Insulation Panels, *7th International Vacuum Insulation Symposium*, Zurich, Switzerland, Eylül 29.
- [34] **Yang, C., Gao, X. Ve Shao, X.** (2012). Finite element analysis of thermal bridge of vacuum insulation panels based on temperature dependent laminate properties, *Physics Procedia*, 32, 658-663.
- [35] **Jung, H., Jang, C.H., Yeo, I.S. ve Song, T.** (2013). Investigation of gas permeation through Al-metallized film for vacuum insulation panels, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 56, 436-446.
- [36] **Mukhopadhyaya, P., Kumaran, K., Normandin, N., van Reenen, D. ve Lackey, J.** (2008). High performance vacuum insulation panel: development of alternative core materials, *Journal of Cold Regions Engineering*, 4, 103-123.
- [37] **Figiel, A.** (2010). Drying kinetics and quality of beetroots dehydrated by combination of convective and vacuum-microwave methods, *Journal of Food Engineering*, 98, 461-470.
- [38] **Dong Li, C., Duan, Z.C., Chen, Q., Feng Chen, Z., Boafo, F.E., Ping Wu, W. ve Ming Zhou, J.** (2013). The effect of drying condition of glassfibre core material on the thermal conductivity of vacuum insulation panel, *Materials and Design*, 50, 1030-1037.
- [39] **Brunner, S. ve Wakili, K.G.** (2014). Hints for an additional aging factor regarding the thermal performance of vacuum insulation panels with pyrogenic silica core, *Vacuum*, 100, 4-6.

- [40] **Morel, B. (2008).** Vieillissement thermohydrique de silices nanometriques, *Doktora Tezi*, Rabela University, Tours, France.
- [41] **Yeo, I., Jung, H. Ve Ho Song, T. (2014).** Gas permeation characteristics through heat-sealed flanges of vacuum insulation panels, *Vacuum*, 104, 70-76.
- [42] **Yang, C.G., Li, Y.J., Gao, X. Ve Xu, L. (2012).** A review of vacuum degradation research and the experimental outgassing research of the core material PU foam on vacuum insulation panels, *Physics Procedia*, 32, 239-244.
- [43] **Di, X., Gao, Y., Bao, C., Hu, N. ve Xie, Z.G. (2013).** Optimization of glass fiber based core materials for vacuum insulation panels with laminated Aluminum foil as envelopes, *Vacuum*, 97, 55-59.
- [44] **Di, X., Gao, Y. ve Bao, G. (2011).** On getters for vacuum insulation panels, *10th International Vacuum Insulation Symposium*, Ottawa, Canada, 14-16 Eylül.
- [45] **Di, X., Gao, Y., Bao, C. ve Ma, S. (2014).** Thermal insulation property and service life of vacuum insulation panels with glass fiber chopped strand as core materials, *Energy and Buildings*, In Press, 1-41.
- [46] **Kwon, J., Jang, C., Jung, H. Ve Song T.H. (2009).** Effective thermal conductivity of various filling materials for vacuum insulation panels, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 52, 5525-5532.
- [47] **Wang, J., Shi, F.L., Zhu, X. ve Bai, P.X. (2003).** Outgassing of Rigid Open-Cell Polyurethane Foam Used in Vacuum Insulation Panels Under Vacuum Condition, *Symposium of Sector Plan For ODS Phase Out at Polyurethane Sector of China*, Beijing, China, 2003.
- [48] **Georges, L., Massart, C., Moeseke, G.V. ve Herde, A.V. (2012).** Environmental and economic performance of heating systems for energy efficient dwellings: case of passive and low energy single family houses, *Energy Policy*, 40, 452-464.
- [49] **Cho, K., Hong, Y. Ve Seo, J. (2014).** Assesment of the economic performance of vacuum insulation panels for housing projects, *Energy and Buildings*, 70, 45-51.
- [50] **Incropera, F.P. ve DeWitt, D.P. (1996).** Isı ve Kütle Geçişinin Temelleri, Literatür Yayıncılık, (Derbentli, T., Genceli, O., Güngör, A., Hepbaşlı, A., İlken, Z., Özbalta, N., Özgüç, F., Parmaksızoğlu, C. ve Uralcan, Y., Çev.), İstanbul.
- [51] **Rathore, M.M. ve Kapuno, R.R. (2011).** Engineering Heat Transfer, Johns & Barlett Learning Publications, 2nd Edition, 2-25, Londra.
- [52] **Caps, R., Beyrichen, H. ve Kraus, D. (2008).** Quality control of vacuum insulation panels: methods of measuring gas pressure, *Vacuum*, 82:691-9.
- [53] **Bouquerel, M., Duforestel, T., Baillis, D. ve Rusaouen, G. (2012).** Heat transfer modeling in vacuum insulation panels containing nanoporous silicas. *Energy and Buildings*, 54, 320-336.

- [54] **Clark, M.M.** (2009). *Transport Modeling for Environmental Engineers and Scientists*, John Wiley&Sons, Inc., 2nd Edition, 282, New Jersey.
- [55] **Alam, M., Singh, H. ve Limbachiya, M.C.** (2011). Vacuum insulation panels (VIPs) for building construction industry-A review of the contemporary developments and future directions, *Applied Energy*, 88, 3592-3602.
- [56] **Stovall, T.K.** (1999). An introduction to VIP technology, *Vacuum Insulation Panel Symposium*, Baltimore, Maryland, U.S.A, 3-4 Mayıs.
- [57] **Hewitt, N. ve Ciullo, P.** (2007). Compounding Precipitated Silica in Elastomers: Theory and Practice, William Andrew Inc., 1st Edition, Chapter 1: Silica as a reinforcing filler, Norwich-New York.
- [58] **Schaefer, D.W., Chen, C., Jing, A. ve Yang, M.** (2001). Methods for synthesizing precipitated silica and use thereof, *United States Patent*, No: 7700062 tarih: 20.04.2010.
- [59] **Alan, N. ve İşçi, S.** (2013). Surface modification of sepiolite particles with polyurethane and polyvinyl alcohol, *Progress in Organic Coatings*, 77, 444-448.
- [60] **Facey, G.A., Kuang, W. ve Detellier, C.** (2005). Multinuclear magnetic resonance spectroscopy studies of the structuration of the tunnels of sepiolite in the presence of intracrystalline pyridine molecules, *Journal of Physical Chemistry*, 109(47), 359-365.
- [61] **Chen, H., Lu, H., Zhou, Y., Zheng, M., Ke, C. ve Zeng, D.** (2012). Study on thermal properties of polyurethane nanocomposites based on organo-sepiolite, *Polymer Degradation and Stability*, 97, 242-247.
- [62] **Robertson, R.** (1957). Sepiolite: a versatile raw material, *Chemistry&Industry*, 16, 1492-1495.
- [63] **Can, G.** (1992). Dünya’da ve Türkiye’de sepiyolitik kil, *Jeoloji Mühendisliği*, 41, 166-170.
- [64] **Sabah, E. ve Çelik, M.S.** (1999). Sepiyolit: Özellikleri ve Kullanım Alanları, 3. *Endüstriyel Hammadeler Sempozyumu*, İzmir, Türkiye, 14-15 Ekim.
- [65] **Yaylalı, G., Değirmenci, S., Şirin, B. ve Akarlar, N.** (2001). Türkiye’de döküm bentonitlerinin 2000’lerde iyileştirilmesi, *T.M.M.O.B. Metalurji Mühendisleri Odası Metalurji*, 126, 13-19.
- [66] **Vatansever, A.** (2009). Reşadiye bentonitinden organofilik bentonit sentezi, *Yüksek Lisans Tezi*, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- [67] **Huang, X. et al.** (2012). A map of rice genome variation reveals the origin of cultivated rice, *Nature*, 490, 497-501.
- [68] **Molina, J. et al.** (2011). Molecular evidence for a single evolutionary origin of domesticated rice, *Proceedings of the National Academy of Science*, 108, 8351-8356.
- [69] **Tuck, C.O., Perez, E., Horvath, I.T., Sheldon, R.A. ve Poliakoff, M.** (2012). Valorization of biomass: deriving more value from waste, *Science*, 337, 695-699.

- [70] **Sun, L. ve Gong, K.** (2001). Silicon based materials from rice husks and their applications, *Industrial and Engineering Chemistry*, 40, 5861-5877.
- [71] **Wang, W., Martin, J.C., Fan, X., Han, A., Luo, Z. ve Sun, L.** (2011). Silica nanoparticles frameworks from rice husk biomass, *Applied Material Interfaces*, 4, 977-981.
- [72] **Ma, J.F., Tamai, K., Yamaji, N., Mitani, N., Konishi, S., Katsuhara, M., Ishiguro, M., Murata, Y. ve Yano, M.** (2006). A silicon transporter in rice, *Nature*, 440, 688-691.
- [73] **Prasad, R. ve Pandey, M.** (2012). Rice husk ash as a renewable source for the production of value added silica gel and its application: an overview, *Bulletin of Chemical Reaction Engineering&Catalysis*, 7(1), 1-25.
- [74] **Olawale, O., Oyawale, F.A., Makinde, O.W., ve Ogundele, K.T.** (2012). Effect of oxalic acid on rice husk, *Journal of Applied Sciences and Engineering Research*, 1(5), 663-668.
- [75] **Liou, T.H. ve Yang, C.C.** (2011). Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash, *Materials Science and Engineering*, 176, 521-529.
- [76] **Liu, N., Huo, K., McDowell, M.T., Zhao, J. ve Cui, Y.** (2013). Rice husks as a sustainable source of nanostructured silicon for high performance Li-ion battery anodes, *Scientific Reports*, 3: 1919, 1-7.
- [77] **Wakili, K.G., Binder, B. ve Vonbank R.** (2003). A simple method to determine the specific heat capacity of thermal insulations used in building construction, *Energy and Buildings*, 35, 413-415.
- [78] Determination of steady-state thermal resistance and related properties-Heat flow meter apparatus, ISO 8301:1991 standard.
- [79] **Jakubovics, J.P.** (1994). *Magnetism and Magnetic Materials*, Maney Publishing, 2nd Edition, 87-90, Cambridge.
- [80] **Bhattacharya, S.N., Kamal, M.R ve Gupta, R.K.** (2008). *Polymeric Nanocomposites*, Carl Hanser Publishers, 1st Edition, 325-329, München.
- [81] **Da Wen, S.** (2009). *Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control*, Elsevier Inc., 1st Edition, 156-160, New York.
- [82] **Condon, J.B.** (2006). *Surface Area and Porosity Determination by Physisorption*, Elsevier Inc., 1st Edition, 15-21, Oxford.
- [83] **Socrates, G.,** (2001). *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies*, John Wiley&Sons Ltd, 3rd Edition, 241-246, Wiltshire, England.
- [84] **Vieira, M.G.A., Neto, A.F., Carlos da Silva, M.G., Nobrega, C.C. ve Melo Filho, A.A.** (2012). Characterization and use of in natura and calcined rice husks for biosorption of heavy metals ions from aqueous effluents, *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 29(3), 619-633.
- [85] **Zhuravlev, L.T.** (2000). The surface chemistry of amorphous silica. Zhuravlev model, *Colloids and Surfaces*, 173, 1-38.

- [86] **S. Brunauer, P. H. Emmett and E. Teller.** (1938). Adsorption of Gases in Multimolecular Layers, *Journal of American Chemical Society*, 60, 309-319.
- [87] **Gürten, İ. I. (2008).** Çay atığından adsorbent üretimi ve üretilen adsorbentin adsorpsiyon özelliklerinin incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- [88] **Ramadhansyah, P.J., Mahyun, A.W., Salwa, M.Z., Abu Bakar, B.H., Megat Johari, M.A. ve Won Ibrahim, M.H.** (2012). Thermal Analysis and Pozzolan Index of Rice husk Ash at Different Grinding Time, *International Conference on Advances Science and Contemporary Engineering*, Jakarta, Endonezya, 24-25 Ekim.
- [89] **D. Singh, R. Kumar, A. Kumar and K. N. Rai.** (2008). Synthesis and characterization of rice husk silica, silica-carbon composite and H₃PO₄ activated silica, *Cerâmica*, 54, 203-212.
- [90] **Carlson, L.** (2004). Bentonite Minerology, *Posiva Oy Working Report 2004-02*.
- [91] **Ahonen, L., Korkeakoski, P., Tiljander, M., Kivikoski, H. Ve Leaksonen, R.** (2008). Quality Assurance of the Bentonite Mineral, *Posiva Oy Working Report 2008-33*.
- [92] CUAP 12.01/30 (2009) Factory made vacuum insulation panels, 1st draft, August 2009.
- [93] Microtherm hızlandırılmış yaşlanma test raporu, Alındığı tarih: 05.05.2014, adres: <http://www.microthermgroup.com/>
- [94] **Brunner, S. ve Simmler H.** (2003). Service Life Prediction for Vacuum Insulation Panels, *International Conference Cleantech for Smart Urban Cities and Buildings from Nano to Urban Scale (CISBAT)*, Lausanne, Eylül 2003.
- [95] **Heinemann, U.** (2013). Vacuum Insulation Panels-Potentials, Challenges and Applications, *11th International Vacuum Insulation Symposium*, Eylül 19-200.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Ceren ÖNEY KIROĞLU

Doğum Yeri ve Tarihi: İstanbul- 24.05.1989

Adres: Bahçelievler mah. Saklıvadi Sok. Ağaoğlu Sitesi. Blok:31 B6 Daire:4

Bahçelievler / İstanbul

E-Posta: cerenoneyy@gmail.com

Lisans: İstanbul Teknik Üniversitesi - Kimya Mühendisliği

Mesleki Deneyim: ARÇELİK A.Ş. Merkez Ar-Ge , Ar-Ge Mühendisi

2013- (Halen)