

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İÇİ BOŞ SERAMİK MİKRO KÜRE KATKILI KOMPOZİT ISI YALITIM
KAPLAMALARININ EV TİPİ FIRINLARDA KULLANIMLARININ
DENEYSEL OLARAK İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
AŞI GENCER**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Programı : Malzeme Mühendisliği

HAZİRAN 2009

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İÇİ BOŞ SERAMİK MİKRO KÜRE KATKILI KOMPOZİT ISI YALITIM
KAPLAMALARININ EV TİPİ FIRINLARDA KULLANIMLARININ
DENEYSEL OLARAK İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Aslı GENCER

(506071401)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 04 Mayıs 2009

Tezin Savunulduğu Tarih : 01 Haziran 2009

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENOĞLU (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Eyüp Sabri KAYALI (İTÜ)
Prof. Dr. Sakin ZEYTİN (SAÜ)

HAZİRAN 2009

ÖNSÖZ

Malzeme bilimi ve mühendisliği teknolojik gelişmelere paralel olarak hızla ilerleme göstererek, hem geleneksel malzemelerin özelliklerinin geliştirilmesine hem de gelişen teknolojinin ihtiyacı olan yeni malzemelerin üretimi ve uygulanmasına öncülük etmektedir.

Enerji tüketiminin azaltılması yönünde yapılan çalışmalarda ısı yalıtımının önemi büyüktür. Bu kapsamda, pazar araştırmaları yüksek performanslı ısı yalıtım malzemeleri için büyük potansiyel olduğunu göstermektedir. Bu tez çalışmasında; kolay uygulanabilir, içleri boş seramik mikro küreler ile katkılandırılmış polimerik kaplamaların özellikleri incelenerek, ev tipi fırınların ısı yalıtımlarını destekleme amaçlı kullanımlarına yönelik çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

Yüksek lisans eğitiminin ilk gününden beri tez çalışmam konusunda beni hep destekleyen, benden yardımlarını esirgemeyen ve yol gösteren saygıdeğer hocam Sayın Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışması için teknik imkan sağlayarak, Arçelik A.Ş. bünyesinde bu çalışmanın gerçekleşmesini destekleyen Ar-Ge Direktörü Sayın Dr. Cemil İNAN'a, Ar-Ge Direktörlüğü Mekanik Teknolojiler Yönetici Sayın Fatih ÖZKADI'ya ve Ar-Ge Malzeme Teknolojileri Ailesi Lideri Sayın Sibel ODABAŞ'a teşekkür ederim.

Tez çalışmam süresince hiçbir fedakarlıktan kaçınmayarak, bilgi birikimini benimle cömertçe paylaşan Ar-Ge Mühendisi Sayın Deniz TAŞKIN'a, çalışmamda yapıcı yorumlarıyla yardımda bulunarak, sorularımı cevapsız bırakmayan çalışma arkadaşlarım Ar-Ge Mühendisi Sayın Nursel KARAKAYA ve Ar-Ge Mühendisi Sayın Aslı KAYIHAN'a teşekkürü borç bilirim. Fedakarca ve sabırla benimle tüm çalışmam boyunca ilgilenen tüm Ar-Ge Malzeme Teknolojileri Ailesi ve Ar-Ge Akışkanlar Dinamiği Ailesi çalışanlarına teşekkür ederim.

Malzemenin X-Işınları analizlerindeki yardımları için İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Araştırma Görevlisi Malzeme Yük. Müh. Mert GÜNYÜZ'e teşekkür ederim.

Son olarak, hep yanımda olarak güç verdiği için çok sevgili Mak. Yük. Müh. Kemal ÖZEL'e ve bugüne ulaşmamda kuşkusuz en büyük pay sahibi, her konuda hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen en büyük zenginliğim, çok sevdiğim aileme sonsuz teşekkür ederim.

Bu yüksek lisans tezi kapsamında yapılan tüm çalışmalar Arçelik A.Ş. Ar-Ge Laboratuvarları'nda gerçekleştirilmiştir. Elde edilen tüm teknik bilgiler Arçelik A.Ş.'nin izni olmadan kullanılamaz.

Mayıs 2009

Aslı Gencer
Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	iii
İÇİNDEKİLER	vii
KISALTMALAR	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ŞEKİL LİSTESİ.....	xiii
SEMBOL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xvii
SUMMARY	xix
1. GİRİŞ	1
2. ISI YALITIM KAPLAMALARI.....	11
3. İÇİ BOŞ MİKRO KÜRELER	17
4. İÇİ BOŞ SERAMİK MİKRO KÜRELER	21
4.1. İçi Boş Seramik Mikro Kürelerin Üretim Yöntemleri	21
4.2. İçi Boş Seramik Mikro Kürelerin Kullanım Alanları	26
5. İÇİ BOŞ SERAMİK MİKRO KÜRELER İÇEREN ISI YALITIM	
KAPLAMALARI	29
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	33
6.1. Kaplama Malzemesinin Hazırlanması	34
6.2. Uygulanan Deneyler.....	37
6.2.1. Tutunma deneyi.....	37
6.2.2. Kalınlık ölçümü.....	37
6.2.3. Diferansiyel taramalı kalorimetri ile özgül ısı ölçümü	38
6.2.4. XRD faz analizi.....	38
6.2.5. SEM ve EDS analizleri	38
6.2.6. Isıl çevrim deneyleri.....	39
6.2.7. TGA analizi.....	40
6.2.8. Parçacık boyut dağılımı analizi	41
6.2.9. Yüzey alanı ve ortalama por büyüklüğünün tayini	41
6.2.10. Piknometre ile kaplama yoğunluğu tayini.....	42
6.2.11. Isıtıcı deneyleri.....	42
6.2.12. Enerji tüketim deneyi	43
6.2.13. Isınma deneyi	51
7. DENEY SONUÇLARI ve TARTIŞMA	53
7.1. Seramik Mikro Kürelerin Karakterizasyonu	53
7.2. Kaplama Malzemesi Karakterizasyonu.....	59
7.2.1. Kaplama yapısı ve ısıl özelliklerinin değerlendirilmesi.....	60
7.2.2. Kaplama kalınlığı ve yapısının enerji tüketimine etkilerinin	
değerlendirilmesi.....	68
7.2.2.1. Fırın şasisi kaplama çalışmalarının değerlendirilmesi	69
7.2.2.2. Alt ısıtıcı sacı kaplama çalışmalarının değerlendirilmesi	78
7.2.3. Kaplamaların ısıl bariyer davranışlarının değerlendirilmesi.....	80
7.2.3.1. Bek tablası kaplama çalışmaları değerlendirilmesi.....	81

7.2.3.2. Isıtıcı deneylerinin değerlendirilmesi	82
8. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	87
8.1. Sonuçlar	87
8.2. Öneriler.....	88
KAYNAKLAR.....	91
ÖZGEÇMİŞ	95

KISALTMALAR

APS	: Air Plasma Spray
DSC	: Differential Scanning Calorimetry
EB-PVD	: Electron Beam Physical Vapour Deposition
EDS	: Enerji Dağılımlı Spektrometre
EN	: European Standards
E.T.A.	: Enerji Tüketim Avantajı
E.T.D.	: Enerji Tüketim Değeri
FS	: Free Standing Ev Tipi Fırın
IR	: Infra Red
NSTL	: National Standards Testing Laboratories
LPPS	: Low Pressure Plasma Spray
SEM	: Scanning Electron Microscope
SMK	: Seramik Mikro Küre
TGA	: Termogravimetrik Analiz
TBK	: Termal Bariyer Kaplama
XRD	: X-Ray Diffraction

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 1.1	: Silikon Kimyasında Kullanılan Birimler ve Fonksiyonelliklerine Göre Ayrımları [4]	5
Çizelge 6.1	: Kullanılan İçleri Boş Seramik Mikro Kürelerin National Standards Testing Laboratories (NSTL) Tarafından Ölçümü Yapılan Bazı Özellikleri.....	34
Çizelge 6.2	: Çalışma Modlarında Ortalama Fırın İçi Sıcaklık Değerleri	48
Çizelge 7.1	: Seramik Mikro Küre Parçacık Boyut Dağılımı Değerleri.....	53
Çizelge 7.2	: Ağ. %25 SMK İçerikli Kaplama Malzemesinin Sac Bakan Yüzeyinin EDS Analizi Sonucu.....	64
Çizelge 7.3	: Ağ. %25 SMK İçerikli Kaplama Malzemesinin Dış Yüzeyinin EDS Analizi Sonucu	65
Çizelge 7.4	: Kaplama Malzemesine Ait Özgül Isı Değerleri	68
Çizelge 7.5	: Ağ. % 20 SMK Oranında Farklı Kaplama Kalınlıklarında % Enerji Tüketim Avantajı Değerleri	70
Çizelge 7.6	: 600 µm Kaplama Kalınlığı için %25 ve %30 Oranlarında SMK İçeren Kaplama Malzemesinin Enerji Tüketim ve Isıl Çevrim Öncesi/Sonrası Tutunma Deneyleri Sonuçları.....	71
Çizelge 7.7	: %30 Oranında SMK İçeren Kaplama Malzemesinin Farklı Kaplama Kalınlıklarındaki Isıl Çevrim Öncesi/Sonrası Tutunma Deney Sonuçları	72
Çizelge 7.8	: %25 Oranında SMK İçeren Kaplama Malzemesinin Farklı Kaplama Kalınlıklarındaki Isıl Çevrim Öncesi/Sonrası Tutunma Deney Sonuçları	73
Çizelge 7.9	: %25 SMK İçerikli Malzeme ile 600µm Kalınlığında Kaplama Uygulanmış Şasi ve Kaplamasız Şasi ile Yapılan 135 K, 155 K ve 175 K Enerji Tüketim Testleri Esnasındaki Fırın İçi Havası ve Şasi Üst Dış Yüzeyi Sıcaklıklarının Değişimi.....	76
Çizelge 7.10	: %25 SMK İçerikli Malzeme ile 600µm Kalınlığında Kaplama Uygulanmış Şasi ve Kaplamasız Şasi ile Yapılan 135 K, 155 K ve 175 K Enerji Tüketim Testleri Esnasındaki Şasi Dışı Sol-Yan Yüzey ve Şasi Dışı Sol-Yan Cam Yünü İzolasyonu Üzeri Sıcaklıklarının Değişimi	77
Çizelge 7.11	: Alt Isıtıcı Sacının Alt ve Üst Yüzeylerinin Kaplamalı Olduğu Durumlar için Enerji Tüketim Deneyi Sonuçları.....	80
Çizelge 7.12	: Alt Isıtıcı Sacının Farklı Yüzeylerinin Kaplandığı Durumlarda Enerji Tüketim Deney Sonuçları	80

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1	: Fırın Yapısı Şematik Görünümü	8
Şekil 1.2	: Isıtıcıların ve Fanın Şematik Görünümü	8
Şekil 1.3	: Fırın Ana Kavite (Şasi) Katı Modeli	9
Şekil 2.1	: Örnek Bir TBK Mikro Yapısı [11].....	12
Şekil 4.1	: Sentezlenen İçleri Boş Silika Mikro Kürelerin SEM Görüntüsü [19]. ..	22
Şekil 4.2	: Üniform Et Kalınlığına Sahip Silika Mikro Kürelere Ait TEM Mikrografisi, Ölçek Çizgisi 1mm [19].....	22
Şekil 4.3	: 600°C’de Isıl İşlem Görmüş Düzgün Silika Mikro Kürelerin SEM Görüntüsü [19].	23
Şekil 4.4	: Sprey Kurutma Yöntemi ile Mikro Küre Üretimi Akış Şeması [17]	26
Şekil 5.1	: Mikro Küreler İçeren Kaplamaların Kurlenme Öncesi/Sonrası Şematik Görünümü	29
Şekil 5.2	: Hacimce %6,6 Mikro Küre İçerikli Kaplama Yüzeyi SEM Görüntüsü [29]	31
Şekil 5.3	: Hacimce %65,4 Mikro Küre İçerikli Kaplama Yüzeyi SEM Görüntüsü [29]	32
Şekil 6.1	: Kaplama İşleminin Gerçekleştirilmesi	35
Şekil 6.2	: Kaplanmış Fırın Şasisi a) Yandan b) Arkadan Görünümü.....	36
Şekil 6.3	: Fırın Bileşenleri ve Kaplama Yapılan Yüzeyleri Gösteren Şema.....	36
Şekil 6.4	: Tutunma Testi Ekipmanları.....	37
Şekil 6.5	: TA Q200 DSC Cihazı.....	38
Şekil 6.6	: JOEL JSM 6400 SEM Cihazı.....	39
Şekil 6.7	: Heraeus WU6100 Etüv.....	40
Şekil 6.8	: TA Q500 TGA Cihazı	40
Şekil 6.9	: Quantochrome Autosorb 1C Cihazı	41
Şekil 6.10	: Micromeritics Accupyc 1330 Gaz Piknometresi Cihazı	42
Şekil 6.11	: Isıtıcı İle Yapılan Deney Düzeneği Görüntüsü	43
Şekil 6.12	: Kaplama Uygulanan, Enerji Tüketim ve Isınma Deneyleri Gerçekleştirilen BEKO Marka D1 6674 T Multifonksiyonel Ev Tipi Fırın Görüntüsü	44
Şekil 6.13	: Tuğla Boyutları ve Termoelemanların Konumu	45
Şekil 6.14	: Buzdolabında Suda Bekletilen Tuğla Görüntüsü	46
Şekil 6.15	: Deney Köşesi.....	50
Şekil 6.16	: Tuğla Testi Esnasında Fırın İç Görüntüsü.....	51
Şekil 7.1	: Parçacık Boyut Dağılımı Analizi Grafiği.....	54
Şekil 7.2	: İçleri Boş Seramik Mikro Kürelere Ait XRD Deseni	55
Şekil 7.3	: Amorf ve Kristal Cisimlerde L -T Değişimi [11]	56
Şekil 7.4	: Küreler Genel Görünüm.....	57
Şekil 7.5	: Kırık Küre Et Kalınlığı SEM Görüntüsü.....	57
Şekil 7.6	: Kırık Küre SEM Görüntüsü	58
Şekil 7.7	: Poroz Küre SEM Görüntüsü	58

Şekil 7.8 : Kaplama Malzemesi İçerisinde Parçacık Dağılımının Etkilerini Açıklayıcı Şematik Gösterim	60
Şekil 7.9 : Ağ. %20 SMK İçerikli Kaplama Malzemesi Dış Yüzey SEM Görüntüsü	61
Şekil 7.10 : Ağ. %20 SMK İçerikli Kaplama Malzemesi Dış Yüzey SEM Görüntüsü	61
Şekil 7.11 : Ağ. %30 SMK İçerikli Kaplama Malzemesi Dış Yüzey SEM Görüntüsü	62
Şekil 7.12 : Ağ. %30 SMK İçerikli Kaplama Malzemesi Kesit SEM Görüntüsü, Sol Tarafta Saca Bakan Yüzey Sağda İse, Dış Yüzey Görülmektedir.	62
Şekil 7.13 : %25 SMK İçerikli Kaplama Malzemesinin Saca Bakan Yüzeyinin SEM Analizi Görüntüsü	63
Şekil 7.14 : %25 SMK İçerikli Kaplama Malzemesinin SEM Analizi Görüntüsü....	63
Şekil 7.15 : Ağ. %25 SMK İçeren Kaplama Malzemesinin Saca Bakan Yüzeyine Ait EDS Spektrumu	64
Şekil 7.16 : %25 SMK İçeren Kaplama Malzemesinin Dış Yüzeyine Ait EDS Spektrumu	65
Şekil 7.17 : %25 SMK İçerikli Kaplama Malzemesinin 1000°C N ₂ Ortamında TGA Sonrası Kalıntı SEM Analizi Görüntüsü	66
Şekil 7.18 : Üretilen Kaplama Malzemelerinin 10-250°C Sıcaklık Aralığında Özgül Isı (C _p) Değerleri Değişimi	67
Şekil 7.19 : %30 SMK İçeren 420µm ve 850µm Kalınlıklı Numunelerin 250°C'de 5. Çevrim Sonundaki Görünümleri	72
Şekil 7.20 : 250°C'de 10 Çevrim Isıl Çevrim Sonunda a) 447µm b) 517µm c)587µm d) 614µm e) 741µm f) 758µm Kaplama Kalınlığındaki Numunelerin Görünümü.....	74
Şekil 7.21 : Alt Isıtıcı Sacı İç Yüzey Görünümü	79
Şekil 7.22 : Kaplamalı Bek Tablası Alt Yüzey Görünümü	81
Şekil 7.23 : Bek Tablası Alt Yüzey Geometrik Ortasının Sıcaklığının Isınma Deneyi Süresince Zamana Bağlı Değişimi	82
Şekil 7.24 : Kaplamalı Plaka İle Yapılan Isıtıcı Deneyi Ölçüm Düzeneği Görüntüsü	83
Şekil 7.25 : Zaman- Kalın Kaplama Kalınlıklı (832µm) Yüzey Sıcaklığı İlişkisi	84
Şekil 7.26 : Zaman- İnce Kaplama Kalınlıklı (325µm)Yüzeyi Sıcaklığı İlişkisi	84

SEMBOL LİSTESİ

c_p	: Isı kapasitesi
m	: Kompleks kırınım indisi
n	: Kırılma indisi
κ	: Yutma indisi
x	: Difraksiyon parametresi
π	: Pi sayısı
a	: Parçacık çapı
λ	: Işınım dalga boyu

İÇİ BOŞ SERAMİK MİKRO KÜRE KATKILI KOMPOZİT ISI YALITIM KAPLAMALARININ EV TİPİ FIRINLARDA KULLANIMLARININ DENEYSEL OLARAK İNCELENMESİ

ÖZET

İçeri boş seramik mikro küreler; inorganik, çok kristalli yapıya sahip, küre ya da küreye yakın geometrili, tek büyük bir boşluk içeren, mikron boyutlarında parçacıklardır. Farklı alanlarda birçok potansiyel kullanım alanları olduğu bilinmektedir. Isı yalıtımı bunlardan sadece biridir. Az enerji tüketen cihaz ve yapıların önem kazandığı günümüzde, ısı yalıtımının artırılarak enerji tüketiminin azaltılması bu yönde yapılan çalışmalar arasındadır. Tüm endüstriyel alanlarda devam eden enerji tüketimini azaltma çalışmaları beyaz eşya sektöründe de mevcuttur.

Bu tez çalışması kapsamında; içeri boş seramik mikro küreler (SMK) ağırlıkça %20-25-30 oranlarında ısıya dayanıklı bir silikon reçineye ilave edilerek farklı kaplama kalınlıklarında ısı yalıtım kaplamaları üretilmiş, ve ev tipi fırınların farklı bölgelerine uygulanarak enerji tüketiminde azalma ve bölgesel sıcaklıklarda düşüş sağlanmıştır.

Bu bağlamda; içeri boş seramik mikro küreler ve silikon reçine ticari olarak temin edilmiştir. İçeri boş seramik mikro küreler ve özellikle ısı yalıtımında kullanımları ile ilgili literatür araştırması yapılmıştır. Araştırmanın sonuçlarına bağlı olarak içeri boş seramik mikro küreler XRD, SEM, yüzey alanı, ortalama por boyutu, parçacık boyutu analizleri ile karakterize edilmiştir. Daha sonra, üretilen kaplama malzemesi fırın şasisi yüzeylerine ve sac plakalara püskürtme yoluyla uygulanmıştır. Sac plaka ve fırın şasisine yapılan farklı kalınlıklardaki kaplamalar ile ısıl çevrime bağlı tutunma özellikleri ve enerji tüketimi getirileri 3 farklı oranda ağırlıkça % SMK ilavesi göz önünde bulundurularak, optimum kaplama özelliklerini belirlemeye yönelik çalışmalar yapılmıştır. Sac plakalara uygulanan kaplama malzemesi üzerinde; SEM, EDS, TGA analizleri ve ısı kapasitesi ölçümleri gerçekleştirilerek kaplama yapısı ve ısıl özellikleri; şasi ve alt ısıtıcı sacı üzerinde yapılan kaplamalar ile ise, kaplama kalınlığı ve yapısının enerji tüketim avantajı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Ayrıca, bek tablası kaplama çalışmaları ve ısıtıcı deneyleri ile kaplamanın ısıl bariyer etkisi de değerlendirilmiştir.

Çalışma sonunda; ev tipi fırınların ısı yalıtımını destekleyici olarak SMK içeren ısı yalıtım kaplamasının kullanımında ısıl çevrim öncesi ve sonrasındaki tutunma özellikleri ve ısıl fayda açısından en uygun kaplama malzemesinin %25 oranında SMK içeren, 600µm kalınlığındaki uygulama olduğu belirlenmiştir.

EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF HOLLOW CERAMIC MICROSPHERE CONTAINING COMPOSITE HEAT INSULATION COATINGS FOR UTILIZATION IN DOMESTIC OVENS

SUMMARY

Hollow ceramic microspheres have many known potential application areas. Heat insulation is only one of them. Nowadays, low energy consuming structures grab a lot of attention. Increasing heat insulation is one of energy consumption reduction studies made in all areas of industry. Electric appliances sector undertakes much of this whole effort in all over the world.

In the scope of this thesis study, hollow ceramic microspheres (CMS) are added to a heat resistant silicone resin in 3 different ratios; 20-25-30 % by weight and in varying coating thicknesses. Coating material is applied to some parts of domestic ovens such as the outer surface of oven cavity, backside of cooktop and bottom heater protective sheet. As a result, reduction in energy consumption and increase in temperature control is achieved due to this heat insulation coating application.

CMS and the silicone resin are supplied commercially. A literature research is made on CMS, heat insulation coatings and especially usage of these in thermal insulation. According to this research; XRD, SEM, surface area, average pore size, particle size distribution analysis are made for the CMS. Then, coating material is produced and applied to oven cavities and some sheet plates by spraying. These coatings that are applied in different thicknesses are then evaluated after being tested in thermal cycle, adhesion and energy consumption tests. These tests are performed for 3 different weight percentages of CMS addition. Throughout the study; SEM, EDX analysis, heat capacity measurements are performed using coated sheet plate specimens to observe the coating structure and thermal properties of the coating. With the oven cavity and bottom heater protective sheet coating applications, the effects of coating thickness and structure on energy consumption reduction advantage are investigated. Also, back sides of cook top surfaces are coated in order to increase the temperature control of these parts and evaluate the thermal barrier effect of the coating developed.

As a result, the optimum coating material for supportive thermal insulation application for domestic ovens is found out to be the composition with 25 wt.% CMS and 600 μ m coating thickness.

1. GİRİŞ

İlk ısı yalıtımı uygulamasını, insanođlu kendisini doğanın olumsuz etkilerinden korumak için avladığı, hayvan postlarına sarınmakla gerçekleştirmiştir. O günden bu yana, birçok ısı yalıtım malzemesi üretilmiş ve farklı uygulamalar için uygun ısı yalıtım malzemesi seçimi yapılmıştır.

Isı geçişi (veya ısı), sıcaklık farkından kaynaklanan enerji aktarımıdır. Bir ortam içinde veya ortamlar arasında, bir sıcaklık farkı mevcut olan her durumda, ısı geçişi mutlaka gerçekleşir. Isı geçişinin gerçekleşmesine sebep olan mekanizmalar ısı geçişinin türleri olarak adlandırılır. Katı veya akışkan bir durgun ortam içinde, bir sıcaklık farkı olması durumunda ortam içinde gerçekleşen ısı geçişi için, iletim terimi kullanılır. Buna karşın bir yüzey ile hareket halindeki bir akışkan farklı sıcaklıklarda ise, aralarında gerçekleşen ısı geçişi, taşınım adını alır. Isı geçişinin üçüncü türü ise, ısıl ışınım olarak adlandırılır. Sonlu sıcaklığa sahip tüm yüzeyler, elektromanyetik dalgalar halinde enerji yayarlar. Işınım yayma, cismin yapısından bağımsız olarak, cismi oluşturan atomların ve moleküllerin elektron düzenlerindeki değişmelere yorumlanabilir [1]. Yalıtkanlar, bu ısı transfer yöntemlerindeki ısı akışlarının düşürülmesi ile yalıtım sağlar. Örneğin; ince bir köpük tabakası taşınım ve iletim ile olan ısı geçişini düşürür. Yansıtıcı bir metalik film veya beyaz boya ısıl ışınımı düşürür. Bazı malzemeler bir ısı transfer yöntemi için iyi bir yalıtıktır, fakat bir diğeri için kötü olabilir. Örneğin, metal bir tabaka ışınım için iyi bir yalıtkan olabilir, fakat iletim için oldukça kötü bir yalıtıktır.

Isı yalıtım malzemeleri arasından yapılacak uygulamaya uygun malzemenin seçiminde en önemli unsur yalıtımı yapılacak sistemde hakim olan ısı transfer mekanizmasıdır. Böylelikle, yalıtım malzemesinden elde edilebilecek fayda öngörülebilir. Örneğin; ısı yalıtım kaplamaları, ışınım ile olan kayıpları azaltabildiğinden enerji tüketiminin önem kazandığı günümüz koşullarında geleneksel lifli ısı yalıtım malzemelerini destekleyici olarak ya da geleneksel yalıtım malzemelerinin etkin olamadığı birçok alanda kullanılabilir.

Bu alanlardan bir tanesi de beyaz eşya sektörüdür. Enerjinin günden güne önem kazanması ile birlikte fırın üretici firmalar da pazarda kendilerine yer bulabilmek amacıyla, ürettikleri fırınların enerji tüketimini azaltma konusunda çalışmalar yapmakta ve enerji verimini arttırmaya çalışmaktadırlar. Uluslararası standartlara göre fırınların enerji tüketimine göre sınıflandırılmaya başlanması, üretici firmaların, fırının enerji tüketimi üzerinde de çalışmalar yapıp, yüksek verimli fırınlar üretmeye yönelmektedir. Isı yalıtımının iyileştirilmesi enerji tüketimi azaltma çalışmalarından sadece biridir. Bu amaçla yapılan tüm çalışmalardan sağlanan toplam fayda ile enerji tüketimi mümkün olduğunca az olan cihazlar üretilmeye çalışılmaktadır.

Yalıtım kaplamaları; yalıtım kalınlığı gerektirmeksizin makine parçalarının ısıdan korunmasına ve enerjinin daha verimli kullanılabilir hale gelmesine katkıda bulunmaktadır. Isı yalıtım kaplamaları kaplandıkları yüzeylerin ısıl dirençlerini artırmanın yanı sıra, bazı katkılarla yüzeylere korozyon direnci, yanmazlık, alev geciktiricilik gibi özellikler de kazandırabilmektedirler. Ev tipi pişirme fırınlarında, pişirme hacminin etrafı cam yünü, seramik yünü gibi izolasyon malzemesi sarılır. Yapılan bu izolasyon ile pişirme hacmi içindeki ısının pişirme haznesi dışına kaçması kısıtlanır. Böylece enerji tüketimi azaltılır ve fırın içinde çalışan elektrikli bileşenlerin ısınması engellenir. Fırın pişirme hacmi genişletilmeye çalışılmaktadır. Bu durum bir rekabet unsuru olarak sunulmaktadır. Pişirme hacimleri artarken, mutfak standart boyutları aynı kalmakta, bu durum üreticileri daha ince izolasyon kullanarak pişirme hacmini büyütme zorlamaktadır. Bu bağlamda, yalıtımda kaplamaların kullanımı ile lifli yalıtım malzemelerinin kalınlıklarının azaltılması sağlanarak, pişirme hacimlerinin artırılması yönünde çalışmalar yapılabilir.

Yeni ve akıllı malzemelerin üretimi için malzemeleri minyatürleştirme ve onlara fonksiyonellik kazandırma umut vadeden yaklaşımlardan biridir. Malzemelerin ayrıntılı yapılandırılmasında içeriklerindeki küçük birimlerin ele alınmasıyla en iyi şekilde gerçekleştirilebilmektedir. Bu bağlamda, umut vadeden ve birçok uygulama alanı bulan malzemelerden biri de içleri boş seramik mikro kürelerdir [2]. İçleri boş seramik mikro kürelerin üretimi ve kullanım alanları ile ilgili literatürde yapılan çalışmalar incelenmiştir. 1980'li yılların sonundan itibaren dünyada üretimi mevcut olan seramik mikro kürelerin üretimi, henüz ülkemizde ticari boyutta gerçekleştirilememektedir. Üretimleri için su-emülsiyon-jel, su ekstraksiyonlu sol-jel, yüksek sıcaklıkta ergitme, püskürtme kurutma gibi farklı metotlar bulunan

seramik mikro kürelerin üretimlerinin gerçekleştirilebilmesi birçok kullanım alanı bulunan bu malzemelerin maliyetlerini düşürülmesini sağlayarak ülke ekonomisi ve bilimsel birikimine katkı sağlayacaktır [2]. Mikro kürelerin ısı yalıtımı katkısı olarak kaplama ve boyalarda, dolgu malzemesi olarak polimerlerde, enkapsülasyonu sağlayan parçacıklar olarak ilaç taşınım sistemlerinde ve su arıtma sistemlerinde kullanımları kullanım alanlarının çeşitliliğini gösteren bazı uygulamalara örnek olarak verilebilir. Literatür araştırmaları, mikro kürelerin üretim parametreleri ve oluşumları arasındaki ilişkinin ve mikro kürelerin ısı yalıtımı etkisi mekanizmasının hala net olarak anlaşılamadığı ve bu konuda çalışmaların devam ettiğine işaret etmektedir [2,3].

Bu tez çalışmasının amacı; ev tipi elektrikli fırınların enerji tüketimlerinin azaltılmasına yönelik çalışmalar kapsamında, ısı yalıtım kaplamaları ile ısı izolasyonlarının iyileştirilmesidir. Yalıtımı artırarak, ısının fırınlar içerisinde daha verimli kullanılması sağlanmakta ve enerji tüketimi azaltılabilmektedir. Bu amaçla, fırının farklı bölgelerine uygulanan içleri boş seramik mikro küreler içeren ısı yalıtım kaplamaları ile fırın yüzeylerinin ısınmasının geciktirilmesi ve/veya azaltılması ile fırın içerisinde ısının daha verimli kullanılması sağlanmaya çalışılmıştır.

Fırın iç yüzeyleri emaye kaplamalıdır. İlgili standartlarda emaye kaplamaya uygun saclar farklı kalitelerde sınıflandırılmıştır. Emayelik sacların sahip olması gereken özellikler; emaye kaplamada hata direnci yüksek, şekil verilebilir, fırınlama sırasında eğilmeye dirençli ve kaynak yapılabilir olmaları olarak özetlenebilir. Genel olarak, üretim yöntemleri göz önüne alınarak altı ana kategorideki çelik emaye kaplanabilmektedir: Soğuk haddelenmiş Al ile söndürülmüş çelikler, soğuk haddelenmiş kaynar çelik, emayelik demir, dekarburize emaye çelikleri, arayer elementsiz çelikler ve sıcak hadde çelikleridir. EN 10209'a göre DC01 EK, DC06 EK, DC03 ED, DC04 ED ve DC06 ED olarak tanımlanmış kaliteler emaye kaplanabilir saclar olarak verilmiştir. DC 01 EK, DC 04 EK ve DC 06 EK kaliteleri konvansiyonel tek katlı veya iki katlı emaye kaplama için uygundur. Bu çalışma sırasında kaplama yapılan altlık malzemeler emayeli fırın parçaları ve emayelik sac plakalardır. Fırın şasi, bek tablası ve alt ısıtıcı sacı yüzeyleri DC04 EK kalite sacdan üretilmektedir.

Üretilen kaplama malzemesinde reçine olarak silikon reçine kullanılmıştır. Silikonlar birçok alanda önemli rol oynamaktadırlar. 3 en önemli türü; akışkan silikonlar,

silikon kauçuklar ve silikon reçinelerdir. Silikon ürünlerin sağladıkları temel avantajlar ve tercih edilmelerinin sebepleri şöyle özetlenebilir [4]:

- Silikonlar güçlü ısı kararlılıkları sebebiyle düşük ve yüksek sıcaklıklarda tercih edilmekte ve uzun servis süreleri sağlamaktadırlar.
- Silikonlar mükemmel elektriksel yalıtkanlardır.
- Silikonlar oldukça güçlü su itici bir yapıya sahiptirler ve birçok organik ve inorganik altlık malzemeler ile birlikte su geçirmez malzeme uygulamalarında sıklıkla tercih edilirler.
- Silikonların çoğu fizyolojik olarak inerttir.

Silikon kimyası silisyum (Si) elementine dayanır. Silisyumun atomik yapısı silikonların karakteristik özelliklerinin oluşumunu sağlar. Silisyuma ek olarak oksijen (O) ve karbon (C) silikonların temel bileşenleridir. Oksijen 2 silisyum atomu ile bağ yaparak “siloksan bağı” denilen yapıyı meydana getirir. Birkaç siloksan yapısının bir araya gelmesi ile “polisiloksan” bileşiği oluşur. Silisyum-oksijen (Si-O) bağları oldukça kararlı ve inorganik karakterlidir. Silisyum-karbon bağları da oldukça kararlıdır. Silisyum atomuna bağlanan karbon atomu ve ona bağlı diğer kimyasal gruplarla birlikte organik grup R olarak tanımlanır. Si-C ve Si-R bağları da “organosilikon bağı” olarak bilinir. Organosilikon ve siloksan bağlarının kombinasyonu ise “organosilikon bileşiği”, “siliko-organik bileşik” ve “organopolisiloksan” terimlerinin ortaya çıkmasını sağlar. Silikonların 3 temel türü ve türevleri olarak akışkan silikonlar, silikon kauçuklar ve silikon reçineler M, D, T ve Q diye tanımlanan birimlerden oluşurlar. Bu birimler tüm silikonların oluşumunda bulunan bölünemez, temel silikon birimleri olarak tanımlanabilir. Her bir silisyum atomu komşu 4 atom (O ve R) dışında başka bir bağ kuramaz ve her birimin Si, O ve R içerdiği kabul edilirse, 3 farklı yapının oluşacağı açıktır: M, D ve T birimleri. Organik ve çoğunlukla hidrofobik olan R grubu inerttir ve çapraz bağlanma reaksiyonunda rol alamaz. Böylece, polisiloksan oluşumu için diğer birimlerin bağlanabileceği tek alan oksijenler olmaktadır. 3 inert organik yan grup içeren M biriminin sadece bir reaktif oksijen atomu mevcuttur. Bu oksijen atomu monofonksiyonel olup sadece bir polimer zincirini oluşturabilir. D birimi 2 inert organik yan grup ve iki oksijen atomu içerir ve difonksiyoneldir. D birimi zincirler ve halkalar oluşturabilir. T birimi ise, tek organik yan grup içerir, fakat 2

adet oksijen atomu mevcuttur ve trifonksiyoneldir. T birimleri organik hidrofobik yan gruplarla birleşerek 3-boyutlu çapraz bağlı yapılar meydana getirebilir. Q birimi de 4 adet reaktif oksijen atomuna sahip olup kuadrifonksiyoneldir. T birimine benzer şekilde, 3-boyutlu çapraz bağlı yapılar oluşturur. Q birimi; kuvars, kum ve tüm inorganik ve organik silikatlar ile su camları ve etil silikatın temelini oluşturur. Diğer yandan, Q birimi hiçbir organosilikon bağlantısı içermemesi (Si-R) sebebiyle bir silikon birimi olarak sayılamaz. Fakat, çapraz bağ yapıcı ajan olarak özellikle silikon kauçuklarda çoğunlukla kullanılmaktadır [4]. Silikon kimyasında kullanılan birimler ve fonksiyonelliklerine göre ayrımları Çizelge 1.1’de görülmektedir.

Çizelge 1.1 : Silikon kimyasında kullanılan birimler ve fonksiyonelliklerine göre ayrımları [4]

$\begin{array}{c} R \\ \\ R - Si - O - \\ \\ R \end{array}$	$\begin{array}{c} R \\ \\ - O - Si - O - \\ \\ R \end{array}$	$\begin{array}{c} \\ O \\ \\ - O - Si - O - \\ \\ R \end{array}$	$\begin{array}{c} \\ O \\ \\ - O - Si - O - \\ \\ O \\ \end{array}$
M monofonksiyonel	D difonksiyonel	T trifonksiyonel	Q kuadrifonksiyonel

Molekül ağırlıkları birkaç bin dolayında olan “küçük polimerler” içinde buldukları çözen buharlaştıktan sonra da tırnakla kolayca çizilebilecek yumuşaklıkta kalan kuru filmler verirler. Dolayısıyla, bu molekül büyüklüğündeki bir termoplastik polimer kullanılarak uygun bir organik kaplama oluşturulamaz. Öte yandan, küçük molekül ağırlıklı polimerlerle hazırlanan yaş boyalar az miktarda çözen girilerek uygun vizkozite değerine ulaştırılabilirler. Bu iki özellik iki açıdan önemli ve yararlıdır. Daha az çözen dolayısıyla daha çok katı madde içeren boya, daha az sayıda kat uygulanarak yani daha kısa sürede istenilen kalınlıkta bir kuru film verebilir; diğer taraftan uygulama sonunda çevreye yayılan çözen miktarı daha az olacağından çevre ve insan sağlığı üzerindeki olumsuz etki azalır. Bu sebeple boya bileşimlerinde küçük ve reaktif polimerlere yer verilir. Söz konusu reaktif gruplar üzerinden ilerleyecek çapraz bağlanma tepkimelerinin başlaması için bir eşik enerjiye ihtiyaç duyulmaktadır. Bu ihtiyaç ortam sıcaklığının artırılmasıyla giderilmektedir. Boyalı yüzeyin ısıtılmasıyla ısı etkisiyle boyanın sertleşmesi gerçekleşir. Kullanılan polimerler ısı etkisiyle geri dönüşü olmayan bir değişime uğrayan polimerler olup termoset polimerler olarak adlandırılır, bu türlü organik

kaplama uygulamalarına ise ısı ile sertleşen (termoset) kaplamalar denilmektedir. Termoset kaplamalarda kaplanan yüzeyler boya pişirme ya da boya kurutma fırınları olarak bilenen fırınlarda 80 ile 300°C arasında değişebilen sıcaklıklarda bir dakika ile bir saat arasında değişebilen sürelerde tutulurlar. Fırında kuruyan ısıyla sertleşen kaplamalar yüksek fiziksel ve kimyasal dayanımın gerekli olduğu, öte yandan da üretim hızının yüksek olmasının önem taşıdığı sektörlerde kullanılırlar.

Silisyum-oksijen ve silisyum-karbon bağlarının yüksek kararlılıkları yarı-organik silikon reçinelere ısı bozunma ve oksidasyona direnç kazandırmaktadır [4]. Silikon kaplamaların koruyucu özellikleri yüksek sıcaklıklarda çelikler üzerinde kullanımlarını mümkün kılmaktadır. Bu kaplamalar, kaplandıkları yüzeylerin termal kararlılıklarını artırmaları, çelik yapıların farklı yapılarla değiştirilmelerini engellemeleri ve enerji ve iş gücü giderlerini azaltmaları sebebiyle önemli teknolojik gelişmeler olarak değerlendirilmektedir. Ayrıca uygulandıkları yapıların beklenen ömürlerini de uzatmaktadır. Ticari olarak birçok farklı özellikte yüzey kaplamaları mevcut olsa da, bu kaplamaların yüksek sıcaklık kararlılıkları halen çalışılmakta olan bir alandır. Yüksek sıcaklık kaplamalarının temel amacı aslında çift yönlüdür. Temel amaç; bir taraftan yüzeyin dış görünümünü ve ısı direncini artırmak, diğer yandan da korozyon direncini muhafaza etmektir. Düşük oranlarda uçucu organik bileşen içeren silikon reçineler kaplamalarda ısı, kimyasal ve aşınma özelliklerinde kayıp olmaksızın kullanılabilir. Ayrıca, seramik frit, alüminyum ve metal oksit bileşiklerinin ilavesi bu reçinelerin ısı ve kimyasal direncini artırabilmektedir [5]. Silikon bazlı boyaya TiO₂, mika ve silika pigment ilavesi ile ısı olarak kararlı olabildiği sıcaklığın çelik yüzeyler üzerinde artış gösterdiği bilinmektedir. Isıya dirençli boyalara, çelik bacalarda, fırın kapılarının iç yüzeylerinde, pişirme ocaklarında, egzoz borularında, motorlarda, uçaklarda ve roketlerde ihtiyaç duyulmaktadır [5].

Kaplamanın uçucu kısmını oluşturan kimyasal malzemeler olan tinerler kaplamayı uygulama yapılabilecek akışkanlığa getirmek ve boyada kullanılan katı veya oldukça viskoz malzemeleri çözüp homojen hale getirmek için kullanılırlar. Çözücüler, kaplama uygulandıktan sonra kaplama filminden uzaklaşarak atmosfere karışır. Bu nedenle gerektiğinden fazla ilave edilmemelidir.

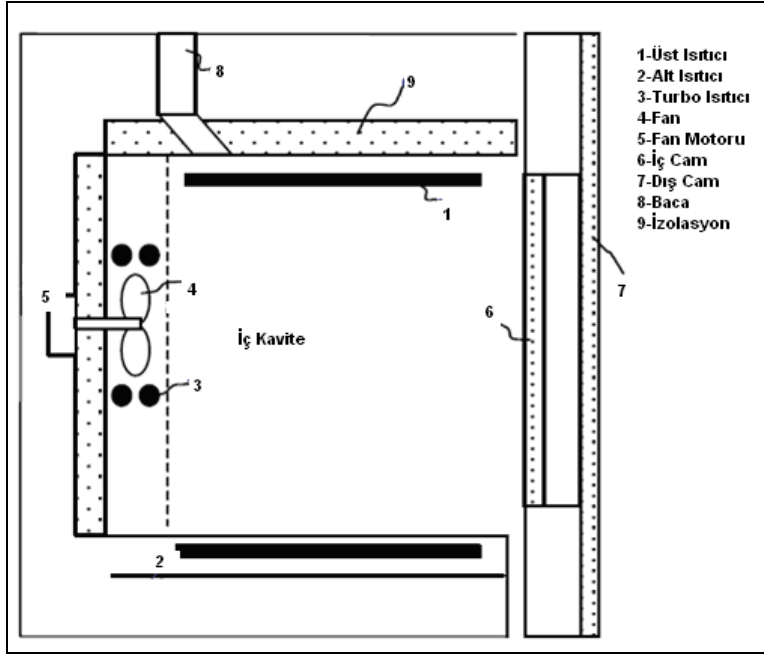
Boya ve benzeri kaplama malzemeleri dekoratif ve/veya koruyucu amaçlarla çeşitli yüzeylere çeşitli şekillerde uygulanan ve uygulandığı yüzeyde ince bir film bırakan

kimyasal malzemelerdir [6]. Bu çalışma kapsamında üretilen ısı yalıtım kaplama malzemesi; sürekli bir matris silikon reçine içerisinde dağıtılmış inorganik içleri boş seramik küresel parçacıklardan oluşan kompozit bir yapıdan oluşturulmaktadır.

Günümüzde ev tipi fırınlarda yalıtım malzemesi olarak çoğu zaman lifli yapıda cam yünü veya benzerleri kullanılmaktadır. Camyünü; 250°C sıcaklığa kadar olan sıcaklıklardan etkilenmeyen, A sınıfı yanmaz malzemeler sınıfında bulunan bir yalıtım malzemesidir. Camyününün ısıl iletkenliği sıcaklıkla doğru orantılı olarak artmaktadır. Fırınlarda, yüksek sıcaklık değerlerinde çalıştılarından dolayı fırınlarda kullanılan izolasyon malzemesinin ısı iletim katsayısının sıcaklıkla değişiminin az olması istenmektedir. Bu çalışmada kullanılan ev tipi fırınlarda ısı yalıtım malzemesi olarak Şekil 1.1'de de görüldüğü gibi 20mm kalınlığında camyünü kullanılmaktadır. Camyünü; silis kumunun yüksek sıcaklıklarda (1200-1250°C) ergitilerek elyaf haline getirilmesi ile elde edilmektedir. Şilte ve levha halinde kullanılabilir. Cam endüstrisinin önemli ürünlerindedir. Süreksiz cam fiberler olarak bilinirler, soda-kireç camından üretilirler. Yanıcı değildir. Dış kuvvetler etkisiyle kolayca deforme olur; kuvvet etkisi geçince eski formuna gelir. Higroskopik (havadan nem emme özelliği) değildir. Asitlere karşı (HF hariç) dayanıklıdır. Küf tutmaz. Bıçak gibi kesici bir aletle kolayca kesilerek karmaşık şekilli parçaların yalıtımında kullanımı uygundur. Deri ile temas edildiğinde kaşıntıya etkisi gösterir. Eldivenle çalışması gerekmektedir. İki yöntemle üretilmektedirler. Birinci yöntemde, bir orifisten akan cam huzmesi üzerine basınçlı hava, gaz veya buhar püskürtülerek huzmenin ince, süreksiz cam lifleri halinde katılaşması sağlanır. İkinci yöntemde ise, ergimiş cam, cam ocağının tabanına yerleştirilen bir orifisten akıp döner bir çelik kap içine girer. Kap içinde yüzlerce küçük delik bulunur. Kabın hızlı bir şekilde dönmesi ile merkezkaç kuvvetinin etkisiyle kap kenarlarına çarpan cam deliklerden dışarı çıkar ve püskürtülen gaz ile katılır [7].

Fırınlarda, ana kavite (şasi), turbo ısıtıcı bölümü ve alt ısıtıcı bölümünden oluşmaktadır. Pişirmenin gerçekleştirildiği ana kavitenin üst kısmında üst ısıtıcı bulunmaktadır. Ana kaviteden üzerinde hava dağıtma delikleri bulunan bir sac ile ayrılan turbo ısıtıcı bölümünde ise dairesel turbo ısıtıcı ve ısıtıcının ısıttığı havayı dağıtan bir fan bulunmaktadır. Ana kavitenin altında bulunan alt ısıtıcı, kavite içinde pişirilen yiyeceklerden damlayacak maddelerden korunmak için ana kaviteden bir sac ile ayrılmaktadır. Fırın yapısının şematik görünümü Şekil 1.1'de, sadece ısıtıcı ve

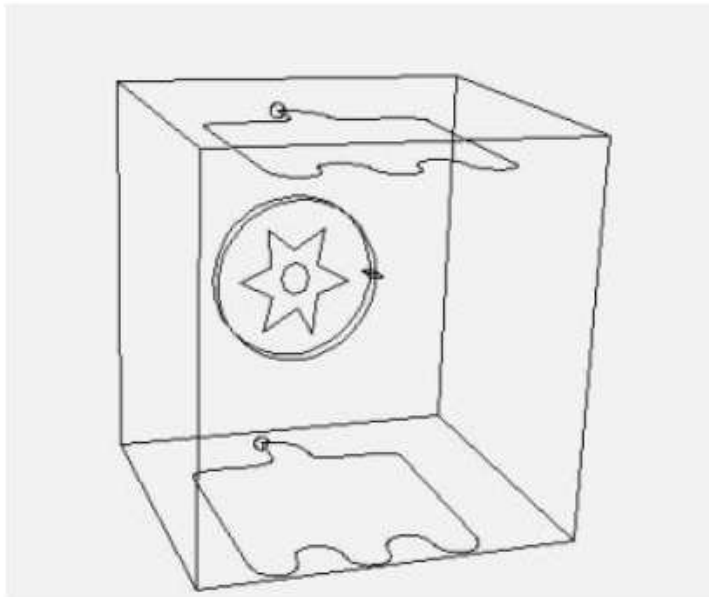
fanın konumu Şekil 1.2’de, deneysel çalışmalarda kullanılan fırına ait katı model Şekil 1.3’te görülebilmektedir.



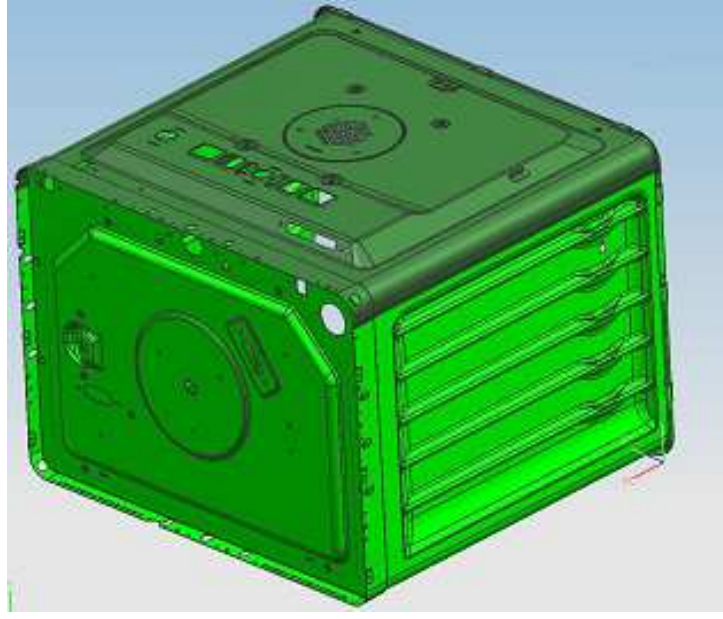
Şekil 1.1 : Fırın yapısı şematik görünümü

Fırınlr üç çalışma moduna sahiptirler:

- İki ısıtıcı çalışma modu: Alt ve üst ısıtıcı birlikte çalışmaktadır.
- Turbo çalışma modu: Turbo ısıtıcı ve fan çalışmaktadır.
- İki ısıtıcı ve fan çalışma modu: Alt, üst ısıtıcılar ve fan birlikte çalışmaktadır.



Şekil 1.2 : Isıtıcıların ve fanın şematik görünümü



Şekil 1.3 : Fırın ana kavite (şasi) katı modeli

Bu çalışma ile; ev tipi fırınların çalışma sıcaklıklarına, ısıl çevrim şartlarına, kaplama yapılacak altlık malzemesine uyumlu; yüzeyin ısıl direncini artıran nitelikte, kolay uygulanabilir, ağırlıkça belirli oranlarda içleri boş seramik mikro küreler ile katkılandırılmış silikon reçine bağlayıcılı ısı yalıtım kaplamalarının ev tipi fırınların enerji tüketiminde azalma sağladığı görülmüştür. Ayrıca, kaplamanın uygulandığı bölgelerde kaplama bariyer etkisi ile parça sıcaklıklarının düşürülerek sıcaklık kontrolünün de artırılabilirdiği gözlemlenmiştir.

2. ISI YALITIM KAPLAMALARI

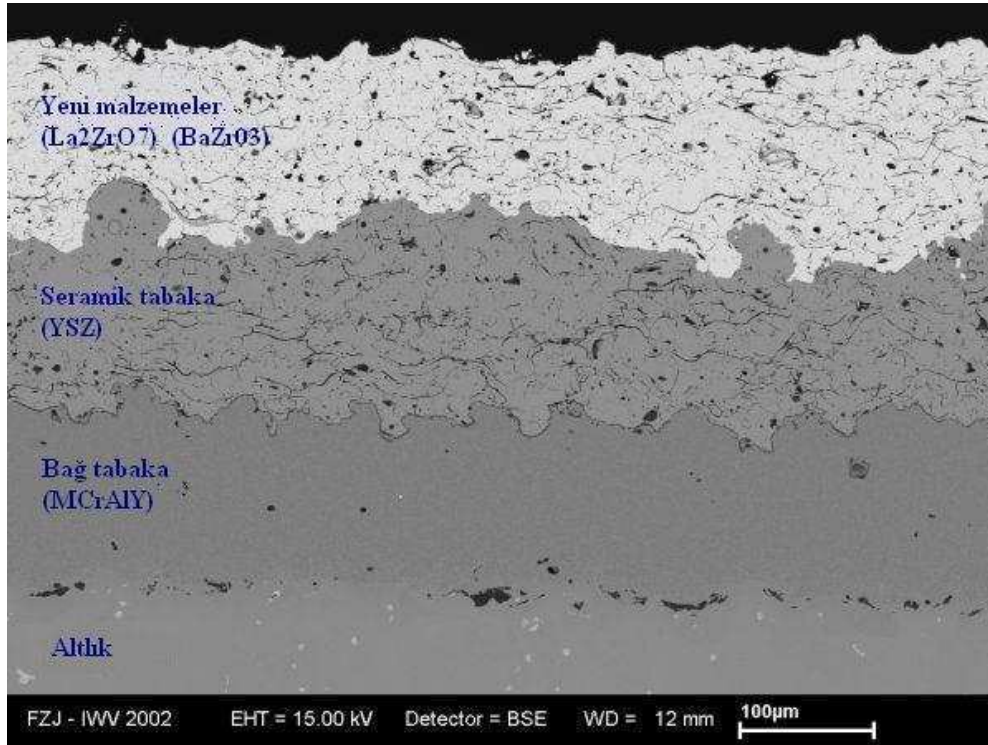
Isı yalıtım sistemleri, daha düşük bir ısı iletim katsayısı sağlamak için düşük ısı iletim katsayılı malzemelerin bir araya getirilmesi ile oluşturulur. Lifli, toz ve parçacık tip yalıtımlarda, katı malzeme hava içerisinde iyi bir şekilde dağıtılmıştır. Katı malzeme ile onu çevreleyen veya içindeki hava katı bir matris oluşturur. Havanın bu şekilde hücrelere hapsedilmesi hücresel yalıtım olarak bilinir. Bu çeşit rijit yalıtımlar özellikle plastik ve cam malzemelerden yapılan sünger sistemlerdir. Yansıtıcı yalıtımlar, ışınım ısını kaynağına geri yansıtacak şekilde çok tabakalı, paralel, yüksek yansıtıcı ince levha ya da folyolardan oluşur. Folyolar arasındaki mesafe hava hareketini önleyecek biçimde tasarlanmıştır. Bütün yalıtım sistemlerinde aradaki havanın boşaltılması sistemin ısı iletim katsayısını azaltır [1].

Isı yalıtım kaplamaları ise; geleneksel yalıtım malzemelerine kıyasla hacimsel kazanç sağlayan ve ısı yalıtımının yanı sıra, uygulandıkları yüzeyleri farklı dış etkenlerden de koruyan kaplamalardır. Ayrıca, geleneksel ısı yalıtım malzemeleri ışınım ile olan ısı transferini engellemekte zayıf kaldıklarından, ışınımı seçici şekilde istenilen dalga boylarında yansıtıcı özelliğe sahip olan ısı yalıtım kaplamalarının bu anlamda da kullanımları birçok uygulama için avantajlı olabilmektedir [3,8]. Düşük ısıl iletkenlik katsayısı, yüksek yansıtıcılık, yüksek ısı kapasitesi gibi özelliklere sahip malzeme ve/veya malzemelerden üretilirler. Kaplamalar; gerek üretildikleri malzemelerin yığmsal özellikleri, gerekse özel geometriye sahip parçacıklar ile kaplandıkları yüzeyi ısının ve korozyon gibi diğer dış faktörlerin zararlı etkilerinden korurlar. Ayrıca, kaplama morfolojisi de yalıtım ve korozyon direnci açısından önemlidir.

Sık karşılaşılan bir ısı yalıtım kaplaması türü termal bariyer kaplamalar olarak adlandırılan (TBK) seramik kaplamalardır. Bu kaplamalar ile metal ve alaşımlarının, yüksek sıcaklık, korozyon, aşınma gibi ağırlaşan çalışma şartlarına bağlı olarak arzu edilen özelliklerin sağlanamadığı durumlarda, metallerin korozyona, yüksek sıcaklık oksidasyonuna ve aşınmaya karşı dirençleri artırılmaktadır. Kullanım amacına göre bir ya da birden çok katmandan oluşmaktadırlar.

TBK sistemi, biri metalik diğeri seramik esaslı olmak üzere iki farklı tabakadan meydana gelir. TBK'ların ısı direnci seramik üst tabaka ve metalik bağ tabakaya bağlıdır. Bağ tabakanın ana amacı, üst tabakayı altlığa yapıştırmaktır. Fakat aynı zamanda oksidasyonun altlığa ulaşmasını önler veya geciktirir. Metalik tabaka, bağ tabakası olarak adlandırılır ve MCrAlY (M: Co, Fe, Ni) olarak bilinen süper alaşım esaslı bir kaplamadır. Bağ tabakasının TBK'daki fonksiyonu, altlığı oksitlenmeye karşı korumak ve üst seramik tabakanın altlık yüzeyine yapışmasını sağlamaktır. Seramik üst tabaka ise; genellikle termal bariyer kaplamalarının vazgeçilmez malzemesi olan ısı iletkenliği düşük, termal genleşme katsayısı nispeten yüksek, muhtelif ajanlarla (Örn. Y_2O_3 , CaO, MgO) kimyasal kararlılığı sağlanmış ZrO_2 (zirkonyum oksit)'tir [9].

Seramik üst tabaka olarak müllit, alüminyum oksit (Al_2O_3), seryum oksit (CeO_2), özellikle son zamanlarda kullanılmaya başlanan lantanyum zirkonat (La_2ZrO_7) gibi seramikler de tercih edilebilir. Ancak genel olarak TBK'larda yitriya ile stabilize edilmiş zirkonya ağırlık %8 Y_2O_3 - ZrO_2 (YSZ) kullanılır. Bunun nedeni yüksek termal kararlılık, düşük termal geçirgenlik, iyi kırılma tokluğu ve göreceli olarak yüksek termal genleşme katsayısına sahip olmasıdır [9,10]. Şekil 2.1'de örnek bir TBK mikro yapısı görülmektedir.



Şekil 2.1 : Örnek bir TBK mikro yapısı [11]

Günümüzde termal bariyer kaplama sistemlerinin uygulanmasında iki temel yöntem kullanılmaktadır: Plazma Sprey (Doğrudan hava içinde –APS veya bir vakum odasında -LPPS) ve Elektron Demetiyle Fiziksel Buhar Çöktürme (EBPVD). Plazma sprej aslında termal sprej yönteminin bir çeşididir. Kaplama malzemesi sıcak plazma alevi içine beslenir; yarı plastik bir hale gelene kadar ısıtılır ve altlık malzemesine doğru hızla püskürtülür. Çarpma sonucunda sıcak parçacıklar altlık malzemesine ve daha sonra birbirlerine yapışarak kaplama tabakasını oluştururlar [12]. Plazma sprej (PS) kaplamaların yapısı ara yüzeye paralel gözenekler ve çatlaklardan oluşur. Bu yüzden ısı iletkenlikleri daha düşüktür. Kaplama kompozisyonu esnektir ve ekonomik bir tekniktir [12]. PS termal bariyer kaplamalar 1970'lerden beri yanma odası, yüksek basınç türbini nozul kılavuz kanatçıklarının platformları gibi statik parçalarda kullanılmaktadır. Fakat PS kaplamalar kötü yüzey kaliteleri, düşük erozyon direnci ve zayıf mekanik özellikleri nedeniyle yüksek basınç türbini profillerine uygulanamamıştır. Son yıllarda geliştirilen EB-PVD tekniği sayesinde termal bariyer kaplamaların bu tür parçalara uygulanması sağlanmıştır [13]. EB-PVD işlemi esnasında yüksek enerjili elektron demeti, bir vakum odası içindeki seramik kaynak ingotu ergitir ve buharlaştırır. Termal bariyer kaplamanın sürekli büyümesi için buharlaşma esnasında ingotlar potaların içine alttan beslenir. Belirli bir zirkonya stokiometrisi elde edebilmek için çöktürme odasının içine kontrol edilen miktarlarda oksijen verilir. Önceden ısıtılmış altlıklar bu buhar bulutu içine yerleştirilir ve buhar yaklaşık 100-250 nm/sn'lik hızla malzeme üzerine çöktürülür [13,14]. EB-PVD yöntemiyle seramik kaplamada kolonlu bir yapı elde edilir.

Isı yalıtım kaplamalarının kullanımları uçak sanayisinde TBK'lar ile oldukça fazla uygulama alanı bulmuştur. Ancak, halen yüksek olan üretim maliyetleri sebebiyle diğer alanlarda geleneksel yalıtım malzemeleri kadar yaygın kullanılamamaktadırlar. Bu sebeple, üretim ve hammadde maliyetleri daha düşük ve kolay uygulanabilen kaplamalara endüstride ihtiyaç duyulmaktadır.

Kaplamalarda ısı transferi malzemelerin yığınsal hallerine nazaran daha karmaşıktır. Katmanlı yapıları, içeriklerindeki porların boyut ve adetleri, parçacıklar arası çatlak ve sınırlar sebebiyle ısı transferi farklı mekanizmalarla gerçekleşmektedir. Metalik olmayan kaplamalar için parçacıklardaki ve parçacıklar arasındaki tutunma bölgelerindeki fonon iletkenliği önemli bir parametredir. Diğer yandan, kaplama

prosesi esnasında hapsolan gazın ısı iletkenliđi ve kaplama yüksek sıcaklıklara ısıtıldıđında porlar içindeki ışınım ile olan ısı transferi de kaplamaların kompakt malzemelere nazaran daha düşük iletkenliklerini açıklanmasına yardımcı olmaktadır. Sıcaklık yükseldikçe, tüm bu faktörlerin ısı iletkenliğe etkileri farklı şekillerde deđişerek kaplamanın iletkenliğini de deđiştirmektedir. Bu durum da, kaplamaların yalıtımda kullanılmaları ile elde edilen ısı faydanın yapılarına ve kullanım şartlarına bađlılığını açıklamaya yardımcı olmaktadır. Bu sebeple, kaplama malzemelerinin yığınsal özelliklerinden çok, sadece kaplanmış halde kullanım şartlarına uygun şekilde test edilmeleri uygulamaya dönük elde edilecek getirinin gözlenebilmesini mümkün kılabilir. Ayrıca, püskürtülen ve ısı ile kürlenmiş kaplama malzemelerinin özelliklerindeki anizotropi özellikle kaplama boyunca ve derinliğince özelliklerin farklı olmasına sebep olmaktadır. Isıl iletkenliđin yanı sıra, ışınımın yansıtılması, saçılması ve ısı emilimi mekanizmaları da yalıtım sađlayan ısı kalkanı tabir edilen tipte kaplamaların çalışma prensiplerini açıklamada yardımcıdır [15].

Kaplamaların ısı iletkenliđi farklı parametrelere bađlıdır. Biriktirilen malzemenin kimyasal kompozisyonu, kaplamanın yapısı, kaplama-altlık metal bađı yapısı ve kaplama kalınlığı bunlar arasında sayılabilir. Kaplamaların ısı iletkenliđi yapı-hassas bir büyüklük olarak ele alınmalıdır. Porozite, mikro çatlak miktarı, oksitlerin varlığı, parçacık boyutu ve parçacıklar arası mesafeye bađlı olarak iletkenlik deđişim göstermektedir.

Hangi tip kaplama olursa olsun, ısı yalıtımı amaçlı kullanılan kaplamaların seçiminde birkaç çelişkili durum ile ilgili analizin titizlikle yapılması gerekmektedir. Genellikle, ısı koruma özelliklerinin yanı sıra, kaplama altlık malzemeyi korozyona karşı da korumalıdır. Isıl koruma sađlayabilmesi için poroz yapıda bir refrakter kaplama tercih edilirken, korozyona karşı direnç göz önünde bulundurulduğunda ise yoğun bir kaplama tercih sebebidir [15].

Isıl iletkenlik deđeri düşük kaplama malzemelerinin uygulandıđı yüzeylerde yüzey sıcaklıklarında düşüş gözlenmesi ısı yalıtımı etkisinin en önemli göstergesidir. Kaplama katmanının ısı iletkenlik katsayısı düşükçe ve ışınım yansıtma özelliđi arttıkça yüzey sıcaklıđındaki düşüş artar. Seramik kaplamalarda ısı iletkenliđin düşürülmesi amaçlanarak farklı kaplama malzemeleri geliştirilmeye çalışılmaktadır. Sıcaklık düşüşü kaplama kalınlığına bađlı olarak da artmaktadır, ancak kaplama kalınlığının artırılmasının olumsuz yönleri mevcuttur. Hareketli parçaların ađırlığını

artırması, artık gerilmeler ile toplam gerinme enerjisinin artışına baęlı olarak kaplamanın tutunma özellięini yitirmesi bunların en önemlileridir.

Dięer bir optimizasyon çalıřması gerektiren nokta da, artan kaplama kalınlıęının ısı yalıtımı için olumlu etkilerinin yanında, kaplama-taban metal altlık malzeme arasındaki baę kuvvetinin azalması yönündeki etkileridir. Bu konuda yüksek kaplama kalınlıęında metal altlık ile baęın mümkün olduęunca kuvvetli olabileceęi biriktirme yöntemleri geliřtirilmeye çalıřılmaktadır.

3. İÇİ BOŞ MİKRO KÜRELER

İçeri boş mikro küreler küresel simetrik parçacıklar olup; mikro balonlar, mikro kapsüller ya da mikro kabuklar olarak da adlandırılmaktadırlar. Dış çapları 1-1000µm arasında değişen bu parçalar içlerinde tek büyük bir boşluk içerirler. Düşük yoğunluk, yüksek yüzey alanı ve iyi akabilirlik gibi özel karakteristik özellikleri sayesinde içeri boş mikro küreler son yıllarda oldukça fazla ilgi görmektedirler. Geniş potansiyel ve kullanım alanları mevcuttur. Küre et kalınlıkları çaplarının %1-10'u civarındadır. Bilinen ve yeni uygulamaları sayesinde içi boş mikro kürelere duyulan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır. İçeri boş küresel yapıların üretim yöntemleri her geçen gün daha fazla ilgi görmekte ve merak uyandırmaktadır. İçeri boş kürelerin stabilitesi, özellikleri ve oluşumları göz önünde bulundurulduğunda, yüzey olgusu oldukça önemlidir. Şablonlama yöntemleri ile şu ana kadar üretilmemiş yapılar elde edilebilmektedir. Üretim proseslerinin modellenmesi ve simülasyonu malzemelerin oluşum mekanizmalarının anlaşılması açısından oldukça faydalı araçlardır [16].

Küre malzemesinin cam, oksit seramiği, karışık oksit, silikat, alüminasilikat, polimer hatta metal olması da mümkündür. Malzeme ağırlığının azaltılması, katalitik olarak aktif ve biyoaktif malzemelerin immobilizasyonu ve kapsüllenmesi, bileşiklerin darbe dayanımının modifikasyonu, iyileştirilmiş ısı ve ses izolasyonu çok sık rastlanılan kullanım alanlarından bazılarıdır. Medikal uygulamalar, eczacılık uygulamaları, ilaç taşınım sistemleri ve yapay hücre yapısı sentezi artan ilgi alanlarındandır [2, 17].

Kömür yanma prosesi yan ürünü olarak uçucu kül adı verilen içeriğinde içi boş mikro küreler bulunan bir tür atık açığa çıkmaktadır. İçeri boş mikro küre kullanımının büyük çoğunluğunu bu ürünler oluşturmaktadır. Bu malzemeler hafif alüminasilikat malzemeler olup düşük reaktivite ve yüksek erime sıcaklığına (1200°C ve üzeri) sahiptirler [16]. Kimyasal bileşimleri kömür bileşimine bağlıdır.

Uzunca bir süre, içeri boş seramik mikro kürelerin üretimi için, kömür yanması esnasında oluşan küresel yapıların oluşumunu taklit eden prosesler kullanılmıştır.

Alev reaktörlerinin içerisine beslenen toz ham maddeler küresel içleri boş mikro kürelere dönüşmesi sağlanmıştır [2].

Dispers şablonlar üzerine katı katmanların birikmesi temeline dayanan modern yöntemler, kürelerin katı duvarını bir damla, katı parçacık ve sürekli faz ara yüzeyinde oluşturulmasıyla içleri boş mikro kürelerin üretimine imkan verir. Kullanılan şablonlara ve katı fazın oluşum mekanizmasına göre bilinen birçok üretim yöntemi mevcuttur [2].

Sınır katmanında katı faz oluşumu; aşırı doyum, çökeltme, jelleşme ve emme proseslerinin bir sonucudur. Tek fazlı ve ara yüzey ile ilgili metotlar ayırt edilebilir. İlkinde, et kalınlığı oluşturan malzemenin birikmesi sınır katmanının iç veya dışında tek fazda gerçekleşirken, diğerinde, dispers ve sürekli fazın bileşenleri iki boyutlu ara yüzeyde reaksiyon verirler. Et kalınlığının oluşumu malzeme tamamen tükenene kadar ya da difüzyona direnç artan et kalınlığına bağlı olarak çok fazlalaşana kadar devam eder. Daha sonra, oluşan et kalınlığının yaşlandırma ya da çapraz bağlama ile dayanım, geçirgenlik ve çözünürlüğü değiştirilebilir. Bir sıvı ya da katı çekirdek parçacık içerisinde kalmış olabilir ve çözünme, buharlaştırma ya da termoliz ile uzaklaştırılarak içi boş küresel yapı elde edilir [2].

İçleri boş mikro küreler toz hammaddelerin sıcak gaz buharına ya da aleve üflenmesi ile de üretilebilmektedir. Sodyum silikat vb. gibi silika içeren bir prekürsor malzeme, farklı poliboratlara ve silikatlar bir üfleme ajanı ile daha sonra yaklaşık 1200°C'de bir sıcak gaz akıntısında ya da bir brülörde kurutulup, öğütülüp, eritilecek sıvı bir faz içerisinde karıştırılır. Üfleme ajanının termal dekompozisyonu esnasında açığa çıkan gaz, sistemde küreler içerisinde bir kavite oluşumunu sağlar. Reaktörden ayrıldıktan sonra su verme işlemi ile gaz ve içleri boş küresel yapılar soğutulur ve küreler gaz akıntısından ayrılmış olur. Alternatif olarak; cam çok ince olacak şekilde öğütülüp gaz ile 550°C'de bir tavlama işlemi yapılarak doyurulabilir. Daha sonra yapılan eritme işlemi esnasında bu gazlar dışarı verilerek kavite oluşumunu sağlamaktadır [2].

Sprey prosesleri endüstride en yoğun olarak kullanılan şablonlama yöntemidir. Nozüller aracılığı ile damlacıklar kolayca yaratılabilmekte ve sonrasında kurutma/piroliz işlemi ile et kalınlığının oluşumu ve çekirdek malzemenin uzaklaşmasını tek bir aparatla birleştirerek gerçekleştirilebilmektedir [2].

İlk aşamada film oluşturucu malzemeler uygun bir sıvı içerisinde moleküler ya da koloidal düzeyde karıştırılarak dağıtılır. Sonra, çözelti ya da süspansiyon nozül ya da kapiler boru aracılığıyla püskürtülür. Damlacıklar, parçacık oluşumu için şablonlar olduğundan işlemin en önemli ve hassas aşaması damlacıkların oluşumudur. Nozülden ayrılan sıvı yer çekimi, yüzey, sıvı akışı ve sürtünme kuvvetleri etkisiyle damlacığa dönüşür. Akış hızına bağlı olarak damlama, laminer jet, sinüzoidal dalga disintegrasyonu ve turbulent jet disintegrasyonu gibi farklı rejimler elde edilebilir. İçeri boş mikro kürelerin özelliklerinin kontrolü için damlacık oluşumunda dar boyut dağılımı oldukça önemlidir. Laminer jet disintegrasyonu ve damlama ile dar boyut dağılımına sahip damlalar elde edilebilmektedir. Damlama esnasında akış hızı oldukça düşük olduğu için damlacık boyutu milimetre mertebelerinde olup içleri boş mikro kürelerin üretimi için uygun değildir. Akış hızı artırıldığında laminer jet oluşturur ve ideal koşullar altında nozül çapının 1,89 katı büyüklüğünde çapa sahip mikro küreler oluşturabilmektedir. Laboratuvar şartlarında farklı boyutlarda damlalar da oluşmaktadır. Daha dar boyut dağılımına sahip damlacık oluşumu için tanımlı frekanslarda mekanik titreşimler yaratılması da alternatif bir yöntemdir. En uygun frekans; kapiler çapına, viskoziteye, çözelti yoğunluğuna, sıvı çıkış hızına ve yüzey enerjisine bağlı olarak belirlenmektedir [2]. Bu tür sistemlerin kullanımı teknik olarak mevcut kapiler çaplarının boyutu ile sınırlanmaktadır. Viskozitenin artışı ile birlikte damlacıklar yerine filaman oluşumu gözlenmektedir [2].

Daha ince jetlerin oluşumu ve dolayısıyla da daha küçük damlacık boyutuna ulaşabilmek için farklı teknikler mevcuttur. Damlacık çapı küçülürken kapiler boyutları da her türlü tıkanmayı ve basınç kaybını engelleyici boyutlarda olmalıdır. Elektrostatik, hızlandırıcı ya da basınç gibi ilave kuvvetlerin eklenmesiyle damlacık çapı kapiler çapının 1/10'u ile 1/1000'i arasında bir değere ulaşabilmektedir. Pnömatik nozüller, rotari püskürtücülerin kullanımı ya da çıkış jeti ile hedef yüzey arasında bir elektrik potansiyeli farkı oluşturulması gibi yöntemlere başvurulmaktadır. Bu tür ek kuvvetlerin kullanımı ile monodispers parçacıkların üretimi genellikle oldukça güç olmaktadır [2].

Et kalınlıkları 1µm'den 100µm'ye kadar olan içleri boş mikro kürelerin yüzeyleri özel uygulamalar için farklılaştırılarak adapte edilebilmektedir. Tüm mikro küre ve et kalınlığı optik ve difüzyon kontrollü olayları belirlese de, katalitik aktivite, ıslatabilirlik, polimerlerle karışabilme, topaklanma davranışı gibi birçok özellik

yüzeyden birkaç nanometre mikro küre içine doğru olan yüzey katmanından etkilenmektedir [2].

İçleri boş mikro kürelerin davranışları önemli ölçüde parçacık-parçacık etkileşimlerine bağlıdır. Bu etkileşimler, yüzey alanındaki emilim ve elektrostatik dağılımla belirlenen yüzey etkileri tarafından kontrol edilir. Fonksiyonel yüzey grupları ve girilen kimyasal reaksiyonlar ile bu etkileşimler modifiye edilebilmektedir [2].

İçleri boş mikro kürelerin karakterizasyonu için bir çok parametre mevcuttur. Boyut dağılımı, et kalınlığı / çap oranı, düzgün mikro küre oranı gibi geometrik özelliklerin yanı sıra; efektif yoğunluk, spesifik yüzey alanı, izostatik basınca direnç, kristalinite, sertlik, viskozite, iç basınç, termal ve elektriksel direnç gibi fiziksel özellikler; renk ve kırınım gibi optik özellikler; suda pH, emilim, uçucu içeriği, hidroliz fotoliz ve oksidasyona kimyasal direnç gibi kimyasal özellikleri de kullanım alanına göre incelenebilmektedir [2].

4. İÇİ BOŞ SERAMİK MİKRO KÜRELER

İçi boş seramik mikro küreler; inorganik, çok kristalli yapıya sahip, küre ya da küreye yakın geometriye, merkezlerinde tek büyük bir boşluk içeren, mikron boyutlarında parçacıklardır [18].

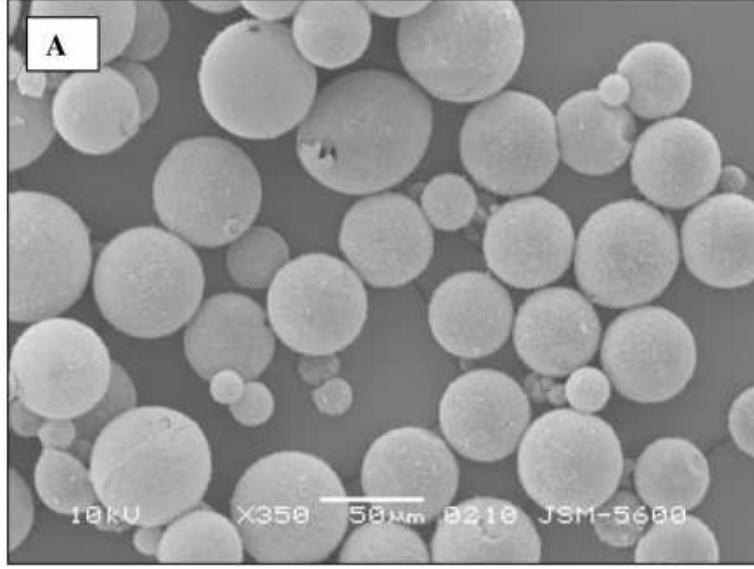
4.1. İçi Boş Seramik Mikro Kürelerin Üretim Yöntemleri

Seramiklerin üretiminde kullanılan hammaddelerin en önemlisi killerdir. Seramik killерinden, ince seramikler veya ileri teknoloji seramikleri olarak bilinen 5-200 µm çapındaki içi tek büyük boşluklu küresel seramik mikro tanecikler üretilmektedir.

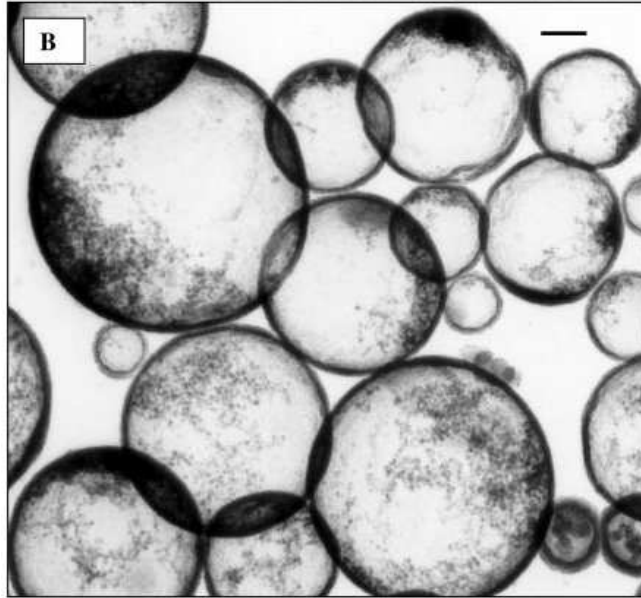
İçeri boş seramik mikro kürelerin üretimleri ilk kez Leonard Torobin tarafından 1988-1995 yılları arasında aldığı US4671909, US4777154, US5212143, US5225123, ve US5397759 numaralı 5 adet patent ile geniş kapsamda açıklanmıştır. Yöntemde küreler; 1-10 µm parçacık boyutlarında tozların polimerik dispersant ve bağlayıcılar ile aseton bazlı bir asıltı oluşturmasıyla üretilir. Asıltı nozüle enjekte edilir ve reaktif olmayan bir gaz verilerek asıltı içerisinde kabarcıklar oluşturulur. Daha sonra asıltı nozülden içi boş silindirik parçalar halinde çıkar. Yüzey gerilimine ve hidrostatik kuvvetlere bağlı olarak sabit bir çapa sahip küresel bir geometriye dönüşür. İşlem oldukça periyodiktir ve üretim hızı 2000-15000 mikro küre/dk aralığında değişmektedir. Dar boyut dağılımlı küreler yapıdan aseton uzaklaşırken bağlayıcının etkisiyle sertleşir. Bu yolla üretilen kürelerin çapları 1-6mm, et kalınlıkları ise 40-200 µm arasında değişmektedir. Şekillendirme sonrasında kabuğun sertleşmesi için sinter işlemine maruz bırakılmaktadır. Bu metot; yüksek üretim hızı ve düşük maliyeti sebebiyle oldukça ekonomik bir yöntemdir. Farklı uygulamalar için daha küçük boyutlarda mikro kürelerin üretimine ihtiyaç duyulmuş ve farklı üretim yöntemleri geliştirilmeye çalışılmıştır.

Literatürde içi boş küresel seramik taneciklerin üretimi ile ilgili geliştirilmiş teknikler sunulmuştur. Örneğin; Şekil 4.1, 4.2 ve 4.3'te SEM ve TEM görüntüleri verilen silika mikro küreler tek basamaklı kolay bir üretim metodu ile 0,3-65mm boyut aralığında üretilmişlerdir. Açıklanan prosedürde, setiltrimetilamonyumbromür

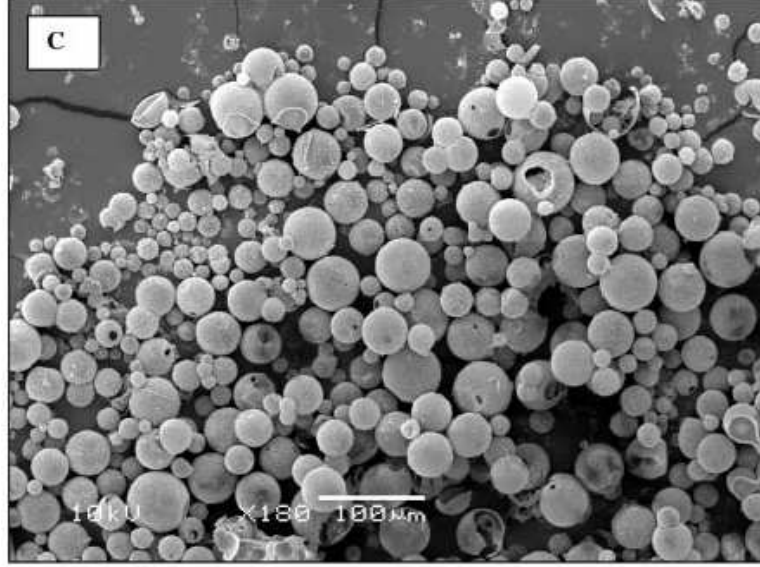
(CTAzBr₂) ve su karışımının hızla karıştırılarak tetraetoksisilan (TEOS) ve aminopropiltrioksisilan (APTES) karışımı damlacıklarının hidrolizi ve yoğuşması üzerine kurulu olduğu belirtilmektedir. Yüzey aktif madde etoksisilan/su ara yüzeyinin stabilitesini artırmak ve ürünlerin yüzeylerinin düzgün olmasını sağlamak amacıyla ilave edilmiştir [19].



Şekil 4.1: Sentezlenen içleri boş silika mikro kürelerin SEM görüntüsü [19].



Şekil 4.2: Üniform et kalınlığına sahip silika mikro kürelere ait TEM mikrografisi, ölçek çizgisi 1mm [19].



Şekil 4.3: 600°C’de ısıtılmış düzgün silika mikro kürelerin SEM görüntüsü [19].

Literatür araştırmaları esnasında, içi boş küresel seramik taneciklerin su ile özütlemeli sol-jel, su-emülsiyon-jel, RF termal plazma, MW plazma piroliz, sprej kurutma yöntemleri, üretilmiş polimer veya cam mikro kürelerin seramik jel ile kaplanarak bunu takiben seramik fırınında pişirilmesi ve toz taneciklerinin yüksek sıcaklık sağlayan ısıtılmış plazma boyunca geçirilmesi gibi birçok farklı metoda rastlanmıştır [20, 21, 22, 23].

Ana yöntemler; şablonlama, emülsiyon işleme, yüksek sıcaklıkta eritme ve katman-katman biriktirme teknikleridir [17]. Fakat, bugünlerdeki seramik mikro kürelere duyulan ihtiyaçlar bu üretim metotlarının dezavantajları sebebiyle sınırlıdır. Üretim yöntemleri zaman alıcı ve karmaşık işlemlerdir. İçlerinde, sprej kurutma yöntemi kolay ve uygulanabilir bir yöntemdir ve seramik mikro küre üretiminde de kullanılmaktadır. Bu yöntemle, belirli bir dereceye kadar verimin artırılması üretim sürelerinin de kısılması mümkün gözükmektedir ve bu sebeple her geçen gün daha çok ilgi çekmektedir.

Üretim yöntemlerine bağlı olarak; porozite, küresellik, yüzey alanı özellikleri değişebilmektedir. Al_2O_3 , ZnS , TiO_2 , SiO_2 , $BaTiO_3$ mikro küreler üretilmiş bazı seramik mikro küre örnekleridir. Endüstride yaygın olarak kullanılabilmesi için düşük maliyetlerle yüksek miktarlarda elde edilebilmeleri gerekmektedir. Ancak, üretim metotları şimdiye kadar çok az ilerleme göstermiştir. İçeri boş mikro kürelerin kolay ve uygulanabilir şekilde üretimi halen üzerinde çalışılan bir konudur.

Gelecekte, uzun ve karmaşık üretim işlemlerinin giderilmesi gerekmektedir. Sprey kurutma yönteminin avantajı, ürün boyutlarının belirlenmesinin tek aşama içermesi ve ürün boyut dağılımının oldukça dar olmasıdır. İçeri boş mikro kürelerin üretim yöntemleri arasında endüstride uygulamaya en uygun yöntem olarak bilinmektedir. Sprey kurutma işlem şartları ile parçacık morfolojisi ilişkisi kesin olarak bilinmemekte ve çalışmalar devam etmektedir [17].

Şablonlama yöntemi farklı malzemelerden mikro küre üretimi için de kullanılmaktadır. Üretim işlemi oldukça kolaydır. Öncelikle, şablon malzeme ile içinde bulunduğu sürekli faz ara yüzeyinde çözünen birikmesi ya da şablon malzeme yüzeyinde girdiği reaksiyon sonucu bir birikme gerçekleşir. Daha sonra, şablon malzeme uzaklaştırılarak içi boş yapı oluşturulur. Yöntemin dezavantajı ise, üretim sırasında oldukça fazla sayıda faydalanılan şablon malzeme maliyetidir [17].

Katman-katman biriktirme tekniği, et kalınlığı kontrol edilebilir mikro küre üretimi için en uygun yöntemdir. Oluşum mekanizması olarak şablonlama tekniğine benzemektedir. Merkezde bulunan malzemenin yüzeyinde, katı malzemenin katmanlar halinde birikmesi ve sonrasında merkezdeki malzemenin uzaklaştırılması prensibine dayanır. Fakat, şablonlama yöntemi ile karşılaştırıldığında, katman-katman biriktirme tekniği ile, çözücü birikme süresinin uzunluğunun kontrolünün sağlanmasıyla üniform et kalınlıklı düzgün küresel geometriye sahip mikro kürelerin üretilmediği görülür. Yöntemin uygulanmasının karmaşıklığı sebebiyle bu yöntemin uygulamaları sınırlıdır [17].

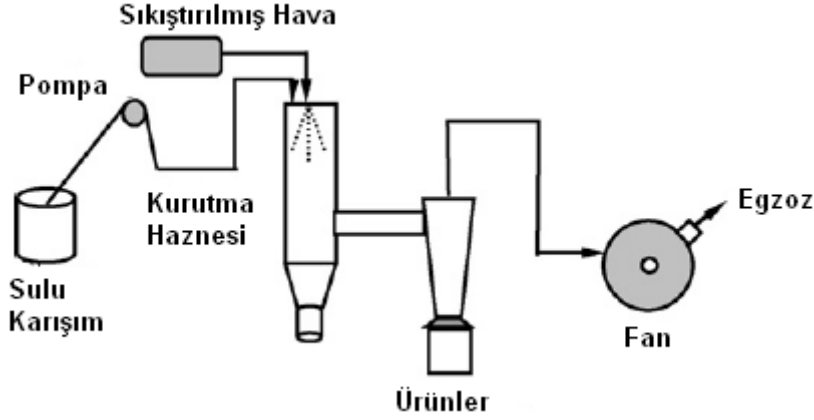
Şablonlama yöntemi gibi emülsiyon işleme yöntemi de içi boş seramik mikro kürelerin üretiminde önemli bir yöntemdir. Aralarındaki fark, damlaların emülsiyon işleme yönteminde şablon olarak kullanılması ve ürün morfolojisinin damla geometrisine bağlı olmasıdır. Emülsiyon işleme yönteminin uygulanması sırasında başlangıç koşullarının seçimi çok önemlidir. Başlangıç koşulları doğru belirlenmediğinde içeri boş küresel yapılar değil, düzensiz şekilli yapılar meydana gelir. Ayrıca, tüm işlem emülsiyon içerisinde gerçekleştiğinden ürün boyutları küçüktür [17].

Açıklanan tüm bu yöntemler ile üretilen yapıların özellikleri kontrol edilebilmektedir, ancak uzun süre alan yöntemler olmaları kullanımlarını sınırlandırmaktadır. Benzer şekilde, yüksek sıcaklıkta ergitme yönteminden de

seramik mikro küre üretimi için faydalanılmaktadır. Verimi artıran bir yöntem olup tonlar mertebelerinde üretime olanak sağlar. Hammaddelerin bir sıcak gaz akımına ya da bir aleve üflenmesi ve yeterli düzeydeki sıcaklıklarda erimeleri söz konusudur. Ardından, düzensiz morfolojideki birincil ürünler yüzey gerilimi şartlarında küresel yapılara dönüştürülmektedir. Isıl bozunmadan dolayı ortaya çıkan gazlar toz içerisinde bir boşluk oluşumuna sebep olur ve içi boş küresel yapı meydana gelir. Daha sonra, poroz yapı sebebiyle gaz küresel kabuğun dışına çıkar.

Tüm bu bahsedilen yöntemler farklı avantaj ve dezavantajlara sahiptirler. Elde edilen ürünlerin düzgün küresellikte olması uygulama için amaçlanıyorsa şablonlama ya da katman-katman biriktirme yönteminin tercih edilmesi; yüksek verimle üretim yapılmak isteniyorsa yüksek sıcaklıkta ergitme yönteminin tercih edilmesi günümüz koşullarında faydalı olacağı düşünülmektedir. Kaynakların idareli kullanımı ile yüksek verim elde etmek için ise sprey kurutma yöntemi kullanılmalıdır. Diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında ürünler oldukça dar boyut dağılımına sahiptirler ve gerekli boyuta tek aşamada ulaşabilmektedirler. Ayrıca, yöntem parametrelerinin kontrolü de oldukça kolaydır. İçi dolu küresel ya da içi boş küresel yapılar meydana getirilebilir. Kürelerin oluşum mekanizmasında bir kurutma haznesine ihtiyaç vardır.

Öncelikle sulu bir karışım hazırlanır ve bu karışım kurutma haznesine püskürtülür. Püsküren damla içerisinde çözünen miktarında bir derişim farkı oluşur. En yüksek derişim damla dış yüzeyinde mevcuttur. Bu durumun sebebi çözünenin yayınması için gerekli sürenin damla içerisinde kurutma işlemi esnasında çözücünün buharlaşması için gerekli süreden daha uzun olmasıdır. Daha sonra dışı çözücüce zengin katı bir dış kabuk oluşur ve iç basınç iç kısımdaki çabuk uzaklaşamayan sıvıya bağlı olarak artış gösterir. Eğer kabuk poroz ise, basınç yavaşça düşer ve içi boş yapı oluşur. Poroz olmayan yapılarda ise kırılmalar gözlenir. Katı ürünlerin gazlardan ayrılması işleminde çoğunlukla siklon ayırıcılar kullanılır [17]. Sprey kurutma yöntemi ile mikro küre üretimi akış şeması Şekil 4.4.'te görülmektedir.



Şekil 4.4 : Sprey kurutma yöntemi ile mikro küre üretimi akış şeması [17]

Ürün morfolojisini etkileyen bazı faktörler arasında giriş hava sıcaklığı, atomize basınç, besleme hızı, başlangıç asıltı derişimi, başlangıç toz boyutu ve katkıları sayılabilir. Halen belirsiz faktörler vardır. Kuruma süresi 0,1s gibi çok kısa bir süre olduğundan işlemdeki bazı var olan faktörlerin incelenmesi pek mümkün olamamaktadır. Bu faktörler üzerinde detaylı çalışmaların yapılması gerekmektedir [17].

4.2. İçi Boş Seramik Mikro Kürelerin Kullanım Alanları

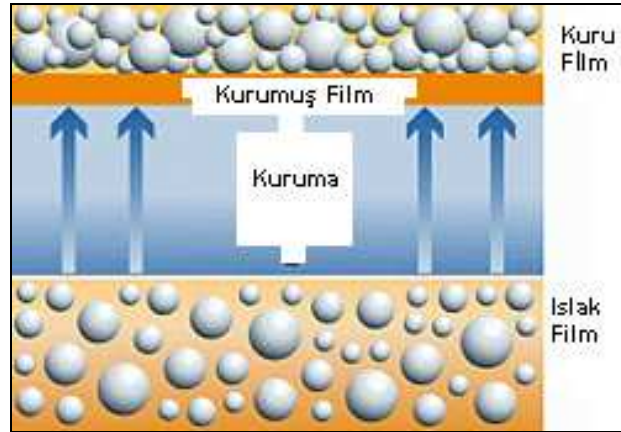
İçeri boş seramik mikro küreler malzeme bilimi, ilaç, kimya ve kromatografi alanlarında oldukça fazla ilgi gören özel bir malzeme sınıfıdır [21]. Farklı boyutlarda ve yapıda içi boş seramik mikro kürelerin kullanım alanları şu şekilde listelenebilir.

- Plastik ve köpük malzemelerde dolgu malzemesi olarak ilave edilirler ve nihai parçanın hafiflemesini sağlarlar [21,27].
- İstenilen mekanik, optik, termal özelliklere ve yoğunluğa sahip kompozit malzemelerin üretiminde kullanılırlar. Kompozite takviye edici malzeme olarak ilave edilen diğer elyaf vb. parçacıklarda görülen köşelerdeki gerilme birikmesi ve anizotropi sorunları küresel geometrili bu katkılarla ortadan kalkmaktadır. [18, 24, 25].
- Kaplama ve boya kompozisyonlarına ilave edilerek ısı yalıtımı sağlarlar [3,8,20,26].
- Kaplama malzemelerine ilave edilerek yüzey sıcaklığını düzenleyerek yüzeyde yoğuşmayı önleyici etki yaratırlar [25].

- Metal malzemeler ierisine ilave edildiklerinde kapalı hcre grevi grerek metal kpk yapısı oluřumuna katkı saęlarlar [28].
- İla tařınım sistemlerinde uzun salınımlı ilaların enkapslasyonunda kullanılırlar [25].
- Elektronik uygulamalarında, piezoelektrik geviricilerinde ve dřk dielektrik sabitli altlıklarda kullanılırlar [21].
- Filtrelerde akıřkan tařınımında kullanımları mevcuttur [21].
- Akustik uygulamalarda ses izolasyonu saęlamakta yardımcı olurlar [21].

5. İÇİ BOŞ SERAMİK MİKRO KÜRELER İÇEREN ISI YALITIM KAPLAMALARI

İçi boş seramik mikro küreler içeren ısı yalıtım kaplamaları öncelikle binaların duvarlarından kaybolan ısının azaltılması amacıyla kullanılmaya başlanmıştır. Bu kompozit malzemeler, içerdikleri ince et kalınlıklı içleri boş parçacıklar tarafından ısı ışınının emilim ve saçılım göstermesi sebebiyle yalıtım etkisi yaratmaktadırlar [3, 26, 29, 30]. Küresel geometrileri ve akıcılık özellikleri ile karıştırıldıkları malzemeyi kolayca ıslatarak homojen bir karışım elde edilebilmesini sağlarlar. Sadece kaplama malzemesi olarak değil, dış cephe ve iç cephe boyalarına belirli oranlarda ilave edilerek de aynı amaçla kullanımları mümkündür. Islak ve kuru filmlerin şematik görünümü Şekil 5.1’de görülmektedir.



Şekil 5.1 : Mikro küreler içeren kaplamaların kürlenme öncesi/sonrası şematik görünümü

Bu tür kaplamaların yalıtım özellikleri, içleri boş ince et kalınlıklı partiküllerin bir matris faz içerisinde dağıldığı sistemlerin ısı ışınımına maruz kaldıklarında gösterdikleri davranışlar ile açıklanmaktadır [29, 30]. Parçacıkların ve fiberlerin bir matris faz içerisinde dağıldığı sistemlere dispers sistemler denmektedir ve bu sistemlerin özelliklerinin incelenmesinde farklı yaklaşımlar mevcuttur. Birçok dispers sistemin radyatif özellikleri; ışınının parçacık ve fiberlerle ilişkisinin tek parçacık üzerinden elde edilen sonuçların genellenmesi yoluyla tahmin edilebilmektedir [30]. Sistem içerisindeki bir parçacık diğer parçacıkların olmadığı

durumda da aynı ışınım saçılım ve yutumunu sağlıyorsa parçacıklar arasında bağımsız saçılım teorisi geçerlidir [31]. Eğer ki, parçacıklar arası mesafenin azlığı sebebiyle, artan parçacık konsantrasyonuna bağlı olarak, saçılım parçacıkların birbirine bağımlı olması ve parçacıkların birlikte yarattıkları saçılım hacmi üzerinden gerçekleşiyorsa, bu kez bu davranış bağımlı saçılım teorisi olarak ele alınır [31]. Dolayısıyla, bir gaz ya da sıvı sistem içerisinde rasgele dağılmış parçacıkların birbirinden uzak olarak sistem içerisinde yer aldığı durumlarda bağımsız saçılım; daha yoğun paketlenmeli yüksek parçacık konsantrasyonlu, komşu parçacıklar arası mesafenin az olduğu ve bu mesafenin ışınım dalga boyu ve parçacık boyutu ile yakın değerlere sahip olduğu sistemlerde ise bağımlı saçılım etkindir. Elektromanyetik dalga bir ortamda ilerlerken yönünün, frekansının ya da polarizasyonunun ortamdaki süreksizliklere ya da atomik ya da moleküler seviyede malzeme ile etkileşmesine bağlı olarak değişmesi olayına ışınımın saçılması denir [31].

Birçok madde görünür dalga boylarında ve kızılötesi dalga boyu aralığında yarı geçirgendir. Örneğin su bunun için iyi bir örnektir. Görünür dalga boyunda geçirgen olan su, yakın-kızılötesi aralığın kısa dalga boylarında yarı geçirgendir. Metal oksitlerin büyük çoğunluğu ve diğer maddeler görünür ve kızılötesi bölgede yarı geçirgen olup, geçirgen oldukları spektral pencerelere sahiptirler diyebiliriz [30].

Işınımın bir parçacık tarafından yutulması ve saçılması parçacığın geometrik parametrelerine, dalga boyuna ve parçacık malzemesinin kompleks kırınım indisine bağlıdır. Kompleks kırınım indisi şu ifade ile gösterilir [30].

$$m=n-ik \quad (5.1)$$

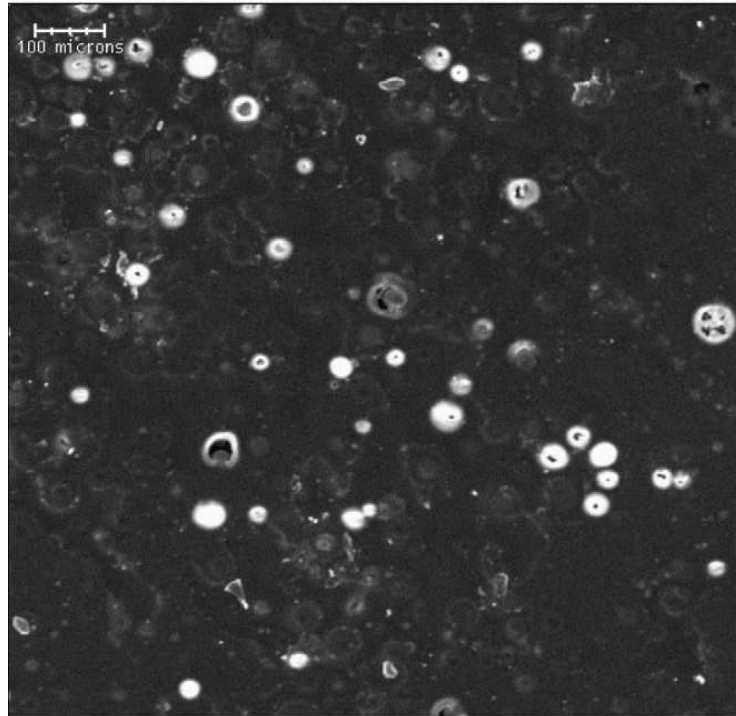
Burada, n kırınım indisi, k ise, yutma indisini göstermektedir. Küresel parçacıkların radyatif özellikleri 3 ana parametre ile değerlendirilebilmektedir. Bunlar; difraksiyon parametresi; x , kırınım indisi; n ve yutma indisi; k 'dir. Bu parametreler kısaca şu şekilde açıklanabilir. Difraksiyon parametresi; homojen küresel bir parçacık için geometrik bir parametre olup küre boyutu ile ilgilidir ve şu şekilde ifade edilir [30]:

$$X= 2\pi a/\lambda \quad (5.2)$$

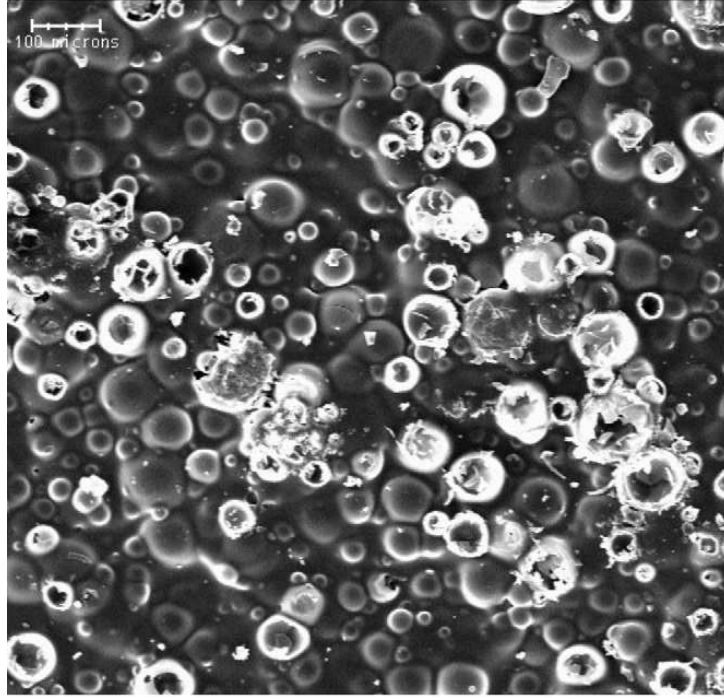
Burada; a parçacık çapı, λ ise ışınım dalga boyunu göstermektedir. Herhangi bir malzemeye ait bir parçacık için saçılma probleminin kesin çözümü Lorenz-Mie Teori ya da sadece Mie Teori olarak bilinmektedir. Teori ismini Gustav Mie'nin çalışmalarından almıştır [30].

Yutma özelliđi zayıf olan malzemeler yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmaktadırlar. Bu malzemelere yanma reaksiyonlarındaki ısı ışınım aralığında yarı geçirgen olan uçucu küller örnek olarak verilebilir. Optik olarak homojen olmayan parçacıkların elektromanyetik dalgaların saçılımı ve emilimi üzerindeki etkileri; atmosfer optiđi, astrofizik, kolloid optiđi ve dispers sistemlerde ışınım transferi ile ilgili mühendislik uygulamaları için ilgi çekicidir. Daha önce de bahsedildiđi gibi son 10 yıl içerisinde, bir çok farklı potansiyel uygulama için farklı malzemelerden üretilen içleri boş mikro kürelerin farklı amaçlar için üretimini tetiklemiştir [30]. İçleri boş alüminyum oksit parçacıklar uzay taşıtlarının yüksek sıcaklık yalıtımlarında kullanılmaktadır. Cam mikro küreler boya ve kaplamalarda bina duvarlarından olan ısı ışınımına bađlı ısı kayıplarını azaltma amacıyla kullanılmaktadırlar [32, 3]. Şekil 5.2'de hacimce %6,6 oranında cam mikro küre içeren kaplama yüzeyinin SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 5.3'te ise, hacimce % 65,4 oranında cam mikro küre içeren bir kaplama yüzeyine ait SEM görüntüsü görölmektedir.

İçleri boş mikro kürelerin radyatif özellikleri kompozit kaplamaların radyatif özelliklerini belirlemektedir [31].



Şekil 5.2 : Hacimce %6,6 mikro küre içerkli kaplama yüzeyi SEM görüntüsü [29]



Şekil 5.3 : Hacimce %65,4 mikro küre içerikli kaplama yüzeyi SEM görüntüsü [29]

Uçucu kül parçacıklar, içleri boşluklu metal oksit parçacıklar, cam mikro küreler ve bazı atmosferik aerosollar görünür bölgede ve yakın kızılötesi bölgede yarı geçirgendir ve parçacık malzemesinin optik sabitleri tipik değerleri $n=1,5-2$ ve $\kappa < 0,01$ mertebelerindedir [30]. Bu tez çalışması kapsamında kullanılan içleri boş seramik mikro kürelerin kırınım indisi değeri 1,53'tür ve bahsedilen tipik aralıkta yer almaktadır.

İçleri boş seramik mikro küre katkılı kaplama malzemeleri; ışınımın yansıtılması ve saçılmasının yanı sıra, seramik malzemelerin ilave edildikleri orana bağlı olarak, kaplamanın ve dolayısıyla kaplama yapılan yüzeyin diğer ısı yalıtım kaplamaları için de belirtildiği şekilde ısı kapasitesini yükselterek yüzeylerin sıcaklıklarındaki yükselmeyi ve düşmeyi geciktirici etki göstermektedir.

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, ev tipi fırınların enerji tüketiminin azaltılması ve bölgesel sıcaklık kontrolünün iyileştirilmesi amacıyla; püskürtülerek kolay uygulanabilen, ticari olarak temin edilmiş yüksek sıcaklık dayanımı olan bir silikon bağlayıcı içerisine ağırlıkça belirli oranlarda ticari olarak temin edilen içleri boş seramik mikro küreler ilave edilmiştir. Elde edilen kaplama malzemesi ısı ile kürlenmiş bir ısı yalıtım kaplamasıdır. Bu çalışmada; optimum kaplama kalınlığı ve seramik mikro küre ilavesi oranını belirlemeye yönelik olarak, kaplama malzemesi karakterizasyon çalışmaları ve ev tipi fırın parçalarına kaplama yapılarak enerji tüketim ve/veya ısınma deneyleri gerçekleştirilmiştir.

İçleri boş seramik mikro küreler ve özellikle ısı yalıtımında kullanımları ile ilgili literatür araştırması yapılmıştır. Araştırmanın sonuçlarına bağlı olarak içleri boş seramik mikro küreler XRD, SEM, yüzey alanı, ortalama por boyutu, parçacık boyut analizleri ile karakterize edilmiştir. Daha sonra, üretilen kaplama malzemesi fırın şasisi yüzeylerine ve sac plakalara püskürtme yoluyla uygulanmıştır. Sac plaka ve fırın şasisine yapılan farklı kalınlıklardaki kaplamalar ile ısı çevrime bağlı tutunma özellikleri ve enerji tüketimi getirileri 3 farklı oranda ağırlıkça % SMK ilavesi göz önünde bulundurularak optimum kaplama özelliklerini belirlemeye yönelik çalışmalar yapılmıştır. Sac plakalara uygulanan kaplama malzemesi üzerinde; SEM, EDS, TGA analizleri ve ısı kapasitesi ölçümleri gerçekleştirilerek kaplama yapısı ve ısı özellikleri; şasi ve alt ısıtıcı sacı üzerinde yapılan kaplamalar ile ise, kaplama kalınlığı ve yapısının enerji tüketim avantajı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Ayrıca, bek tablası kaplama çalışmaları ve ısıtıcı deneyleri ile kaplamanın ısı bariyer etkisi de değerlendirilmiştir.

6.1. Kaplama Malzemesinin Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılan temel kaplama malzemeleri; DB Teknoloji Kimya San. ve Tic. Ltd. firmasının aracılığı ile Thermilate Europe Ltd. firmasından temin edilen içleri boş seramik mikro küreler ve aynı firmadan temin edilen yüksek sıcaklık dayanımlı silikon reçinedir. Temin edilen içleri boş seramik mikro kürelerin bazı özellikleri Çizelge 6.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 6.1 : Kullanılan içleri boş seramik mikro kürelerin National Standards Testing Laboratories (NSTL) tarafından ölçümü yapılan bazı özellikleri

Özellik	Değeri
Kırılma İndisi	1,53
Erime Sıcaklığı (°C)	1800
Isı İletkenlik Katsayısı (W/m°K)	0,1

Fırın parçaları üzerine yapılan ısı yalıtım kaplamaları için altlık malzeme olarak SİTİNOL marka DC04 EK kalite sac kullanılmıştır.

Kaplama işlemi ve malzemesinin hazırlanması, DB Teknoloji Kimya San. ve Tic. Ltd. firmasında gerçekleştirilmiştir. Konteynır içerisine reçine ve belirlenen oranda içi boş seramik mikro küreler ilave edilerek karıştırıcı yardımıyla düşük karıştırma hızlarında homojen bir karışım elde edilene dek karıştırılmıştır. Püskürtme için uygun viskozite değerine ulaşılması için inceltici olarak tiner kullanılmıştır. Kürelerin yüksek karıştırma hızlarında zarar gördüğü ve yalıtım sağlama özelliklerini yitirdikleri için karıştırma hızları düşük tutulmuştur. Yüzey hazırlama için şekillendirilmiş sac parçalar üzerindeki yağlar yağ alma işlemi ile giderilmiştir.

i. Kaplama işlemi püskürtme tabancası ile gerçekleştirilmiştir. Sıvı basıncı 3000psi olarak ayarlanmıştır. Dönebilir püskürtme hattı hortumu uzunluğu 9,52mm, püskürtücü ucu boyutu ise 0,48mm-0,66mm’dir.

ii. Tabanca haznesine doldurulan kaplama malzemesi bekletilmeden uygulanır.

(Şekil 6.1)

iii. Tabanca uygulamalarında boya basıncı 5 atmosfer ile 35 atmosfer arasına ayarlanarak püskürtme tabancası ile uygulanmıştır.

iv. Kaplama işlemi sonrasında üretilen termoset kaplamaya 250°C sıcaklıkta 1 saat süreyle hava sirkülasyonlu kurutucu ve ısıtıcı etüv kullanılarak kürlendirme işlemi uygulanmıştır.

v. Çalışma boyunca, ısıya dayanıklı silikon reçine içerisine ağırlıkça %20-25-30 oranlarında içi boş seramik mikro küre ilave edilmek suretiyle farklı kaplama malzemeleri hazırlanarak karakterizasyon ve performans deneyleri gerçekleştirilmiştir.

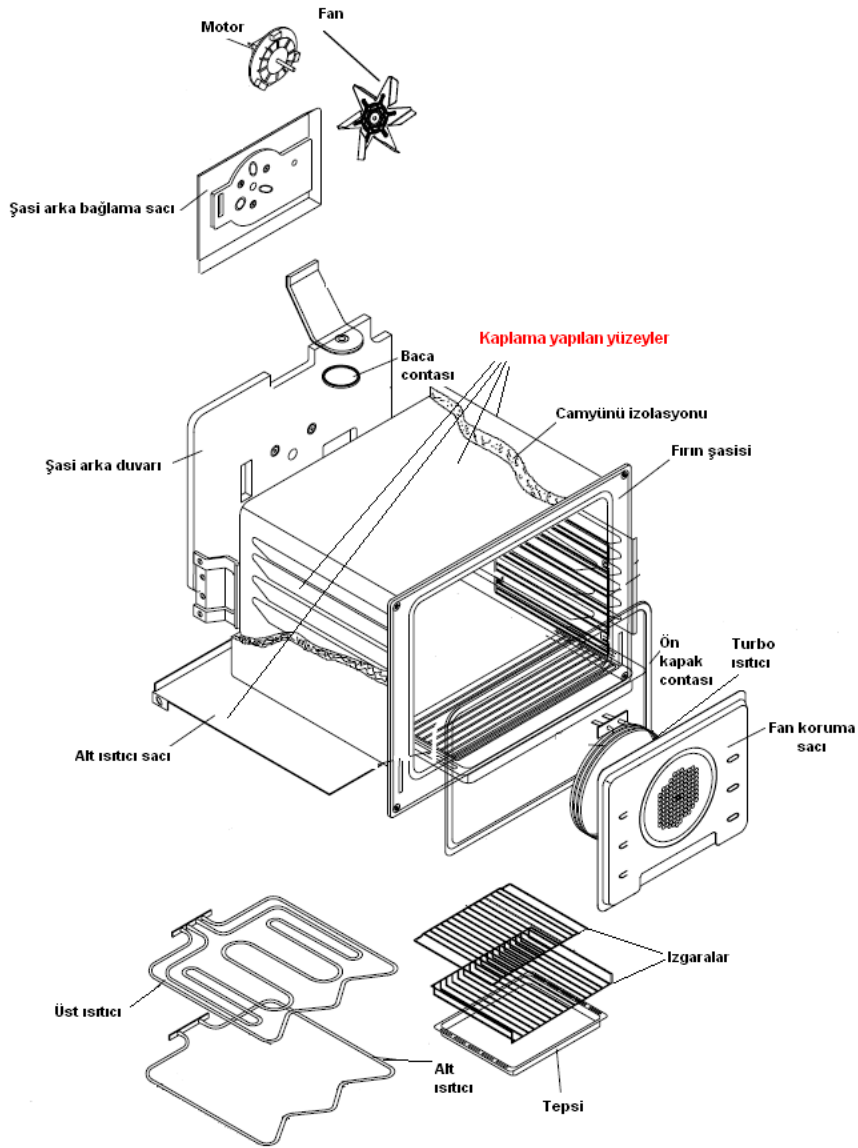


Şekil 6.1 : Kaplama işleminin gerçekleştirilmesi

Kaplama yapılan şasi dış yüzeyinin alanı 0,89m² olup Şekil 6.2 a) ve b)'de görüldüğü üzere kanallar ve girinti çıkıntılara sahiptir. Kaplama işleminin püskürtme ile yapılması bu girinti çıkıntılara kolayca uygulama yapılabilmesine olanak vermektedir. Kaplama yapılan fırın yüzeylerinin diğer bileşenlere göre konumları Şekil 6.3'te verilmiştir.



Şekil 6.2 : Kaplanmış fırın şasisi a) yandan b) arkadan görünümü



Şekil 6.3 : Fırın bileşenleri ve kaplama yapılan yüzeyleri gösteren şema

6.2. Uygulanan Deneyler

Kaplama malzemesine farklı çalışma oranlarda ilave edilen içleri boş seramik mikro küreler kaplamaya yalıtım özelliği kazandırmaktadır. Uygulanan deneyler kaplama malzemesinin yalıtım ve fiziksel özelliklerinin anlaşılması amacıyla yapılmış deneylerdir ve sadece içleri boş seramik mikro kürelere yapılan analizler ile kaplama malzemesine uygulanan deneyler olarak iki kısımda yürütülmüştür.

6.2.1. Tutunma deneyi

ASTM D 3359-87 standardına göre, kaplanan numunelerin yüzeyleri Şekil 6.4'te görülen özel tutunma tarağı kullanılarak birbirleriyle 90° açı yapacak şekilde 2 defa çizilmektedir. Numunelerin çizilmesinin ardından, yüzey özel fırçası yardımıyla temizlenmektedir. Bu işlemden sonra 50mm eninde özel bir tutunma bandı çizilen yüzey üzerine yapıştırılarak çekilmektedir. Bant, yüzey üzerine tutunmayı engelleyecek hava kabarcığı kalmayacak şekilde dikkatlice yapıştırılmalıdır.



Şekil 6.4: Tutunma testi ekipmanları

Tutunma kayıpları standartlara göre değerlendirilmektedir. Değerlendirmede, özel tutunma tarağının çizdiği yüzeyde yarattığı 25 adet kareden zarar görenlerin tüm karelerin sayısına oranı % olarak ifade edilmektedir. Tutunma testi termal çevrim testi öncesi ve sonrasında gerçekleştirilmiştir.

6.2.2. Kalınlık ölçümü

Emayelik kalite sac üzerine uygulanan kaplamaların kalınlıkları metal yüzeylerdeki boya kalınlıklarının ölçümünde kullanılan elkometre cihazıyla ölçülmüştür. Çalışma boyunca uygulanan kaplama kalınlıkları 150-800µm arasında değişmektedir.

6.2.3. Diferansiyel taramalı kalorimetri ile özgül ısı ölçümü

Kaplama malzemesi numunelerine hava atmosferinde 10-250°C sıcaklık aralığında sıcaklığa bağlı ısı kapasitesi ölçümü yapılmıştır. Bu ölçüm için Şekil 6.5'te görülen TA Q200 DSC (Differential Scanning Calorimeter) kullanılmıştır.



Şekil 6.5 : TA Q200 DSC Cihazı

6.2.4. XRD faz analizi

İçleri boş seramik mikro kürelerin analizi için küresel parçacıklar önce 90dk boyunca alümina bir kap içerisinde alümina bilyalar yardımıyla öğütülmüş ve daha sonra GBC marka X ışını kırınımı (XRD) cihazı kullanılarak analiz edilmiştir. XRD analizi 2°/sn tarama hızı ile 20-120° 2θ arasında CuKα (1,54Å) radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. Cihaz 35.5 kV potansiyelde, 28mA akımda çalıştırılmıştır.

6.2.5. SEM ve EDS analizleri

Seramik mikro kürelerin yapısını ve kompozit haldeki kaplama malzemesi içerisinde seramik katkıların dağılımını gözlemlemek amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Analiz, Şekil 6.6'da görülen JOEL JSM 6400 Scanning Electron Microscope cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

SEM analizine tabi tutulan numuneler üzerinden EDS analizi de gerçekleştirilerek kaplama kompozitinden alınan numunelerin elemental analizi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.6 : JOEL JSM 6400 SEM Cihazı

6.2.6. Isıl çevrim deneyleri

Kaplamaların geçici ya da sürekli ısı transferinin sebep olduğu ısıl gerilmelere karşı altlık malzemeyle uyumlu davranmaları kaplama ömrü için oldukça kritiktir. Kaplamalar, ısıl çevrimlere maruz kaldıklarında malzemede önemli gerilmeler meydana gelir. Bu şartlar altında kırılmaya karşı direnç "ısıl dayanım direnci" olarak isimlendirilir. Isıl çevrim esnasında termal gerilmeler, mikro ve makro çatlaklar şeklinde malzeme içinde birikirler ve yeterli büyüklüğe ulaştıklarında hasara yol açarlar.

150 μ m ile 800 μ m kalınlık aralığındaki kaplama numunelerinin ısınması ve soğuması esnasında altlık malzeme ile davranışlarının uyumunu tayin etmek amacıyla 473 K, 523 K ve 573 K'de Şekil 6.7'de görülen Heraeus WU 6100 hava sirkülasyonlu ısıtıcı ve kurutucu etüv kullanılarak yapılmıştır. Etüv en yüksek 773 K sıcaklığa, 70 dakika süre içerisinde çıkabilmektedir. Deney sonucunda kaplamalarda deformasyon, kabarma, çatlama, dökülme olmaması gerekmektedir. Deneyde 1 çevrim; 1 saat belirlenen sıcaklıkta numunenin tutulması ve etüvde oda sıcaklığına soğutulmasına karşılık gelmektedir. Isıl çevrim deneyleri her bir sıcaklık değeri için 10 çevrim olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.7 : Heraeus WU 6100 Etiv

6.2.7. TGA analizi

Kaplama malzemesine analiz sonunda, numune üzerinde SEM analizi gerçekleştirilerek ısıya maruz kalma durumunda kaplama malzemesindeki değişimi gözlemlenmiştir. Analizde, Şekil 6.8’de görülen TA Q500 cihazı Hi-Res Sensitivity modunda çalıştırılmıştır. Oda sıcaklığı-1000°C aralığında ölçüm yapılmıştır.



Şekil 6.8 : TA Q500 TGA Cihazı

6.2.8. Parçacık boyut dağılımı analizi

Seramik mikro kürelerin kaplama malzemesi hazırlanmadan önce Malvern Mastersizer 2000 cihazı ile parçacık boyut dağılımları belirlenmiştir. Analizde, $d(10)$, $d(50)$ ve $d(90)$ değerleri incelenmiştir. Örneğin, $d(50)$ ortalama parçacık boyutu olarak bilinir ve numune kütlesi içeriğinin %50'si bu çap değerinin altında, %50'sinin ise bu çap değerinin üzerinde bir çapa sahip olduğunu açıklar. Benzer şekilde, $d(10)$ değeri ise numune kütlelerinin %10'unun bu değerin altında, %90'ının bu değerin üzerinde bir çap değerine sahip olduğunu ifade eder. Bir diğer incelenen değer ise, $d(90)$ 'dır. Bu değer numune kütlelerinin %90'ının bu değerin altında, %10'unun ise bu değerin üzerinde çapa sahip olduğunu belirtir.

6.2.9. Yüzey alanı ve ortalama por büyüklüğünün tayini

İçeri boş seramik mikro kürelere ortalama por büyüklüğü ve yüzey alanı tayini Şekil 6.9'da görülen Quantochrome Autosorb 1C cihazıyla BET metodu kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.9 : Quantochrome Autosorb 1C Cihazı

6.2.10. Piknometre ile kaplama yoğunluęu tayini

Kaplama malzemesi üzerinde yoğunluk ölçümleri yapılmıştır. Malzeme, sac plaka üzerine kaplandıktan sonra yüzeyden kaldırılarak, Şekil 6.10'da görülen Micromeritics AccuPyc 1330 gaz piknometresi cihazı kullanılarak yoğunluęu ve hacmi tayin edilmiştir.



Şekil 6.10 : Micromeritics AccuPyc 1330 Gaz Piknometresi Cihazı

6.2.11. Isıtıcı deneyleri

10 cm x 10 cm boyutlarında EK-4 kalite emayelenebilir sac plakalara püskürtme ile uygulama yapılmıştır. 30dk boyunca eş ısıtma gücü ve hızındaki ısıtıcılar ile kaplamalı ve referans kaplamasız eş boyutlu numuneler eş zamanlı olarak ısıtılmıştır. Ölçümlerde; Şekil 6.11'de görülen IKA Yellowline MST Basic iki adet ısıtıcı, bir kronometre ve 250mL kapasiteli 2 adet cam beher kullanılmıştır. Eş boyuttaki cam beherler içerisine 150mL su konarak plakalar üzerine yerleştirilmiştir. Beherler içerisine yerleştirilen termokupullarla suların sıcaklıkları takip edilerek, 30 dk içerisinde ulaşıtlar sıcaklıklar her 3 dakikada bir kez not edilmiştir.



Şekil 6.11 : Isıtıcı ile yapılan deney düzeneği görüntüsü

6.2.12. Enerji tüketim deneyi

Enerji tüketimini ölçmek adına deneyler TS EN 50304 standardına göre yapılmıştır. CENELEC tarafından yayınlan EN50304 numaralı standart uyarınca yapılan tuğla testinin amacı [33] ;

- Standartlaştırılmış bir test prosedürü boyunca, standartlaştırılmış bir yük kullanılarak enerji tüketiminin hesaplanması,
- Hacim, bir yükü ısıtmak için gerekli süre, pişirme tepsileri alanı gibi özel performans karakteristiklerinin elde edilmesi,

- İmalatçının deklere ettiği değerlere izin verilen toleranslar ve bu değerlerin kontrol edilmesi için kontrol prosedürlerinin elde edilmesidir.

Enerji tüketim ve ısınma deneyleri referans enerji tüketim değerleri kaplama öncesinde aynı standart deney ile belirlenen Şekil 6.12’de görülen BEKO D1 6674T multi fonksiyonel free standing fırınlar üzerinde gerçekleştirilmiştir.



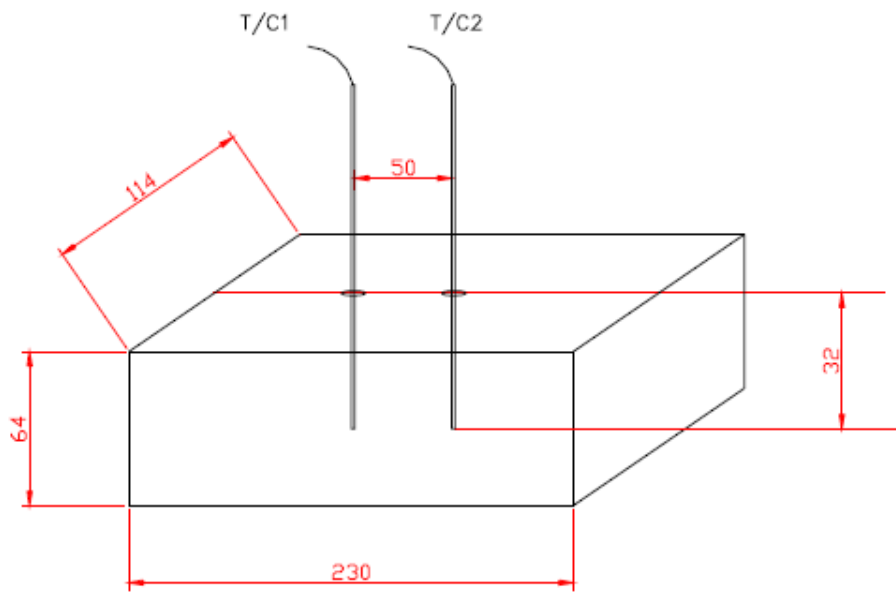
Şekil 6.12 : Kaplama uygulanan, enerji tüketim ve ısınma deneyleri gerçekleştirilen BEKO marka D1 6674T multifonksiyonel ev tipi fırın görüntüsü

Testlerde kullanılacak yük, yiyeceğin hem ısıl özelliklerini, hem de su içeriğini simüle eden, suya doymuş bir tuğladır. Enerji tüketim deneylerinin ölçüldüğü tuğla testleri şu şekilde yapılmaktadır:

Deneylerde ilk olarak fırın, üzerinde herhangi bir değişiklik yapılmadan çalıştırılır, fırın ve tuğla üzerinde çeşitli noktalara yerleştirilen termoelemanlar yardımıyla, sıcaklık değişimleri gözlenir. Kullanılan tuğlanın boyutları ve termoelemanların konumları Şekil 6.13’te görülmektedir. Deneyler fırının iki ısıtıcı (statik) ve turbo modlarında yapılır. Sıcaklıklar statik hal için 140K, 180K ve 220K, turbo mod için ise 135K, 155K ve 175K’dir. Bu sıcaklıklar deney başlangıcında ortam sıcaklığında olan fırın iç havasının, sıcaklığındaki artış değerleridir. Deneyden önce Şekil 6.14’de görüldüğü gibi buzdolabında suda bekletilen tuğlalar fırına yerleştirilmekte ve iç sıcaklıklarında 55 K artış olduğunda fırından çıkarılmaktadır. Bu zaman zarfında

fırının enerji tüketimi hesaplanmakta ve bu değerler standartlarla karşılaştırılarak fırının enerji sınıfı belirlenmektedir (A/B/C/D/E/F/G).

Ölçümler, tuğla buzdolabından çıkarıldıktan sonra 3 dakika içinde fırının çalıştırılmasıyla başlar. Termostat pozisyonu, ortalama fırın içi sıcaklığı ΔT olacak şekilde ayarlanmalıdır. ΔT , fırın içi sıcaklığı ve ortalama ortam sıcaklığı arasındaki farktır. Fırın, seçilen modda istenilen fırın içi sıcaklığına set edildikten sonra deney başlatılır. Şebekeden alınan voltaj değerleri, ısıtıcılara verilen güç değerleri, fırın içi ve tuğla sıcaklıkları deney sırasında kaydedilir. $5\pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklığında fırına konan tuğlanın iç sıcaklığındaki artış 55°K 'e ulaştığında (her iki delik sıcaklığındaki artışın 55°K olması gereklidir) tuğla fırından çıkarılır. Tuğlanın çıkarıldığı süre kaydedilir. Fırından çıkarılan tuğlanın kütlesi ölçülerek oda sıcaklığına soğumaya bırakılır. Deneylerde dikkat edilmesi gereken durumlar söz konusudur. Her testten önce tüm cihaz (malzeme ve izolasyon), ortam sıcaklığında olmalıdır. Testler, içinde havalandırma olmayan ve tüm test boyunca sıcaklığı $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ olan bir odada gerçekleştirilmelidir. Ortalama ortam sıcaklığı, testin başı ile, iki termoelemanda da merkez sıcaklık artışının 55°K olması arasında ölçülen ortam sıcaklıklarının aritmetik ortalamasının alınmasıyla elde edilir. Oda sıcaklığı, fırın kavitesinin kullanılan hacminin merkezi ile aynı yükseklikte ve cihazın ön kenarlarından birinden köşegenel olarak 0.5 m mesafede bir noktadan ölçülecektir. Oda sıcaklığının ölçümü fırının kendisinden veya başka bir cihazdan etkilenmeyecektir.



Şekil 6.13 : Tuğla boyutları ve termoelemanların konumu

Testte kullanılan yük, üzerinde sıcaklık ölçümü için iki adet delik bulunan, tuğla olarak adlandırılan gözenekli bir malzemedir.

Standart tuğlanın özellikleri;

-Yoğunluk,kuru : 550 kg/m³

-Kuru ağırlık : (920 ± 75) g

-Su emmesi : (1050 ± 50) g

-Boyutlar : 230*114*64 mm



Şekil 6.14 : Buzdolabında suda bekletilen tuğla görüntüsü

Her testten önce tüm cihaz (malzeme ve izolasyon), ortam sıcaklığında olmalıdır. Testler, içinde havalandırma olmayan ve tüm test boyunca sıcaklığı (23 ± 2) °C olan bir odada gerçekleştirilmelidir. Ortalama ortam sıcaklığı, testin başı ile, iki termo elemanda da merkez sıcaklık artışının 55 K olması arasında ölçülen ortam sıcaklıklarının aritmetik ortalamasının alınmasıyla elde edilir. Tuğla sıcaklığı ölçümleri, 1 mm çapında çelik tüple sarılmış iki adet termo eleman ile yapılır. Termo elemanların hassasiyetleri ± 1.5 K olmalıdır ve termoelemanlar tuğla derinliğinin tam ortasına denk gelecek şekilde yerleştirilmelidir (32 mm). Deney süresince termo elemanların konumlarının sabit kalması sağlanmalıdır. Kılıflı termoelemanlar ile aynı sonucu verdikleri gösterildiği takdirde bunlar yerine başka tip termoelemanlar da kullanılabilir (Termoelemanlar silikon damlası veya uygun başka bir yolla tuğlanın yüzeyine yapıştırılabilirler. Tuğlanın porozitesi sebebiyle termoelemanlar çıkarılıp takılırken tuğla deliklerinin büyütülmemesine dikkat edilmelidir. Bir tuğla maksimum 20 test için kullanılabilir.)

Tuğla testi prosedüründe uygulanan üç adet deney vardır:

i. Boş Fırının Ön Isıtması

Bu testin amacı boş bir fırını ortam sıcaklığından belirlenen bir sıcaklığa çıkarmak için tüketilen güç değerini ve ön ısıtma için geçen süreyi belirlemektir. Termoeleman kapı aralığından fırın içine gelmeli ve kapı hiç bir ek kuvvet uygulanmadan kapatılabilmelidir. Fırın, sıcaklığındaki artış geleneksel ısıtma için 180 K ve zorlanmış hava çevrimi durumu için 155 K olana kadar ısıtılacaktır. Sıcaklık artışı test başında ve sonundaki fırın içi sıcaklıkları arasındaki farktır. Zaman $t_{ö1}$ (dakika ve saniye olarak) ve enerji tüketimi $E_{ö1}$ (kWh olarak) ölçülecektir. Fırın içindeki lamba, fan gibi otomatik olarak çalışan elemanların enerji tüketimleri de ölçüme eklenecektir.

ii. Bir yükü ısıtmak için gereken süre ve enerji tüketimi

Bu testin amacı, bir yükü ısıtmak için geçen süreyi ve tüketilen enerji değerini ölçmektir. Testlerde kullanılacak yük, yiyeceğin hem ısıl özelliklerini, hem de su içeriğini simüle eden, suya doymuş bir tuğladır. Tuğlalar kullanılmadan önce sıcaklığı 175 °C ve üstü, hacmi 50 lt olan fırında, zorlanmış taşınım halinde üç saat kurutulurlar. Aynı anda en fazla iki adet tuğla kurutulabilir. Termoelemansız tamamen kuru tuğlanın kütlesi m_k , fırından çıkarıldıktan sonra ilk 5 dakika içinde ölçülmeli ve gram olarak not edilmelidir. Kurutulmuş tuğla oda sıcaklığına soğutulduktan sonra, tuğla tamamen suyla kaplanmış olana kadar 20 °C altındaki bir suyla dolu bir kaba konmalıdır. İçinde tuğla bulunan su kabı en az 8 saat buzdolabı içinde kalmalı ve tuğla merkez sıcaklığı 5 ± 2 °C olana kadar soğutulmalıdır (Her iki termoeleman için). Soğutulan ve su emdirilen termoelemanlı tuğla, su kabından çıkarıldığında 1 dakika boyunca fazla su miktarı damlatılmalıdır. Islak tuğlanın mı kütlesi ölçülmeli ve tuğla tarafından emilen su miktarı belirlenmelidir (Termoeleman ağırlıkları da göz önünde bulundurulmalıdır.). Tuğlanın merkez sıcaklıkları ölçülerek kaydedilir (Her iki termoeleman da (5 ± 2) °C okumalıdır.). Burada tuğlanın emdiği su miktarı;

$$\Delta_m = m_i - m_k \quad (6.1)$$

Hazırlanan tuğla, cihaz oda sıcaklığındayken, üstündeki termoelemanlar ile birlikte (termoelemanlar tuğlanın üst kısmında olmak üzere), kullanılabilir fırın kavitesinin geometrik merkezine yerleştirilir. Tuğlanın üstüne konacağı ızgara, tuğlanın merkezi,

fırın merkezine mümkün olduğunca yakın olacak şekilde bir raf destek seviyesine yerleştirilir. Tuğlanın uzun eksenini fırın önüne paralel olmalıdır. Ölçümler, tuğla buzdolabından çıkarıldıktan sonra 3 dakika içinde fırının çalıştırılmasıyla başlar. Termostat pozisyonu, ortalama fırın içi sıcaklığı Çizelge 6.2’de tanımlandığı gibi ΔT olacak şekilde ayarlanmalıdır. ΔT , fırın içi sıcaklığı ve ortalama ortam sıcaklığı arasındaki farktır. Fırın, seçilen modda istenilen fırın içi sıcaklığına set edildikten sonra deney başlatılır. Şebekeden alınan voltaj değerleri, ısıtıcılara verilen güç değerleri, fırın içi ve tuğla sıcaklıkları deney sırasında kaydedilir. 5 ± 2 °C sıcaklığında fırına konan tuğlanın iç sıcaklığındaki artış 55 K’ ya ulaştığında (her iki delik sıcaklığındaki artışın 55 K olması gereklidir.) tuğla fırından çıkarılır. Tuğlanın çıkarıldığı süre kaydedilir. Fırından çıkarılan tuğlanın kütlesi ölçülerek oda sıcaklığına soğumaya bırakılır.

Çizelge 6.2 : Çalışma modlarında ortalama fırın içi sıcaklık değerleri

Sıcaklık Farkı	Çalışma Modları	
	İki Isıtıcı (Statik)	Turbo
$\Delta T1$	(140±10) K	(135±10) K
$\Delta T2$	(180±10) K	(155±10) K
$\Delta T3$	(220±10) K	(175±10) K

Tuğla, suya her konduğunda aynı miktarda su emer. Bu yüzden, tuğlayı iki kullanım arasında tamamen kurutmak gerekmez. Her ısıtma fonksiyonu için üç test gerçekleştirilir: Her bir sıcaklık ayarı için bir test ve her ısıtma fonksiyonu için bir test.

Deneyler esnasında aşağıdaki değerler ölçülür:

- Enerji tüketimi ve süre
- Tuğlanın merkez sıcaklıkları
- Test başında ve sonunda ortalama sıcaklık

Yukarıdaki test tamamlandıktan sonra tuğla fırından çıkarılır ve fırın boş halde, ayarlar değiştirilmeden bir süre daha çalıştırılır. Fırın sıcaklığı dengeli hal koşullarında maksimum ve minimum sıcaklıkların arasındaki aritmetik ortalamadır.

Dengeli halin, termostatın 5 çevriminden veya daha az da olsa bir saat sonunda elde edildiği düşünülür. 5 çevrim veya 1 saat sonunda deney tamamlanır.

Deney sırasında kaydedilecek datalar şunlardır:

- i. Fırının cinsi, mevcut ısıtma fonksiyonları
- ii. Fırının kullanılabilir hacmi, [lt]
- iii. Pişirme tepsinin veya ızgaranın kullanılabilir alanı, [cm²]
- iv. Ölçümlerin yapıldığı voltaj değerleri
- v. Test edilen fonksiyonlar veya çeşitler
- vi. Boş fırının ön ısıtması için tüketilen enerji, $E_{\text{öi}}$
- vii. Ön ısıtma süresi, $t_{\text{öi}}$
- viii. Enerji tüketimi(leri), [kWh]
- ix. Zaman, [dk]

Bu veriler, her ısıtma fonksiyonu ve her sıcaklık için not edilecektir. Bulunan enerji tüketimi, imalatçının bildirdiği değerin yüklü hal için % 10 + 0.040 kWh üstünde olmamalıdır. Boş fırın için ise bu değer % 15' tir. Fırının ön ısıtma süresi imalatçının bildirdiği değerin % 15 fazlasından fazla olmamalıdır (Yüklü hal).

Hacim imalatçının bildirdiği değerden ± 3 'ten fazla değişmemelidir.

Yüzey alanı imalatçının bildirdiği değerden ± 5 'ten fazla değişmemelidir.

Yukarıda belirtilen değerler aşıldığında, testler piyasadan rasgele seçilmiş 3 fırın üstünde tekrarlanmalıdır.

Deney düzeneğinde ölçülen sıcaklık, güç ve kütle değerlerinin kaydedildiği bir data toplama ünitesi ve buna bağlı bir bilgisayar bulunmaktadır. (Şekil 6.15) Tuğla testlerinde, tuğlanın işlem boyunca kütesinin ölçülmesi için fırın delinerek, tuğla bir ayak yardımıyla fırın alt boşluğunda bulunan terazi üstüne konmaktadır. (Şekil 6.16)



Şekil 6.15 : Deney köşesi

Enerji tüketim testleri sırasında, yalıtım kaplamasının farklı bölgelerdeki sıcaklık değişimlerini nasıl etkilediğinin görülmesi amacıyla, tuğla ve fırın içine ek olarak fırının 10 farklı noktasına da termoelemanlar yerleştirilmiş ve deneyler süresince sıcaklık ölçümleri alınmıştır.

Fırın ve tuğla sıcaklık dağılımlarının belirlenmesi amacıyla yerleştirilen termoeleman yerleri şöyledir:

- Tuğla iç sıcaklığını ölçmek için 2 adet,
 - Fırın merkezinde 1 adet,
 - Sol yan duvar içi, sol yan duvar dışı (kaplama üzeri), sol yan duvar izolasyon (cam yünü) üstü; 3 adet,
 - üst duvar içi, üst duvar dışı (kaplama üzeri), üst duvar izolasyon (cam yünü) üstü; 3 adet,
 - kapak dış camın ortası 1 adet,
 - fırın komponentleri (buzzer, röle, kart) 3 adet
- olmak üzere toplam 13 adet termoeleman mevcuttur.



Şekil 6.16 : Tuğla testi esnasında fırın iç görüntüsü

6.2.13. Isınma Deneyi

CENELEC tarafından yayınlanan uluslararası EN 60335-2-6:2003 numaralı standarda göre bek tablası kaplama çalışması sonrasında enerji tüketim deneyleri için kullanılan deney köşesinde ısınma deneyi yapılarak sonuçlar değerlendirilmiştir.

Isınma deneyinde; fırın en zorlayıcı koşullarda; grill maksimum modunda, ocakların hepsi çalışır halde, normal koşullara göre 1,15 kat güçte, 1 saat süreyle çalıştırılmaktadır. Ocakların dördü üzerinde tencereler içinde su kaynatılmaktadır.

Isınma deneyleri esnasında bölgesel sıcaklık değişimi takip edilen noktalardan deneyler sırasında sıcaklık ölçümleri alınmıştır.

Deneyler fırınlara kaplama uygulanmadan önce ve sonra yapılarak, deney süresince ulaşılan sıcaklıklar her iki durum için karşılaştırılmak suretiyle değerlendirilmiştir.

7. DENEY SONUÇLARI ve TARTIŞMA

Bu çalışmada, ev tipi fırınların ısı yalıtımının polimer matrisli içleri boş seramik mikro kürelerle katkılandırılmış ısı yalıtım kaplaması ev tipi fırınların ana kavitesine, bek tablasına ve alt ısıtıcı sacı yüzeylerine uygulanmıştır. Böylece, enerji tüketiminin azaltılması ve bölgesel sıcaklık kontrolünün iyileştirilmesi amaçlanmıştır.

Bu çalışma kapsamında yapılan deneysel çalışmalar; kaplamanın ısı yalıtımı sağlayan bileşeni olan içleri boş seramik mikro kürelere uygulanan analizler, ve kaplama malzemesi karakterizasyonu olarak iki ana bölümde değerlendirilecektir. Bu kapsamdaki özellikler ise; kaplamanın yapısı ve ısıl özellikleri, kaplama kalınlığı ve yapısının enerji tüketimine etkileri ve kaplamanın bariyer davranışları olarak üç alt bölümde incelenecek olup, deney yöntemleri aşağıda açıklanmaktadır.

7.1. Seramik Mikro Kürelerin Karakterizasyonu

İçleri boş seramik mikro küreler, üretilen ısı yalıtım kaplamasının ısı yalıtımı sağlayan bileşenleridir. Kaplamanın yalıtım özellikleri üzerinde mikro kürelerin özelliklerinin kritik olduğu literatürden bilinmektedir [3]. Bu sebeple, kaplama malzemesi hazırlanmadan önce temin edilen seramik mikro kürelerin parçacık boyut dağılımı, yüzey alanı, ortalama por boyutu, XRD ve SEM analizleri gerçekleştirilmiştir.

Seramik mikro kürelerin Malvern Mastersizer 2000 cihazı ile parçacık boyut dağılımı belirlenmiştir. Kaplama malzemesi hazırlanmadan önce içleri boş seramik mikro kürelerin boyutlarının belirlenerek gösterdikleri dağılım incelenmiştir. Parçacık boyut dağılımı Şekil 7.1 ve Çizelge 7.1’de görülmektedir.

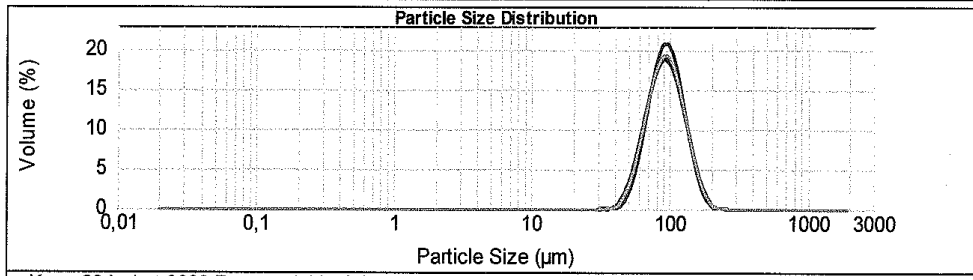
Çizelge 7.1 : Seramik Mikro küre parçacık boyut dağılımı değerleri

Parçacık Boyut Dağılımı	d(10)	d(50)	d(90)
Boyut (µm)	61,997 µm	91,892 µm	136,035 µm

d(0.1): 61,997 um

d(0.5): 91,892 um

d(0.9): 136,035 um

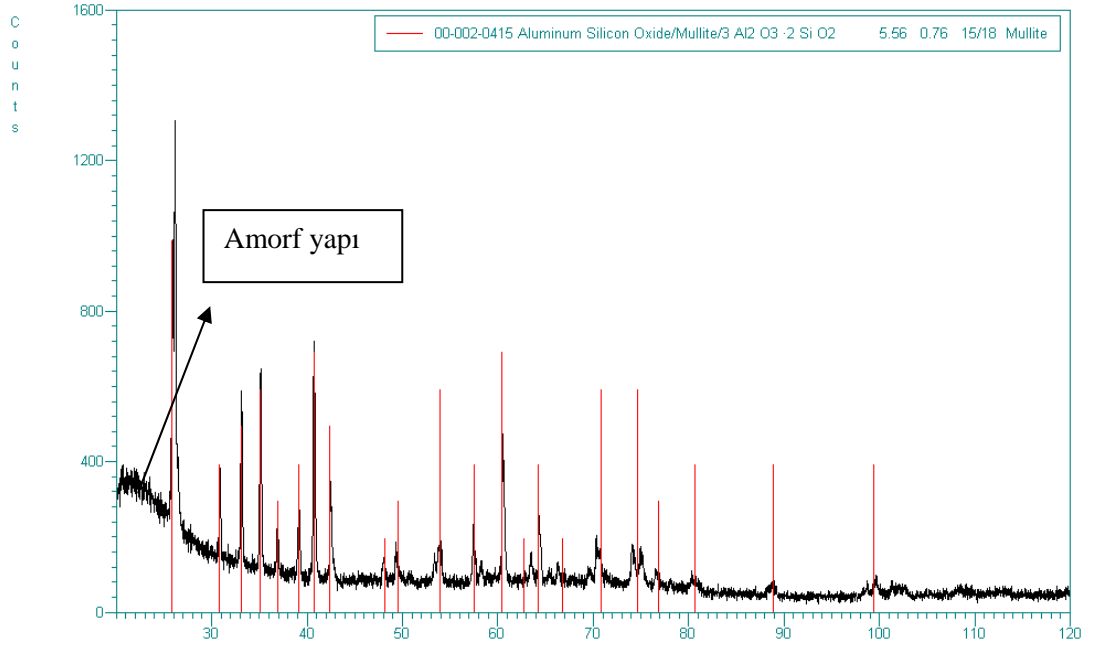


Şekil 7.1 : Parçacık boyut dağılımı analizi grafiği

İçleri boş seramik mikro kürelerin ilave edildikleri oranda kaplama malzemesi içerisinde üst üste gelerek bir bariyer oluşturması sonucu izolasyon etkisi incelenebilmektedir. Dolayısıyla, bu bariyer içerisinde yer alacak parçacıkların boyut dağılımlarının geniş olması parçacıklar arası boşlukların küçük parçacıklar ile doldurulması ile bariyer yapısındaki boşlukların azalması ve daha etkin bir bariyer oluşumuna sebep olacağından kürelerin boyut dağılımlarının çok dar bir aralıkta bulunmaları istenmez.

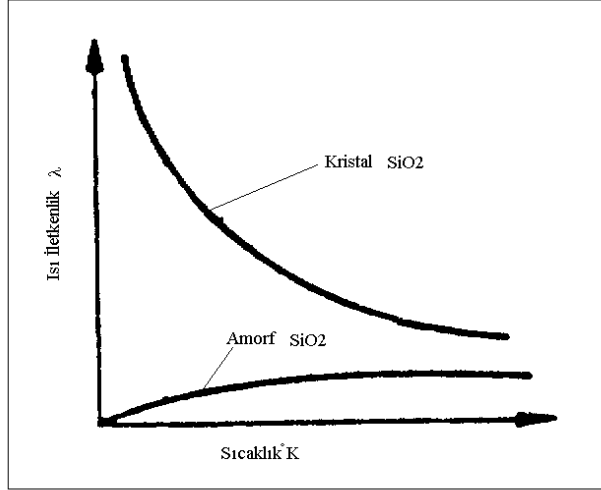
Boyalardaki pigmentlerde olduğu gibi kompozit yapılı kaplamalarda da elektromanyetik ışınımın saçılımı parçacıklar arası mesafeye bağlı olarak değişmektedir [31]. Kaplama ve boya malzemeleri için optimum saçılımın gerçekleşeceği parçacık ve pigment oranları ile ilgili olarak literatürde yapılmış çalışmalarda, parçacıkların bağımsız olarak saçılım gösterebildikleri konsantrasyonlar parçacıklar arası mesafenin yüksek, dolayısıyla parçacık konsantrasyonunun çok yüksek olmadığı kompozisyonlardır. Isı yalıtım kaplamalarında saçılımın minimum ya da maksimum olması istenilen durumlarda, malzeme içerisine ilave edilen parçacık miktarından sağlanacak fayda konsantrasyona ve parçacıklar arası mesafeye bağlı olarak değişiklik göstermektedir [31, 6]. Isı yalıtım kaplamalarında kullanılacak mikro küre boyutlarının ince et kalınlığına ve 50-100µm çap değerlerine sahip olmaları gerektiği bilindiğinden, çalışmada kullanılan mikro kürelerin seçiminin kullanım amaçlarına uygun olduğu sonucuna varılmıştır [3].

GBC marka X ışını kırınımı (XRD) cihazı kullanılarak mikro kürelere yapılan analizde kürelerin müllit fazının yanı sıra amorf bir yapı da içerdikleri saptanmıştır. Kürelere ait XRD deseni Şekil 7.2'de görülmektedir.



Şekil 7.2 : İçleri boş seramik mikro kürelere ait XRD deseni

Çalışmada kullanılan içleri boş seramik mikro kürelere ait XRD deseninde müllit yapı fark edilebilmektedir. Desendeki kırmızı ile işaret edilen pikler müllit ile eşleştirilen pikler olup, 20° dolaylarında gözlenen tepenin desende de işaret edildiği üzere amorf bir yapıya işaret ettiği düşünülebilir. İçleri boş seramik mikro küreler amorf ve kristalin fazı bir arada içerebilirler. Üretim yöntemleri sebebiyle amorf fazın varlığı beklenen bir durumdur. [18] Püskürtme-kurutma yöntemi ve diğer yöntemlerle farklı sinterleme sıcaklıklarıyla üretilen küresel seramiklerin kristal yapıyı bozucu etkilere maruz kalabildikleri bilinmektedir. Katı fazında ısı enerjisinin geçişi iki olgudan kaynaklanmaktadır: serbest elektronların yer değiştirmesi ve kafes titreşim dalgaları. Kafes dizilişindeki düzenlilik malzemenin ısı iletkenlik özelliği üzerinde oldukça etkilidir. Kristal malzemeler cam gibi amorf malzemelerden daha yüksek bir ısı iletim katsayısına sahiptirler. Ayrıca, kristal yapıli cisimlerde sıcaklığın artması ile iletkenlik azalırken, amorf yapıli cisimlerde artmaktadır. Amorf yapıli malzemeler kristalin yapıya göre daha az ısıyı iletmektedirler [1]. Isı iletkenliğine sıcaklığın etkisi de, Şekil 7.3'te görüldüğü gibi bir malzemenin kristal veya amorf oluşuna göre değişir.



Şekil 7.3 : Amorf ve Kristal Cisimlerde λ - t Değişimi [11]

Malzemenin yapısının yanı sıra sıcaklığın etkisi de ısı iletkenlik üzerinde etkilidir. Kullanılmakta olan cam yünü, asbest, diyatomit gibi oda sıcaklığında yalıtkanlık değeri olan malzemelerin yüksek sıcaklıklarda ısı iletkenliği artar.

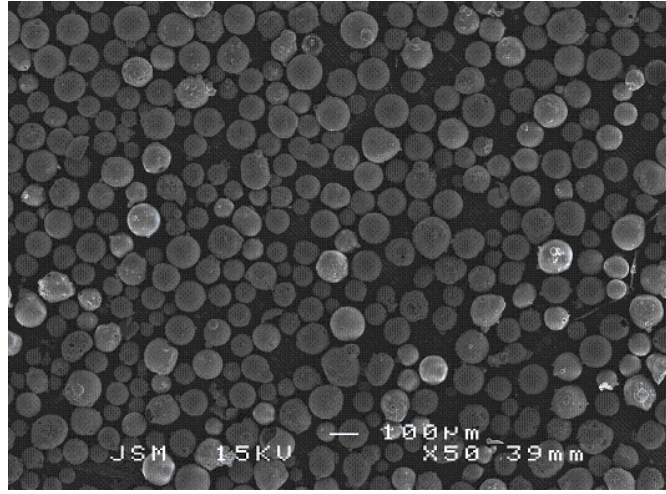
Müllit, orthorombik kristal yapısında bir alüminasilikat bileşiği olup refrakter uygulamalarında sıklıkla kullanılmaktadır. Kompozisyonu $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ olarak gösterilir. Kil ve silisyumu başlangıç malzemesi olarak içeren geleneksel seramik üründe nihai faz kompozisyonu içerisinde müllit çoğunlukla yer almaktadır. Doğada nadiren bulunan bir yapıdır, sentezlenir. Elektronik, optik ve yüksek sıcaklıkta kullanılabilen yapısal malzeme uygulamalarında ilgi görmekte ve her geçen gün önem kazanmaktadır. Metalurji endüstrisinde metal ergitme fırınlarında refrakter olarak kullanımı oldukça yaygındır [35, 36].

Analiz ile, mikro kürelerin ısı direnci yüksek ve ısı iletkenlik değerlerinin içerdikleri amorf yapı sebebiyle düşük olacağı sonucuna varılmıştır. Isı yalıtımı için kullanımlarının uygunluğu doğrulanmıştır.

İçleri boş seramik mikro küreler gerek üretildikleri malzemenin kütesel özellikleri, gerekse geometrileri dolayısıyla ısı yalıtımında kullanıma uygundur. Parçacıkların küresel geometrileri hem bir bağlayıcı içerisinde iyi akıcılık özelliklerinin de yardımıyla kolayca dağıtılabilmelerini, hem de ışınımın kaplama malzemesi içerisindeki küresel geometrideki parçacıklardan yansımalarının belirli bir şekilde sahip olmayan parçacıklar üzerinden yansımalarından farklı olması sebebiyle oldukça

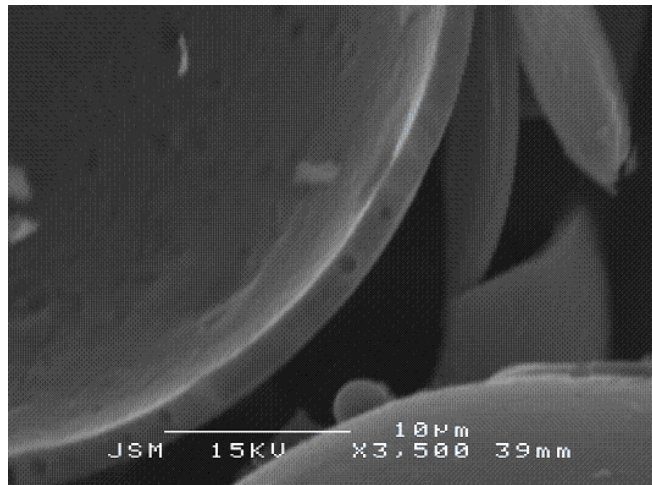
önemlidir. Ayrıca, her biri kapalı birer hücre görevi görerek kaplama kalınlığı boyunca boşluklu bir yapının oluşmasına katkıda bulunmaktadır.

Mikro küre geometrisinin önemli olması sebebiyle kaplama malzemesi üretilmeden önce içleri boş seramik mikro kürelerin SEM analizi yapılmıştır. Kürelerin boyut dağılımları, küresellikleri, yüzeyleri ve kırıklar içerip içermedikleri SEM analizi ile gözlemlenmiştir. Şekil 7.4'te kürelerden alınan numunenin genel görünümü 50 büyütme ile görülmektedir. Dikkat çekici olan küreler arasında kırıkların gözlenmesi ve parçacıkların küreselliklerinin oldukça iyi olmasıdır.



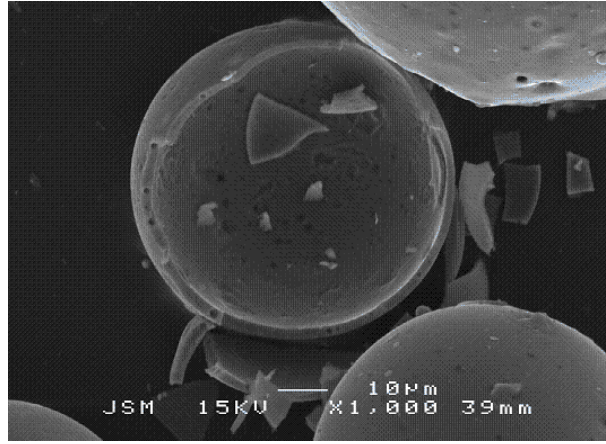
Şekil 7.4 : Küreler genel görünüm

Şekil 7.5'te görüldüğü gibi kırık küreler üzerinden kürelerin et kalınlığı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Küre et kalınlıkları ortalama $2\mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Kürelerin $2\mu\text{m}$ et kalınlığı ve ortalama $100\mu\text{m}$ çapa sahip oldukları göz önünde bulundurulduğunda oldukça ince et kalınlığına sahip oldukları sonucuna varılır.



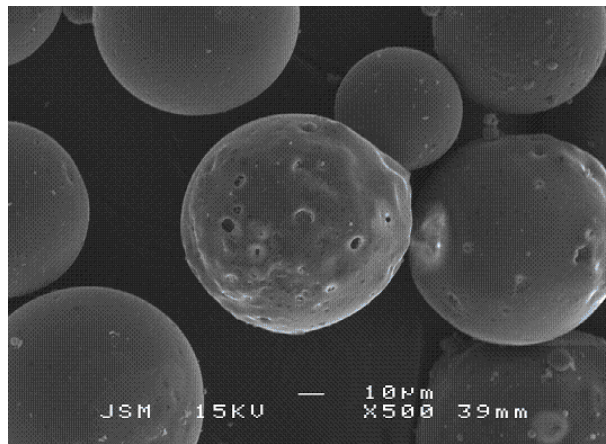
Şekil 7.5 : Kırık küre et kalınlığı SEM görüntüsü

Isı yalıtımı için en uygun mikro küre özellikleri bu tür kaplamaların modelleme çalışmaları sonucunda ince et kalınlığı ve 50-100µm çap olarak belirlenmiştir [3]. Bu bağlamda, kullanılan mikro kürelerin ısı yalıtımı uygulamaları için uygun boyutlarda olduğu söylenebilir. Şekil 7.6'da 1000 kez büyütülmüş bir kırık bir küre görülmektedir. Küreler kırık olduğunda kaplamanın termal bariyer etkisi azaldığından, ışınım saçılımı için gerekli uygun geometri bozulduğundan kırık kürelerin varlığı istenilen bir durum değildir. Küreler üretim işlemleri esnasında, farklı malzemeler ile yüksek karıştırma hızlarında karıştırıldıklarında, yüksek sıcaklığa maruz kalmaları sonucu içlerindeki gazın genleşmesi gibi farklı etkilere maruz kaldıklarında zarar görebilmektedirler.



Şekil 7.6 : Kırık küre SEM görüntüsü

İncelenen mikro kürelerin içerisinde Şekil 7.7'de görüldüğü gibi poroz olanlarının yanında analizi gerçekleştirilen numune içinde bu görünüme sıkça rastlanmamıştır.



Şekil 7.7 : Poroz küre SEM görüntüsü

Mikro kürelerin poroz olmasının istenildiği uygulamalar mevcuttur. Örneğin, ilaç salım sistemlerindeki bazı uygulamalarda mikro küreler ilacın zamana bağlı olarak salındığı kapsüller olarak görev yapmaktadır ve belirli miktarda porozite istenilen bir durumdur. Diğer yandan, bu çalışma kapsamındaki yalıtım uygulamaları için porozite istenilen bir özellik değildir. Poroz küreler içerisine sızabilecek reçine boşluklu yapıya zarar vereceğinden kürelerin porozitesinin düşük olması istenir.

Mikro küreler merkezlerinde tek büyük bir boşluk içerirler. Bu porun boyutu termal bariyer katmanı içerisinde oluşturulan boşluklu yapının temelini oluşturmaktadır [31]. BET analizlerinde; yüzey alanı $53.15 \text{ m}^2/\text{gr}$, ortalama por boyutu ise 102.7 \AA olarak ölçülmüştür. Ortalama por boyutunun mikro küre çapına yakın değerlere sahip olması mikro kürelerin genelinde et kalınlıklarının düşük ve kürelerin tek bir büyük boşluk içerdiğini gösterir niteliktedir.

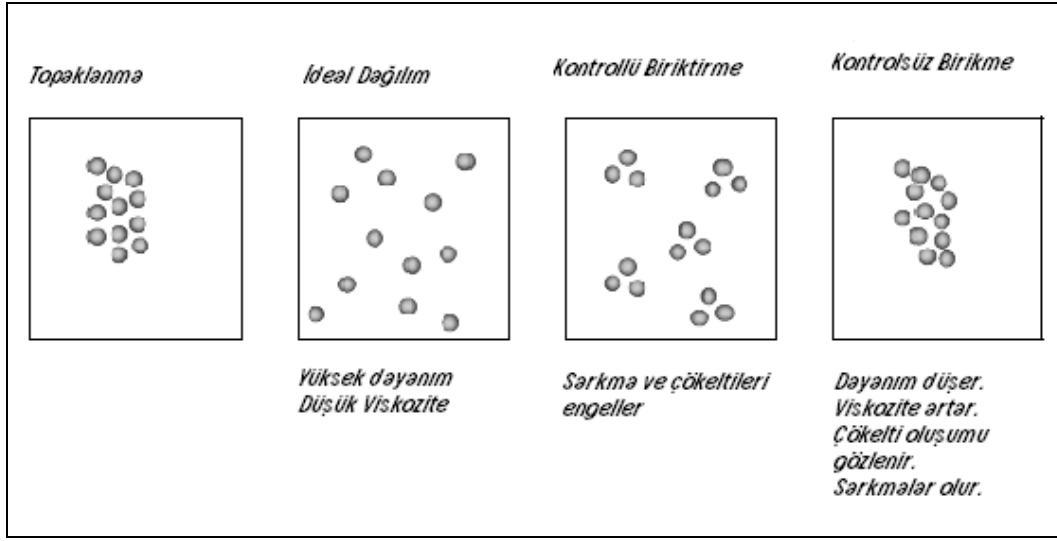
İçleri boş seramik mikro küreler et kalınlıkları çaplarının %10'u mertebelerinde olan küresel parçacıklar olarak tanımlanmıştır. İçleri boş seramik mikro kürelerin karakterizasyonunda incelenen değerlerden biri de et kalınlığının çapa oranıdır. [2] Bu oran; bu çalışmada kullanılan içleri boş seramik mikro küreler için 0,02 dolaylarındadır. Bu oranın çok daha hassas ölçüm yöntemleri mevcuttur. [37] Bu çalışmada, ölçüm için SEM ve ortalama por boyutu analizleri verileri kullanılmıştır. Bu oran, kürelerin kullanılacakları uygulamada maruz kalacakları kuvvetler karşısındaki dayanımlarını göstermesi açısından birçok uygulama için oldukça kritiktir. Kaplama malzemesinin hazırlanmasında ise, üretilen kompozisyonun karıştırılma hızının kontrolünde göz önünde bulundurulmuştur. Düşük karıştırma hızlarında karıştırma yapılarak kürelerin reçine içerisindeki dispersiyonu küreler zarar görmeden sağlanmaya çalışılmıştır. Kaplama malzemesine yapılan SEM analizlerinde kürelerin geometrilerini korudukları gözlenmiştir.

7.2. Kaplama Malzemesi Karakterizasyonu

Kaplama malzemesi fırın parçaları ve sac plakalar üzerine uygulanarak fiziksel özellikleri ile ev tipi fırınların ısı yalıtımındaki etkinlikleri incelenmiştir.

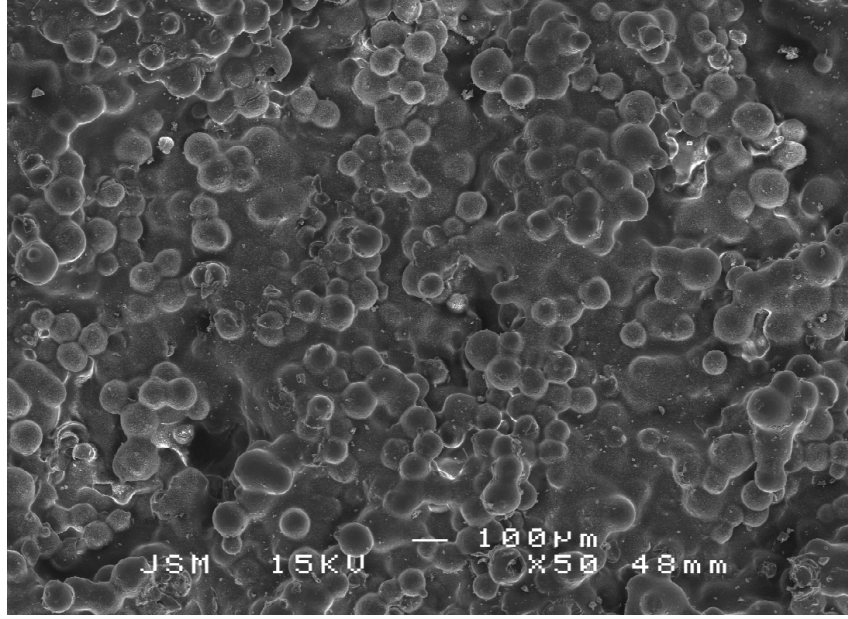
7.2.1. Kaplama yapısı ve ısıl özelliklerinin değerlendirilmesi

Kaplama malzemesi içindeki parçacıkların dağılımları kaplamanın fiziksel özellikleri ve ısıl performansı açısından önemlidir [31]. Parçacıkların topaklanması ya da boşluklar oluşturması kaplama özellikleri üzerinde olumsuz etkilere sahiptir. Mekanik dayanımın düşmesi bu etkilerden biridir. (Şekil 7.8) Çalışma boyunca SEM ve EDS analizleri ile kaplama malzemesi içerisinde içleri boş seramik mikro kürelerin dağılımı ve yapısı incelenerek elde edilecek ısıl fayda ve tutunma özelliklerine etkilerinin olup olmadığı araştırılmıştır.



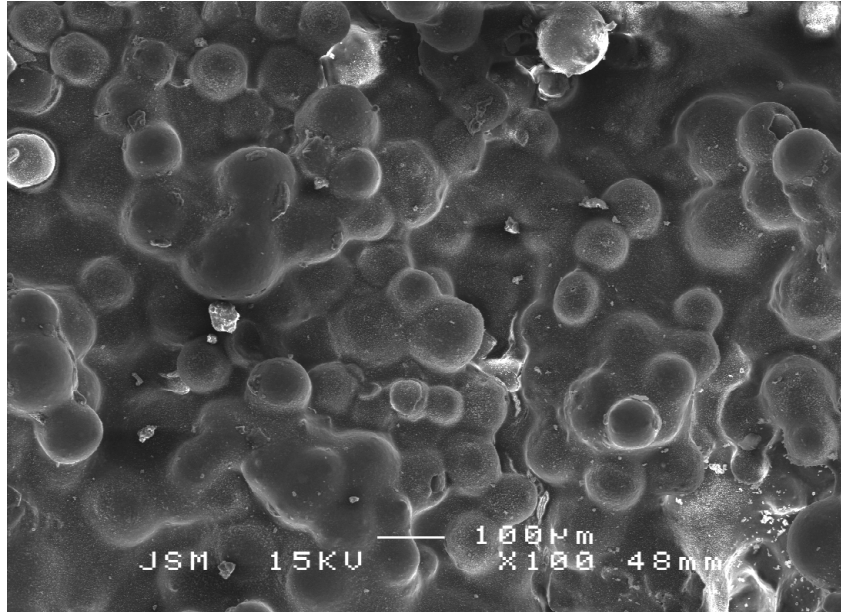
Şekil 7.8 : Kaplama malzemesi içerisinde parçacık dağılımının etkilerini açıklayıcı şematik gösterim

Şekil 7.9, 7.11 ve 7.14'te görülen %20, %25 ve %30 SMK içerikli kaplama malzemelerine ait SEM analizi görüntülerinde mikro küre oranlarının farklılığı göze çarpmaktadır. Ayrıca, reçinenin mikro küreleri ıslatma kabiliyetleri ve kompozit malzeme içindeki topaklanmalar görülmektedir. Şekil 7.9'da da görüldüğü gibi %20 SMK içeren numune görüntüsünde %25 ve %30 ilaveli numunelere nazaran daha fazla topaklanma görülmüştür.

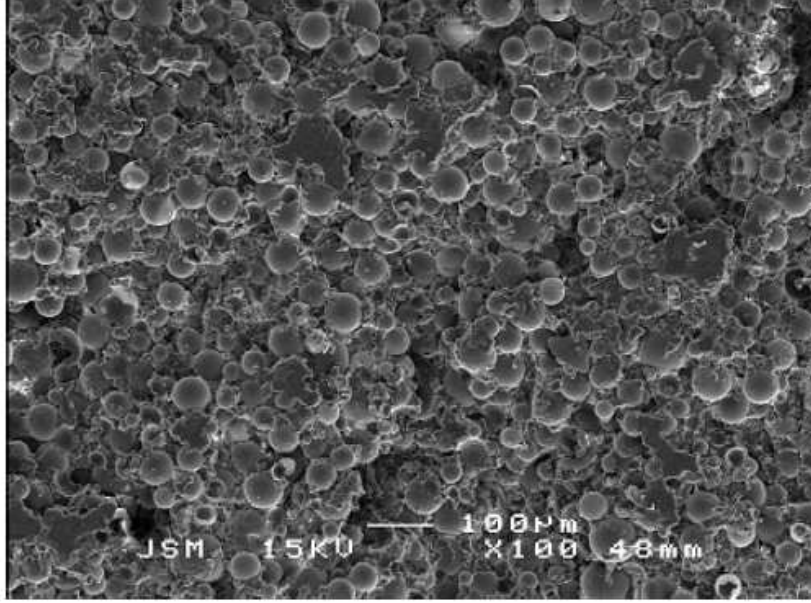


Şekil 7.9 : Ağ. %20 SMK içerikli kaplama malzemesi dış yüzey SEM görüntüsü

Şekil 7.10'da görüldüğü gibi, %20 SMK içeren numunede daha yoğun reçine görüntüsü hakimdir. Parçacıklar arası mesafe parçacık gruplarının oluşturduğu öbekler arasında fazla, öbekler içerisindeki küreler arasında çok daha az olduğu dikkat çekmiştir.

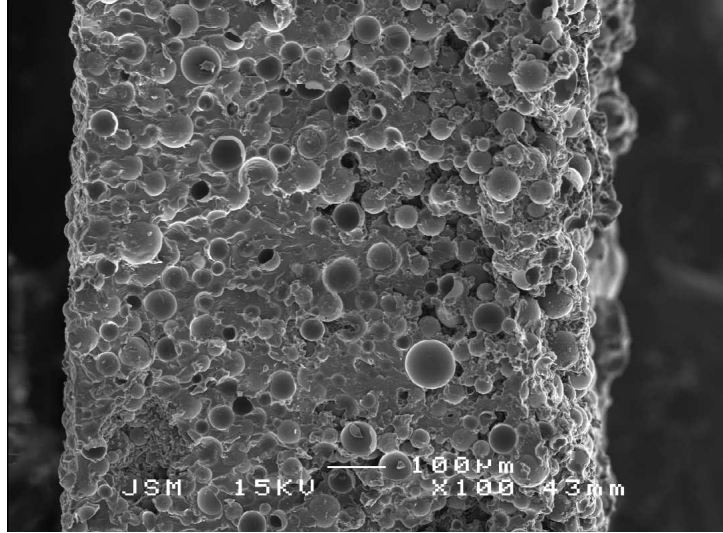


Şekil 7.10 : Ağ. %20 SMK içerikli kaplama malzemesi dış yüzey SEM görüntüsü



Şekil 7.11 : Ağ %30 SMK içeren kaplama malzemesi dış yüzey SEM görüntüsü

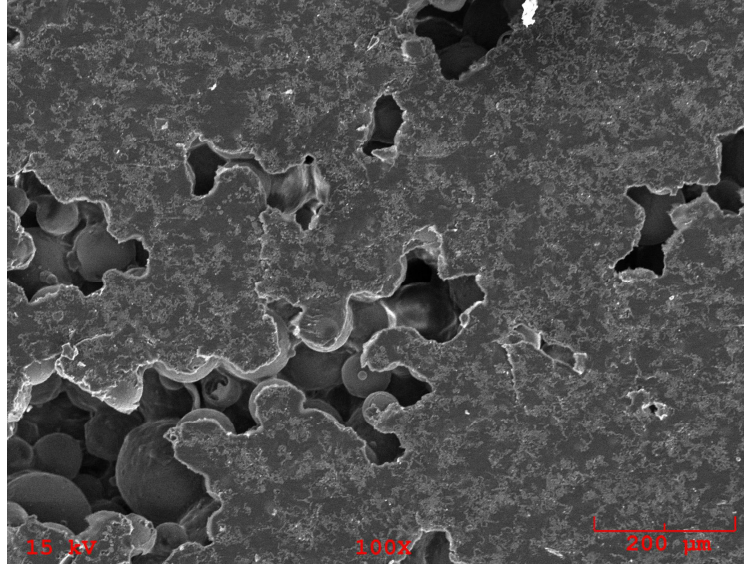
Şekil 7.12’de görülen %30 SMK içerikli kaplama malzemesinin kesit görüntüsünde saca bakan tarafta da kürelerin yoğun olarak bulunduğu ve bu durumun süreksizlik yaratarak metal-kaplama arayüzeyinde bağ kuvvetini zayıflatmış olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 7.12 : Ağ. %30 SMK içerikli kaplama malzemesi kesit SEM görüntüsü, sol tarafta saca bakan yüzey sağda ise, dış yüzey görülmektedir.

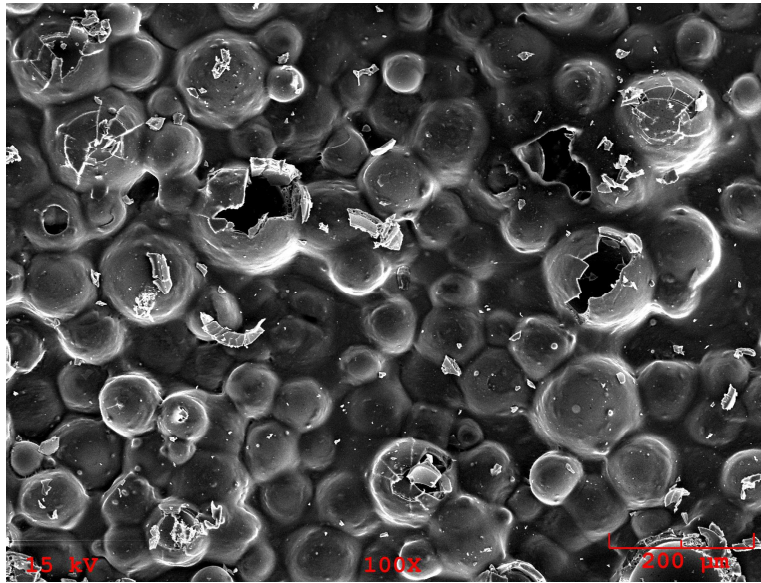
Öte yandan, tutunma özelliği daha iyi olan %25 SMK içerikli kaplamada sac yüzeyine bakan tarafta daha çok reçinenin yoğun olduğu görülmüştür. Bu numune için de yer yer metal-kaplama malzemesi arasında temassızlıkların olduğu boşluklu

bölgeler görülse de, bu durum tutunmada herhangi bir soruna sebep olmamıştır. %25 SMK içerikli numuneye ait saca bakan yüzey görünümü Şekil 7.13'te görülmektedir.



Şekil 7.13 : %25 SMK içerikli kaplama malzemesinin saca bakan yüzeyinin SEM analizi görüntüsü

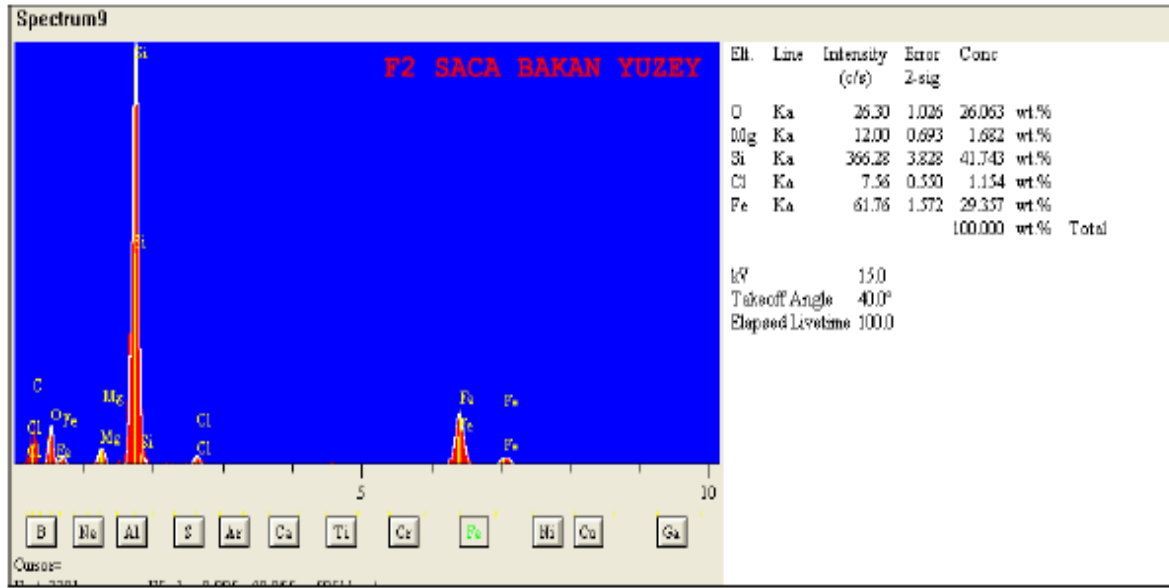
Dikkat çekici olan yüzeydeki bazı mikro kürelerin kırılmış olmasıdır. İç boşluğun ortadan kalkması ve reçinenin kırık küre parçaları arasına dolması sebebiyle kırık mikro küreler geometrik yapıları ile yalıtım etkisi sağlayamamaktadırlar.



Şekil 7.14 : %25 SMK içerikli kaplama malzemesinin SEM analizi görüntüsü

%25 SMK içerikli numunenin saca bakan yüzeyinde Çizelge 7.2'de ve Şekil 7.15'te de görüldüğü gibi ağ. %29,357 oranında demir atomlarına rastlanmış olması sac malzeme-kaplama ara yüzeyindeki tutunmayı sağlayan tabakanın varlığını

açıklamaktadır. Sac yüzeyinden kaldırılan kaplama malzemesinin saca bakan yüzeyinin EDS analizi sonuçları Şekil 7.15 ve Çizelge 7.2’de görülmektedir.

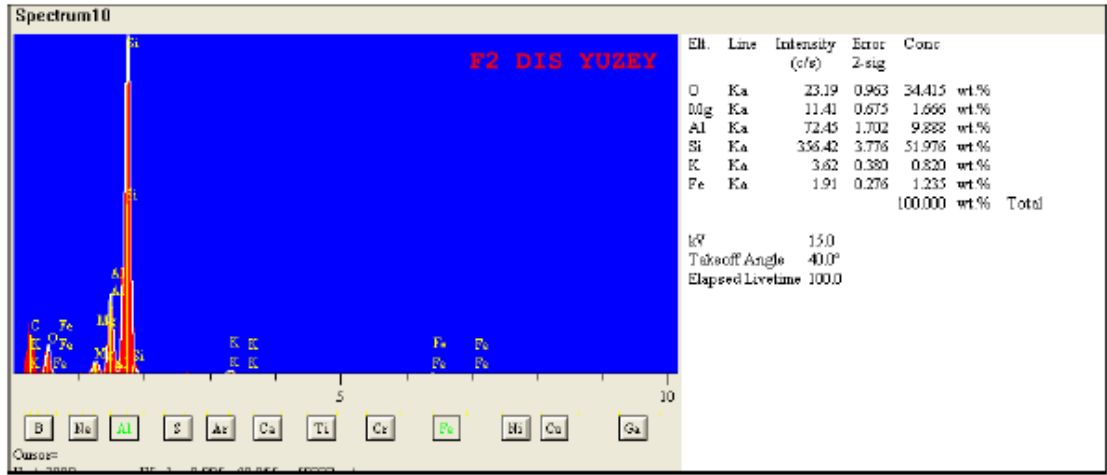


Şekil 7.15 : Ağ. %25 SMK içeren kaplama malzemesinin saca bakan yüzeyine ait EDS spektrumu

Çizelge 7.2 : Ağ. %25 SMK içerikli kaplama malzemesinin saca bakan yüzeyinin EDS analizi sonucu

Element	%Ağ. Oran
Si	41,343
O	26,063
Fe	29,357
Diğer	3,237
TOPLAM	100

Aynı numuneye ait dış yüzey EDS analizi sonuçları Şekil 7.16 ve Çizelge 7.3’te görülmektedir.



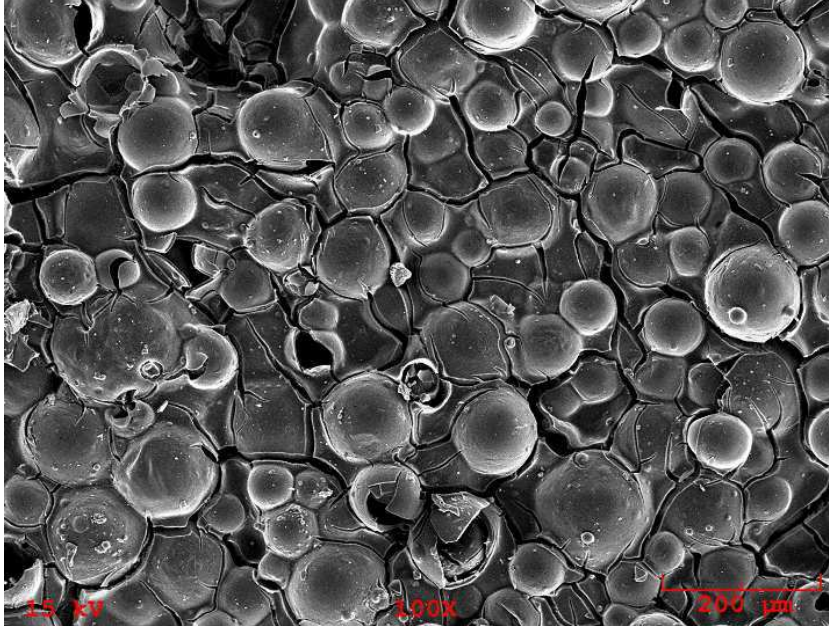
Şekil 7.16 : %25 SMK içeren kaplama malzemesinin dış yüzeyine ait EDS spektrumu

Çizelge 7.3 : Ağ. %25 SMK içerikli kaplama malzemesinin dış yüzeyinin EDS analizi sonucu

Element	%Ağ. Oran
Si	51,97
O	34,41
Al	9,88
Diğer	3,74

Dış yüzey analizinde rastlanılan demir miktarı Şekil 7.16'da görüldüğü gibi ağ. %1,235 ile sınırlıdır. Bu durum, saca bakan yüzeyde tespit edilen demir miktarındaki fazlalığın tutunma ile açıklanmasını doğrular nitelikte olduğu düşünülmektedir.

Kaplama malzemesinin, azot ortamında 1000°C sıcaklığa kadar termogravimetrik analizi gerçekleştirilmiştir. TGA'nın bu çalışmadaki amacı, kürelerin ve reçinenin sıcaklığa bağlı olarak yapı içerisinde nasıl davrandığının analiz sonrasında SEM ile gözlenebilmesidir. Yapılan TGA analizi sonrasında kalıntı numune ile yapılan SEM analizine ait görüntü Şekil 7.17'de görülmektedir. Kürelerin bazılarında kırıklar görülmüş, reçinenin ise uzaklaşarak küreler arasında hatlar halinde çatlaklar meydana getirdiği gözlenmiştir. Kırık kürelerin sayısındaki artış, içlerindeki boşluktaki gazın ısınarak genleşmesine bağlı olarak küreleri kırmış olması olasıdır. Silikon reçine yapısının ise gevrekleştiği ve kürelerin çevrelerinde yoğunlaşarak aralarda çatlaklar oluştuğu görülmüştür.

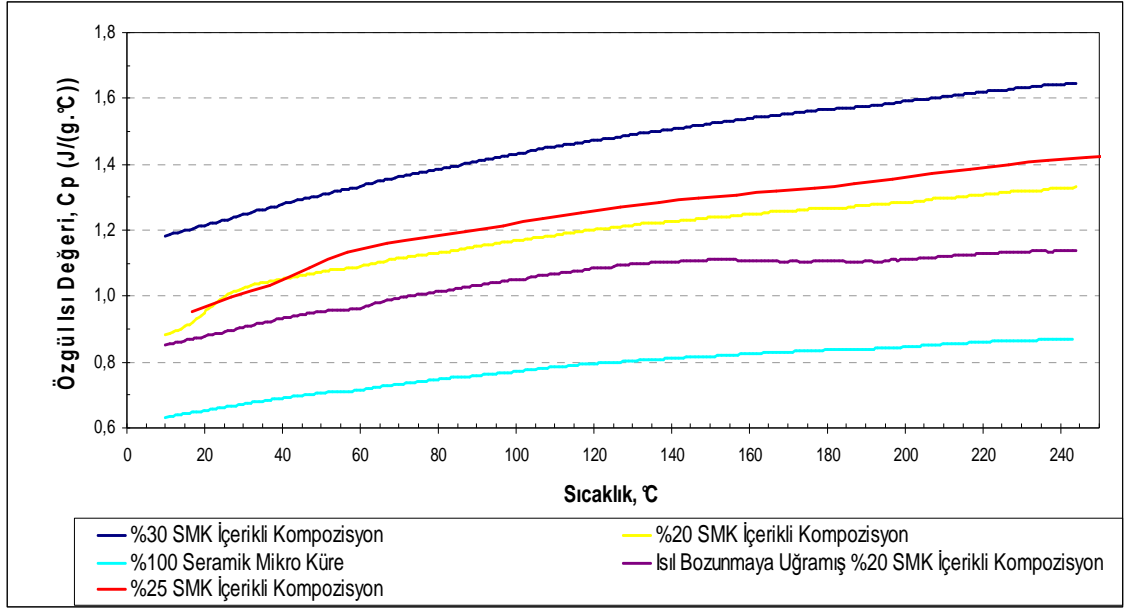


Şekil 7.17 : %25 SMK içerikli kaplama malzemesinin 1000°C N₂ ortamında TGA sonrası kalıntı SEM analizi görüntüsü

Malzemenin ısı kapasitesi, sabit basınç altında c_p , bu malzemenin birim kütesinin sıcaklığını 1°C artırmak için malzemeye verilmesi gereken ısı miktarıdır. Özgül ısı malzemenin ısı depolama yeteneğini gösterir. Isı geçişinde ısı iletim katsayısının ısı kapasitesine oranı önemli bir özellik olup, α ısı yayılım katsayısı olarak adlandırılır ve m²/s birimine sahiptir. Isıl yayılım (α), k ısı iletim katsayısı, c_p ısı kapasitesi ve ρ yoğunluğu göstermek üzere, aşağıdaki gibi ifade edilir [1].

$$\alpha = \frac{k}{\rho * c_p} \quad (7.1)$$

Isıl yayılım değeri malzemelerin ısı enerjisi iletmeye yeteneğinin ısı enerjisi depolama yeteneğine oranıdır. Bu değer büyük ise malzemeler buldukları ısı çevredeki değişimlere çabucak cevap verirken; bu değer küçük olduğu durumlarda malzemeler daha yavaş cevap vererek yeni bir denge haline erişmeleri daha uzun zaman alır. Yalıtım malzemelerinin düşük ısı iletim katsayısına sahip olmalarının yanı sıra, ısı kapasitelerinin yüksek olması ve sıcaklığa bağlı olarak azalan davranış göstermemesi beklenir [1]. Isı kapasitesi-sıcaklık grafikleri Şekil 7.18’de görülmektedir.



Şekil 7.18 : Üretilen kaplama malzemelerinin 10-250°C sıcaklık aralığında özgül ısı (c_p) değerleri değişimi

Farklı oranlarda içleri boş seramik mikro küreler içeren polimerik kaplamalar için çalışma süresince DSC cihazı kullanılarak c_p ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada şasi üzerine yapılan uygulama göz önünde bulundurulduğunda, ısı kapasitesinin yüksek olması, kaplamanın ısıl ataletinin arttığını ve fırın şasisi üzerindeki ısıyı dış ortama daha yavaş ilettiğini göstermektedir.

Fırınlarda on-off çevrim yapacak şekilde termostat kontrollü olarak çalışır. Fırın içi sıcaklık set edilen çalışma sıcaklığına bağlı olarak, şasi kaplama çalışmalarında da anlatıldığı üzere belirli değerler arasında salınım yapar. Bu salınımlar sırasında fırın ısınır-soğumakta ve sıcaklığını belirli bir aralıkta muhafaza etmektedir. Bu sıcaklık aralığı örneğin 135K testi için, 140-160°C aralığıdır. Yalıtımlı ya da yalıtımsız durumda fırın içi sıcaklığı mutlak surette bu sıcaklık değerlerine ulaşmalı ve bu 20°C'lik sınır dahilinde olmalıdır. Bu sürede fırın içini bu sıcaklıkta tutmak için gerekli enerji de enerji tüketimini belirlemektedir.

Kaplamanın ısı depolama özelliklerine bağlı olarak soğumanın geç gerçekleşmesiyle birlikte deney süresince fırın içi sıcaklığı istenilen seviyede tutmak için fırının yapması gereken on-off çevrim sayısının azalmasına bağlı olarak enerji tüketiminde bir azalma sağlanmaktadır.

Bu bağlamda incelendiğinde kaplama malzemesinin özgül ısı değerinin olabildiğince yüksek olması istenmektedir. Çizelge 7.4'te, 10-250°C sıcaklık aralığında

gerçekleştirilen, ağırlıkça %20-%25-%30 seramik mikro küre içerikli kaplama malzemelerine ait özgül ısı değerleri görülmektedir.

Çizelge 7.4 : Kaplama malzemesine ait özgül ısı değerleri

Kaplama Malzemesi	10-250°C arasındaki c_p değer aralığı (J/g°C)
Ağ. %20 SMK İçeren Kaplama Malzemesi	0,88-1,33
Ağ. %25 SMK İçeren Kaplama Malzemesi	0,95-1,42
Ağ. %30 SMK İçeren Kaplama Malzemesi	1,18-1,64

Seramik mikro küre oranı artışına bağlı olarak malzemenin c_p değerlerinde artış görülmektedir. Diğer yandan, kaplama tutunma özellikleri göz önünde bulundurulduğunda, seramik içeriğin artışının kaplamanın gevrek bir hal alarak tutunmada sorun yaratması sebebiyle %30 seramik mikro küre ilaveli malzemenin yerine %25 seramik mikro küre katkılı malzemenin kullanımı tercih edilmiştir.

7.2.2. Kaplama kalınlığı ve yapısının enerji tüketimine etkilerinin değerlendirilmesi

Kaplamalar, en genel halleriyle, bir yüzeye film halinde uygulanabilen, kaplandıkları yüzeye estetik ve/veya koruyucu özellikler kazandıran malzemeler olarak tanımlanır [6]. Isı yalıtım kaplamaları ise, birtakım katkı malzemelerinin ve/veya kaplama malzemesinin kendisinin ısıya direnç özelliği sayesinde kaplandıkları yüzeyleri ısının zararlı etkilerinden korumanın ve yüzey sıcaklıklarını düşürmenin yanı sıra; yanmazlık, ses yalıtımı, korozyona direnç gibi özellikler de kazandırılabilen kaplama malzemeleridir [38]. Isı yalıtım kaplamalarına kazandırılan ilave özellikler, kaplamanın kullanılacağı şartlara bağlı olarak belirlenmektedir. Benzer şekilde, kaplamanın ısı yalıtım etkisi yaratan bileşenleri de kaplamanın uygulanacağı yüzeyin maruz kalacağı şartlara ve kullanılacağı sistemdeki ısı transferi mekanizmaları göz önünde bulundurularak belirlenmelidir. Malzemenin yalıtım özelliğini olumsuz etkileyecek parametreler karakterizasyon yöntemleri ile belirlenmeli, gerçek çalışma şartlarında denemeleri yapılan malzemeler tanınmalı ve elde edilen ön sonuçlar bu karakterizasyon yöntemleri ile desteklenerek ilerideki çalışmalara yön verilmelidir.

Bu tez çalışması kapsamında, öncelikli amaç, enerji tüketimini azaltmak ve bölgesel sıcaklık kontrolünü iyileştirmektir. Fırınların yapısı gereği, fırın tipi, modeli ve

çalışma moduna göre kaplamanın maruz kaldığı sıcaklıklar, kaplamaya ısının geldiği yön ve sistemdeki ısı transfer mekanizması değişmektedir. Dolayısıyla, tüm bu parametreler göz önünde bulundurulduğunda, her bir tip ve model fırın için farklı çalışma modları ve kaplama yapılabilecek yüzey olduğu düşünülürse fırınlar üzerinde başlatılan bu çalışmanın oldukça detaylandırılması mümkün ve gereklidir. Kaplama malzemesi servis koşullarına göre yapılandırıldığında doğru uygulamalarla enerji tüketiminde iyileşme kaydedilebileceği bu çalışma kapsamında görülmüştür.

Gerek uygulama alanı, gerekse kaplama malzemesi üzerinde birçok parametrenin değiştirilmesi ile yalıtım etkisinin değişeceği aşikardır. Mevcut herhangi bir karakterizasyon yöntemi ile fırınlar üzerindeki yapılan uygulamanın sağlayacağı avantajların ön görülebilmesi bahsi geçen parametrelerin varlığı sebebiyle mümkün gözükmemektedir. Kaldı ki, seramik mikro kürelerin ana kullanım alanlarından biri olan bina dış cephe boyalarında katkı malzemesi olarak kullanımlarıdır; bu uygulamadaki kaplama performansları da beton kabin iç hacimlerini ısıtma için harcanan enerjinin, ve katkısız boya ile boyanmış kabinlerdeki giderin belirlenerek karşılaştırılması yoluyla yapılmaktadır [32].

7.2.2.1. Fırın şasisi kaplama çalışmalarının değerlendirilmesi

Bu çalışma boyunca, kaplama malzemesi içeriğindeki yalıtımı sağlayan seramik mikro küre oranı ve kaplama kalınlığı değiştirilerek, bu değişimler ile malzemenin bazı özellikleri kontrol altında tutularak fırınlar üzerindeki etkinlikleri fırınlar üzerinde yapılan deneylerle belirlenerek çalışmalara yön verilmiştir.

Turbo mod enerji tüketim testleri Bölüm 6.2.12'de açıklandığı şekilde 135 K , 155 K ve 175 K sıcaklıklarında tekrar edilebilir sonuçlar elde edilene dek standartlara uygun koşullarda gerçekleştirilmiştir. Değerlendirilen nihai fırın enerji tüketim değerleri bu 3 sıcaklıkta gerçekleştirilen deneylere bir regresyon hesabı uygulanmış halleridir. Bu hesap ile, standartlarda verilen deney sıcaklıklarındaki % 10 sapma toleransı ortadan kaldırılarak; enerji sınıfının belirlenmesi amacıyla beyan edilen gerçek 155 K enerji tüketimi değeri belirlenmektedir. Bu amaçla, yapılan 3 sıcaklık testi sonucuna göre, enerji tüketimi-sıcaklık grafiğindeki bu 3 değer için en uygun lineer doğru çizilerek 155 K'ye karşılık gelen değer fırının turbo mod enerji tüketim değeri olarak ifade edilmektedir.

Üzerinde çalışılacak fırın modeli BEKO D 1 6674 T multifonksiyonel fırın olarak belirlendikten sonra; fırınlar Arçelik A.Ş. Bolu Pişirici Cihazlar İşletmesi'nden temin edilmiştir. Fırınlar, kaplamasız halleri ile enerji tüketim ve ısınma deneylerine maruz bırakılmıştır. Daha sonra ilk ölçümleri yapılan fırınlar parçalanarak şasileri veya bek tablalarına kaplama uygulanmıştır. Şasi kaplama işleminden sonra W.h olarak belirlenen fırın enerji tüketim değerleri, enerji tüketim deneyleri tekrar edilerek fırınların kaplamasız haldeki enerji tüketim değerleri (E.T.D) ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma işleminde, enerji tüketim avantajı (E.T.A) olarak belirlenen % değişim aşağıdaki gibi belirlenmiştir:

$$\frac{[\text{ilk haldeki E.T.D} - \text{kaplamalı haldeki E.T.D}]}{[\text{ilk haldeki E.T.D}]} \times 100 = \% \text{ E.T.A} \quad (7.1)$$

Literatür araştırmaları seramik mikro kürelerin ağırlıkça %15'in altında bir sürekli faza (bağlayıcı reçine ya da boya) ilavesinin ısı yalıtımına katkısı olmadığını göstermiştir [32]. Bu noktadan hareketle, daha önce fırınlar üzerinde yapılmamış olan bu çalışmaya ağırlıkça %20 seramik mikro küre ilavesiyle farklı kalınlıklarda kaplama free standing fırınların şasi dış yüzeylerine uygulanarak başlanmış ve elde edilen fayda ile literatürden edinilen bilgiler değerlendirilerek çalışmaya yön vermiştir.

%20 Seramik mikro küre (SMK) içerikli kaplama kompozisyonu ile farklı kaplama kalınlıklarında uygulamalar yapılmıştır. Kaplama kalınlığına bağlı olarak elde edilen enerji tüketim avantajı Çizelge 7.5'te görülmektedir.

Çizelge 7.5 : Ağ. % 20 SMK oranında farklı kaplama kalınlıklarında % enerji tüketim avantajı değerleri

Ağ. % SMK Oranı	20	20	20	20
Kaplama Kalınlığı	200µm	300 µm	400 µm	700 µm
Enerji Tüketim Avantajı (Regresyon yapılmış sonuca göre)	%2,3	%4,6	%9,3	-%1,7

Kaplama kalınlığı üst üste hizalanarak termal bariyer etkisi yaratan mikro kürelerin miktarını etkileyen bir unsurdur. Mikro küreler üzerinden gerçekleşen ışıınım saçılımını da etkileyen bir özellik olup optimum bir değere sahiptir [31]. Işıınım saçılımı bir seramik malzeme içerisindeki boşluklar üzerinden gerçekleşirken, toz yapı içerisinde ise parçacıklar üzerinden gerçekleşir [31]. İçleri boş küresel parçacıklar içeren kompozit kaplamalar için ise, saçılımın küreler üzerinden

gerçekleştiği bilinmektedir [39]. Küresel parçacıklar aralarındaki uzaklığa bağlı olarak, birbirlerine bağımlı ya da birbirlerinden bağımsız olarak saçılım yaratabilmektedirler. Bağımlı saçılım azalan parçacıklar arası mesafe ve dolayısıyla artan küre konsantrasyonlarında karşımıza çıkmaktadır [31]. Bu sebeple, saçılımın optimum değerinde belirli uzaklıkta belirli oranda küre kaplama malzemesi içerisinde bulunmaktadır. Bu optimum değerlerin aşılması durumunda ısı yalıtımı etkisinin gözlenmediği, hatta tersi bir etki ile karşılaşıldığı gözlemlenmiştir [32]. Mikro küre konsantrasyonu ve parçacıklar arasındaki mesafe kaplama etkinliği üzerinde en büyük etkiye sahip parametrelerdir [29]. Bu çalışmada kaplama kalınlığı ve mikro küre konsantrasyonundaki değişikliklerin kaplama etkinliği üzerindeki etkisi görülmeye çalışılmıştır. Enerji tüketim deneylerinin sonucunda; 700µm kaplama kalınlığı ile ulaşılabilecek optimum enerji tüketim değerinin aşılması enerji tüketiminde artış gözlenmiştir. Bu sebeple, 400-700µm aralığında kaplama kalınlığı kullanımının avantajlı olacağı görülmüştür. Ayrıca, kaplama kalınlığının artırılması kaplamanın fiziksel özelliklerini de olumsuz etkilemektedir. 700µm kaplama kalınlığında tutunma sorununa rastlanmıştır. Dolayısıyla, 600µm kaplama kalınlığı optimum kalınlık olarak belirlenmiştir. Deneysel çalışmanın devamında kaplama kalınlığı 600µm olacak şekilde farklı seramik mikro küre konsantrasyonlarıyla deneyler yapılmıştır.

%25 ve %30 SMK oranları için 600µm kaplama kalınlığıyla sağlanan enerji tüketim avantajı ve ısıl çevrime bağlı olarak tutunma özelliğinin değişimi Çizelge 7.6'da görülmektedir. Her iki durum da, kaplamanın kürlenme aşamasında parçacıklar arasındaki polimerin farklı miktarlarda uzaklaşması sonucu kaplamanın yapısının ve dolayısıyla da radyatif özelliklerinin anizotropik hale gelmesi ile açıklanabilir [29].

Çizelge 7.6 : 600 µm kaplama kalınlığı için %25 ve %30 oranlarında SMK içeren kaplama malzemesinin enerji tüketim ve ısıl çevrim öncesi/sonrası tutunma deneyleri sonuçları

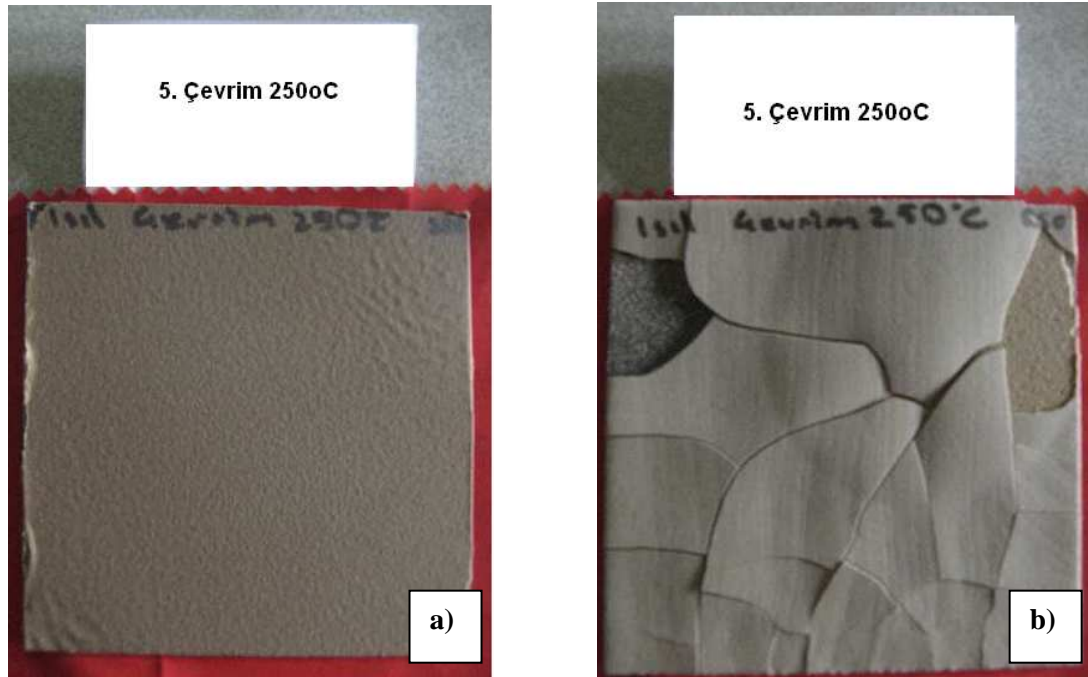
% Ağ. SMK Oranı	25	30
Kaplama Kalınlığı	600 µm	600 µm
Enerji Tüketim Avantajı (Regresyon yapılmış sonuca göre)	%7,1	%6,6
Tutunma Oranı	%80	%50
Isıl Çevrim Sonrası Tutunma Oranı	%90	İncelenemedi

% 30 SMK oranı ile tutunma özelliğinde sorun gözlenmiştir. Bununla beraber, enerji tüketimi avantajında da azalma görülmüştür. Bu aşamadan sonra, yüksek mikro küre oranının her zaman avantajlı olmayabileceği, kaplama kalınlığının artırılması ve mikro küre oranının düşürülmesi ile enerji tüketiminde daha avantajlı sonuçlara ulaşılabilirlik incelenmiştir. Bundan dolayı, %25 SMK oranı ile denemeler planlanmıştır. Bunun yanı sıra, %30 SMK oranında farklı kaplama kalınlıkları ile tutunmanın değişimi ısı çevrime bağlı olarak incelenmiştir. (Çizelge 7.7)

Çizelge 7.7 : %30 oranında SMK içeren kaplama malzemesinin farklı kaplama kalınlıklarındaki ısı çevrim öncesi/sonrası tutunma deney sonuçları

% Ağ. SMK Oranı	30	30	30	30
Kaplama Kalınlığı	150 μm	270 μm	420 μm	850 μm
Tutunma Oranı	% 75	%70	% 60	İncelenemedi
Isıl Çevrim Sonrası Tutunma Oranı	%75	%60	%50	İncelenemedi

% 30 SMK oranı kullanıldığında, 400 μm üzerindeki kaplama kalınlıklarında termal çevrime bağlı tutunma özellikleri incelendiğinde, kaplamanın kullanımının mümkün olmadığı gözlemlenmiştir. 850 μm kaplama kalınlığında, Şekil 7.19'da da görüldüğü üzere, 5. çevrim sonunda yüzeydeki kabarmaların çatlaklara dönüşerek dökülmeler olduğu ve kaplama renginin kahverengileştiği gözlemlenmiştir. SMK oranının artırılması durumunda kaplama kalınlığının düşürülmesi gerektiği doğrulanmıştır.

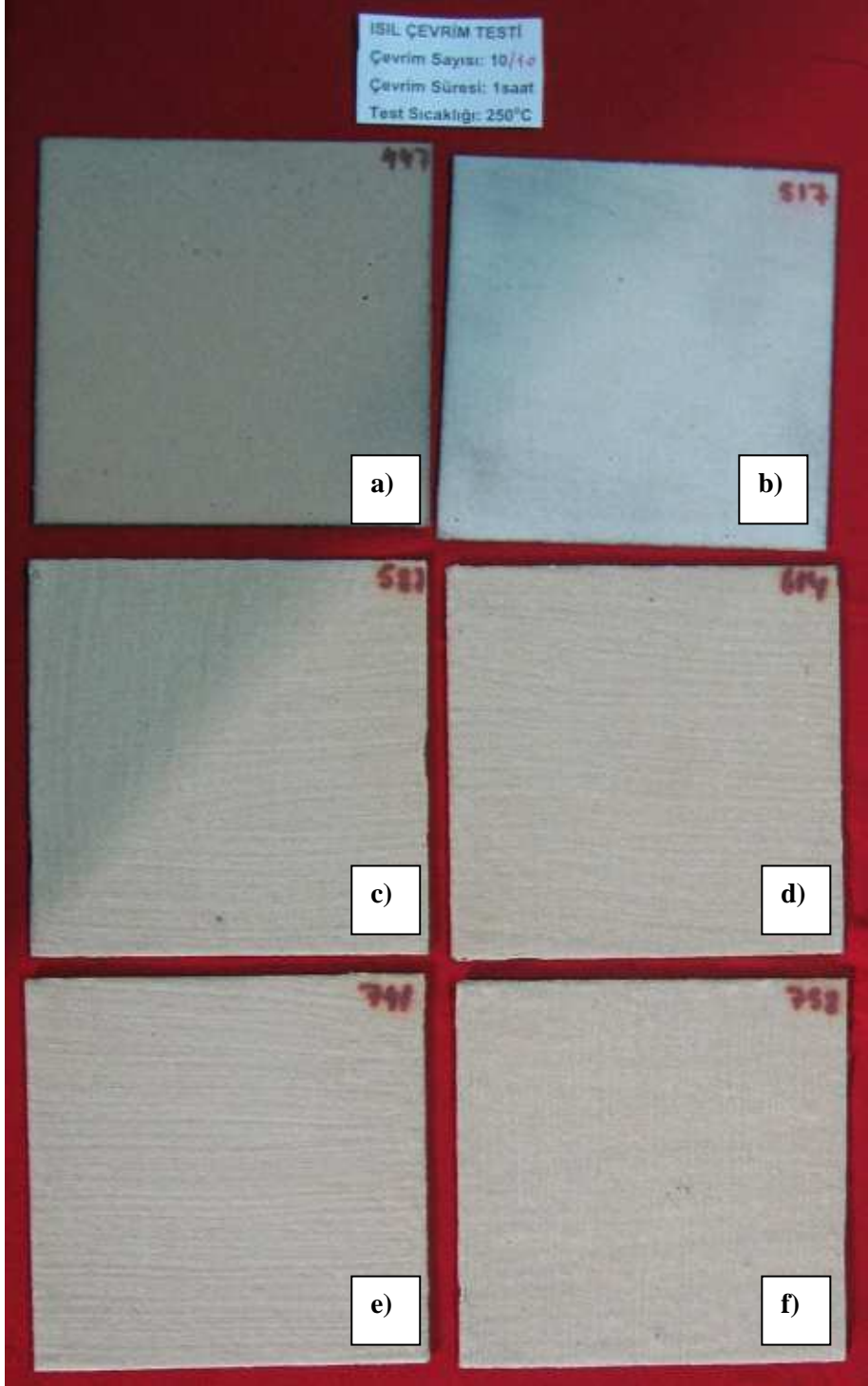


Şekil 7.19 : %30 SMK içeren a) 420 μm ve b) 850 μm kalınlıklı numunelerin 250°C'de 5. çevrim sonundaki görünüşleri

%25 SMK oranıyla çalışıldığında, Çizelge 7.8'deki sonuçlarda da görüldüğü üzere farklı kaplama kalınlıkları ile tutunma özelliklerinde termal çevrime dayalı herhangi bir olumsuz sonuca ulaşılmamıştır. Kaplama tutunma özelliğinde kötüleşme, kaplamada çatlama ya da kabarma gözlenmemiştir. 250°C'de 1 saat süreyle 10 çevrim ısı çevrime maruz kalmış farklı kaplama kalınlıklarındaki numunelerin görüntüleri Şekil 7.20'de verilmiştir.

Çizelge 7.8 : %25 oranında SMK içeren kaplama malzemesinin farklı kaplama kalınlıklarındaki ısı çevrim öncesi/sonrası tutunma deney sonuçları

% Ağ. SMK Oranı	25	25	25	25	25	25
Kaplama Kalınlığı	447 µm	517 µm	583 µm	617 µm	741 µm	758 µm
Tutunma Oranı	%80	%80	%80	%80	%80	%80
Isıl Çevrim Sonrası Tutunma Oranı	%90	%90	%90	%90	%90	%90



Şekil 7.20 : 250°C’de 10 çevrim ısıl çevrim sonunda a) 447µm b) 517µm c) 587µm d) 614µm e) 741µm f) 758µm kaplama kalınlığındaki numunelerin görünümü

Çalışmanın ilerleyen aşamalarında, 600 µm kaplama kalınlığı ile çalışmalara devam edilmiştir. %25 oranında SMK ve 600 µm kaplama kalınlığı ile fırın üzerindeki performans deneyleri planlanmıştır.

Enerji tüketim testleri esnasında fırının birçok noktasından sıcaklık ölçümü yapılmış, test esnasındaki yüzey sıcaklıkları kaplamalı ve kaplamasız durumlar için karşılaştırılmıştır. Fırın şasisi üzerinde uygulanan ısı yalıtım kaplaması fırın şasisi dış yüzeyinin sıcaklığının yükselişini yavaşlatmakta ve ısının şasi içerisinde daha etkin kullanımına imkan tanımaktadır.

Fırın içerisinden ve şasi dış yüzeyinden alınan sıcaklık ölçümlerinde dış yüzey sıcaklığının yükselişinde kaplamasız duruma göre yavaşlama görülmüştür. Bu durum; Çizelge 7.9 ve 7.10'da farklı sıcaklıklarda yapılan testlerde farklı fırın yüzeyleri için görülmektedir.

Çizelge 7.9 : %25 SMK içerikli malzeme ile 600µm kalınlığında kaplama uygulanmış şasi ve kaplamasız şasi ile yapılan 135 K, 155 K ve 175 K enerji tüketim testleri esnasındaki fırın içi havası ve şasi üst dış yüzeyi sıcaklıklarının değişimi

Bölge	135 K	155 K	175 K
Fırın İçi Havası			
Şasi Üst Dış Yüzey			

Çizelge 7.10 : %25 SMK içerikli malzeme ile 600µm kalınlığında kaplama uygulanmış şasi ve kaplamasız şasi ile yapılan 135 K, 155 K ve 175 K enerji tüketim testleri esnasındaki şasi dışı sol-yan yüzey ve şasi dışı sol-yan cam yünü izolasyonu üzeri sıcaklıklarının değişimi

Bölge	135 K	155 K	175 K
Şasi Dışı Sol-Yan Yüzey	<p>TURBO MOD 135K DENEYİ</p>	<p>TURBO MOD 155K DENEYİ</p>	<p>TURBO MOD 175K DENEYİ</p>
Şasi Dışı Sol-Yan Cam Yünü İzolasyonu Üzeri	<p>TURBO MOD 135K DENEYİ</p>	<p>TURBO MOD 155K DENEYİ</p>	<p>TURBO MOD 175K DENEYİ</p>

Bu gecikme etkisi ile on-off çevrim esnasında termostatın daha geç devreye girmesini sağlanmakta ve dolayısıyla birim yükü ısıtmak için gerekli sürede fırının yapması gereken çevrim sayısının azalmaktadır. Bu sebeple de enerji tüketiminde azalma gözlenmektedir.

Çizelge 7.9 ve 7.10'da görüldüğü üzere deney süresince fırın içi sıcaklığının deney sıcaklığına göre 135K için 140-160°C, 155K için 160-180°C ve 175K için 180-200°C aralıklarında tutulacak şekilde termostat çalışmaktadır. Fırının ayarlanan çalışma sıcaklığına bağlı olarak bu aralık değişmektedir.

Bu aralıkta fırın içi sıcaklığın tutulabilmesi için deney süresince kaplamasız fırınlarda termostatın devreye girmesiyle birlikte yapılan on-off çevrim sayısı 135K deneyinde 11, 155K deneyinde 10, 175 K deneyinde ise 8'dir. Öte yandan, kaplamalı durumlarda ilgili grafiklerden de görülebildiği üzere çevrim sayısı, 135K için 9, 155K için 8,5, 175 K için ise 7,5'tur.

Kaplama malzemesi ile kaplanmış fırın şasisi ile yapılan deneylerde malzemenin şasinin c_p değerinin arttırdığı için ön ısıtma süresini arttırdığı ve on-off sürelerinde kısaltmaya neden olduğu görülmektedir. Bu karakter enerji deneyinin bitiş noktasının on-off çevrimin farklı yerinde sonlanmasına neden olmakta ve enerji tüketim değerlerinde farklar görülebilmektedir.

Ana karakterin bu on-off uzamalarına bağlı olarak deney sonlanma zamanı üstündeki değişimlerle olması farklı iç sıcaklık ve farklı fırın deneylerinde beklenen etkilerin görülmemesi ya da temel tanımlarla açıklanamayan literatürde de değinildiği gibi değişimlere neden olmaktadır.

Sonuç olarak, kaplama c_p etkisi ile ön plana çıkmakta ve deneyin sonlanma zamanını etkileyerek enerji tüketimini değiştirmektedir. Isı yalıtım kaplamasının fırınlar üzerinde kullanımı ile sağlanan enerji tüketim faydasının bahsedilen sebepler sonucu elde edildiği deneysel çalışmalar ile gözlenmiştir.

7.2.2.2. Alt ısıtıcı sacı kaplama çalışmalarının değerlendirilmesi

Fırınlarda şasi altında bulunan ve şasinin dışında bulunan alt ısıtıcı bölgesi için bir kaplama uygulaması yapılmıştır. Fırın şasisi dikdörtgenler prizması şeklinde olup, alt ısıtıcı sacı şasi alt yüzeyinin dışında yer almaktadır. Alt ısıtıcı sacının cam yünü izolasyonuna temas etmesini engellemek amacıyla şasiye bir sürgü ile birleştirilmiş

takılıp çıkarılabilen bir sac parça ile ayrılmaktadır. Bu sac parça ile şasinin alt yüzeyi arasında sandviç şeklinde ısıtıcı bulunmaktadır ve alt ısıtıcı sacı denilen bu parçanın dış yüzeyi cam yünü ile çevrilidir.

Şasi kaplama çalışmaları ile optimum enerji tüketim değerinin elde edildiği içi boş SMK oranı ve kaplama kalınlığına sahip uygulama sadece alt ısıtıcı yüzeylerine yapılarak, bu kez turbo fan ve ısıtıcının çalışmadığı statik mod için enerji tüketim testleri gerçekleştirilmiştir. Statik mod; fırında alt ve üst ısıtıcının çalıştığı çalışma fonksiyonudur. Statik çalışma modunda; TS EN 50304 numaralı standart gereğince deneyler turbo moddan farklı olarak, deneyin yapıldığı ortam sıcaklığından 140°C, 180°C ve 220°C daha yüksek sıcaklıklar olarak tanımlanan 140 K, 180 K ve 220 K sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir. Deneyleerin statik modda yapılmasının sebebi, turbo fan ve ısıtıcının etkisinin bertaraf edilerek de değerlendirilebilmesinin sağlanmasıdır.

Isının geldiği yönün ısı yalıtım kaplamalarının yalıtım performansları için önemlidir. Isının geldiği yönün üzerinde çalışılan kaplamanın fırın enerji tüketimi üzerindeki etkisinin gözlenmesi amacıyla Şekil 7.21’de görülen alt ısıtıcı sacının her iki yüzeyi de iki farklı alt ısıtıcı sacı üzerinde 600µm eşit kaplama kalınlığına ve ağırlıkça mikro küre oranına sahip olacak şekilde kaplanmıştır. Referans kaplamasız fırın enerji tüketimi, alt ısıtıcı sacı iç yüzeyi kaplamalı, alt ısıtıcı sacı dış yüzeyi kaplamalı ve şasi kaplamalı şekilde enerji tüketim ölçümleri gerçekleştirilerek sonuçlar Kısım 7.2.2.1’de açıklandığı şekilde, bu kez statik mod standart enerji tüketim deneyi sıcaklıkları için karşılaştırılmıştır.



Şekil 7.21 : Alt ısıtıcı sacı iç yüzey görünümü

Alt ısıtıcı sacının dış yüzeyinin (cam yünü izolasyonuna bakan yüzey, ısıtıcıya temas etmeyen yüzey) kaplamalı olduğu durumun alt ısıtıcı sacının iç yüzeyinin (ısıtıcıya ve şasiye bakan yüzey) kaplamalı olduğu duruma nazaran enerji tüketimi getirisi göz önünde bulundurulduğunda daha faydalı olduğu Çizelge 7.11'deki sonuçlar incelenerek gözlenmiştir.

Çizelge 7.11 : Alt ısıtıcı sacı alt ve üst yüzeylerinin kaplamalı durumları için enerji tüketim deneyi sonuçları

Enerji Tüketim Ölçümü Deney Sıcaklığı	Alt Isıtıcı Sacının Isıtıcıya Bakan İç Yüzeyi Kaplamalı Halde Sağladığı Enerji Tüketimi Avantajı	Alt Isıtıcı Sacının Cam yününe Bakan Dış Yüzeyi Kaplamalı Halde Sağladığı Enerji Tüketimi Avantajı
140 K	%0,4	%4,4
180 K	- %1,4	%0
220 K	%1,5	%4,1

Çizelge 7.12'de belirtildiği üzere, tüm şasinin kaplandığı uygulamayla karşılaştırıldığında, alt ısıtıcı sacının dış yüzeyinin kaplamalı olduğu durumda tüm şasi kaplama uygulaması ile elde edilen enerji tüketim avantajının %50'sine ulaşıldığı görülmüştür. Tüm şasi kaplandığında 1m² kaplamalı yüzey alanı elde edilirken sadece alt ısıtıcı sacının dış yüzeyinin kaplamalı olduğu durumda kaplama yüzey alanı 0,1m² olmaktadır. Enerji tüketimi avantajının %50'sine ulaşılabilir olması fırın ısı yalıtımında kaplama kullanımında uygulamanın avantajlı olacağı bölgelerin belirlenerek kaplanması ile kaplamanın daha verimli kullanılabileceği görülmüştür.

Çizelge 7.12 : Alt ısıtıcı sacı farklı yüzeylerinin kaplı durumlarında enerji tüketim deneyi sonuçları

Enerji Tüketim Ölçümü Deney Sıcaklığı	Alt Isıtıcı Sacının Dış Yüzeyi Kaplamalı Halde Sağladığı Enerji Tüketimi Avantajı	Tüm Şasi Yüzeyleri ve Alt Isıtıcının Dış Yüzeyi Kaplamalı Halde Sağlanan Enerji Tüketimi Avantajı
140 K	%4,4	%9,8
180 K	%0	%1,3
220 K	%4,1	%8,4

7.2.3. Kaplamaların ısı bariyer davranışlarının değerlendirilmesi

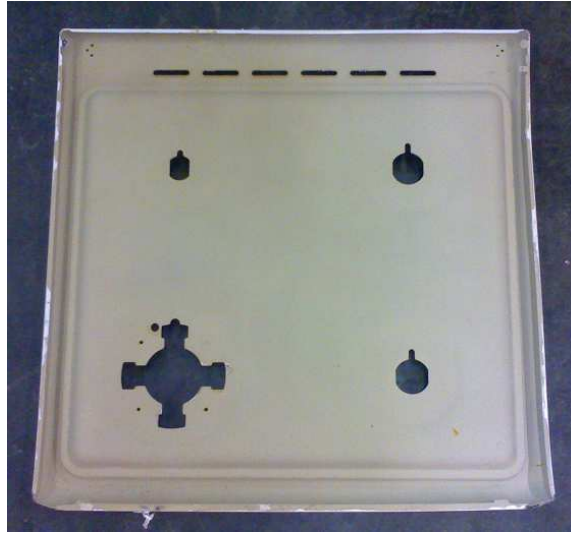
Regülasyonlarla fırınların bazı noktalarındaki sıcaklıkların üst limitleri belirlenmiştir. Örneğin, kapak dış cam sıcaklıkları, tutamak sıcaklıkları,...vb. gibi. Bu kapsamda, üretilen tüm fırınların yüzey sıcaklıkları belirli sınırlar arasında yer alması zorunlu

kılınması, yüzey sıcaklıklarının kontrolünü önemli hale getirmektedir. Bu amaçla, kaplamanın bariyer davranışından faydalanılarak bek tablası arka yüzeyine kaplama uygulanmıştır. Kaplama sonrası ısınma deneyleri gerçekleştirilerek, yüzeylerin kaplamalı ve kaplamasız durumları arasındaki fark incelenmiştir.

Ayrıca, kaplamaların bariyer davranışlarının değerlendirilmesi amacıyla plakalar üzerine yapılan kaplamalar ile ısıtıcı deneyleri olarak isimlendirilen deneyler tasarlanmıştır. Bu deneyler ile, kaplama kalınlığının, bariyer davranışına etkisi değerlendirilmiştir.

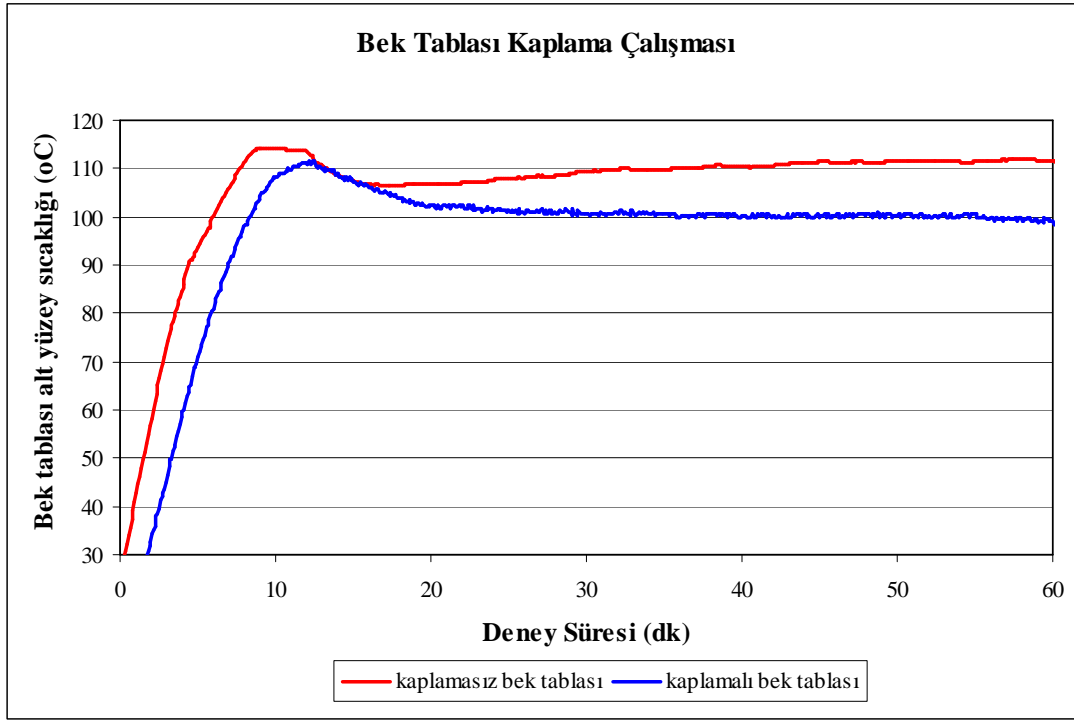
7.2.3.1. Bek tablası kaplama çalışmaları değerlendirilmesi

Ocaklı fırında dış yüzeyi beyaz emayeli üzerinde 4 adet gazlı ocağın bulunduğu Şekil 7.22’de görülen bek tablasının kullanıcı tarafından görülmeyen şasiye bakan yüzeye 600µm kalınlığında ağırlıkça %25 içi boş SMK içeren kaplama malzemesi ile kaplanmıştır.



Şekil 7.22 : Kaplamalı bek tablası alt yüzey görünümü

Kaplamalı parça fırına monte edildikten sonra EN 60335-2-6:2003 numaralı standarda uygun olarak ısınma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Fırın ve ocağın eş zamanlı olarak çalıştırıldığı deneyde bek tablasının kaplamalı yüzeyinde deney süresince sıcaklık ölçümleri yapılmıştır. Sıcaklık alınan kaplama yüzeyinin zamana bağlı sıcaklık değişimi Şekil 7.23’teki grafikte görülmektedir.



Şekil 7.23 : Bek tablası alt yüzey geometrik ortasının sıcaklığının ısınma deneyi süresince zamana bağlı değişimi

Bek tablası alt yüzeyinin geometrik ortasından alınan ölçümde kaplamanın varlığının yüzeyin ısınmasını geciktirici bir etki yaptığı ve ulaşılan denge sıcaklığını 10 ile 15°C arasında düşürdüğü gözlenmiştir. Ulaşılan en yüksek sıcaklıkta da azalma gözlenmiştir. Bek tablasının alt yüzeyinin daha az ısınması ocaktaki ısının emayeli yüzeyde daha etkin kullanılması ve ocaktaki pişirme veriminin de buna bağlı olarak artması mümkün olabilir. Ayrıca bu durum, ocak ile şasi arasındaki bölgenin sıcaklığının düşmesinde de etkili bir durumdur. Bu bölgede kullanılan elektronik aksamın sıcaklıklarının kontrolü de bu şekilde sağlanabilecektir.

7.2.3.2. Isıtıcı deneylerinin değerlendirilmesi

10 cm x 10 cm boyutlarında EK-4 kalite emayelenebilir sac plakalara püskürtme ile uygulama yapılmıştır. 30dk boyunca eş ısıtma gücü ve hızındaki ısıtıcılar ile kaplamalı ve referans kaplamasız eş boyutlu numuneler eş zamanlı olarak ısıtılmıştır. Düzenekte, Şekil 7.24'te görüldüğü gibi eş güçte ısıtıcılar üzerine eş boyutlu 10 cm x 10 cm plakalar birine referans kaplamasız sac plaka diğerine ise sırayla 832µm ve 325 µm kaplama kalınlığına sahip numune sac plaka yerleştirilmiştir. Eş boyuttaki cam beherler içerisine 150mL su konarak plakalar üzerine yerleştirilmiştir. Beherler

içerisine yerleştirilen termo elemanlarla suların sıcaklıkları takip edilerek, 30 dk içerisinde ulaşıklar sıcaklıklar her 3 dakikada bir kez not edilmiştir.

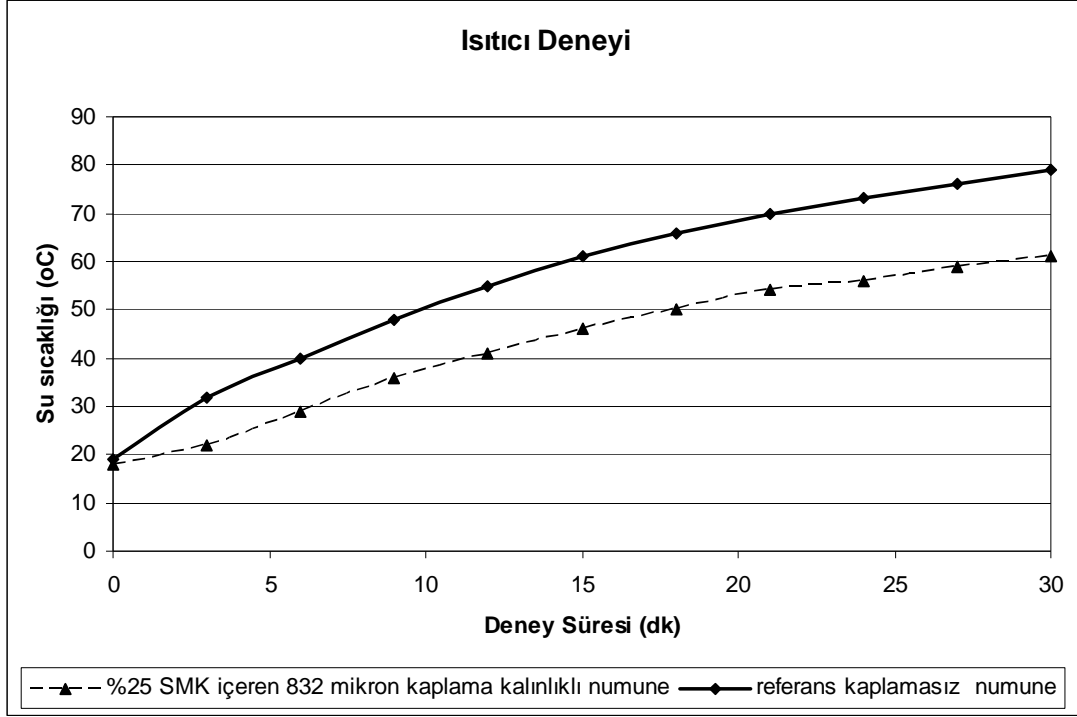
Bu çalışmanın amacı; fırın uygulamalarına nazaran daha düşük sıcaklıklarda ve daha kontrollü ortam şartlarında kaplamanın ısı koruma özelliğini ve bu özelliğinin kaplama kalınlığına bağlılığını gözlemlemektir.



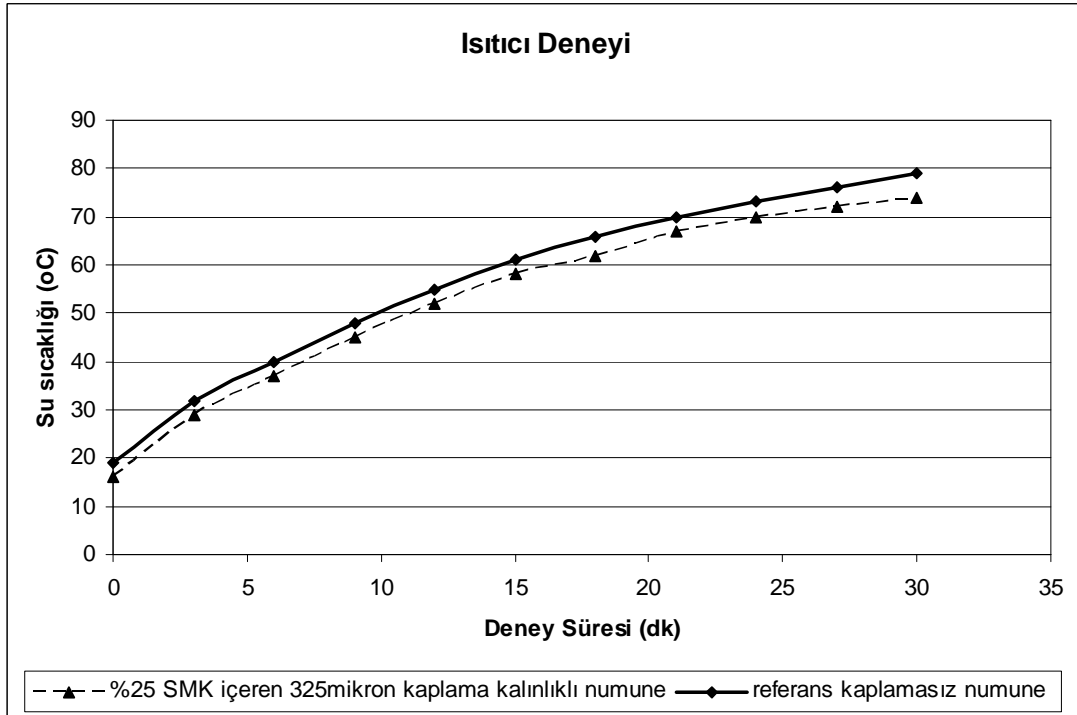
Şekil 7.24 : Kaplamalı plaka ile yapılan ısıtıcı deneyi ölçüm düzeneği görüntüsü

Ölçümlerde; IKA Yellowline MST Basic iki adet ısıtıcı, bir kronometre ve 250mL kapasiteli 2 adet cam beher kullanılmıştır. Ölçüm sonunda elde edilen sıcaklık-zaman grafikleri Şekil 7.25 ve 7.26'da görülmektedir. Deneyin başlangıcında referans kaplamasız ve kaplamalı saclar üzerindeki beherlerdeki suların sıcaklıkları arasında

1°C fark okunurken, 30dk süreyle ısıtılan yüzeylerden, 832µm kaplama kalınlığına sahip kaplamalı yüzey ile referans kaplamasız sac yüzey arasındaki sıcaklık farkının deney süresince 10-18°C arasında değişmekte olduğu gözlenmiştir.



Şekil 7.25 : Zaman- kalın kaplama kalınlıklı yüzey sıcaklığı ilişkisi



Şekil 7.26 : Zaman- ince kaplama kalınlıklı yüzeyi sıcaklığı ilişkisi

Diđer yandan, 325 µm kaplama kalınlığına sahip numune ile yapılan ölçümlerde deney başlangıcında referans ve kaplamalı düzeneklerdeki beherlerde bulunan eş miktardaki sular arasında var olan 3°C'lik sıcaklık farkının deney süresince 3°C ile 5°C arasında salındığı görülmüştür. Bu çalışma ile, kaplama kalınlığının artışına bađlı olarak kaplamanın bariyer davranışının arttığı deneysel olarak gözlemlenmiştir.

8. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

8.1. Sonuçlar

İçeri boş seramik mikro küreler (SMK) içeren polimerik ısı yalıtım kaplamalarının ev tipi fırın uygulamaları ile ilgili yapılan bu çalışma ile aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- 91µm ortalama parçacık boyutuna, 2µm et kalınlığına sahip ve merkezinde tek bir büyük boşluk içeren, küresel geometrisi düzgün, müllit mikro kürelerin ev tipi fırınların ısı yalıtımında kullanımları uygun bulunmuştur.
- Kaplama malzemesi ısı kapasitesi ve ısı yalıtımı etkisi ilave edilen SMK miktarıyla artmaktadır. Ancak, SMK miktarının artması kaplamanın ısı çevrim şartlarında altlığa tutunma özelliğini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu nedenle, bu çalışmada SMK ilavesi %25 ile sınırlandırılmıştır. Ağ. %25 SMK oranı ve 600µm kaplama kalınlığı fırın ısı yalıtımı için optimum olduğu malzeme karakterizasyon yöntemleri ile belirlenmiştir.
- Fırın şasisi kaplama uygulaması ile ulaşılan enerji tüketim avantajı, kaplamalı şasi dış yüzeyinden alınan sıcaklık ölçümlerinde dış yüzey sıcaklığının yükselişindeki gecikme ile kendini göstermektedir. Bu etki on-off çevrim esnasında termostatın daha geç devreye girmesini sağlamakta ve dolayısıyla, birim sürede fırının yapması gereken çevrim sayısını azalmaktadır. Bunun sonucu olarak, ısı fırın içinde daha verimli kullanılmakta ve kaplamanın kullanımı enerji tüketiminde azalma sağlamaktadır. Şasi dış yüzeylerinin kaplamalı olduğu durumda, turbo mod enerji tüketiminde %7 düzeyinde enerji tüketimi avantajı sağlanmaktadır.
- Sadece alt ısıtıcı sacının cam yünü izolasyonuna dönük dış yüzeyinin kaplamalı olduğu durumda ve tüm şasi dış yüzeyleri ile alt ısıtıcı sacının dış yüzeyinin birlikte kaplamalı olduğu durumda; 140 K ve 220 K her iki statik mod deney sıcaklığında da sırasıyla %4 ve % 9 düzeylerinde enerji tüketimi

avantajı sağlanmıştır. Ancak, yine her iki durum için, statik mod 180 K sıcaklığında enerji tüketim avantajı ihmal edilebilir düzeydedir.

- Bölgesel sıcaklık kontrolünün artırılması amacıyla, bek tablası emayesiz arka yüzeyine yapılan kaplama çalışması ile kaplama yapılan yüzeylerin kaplamasız fırınlarda ulaştıkları en yüksek sıcaklıkta 5°C ve nihai denge sıcaklıklarında ise 10°C ile düşüş sağlanmıştır.
- Kaplama kalınlığının kaplama bariyer davranışına etkisinin incelenmesi amacıyla, %25 SMK içerikli 325µm ve 832µm kaplama kalınlıklı numuneler ile yapılan ısıtıcı deneyleri sonucunda, kaplama kalınlığının artışına bağlı olarak bariyer etkisinin arttığı belirlenmiştir.

8.2. Öneriler

İçleri boş seramik mikro küreler içeren polimerik ısı yalıtım kaplamalarının ev tipi fırın uygulamaları ile ilgili yapılan bu çalışmanın ardından aşağıda sıralanan çalışmaların yapılması önerilmektedir.

- İçleri boş seramik mikro kürelerin ülkemizde üretilir hale gelmesiyle birlikte maliyetlerinin azalacağı ve gerek beyaz eşya, gerekse farklı endüstriyel alanlarda bu malzemelerin kullanımının yaygınlaşacağı düşünüldüğünden, içi boş seramik mikro kürelerin üretimi üzerinde çalışmalar yürütülmesi faydalı olacaktır.
- İçleri boş mikro kürelerin farklı malzemelerden üretilmeleri ve/veya amaca yönelik farklı malzemeler ile kaplanmaları, reçinelerin ısıl dayanımlarının artırılması ile uygulama alanlarının iyi tanımlanması daha başarılı sonuçlar verecektir.
- Kaplamanın uygulanacağı yüzeyin şartlarının ve kaplama parametrelerinin modelleme çalışmaları ile çalışmaların detaylandırılmasının deneysel çalışma adedini ve bundan doğacak hataları azaltacağı düşünülmektedir. Kaplama işlemi, kaplama malzemesi hazırlanması, uygulanan fırınların referans enerji tüketim ölçümleri ve deneylerin kaplama sonrasındaki tekrar aşamalarındaki farklılıkların deney sonuçları arasında yaratacağı saçınıklık sebebiyle; malzeme, kaplama yüzeyleri ve fırın parametrelerinin sabit tutulduğu kontrollü deneylerin yapılabilirliğini zorlaştırmaktadır. Bu sebeple, kaplama

malzemesi üzerinde deęiřtirilen parametrelerin etkilerinin gözlenmesi de oldukça güç olmakta ve çok fazla sayıda deneysel çalışma ile deneylerin tekrar edilebilirlikleri teyit edilebildięi görölmüřtür.

- Kaplama özelliklerinin modellenmesinin yanı sıra, sistem özelliklerinin deęişimine baęlı olarak kaplama performansındaki deęişimin gözlenebilmesi açısından sistemin iyi tanımlanması ve yapılacak modele sistem özelliklerinin eklenmesi gereklidir. Sistem özellikleri açısından ev tipi fırınlar deęerlendirildięinde; ısıtıcıların yaydıkları ışınımın dalga boyu, kaplama yapılan yüzeyin maruz kaldığı ısı ve bu özelliklerin fırın tipi ve çalışma moduna göre gösterdiği deęişikliklerin bilinmesi gerekmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] **Incropera, F. P., and Dewitt, D. P.,** 2001. Fundamentals of Heat and Mass Transfer 4th Edition, John Wiley & Sons.
- [2] **Bertling, J., Blömer, J., and Kümmel, R.,** 2004: Hollow Microspheres Review, *Chemical Engineering Technology*, Vol. **27**, no. 8, pp. 829-837.
- [3] **Dombrovsky, L. A.,** 2005: Modelling of Thermal Radiation of Polymer Coatings Containing Hollow Microspheres. *High Temperature*, Vol. **43**, no. 2, pp. 247–258.
- [4] **Mayer, H.,** 1998: The chemistry and properties of silicone resins: network formers. *Pigment and Resin Technology*, Vol. **27**, pp. 364-373.
- [5] **Mathivanan, L., and Arof, A. K.,** 2000: The effect of zirconium oxide and quartz pigments on the heat and corrosion resistance properties of the silicone based coatings. *Pigment and Resin Technology*, Vol. **29**, pp. 10-15.
- [6] **Lambourne R., Strivens, T. A,** 1999. Paint and Surface Coatings Theory and Practise Second Edition, Woodhead Publishing Ltd., Cambridge.
- [7] **Demirkesen, E.,** 2007. Camlar ve Cam Seramikler, Yüksek Lisans Ders Notu.
- [8] **Orel, Z. C., and Gunde, M. K.,** 2001: Spectrally Selective Paint Coatings: Preparation and Characterization. *Solar Energy Materials & Solar Cells*. Vol. **68**, pp. 337-353.
- [9] **Cao, X. Q., Vassen, R., and Stoever, D.,** 2004 : Ceramic materials for thermal barrier coatings. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. **24**, pp. 1-10.
- [10] **Bornstein, N., and Marcin, J.,** 1996: Pratt & Whitney Thermal Barrier Coatings, Advanced Turbine Systems Annual Program Review, National Technical Information Service, USA, 1-14.
- [11] **Vassen, R,** 2006, “New Thermal Barrier Coatings”, <http://www.fz-juelich.de/ief/ief-1/datapool/page/95/neuWDS1.jpg> , 07.09.2008.
- [12] **Padture, N.P., Schkichting, K.W., Bhatia, T., Öztürk, A., Cetegen, B., Jordan, E.H., Gell, M., Jiang, S., Xiao, T.D., Strutt, P.R., Garcia, E., Miranzo, P., and Osendi, I.,** 2001: Towards durable thermal barrier coatings with novel microstructures deposited by solution Precursor plasma spray. *Acta Materialia*, Vol. **49**, pp. 2251-2257.
- [13] **Peters, M., Leyens, C., Schulz, U and Kaysser, W.A.,** 2003: EB-PVD thermal barrier coatings for aeroengines and gas turbines. *Advanced Engineering Materials*, Vol. **3**, no: 4, pp. 193-204.

- [14] **Kaysser, W.A., Bartsch, M., Krell, T., Fritscher, K., Leyens, C., Schulz, U., and Peters, M.**, 2000: Ceramic Thermal Barriers for Demanding Turbine Applications. *Ceramic Forum International*, Vol. **6**, pp. 32-36.
- [15] **Tushinsky, L. I., Kovensky, I., Plokhov, A., Sindeyev, V., and Reshedko, P.**, 2002. Engineering Materials: Coated Metal Structure and Properties of Metal-Coating Compositions, Springer, Berlin.
- [16] **McElroy, D. L. and Kimpflen**, 1990. Insulation Materials, Testing and Applications, ASTM, Baltimore.
- [17] **Wang, A., Lu, Y., Sun R.**, 2007: Recent Progress on the fabrication of hollow microspheres. *Material Science and Engineering A*, Vol. **460-461**, pp.1-6.
- [18] **Cheng, X., Liu P., Li, X., Shui, A., and Zeng, L.**, 2007: Preparation of Bauxite Ceramic Microsphere. *Journal of Wuhan University of Technology-Materials Science Ed.*, Vol. **22**, pp. 144-147.
- [19] **Fowler, C. E., Khushalani, D., and Mann, S.**, 2001: Facile synthesis of hollow silica microspheres. *Journal of Materials Chemistry*, Vol. **11**, pp. 1968-1971.
- [20] **Karoly, Z., and Szepvölgyi, J.**, 2003: Hollow Alumina Microspheres Prepared by RF Thermal Plasma, *Powder Technology*, Vol. **132**, pp. 211-215.
- [21] **Cochran, J. K.**, 1998: Ceramic Hollow Spheres and Their Applications. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, Vol. **3**, pp. 474-479.
- [22] **Park, J., Oh, C., Shin, S., Moon, S., and Oh. S.**, 2003: Preparation of hollow silica microspheres in W/O emulsions with polymers. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. **266**, pp. 107-114.
- [23] **Hyodo, T., Murakami, M., Shimizu, Y., and Egashira, M.**, 2005: Preparation of hollow alumina microspheres by microwave-induced plasma pyrolysis of atomized precursor solution. *Journal of European Ceramic Society*, Vol. **25**, pp. 3563–3572.
- [24] **Williams, J.C., and Edgar, E.A.**, 2003: Progress in structural materials for aerospace Systems. *Acta Materialia*, Vol. **51**, pp. 5775-5799.
- [25] **Wilcox D. L.**, 1995: Hollow and Solid Spheres and Microspheres: Science and Technology Associated with Their Fabrication and Application. MRS.
- [26] **Dombrovsky, L. A.**, 2004: Approximate Models of Radiation Scattering in Hollow Microsphere Ceramics. *High Temperature*, Vol. **42**, no. 5, pp. 776–784.
- [27] **Baumeister, E., Klaeger, S., and Kaldos, A.**, 2004: Lightweight, hollow-sphere composite (HSC) materials for mechanical engineering applications. *Journal of Processing Technology*, Vol. **155–156**, pp.1839–1846.

- [28] **Hartmann M, Reindel K, Singer RF**, Fabrication and properties of syntactic magnesium foams. In *Porous and Cellular Materials for Structural Applications*. Edited by Evans A, Schwartz D, Shih D, Wadley H. Pittsburgh: MRS; 1998:in press. [MRS Proceedings, vol 521 .I].
- [29] **Dombrovsky, L. A., Randrianalisoa, J. H., and Baillis, D.**, 2007: Infrared radiative properties of polymer coatings containing hollow microspheres. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. **50**, pp. 1516-1527.
- [30] **Dombrovsky, L. A.**, 2008, “Radiative Properties of Particles and Fibers”, <http://www.thermalhub.org/resources/47>, 15/12/2008.
- [31] **Grinchuk, P. S.**, 2003: Scattering of Radiation in a Heterogeneous Medium Near the Percolation Threshold. *Physica B*. Vol. **338**, pp. 252-255.
- [32] **German, M. L., and Grinchuk, P. S.**, 2002: Mathematical Model for Calculating the Heat-Protection Properties of the Composite Coating “Ceramic Microsphere-Binder”. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*. Vol. **75**, no. 6, pp. 1301-1313.
- [33] **TS EN 50304** Electric ovens for household use - Methods for measuring the energy consumption.
- [34] **BS EN 60335-26:2003** Household and similar electrical appliances-Safety Part 2-6 Particular requirements for stationary cooking ranges, hob, ovens and similar appliances.
- [35] **Anggono, J.**, 2005: Mullite ceramics: Its properties, Structure and Syntnthesis. *Jurnal Teknik Mesin*, Vol. **7**, no:2, pp:1-10.
- [36] **Schneider, H., and Komarneni, S.**, 2005, Mullite, Wiley-VCH, Weinheim.
- [37] **Il'in, V. N.**, 2002: Analysis of techniques of selecting and monitoring hollow microspheres in a physical experiment. *Measurement Techniques*, Vol. **45**, pp. 927-934.
- [38] **Nagashima Special Paint**, Japon Patent Numarası, JP2004010903, 2004.
- [39] **Manara, J., Reidinger, M., Korder, S., Schuster, M., and Fricke, J.**, 2007: Development and Characterization of Low-Emitting Ceramics. *International Journal of Thermophysics*, Vol. **28**, pp. 1628-1645.

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: Aslı GENCER

Doğum Yeri ve Tarihi: Şişli, 26.11.1985

Lisans Üniversitesi: Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü