ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

Murat ÜNAL

GIDA AMBALAJLARININ SICAKLIK KONTROLÜNDE KULLANILACAK MİKROKAPSÜLLENMİŞ FAZ DEĞİŞTİREN MADDELERİN (MFDM) SENTEZLENMESİ

KİMYA ANABİLİM DALI

ADANA, 2017

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA AMBALAJLARININ SICAKLIK KONTROLÜNDE KULLANILACAK MİKROKAPSÜLLENMİŞ FAZ DEĞİŞTİREN MADDELERİN (MFDM) SENTEZLENMESİ

Murat ÜNAL

DOKTORA TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Bu tez / /2017 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından Oybirliği / Oyçokluğu ile Kabul Edilmiştir.

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY	Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ	Prof. Dr. Nuray GÜZELER
DANIŞMAN	ÜYE	ÜYE

Prof. Dr. A. Murat GİZİR ÜYE

Doç. Dr. Okan KARAHAN ÜYE

Bu Tez Enstitümüz Kimya Anabilim Dalında Hazırlanmıştır. **Kod No:**

Prof. Dr. Mustafa GÖK Enstitü Müdürü

Bu Çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'ın Ulusal Genç Araştırma Kariyer Geliştirme Programı kapsamında 111M614 nolu çalışmamıza sağladığı finansal destekten dolayı TÜBİTAK'a teşekkür ederiz.

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

DOKTORA TEZİ

GIDA AMBALAJLARININ SICAKLIK KONTROLÜNDE KULLANILACAK MİKROKAPSÜLLENMİŞ FAZ DEĞİŞTİREN MADDELERİN (MFDM) SENTEZLENMESİ

Murat ÜNAL

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ KİMYA ANABİLİM DALI

Danışman

Jüri

Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY Yıl: 2017, Sayfa: 183
Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ
Prof. Dr. Nuray GÜZELER
Prof. Dr. A. Murat GİZİR
Doç. Dr. Okan KARAHAN

Bu çalışamda gıdaların uygun sıcaklık aralığında korunmasını sağlayan ambalajın geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu sıcaklık koruma aralığı 4-25 °C olarak belirlenmiştir. Bu aralığa uygın faz değiştiren madde (FDM) seçimi yapılmıştır. Otuzdört farklı faz değiştiren madde kapsülü beş farklı kabuk malzemesi ile sentezlenmiştir. Bu kapsüllerin termal, kimyasal, morfolojik özellikleri incelenmiş ve uygun kapsül adayı belirlenmiştir. Başarıyla sentezlenen bu mikrokaspüller arasından, hali hazırda gıda ambalajlarında polistiren kullanıldığından, insan sağlığı ve maliyeti dikkate alarak da oktanoik asitin stiren mikrokapsüllerinin (erime entalpisi 42,9 J/g) kullanılması uygun görülmüştür. Faz değiştiren maddeli ve aday mikrokapsüllü gıda ambalajı tasarlanmıştır. Bu amlajların gıdanın farklı koşullarda ne kadar süre ile termal koruma yaptığı belirlenmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde, yaklaşık olarak mikrokapsüllenmiş FDM 9 saate kadar, yalnız FDM 6 saate kadar ısıl koruma sağladığı görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Faz Değiştiren Madde (FDM), Termal Enerji Depolama (TED), Gıda Ambalajları, Enerji tasarrufu, Mikrokapsülleme

ABSTRACT

PhD THESIS

SYNTHESIS OF MICROENCAPSULATED PHASE CHANGE MATERIALS (MPCM) FOR THERMAL CONTROL OF FOOD PACKAGES

Murat ÜNAL

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ KİMYA ANABİLİM DALI

Supervisor	: Prof. Dr. Halime O. PAKSOY
	Year: 2017, Pages: 183
Jury	: Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY
	: Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ
	: Prof. Dr. Nuray GÜZELER
	: Prof. Dr. A. Murat GİZİR
	: Assoc. Prof. Dr. Okan KARAHAN

This study aims to develop food packages, which will provide thermal protection of food products at desired temparature. Temperature range of protection is specified as 4-25 °C. Phase change materials (PCM) suitable for this temperature range were selected. These phase change materials were encapsulated with five different shells to produce 34 different types of microcapsules. The best microcapsule alternative was determined based on the thermal, chemical and morphological properties of all the microcapsules. Among the successfully synthesized microcapsules, MOSt (Δ Hm= 42.9 J/g) was selected, because polystyrene is currently used in food containers and also it is cost effective and compatible with human health. The food packages with only phase change materials and microcapsules candidate are designed. Thermal protection time of these packages is investigated at different conditions for food. Results showed that, container with MOSt and raw PCM provided 9 hr and 6 hr of thermal protection effect in the given temperature range.

Keywords: Phase change material (PCM), Thermal energy strorage, Food packaging, Energy-saving, Microencapsulation

GENİŞLETİLMİŞ ÖZET

Yenilebilir enerji kaynaklarının iklim koşullarına bağlı olarak mevsimsel farklılıklar göstermeleri sürekli olarak yararlanılanamamasına neden olmaktadır. Sanayide enerji sistemlerinde farklı süreçlerde atılan ısıya da farklı bir zaman diliminde ihtiyaç olması etkili olarak yararlanılmasını engellemektedir. Bu nedenle sürekli kullanımı sağlayacak, arz ve talep arasındaki uyumsuzluğu giderecek termal enerji depolama sistemleri büyük öneme sahiptir (Zhang ve ark., 2012). Son yıllarda mevcut enerji sistemlerinde görülen sorunlar faz değiştiren maddelere olan ilgiyi artmıştır (Sarı ve ark., 2010). Faz değiştiren maddeler (FDM) enerjiyi gizli ısı olarak depolayabilen maddelerdir. FDM uygulamalarında yaygın olarak tuz hidratları, yağ asitleri ve karışımları, parafinlerden yararlanılmaktadır (Konuklu ve Paksoy, 2009; Beyhan ve ark., 2013; Aydın ve Okuntan, 2013; Konuklu ve ark., 2014). Bu uygulamalarda, çalışma sıcaklığına yakın faz değiştiren kararlı maddelerin seçilmesine dikkat edilmelidir (Zalba ve ark., 2003).

Bu çalışmada ilk olarak, gıda ambalajlarında saklama koşullarında 4-25 °C FDM lerin kullanılması tercih edilmiştir. FDM ler arasında inceleme yapılıp tetradekan, pentadekan, hekzadekan, heptadekan ve oktanoik asit kullanılmasına karar verilmiştir. Tercih edilen FDM ler ile üre-formaldehit (ÜF), melemin-formaldehit (MF), (üre-melamin)-formaldehit (ÜMF), stiren-ko-etilakrilat ve stiren polimerleri ile toplamda 34 adet mikrokapsül sentezlenmiştir. Sentezlenen mikrokapsüller ısıl olarak DSC ve TGA ile kimyasal olarak FT-IR, morfolojik açıdan da SEM ile incelenmiştir. Bu incelemeler sonucunda mikrokapsüllerin başarılı bir şekilde sentezlendiği görülmüştür. Bu başarılı sentezlenen mikrokapsüller arasından oktanoik asitin stiren (MOSt) (erime entalpisi 42,9 J/g) mikrokapsülleri, hali hazırda gıda ambalajlarında polistiren kullanıdığından, ayrıca insan sağlığı ve maliyeti dikkate alınarak seçilmesine karar verilmiştir. Tercih edilen MOSt mikrokapsüllerinin kararlılık testleri incelenmiş ve başarılı sonuçlar verdiği görülmüştür.

Bu çalışmanın ikinci aşamasında sentezlenen mikraokapsülün gıda ambalajına uygulanması gerçekleştirilmiştir. Bu aşamada gıda ambalajı tasarımı geliştirilmiştir. Tercih edilen MOSt mikrokapsülleri ve FDM (oktanoik asit) gıda ambalajının özel bölmelerine yerleştirilmiş ve içerisine belirli miktarlarda çikolata yerleştirilerek sıcaklık ölçümleri alınmıştır. Sonuçlar değerlendirildiğinde, istenilen sıcaklık aralığında yaklaşık olarak mikrokapsüllenmiş FDM 9 saate kadar, kapsüllenmemiş FDM 6 saate kadar bir ısıl geciktirme etkisi sağladığı görülmüştür.



TEŞEKKÜR

Tez konusu seçiminde, çalışmaların yönlendirilmesinde, tezin hazırlanmasında yardımlarını esirgemeyen ve bana her zaman destek olan değerli hocalarım Doç. Dr. Yeliz KONUKLU'ya ve Prof. Dr. Halime Ö. PAKSOY' a saygı ve şükranlarımı sunarım.

Çalışmamda, sağladığı burs ve laboratuvar imkanlarından dolayı Ömer Halisdemir Üniversitesi Kimya Bölümünde bulunan Doç. Dr. Yeliz KONUKLU'ya teşekkür ederim.

Tez sürecince tez izleme komitesinde yer alarak bizimle tecrübelerini paylaşan hocalarım Prof. Dr. Nuray GÜZELER, Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ ve Doç. Dr. Emel YILDIZ'a teşekkür ederim.

Tez sürecince çalışmalarımın her safhasında manevi desteklerini esirgemeyen arkadaşım Kemal CELLAT ve Nurten ŞAHAN'a ve Tokat'taki analizlerim için arkadaşım Alper BİÇER'e Çukurova Üniversitesi Biyoloji Bölümdeki termal çevrimler için Prof. Dr. Sadık DİNÇER'e teşekkür ederim.

Yaşamım boyunca hep yanımda olan maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen aileme teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımız sırasında bana babalık duygusunu tattırdığı için eşim Fatma A. ÜNAL' a teşekkür ederim.

En son olarak da dünyaya geldiğinde yaşamımı daha da tatlandıran ve bütün zorluklara karşı bana farkında olmadan bile manevi desteğiyle dayanma gücü veren sevgili oğlum Eymen ÜNAL'a çok teşekkür ederim.

Bu çalışmamın gerçekleşmesinde, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'ın Ulusal Genç Araştırma Kariyer Geliştirme Progamı kapsamında 111M614 nolu çalışmamıza sağladığı finansal destekten dolayı TÜBİTAK'a teşekkür ederim.

Murat ÜNAL

İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZ	I
ABSTRACT	II
GENİŞLETİLMİŞ ÖZET	III
TEŞEKKÜR	V
İÇİNDEKİLER	VI
ÇİZELGELER DİZİNİ	X
ŞEKİLLER DİZİNİ	XIII
SİMGELER VE KISALTMALAR	XX
1. GİRİŞ	1
1.1. Termal Enerji Depolama	1
1.1.1. Duyulur Isı Depolama	3
1.1.2. Gizli Isı Depolama	4
1.1.3. Termokimyasal Enerji Depolama	5
1.2. Faz Değiştiren Maddeler (FDM)	6
1.3. Mikrokapsülleme	9
1.3.1. Püskürtmeli Kurutma Metodu	10
1.3.2. İn situ polimerizasyonu	11
1.3.3. Arayüzey polimerizasyonu	11
1.3.4. Süspansiyon polimerizasyonu	12
1.3.5. Emülsiyon polimerizasyonu	12
1.4. Gıda Paketlerinde Mirokapsüllenmiş FDM Kullanılması	13
1.5. Gıda Ambalajı Isı Geçişi Hesaplamaları	14
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	19
3. MATERYAL VE METOD	27
3.1. MATERYAL	27
3.1.1. Mikrokapsül Sentezinde Kullanılan Kimyasallar ve Markaları	27
3.1.2. Alüminyum Folyo	27

3.1.3. Gıda ambalajının özellikleri	28
3.2. METOD	29
3.2.1. Gıda Ambalajlarına Uygun FDM'lerin Belirlenmesi	29
3.2.2. Differansiyel Taramalı Kalorimetre, DSC	29
3.2.3. Mikrokapsül Sentezi	30
3.2.3.1. Üre-Formaldehit, Melamin-Formaldehit, (Üre+Melamin))—
Formaldehit Polimerleri İle Sentezlenen Mikrokapsüller	.31
3.2.3.2. Stiren, Stiren-Co-Etil Akrilat Polimerleri İle Sentezlener	n
Mikrokapsüller	.33
3.2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu, SEM	37
3.2.5. Fourier Dönüsüm İnfrared Spektroskopisi, FT-IR	37
3.2.6. Termo-Gravimetrik Analiz, TGA	38
3.2.7. Parçacık Boyutu Analizi	38
3.2.8. İnkübatör	39
3.2.9. Mikrokapsüllerin Termal Döngü Testleri	40
3.2.10. Mikrokapsüllerin ve FDM lerin Data Logger İle Su Banyosu	
Testi	41
3.2.11. Mikrokapsüllerin ve Çekirdek Maddenin Gıda Ambalajına	
Yerleştirilmesi	41
3.2.12. Gıda Ambalajına Yerleştirilmiş Mikrokapsüllerin ve FDM nin	
Data Logger İle Ortam Sıcaklığı Ve İnkübatör Testleri	42
3.2.13. Termal Kamera Görüntüsü	43
4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR	45
4.1. Aday FDM lerin Isıl Yönden İncelenmesi	45
4.1.1. Belirlenen FDM lerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC)	
Analizleri	45
4.2. Mikrokapsüllerin Isıl, Kimyasal ve Morfolojik Yönden İncelenmesi	48
4.2.1. Mikrokapsüllerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC)	
Analizleri	49

4.2.1.1. İn-situ polimerizasyonu yöntemi ile üretilen Üre-
Formaldehit, Melamin-Formaldehit ve (Üre+Melamin)-
Formaldehit polimer mikrokapsüllerinin DSC ile 1s1
özelliklerinin analizi49
4.2.1.2. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen
poli(stiren-co-etil akrilat) polimer mikrokapsüllerinin DSC
ile ısıl özelliklerinin analizi61
4.2.1.3. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen
poli(stiren) polimer mikrokapsüllerinin DSC ile ısıl
özelliklerinin analizi69
4.2.2. Mikrokapsüllerin FT-IR ile kimyasal karakterizasyonu
4.2.2.1. İn-situ polimerizasyonu yöntemi ile üretilen Üre-
formaldehit, Melamin-Formaldehit ve (Üre+Melamin)-
Formaldehit polimer mikrokapsüllerinin FT-IR ile kimyasal
özelliklerinin analizi71
4.2.2.2. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen
poli(stiren-co-etil akrilat) polimer mikrokapsüllerinin FT-IR
ile kimyasal özelliklerinin analizi74
4.2.2.3. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen
poli(stiren) polimer mikrokapsüllerinin FT-IR ile kimyasal
özelliklerinin analizi77
4.2.3. Mikrokapsüllerin SEM ile morfolojik özellikleri
4.2.3.1. İn-situ polimerizasyonu yöntemi ile üretilen Üre-
formaldehit, Melamin-Formaldehit ve (Üre+Melamin)-
Formaldehit polimer mikrokapsüllerinin SEM ile morfolojik
özelliklerinin incelenmesi
4.2.3.2. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen
poli(stiren-co-etil akrilat) polimer mikrokapsüllerinin SEM
ile morfolojik özelliklerinin incelenmesi
VIII

4.2.3.3. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen
poli(stiren) polimer mikrokapsüllerinin SEM ile morfolojik
özelliklerinin incelenmesi
4.3. Gıda Ambalajının Özel Bölmelerine Yerleştirilmek Üzere mFDM nin
Seçimi
4.3.1. Gıda Ambalajında Kullanılan MOSt nin Kararlılık Testleri91
4.3.1.1. Oktanoik asit ve MOSt nin TGA Analizi91
4.3.1.2. Oktanoik asit ve MOSt nin Termal Çevrimleri
4.3.1.3. Oktanoik asit ve MOSt nin Su Banyosundaki Termal
Testleri
4.3.1.4.Gıda Ambalajına Yerleştirelecek Mikrokapsül Miktarının
Hesaplanması96
4.3.1.4. MOSt Mikrokapsülleri Yerleştirilmiş Gıda Ambalajının
Sıcaklık Ölçümleri98
4.4. Gıda Ambalajında Kullanılan Çikolataların FT-IR Analizi134
4.5. Maliyet Hesaplamaları134
5. SONUÇ VE ÖNERİLER139
5.1. Sonuçlar
5.2. Öneriler
KAYNAKLAR
ÖZGEÇMİŞ
EKLER

ÇİZELGELER DİZİNİ

SAYFA

Çizelge 1.1.	Isı depolamada kullanılan katı-sıvı materyaller4
Çizelge 1.2.	Farklı türlerdeki FDM lerin avantaj ve dazavantajlarının
	karşılaştırılması
Çizelge 3.1.	Gıda ambalajının özellikleri28
Çizelge 4.1.	Sıcaklık aralığına uygun seçilen FDM'lerin ısıl özellikleri
Çizelge 4.2.	Farklı emülgatör kullanılarak üretilen mFDM'lerin ısıl özellikleri54
Çizelge 4.3.	Farklı reaksiyon sıcaklıklarına göre mFDM'lerin ısıl özellikleri 59
Çizelge 4.4.	Farklı reaksiyon sürelerine göre mFDM'lerin ısıl özellikler60
Çizelge 4.5.	Farklı çekirdek : kabuk maddesi oranları kullanılarak Poli
	(stiren-co-etilakrilat) ile kapsüllenen_mikrokapsüllerinin DSC ile
	ısıl özellikle
Çizelge 4.6.	Farklı çekirdek : kabuk maddesi oranları kullanılarak Poli(stiren)
	ile kapsüllenen mikrokapsüllerinin DSC ile 1s1l özellikleri70
Çizelge 4.7.	FT-IR spektrumunun pikleri71
Çizelge 4.8.	FT-IR spektrumunun pikleri74
Çizelge 4.9.	FT-IR spektrumunun pikleri
Çizelge 4.10.	Oktanoik asit ve MOSt nin termal çevrimden sonraki erime
	sıcaklıkları ve gizli ısı depolama kapasiterleri
Çizelge 4.11.	Su banyosu testinin erime ve donma noktaları95



ŞEKİLLER DİZİNİ

SAYFA

Şekil 1.1.	Termal enerji depolama teknikleri2
Şekil 1.2.	Mikrokapsül yapısı10
Şekil 2.1.	FDM kutuları olarak kullanılan test örneklerinin alüminyum
	krokileri
Şekil 3.1.	Alüminyum folyo
Şekil 3.3.	Differansiyel Taramalı Kalorimetre
Şekil 3.4.	Mikrokapsül üretim reaktörünün görüntüsü
Şekil 3.5.	Oktanoik asitin üre-formaldehit, melamin-formaldehit ve
	(üre+melamin)-formaldehit polimeriyle mikrokapsüllenme
	formülasyonu (Kabuk Malzemesi* : 2.30 g Üre, 3.32 g Melamin
	ve (1.02 g Üre+1.04 g Melamin)
Şekil 3.6.	Üre-formaldehit polimeri üretim tepkimeleri
Şekil 3.7.	Melamin-formaldehit polimeri üretim tepkimeleri
Şekil 3.8.	(Melamin+üre)-formaldehit polimeri üretim tepkimeleri33
Şekil 3.9.	FDM lerin stiren, stiren-co-etil akrilat polimerlerinin
	mikrokapsülleme formülasyonu
Şekil 3.10.	Etil akrilat polimerinin serbest radikal polimerizasyonu ile oluşum
	mekanizması
Şekil 3.11.	Poli(stiren) polimerinin serbest radikal polimerizasyonu ile oluşum
	mekanizması
Şekil 3.12.	Taramalı elektron mikroskop (SEM)
Şekil 3.13.	Fourier dönüsüm infrared spektroskopisi (FT-IR)
Şekil 3.14.	Termo-Gravimetrik Analiz (TGA)
Şekil 3.15.	Parçacık Boyutu Cihazı
Şekil 3.16.	İnkübatörün dış ve iç yüzeyleri40
Şekil 3.17.	Isıtma ve soğutma sistemi40
Şekil 3.18.	(a) Data Logger ve (b) Su Banyosu41

Şekil 3.19.	Mikrokapsüllerin gıda ambalajına yerleştirilmesi	42
Şekil 3.20.	FDM nin gıda ambalajına yerleştirilmesi	42
Şekil 3.21.	(a) Fdm lerin (b) mikrokapsüllerin içerisine (c) gıda ambalajının	
	yüzeyine yerleştirilen sıcaklık sensörleri	43
Şekil 3.22.	Termal kamera	44
Şekil 4.1.	Tetradekan DSC diyagramı	46
Şekil 4.2.	Pentadekan DSC diyagramı	46
Şekil 4.4.	Heptadekan DSC diyagramı	47
Şekil 4.5.	Oktanoik asit DSC diyagramı	48
Şekil 4.7.	MOUF1 DSC diyagramı	49
Şekil 4.8.	MOUF2 DSC diyagamı	50
Şekil 4.9.	MOUF3 DSC diyagamı	50
Şekil 4.10.	MOUF4 DSC diyagamı	50
Şekil 4.11.	MOMF1 DSC diyagamı	51
Şekil 4.12.	MOMF2 DSC diyagamı	51
Şekil 4.13.	MOMF3'nin DSC diyagamı	51
Şekil 4.14.	MOMF4 DSC diyagamı	51
Şekil 4.15.	MOUMF1 DSC diyagamı	52
Şekil 4.16.	MOUMF2 DSC diyagamı	52
Şekil 4.17.	MOUMF3 DSC diyagamı	52
Şekil 4.18.	MOUMF4 DSC diyagamı	53
Şekil 4.19.	MOUMF5 DSC diyagamı	55
Şekil 4.20.	MOUMF6 DSC diyagamı	56
Şekil 4.21.	MOUMF7 DSC diyagamı	56
Şekil 4.22.	MOUMF8 DSC diyagamı	56
Şekil 4.23.	MOUMF9 DSC diyagamı	56
Şekil 4.24.	MOUMF10 DSC diyagamı	57
Şekil 4.25.	MOUMF11 DSC diyagamı	57
Şekil 4.26.	MOUMF12 DSC diyagamı	57

Şekil 4.27.	Oktanoik asit DSC diyagamı61
Şekil 4.28.	MOStcoEA kapsülünün DSC diyagamı61
Şekil 4.29.	Tetradekan DSC diyagamı62
Şekil 4.30.	MTStcoEA1 kapsülünün DSC diyagamı62
Şekil 4.31.	MTStcoEA2 kapsülünün DSC diyagamı62
Şekil 4.32.	MTStcoEA3 kapsülünün DSC diyagamı63
Şekil 4.33.	Pentadekan DSC diyagamı63
Şekil 4.34.	MPStcoEA1 kapsülünün DSC diyagamı63
Şekil 4.35.	MPStcoEA2 kapsülünün DSC diyagamı64
Şekil 4.36.	MPStcoEA3 kapsülünün DSC diyagamı64
Şekil 4.37.	Hekzadekan DSC diyagamı64
Şekil 4.38.	MHStcoEA1 kapsülünün DSC diyagamı65
Şekil 4.39.	MHStcoEA2 kapsülünün DSC diyagamı65
Şekil 4.40.	MHStcoEA3 kapsülünün DSC diyagamı65
Şekil 4.41.	Heptadekan DSC diyagamı
Şekil 4.42.	MHpStcoEA1 kapsülünün DSC diyagamı66
Şekil 4.43.	MHpStcoEA2 kapsülünün DSC diyagamı66
Şekil 4.44.	MHpStcoEA3 kapsülünün DSC diyagamı66
Şekil 4.45.	Oktanoik asit DSC diyagamı69
Şekil 4.46.	MOSt kapsülünün DSC diyagamı69
Şekil 4.47.	Aynı emülgatör (Tween 40) ile sentezlenen mikrokapsüllerin
	FT-IR spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOUF1, c: MOMF1, d:
	MOUMF1)72
Şekil 4.48.	MOUF mikrokapsüllerinin farklı emülgatörlerdeki FT-IR
	spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOUF1, c: MOUF2, d: MOUF3,
	e: MOUF4)72
Şekil 4.49.	MOMF mikrokapsüllerinin farklı emülgatörlerdeki FT-IR
	spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOMF1, c: MOMF2,
	d: MOMF3, e: MOMF4)73
	XIV

Şekil 4.50.	MOUMF mikrokapsüllerinin farklı emülgatörlerdeki FT-IR	
	spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOUMF1, c: MOUMF2, d:	
	MOUMF3, e: MOUMF4)	73
Şekil 4.51.	MOStcoEA kapsülünün FT-IR spektrumu (a:Oktanoik asit, b:	
	PStcoEA boş kapsülü, c: MOStcoEA)	75
Şekil 4.52.	MTStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Tetradekan, b:	
	PStcoEAboş kapsülü, c: MTStcoEA3)	75
Şekil 4.53.	MPStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Pentadekan, b:	
	PStcoEA boş kapsülü, c: MPStcoEA3)	76
Şekil 4.54.	MHStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Hekzadekan, b:	
	PStcoEA boş kapsülü, c: MHStcoEA3)	76
Şekil 4.55.	MHpStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Heptadekan, b:	
	PStcoEA boş kapsülü, c: MHpStcoEA3)	77
Şekil 4.56.	MOSt kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Oktanoik asit, b: Stiren,	
	c: MOSt)	78
Şekil 4.57.	MOUF1 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a: 100X, b:10KX,	
	c–d: 20KX)	79
Şekil 4.58.	MOUF2 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,	
	c:10KX, d:20KX)	80
Şekil 4.59.	MOUF3 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,	
	c:10KX, d:20 KX)	80
Şekil 4.60.	MOUF4 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10KX,	
	c-d:20 KX)	81
Şekil 4.61.	MOMF1 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,	
	c:10KX, d:20KX)	82
Şekil 4.62.	MOMF2 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a-b:100X, c:5KX,	
	d:20 KX)	82
Şekil 4.63.	MOMF3 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,	
	c:10KX, d:20KX)	83

Şekil 4.64.	MOMF4 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10 KX,
	c-d:20 KX)
Şekil 4.65.	MOUMF1 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (100X, 10KX,
	20KX)
Şekil 4.66.	MOUMF2 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,
	c:10KX, d:20KX)
Şekil 4.67.	MOUMF3 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,
	c:10KX, d:20KX)
Şekil 4.68.	MOUMF4 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,
	c:10KX, d:20KX)
Şekil 4.69.	MOStcoEA kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:2KX, b:5KX,
	c:10KX, d:20KX)
Şekil 4. 70.	MTStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10 KX,
	c-d: 20KX)
Şekil 4.71.	MPStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b-c:10KX,
	d:20KX)
Şekil 4.72.	MHStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10KX, c-
	d:20KX)
Şekil 4.73.	MHpStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX,
	c:10KX, d:20KX)
Şekil 4.74.	MOSt kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:20KX, b:50KX,
	c: 100 KX, d:150 KX)90
Şekil 4.75.	MOSt kapsülünün parçacık boyutunun analiz sonucu91
Şekil 4.76.	Oktanoik asit ve MOSt nin TGA analizi92
Şekil 4.77.	(a) Oktanoik asit ve (b) MOSt nin termal çevrim DSC sonuçları93
Şekil 4.78.	(a) Oktanoik asit ve (b) MOSt nin termal döngüden sonraki FT-IR
	analizi94
Şekil 4.79.	Oktanoik asit ve MOSt nin su banyosu test sonuçları95
Şekil 4.80.	Gıda ambalajındaki sıcaklık sensörlerinin yerlerinin belirlenmesi99 XVI

Şekil 4.81.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzünün inkübatördeki testi. 100
Şekil 4.82.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzünün inkübatördeki
	testi101
Şekil 4.83.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzünün İnkübatördeki
	testi102
Şekil 4.84.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının İnkübatördeki
	testi103
Şekil 4.85.	Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzünün İnkübatördeki testi 104
Şekil 4.86.	Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzünün İnkübatördeki testi 105
Şekil 4.87.	Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzünün İnkübatördeki
	testi
Şekil 4.88.	Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının İnkübatördeki
	testi
Şekil 4.89.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.90.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4. 91.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.92.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.93.	Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzeyinin ortam sıcaklığı testi
Şekil 4.94.	Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.95.	Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.96.	Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının ortam sıcaklığı
	testi

Şekil 4.97.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzeyinin İnkübatör testi116
Şekil 4.98.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzeyinin İnkübatör testi117
Şekil 4.99.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzeyinin İnkübatör testi 118
Şekil 4.100.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının İnkübatör testi 119
Şekil 4.101.	Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzeyinin İnkübatör testi 120
Şekil 4.102.	Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzeyinin İnkübatör testi 121
Şekil 4.103.	Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzeyinin İnkübatör testi 122
Şekil 4.104.	Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının İnkübatör testi 123
Şekil 4.105.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.106.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.107.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.108.	Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.109.	Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.110.	Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.111.	Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.112.	Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının ortam sıcaklığı
	testi
Şekil 4.114.	Çikolataların FT-IR analizi134

XVIII



SİMGELER VE KISALTMALAR

DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
FDM	: Faz Değiştiren Madde
FTIR	: Fourier Dönüşümlü İnfrared Spektroskopisi
IR	: Infrared
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
ΤÇ	: Termal Çevrim
TED	: Termal Enerji Depolama
TGA	: Termo-Gravimetrik Analiz
MOMF	: Oktanoik asitin melamin-formaldehit kapsülü
MOUF	: Oktanoik asitin üre-formaldehit kapsülü
MOUMF	: Oktanoik asitin (üre-melamin)-formaldehit kapsülü
MOStcoEA	: Oktanoik asitin stiren-etilakrilat ko polimer kapsülü
MTStcoEA	: Tetradekan stiren-etilakrilat ko polimer kapsülü
MPStcoEA	: Pentadekan stiren-etilakrilat ko polimer kapsülü
MHStcoEA	: Hekzadekan stiren-etilakrilat ko polimer kapsülü
MHpStcoEA	: Heptadekan stiren-etilakrilat ko polimer kapsülü
PStcoEA	: Stiren-etilakrilat ko polimeri
MOSt	: Oktanoik asitin stiren polimer kapsülü
А	: Yapı elemanlarının yüzey alanı, m ²
q	: Soğutma yükü, Isıtma yükü, W
R	: Isı direnci
Q	: Depolanan toplam 151, J
Μ	: Kütle, g
$\mathbf{C}_{\mathbf{p}}$: Özgül 1s1, J/g. °C
T_i	: İlk sıcaklık, °C
T_s	: Son sıcaklık, °C
C_{ap}	: İlk ve son sıcaklık arasındaki ortalama özgül ısı, J/g. $^{\circ}$ XX

R_{Top}	: Toplam 1s1 direnci
T_{pm}	: Erime sıcaklığı
T _{em}	: Erime sıcaklığının bitişi
T_{om}	: Erime sıcaklığının başlangıcı
ΔH_{m}	: Erime gizli 15151
Toc	: Soğuma sıcaklığı başlangıcı
T_{pc}	: Soğuma sıcaklığı
T_{ec}	: Soğuma sıcaklığı bitişi
H _c	: Soğuma gizli 15151
S	: Saniye
h	: Saat

<u>1. GİRİŞ</u>

1. GİRİŞ

Sera gazlarının yayılım seviyesindeki sürekli artış ve yakıt fiyatlarındaki yükseliş, yenilebilir enerjinin çeşitli kaynaklarının önemini arttıtmıştır. Dünyanın birçok yerinde, güneş enerjisi en umut vadeden enerji kaynaklarından biridir. Yeni enerji kaynaklarının geliştirilmesi ile birlikte enerji depolama malzemelerinin de geliştirilmesi önem arz etmektedir. Enerji depolama sadece talep ve kaynak arasındaki uyumsuzluğu azaltmaz aynı zamanda enerji sistemlerindeki performansı ve güvenilirliği de arttırır. Bununla birlikte enerjinin korunmasında da önemli bir rol oynar. Enerji depolaması, yatırım maliyeti ve enerji kayıplarını azaltarak daha verimli sistem ile daha az yakıt tüketilmesine olanak sağlar. Örneğin, enerji depolama ile üretim yapılan fabrikada güç performansının yeterli ve etkili seviyede arttırılması enerji tüketiminin yanında üretim maliyetinin azalmasına da olanak sağlayacaktır (Sharma ve ark., 2009).

1.1. Termal Enerji Depolama

Termal enerji depolama (TED), son 20 yılda yoğun araştırılan konulardandır. Yenilenebilir ve ulaşılabilir kaynakların optimum ve rasyonel kullanımı doğrultusunda termal enerji depolama özel çözümler sağlar (Zalba ve ark., 2003);

- Alıcı sistemlerdeki (güneş enerjisi, kojenerasyon vb.) mevcut üretilen enerji ve tüketim arasındaki dengenin kurulması
- Güvenli enerji sağlamada (hastanelerde, bilgisayar merkezlerinde vb.).
- > Termal kararlılık ve termal korumada

Termal enerji depolama iki ana amaç için kullanılır. Bunlardan birincisi; enerji üretimi olmadığında örneğin birçok yenilenebilir enerji sistemleri gibi 1. GİRİŞ

depolanan enerjinin kullanılmasıdır. Diğeri ise enerji kullanım yoğunluğu ve maliyetini düşürmek için enerjinin kullanımının yoğunluğunun az olduğu saatlere kaydırılmasıdır. (Fuensanta ve ark., 2013). Termal enerji depolama duyulur ısı, gizli ısı ve termokimyasal veya bunların kombinasyonu olarak bir materyalin iç enerjisindeki değişimi olarak depolanabilir. Termal enerji depolamasının başlıca teknikleri Şekil 1.1'de gösterilmiştir (Zalba ve ark, 2003; Sharma ve ark., 2009).



Şekil 1.1. Termal enerji depolama teknikleri (Zalba ve ark., 2003; Sharma ve ark., 2009)

1. GİRİŞ

1.1.1. Duyulur Isı Depolama

Duyulur 1s1 depolamada, termal enerji bir sıvının veya bir katının sıcaklığındaki yükselme ile depolanır. Duyulur 1s1 depolama sistemleri, depolama ve geri kazanma prosesleri boyunca materyalin sıcaklığındaki değişiminden veya 1s1 kapasitesinden faydalanır. Is1 depolama miktarı ortam 1s1sına, sıcaklık değişimine ve depolama materyalinin miktarına bağlıdır (Sharma ve ark., 2009). Depolanan enerji, Q(J) Eşitlik 1-2 ile hesaplanır. ...

$$Q = \int_{T_i}^{T_s} mC_p dT$$
(1)
= $mC_{ap}(T_s - T_i)$ (2)
$$Q = \text{Depolanan toplam 1S1 (J)}$$

$$\begin{split} m &= K \ddot{u} t le (g) \\ C_p &= \ddot{O} z g \ddot{u} l \, s i \, (J/g. \, \cap{C}) \\ T_i &= \ddot{l} lk \, s i c a k lik \, (\cap{C}) \\ T_s &= S on \, s i c a k lik \, (\cap{C}) \\ C_{ap} &= \ddot{l} lk \, ve \, son \, s i c a k lik \, a ra s i n da ki \, ortal a ma \, \ddot{o} z g \ddot{u} l \, i s i \, (J/g. \, \cap{C}) \end{split}$$

Bazı seçilen katı-sıvı maddelerinin duyulur ısı depolama kapasitesi Çizelge 1.1'de gösterilmiştir. Ucuz aynı zamanda yüksek ısı kapasitesine sahip olduğu için, suyun duyulur ısı depolama kapasitesinin en iyi olduğu görülmektedir. 100°C nin üstü sıcaklıklarda, yağlar, erimiş tuzlar ve sıvı metaller vb. kullanılır. Hava ısıtma uygulamaları için olarak çakıl taşı temelli malzemeler depolamada kullanılır (Sharma ve ark., 2009).

ida kunannan kati-sivi matei yane.					
Madde ismi	Gizli 1s1 kapasitesi				
	(J/kg.K)				
Tuğla	840				
Beton	880				
Su	4190				
Ethanol	2400				
Bütanol	2400				
Motor Yağı	1880				

Çizelge 1.1. Isı depolamada kullanılan katı-sıvı materyaller

1.1.2. Gizli Isı Depolama

Gizli ısı depolama sistemleri, faz değiştirme prosesiyle kimyasal madde de enerji depolar. Bu prosesin duyulur ısıdan farkı, sabit sıcaklıkta faz değişim prosesi ile ısı depolanmasıdır. Gizli ısı depolama sistemleri, sıvıdan katıya, gazdan sıvıya veya bu proseslerin tersinden faz değiştirme prosesleri esnasında ısı depolama materyalleri nedeniyle ısının yayılması veya emilimi ile çalışırlar (Aydın ve ark., 2015). Sıvı-gaz geçişi sırasındaki hacim değişimi çok fazla olduğundan ve gazın depolanması için basınçlı depolama kaplarında gerçekleşen sorunlardan dolayı uygulamada kullanılmaz. Katı katı geçişlerinde ısı kristal yapının değişimi sırasında depolanır. Hacim değişimi genellikle katı sıvı geçişlerinden daha düşük olmasına karşın faz değiştirme entalpisi daha düşüktür (Sharma ve Sagara, 2005).

Gizli 1sı depolamada faz değiştiren materyaller (FDM) kullanılır. FDM'lerin gizli 1sı depolaması ve bu 1sıyı ihtiyaç halinde geri yayması için kullanılan ana prensip, maddenin faz değiştirmesidir (Liu ve ark., 2016).

FDM li ortamda gizli ısı depolama sisteminin depolama kapasitesi Q (J) aşağıdaki Eşitlik 3-4 ile hesaplanır (Sharma ve ark., 2009).

$$Q = \int_{T_i}^{T_m} mC_p dT + ma_m \Delta h_m + \int_{T_m}^{T_s} mC_p dT$$
(3)

$$Q = m[C_{sp}(T_m - T_i) + a_m \Delta h_m + C_{lp}(T_s - T_m)]$$
(4)

Q = Depolanan toplam 1s1 (J)

m = Kütle (g)

 $C_p = \ddot{O}zg\ddot{u}l$ 1s1 (J/g. °C)

 $T_i = Ilk \operatorname{sicaklık}(\mathbb{C})$

 $T_s = Son sicaklik (°C)$

T_m = Erime sıcaklığı (°C)

a_m = Erime kesri

 C_{lp} = Erime ve son sıcaklık arasındaki ortalama özgül ısı (J/g. °C)

 C_{sp} = Erime ve ilk sıcaklık arasındaki ortalama özgül ısı (J/g. C)

 Δh_m = Gizli 1s1 kapasitesi (J/g)

Gizli ısı depolamanın diğer termal enerji depolama tekniklerine göre üstün yönleri şu şekilde sıralanabilir (Feldman ve ark., 1986);

- Gizli ısı depolama diğer depolama sistemlerine göre daha küçük hacimlere sahiptir.
- Sabit bir sıcaklık aralığında depolama olanağı sağlar ve tersinir sistemler için daha uygundur.

1.1.3. Termokimyasal Enerji Depolama

Termokimyasal depolamada, enerji Eşitlik 5'de genel gösterimi verilen kimyasal reaksiyonlar vasıtasıyla depolabilir.

$$AB + ISI \leftrightarrow A + B \tag{5}$$

(6)

Endotermik reaksiyonda, AB dışardan sağlanan ısıyı emer ve A, B ürünlerine dönüşür. Bu oluşan ürünler ayrı ayrı depolanabilir. Bu prosesin tam tersi olan ekzotermik reaksiyonda, kimyasallar A ve B maddelerinin reaksiyonu sonucu başlangıçtaki AB nin oluşumu ile ısı açığa çıkar (Liu ve ark., 2016).

Termokimyasal prosesde depolanan ısının Q(J) miktarı aşağıdaki Eşitlik 6 ile verilebilir (Sharma ve ark., 2009).

$$Q = a_r m \Delta h_r$$

Q = Depolanan toplam 1s1 (J)

m = K it le (g)

 a_r = Reaksiyana giren kısım

 $\Delta h_r =$ Reaksiyonun endotermik ısısı

Endüstriyel uygulamalar, ısı taşınması, yüksek sıcaklıktaki güç santrallerinde, bina ısıtmalarında veya evde sıcak su için mevsimlik güneş ısısının depolanması gibi çeşitli uygulamalarda kullanılabilir (N'Tsoukpoe, ve ark., 2014).

1.2. Faz Değiştiren Maddeler (FDM)

Termal enerji depolamada FDM olarak kullanılabilmesi için, özellikle uygulama aralığında erime-donma sıcaklığına ve yüksek gizli ısı depolama kapasitesine ve uygulamaya bağlı olarak yüksek ısıl iletkenliğine sahip olmaları gerekmektedir. Bunun yanı sıra, pasif gizli ısı depolama sistemlerinin tasarımında kullanılacak FDM'lerin uygun termofiziksel, kinetik, kimyasal ve ekonomik özelliklerde olması gerekmektedir. FDM ler aynı zamanda kullanım süresi boyunca çevreyle etkileşimini en az düzeyde tutmak için istenilen çevresel özelliklere de sahip olmalıdır (Soares ve ark., 2013).

FDM seçiminde aşağıda bahsedilen kriterler göz önünde bulundurulmalıdır (Kenisarin ve Mahkamov, 2007; Soares ve ark., 2013);

- Erime noktası uygulama amacına uygun olmalı,
- Kimyasal yapıları kararlı olmalı,
- Faz ayrışımı olmadan tekrarlanabilir erime-donma özelliğine sahip olmalı,
- Yüksek termal iletkenliğe sahip olmalı ve iyi bir ısı transfer özelliği göstermelidir.

Faz değiştiren maddeler organik, inorganik ve ötektik olarak sınıflandırılır. Organik faz değiştiren maddeler parafinler ve yağ asitleri olarak tanımlanırlar. Çalışmalarda ilgi gösterilen başlıva yağ asitleri; kaprilik, kaprik, laurik, miristik, palmitik ve stearikdir. Genellikle, tuz hidratları inorganik faz değiştiren maddeler olarak kullanılırlar. Ötektik faz değiştiren maddeler organik-organik (Org.-Org.), organik-inorganik (Org.-İnorg) ve inorganik-inorganik (İnorg.-İnorg) olmak üzere üç guba ayrılmıştır (Soares ve ark., 2013). FDM lerin farklı çeşitleri için avantaj ve dezavantajları Çizelge 1.2'de verilmiştir.

FDM türleri	Alt gup	Avantajlar	Dezavantajlar
Organik bileşikler	Parafinler Yağ asitleri vs.	Doğrudan dahil edilebilirler. Gözenekli yapı malzemelerin içerisine emdirilebilir. Kimyasal olarak kararlı ve inert yapıdadırlar. Aşırı soğuma göstermezler. Korozif değillerdir. Zehirli değillerdir. Gizli ısı depolama kapasiteleri yüksektir. Erime sıcaklık aralıkları geniştir. Faz değişimi sırasında buhar basınçları düşüktür. Faz ayrımı oluşmaz. Çok sayıdaki termal döngüden sonra termal performansları değişmez. Uygun erime ve donma özellikleri gösterirler (parafin olmayanlar)	Termal iletkenlikleri düşüktür. Faz değişimi sırasında hacmi artar (parafinler). Yağ asitleri vs., parafinlerden pahalıdır. Bazıları yanıcıdır.
İnorganik bileşikler	Tuz hidratları	Gizli ısı depolama kapasiteleri yüksektir. Termal iletkenlikleri iyidir. Daha ekonomiktir. Yanıcı değillerdir.	Metallere korozif etkiye neden olurlar. Aşırı soğuma ve faz ayrımı oluşturabilirler. Çok sayıdaki termal çevrimleri sonucu termal performansları düşebilir. Destek materyali ve kap gerekir. Doğrudan dahil edilemezler.
Ötektik karışımlar	OrgOrg. Org İnorg. İnorg İnorg	Erime noktaları keskindir. Genellikle yüksek hacimsel depolama yoğunluğuna sahiptir.	Aşırı soğuma göstermez.

Çizelge 1.2.	Farklı	türlerdeki	FDM	lerin	avantaj	ve	dazavantajlarının
karşılaştırılması (Silva ve ark., 2016)							

<u>1. GİRİŞ</u>

Genellikle, FDM ler fiziksel durumlarındaki geçiş süreçlerine göre katıkatı FDM ler ve katı-sıvı FDM ler olarak sınıflandırılabilir. Bugüne kadar katı-sıvı FDM ler hakkında, tuz hidratları, parafinler ve yağ asitleri gibi malzemeler için 1. GİRİŞ

birçok çalışma yapılmıştır. Katı-katı FDM'ler, özelllikle de polimerik katı-katı FDM'ler, istenilen şekillerde kolay uygulanması, etkin akma-sızma koruması gibi üstün özellikleri ile dikkat çekmektedirler. Katı-katı FDM'ler fiziksel karışım oluşturma ve kimyasal modifikasyon yöntemleri ile üretilirler. Fakat fiziksel karışım yöntemiyle elde edilen katı-katı geçişe sahip FDM'lerde, tekrarlanan termal çevrimler sırasında faz ayrışması meydana gelebilmektedir. Kimyasal modifikasyon yötemi ise, FDM'nin erime noktasının üstünde sıvı halde iken akma sorununu önlemek amacıyla kimyasal olarak, sıvılaşmayı kimyasal aşılama, tutuklama ve çarpraz bağlama kopolimerizasyonu gibi bir yöntemle, bir destek polimeri üzerine bağlanmasıdır (Chen ve ark., 2014).

1.3. Mikrokapsülleme

Mikrokapsülleme, parçacıkların veya damlacıkların mikro boyutlarındaki (<1000 µm) mikrokapsül/mikropartikül olarak bilinen, kapsüllerini üretmek için bir film ile kaplanma prosesidir. Kapsüllerin nano boyutlarındaki (<1000 nm) nanokapsüller/nanopartiküller olarak bilinir. Organik faz değiştiren maddelerin mikro- veya nano-kapsüllenmeleri iki ana bileşenden oluşur. Biri polimer veya inorganik materyal kabuk malzemesi iken, diğeri de çekirdek malzemesi olan organik faz değiştiren maddelerdir. Mikrokapsülün yapısı ayrıntılı olarak Şekil 1.2'de gösterilmiştir. Kabuk malzemesi organik faz değiştiren maddeleri dış ortamdan gelen etkilere karşı korumak ve buharının dış ortama sızmasını engellemek için bir koruyucu olarak rol oynamaktadır. Mikro- veya nano-kapsüller küresel, tübüler veya oval gibi birkaç şekilde oluşturulabilirken düzensiz yapıda olabilmektedir. Bu metot, hassas malzemelerin korunmasında kullanılarak cisimlerin özelliklerinin korunmasını sağlarlar.



Şekil 1.2. Mikrokapsül yapısı (Zhang ve Wang, 2009)

-10 ile 80°C sıcaklıkları arasında eriyen organik faz değiştiren maddeleri mikro- veya nano-kapsülleri hazırlanabilir. Organik FDM'lerin fizikokimyasal özelliğine bağlı olarak mikro ve nano boyutta kapsüllenmesi fizikomekanik, kimyasal ve fiziko kimyasal yöntemler kullanılarak yapılmaktadır. (Khadiran ve ark., 2015).

Organik faz değiştiren maddelerin kapsüllenmeleri için en çok kullanılan kapsülleme teknikleri şunlarıdır (Sánchez-Silva ve ark., 2011);

- Püskürtmeli kurutma metodu,
- İn situ polimerizasyonu,
- Arayüzey polimerizasyonu,
- Süspansiyon polimerizasyonu,
- Emülsiyon polimerizasyonu,

1.3.1. Püskürtmeli Kurutma Metodu

Püskürtmeli kurutma metodu, aroma, lipit, karatenoid gibi bir çok besin maddesinin kapsüllenmesinde 2000'li yıllardan beri kullanılmaktadır. Püskürtmeli kurutma metodu sıvı ürünleri toz olarak elde edebilmek için sıcak gazda atomize eden tek basamaklı bir operasyondur. Gaz olarak genellikle hava veya çok seyreltilmiş inert azot gazı kullanılır. Başlangıçtaki sıvı püskürtücü bir solüsyon, emülsiyon veya süspansiyon olabilir. Püskürtmeli kutuma ürünlerinin çok ince toz (10-50 μm) veya daha büyük boyutlu parçacıklar (2-3 mm) olması, operasyon

koşullarına bağlıdır. Püskürtmeli kurutma tekniği gıda endüstrisinde su içeriğini ve aktivitesini azaltmasından dolayı birçok amaç için tercih edilir. Bunlar; gıdaların mikrobiyolojik dayanımı sağlamak, kimyasal ve biyolojik bozulmasını önlemek, depolama ve nakliye maliyetini düşürmek ayrıca yeni özellikte ürün elde etmek amacıyla kullanılmaktadır. (Gharsallaoui ve ark., 2007).

1.3.2. İn Situ Polimerizasyonu

Nanokompozit ve inorganik polimerlerin başarılı bir şekilde hazırlanması in situ gibi kimyasal metotlar kullanılarak yapılabilmektedir. Bu metot da, nanopartiküller bir monomer ile emdirilip daha sonra farklı polimerizasyon metotları kullanılarak gerçekleştirilmektedir. İnorganik materyallerin yüzeylerinin kapsüllenmesi icin birkac teknik kulanılmaktadır. Üretilen polimer nanopartikullerin moleküler ağırlıklarının kontrol edilebilmesi ve sulu ortamda monodisper dağılımını sağlayarak gerçekleştirebilmesinden dolayı bu tekniklerden en iyisi emülsiyon polimerizaysonu tekniği olarak önerilmektedir. Ayrıca, birçok polimer / inorganik kompozit ve kapsülün hazırlanması ve sentezi için in situ emülsiyon polimerizasyon tekniği kullanılmaktadır. (Bhanvase ve Sonawane, 2014).

1.3.3. Arayüzey Polimerizasyonu

Arayüzey polimerizasyonun da, iki reaktant polikondenzasyon da arayüzeyde karşılaşır ve hızlı bir şekilde tepkime verir. Bu metodun temelinde, açil klorür (R-CO-Cl) ve bir aktif hidrojen atomu içeren bileşik (amin veya alkol, poliesterler, poliüre, poliüretan gibi) arasında klasik Schotten Baumann reaksiyonudur. (Bansode ve ark., 2010).

1. GİRİŞ

1. GİRİŞ

1.3.4. Süspansiyon Polimerizasyonu

Bu teknikte FDM'nin kapsüllenmsi; suda çözünmeyen fazın sulu fazın içerisine damlatılmasıyla gerçekleştirilmesidir. Bu damlalar sulu fazda kararlılığın bozulmasını ve karışımın güçlü çalkalanmasını sağlar. Daha sonra polimerizasyon tamamlanana kadar istenilen sıcaklık ayarına getirilir. Partiküllerin ortalama parçacık boyutları \overline{d} [m], karıştırma hızındaki değişiklik (N [ms⁻¹]), monomer fazının hacim fraksiyonu (R), konsantrasyon dengesi (C_s [kg m³]), damlanın vizkozitesi (ϑ_d [cP]), süspansiyon ortamının vizkozitesi (ϑ_m [cP]) arasındaki ilişki aşağıdaki eşitlikle verilir (Jamekhorshid ve ark., 2014);

$$\bar{d} = k \frac{D_v R \vartheta_d \varepsilon}{D_s N^2 \vartheta_m C_s}$$
⁽⁷⁾

 \overline{d} = Partiküllerin ortalama parçacık boyutu (m)

k = Aparat tasarımı, karıştırıcı tipi, self-stabilizasyon

D_v = Kabın çapı (m)

 $D_s = Karıştırıcının çapı (m)$

 $\varepsilon =$ İki karışmayan faz arasındaki arayüzey gerilimi (N.m⁻¹)

1.3.5. Emülsiyon Polimerizasyonu

Emülsiyon çözeltileri iki farklı fazın birbiri içerisinde dağılması ile oluşmaktadırlar. Emülsiyonlar farklı fazların oranlı uzaysal dağılımına göre uygun bir şekilde sınıflandırılabilir. Sulu fazda dağılmış yağ damlacıklarını içeren bir emülsiyon, suda yağ emülsiyonu (Yağ/Su fazı) olarak bilinirken, bir yağ fazda dağılmış su damlacıkları mevcut sistemde yağda su emülsiyonu (Su/Yağ fazı) olarak adlandırılır.

Emulsiyon polimerizasyon tekniğinde mikro parçacıkların üretimi için jelleşme prensibi izlenerek gerçekleştirilir. Başlangıçta, sulu bir polimer çözeltisi

<u>1. GİRİŞ</u>

emilgatörler aracılığıyla karışmayan organik fazda, örneğin yağ fazında, dağıtılır. Jel oluşumu; sıcaklık kontrolüyle veya emülsiyon içerisine jelleştirici madde ilavesi ile başlatılır. Bu teknik kolay olduğundan endüstriyel uygulamalar için avantajlıdır. Emülsiyon polimerzasyonu mikroakışkan teknolojisinde mikro boyutta kullanılan damla kanallarının ve diğer mikro ölçekli tesisatların kontrolüne önemli avantaj sağlar. Ancak bu yöntemde; partikül boyut aralığının büyük olması dezavantajdır. Bu nedenle parçacık boyutu ve dağılımının kontrol altına almak için mikro akışkan teknolojisinden yararlanılmaktadır. Bu metot da, karıştırma oranı, hızı, çözeltinin vizkozitesi, polimer konsatrasyonu, sıcaklık gibi etkenler önemli parametreleridir (Brun-Gaeppi ve ark., 2011).

1.4. Gıda Paketlerinde Mirokapsüllenmiş FDM Kullanılması

Paket sistemi sadece gıda ürününü saklamak için değil, aynı zamanda onu korumak ve tasarımı ile doğrudan tüketicinin satın alma kararını etkilemeye çalışılmak için kullanılır. Bu yüzden paket tasarımları fiyatı arttırmayacak şekilde, insanlığa faydalı olacak şekilde geliştirilmelidir (Da Cruz ve De Faria, 2007).Paketlenen gıdaların kalitesinin ve güvenliğinin korunmasında mirokapsüllenmiş FDM kullanılması önemli rol oynayabilir. Paket koruma sisteminin dış atmosfer ve gıda arasında bariyer gibi olan fonksiyonlarının bütünleşmiş parçası olarak görev alabilir.

Kolay bozulabilen soğuk zincirli ürünlerde yanlış sıcaklık uygulanması, gıda kalitesinin ve güvenliğinin bozulmasına yol açabilir. Bu kalite değişimi mikroorganizmaların artışı, olgunlaşması, solunumu, solması, lipit oksitlenmesi, nem kaybı gibi etkenlere neden olmaktadır. Paketleme çabuk bozulabilen ürünlerin sıcaklık kontrollerinde aktif rol oynayabilir. Fakat ürün paketleme işlemi için kullanılan standart materyallerin (ahşap, plastik gibi) sıcaklık kontrol kapasitesi sınırlıdır. Bu kapasiteyi arttırmak ve istenilen sıcaklığı korumak için faz değiştiren maddeler ile termal enerji depolamadan yararlanabilir. Genellikle, soğutulmuş gıda ürünleri 0 ve 6℃ arasında depolanır. Bu sıcaklık aralığını koruyabilecek uygun
FDM nin faz değiştirme sıcaklığının 4-8 °C arasında olması gerekir. (Hoang ve ark., 2015).

Polimer nanokompozitler ayrıca gıda paketleme materyalleri olarak kullanılabilirler. Gıda ambalajlarını kullanma amacına bağlı olarak dört katogoride incelenmektedir (Huang ve ark., 2015).

1.5. Gıda Ambalajı Isı Geçişi Hesaplamaları

Gıda ambalajı duvarından dış ortama ısı aktarımının sürekli rejimde tek boyutlu iletimle gerçekleştiği kabul edildiğinde, duvardaki sıcaklık dağılımısı denkleminin çözülmesi sonucunda elde edilir. Duvar içinde ısı üretimi olmadığında, bu koşullar için ısı denklemi Eşitlik 8 ile ifade edilir.(Incropera ve Dewitt, 2006)

$$\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}x}\left(\mathrm{k}.\frac{\mathrm{d}T}{\mathrm{d}x}\right) = 0 \tag{8}$$

k = Isı iletim katsayısı (W/m. °C) $\frac{dT}{dx} = x \text{ doğrultusunda sıcaklık gradienti}$

Ambalaj malzemesinin ısı iletim katsayısı sabit kabul edilirse, çözümü elde etmek için iki kez integral alındığında x'e bağımlı sıcaklık dağılımını veren Eşitlik 9'dan elde edilir (Incropera ve Dewitt, 2006).

$$\mathbf{T}(\mathbf{x}) = \mathbf{C}_1 \mathbf{x} + \mathbf{C}_2 \tag{9}$$

T(x) = x doğrultusunda sıcaklık dağılımı (°C) C₁ ve C₂ = Yüzeylerin özgül ısısı (J/g. °C)

 C_1 ve C_2 integrasyon sabitlerini bulmak için sınır koşulları gereklidir. x = 0 ve x = L'de birinci tür sınır koşulları kullanıldığında (Incropera ve Dewitt, 2006):

 $T(0) = T_{s,1}$ ve $T(L) = T_{s,2}$

x = 0 koşulu uygulandığında,

$$\mathbf{T}_{\mathbf{s},\mathbf{l}} = \mathbf{C}_2 \tag{10}$$

x = L koşulu uygulandığında,

$$T_{s,2} = C_1 L + C_2 = C_1 L + T_{s,2} \text{ ise;}$$
(11)

$$C_1 = \frac{T_{s,2} - T_{s,1}}{L}$$
(12)

L = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzeyin kalınlığı (m)

 $T_{s,1}$ = Yüzeyin ilk sıcaklık (°C)

 $T_{s,2}$ = Yüzeyin son sıcaklık (°C)

 C_1 ve C_2 = Yüzeylerin özgül 1sısı (J/g. °C)

Sabitler çözümde yerlerine konulduğu zaman sıcaklık dağılımı Eşitlik 13'deki gibi elde edilir (Incropera ve Dewitt, 2006).

$$T(x) = (T_{s,2} - T_{s,1}) \frac{x}{L} + T_{s,1}$$
(13)

T(x) = x doğrultusunda sıcaklık dağılımı (°C)

L = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzeyin kalınlığı (m)

 $T_{s,1} = Y$ üzeyin ilk sıcaklık (°C)

 $T_{s,2} = Y$ üzeyin son sıcaklık (°C)

Bu sonuçtan, ısı üretimsiz bir boyutlu ve ısı iletim katsayısının sabit olduğu düzlemsel bir ambalaj duvarında sürekli rejim ısı iletiminde sıcaklığın x ile

doğrusal olarak değiştiği görülmektedir. Sıcaklık dağılımınıdan yararlanarak Fourier Yasası'dan iletimle geçen ısıyı Eşitlik 14'den hesaplayabiliriz (Incropera ve Dewitt, 2006).

$$q_x = \left(-k.A.\frac{dT}{dx}\right) = \frac{k.A}{L}(T_{s,1} - T_{s,2})$$
 (14)

 $q_x = x$ doğrultusunda taşınımla ısı akısı (W/m²)

A = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzey alanı (m^2)

L = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzeyin kalınlığı (m)

k = Isi iletim katsayısı (W/m. °C)

 $\frac{dT}{dx} = x$ doğrultusunda sıcaklık gradienti

 $T_{s,1} = Y$ üzeyin ilk sıcaklık (°C)

 $T_{s,2} = Y$ üzeyin son sıcaklık (°C)

Eşitlik 14'de bize elektrik akımı ile ısının yayılması arasında benzerlik olduğunu göstermektedir. Bir elektrik direnci ile iletken elektrik arasındaki ilişki ısıl dirençle ısı iletkenliği arasında benzerlik olduğu görülmektedir. Direnç, potansiyel farkının akıma oranı olarak ele alınırsa, Eşitlik 14'den ısı iletim direncinin Eşitlik 15'deki gibi olduğu anlaşılır (Incropera ve Dewitt, 2006).

$$R_{t,iletim} = \frac{T_{s,1} - T_{s,2}}{q_x} = \frac{L}{k.A}$$
 (15)

 $q_x = x$ doğrultusunda taşınımla ısı akısı (W/m²)

A = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzey alanı (m^2)

L = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzeyin kalınlığı (m)

k = Isi iletim katsayısı (W/m. °C)

 $T_{s,1} = Y$ üzeyin ilk sıcaklık (°C)

 $T_{s,2}$ = Yüzeyin son sıcaklık (°C)

R_{t,iletim} = Isı iletim direnci (K/W)

Benzer şekilde, Ohm yasası benzer sistemdeki elektrik iletimi için elektrik direnci Eşitlik 16'da görülür (Incropera ve Dewitt, 2006),

$$R_e = \frac{E_{s,1} - E_{s,2}}{I} = \frac{L}{\sigma \cdot A}$$
(16)

 $R_e = Elektrik direnci (\Omega)$

I = Akım şiddeti (A)

A = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzey alanı (m²)

L = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzeyin kalınlığı (m)

E_{s,1} = Yüzeydeki ilk enerji (J)

 $E_{s,2} = Y$ üzeydeki son enerji (J)

 σ = Stefan-Boltzmann sabiti (5,67. 10⁻⁸ [W/(m².°C⁴)]

Newton soğuma yasasından (Eşitlik 17), ısı taşınım direncinin de Eşitlik 18 gibi gösterilebilir (Incropera ve Dewitt, 2006).

$$q = h.A.(T_s - T_{\infty})$$
⁽¹⁷⁾

q = Taşınımla ısı akısı (W/m²) h= Isı taşınım katsayısı (W/m². °C) A = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzey alanı (m²) T_{∞} = Yüzeyden yeteri kadar uzakta akışkanın sıcaklığı (°C) T_{s} = Yüzey sıcaklığı (°C)

$$R_{t,taşınım} = \frac{T_s - T_{\infty}}{q} = \frac{1}{h.A}$$
(18)

h= Isı taşınım katsayısı (W/m². °C)

q = Taşınımla ısı akısı (W/m²)

A = Isı geçişi doğrultusuna dik yüzey alanı (m^2)

 T_{∞} = Yüzeyden yeteri kadar uzakta akışkanın sıcaklığı (°C)

 $T_s = Y$ üzey sıcaklığı (°C)

R_{t,taşınım} = Isı taşınım direnci (K/W)

Bu eşitliklerden sonra artık taşınıma sahip düzlemsel bir yüzey için eşdeğer ısıl devresi şeklinde gösterilebilir. $T_{\infty,1}$ - $T_{\infty,2}$ toplam sıcaklık fark ve toplam ısıl direnç (R_{top}) olarak geçen ısı Denklem 19'daki ifade ile gösterilebilir (Incropera ve Dewitt, 2006).

$$q_x = \frac{T_{\infty,1} - T_{\infty,2}}{R_{top}}$$
(19)

 $q_x = x \text{ doğrultusunda taşınımla ısı akısı (W/m²)}$ $R_{top} = \text{Toplam ısıl direnç (K/W)}$ $T_{\infty,1} - T_{\infty,2} = Y$ üzeyden yeteri kadar uzakta akışkanın sıcaklık farkı (°C)

Eşitlik 19 verildikten sonra ısı temas direnci ihmal edilen gıda ambajın ısı geçişi, Eşitlik 20'de verilen bir boyutlu seri karma yüzeyin ısı geçişi ile ifade edilebilir (Incropera ve Dewitt, 2006).

$$q_{x} = \frac{T_{\infty,1} - T_{\infty,4}}{\sum R_{t}}$$
(20)

 $q_x = x$ doğrultusunda taşınımla ısı akısı (W/m²)

 $T_{\infty,1} - T_{\infty,4} = Y$ üzeyden yeteri kadar uzakta akışkanın sıcaklık farkı (°C) $\sum R_t = E$ ş değer toplam direnç (K/W)

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Masia ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, zein (bir mısır protein) ve dodekan (-10 °C'de geçiş sıcaklığına sahip bir FDM olarak parafin) bazlı mikroaltmikro ve nanokapsülleme yapıları elde etmek için metodlarını optimize etmiştir. Sonuçlar dodekanın farklı şartlar altında matrisin zein içinde düzgün kapsüllendiğini gösterir. Bu kapsülleme teknolojileri soğuk zinciri korumak için sıcaklık kontrolünün yapılmasıyla yeni akıllı ambalaj malzemeleri geliştirmek amacıyla gıda endüstrisinde ilgi çekmektedir (Perez-Masia ve ark., 2013).

Melone ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, bozulabilen ürünlerin soğuk depolanması için faz değiştiren maddelerden (erime noktası 4-10 °C) selülozik kompozitli malzemenin hazırlanması üzerine çalışmışlardır. Isıl tamponlama özellikleriyle ambalaj malzemelerinin geliştirilmesi soğuk zincir içeren gıdaların taşınması esnasında kontrol edilemeyen problemleri ele almak için güçlü bir çözüm sunar. Elde edilen ürünlere DSC ölçümleri ve ısı aktarım testleri uygulanmıştır. Ürünler, 2 cm kalınlığında benzer bir selüloz malzeme ile kıyaslandığında ürünlerin zaman içinde 10 kata kadar iç sıcaklığını koruyabildiği gözlenmiştir. Burada ele alınan deneysel sonuçlar ile soğuk depolama ambalajlama tasarımında yapıtaşı olarak mikro kapsüllü FDM-selüloz kompozitin üretiminde kolay bir yol önerilmiştir (Melone ve ark., 2012).

Güler ve Kut yaptığı çalışmada, kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak doğal polimerik malzeme olan jelatin-arap zamkı kabuk materyali içerisine yağ asidi ötektik karışımları (erime noktası (-20)-30 °C) (kaprik asit-palmitik asit) hapsedilerek, mikrokapsül eldesi sağlamışlardır. Mikrokapsüllenmiş FDM'lerin ev tekstili amaçlı kullanılacak %100 poliester perdelik kumaşa emdirme yöntemi ile aplikasyonu gerçekleştirilmiş ve ortamın ısıtma-soğutma yükünü azaltmayı amaçlamışlardır. Daha sonra mikrokapsüllerin morfolojik ve kimyasal yapıları ile termal özelliklerini, SEM, FT-IR ve DSC ile karakterize etmişlerdir (Guler ve Kut, 2011).

Pan ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, gizli ısı depolama için faz değiştiren malzeme olarak yağ asidinin mikrokapsülasyonu üzerine çalışmışlardır. Kabuk maddesi olarak melamin-formaldehit (MF) reçinesi ve çekirdek maddesi olarak da laurik asidin (LA) (erime noktası 44,9 °C) mikrokapsülleri polimerizasyon yöntemiyle gizli ısı termal depolama için FDM olarak hazırlanmıştır. Elde edilen mikrokapsüllerin yüzey morfolojisi, tanecik boyutları, ısıl özellikleri, ısıl döngüsü ve ısı izolasyon testi karakterize edilmiştir. Taramalı elektron mikroskop analizleri elde edilen mikrokapsüllerin küresel bir şekle sahip olduğunu göstermiştir. DSC ölçümü kapsüllü LA'nın çekirdek bileşiminin % 46.2 ve gizli ısısının 84.96 J/g olduğunu göstermiştir. Hızlandırılmış ısıl döngü testi kapsüllü LA'nın erime sıcaklığının 70 ısıl döngüden sonra pek bir değişiklik göstermediğini ortaya koymuştur. Sonuçlar MF/LA mikrokapsüllerinin gizli bir ısı depolama malzemesi olarak iyi bir potansiyele sahip olduğunu göstermiştir (BAO ve ark., 2011).

Fan ve Zhou yaptığı çalışmada, tetrakloroetilenin poli(üre-formaldehit) mikrokapsülleme üzerine emülgatörün etkisini incelemişlerdir. İç faz olarak tetrakloroetilen içeren mikrokapsüller ön polimerizayon olmaksızın üreformaldehitin (ÜF) islem sürecinde polimerizasyonu ile hazırlanır. Mikrokapsüllerin morfolojisi ve mikrokapsülleme prosesi üzerine farklı emülgatörlerin etkileri incelenmiştir. Sonuçlar emülgatörün arap zamkının (GA) mikrokapsüllerin pürüzsüz ve yoğun yüzeyine yol açabilen yağ/su ara yüzey üzerindeki reçinenin birikme hızını etkin bir şekilde yavaşlatabildiği gösterir. GA'nın yüzey aktivitesi sodyum dodesil benzen sülfonat ve arap zamkının kompleks oluşumuyla da geliştirilmiştir. Mikrokapsüller yoğun mikroyapıyla kapsül duvarının oluşumunun bir sonucu olarak koruyucu ve iyi termal özellik göstermiştir (Fan ve Zhou, 2011).

Gin ve Farid yaptığı çalışmada, donmuş gıdanın depolama şartlarını geliştirmek için FDM (faz değiştirme sıcaklığı -15.4 °C) panellerinin kullanımı üzerine çalışmışlardır. 2 hafta boyunca her 24 saatte bir tekrarlanan güç kaybı esnasında dondurucunun iç duvarlarına yerleştirilen faz değiştiren malzeme (FDM)

panellerinin etkisi incelenmiştir. FDM panellerini içeren bir dondurucuda dondurucu hava sıcaklığı ve ürün sıcaklığının karşılaştırılmaları FDM içermeyen bir dondurucuya göre daha düşük sıcaklık dalgalanmaları göstermiştir. Vanilyalı dondurmanın 1L bloklarındaki buz kristal boyutu ve sığır etinin 1x1 cm'lik küpler içinde damla kaybı ölçülerek ürün analizleri yapılmıştır. Damla kaybı, toplanmış damla tartılarak ve örnekler santrifüjlenerek ölçülmüştür. Buz kristalinin çap analizleri görüntü analizi ve mikroskop aracılığı ile yapılmıştır. Etin içinde damla kaybının daha düşük olduğu bulunmuştur. Dondurma içindeki buzun kristal boyutları FDM olmadan karşılaştırıldığında, FDM'li olanın dondurucuda daha küçük olduğu bulunmuştur (Gin ve Farid, 2010).

Alay ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, yapmış oldukları çalışmada, poli(etil akrilat) polimeri kabuk maddesi olarak kullanılırken, çekirdek maddesi olarak n-hekzadekan (erime sıcaklığı 18,2 °C) kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin sentezinde üç farklı çapraz bağlayıcı uygulanmıştır. Üretilen mikroFDM'ler FT-IR, SEM kullanılarak karakterize edilmiştir. MikroFDM'lerin ısıl özellikleri ise diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yöntemi ile belirlemişlerdir (Alay ve ark., 2009).

Johnston ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, gıda ambalajlarında ısıl tamponlama için kompozit nano yapılı kalsiyum silikat faz değiştiren malzemeler üzerine çalışmışlardır. Çalışmada karton ambalajlama için etkin ısıl tamponlamayı sağlaması amacıyla yeni bir nano yapılı kalsiyum silikat (NCS) faz değiştiren kompozit malzemeleri geliştirilmiştir. Buradaki karton ambalajlama tedarikçiden pazara kadar olan dondurulmuş kolay bozulan gıdaların taşıma ve geçici depolanması esnasını kapsamaktadır. NCS yüksek gözenek hacmine ve sıvı absorpsiyonuna sahip birarada istiflenmiş nano boyutlu trombositlerden oluşan tescilli bir malzemedir. Alkan faz değiştiren malzemeler (OCMs) absorplar ve serbest gizli ısı enerjisini (160-190 J/g⁻¹) ısı depolamada kullanabilir. Ayrıca serbest uygulamaları toksik değildir ve çalışma sıcaklık aralıkları hidrokarbon zincir uzunluğu ile ayarlanabilir. NCS ağırlıkça % 300 düzeyinde oldukça

gözenekli NCS matris içerisine NCS alkan FDM'nin (erime noktası 8 °C) birleştirilmesiyle sıvı faz içeren bu önemli sorun çözülmüştür. Karton bir konteyner yapılmış ve dış sıcaklığı 23 °C ye yükseldikten sonra 10 °C de 5 saat boyunca konteyner içindeki sıcaklığı korumak için yeterli ısıl tamponlama kapasitesi sağlanan 400g NCS-300PCM kompozit içeren altı kabarcık paket ile kaplanmıştır. Konteyner 2 kg kuşkonmaz ile doldurulduğu zaman bozulabilen gıda için benzer bir performans elde edilmiştir. NCS-300 PCM kompozit bu yüzden karton bir konteynerde kolay bozulan gıda için yeterli ısıl tamponlama sağlamıştır. Ayrıca NCS-300 PCM kompozit tedarikçiden pazara kadar yolda taşıma ve geçici depolama esnasında 10°C nin altında kalmıştır (Johnston ve ark., 2008).

Özonur ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, koaservasyon yöntemi kullanılarak doğal polimerik malzeme olan jeatin-arap zamkı kabuk materyali içerisine yağ asidi doğal hindistan cevizi yağ asidi (erime sıcaklığı 22–24 °C) hapsedilerek, mikrokapsül eldesi sağlamışlardır. Daha sonra mikrokapsüllerin morfolojik ve kimyasal yapıları ile termal özelliklerini, optik mikroskop, FT-IR, termal enerji depolama uygunluğunu su ve hava banyosu yöntemi ile elde edilen erime donma eğrileri yardımıyla karakterize etmişlerdir (Özonur ve ark., 2006).

Oró ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, ticari dondurma kutularının faz değiştiren maddeler (erime sıcaklığı -21.3 °C) kullanılarak paketleme testleri ve tasarımları gerçekleştirilmiştir. Bir matematik modeli deneysel veriler ile doğrulamışlardır ve bunun takibinde tasarım proseslerinin parametrik çalışmaları yapılmıştır. Deney sonuçlarında, FDM paketlerinin kullanımı dondurmanın dondurucunun dışında olduğu zaman kalitesi için yararlı olduğunu göstermişlerdir (Oró ve ark., 2013).

Oró ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, faz değiştiren madde (erime sıcaklığı -18 °C) kullanarak ticari dondurucuların termal performanslarını geliştirmişlerdir. Dondurucunun farklı yerlerine 10 mm çapında paslanmaz çelik paneller yerleştirmişlerdir. FDM nin kullanımı dondurulmuş ürünlerin kabul

edilebilir düşük sıcaklıkta (4-6 °C) dondurucuda elektrik kesintisinde 3 saat boyunca koruyabilmişlerdir. (Oró ve ark., 2012).

H.M. Hoang ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada, kütle oranlarında iki farklı FDM ile kapsüllenmiş FDM materyalinin (plikaprolakton PCL de rubitherm RT5 mikrokapsüllenmiştir) termal davranışını çalışmışlardır. Bu model kontrol edilen hava sıcaklığı durumları altında ısıtma ve soğutma deneyleri tarafından onaylanmıştır. Bu sayısal sonuç standart paket malzemesi (karton) ile kıyasla kapsüllenmiş FDM materyaliyle daha iyi termal koruma göstermiştir (Hoang ve ark., 2015).

N. Soares ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada, farklı FDM ler (serbest FDM–Rubitherm RT25 HC; erime sıcaklığı 27.55 °C) ve mikrokapsüllenmiş FDM-Mikronal DS 5001 X; erime sıcaklığı 25.67 °C) ile Şekil 2.1'de gösterilen kutulara doldurulmuş birimlerin küçük termal enerji depolama (TED) sayesinde serbest çalışan ve mikrokapsüllenmiş FDM'ler olarak değerlendirilmiştir. Bu deney sonuçları binalar için yeni TED sistemlerinin optizasyonu ve tasarımında kullanılmasında sayısal değerlerin onaylanması ve kıyaslanmasında çok faydalıdır. Bu sonuçlar depolama boyunca termal düzenlenme etkisi, geri kazanmada aşırı soğuma etkisi ve her iki proses boyunca doğal ısı yayma etkisini düşünerek çeşitli bina uygulamaları için düzenlenmiş FDM nin daha iyi olmasına izin verir. Depolama boyunca üç uygulama üzerindeki boşlukların görünüş oranlarının etkisi olan sıcak yüzeyin üzerindeki kontrol sıcaklığı, termal düzenlenme periyodu, merkezindeki FDM'nin erimesi için gerekli olan zaman araştırılmıştır. Geri kazanma boyunca ise merkezindeki FDM'nin donması için gereken zaman, kristallenmenin başlaması için gereken zaman, aşırı soğuma periyodu, aşırı soğumadan sonra faz değiştirme sıcaklığı, aşırı soğuma olduğu için soğutulma sıcaklığı ile donma sıcaklığının arasındaki fark olarak beş parametre değerlendirilmiştir. FDM'lerde doğal ısı yayması şarj sürecini iyi tanımlamak için her simülasyonda düşünülmesi sonucuna varılmıştır. Geri kazanma sırasında, aynı zamanda aşırı soğuma düşünülmesi gerektiği belirtilmiştir. Doğal ısı yayma ve aşırı soğuma etkileri mikrokapsüllenmiş FDM ler ile doldurulmuş boşluklar modellendiği zaman ihmal etmişlerdir (Soares ve ark., 2016).



Şekil 2.1. FDM kutuları olarak kullanılan test örneklerinin alüminyum krokileri

B. Copertaro ve çalışma arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada, dış iklim koşulları nedeniyle (radyasyon ve sıcaklık), soğutmalı konteynırlarda depolanır. Gemiler karayolu veya tren yolu ile taşıma süresinde yolda depolama boyunca yüksek termal gerilime maruz bırakılmıştır. Yüksek termal yük sonucu elektrik ve yakıt enerjisi tüketimi atmosfer içerisindeki sera gaz emisyonları üzerinde büyük bir etkisi oluşturmuştur. Araştırmaların amacı daha önce onaylanmış sonlu elemanlar metodu (Finite Element Method (FEM)) kullanılarak geleneksel soğutmalı konteynır kılıfları ile FDM nin uygulamalarından faydalı enerji kaynaklarıyla ilişkilendirerek teorik olarak değerlendirmişlerdir. Özellikle sayısal analiz maruz kalınan iklim koşullarında FDM lerin farklı çeşitleri için gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda bu çalışmada, İtalyan iklim bağlamında FDM (RT35HC) (erime sıcaklığı 35 °C) ile soğutmalı konteynır bölmelerinin termal performansın tahmininde kullanılması için bir sayısal araç sağlanmıştır. Deneysel analiz sayısal modelin doğruluğunu test etmek ve doğrulamak amacıyla yürütmüşlerdir. Sonuçlarda 20'lik bir ISO konteyner bölmesi FDM uygulamasını azaltmak ve sadece yalıtkan malzeme ile donatılmış geleneksel bir bölme ile ilgili olarak günlük ısı yükünün fazlar kaymasını göstermektedir. Bu veriler neticesinde günlük enerji azaltma oranlarını % 4.55-4.74 olarak bulmuşlardır (Copertaro ve ark., 2016).

W. Chalco-Sandoval ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada, faz geçişi -1.5 °C'de olan bir FDM süper soğuk gıda uygulamaları için termal enerji depolama sistemlerini geliştirmek amacıyla elektro-hidrodinamik prosesi ile polikaprolakton (PCL), polistiren (PS) ve yüksek ekili polistiren (HIPS) kabuk malzemeleri içerisinde kapsüllemişlerdir. Farklı solventler, aşırı soğuma derecesi ve termal davranış, ısı depolama kapasitesi, morfoloji şartlarında elde edilen yapıların özellikleri direk bir şekilde etkisinin görülmesi için elektrospin solüsyonlar hazırlamışlardır. Hibrit yapıların, farklı fizikokimyasal yapıların solventleri (dielektrik sabiti, çözünürlük ve vizkozite gibi özellikler) geliştirmenin ısı yönetim özelliklerini geliştirmek için bir strateji olarak uygun oranlarda karıştırılmıştır. En iyi kapsülasyon verimi PCL-tabanlı hibrid yapılar için elde edilmiştir. Bu sonuçlar bize, anonim FDM nin polimerik matriks içerisinde ~%92 lik verimle etkili bir şekilde kaldığını göstermiştir (Chalco-Sandoval ve ark., 2015).

T. Zhou ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada, alçıpandan deforme olmayan ince lamine kompozit FDM'lerin (erime sıcaklığı 22-26 °C) termal değerlendirmesi gerçekleştirilmiştir. Bu teorik çalışmalar FDM kaplı tabakaların farklı kalınlıklardaki analizi ve enerji depolama ve boşaltma işlemleri sırasında bunlara karşılık gelen ısı aktarım oranlarını incelemişlerdir. Aynı zamanda basit bir yaklaşım olarak çeşitli durumlar altında uygun kalınlıklarda FDM tabakalarını belirlemeye çalışmışlardır. Deneysel çalışmalarını doğrulama amacıyla, alçıpandan oluşan lamine FDM takası (4 mm) doğal ortam şartlarında değerlendirilmiştir. FDM tabakası maksimum ısı değişimini 15.6 W/m² ve maksimum ısı depolamasını 363.7 kJ/m² olarak yapmayı başarmışlardır. Aynı zamanda sıcaklık azalması değerlendirilen alçıpandan yapılmış lamine FDM ler kullanılarak inşa edilen model odada 1.8 °C deki sıradan alçıpandan yapılmış olan oda ile karşılaştırıldığında 5 °C maksimum ısı azalımı görülmüştür. Hatta depolanan enerjinin yaklaşık %25'i hedeflenen süre içinde serbest kalamamasına rağmen genel olarak alçıpandan oluşturulan FDM lerin termal performansı oldukça dikkat

çekmiştir. Ayrıca ısı transfer arttırma mekanizması enerjinin boşalma prosesi için gerekli olduğunu öngörmüşlerdir (Zhou ve ark., 2015).



3. MATERYAL VE METOD

3.1. MATERYAL

Bu çalışmada, mikrokapsül sentezlerinde kullanılan kimyasalların markaları ve gıda ambalajları uygulamalarında kullanılan malzemeler aşağıda başlıklar halinde verilmiştir.

3.1.1. Mikrokapsül Sentezinde Kullanılan Kimyasallar ve Markaları

Bu tezde yapılan çalışmalarda kullanılan kimyasallar ve üreticileri şu şekildedir; Tetradekan (Merck, Almanya), pentadekan (Merck, Almanya), hekzadekan (Merck, Almanya), heptadekan (Merck, Almanya), oktanoik asit (Sigma, Amerika ve Merck, Almanya), üre (Tekkim, Türkiye), melamin (Sigma, Amerika), formaldehit (Merck, Almanya), resorcinol (Sigma, Amerika), etil akrilat (Merck, Almanya), etilenglikoldimetakrilat (Merck, Almanya), tersiyerbütilhidroperoksit (Merck, Almanya), demir (II) sülfat heptahidrat (Panreac, İspanya), triton X-100 (Merck, Almanya), amonyum persülfat (Merck, Almanya), sodyum tiyosülfat (Merck, Almanya).

3.1.2. Alüminyum Folyo

Alüminyum folyo (Şekil 3.1), faz değiştiren maddeyi paketlemek amacı ile kullanılmıştır. Kullanılan folyo sıcaklık ve basınç yardımıyla kemarları yapıştırılarak FDM yi paketlemek için kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Alüminyum folyo

3.1.3. Gıda ambalajının özellikleri

Karton kutu, ambalaj malzemesi olarak ara yüzeyinde özel bölmeler oluşturarak kullanılmıştır. Gıda ambalajının diğer özellikleri Çizelge 3.1'de verilmiştir. Tasarlanan gıda ambalajının şematik görüntüsü Şekil 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Gıda ambalajının özellikleri (Ashby, 2012)									
Yoğunluk	Isı İletkenlik Katsayısı	Özgül 1s1 kapasitesi							
(kg/m ³⁾)	(W/m.K)	(C_p) (J/kg.K)							
670	0,065	1,340-1,400							





Şekil 3.2. Gıda ambalajının tasarımı

3.2. Metod

3.2.1. Gıda Ambalajlarına Uygun FDM'lerin Belirlenmesi

Erime noktası yaklaşık 4-25 °C arasında olan yağ asitleri, parafinler ve parafin-yağ asidi karışımları mikrokapsül çekirdek maddesi olarak kullanılması gıda ambalajlama için uygun olduğu görülmektedir. Bu FDM'lerin gıda ambalaj içeriğinde kullanılabilme sıcaklık aralığının belirlenebilmesi ve gizli ısı depolama kapasiteleri belirlenmesi için FDM'lerin termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) tarafından incelenmiştir. Ambalaj içeriğinde kullanılan FDM'lerin faz değiştirme sıcaklıkları kadar önemli olan gizli ısı depolayabilme kapasiteleri DSC ile belirlenmiştir.

3.2.2. Differansiyel Taramalı Kalorimetre, DSC

DSC, termal kritik noktaları (erime ve donma noktası, maddelerin belirli ısı geçişi sırasındaki sıcaklık entalpisini) belirlemek için kullanılır. Bu çalışmada, Niğde Üniversitesi merkezi araştırma laboratuvarındaki Perkin-Elmer DSC-4000 model ve Gaziosmanpaşa Üniversitesindeki Kimya bölümündeki Perkin-Elmer DSC 4000 model DSC kullanılmıştır (Şekil 3.3). Ölçümler -30-60 ℃ ve 0-60 ℃ aralığında ısıtma ve soğutma oranı 5 ℃/dk olarak yapılmıştır.



Şekil 3.3. Differansiyel Taramalı Kalorimetre

3.2.3. Mikrokapsül Sentezi

Bu çalışmada, ambalajlama ürünlerine ısı depolama ve ısı düzenleme özelliği kazandırmak amacıyla, faz değiştiren madde içeren mikrokapsül (mFDM) üretimi gerçekleştirilmiştir.

Mikrokapsüllerin hazırlanmasında emülsiyon polimerizasyonu metodu kullanılmıştır (Fan ve Zhou, 2011; Konuklu ve ark., 2014). Üre-formaldehit, melamin-formaldehit, (üre+melamin)-formaldehit, stiren, (stiren+etil akrilat) polimerler (kabuk maddeleri) iken, faz değiştiren madde olarak (çekirdek madde) oktanoik asit, tetradekan, pentadekan, hekzadekan, heptadekan ve kokonat yağı içeren enerji depolama/yayma özelliğine sahip mikrokapsül üretimi (Şekil 3.4) gerçekleştirilmiştir. Çalışmada beş farklı polimer türü için üç farklı emülgatör, çapraz bağlayıcı türü ve değişik çekirdek:kabuk madde oranları kullanılarak toplam da 34 farklı mikrokapsül sentezlenmiştir. Mikrokapsüllerin çalışılma amaçlarına göre DSC, SEM, FT-IR, TGA, termal döngü, su banyosu, data logger, inkibitör ve termal kamera analizi veya analizleri yapılmış olup bu verilere göre değerlendirilmişlerdir.



Şekil 3.4. Mikrokapsül üretim reaktörünün görüntüsü

3.2.3.1. Üre-Formaldehit, Melamin-Formaldehit, (Üre+Melamin)-Formaldehit Polimerleri İle Sentezlenen Mikrokapsüller

Bu bölümde üretilen mikrokapsüllerin monomerleri olarak, üre, melamin, formaldehit, çekirdek madde olarak da oktanoik asit kullanılmıştır. Mikrokapsüller Şekil 3.5'de görülen proses ile hazırlanmıştır. Sulu fazın pH değerleri asetik asit (CH₃COOH) ve sodyum hidroksit (NaOH) ile pH 3,5-3,85'e ayarlanmıştır. Su içerisinde yağ emülsiyonları 1000 rpm hızda karıştırılarak oluşturulmuştur. Daha sonra %37 lik formaldehit ilavesi ile polikondenzasyon reaksiyonu başlatılmış ve reaksiyon sıcaklığı 65-70 °C ye yavaş bir şekilde arttırılarak reaksiyon 3-6 saatte tamamlanmıştır. Oluşan emülsiyon süzülerek mikrokapsüller kurutulmuştur. Diğer çalışmalardan farklı olarak ise bu bölümde üç çeşit emülgatör kullanılarak kapsüllenmede emülgatör etkisi çalışılmıştır.



Şekil 3.5. Oktanoik asitin üre-formaldehit, melamin-formaldehit ve (üre+melamin)formaldehit polimeriyle mikrokapsüllenme formülasyonu (Kabuk Malzemesi* : 2.30 g Üre, 3.32 g Melamin ve (1.02 g Üre+1.04 g Melamin) Üre-formaldehit ve melamin-formaldehit polimerlerinin tepkimeleri Şekil 3.6-Şekil 3.8'da verilmiştir.



Şekil 3.6. Üre-formaldehit polimeri üretim tepkimeleri (Ay ve ark., 2010).



Şekil 3.7. Melamin-formaldehit polimeri üretim tepkimeleri (Zhang ve Wang, 2009).



Şekil 3.8. (Melamin+üre)-formaldehit polimeri üretim tepkimeleri (Konuklu ve ark., 2014; Li ve ark., 2011).

3.2.3.2. Stiren, Stiren-Co-Etil Akrilat Polimerleri İle Sentezlenen Mikrokapsüller

Üretilen mikrokapsüllerin monemerleri, etilakrilat, stiren, çekirdek maddesi olarak oktanoik asit, tetradekan, pentadekan, hekzadekan, heptadekan ve kokonat yağı kullanılarak çapraz bağlayıcı olarak da etilenglikoldimetakrilat ve allilmetakrilat ile polimer bağlanmaları kuvvetlendirilmiştir. Bu bölümde literatür de az görülen çekirdek:kabuk maddelerinin çeşitli oranları çalışılmıştır. Mikrokapsüller Şekil 3.9'da görülen proses ile hazırlanmıştır (Alay ve ark., 2009).



Şekil 3.9.FDM lerin stiren, stiren-co-etil akrilat polimerlerinin mikrokapsülleme formülasyonu (Konuklu ve ark., 2017)

Etil akrilat ve stiren polimerlerinin tepkimeleri Şekil 3.10 ve Şekil 3.11'de verilmiştir.

1. Başlama



2. Büyüme (İlerleme)



3. Sonlanma

Emülsiyon polimerizasyonun da sonlanma basamağının iki gerçekleşme ihtimali vardır. Bunlar;

1. İhtimal;

2.İhtimal;



- Şekil 3.10. Etil akrilat polimerinin serbest radikal polimerizasyonu ile oluşum mekanizması
 - 1. Başlama



2. Büyüme (İlerleme)



3. Sonlanma

Emülsiyon polimerizasyonunda sonlanma basamağının iki gerçekleşme ihtimali vardır. Bunlar;





2.İhtimal;



Şekil 3.11. Poli(stiren) polimerinin serbest radikal polimerizasyonu ile oluşum mekanizması

3.2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu, SEM

Katı numunelerin yüzeyine değişken sinyaller gönderebilmesi için yüksek enerji elektron dalgalarının odaklanması ile numune görüntüleri alınır (serc.carleton.edu) (Şekil 3.12). Bu çalışmada, Erciyes Üniversitesi teknoloji araştırma ve uygulama merkezindeki JEOL JSM-6400 model ve Mersin Üniversitesi Zeiss Supra 55 FE-SEM model SEM kullanılmıştır. Mikrokapsüllerin çeşidine göre 100X-150kX aralığında değişik görüntüler alınmıştır.



Şekil 3.12.Taramalı elektron mikroskop (SEM)

3.2.5. Fourier Dönüsüm İnfrared Spektroskopisi, FT-IR

FT-IR moleküllerdeki çeşitli bağların titreşim frekanslarının ölçülmesini ve moleküldeki fonksiyonel grupların tespiti için kullanılır. Bu çalışmada, Çukurova Üniversitesi kimya bölümündeki Thermo İS10 model FT-IR kullanılmıştır (Şekil 3.13). Ölçümler 350-4000 cm⁻¹ aralığında yapılmıştır.



Şekil 3.13. Fourier dönüsüm infrared spektroskopisi (FT-IR)

3.2.6. Termo-Gravimetrik Analiz, TGA

TGA nın çalışma prensibi belirli bir kütlede alınan numunelerin sabit ısı oranı ile azot gazı altında ısıtılması ile zamanla kütle değişiminin hesaplanmasında kullanılır. Bu çalışmada, Çukurova Üniversitesi kimya bölümündeki Perkin-Elmer STA6000 model TGA cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.14). Ölçümler 30-600℃ aralığında, ısıtma hızı 20℃/dk olarak yapılmıştır.



Şekil 3.14.Termo-Gravimetrik Analiz (TGA)

3.2.7. Parçacık Boyutu Analizi

Parçacık boyutu analizmde kullanılan cihazda 0,3nm-5µm arasında çaplara sahip maddelerin kolay bir şekilde tanecik boyutlarını ölmek için kullanılır. Bu çalışmada, Niğde Üniversitesi merkezi araştırma laboratuvarındaki Zetasizer nano ZS90 model parçacık boyutu cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.15). Ölçümler kullanılan su miktarına göre %1 lik madde ilavesi yapılarak alınmıştır.



Şekil 3.15. Parçacık Boyutu Cihazı

3.2.8. İnkübatör

Son zamanlarda sık kullanılan inkübatör bu çalışmada sıcaklığın 4 °C ye düşürülmesinde, sabit sıcaklıkta tutulmasında ve 25 °C ye sabit oranda ısıtılmasında kullanılmıştır. İnkübatörün (Binder KB 720 model) (Şekil 3.16) teknik özellikleri;

- İç hacmi 240 L,
- Saatlik elektrik gücü 1,35 kW,
- Çalışma aralığı 0-100 °C dir.

3. MATERYAL VE METOD



Şekil 3.16. İnkübatörün dış ve iç yüzeyleri

3.2.9. Mikrokapsüllerin Termal Döngü Testleri

Termal döngü numunelerin eritilmesi ve dondurulması esasına dayanır ve günlük hayatta kapsüllerin kullanım süresi hakkında bilgi verir. Bu çalışmada, Çukurova Üniversitesi Biyoloji bölümündeki Bioer CHB-202 model ısıtma ve soğutma sistemi kullanılmıştır (Şekil 3.17). Ölçümler 4-30 °C aralığında yapılmıştır. Termal döngü 200, 400, 600, 800 ve 1000 adet olarak yapılmıştır. Termal döngüsü tamamlanan kapsüllerin ve çekirdek maddelerin DSC analizi, FT-IR ve su banyosu testi yapılmıştır.



Şekil 3.17. Isıtma ve soğutma sistemi

3.2.10. Mikrokapsüllerin ve FDM lerin Data Logger İle Su Banyosu Testi

FDM lerin erime ve donma aralıklarının Data logger cihazı ile birlikte belirlenmesinde kullanılır. Isıtmalı ve soğutmalı su banyosunda 4-25 °C deki sıcaklıklarda çalışabilmek için PEG in belirli oranda su ile karıştırılarak (%60 lık) kullanılmıştır. Şekil 3.18'de Agilent 34972A model data logger ve su banyosu görülmektedir. Data logger da kullanılan termal sensör olarak T tipi (Bakır (+) ile Konstantan (-)) ısıl çiftler kullanılmıştır. Ölçüm duyarlılığı ± 0.1 °C dir.



Şekil 3.18. (a)Data Logger ve (b)Su Banyosu

3.2.11. Mikrokapsüllerin ve Çekirdek Maddenin Gıda Ambalajına Yerleştirilmesi

Gıda taşınmaları sırasında gıda ambalajında enerji kazanımı elde edilmesi amaçlanan bu çalışmada insan sağlığı ve maliyet esas alınmıştır. Bu sebeple ürettiğimiz mikrokapsüllerden sağlığa olumsuz etki etmeyen, halen günlük yaşantımızda kullandığımız gıda ambalajlarının hammaddesi olan stiren ile üretilen kapsüllerden poli(stiren) kapsülleri üzerine yoğunlaşılmıştır.

Kapsüllerin gıda ambalajı olarak kullanılacak kutunun tüm yüzlerinde 5 mm kalınlıkta olacak şekilde yerleştirilmiştir. Mikrokapsüllerin yerleştirilme biçimi Şekil 3.19'da gösterilmiştir.



Şekil 3.19. Mikrokapsüllerin gıda ambalajına yerleştirilmesi

Mikrokapsüllerin çalışmasına paralel olarak mikrokapsüllenmiş ve oda sıcaklığında sıvı olan FDM'nin de uygulanması için alüminyum paket kullanılmıştı. Kenarları ısı yoluyla kapatılan malzemeden yararlanarak Şekil 3.20'da gösterilen paketler elde edilmiştir.



Şekil 3.20. FDM nin gıda ambalajına yerleştirilmesi

3.2.12. Gıda Ambalajına Yerleştirilmiş Mikrokapsüllerin ve FDM nin Data Logger İle Ortam Sıcaklığı Ve İnkübatör Testleri

Gıda ambalajına güvenli bir şekilde yerleştirilen mikrokapsüllerin ve FDM lerin data logger ve sıcaklık sensörleri yardımıyla ne kadar ısıl koruma sağladığını belirleyebilmemiz için inkübatör ortamında ve ortam sıcaklığında ölçümler alınmıştır. Her örnek için üç paralel ölçüm yapılmıştır. Şekil 3.21'de sıcaklık sensörlerinin mikrokapsüllerin ve FDM nin içerisine yerleştirilmeleri gösterilmektedir. Bu çalışmada FDM li ve referans (FDM siz) gıda ambalajları önce $4 \ C$ ye soğutulup dengeye geldikten sonra $25 \ C$ ye ısıtılarak, önce boş gıda ambalajında, daha sonra ise değişik oranlarda çikolata konularak gerçekleştirilmiştir. Bu analizler boyunca toplam yirmi bir sıcaklık sensörü kullanılmıştır.



Şekil 3.21. (a) Fdm lerin (b) mikrokapsüllerin içerisine (c) gıda ambalajının yüzeyine yerleştirilen sıcaklık sensörleri

3.2.13. Termal Kamera Görüntüsü

Termal kamera gıda ambalaj yüzeyinin ısınma geciktirmesini göstermek için kullanılmıştır. Bu görüntüler, kapsüllü ve FDM li gıda ambalajları ve referans ambalajları kullanılarak 4 °C'den itibaren ortam sı°aklığına ısınana kadar 10 dk'da bir alınmıştır. Görüntüler Testo 825-1i model termal kamera ile kaydedilmiştir. Termal kameranın görüntü alma sıcaklık aralığı (-30) °C -100 °C arasında olup,

3. MATERYAL VE METOD

ölçüm hassasiyeti ± 2 °C'dir ve duyarlılığı karton için 0,81 olarak ayarlanmıştır. Termal kameranın görüntüsü Şekil 3.22'de verilmiştir.



Şekil 3.22. Termal kamera

4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR

Bu tezde yapılan araştırmalar aşağıdaki aşamalarda yürütülmüştür.

- 1. Aday FDM 'lerin ısıl özelliklerinin incelenmesi,
- 2. Mikrokapsüllenmiş FDM 'lerin ısıl, kimyasal ve morfolojik yönden incelenmesi,
- 3. Belirlenen uygun mikrokapsül ve FDM ile gıda ambalajı tasarlanması,
- 4. Gıda ambalajında FDM'nin ısıl korumaya etkisinin belirlenmesi
- 5. Analizlerden elde edilen verilerden %95 güvenlik alanı belirlenmesi

4.1. Aday FDM lerin Isıl Yönden İncelenmesi

Literatürler incelendiğinde gıda ambalajlanmasında kullanılacak FDM lerin erime noktalarının yukarıda da bahsedildiği gibi 4-25 °C arasında kullanılması uygun olarak görülmüştür.

4.1.1. Belirlenen FDM lerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizleri

Bu çalışmadaki incelenen FDM lerin DSC analiz sonuçlarından elde edilen termogramlar Şekil 4.1-Şekil 4.5'de gösterilmiştir. Bunlara göre belirlenen erimedonma sıcaklıkları ve erime-donma entalpi değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Sonuçlar FDM lerin istenilen sıcaklık ve gizli ısı depolama kapasitesi 80 kJ/kg ile 231 kJ/kg aralığında olduğunu göstermiştir. Ambalajlamada kullanılması için yeterli gizli ısı depolama kapasitesi aralığında olduğu DSC sonuçlarıyla anlaşılmış ve bu maddeler çalışmalarımızda kullanılmıştır.



Şekil 4.1. Tetradekan DSC diyagramı

Tetradekan düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, pikleri düzgün yapıdadır. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 4,6 $^{\circ}$ C ve 230,5 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 0,6 $^{\circ}$ C ve (-) 232,5 J/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.2. Pentadekan DSC diyagramı

Pentadekan düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, pikleri düzgün yapıdadır. Ayrıca DSC diyagramında katı-katı geçileri gözlenmiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 8,7 $^{\circ}$ C ve 176,2 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 8,1 $^{\circ}$ C ve (-) 187,3 J/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 4. 3. Hekzadekan DSC diyagramı

Hekzadekan düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, pikleri düzgün yapıdadır. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 16,8 $^{\circ}$ ve 225,2 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 14,6 $^{\circ}$ ve (-) 228,4 J/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.4. Heptadekan DSC diyagramı

Heptadekan düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, pikleri düzgün yapıdadır. Ayrıca DSC diyagramında katı-katı geçileri gözlenmiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 21 °C ve 172,2 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 20,5 °C ve (-) 186,1 J/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.5. Oktanoik asit DSC diyagramı

Oktanoik asit düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 15,5 $^{\circ}$ ve 160,4 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 9,3 $^{\circ}$ ve (-) 165,6 J/g olarak ölçülmüştür.

Örnek	Tom	T _{pm}	T _{em}	H _m	Toc	T _{pc}	T _{ec}	H _c
	(°C)	(°C)	(°C)	(J.g ⁻¹)	(°C)	(°C)	(°C)	(J.g ⁻¹)
Tetradekan	4,6	10,00	11,7	230,5	0,6	-0,9	-3,6	-233,5
Pentadekan	8,7	12,5	15,1	176,2	8,1	4,6	1,8	-187,3
Hekzadekan	16,8	21,3	23,6	225,2	14,6	12,4	9,7	-228,4
Heptadekan	21,0	24,8	27,4	172,2	20,5	16,8	14,2	-186,1
Oktanoik Asit	15,5	19,3	21,5	160,4	9,3	10,00	6,5	-165,6

Çizelge 4.1. Sıcaklık aralığına uygun seçilen FDM'lerin ısıl özellikleri

4.2. Mikrokapsüllerin Isıl, Kimyasal ve Morfolojik Yönden İncelenmesi

Üretilen mFDM'lerin ısıl özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), datalogger ve su banyosu, kimyasal yapıları fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) ve morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılarak incelenmiştir.

4.2.1. Mikrokapsüllerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizleri

4.2.1.1. İn-situ polimerizasyonu yöntemi ile üretilen Üre-Formaldehit, Melamin-Formaldehit ve (Üre+Melamin)-Formaldehit polimer mikrokapsüllerinin DSC ile ısıl özelliklerinin analizi

Üç farklı emülgatör kullanılarak üretilen üre-formaldehit (UF), melaminformaldehit (MF) ve (üre+melamin)-formaldehit (UMF) polimerler tarafından oktanoik asitin mikrokapsüllenmiş (MO) DSC diyagamları sırasıyla Şekil 4.6-Şekil 4.18'de verilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerden alınan DSC gafiklerinden elde edilen erime-donma sıcaklıkları ve erime-donma entalpi değerleri ise Çizelge 4.2'de verilmiştir.



Şekil 4.6. Oktanoik asit DSC diyagramı



Şekil 4.7. MOUF1 DSC diyagramı
Şekil 4.10. MOUF4 DSC diyagamı

Murat ÜNAL





Oktanoik asit ve kapsülleri olan MOUF1- MOUF4 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 15,5 °C, 14 °C, 14 °C, 14 °C, 13,1 °C ve 158,4 J/g, 94 J/g, 78,7 J/g, 76,4 J/g, 68,8 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 9,3 °C, 5,2 °C, 6,8 °C, 10,7 °C, 5,7 °C ve (-) 162,3 J/g, 106,1 J/g, 90,7 J/g, 84 J/g, 83,3 J/g olarak ölçülmüştür.

Murat ÜNAL



Şekil 4.11. MOMF1 DSC diyagamı



Şekil 4.12. MOMF2 DSC diyagamı



Şekil 4.13. MOMF3'nin DSC diyagamı





Oktanoik asitin kapsülleri olan MOMF1- MOMF4 düzgün erime ve biraz bozuk donma davranışına sahip olup, aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 13,3 °C, 14,9 °C, 15,2 °C, 9,6 °C ve 16,5 J/g, 16,6 J/g, 17 J/g, 25,6 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 5,5 °C, 3,4 °C ve (-) 8,6 J/g, 11 J/g, olarak ölçülmüştür (MOMF2 ile MOMF3 ün donma eğrileri oluşmadığı görülmüştür).







Şekil 4.16. MOUMF2 DSC diyagamı







Oktanoik asitin kapsülleri olan MOUMF1-MOUMF4 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 14 °C, 13,9 °C, 13,8 °C, 12,9 °C ve 56,8 J/g, 60,8 J/g, 58,5 J/g, 63,3 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 6,3 °C, 6,5 °C, 5,9 °C, 5,6 °C ve (-) 52,6 J/g, 56,5 J/g, 55,3 J/g, 62,2 J/g, olarak ölçülmüştür.

Örnekler	Kabuk maddesi	Emülgatör	T₀m (℃)	T _{pm} (℃)	T _{em} (℃)	H _m (J.g ⁻¹)	T₀c (℃)	T _{pc} (℃)	T _{ec} (℃)	H _c (J.g ⁻¹)	Oktanoik asit içeriği (%)
Octanoic asit	-	-	15,5	19,3	21,5	158,5	9,3	10,0	6,5	-162,3	-
MOUF1	UF	Tween 40	14	17,1	18,9	93,9	5,2	5,3	3,0	-106,1	59,29
MOUF2	UF	Tween 80	14	16,8	18,4	78,6	6,8	6,4	4,3	-90,7	49,61
MOUF3	UF	Tween 80 + Tween 40	14	16,8	18,2	76,4	10,7	9,1	7,1	-83,9	48,24
MOUF4	UF	Triton X-100	13,1	16,4	18,0	68,8	5,7	5,3	3,2	-83,3	43,41
MOMF1	MF	Tween 40	13,3	16,2	17,3	16,5	5,5	4,2	0,3	-8,6	10,40
MOMF2	MF	Tween 80	6,2	14,9	17,07	16,6	-	-	-	-	10,46
MOMF3	MF	Tween 80 + Tween 40	7,1	15,2	17,2	17,0	-	-	-	-	10,73
MOMF4	MF	Triton X-100	9,6	15,0	16,8	25,6	3,39	2,0	-3,6	-10,9	16,14
MOUMF1	UMF	Tween 40	14,0	16,4	17,9	56,8	6,33	5,6	3,9	-52,6	35,86
MOUMF2	UMF	Tween 80	13,9	16,6	18,1	60,8	6,51	6,1	4,0	-56,5	38,36
MOUMF3	UMF	Tween 80 + Tween 40	13,8	16,4	18,0	58,5	5,92	5,1	3,4	-55,3	36,91
MOUMF4	UMF	Triton X-100	12,9	16,1	17,5	63,3	5,56	5,1	3,0	-62,2	39,96

Çizelge 4.2. Farklı emülgatör kullanılarak üretilen mFDM'lerin ısıl özellikleri

54

4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR

Murat ÜNAL

Çizelge 4.2.'deki mFDM'lerin 151l özelliklerine baktığımızda mikrokapsüllenmemiş FDM olan oktanoik asitten daha düşük erime (om) ve donma (oc) sıcaklıklarına sahip oldukları anlaşılmıştır. Bu sonuç bize mFDM'lerin mikrokapsüllenmemis FDM lerden daha cok kullanım alanına sahip olduğu ve FDM'lerin absorblayabildiği enerjiden daha uzun süre faydalanmamız anlamına geldiğini göstermektedir. DSC sonuçlarında oktanoik asitin mikrokapsüllenme yüzde içeriğine baktığımızda ise genel olarak Tween 40 emülgatörünün kapsüllenme de daha çok etkili olduğu anlaşılmıştır. Aynı zamanda in-situ polimerizasyonu ile mikrokapsül üretimi sırasında reaksiyon sıcaklığı ve karıştırma süresi de önemlidir. Bu yüzden, MOUF1 mikrokapsüllerinin çalışmaları yapılmış olup farklı sıcaklık ve farklı karıştırma sürelerinin DSC diyagamları Şekil 4.19-Şekil 4.26'da bulunmaktadır. Farklı sıcaklık ve karıştırma süreleri ile üretilen mikrokapsüllerden alınan DSC gafiklerinden elde edilen erime-katılaşma sıcaklıkları ve erime-katılaşma entalpi değerleri ise Çizelge 4.3. ve Çizelge 4.4' de verilmiştir.

Bu çalışmalar sonucunda, MOUF1 mikrokapsüllerinin reaksiyon şartlarının 50-70 °C sıcaklıkta 120 dk karıştırılmasının uygun olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.19. MOUMF5 DSC diyagamı

Murat ÜNAL



Şekil 4.20. MOUMF6 DSC diyagamı



Şekil 4.21. MOUMF7 DSC diyagamı



Şekil 4.22. MOUMF8 DSC diyagamı



Şekil 4.23. MOUMF9 DSC diyagamı

Oktanoik asitin farklı sıcaklıklarda oluşan kapsülleri MOUMF5-MOUMF9 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 14,2 °C, 14,2 °C, 14 °C, 13,9 °C, 13,8 °C ve 84,8 J/g, 82 J/g, 81,3 J/g, 72,6 J/g, 72,1 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 6 °C, 6,5 °C, 6,8 °C, 8,2 °C, 4,8 °C ve (-) 96,6 J/g, 89,3 J/g, 90,5 J/g, 82,2 J/g, 81,5 J/g olarak ölçülmüştür.







Şekil 4.25. MOUMF11 DSC diyagamı



Oktanoik asitin farklı karıştırma süreleri ile oluşan kapsüllerinden MOUMF10-MOUMF12 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 14 °C, 14,2 °C, 14,2 °C ve 76,2 J/g, 85,6 J/g, 73 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 6,6 °C, 6,8 °C, 7 °C ve (-) 84,5 J/g, 96,9 J/g, 81,3 J/g olarak ölçülmüştür.



grande net i minis remer j'en ereministisme Bere in 2017 remi ibit eleminiteri												
Örnekler	Kabuk maddesi	Emülgatör	Reaksiyon sıcaklıkları	T₀m (℃)	T _{pm} (℃)	T _{em} (℃)	H _m (J.g ⁻¹)	T₀c (°C)	T _{pc} (℃)	T _{ec} (℃)	Hc (J.g ⁻¹)	Oktanoik asit içeriği (%)
Oktanoik asit	-	-	-	15,5	19,3	21,5	158,4	9,3	10,0	6,5	-168,3	-
MOUF5	UF	Tween 40	50	14,2	17,1	18,6	84,8	6,0	6,1	3,9	-96,6	53,51
MOUF6	UF	Tween 40	60	14,2	17,2	18,8	81,9	6,5	6,5	4,3	-89,3	51,74
MOUF7	UF	Tween 40	70	14,0	17,0	18,6	81,3	6,8	6,6	4,5	-90,5	51,29
MOUF8	UF	Tween 40	80	13,9	16,7	18,3	72,6	8,2	7,0	5,2	-82,2	45,81
MOUF9	UF	Tween 40	90	13,8	16,7	18,5	72,1282	4,8	4,9	2,9	-81,5	45,52

(Cizelge 4.3	3. Farklı	reaksivon	sıcaklıklarına	göre i	mFDM'	lerin 1s1	özellikleri
	QILCIGO I.	J. I MIIII	i canoi y on	Divalititiatilia	50101		TOTHE TOTE	OLUIIIIIIII

Murat ÜNAL

, 0		2	U									
Örnekler	Kabuk maddesi	Emülgatör	Karıştırma Süresi	Tom (℃)	T _{pm} (℃)	Tem (℃)	Hm (J.g ⁻¹)	T₀c (°C)	T _{pc} (°C)	T _{ec} (℃)	Hc (J.g ⁻¹)	Oktanoik asit içeriği (%)
Oktanoik asit	-	-	-	15,5	19,3	21,5	158,4	9,3	10,0	6,5	-168,3	-
MOUF10	UF	Tween 40	60	14,0	17,2	18,7	76,2	6,6	6,4	3,9	-84,5	48,12
MOUF11	UF	Tween 40	120	14,2	17,7	19,4	85,6	6,8	6,5	4,0	-96,9	53,99
MOUF12	UF	Tween 40	180	14,2	17,6	19,3	73,0	7,0	6,2	3,9	-81,3	46,07

Çizelge 4.4. Farklı reaksiyon sürelerine göre mFDM'lerin ısıl özellikleri

60

4.2.1.2. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen poli(stirenco-etil akrilat) polimer mikrokapsüllerinin DSC ile ısıl özelliklerinin analizi

Trion X-100 emülgatörü ve çapraz bağlayıcı olarak etilenglikoldimetakrilat çapraz bağlayıcısı kullanılarak farklı çekirdek:kabuk maddesi oranları ile üretilen poli(stiren-co-etilakrilat) (PStcoEA) tarafından oktanoik asit, tetradekan, pentedekan, hekzadekan, heptadekanın mikrokapsüllenmiş DSC diyagamları sırasıyla Şekil 4.27-Şekil 4.44'de verilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin termal enerji depolama kapasiteleri DSC kullanılarak incelenmiştir.

DSC diyagamlarından elde edilen ısı özellikleri ve termal enerji depolama kapasite değerleri ile kapsülleme içerikleri Çizelge 4.5'de verilmiştir. Çizelge 4.5'de özetlenen verilere baktığımızda, oktanoik asitin ve alkanların başarılı bir şekilde kapsüllendiği anlaşılmıştır (Zhang ve ark., 2012).



Şekil 4.27. Oktanoik asit DSC diyagamı



Şekil 4.28. MOStcoEA kapsülünün DSC diyagamı

Oktanoik asit ve kapsülü olan MOStcoEA düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 15,5 °C, 10,1 °C ve 158,4 J/g, 37 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 9,3 °C, 5,6 °C ve (-) 162,3 J/g, 19,8 J/g olarak ölçülmüştür.







Şekil 4.30. MTStcoEA1 kapsülünün DSC diyagamı



Şekil 4.31. MTStcoEA2 kapsülünün DSC diyagamı



Şekil 4.32. MTStcoEA3 kapsülünün DSC diyagamı

Tetradekan ve kapsülleri olan MTStcoEA1, MTStcoEA2, MTStcoEA3 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, yayvan bir şekilde pik gözlenmiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 4,6 °C, (-0,6) °C, 3,4 °C, 4 °C ve 230,5 J/g, 17,2 J/g, 106,9 J/g, 182,7 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 0,6 °C, (-2,8) °C, 0,9 °C, 0,8 °C ve (-) 232,5 J/g, 22,8 J/g,108,5 J/g, 182,7 J/g olarak ölçülmüştür.







Şekil 4.34. MPStcoEA1 kapsülünün DSC diyagamı





Şekil 4.36. MPStcoEA3 kapsülünün DSC diyagamı

Pentadekan ve kapsülleri olan MPStcoEA1, MPStcoEA2, MPStcoEA3 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, yayvan şekilde pik ve katı-katı geçişleri gözlenmiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 8,7 °C, 7,3 °C, 8 °C, 8,5 °C ve 176,2 J/g, 29,9 J/g, 104,8 J/g, 121,8 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 8,1 °C, 6 °C, 7,3 °C, 7,9 °C ve (-) 187,3 J/g, 28,7 J/g,104,8 J/g, 121,8 J/g olarak ölçülmüştür.



64



Şekil 4.38. MHStcoEA1 kapsülünün DSC diyagamı



Şekil 4.39. MHStcoEA2 kapsülünün DSC diyagamı



Hekzadekan ve kapsülleri olan MHStcoEA1, MHStcoEA2, MHStcoEA3 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, yayvan şekilde pik gözlenmiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 16,8 °C, 15,8 °C, 16,3 °C, 16,6 °C ve 225,2 J/g, 107,5 J/g, 179 J/g, 196,1 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 14,6 °C, 14,3 °C, 15,3 °C, 14,6 °C ve (-) 228,4 J/g, 110,9 J/g, 181,8 J/g, 201,7 J/g olarak ölçülmüştür.









Şekil 4.43. MHpStcoEA2 kapsülünün DSC diyagamı



66

Heptadekan ve kapsülleri olan MHpStcoEA1, MHpStcoEA2, MHpStcoEA3 düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, yayvan şekilde pik ve katı-katı geçişleri gözlenmiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 21 °C, 20 °C, 20,9 °C, 20,8 °C ve 172,2 J/g, 77,3 J/g, 99,9 J/g, 140,5 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 20,5 °C, 19,2 °C, 19,8 °C, 20,2 °C ve (-) 186,1 J/g, 76,6 J/g, 106,9 J/g, 149,6 J/g olarak ölçülmüştür.

Mikrokapsüllerin erime-donma sıcaklıkları çekirdek maddeleri olan oktanoik asit ve alkanların erime-donma sıcaklıkları ile kıyaslandığı zaman biraz düşme görülmüştür. Bunun sebebi ise, kapsüllenen malzemelerin çapraz bağlayıcı etkisinden dolayı erime ve donma sıcaklıklarının biraz düştüğü hatta bizim deneylerimizde kullandığımız etilenglikoldimetakrilat çapraz bağlayıcısı kullanıldığında daha fazla düştüğü görülmektedir (Alay ve ark., 2011). Bu neden dikkatli bir şekilde incelendiğinde mikrokapsüllerin erime ve donma sıcaklıkları ile saf oktanoik asit ve alkanların erime ve donma sıcaklıkları ile uyum içerisinde olduğu görülmektedir.

Kapsül içerikleri içinde Çizelge 4.5'e bakıldığında kapsüllerin analizleri sonucunda MOStcoEA, MTStcoEA3, MPStcoEA3, MHStcoEA3 ve MHpStcoEA3'ün dikkate değer sonuçlar verdiği görülmüştür.

ĺ	4
	В
	IJ
	5
	Ű
	Ľ
	ĄF
	2
	Æ
	Ţ
	A
	RT
	I
	Ž
	A
	Ľ
	FR
	r -

Örnek	maddesi oranı (v/v)	Tom (°C)	Tpm (℃)	Tem (℃)	H _m (J.g ⁻¹)	T₀c (°C)	T _{pc} (℃)	Tec (℃)	H _c (J.g ⁻¹)	r Divî içeriği (%)
Oktanoik asit		15,5	19,3	21,5	158,4	9,3	10,0	6,5	-168,3	-
MOStcoEA	(1:1)	10,1	14,3	16,1	37,0	5,6	4,7	2,4	-19,8	23,51
Tetradekan	-	4,6	10,0	11,7	230,5	0,6	-0,9	-3,6	-233,5	-
MTStcoEA1	(1:1)	-0,6	3,5	6,2	17,2	-2,8	-5,3	-9,2	-22,8	7,45
MTStcoEA2	(2:1)	3,4	6,9	8,6	106,9	0,9	-1,2	-3,8	-108,5	46,37
MTStcoEA3	(3:1)	4,0	8,0	10,0	182,7	0,8	-0,2	-3,7	-184,9	79,26
Pentadekan	-	8,7	12,5	15,1	176,2	8,1	4,6	1,8	-187,3	-
MPStcoEA1	(1:1)	7,3	9,6	11,2	29,9	6,0	3,2	-0,4	-28,7	16,94
MPStcoEA2	(2:1)	8,0	11,2	12,8	104,8	7,3	4,6	1,6	-108,3	59,46
MPStcoEA3	(3:1)	8,5	11,6	13,5	121,8	7,9	5,2	2,5	-127,9	69,16
Hekzadekan	-	16,8	21,3	23,6	225,2	14,6	12,4	9,7	-228,4	-
MHStcoEA1	(1:1)	15,8	19,2	21,1	107,5	14,3	11,8	8,8	-110,9	47,75
MHStcoEA2	(2:1)	16,3	20,1	22,0	179	15,3	12,8	9,3	-181,8	79,48
MHStcoEA3	(3:1)	16,6	20,4	22,5	196,1	14,6	12,8	9,5	-201,7	87,09
Heptadekan	-	21,0	24,8	27,4	225,2	20,5	16,8	14,2	-186,1	-
MHpStcoEA1	(1:1)	20,0	22,7	24,6	77,3	19,2	17,0	14,0	-76,6	44,86
MHpStcoEA2	(2:1)	20,9	24,6	26,4	99,9	19,8	16,3	13,3	-106,9	58,01
MHpStcoEA3	(3:1)	20,8	24,0	25,9	140,5	20,2	17,2	14,3	-149,6	81,59

 Çizelge 4.5. Farklı çekirdek : kabuk maddesi oranları kullanılarak Poli(stiren-co-etilakrilat) ile kapsüllenen mikrokapsüllerinin DSC ile ısıl özellikleri

 Cekirdek:kabuk
 T

FDM

89

Murat ÜNAL

4.2.1.3. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen poli(stiren) polimer mikrokapsüllerinin DSC ile ısıl özelliklerinin analizi

Trion X-100 emülgatörü ve çapraz bağlayıcı olarak etilenglikoldimetakrilat çapraz bağlayıcısı kullanılarak farklı çekirdek:kabuk maddesi oranları ile üretilen poli(stiren) (PSt) tarafından oktanoik asitin mikrokapsüllenmiş DSC diyagamları sırasıyla Şekil 4.45-Şekil 4.46'de verilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin termal enerji depolama kapasiteleri DSC kullanılarak incelenmiştir. DSC diyagamlarından elde edilen ısı özellikleri ve termal enerji depolama kapasite değerleri ile kapsülleme içerikleri Çizelge 4.6'da verilmiştir.



Şekil 4.45. Oktanoik asit DSC diyagamı



Şekil 4.46. MOSt kapsülünün DSC diyagamı

Oktanoik asit ve kapsülü olan MOSt düzgün erime ve donma davranışına sahip olup, keskin aşırı soğuma göstermiştir. Erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitresi sırasıyla 15,6 °C, 12,1 °C ve 147,5 J/g, 42,9 J/g olarak ölçülmüştür. Donma noktası ve gizli ısı depolama kapasitesi sırasıyla 6,5 °C, 4,6 °C ve (-) 154,1 J/g, 34,4 J/g olarak ölçülmüştür.

Çizelge 4.6'ya bakıldığında kapsüllerimizin analizleri sonucunda MOSt 42,9 J/g erime entalpisi ile dikkate değer sonuçlar verdiği görülmüştür.

Çizelge 4.6. Farklı çekirdek: kabuk maddesi oranları kullanılarak Poli(stiren) ile kapsüllenen mikrokapsüllerinin DSC ile ısıl özellikleri

Örnek	Çekirdek:kabuk maddesi oranı _(v/v)	T _{om} (°C)	\mathbf{T}_{pm} (°C)	T _{em} (°C)	Н _т (J.g ^{.1})	T ₀ د (°C)	\mathbf{T}_{pc} (°C)	T _{ec} (°C)	H_c $(J.g^{-1})$	FDM içeriği (%)
Oktanoi k asit	-	15,6	18,9	20,6	147,5	6,5	8,1	5,4	-154,1	-
MOSt	(1,5:1)	12,1	14,7	15,5	42,9	4,6	4,6	3,6	-34,4	29,1

4.2.2. Mikrokapsüllerin FT-IR ile kimyasal karakterizasyonu

4.2.2.1. İn-situ polimerizasyonu yöntemi ile üretilen Üre-formaldehit, Melamin-Formaldehit ve (Üre+Melamin)-Formaldehit polimer mikrokapsüllerinin FT-IR ile kimyasal özelliklerinin analizi

Şekil 4.47-Şekil 4.50'de oktanoik asit, poli(Üre-formaldehit, Melamin-Formaldehit, (Üre+Melamin)-Formaldehit ve mikrokapsüllerin FT-IR spektrumları görülmektedir. mFDM'lerin FT-IR spektrumu incelendiğinde, 3294 cm⁻¹ de O-H ve N-H geriliminin; 2800-3000 cm⁻¹ de alifatik H-C-H geriliminin; 1640 cm⁻¹ ve 1540 cm⁻¹ de sırasıyla üre-formaldehit polimerinin NH-CO-NH ve benzen halkalarının spesifik absorbsiyonlarını; 1346 cm⁻¹ de metilen köprülerini; 1286 cm⁻¹ de C-O-C gerilmelerini; 812 cm⁻¹ de ise melamin-formaldehit polimerinde bulunan triazin halkasını göstermektedir. FT-IR spektrumunun incelenmesinin açık bir şekilde gösterimi Çizelge 4.7'de verilmiştir. Bu verilerin bize oktanoik asitin başarılı bir şeklide kapsüllendiğini göstermektedir (Zhang ve Wang, 2009; Tong ve ark., 2010).

O-H ve N-H bağı titreşimleri	3294 cm ⁻¹
C-H bağı titreşimleri (alifatik)	2800-3000 cm ⁻¹
NH-CO-NH bağı titreşimleri	1640 cm ⁻¹
-CH ₂ - bağı titreşimleri	1346 cm ⁻¹
C-O-C bağı titreşimleri	1286 cm ⁻¹
Triazin halkası tireşimleri	812 cm ⁻¹

Çizelge 4.7. FT-IR spektrumunun pikleri



Şekil 4.47. Aynı emülgatör (Tween 40) ile sentezlenen mikrokapsüllerin FT-IR spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOUF1, c: MOMF1, d: MOUMF1)



Şekil 4.48. MOUF mikrokapsüllerinin farklı emülgatörlerdeki FT-IR spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOUF1, c: MOUF2, d: MOUF3, e: MOUF4)



Şekil 4.49. MOMF mikrokapsüllerinin farklı emülgatörlerdeki FT-IR spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOMF1, c: MOMF2, d: MOMF3, e: MOMF4)



Şekil 4.50. MOUMF mikrokapsüllerinin farklı emülgatörlerdeki FT-IR spektrumları (a: Oktanoik asit, b: MOUMF1, c: MOUMF2, d: MOUMF3, e: MOUMF4)

4.2.2.2. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen poli (stirenco-etil akrilat) polimer mikrokapsüllerinin FT-IR ile kimyasal özelliklerinin analizi

Şekil 4.51-Şekil 4.55'de oktanoik asit, poli(stiren-co-etil akrilat) ve mikrokapsüllerin FT-IR spektrumları görülmektedir. Çekirdek maddenin spektrumunda görülen 2850-2900 cm⁻¹ alifatik –C-H titreşimleri kuvvetli bir titreşim olarak ve çekirdek madde ve poli(stiren-co-etil akrilat) spektrumlarında 1700 cm⁻¹ de görülen karbonil -C=O titreşimleri mikrokapsülün spektrumunda da görülmüştür. Diğer taraftan ko-polimer oluşumundan emin olunan diğer bir titreşim ise 700 cm⁻¹ de görülen stirenin fenil halkasında bulunan oop-C-H bükme germe pikleri mikrokapsül spekrumunda da yer aldığı görülmektedir. FT-IR spektrumunun incelenmesinin açık bir şekilde gösterimi Çizelge 4.8'de verilmiştir Bu veriler sonucunda Oktanoik asitin ve alkanların poli(stiren-co-etil akrilat)

C-H bağı titreşimleri (alifatik)	2850-2900 cm ⁻¹
-C=O- bağı titreşimleri	1700 cm ⁻¹
-CH ₂ - bağı titreşimleri	1346 cm ⁻¹
C-O-C bağı titreşimleri	1286 cm ⁻¹
oop-C-H bükme germe pikleri	700 cm ⁻¹

Çizelge 4.8. FT-IR spektrumunun pikleri



Şekil 4.51. MOStcoEA kapsülünün FT-IR spektrumu (a:Oktanoik asit, b: PStcoEA boş kapsülü, c: MOStcoEA)



Şekil 4.52. MTStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Tetradekan, b: PStcoEAboş kapsülü, c: MTStcoEA3)



Şekil 4.53. MPStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Pentadekan, b: PStcoEA boş kapsülü, c: MPStcoEA3)



Şekil 4.54. MHStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Hekzadekan, b: PStcoEA boş kapsülü, c: MHStcoEA3)



Şekil 4.55. MHpStcoEA3 kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Heptadekan, b: PStcoEA boş kapsülü, c: MHpStcoEA3)

4.2.2.3. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen poli(stiren) polimer mikrokapsüllerinin FT-IR ile kimyasal özelliklerinin analizi

4.56'da Şekil oktanoik asit, alkanların, poli(stiren) ve mikrokapsüllerin FT-IR spektrumları görülmektedir. Çekirdek maddenin spektrumunda görülen 2850-2900 cm⁻¹ alifatik –C-H titreşimleri kuvvetli bir titreşim olarak ve çekirdek madde ve poli(stiren) spektrumlarında 1700 cm⁻¹ de görülen karbonil -C=O titreşimleri mikrokapsülün spektrumunda da görülmüştür. 700 cm⁻¹ de görülen stirenin fenil halkasında bulunan oop-C-H bükme germe pikleri mikrokapsül spekrumunda da yer aldığı görülmektedir. FT-IR spektrumunun incelenmesinin açık bir şekilde gösterimi Çizelge 4.9'da verilmiştir. Bu veriler sonucunda oktanoik asit ve alkanların poli(stiren) tarafından başarılı bir şekilde kapsüllendiği anlaşılmıştır.

Çizelge 4.9. FT-IR spektrumunun pikleri

C-H bağı titreşimleri (alifatik)	2850-2900 cm ⁻¹
-C=O- bağı titreşimleri	1700 cm ⁻¹
-CH ₂ - bağı titreşimleri	1346 cm ⁻¹
C-O-C bağı titreşimleri	1286 cm ⁻¹
oop-C-H bükme germe pikleri	700 cm ⁻¹



Şekil 4.56. MOSt kapsülünün FT-IR spektrumu (a: Oktanoik asit, b: Stiren, c: MOSt)

4.2.3. Mikrokapsüllerin SEM ile Morfolojik Özellikleri

4.2.3.1.İn-situ polimerizasyonu yöntemi ile üretilen Üre-formaldehit, Melamin-Formaldehit ve (Üre+Melamin)-Formaldehit polimer mikrokapsüllerinin SEM ile morfolojik özelliklerinin incelenmesi

Şekil 4.57-Şekil 4.60'daki MOUF mikrokapsülerinin SEM görüntüleri incelendiğinde tam dairesel olmadığı ama yüzeyinin pürüzsüz olduğu anlaşılmıştır. MOUF mikrokapsüllerini kendi arasında karşılaştırmamız gerekirse, MOUF4 ün

mikrokapsülünde daha düzenli bir oluşum gözlenmektedir. DSC sonuçları ile karşılaştırdığımızda ise sentezlenen MOUF1'in yüksek enerji depolama kapasiteleri alınacak şekilde kapsüller oluşmuştur. Oluşan mikrokapsüllerin parçacık boyutları SEM analizi sonucu 200nm-1,5µm arasında olduğu görülmüştür.



Şekil 4.57. MOUF1 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a: 100X, b:10KX,c–d: 20KX)



Şekil 4.58. MOUF2 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20KX)



Şekil 4.59. MOUF3 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20 KX)



Şekil 4.60. MOUF4 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10KX, c-d:20 KX)

Şekil 4.61-Şekil 4.64'deki MOMF mikrokapsülerinin SEM görüntüleri incelendiğinde tam dairesel olduğu ve yüzeyinin pürüzsüz olduğu anlaşılmıştır. MOMF mikrokapsüllerini kendi arasında karşılaştırmamız gerekirse, MOMF4'ün mikrokapsülünde daha düzenli bir oluşum gözlenmektedir. DSC sonuçları ile karşılaştırdığımızda ise yine SEM görüntüleri ile orantılı olarak sentezlenen MOMF4'in yüksek enerji depolama kapasiteleri alınacak şekilde kapsüller oluşmuştur. Oluşan mikrokapsüllerin parçacık boyutları SEM analizi sonucu 200nm-1,5µm arasında olduğu görülmüştür.

Murat ÜNAL



Şekil 4.61. MOMF1 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20KX)



Şekil 4.62. MOMF2 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a-b:100X, c:5KX, d:20 KX)



Şekil 4.63. MOMF3 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20KX)



Şekil 4.64. MOMF4 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10 KX, cd:20 KX)

Şekil 4.65-Şekil 4.68'deki MOUF mikrokapsülerinin SEM görüntüleri incelendiğinde MOUMF mikrokapsüllerinin dışınıdaki diğer mikrokapsüllerin tam dairesel olmadığı ve yüzeyinin pürüzsüz olduğu anlaşılmıştır. MOMUF mikrokapsüllerini kendi arasında karşılaştırmamız gerekirse, MOUMF1'in mikrokapsülünde daha düzenli bir oluşum gözlenmektedir. DSC sonuçları ile karşılaştırdığımızda ise yine SEM görüntüleri MOUMF4'ün daha yüksek enerji depolama kapasiteleri alınacak şekilde kapsüller oluşmuştur. Oluşan mikrokapsüllerin parçacık boyutları SEM analizi sonucu 200nm-1,5µm arasında olduğu görülmüştür.



Şekil 4.65.MOUMF1 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (100X, 10KX, 20KX)

Murat ÜNAL



Şekil 4.66. MOUMF2 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20KX)



Şekil 4.67. MOUMF3 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20KX)
4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR



Şekil 4.68. MOUMF4 mikrokapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20KX)

4.2.3.2. Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen poli(stirenco-etil akrilat) polimer mikrokapsüllerinin SEM ile morfolojik özelliklerinin incelenmesi

Şekil 4.69-Şekil 4.73'deki farklı çekirdek:kabuk oaranları kullanılarak sentezlenen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelendiğinde düzenli ve homojen dağılım gösterdiği, ayrıca, kapsüllerin dairesel yapıda olduğu ve yüzeyinin pürüzsüz olduğu görülmektedir. MStcoEA mikrokapsüllerini kendi arasında karşılaştırmamız gerekirse, MOStcoEA mikrokapsülünde daha düzenli bir oluşum gözlenmektedir. Oluşan mikrokapsüllerin parçacık boyutları SEM analizi sonucu 300nm-1µm arasında olduğu görülmüştür.



Şekil 4.69. MOStcoEA kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:2KX, b:5KX, c:10KX, d:20KX)



Şekil 4. 70. MTStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10 KX, c-d: 20KX)



Şekil 4.71. MPStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b-c:10KX, d:20KX)



Şekil 4.72. MHStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:10KX, cd:20KX)



Şekil 4.73. MHpStcoEA3 kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:100X, b:5KX, c:10KX, d:20KX)

4.2.3.3. Emülsiyon Polimerizasyonu Yöntemi Kullanılarak Üretilen Poli(stiren) Polimer Mikrokapsüllerinin SEM ile Morfolojik Özelliklerinin İncelenmesi

Şekil 4.74'daki farklı çekirdek:kabuk oranları kullanılarak sentezlenen mikrokapsüllerin SEM görüntüleri incelendiğinde düzenli ve homojen dağılım gösterdiği, ayrıca, kapsüllerin dairesel yapıda olduğu ve yüzeyinin pürüzsüz olduğu görülmektedir. MSt mikrokapsüllerini kendi arasında karşılaştırmamız gerekirse, MOSt mikrokapsülünde daha düzenli bir oluşum gözlenmektedir. Oktanoik asitten elde edilen MOSt mikrokapsülünün paraçacık boyutu ayrıntılı olarak Bölüm 4.3'de açıklanmıştır.



Şekil 4.74. MOSt kapsülüne ait SEM görüntüleri (a:20KX, b:50KX, c: 100 KX, d:150 KX)

4.3. Gıda Ambalajının Özel Bölmelerine Yerleştirilmek Üzere mFDM nin Seçimi

Sentezlenen 34 çeşit mikrokapsülden gıda ambalajında uygulanmak üzere en uygun kapsüllerin seçiminde esas alınan kriterler insan sağlığına olumsuz etki oluşturmayan, maaliyeti daha düşük, uygulama aralığına en uygun ve günlük yaşantımızda çoğu gıda ambalajında kullanılan polistirenden el edilen MOSt kapsülleri seçilmiştir. MOSt kapsüllerinin tanecik boyutu yaklaşık olarak 882 nm olarak ölçülmüştür (Şekil 4.75)



Şekil 4.75. MOSt kapsülünün parçacık boyutunun analiz sonucu

4.3.1. Gıda Ambalajında Kullanılan MOSt nin Kararlılık Testleri

4.3.1.1. Oktanoik Asit ve MOSt nin TGA Analizi

TGA analiz sonuçları Şekil 4.76'da karşılaştırılmıştır. MOSt nin bozunmasında çekirdek malzemesi ve kabuk malzemesi olarak iki basamakta gerçekleşmiştir. Oktanoik asitin bozunmasında ise çekirdek malzemesi olarak tek basamakta gerçekleşmiştir. Oktanoik asit ve MOSt nin 77,1 ℃ ve 104,2 ℃ den başlayan ilk bozunma basamağında sırasıyla % 99,3 ve % 47,3 oranında kütle kaybı gözlemlenmiştir. MOSt nin 320,8 ℃'den başlayan ikinci bozunma basamağında ise % 51,3 oranında kütle kaybı gözlemlenmiştir. Bu verilere dayanılarak mikrokapsüllemenin FDM ye termal kararlılık kattığı anlaşılmıştır.



Şekil 4.76. Oktanoik asit ve MOSt nin TGA analizi

4.3.1.2. Oktanoik Asit ve MOSt nin Termal Çevrimleri

Mikrokapsüllerin ve FDM nin 200, 400, 600, 800 ve 1000 termal çevrimleri ve başlangıç halleri Şekil 4.77'de gösterilmiştir. Malzemelerin 1000 termal çevirim sonrasındaki faz değiştirme sıcaklık farkları ve gizli ısı depolama kapasitesi farkları Çizelge 4.10'da gösterilmiştir. Mikrokapsüllerin ve FDM nin 1000 termal çevirimden sonraki gizli ısı depolama kapasiteleri sırasıyla 34,2 J/g ve 140 J/g olarak ölçülmüştür. Mikrokapsüllerin termal çevrimlerden sonraki gizli ısı depolama kapasitesi %24,5 olduğu görülmüştür.



Şekil 4.77 (a)Oktanoik asit ve (b) MOSt nin termal çevrim DSC sonuçları

Çizelge 4.10. Oktanoik asit ve MOSt nin termal çevrimden sonraki erime sıcaklıkları ve gizli ısı depolama kapasiterleri

	Oktanoik asit		MOSt	
Termal çevrimler	Onset	ΔH_m	Onset	ΔH _m
	(°C)	(J /g)	(°C)	(J / g)
0	15,6	147,5	12,1	42,9
1000	15,14	140	11,64	34,2

Mikrokapsüllerin ve FDM'nin kimyasal kararlılıkları hakkında bilgi edinebilmek için termal döngü analizinin öncesi ve sonrası olmak üzere FT-IR ölçümleri alınmıştır. Şekil 4.78'de verilen sonuçlara bakıldığında mikrokapsüllerin

ve FDM lerin karakteristik piklerinin değişmediği görülmektedir. Sonuç olarak mikrokapsüller ve FDM kimyasal kararlılıklarını koruduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.78. (a) Oktanoik asit ve (b) MOSt nin termal döngüden sonraki FT-IR analizi

4.3.1.3. Oktanoik asit ve MOSt nin Su Banyosundaki Termal Testleri

Mikrokapsüllerin ve FDM nin su banyosundaki ısınma ve soğuma eğrileri Şekil 4.79'da verilmiştir. Su banyosunun testleri sonucunda aşırı soğuma gözlenmiştir. Oktanoik asitin aşırı soğuma etkisi yaklaşık 1,5-2 °C olarak gözlenmiştir. Mikrokapsüllerin su banyosu testlerinde aşırı soğuma gözlenmemiştir. Mikrokapsüllemenin aşırı soğumayı engellediği görülmüştür. Şekil 4.79'da verilen eğrilerin ısınma ve soğuma dereceleri Çizelge 4.11'de ayrıntılı olarak verilmiştir.



Şekil 4.79. Oktanoik asit ve MOSt nin su banyosu test sonuçları

Örnek adı	Donma Sic	caklığı (C)	Erime Sıcaklığı (C)		
	DSC Analizi	Su Banyosu	DSC	Su Banyosu Analizi	
		Analizi	analizi	Su Daliyosu Allalizi	
Oktanoik asit	5,4-6,5	9,1-10,9	15,6-20,6	14,1-22,5	
MOSt	3,6-4,6	8,4-8,7	12,1-15,5	11,1-14,9	

Çizelge 4.11. Su banyosu testinin erime ve donma noktaları

4.3.1.4.Gıda Ambalajına Yerleştirelecek Mikrokapsül Miktarının Hesaplanması

MOSt kapsüllerinin kullanılmasına karar verildikten sonra gıda ambalajlarında ne kadar mikrokapsül kullanılacağı belirlenmelidir. Gıda ambalajının sıcaklığını 4 $^{\circ}$ C (278,15 K) ile 25 $^{\circ}$ C (298,15 K) arasında 10 saatlik ısıl koruma sağlayacak mikrokapsül miktarı hesaplanmıştır. Bu hesaplamadaki basamaklar şunlardır:

1. Gıda ambalaj yüzey alanının hesaplanması:

 $(0,145 \text{ m} \times 0,145 \text{ m}) = 0,021 \text{ m}^2$ (Kapak yüzey alanı) $(0,1 \text{ m} \times 0,135 \text{ m}) \times 4 = 0,054 \text{ m}^2$ (Yan yüzeylerin alanı) $(0,135 \text{ m} \times 0,135 \text{ m}) = 0,018 \text{ m}^2$ (Taban yüzey alanı) Toplam yüzey alanı = 0,093 m² dir.

2. Isıl dirençlerin hesaplanması (Denklem 16'da gösterildiği gibi):

 $R_1 = \frac{L}{kA} = \frac{0.04 \text{ m}}{0.064 \frac{W}{m.K} \times 0.093 \text{ m}^2} = \frac{0.04}{0.0060} \frac{K}{W} = 6.7 \text{ K. W}^{-1} \quad (\text{Grda ambalajinin diş})$

duvarının ısıl direnci)

 $R_{2} = \frac{L}{kA} = \frac{0,03 \text{ m}}{0,064 \frac{W}{m.K} \times 0,093 \text{ m}^{2}} = \frac{0,03}{0,0060} \frac{K}{W} = 5 \text{ K. W}^{-1} \qquad (\text{Gida ambalajinin ara})$ yüzeyinin ısıl direnci)

 $R_{3} = \frac{L}{kA} = \frac{0,05 \text{ m}}{0,033 \frac{W}{m.K} \times 0,093 \text{ m}^{2}} = \frac{0,05}{0,0031} \frac{K}{W} = 16,13 \text{ K.W}^{-1} \quad \text{(Mikrokapsüllü kısmın ısıl direnci)}$

 $R_{Toplam} = R_1 + R_2 + R_3 = 6,7 + 5 + 16,13 = 27,83 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$

3. Isıl yük hesaplanması (Deneklem 20'de gösterildiği gibi):

 $\Delta T = q \times R_{Toplam} = q \times \frac{L}{kA} \text{ ise;}$ (298,15 - 278,15)K= q × 27,83 K.W⁻¹ ise; q = 0,72 W olur.

4. 10 saat lik ısıl koruma için depolanması gereken enerji:

 $0,72 \text{ J.s}^{-1} \times 36000 \text{ s} = 25920 \text{ J}$

5. Gerekli mikrokapsül miktarı:

Gıda ambalajında kullanılan MOSt kapsüllerinin 4-25°C arasındaki sıcaklık değişimleri sırasında ısıl yük hem gizli ısı depolamayla hem de duyulur ısı depolamayla karşılanacağından:

297,9 J.K⁻¹.mol⁻¹ × $\frac{1 \text{ mol}}{144,21 \text{ g}} = 2,065 \frac{\text{J}}{\text{g}}$ (Oktanoik asit C_p (özgül 1s1) değerinin birim değişikliği)

q= m.C.
$$\Delta T$$
 + m. ΔH_m
25920 J = m. 2,065 $\frac{J}{g} \times (298,15 - 278,15)K$ + m. 42,9 J.g⁻¹ ise;
m = $\frac{25920 J}{84,2 J.g^{-1}}$ = 307,8 g MOSt kapsül miktarı yeterli olacaktır.

Gıda ambalajı uygulamasında belirlenen miktardan biraz daha az olacak şekilde 300 g kapsül kullanılmıştır. Bunun sebebi gıda ambalajının belirlenen bölmesinin tam olarak dolmasıdır.

4.3.1.4. MOSt Mikrokapsülleri Yerleştirilmiş Gıda Ambalajının Sıcaklık Ölçümleri

Gıda ambalajında yeteri sayıda ve uygun noktalarda ölçüm yapılması için ön deneme yapılmıştır. 150 g kapsül (MOSt) gıda ambalajına yerleştirilerek, kapsülün yerleştirildiği bölmelerin içine sıcaklık sensörleri ön, arka, yan yüzeyler, üst ve alt olmak üzere yerleştirilmiştir. Bu deneme aynı zamanda gıda ambalaj yüzeylerinin ısınma ve soğumasında farklılık gösterip, göstermediği konusunda da bilgi verecektir. Yapılan denemede ambalaj inkübatör yardımı ile 4°C ye soğutulup, tekrar ortam sıcaklığına ısıtılmış ve data logger yardımı ile sıcaklık verileri kaydedilmiştir. Elde edilen sıcaklık değerlerinin dağılımı Şekil 4.80'de gösterilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde ambalaj yüzeylerinde önemli termal farklılıkların olmadığı görülmüştür. Bu nedenle sensör seçimlerimiz gıda ambalajının önü, arkası, altı, üstü ve iç tarafları olarak belirlenmiştir. Bu çalışmada ayrıntılı olarak ambalaj içerisindeki faz değişimini de görebilmek için mikrokaspüllerin ve FDM nin iç kısmına ilave olarak ssıcaklık sensörleri yerleştirilmiştir. Bunlara ilave olarak da gıda ambalajının gıda ilaveli ve ilavesiz ölçümlerini tam orta noktasında değişimini izleyebilmek içinde kutunun tam orta noktasına da sıcaklık sensörü yerleştirilmiştir. Bu çalışmaların devamında toplam da 21 adet sıcaklık sensörü kullanılmıştır.



Şekil 4.80. Gıda ambalajındaki sıcaklık sensörlerinin yerlerinin belirlenmesi

Bu çalışmada gıda ambalajında mikrokapsüllerin doğrudan kullanılması önem arz etmektedir. Uygulanmasına karar verilen MOSt kapsüllerini (300 g) gıda ambalajının özel bölmelerine yerleştirilmiştir. Ayrıca gıda ürününü temsilen denemeler sırasında ambalaj içerisine çikolata (160 g ve 320 g) konularak ölçümler alınmıştır. Ölçümler hem inkübatör ortamında hem de ortam sıcaklığında alınmıştır. Gıda ambalajı sıcaklık dağılımları ve referansa göre sıcaklık farkları Şekil 4.81-Şekil 4.112'da verilmiştir.



Şekil 4.81. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzünün inkübatördeki testi

Şekil 4.81'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının öz yüzeyi için karşılaştırdığımızda 25 °C'ye ısıtılması sırasında 11,0 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 4,8 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.82. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzünün inkübatördeki testi

Şekil 4.82'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırdığımızda 25 °C'ye ısıtılması sırasında 11,2 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 5,5 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.83. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzünün İnkübatördeki testi

Şekil 4.83'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 10,3 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 4 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.84. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının İnkübatördeki testi

Şekil 4.84'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mikrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının orta noktasının için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 6,1 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 6,4 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.85. Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzünün İnkübatördeki testi

Şekil 4.85'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 5,2 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 3,4 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.86. Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzünün İnkübatördeki testi

Şekil 4.86'da gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 3,4 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 3 saat olduğu görülmektedir.

105



Şekil 4.87. Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzünün İnkübatördeki testi

Şekil 4.87'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 6,0 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 3,1 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.88. Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının İnkübatördeki testi

Şekil 4.88'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ortası için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 4,3 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 5 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.89. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.89'da gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 26-27 °C'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 10,3 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 6,4 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.90. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.90'da gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 26-27 °C'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 15,6 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 8,2 saat olduğu görülmektedir.

109



Şekil 4. 91. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4. 91'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 26-27 $^{\circ}$ C'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 10 $^{\circ}$ C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 5,4 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.92. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.92'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının orta noktası için karşılaştırıldığında 26-27 °C ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 6,3 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 8,8 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.93. Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.93'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 28-29 °C'ye ısıtılması sırasında 7 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 4,3 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.94. Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.94'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 28-29 °C'ye ısıtılması sırasında 7 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 5,2 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.95. Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.95'de gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 28-29 °C'ye ısıtılması sırasında 9 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 4,4 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.96. Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.96'da gösterilen 160 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmiş oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının orta noktası için karşılaştırıldığında 28-29 °C'ye ısıtılması sırasında 4,7 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 6 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.97. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzeyinin İnkübatör testi

Şekil 4.97'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 6,0 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 6,5 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.98. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzeyinin İnkübatör testi

Şekil 4.98'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 6,8 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 6 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.99. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzeyinin İnkübatör testi

Şekil 4.99'da gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 7,2 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 5,9 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.100. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının İnkübatör testi

Şekil 4.100'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının orta noktası için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 3,8 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 9 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.101. Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzeyinin İnkübatör testi

Şekil 4.101'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 4,6 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 7 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.102. Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzeyinin İnkübatör testi

Şekil 4.102'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 1,6 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 3 saat olduğu görülmektedir.


Şekil 4.103. Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzeyinin İnkübatör testi

Şekil 4.103'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 4,5 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 5,3 saat olduğu görülmektedir.

122



Şekil 4.104. Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının İnkübatör testi

Şekil 4.104'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının orta noktası için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 3,4 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 8 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.105. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü ön yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.105'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 24-25 °C ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 8,1 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 7,5 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.106. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü arka yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.106'da gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 24-25 °C ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 7,6 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 8,3 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.107. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.107'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 24-25 °C ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 4,7 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 6,3 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.108. Gıda ambalajının MOSt kapsüllü orta noktasının ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.108'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte MOSt mükrokapsüllerinin kullanılan ambalaj ile referans ambalajının orta noktası için karşılaştırıldığında 24-25 $^{\circ}$ 'ye ısıtılması sırasında dış yüzeyi ile iç yüzeyi arasında 4 $^{\circ}$ bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 9,3 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.109. Oktanoik asitli gıda ambalajının ön yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.109'da gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 25-30 °C ye ısıtılması sırasında 6,1 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 8 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.110. Oktanoik asitli gıda ambalajının arka yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.110'da gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 25-30 °C'ye ısıtılması sırasında 5,2 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 5,2 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.111. Oktanoik asitli gıda ambalajının kapak yüzeyinin ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.111'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 25-30 °C'ye ısıtılması sırasında 7,3 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 5,2 saat olduğu görülmektedir.



Şekil 4.112. Oktanoik asitli gıda ambalajının orta noktasının ortam sıcaklığı testi

Şekil 4.112'de gösterilen 320 g çikolata kullanılan grafikte paketlenmesinde oktanoik asit kullanılan ambalaj ile referans ambalajının orta noktası için karşılaştırıldığında 25-30 °C'ye ısıtılması sırasında 5,0 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 9 saat olduğu görülmektedir.

Mikrokapsüllü ve FDM'li ambalajlarının sıcaklık ölçümlerinin doğruluğundan emin olabilmek için inkübatör ortamındaki %95 güvenlik alan sonuçları EK-1 de verilmiştir. Bu çalışmada gıda ambalajlarının raf ömürlerini uzatılmaya çalışılmıştır. Bu yüzden 4 °C'yi sıfırıncı saat kabul ederek ambalajın sıcaklık sonuçlarının ambalaj yüzeylerinin olası bütün ölçüm sonuçları 4 saatlik dilimler halinde EK-2 de verilmiştir.

Mikrokapsüllü ve FDM li 160 g (a ve b) ve 320 g (c ve d) çikolatalı gıda ambalajlarının referans kutuları ile birlikte termal görüntüleri Şekil 4.113'de verilmiştir. Görüntüler infrared kamera (± 2 °C) ile alınarak 4-25 °C arasında 0-120 dk zaman dilimi için verilmiştir. Ölçümlerde görüldüğü gibi referans gıda ambalajı 20-30 dk arasında ısındığı halde, mikrokapsüllü ve FDM li gıda ambalajlarında ise ısınmaların geciktirdiği gözlenmektedir. Şekiller dikkatli incelendiğinde ise gıda ambalajının içerisindeki ürün arttırıldığında da bu ısınma süreci 10 dk fark ettiği görülmüştür.



Şekil 4.113. Mikrokaspüllerin ve FDM nin termal görüntüleri





133

4.4. Gıda Ambalajında Kullanılan Çikolataların FT-IR Analizi

Gıda ambalaj çalışmamızda kullanılan ve 9 ay bekletilen çikolataların sentezlenen kapsüllerden veya FDM den herhangi bir yapı ile bir etkileşiminin olup olmadığına bakılmıştır. FT-IR sonuçları incelendiğinde, ambalaj malzemesinde kullanılan çikolatanın FDM ve mikrokapsüllerden etkilenmeyerek aynı yapıyı koruduğu Şekil 4.114'de gözlenmiştir.



Şekil 4.114. Çikolataların FT-IR analizi

4.5. Maliyet Hesaplamaları

Bu maliyet hesaplamasının amacı gıda malzemesinin sıcaklığını korumak için kullanılacak konvansiyonel bir soğutma sisteminin maliyeti ile bu çalışmada geliştirilen gıda ambalajında saklanmasının maliyetinim karşılaştırmasını yapmaktır. Elektrik birim maliyeti olarak 33,1833 kr/kWh (Tek zamanlı, mesken, enerjienstitusu.com/elektrik-fiyatlari, Temmuz 2017) alınmıştır. Konvansiyonel soğutma sistemi olarak saatlik elektrik tüketimi 1,35 kW olan inkibatör alınmıştır. Ortam sıcaklığındaki 160 g çikolata kullanılan kapsüllü ambalaj ile 8,8 saat ısıl koruma sağlanmıştır. Konvansiyonel soğutma sistemiyle aynı sürede harcanacak elektrik maaliyeti;

8,8 h × 1,35 kW = 11,88 kWh (8,8 saat sonunda inkibatörden çekilen yük değeri)

11,88 kWh \times 33,1833 kr/kWh = 394,21 kr = 3,94 TL

MOSt kapsüllerinin 300 g için üretim maaliyeti yaklaşık 110-120 TL dır.

Gıda ambalaj kutusunun ekonomik olabilmesi için üretim maliyetini karşılayacak şekilde, aynı ürün veya farklı ürünlerle tekrar kullanılabilir olması gereklidir. Bunun için gerekli yaklaşık tekar kullanım sayısı üretim maliyeti (120 TL) ve yaklaşık konvansiyonel soğutma sistemi elektrik tüketim değerine (4 TL) oranlandığında 30 adet olarak belirlenir.

Murat ÜNAL



5. SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Yapılan bu tez çalışmasında gıda ambalajlarının geliştirilmesi için farklı mikrokapsül çeşitlerinin sentezlenmesi, ambalajların raf ömürlerinin uzatılması konusunda çalışılmıştır. Bulgulardan elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Gıda ambalajlarında kullanılmak üzere FDM seçiminin erime noktası 4-25 °C aralığında kullanılması uygun görülmüştür. Araştırmalar sonucunda tetradekan, pentadekan, hekzadekan, heptadekan ve oktanoik asit kullanılmıştır.
- 2. Mikrokapsül üretiminde in-situ ve emülsiyon polimerizasyonları kullanılarak ve farklı ölçülerde çekirdek:kabuk oranı, farklı emilgatör karşımları, sentezlerde optimum sıcaklık ve optimum reaksiyon süresi belirleme konuları çalışılarak toplam da 34 adet mikrokapsül sentezlenmiştir. İn-situ polimerizasyonunda kabuk maddesi olarak UF, MF, MUF polimerleri kullanılmıştır. Çekirdek maddesi olarak da oktanoik asit tercih edilmiştir. Emülsiyon polimerizasyonunda ise kabuk malzemesi olarak stiren polimeri ve (stiren-ko-etil akrilat) polimeri kullanılmıştır. Çekirdek madde olarak ise stiren polimerinde oktanoik asit tercih edilirken, stiren-ko-etil akrilat polimerinde tetradekan, pentadekan, hekzadekan, heptadekan ve oktanoik asit tercih edilmiştir.
- 3. İn-situ polimerizasyonu ile sentezlenen mikrokapsüller üç farklı parametre esas alınarak sentezlenmiştir. Bunlardan birincisi; farklı emilgatör tipleri esas alınarak, ikincisi; farklı reaksiyon karıştırma süreleri esas alınarak ve üçüncüsü; farklı reaksiyon sıcaklıkları esas alınarak çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmadaki polimerizasyonda

MOUF1 kapsüllerinin ve tween 40 emilgatörünün 93,9 J/g erime entalpisi ile en iyi sonuç verdiği görülmüştür. MOUF1 mikrokapsüllerinin iyi sonuç vermesinin ardından reaksiyon süresine ve zamanına baktığımızda da 50 °C 'deki sıcaklığın (MOUF5), 120 dk reaksiyon zamanının (MOUF11) en iyi sonuç verdiği anlaşılmıştır.

- 4. Emülsiyon polimerizasyonu ile sentezlenen (stiren-ko-etil akrilat) polimerinin mikrokapsüllerinde farklı çekirdek:kabuk oranları belirli parametreleri ile çalışmıştır. Kapsüllerin DSC sonuçlarına baktığımızda MOStcoEA, MTStcoEA3, MPStcoEA3, MHStcoEA3 ve MHpStcoEA3'ün sırasıyla erime entalpileri 37,0 J/g, 182,7 J/g, 121,8 J/g, 196,1 J/g ve 140,5 J/g sonuçlarından dikkate değer sonuçlar elde edilmiştir.
- 5. Emülsiyon polimerizasyonu ile sentezlenen stiren polimerinin mikrokapsüllerinde de farklı çekirdek:kabuk oranları olarak 1,5:1 oranı ile çalışmıştır. Kapsüllerin DSC sonucuna baktığımızda 42,9 J/g erime entalpisi ile dikkat çekici sonuç verdiği görülmüştür.
- Sentezlenen mikrokapsüllerin FT-IR sonuçlarına bakıldığında ise hepsinin boş polimerler ve kabuk malzemesinde kullanılan maddeler ile bütün karakteristik titreşimleriyle uyum içerisinde olduğu açık bir şekilde görülmüştür.
- 7. İn-situ polimerizasyonu ile sentezlenen mikrokapsüllerin (MOUF, MOMF ve MOUMF) SEM morfolojisine baktığımızda 200nm-1,5µm arasında parçacık boyutuna sahip oldukları görülmüştür. Yapı olarak bakıldığında ise poliermeler düzgün ama genellikle yassı oluşmuştur. Morfolojiler arasında ise melamin etkisi çok fazla görülmüştür. Bunun sebebi ise, melamin maddesinin ilavesi ile elde edilen kapsüllerin şekilleri daha düzgün ve dairesel yapıda oldukları görülmüştür.

- Emülsiyon polimerizasyonu ile sentezlenen mikrokapsüllerin (MOStcoEA, MTStcoEA3, MPStcoEA3, MHStcoEA3 ve MHpStcoEA3) SEM morfolojisine baktığımızda 300nm-1µm arasında parçacık boyutuna sahip oldukları görülmüştür. Yapısal olarak dairesel olduğu görülmüştür.
- Emülsiyon polimerizasyonu ile sentezlenen mikrokapsüllerin (MOSt)) SEM morfolojisine baktığımızda tam küresel olduğu ve yüzeyinin pürüssüz olduğu görülmüştür. Parçacık boyutu analizinde ise mikrokapsüllerin 882 nm parçacık boyutuna sahip oldukları görülmüştür.
- 10. Gıda ambalajında kullanılmak üzere, en uygun mikrokapsüllerin seçiminde esas alınan kriterler insan sağlığına olumsuz etki oluşturmayan, maaliyeti daha düşük, uygulama aralığına en uygun ve günlük yaşantımızda çoğu gıda ambalajında kullanılan polistirenden el edilen MOSt kapsülleri tercih edilmiştir.
- 11. Mikrokapsüllerin (MOSt) ve FDM nin cevrimlerine termal 0 baktığımızda, termal cevrimden sonraki gizli 1S1 depolamakapasiteleri sırasıyla 42,9 J/g ve 147,5 J/g, 1000 termal çevrimden sonraki gizli ısı depolama kapasiteleri sırasıyla 34,2 J/g ve 140 J/g olarak ölçülmüştür. Mikrokapsüllerin ve FDM'nin termal çevrimlerden sonraki gizli ısı depolama kapasitelerindeki düşüş paralel olduğu ve fazla önem arz etmediği termal kararlılığını koruduğu anlaşılmıştır. Termal çevrimlerden sonra FT-IR sonuçlarına da baktığımızda kimyasal kararlılığını da koruduğu görülmüştür.
- 12. MOSt kapsüllerinin su banyosu ve datalogger sonuçlarına bakıldığında FDM de gözlenen 1,5-2 °C aşırı soğuması ve data logger sonuçlarında gözüken aşırı soğuma mikrokapsüllerde gözlenmemiştir. Bu sonuçdan da mikrokapsüllemenin aşırı soğumayı önlediği gözlenmiştir.

- 13. Ortam sıcaklığındaki ve inkübatör ortamındaki data logger testleri yüzeyler belirlendikten sonra mikrokapsül miktarı hesaplamalarından yola çıkarak 300 g kapsül (MOSt) yerleştirilerek 21 adet termal sensör kullanılarak incelenmiştir. Bu testler gıda ambalajının içerisinde çikolata konularak (160 g ve 320 g) ve çikolataların ortasına da termal sensör yerleştirilerek gerçekleştirilmiştir.
- 14. İnkübatör ortamındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 11 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 4,8 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 5,2 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 3,4 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize mülrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak ön yüzeyinde 1,5 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.
- 15. Ortam sıcaklığındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 26-27 ℃ ye ısıtılması sırasında 10,3 ℃ bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 6,4 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın ön yüzeyi için karşılaştırıldığında 28-29 ℃'ye ısıtılması sırasında 7 ℃ bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması sırasında 7 ℃ bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 4,3 saat olduğu görülmüştür. Bu

sonuç bize mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak ön yüzeyinde 2 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.

- 16. İnkübatör ortamındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 11,2 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 5,5 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 3,4 °C bir avantaj sağladığı görülmüştür. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısında oktanoik asit aktif olma süresinin 3 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak arka yüzeyinde 2,5 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.
- 17. Ortam sıcaklığındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 26-27 ℃'ye ısıtılması sırasında 15,6 ℃ bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 8,2 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın arka yüzeyi için karşılaştırıldığında 28-29 ℃'ye ısıtılması sırasında 7 ℃ bir avantaj sağladığı görülmüştür. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 5,2 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak arka yüzeyinde 3 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.

- 18. İnkübatör ortamındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 10,3 °C bir avantaj sağladığı görülmüstür. Bu durum gıdaların tasınması veva raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 4 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 6 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 3,1 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak kapak yüzeyinde 1 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.
- 19. Ortam sıaklıkğındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 26-27 °C'ye ısıtılması sırasında 10 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 5,4 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın kapak yüzeyi için karşılaştırıldığında 28-29 °C'ye ısıtılması sırasında 9 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 4,4 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak kapak yüzeyinde 1 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.
- 20. İnkübatör ortamındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın orta noktası için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 6,1 °C bir avantaj 142

sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 6,4 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın orta noktası için karşılaştırıldığında 25 °C'ye ısıtılması sırasında 4,3 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 5 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak orta noktasında 1,5 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.

- 21. Ortam sıcaklığındaki 160 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın orta noktası için karşılaştırıldığında 26-27 °C'ye ısıtılması sırasında 6,3 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 8,8 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın orta noktası için karşılaştırıldığında 28-29 °C'ye ısıtılması sırasında 4,7 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması sırasında 4,7 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 6 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'lerden yaklaşık olarak orta noktasında 3 saat daha avantaj sağladığını göstermiştir.
- 22. Ortam sıcaklığındaki 320 g çikolatalı MOSt mikrokapsüllerinin kullanıldığı ambalaj ile referans ambalajın orta noktası için karşılaştırıldığında 24-25 °C ye ısıtılması sırasında 4 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından mikrokapsüllerin aktif olma süresinin 9,3 saat olduğu görülmüştür. Aynı özellikteki FDM'lerin kullanıldığı

ambalaj ile referans ambalajın orta noktası için karşılaştırıldığında 25-30 °C ye ısıtılması sırasında 5 °C bir avantaj sağladığı görülmektedir. Bu durum gıdaların taşınması veya raf ömürlerini uzatılması açısından oktanoik asit aktif olma süresinin 9 saat olduğu görülmüştür. Bu sonuç bize gıda ambalajların içerisindeki ürünün artması mikrokapsüllerin aynı çerkidek madde miktarı ile aynı miktardaki FDM'li ambalajlarında karşılaşılan hızlı ısınma dejavatajını ortadan kaldırdığı anlaşılmıştır.

- 23. Termal kamera götüleri alınan gıda ambalajların 4-25 °C arasında 0-120 dk zaman dilimi verilmiştir. Ölçümlerde görüldüğü gibi referans gıda ambalajı 20-30 dk arasında ısındığı mikrokapsüllü ve FDM li gıda ambalajlarında ise ısınmaların geciktirdiği gözlenmiştir. Sonuçlar dikkatli incelendiğinde ise gıda ambalajının içerisindeki ürünü arttırıldığında da bu ısınma süreci 10 dk fark ettiği anlaşılmıştır.
- 24. 9 ay gıda ambalajlarının içerisinde bekletilen çikolataların FT-IR da kimyasal yapısına bakıldığında, referans ambalajındaki çikolatalar ve yeni açılmış çikolatalar ile karşılaştırıldığında karakteristik piklerin değişmediği görülmüştür.

5.2. Öneriler

Bu çalışmanın sonuçlarından elde edilen verilerin ışığında daha ileriki çalışmalar için aşağıdaki çalışmalar önerilmiştir:

- İn-sitü polimerzayonu ve emülsiyon polimerizayonu yöntemleri ile farklı kabuk malzemeli ve farklı çekirdek maddeleri kullnılarak yeni nano- ve mikro- kapsüllerin üretilmesi.
- 2. Üretilen kapsüllerin üretim formülasyonu daha da geliştirerek fabrikasyon üretimlerine uygun daha az maliyetli üretimler gerçekleştirilmesi
- 3. Üretilen mikrokapsüllerin antibakteriyel testlerinin yapılması
- 4. Gıda ambalajlarında farklı kapsüller ve FDM lerin denenmesi
- Gıda ambalajı içerisinde kullanılan çikolata yerine daha maliyetli olan gıdalar kullanılıp, ambalajın içerisindeki gıdalar için farklı gıda dayanımı testlerinin yapılması
- 6. Çalışmalar gıda ambalajından daha farklı alanlarda (soğutmalı araçların iç kısımları, soğuk zincir gerekli gıdaların taşınması gibi) uygulamalara yayılması.



KAYNAKLAR

- Alay, S., Alkan, C., Göde, F., 2011. Synthesis and Characterization of Poly (Methyl Methacrylate)/n-Hexadecane Microcapsules Using Different Cross-Linkers and Their Application to Some Fabrics. Thermochimica acta, 518(1):1-8.
- Alay, S., Göde, F., Alkan, C., 2009. Isıl Enerji Depolama İçin Poli(etil akrilat)/Hekzadekan Mikrokapsüllerinin Üretilmesi ve Karakterizasyonu. Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 3:33-46.
- Ashby, M. F. 2012. Materials and the environment: eco-informed material choice. Elsevier.616s.
- Ay, M., Gürü, M., Gürses, A., Büyükarıcı, F., Yıldırım, F., Duran B., 2010. Grup Reçine Meyve Çekirdek Kabuklarının Polimer Ahşap Kompozit Malzeme Olarak Değerlendirilmesi, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Tübitak-bideb Kimya Lisans Öğrencileri Kimyagerlik, Kimya Öğretmenliği, Kimya Mühendisliği Araştırma Projesi Eğitimi Çalıştayı Kimya-1 proje raporu.
- Aydın D., Utlu Z., Kincay O., 2015. Thermal Performance Analysis of a Solar Energy Sourced Latent Heat Storage. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 50:1213–1225.
- Aydın, A. A., Okutan, H., 2013. Polyurethane Rigid Foam Composites İncorporated With Fatty Acid Ester-Based Phase Change Material. Energy Conversion and Management, 68, 74-81.
- Bansode, S. S., Banarjee, S. K., Gaikwad, D. D., Jadhav, S. L., Thorat, R. M., 2010. Microencapsulation : A Review. International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research, 1(2):38-43.
- Bao, Y., Pan, W., Wang, T., Wang, Z., Wei, F., and Xiao, F., 2011. Microencapsulation of Fatty Acid as Phase Change Material for Latent Heat Storage. J. Energy Eng., 137(4):214–219.

- Beyhan, B., Paksoy, H., Daşgan, Y., 2013. Root Zone Temperature Control With Thermal Energy Storage In Phase Change Materials For Soilless Greenhouse Applications. Energy Conversion and Management, 74, 446-453.
- Bhanvase, B. A., Sonawane, S. H., 2014. Ultrasound Assisted in Situ Emulsion Polymerization for Polymer Nanocomposite: A Review. Chemical Engineering and Processing, 85:86–107.
- Brun-Graeppi, A. K. A. S., Richard, C., Bessodes, M., Scherman, D., Merten, O., 2011. Cell Microcarriers and Microcapsules of Stimuli-Responsive Polymers. Journal of Controlled Release, 149:209–224.
- Chalco-Sandoval, W., Fabra, M. J., López-Rubio, A., Lagaron, J. M. 2015.
 Optimization of Solvents for The Encapsulation of a Phase Change Material in Polymeric Matrices by Electro-Hydrodynamic Processing of Interest in Temperature Buffering Food Applications. European Polymer Journal, 72:23-33.
- Chen K., Yu X., Tian C., Wang J., 2014. Preparation and Characterization of Form-Stable Paraffin/Polyurethane Composites as Phase Change Materials for Thermal Energy Storage, Energy Conversion and Management, 77:13–21.
- Copertaro, B., Principi, P., Fioretti, R. 2016. Thermal Performance Analysis of PCM in Refrigerated Container Envelopes in The Italian Context– Numerical Modeling and Validation. Applied Thermal Engineering, 102:873-881.
- Da Cruz, A. G., De Faria, A. F. J., Van Dender A.G.F., 2007. Packaging System and Probiotic Dairy Foods. Food Research International 40:951–956.
- Fan, C., Zhou, X., 2011. Effect of Emulsifier on Poly(urea-formaldehyde) Microencapsulation of Tetrachloroethylene. Polym. Bull., 67:15–27.
- Feldman, D., Shapiro, M. M., Banu, D., 1986. Organic Phase Change Materials For Thermal Energy Storage. Solar energy materials, 13(1), 1-10.

- Fuensanta, M., PAiphansiri, U., Romero-Sanchaez, D. M., Guillem C., Lopez-Buendia M. L., Landfester K., 2013. Termal Properties of a Novel Nanocapsulated Phase Change Material for Thermal Energy Storage. Thermochimica Acta, 565:95-101.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R., 2007.Applications of spray-drying in Microencapsulation of Food Ingredients: An overview. Food Research International, 40:1107–1121.
- Gin, B.,, Farid, M. M., 2010. The Use of PCM Panels to Improve Storage Condition of Frozen Food. Journal of Food Engineering 100:372–376.
- Guler, Z., Kut, D., 2011. Poliester Perdelik Kumaşta Isıl Regülasyon Sağlamaya Yönelik Mikrokapsül Hazırlanması ve Uygulanması, Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 16 (1):105-115.
- Hoang, H. M., Leducq, D., Perez-Masia, R., Lagaron, J.M., Gogou, E., Taoukis, P., Alvarez, G., 2015. Heat Transfer Study of Submicro-Encapsulated PCM Plate for Food Packaging Application. International Journal Refrigeration 52:151-160.
- http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html (erişim tarihi: 05.12.2016)

http://enerjienstitusu.com/elektrik-fiyatlari/ (erişim tarihi: 20.02.2017)

- Huang, J., Li, X, Zhou, W., 2015. Safety Assessment of Nanocomposite for Food Packaging Application. Trends in Food Science & Technology, 45:187-199.
- Incropera, P. F., Dewitt, P. D., 2006. Isı ve Kütle Geçişinin Temelleri. Çevik Matbaası, İstanbul, 960s.
- Kenisarin, M., Mahkamov, K., 2007. Solar energy storage using phase change materials. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 11(9), 1913-1965.
- Khadiran, T., Hussein, Z. M., Zainal, Z., Rusli, R., 2015. Encapsulation Techniques for Organic Phase Change Materials as Ther- Mal Energy 149

Storage Medium: A Review. Solar Energy Materials & Solar Cells, 143:78–98.

- Konuklu, Y., Paksoy, H. Ö., 2009. Phase Change Material Sandwich Panels For Managing Solar Gain İn Buildings. Journal of Solar Energy Engineering, 131(4), 041012.
- Konuklu, Y., Paksoy, H. Ö., 2017. Polystyrene-based caprylic acid microencapsulation for thermal energy storage. Solar Energy Materials and Solar Cells, 159, 235-242.
- Konuklu, Y., Paksoy, O. H., Unal, M., Konuklu, S., 2014. Microencapsulation of a Fatty Acid with Poly(Melamine–Urea–Formaldehyde). Energy Conversion and Management 80:382–390.
- Konuklu, Y., Unal, M., Paksoy, O. H., 2014. Microencapsulation of Caprylic Acid with Different Wall Materials as Phase Change Material for Thermal Energy Storage. Solar Energy Materials & Solar Cells, 120:536-542.
- Jamekhorshid, A., Sadrameli, S.M., Farid, M., 2014. A Review of Microencapsulation Methods of Phase Change Materials (Pcms) as a Thermal Energy Storage (TES) Medium. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 31:531–542.
- Johnston, J. H., Grindrop, J. E., Dodds, M., Schimitschek, K., 2008. Composite Nano-structured Calcium Silicate Phase Change Materials for Thermal Buffering in Food Packaging. Current Applied Physics, 8:508–511.
- Li, J, Wang, S, Liu, H, Liu, N, You, L., 2011. Preparation and Application of Poly(Melamine–Urea–Formaldehyde) Microcapsules Filled with Sulfur. Polym Plast Technol Eng, 50:689–97.
- Liu, M., Tay, S. H. N., Bell, S., Belusko, M., Jacob, R., Will, G., Saman, W., Bruno, F., 2016. Review on Concentrating Solar Power Plants and New Developments in High Temperature Thermal Energy Storage Technologies. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 53:1411– 1432.

- Melone, L., Altomare, L., Cıgada, A., Nardo, L. D., 2012. Phase Change Material Cellulosic Composites for the Cold Storage of Perishable Products: From Material Preparation to Computational Evaluation, Applied Energy 89:339–346.
- Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S., Bugarski, B., 2011. An Overview of Encapsulation Technologies for Food Applications. Procedia Food Science 1:1806 – 1815.
- N'Tsoukpoe, E. K., Restuccia, G., Schmidt T., Py X., 2014. The Size of Sorbents in Low Pressure Sorption or Thermochemical Energy Storage Processes. Energy 77:983-998.
- Oró, E., de Gracia, A., Cabeza, L. F. 2013. Active Phase Change Material Package for Thermal Protection of Ice Cream Containers. International Journal of Refrigeration, 36(1):102-109.
- Oró, E., Miró, L., Farid, M. M., Cabeza, L. F. 2012. Improving Thermal Performance of Freezers Using Phase Change Materials. International Journal of Refrigeration, 35(4):984-991.
- Özonur, Y., Mazman, M., Paksoy H., Ö. ve EVLİYA, H., 2006.
 Microencapsulation of Coco Fatty Acid Mixture for Thermal Energy Stroge with Phase Change Material. Int. J. Energy Res., 30:741–749.
- Pérez-Masiá, R., López-Rubio, A., & Lagarón, J. M. 2013. Development of zeinbased heat-management structures for smart food packaging. Food hydrocolloids, 30(1), 182-191.
- Sánchez-Silva, L., Rodríguez, F. J., Sánchez, P., 2011. Influence of Different Suspension Stabilizers on The Preparation of Rubitherm RT31 Microcapsules. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 390:62-66.
- Sarı, A., Alkan, C., & Karaipekli, A., 2010. Preparation, Characterization And Thermal Properties Of PMMA/N-Heptadecane Microcapsules As Novel

Solid–Liquid Micropem For Thermal Energy Storage. Applied Energy, 87(5), 1529-1534.

- Sharma, S. D., Sagara, K., 2005. Latent Heat Storage Materials And Systems: A Review. International Journal of Green Energy, 2(1), 1-56.
- Sharma, A., Tyagi, V.V., Chen, C.R., Buddhi, D., 2009. Review on Thermal Energy Storage with Phase Change Materials and Aplications. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 13:318-345.
- Silva, T., Vicente, R., Rodrigues, R., 2016. Literature Review on The Use of Phase Change Materials in Glazing and Shading Solutions. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 53:515–535.
- Soares, N., Costa, J. J., Gaspar, R. A., Santos, P., 2013, Review of passive PCM latent heat thermal energy storage systems towards buildings' energy efficiency, Energy and Buildings, 59, 82–103.
- Soares, N., Gaspar, A. R., Santos, P., Costa, J. J. 2016. Experimental Evaluation of The Heat Transfer Through Small PCM-Based Thermal Energy Storage Units for Building Applications. Energy and Buildings, 116:18-34.
- Tong, X. M., Zhang T., Yang, M. Z., Zhang, Q., 2010. Preparation and Characterization of Novel Melamine Modified Poly(Urea-Formaldehyde) Self-Repairing Microencapsules. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 371:91-97.
- Zalba, B., Marin M. J., Cabeza, F. L., Mehling, H., 2003. Review on Thermal Energy Storage with Phase Change: Materials, Heat Transfer Analysis and Applications. Applied Thermal Engineering, 23:251-283.
- Zhang, H., Wang, X., 2009. Fabrication and Performances of Microencapsulated Phase Change Materials Based on *n*-octadecane Core and Resorcinol Modified Melamine–formaldehyde Shell. Colloids and Surfaces A, Physicochem. Eng. Aspects, 332:129–138.

- Zhang, T., Wang, T., Shi, H., Yang, W., 2012. Fabrication and performance of new kind microencapsulated phase change material based on basic stearic polycarbonate Shell. Energy Conversion and management. 64:1-7.
- Zhou, T., Darkwa, J., Kokogiannakis, G., 2015. Thermal Evaluation of Laminated Composite Phase Change Material Gypsum Board Under Dynamic Conditions. Renewable Energy, 78:448-456.





ÖZGEÇMİŞ

1985 yılında İstanbul Beykoz'da doğdu. İlköğrenimini Deri Kundura İlköğretiminde, orta öğrenimini ise Fevzi Çakmak Lisesi'nde tamamladı. 2007 yılında Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nden mezun oldu. 2010 yılında Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı'nda yüksek lisans eğitiminini tamamladı. 2011 yılında Çukurova Üniversitesi Kimya Bölümü'nde doktora eğitimine başladı.



EKLER


Mikrokapsüllü ambalajlar için %95 lik güvenlik alanı;

Mikrokapsüllü Amb. Kutu Ortası

Ortam

X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,483228	4,45826	4,51219	4,484559	1,77E-06	0,000692	0,000763	0,02699	4,551564	4,417555	0,067004	0,067004
	1. saat										
25,03548	24,94959	24,94959	24,97822	0,003279	0,00082	0,00082	0,049587	25,10132	24,85511	0,123106	0,123106
	2.saat										
25,05944	25,0185	25,07942	25,05245	4,89E-05	0,001153	0,000727	0,031056	25,12955	24,97535	0,077101	0,077101
	3.saat										
25,1663	25,07043	25,0954	25,11071	0,003091	0,001623	0,000234	0,049738	25,23419	24,98723	0,12348	0,12348
	4.saat										
25,1723	25,06643	25,14134	25,12669	0,00208	0,003631	0,000215	0,05443	25,26182	24,99156	0,135129	0,135129
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,316961	4,176695	4,204748	4,232801	0,007083	0,003148	0,000787	0,074222	4,417065	4,048538	0,184263	0,184263
	1. saat										
10,5608	9,913574	10,05584	10,17674	0,147503	0,069256	0,014616	0,340129	11,02115	9,332334	0,844405	0,844405
	2.saat										
18,16322	18,17925	18,3666	18,23636	0,005349	0,003261	0,016964	0,113081	18,51709	17,95562	0,280736	0,280736
	3.saat										
21,56467	21,6328	21,84119	21,67955	0,013198	0,002186	0,026128	0,14407	22,03722	21,32189	0,357668	0,357668
	4.saat										
23,15869	23,18174	23,25488	23,19843	0,001579	0,000279	0,003186	0,050219	23,32311	23,07376	0,124673	0,124673

Kutu Ortas	Referans	Amb.	Kutu	Ortası
------------	----------	------	------	--------

X1	X2	X3	Х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,079202	4,005232	3,967247	4,017227	0,003841	0,000144	0,002498	0,056933	4,15857	3,875884	0,141343	0,141343
	1. saat										
15,80951	16,0894	16,21735	16,03875	0,052552	0,002565	0,031896	0,208582	16,55658	15,52092	0,517828	0,517828
	2.saat										
21,02642	21,60619	21,46325	21,36529	0,114829	0,058035	0,009596	0,302043	22,11514	20,61543	0,749854	0,749854
	3.saat										
23,0706	23,28852	23,10459	23,15457	0,00705	0,017942	0,002498	0,117239	23,44563	22,86351	0,291059	0,291059
	4.saat										
24,05521	24,0802	24,02422	24,05321	4E-06	0,000728	0,00084	0,028043	24,12283	23,98359	0,069618	0,069618

Mikrokapsüllü Amb. Arka Dış Yüzey

X1	X2	X3	Х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
3,923832	3,865856	4,021793	3,93716	0,000178	0,005084	0,007163	0,078819	4,132836	3,741485	0,195675	0,195675
	1. saat										
24,16273	24,01879	22,70832	23,62995	0,283862	0,1512	0,849404	0,801394	25,61949	21,6404	1,989546	1,989546
	2.saat										
24,5066	24,48161	23,9928	24,327	0,032254	0,023903	0,111689	0,289695	25,0462	23,6078	0,719198	0,719198
	3.saat										
24,83147	24,60956	24,45662	24,63255	0,039569	0,000529	0,030951	0,18848	25,10047	24,16463	0,467921	0,467921
	4.saat										
24,97941	24,83447	24,7365	24,85013	0,016714	0,000245	0,01291	0,122206	25,15352	24,54674	0,30339	0,30339

Mikrokapsüllü Amb. Arka Kapsül Ortası

X1	X2	X3	Х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,090878	4,242893	3,959865	4,097879	4,9E-05	0,021029	0,019048	0,141644	4,449525	3,746233	0,351646	0,351646
	1. saat										
19,01837	19,06438	19,52642	19,20306	0,034108	0,019232	0,104565	0,280986	19,90063	18,50548	0,697577	0,697577
	2.saat										
23,54882	23,55983	23,60483	23,57116	0,000499	0,000128	0,001134	0,029673	23,64483	23,49749	0,073667	0,073667
	3.saat										
24,50592	24,53192	24,41691	24,48492	0,000441	0,002209	0,004625	0,060314	24,63465	24,33518	0,149735	0,149735
	4.saat										
24,90596	24,89296	24,74894	24,84929	0,003212	0,001907	0,010069	0,087142	25,06563	24,63295	0,21634	0,21634

Mikrokapsüllü Amb. Arka İç Yüzey

X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,197084	4,048433	4,11171	4,119076	0,006085	0,00499	5,43E-05	0,074599	4,304275	3,933877	0,185199	0,185199
	1. saat										
16,85152	16,12735	15,81598	16,26495	0,344064	0,018934	0,201572	0,531305	17,58397	14,94593	1,319021	1,319021
	2.saat										
22,30039	22,20196	22,12864	22,21033	0,008111	7,01E-05	0,006673	0,086181	22,42428	21,99637	0,213954	0,213954
	3.saat										
23,77786	23,63725	23,6483	23,6878	0,008111	0,002556	0,001561	0,078191	23,88192	23,49368	0,194116	0,194116
	4.saat										
24,46588	24,34234	24,00687	24,27169	0,037707	0,00499	0,070133	0,237519	24,86136	23,68203	0,589666	0,589666

Referans Amb.Arka Dış Yüzey

X1	X2	X3	Х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
3,768799	3,686906	3,707878	3,721194	0,002266	0,001176	0,000177	0,04254	3,826803	3,615585	0,105609	0,105609
	1. saat										
24,91627	24,80142	24,83837	24,85202	0,004128	0,00256	0,000186	0,058629	24,99757	24,70647	0,145552	0,145552
	2.saat										
24,86034	24,87133	24,94424	24,89197	0,001	0,000426	0,002732	0,045595	25,00516	24,77877	0,113195	0,113195
	3.saat										
25,07906	24,84636	24,93225	24,95256	0,016003	0,011277	0,000412	0,11767	25,24469	24,66043	0,292128	0,292128
	4.saat										
25,06108	24,87832	24,69356	24,87766	0,033646	4,44E-07	0,033891	0,183762	25,33386	24,42145	0,456208	0,456208

Referans Amb. Arka İç Yüzey

X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
3,96362	3,853598	3,872602	3,896607	0,004491	0,00185	0,000576	0,058808	4,042604	3,75061	0,145997	0,145997
	1. saat										
23,60055	23,22847	23,06844	23,29915	0,090838	0,004996	0,053228	0,273004	23,97692	22,62139	0,677762	0,677762
	2.saat										
24,53273	24,47472	24,31169	24,43971	0,008652	0,001226	0,016391	0,114605	24,72423	24,1552	0,284518	0,284518
	3.saat										
24,82179	24,75678	24,31169	24,63009	0,036751	0,016051	0,101377	0,277649	25,31938	23,94079	0,689294	0,689294
	4.saat										
24,95082	24,89781	25,01583	24,95482	1,6E-05	0,00325	0,003723	0,059114	25,10157	24,80806	0,146756	0,146756

	Mikrokaps	süllü Amb. Ö	Ön Dış Yüzey	7							
1. deney	2. deney	3. deney		-							
X1	X2	X3	Х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,296263	4,23718	4,319295	4,284246	0,000144	0,002215	0,001228	0,042356	4,389399	4,179093	0,105153	0,105153
	1. saat										
23,80354	23,60726	23,62629	23,67903	0,015502	0,005151	0,002782	0,108246	23,94776	23,4103	0,268731	0,268731
	2.saat										
24,29923	24,24615	24,23614	24,26051	0,001499	0,000206	0,000594	0,033905	24,34468	24,17633	0,084172	0,084172
	3.saat										
24,60065	24,33728	24,50051	24,47948	0,014682	0,02022	0,000442	0,132937	24,80951	24,14945	0,330031	0,330031
	4.saat										
24,93512	24,79392	24,91809	24,88238	0,002782	0,007825	0,001276	0,077078	25,07373	24,69102	0,191354	0,191354

Mikrokapsüllü Amb. Ön Kapsül Ortası

1. deney	2. deney	3. deney									
X1	X2	X3	x	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	s	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,386363	4,27027	4,237244	4,297959	0,007815	0,000767	0,003686	0,078321	4,492399	4,10352	0,19444	0,19444
	1. saat										
18,58772	17,77607	17,97623	18,11334	0,225036	0,113751	0,018799	0,422839	19,16308	17,06359	1,049743	1,049743
	2.saat										
23,62374	23,47762	23,33951	23,48029	0,020577	7,12E-06	0,019819	0,142132	23,83315	23,12743	0,352859	0,352859
	3.saat										
24,54548	24,33531	24,28127	24,38735	0,025004	0,002708	0,011254	0,139582	24,73388	24,04082	0,346528	0,346528
	4.saat										
24,9478	24,74964	25,00184	24,89976	0,002308	0,022536	0,010421	0,132786	25,22942	24,57011	0,329655	0,329655

Mikroka	nsüllü Ar	nh. Ön	İc Y	Vüzev
1VIINI UNA	psunu Ai	no. On	10.	I UZCY

1. deney	2. deney	5. deney		-							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,268271	4,124027	4,139052	4,177117	0,008309	0,002819	0,001449	0,079299	4,373985	3,980249	0,196868	0,196868
	1. saat										
16,88969	16,54411	16,66458	16,69946	0,036188	0,024135	0,001217	0,175413	17,13494	16,26398	0,435482	0,435482
	2.saat										
22,75364	22,64546	22,34796	22,58235	0,02934	0,003983	0,054942	0,210078	23,10389	22,06081	0,52154	0,52154
	3.saat										
24,02881	23,87455	23,71928	23,87421	0,0239	1,11E-07	0,024003	0,154763	24,25843	23,49	0,384215	0,384215
	4.saat										
24,63484	24,48859	24,52765	24,55036	0,007136	0,003816	0,000516	0,075722	24,73835	24,36237	0,187987	0,187987

	Referans Amb. Ön Dış Yüzey													
1. deney	2. deney	3. deney												
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)			
	0. saat													
4,22172	4,135376	3,93056	4,095885	0,015834	0,00156	0,027332	0,149543	4,467142	3,724628	0,371257	0,371257			
	1. saat													
25,06376	24,71738	24,99649	24,92587	0,019012	0,043471	0,004986	0,18367	25,38185	24,46989	0,45598	0,45598			
	2.saat													
25,0487	24,99548	24,93022	24,99147	0,003275	1,61E-05	0,003751	0,059338	25,13878	24,84416	0,147313	0,147313			
	3.saat													
25,19126	24,95834	24,95633	25,03531	0,024322	0,005925	0,006238	0,135064	25,37062	24,7	0,335312	0,335312			
	4.saat													
25,17118	25,07681	24,92018	25,05606	0,013254	0,000431	0,018462	0,12678	25,3708	24,74131	0,314745	0,314745			

	Referans Amb. Ön İç Yüzey													
1. deney	2. deney	3. deney		_										
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)			
	0. saat													
4,151001	4,038945	3,973912	4,054619	0,009289	0,000246	0,006514	0,089579	4,277008	3,83223	0,222389	0,222389			
	1. saat													
23,81783	23,63274	23,40062	23,61706	0,040308	0,000246	0,046847	0,209046	24,13604	23,09808	0,518978	0,518978			
	2.saat													
24,64824	24,69927	24,59822	24,64858	1,11E-07	0,00257	0,002536	0,050526	24,77401	24,52314	0,125436	0,125436			
	3.saat													
24,93039	24,87836	24,89037	24,8997	0,000941	0,000456	8,72E-05	0,027241	24,96733	24,83207	0,067629	0,067629			
	4.saat													
25,04544	25,01343	24,86535	24,97474	0,004999	0,001497	0,011966	0,096076	25,21326	24,73622	0,238518	0,238518			

	Mikrokap	süllü Amb.K	apak Dış Yü	izey							
1. deney X1	2. deney X2	3. deney X3	x	- (X1-X) ²	$(X_2 X)^2$	$(X_3, X)^2$	s	T(+)	Т(-)	Sonuc(+)	Somuc(-)
	0. saat		A	(11 1)	(12 1)		5	1(1)	1()	56huç(*)	Sonuç()
4,262066	4,251103 1. saat	4,266053	4,259741	5,41E-06	7,46E-05	3,98E-05	0,007742	4,278961	4,240521	0,01922	0,01922
24,45421	24,43727 2.saat	24,34258	24,41135	0,001837	0,000672	0,00473	0,060158	24,5607	24,262	0,14935	0,14935
24,86286	24,819 3.saat	24,80306	24,82831	0,001194	8,65E-05	0,000638	0,030967	24,90519	24,75143	0,07688	0,07688
25,16785	24,95256 4 saat	24,90671	25,00904	0,02522	0,00319	0,010471	0,139429	25,35519	24,66289	0,346147	0,346147
25,19675	4.5aat 24,99841	24,94758	25,04758	0,022252	0,002418	0,01	0,131664	25,37445	24,72071	0,326869	0,326869

Mikrokapsüllü Amb. Kapak Kapsül Ortası

 deney 	deney	deney		_							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,202485	4,078361	4,044327	4,108391	0,008854	0,000902	0,004104	0,083246	4,315057	3,901725	0,206666	0,206666
	1. saat										
21,96423	21,69396	21,82409	21,82743	0,018715	0,017813	1,11E-05	0,135166	22,16299	21,49186	0,335564	0,335564
	2.saat										
24,06833	23,82108	23,82008	23,90317	0,027279	0,006737	0,006903	0,143038	24,25827	23,54806	0,355107	0,355107
	3.saat										
24,67694	24,48275	24,47874	24,54614	0,017108	0,004019	0,004543	0,113292	24,8274	24,26488	0,281258	0,281258
	4.saat										
24,89516	24,77904	24,69696	24,79039	0,010977	0,000129	0,008729	0,099585	25,03762	24,54316	0,24723	0,24723

	Mikrokap	süllü Amb. k	lapak Iç Yü	zey							
1. deney	2. deney	3. deney									
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,268653	4,137535	4,082486	4,162892	0,011186	0,000643	0,006465	0,095639	4,400325	3,925458	0,237433	0,237433
	1. saat										
20,6684	20,39415	20,52627	20,52961	0,019263	0,018348	1,11E-05	0,137154	20,87011	20,18911	0,340499	0,340499
	2.saat										
23,52997	23,41787	23,31078	23,41954	0,012195	2,78E-06	0,01183	0,109608	23,69165	23,14743	0,272114	0,272114
	3.saat										
24,43178	24,23561	24,20358	24,29032	0,020011	0,002994	0,007525	0,123551	24,59705	23,9836	0,306728	0,306728
	4.saat										
24,77209	24,58292	24,68101	24,67867	0,008727	0,009169	5,45E-06	0,094607	24,91354	24,4438	0,234871	0,234871

1. deney	2. deney	3. deney		_							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,078418	4,035422	4,034422	4,049421	0,000841	0,000196	0,000225	0,025117	4,111777	3,987065	0,062356	0,062356
	1. saat										
25,04532	24,69436	24,74535	24,82834	0,04708	0,017952	0,006888	0,189631	25,29912	24,35756	0,470778	0,470778
	2.saat										
24,97933	24,93533	24,91933	24,94466	0,001202	8,71E-05	0,000642	0,031067	25,02179	24,86754	0,077126	0,077126
	3.saat										
25,14131	24,93033	24,93233	25,00133	0,019596	0,00504	0,00476	0,121236	25,30231	24,70034	0,30098	0,30098
	4.saat										
25,15931	24,99333	24,98833	25,04699	0,012616	0,00288	0,003441	0,097306	25,28856	24,80542	0,241571	0,241571

Referans Amb. Kapak Dış Yüzey

	Referans Amb. Kapak İç Yüzey													
1. deney	2. deney	3. deney		. / /										
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)			
	0. saat													
4,133216	4,040931	3,996795	4,056981	0,005812	0,000258	0,003622	0,069613	4,229801	3,88416	0,172821	0,172821			
	1. saat													
24,37678	24,10093	23,78796	24,08855	0,083073	0,000153	0,090358	0,294604	24,81994	23,35717	0,731387	0,731387			
	2.saat													
24,92547	24,74291	24,83921	24,83586	0,00803	0,00864	1,12E-05	0,091328	25,06259	24,60913	0,226731	0,226731			
	3.saat													
24,98165	24,87732	25,0649	24,97463	4,93E-05	0,009467	0,00815	0,093987	25,20796	24,74129	0,233333	0,233333			
	4.saat													
25,05387	24,95055	24,83219	24,94554	0,011736	2,52E-05	0,012848	0,110928	25,22092	24,67015	0,275389	0,275389			

FDM'li ambalajlar için %95 lik güvenlik alanı;

	Ortam										
1. deney	2. deney	3. deney		-							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,722614	4,448769	4,578223	4,583202	0,019436	0,018072	2,48E-05	0,13699	4,923296	4,243109	0,340093	0,340093
	1. saat										
25,00507	24,99412	25,02797	25,00905	1,59E-05	0,000223	0,000358	0,017276	25,05194	24,96616	0,04289	0,04289
	2.saat										
24,99212	24,99113	25,09967	25,02764	0,001261	0,001333	0,005188	0,062382	25,18251	24,87277	0,154869	0,154869
	3.saat										
24,82782	24,9971	25,0678	24,96424	0,018612	0,00108	0,010725	0,123323	25,2704	24,65808	0,306161	0,306161
	4.saat										
24,94831	25,11461	25,12656	25,06316	0,01319	0,002647	0,004019	0,099641	25,31053	24,81579	0,24737	0,24737

	FDM li Ar	nb. Kutu Or	tası								
1. deney	2. deney	3. deney		-							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,646924	4,698722	4,894953	4,746866	0,009988	0,002318	0,02193	0,130836	5,07168	4,422052	0,324814	0,324814
	1. saat										
12,30594	11,95332	11,85562	12,03829	0,071635	0,00722	0,03337	0,236881	12,62637	11,45021	0,588083	0,588083
	2.saat										
18,38115	17,91797	17,60619	17,96843	0,170336	0,002547	0,131224	0,38994	18,9365	17,00037	0,968068	0,968068
	3.saat										
21,77088	21,86152	21,61051	21,74764	0,00054	0,01297	0,018805	0,127112	22,06321	21,43207	0,31557	0,31557
	4.saat										
23,38157	23,32579	23,30487	23,33741	0,00195	0,000135	0,001059	0,039649	23,43584	23,23898	0,098432	0,098432

	Referans A	Referans Amb. Kutu Ortası											
1. deney	2. deney	3. deney		_									
X1	X2	X3	Х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)		
	0. saat												
4,316185	4,32715	4,292262	4,311865	1,87E-05	0,000234	0,000384	0,017841	4,356156	4,267574	0,044291	0,044291		
	1. saat												
15,68369	15,86611	15,3121	15,62063	0,003977	0,060258	0,095194	0,282338	16,32156	14,9197	0,700933	0,700933		
	2.saat												
21,10828	21,12024	21,01259	21,08037	0,000779	0,00159	0,004594	0,059005	21,22685	20,93388	0,146486	0,146486		
	3.saat												
23,16069	23,22249	23,0959	23,15969	9,94E-07	0,003944	0,00407	0,063302	23,31685	23,00254	0,157155	0,157155		
	4.saat												
24,06479	24,0917	24,04585	24,06744	7,07E-06	0,000588	0,000466	0,023042	24,12465	24,01024	0,057204	0,057204		

	FDM li Amb. Arka Dış Yüzey													
1. deney	2. deney	3. deney		- / /										
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)			
	0. saat													
4,011604	3,843213	3,900008	3,918275	0,00871	0,005634	0,000334	0,085669	4,130958	3,705592	0,212683	0,212683			
	1. saat													
23,63172	23,77121	23,86587	23,75627	0,015513	0,000223	0,012013	0,11779	24,04869	23,46384	0,292427	0,292427			
	2.saat													
24,27639	24,24351	24,27838	24,26609	0,000106	0,00051	0,000151	0,019585	24,31471	24,21747	0,048621	0,048621			
	3.saat													
24,51453	24,57431	24,62413	24,57099	0,003188	1,1E-05	0,002824	0,054877	24,70723	24,43475	0,136239	0,136239			
	4.saat													
24,78754	24,89416	24,84733	24,84301	0,003077	0,002616	1,86E-05	0,053438	24,97567	24,71034	0,132667	0,132667			

1. deney	2. deney	3. deney		_							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
3,831707	3,805777	4,031167	3,88955	0,003346	0,007018	0,020055	0,123327	4,195722	3,583378	0,306172	0,306172
	1. saat										
15,68362	15,37246	15,12812	15,39473	0,083454	0,000496	0,071082	0,278417	16,08593	14,70354	0,6912	0,6912
	2.saat										
21,70731	21,12389	21,36495	21,39872	0,095231	0,075529	0,00114	0,293173	22,12655	20,67088	0,727833	0,727833
	3.saat										
23,61614	23,87046	23,59121	23,6926	0,005846	0,031631	0,01028	0,154528	24,07624	23,30897	0,383632	0,383632
	4.saat										
24,69622	24,5197	24,52269	24,57954	0,013615	0,003581	0,003231	0,101062	24,83043	24,32864	0,250898	0,250898

FDM li Amb. Arka FDM Ortası

	FDM li An	nb. Arka İç	Yüzey								
1. deney	2. deney	3. deney		_							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,1571	4,040322	4,093221	4,096881	0,003626	0,003199	1,34E-05	0,058475	4,242051	3,951711	0,14517	0,14517
	1. saat										
20,01063	20,34837	20,13968	20,16623	0,02421	0,033178	0,000705	0,170429	20,58934	19,74312	0,423109	0,423109
	2.saat										
23,13687	23,35056	23,10503	23,19749	0,003674	0,023432	0,008549	0,133519	23,52896	22,86601	0,331475	0,331475
	3.saat										
24,07875	24,39957	24,24586	24,24139	0,026453	0,025019	2E-05	0,160456	24,63974	23,84304	0,398348	0,398348
	4.saat										
24,47442	24,66506	24,59519	24,57823	0,010775	0,00754	0,000288	0,096445	24,81766	24,33879	0,239434	0,239434

	Referans Amb.Arka Dış Yüzey											
1. deney	2. deney	3. deney		_								
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)	
	0. saat											
3,796629	3,521126	3,568041	3,628598	0,028234	0,01155	0,003667	0,147397	3,994527	3,262669	0,365929	0,365929	
	1. saat											
24,56917	24,61209	24,70992	24,63039	0,003748	0,000335	0,006324	0,072136	24,80948	24,45131	0,179084	0,179084	
	2.saat											
24,81173	24,76182	24,82771	24,80042	0,000128	0,00149	0,000744	0,034367	24,88574	24,7151	0,08532	0,08532	
	3.saat											
24,7778	24,62607	24,80974	24,73787	0,001594	0,012499	0,005165	0,098129	24,98148	24,49425	0,243615	0,243615	
	4.saat											
24,77879	24,78977	24,77879	24,78245	1,34E-05	5,36E-05	1,34E-05	0,006339	24,79819	24,76672	0,015738	0,015738	

	Referans A	Amb. Arka İç	ç Yüzey								
1. deney	2. deney	3. deney									
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
3,939618	3,983464	3,897765	3,940282	4,41E-07	0,001865	0,001808	0,042853	4,04667	3,833894	0,106388	0,106388
	1. saat										
22,20097	22,83625	22,27024	22,43582	0,055155	0,160345	0,027417	0,348509	23,30103	21,57061	0,86521	0,86521
	2.saat										
24,45157	24,37584	24,38481	24,40407	0,002256	0,000797	0,000371	0,04138	24,5068	24,30134	0,10273	0,10273
	3.saat										
24,82825	24,68077	24,69372	24,73425	0,008837	0,00286	0,001642	0,081667	24,93699	24,5315	0,202746	0,202746
	4.saat										
24,79138	24,85615	24,73857	24,79537	1,59E-05	0,003695	0,003226	0,058895	24,94158	24,64915	0,146213	0,146213

FDM li Ar	nb. Ön Dış Y	üzey								
2. deney	3. deney		_							
X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
0. saat										
4,439608	4,520405	4,504113	0,002324	0,004161	0,000265	0,058098	4,648347	4,359878	0,144235	0,144235
1. saat										
23,11381	23,35819	23,11281	0,060704	9,95E-07	0,060214	0,245885	23,72324	22,50237	0,610436	0,610436
2.saat										
24,11629	24,235	24,21671	0,006745	0,010083	0,000334	0,092635	24,44668	23,98673	0,229977	0,229977
3.saat										
24,74372	24,83649	24,73541	0,011967	6,91E-05	0,010217	0,105482	24,99728	24,47354	0,26187	0,26187
4.saat										
25,03499	24,94422	24,96649	0,002136	0,004692	0,000496	0,060514	25,11673	24,81626	0,150233	0,150233
	FDM Ii Ar 2. deney X2 0. saat 4,439608 1. saat 23,11381 24,11629 3.saat 24,74372 4.saat 25,03499	FDM Ii Amb. Ön Dig V 2. deney 3. deney X2 X3 0. saat 4,439608 4,520405 1. saat 23,11381 23,35819 2.saat 24,11629 24,235 3.saat 24,235 3.saat 24,74372 24,83649 4.saat 25,03499 24,94422 24,94422	FDM ii Ambi Con Dis Visuer 2. deney 3. deney X2 X3 X2 X3 X X 0. saat 4,439608 4,520405 4,504113 1. saat 23,31381 23,35819 23,11281 2. saat 24,21671 24,21671 3. saat 24,21671 24,21671 3. saat 24,235 24,21671 3. saat 24,36364 24,73531 4. saat 25,03499 24,94642	FDM ii Ambi Čin Diş Vizzer 2. deney 3. deney X2 X3 X2 X3 X X X1 X X2 X3 X2 X3 X X X1 X X3 X X1 X1 X2 X3 X2 X3 X3 X X2 X3 X4.39608 4,520405 4,439608 4,520405 23,11381 23,35819 23,11281 0,0060704 2.saat 24,21671 24,11629 24,235 24,21671 3.saat 24,74372 24,83649 24,73541 24,74372 24,83649 24,73541 0,002136 4.saat 24,94649 24,94649 0,002136	FDM ii Ambi Con Dis Viscuer 2. deney 3. deney X2 X3 X2 X3 X X1-X2 A39608 4,520405 4,439608 4,520405 4,439608 4,520405 4,520405 4,504113 0,002324 0,004161 1. saat	FDM ii Ambi Vince	FDM ii λ m: $\dot{On Dy Vizzer}$ 2. denop 3. denop X2 X3 X $(X1-X)^2$ $(X2-X)^2$ $(X3-X)^2$ S 0. saat 4,439608 4,520405 4,504113 $0,002324$ $0,004161$ $0,00265$ $0,05808$ 1. saat 23,11381 23,35819 23,11281 $0,060704$ 9,95E-07 $0,060214$ $0,245885$ 2.saat 24,11629 24,235 24,21671 $0,006745$ $0,010083$ $0,00334$ $0,092635$ 3.saat 24,74372 24,8369 24,73541 $0,010767$ $6,91E-05$ $0,010217$ $0,10584$ 4.saat 25,03499 24,94422 24,96649 $0,00216$ $0,00462$ $0,00464$ $0,00464$	FDM ii λ m: \dot{On} Dis Vizzer 2. denot 3. denot X2 X3 X (X1-X) (X2-X) (X3-X) S T(+) 0. saat 4.439608 4.520405 4.50411 0.00232 0.00416 0.000265 0.05809 4.648347 1. saat 23,11381 23,35819 23,11281 0.060704 9.95E-07 0.060214 0.245885 23,72324 2.saat 24,11629 24,2355 24,21671 0.006745 0.010083 0.000344 0.092635 24,44668 3.saat 24,474372 24,8369 24,73541 0.01075 6.91E-05 0.010217 0.105425 24.99782 24,503499 24,94422 24,96649 0.002165 0.004629 0.004049	FDM ii λ m: \dot{O} n $Diy Vizzer view 2. denot 3. denot X2 X3 X (X1-X) (X2-X) (X3-X) S T(-) X0 X1 X1 (X1-X) (X2-X) (X3-X) S T(-) T(-) 0. saat 4.439608 4.520405 4.50411 0.00232 0.00416 0.00265 0.05808 4.64837 4.359878 1. saat 23,11381 23,35819 23,11281 0.060704 9.95E-07 0.060214 0.245885 23,72324 22,50237 2.saat 24,11629 24,2355 24,21671 0.006745 0.010083 0.00334 0.092635 24,44668 23,98673 3saat 24,74372 24,83649 $	FDM ii λ m: $\dot{O}n$ Dis Vizzevi 2. denot 3. denot

	FDM li An	nb. Ön FDM	Ortası								
1. deney	2. deney	3. deney		_							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,230468	4,374946	4,422774	4,342729	0,012603	0,001038	0,006407	0,100119	4,591285	4,094174	0,248556	0,248556
	1. saat										
15,41008	15,33834	15,03443	15,26095	0,022239	0,005989	0,051309	0,19942	15,75603	14,76587	0,495082	0,495082
	2.saat										
22,64294	22,02019	22,05886	22,24067	0,161827	0,048608	0,033053	0,348919	23,10689	21,37444	0,866228	0,866228
	3.saat										
23,90339	23,83464	23,93029	23,88944	0,000195	0,003003	0,001669	0,04933	24,01191	23,76697	0,122466	0,122466
	4.saat										
24,70051	24,67161	24,72741	24,69985	4,41E-07	0,000797	0,00076	0,027905	24,76912	24,63057	0,069278	0,069278

FDM li An	nb. On lç Yi	izey								
2. deney	3. deney		-							
X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
0. saat										
4,312493	4,384241	4,311164	0,005536	1,77E-06	0,00534	0,07375	4,494256	4,128072	0,183092	0,183092
1. saat										
17,47925	17,08762	17,359	0,022842	0,014459	0,073647	0,235529	17,94373	16,77428	0,584726	0,584726
2.saat										
22,07909	22,08243	22,23365	0,093497	0,023888	0,022867	0,264812	22,89107	21,57622	0,657425	0,657425
3.saat										
23,97742	23,86781	23,96845	0,008405	8,04E-05	0,01013	0,096476	24,20797	23,72894	0,239511	0,239511
4.saat										
24,55739	24,52351	24,5833	0,007344	0,000671	0,003575	0,076126	24,77229	24,3943	0,188992	0,188992
	 FDM Ii Ar 2. deney X2 0. saat 4,312493 1. saat 17,47925 2.saat 22,07909 3.saat 23,97742 4.saat 24,55739 	FDM li Amb. On lç Yi 2. deney 3. deney X2 X3 0. saat 4,384241 1. saat 17,47925 17,47925 17,08762 2.saat 22,07909 22,07909 22,08243 3.saat 23,97742 4.saat 24,55739 24,55739 24,5251	FDM Ii Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney X2 X3 X3 X 0. saat 4,312493 4,312493 4,384241 4,311164 1. saat 17,47925 17,08762 17,359 22,07909 22,08243 22,23365 3.saat 23,97742 23,86781 23,96845 4.saat 24,55379 24,52351 24,5833	PDM Ii Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney X2 X3 X2 X3 X3 X (X1-X) ² 0. saat 4,312493 4,384241 4,311164 0,005536 1. saat 17,47925 17,08762 17,359 0,022842 2.saat 22,07909 22,08243 22,23365 0,093497 3.saat 1 23,96781 23,96845 0,008405 4.saat 24,55739 24,52351 24,5833 0,007344	PDM Ii Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney	PDM Ii Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney	PDM ii Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney	PDM Ii Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney	PDM if Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney	PDM if Amb. On Iç Yüzey 2. deney 3. deney X2 X3 X $(X1-X)^2$ $(X2-X)^2$ $(X3-X)^2$ S $T(+)$ $T(-)$ $Sonuç(+)$ 0. saat 4,312493 4,384241 4,311164 $0,005536$ $1,77E-06$ $0,00534$ $0,07375$ $4,494256$ $4,128072$ $0,183092$ 1. saat $0,07375$ $4,494256$ $4,128072$ $0,183092$ 1. saat 2,07909 17,08762 17,359 $0,022842$ $0,014459$ $0,073647$ $0,264812$ $2,89107$ $21,57622$ $0,657425$ 3.saat

	Referans Amb. Ön Dış Yüzey												
1. deney	2. deney	3. deney											
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)		
	0. saat												
4,269636	4,004928	4,089834	4,121466	0,021954	0,013581	0,001001	0,135159	4,457014	3,785918	0,335548	0,335548		
	1. saat												
24,69714	24,54831	24,53132	24,59226	0,011001	0,001932	0,003713	0,091228	24,81874	24,36577	0,226484	0,226484		
	2.saat												
24,93688	24,83699	24,89792	24,89059	0,002142	0,002874	5,37E-05	0,050346	25,01558	24,7656	0,12499	0,12499		
	3.saat												
24,86895	24,84398	24,92689	24,87994	0,000121	0,001293	0,002204	0,042533	24,98553	24,77435	0,105592	0,105592		
	4.saat												
24,98283	24,99182	25,01979	24,99814	0,000235	4E-05	0,000468	0,019275	25,046	24,95029	0,047852	0,047852		

	Referans Amb. Ön İç Yüzey												
1. deney	2. deney	3. deney		_									
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)		
	0. saat												
4,173845	4,141938	4,105045	4,140276	0,001127	2,76E-06	0,001241	0,03443	4,225752	4,0548	0,085476	0,085476		
	1. saat												
22,77574	22,52647	22,07179	22,458	0,10096	0,004688	0,149158	0,356936	23,34413	21,57187	0,886132	0,886132		
	2.saat												
24,31726	24,12482	24,12482	24,18897	0,016459	0,004115	0,004115	0,111105	24,4648	23,91314	0,275831	0,275831		
	3.saat												
24,68419	24,62337	24,59744	24,635	0,00242	0,000135	0,001411	0,044529	24,74555	24,52445	0,110547	0,110547		
	4.saat												
24,83874	24,8198	24,73305	24,7972	0,001726	0,000511	0,004115	0,056355	24,9371	24,65729	0,139907	0,139907		

	FDM li An	nb.Kapak Di	ş Yüzey								
1. deney	2. deney	3. deney									
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,472865	3,948706	4,058321	4,159964	0,097907	0,04463	0,010331	0,276467	4,846323	3,473605	0,686359	0,686359
	1. saat										
23,95843	24,1936	24,18961	24,11388	0,024166	0,006355	0,005736	0,134642	24,44814	23,77962	0,334263	0,334263
	2.saat										
24,75961	24,60615	24,73769	24,70115	0,003418	0,009025	0,001335	0,082999	24,9072	24,4951	0,206054	0,206054
	3.saat										
24,77954	24,72374	24,88218	24,79515	0,000244	0,0051	0,007574	0,080367	24,99467	24,59563	0,199519	0,199519
	4.saat										
24,81143	24,90211	24,87919	24,86424	0,002789	0,001434	0,000223	0,047152	24,9813	24,74718	0,11706	0,11706

FDM	li Amb	Kanak	FDM	Ortası
1 1 1 1 1 1	n runo.	ixapan	1 1 1 1 1 1	Ortasi

1. deney	2. deney	5. deney		-							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
3,965129	4,007991	4,12661	4,033243	0,00464	0,000638	0,008717	0,08365	4,240914	3,825573	0,20767	0,20767
	1. saat										
22,33615	22,88838	22,50461	22,57638	0,05771	0,097343	0,005151	0,283023	23,27902	21,87375	0,702634	0,702634
	2.saat										
24,13538	23,87222	23,95197	23,98652	0,022158	0,013064	0,001194	0,134938	24,32152	23,65152	0,334997	0,334997
	3.saat										
24,57895	24,58693	24,58892	24,58493	3,58E-05	3,97E-06	1,59E-05	0,005274	24,59803	24,57184	0,013094	0,013094
	4.saat										
24,83912	24,76236	24,89195	24,83114	6,36E-05	0,004731	0,003697	0,065159	24,99291	24,66938	0,161764	0,161764

	FDM li An	nb. Kapak İç	; Yüzey								
1. deney	2. deney	3. deney									
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,275557	4,23359	4,301536	4,270228	2,84E-05	0,001342	0,00098	0,034285	4,355343	4,185112	0,085116	0,085116
	1. saat										
20,56032	21,07894	20,47359	20,70428	0,020726	0,14037	0,05322	0,32735	21,51696	19,8916	0,812681	0,812681
	2.saat										
23,63206	23,41224	23,32431	23,4562	0,030926	0,001933	0,017396	0,158517	23,84974	23,06266	0,393536	0,393536
	3.saat										
24,44441	24,35248	24,38646	24,39445	0,002496	0,001761	6,39E-05	0,046482	24,50984	24,27905	0,115396	0,115396
	4.saat										
24,76615	24,65824	24,66923	24,69787	0,004662	0,001571	0,00082	0,059386	24,8453	24,55044	0,147431	0,147431

1. deney	2. deney	3. deney		_							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,449392	4,171424	4,212272	4,277696	0,029479	0,011294	0,00428	0,150089	4,650308	3,905084	0,372612	0,372612
	1. saat										
24,79882	24,74701	24,91439	24,82007	0,000452	0,005338	0,008896	0,08569	25,03281	24,60734	0,212734	0,212734
	2.saat										
25,10269	24,83568	24,90243	24,94694	0,02426	0,012377	0,00198	0,138955	25,29191	24,60196	0,344971	0,344971
	3.saat										
24,86856	25,0469	24,89446	24,93664	0,004635	0,012157	0,001779	0,09636	25,17586	24,69742	0,239224	0,239224
	4.saat										
25,05885	25,14653	24,91838	25,04125	0,00031	0,011083	0,015099	0,11509	25,32698	24,75553	0,285724	0,285724

Referans Amb. Kapak Dış Yüzey

	Referans Amb. Kapak İç Yüzey										
1. deney	2. deney	3. deney		_							
X1	X2	X3	х	(X1-X) ²	(X2-X) ²	(X3-X) ²	S	T(+)	T(-)	Sonuç(+)	Sonuç(-)
	0. saat										
4,148316	4,092478	4,165267	4,135354	0,000168	0,001838	0,000895	0,038086	4,229906	4,040801	0,094553	0,094553
	1. saat										
24,14715	23,63863	23,42326	23,73635	0,168761	0,009548	0,098025	0,371709	24,65915	22,81354	0,922806	0,922806
	2.saat										
24,80524	24,63274	24,5779	24,67196	0,017763	0,001538	0,008847	0,118636	24,96648	24,37743	0,294525	0,294525
	3.saat										
24,89298	24,78829	24,79028	24,82385	0,004779	0,001265	0,001127	0,059878	24,9725	24,67519	0,148654	0,148654
	4.saat										
24,97973	24,80324	24,86905	24,88401	0,009163	0,006523	0,000224	0,089189	25,10543	24,66259	0,221421	0,221421



FDM'nin Ve Most'nin Otam ve İnkübatör Ortamlarındaki Yüzey Sıcaklıkları

Şekil 1. MOSt kapsüllü gıda ambalajının İnkübatör ortamındaki yüzeylerin sıcaklık farkları



Şekil 2. MOSt kapsüllü gıda ambalajının ortamdaki yüzeylerin sıcaklık farkları



Şekil 3. Oktanoik asitli gıda ambalajının İnkübatör ortamındaki yüzeylerin sıcaklık farkları



Şekil 4. Oktanoik asitli gıda ambalajının ortamdaki yüzeylerin sıcaklık farkları



Şekil 5. MOSt kapsüllü gıda ambalajının İnkübatör ortamındaki yüzeylerin sıcaklık farkları



Şekil 6. MOSt kapsüllü gıda ambalajının ortamdaki yüzeylerin sıcaklık farkları



Şekil 7. Oktanoik asitli gıda ambalajının İnkübatör ortamındaki yüzeylerin sıcaklık farkları



Şekil 8. Oktanoik asitli gıda ambalajının ortamdaki yüzeylerin sıcaklık farkları