



**POLİ (METİLMETAKRİLAT-KO-GLİSİDİL METAKRİLAT-KO-ETİLEN**

**GLİKOL DİMETAKRİLAT)/N- OKTADEKAN**

**MİKROKAPSÜLLERİNİN ÜRETİM VE MODİFİKASYONU**

**AYLİN ÇETİN**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**KİMYA ANA BİLİM DALI**

**Prof. Dr. Cemil ALKAN**

**Haziran - 2016**

**Her hakkı saklıdır**

**T.C.  
GAZIOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANA BİLİM DALI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**POLİ (METİLMETAKRİLAT-KO-GLİSİDİL METAKRİLAT-KO-ETİLEN  
GLİKOL DİMETAKRİLAT)/N- OKTADKAN MİKROKAPSÜLLERİNİN  
ÜRETİM VE MODİFİKASYONU**

**AYLİN ÇETİN**

**TOKAT  
Haziran - 2016**

Her hakkı saklıdır

**AYLİN ÇETİN** tarafından hazırlanan "Poli (metilmetakrilat-ko-glisidil metakrilat-ko-etilen glükol dimetakrilat)/n- oktadekan mikrokapsüllerinin üretim ve modifikasyonu" adlı tez çalışmasının savunma sınavı **15 HAZİRAN 2016** tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından Oy Birliği ile Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **KİMYA ANA BİLİM DALI** 'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Jüri Üyeleri**

Danışman  
Prof. Dr. Cemil ALKAN  
Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye  
Prof. Dr. Ahmet KARADAĞ  
Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye  
Doç. Dr. Recep AKKAYA  
Cumhuriyet Üniversitesi

**İmza**





Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ..... tarih ve ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

**ONAY**

  
.....  
Prof. Dr. Mehmet ALİ SAKIN  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü  


## **TEZ BEYANI**

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduđunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduđunu, tezin içerdđiđi yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadıđını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadıđını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadıđını beyan ederim.

**AYLİN ÇETİN**

**15 Haziran 2016**

## ÖZET

### YÜKSEK LİSANS TEZİ

# POLİ (METİLMETAKRİLAT-KO-GLİSİDİL METAKRİLAT-KO-ETİLEN GLİKOL DİMETAKRİLAT)/N- OKTADKAN MİKROKAPSÜLLERİNİN ÜRETİM VE MODİFİKASYONU AYLİN ÇETİN

GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANA BİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. CEMİL ALKAN)

Isıl enerji depolama amaçlı faz değişim malzemeleri (FDM'ler) faz değişimi sırasında ortamdaki ısıyı tersinir biçimde soğurup geri salarlar. Isıl enerji depolama amaçlı FDM'ler genellikle katı-sıvı FDM'lerdir ve bu nedenle kapsüllenmeleri gerekir. Mikrokapsüllenmiş faz değişim malzemeleri (mikroFDM'ler) yüksek ısı transfer hızı sağlayan genişletilmiş yüzey alanına sahiptirler. Ayrıca küçük parçacık büyüklüğü nedeniyle çeşitli uygulamalarda değerlendirilebilmektedirler. MikroFDM'ler FDM'lerin ince ve esnek bir polimer kabuk içerisine hapsedilmesi ile üretilmektedirler.

Bu çalışmada, mikrokapsül üretimi için metil metakrilat içerisindeki %1, %5 ve %10'luk glisidil metakrilat karışımları n-oktadekan varlığında emülsiyon yöntemi ile yağ fazında kopolimerleştirilmiştir. Sisteme ayrıca çapraz bağlayıcı olarak etilen glikol dimetakrilat sabit oranda eklenmiştir. Üretilen mikrokapsüllerde glisidil uç grubu su ile hidrolize olarak mikroparçacıkların suda yayınabilmesi için iki hidroksil grubu üretmektedir. Glisidil grubu içeren mikrokapsüllere ayrıca üre uygulanmış ve farklı oranda ısı depolama yeteneğine sahip üç mikrokapsül daha elde edilmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin yapısal tanımlanmaları ve fiziksel özellikleri fourier dönüşümlü infrared spektrumu (FT-IR), diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), termogravimetrik analiz (TGA) ve parçacık büyüklüğü analizörü (PSD) ile incelenmiştir.

2016, 58 SAYFA

**ANAHTAR KELİMELER:** Metil metakrilat, Mikrokapsül Üretimi, oktadekan, İklimlendirme, Faz Değişim Maddesi, Isı Enerjisi Depolama.

## ABSTRACT

### MASTER THESIS

#### PRODUCTION AND MODIFICATION OF POLI (METILMETHACRYLATE-CO-GLYCIDYL METHACRYLATE-CO ETHYLENE GLYCOLE DIMETHACRYLATE)/N- OCTADECANE MICROCAPSULES

AYLİN ÇETİN

GAZIOSMANPASA UNIVERSITY  
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

(SUPERVISOR: PROF.DR. CEMİL ALKAN)

Phase change materials (PCMs) for thermal energy storage absorbs heat in the medium and give it back during phase change reversibly. PCMs for thermal energy storage are generally solid-liquid PCMs and therefore need encapsulation. Microencapsulated PCMs (microPCM) have extended surface area providing high heat transfer ratio. Also they can be validated in variety of applications. MicroPCMs are produced by trapping of PCM in an thin and flexible polymeric shell.

In this study, 1%, 5% and 10% glycidyl methacrylate in methyl methacrylate were copolymerized as shell in the presence of n-octadecane in oil phase. Additionally ethylene glycole dimethacrylate at a constant ratio was added to the system as a crosslinker Glycidyl end group in the produced microcapsules produces two hydroxyl groups enabling microparticles to distribute in water. Also urea was applied to these microPCMs and three microPCMs with various phase changing capacity according to the encapsulation ratios were obtained. Structural identification and physical properties of the produced microparticles have been investigated by using a Fourier Transfer Infrared (FT-IR) Spectrometer, a Differential Scanning Calorimeter (DSC), a Thermogravimetric Analyzer (TGA), and a Particle Size Distribution (PSD) Analyzer.

2016, 58 PAGE

**KEYWORDS:** Methyl methacrylate, Production of microcapsules, Octadecane, Air conditioning, Phase Change Material, Thermal Energy Storage.

## ÖNSÖZ

Yapmış olduğum bu çalışma boyunca bana her koşulda yol gösterip desteğini esirgemeyen, sabrı, anlayışı, bilgi ve tecrübesi ile çalışmalarına ışık tutan danışman hocam Prof. Dr. Cemil Alkan'a teşekkürlerimi sunarım.

Lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca bana bilimsel destek ve katkıda bulunan Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Öğretim elemanlarına teşekkürü bir borç bilirim.

Gaziosmanpaşa üniversitesi polimer araştırma laboratuvarında gerçekleştirdiğim çalışmalarım süresince bana destek veren Arş. Gör. Dr. Derya Kahraman Döğüşçü'ye, tezimin hazırlanması sırasında beni cesaretlendiren çalışma arkadaşlarım Ayşe Altıntaş'a, Yasemin Damlıoğlu'na ve Elif Adıgüzel'e yardımlarından dolayı teşekkür ederim.

Son olarak benim bu günlere gelmemde büyük fedakârlıklarda bulunan, maddi manevi hiçbir desteği esirgemeyen sevgili annem ve babama şükranlarımı sunarım.

**AYLİN ÇETİN**

**15 Haziran 2016**

# İÇİNDEKİLER

## Sayfa

<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>ii</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>iii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>iv</b>
<b>SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ</b> .....	<b>vi</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	<b>viii</b>
<b>ÇİZELGE LİSTESİ</b> .....	<b>xi</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1 Çalışmanın Amacı.....	2
<b>2. KAYNAK ÖZETLERİ</b> .....	<b>3</b>
2.1. Isıl Enerji Depolama.....	3
2.2. Isıl Enerji Depolama Yöntemleri.....	3
2.2.1 Gizli Isı Depolama.....	5
2.2.2. Duyulur Isı Depolama.....	6
2.3. Gizli Isı Depolama Sistemleri.....	7
2.4. Faz Değişim Malzemeleri (FDM).....	7
2.4.1. Termodinamik Ölçütler.....	8
2.4.2. Kinetik Ölçütler .....	8
2.4.3. Kimyasal Ölçütler.....	9
2.5. Faz Değiştiren Materyallerin Sınıflandırılması .....	9
2.5.1. İnorganik ve Organik Bileşikler.....	9
2.5.2. Katı-katı FDM'ler.....	10
2.5.3. Tuz hidratlar.....	11
2.5.4. Parafinler.....	12
2.5.5. Parafin Olmayan Organikler .....	13
2.6. Faz değişim Maddelerinin Özelliklerinin İncelenmesi.....	13
2.6.1 Aşırı Soğuma Özelliği.....	13
2.6.2. Çekirdekleşme Özelliği.....	14
2.6.3. Isıl Çevrim Boyunca Kararlılık Özelliği.....	14
2.6.4. Paketlenme Özelliği.....	15



2.7. FDM'lerin Binalarda Kullanımı.....	15
2.8.Mikrokapsülasyon teknikleri.....	17
2.8.1. Emülsiyon Polimerizasyonu.....	17
<b>3. MATERYAL ve YÖNTEM .....</b>	<b>20</b>
3.2.Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Kimyasal Maddeler .....	20
3.2.1. Metil Metakrilat.....	20
3.2.2. Glisidil Metakrilat.....	21
3.2.3. N-Oktadekan.....	21
3.2.4. Üre.....	22
3.2.5. Çapraz Bağlayıcı.....	22
3.2.6. Başlatıcılar.....	22
3.2.6.1. APS (amonyum persülfat) .....	22
3.2.6.2. Sodyum Tiyosülfat.....	23
3.2.7. Yüzey Aktif Madde.....	23
3.3. FDM İçeren Mikrokapsüllerin Üretimi.....	24
3.4.P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan Mikrokapsülünün Sentezi .....	28
3.5. P(MMA-ko-HPMA)/N-Oktadekan Mikrokapsülünün Sentezi.....	30
3.6.Üretilen Mikrokapsüllere Uygulanan Analizler.....	31
3.6.1.DSC Analizi.....	31
3.6.2. FT-IR Spektroskopisi.....	32
3.6.3. PSD Analizi.....	33
3.6.4. TGA Analizi.....	33
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....</b>	<b>35</b>
4.1.Mikrokapsüllerin FT-IR Analizleri.....	35
4.2. Mikrokapsüllerin DSC Analizleri.....	39
4.3. Sentezlenen Mikrokapsüllerin Isıl Enerji Depolama Güvenilirlikleri.....	44
4.4.Mikrokapsüllerin PSD Analizleri.....	50
4.5. Mikrokapsüllerin TGA Analizleri.....	53
<b>5. TARTIŞMA VE SONUÇ.....</b>	<b>56</b>
<b>6. KAYNAKLAR.....</b>	<b>57</b>
<b>7. ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>59</b>

## SİMGELER VE KISALTMALAR

<b>Simgeler</b>	<b>Açıklama</b>
° C	Santigrat derece
g	Gram
kg	Kilogram
m	Metre
m <sup>3</sup>	Metreküp
mj	Mikrojul
cm	Santimetre
d	Devir
dk	Dakika
s	Saniye
µm	Mikrometre
K	Kelvin
kJ	Kilojul
C <sub>k</sub>	Katı haldeki özgül ısı (kJ/kgK)
C <sub>p</sub>	Isı kapasitesi
C <sub>s</sub>	Sıvı haldeki özgül ısı (kJ/kgK)
H <sub>E</sub>	Erime gizli ısı (kJ/kg)
T <sub>e</sub>	Erime sıcaklığı (°C)
T <sub>o</sub>	Başlangıç sıcaklığı (°C)
T <sub>s</sub>	Son sıcaklık (°C)
J	Joule
ΔT	Sıcaklık değişimi
<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
FDM	Faz değişim malzemesi

GMA	Glisidil metakrilat
MMA	Metil metakrilat
EGDMA	Etilen glikol dimetakrilat
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetri
FT-IR	Foruer dönüşümlü infrared spektroskopisi
TGA	Termogravimetrik analiz
PSD	Parçacık boyut analizörü
APS	Amonyum persülfat
KBr	Potasyum Bromür

## ŞEKİL LİSTESİ

<b><u>Şekil</u></b>	<b><u>Sayfa</u></b>
Şekil 2.1. Isıl Enerji Depolamada Kullanılan Yöntemler (Abhat, 1983) .....	4
Şekil 2.2. Duyulur ve gizli ısı depolama maddelerinin birim kütle başına enerji depolama kapasiteleri .....	5
Şekil 2.3. Faz Değiştiren Materyallerin Sınıflandırılması (Kakaç ve Ark., 1989).....	9
Şekil 2.4. FDM'lerin binalarda uygulama şekilleri ve etkileri (Marco, 2005).....	16
Şekil 2.5. (a) Misel yapıcı olarak kullanılan sodyum lauril sülfat (b) Misel yapıcımolekülün apolar ve polar uçları .....	18
Şekil 2.6. İçerisinde monomer bulunan misel.....	18
Şekil 3.1. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsülünün hazırlanışı .....	23
Şekil 3.2. Su ve glisidil halkasının açılması reaksiyonları.....	24
Şekil 3.3. P(MMA-ko-GMA) mikrokapsül duvar yapısı.....	24
Şekil 3.4. Poli(metilmetakrilat-ko-2,3 dihidroksipropil metakrilat-ko-etilen glikol dimetakrilat) reaksiyon yapısı .....	25
Şekil 3.5. Poli(metilmetakrilat-ko-2-hidroksi propil-3-üre metakrilat-ko- etilen glikol dimetakrilat) reaksiyon yapısı.....	26
Şekil 3.6. Sirkülatör ve cam ceket sistemi.....	28
Şekil 3.7. Mekanik karıştırıcı ve reaktör düzeneği.....	28
Şekil 3.8. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsülünün sentez şeması .....	29
Şekil 3.9 P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsülünün sentez şeması .....	30
Şekil 3.10. Isı akışlı DSC sisteminin şematik diyagramı.....	31
Şekil 4.1. a : GMA , b : MMA , c: oktadekan, d: % 1 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan , e: %5 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan , f: % 10 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan .....	34

**Şekil**

**Sayfa**

Şekil 4.2. a : GMA , b :MMA , c:oktadekan, d:üre e: % 1 - P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan f: % 5 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan, g: % 10 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan, P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan .....	36
Şekil 4.3. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(% 1)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC Eğrisi .....	38
Şekil 4.4. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(% 5)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC Eğrisi.....	39
Şekil 4.5. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(% 10)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC Eğrisi.....	39
Şekil 4.6. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(% 1)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC Eğrisi .....	40
Şekil 4.7. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM (% 5)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC eğrisi.....	41
Şekil 4.8. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM (% 10)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC eğrisi.....	41
Şekil 4.9. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(% 1)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri .....	43
Şekil 4.10. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(% 5)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri.....	44
Şekil 4.11. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(% 10)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri.....	45
Şekil 4.12. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(% 1)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri.....	46
Şekil 4.13. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(% 5)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri .....	47
Şekil 4.14. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(% 10)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri.....	48
Şekil 4.15. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(% 1)/N-Oktadekan'a ait PSD analizi.....	49

Şekil 4.16. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan'a ait PSD analizi.....	49
Şekil 4.17. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan'a ait PSD analizi .....	49
Şekil 4.18. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analizi.....	50
Şekil 4.19. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analizi.....	51
Şekil 4.20. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analizi.....	51
Şekil 4.21. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan -1.....	52
Şekil 4.22. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan -2 .....	53

## ÇİZELGE LİSTESİ

<b><u>Çizelge</u></b>	<b><u>Sayfa</u></b>
Çizelge 2.1. Katı-katı faz değişim ısısı yüksek olan bazı organik bileşikler.....	11
Çizelge 2.2. Bazı Tuz Hidratlarının Termo-Fiziksel Özellikleri (Abhat, 1983).....	12
Çizelge 2.3. Bazı Mikrokapsülasyon teknikleri.....	17
Çizelge 4.1. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri .....	35
Çizelge 4.1.(devamı) P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsül- lere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri .....	36
Çizelge 4.2. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri .....	37
Çizelge 4.2. (Devam) P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsül- lere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri.....	38
Çizelge 4.3. %1, %5, %10 oranında GMA içeren mikrokapsüllerin erime katılma sıcaklık ve entalpi değerleri.....	40
Çizelge 4.4. %1, %5, %10 oranında GMA-ÜRE içeren mikrokapsüllerin erime katılma sıcaklık ve entalpi değerleri.....	42
Çizelge 4.5 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülü- nün tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri .....	43
Çizelge 4.6. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsül- lerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri .....	44
Çizelge 4.7. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri .....	45
Çizelge 4.8. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri .....	46
Çizelge 4.9. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsüllerinin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri.....	47
Çizelge 4.10. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri .....	48
Çizelge 4.11.P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analiz değerleri .....	50
Çizelge 4.12. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin	

PSD analiz deęerleri .....	51
Çizelge 4.13.P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM) /N-Oktadekan ve P(MMA-ko- HPMA-ko-EGDM) /N-Oktadekan mikrokapsüllerine ait TGA .....	53





# 1. GİRİŞ

Günümüzde gelişen teknolojiyle birlikte ortaya çıkan enerji kullanımındaki artış enerjinin daha etkili kullanımını ve yeni enerji kaynaklarının bulunmasını zorunlu hale getirmiştir. Enerjinin etkin kullanımı, daha fazla enerji üretimine kıyasla daha çevre dostu bir çözümdür. Dolayısıyla, enerji kaynaklarının ve enerjinin verimli bir şekilde kullanımı ve yenilenebilir enerji kaynakları konusuna olan ilgi her geçen gün artmaktadır. Faz değiştiren maddeler (FDM'ler) yenilenebilir enerji kaynakları içerisinde en popüler olanlardır (Wang ve ark 2009). Çünkü FDM'ler son derece geniş bir uygulama yelpazesi içerisinde kolaylıkla değerlendirilebilmektedirler.

Bu maddeler, içinde buldukları ortamın sıcaklığı faz değişim sıcaklığının üzerine çıktığında, çevreden ısı alırken (gizli ısı), soğuma esnasında bu ısıyı tekrar çevreye yaymaktadırlar. Gizli ısı depolama; yüksek ısı ve küçük sıcaklık aralığında ısı yükleme ve boşaltma özelliklerinden dolayı ısı enerjisi yöntemleri arasında en cazip olanıdır. Gizli ısı depolama yönteminde enerji, bir faz değişim malzemesi (FDM) erirken depolanır ve soğurken geri kazanılır. Maddenin katı-katı, katı-sıvı, katı-gaz ve sıvı-gaz şeklindeki faz değişimi süresince enerji gizli ısı olarak depolanır ya da geri kazanılır (Abhat, 1983).

Bu sayede faz değiştiren maddeler içinde buldukları ortamda sıcaklığın dalgalanmasını düzenleyerek konfor sağlamaktadır. FDM'lerin bu şekilde bina içi ısıtma ve iklimlendirme sistemlerinde ciddi ısı tasarrufu sağlayabildiği bilinmektedir.

Faz değiştiren maddelerin etkin bir biçimde kullanılabilmesi için bazı problemlerin giderilmesi gerekir. Organik yapıdaki FDM'lerin büyük bölümü katı-sıvı faz değiştiren maddelerdir ve bir dış kaba gereksinim duyarlar. Yeterince hızlı ısı transferi sağlayabilen metal kapsüllerin maliyetleri oldukça fazladır. Üstelik mikrokapsül olarak bilinen bu tip uygulamalarda faz değiştiren maddeler için dekoratif bir görünüm sağlanabilmesi de mümkün değildir. Organik yapıdaki faz değiştiren maddeleri, polimer içerisinde hapsederek şekilce kararlı faz değiştiren maddeleri üretmek mümkündür. Bu amaçla çok az sayıda faz değiştiren madde, bir takım polimerik yapı içerisinde mikro ölçekte hapsedilerek uygulanmıştır. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, hem inşaat sektörü hem de diğer güneş ısı enerjisi depolayıcı ürünlerde,

organik FDM'ler içerisinde en çok parafinlerin kullanıldığı görülmektedir (Alkan ve ark., 2009; Zou ve ark., 2004). Erime noktası 15-35°C aralığında olan pek çok faz değiştiren madde birçok alanda kullanılmaları uygun olmasına rağmen, parafinler özellikle ucuz ve toksik etki içermemeleri nedeniyle tercih edilmektedir (Mattila 2006; Mondal 2008). Kapsüllerin boyutu, hazırlanışları esnasında kullanılan materyal ve yöntemle göre değişiklik gösterir. Boyutları 1000 µm'den büyük kapsüller makrokapsül, 1-1000 µm arasında olanlar mikrokapsül ve 1 µm'den küçük olanlar ise nanokapsül olarak tanımlanırlar. Mikrokapsül tane boyutu, yapısı, çekirdek maddesi, kabuk maddesi, kabuk kalınlığı, geçirgenliği gibi özellikler mikrokapsüllerin ihtiyaca göre kontrol edilebilir özellikleridir. Bu özelliklerinin kontrollü değiştirilmesiyle birlikte kapsüllerin kullanım alanları da zenginleştirilebilir.

Kat-sıvı FDM'lerin bir polimerik kapsül içerisinde paketlenmesi makro, mikro veya nano ölçekli parçacık boyutunda gerçekleştirilebilir. Uygun bir yöntemle hazırlanan mikro/nano FDM'ler, makro ölçekli hazırlanmış yapılara kıyasla önemli avantajlara sahiptirler. Mikro/nano küreler halindeki FDM'de yüzey alanının önemli oranda artması bu avantajların en başında gelir. Bu sayede mikro/nano boyutunda kapsüllenmiş FDM'lerin "enerji transfer hızı ve buna bağlı olarak enerji depolama verimliliği" makro boyutta hapsedilmiş yapılara nazaran çok daha yüksektir. Bununla birlikte, birçok FDM'nin ısı iletkenliklerinin düşük oluşu ve bundan dolayı çevre sıcaklığının değişimine kısa sürede tepki verememeleri, faz değişimi esnasındaki akmayı önlemek için belli bir maliyete dayanan metal depolama kaplarına gereksinim duymaları, az da olsa buhar basıncına ve arzu edilmeyen kokuya sahip olmaları, uygulamada karşılaşılan zorlukların bazılarıdır.

### **1.1.Çalışmanın Amacı**

Bu çalışmada, emülsiyon polimerizasyonu metodu kullanılarak inşaat, tarım, ileri teknoloji ürünler, sağlık, gıda ve tekstil gibi birçok farklı alanda ısıtma, soğutma, ısıyı muhafaza etme veya ortam sıcaklığını sabitleme gibi önemli kullanım alanı potansiyeline sahip faz değişim malzemelerinin uygun tekniklerle üretimi, karakterizasyonu ve enerji depolama-salıverme özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

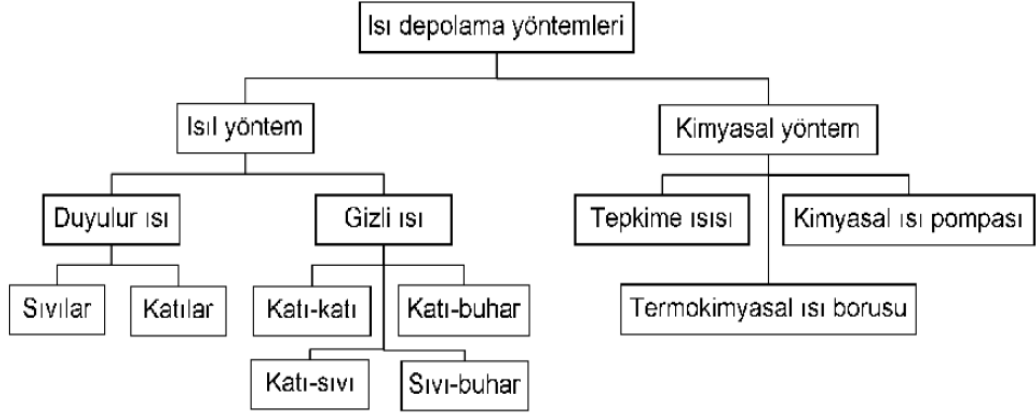
## **2. KAYNAK ÖZETLERİ**

### **2.1. Isıl Enerji depolama**

Isıl enerji depolama ya da maddenin atomik veya moleküler düzeydeki hareketi (titreşim, dönme, öteleme) ile ilişkili olarak sahip olduğu enerjidir. Bu enerji sıcaklık farkından kaynaklanan ısı akışıyla gerçekleşir. Isı, yalnızca bir sürecin karakteristiğidir. Örneğin, bir enerji alışverişinde sıcaklık farkı sonucu emilir veya yayılır. Isı, bir bölgeden veya maddeden diğerine aktarılma veya dönüşüm sürecinde oluşan termal enerjidir. Isıl enerji depolama ise düşük veya yüksek ısı enerjisinin daha sonra kullanılmak üzere geçici olarak depolanmasıdır. Isıl enerji depolamanın, enerjinin depolanarak ekonomik ve verimli kullanılmasında önemli bir yeri bulunmaktadır. Isı enerjisini depolamak için temelde üç yöntem bulunmaktadır. Bunlar; duyulur, gizli ve termokimyasal ısı depolamalarıdır. Bu yöntemler birim hacimde depolayabildikleri enerji bakımından birbirlerinden ayrılırlar (Lane, 1983).

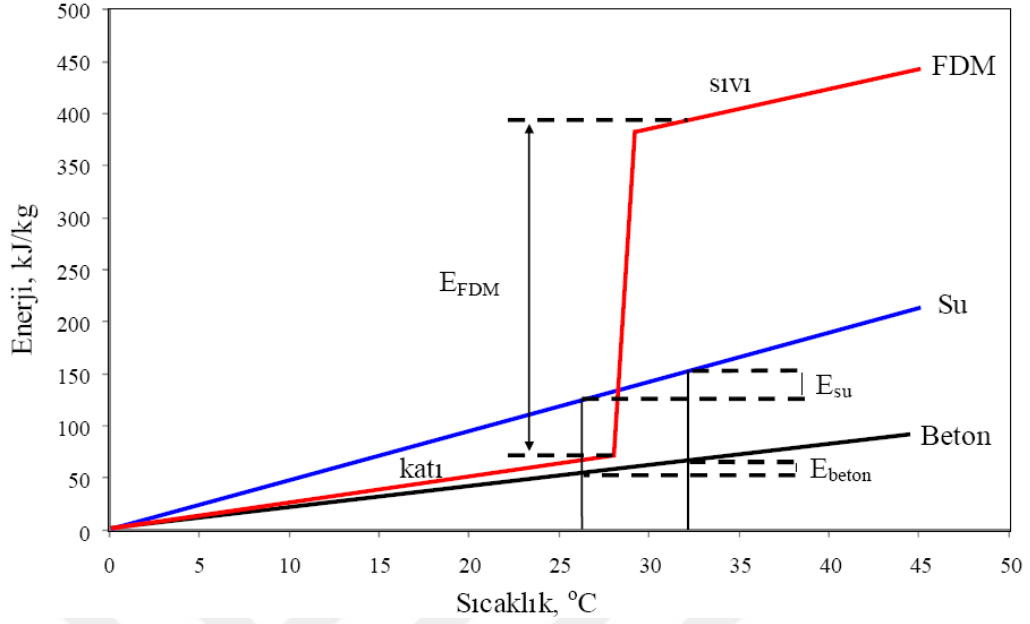
### **2.2. Isıl Enerji Depolama Yöntemleri**

Genel olarak, sıcaklık ile birim hacimdeki iç enerji değişimi fazla olan ısı depolama maddeleri kullanılması durumunda, istenilen miktarda ısıyı depolamak için gereken hacim azalmaktadır. Isıl enerjinin 0-90 °C gibi düşük sıcaklıkta depolanması için genel olarak kullanılan yöntemler Şekil 2.1' de şematik olarak verilmiştir.



Şekil 2.1. Isıl enerji depolamada kullanılan yöntemler (Abhat, 1983)

Şekil 2.1’ de gösterilen ısıl enerji depolama yöntemleri arasında en verimli ve en ekonomik olanı gizli ısı depolama yöntemidir. Gizli ısı depolama sistemlerinin birinci sırada yer almasının sebebi; ısıl enerji depolama sistemleri arasında yüksek yoğunlukta ve hemen hemen sabit sıcaklıkta enerji depolayabilme gibi üstünlüklere sahip olmasıdır. Isıl enerji depolama yöntemlerinden biri de FDM’lerin kullanılmasıdır. FDM’lerin son yıllarda daha fazla kullanılmasının nedeni ise; yüksek gizli ısı depolama ve salıverme özelliklerinden dolayıdır. Uygulama kolaylığından dolayı katı-sıvı FDM’ler daha çok tercih edilmektedirler. Faz değişim malzemeleri (FDM); ortam sıcaklığı maddenin katılaşma sıcaklığına kadar düştüğünde katılaşma süresi boyunca depoladığı bu ısıyı ortama geri verebilen, tam tersi durumda ise yani sıcaklık maddenin erime sıcaklığına yükseldiğinde erimeye başlayan, erime süreci boyunca ortamdan ısı soğurabilen maddelerdir. Gizli ısı depolama sistemleri; duyulur ısı depolama sistemleri ile karşılaştırıldığında önemli iki avantaja sahiptirler: (i) Birim kütle veya hacim başına sıcaklık değişiminde daha yüksek enerji depolama yoğunluğuna sahip olmalarıdır (Şekil 2.2). (ii) Enerji depolama ve geri kazanım işleminin sabit sıcaklıkta gerçekleşmesi ve erime sıcaklığına bağlı olarak hem ısıtma hem soğutma amaçlı kullanılabilirlerdir (Sharma ve Sagara, 2005).



Şekil 2.2 Duyulur ve gizli ısı depolama maddelerinin birim kütle başına enerji depolama kapasiteleri.

### 2.2.1. Gizli Isı Depolama

Maddenin katı-katı, katı-sıvı, katı-gaz, sıvı-sıvı ve sıvı-gaz şeklindeki faz değişimi süresince iç enerjisindeki artışla birlikte ısı enerjisi depolamasına gizli ısı depolama denir. Katı-gaz ve sıvı-gaz faz değişim tiplerinde faz geçişi esnasında büyük hacim değişimi meydana gelmektedir. Bu yüzden yüksek basınca dayanıklı depolama kaplarının kullanılması gerekir. Bu durum ısı depolamada sınırlamaya yol açar fakat daha yüksek gizli ısı değerlerine ulaşmak mümkündür. Faz değişimi sırasında hacimde meydana gelen büyük değişim, sistemin yapısını oldukça karmaşık yapmaktadır. Katı-katı faz geçişlerinde; ısı depolama işlemi, madde bir kristal yapıdan başka bir kristal yapıya dönüşürken olur. Bu geçiş genellikle katı-sıvı geçişinden daha düşük gizli ısı değerine ve hacim değişimine sahiptir. Sıvı-sıvı dönüşümlerinde ise depolanabilecek enerji miktarı çok azdır (Wang ve ark., 2000; Pillai ve Brinkwarth, 1976). Faz değişimli bir enerji depolama sisteminde kimyasal bir değişim meydana gelmiyorsa termodinamiğin birinci kanununa göre sabit basınçta depolanan ısı enerjisi

$$q_d = \int_{T_o}^{T_s} C_k dT + H_E + \int_{T_e}^{T_s} C_s dT$$

şeklinde yazılabilir. Burada  $C_k$  ve  $C_s$  (kJ/kgC°) sırasıyla katı ve sıvının sabit basınçtaki özgül ısılarını;  $H_E$  (kJ/kg) erime gizli ısını,  $T_e$  (C°) erime sıcaklığını,  $T_o$  ve  $T_s$  sırasıyla FDM'nin ilk ve son sıcaklığını göstermektedir. Bu eşitliğe göre enerji; maddenin ısı kapasitesiyle (sıcaklığı artırılarak) ve maddenin erime gizli ısıyla (sabit sıcaklıkta) depolanmaktadır. Enerjinin, maddenin ısı kapasitesinden yararlanılarak depolanmasına duyulur ısı depolama, sabit bir faz geçiş sıcaklığında “faz değişimi yoluyla depolanmasına” gizli ısı depolama denir (Kılıç ve Öztürk, 1983; Sharma ve Sagara, 2005).

### 2.2.2. Duyulur Isı Depolama

Duyulur ısı depolama; enerjinin katı veya sıvı haldeki bir maddenin ısı depolama kapasitesinden yararlanılarak depolamasıdır. Duyulur ısı depolama enerji depolama amacıyla kullanılan bir maddenin sıcaklığını artırılarak yapılır. Duyulur ısı depolamada ısı yükleme ve geri kazanım işlemi esnasınca depolama ortamının sıcaklığı değişir. Ayrıca depolanabilecek ısı miktarı; depolama maddesinin ısı kapasitesine ( $C_p$ ), sıcaklık değişimine ( $\Delta T$ ) ve depolama maddesinin miktarına ( $m$ ) bağlıdır.

$$Q = \int_{T_i}^{T_s} m C_p dT = m C_p (T_s - T_i) = v \rho C_p \Delta T$$

Eşitlikde  $v$  (m<sup>3</sup>) maddenin hacmini,  $\rho$  (kg/m<sup>3</sup>) maddenin yoğunluğunu ve  $C_p$  (kJ/kgK) sabit basınçtaki özgül ısıyı ifade etmektedir. Eşitlik belli bir hacimde ve  $\Delta T$  sıcaklık farkında depolanacak ısının miktarı maddenin hacimsel özgül ısı ile orantılıdır (Dinçer ve Dost, 1996).

Duyulur ısı, katı veya sıvı maddede depolanabilir. Duyulur ısı depolanmasında kullanılan sıvılar; su-etilen glikol (%50-%50), ötektik karışımlar ve bazı alkollerdir (Paksoy, 1992). Duyulur ısıda yaygın olarak kullanılan sıvılar arasında; en ucuz ve bol miktarda bulunan ve ayrıca kullanıldığı alanda da sağlığı tehdit edecek bir yapıya sahip olmayan madde sudur. Su birim hacimde oldukça yüksek miktarda ısı depolayabilir. Örneğin, 1m<sup>3</sup> su 1°C ısıtıldığı zaman 4198 kJ'lük enerji depolarken, 1m<sup>3</sup> kaya (çakıl taşı) ise suyun depoladığı enerjinin yarısı kadar enerji depolamaktadır (Sarı, 2000).

### **2.3. Gizli Isı Depolama Sistemleri**

Gizli ısı depolama yöntemleri kısaca belirli bir sıcaklık aralığında faz değişimine uğrayan FDM'lerin faz değişim gizli ısılarından enerji depolama için yararlandığı tekniklerdir. Bu nedenle bu tekniğe gizli ısı tekniği denilmektedir (Lane, 1983). FDM'ler ile enerji depolama konusundaki çalışmalar ve uygulamalar son 20 yılda yoğunluk kazanmıştır (Zalba ve ark., 2003). Ancak 40 yıla yakın bir süredir tuz hidratlar, parafinler, yağ asitleri, organik ve inorganik maddelerin ötektik karışımlarıyla ilgili çalışmalar yürütülmektedir (Farid ve ark., 2004; Sarı, 2005; Buddhi ve ark., 1988, Dimaano ve Watanabe, 2002). Tarihsel süreçteyse FDM'li ilk uygulama 1800'lü yıllarda İngiliz demir yollarında soğuk kış aylarında trenlerdeki yolcuların oturaklarını sıcak tutmak için kauçuk ya da metal paketlerde sodyum tiyosülfat pentahidrat (e.n: 44,5 °C) kullanılmasıdır. Dünyadaki ilk deneysel uygulama ise Dr. Telkes'in bina için FDM kullanmayı amaçlayan çalışmasıdır (Lane, 1983; Dinçer ve Rosen, 2002; Mazman, 2006).

### **2.4. Faz Değişim Malzemeleri (FDM'ler)**

Faz değişim maddeleri, ortam sıcaklığı maddenin erime sıcaklığına yükseldiğinde, erimeye başlayan ve erime prosesi boyunca ortamdan ısı alan tam tersi durumda sıcaklık maddenin donma noktasına kadar düştüğünde ise donma prosesi boyunca depoladığı bu ısıyı ortama geri verebilen maddelerdir. Yüksek ısı enerji depolama kapasitelerine sahiptirler. Faz değişim malzemeleri 1980'li yılların başlarında ilk olarak NASA tarafından yürütülen araştırmalarda astronotları aşırı sıcaklık dalgalanmalarından

korunmak amacıyla kullanılmıştır. Günümüzde hala önemini arttırarak çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. FDM'lerin sürdürülebilir şekilde uzun süreli kullanılabilmesi için mikrokapsül denilen koruyucu bir kabuk içinde tutulması gerekir. Mikrokapsüller FDM'lerin taşınması ve tekstil ürününde bozulmadan etkinliğini sürdürmesi açısından gereklidir. Isıl enerji depolama için kullanılan faz değıştiren maddeler belirli faz değıştirme sıcaklıklarında ortamdaki ısı enerjisini soğurup yaymak suretiyle ısı transferi sağlayan maddelerdir. Isıl enerji depolama için kullanılan FDM'ler genellikle katı-sıvı faz değıştiren maddelerdir ve bundan dolayı kapsüllenmeleri gerekir. Mikrokapsüllenmiş FDM'ler (MikroFDM'ler), FDM'lerin büyük yüzey alanlarından dolayı ısı transfer oranlarının yüksek olduğu ve küçük olmaları dolayısı ile de kolay uygulanabildiği türevidir. MikroFDM'ler faz değıştiren maddelerin ince ve esnek bir polimer kabuk içerisine hapsedilmesi ile üretilmektedirler (Alay ve ark, 2009). FDM'ler, ısıtma sistemi için ısı depolamak amacıyla, depolama ünitelerinde yaygın olarak kullanılır. ( -20) - (+150) °C sıcaklık aralığında eriyebilen FDM'ler, güneş enerjisi, ısı pompaları vb. soğutma sistemleri için önemlidir. Yüksek erime ısısı ile 0-120 °C sıcaklık sınırlarında eriyen çok sayıda organik ve inorganik yapıllı materyaller bulunmaktadır. Bu materyallerin gizli ısı depolama sistemlerinde ısı depolama materyali olarak kullanılabilmesi için, termodinamik, kinetik ve kimyasal yönlerden belirli özellikler göstermeleri gerekir. Ayrıca materyalin maliyeti ve çok miktarlarda bulunabilir olması da dikkate alınmalıdır. FDM seçiminde etkili değışik ölçütler aşağıdaki gibi sıralanabilir (Abhat, 1983):

#### **2.4.1. Termodinamik Ölçütler:**

Erime noktası, istenilen çalışma sıcaklığı sınırlarında olmalıdır. Birim kütle sinin erime ısısı yüksek olmalıdır. Küçük hacimdeki depolara yerleştirilebilmesi için yoğunluğu yüksek olmalıdır. Önemli oranda duyulur ısı da depolayabilmek için özgül ısısı yüksek olmalıdır. Isıl iletkenliği yüksek olmalıdır. Faz değışiminde ısıl genleşme katsayısı düşük olmalıdır. Materyal tamamıyla eriyerek tekdüze erime göstermelidir ve faz değıştirme sonucunda hacim değışimi az olmalıdır.

#### **2.4.2. Kinetik ölçütler:**

Donma sırasında çok az aşırı soğuma etkisi göstermeli veya hiç göstermemelidir.

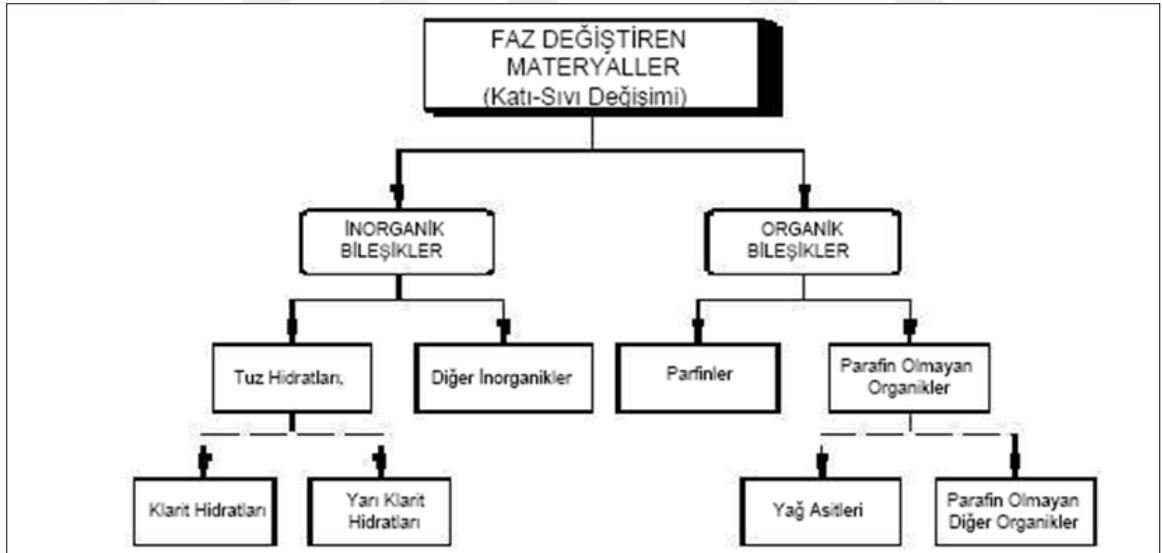


### 2.4.3. Kimyasal ölçütler:

Kimyasal özellikleri değişmemelidir. Kullanım süresinin uzun olması için kimyasal ayrışmaya uğramamalıdır. Depo malzemesi için korozif etkili olmamalıdır. Yanıcı, zehirli ve patlayıcı özelliklerde olmamalıdır.

### 2.5. Faz Değiştiren Materyallerin Sınıflandırılması

Güneş enerjisiyle ısıtma uygulamaları ve sıcak su üretimi için en uygun çalışma sıcaklığı sınırları 40-60 °C' dir. Özel uygulamalar için bu sınır değerler 20–80 °C' ye kadar değiştirilebilir. Güneş enerjisiyle soğutma uygulamaları için 100 °C' ye kadar değişen sıcaklık değerleri gerekli olduğu halde, ısı pompası uygulamalarında 0 °C' nin altına inebilen daha düşük depolama sıcaklıkları istenir. Bu sıcaklık sınırlarında, faz değiştiren materyalleri şekil 2.3'de görüldüğü gibi, organik ve inorganik bileşikler olmak üzere iki grup altında sınıflandırmak mümkündür.



Şekil 2.3 Faz değiştiren materyallerin sınıflandırılması (Kakaç ve Ark., 1989).

#### 2.5.1. İnorganik ve Organik Bileşikler

İnorganik tuzların erime ısıları yüksektir. Organik bileşiklerin erime sıcaklığı geniş aralıkta yer alır. Bununla birlikte, ısı depolama kapasiteleri daha düşüktür. Organik bileşiklerin birim hacimlerinin ısı depolama kapasitesi, inorganik tuzlarınkinin yaklaşık

yarısı kadar olup, 150 –200 mj/m<sup>3</sup> arasında deęişir. Tuz hidratlarının ısı depolama kapasiteleri 250–400 mj/m<sup>3</sup> arasındadır (Paksoy ve Ark., 1995). Organik bileşikler, gerekli depolama hacminin fazla olması gibi olumsuz özelliklere sahip olmakla birlikte, inorganik bileşiklerle karşılaştırıldığında, ısı depolama materyali olarak bazı önemli özelliklere sahiptir Bu bileşikler ısı depolama açısından aşağıdaki üstünlüklere sahiptir: Uygun olarak erime gösterirler, kendi kendine kristalleşebilirler ve geleneksel tasarım malzemeleriyle uygun olarak kullanılabilirler.

### **2.5.2. Katı Katı FDM'ler**

Katı-katı faz geçişinde ısı deęişimi, ısı depolama materyali ve ısı taşıyıcı akışkan arasında, herhangi bir ısı deęişim yüzeyi olmaksızın doğrudan gerçekleşir. İlke olarak, katı-katı faz deęişimine uğrayan FDM'nin ısı etkisi, erime özellięi gösteren FDM'lerden daha düşüktür. Katı-katı faz deęişim ısı yüksek olan bazı organik bileşikler Çizelge 1'de verilmiştir. Katı-katı faz deęişimine uğrayan materyaller arasından yüksek yoğunluklu polietilen, ısı depolama materyali olarak geniş uygulama alanı bulmuştur. Katı-katı faz deęişimine uğrayan materyaller, depolama ünitelerinin tasarımını önemli ölçüde basitleştirmektedir. Katı-katı FDM'lerin muhafazası için depolama kapları gerekmez ve dolayısıyla maliyetleri düşüktür. Faz deęiştirme sıcaklıkları ve faz deęişimi sırasında açığa çıkan ısıya baęlı olarak, ısı depolama için katı-katı faz deęişiminin gerçekleştięi en uygun organik materyaller aşağıda verilmiştir (Michaels,1980).

Çizelge 2.1 Katı-katı faz değişim ısısı yüksek olan bazı organik bileşikler

Bileşik	Faz geçiş sıcaklığı (°C)	Faz geçiş entalpisi (J/g)	Erime sıcaklığı (°C)	yoğunluk	
				g/cm <sup>3</sup>	
Neopentil glikol (CH <sub>2</sub> OH) <sub>2</sub> C(OH) <sub>3</sub>	43	131	126	1.0	0.9
Trimetiletan (CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> COH <sub>3</sub>	81	193	198	1.1	18
Hidroksimetil (CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> COOH	126	204	219	-	-
Pentaeritritol (CH <sub>2</sub> OH) <sub>4</sub> C	188	323	260	1.3	1.2
Neopentilglikol (% 60 mol)+ trimetiletan (% 40 mol)	26	76	140	-	1.1
Neopentilglikol (% 67 mol)+ Trimetiletan (% 33 mol)	24	61	102	-	-

### 2.5.3. Tuz Hidratlar

İnorganik FDM'ler grubunda bulunan tuz hidratları ısı depolama için önemli olduklarından, araştırmalar bu materyaller üzerinde yoğunlaştırılmıştır. Organik yapıdaki FDM'ler şekil 2.3'de görüldüğü gibi, parafinler ve parafin olmayan materyaller olmak üzere iki alt guruba ayrılır. Tuz hidratlar, 0-150 °C sıcaklık sınırlarında hacimsel ısı depolama kapasitelerinin yüksek olması nedeniyle inorganik FDM'lerin en önemli gurubudur. Genellikle suda çözünebilir tuzlar ısı depolama amacıyla kullanılabilir. Isı depolama amacıyla kullanılabilen ve pahalı olmayan birçok tuz hidrat bulunmaktadır. Tuz hidratlarının gizli ısı depolama açısından en önemli özellikleri şöyle özetlenebilir: Erime gizli ısıları yüksektir, erime-katılaşma sonucunda hacim değişimi azdır ve organik FDM'ler ile karşılaştırıldığında, ısı iletkenlikleri yüksektir. Maliyeti düşük olan materyaller arasında genellikle; klorit, karbonat, nitrat, sülfat veya fosfat formlarında sodyum, kalsiyum ve magnezyum bileşikleri yer alır. Yüksek sıcaklıklarda ısı depolamak için, gizli ısı depolama materyallerine ilişkin bazı genel değerlendirmeler yapılabilir. Karbonatlar ve olası karbonat klarit sistemleri gizli ısı depolama materyali olarak önemlidir. Bu materyaller korozif etkili olmadıklarından,

depolanma maliyetleri ve satın alma bedelleri düşüktür. Nitrat ve nitritlerin, korozif etkileri fazla değildir. Ayrıca ucuz olduklarından 500 °C' nin altındaki uygulamalar için uygundur. Klorit sistemleri ucuz ancak, korozif etkileri daha önce belirtilen bileşiklerden daha yüksektir. Hidroksitler grup olarak daha pahalı ve korozif olmaya eğilimlidirler. Bu grup ucuz depolama üniteleri için daha az önemlidir. Floridlerin, ısı depolama kapasitesi kısmen yüksektir. Bununla birlikte, genellikle fiyatları yüksektir. Ayrıca, korozif etkili olmaları nedeniyle depolanmaları diğer tuz hidratlarından daha maliyetlidir. Çizelge 2.2' de bazı tuz hidratlarının termo-fiziksel özellikleri verilmiştir.

Çizelge 2.2: Bazı Tuz Hidratlarının Termo-Fiziksel Özellikleri (Abhat, 1983)

Tuz hidrat	Erime sıcaklığı (°C)	Erime ısısı (kJ/kg K)	Yoğunluk (kg/dm <sup>3</sup> )	Özgül ısı (kJ/kg)
CaCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O Kalsiyum klorit hegzahidrat	29.7	171	1.71	1.45 (katı)
NaSO <sub>4</sub> .10H <sub>2</sub> O Sodyum sülfat dekahidrat	32.4	254	1.49 (sıvı) 1.48 (katı)	1.93 (katı)
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> .12H <sub>2</sub> O Disodyum bisülfat dodekahidrat	35	281	1.52 (katı)	1.70 (katı)
Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> .5H <sub>2</sub> O Sodyum tiyosülfat pentahidrat	48	201	1.44 (sıvı)	1.95 (sıvı) 1.46(katı)
Ba(OH) <sub>2</sub> .8H <sub>2</sub> O Baryum hidroksit	78	267	1.67 (sıvı) 2.80 (katı)	1.17 (katı)
MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O Magnezyum klorit hegzahidrat	116	165	1.57 (20°C) 1.44 (78°C)	1.72 katı 2.82 (sıvı)

#### 2.5.4. Parafinler

Parafinler petrol türevleri olup, genel olarak C<sub>n</sub>H<sub>2n+1</sub> şeklinde belirtilen ve "alkanlar" olarak adlandırılan önemli bir bileşen içerirler. Parafin mumlarındaki n-alkan içeriği, genellikle %75'den fazladır ve % 100'e ulaşabilir. Yaygın olarak bilinen oktadekan (C<sub>18</sub>H<sub>38</sub>) gibi saf parafinler, sadece alkanları içerir. Parafinlerin ısı depolama bakımından bazı önemli üstünlükleri aşağıdaki gibi sıralanabilir (Kakaç ve Ark. 1989): Maliyeti düşük ve bol miktarda mevcuttur. Korozif ve toksik etkili değildirler. Erime gizli ısıları yüksektir. Hızlı bir şekilde faz değiştirirler, kimyasal olarak kararlıdır, yoğunlukları düşüktür. Kolay bir şekilde paketlenirler, ihmal edilebilir düzeyde aşırı

soğuma gösterirler, kendi kendine kristalleşebilirler ve ekonomik nedenlerden dolayı, gizli ısı depolamada FDM olarak sadece teknik esaslı parafinler kullanılabilir.

### **2.5.5. Parafin Olmayan Organikler**

Gizli ısı depolamaya uygun materyallerin bulunduğu en geniş gruptur ( Lane ve Ark. 1975), organik materyaller hakkında yoğun bir araştırma yürütmüşlerdir. Bu araştırma sonunda; ısı enerjisi depolamaya uygun birçok ester, yağ asidi, alkol ve glikol belirlemişlerdir. Bu organik materyallerin bazı özellikleri verilmiştir ( Kakaç ve Ark., 1989): Erime ısıları yüksektir, yanıcı özellikte değildir. Isıl iletkenlikleri düşüktür, Parlama noktaları düşüktür, toksite düzeyleri değişebilir. Yüksek sıcaklıklarda kimyasal bakımdan kararsız özelliktedirler.

## **2.6. Faz Değişim Maddelerinin Özelliklerinin İncelenmesi**

Günümüze kadar yapılmış olan araştırmalarda gizli ısı depolama amacıyla, birçok bileşik veya karışım dikkate alınmıştır. FDM'ler değerlendirilirken; aşırı soğuma, çekirdekleşme, ısıl çevrim boyunca kararlılık, paketlenebilme gibi özelliklerin incelenmesi gerekmektedir.

### **2.6.1. Aşırı Soğuma Özelliği**

Birçok tuz hidratıyla yaygın olarak karşılaşılan ikinci sorun, bu tuzların kristalleşme özelliklerinin zayıf olması sonucunda ortaya çıkan aşırı soğumadır. Özellikle inorganik tuz hidratlarda donma olayının erime noktasından daha düşük sıcaklıkta gerçekleşmemesidir. Tuz hidratlarının çoğu, az veya çok aşırı soğuma özelliği gösterir. Tuz hidratları, erime ısıları yüksek ve yoğunlukları da kısmen yüksek olduğundan, FDM olarak önemlidir. Bununla birlikte, aşırı soğuma özelliği taşımaları bu materyallerin uygulama alanlarını önemli oranda kısıtlar. Katılma sürecinde, bazı tuz hidratları için birkaç derece olabilen aşırı soğuma eğilimli, tuz hidratlarının karakteristik özelliğidir. Aşırı soğuma durumunda tuz hidratı, erime sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda bile kristalize olmaz. Aşırı soğumanın nedeni, kapalı kaplarda kullanılan tuz hidratlarının ancak bir kristal çekirdeği olduğu zaman kristalleşmeleridir. Bunu

sağlamak için, aynı kristal formunda fakat çözünürlüğü daha düşük olan bir madde kullanılır. Glauber tuzuna boraks eklendiğinde bu sorunun giderildiği belirlenmiştir. Aşırı soğuma durumu, ısı depolama açısından aşağıdaki olumsuzluklara neden olur (Kakaç ve Ark., 1989). Aşırı soğuma durumunda, katılaşma ve kristalleşme erime noktasında gerçekleşmez. Kristal gelişim hızı çok düşüktür, sıvı haldeki tuzun aşırı soğuması durumunda kristalleşme süresi azalır. Tuz hidratlardaki aşırı soğuma özelliğinin yukarıda belirtilen olumsuzlukları nedeniyle, ısı geri kazanma süresince FDM'nin aşırı soğuması istenmez. Tuz hidratlardaki aşırı soğuma sorunu, kristalleşmenin başlatılmasını sağlayan bazı yöntemlerle önemli ölçüde giderilebilir. Kristal oluşumunu başlatmak için, FDM ile aynı kristal yapıda katkı maddeleri ekleyerek, kristallerin bu katkı maddesi üzerinde gelişmesini sağlamak depo duvarları ve ısı değiştirici yüzeylerinin pürüzlü olması gibi, mekanik aracılığıyla heterojen kristalleşmeyi kolaylaştırarak ve çekirdek olarak işlev yapan bazı kristalleri saklayarak aşırı soğuma sorunu giderilebilir.

### **2.6.2. Çekirdekleşme Özelliği**

Aşırı soğuma ortamına faz değişim maddesiyle benzer kristal örgüde bir madde çekirdekleştirici olarak ilave edilebilir. Eklenecek çekirdekleştirici şu özelliklere sahip olmalıdır; erime aralığı çalışılan sıcaklık değerinin üstünde olmalı ve tuz hidratlar varlığında suda hiçbir sıcaklıkta çözünmemelidir, tuz hidratlarla bir katı çözelti oluşturmamalıdır ve birlikte kullanıldığı tuz hidratla aynı kristal örgüde olmalıdır. Ayrıca tuz hidratlarla kimyasal tepkimeye girmemelidir.

### **2.6.3. Isıl Çevrim Boyunca Kararlılık Özelliği**

Gizli ısı depolama üniteleri için, tekrarlanan ısıl çevrimlerde özellikleri değişmeyen ve kimyasal kararlılığı uygun olan FDM'ler gereklidir. Birçok tuz hidratın erimesi, ısı depolama açısından uygun durumda değildir. Bir başka deyişle, ilk erime sırasında saf tuz ve su içeriği daha az olan hidrat şeklinde tersinmez olarak ayrışırlar. Bu durum, tuzun erimesi sonucunda oluşan su kaybı nedeniyle gerçekleşir. Çözelti içerisindeki katı kısımların yoğunluğu daha yüksek olduğundan, çözünemeyen tuz hidratı deponun dip kısmında toplanır. Bu durumda, tekrarlanan çevrimlerde katı materyal birikimi

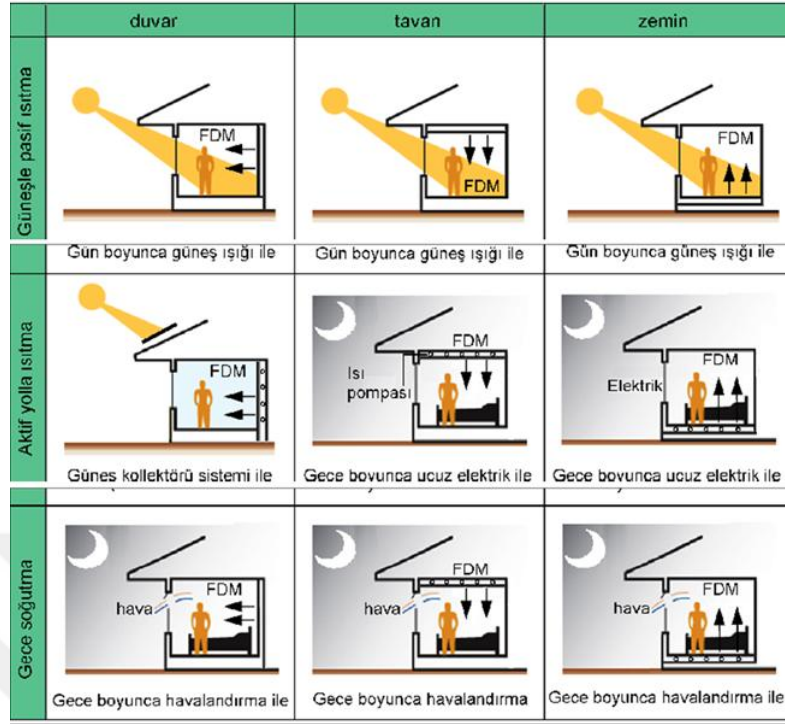
gerçekleşir. Faz ayrışması, ısı depolama sisteminin toplam ısı miktarına sadece duyulur ısı sağlayan en üst ve en alt katmanlarda olduğundan, sistemin toplam ısı depolama kapasitesi azalır.

#### **2.6.4. Paketlenme Özelliği**

Sistemde kullanılacak katı veya sıvı FDM'lerin ısı transferinde etkin olmaları ve sisteme uygun şekilde eklenmesi için paketlenmesi gerekmektedir. Uygulamada FDM'ler plastik şişeler, polietilen ve propilen şişeler çelik kaplar, yüksek yoğunluklu polietilen borular, esnek paketleme filmleri ve plastik tüplere konularak sisteme eklenir. Ayrıca mikrokapsülleme ya da jel hapsedmeyle FDM'nin polimer yapı içinde sisteme eklenmesi mümkündür (Özonur ve ark,2005,2003; Gök, 2005).

#### **2.7. FDM'lerin Binalarda Kullanımı**

FDM'ler binalarda sıcaklık dalgalanmalarını azaltmak ve enerji tasarrufu sağlamak amacıyla yapının duvar, zemin ve tavan yüzeylerinde kullanılırlar. Şekil 2.4' de FDM'lerin binalarda güneş enerjisi ile pasif ısıtma, aktif ısıtma ve gece soğutma gibi uygulamaları gösterilmiştir.



Şekil 2.4. FDM'lerin binalarda uygulama şekilleri ve etkileri (Marco, 2005).

Bilindiği gibi bina yapı malzemelerine uygulanan FDM'li duvarlar, tavan ve zemin vs bunların ısı kapasitesini arttırlar ve böylece oda içi sıcaklık dengesini sağlarlar. Güneş kolektörleri ile birlikte yapısal bileşen olarak FDM gün boyunca depoladığı enerjiyi ortama geri salar. Böylece yaşanan ortamın ısı konforunu sabitler. Isı pompası veya elektrikli ısıtma sistemi ile birlikte FDM'li yapı malzemeleri gece boyunca ucuz elektrikle ısı depolayabilir ve daha sonra gün boyunca depoladığı ısıyı geri verebilir. Elektrik tüketim periyodunun maksimum olduğu periyodun kaydırılması önemli bir ekonomik kazanç sağlayacaktır. FDM'lerin binalarda diğer bir uygulaması ise soğuk depolama için havalandırma sistemlerine uygun hale getirilmesidir. Oda dışındaki sıcaklık oda içi sıcaklığından daha düşük olduğundan havalandırma işlemi ile oda dışındaki soğuk gün boyunca iklimlendirme sisteminin yükünü azaltacak düzeyde oda içerisinde depolanır. Gece boyunca soğuk havanın depolanması doğal havalandırma veya bir fan yardımıyla sağlanabilir.



## 2.8. Mikrokapsülasyon Teknikleri

Mikrokapsül üretimi için birçok yöntem vardır. Bunların en sık kullanılanları çizelge 2.3’de görülmektedir.

Çizelge 2.3. Bazı mikrokapsülasyon teknikleri

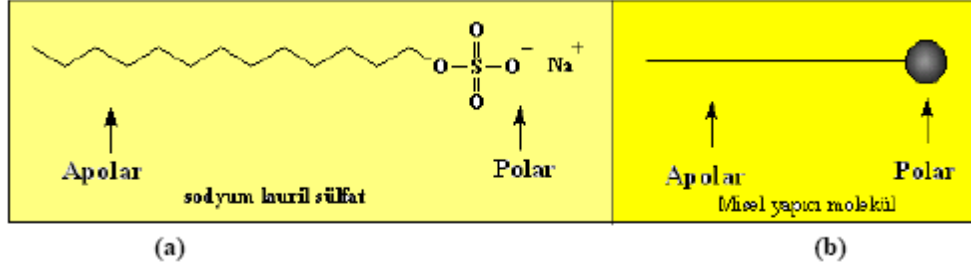
<b>Fiziksel Yöntemler</b>	<b>Fiziko-Kimyasal Yöntemler</b>	<b>Kimyasal Yöntemler</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Akışkan Yatak</li><li>• Santrifüjlü Ekstrüzyon</li><li>• Titreşimli Püskürtücü</li><li>• Püskürterek Kurutma</li><li>• Çözücü Buharlaştırma</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• İyonik Jelleştirme</li><li>• Koaservasyon</li><li>• Sol -Jel Yöntemi</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ara Yüzey Polimerizasyonu</li><li>• Süspansiyon Polimerizasyonu</li><li>• Emülsiyon Polimerizasyonu</li></ul>

FDM üretimi için en sık kullanılan mikrokapsülasyon yöntemleri; emülsiyon polimerizasyonu, süspansiyon polimerizasyonu, ara yüzey polimerizasyonu, koaservasyon, sol-jel yöntemi ve püskürterek kurutma yöntemidir.

### 2.8.1. Emülsiyon Polimerizasyonu

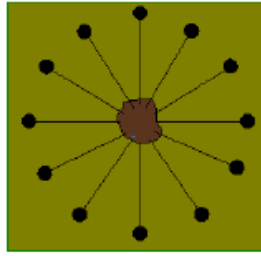
Uygun emülsiyon yapıcılar yardımı ile su içinde çok ince dağılmış monomerin polimerleştirilmesi yöntemidir. Su ortamında, yüzey aktif bir madde ve suda çözünen bir başlatıcı bulunur. Monomer emülsiyon yapıcı bir madde yardımıyla ortama dağılmış haldedir. Polimerizasyon başlatıcısı suda çözünen bir maddedir. Ortam devamlı karıştırılarak monomerin çok küçük parçacıklar halinde dağılarak elde edilmesi sağlanır. Emülsiyon polimerizasyonunda, ortamda; su, monomer, misel yapıcı ve başlatıcılar bulunmaktadır. Monomer yüzey aktif bir madde (sabun gibi ) ile kararlı hale getirilir ve bu damlacıklara misel denilir. Misellerin bir ucu hidrofobik diğer ucu hidrofiliktir. Polimerleşme miselerde çabuk ve oldukça düşük sıcaklıklarda yapılır. Yapılan ölçümler misellerin çubuk şeklinde olduğunu göstermiştir. Her misel 50-100

emülsiyon yapıcı molekülden oluşur. Miseli oluşturan bu moleküllerin, hidrokarbon kuyukları miselin içine, iyonik uçları ise suya doğru dönük durmaktadır.



Şekil 2.5. (a) Misel yapıcı olarak kullanılan sodyum lauril sülfat (b) Misel yapıcı molekülün apolar ve polar uçları

Emülsiyon polimerizasyonunun başlangıcında misel yapıcı ve su karıştırılır. Karışımda bulunan misellerin bir kısmı suda çözünür, bir kısmı da bir araya toplanarak küresel miseller oluşturur.



Şekil 2.6. İçerisinde monomer bulunan misel

Su içerisinde miseller çözüldükten sonra karıştırılarak ortama monomer katılır. Monomerin bir kısmı suda çözünür. Bir kısmı misellerin içine girerek onları şişirir. Diğerleri de monomer damlaları halinde suda dağılır. Emülsiyon yapıcı madde ortamda bulunan monomere tutunur ve polimerizasyon gerçekleşir. Ortamdaki polimerlere sarılarak polimerizasyon işlemi sonlanmış olur. Emülsiyon polimerizasyonunun tekniği özellikle sentetik kauçuğun üretiminde kolaylık sağlar. Endüstride stiren-bütadien (SBR) kauçuğun üretiminde kullanılmaktadır. SBR özellikle lastik endüstrisinde kullanılan önemli bir polimerdir. Emülsiyon polimerizasyonu önemli avantajlara sahiptir. Emülsiyon polimerizasyonunda polimerleşme hızı yüksektir ve yüksek mol kütleli polimer elde edilebilir. Sıcaklık kontrolü kolaydır ve viskozite düşüktür. Kütle ve çözelti polimerizasyonuna göre daha emniyetlidir ayrıca organik çözücü kullanılmaz.

Emülsiyon polimerizasyonunun avantajlarının yanında bazı dezavantajları da vardır. Örneğin polimerden miseli uzaklaştırmak zordur. Bu çalışmada kullanılan polimerizasyon sistemi, emülsiyon sisteminde misel oluşumu ve başlatıcının su fazında çözünmesi bakımından benzetilmektedir.



### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

#### 3.1. Deneysel Çalışmada Kullanılan Kimyasal Maddeler

Yapılan bu çalışmada metil metakrilat (MMA) (Merck), glisidil metakrilat (GMA) (Alfa Aesar), üre ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ ) (Sigma Aldrich), N- oktadekan ( $\text{C}_{18}\text{H}_{38}$ ) (Sasol), etilen glikol dimetakrilat (EGDM) (Merck), amonyum persülfat (APS) (Sigma Aldrich), demir sülfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) (Sigma Aldrich), sodyum tiyosülfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ) (Sigma Aldrich), tersiyerbütül hidroperoksit ( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_4$ ) (Fluka) kimyasalları kullanıldı.

##### 3.1.1. Metil Metakrilat

Metil metakrilat (MMA) monomeri  $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$  formülüne sahip, renksiz, yanıcı bir sıvıdır, suda belli ölçüde çözülen, yüksek kalitede reçine elde etmek için akrilik polimerler ve diğer monomerlerle polimerize edilebilen bir maddedir. Kaynama noktası  $101^\circ\text{C}$  ve yoğunluğu  $940 \text{ kg/m}^3$ , erime noktası ise  $-48^\circ\text{C}$  dir ve çözücüsü sudur. Metil metakrilat ( $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{COOCH}_3$ ) metakrilik asidin esteri olup büyük ölçekli polimetilmetakrilat üretimi için kullanılan bir monomerdur. Bu çalışmada metil metakrilat kabuk malzeme olarak kullanılmıştır.

##### 3.1.2. Glisidil Metakrilat

Glisidil metakrilat monomeri  $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{O}_3$  formülüne sahip olup, kaynama noktası  $189.0^\circ\text{C}$  ve yoğunluğu  $1.07 \text{ g/cm}^3$  tür. Alevlenme noktası  $76.0^\circ\text{C}$ , molar kütlesi  $142.15 \text{ g/mol}$ , çözücüsü ise sudur. Glisidil metakrilat, gibi monomerler akrilik reçineler, başta orijinal otomotiv vernikleri olmak üzere bazı yüksek nitelikli kaplamalar elde etmek için kullanılır.

##### 3.1.3. N- Oktadekan

Parafin grubundan olan oktadekan  $\text{C}_{18}\text{H}_{38}$  formülüne sahiptir. Kaynama noktası  $316^\circ\text{C}$  yoğunluğu  $0.77 \text{ g/cm}^3$  ve molar kütlesi  $254.49 \text{ g/mol}$ 'dür. İhtiyacımızın büyük bir kısmını oluşturan Petrol ve doğal gaz karbon ve hidrojenle oluşmaktadır diğer bir

değişle alkanlardan oluşmaktadır. Alkanlar da petrolden elde edilmektedir. Bunun için iki yöntem vardır; birincisi klasik bir yöntem olan damıtma diğeri de son yüzyılda kullanılan parçalama (kraking) yöntemidir. Damıtma yöntemi: petrol saf madde olmayan bir karışımdır. Bu yüzden içindeki maddeler çeşitli kaynama noktalarına sahiptirler. Rafinerilerde bu yöntem kullanılarak petrolden çeşitli ürünler elde edilmektedir. Bu yöntemle petrol çeşitli sıcaklıklara kadar ısıtılarak içeriğindeki maddeler ilk etapta buharlaştırılıp ve daha sonra yoğunlaştırılarak birbirlerinden ayrıştırılır. Parçalama yöntemi: katalizörlerin ve ısının yardımıyla uzun hidrokarbon zincirleri kırılarak daha küçük ve az dallanmış alkanlara çevrilmektedir. Bu işlem katalizörsüzde yapılabilir. Ancak katalizörsüz yapılan işlemde düz zincirler halindeki alkanlar oluşmaktadır. Buda oktan bakımından zayıf kalmasına sebep olmakla beraber tercih edilmeyen bir işlemdir. Dallenmamış alkanlardan olan oktadekan bu çalışmada mikrokapsüllerin çekirdek maddesi olarak kullanılmıştır.

### **3.1.4. Üre**

Karbonik asidin diamidi olan üre aynı zamanda karbamik asidin de amidi olduğundan karbamid adı ile de bilinir.  $CH_4N_2O$  formülüne sahip, amonyum karbonatın 150-200 °C' ye kadar ısıtılmasıyla elde edilen bir kimyasaldır. Erime noktası 133 °C, yoğunluğu 1.32 g/cm<sup>3</sup>, molar kütlesi 60.06 g/mol'dür ve çözücüsü sudur.

### **3.1.5. Çapraz Bağlayıcı**

Bu çalışmada çapraz bağlayıcı olarak etilen glikol dimetakrilat kullanılmıştır.  $C_{10}H_{14}O_4$  formülü ile gösterilen etilen glikol dimetakrilat 1.05 g/cm<sup>3</sup> yoğunluğa ve 198.22 g/mol molar kütleye sahiptir.

### **3.1.6. Başlatıcılar**

Bu çalışmada mikrokapsül sentezi esnasında iki tane başlatıcı çifti kullanıldı. Bunlar amonyum persülfat ve demir sülfat ile sodyum tiyosülfat ve tersiyerbütül hidroperoksittir.

### **3.1.6.1. Amonyum Persülfat (APS)**

Amonyum persülfat suda çözünür, dekompoze olur. APS birçok uygulamada kullanılan güçlü bir oksidize edici ajandır ve serbest radikal üretir. Tekstil ve ağartma işlemlerinde; renk ve koku giderme yağlarında; boyaların üretiminde; bakırın yüzey muamele ajanı olarak ve toprak düzenleyici olarak kullanım alanı bulunur. Akrilonitrilin polimerizasyonunda, genellikle alkali sülfitle birlikte poliakrilonitril elyaf üretiminde, monomerlerin emülsiyon polimerizasyonunda. Un, yağ, tutkal, sabun v.s. üretimlerinde beyazlatıcı olarak. Plastik, fotoğraf, parfümeri gibi sanayi kollarında, çeşitli kimyasal madde üretimi ve metalürjide oksitleyici olarak kullanılmaktadır. APS bu çalışmada da başlatıcı olarak kullanılmıştır.

### **3.1.6.2. Sodyum Tiyosülfat**

Kararsız bir asit olan tiyosülfat asidinden türeyen  $S_2O_3^{-2}$  formülüne sahip olan eksi yüklü bir köktür. Sodyum sülfat kükürtle ısıtılırsa sodyum tiyosülfat meydana gelir. Sodyumtiyosülfat, fotoğrafçılıkta, film üzerinde reaksiyona girmemiş gümüş halojenür bileşiklerini sabitleştirmekte kullanılır. Sodyum tiyosülfat iyodometri reaksiyonlarında kullanılır. Bu reaksiyonla nicel titrasyonlar yapılır. Deri sanayinde deri sepilemede tekstil ve kağıt sanayinde ve atıkların arıtılmasında klor giderici olarak elyaf boyamada mordan olarak gümüşün cevherden ekstrakte edilme işleminde fermantasyon işleminde, kozmetik sanayinde, yün ağartılmasında vb. gibi çeşitli uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılır.  $Na_2S_2O_3$  formülü ile gösterilmektedir. Sodyum tiyosülfatın erime noktası 48 °C dir. Ayrıca 1.685 g/cm<sup>3</sup>yoğunluğa ve 248.19 g/mol Molar kütleyle sahiptir.

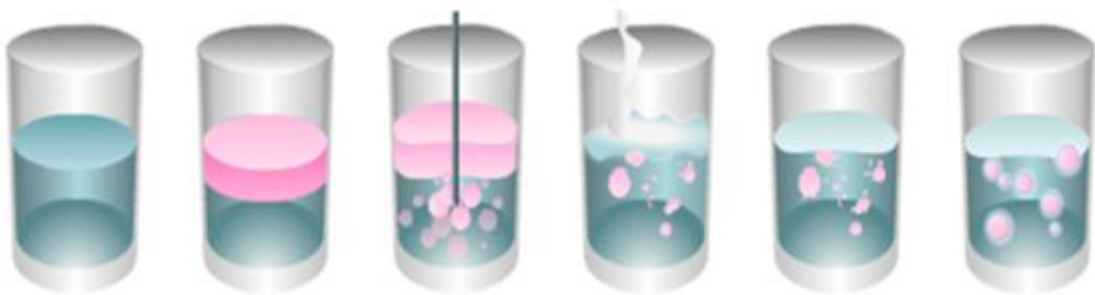
### **3.1.7. Yüzey Aktif Madde**

Yüzey aktif madde ismi sabun, deterjan, emülsiyon oluşturan maddeler, ıslatıcı maddeler için kullanılan genel bir isimdir. Bu maddeler bulunduğu ortamın, yüzey gerilimini etkileyen suyu seven (hidrofilik) ve suyu iten (hidrofobik) kısımlardan oluşan maddelerdir. Yüzey aktif maddeler belli bir yüzey aktivitesine sahip olduklarından suda

çözündüklerinde düşük konsantrasyonlarda bile olsalar içerisinde çözündükleri çözücülerin yüzey enerjisini ani olarak ve büyük ölçüde değiştirirler (çoğunlukla düşürürler). Çözücü sıvının yüzey veya ara yüzey özelliğini belirgin bir şekilde değiştirirler. Yüzey aktif maddelerinin yüzey aktiviteleri, çeşitli yüzey özelliklerinin (yüzey gerilimi vb.) ölçülmesiyle belirgin hale getirilebilir. Yüzey aktif maddelerle diğer çözünmüş maddeler arasındaki fark, yüzey aktif maddelerin farklı bir koloidal çözelti tipi oluşturmasıdır (Çeltikçi, 2013). Yapılan bu çalışmada mikro parçacıkların kararlı olmasını sağlamak amacıyla bir yüzey aktif madde kullanılmıştır. Kullanılan yüzey aktif madde Triton X-100 'dür.

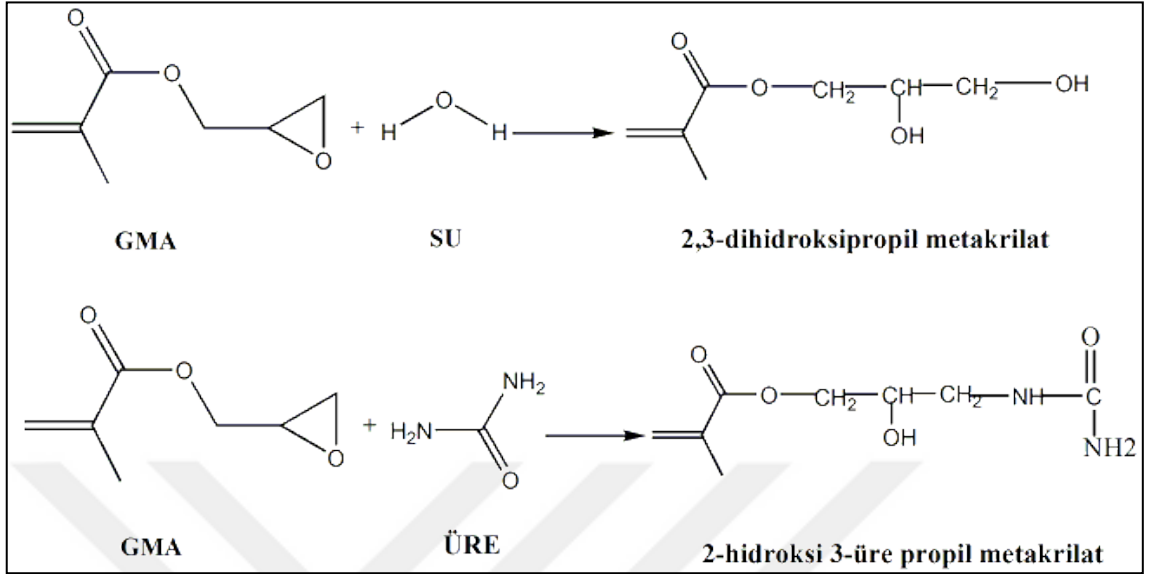
### 3.2. FDM İçeren Mikrokapsüllerin Üretimi

Bu çalışmanın ilk aşamasında, metil metakrilat monomerine %1, %5 ve %10 konsantrasyonda glisidil metakrilat ilave edilerek kopolimer yapısında mikrokapsül üretim denemeleri gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsül üretimi su içinde yağ emülsiyon polimerizasyonu metodu ile gerçekleştirilmektedir. Üretim prosesinde su fazı içinde dağıtılan yağ (parafin) fazı etrafında metil metakrilat (MMA) ve glisidil metakrilat (GMA) monomerleri polimerleşerek duvar yapıyı oluşturmaktadır. Metil metakrilat monomeri ile ortama farklı oranlarda ilave edilen glisidil metakrilat monomeri radikalik katılma polimerizasyonu metodu ile polimerize olmaktadır. Radikalik katılma polimerizasyonunda, reaksiyon ortamına ilave edilen başlatıcıların bozunmasıyla oluşan serbest radikallerin monomerlerle etkileşmesi ile oluşan monomerik radikaller üzerinden zincirin büyümesi şeklinde polimerizasyon gerçekleşmektedir. Şekil 3.1' de kopolimer hazırlanışı görülmektedir. Daha sonra glisidil metakrilata üre uygulanarak aynı şekilde mikrokapsül üretimleri gerçekleştirilmiştir.



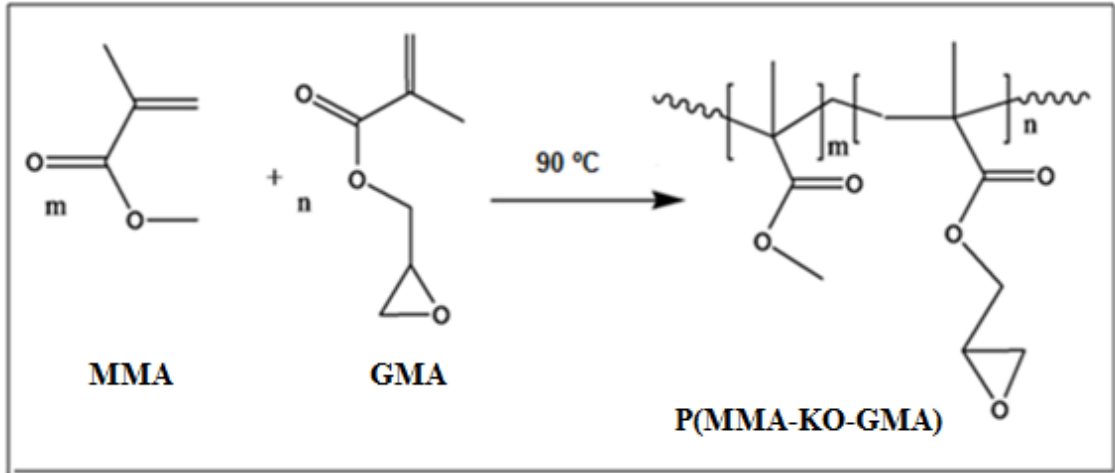
Şekil 3.1. Poli(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM) mikrokapsülünün hazırlanışı

Şekil 3.2’de su ve üre ile glisidil halkasının açılması reaksiyonları gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Su ve üre ile glisidil halkasının açılması reaksiyonları

MMA ve GMA monomerlerinin polimerizasyonu ile sentezlenmiş kopolimer yapısı Şekil 3.3’de şematik olarak gösterilmiştir.

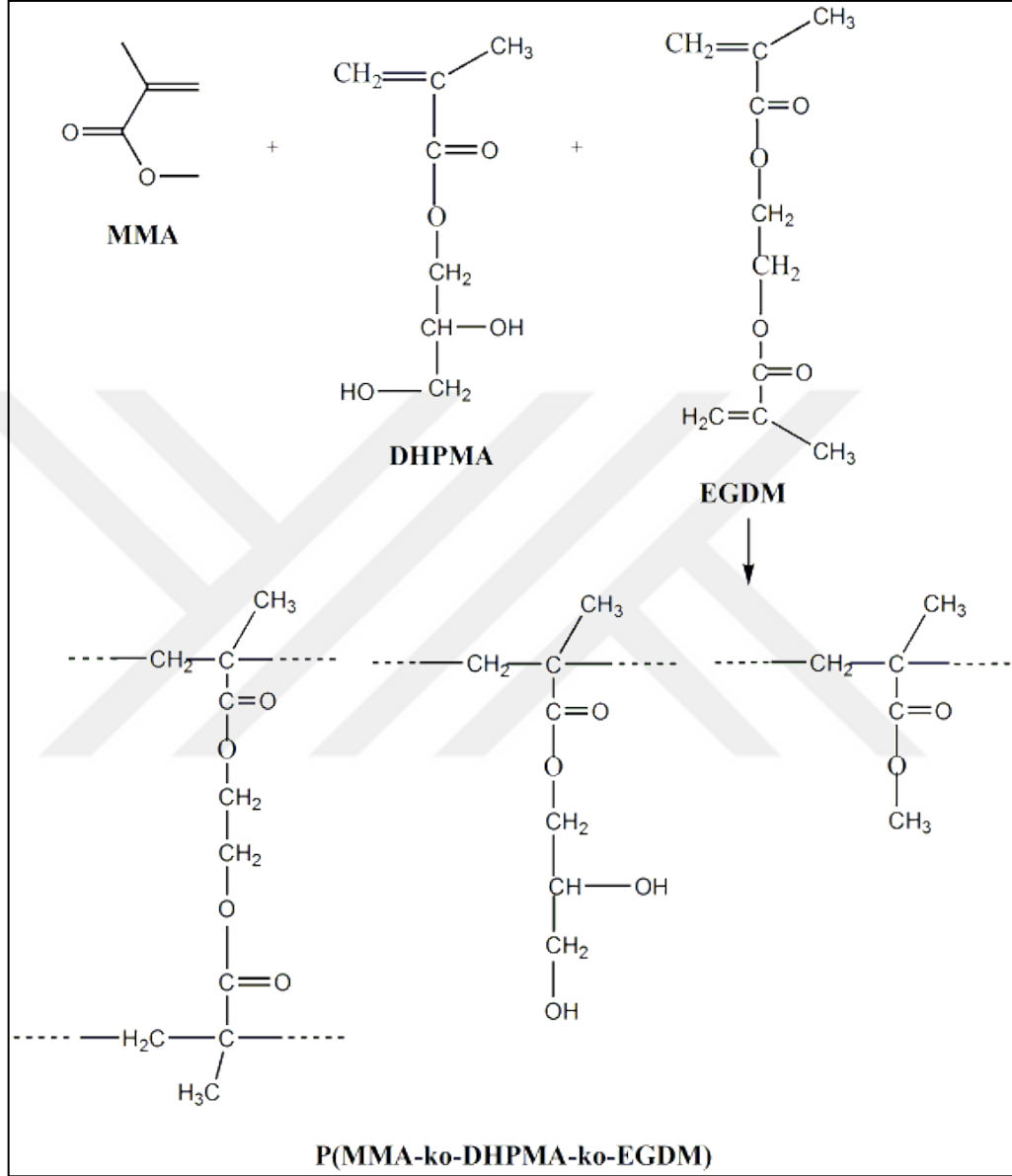


Şekil 3.3. Poli(MMA-ko-GMA) mikrokapsül duvar yapısı

Bu çalışmada MMA monomerinin GMA monomeri ile kopolimerleştirilmesinin nedeni mikrokapsül duvar yapısında tekstil materyallerinin yapısındaki fonksiyonel gruplar ile etkileşebilecek fonksiyonel gruplar oluşturmaktır. Glisidil metakrilat monomeri epoksi grubu içeren metakrilik asit esterleri olup epoksi reçine üretiminde kullanılmaktadır. Metakrilat grubu monomerlerin en önemli özelliği optik berraklığıdır.



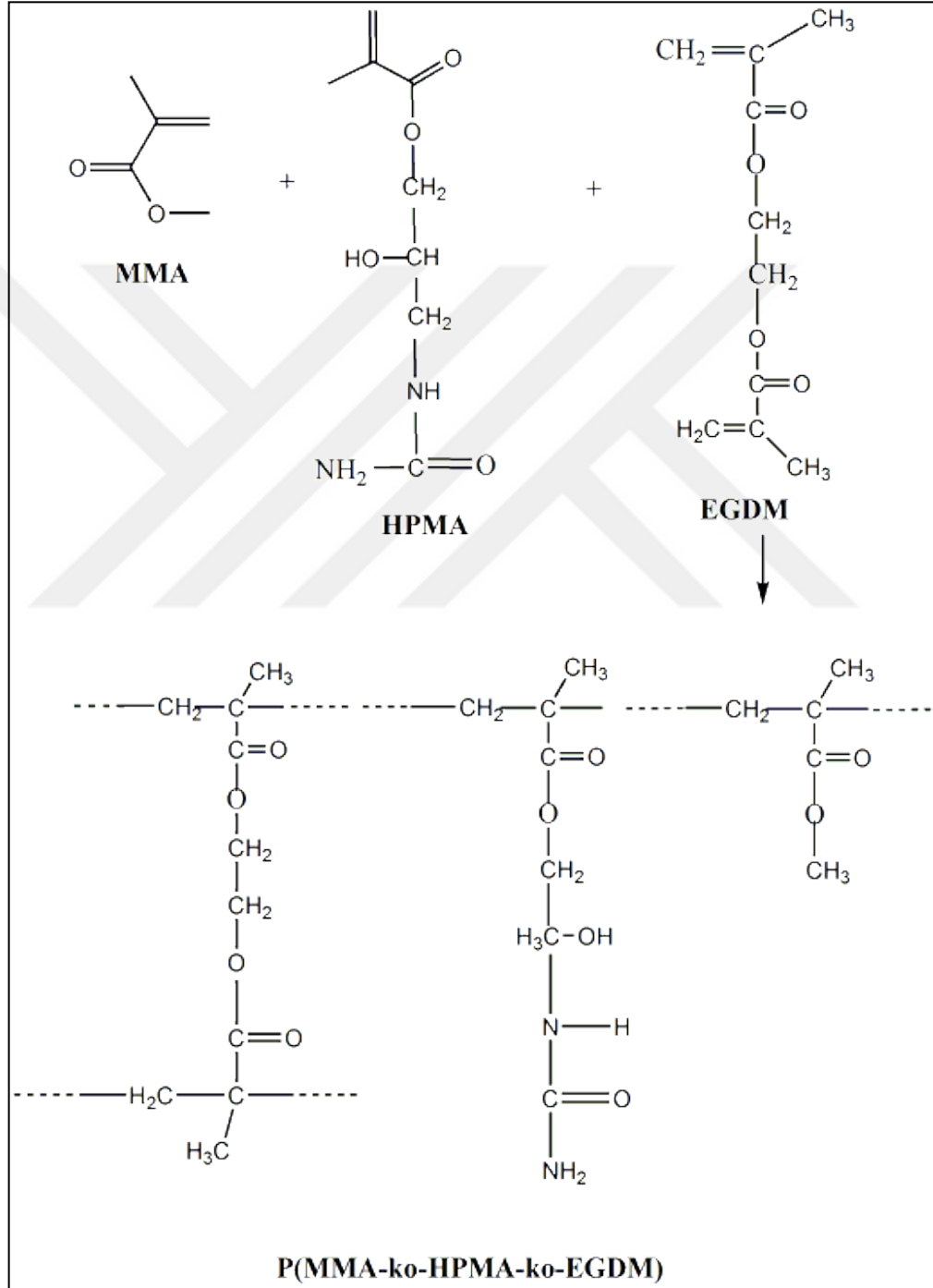
Yüksek ışık geçirgenliği, iyi mekanik ve termal dayanımlarından dolayı oldukça geniş kullanım alanlarına sahiptirler.



Şekil 3.4. Poli(metilmetakrilat-ko-2,3 dihidroksipropil metakrilat-ko- etilen glikol dimetakrilat) reaksiyon yapısı

GMA monomeri çift fonksiyonelliğe sahip olup hem metakrilik hem de epoksi gruplara sahiptir. Bu iki fonksiyonel grup hem metakriliklerin hem de epoksinin istenilen özelliklerinin bir arada bulunmasını sağlar. Yapıdaki epoksi grup hem pek çok fonksiyonel grup ile reaksiyona girebilecek şekilde kimyasal reaktivite sağlamakta hem de polimer yapıda kimyasal direnci artırmaktadır. GMA epoksi grubunun yüksek

reaksiyon kabiliyetinden dolayı, kolayca birleşme reaksiyonları verir. GMA olefin polimerleri fonksiyonelleştirmek, camsı geçiş sıcaklığı bilinen epoksi fonksiyonel gruplu metakrilik reçineler üretmek ve çok fonksiyonlu metakrilat polimerler üretmek için kullanılmaktadırlar.



Şekil 3.5. Poli(metilmetakrilat-ko-2, hidroksi propil-3-üre metakrilat-ko- etilen glikol dimetakrilat) reaksiyon yapısı

Bu çalışmada üretilen P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM) mikrokapsülünde GMA monomeri metakrilik grubu üzerinden MMA ile polimerleşirken epoksi grup ise mikrokapsülün tekstil yapısındaki fonksiyonel gruplar ile etkileşmesini sağlamış ve böylece duvar yapısında fonksiyonel epoksi grubu bulunan mikrokapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Epoksi grubunun kimyasal reaksiyonları, epoksi halkasının açılması ve hidroksil grubunun meydana gelmesiyle gerçekleşir. Emülsiyon polimerizasyonunda kullanılan çapraz bağlayıcı türü ve yüzey aktif maddenin miktarının değiştirilmesi kapsül morfolojisi, kapsül kalınlığı ve ortalama parçacık büyüklüğünde önemli rol oynayacağı için en uygun çapraz bağlayıcı EGDM olarak belirlenmiştir. Karıştırma hızı parçacık büyüklüğü dağılımı açısından önemlidir. Ancak belli bir karıştırma hızının üzerinde parçacık büyüklüğü dağılımında fazla önem arz etmemektedir. Çünkü birbirine yeterince yakın büyüklükteki parçacıkların daha hızlı karışan bir ortamda önemsiz derecede sistemin homojenliğini arttırması kayda değer bir avantaj sağlamayacaktır. Literatür verileri dikkate alınarak belirlenen karıştırma hızı aralığında ideal olan karıştırma hızı belirlenerek çalışmanın bütününde sabitlenmiştir. Sıcaklık ve süre parametreleri de yine yapılacak ön denemeler sonucu optimize edilmiştir.

### **3.3. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan Mikrokapsülünün Sentezi**

Mikrokapsül üretimine çekirdek madde olan oktadekanın su içerisinde dağıtılmasıyla başlandı. Oktadekan-su karışımına bir miktar yüzey aktif madde ilave edildi (Triton X-100) ve böylece su içinde yağ emülsiyonu oluşturuldu. Bu emülsiyon 500 rpm de 30dk mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı. Daha sonra ise kabuk malzemeler (MMA-GMA) çapraz bağlayıcı birlikte karıştırılıp ilk emülsiyona ilave edildi. Mekanik karıştırıcının hızı 100 rpm'e düşürüldü. Cam ceket sisteminde sıcaklık 90 °C ye gelene kadar karıştırılmaya devam edildi. Başlatıcılardan APS ile FeSO<sub>4</sub> çözeltisi karıştırılıp reaktöre damla damla ilave edildi. 30dk sonra sodyum tiyosülfat ile tersiyerbütül hidroperoksit karıştırılarak reaktöre ilave edildi. Böylece polimerizasyon başlatıldı ve reaksiyona 5 saat devam edildi. Bu şekilde % 1, %5 ve %10 konsantrasyonlarda glisidil metakrilat oranları için mikrokapsüller üretildi. Deney boyunca sıcaklık JSR Gire Bath marka sirkülatör yardımı ile sabit tutuldu. Şekil 3.6'de düzenek görülmektedir.



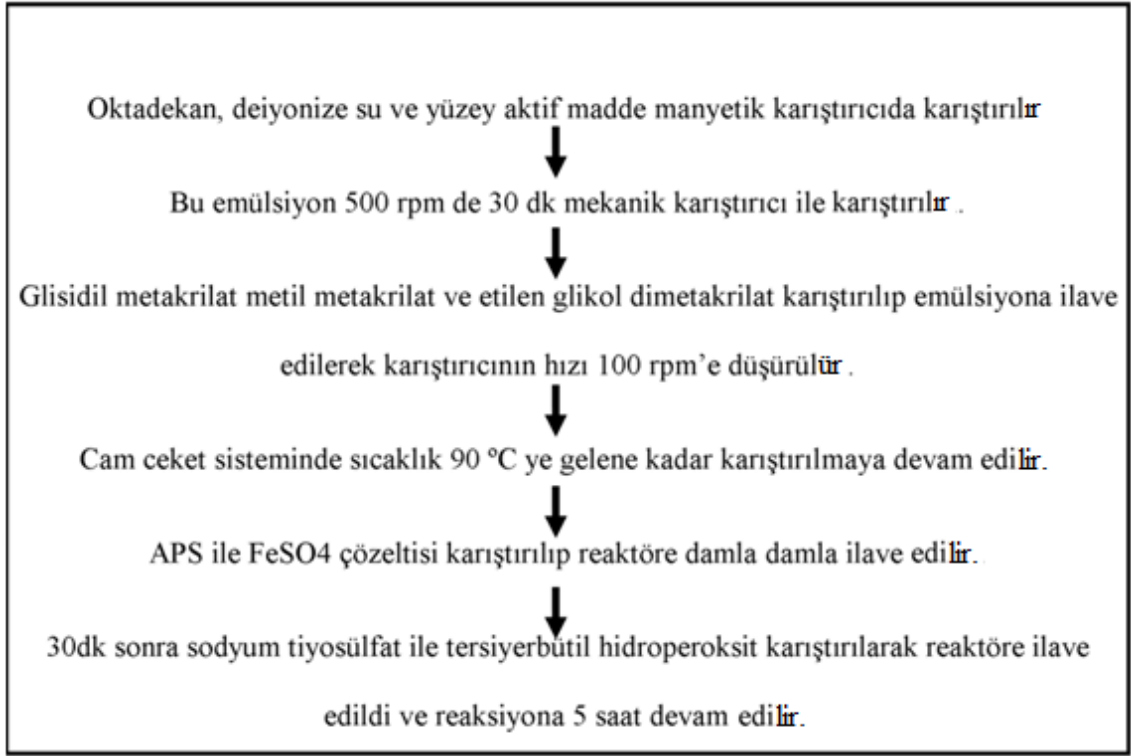
Şekil 3.6. Sirkülatör ve Cam ceket sistemi

Deney kapaklı, cam bir reaktör içerisinde gerçekleştirilmiştir. Bu düzenek de Şekil 3.7 de görülmektedir.



Şekil 3.7. Mekanik karıştırıcı ve reaktör düzeneği

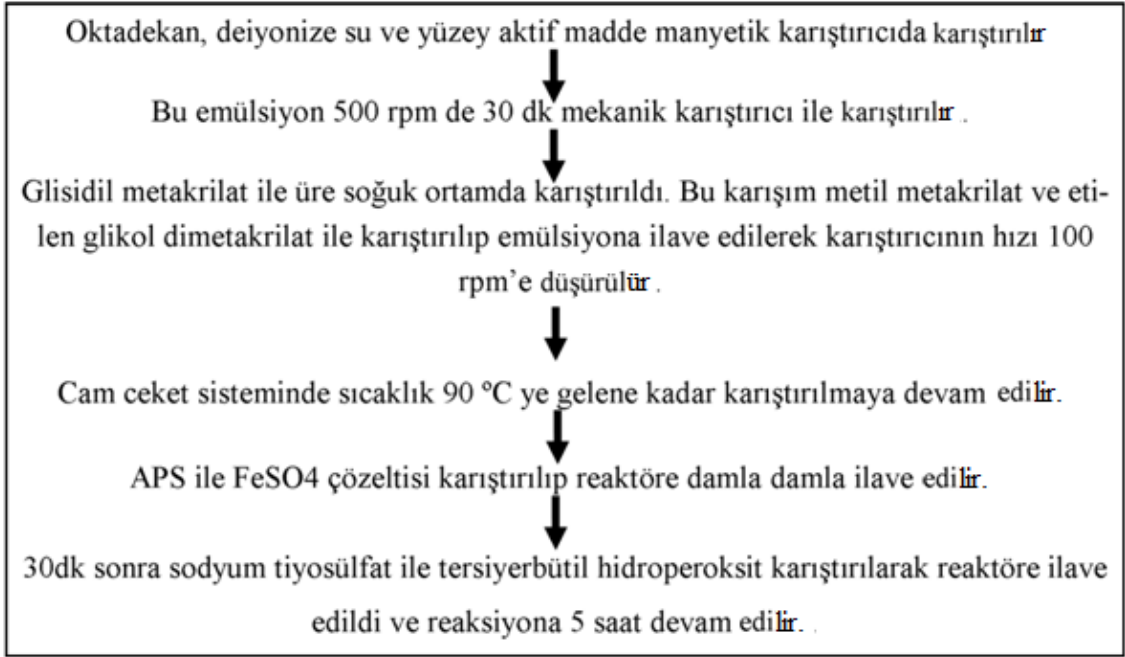
Mekanik karıştırıcı olarak ise İKA RW 20 markalı dijital karıştırıcı kullanılmıştır. Sentez Gaziosmanpaşa Üniversitesi Polimer Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Mikrokapsül sentez aşamaları aşağıdaki Şekil 3.8’de şema ile özetlenmiştir.



Şekil 3.8. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsülünün sentez şeması

#### 3.4. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N- Oktadekan Mikrokapsülünün Sentezi

Glisidil metakrilat oranı değiştirilerek üç farklı oranda hazırlanan mikrokapsüllere üre uygulanarak hazırlanıldı. İlk olarak bir miktar glisidil metakrilat ile üre buzlu su içerisinde mekanik karıştırıcıda karıştırıldı. Oktadekan-su karışımına bir miktar yüzey aktif madde ilave edildi (Tritonx-100) ve böylece su içinde yağ emülsiyonu oluşturuldu. Bu emülsiyon 500 rpm' de 30 dk mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı. Daha sonra ise kabuk malzemeler metilmetakrilat, üre uygulanmış glisidil metakrilat ile çapraz bağlayıcı ayrı bir şekilde karıştırılıp ilk emülsiyona ilave edildi. Mekanik karıştırıcının hızı 100 rpm'e düşürüldü. Cam ceket sisteminde sıcaklık 90 °C ye gelene kadar karıştırılmaya devam edildi. Başlatıcılardan APS ile FeSO<sub>4</sub> çözeltisi karıştırılıp reaktöre damla damla ilave edildi. 30dk sonra sodyum tiyosülfat ile tersiyerbütül hidroperoksit karıştırılarak reaktöre ilave edildi. Böylece polimerizasyon başlatıldı ve reaksiyona 5 saat devam edildi. Üreli kopolimerlerde yine %1, 5 ve 10 konsantrasyonda üç oran olarak hazırlanıldı. Mikrokapsül sentez aşamaları Şekil 3.9' da şema ile özetlenmiştir.



Şekil 3.9. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsülünün sentez şeması

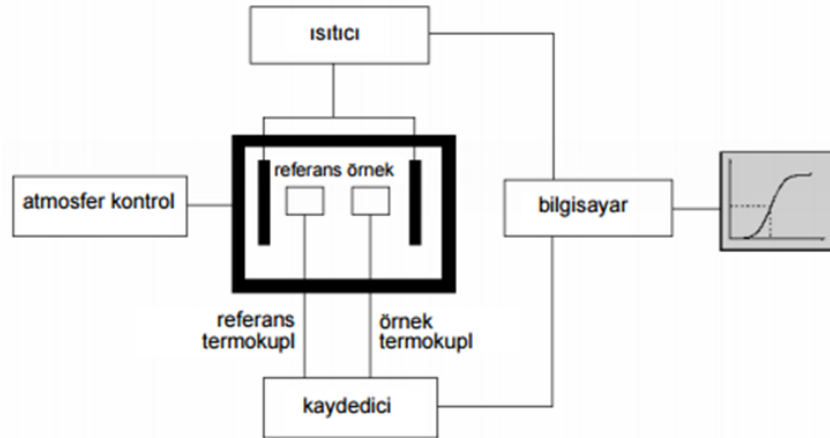
### 3.5. Üretilen Mikrokapsüllere Uygulanan Analizler

Sentezlenen mikrokapsüllerin faz değişim sıcaklıkları ve entalpileri Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) ile belirlendi. Mikrokapsüllerin kimyasal karakterizasyonu için ise Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FT-IR) kullanıldı. Mikrokapsüllerin ısıl karalılıkları Termogravimetrik Analiz (TGA) cihazı ile tanecik boyutlarının tayini ise Parçacık Büyüklüğü Analizörü (PSD) ile yapıldı.

#### 3.5.1. DSC Analizi

DSC numune ısıtılırken, soğutulurken veya sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan veya salıverilen enerji miktarını ölçer. Bu teknikte, referans ile örnekten gelen ya da uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. Numune ve referans düzenli bir hızla artırılır, ancak her ikisinin sıcaklığının aynı olması için örnek veya referansa dışarıdan gereken miktarda ısı ilavesi yapılır. İlave edilen ısı (kaydedilir), örnekte oluşan endotermik veya ekzotermik reaksiyonlar sonucu kaybedilen veya

kazanılan ısıyı karşılar. Diferansiyel taramalı kalorimetrede ısıtıcılar örnek ve referans kaplarının çok yakınına yerleştirilmiştir. Termo-kuplar bir sıcaklık farkı algıladığında, örnek ve referanstan soğuk olanın sıcaklığı diğeri ile aynı seviyeye gelecek miktarda ısı verilir. Isıtma hızı örnek sıcaklığının fonksiyonu olarak kaydedilir. Isı akışlı DSC sisteminin şeması şekil 3.10’ da verilmiştir. Diferansiyel taramalı kalorimetri yöntemi, ısı akışı ve güç kontrollü olmak üzere ikiye ayrılır. Bu çalışmada kullanılan Netzsch 214 polyma markalı DSC cihazında ise ısı akışı tekniği kullanılmaktadır. Üretilen tüm kopolimerlerin ısıl özellikleri bu DSC cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Isıl analizler 5 °C/dk ısıtma/soğutma oranında azot (N<sub>2</sub>) atmosferinde gerçekleştirilmiştir. DSC analizleri sırasında numuneler hassas terazide tartılarak 5-10 mg arasında olacak şekilde hazırlanmıştır. Ölçümler (-20)-(60)°C sıcaklık aralığında alınmıştır. Alüminyum kroze içerisine konulan numunelerin üstü özel bir presleme ünitesinde kapaklandıktan sonra ölçümler başlatılmıştır.



Şekil 3.10. Isı akışlı DSC sisteminin şematik diyagramı

### 3.5.2. FT-IR Spektroskopisi

Moleküllerin yapılarının aydınlatılması bu yöntemin en yaygın olarak kullanıldığı alandır. Bu yöntem, kızıl ötesi (IR) radyasyonun absorpsiyonu ile kimyasal bağların titreşiminin ölçülmesi prensibine dayanmaktadır. Infrared yöntemi ışığın yoğunluğuna karşı dalga sayısını ölçen bir kimyasal analitik yöntemdir. Kızıl ötesi ışınlar kimyasal bağların gerilme, büzülme ve bükülme gibi farklı titreşim hareketleri ile absorbe edilir. Kızıl ötesi bölgesinde kimyasal bağların titreşimlerindeki değişim ve absorpsiyon

özellikleri spektral piklerin oluşmasını sağlar Her fonksiyonel grup kendine özgü titreşim sıklığına sahiptir ve her kızıl ötesi ışık dizisi özgüdür (Naumann D ve ark, 1991). IR spektrumundan elde edilen bilgiler genellikle maddenin yapısındaki kimyasal grupların varlığını belirlemede kullanılmaktadır. Bu çalışmada üretilen mikrokapsüllerin yapısında bulunan özel grupların belirlenmesinde JASCO-430 model FT-IR cihazı kullanılmıştır. FT-IR spektrumları katı potasyum bromür (KBr) disk üzerinde, 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  aralığında elde edilmiştir.

### **3.5.3. Mikrokapsüllerin PSD Analizi**

Parçacık örnekleri için en önemli fiziksel özellik parçacık boyutudur. Parçacık boyutu genellikle birçok ürünün üretim aşamasında en önemli parametredir. Parçacık büyüklüğü analiz cihazı, parçacıklar üzerinde saçılma uğrayan lazer fenomeni temelinde parçacık boyutunu ölçer. Lazer ışın demeti parçacıklardan oluşan bariyerle karşılaştığında, ışın kırınım fenomeni gerçekleşir. Parçacıklar tarafından kırınıma uğrayan ışınlar ile ana ışın demeti arasında  $\theta$  açısı oluşacaktır. Hem difraksiyon teorisi hem de deney sonuçları göstermiştir ki,  $\theta$  açısı ile parçacığın boyutu arasında doğrudan ilişki vardır: küçük  $\theta$  açısı parçacığın küçük; büyük  $\theta$  açısı parçacığın büyük boyutlu olduğunu gösterir. Daha ayrıntılı araştırmalar da göstermiştir ki, difraksiyon ışığının mukavemeti parçacıkların sayısal çokluğunu gösterir. Böylece, numunenin parçacık boyutu farklı açıdaki difraksiyon ışınının gücüyle tespit edilir. Boyutları 1000  $\mu\text{m}$ ' den büyük kapsüller makrokapsül, 1-1000  $\mu\text{m}$  arasında olanlar mikrokapsül ve 1  $\mu\text{m}$ ' den küçük olanlar ise nanokapsül olarak tanımlanırlar. Üretilen mikrokapsüllerin tanecik boyutları Malvern Marka MS2000E model PSD cihazı ile belirlenmiştir. Parçacık boyutu ölçümü öncesi mikrokapsüller su içerisinde homojenizatör ile 10000 dev/dk hızda 30 dakika karıştırılmış ve homojenlik amaçlanmıştır. Böylece mikrokapsüllerin kümeleşmesi neticesinde oluşan büyük partiküllerin dağıtılmasına çalışılmıştır.

### **3.5.4. Mikrokapsüllerin Isıl Gravimetrik Analizi**

Isıl Gravimetrik (TGA) ağırlığın yani numunenin kütesinin, numunenin sıcaklığına ya da zamana göre ölçümüdür. Numune genel olarak sabit sıcaklık değerinde ısıtılır ya da sabit bir sıcaklıkta tutulur. TGA kontrollü örneklerle doğrusal olmayan sıcaklık programları da kullanılabilir. Sıcaklık programı seçimi numune hakkında istenen bilgiye



dayalıdır. TGA ölçümünün sonunda kütlenin ya da % kütlenin zamana ya da sıcaklığa karşı grafiği TGA eğrileri olarak görüntülenebilir. Üretilen mikrokapsüllerin TGA'leri Perkin - Elmer Diamond TG/DTA termik analiz cihazı kullanılarak 10 °C/dak ısıtma hızında azot atmosferinde alınmıştır. TGA ölçümleri platin krozede Aliminyum oksit ( $Al_2O_3$ ) ile kalibre edilmiş ve 200 ml/dak gaz akış hızına ayarlanmış sistemde gerçekleştirilmiştir.

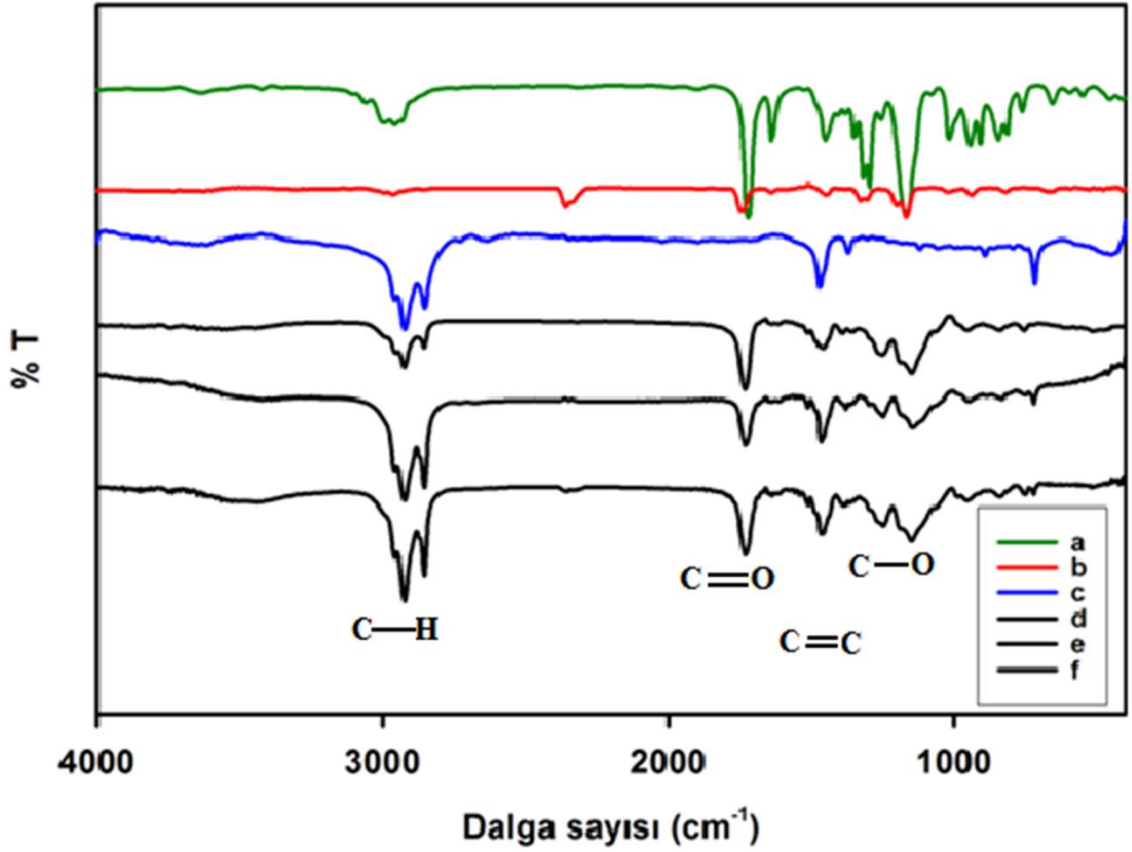


## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Çalışma sonucu üretilen mikrokapsüllerin ısıl özellikleri, kimyasal özellikleri, termal kararlılıkları, parçacık boyutları, faz değişim sıcaklıkları (erime-katılaşma), bozunma sıcaklıkları gibi özelliklerini belirlemek üzere yapılan analizler bu kısımda verilmiştir.

### 4.1. Mikrokapsüllerin FT-IR Analizleri

Üretilen mikrokapsüllerde kullanılan MMA, Üre, GMA kabuk materyallerinin FT-IR spektrumları şekil 4.1' de görülmektedir.



Şekil 4.1. a : GMA , b : MMA , c: Oktadekan, d: % 1 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan e: %5 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan, f: %10 P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan

Şekil 4.1' de kabuk ve çekirdek materyali ile poli(metil metakrilat-ko-glisidil metakrilat) duvarlı, N-oktadekan çekirdekli mikrokapsüllere ait FT-IR spektrumları

verilmiştir. Bu spektrumlarda mikrokapsül ve çıkış maddelerine ait karakteristik pikler ise Çizelge 4.1' de özet olarak verilmiştir.

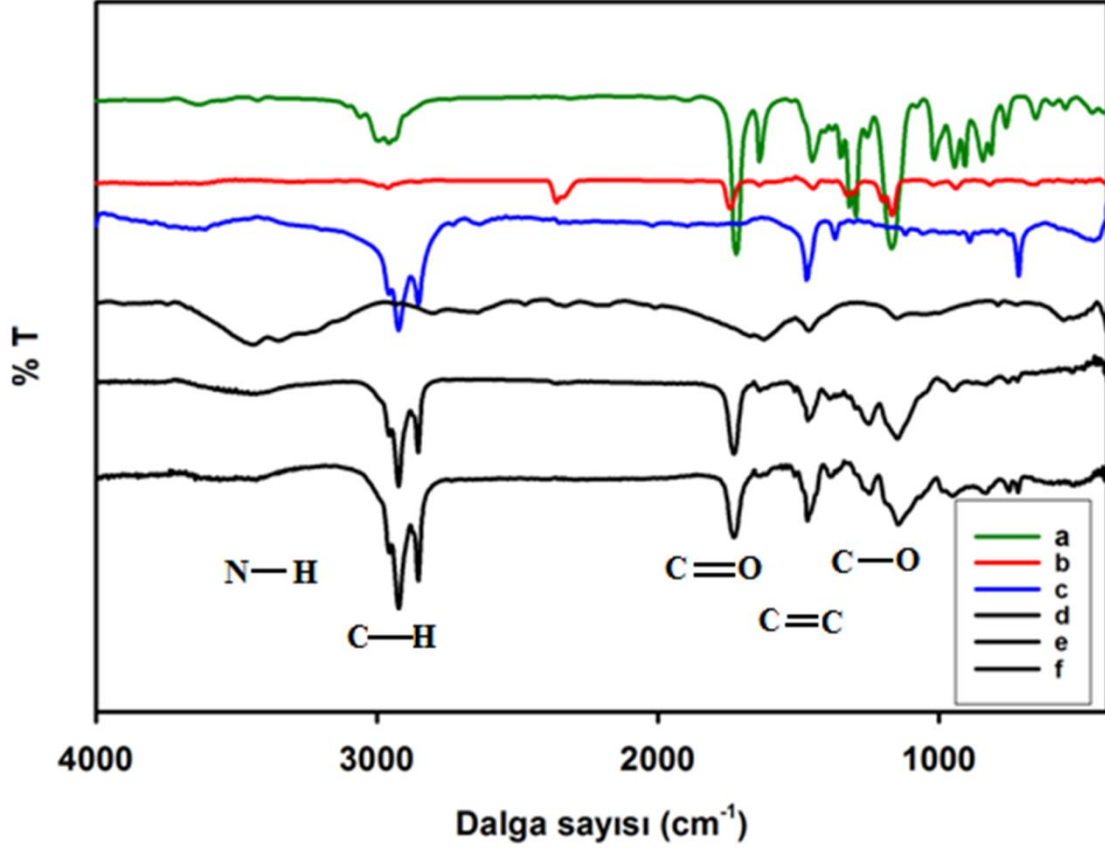
Çizelge 4.1. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri

Maddeler	FT-IR spektrum bantları
Glisidil metakrilat (DHPMA)	2992 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir. 1720 cm <sup>-1</sup> karbonil pikidir ve monomerin yapısındaki karbonil grubuna aittir. 1633 cm <sup>-1</sup> 'deki pik monomerin yapısındaki -C=C- gerilmesine aittir. 1305-1166-1010 cm <sup>-1</sup> 'deki ester yapısındaki -C-O- gerilme pikleridir. 761 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimine aittir.
Metil metakrilat (MMA)	Esterlerde 1735 cm <sup>-1</sup> ile 1750 cm <sup>-1</sup> arasındaki pikler karbonil grubuna ait olup 1741 cm <sup>-1</sup> deki pik MMA monomerinin karbonil grubuna ait gerilme pikidir. 1100-1300 cm <sup>-1</sup> arasındaki pikler ester yapısındaki -C-O- gerilme titreşimine aittir. 1639'daki küçük pik monomerdeki C=C pikidir.
N-oktadekan	2919-2859 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler C-H gerilmesine ait piklerdir. 1459-1369 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler C-H eğilme pikleridir.
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan (%1 GMA)	2994 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir. 2954 cm <sup>-1</sup> 'deki pik GMA monomerindeki C-H gerilme pikidir. 2917 cm <sup>-1</sup> ve 2850 cm <sup>-1</sup> 'deki pikler parafine ait C-H gerilme pikleridir. 1729 cm <sup>-1</sup> 'deki pik karbonil (C=O) gerilme pikidir 1452 ve 1388 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler parafine ait karakteristik piklerdir. 1245 ve 1149 cm <sup>-1</sup> 'deki pikler -C-O- gerilme pikleridir. 750 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimi
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan (%5 GMA)	2991 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir. 2954 cm <sup>-1</sup> 'deki pik GMA monomerindeki C-H gerilme pikidir. 2917 cm <sup>-1</sup> ve 2850 cm <sup>-1</sup> 'deki pikler parafine ait C-H gerilme pikleridir. 1727 cm <sup>-1</sup> 'deki pik karbonil (C=O) gerilme pikidir 1450 ve 1388 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler parafine ait karakteristik piklerdir. 1245 ve 1149 cm <sup>-1</sup> 'deki pikler -C-O- gerilme pikleridir. 750 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimi

Çizelge 4.1. (devamı) P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri

P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan (%10 GMA)	2991 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir 2954 cm <sup>-1</sup> deki pik GMA monomerindeki C-H gerilme 2917 ve 2850 cm <sup>-1</sup> 'deki pik olup n-oktadekan ait C-H gerilme pikleri
---	---

1729 $\text{cm}^{-1}$ karbonil (C=O) gerilme pikidir. 1452 $\text{cm}^{-1}$ ve 1388 $\text{cm}^{-1}$ 'deki pikler parafine ait karakteristik piklerdir. 1247 ve 1149 $\text{cm}^{-1}$ 'deki pikler -C-O- gerilme pikleridir. 750 $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimi
---



Şekil 4.2 a : GMA , b : MMA , c: Oktadekan, d:üre e: (GMA:% 1) P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan f: (GMA:%5) P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan, f: (GMA:% 10) P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan

Şekil 4.2'de P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan çekirdekli mikrokapsüllere ait FT-IR spektrumları verilmiştir. Bu spektrumlarda mikrokapsül ve çıkış maddelerine ait karakteristik pikler ise Çizelge 4.2'de özet olarak verilmiştir.

Çizelge 4.2. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri

Maddeler	FT-IR spektrum bantları
----------	-------------------------

Glisidil metakrilat (DHPMA)	2992 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir. 1720 cm <sup>-1</sup> 'deki karbonil pikidir ve monomerin yapısındaki karbonil grubuna aittir. 1633 cm <sup>-1</sup> 'deki pik monomerin yapısındaki -C=C- gerilmesine aittir. 1305-1166-1010 cm <sup>-1</sup> 'deki ester yapısındaki -C-O- gerilme pikleridir. 761 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimine aittir.
Metil metakrilat (MMA)	Esterlerde 1735 cm <sup>-1</sup> ile 1750 cm <sup>-1</sup> arasındaki pikler karbonil grubuna ait olup 1741 cm <sup>-1</sup> deki pik MMA monomerinin karbonil grubuna ait gerilme pikidir. 1100-1300 cm <sup>-1</sup> arasındaki pikler ester yapısındaki -C-O- gerilme titreşimine aittir. 1639'daki küçük pik monomerdeki C=C pikidir.
Üre	3440-3349 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler N-H gerilmesine ait piklerdir. 1669 ve 1619 cm <sup>-1</sup> deki pikler C=O gerilme pikidir. 1455 cm <sup>-1</sup> dalga boyundaki pikler N-H eğilme pikidir. 1151cm <sup>-1</sup> dalga boyundaki pik ise C-N gerilme pikine aittir.
N-oktadekan	2919 cm <sup>-1</sup> ve 2859 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler C-H gerilmesine ait piklerdir. 1459 cm <sup>-1</sup> ve 1369 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler C-H eğilme pikleridir.
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan (%1 GMA-ÜRE)	2994 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir. 2954 cm <sup>-1</sup> 'deki pik GMA monomerindeki C-H gerilme piki. 2917 cm <sup>-1</sup> ve 2850 cm <sup>-1</sup> 'deki pikler parafine ait C-H gerilme pikleridir. 1729 cm <sup>-1</sup> 'deki pik karbonil (C=O) gerilme pikidir 1452 ve 1388 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler parafine ait karakteristik piklerdir. 1245 ve 1149 cm <sup>-1</sup> 'deki pikler -C-O- gerilme pikleridir. 750 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimi
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan (%5 GMA-ÜRE)	2991 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir 2954 cm <sup>-1</sup> 'deki pik GMA monomerindeki C-H gerilme piki 2917 cm <sup>-1</sup> ve 2850 cm <sup>-1</sup> 'deki pikler parafine ait C-H gerilme pikleridir. 1727 cm <sup>-1</sup> 'deki pik karbonil (C=O) gerilme pikidir 1450 ve 1388 cm <sup>-1</sup> dalga boylarındaki pikler parafine ait karakteristik piklerdir. 1245 ve 1149 cm <sup>-1</sup> deki pikler -C-O- gerilme pikleridir. 750 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimi

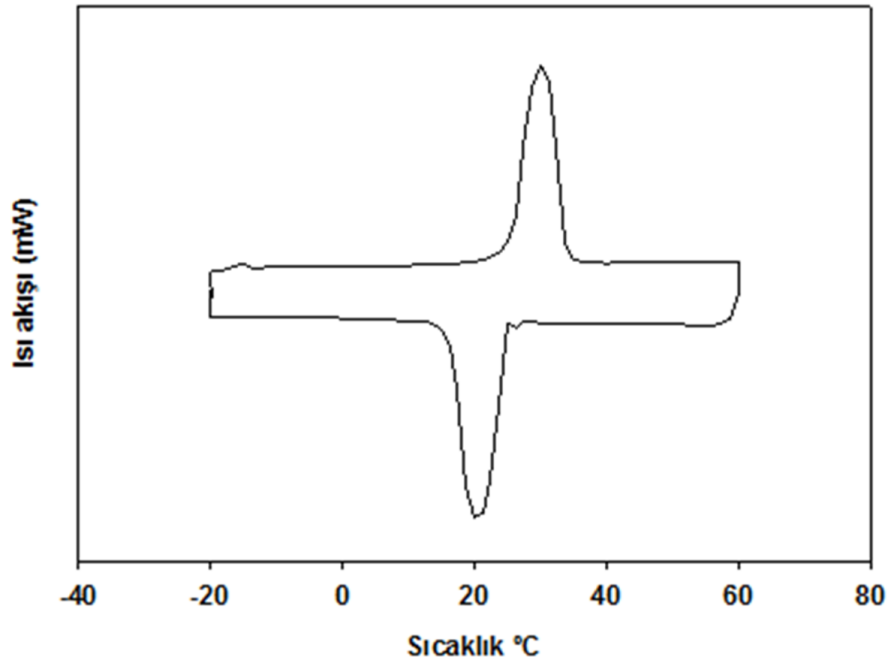
Çizelge 4.2.(Devam) P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllere ve çıkış maddelerine ait FT-IR spektrum bilgileri

P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan (%10 GMA-ÜRE)	2991 cm <sup>-1</sup> 'deki pik epoksi grubundaki (CH <sub>2</sub> -O-CH) C-H gerilme pikidir 2954 cm <sup>-1</sup> deki pik GMA monomerindeki C-H gerilme piki 2917 ve 2850 cm <sup>-1</sup> pik olup n-oktadekan ait C-H gerilme piki 1729 cm <sup>-1</sup> karbonil (C=O) gerilme pikidir. 1452 cm <sup>-1</sup> ve 1388 cm <sup>-1</sup> deki pikler parafine ait karakteristik
--	---

	piklerdir. 1247 ve 1149 $\text{cm}^{-1}$ deki pikler -C-O- gerilme pikleridir. 750 $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik epoksi halkasındaki C-H eğilme titreşimi
--	--

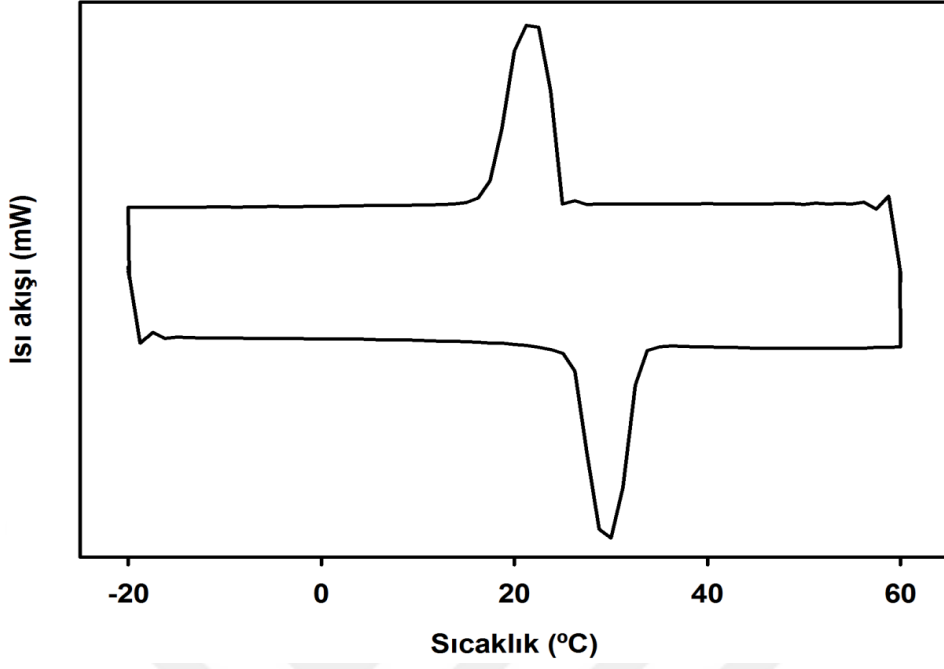
## 4.2. Mikrokapsüllerin DSC Analizleri

Şekil 4.3-4.5'da sırasıyla %1, %5 ve % 10 oranında GMA ilave edilmiş P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerine ait DSC eğrileri ve Çizelge 4.3. de %1, %5, %10 oranında GMA içeren mikrokapsüllerin erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri verilmiştir. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülleri 25.1°C' de 65.3 J/g ısı depolarken 24.5°C' de -65.8 J/g ısı yaymaktadırlar.



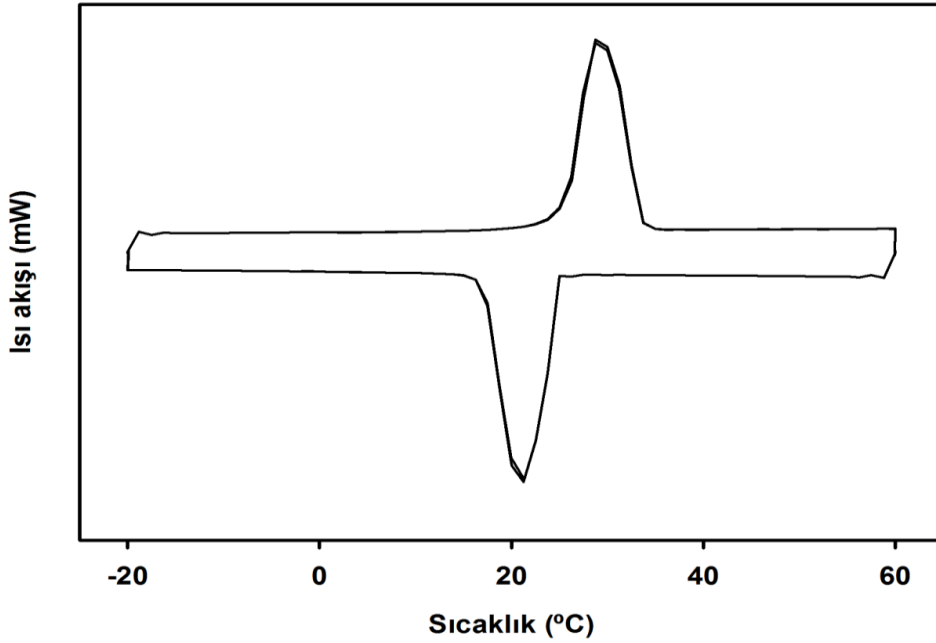
Şekil 4.3. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC eğrisi

P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsülleri 26.6 °C' de 62.6 J/g ısı depolarken 24.6 °C' de -60.3 J/g ısı yaymaktadırlar.



Şekil 4.4 .P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC eğrisi

P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10) /N-Oktadekan mikrokapsülleri 26.6 °C' de 57.0 J/g ısı depolarken 23.9 °C' de -57.2 J/g ısı yaymaktadırlar.



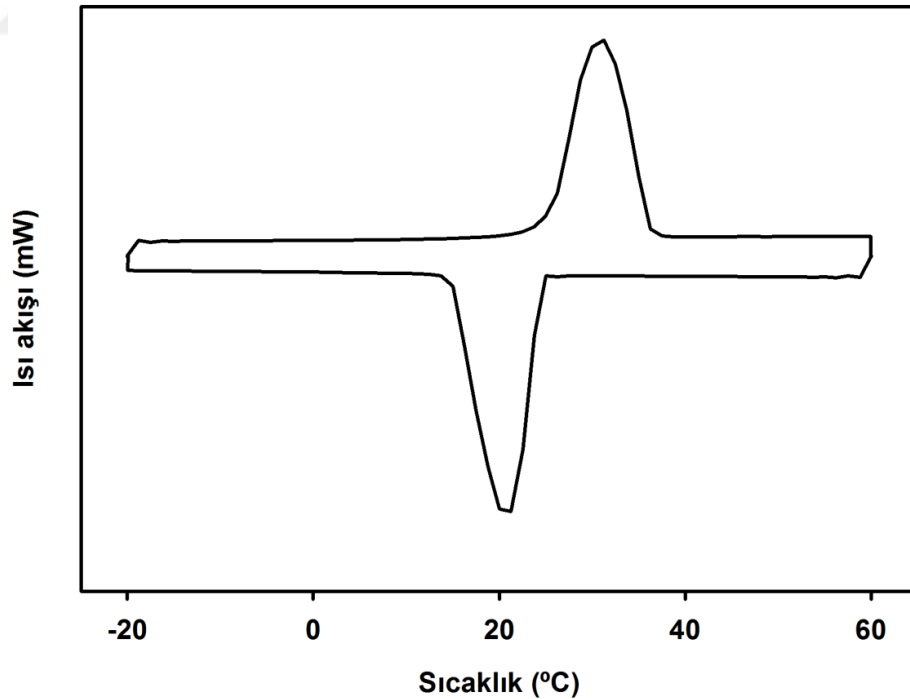
Şekil 4.5. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait DSC eğrisi

Çizelge 4.3. %1, %5, %10 oranında GMA içeren mikrokapsüllerin erime-katılaşma sıcaklık ve entalpi değerleri

Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (j/g)	Katılaşma sıcaklığı (°C)	Katılaşma entalpisi (j/g)
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan	25.1	65.3	24.5	-65.8
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan	26.6	62.6	24.6	-60.3
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan	26.6	57.0	23.9	-57.2

Şekil 4.6-4.8’da sırasıyla %1, %5 ve % 10 oranında glisidil metakrilat-üre ilave edilmiş P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerine ait DSC eğrileri ve Çizelge 4.4. de %1 %5, %10 oranında GMA-ÜRE içeren mikrokapsüllerin erime-katılaşma sıcaklık ve entalpi değerleri verilmiştir.

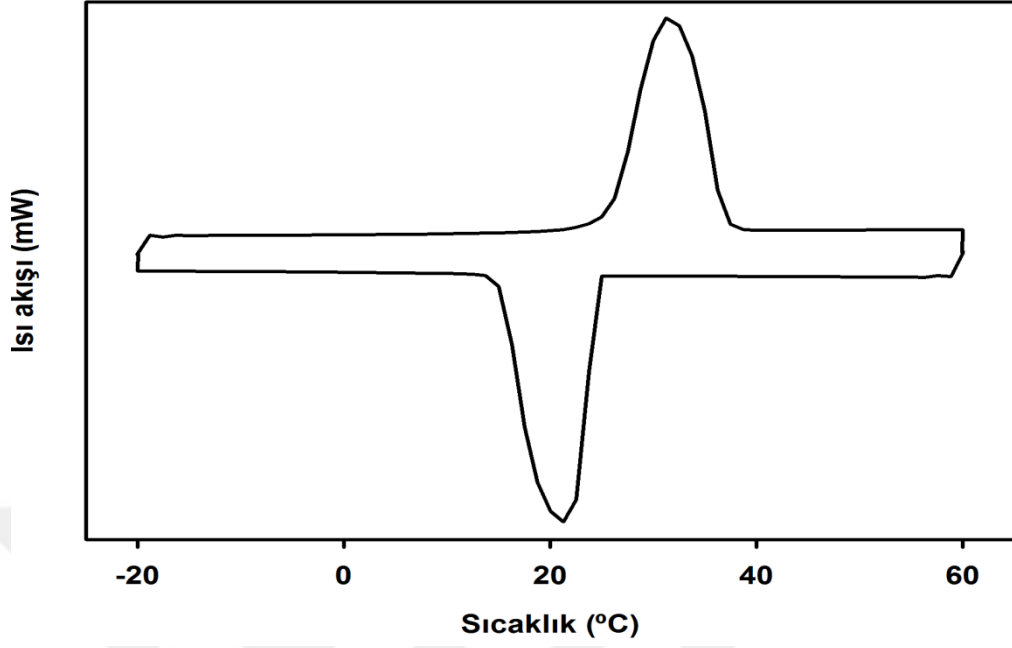
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülleri 26.6 °C’ de 133.1 J/g ısı depolarken 23.8 °C’ de -137 J/g ısı yaymaktadırlar.



Şekil 4.6. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülünün DSC eğrisi

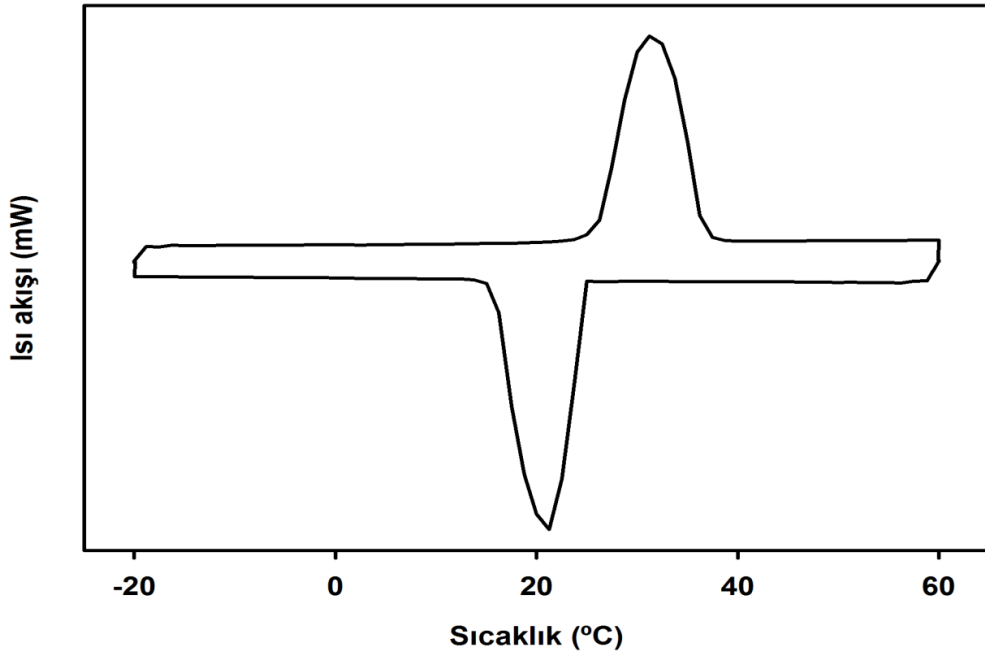
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsülleri 26.4 °C de 153.2 J/g ısı depolarken 24.8 °C de -152.2 J/g ısı yaymaktadırlar.





Şekil 4.7.P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapşülünün DSC eğrisi

P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapşülleri 26.3 °C de 150.3 J/g ısı depolarken 24.5°C de -150.9 J/g ısı yaymaktadırlar.



Şekil 4.8. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapşülünün DSC eğrisi

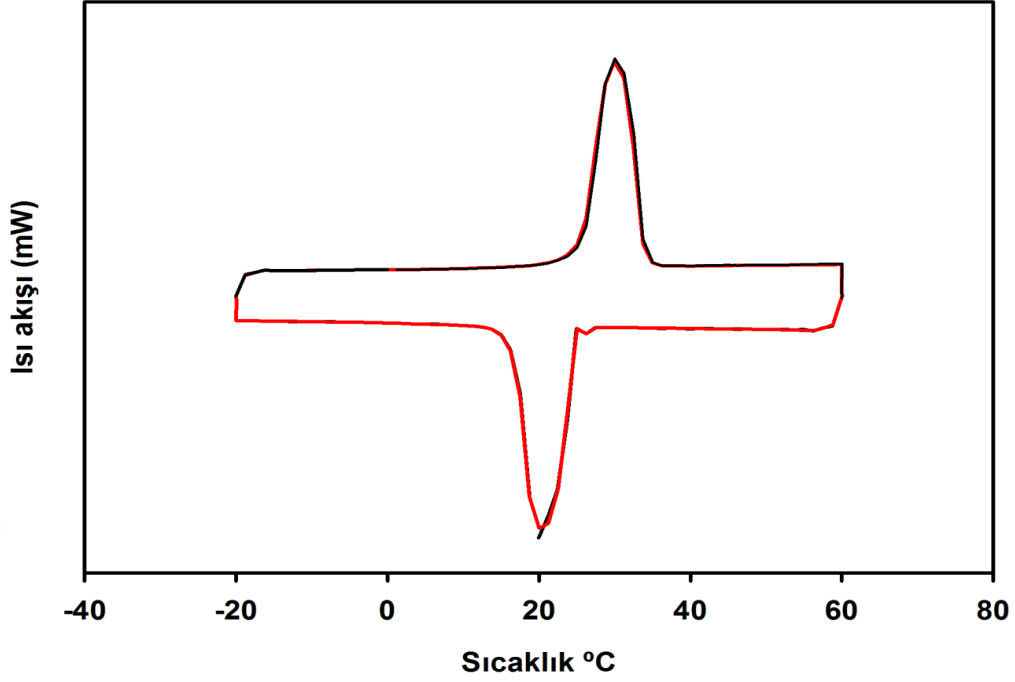
Çizelge 4.4. %1, %5, %10 oranında GMA-ÜRE içeren mikrokapşüllerin erime-katılaşma sıcaklık ve entalpi değerleri

Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Katılma sıcaklığı (°C)	Katılma entalpisi (J/g)
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan	26.6	133.1	23.8	-137.0
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan	26.4	153.2	24.8	-152.2
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan	26.3	150.3	24.5	-150.9

#### 4.3. Sentezlenen Mikrokapsüllerin Isıl Enerji Depolama Güvenilirlikleri

Mikrokapsülleme sıklıkla kullanılan FDM' ler kullanımları esnasında günde en az iki kez erime katılma davranışı göstereceklerinden dolayı kullanım ömürlerinin uzun olması gerekmektedir. Yani, çekirdek malzemesi olarak kullanılan FDM'nin uzun süreli kullanımı sonucunda erime-katılma sıcaklıkları ve entalpi değerleri büyük bir sapma göstermemelidir. Ayrıca üretilen mikrokapsüllerde safsızlık kalıp kalmadığını belirlemek gerekmektedir. Bu nedenlerle üretilen mikrokapsüllerin ısıl enerji depolama güvenilirliklerini belirlemek amacıyla mikrokapsüller peş peşe iki kez erime ve katılma sıcaklıklarının üzerindeki bir sıcaklığa kadar ısıtılmış ve soğutulmuştur. Bu işlem DSC cihazı ile yapılmıştır.

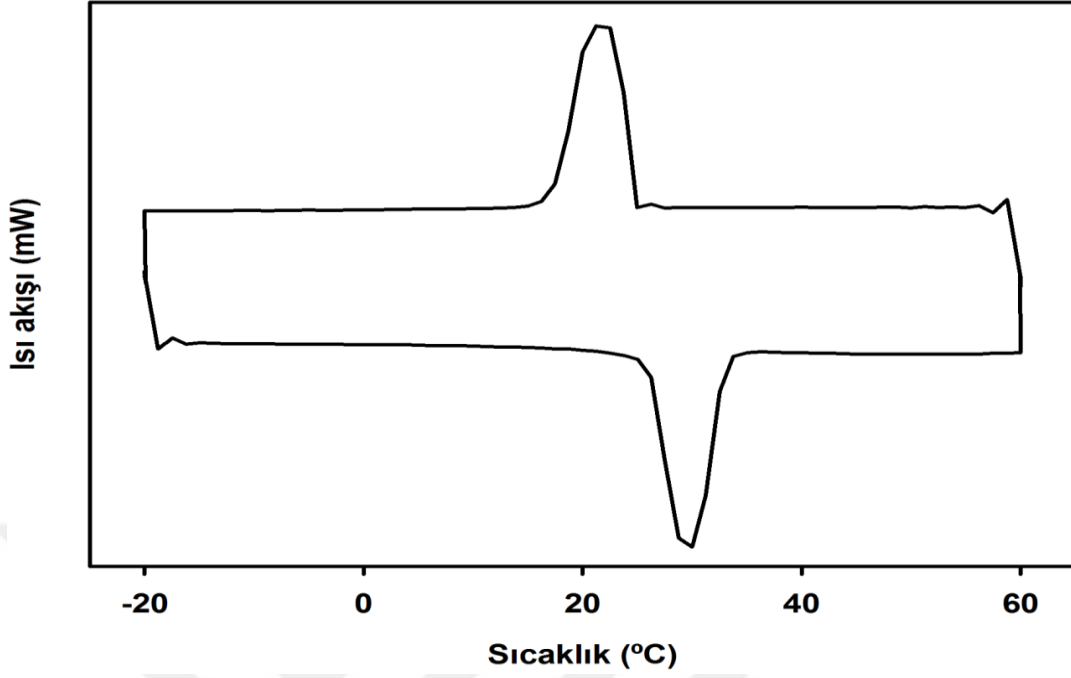
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerinin tekrarlanan DSC eğrileri Şekil 4.9-4.11' de verilmiştir. Çizelge 4.4-4.6 'da %1, %5, %10 oranında GMA içeren mikrokapsüllerinin tekrarlanan DSC eğrilerinden tespit edilen erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri verilmiştir.



Şekil 4.9. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri

Çizelge 4.5. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan erime-katılaşma sıcaklık ve entalpi değerleri

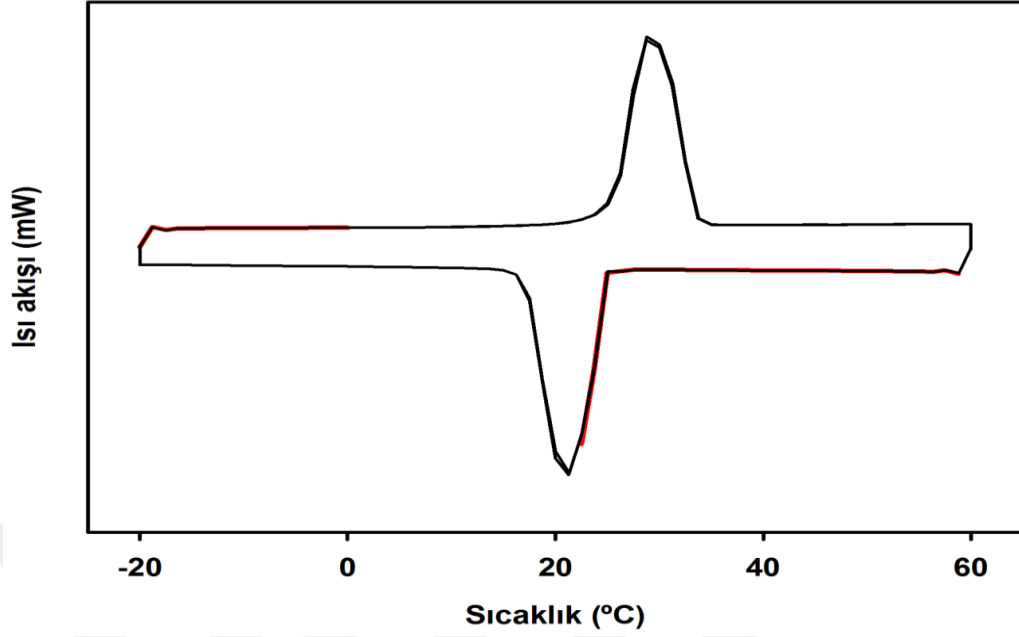
Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Katılaşma sıcaklığı (°C)	Katılaşma entalpisi (J/g)
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan 1.ısıtma-soğutma	26.1	65.4	24.3	-63.4
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan 2. ısıtma-soğutma	25.8	65.4	24.3	-65.8



Şekil 4.10. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri

Çizelge 4.6. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri

Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Katılma sıcaklığı (°C)	Katılma entalpisi (J/g)
<b>P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-oktadekan 1. ısıtma-soğutma</b>	26.2	59.5	24.4	-60.7
<b>P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-oktadekan 2. ısıtma-soğutma</b>	26.4	59.3	24.5	-60.6

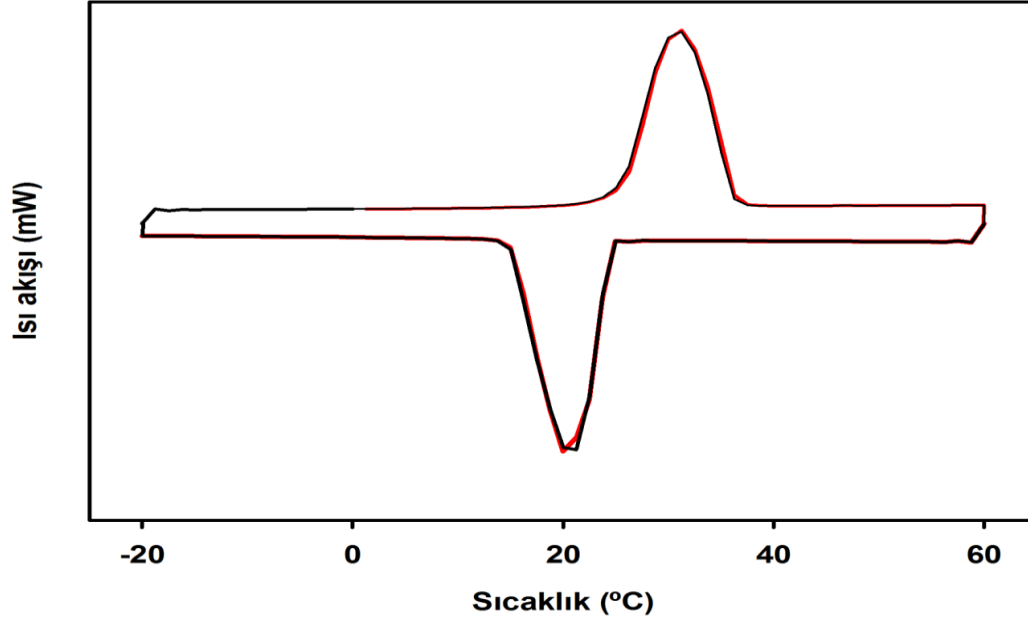


Şekil 4.11. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri

Çizelge 4.7. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri

Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Katılma sıcaklığı (°C)	Katılma entalpisi (J/g)
<b>P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan 1. ısıtma-soğutma</b>	25.9	95.5	24.3	-95.9
<b>P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan 2. ısıtma-soğutma</b>	26.0	95.7	24.4	-95.9

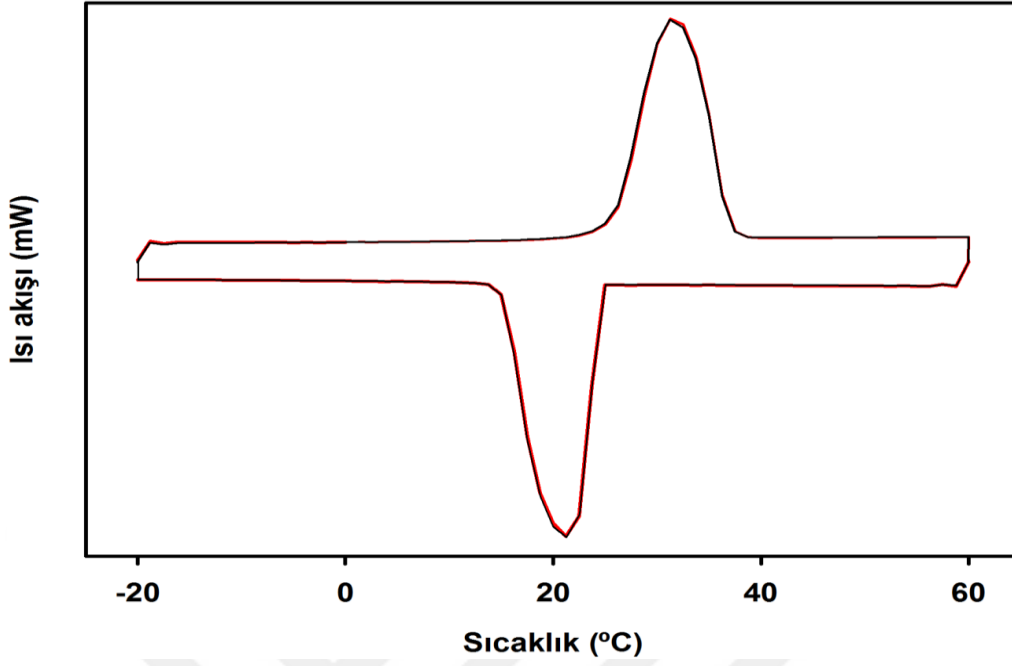
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerinin tekrarlanan DSC eğrileri Şekil 4.12-4.14' de ve Çizelge 4.7-4.9 'da %1, %5, %10 oranında GMA-ÜRE içeren mikrokapsüllerinin tekrarlanan DSC eğrilerinin erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri verilmiştir.



Şekil 4.12. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri

Çizelge 4.8. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri

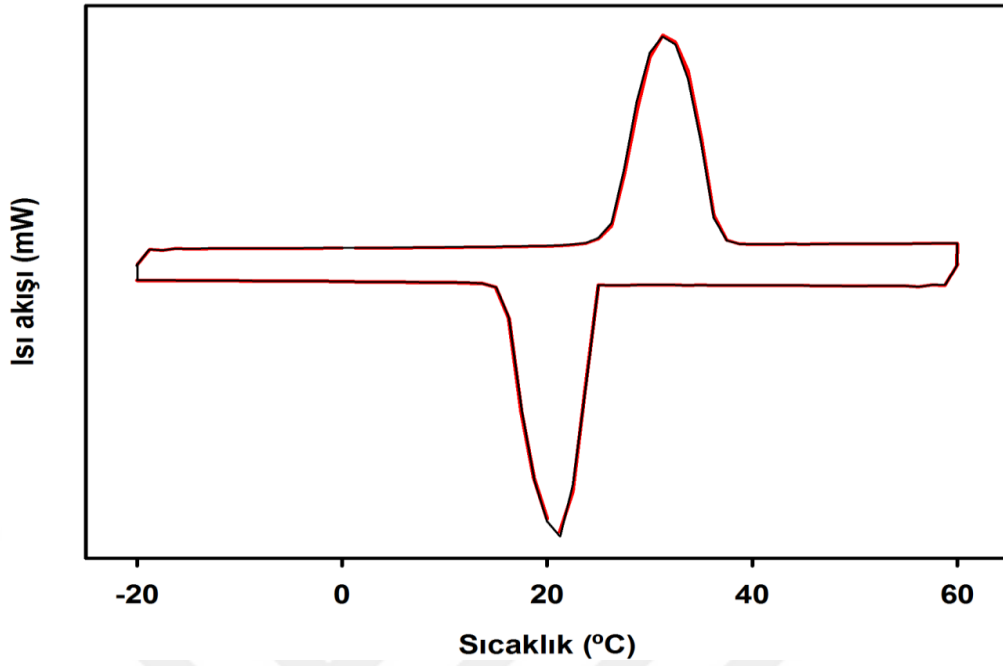
Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Katılma sıcaklığı (°C)	Katılma entalpisi (J/g)
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM) (%1)/N-Oktadekan 1. ısıtma-soğutma	25.6	156.8	24.4	-158.2
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM) (%1)/N-Oktadekan 2. ısıtma-soğutma	25.8	157	24.4	-158.1



Şekil 4.13. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri

Çizelge 4.9. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri

Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Katılma sıcaklığı (°C)	Katılma entalpisi (J/g)
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM) (%5)/N-Oktadekan 1. ısıtma-soğutma	25.9	160.3	24.3	-162.1
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM) (%5)/N-Oktadekan 2. ısıtma-soğutma	25.8	159.3	24.3	-162.0



Şekil 4.14. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsülünün tekrarlanan DSC eğrileri

Çizelge 4.10. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin tekrarlanan erime-katılma sıcaklık ve entalpi değerleri

Mikrokapsül	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Katılma sıcaklığı (°C)	Katılma entalpisi (J/g)
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM) (%10)/N-Oktadekan 1. ısıtma-soğutma	26.1	151.7	23.5	-153.5
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM) (%10)/N-Oktadekan 2. ısıtma-soğutma	26.1	152.8	23.6	-153.3

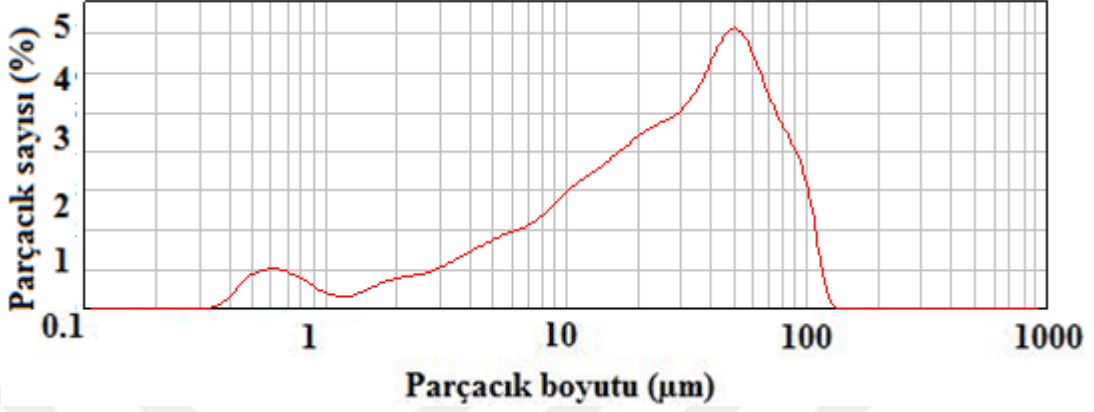
DSC analizleri neticesinde üretilen kapsüllerin ısısal açıdan tekrarlanabilir özelliklerde olduğu ispat edilmiştir.

#### 4.4. Mikrokapsüllerin PSD Analizleri

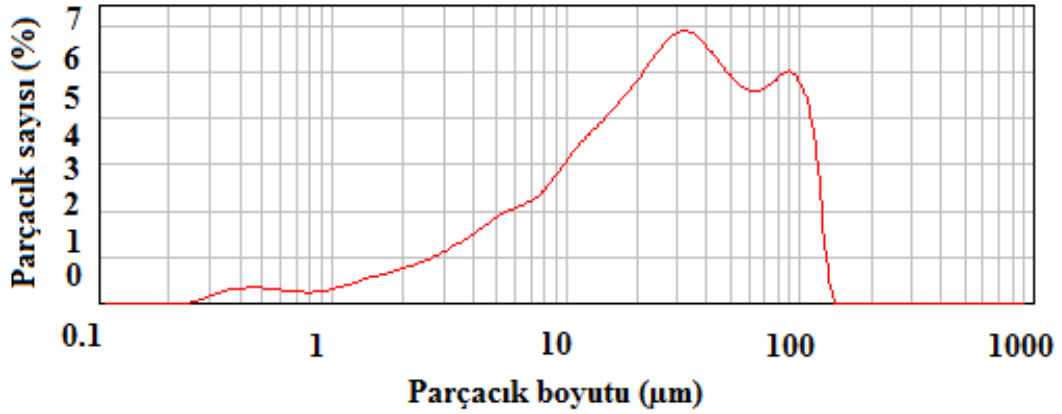
Sentezleri tamamlanan mikrokapsüllerin tanecik boyut analizleri Malvern Marka MS2000E model PSD cihazı ile belirlenmiştir. Parçacık boyutu ölçümü öncesi mikrokapsüller su içerisinde yüzey aktif madde eklenilerek homojenizatör ile 10.000 dev/dk hızda 30 dakika karıştırılmış ve homojenlik amaçlanmıştır. Böylece



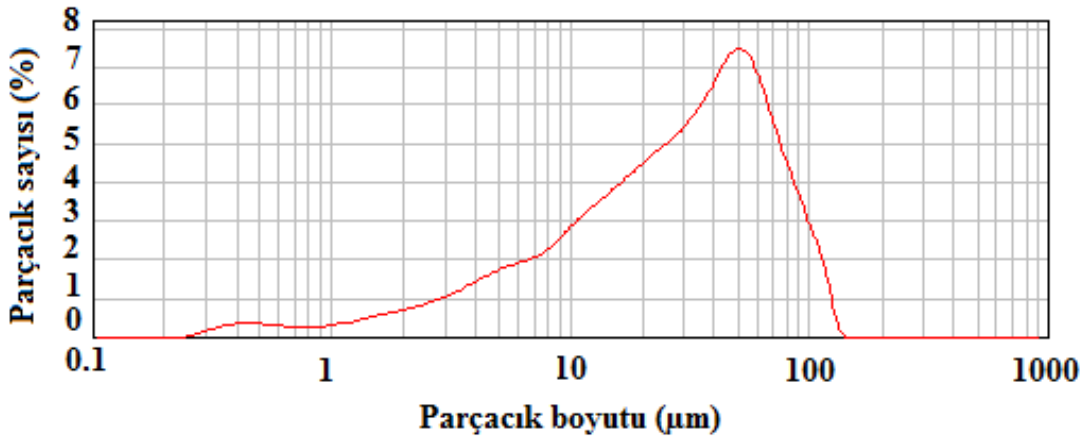
mikrokapsüllerin kümeleşmesinin önüne geçilmiştir. Parçacık analizleri Şekil 4.15-4.20’de PSD değerleri ise Çizelge 4.10 ve 4.11’de verilmiştir.



Şekil 4.15. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan’a ait PSD analizi grafiği



Şekil 4.16. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan’a ait PSD analizi grafiği

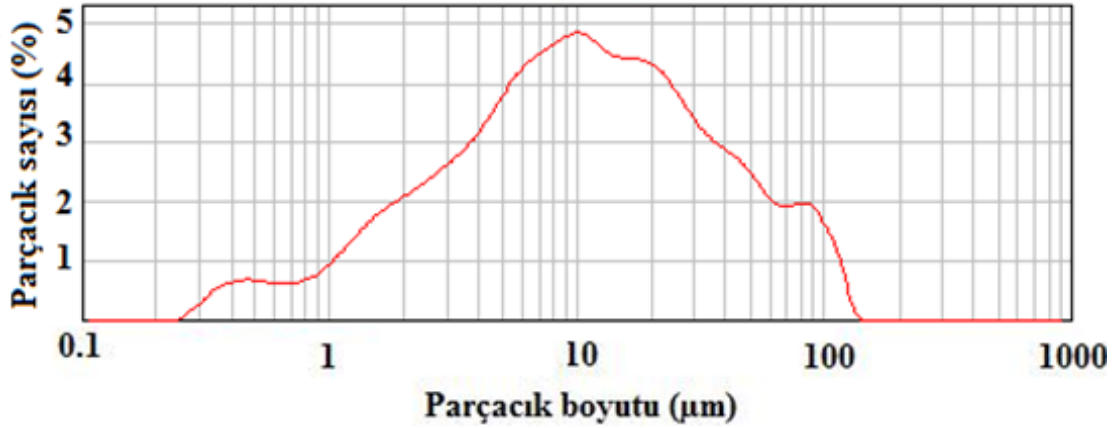


Şekil 4.17. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan’a ait PSD analizi grafiği

Çizelge 4.11. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analizi değerleri

Mikrokapsül	D(0.1)	D(0.5)	D(0.9)
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan	3.4	27.7	76.3
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan	4.3	27.1	88.5
P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan	4.5	29.8	76.8

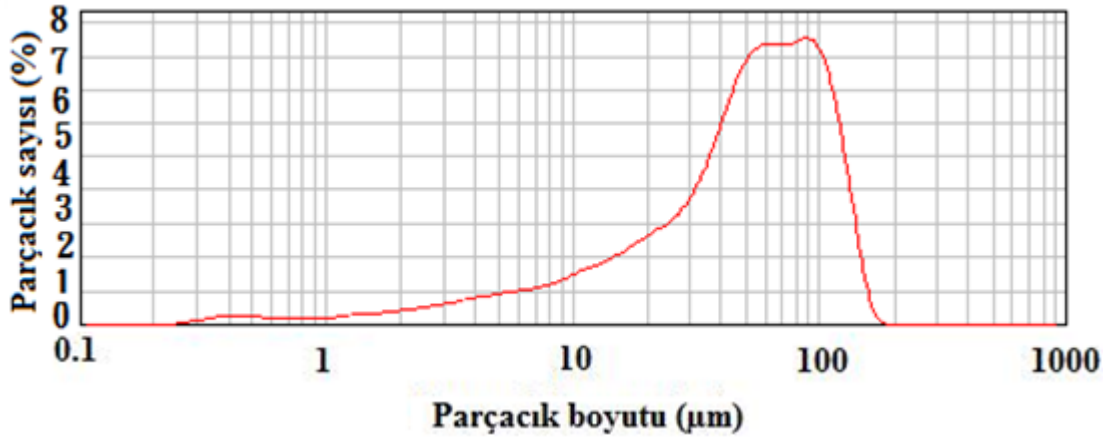
Triton X-100 kullanılarak alınan PSD analizleri sonuçlarına göre %1 oranında DHPMA içeren mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutu dağılımı 27.7  $\mu\text{m}$  olarak belirlenmiştir. %5 oranda DHPMA içeren mikrokapsüllerde bu oran 27.1  $\mu\text{m}$  iken %10 oranında DHPMA içeren mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutları 29.8  $\mu\text{m}$  olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.18. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analizi grafiği



Şekil 4.19. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analizi grafiği



Şekil 4.20. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analizi grafiği

Çizelge 4.12. P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin PSD analiz değerleri

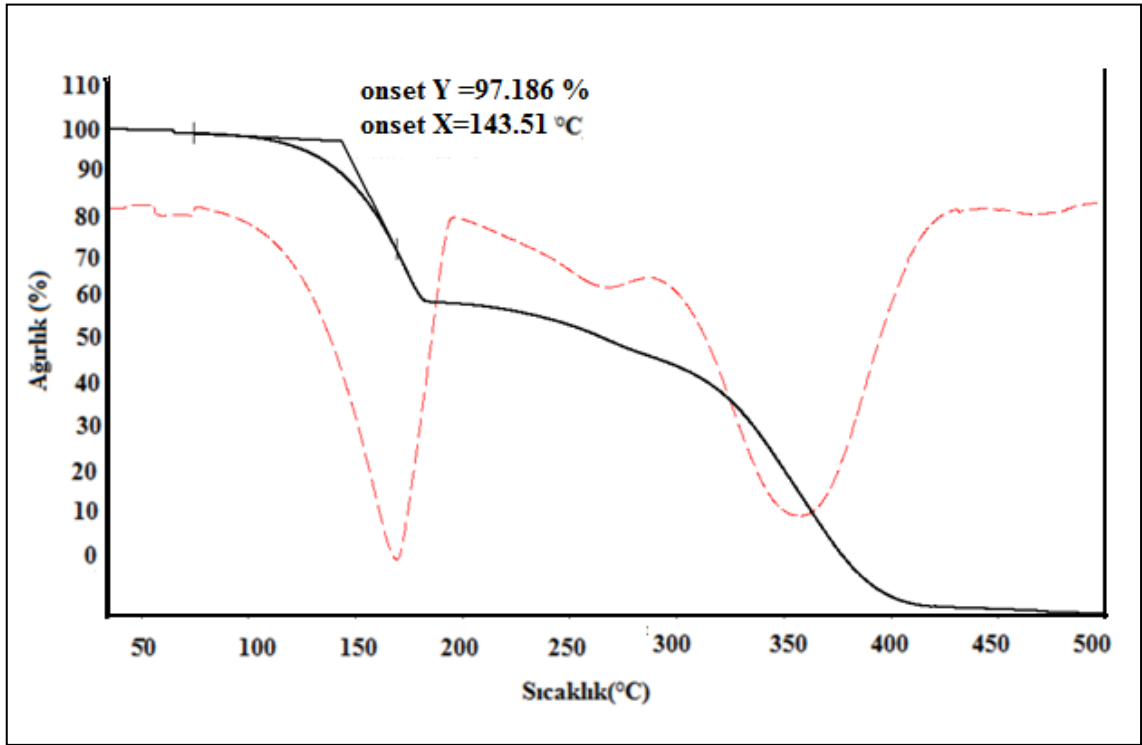
mikrokapsül	D(0.1)	D(0.5)	D(0.9)
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%1)/N-Oktadekan	1.7	10.5	53.0
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%5)/N-Oktadekan	5.0	30.8	85.8
P(MMA-ko-HPMA-ko-EGDM)(%10)/N-Oktadekan	8.7	52.8	110.7

Homojenize edildikten sonra yüzey aktif madde yardımı ile de homojenize olan mikrokapsüllerin PSD analizleri sonuçlarına göre %1 oranında HPMA içeren mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutu dağılımı 10.5 µm olarak belirlenmiştir. %5

oranda HPMA içeren mikrokapsüllerde bu oran 30.8  $\mu\text{m}$  iken %10 oranında HPMA içeren mikrokapsüllerin ortalama parçacık boyutları 52.8  $\mu\text{m}$  olarak belirlenmiştir.

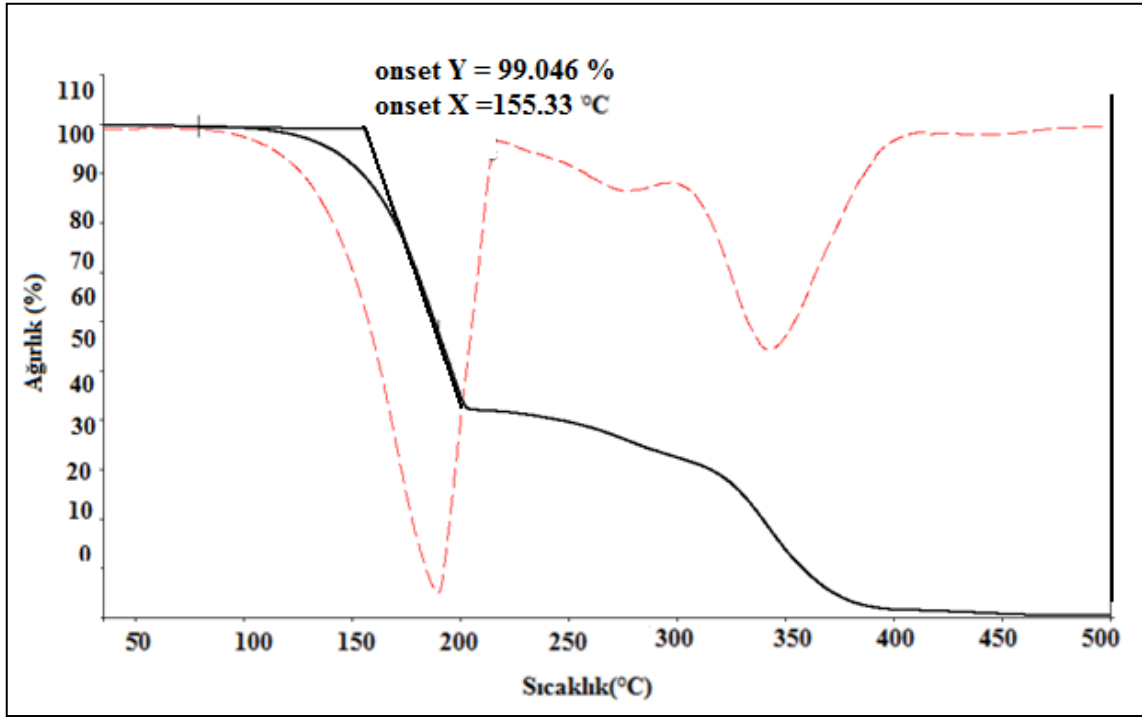
#### 4.5. TGA analizleri

P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsüllerin TGA eğrileri incelendiğinde mikrokapsüllerin 3 aşamalı bozunma gösterdikleri belirlenmiştir.



Şekil 4.21. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan mikrokapsülüne ait TGA grafiği

Şekil 4.21.'de 143.51° C'de başlayan bozunma -N-Oktadekan'a ait bozunmanın başladığı sıcaklıktır. 2. aşamadaki sıcaklık ise mikrokapsül duvar yapılarına ait ilk bozunma sıcaklıklarıdır. 3. Aşamada belirtilen bozunma sıcaklık değerleri ise mikrokapsül duvarlarına ait ikinci bozunma basamaklarıdır. % ağırlık kaybı ise sırası ile % 35.3, % 10.8 ve % 51.6' dır.



Şekil 4.22. P(MMA-ko-HPMA-EGDMA)/N-Oktadekan-2 mikrokapsülüne ait TGA grafiği

Aynı şekilde Şekil 4.22’de üreli mikrokapsüllerde de 155.33 °C de başlayan bozunma N-Oktadekan’a, 2. aşamadaki bozulmalar mikrokapsüle duvarına ait bozunmanın başladığı sıcaklıktır. 3. aşamadaki bozunmalar da yine kabuk materyalinin bozunma sıcaklığıdır. % ağırlık kaybı ise sırası ile % 58.02, % 8.23 , % 32.03’dür.

Çizelge 4.13. P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan ve P(MMA-ko-HPMA-EGDMA)/N-Oktadekan mikrokapsüllerine ait TGA değerleri.

Mikrokapsül	Bozunma sıcaklık aralığı (°C)	% Ağırlık kaybı
<b>P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM)/N-Oktadekan-1</b>	143-203 (Aşama 1)	35.3
	203-289 (Aşama 2)	10.8
	289-451 (Aşama 3)	51.6
<b>(MMA-ko-HPMA-EGDMA)/N-Oktadekan-2</b>	155-224 (Aşama 1)	58.0
	224-294 (Aşama 2)	8.2
	294-426 (Aşama 3)	32.0

## 5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile üç farklı oranda iki tür kopolimer üretilmiştir. Üretilen P(MMA-ko-DHPMA-ko-EGDM) ve (MMA-ko-HPMA-EGDMA) duvarlı, N-Oktadekan mikrokapsüllerin ısı depolama-yayma sıcaklık ve entalpileri, termal kararlılıkları gibi ısıl özellikleri ve parçacık boyut analizlerine ait sonuçlar değerlendirilmiştir. Sentezlenen mikrokapsüllerin duvar yapısını oluşturan GMA monomerinde iki farklı fonksiyonel grup bulunmaktadır. Bu iki fonksiyonel grup hem metakriliklerin hem de epoksinin istenilen özelliklerinin bir arada bulunmasını sağlar. Yapıdaki epoksi grubu hem pek çok fonksiyonel grup ile reaksiyona girebilecek şekilde kimyasal reaktivite sağlamakta hem de polimer yapıda kimyasal direnci artırmaktadır. GMA, epoksi grubunun yüksek reaksiyon kabiliyetinden dolayı, kolayca birleşme reaksiyonları verir. Epoksi grubunun kimyasal reaksiyonları epoksi halkasının açılması ve hidroksil grubunun meydana gelmesiyle gerçekleşir. Mikrokapsül oluşumu esnasında kullanılan etilen glikol dimetakrilat sayesinde de çapraz bağlı yapılar oluşturulmuştur. Bu çıkarımlara göre elde ettiğimiz mikrokapsüller kimyasal olarak dirençli, kolay reaksiyona girebilen ve içeriğindeki çapraz bağ sayesinde de suda çözünmeyen mikrokapsüller elde edilmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin bina ısıtma ve iklimlendirme sistemlerinde kullanılabilmesi için istenilen sıcaklık değeri 24-30 °C' dir. Bu çalışma esnasında istenilen çalışma sıcaklığına en uygun parafinin N-Oktadekan olduğu belirlenmiştir. Olumsuz çevre koşulları ve kontrollü salınımın kolay olması için paketlenen yani mikrokapsüllenen faz değişim malzemesi N-Oktadekan'ın erime ve katılaşma entalpilerinin de istenilen değerde olduğu görülmüştür. DSC sonuçlarına göre mikrokapsüller ortalama 25-30 °C aralığında çalışmakta ve erirken depoladığı enerjiyi katılaşırken geri yaymaktadır. İki kez tekrarlanan DSC ile de mikrokapsüllerin termal kararlılığının olduğunu göstermektedir.

Mikrokapsüllere ait spektrumlarda 2915  $\text{cm}^{-1}$  ve 2848  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pikler mikrokapsül yapısındaki parafine ait karakteristik C-H gerilme pikleri olup yapıdaki parafin varlığının ispatıdır. MMA ve DHPMA monomerlerin sırasıyla 1639  $\text{cm}^{-1}$  ve 1633  $\text{cm}^{-1}$ 'de ortaya çıkan pikleri monomerlerin yapısındaki  $-\text{C}=\text{C}-$  bağına ait gerilme pikleridir. Bu bulgu MMA ve DHPMA monomerleri arasındaki polimerleşmenin gerçekleştiğine işaret etmektedir. DHPMA monomerine ait spektrumda 1720  $\text{cm}^{-1}$  ve MMA

monomerine ait spektrumda  $1741\text{cm}^{-1}$ 'de ortaya çıkan pik yapıdaki karbonil grubuna (C=O) ait gerilme pikleri olup mikrokapsüllere ait spektrumlarda bu iki pik birleşerek  $1729\text{cm}^{-1}$ 'de kuvvetli bir pik olarak ortaya çıkmaktadır. Bu pik mikrokapsül duvar yapısının varlığının diğer bir kanıtıdır. Sentezlenen mikrokapsüllerin boyutları parçacık boyut analizörü ile belirlenmiştir. Elde edilen değerler bina ısıtma iklimlendirme sistemleri için ideal boyuttadır. TGA sonuçlarına göre de elde edilen mikrokapsüllerin üç aşamada bozunduğu görülmektedir.  $143.51\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' de başlayan bozunma N-Oktadekan'a ait bozunmanın başladığı sıcaklıktır. 2. aşamadaki sıcaklık ise mikrokapsül duvar yapılarına ait ilk bozunma sıcaklıklarıdır. 3. Aşamada belirtilen bozunma sıcaklık değerleri ise mikrokapsül duvarlarına ait ikinci bozunma basamaklarıdır. Aynı şekilde üretilen mikrokapsüller de  $155.33\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' de başlayan bozunma N-Oktadekan'a, 2. aşamadaki bozulmalar mikrokapsüle duvarına ait bozunmanın başladığı sıcaklıktır, 3. aşamadaki bozunmalar da yine kabuk materyalinin bozunma sıcaklığıdır. Bu şekilde mikrokapsüllerin çekirdek ve duvar materyallerinden oluştuğu da kanıtlanmıştır. Yapılan bu çalışma ile ısıtma ve soğutma amaçlı alanlarda kullanılacak istenilen çalışma sıcaklıklarına uygun sıcaklıklarda faz değişim özelliği gösterebilen, yüksek FDM kapsülleme oranına ve dolayısıyla yüksek enerji depolama kapasitesine sahip, çevresine karşı korozif etkisi olmayan, kimyasal ve ısıl bakımdan kararlı, enerji depolama ömrü uzun, ısıl iletkenliği pratik uygulamalar için yeterli mikro boyutta kapsüllenmiş FDM'lerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak bu çalışmayla farklı monomerler kabuk materyali ve parafin çekirdek materyali olmak üzere yüksek ısı depolama kapasitesine sahip, kararlı suda çözünmeyen mikro boyutlu kapsüller emülsiyon polimerizasyonu metodu ile başarıyla üretilmiştir. Sentezlenen mikrokapsüller suda yayılabilecek özellikleri nedeni ile bina ısıtma ve iklimlendirme sistemleri için uygulanabilir.

## 6. KAYNAKLAR

- Abhat, A., 1983. Low temperature Latent Heat Thermal Energy Storage: Heat Storage Materials. *Solar Energy*, 30 (4), 313–331.)
- Alay,S., Göde, F., Alkan, C., Isıl Enerji Depolama İçin Poli(etil akrilat)/Hekzadekan Mikrokapsüllerinin Üretilmesi ve Karakterizasyonu-2009 www.teknolojikarastirmalar.com e-ISSN: 1309-3991)
- Alkan ve ark., 2009. Preparation, Characterization and Thermal Properties of Microencapsulated Phase Change Material for Thermal Energy Storage. *Solar Energy Materials & Solar Cells*,93(1),143-147.
- Alkan, C., 2010. Katı-katı faz değişim maddeleri, IEA ANNEX 4224 Bordeaux Meeting 2010.
- Alkan, C.,2011. Hexamethylene dilauroyl, dimyristoyl, and dipalmytoyl amides as phase change materials for thermal energy storage. *Solar Energy Materials*, 84,666-672.
- Alkan, C.,2015. Synthesis of poly(methyl methacrylate-co-acrylic acid)/n-eicosane microcapsules for thermal comfort in textiles.*Textile Research Journal*.
- Buddhi, D., Bansal, N.K., Sawhney, R.L., Sodha, S., 1988. Solar termal storage systems using phase change materials, *International Journal of Energy Research*, 12, 547-555.
- Çeltikçi, O., D., 2013. Anyonik Ve Katyonik Yüzey Aktif Maddelerin Toprak Ortamında Parçalanabilirliklerinin Tarla Koşullarında Belirlenmesi. (Yüksek Lisans Tezi), Fen Bilimleri Enstitüsü, Namık Kemal Üniversitesi.
- Dimaano, R.M.N., Watanabe, T., 2002. Performance investigation of the capric and lauric acid mixture as latent heat energy storage for a cooling system, *Solar Energy*, 72, 205- 215.
- Dimaano, R.M.N., Watanabe, T., 2002. Performance investigation of the capric and lauric acid mixture as latent heat energy storage for a cooling system, *Solar Energy*, 72, 205- 215.
- Dinçer, I., Dost, S., 1996. A perspective on thermal energy storage systems for solar energy applications. *International Journal of Energy Research*, 20 (6), 547-557.
- Dinçer, I, Rosen, M.A., 2002. *Thermal Energy Storage, Systems And Applications*, John Wiley & Sons. Chicheser (England).
- Dr. Hüseyin Öztürk Gunes Enerjisinin Gizli Isı Tekniği ile Depolanması.
- Farid, M.M., Khudhair, A.M., Razack S.A.K., Al-Hallaj S., 2004, A review on phase change energy storage: materials and applications. *Energy Conversion and Management*, 45, 1597-1615.
- Gök, Ö., 2005. Faz değiştiren maddelerin destekleyici maddelerde tutuklanması ve termal performansı. (Y. lisans tezi) Çukurova Üniversitesi, Adana
- Kakaç, S., Paykoç, E., Yener, Y. Storage of solar thermal energy, *Energy Storage Systems*. (Edited by; Kılıks, B. and Kakaç, S. NATO ASI Series; Series E: Applied Sciences,167: 121-161, Kluwer Academic Publishers, 1989.
- Kılıç A., Öztürk A. 1983. Güneş Enerjisi Kipaş Basımevi, İstanbul 207. Sharma, S.D., Sagara, K., 2005. Latent heat storage materials and systems: a review. *International Journal of Green Energy*, 2, 1-56.)
- Lane, G.A., 1983. *Solar Heat Storage: Latent Heat Materials*, Vol. I. Boca Raton,Florida: Crc Press.



- Marco, I., 2005. Seminar on phase change materials and innovation products-Brianza Plastica. Beijing, China, October 20, 2005, Tsinghua University.
- Mattila, H.R., 2006. Intelligent Textiles and Clothing, Woodhead Publishing Limited, 506p. Combridge.
- Mazman, M., 2006. Gizli Isı Depolaması ve Uygulamaları. (Doktora Tezi), Çukurova Üniversitesi, Adana.
- Michaels, A.I. An overview of the USA program for the development of thermal energy storage for solar energy applications, Thermal storage of Solar Energy, Proceedings of an International TNO Symposium:78-89, Amsterdam, 5-6 November 1980.
- Mondal, S., 2008. Phase Change materials for Smart Textiles-an Overview. Applied Thermal Engineering, 28, 1536-1550.
- Naumann D, Helm D, Labischinski H, Giesbrecht P. 1991. The characterization of microorganisms by Fourier-transform infrared spectroscopy. In: Modern Techniques for Rapid Microbiological Analysis, Nelson WH (chief ed.) VCH, New York.
- Özonur, Y., Mazman, M., Paksoy, H.Ö., 2003. Termal Enerji Depolama için Parafinin Mikrokapsülasyonu. Türkiye 9. Enerji Kongresi, İstanbul.
- Özonur, Y., Mazman, M., Paksoy, H.Ö., Evliya, H., 2005. Microencapsulation of Coco Fatty Acid Mixture for Thermal Energy Storage with Phase Change Materials. International Journal of Energy Research, 30(10), 741-749.
- Paksoy, H.Ö., 1992. Thermal Analysis of Heat Storage Materials and Integrated Heat Pump and Thermal Energy Storage. (Doktora Tezi), Çukurova Üniversitesi, Adana.
- Sarı, A., 2000. Bazı Yağ Asitleri ve ötektik Karışımlarının Enerji Depolayıcı Madde Olarak Kullanılabilirliğinin incelenmesi. (Doktora Tezi), Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat.
- Sarı, A., 2005. Eutectic mixtures of some fatty acids for low temperature solar heating applications: Thermal properties and thermal reliability. Applied Thermal Engineering, 25 (14-15), 2100-2107.
- Sharma, S.D., Sagara, K., 2005. Latent heat storage materials and systems: review. International Journal of green energy, 2,1-56.
- Wang, T., Huang, J., Zhu, P., Xiao, J., 2009. Fabrication and characterization of micro-encapsulated sodium phosphate dodecahydrate with different crosslinked polymer shells. Colloid and Polymer Science , 291, (10), 2463-2468.
- Wang, X., Lu, E., Lin, W., Liu, T., She, Z., Tang, R., Wang, C., 2000. Heat storage performance of the binary systems neopentyl glycol/pentaerythritol and neopentyl glycol/trihydroxy menthylaminomethane as solid phase change materials. Energy Conservation and Management 41: 129-134.
- Zalba, B., Marin, J.M., Cabeza, L.F., Mehling, H., 2003. Review on thermal energy storage with phase change: materials, heat transfer analysis and applications. Applied Thermal Engineering, 23, 251-283.
- Zou ve ark., 2004. Preparation and Characterization of Microencapsulated Hexadecane Used for Thermal Energy Storage. Chinese Chemical letters , 15(6), 729-732.

## ÖZGEÇMİŞ

### Kişisel Bilgiler

Adı soyadı : Aylin Çetin  
Doğum yeri ve tarihi : 04.06.1991 / Gebze  
Medeni hali: : Bekâr  
Yabancı dil : İngilizce  
Telefon no : 05319711330  
e-mail : aylin\_aysin@hotmail.com

### Eğitim Bilgileri

Derece	Eğitim birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Gaziosmanpaşa üniversitesi	(2014-2016)
Lisans	Gaziosmanpaşa üniversitesi	(2010-2014)
Lise	Gebze Atatürk Lisesi	(2005-2009)

### İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2011-2012	Unilever Aş. GEBZE	Stajyer
2014-2016	Gaziosmanpaşa Üniversitesi Polimer Araştırma Laboratuvarı TOKAT	EU- ERANET NEW INDIGO Programı INOTES Projesinde Gönüllü olarak çalışmaktadır.

### Bildiriler

- Alkan, C., Çetin, A., Döğüşçü, D., Karboksimetil Selüloz-kalsiyum klorür Hekzahidrat Kararlı Kompozitlerinin Yenilikçi Isıl Enerji Depolama Sistemleri Olarak Hazırlanması, 27. Ulusal Kimya Kongresi, 23-28 Ağustos, Çanakkale-Türkiye, 2015
- Alkan, C., Çetin, A., Carboxymethyl Cellulose Sodium Sulfate Decahydrate Microdomains as Innovative Thermal Energy Storage Systems, Frontiers in Polymer Science, 20-22 May, Riva del Garda-İtaly, 2015
- Alkan, C., Çetin, A., Isı Depolama Özellikli Bazı Poliüretan Polimerlerinin Dokumasız Kumaş Formunda Üretimi, 7. Uluslararası Ar-Ge Proje pazarı 27-29 Mayıs, Bursa-Türkiye, 2015