

T.C.
BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI



FAZ DEĞİŞTİREN MALZEMELERİNİN ÜRETİMİ,
ENKAPSÜLASYONU VE KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ YÜKSEK LİSANS TEZİ

KAĞAN COP

TEZ DANIŞMAN
Prof. Dr. Gürcan YILDIRIM

BOLU, ŞUBAT - 2025

KABUL VE ONAY SAYFASI

- **Kağan COP** tarafından hazırlanan “**FAZ DEĞİŞTİREN MALZEMELERİNİN ÜRETİMİ, ENKAPSÜLASYONU VE KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ**” adlı tez çalışması jürimiz tarafından Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı Makine Mühendisliği Programında Yüksek Lisans Tezi olarak oy birliğiyle kabul edilmiştir.
21/02/2025

Jüri Üyeleri

Danışman

Prof. Dr. Gürcan YILDIRIM
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

İmza

Üye

Prof. Dr. Alattin Osman EMİROĞLU
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

Üye

Doç. Dr. Ümit ERDEM
Kırıkkale Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Onayı

Prof. Dr. İbrahim KÜRTÜL

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez Yazım Kılavuzu ve Şablonuna uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
 - Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
 - Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
 - Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
 - Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu bildirir
- aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Teze ilişkin Turnitin adlı programında enstitü müdürlüğünce belirlenen filtrelemeler uygulanarak alınmış olan benzerlik raporuna göre, tezin benzerlik oranı %30'u geçmemektedir.

Kağan COP

ÖZET

**FAZ DEĞİŞTİREN MALZEMELERİNİN ÜRETİMİ,
ENKAPSÜLASYONU VE KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KAĞAN COP
BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ YÜKSEK LİSANS PROGRAMI
(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. GÜRCAN YILDIRIM)
(İKİNCİ DANIŞMAN: DOÇ. DR. MAHIR GÜLEN)
BOLU, ŞUBAT - 2025
IX + 49 sayfa**

Kontrolsüz nüfus artışı, teknolojik ilerlemeler ve sanayi taleplerinin artışı, insanların daha konforlu bir yaşam arzusu ile birleşerek enerji tüketimini önemli ölçüde artırmış ve günlük yaşam faaliyetleri için daha fazla enerji ihtiyacı doğurmuştur. Bu bağlamda, dünya enerji tüketimi, küresel ısınma, fosil yakıtların tükenmesi ve alternatif enerji çözümleri üzerine yoğunlaşmaktadır. Özellikle ulaşım sektörü fosil yakıtların tüketiminde önemli rol oynamaktadır. Bu çerçevede, ulaşım sektörü fosil yakıtlı araçlara göre çevre dostu olan elektrikli araçlar (EA) ve hibrit elektrikli araçlar (HEA) gibi alternatif araçlara yönelmektedir. Ancak, bu araçların özellikle batarya teknolojisinin verimlilik ve maliyet açısından geliştirilmesi gerekmektedir. Bu bağlamda, bu tez çalışmasında, boş karbon kabukların istenilen saflıkta üretilip üretilmediği taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji-ayırımı X-ray spektrometresi (EDX), geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ve Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrometresi (FTIR) gibi standart karakteristik metotlarla incelenmiştir. Elde edilen deneysel sonuçlar, boş karbon kabukların istenen karakteristik özelliklere sahip olduğunu göstermiştir. Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu faz değiştirilen malzeme (FDM) esaslı üretilen nano-kapsüllerin genel özellikleri ise SEM, TEM, EDX, kuma, Tarama Geçirimli Elektron Mikroskobu (STEM), X-Işınları kırınım (XRD), Brunauer, Emmett ve Teller (BET) ve elemental analiz yöntemleriyle incelenmiştir. Üretilen nihai ürünün batarya teknolojilerinde kullanım potansiyeli değerlendirilmiş olup, bu çalışma yeni nesil batarya teknolojilerine sağlayabileceği katkıları detaylı bir şekilde ortaya koymuştur. Özellikle, deşarj performansı, yüksek termal iletkenlik, mekanik dayanım ve kalıcı hasara karşı direnç gibi kritik özellikler üzerindeki olumlu etkileri olabileceği vurgulanmıştır. Elde edilen bulgular, geliştirilen malzemenin batarya sistemlerinde performans ve dayanıklılığı artıracak önemli bir bileşen olabileceğini göstermektedir.

ANAHTAR KELİMELER: Faz Değiştirme Malzemeleri (FDM), Faz Değiştirme Malzemelerinin Üretimi, Faz Değiştirme Malzemelerinin Enkapsülasyonu, Faz Değiştirme Malzemelerinin Karakterizasyonu

ABSTRACT

PRODUCTION, ENCAPSULATION AND CHARACTERISTIC PROPERTIES OF PHASE CHANGE MATERIALS

MSC THESIS

KAĞAN COP

BOLU ABANT İZZET BAYSAL UNIVERSITY

INSTITUTE OF GRADUATE STUDIES

DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR: PROF. DR. GÜRCAN YILDIRIM)

(CO-SUPERVISOR: ASSOC. PROF. DR. MAHIR GÜLEN)

BOLU, FEBRUARY 2025

IX + 49 pages

Uncontrolled population growth, technological advancements, and the increasing demand of industry, combined with people's desire for a more comfortable life, have significantly increased energy consumption and created a greater need for energy in daily life activities. In this context, global energy consumption, global warming, depletion of fossil fuels, and alternative energy solutions are the main focus. The transportation sector, in particular, plays a significant role in fossil fuel consumption. In this context, the transportation sector is shifting toward alternative vehicles, such as electric vehicles (EVs) and hybrid electric vehicles (HEVs), which are more environmentally friendly than fossil fuel-powered vehicles. However, the battery technology of these vehicles needs to be further developed in terms of efficiency and cost. In this thesis, the production of hollow carbon shells with the desired purity has been investigated using standard characterization methods such as Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX), Transmission Electron Microscopy (TEM), and Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The experimental results show that the hollow carbon shells possess the desired characteristic properties. The general properties of nano-capsules produced based on Phase-Change Material (PCM) encapsulated in hollow carbon shells were examined using SEM, TEM, EDX, Encapsulation Efficiency Test, Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM), X-ray Diffraction (XRD), Brunauer-Emmett-Teller (BET), and elemental analysis techniques. The potential application of the synthesized final product in battery technologies has been evaluated, and this study has comprehensively highlighted its possible contributions to next-generation battery technologies. In particular, the potential positive effects on critical properties such as discharge performance, high thermal conductivity, mechanical strength, and resistance to permanent damage have been emphasized. The findings show that the developed material could serve as a crucial component in enhancing the performance and durability of battery systems.

KEYWORDS: Phase Change Materials (PCMs), Production of Phase Change Materials, Encapsulation of Phase Change Materials (PCMs), Characterization of Phase Change Materials

İÇİNDEKİLER

Sayfa

KABUL VE ONAY SAYFASI	ii
ETİK BEYAN.....	iii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT	v
İÇİNDEKİLER	vi
ŞEKİL LİSTESİ.....	vii
KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ	viii
TEŞEKKÜR	ix
1. GİRİŞ.....	1
1.1 LİTERATÜR ÖZETLERİ	5
2. MATERYAL VE YÖNTEM	8
2.1 DENEYSEL YÖNTEMLER	8
i. Karbon Çubuk Kabukların Üretilmesi.....	8
ii. FDM'nin Karbon Çubuk Kabuklara Yüklenecek Nano-kapsüllerin Elde Edilmesi	10
iii. Üretilen Numunelerin Karakterizasyonunun Yapılması	11
3. BULGULAR VE TARTIŞMA	22
3.1 X-Işınları Ölçümleri.....	22
3.2 SEM Ölçümleri.....	23
3.3 Enerji-Ayırımı X-Ray Spektrometresi Araştırmaları	32
3.4 Sentezlenen İçi Boş Nano Karbon Çubukların Termal Analizi.....	39
3.5 Sentezlenen İçi Boş Nano Karbon Çubukların FT-IR Analizi	40
3.6 Numunelerin TEM Görüntüleri	41
3.7 Brunauer-Emmett-Teller Analiz Sonuçları.....	43
3.8 FDM Esaslı Nano-kapsül Kompozitlerin DSC Analizleri.....	44
4. SONUÇ VE ÖNERİLER	46
5. KAYNAKLAR.....	47

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1. Karbon çubuk kabukların üretim süreçlerinin şematik gösterimi	10
Şekil 2.2. Taramalı elektron mikroskobu.....	11
Şekil 2.3. IXRF Sistem-Model 550	12
Şekil 2.4. Tarama Geçirimli Elektron Mikroskobu (STEM)	13
Şekil 2.5. Rigaku X-Işını Kırınım Ölçeri.....	14
Şekil 2.6. Brunauer, Emmett ve Teller (BET) analizi.....	15
Şekil 2.7. Klasik FT-IR ölçüm cihazı	16
Şekil 2.8. Termal iletkenlik ölçüm sistemi şematik gösterimi.....	17
Şekil 2.9. Sızdırmazlık testi sonuçları: Başlangıç durumu	19
Şekil 2.10. 80 °C’de 1 saat bekleyen numune	19
Şekil 2.11. 80 °C’de 2 saat bekleyen numune	20
Şekil 2.12. 80 °C’de 3 saat bekleyen numune	20
Şekil 2.13. Sızdırmazlık testi sonuçları: Son durum.....	21
Şekil 3.1. Fe ₂ O ₃ @PDA, Fe ₂ O ₃ @C ve aktif karbonun X-ışını kırınım deseni.23	
Şekil 3.2. i-iv Farklı büyütülmüş FeOOH ara ürün SEM görüntüleri	25
Şekil 3.3. i-iii Farklı büyütülmüş Fe ₂ O ₃ @PDA görüntüleri	27
Şekil 3.4. i-iii Farklı büyütülmüş Fe ₂ O ₃ @C SEM görüntüleri.....	29
Şekil 3.5. i-iii İçi boş karbon nano çubukların SEM görüntüleri.....	31
Şekil 3.6. FeOOH ara ürün EDX sonuçları.....	34
Şekil 3.7. Fe ₂ O ₃ @PDA kompozitine ait EDX sonuçları	36
Şekil 3.8. Fe ₂ O ₃ @C EDX sonuçları	38
Şekil 3.9. Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı üretilen nano-kapsüllerin TGA analizi	39
Şekil 3.10. Saf FDM, HCNr ve kompozit boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin FT-IR analizi	40
Şekil 3.11. i-iv HCNr ve kompozit boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin TEM görüntüleri.....	43
Şekil 3.12. HCNr’e ait BET analiz sonuçları.....	44
Şekil 3.13. Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin DSC analizleri	45

KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ

FDM	: Faz Deęiřtiren Malzeme
BTYS	: Batarya Termal Yönetim Sistemleri
EA	: Elektrikli Araçlar
HEA	: Hibrit Elektrikli Araçlar
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
HCNR	: İçi boş karbon nano çubuk
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
FT-IR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi
DSC	: Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
TGA	: Termogravimetrik Analiz Cihazı
STEM	: Tarama Geçirimli Elektron Mikroskobu
BET	: Brunauer, Emmett ve Teller Analizi
XRD	: X-ışını Kırınımı Testi
LIB	: Lityum İyon Batarya

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının hazırlanmasında katkı sağlayan tüm değerli insanlara teşekkürlerimi sunarım.

Öncelikle, tez danışmanım Prof. Dr. Gürcan Yıldırım'a, eş danışmanım Doç. Dr. Mahir Gülen'e, bilgi, ilgi ve sabırlarıyla beni yönlendirdikleri için sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Onların değerli rehberlikleri, bu çalışmanın her aşamasında bana büyük bir motivasyon kaynağı olmuştur.

Ayrıca, aileme sonsuz teşekkürlerimi sunmak isterim. Annem Serpil Cop, babam Alparslan Cop ve halam Ruziye Cop'a verdikleri destek, sabır ve sevgi için minnettarım. Her zaman yanımda oldukları için onlara çok teşekkür ediyorum. Ailemin bu süreçteki katkıları, bu çalışmanın başarısının en önemli sebeplerindendir.

Teşekkürlerimi sunarken, bana ilham veren, destek olan ve bu süreçte yanımda olan herkese minnettarım.

1. GİRİŞ

Dünya nüfusu şu anda yılda yaklaşık 28.000 terawatt-saat (TWh) elektrik enerjisi tüketmektedir. Kontrolsüz nüfus artışı, teknolojik gelişmeler ve endüstriyel gereksinimlerin artışı, insanların daha konforlu bir yaşam isteğiyle birleşerek enerji tüketimini ciddi şekilde artırmıştır. Bu durum, günlük yaşam aktiviteleri için daha fazla enerji ihtiyacına yol açmakta ve 2050 yılına kadar dünya nüfusunun enerji talebinin yaklaşık 9 milyar kişiye ulaşmasıyla 45.000 TWh'ye çıkacağını göstermektedir. Küresel enerji talebinin büyük bir kısmı (%70 civarı) fosil yakıt kaynaklarından (kömür, petrol ve doğal gaz) karşılanmaktadır. Özellikle 1753 yılında buhar makinesinin icadıyla birlikte fosil yakıt kullanımı artmış ve bu durum küresel ısınma sorununu tetiklemiştir. O dönemde dünya sıcaklığı yaklaşık 13,5 °C iken, sera gazlarının etkisiyle bu sıcaklık zamanla artmış ve şu anda 14 °C civarına kadar yükselmiştir. Isınmanın devam etmesi, insanlık için ciddi bir tehdit oluşturabilir. Bu bağlamda, önümüzdeki 50 yıl içinde enerji sorununun büyük bir problem haline geleceği öngörülmekte olup, bu soruna şu anda çözüm bulmakta zorluk yaşanmaktadır. Özellikle Çin (iki haftada bir 500 MW'lık kömür yakıtlı santral inşa ediyor) ve Hindistan gibi gelişmekte olan ülkelerde, büyük nüfusların artan enerji talepleri mevcut koşulları zorlayacak gibi görünmektedir. Fosil yakıtların tüketimi ve küresel ısınma, yenilenebilir enerjiye geçiş sürecini engelleyen büyük bir sorun teşkil etmektedir. Bu durum, enerji kullanımının kontrol altına alınmasını zorunlu kılmaktadır. Ayrıca, fosil yakıt tüketen araçlar dünya genelinde yaygın şekilde kullanılmaktadır. Ancak, geçtiğimiz yüzyılda ortaya çıkan krizler, çevre kirliliği sorunları ve fosil yakıt rezervlerinin azalması gibi nedenler, bilim insanlarını alternatif araçlar geliştirmeye yöneltmiştir (Rajan vd., 2022). Bu çalışmalar sonucunda, elektrikle çalışan hava ve kara araçlarının, günümüzde fosil yakıtlı araçlara en iyi alternatif olabileceği düşünülmektedir. Enerji krizinin çözümü; enerji üretimi, korunumu, tüketimi, dağıtımı, depolanması, arz-talep dengesinin izlenmesi ve enerji yönetimi planlamasına bağlıdır. Bu bağlamda, enerji üretiminin yenilenebilir kaynaklardan sağlanması ve fosil yakıt tüketen araçlar yerine alternatif araçların geliştirilmesi büyük önem taşımaktadır. Özetle, enerji yönetimi metodolojisi, kaynakların korunması, iklimin korunması ve maliyet tasarrufu gibi önemli faydalar sağlamaktadır. Bu disiplin, günlük yaşam

aktivitelerinden ödün vermeden enerji verimliliğini artırmayı hedeflerken, kullanımda en verimli şekilde enerji kullanan (fosil yakıt tüketmeyen) sistemler bu sürecin temel destekçileri olarak öne çıkmaktadır. Bu sistemlerin başında ise bataryalar gelmektedir. Bilindiği üzere, batarya paketleri, farklı geometrilere ve kimyasal yapılara sahip çeşitli batarya hücrelerinden oluşmaktadır. Günümüzde endüstri ve teknoloji alanında en fazla kullanılan batarya sistemleri, Lityum iyon (Sougrati vd., 2016), Ni-Cd (Nikel kadmiyum) (García-Plaza vd., 2015), LCO (Lityum iyon kobalt oksit), LMO (Lityum iyon mangan oksit), NMC (Lityum iyon nikel mangan kobalt) (Fotouhi vd., 2016), Zn-Br (Çinko brom) (Lai vd., 2013), Ni-MH (Nikel-metal hidrit) (Zhu vd., 2016) ve Kurşun Asit bataryalardır (Spanos vd., 2015). Maliyet, kaynak bulunabilirliği/çeşitliliği, üstün termal özellikler, enerji yoğunluğu ve çevrim ömrü gibi parametreler bazında değerlendirildiğinde, Lityum iyon bataryalar diğer türler arasında öne çıkmaktadır (Hannan vd., 2018).

Keza günümüzde tamamen elektrikli araçlar (EA) ve hibrit elektrikli araçlar (HEA), yüksek tork, tasarım esnekliği, gürültü kirliliği yaratmaması ve çevre dostu olması gibi günümüz içten yanmalı motorlu araçlara göre cazip alternatifler olarak öne çıkmaktadır. Ancak EA'ların ve HEA'ların içten yanmalı motorlu araçlar ile rekabet edebilmesi için verimlilik ve maliyet açısından geliştirilmesi gerekmektedir. EA ve HEA, enerji kaynağı olarak şarj edilebilir elektrokimyasal bataryalardan yararlanmaktadır (Kwade ve Diekmann, 2018; Botelho Junior vd., 2021). Çeşitli türlerde elektrokimyasal bataryalar olmasına rağmen, yüksek kapasite, güç, enerji yoğunluğu ve uzun ömürlü olma gibi özelliklerle birlikte kendi kendine deşarj olma oranı düşük lityum-iyon bataryalar (LIB'ler), elektrikli araçlarda EA ve hibrit elektrikli araçlarda HEA yaygın bir biçimde kullanılmaktadır. Elektrikli araçların ve hibrit elektrikli araçların genel performansı büyük ölçüde LIB'lerin performansına bağlıdır. Bu nedenle bataryaların verimliliğinin artırılması, araçların genel verimliliğinin önemli ölçüde artırılmasını sağlayabilir (Chen vd., 2017; Fan vd., 2020). LIB'ler, özellikle yüksek hızlı deşarj işlemleri sırasında yüksek ısı üretir. Bu ısı, bataryanın sıcaklığını artırabilir ve etkili bir batarya termal yönetim sistemi (BTYS) yoksa bu durum bataryanın verimliliği, kapasitesi, gücü, güvenliği ve ömrü üzerinde olumsuz etkiler yaratmaktadır (Neumann vd., 2022; J. Power Sources, 2013).

Bataryaların optimum verimde çalışmasının önündeki en önemli engellerden birisi kuşkusuz sıcaklık parametresidir. Kullanım sırasında şarj, dinlenme ve deşarj aşamalarına tabi tutulmaktadır. Şarj ve deşarj işlemleri sırasında, bataryaların içyapısında gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar nedeniyle ısı üretimi meydana gelmektedir. Bu nedenle, bataryanın ideal sıcaklık aralığında çalışmasını sağlamak, verimi artıran kritik faktörlerden biridir. Bunun yanı sıra, çalışma sıcaklığı, bataryanın performansını, ömrünü ve güvenliğini etkilediği için soğutma sistemi seçimi, bataryalar için kritik öneme sahiptir.

Diğer bir deyişle, literatürde çalışılan sıcaklık aralığı dışında ($-20 \geq T \geq 60$ C) çalıştırılma durumunda, batarya sistemlerinde performans kaybı, kimyasal yapı bozulması, termal kaçaklar ve hatta akünün yanması veya patlaması gibi farklı sorunlar meydana gelir (Bandhauer vd., 2011). Bu bağlamda, bataryanın ideal sıcaklık aralığının altında çalışması, kapasitesinde ve otonomisinde azalmaya yol açabilir, ayrıca kurulum aşamasında da bazı sorunlar ortaya çıkarabilir. LiB'lerin sağlıklı çalışabilecekleri sıcaklık aralığı -20 °C ile 60 °C olduğu belirtilse de, ideal çalışma sıcaklık aralığı $15-45$ °C olarak belirlenmiştir (Hannan vd., 2018). Ayrıca, uzun süreli ve sürekli döngülerde batarya sıcaklığının ideal aralığı aşmaması için çeşitli çalışmalar yürütülmektedir. Bu nedenle bilim insanları, akü paketlerinin soğutulması için Batarya Termal Yönetim Sistemi (BTYS) üzerine çeşitli çözümler geliştirmiştir. BTYS, yapılarına ve kullanılan yöntemlere göre aktif, pasif ve hibrit soğutma sistemleri olmak üzere üç ana sınıfa ayrılmaktadır (Luo vd., 2022).

Bunlardan ilki, harici enerji kaynakları ile çalışan, yüksek enerji yoğunluğuna ve yüksek sıcaklık hassasiyetine sahip sistemlerde, batarya sıcaklığını kontrol etmek için kullanılan etkilidir (Pesaran, 2001; Chen vd., 2016). Çok fazla bileşenden dolayı karmaşık yöntemlerdir. Aktif soğutma sistemlerinde hava soğutma, sıvı soğutma, ısı pompası, termoelektrik soğutma ve faz değiştiren malzemeler kullanılır. Her bir soğutma sisteminin avantajları olsa da bu sistemler farklı dezavantajlar sunmaktadır. Hava soğutma, fanlarla zorlanmış hava akışı sağlayarak ekonomik bir çözüm sunmaktadır. Hafif olması da kullanım alanına arttırmaktadır. Sıvı soğutma sistemlerinde bataryaların çevresinde dolaşan genelde su, su-glikol karışımından oluşan bir sıvı kullanılır. Bu sistem yüksek verimlilik ve hassas sıcaklık kontrolü sağlanmasına rağmen sızıntı riski başta olmak üzere karmaşık yapısı ve ağırlık sorunu içermektedir. Bunun yanı sıra, ısı pompaları yüksek verim sağlarken elektrik ile ısı transfer mekanizması sağlanması bu sistemlerin enerji

tüketimlerini arttırır. Termoelektrik soğutma, kompakt tasarımıyla elektrik ile ısı transferi gerçekleştirilir. Bu yüzden, düşük verimliliğe sahip olan bu sistem düzenli bakım gerektirir.

İkinci olarak, pasif soğutma sistemleri bataryada oluşacak ısıyı çevreye doğal yollarla iletme prensibine dayanır; bu bağlamda genellikle hareketli parçalar ya da enerji gerektiren prosesler içermez. Termal yönetim doğal olarak gerçekleşir. Bu yüzden, enerji tüketmeyen bu sistemler basit yapısı, düşük maliyeti ve hafifliği ile düşük maliyetli ve bakım ihtiyacı azdır. Lakin sınırlı ısı yönetimi yüzünden yüksek sıcaklık veya enerji yoğunluğu durumlarında etkisiz kalabilir. Isı yayılımı, doğal konveksiyon, termal yalıtım, radyasyon ve termal pedler gibi yöntemlerle sağlanır. Endüstriyel ve teknoloji alanında uygulama alanlarında saf (Rajan vd., 2022; Aswin Sevugan vd., 2022), alüminyum, bakır veya alaşım malzeme kullanılan kanatlı konstrüksiyonlar (Ping vd., 2018; Sarani vd., 2020), ısı borulu konstrüksiyonlar (Zhao vd., 2017; Huang vd., 2018) ve kompozit faz değiştiren malzemeler (FDM) (Zou vd., 2018; Samimi vd., 2016), en çok tercih edilenleridir. Özellikle termal enerji yönetimi ve ısı transferinde batarya ısını absorbe etmek için eriyen/donan FDM'ler çokça kullanılmaktadır. FDM'ler ısıyı emerek/salarak faz değiştirme sırasında büyük miktarda enerji depolayabilir/serbest bırakabilir. Yani, faz değişimi sırasında ısıyı tutar ve çevreye yayılmasını yavaşlatır. Günümüzde kullanılan bu sistemler sessiz ve enerji tasarruflu olmasına rağmen termal kapasiteleri sınırlıdır. Sızıntı problem de başlı başına bir sorun olarak karşımıza çıkmaktadır.

Aktif ve pasif soğutma sistemlerinin karşılaştırmasına gelecek olursak, bakım ihtiyacı, maliyet, karmaşıklık ve enerji tüketimi açısından pasif soğutma sistemleri öne çıkarken verimlilik açısından aktif soğutma sistemleri öne çıkmaktadır. Her ne kadar, aktif soğutma, başta büyük enerji depolama birimleri olmak üzere elektrikli araçlar ve yüksek performanslı sistemlerde kullanımı idealken pasif soğutma sistemleri düşük enerji ihtiyacı olan cihazlar ve küçük bataryalar için ideal kullanım alanı sunsa da batarya tasarımı, kullanılacak sistemin ihtiyaçları, maliyeti ve çevresel koşulları düşünülerek yapılması gerekmektedir. Son olarak, hem aktif hem de pasif soğutma çözümlerin temel tasarım özelliklerini birleştiren hibrit ısı transfer sistemleri üzerine de çalışmalar yapılmaktadır.

Üçüncü olarak, hibrit BTYS sistemler hem aktif hem de pasif soğutma yöntemlerinin bir arada kullanıldığı sistemlerdir. Yapısında faz değiştiren malzeme ile birlikte batarya paketine hava aktaran bir fan içeren sistemler veya kanatlı

konstrüksiyon ile kanatlara termoelektrik soğutucuların yerleştirildiği sistemlerden oluşmaktadır (Liu vd., 2022). Daha detaylı olarak, BTYS, sıvı soğutma, hava soğutma, ısı borusu soğutma ve faz değiştiren malzeme soğutma sistemleri olarak sınıflandırılmaktadır. Bu soğutma yöntemlerinin verimliliği, uygulanabilirliği, batarya paketine entegrasyonu ve kullanılan malzemelerin özellikleri detaylı olarak incelenmiştir (Deng vd., 2018). BTYS’de kullanılan soğutma sistemleri arasında, FDM tabanlı soğutma sistemleri düşük maliyet, uzun ömür, kolay entegrasyon ve bakım avantajları nedeniyle araştırmacılar tarafından büyük ilgi görmektedir (Murali vd., 2021). FDM soğutma sisteminin etkinliğini artırmak amacıyla hibrit soğutma sistemleri geliştirilmiştir. Hibrit sistemler, hava veya sıvı soğutma ile FDM soğutmayı birleştirerek batarya paketlerine entegre edilmiştir. Yapılan çalışmalar, hibrit soğutma sistemlerinin başarılı sonuçlar verdiğini göstermektedir (Qin vd., 2019; Zhao vd., 2020). FDM soğutma sistemleri diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında, belirgin avantajlara sahip olduğu görülmektedir.

FDM seçiminde dikkate alınan temel kriterler arasında uygun faz değişim sıcaklığı, yüksek gizli ısı depolama kapasitesi, hızlı şarj-deşarj işlemleri için yüksek termal iletkenlik, kararlı termokimyasal özellikler, yanmaz ve toksik olmayan malzeme yapısı ile faz değişimi sırasında minimum hacim değişimi yer almaktadır. Bu kriterler doğrultusunda uygun bir FDM belirlenmiştir. Bu tez çalışmasında, içi boş karbon kabukların ortalama genişliği 70 nm ve 225 nm uzunluğunda sentezi gerçekleştirilecektir. Faz değiştiren malzeme olarak Parafin 35-HC seçilmiş olup, sentezlenen içi boş karbon nano çubuklar ile enkapsülasyonu yapılacaktır. Sonuç olarak, kompozit FDM elde edilecek ve fiziksel, mekanik, termal ve elektrokimyasal analizler yapılarak karakterizasyon işlemleri tamamlanacaktır.

1.1 LİTERATÜR ÖZETLERİ

Alan bazlı optimizasyon çalışmaları olsa da günümüzde pasif sistemler (özellikle faz değiştiren malzeme kullanımı) üzerine birçok çalışma yapılmaktadır. FDM’ler fiziksel özellikleri bakımından yüksek gizli ısıya (Latent Heat) ve bataryaların çalışması için belirlenen ideal sıcaklık aralığında erime sıcaklığına (Melting Temperature) sahip olmalarıyla dikkat çekerler (Liu vd., 2020). Yapılan çalışmalar göstermektedir ki, FDM’ler batarya sıcaklığını daha homojen bir şekilde kontrol etme avantajına sahiptir (termal doldurma/boşaltma). Kurulum ve bakım maliyetinin düşük olması ve sıcaklık dağılımının daha düzenli olması nedeni ile

FDM'ler özellikle termal enerji ve yenilenebilir sistemlerinde verimli enerji depolamak için kullanılır. Termal ısı yönetiminde yüksek kapasiteli elektronik cihazlar ve elektrikli araçların batarya soğutma sistemlerinde kullanılarak bataryanın aşırı ısınmasını önleyerek termal denge sağlamada önemli rol oynar. Daha detaylı olarak, batarya sıcaklığında kritik bir değer aşıldığında, FDM'ler eriyerek fazla ısıyı emerek bataryanın sıcaklığını sabit bir seviyede tutar. Yine, özellikle inşaat ve yapı sektöründe iç mekân sıcaklıklarını düzenlemede ve enerji tüketimini minimuma indirmek için kompakt yapıların en çok enerji kaybı yaşanan (çatılar, duvar panelleri, ve zeminler) bölgelerinde kullanılır. Yine, yapıların cam ve pencerelerin dış kaplaması yapılarak bina içi sıcaklık kontrolüne katkı sağlar. Bunun yanı sıra, ısı ayarlayan tekstil ürün üretiminden, medikal uygulamalara birçok alanda kullanılmaktadır. Soğuk Zincir Lojistiği sırasında sıcaklık stabilitesini sağlamak için de kullanılırlar. Son zamanlarda, FDM'lerin uzay araçları veya uçaklarda sıcaklık kontrolü için kullanımı da mevcuttur. Ayrıyeten, FDM esaslı BTYS'ne'lerin hem kurulum ve bakım onarım maliyetleri düşük olduğu bilinmektedir. Bu bağlamda, yeni geliştirilen sistemlerin soğutma verimliliklerinin yüksek olduğu belirlenmiştir. Ekstra enerji tüketmeyen FDM'lerin kullanımı, günümüzde batarya sıcaklığını düşürmek (optimum çalışma sıcaklıkları arasında tutması), kontrol etmesi ve batarya verimini artırması için en güvenilir araç olarak öne çıkmaktadır (Souayfane, Fardoun ve Biwole, 2017).

Ancak, FDM'lerin sınırlı ısı emme kapasitesi, tamamen erimesi sonrasında batarya sıcaklığının artması ve yeniden hazırlama işlemi gibi bazı dezavantajları bulunmaktadır. Benzer olarak malzemesinin faza değişimi sırasında akması da bu malzemenin uzun süreli kullanılması adına enkapsülasyon gerektirdiğini göstermektedir.

Daha teknik olarak, FDM'ler sabit sıcaklıkta büyük miktarda gizli ısıyı emerek veya serbest bırakarak batarya sıcaklığını istenilen şekilde kontrol altında tutar. FDM'lerin batarya teknolojisinde kullanımı için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Ancak, bu yöntemler düşük ısıl iletkenlik, sızıntı riski, ağırlık artışı ve yüksek maliyet gibi dezavantajlara sahiptir. Bu problemler kapsülleme teknolojisi ile aşılabılır. Diğer bir deyişle, kapsülleme teknolojisi FDM'yi belirli taşıyıcı malzemelerle birleştirerek farklı endüstri ve teknoloji uygulama alanlarında yeni kompozit FDM'ler oluşturmayı hedefler. Bu yöntemin sızıntıyı önlemesinin yanı

sıra materyallerin ısı iletkenlięi artırdıęı bilinmektedir. Yine FDM'nin dięer malzemelerle uyumluluęunu glendirmesi de nemli avantajlar arasında sayılmaktadır. Kapslleme prosesi boyutlarına gre makro, mikro ve nano-kapslleme olarak sınıflandırılmaktadır. Bu tezde ubuk kabuklar tasarlanarak ilerine parafin FDM doldurulup nano-kapsl geliřtirilecektir. Karbon kabuklar, yksek ısı iletkenlięi, dřk maliyet, yksek mekanik dayanım ve kimyasal dayanıklılık gibi avantajları dřnlerek retilecek yeni sistemlerin BTYS'ne pozitif katkılar sunacaęı ařıkrdır. Tasarlanan nano-kapsller, bataryaların soęutulmasında ve verimi artırmada kullanılacaktır. Bu yeniliki yaklařım, batarya elektrik dnřm verimlilięini ve kullanım mrn artırılacaktır. Ayrıca, nano-kapsllerin doęrudan batarya yzeyine uygulanabilmesi, kullanılan FDM miktarını azaltıp bataryaların daha ergonomik ve hafif hale gelmesini saęlayacaktır. Ayrıyeten, FDM kullanılmasıyla sistem zerine daha byk bir gizli faz geiři ısı ısı ortaya ıkar ve buna daha kk bir sıcaklık ve hacim deęiřimi eřlik eder. Bylece, batarya zerine daha homojen bir sıcaklık daęılımı grlr ve sıcaklık makul bir aralıktaki tutulur (Sardarabadi vd., 2017).

Bu tez alıřmasında, ii boř karbon ubuklar kullanılarak faz deęiřtiren malzemelerin enkapslasyonu gerekleřtirilmiřtir. Bu yntemle, FDM'nin ısı iletim katsayısı artırılmıř ve faz deęiřimi sırasında malzemenin akıřı engellenmiř ve malzemelerin dřk maliyet, basitlik ve batarya sıcaklıęını daha etkili bir řekilde kontrol etme gibi avantajlar sunduęunu gstermiřtir. Ayrıca, alıřılan materyalin ısı iletim katsayısındaki deęiřme deęeri de belirlenmiřtir. Bylece batarya kılıfı iin retilen ii boř karbon ubuklarla enkapsle edilmiř FDM iin optimum soęutma yntemleri belirlenip batarya termal ynetim sisteminin verimlilięi zerine alıřmalar yapılmıřtır. Yeni retilen malzemenin mekanik zelliklerindeki deęiřimler de detaylı olarak incelenmiřtir. Bu baęlamda bu alıřmada ncelikli olarak ii boř karbon ubuklarla FDM'lerin enkapslasyonu gerekleřtirilecektir. Hemen akabinde retilen sistemlerin temel karakteristik zellikleri XRD, DXC, TGA ve FTIR gibi deneysel yntemlerle incelenmiřtir. Elde edilen deneysel sonular, retilen FDM'lerin istenildięi karakteristik zelliklere sahip olduęu bulunmuřtur.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 DENEYSEL YÖNTEMLER

Tez kapsamında boş karbon kabuk enkapsülasyonlu faz değıştiren malzeme (FDM) esaslı numunelerin üretiminde kullanılacak olan yüksek saflıktaki kimyasallar temin edilmiştir. Üretim aşaması olarak, yapılacak deneysel süreçler 3 temel kısma ayrılmıştır. i) Karbon çubuk kabukların üretilmesi, ii) FDM'nin karbon çubuk kabuklara yüklenerek nano-kapsüllerin elde edilmesi, iii) üretilen numunelerin karakterizasyonunun yapılması.

i. Karbon Çubuk Kabukların Üretilmesi

İlk olarak, 6.75 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve 7.2 g üre hassas terazide tartılmış ve 500 mL'lik balon içinde 150 mL saf su ile 8 dakika boyunca manyetik karıştırıcı (balık) kullanılarak karıştırılmıştır. Karışım, 8 saat boyunca 95°C 'de reflüks sisteminde reaksiyona sokulmuş ve ardından Falcon tüpüne aktarılarak santrifüj işlemi uygulanmıştır. Santrifüj işlemi sonrası süpernatant dökülmüş ve elde edilen pellet, saf su ile üç kez yıkanmıştır. Bu aşamanın amacı, reaksiyon sonucu elde edilen ürünün saflığını artırmak ve yüzeyde kalan istenmeyen iyonları gidermektir. Son olarak, numune 60°C 'de vakumlu fırında gece boyunca kurutulmuş ve $\beta\text{-FeOOH}$ elde edilmiştir.

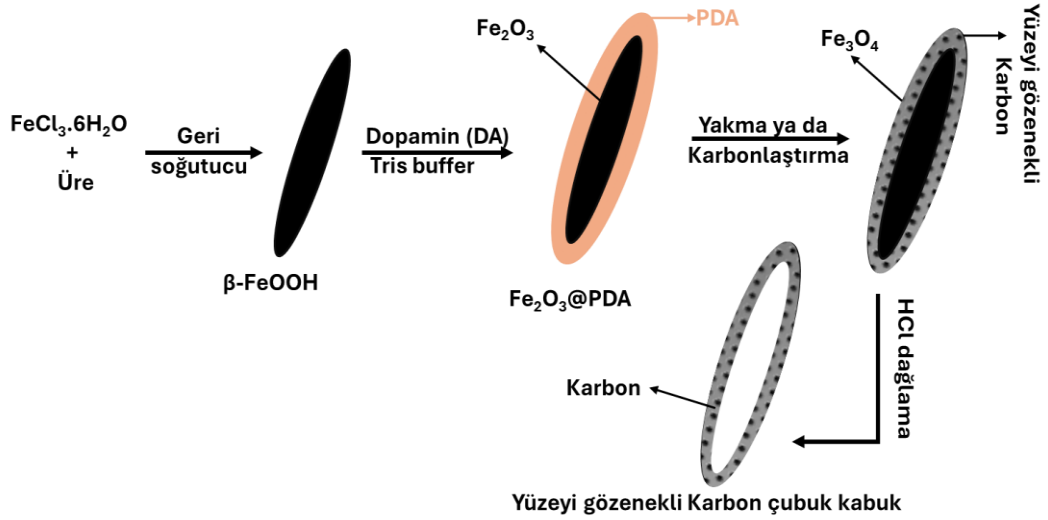
300 mg Tris hidroklorür, 100 mL saf su içinde çözüldü ve pH değeri yaklaşık 4.5 olan çözeltinin pH'ı 0.1 M NaOH eklenerek 8.5'e getirilmiştir. Hazırlanan çözelti balona aktarılmış ve içerisine 1.26 g FeOOH eklenmiştir. FeOOH, su banyosunda çözünene kadar bırakılmıştır. FeOOH tamamen çözüldükten sonra 0.63 g Dopamine·HCl balona eklenmiştir. Çözelti 50°C 'de 24 saat bekletilmiştir. 24 saat sonunda, katı ve sıvı fazlar ayrılmış, yıkama işlemi gerçekleştirilmiş ve numune 60°C 'de 12 saat boyunca kurutulmuştur. Elde edilen yeni ürün $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ olarak kodlanmıştır.

$\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$, demir oksit partiküllerinin polidopamin ile kaplanmış bir nanokompozit malzemedir. Fe_2O_3 'ün manyetik, katalitik ve fotokimyasal

özellikleri ile PDA'nın biyouyumlu özellikleri birleşerek geniş bir kullanım potansiyeline sahiptir. Fe_2O_3 parçacıkları PDA ile kaplanarak agregasyonu engellenir, stabilitesi artırılır ve elektriksel ve kimyasal performansı iyileştirilir. Bu özellikleri sayesinde $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$, biyomedikal, enerji depolama, kataliz ve sensör teknolojilerinde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

$\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ kompoziti, $1^\circ\text{C}/\text{dak}$ artış hızıyla 400°C 'ye kadar ısıtılmış ve 2 saat bekletilmiştir. Ardından, $5^\circ\text{C}/\text{dak}$ artış hızıyla 500°C 'ye kadar ısıtılmış ve 2 saat bekletilmiştir. Soğuma işlemi başlamıştır. Yakma işlemi sonucunda elde edilen yeni ürün $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$ olarak adlandırılmıştır. $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$, Fe_2O_3 partiküllerinin karbon kaplama ile kaplandığı kompozit bir malzemedir. Bu yapıda, Fe_2O_3 'ün manyetik, elektriksel ve kimyasal özellikleri, karbonun yüksek iletkenlik, kimyasal stabilite ve yüzey alanını artırıcı özellikleriyle birleşerek çeşitli uygulamalarda üstün performans sağlamaktadır. Karbon kaplama, Fe_2O_3 'ü oksidasyona karşı koruyarak daha uzun ömürlü ve dayanıklı bir yapı oluşturur. Ayrıca, karbon kaplamanın gözenekli bir yapı oluşturabilmesi, reaktif yüzey alanını artırarak enerji depolama, kataliz ve sensör teknolojilerinde etkinliği önemli ölçüde artırmaktadır. Bu özellikler sayesinde $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$ kompoziti, lityum-iyon bataryalar ve süperkapasitörlerde yüksek enerji depolama kapasitesi sunarak elektrokimyasal enerji depolama sistemlerinde önemli bir malzeme olarak öne çıkmaktadır.

Son adımda, üretilen $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$ 36 saat boyunca 3M HCl içinde karıştırılmış ve santrifüjleme işlemi ile ayrılmıştır. Sonrasında numune kurutulmuş ve elde edilen yeni ürün HCNR olarak adlandırılmıştır.



Şekil 2.1. Karbon çubuk kabukların üretim süreçlerinin şematik gösterimi

ii. FDM'nin Karbon Çubuk Kabuklara Yüklenerek Nano-kapsüllerin Elde Edilmesi

FDM olarak seçilen parafin RT35HC, elde edilen HCNR içerisine yükleme işlemi gerçekleştirilmiştir. %70 parafin RT35HC ve %30 HCNR olacak şekilde ölçüm yapılmış ve iki malzeme, fiziksel etki oluşturan dövme işlemiyle 20 dakika boyunca işlenmiştir. Parafin, HCNR tarafından tamamen absorbe edilmiştir. Elde edilen ürün, otoklav içerisine alınarak 12 saat boyunca 80°C 'de bırakılmıştır. Sonuç olarak, elde edilen ürün **HCNR/RT35HC** olarak kodlanmıştır.

Tez kapsamında üretilen kompozit malzemenin morfolojisi ve mikro yapısı, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile karakterize edilmiştir. RT28-HC'nin moleküler yapısını ve karbon ile RT28-HC arasındaki etkileşimleri analiz etmek amacıyla Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrometresi (FTIR) kullanılmış ve elde edilen sonuçlar, istenilen düzeyde bir ürün üretildiğini göstermektedir.

iii. Üretilen Numunelerin Karakterizasyonunun Yapılması

1. Taramalı Elektron Mikroskobu Analizi

Nanoçubukların yüzey morfolojisi, boyutları ve gözenek yapıları, QUANTA 450 FEG Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile 25 kV hızlandırıcı gerilim kullanılarak, ikincil elektron görüntüsü (SEI) modunda detaylı bir şekilde incelenmiştir. Görüntüler, 30.000X büyütme ile alınmıştır (Şekil 2.2.).



Şekil 2.2. Taramalı elektron mikroskobu

Bu analizde, nano-kapsüllerin yüzey görünümünün homojen olup olmadığı ve parçacık büyüklük dağılımları dikkatle incelenmiş; yüzey morfolojisindeki düzgünlük ve mikrokristal birleşme yönelimleri belirlenmiştir. Dahası, nano-kapsüllerde gözlemlenen kısmi erime bölgeleri, numunelerin parçacık büyüme durumları ve tane yönelimleri kapsamlı bir şekilde değerlendirilmiştir. Yapısal bozukluklar ve kusurlar üzerindeki incelemeler sonucunda, dislokasyonlar ve çatlakların oluşumu, katmanlı yapı görünümü ile iç yapısındaki bozukluklar, kusurlar ve boşluklar detaylı bir şekilde değerlendirilmiştir. Bunun yanı sıra,

mikrogözeneklerin yapısı ve tane sınırları üzerindeki birleşme ve bağlantıların nasıl değiştiği incelenmiş ve bu özelliklerin yapısal bütünlük ile malzeme performansı (termal özellikler, deşarj performansı ve kalıcı hasar) üzerindeki etkileri kapsamlı bir şekilde analiz edilmiştir.

2. Enerji-Ayrırlı X-Ray Spektrometre Analizi

Çalışmada, boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin istenilen stokiyometrilere üretilip üretilmediği, kimyasal bileşimi ve element dağılımının kristal yapı boyunca homojen bir şekilde dağılıp dağılmadığı, Enerji-ayırımı X-ray (EDX) spektrometresi yardımıyla detaylı bir şekilde incelenmiştir (Şekil 2.3.). Elementel analizler, Oxford X-ışını mikro probu ve IXRF System Model 550 analizörü kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.3. IXRF Sistem-Model 550

3. Tarama Geçirimli Elektron Mikroskobu Ölçümleri

Şekil 2.4.'de gösterilen Tarama Geçirimli Elektron Mikroskobu (STEM) nanoçubukların içyapısını (atomik düzeyde yapısal özellikler, kristal düzen, katmanlı yapılar ve içyapıdaki bozukluklar) ve kimyasal kompozisyonunu yüksek çözünürlükle detaylı bir şekilde analiz etmek için kullanıldı. Ayrıca, boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı üretilen nano-kapsüllerin özellikle termal ve mekanik özellikleri etkileyecek dislokasyonlar, tane sınırları, kristal kusurları, boşluklar ve gözenek yapıları gibi mikroyapısal özellikler üzerine de yorumlar yapılmıştır.



Şekil 2.4. Tarama Geçirimli Elektron Mikroskobu (STEM)

4. X-Işımları Analizi

Hazırlanan boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı üretilen nano-kapsüllerin kristal yapı analizleri, oda sıcaklığında çalışan ve 36 kV gerilim ile 26 mA akım gücünde, 1.54 Å dalga boyuna sahip K_{α} ışını üreten Rigaku Multiflex +XRD 2 kW difraktometre kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kırınım verileri, 2°/dk tarama hızı ve 0.02° aşama hızıyla, 2 θ açılarında 3° ile 60° arasında elde edilmiştir.

Ayrıca, XRD verilerden numunelerin faz bileşenleri, ortalama kristal boyutları ve örgü hücre parametreleri hesaplanmıştır.



Şekil 2.5. Rigaku X-Işını Kırınım Ölçeri

5. Brunauer, Emmett ve Teller (BET) Analizi

Şekil 2.6. Brunauer, Emmett ve Teller (BET) analiz sistemi verilmiştir. Bu analiz ile üretilen numunelerin yüzey alanı, gözenek boyut dağılımı ve gözenek hacimlerinin belirlenmesi için gerçekleştirilmiştir. Malzeme yüzeyine adsorplanan gaz miktarını ölçerek, spesifik yüzey alanı, gözenek boyut dağılımı, toplam gözenek hacmi ve yüzey pürüzlülüğü gibi özellikleri belirleme de kullanılabilir. İlerideki aşamalarda elde edilen ölçümler tekrar değerlendirilecektir.



Şekil 2.6. Brunauer, Emmett ve Teller (BET) analizi

6. FT-IR (Fourier Transform Infrared) Spektroskopisi

FT-IR (Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi), bir numunenin kimyasal bağlarını ve fonksiyonel gruplarını tespit etmek için kullanılan güçlü bir analiz yöntemidir. Özellikle organik ve inorganik bileşiklerin kimyasal bileşimini belirlemek, malzeme saflığının kontrolünü yapmak, malzemeler arasındaki etkileşimleri incelemek ve numunede bulunan fonksiyonel grupları ($-OH$, $-CH$, $-C=O$, $-NH_2$ vb.) analiz etmek için yaygın olarak kullanılır. Ayrıca, nanomalzemeler ve karbon bazlı malzemelerin karakterizasyonu için önemli bir spektroskopik yöntemdir. Bu çalışmada sentezlenen saf FDM ve boş karbon kabuk enkapsülasyonlu faz değiştiren kompozitin kimyasal özelliklerinin analizini yapmak amacıyla FT-IR analizi kullanılmıştır.



Şekil 2.7. Klasik FT-IR ölçüm cihazı

7. Termofiziksel Testlerin Gerçekleştirilmesi

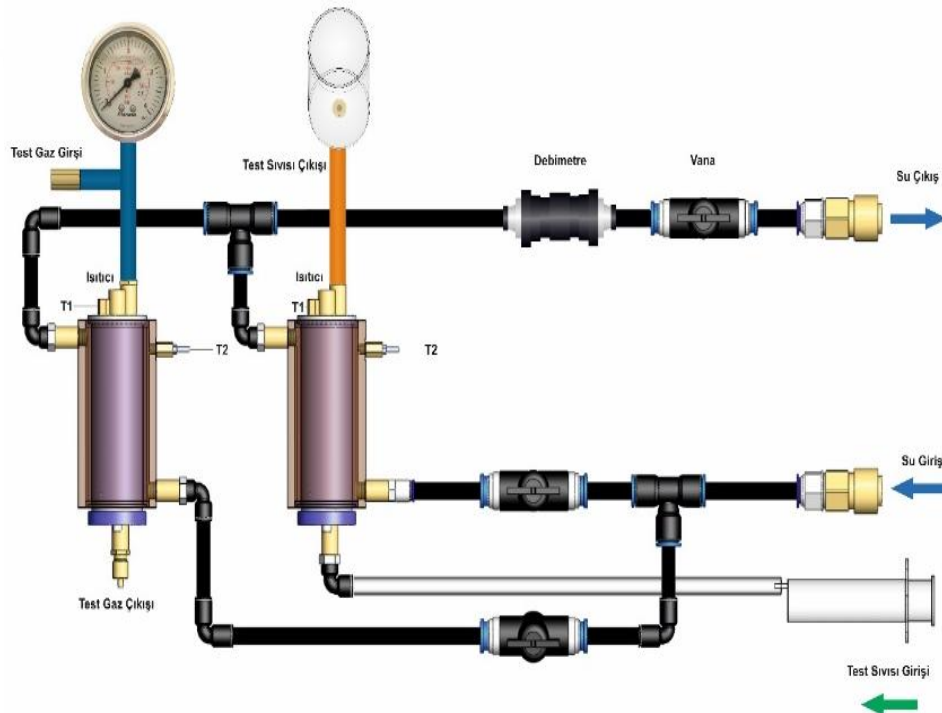
FDM bazlı nanokompozitlerin termal iletkenlik ve dispersiyonların viskozitelerinin sıcaklıkla nasıl değiştiği ölçülüp, ayrıca sıcaklığa bağlı ısı kapasitesi ve yoğunluk değerleri de belirlenmiştir. FDM esaslı nanokompozitlerin erime/donma sıcaklıkları, özgül ısı ve gizli ısı kapasitesi, diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ile ölçülmüştür. Yoğunluk ölçümleri, yüksek hassasiyetli bir hidrometre kullanılarak yapılmıştır. Dinamik viskozite, döner vizkozimetre ile ölçülerek, sıvı ve gazlar için termal iletkenlik ölçümleri uygun cihazlarla gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, ortalama partikül boyutunun analizi Termogravimetrik Analiz (TGA) cihazı ile yapılacak olup, DSC ve TGA cihazları birlikte kullanılarak malzemenin termal özellikleri daha kapsamlı bir şekilde incelenmiştir.

8. Elemental Analiz Yöntemleri

Son olarak, elemental analiz yöntemiyle nanoçubukların temel element bileşimi, özellikle karbon içeriği, hassas bir şekilde ölçülerek malzemenin saflığı ve kimyasal kompozisyonu değerlendirilecektir.

9. Termal Analiz

Nano-kapsüllerin erime/soğuma eğrileri, N₂ gaz atmosferinde, 5 °C/dakika ısıtma hızıyla Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazında ölçüldü. DSC ölçümleri sonucunda erime/katılaşma sıcaklıkları, özgül ısı ve gizli ısı kapasitesi belirlenmiştir. Ayrıca, FDM ile üretilen nano-kapsüllerin yüklenme oranı, N₂ atmosferinde 10 °C/dakika ısıtma hızıyla Termogravimetrik Analiz (TGA) cihazında ölçüldü. Termal iletkenlik değerleri ise, sıvı ve gazlardaki termal iletkenlik ölçümleri için kullanılan HT355 cihazı ile belirlendi. Termal iletkenlik ölçüm sisteminin detayı Şekil 2.8.'de verilmiştir.



Şekil 2.8. Termal iletkenlik ölçüm sistemi şematik gösterimi

10. Kusma Testi

Uygulama alanında kullanılan testlerden ilki kusma testidir. Elde edilen HCNR/RT35HC 70 °C'de 3 saat boyunca sıcaklığa maruz bırakıldı. Kusma testi için 50 mg malzeme alındı. Filtre kâğıdı üzerine serilen HCNR/RT35HC test sonucunda yaklaşık 48 mg tartıldı. Gözlemlenen bu yüksek değer, FDM malzemesinin karbon içerisine enkapsülasyon işleminin tamamlandığını göstermektedir.

11. Sızdırmazlık Testi

Tez kapsamında üretilen nano-kapsüller, silindirik peletler haline getirilip 80 °C sıcaklıkta 4 saat boyunca bir fırında tutuldu. Bu işlem sırasında, numunelerin altına sızıntı izlerini tespit edebilmek için filtre kağıdı yerleştirildi. Numuneler her saatte bir tartılarak, kütle kaybı oranı ölçülecek ve bu veriler, aşağıdaki denklem kullanılarak sızıntı oranı hesaplanacaktır. Sızıntı oranı, kapsüllerin içerik kaybını ve potansiyel salınımını belirlemek amacıyla önemli bir parametre olarak kullanıldı. Ayrıca, numunelerin şekil değişiklikleri de dikkatle izlenip fotoğraflar aracılığıyla görsel olarak kaydedilmiştir. Fotoğraflama işlemi, numunelerin şekil değişimi ve potansiyel deformasyonlarının izlenmesi için düzenli aralıklarla yapılmış olup, bu sayede ısı işlemi sırasında meydana gelen yapısal değişiklikler net bir şekilde belgelenmiştir.

$$M_R = (m_0 - m_t) / m_0 100\% \quad (1)$$

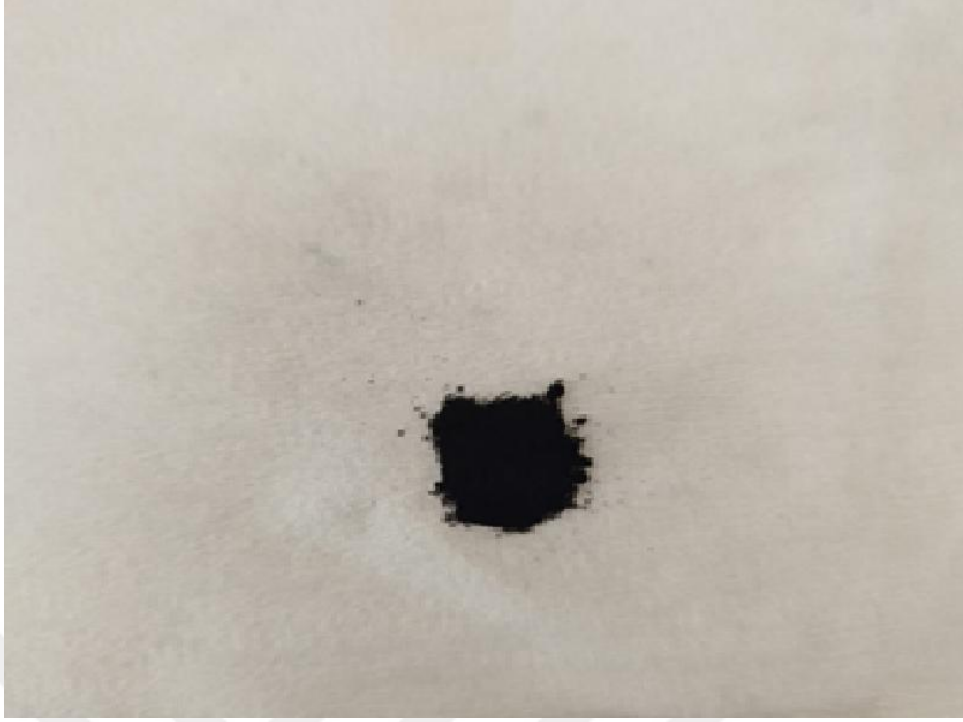
Yukarıdaki denklemde M_R , kütle koruma oranını temsil etmektedir. Ayrıca, m_0 ve m_t kısaltmaları sırasıyla numunelerin başlangıç kütlesi ve anlık kütlesini ifade eder. Yine, erime/katılaşma çevrimleri 2000 defa PCR cihazı ile yapılacak olup her 100 erime/katılaşma çevriminden sonra numuneler tartılıp, kabuklarda deformasyon olup olmadığı SEM ile analiz edilmiştir.



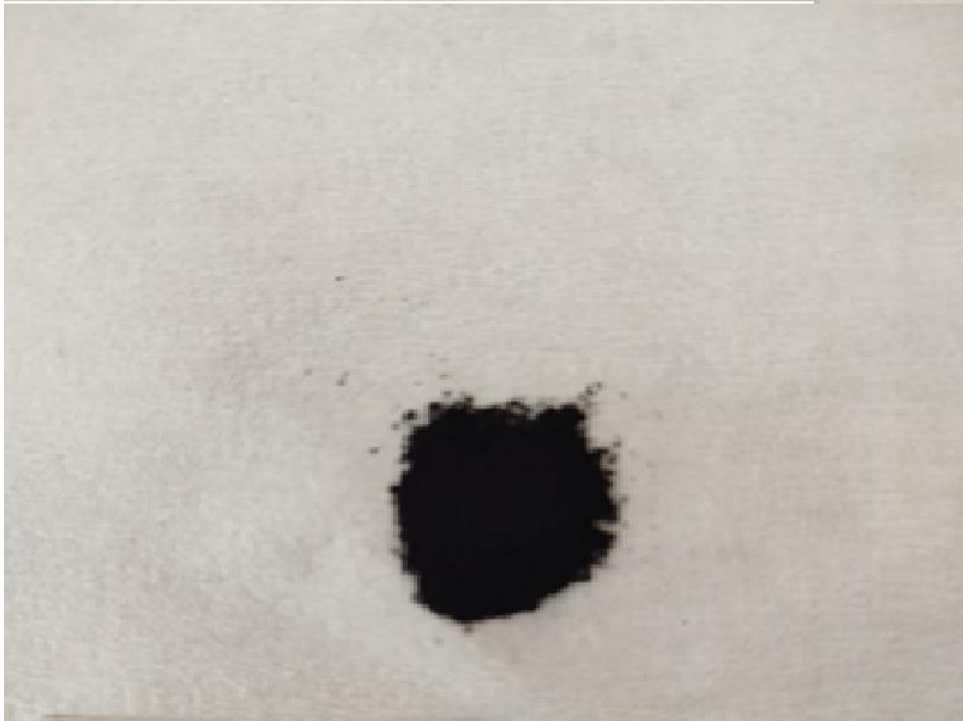
Şekil 2.9. Sızdırmazlık testi sonuçları: Başlangıç durumu



Şekil 2.10. 80 °C’de 1 saat bekleyen numune



Şekil 2.11. 80 °C’de 2 saat bekleyen numune



Şekil 2.12. 80 °C’de 3 saat bekleyen numune

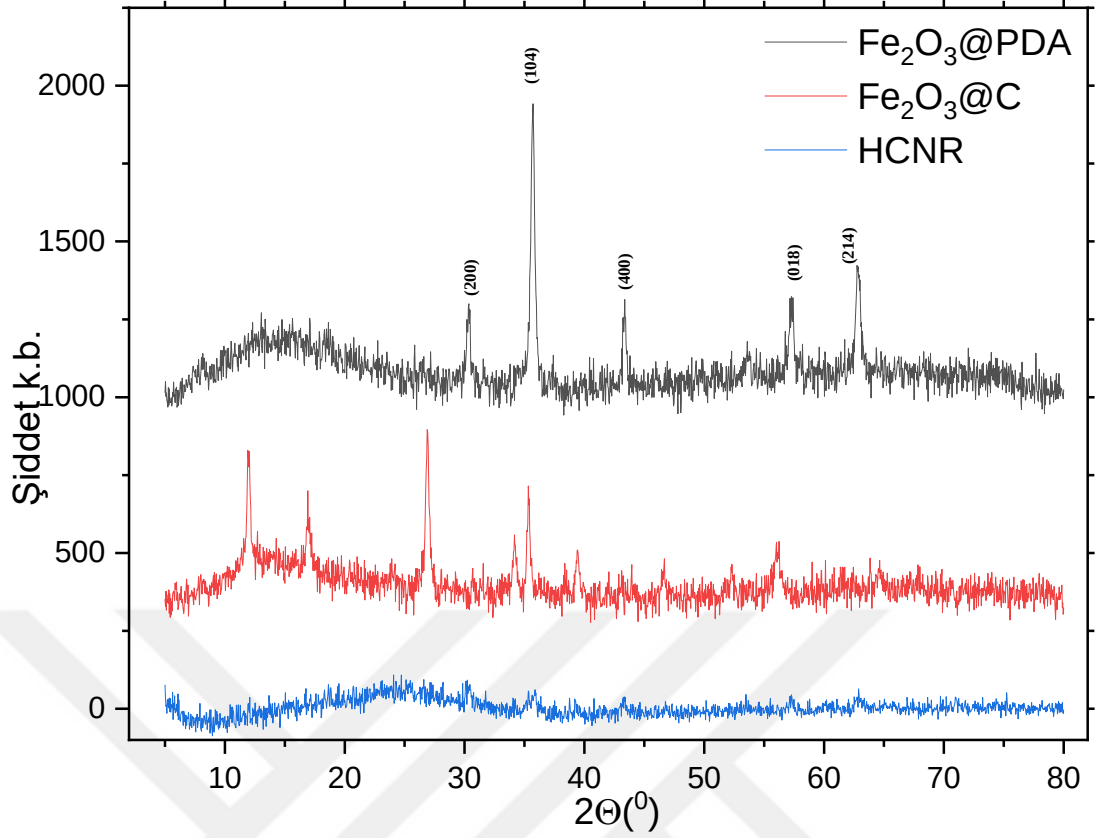


Şekil 2.13. Sızdırmazlık testi sonuçları: Son durum

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 X-Işınları Ölçümleri

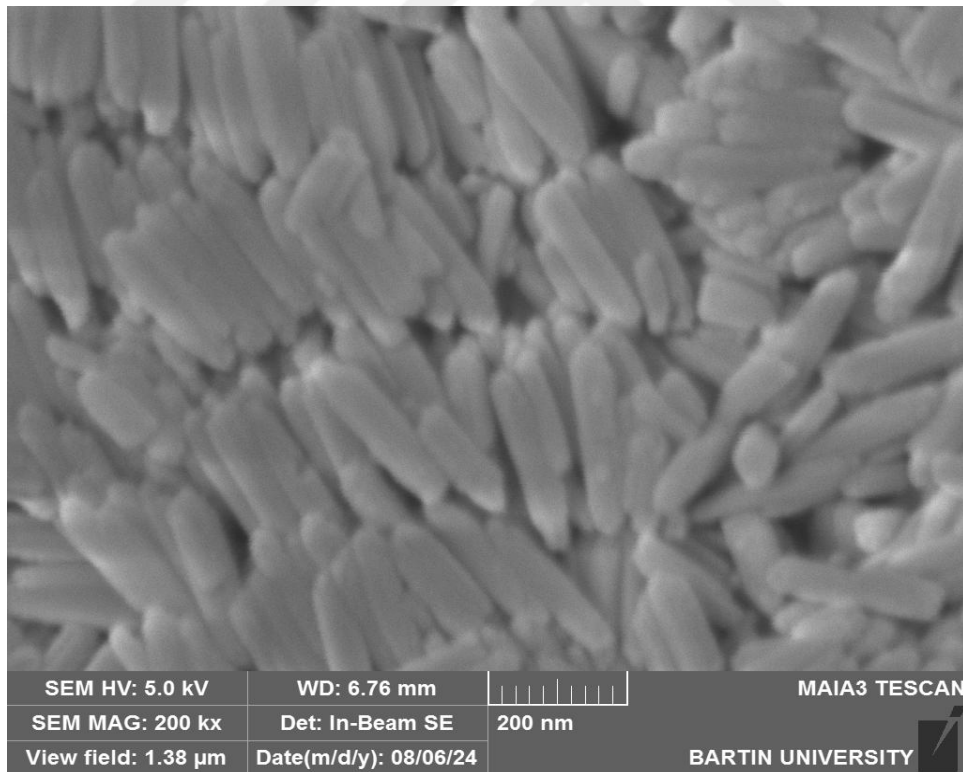
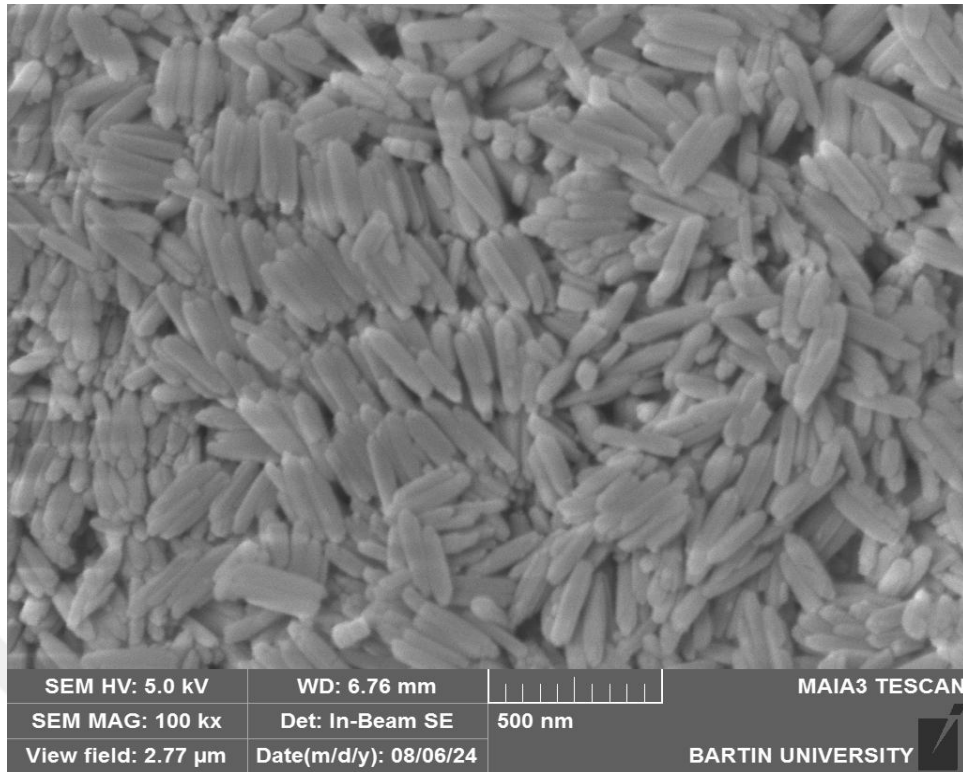
Bu bölümde, ilk olarak karbon çubukların üretimi üzerine gidilmiştir. Bu bağlamda, boş karbon kabukların istenilen saflıkta üretilip üretilmediği kristal yapı analizlerine göre değerlendirilmiş ve bulunmuştur. Şekil 3.1.'de, $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$, $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$ ve aktif karbonun fazlarına karşılık gelen karakteristik tepe noktaları Miller indisleri ile gösterilmektedir. Şekilden görüleceği üzere, Siyah renkle gösterilen desen $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ yapısına aittir. Görüleceği üzere bu numune 30.32° 'de (200), 35.82° 'de (104), 43.26° 'de (400), 57.38° 'de (018) ve 63.04° 'de (214) karakteristik XRD desenini sergilemektedir. En yüksek pik 35.82° 'de elde edilmiştir. Bulunan bu değerler, literatürde Fe_2O_3 üzerine yapılan çalışmaları ile uyum içerisinde. Aktif karbon- Fe_2O_3 kompozit durumunda ise kristal yapıya yönelime bağlı iyileşmeler gözlemlenmiştir. Yine, Şekil 3.1 bize HCNR nihai ürün elde edilene kadar gerçekleştirilen indirgeme-yükseltgeme, ısıtma işlem ve dağlama süreçlerinin başarılı bir şekilde tamamlandığını göstermektedir. Daha detaylı olarak, nano-kapsüllerin XRD deseni, hem Bragg tepe noktalarında (sayılarında) ve tepe yüksekliklerinde ciddi bir azalış hem de taneciklerin yöneliminde azalma içi boş karbon nano çubuk yapıların üretildiğini göstermektedir. XRD sonuçlarına dayanarak, elde edilen son ürünün batarya sistemlerinde termal yönetim açısından önemli iyileştirmeler sağlayabileceği sonucuna varılmıştır. Ayrıca, kristal yapıda gerçekleştirilecek optimizasyonların, boş karbon kabuk enkapsülasyonlu faz değiştiren (HCNR/RT35HC) kompozitin batarya kılıfı olarak kullanılması durumunda, bataryanın hem verimliliğini artıracak hem de mekanik dayanımını güçlendireceği öngörülmektedir.

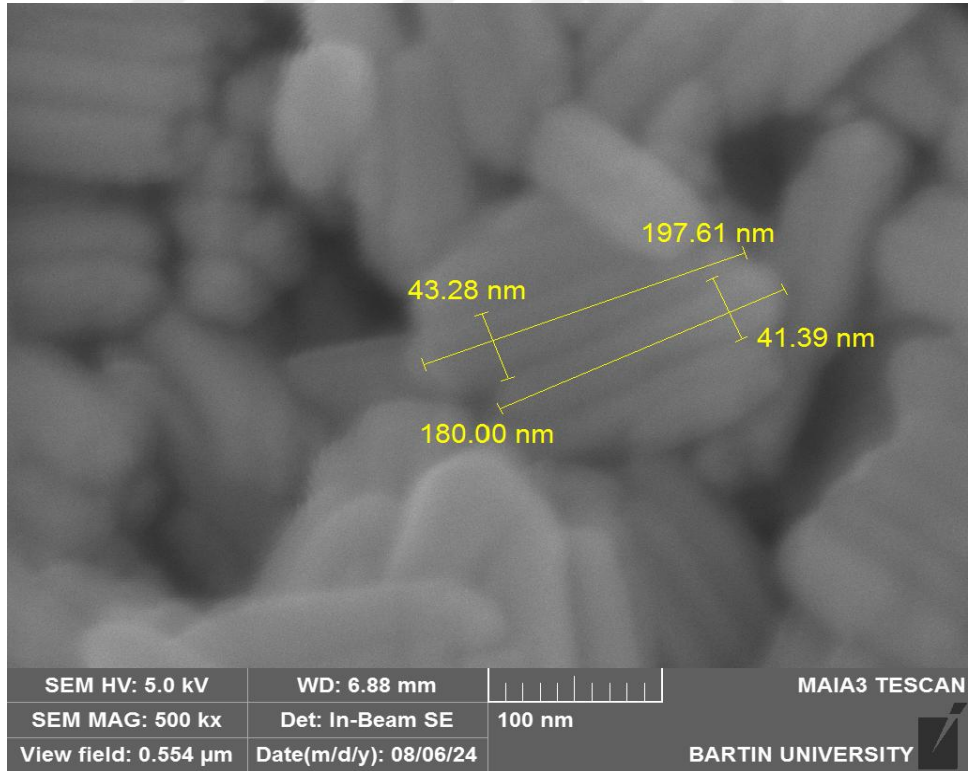
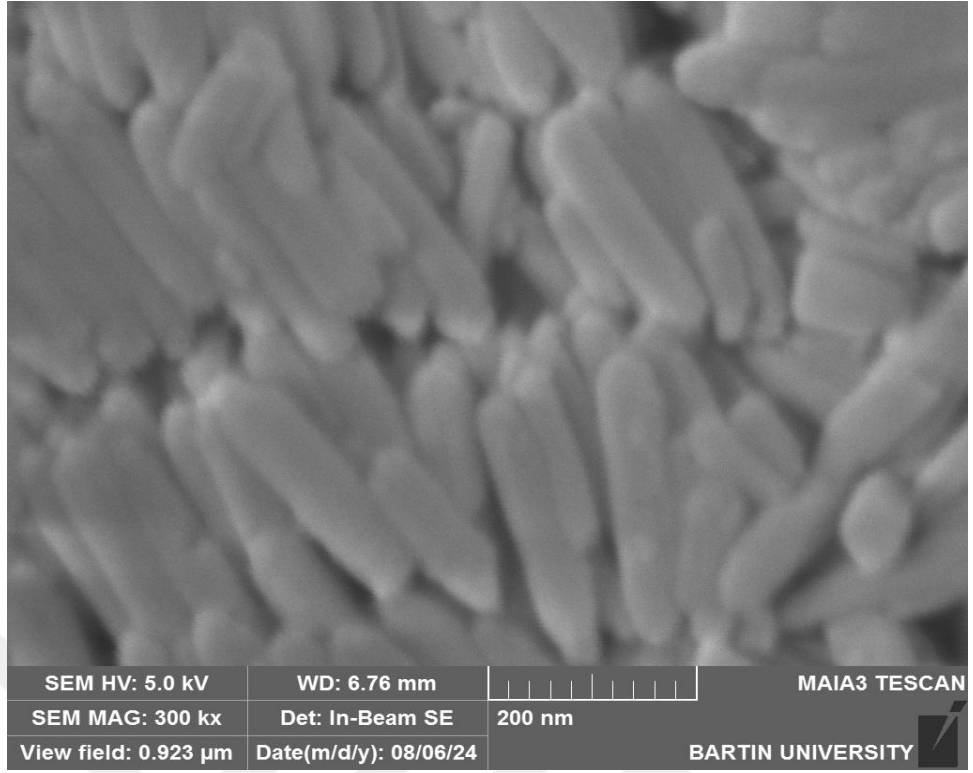


Şekil 3.1. Fe₂O₃@PDA, Fe₂O₃@C ve aktif karbonun X-ışını kırınım deseni.

3.2 SEM Ölçümleri

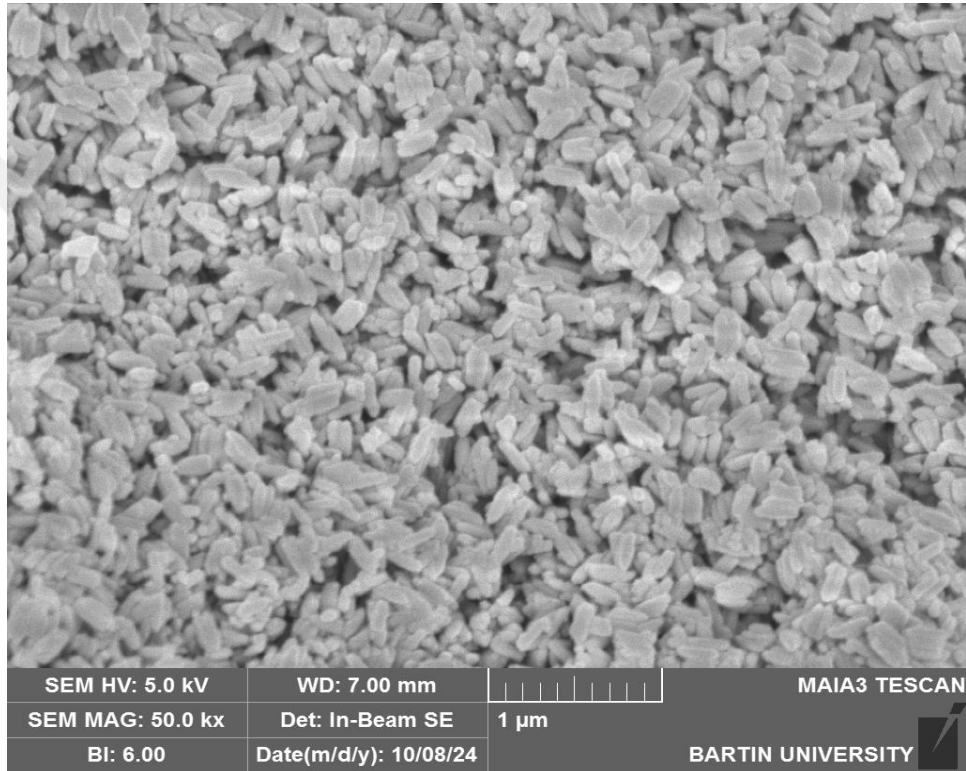
Bu çalışmada, ilk olarak boş karbon kabukların oluşum aşamaları ve boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı üretilen nano-kapsüllerin genel yüzey morfoloji, tane hizalama dağılımları, tane sınır bağlama sorunları, gözeneklilik, kusurlar, çatlaklar, boşluklar ve numunelere ait kısmi ergime bölgeleri standart tarama elektron mikroskobu (SEM) mikrografları aracılığıyla detaylı olarak incelenmiştir. Hazırlanan FeOOH, Fe₂O₃@PDA, Fe₂O₃@C ve aktif karbon malzemelerin yüzeyleri, ikincil elektron görüntüleme modunda 50.000-500.000 kat büyütmeyle analiz edilmiştir. Şekil 3.2.'de FeOOH ara ürünün i-100.000, ii-200.000, iii-300.000 ve iv-500.000 kat büyütülmüş SEM fotoğrafları görünmektedir. Fotoğraflardan açıkça görüldüğü üzere içi boş karbon nano çubuklar oluşmaya başlamaktadır. Bir kümelenmiş bir halde bulunan FeOOH çubuklarının genişliği 43.28–41.39 nm, uzunluğu ise 180.0–197.61 nm aralığında olduğu gözlemlenmiştir.

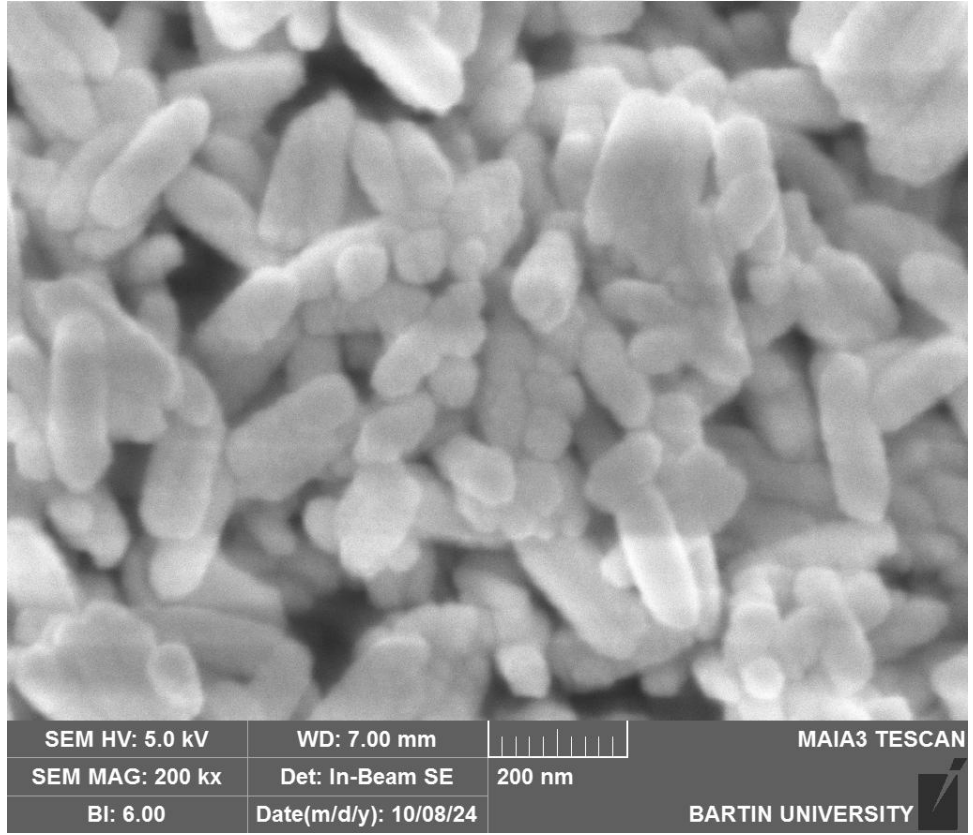
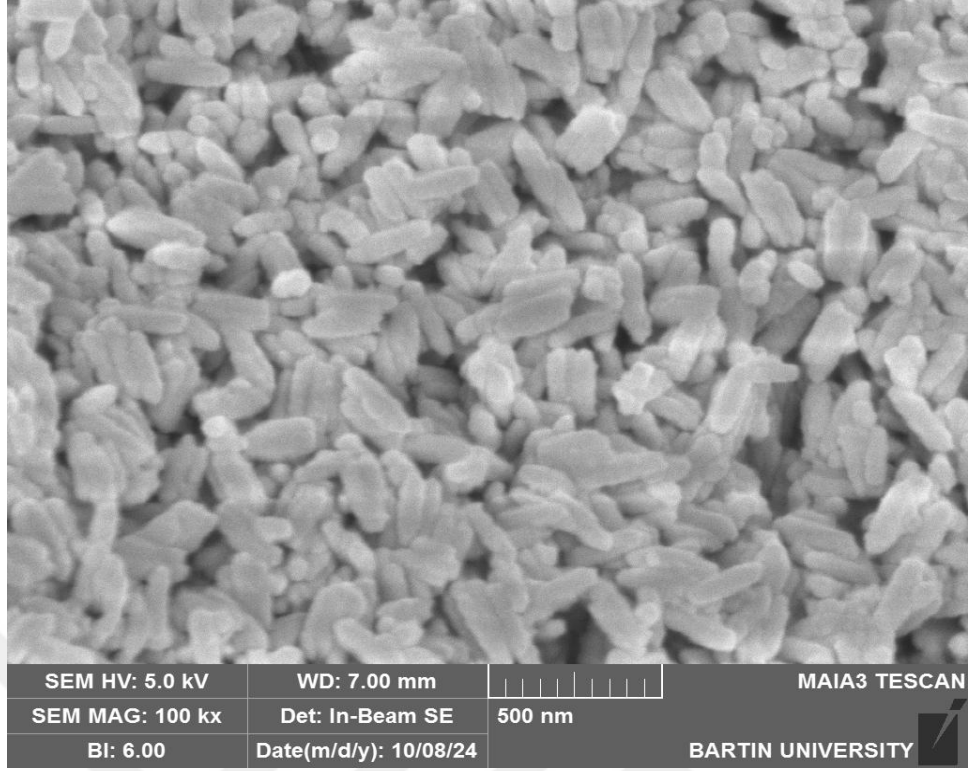




Şekil 3.2. i-iv Farklı büyütülmüş FeOOH ara ürün SEM görüntüleri

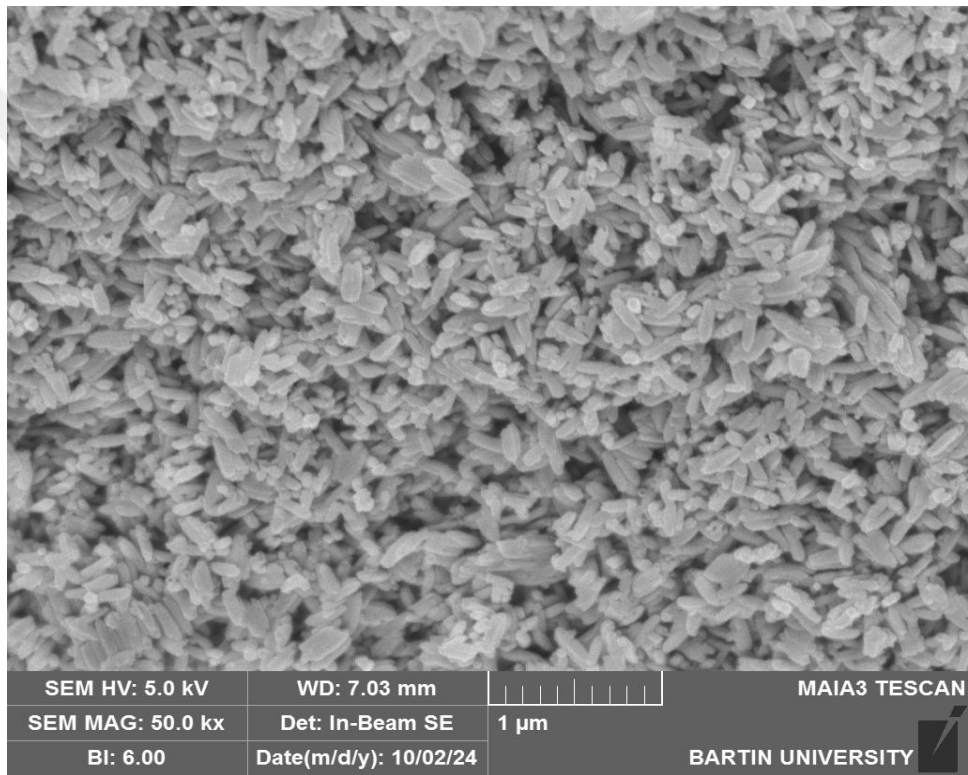
Şekil 3.2 b)'de $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ kompozit malzemesini sırası ile 50.000, 100.000 ve 200.000 kat büyötmeleri verilmiştir. Daha da sınırlı belirginleşen bir yapıya bürünmüştür. FeOOH çözeltisine Dopamine.HCl eklenip belirli sıcakıklarda uzun süre bekletilip oluşturulan $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ nano kompozit yapısının çubuklarında boyutlarında büyüme olduđu saptanmıştır. İlk aşama ile karşılaştırıldığında, işlem sonrası karbon nano çubukların birbirinden ayrılarak dağılmış bir hale geldiği gözlemlenmiştir.

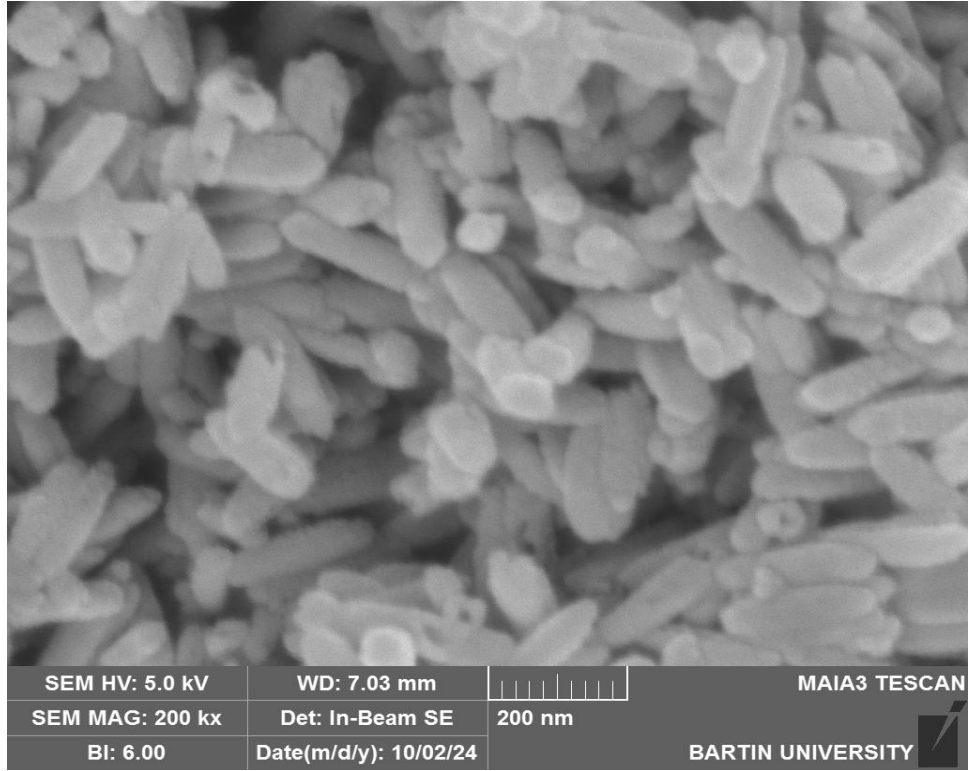
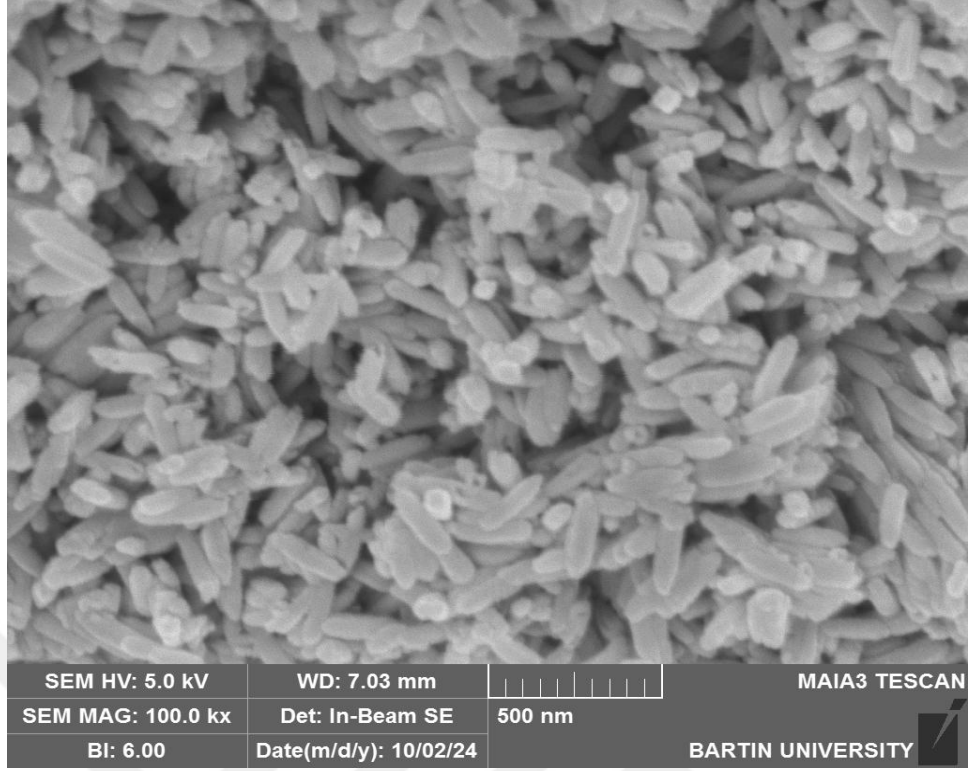




Şekil 3.3. i-iii Farklı büyütülmüş Fe₂O₃@PDA görüntüleri

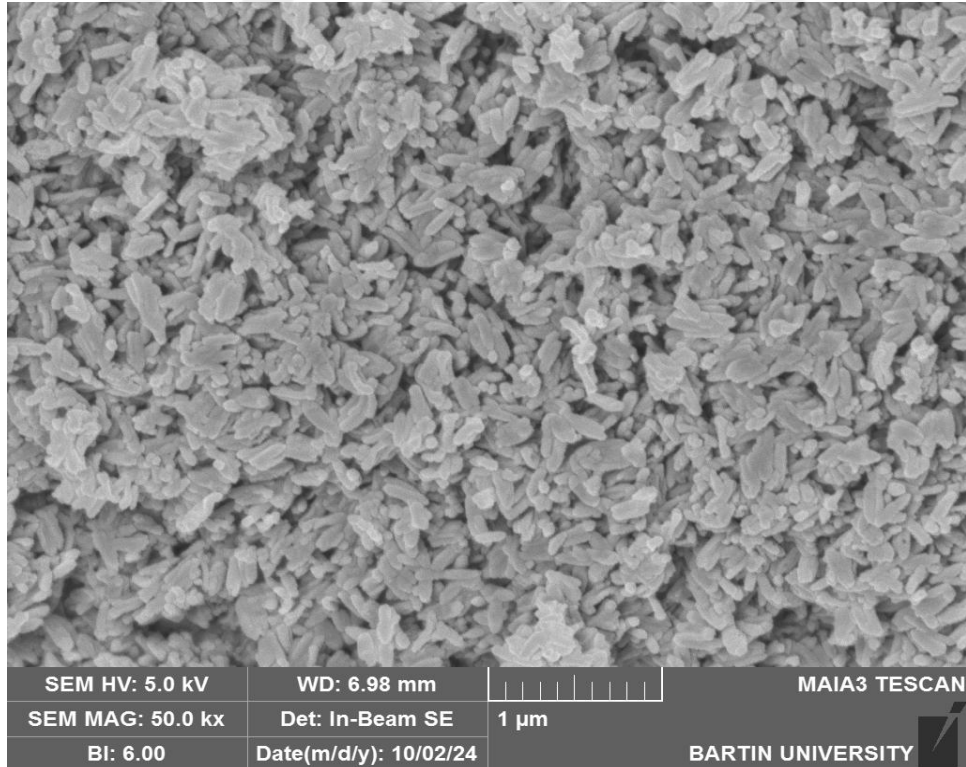
Şekil 3.4.'de $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$ numunesinin i-50.000, ii-100.000 ve iii-200.000 kat büyütülmüş SEM fotoğraflarından görüleceği üzere nano çubukların kristallliğinde, yüzey morfolojisinde, kristal yapı kalitesinde, mikrokristal birleşme yönelimlerinde, granüler yapıda, tane hizalama dağılımlarında, parçacık büyüme dağılımlarında ve özellikle yönelimlerinde belirgin bir iyileşme vardır. Yakma işlemi sonrasında elde edilen $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$, HCl ile yıkama işlemine tabi tutulduktan sonra, karbon nona çubuklar içerisindeki Fe_2O_3 parçacıkları asitle reaksiyona girerek ortamdan ayrıldı. Bu işlem sonucunda içi boş karbon nano çubuklar üretilmiştir.

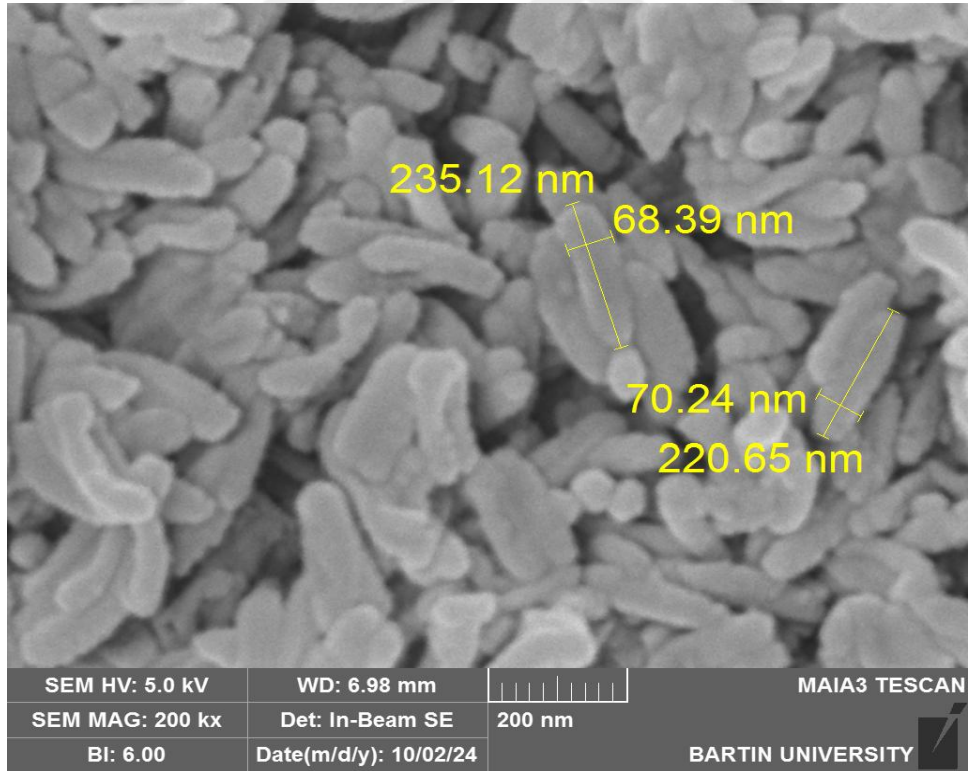
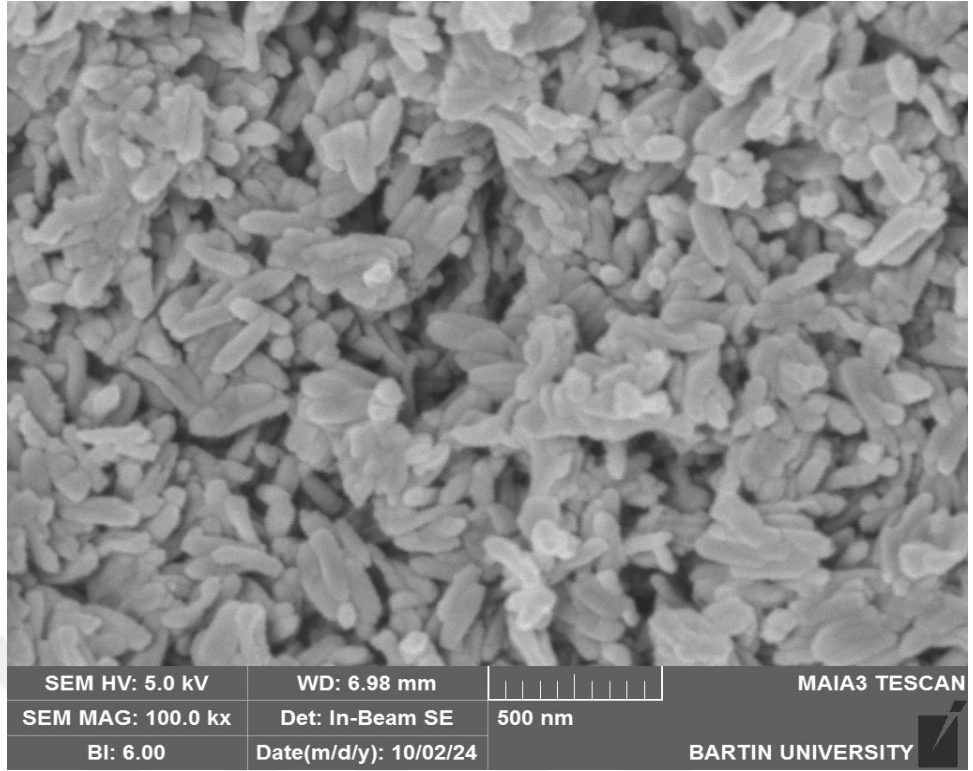




Şekil 3.4. i-iii Farklı büyütülmüş Fe₂O₃@C SEM görüntüleri

Şekil 3.5.'de boş karbon kabukların oluşumu net olarak gösterilmiştir. Son durumda, boş karbon kabukların genişliği 68.39–70.24 nm, uzunluğu ise 220.65–235.12 nm aralığında olduğu gözlemlenmiştir. Açıkça görüldüğü üzere, çubukların reaktif yüzey alanını ciddi bir şekilde artmıştır. Ayrıca, üretilen HCNR'ler yeterli gözenekli hacmi sahip olduğu da görülmüştür. Bu bağlamda bu tez çalışması kapsamında üretilen gerek artan yüzey alan ve gözenekli doğası ile HCNR'ler FDM enkapsüle işlemi için uygun büyüklüklerdir. Diğer bir ifadeyle, içi boş karbon nano çubukların FDM matrisin içindeki kusurları, gözeneklilik yapısını, mikro boşlukları, tabakalar arası bağlantıları ve tane içi ile taneler arası sınır eşleşmelerini düzeltebileceği de söylenebilir. Sonuç olarak, SEM fotoğrafları, üretilen nano-kapsüllerin yüksek kaliteli yüzey morfolojisi sayesinde, yalnızca ileri teknoloji ve büyük ölçekli uygulama alanlarında değil, aynı zamanda batarya gibi enerji verimli yapı sistemlerinde de kullanımını kolaylaştırmaktadır.

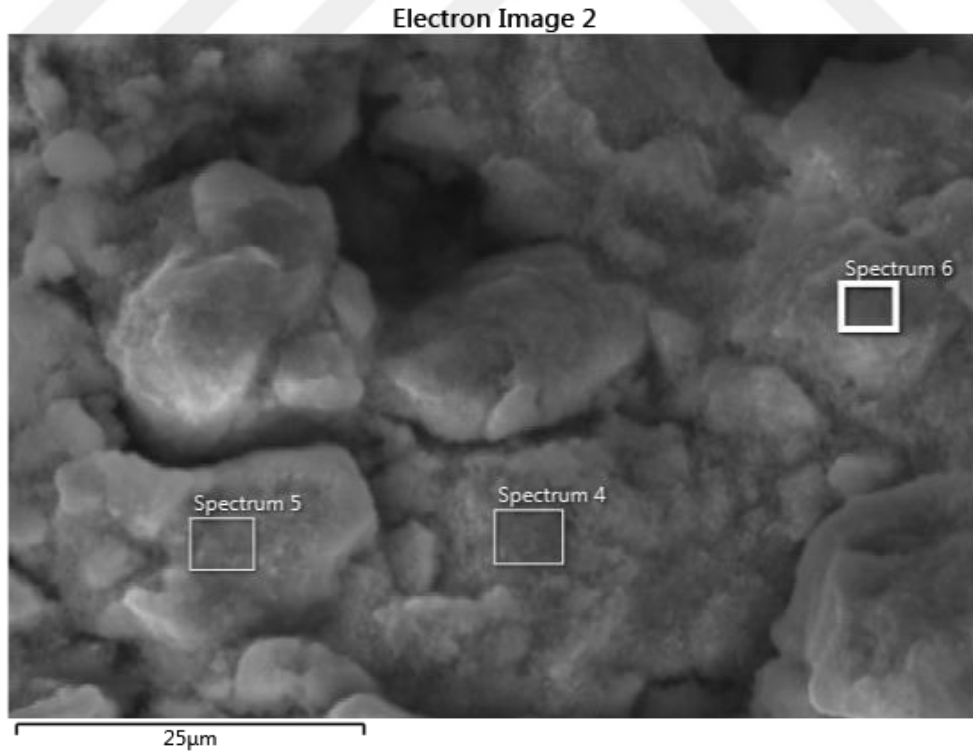


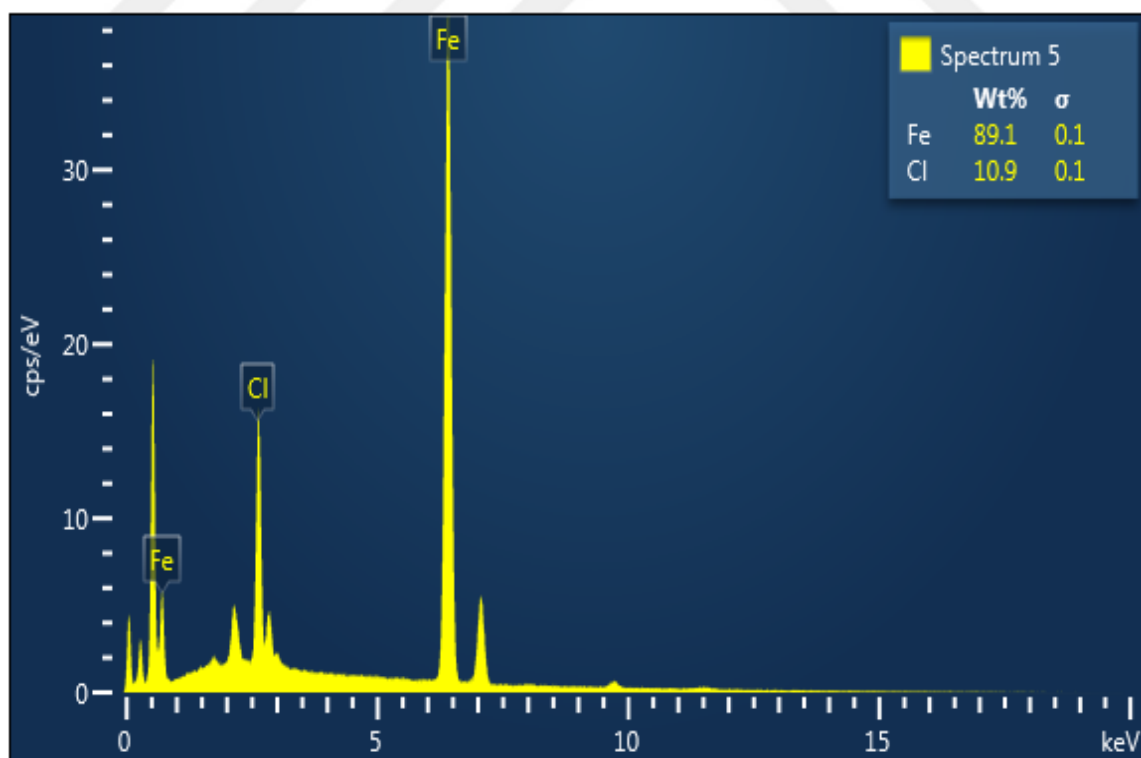
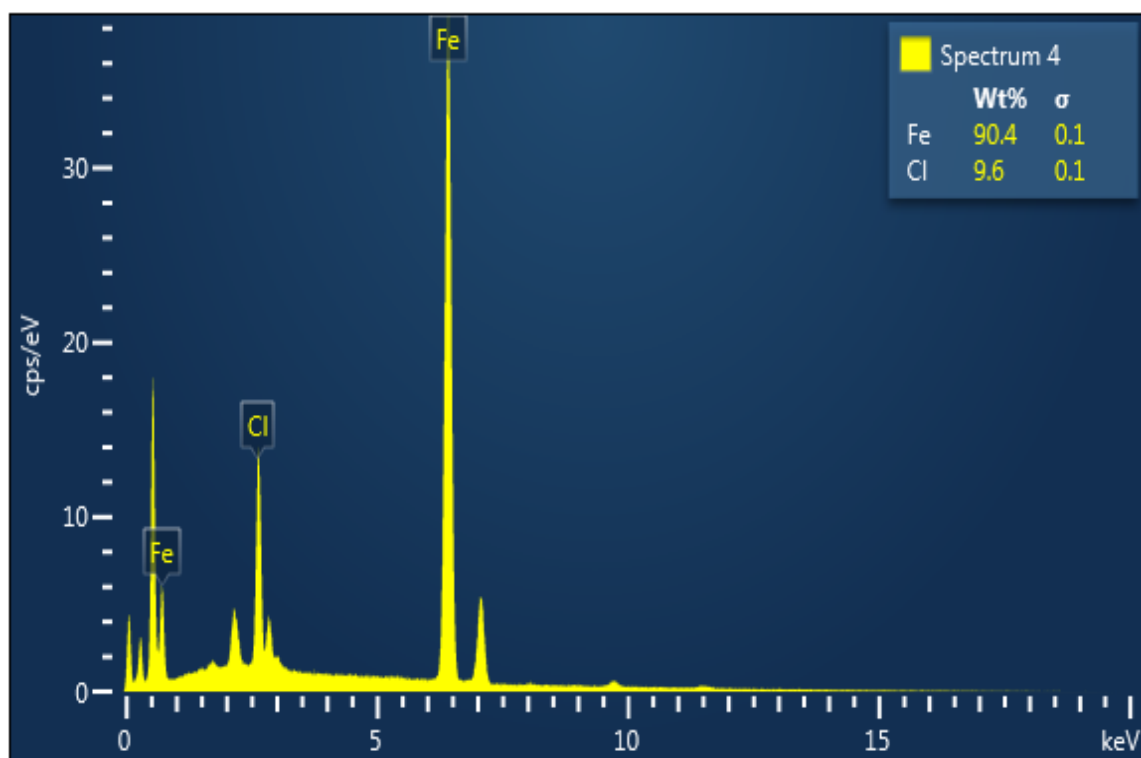


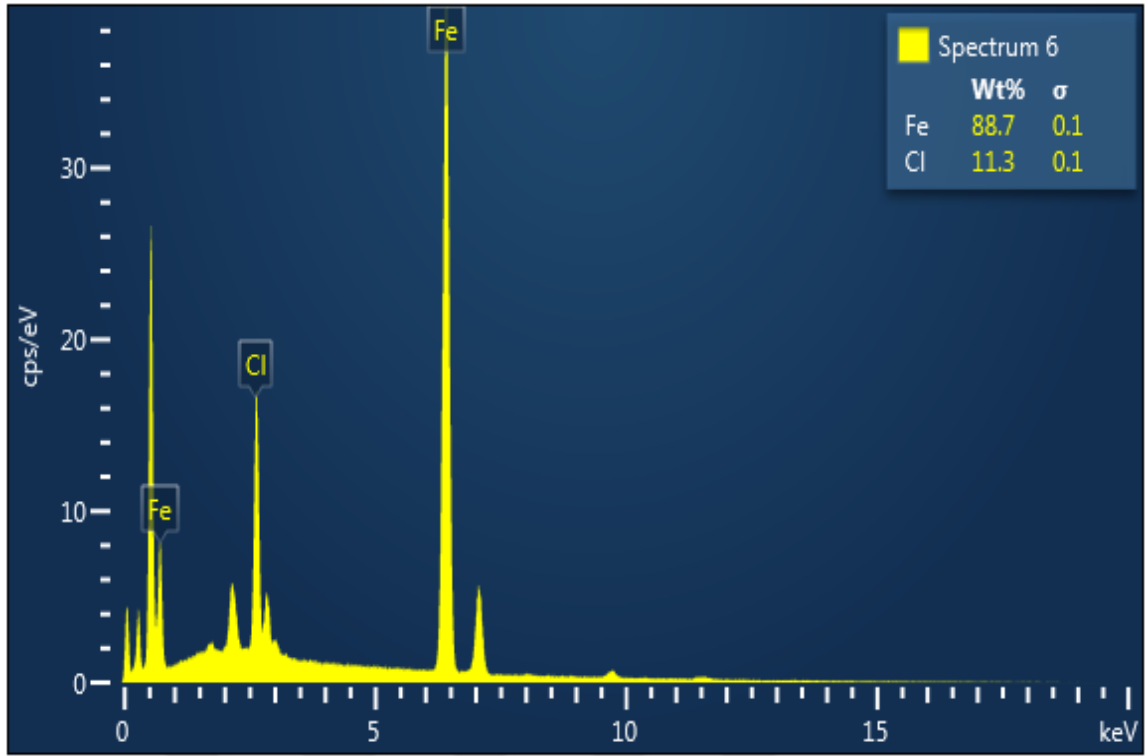
Şekil 3.5. i-iii İçi boş karbon nano çubukların SEM görüntüleri

3.3 Enerji-Ayırımı X-Ray Spektrometresi Araştırmaları

Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı üretilen nano-kapsüllerin üretim aşamasının başarılı olup olmadığını, demir ve karbon atomlarının kristal örgü boyunca homojen dağılıp dağılmadıkları ve üretilen numunelerinin yerel element bileşimlerinin dağılımı Enerji-ayırımı X-ray spektrometresi (EDX) yöntemi vasıtasıyla nicel olarak inceledik. Elde edilen sonuçlar Şekil 3.6, Şekil 3.7. ve Şekil 3.8.'de detaylı olarak verilmektedir. Şekil 3.6.'da ara ürün olan FeOOH'a ait 3 farklı yerinden alınan spektruma bağlı EDX sonuçları yer almaktadır. Beklenildiği üzere FeOOH'ın yaklaşık % 90'ı demir atomu ve %10'u klor atomlarından oluşmaktadır. Grafiklerden görüleceği üzere Fe atomu yüzdesi % 90,4 (Spektrum 4'ten elde edilen), % 89,1 (Spektrum 5'ten elde edilen) ve % 88,7 (Spektrum 6'dan elde edilen) olarak bulunurken Cl yüzdesi % 9,6 (Spektrum 4'ten elde edilen), % 10,9 (Spektrum 5'ten elde edilen) ve % 11,3 (Spektrum 6'dan elde edilen) olarak tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre, FeOOH üretimi istenilen formatta gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.7.'de Fe₂O₃@PDA'a ait 2 farklı yerinden alınan spektruma bağlı EDX sonuçları yer almaktadır.



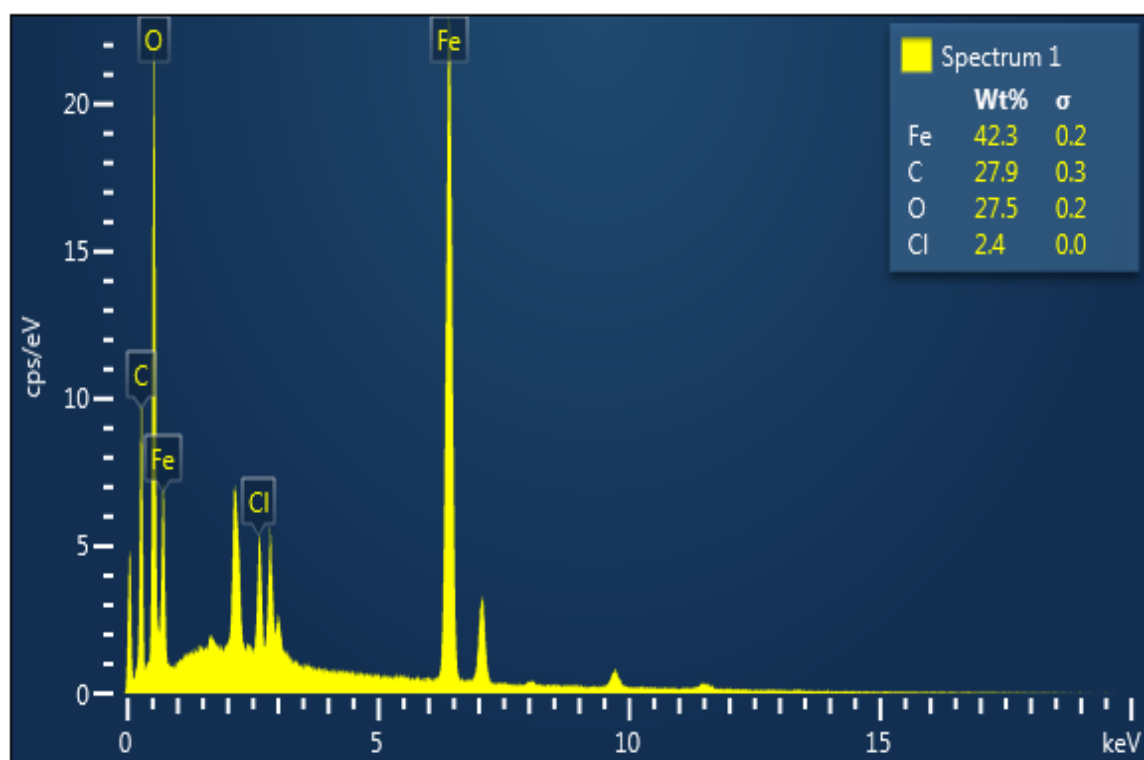
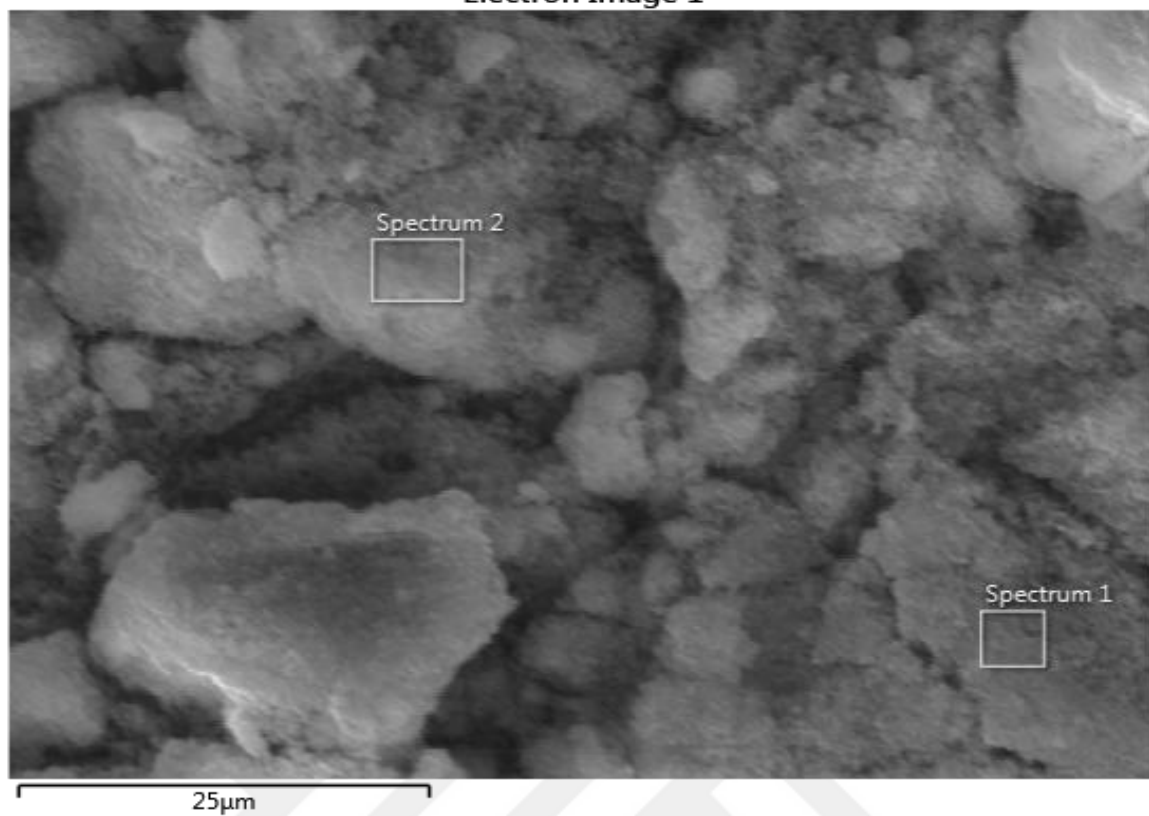


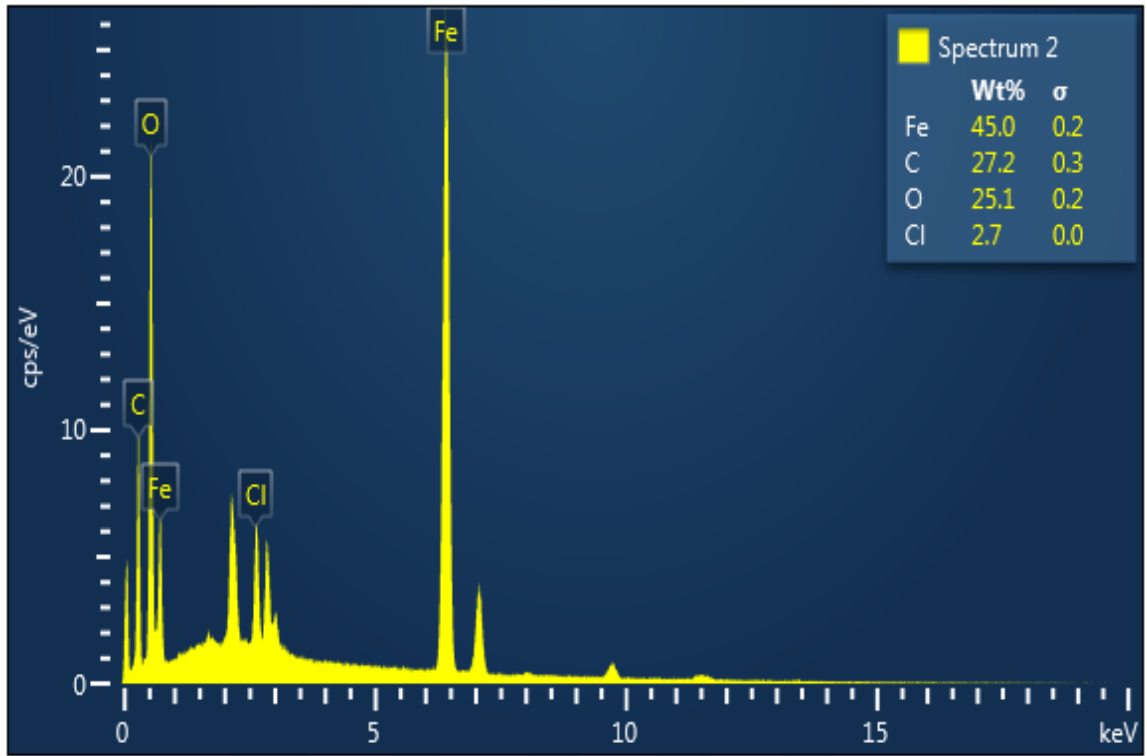


Şekil 3.6. FeOOH ara ürün EDX sonuçları

Şekil 3.7.'de $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ kompozit malzemeye ait EDX sonuçları verilmiştir. 2 farklı yerinden alınan EDX spektruma göre Fe atomu yüzdesi % 42,3 ve % 45,0, C atomu yüzdesi % 27,9 ve % 27,2, O atomu yüzdesi % 27,5 ve % 25,1 ve Cl atomu yüzdesi % 2,4 9 ve % 2,7 (sırasıyla Spektrum 1 ve Spektrum 2) olarak tespit edilmiştir. Her iki spektrumda çok yakın değerler çıkmıştır. Bu değerlere göre üretilen $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ istenilen safsızlıkta olduğu tespit edilmiştir.

Electron Image 1

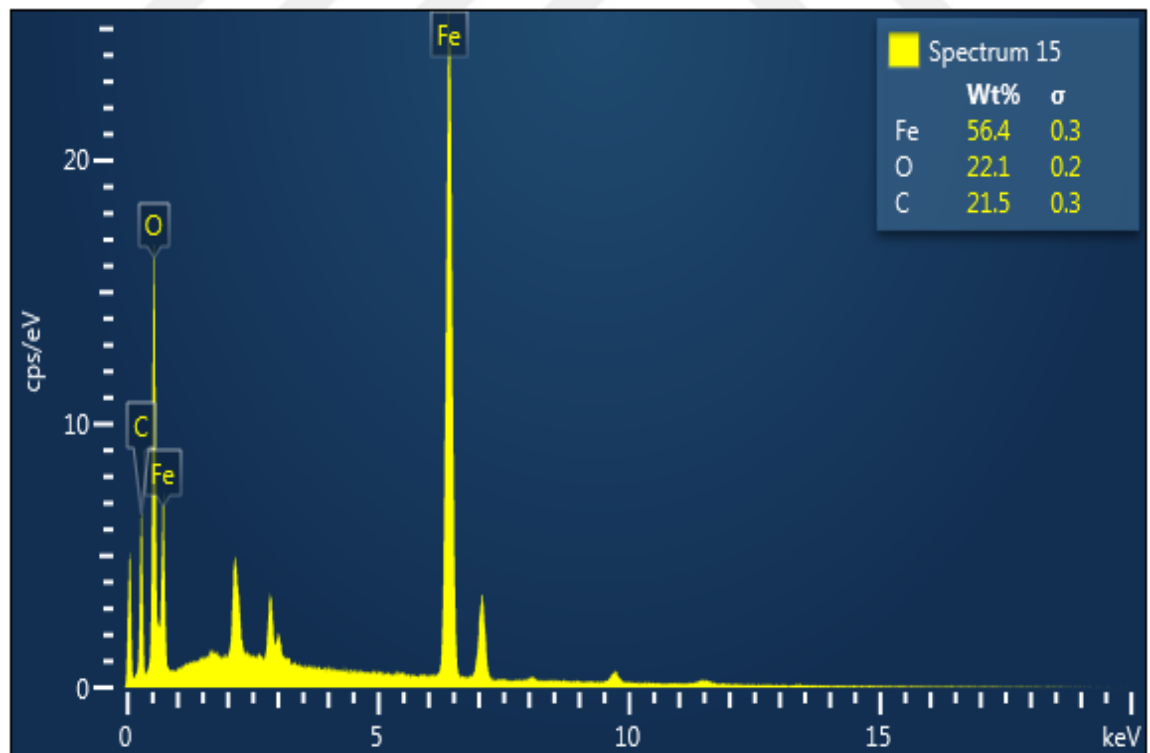
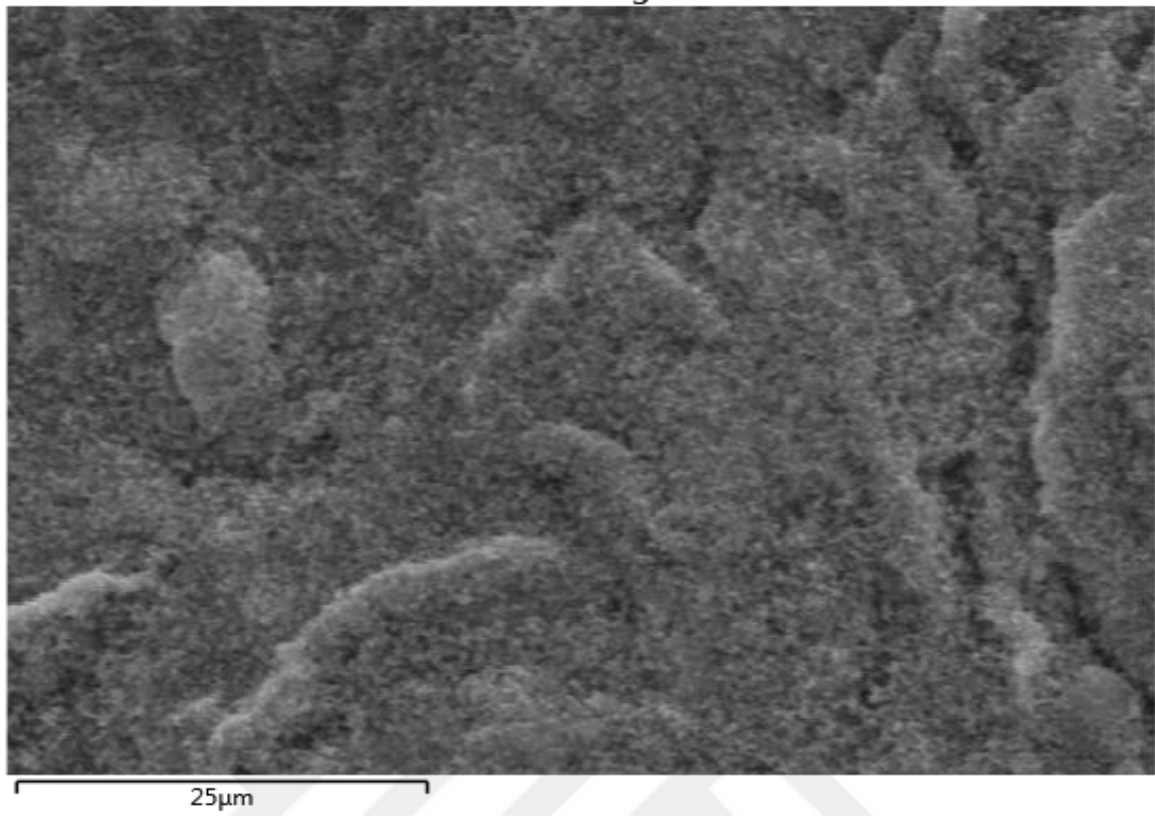




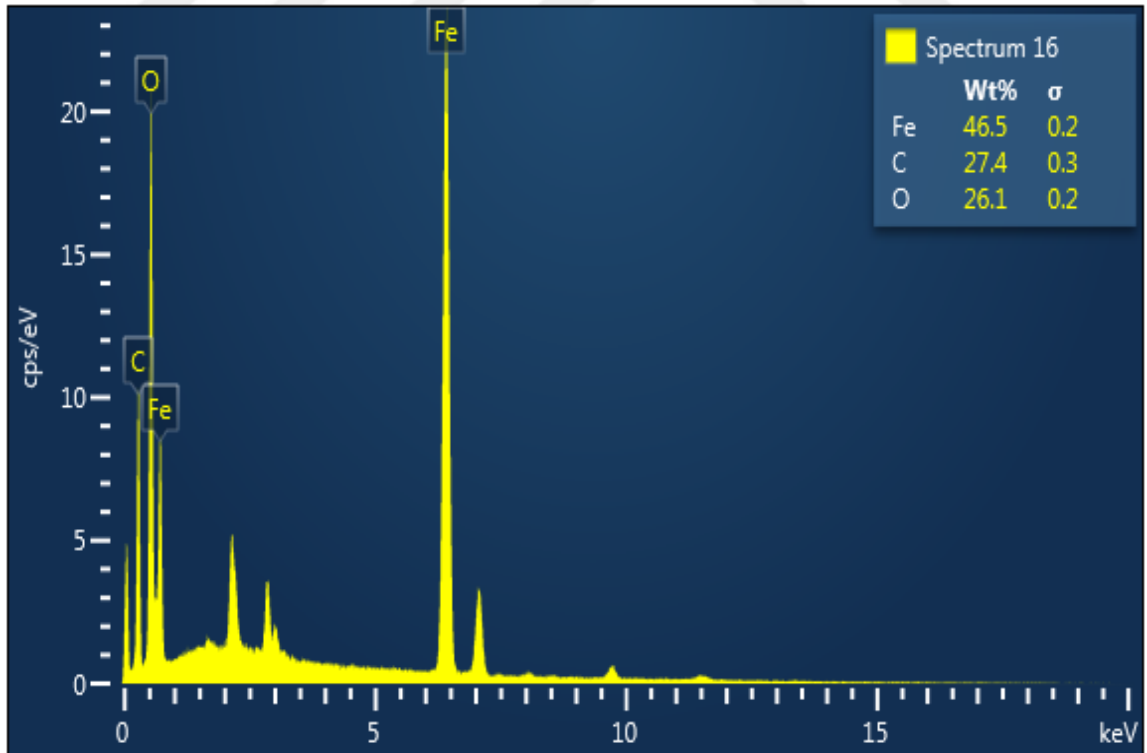
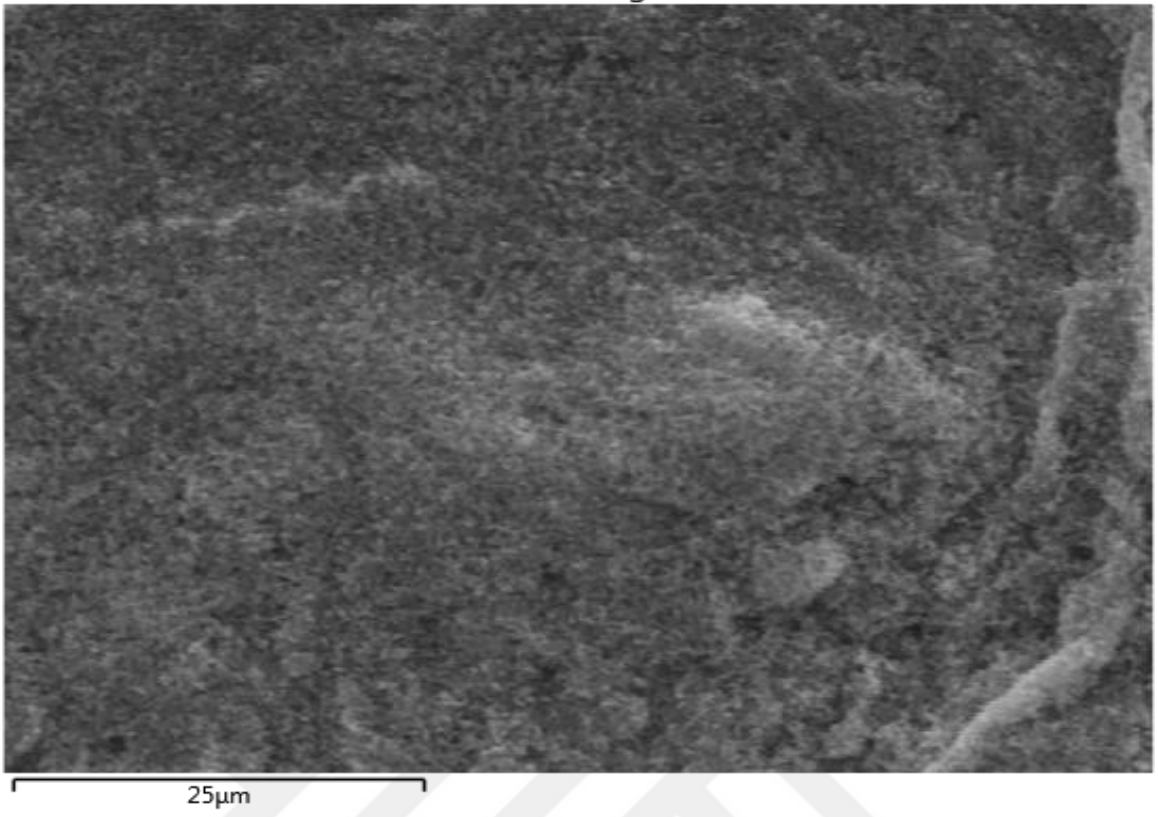
Şekil 3.7. $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{PDA}$ kompozitine ait EDX sonuçları

Şekil 3.8.'de $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$ kaplı malzeme için 2 farklı yerde SEM görüntüsü ve bun ait olan EDX sonuçları paylaşılmıştır. Fe atom yüzdesi, Spektrum 15'ten elde edilen verilere göre %56,4 ve Spektrum 16'dan %46,5 olarak belirlenmiştir. Benzer şekilde, C yüzdesi sırasıyla %22,1 ve %27,4 olarak tespit edilmiştir. Yine, oksijen yüzdesi de sıra ile %21,5 ve %26,1 olarak kayda geçmiştir. Bu sonuçlar, $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{C}$ üretiminin istenilen formatta gerçekleştirildiğini göstermektedir. Görüleceği üzere, süreç işlemesi ile malzeme içi demir oranı azalmakta ve Cl atomu tamamen ortadan kalkmaktadır. Bu veriler üretilmek istenen malzemenin genel yapısını bize vermektedir. Bu durum, SEM ölçümlerinden elde edilen sonuçlar ile birleştirilirse, malzemenin kristal yapısında ve genel mekanik performans özelliklerinde iyileşme ile kristal yapının istenilen stokiyometrilere üretilmesidir. Sonuç olarak, EDX ölçümleri bize istenilen matriste ürün üretiminin gerçekleştirilebileceğini göstermektedir.

Electron Image 11



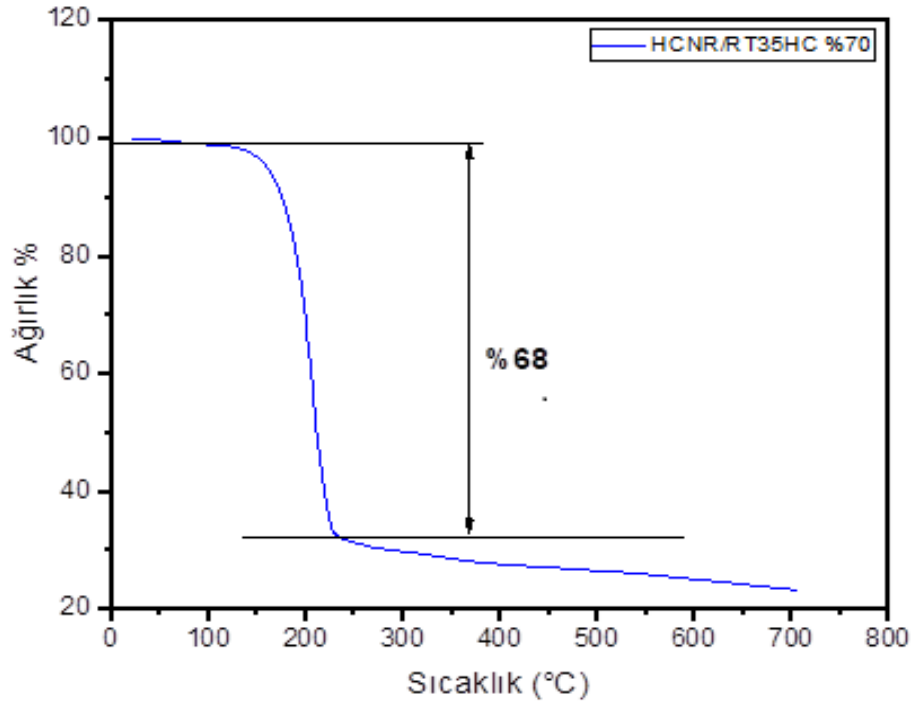
Electron Image 12



Şekil 3.8. Fe₂O₃@C EDX sonuçları

3.4 Sentezlenen İçi Boş Nano Karbon Çubukların Termal Analizi

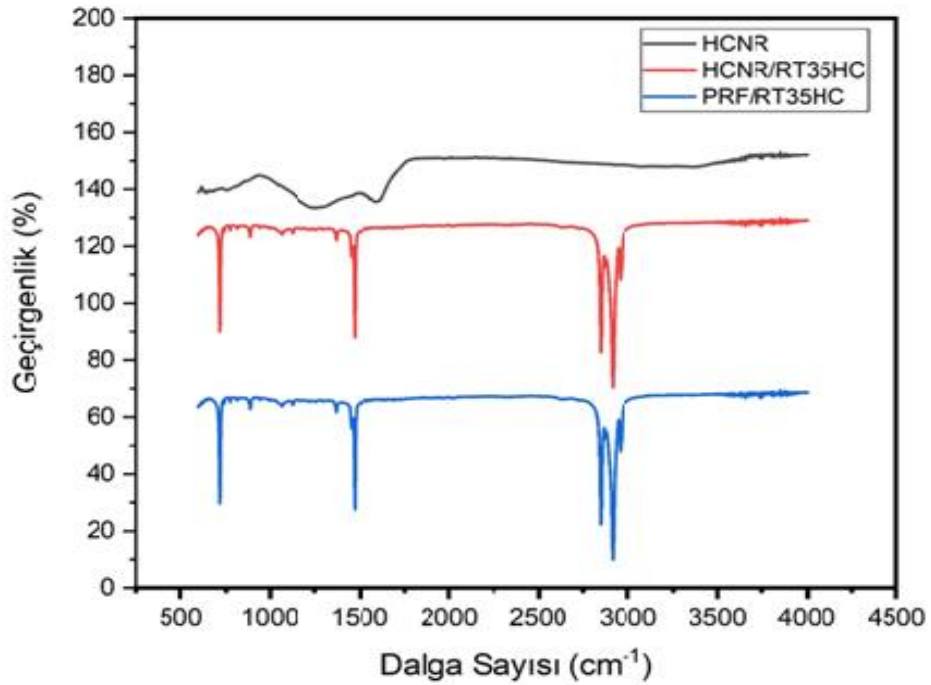
Kompozit malzeme içindeki FDM'nin termal kararlılığını analiz etmek ve yüksek sıcaklıklardaki kütle kaybını belirlemek amacıyla Hitachi marka STA-7300 model cihaz kullanılarak TGA analizi gerçekleştirilmiştir. Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı üretilen nano-kapsüllerin TGA eğrisi Şekil 3.9.'da verilmiştir. TGA analizi, oda sıcaklığından 700°C'ye kadar, dakikada 5°C'lik sıcaklık artışıyla gerçekleştirilmiştir. Analiz sırasında inert gaz olarak azot kullanılmıştır. HCNR/RT35HC numunesi seramik kuvars içerisine yerleştirilerek cihazda ölçüme tabi tutulmuştur. Deneysel sonuçlara göre, 140 °C'den önceki ağırlık kaybı, yapıdaki suyun uzaklaşmasına ve bazı organik türlerin yapıdan ayrışmasına atfedilebilir. 240 °C'nin üzerindeki ikinci ağırlık kaybı (%68 civarında bir kayıp), nano-kapsüllerin oluştuğunu göstermektedir. Diğer bir deyişle RT35HC neredeyse tamamına yakını buharlaşmıştır. TGA analizi bize üretilen numunelerin oluştuğunu göstermiştir. Kütle kaybı, 400°C'den sonra kayıp oranı düşmüştür.



Şekil 3.9. Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı üretilen nano-kapsüllerin TGA analizi

3.5 Sentezlenen İi Boş Nano Karbon ubukların FT-IR Analizi

Sentezlenen Saf FDM, HCNr ve kompozit boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin kimyasal özelliklerini analiz etmek amacıyla Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) kullanılmıştır. FT-IR analizi, Termogravimetrik Analiz ile aynı ortamda gerçekleştirilmiş olup, Shimadzu IRAffinity-1 cihazı, TGA cihazına bağlantı elemanları ile entegre edilerek analiz yapılmıştır. FT-IR ölçümleri 600 ile 4000 cm^{-1} dalga boyu aralığında, oda sıcaklığında alınmış ve son ürün kompozit FDM'nin kimyasal bileşimi detaylı olarak incelenmiştir. Grafik incelendiğinde Şekil 3.10., 2910 cm^{-1} piki saf FDM'de bulunan C-H gruplarına ait karakteristik titreşimleri yansıttığı görülmektedir. Benzer şekilde, HCNr/RT35HC spektrumunda 2918 cm^{-1} , saf FDM spektrumunda ise 2910 cm^{-1} 'de belirlenen bantlar, C-H gerilme titreşimlerini doğrulamaktadır. Saf karbon durumuna geçildiğinde ise bu pikler tamamen ortadan kaybolması nihai ürün üretiminin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini ve kimyasal yapısının hedeflenen şekilde oluştuğunu kanıtlamaktadır. Bu sonuçlar, sentezlenen kompozitin yapısal bütünlüğünün ve bileşenler arasındaki etkileşimlerin başarılı bir şekilde sağlandığını göstermektedir.



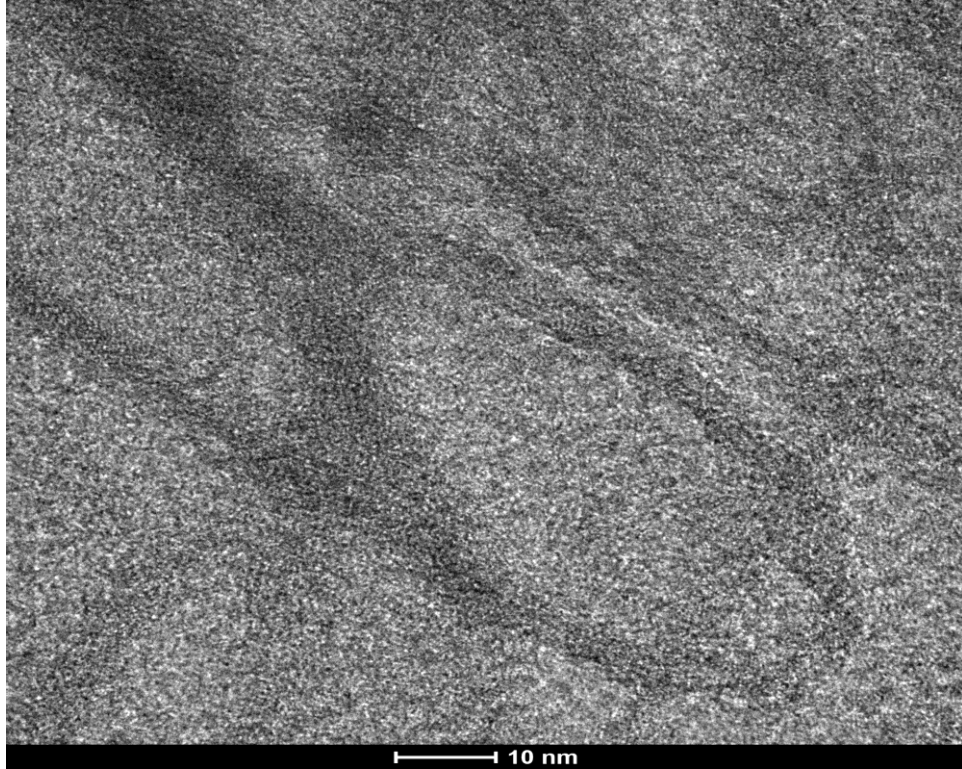
Şekil 3.10. Saf FDM, HCNr ve kompozit boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin FT-IR analizi

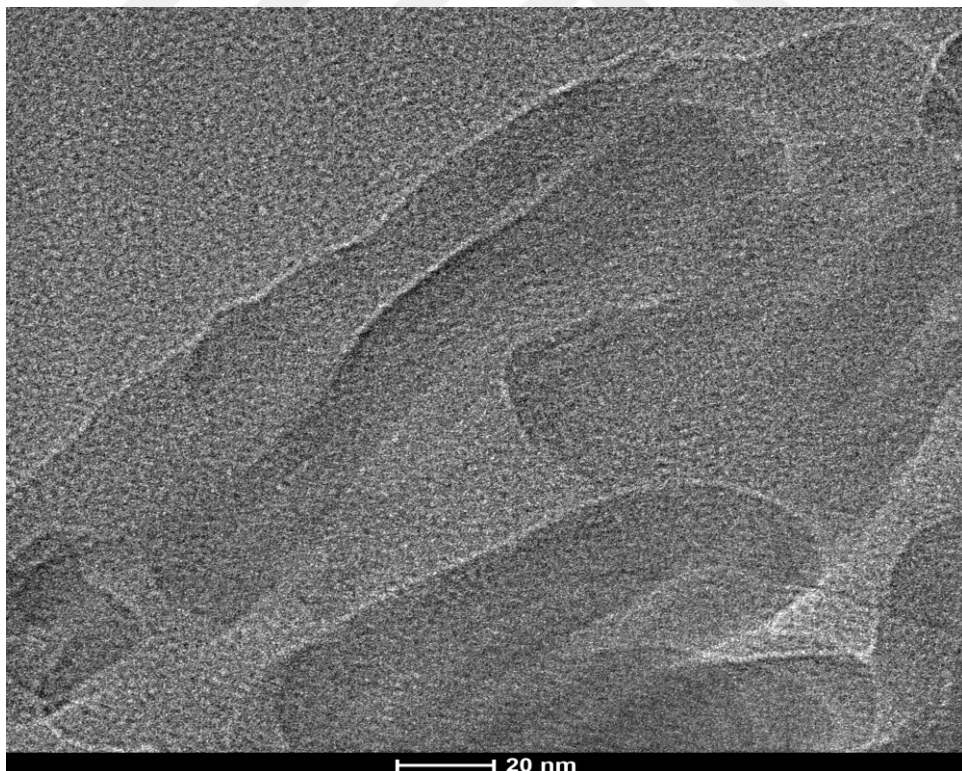
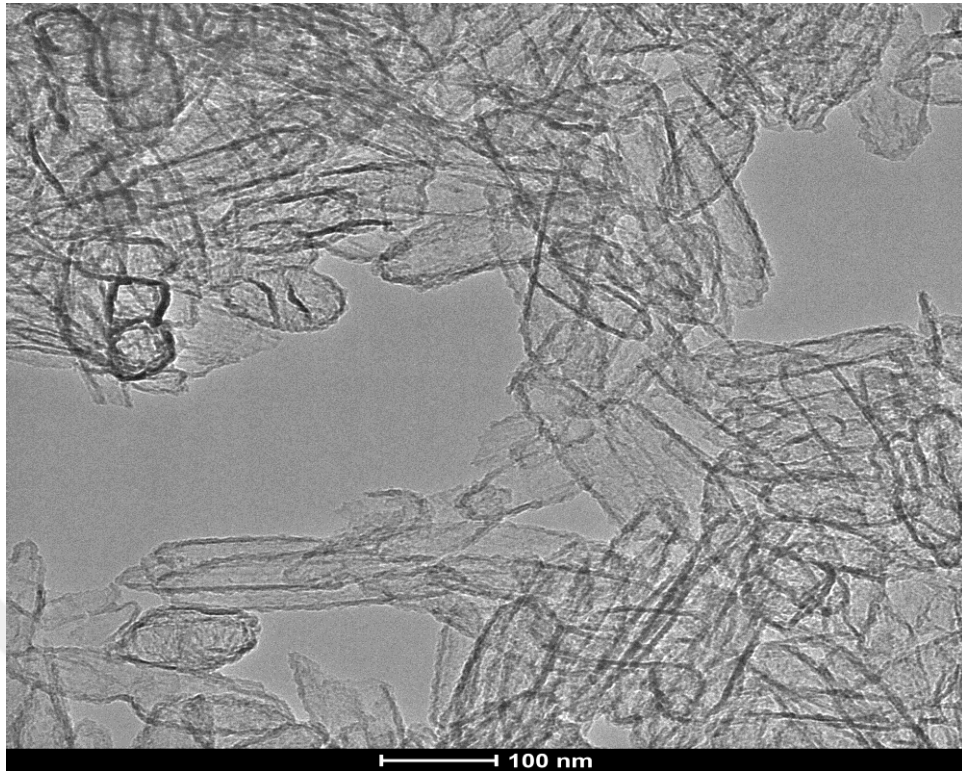
3.6 Numunelerin TEM Görüntüleri

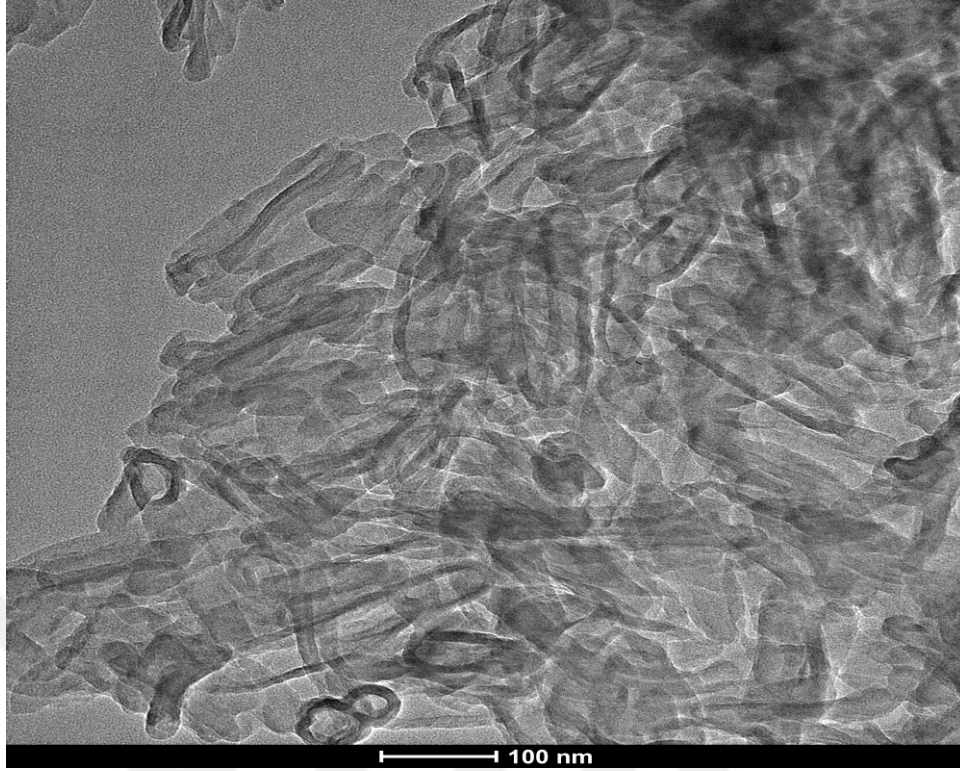
Şekil 3.11. i ve 3.11. ii'de tez kapsamında üretilen içi boş karbon nano çubuklara ait Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüleri verilmiştir. Bu görüntülerde, kristal halde bulunan karbon nano çubukların morfolojisi net bir şekilde gözlemlenmektedir. Karbon nano çubuklarına enkapsüle FDM'nin TEM görüntüleri ise Şekil 3.11. iii'de sunulmaktadır.

Şekil 3.11. i detaylı bir şekilde incelendiğinde, küçük kristallenmelerin birleşmesiyle oluşan karbon nano çubukların, belirgin bir çubuksu yapıya sahip olduğu görülmektedir. Şekil 3.11. iii'de ise FDM ile doldurulmuş karbon nano çubukların daha net ve belirgin bir görüntü verdiği gözlemlenmektedir. Yine, Şekil 3.11. iii nano çubukların yönelimlerinin tek taraflı ve düzenli olduğu belirlenmiştir. Bu durum Şekil 3.11. iv TEM fotoğrafında daha net olarak gösterilmiştir.

Bu kapsamda elde edilen TEM analizleri, FDM'nin karbon içerisine uygun koşullarda başarılı bir şekilde enkapsüle edildiğini ve karbon küre içerisinden sızmasını önleyerek stabil bir yapı oluşturduğunu doğrulamaktadır. Bu bulgular, kompozit FDM'nin homojen bir dağılım gösterdiğini ve karbon kürelerin içine etkin bir şekilde yerleştiğini ortaya koymaktadır.







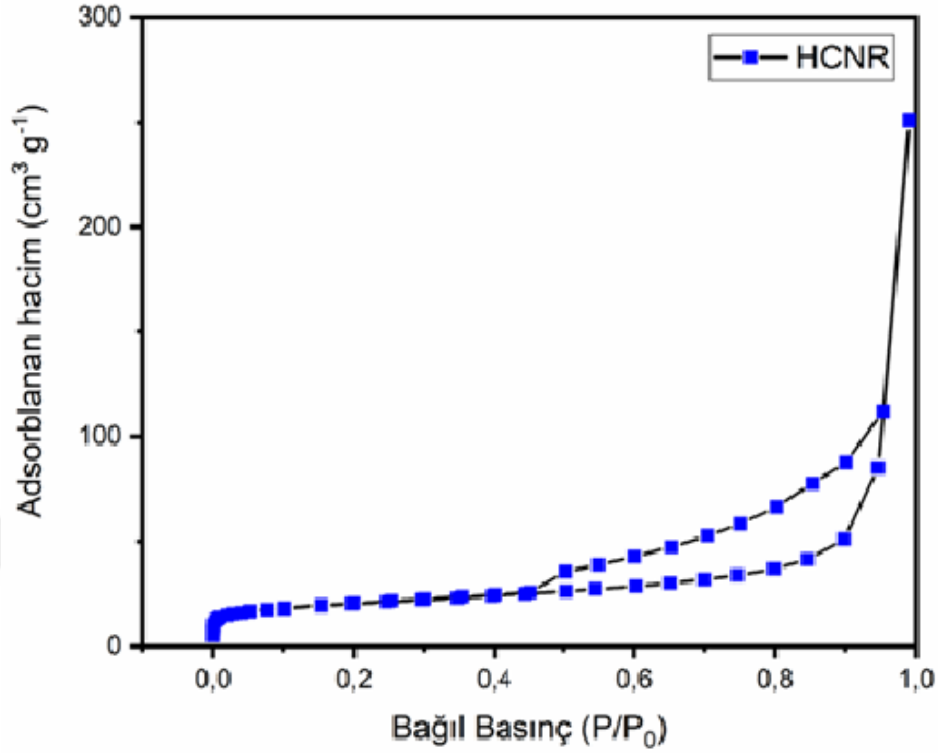
Şekil 3.11. i-iv HCNR ve kompozit boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin TEM görüntüleri

3.7 Brunauer-Emmett-Teller Analiz Sonuçları

Karbon malzemenin yüzey alanı ve gözenekli yapısının karakterizasyonu, Brunauer-Emmett-Teller (BET) analizi vasıtası ile gerçekleştirilmiştir. Analiz, Quantochrome marka cihaz kullanılarak yapılmış olup, ölçüm öncesinde numuneye 220°C sıcaklık altında 10 saat boyunca degaz işlemi uygulanmıştır.

BET analizi sonucunda Şekil 3.12., karbon malzemenin özgül yüzey alanının 2000.177 m²/g olarak belirlendiği tespit edilmiştir. Bu değer, malzemenin oldukça yüksek bir yüzey alanına sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca, üretilen HCNR'ler yeteri gözenekli hacmi sahip olduğu da görülmüştür. Bu bağlamda BET sonuçları üretilen HCNR'ler artan yüzey alan ve gözenekli doğası ile FDM enkapsüle işlemi için uygun büyüklükte olduğu tespit edilmiştir. Bilindiği üzere, yüksek yüzey alanı, malzemenin çeşitli uygulamalarda (örneğin, enerji depolama, kataliz ve adsorpsiyon) etkinliğini artıran önemli bir faktördür. Bu bulgular, geliştirilen karbon malzemenin ileri düzey teknolojik uygulamalarda

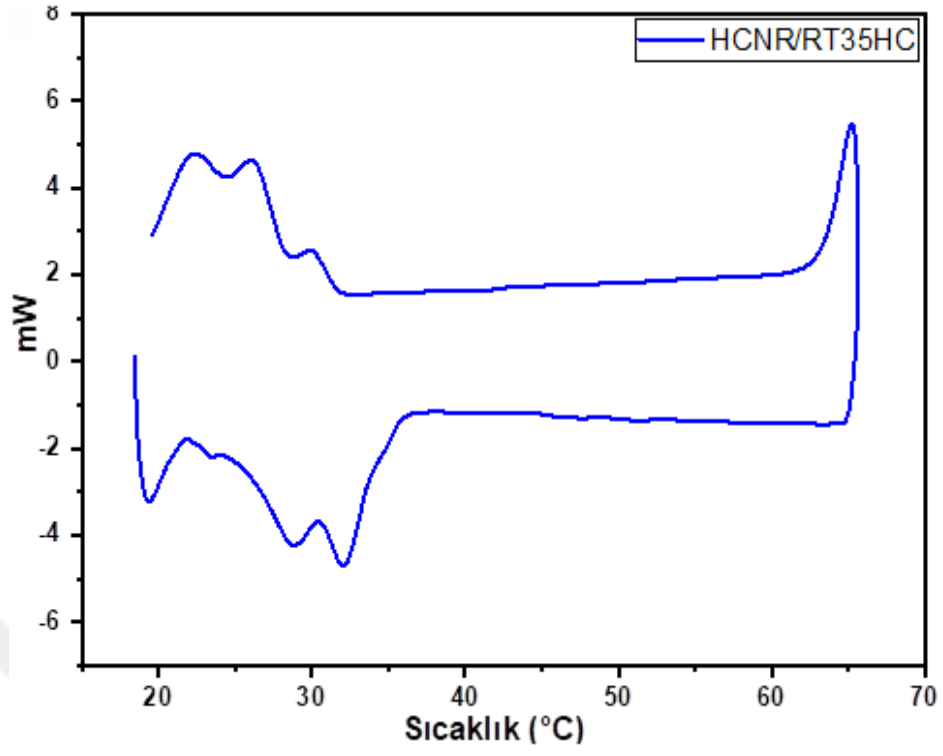
kullanılabilirliğini desteklemekte ve özellikle yüksek yüzey alanı gerektiren süreçler için güçlü bir aday olduğunu göstermektedir.



Şekil 3.12. HCNRe ait BET analiz sonuçları

3.8 FDM Esaslı Nano-kapsül Kompozitlerin DSC Analizleri

Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin DSC analizlerine göre, sıcaklık aralıklarında hem endotermik hem de ekzotermik pikler mevcuttur. Detaylı olarak, 20-35°C aralığında birkaç küçük endotermik ve ekzotermik pikler görülmektedir (Şekil 3.13.). Bu dalgalanmalar, RT35HC'nin karbon yüzeyinde kısmen adsorbe (etkileştiğini) olduğunu (kompozitin homojenliğini) göstermektedir. Buna karşın, 60-65°C civarında keskin bir endotermik pik kaydedilmiştir. Bu sıcaklıkta ortaya çıkan pik, FDM'nin erime sıcaklığını göstermektedir. Bilindiği üzere, RT35HC materyali, tipik olarak yaklaşık 35-40°C arasında erir, ancak karbon katkısı ile erime sıcaklığı değişmiş olabilir. Bu da istenilen kompozit yapının üretildiğini göstermektedir. Daha açık bir ifadeyle, içi boş karbon nano çubuklar, ısı transferini ve faz değişim davranışını etkilemiş, ve böylelikle RT35HC'nin faz geçiş piki genişlemiş veya sıcaklık kayması göstermiştir.



Şekil 3.13. Boş karbon kabuk enkapsülasyonlu FDM esaslı nano-kapsüllerin DSC analizleri

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışma temelinde üretilen bilgiler, dünyamızda hızlıca artan fosil kaynak kullanımının yerine alternatif olarak kullanılacak kaynakların önemini göstermek üzerinedir. Özellikle batarya teknolojisinin karşılaştığı problemlerde çözüm bulmasında dar boğaza girmesi bu çalışmanın sonuçlarını daha da değerli kılmaktadır. Bu bağlamda, elektrifikasyon uygulamaları fosil yakıtların çevresel etkilerini azaltmak ve sürdürülebilir enerji kaynaklarına yönelmek büyük bir önem taşımaktadır. Ayrıca yapılan çalışmalar göstermektedir ki, EA ve EHA araçların verimlilik ve maliyet açısından iyileştirilmesi gereken en önemli bileşeni batarya teknolojisidir. Bataryaların enerji depolama kapasiteleri, ömürleri, şarj süreleri, dayanıklılıkları ve sıcaklık (ısınma-soğuma) yönetimi gibi faktörler, elektrikli araçların performansını doğrudan etkilemektedir. Bu noktada, bataryaların ısısal yönetimi ve soğutma sistemleri büyük bir öneme sahiptir. Bu çalışmada, batarya sistemlerinde kullanılabilecek yeni nesil soğutma teknolojileri geliştirilmiş ve bu teknolojilerde kullanılan malzemelerin özellikleri detaylı bir şekilde incelenmiştir. Özellikle, içi boş karbon kabuklarının üretimi, bu malzemelerin istenilen saflıkta olup olmadığı SEM, EDX, BET, TEM, DSC ve FTIR gibi çeşitli standart karakterizasyon yöntemleriyle incelenmiştir. Elde edilen deneysel veriler, içi boş karbon kabuklarının beklenen karakteristik özelliklere sahip olduğunu ortaya koymuştur. Bu bağlamda, üretilen kabuklar FDM'ye enkapsüle edilerek nano-kapsüller oluşturulmuştur. Üretilen nanokapsüllerin (endüstri ve teknoloji uygulama alanında kullanılabilirliği) genel özellikleri ise kuma testi, SEM, TEM, EDX, STEM, XRD, BET ve elemental analiz gibi detaylı yöntemlerle incelenmiştir. Elde edilen bulgular, bu nano-kapsüllerin yüksek verimlilik ve dayanıklılıkla çalışabilecek şekilde tasarlandığını göstermektedir. Ayrıca, elde edilen sonuçlar doğrultusunda içi boş karbon kabuklarıyla kaplanan bataryaların daha yüksek termal iletkenlik, daha iyi mukavemet ve daha geniş sıcaklık aralıklarında sabit çalışabilme yeteneğine olanak tanıyacağı bulunmuştur. Bu sonuçlar, batarya sistemlerinde termal yönetim açısından önemli gelişmeler kaydedildiğini ve gelecekte bu tür teknolojilerin daha verimli ve dayanıklı bataryalar üretme potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir. Benzer olarak, üretilen içi boş karbon kabuk enkapsülasyonlu faz değiştiren malzeme esaslı nano-kapsüllerin batarya teknolojilerinin daha geniş sıcaklık aralığında kullanılabilmesine olanak sağlayacaktır. Bu bağlamda, tez çalışmasında üretilen nihai ürün bataryaların ömrünü uzatmakla kalmayıp termal iletimi ve mukavemeti artırarak bataryanın verimini arttıracaktır. İleriki dönemlerde, bu veya benzer uygulamalar farklı alanlarında çok daha fazla alanda karşımıza çıkacaktır.

5. KAYNAKLAR

Bandhauer, T. M., Garimella, S., ve Fuller, T. F. (2011). A critical review of thermal issues in lithium-ion batteries. *Journal of The Electrochemical Society*, 158(3), R1. <https://doi.org/10.1149/1.3515880>

Botelho Junior, A. B., Stopic, S., Friedrich, B., Tenório, J. A. S., ve Espinosa, D. C. R. (2021). Cobalt recovery from li-ion battery recycling: A critical review. *Metals*, 11(12), 1999. <https://doi.org/10.3390/met11121999>

Chen, D., Jiang, J., Kim, G. H., Yang, C., ve Pesaran, A. (2016). Comparison of different cooling methods for lithium-ion battery cells. *Applied Thermal Engineering*, 94, 846–854. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2015.10.015>

Chen, S., ve diğerleri. (2017). Enhanced electrochemical performance of layered lithium-rich cathode materials by constructing spinel-structure skin and ferric oxide islands. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 9(10), 8669–8678. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b14862>

Deng, Y., Feng, C., E, J., Zhu, H., Chen, J., Wen, M., & Yin, H. (2018). Effects of different coolants and cooling strategies on the cooling performance of the power lithium ion battery system: A review. *Applied Thermal Engineering*, 142, 10–29. <https://doi.org/10.1016/J.APPLTHERMALENG.2018.06.043>

Fan, E., ve diğerleri. (2020). Sustainable recycling technology for li-ion batteries and beyond: Challenges and future prospects. *Chemical Reviews*, 120(14), 7020–7063. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.9b00535>

Fotouhi, A., Auger, D. J., Propp, K., Longo, S., ve Wild, M. (2016). A review on electric vehicle battery modelling: From lithium-ion toward lithium-sulphur. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 56, 1008–1021. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.12.009>

García-Plaza, M., Serrano-Jiménez, D., Eloy-García Carrasco, J., ve Alonso-Martínez, J. (2015). A Ni-Cd battery model considering state of charge and hysteresis effects. *Journal of Power Sources*, 275, 595–604. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.11.031>

Hannan, M. A., Hoque, M. M., Hussain, A., Yusof, Y., ve Ker, P. J. (2018). State-of-the-art and energy management system of lithium-ion batteries in electric vehicle applications: Issues and recommendations. *IEEE Access*, 6, 19362–19378. <https://doi.org/10.1109/access.2018.2817655>

Hannan, M. A., Hoque, M. M., Hussain, A., Yusof, Y., ve Ker, P. J. (2018). State-of-the-art and energy management system of lithium-ion batteries in electric vehicle applications: Issues and recommendations. *IEEE Access*, 6, 19362–19378. <https://doi.org/10.1109/access.2018.2817655>

Kwade, A., ve Diekmann, J. (Ed.). (2018). Recycling of lithium-ion batteries. içinde Sustainable production, life cycle engineering and management (ss. 1–200). Cham: Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-70572-9>

Lai, Q., Zhang, H., Li, X., Zhang, L., ve Cheng, Y. (2013). A novel single flow zinc-bromine battery with improved energy density. *Journal of Power Sources*, 235, 1–4. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2013.01.193>

Liu, C., Xu, D., Weng, J., Zhou, S., Li, W., Wan, Y., Jiang, S., Zhou, D., Wang, J., ve Huang, Q. (2020). Phase change materials application in battery thermal management system: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 124, 109797. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2020.109797>

Liu, X., Zhang, C. F., Zhou, J. G., Xiong, X., ve Wang, Y. P. (2022). Thermal performance of battery thermal management system using fins to enhance the combination of thermoelectric cooler and phase change material. *Applied Energy*, 322(March), 119503. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2022.119503>

Luo, J., Zou, D., Wang, Y., Wang, S., ve Huang, L. (2022). Battery thermal management systems (BTMS) based on phase change material (PCM): A comprehensive review. *Chemical Engineering Journal*, 430(P1), 132741. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.132741>

Murali, G., Sravya, G. S. N., Jaya, J., & Naga Vamsi, V. (2021). A review on hybrid thermal management of battery packs and it's cooling performance by enhanced PCM. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 150, 111513. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2021.111513>

Neumann, J., ve diğerleri. (2022). Recycling of lithium-ion batteries—Current state of the art, circular economy, and next generation recycling. *Advanced Energy Materials*, 12(17), 2102917. <https://doi.org/10.1002/aenm.202102917>

Pesaran, A. (2001). Battery thermal management in EVs and HEVs: Issues and solutions. *Advanced Automotive Battery Conference*, Nevada, January, 10.

Ping, P., Peng, R., Kong, D., Chen, G., ve Wen, J. (2018). Investigation on thermal management performance of PCM-fin structure for li-ion battery module in high-temperature environment. *Energy Conversion and Management*, 176, 131–146. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.09.025>

Qin, P., Liao, M., Zhang, D., Liu, Y., Sun, J., & Wang, Q. (2019). Experimental and numerical study on a novel hybrid battery thermal management system integrated forced-air convection and phase change material. *Energy Conversion and Management*, 195, 1371–1381. <https://doi.org/10.1016/J.ENCONMAN.2019.05.084>

Rajan, J. T., Jayapal, V. S., Krishna, M. J., Mohammed Firos, K. A., Vaisakh, S., John, A. K., ve Suryan, A. (2022). Analysis of battery thermal management system for electric vehicles using 1-tetradecanol phase change material. *Sustainable Energy Technologies and Assessments*, 51, 101943. <https://doi.org/10.1016/j.seta.2021.101943>

Rajan, J. T., Jayapal, V. S., Krishna, M. J., Mohammed Firos, K. A., Vaisakh, S., John, A. K., ve Suryan, A. (2022). Analysis of battery thermal management system for electric vehicles using 1-tetradecanol phase change material. *Sustainable Energy Technologies and Assessments*, 51, 101943. <https://doi.org/10.1016/j.seta.2021.101943>

Sarani, I., Payan, S., Nada, S. A., ve Payan, A. (2020). Numerical investigation of an innovative discontinuous distribution of fins for solidification rate enhancement in PCM with and without nanoparticles. *Applied Thermal Engineering*, 176, 115017. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2020.115017>

Sevugan, P. A., Pradeep, M., Krishnaswamy, A., ve Karunamurthy, K. (2022). Battery thermal management system for electric vehicles using phase change materials. *Materials Today: Proceedings*, 51, 1604–1611. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.10.468>

Spanos, C., Turney, D. E., ve Fthenakis, V. (2015). Life-cycle analysis of flow-assisted nickel zinc-, manganese dioxide-, and valve-regulated lead-acid batteries designed for demand-charge reduction. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 43, 478–494. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.10.072>

Zhao, C., Zhang, B., Zheng, Y., Huang, S., Yan, T., & Liu, X. (2020). Hybrid battery thermal management system in electrical vehicles: A review. *Energies*, 13(23), 6257. <https://doi.org/10.3390/EN13236257>

Zhao, J., Lv, P., ve Rao, Z. (2017). Experimental study on the thermal management performance of phase change material coupled with heat pipe for cylindrical power battery pack. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 82, 182–188. <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2016.11.017>

Zou, D., Ma, X., Liu, X., Zheng, P., ve Hu, Y. (2018). Thermal performance enhancement of composite phase change materials (PCM) using graphene and carbon nanotubes as additives for the potential application in lithium-ion power battery. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 120, 33–41. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2017.12.024>

