



**YAĞ ALKOLLERİ BAZLI FAZ DEĞİŞİM
MALZEMELERİNİN SENTEZİ
KARAKTERİZASYONU VE
ISIL ENERJİ DEPOLAMA
ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ**

ÖMER FARUK ENSARİ

**DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI
PROF. DR. YAKUP BUDAK**

Mart - 2020

Her hakkı saklıdır

T.C.
TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

YAĞ ALKOLLERİ BAZLI FAZ DEĞİŞİM MALZEMELERİNİN
SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE ISIL ENERJİ DEPOLAMA
ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

ÖMER FARUK ENSARİ

TOKAT
Mart - 2020

Her hakkı saklıdır



Bu tez çalışması;

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından 2019/49 nolu proje ile desteklenmiştir.

Ömer Faruk ENSARİ tarafından hazırlanan “Yağ Alkolleri Bazlı Faz Değişim Malzemelerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Isıl Enerji Depolama Özelliklerinin Belirlenmesi” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 30 Mart 2020 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen Jüri tarafından Oy Birliği ile Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim dalında Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman

Prof. Dr. Yakup BUDAK

Üye

Prof. Dr. Ahmet SARI

Karadeniz Teknik Üniversitesi

Üye

Doç. Dr. Ali KARAIPEKLİ

Çankırı Karatekin Üniversitesi

Üye

Doç. Dr. Sinan EĞRİ

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye

Doç. Dr. Alper BİÇER

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi



ONAY

Prof. Dr. Çetin ÇEKİÇ
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü



TEZ BEYANI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdiği yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

ÖMER FARUK ENSARİ

30 Mart 2020

ÖZET

DOKTORA TEZİ

YAĞ ALKOLLERİ BAZLI FAZ DEĞİŞİM MALZEMELERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE ISIL ENERJİ DEPOLAMA ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

ÖMER FARUK ENSARİ

TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI: PROF DR. YAKUP BUDAK

Bu çalışmada, ısııl enerji depolama ve salıverme özelliği sayesinde farklı sıcaklıklarda enerjiyi muhafaza edebilme ve sıcaklık dalgalanmasını azaltarak ortam sıcaklığını koruyabilme yeteneğine sahip bir seri yeni tip faz değişim maddeleri (FDM) üretilmiştir. Bu amaçla, 1-dodekanol (DD), 1-tetradekanol (TD), 1-hekzadekanol (HD) ve 1-oktadekanol (OD) gibi yağ alkollerini metilen difenil diizosiyanat (MDI), toluene diizosiyanat (TDI), hekzametilen diizosiyanat (HMDI), izoforon diizosiyanat (IPDI) ve metilenbis sikloheksildiizosiyanat (MCI) ile etkileştirilerek enerji depolama özelliğine sahip olan karbamatlar hazırlanmıştır. ¹H NMR, ¹³C NMR ve FTIR spektroskopik analizleri beklenen kimyasal yapıları başarıyla ulaşıldığını doğrulamışlardır. DSC analizleri bazı FDM'lerin hem katı-sıvı hem de katı-katı faz geçiş özelliğine sahip olduğunu göstermiştir. Bu FDM'ler içerisinde, MCI ile hazırlanan tüm FDM'lerde katı-sıvı ve katı-katı faz geçişleri birlikte görülmüştür. DSC verileri üretilen FDM'lerin 50-130 °C aralığında erime faz değişim sıcaklıklarına, 25-166 J/g entalpi aralığında ısı depolama kapasitesine ve 10-122 °C aralığında katılaşma faz değişim sıcaklıklarına 15-137 J/g faz ısı salıverme kapasitesine sahip oldukları belirlenmiştir. FDM'lerin ısııl döngü öncesi ve sonrası kimyasal kararlılıklarının ve ısııl enerji depolama güvenilirlikleri FT-IR ve DSC analizleri ile belirlenmiştir. POM inceleme sonuçları FDM kristallerinin saf yağ alkolü kristallerine kıyasla oldukça küçüldüğünü ortaya koymuştur. Ayrıca, TG analiz ölçümleri, üretilen FDM'lerin tek basamakta bozunduğunu ve limit sıcaklığın 200 °C üzerinde olduğunu göstermiştir. Çalışmanın son kısmında, FDM'lerin ısııl iletkenliklerinin artırılması amacıyla ağırlıkça %5 oranında genişletilmiş grafit ile katkılandırılmışlardır. Katkılama sonucu FDM'lerin ısııl iletkenliklerinde maksimum %25 oranında bir artış gözlenmiştir. Tüm bulgular ışığında, üretilen FDM'lerin yaklaşık 50-130 °C sıcaklık aralığında güneş enerjisinin ısııl formda muhafaza edilmesinde, evsel su ısıtma sistemlerinde, ısııl pompalarında, atık ısının depolanmasında kullanılabilecek potansiyeline sahip olabilecekleri sonucuna varılmıştır.

2020, 159 SAYFA

ANAHTAR KELİMELER: Yağ alkollerini, Diizosiyanatlar, Isıl enerji depolama, Faz değişim malzemeleri

ABSTRACT

DOCTORATE THESIS

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF FATTY ALCOHOLS BASED PHASE CHANGE MATERIALS AND DETERMINATION OF THEIR THERMAL ENERGY STORAGE PROPERTIES

ÖMER FARUK ENSARİ

**TOKAT GAZIOSMANPASA UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES**

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

SUPERVISOR: PROF. DR. YAKUP BUDAK

In this study, a series of new types of phase change materials (PCMs) have been produced, which have the ability to conserve energy at different temperatures and maintain the ambient temperature by reducing the temperature fluctuation thanks to its thermal energy storage and release feature. For this purpose, carbamates that have energy storage feature with paraffinic chains were prepared by reacting fatty alcohols such as 1-dodecanol (DD), 1-tetradecanol (TD), 1-hexadecanol (HD) and 1-octadecanol (OD) with methylene diphenyl diisocyanate (MDI), toluenediisocyanate (TDI), hexamethylene diisocyanate (HMDI), isophoron diisocyanate (IPDI) and methylenebis cyclohexylisocyanate (MCI). ¹H NMR, ¹³C NMR and FTIR spectroscopic analysis confirmed that the expected chemical structures were successfully achieved. The DSC analysis has shown that some of the produced PCMs have both solid-liquid and solid-solid phase transition properties. The DSC data demonstrated that the produced PCMs have melting temperatures in the range of 50-130 °C, melting heat storage capacity in the range of 25-166 J/g and solidification temperatures in the range of 10-122 °C, and heat releasing capacity in the range of 15-137 J/g. The chemical stability and thermal energy storage reliability of PCMs before and after the thermal cycle were determined by FT-IR and DSC analysis. The POM study results revealed that PCMs crystals are considerably smaller compared to pure fatty alcohol crystals. In addition, TG analysis measurements showed that the produced PCMs are degraded at one-step and the limit temperature is over 200 °C. In the last part of the study, the PCMs were doped by 5wt% expanded graphite to increase their thermal conductivity values. As a result of the doping, a maximum increase of 25% was observed in the thermal conductivity of FDMs. In the light of all findings, it was concluded that the produced PCMs could be have potential as ability of storing/and releasing solar energy and waste heat in temperature range of approximately 50-130 °C as well as utilization potential in domestic water heating systems and heat pumps.

2020, 159 PAGES

KEYWORDS: Fatty alcohols, Diisocyanates, Thermal energy storage, Phase change materials

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübesini esirgemeyen, bütün zorlukları kolaylaştıran, azim ve kararlılıkla çalışmamı sağlayan ve bana olan güvenini sürekli dile getirerek desteğini hiçbir zaman esirgemeyen değerli danışman hocam Prof. Dr. Yakup BUDAK'a,

Ayrıca hem ders döneminde hem de çalışmalarım esnasında bana destek veren kıymetli hocam Prof. Dr. Ahmet SARI'ya (Karadeniz Teknik Üniversitesi),

Deneysel çalışmaların yapılmasında ve çalışmanın her safhasında yardım ve desteklerini esirgemeyen değerli arkadaşım Doç. Dr. Alper BİÇER'e (Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi),

Çalışmalarımın yürütülebilmesi için 2019/49 no'lu proje ile maddi destek sağlayan Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna,

Çalışmalarım esnasında moral ve motivasyon kaynağım olan iş arkadaşlarım Mehmet CEBECİ, Mehmet Emin KARATEKİN ve Muhammed Veysel YILDIRIM'a

Hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen ve bana inanan aileme, her zaman yanımda olan biricik eşim Emel ENSARİ'ye ve varlığıyla hayatıma neşe getiren sevgili oğlum Ali İhsan ENSARİ'ye en içten sevgi, saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

ÖMER FARUK ENSARİ

30 Mart 2020

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	vi
ŞEKİL LİSTESİ.....	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xii
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER VE KAYNAK ÖZETLERİ.....	4
2.1. Enerji Depolama Yöntemleri.....	4
2.2. IED Yöntemleri.....	5
2.2.1. Duyulur Isı Depolama	7
2.2.2. Gizli Isı Depolama.....	8
2.2.3. Reaksiyon Isısı.....	9
2.3. Gizli Isı Enerji Depolama Sistemleri.....	10
2.4. FDM Sistemleri Seçiminde Dikkat Edilecek Hususlar.....	11
2.5. FDM'lerin Sınıflandırılması	13
2.5.1. İnorganik FDM'ler	14
2.5.2. Ötektikler İnorganik FDM'ler	17
2.5.3. Organikler FDM'ler.....	18
2.6. FDM'lerin Kullanım Alanları.....	25
2.6.1. FDM'lerin Teknik Alanlarda Kullanımı	26
2.6.2. FDM'lerin Yüksek Teknoloji Ürünlerinde Kullanımı	27
2.6.3. FDM'lerin Biyomedikal Alanlarında Kullanımı	27
2.6.4. FDM'lerin Tekstil Ürünlerinde Kullanımı	28
2.6.5. FDM'lerin Binalarda Kullanımı	30
2.7. Kaynak Özetleri	32
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	41
3.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Kimyasallar	41
3.2. Gerçekleştirilen Reaksiyonlar	41
3.3. Analiz Yöntemleri	49
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	55
4.1. Sentezlenen Yağ Alkolü Bazlı FDM'ler İçin Elde Edilen Bulgular	55

4.1.1 ¹ H-NMR Analiz Bulguları.....	55
4.1.2. ¹³ C-NMR Analiz Bulguları.....	60
4.1.3. Isıl Döngü Öncesi ve Sonrası FT-IR Analiz Bulguları	64
4.1.4. DSC Analizlerinden Elde Edilen Bulgular.....	88
4.1.5. Termogravimetrik Analiz Bulguları	114
4.1.6. POM Analizlerinden Elde Edilen Bulgular	120
4.1.7. Isıl İletkenlik Ölçümlerinden Elde Edilen Bulgular.....	124
4.2. Çalışmada Elde Edilen FDM’lerin Enerji Depolama Kapasitesi Bakımından	
Literatürle Karşılaştırılması.....	125
5. SONUÇ.....	130
6. KAYNAKLAR	132
7. EKLER.....	144
8. ÖZGEÇMİŞ.....	156

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler	Açıklama
q_d	Depolanan ısı miktarı (kJ)
T_o	Başlangıç sıcaklığı (°C)
T_e	Erime sıcaklığı (°C)
T_s	Son Sıcaklık (°C)
H_E	Erime gizli ısısı (kJ/kg)
C_k	Sabit basınçta katı haldeki özgül ısı (kJ/kgK)
C_s	Sabit basınçta sıvı haldeki özgül ısı (kJ/kgK)
Q_d	Depolanan ısı enerjisi miktarı (kJ)
T_i	İlk Sıcaklık (°C)
m	Madde miktarı (kg)
C_p	Sabit basınçtaki özgül ısı (kJ/kg)

Kısaltmalar	Açıklama
^{13}C -NMR	Karbon Nükleer Manyetik Rezonans
^1H -NMR	Proton Nükleer Manyetik Rezonans
CDA	Selülöz Diasetat
DBTDL	Dibütildilaurat
DD	1-dodekanol
DIED	Duyulur Isı Enerji Depolama
DMF	N,N-dimetilformamid
DMSO	Dimetil Sülfoksit

DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
ETP	Eritritol tetrapalmitat
ETS	Eritritol tetrastearat
FDM	Faz Değişim Malzemesi
FT-IR	Fourier Transform-Infrared
GHP	Galaktitol hekzapalmitat
GHS	Galaktitol hekzastearat
GIED	Gizli Isıl Enerji Depolama
HD-	1-hekzadekanol
HDPE	Yüksek Yoğunluklu Polietilen
HMDI	Hekzametildiizosiyanat
HRTEM	Yüksek Çözünürlüklü Transmisyon Elektron Mikroskobu
IDÖ	Isıl Döngü Öncesi
IDS	Isıl Döngü Sonrası
IED	Isıl Enerji Depolama
IPDI	Izoforondiizosiyanat
KKFDM	Katı-Katı Faz Değişim Malzemesi
KO	Kaolin
KSFDM	Katı-Sıvı Faz Değişim Malzemesi
LA	Lauril Alkol
MCI	4,4'-metilenbis(sikloheksildiizosiyanat)
MDI	4,4'-metilenbisfenildiizosiyanat

NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
NPG	Neopentilglükol
NPG-DL	Neopentilglükol-dilaurat
NPG-DM	Neopentilglükol-dimiristat
NPG-DP	Neopentilglükol-dipalmitat
OD	1-oktadekanol
PEG	Polietilen glükol
PEGA	Poli(etilen glükol akrilat)
PMMA	Poli(metil metakrilat)
PNHMA	Poli(N-hidroksimetilakrilamid)
POM	Polarize Optik Mikroskop
PPO	Poli(propilen oksit)
PTHF	Politetrahidrofur
PVA	Poli(vinil alkol)
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TD	1-tetradekanol
TDI	2,4-toluendiizosiyanat
TGA	Termogravimetrik Analiz
XRD	X-ışını Kırınımı

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2. 1. Enerji depolama sistemlerinin sınıflandırılması (Mofijur ve ark., 2019).....	5
Şekil 2. 2. IED yöntemleri (Zeinelabdein ve ark., 2018).....	6
Şekil 2. 3. Isıl enerji depolama yöntemleri (a) duyulur ısı, (b) gizli ısı, (c) termokimyasal reaksiyonlar (De Garcia ve Cabeza, 2015)	6
Şekil 2. 4. Faz değişim malzemelerinin sınıflandırılması.....	13
Şekil 2. 5. FDM'lerin bazı kullanım alanları.....	26
Şekil 3. 1. FDM'lerin sentezi için kullanılan reaksiyon düzeneği.....	42
Şekil 3. 2. HMDI ile dodekanol reaksiyonu	43
Şekil 3. 3. IPDI ile dodekanol reaksiyonu	44
Şekil 3. 4. MDI ile dodekanol reaksiyonu	45
Şekil 3. 5. MCI ile dodekanol reaksiyonu	46
Şekil 3. 6. TDI ile dodekanol reaksiyonu	47
Şekil 3. 7. Bruker AVANCE III 400 MHz NMR Spektrometresi.....	49
Şekil 3. 8. Jasco FT-IR-4700 fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi	50
Şekil 3. 9. TA INSTRUMENTS Q20 DSC Cihazı (Amasya Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Amasya)	51
Şekil 3. 10. HITACHI SII TG/DTA 7300 TGA cihazı (Amasya Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Amasya)	52
Şekil 3. 11. TECHNE TC-4000 ısı döngü cihazı.....	53
Şekil 3. 12. KD2 Pro ısı iletkenlik ölçüm cihazı	54
Şekil 3. 13. LEICA DM EP POM Cihazı	54
Şekil 4. 1. DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD ¹ H-NMR spektrumları.....	55
Şekil 4. 2. DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD ¹ H-NMR spektrumları.....	56
Şekil 4. 3. DD-MDI-DD, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD ¹ H-NMR spektrumları.....	57
Şekil 4. 4. DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD ¹ H-NMR spektrumları.....	58
Şekil 4. 5. DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD ¹ H-NMR spektrumları.....	59
Şekil 4. 6. DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD ¹³ C-NMR spektrumları.....	60
Şekil 4. 7. DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD ¹³ C-NMR spektrumları.....	61
Şekil 4. 8. DD-MDI, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD ¹³ C-NMR spektrumları.....	62
Şekil 4. 9. DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD ¹³ C-NMR spektrumları.....	63
Şekil 4. 10. DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD ¹³ C-NMR spektrumları.....	64
Şekil 4. 11. DD, HMDI ve DD-HMDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları.....	66
Şekil 4. 12. DD, IPDI ve DD-IPDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları.....	67
Şekil 4. 13. DD, MDI ve DD-MDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları.....	68

Şekil 4. 14. DD, MCI ve DD-MCI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	69
Şekil 4. 15. DD, TDI ve DD-TDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	70
Şekil 4. 16. TD, HMDI ve TD-HMDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	71
Şekil 4. 17. TD, IPDI ve TD-IPDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	72
Şekil 4. 18. TD, MDI ve TD-MDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	73
Şekil 4. 19. TD, MCI ve TD-MCI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	75
Şekil 4. 20. TD, TDI ve TD-TDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	76
Şekil 4. 21. HD, HMDI ve HD-HMDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	77
Şekil 4. 22. HD, IPDI ve HD-IPDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	78
Şekil 4. 23. HD, MDI ve HD-MDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	79
Şekil 4. 24. HD, MCI ve HD-MCI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	80
Şekil 4. 25. HD, TDI ve HD-TDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	81
Şekil 4. 26. OD, HMDI ve OD-HMDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	82
Şekil 4. 27. OD, IPDI ve OD-IPDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	84
Şekil 4. 28. OD, MDI ve OD-MDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	85
Şekil 4. 29. OD, MCI ve OD-MCI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	86
Şekil 4. 30. OD, TDI ve OD-TDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları	87
Şekil 4. 31. DD-HMDI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	89
Şekil 4. 32. DD-IPDI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	90
Şekil 4. 33. DD-MDI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	91
Şekil 4. 34. DD-MCI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	92
Şekil 4. 35. DD-TDI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	93
Şekil 4. 36. TD-HMDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	94
Şekil 4. 37. TD-IPDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	95
Şekil 4. 38. TD-MDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	96
Şekil 4. 39. TD-MCI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	97
Şekil 4. 40. TD-TDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	98
Şekil 4. 41. HD-HMDI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	99
Şekil 4. 42. HD-IPDI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	100
Şekil 4. 43. HD-MDI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	101
Şekil 4. 44. HD-MCI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	102
Şekil 4. 45. HD-TDI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	103
Şekil 4. 46. OD-HMDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	104
Şekil 4. 47. OD-IPDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	105
Şekil 4. 48. OD-MDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	106
Şekil 4. 49. OD-MCI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	107
Şekil 4. 50. OD-TDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri	108
Şekil 4. 51. DD, TD, HD ve OD'nin DSC eğrileri	109
Şekil 4. 52. DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri	115
Şekil 4. 53. DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri	116
Şekil 4. 54. DD-MDI-DD, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri	117
Şekil 4. 55. DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri	118
Şekil 4. 56. DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri	119

Şekil 4. 57. Dodekanol ve dodekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri....	121
Şekil 4. 58. Tetradekanol ve tetradekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri	122
Şekil 4. 59. Hekzadekanol ve hekzadekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri	123
Şekil 4. 60. Oktadekanol ve oktaadekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri	124
Şekil Ek 1. Yağ alkollerinin ^1H -NMR spektrumları.....	144
Şekil Ek 2. Yağ alkollerinin ^{13}C -NMR spektrumları.....	145
Şekil Ek 3. HMDI'nin ^1H -NMR spektrumu	146
Şekil Ek 4. HMDI'nin ^{13}C -NMR spektrumu	147
Şekil Ek 5. IPDI'nin ^1H -NMR spektrumu	148
Şekil Ek 6. IPDI'nin ^{13}C -NMR spektrumu	149
Şekil Ek 7. MDI'nin ^1H -NMR spektrumu	150
Şekil Ek 8. MDI'nin ^{13}C -NMR spektrumu	151
Şekil Ek 9. MCI'nin ^1H -NMR spektrumu	152
Şekil Ek 10. MCI'nin ^{13}C -NMR spektrumu	153
Şekil Ek 11. TDI'nin ^1H -NMR spektrumu	154
Şekil Ek 12. TDI'nin ^{13}C -NMR spektrumu	155

ÇİZELGE LİSTESİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2. 1. Duyulur ısı depolaması için seçilen bazı malzemeler ve özellikleri	8
Çizelge 2. 2. Isıl enerji depolamada kullanılan bazı reaksiyonlar (Agrafiotis ve ark., 2013; Kousksou ve ark., 2013).....	10
Çizelge 2. 3. Bazı tuz hidratların ısı ve fiziksel özellikleri (Sharma, 1999).....	15
Çizelge 2. 4. Bazı metallerin erime noktaları ve erime entalpileri (Ge ve ark., 2013)...	16
Çizelge 2. 5. Tuz hidrat ötektik karışımları ve ısı özellikleri (Zalba ve ark., 2003).....	17
Çizelge 2. 6. Parafinlerin erime sıcaklıkları ve faz değişim entalpileri (Sharma, 1999).	19
Çizelge 2. 7. Yağ asitlerinin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları (Sharma, 2005; İnce ve ark., 2015).....	21
Çizelge 2. 8. Bazı yağ asidi ötektik karışımları ve ısı-fiziksel özellikleri (Sarı, 2005).	22
Çizelge 2. 9. PEG'lerin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları (Pielichowski ve Flejtuch, 2003a; Flejtuch, 2004).....	23
Çizelge 2. 10. Bazı yağ asidi esterlerinin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları (Sarı ve ark., 2011a; Sarı ve ark., 2011b).....	35
Çizelge 3. 1. Elde edilen FDM'lerin IUPAC ve özel adlandırılması	48
Çizelge 3. 2. DSC cihazının teknik özellikleri ve analiz şartları.	51
Çizelge 3. 3. HITACHI SII TG/DTA 7300 TGA cihazının teknik özellikleri ve analiz şartları	52
Çizelge 4. 1. Yağ alkoller, diizosiyanatlar ve sentezlenen FDM'lere ait karakteristik FT-IR dataları	88
Çizelge 4. 2. Yağ alkollerine ait DSC verileri	109
Çizelge 4. 3. FDM'lerin ısı döngü öncesi DSC verileri	110
Çizelge 4. 4. FDM'lerin ısı döngü sonrası DSC verileri	111
Çizelge 4. 5. %5 grafit katkılı FDM'lerin DSC verileri	112
Çizelge 4. 6. Katı-katı faz geçiş özelliği gösteren FDM'lerin faz geçiş sıcaklığı ve entalpileri.....	113
Çizelge 4. 7. FDM'lerin IDÖ ve IDS DSC verilerindeki değişimler	114
Çizelge 4. 8. Yağ alkoller ve FDM'lerin bozunma sıcaklıkları ve % kütle kayıpları .	120
Çizelge 4. 9. Grafit katkılı olmayan, % 5 grafit katkılı FDM'ler ve yağ alkollerinin 25 °C'de ölçülen ısı iletkenlik değerleri	125

1. GİRİŞ

Enerji, insanoğlu için hava, su ve besin kaynaklarından sonra en önemli değerlerin başında gelmektedir. Nüfus artışı, sanayileşme ve teknolojik gelişmelerle beraber gelen yeniliklerin sürekliliği enerji ihtiyacının da hızla artmasına neden olmaktadır. Enerji ihtiyacının karşılanması için kullanılan temel kaynakların başında fosil yakıtlar gelmektedir. Bildiği gibi fosil yakıtların yenilebilir olmaması yanında kullanılması da çevreye de zararlıdır. Dolayısıyla enerji tüketiminde en önemli konu, enerjinin verimli, yenilenebilir olması ve çevreye zararsız olmasıdır. Enerjinin verimli kullanılmasının en etkili yolu enerjinin depolanmasıdır.

Enerji depolama yöntemi enerjinin depolanması ve ihtiyaç anında tekrar kullanılabilmesinde anahtar rol üstlenmektedir. Enerji elektrik, mekanik, kimyasal ve ısı enerji depolama gibi farklı yöntemlerle depolanabilir. Isıl enerji depolama (IED) yöntemi bir depolama ortamını ısıtmak veya soğutmak suretiyle ısı enerjisinin depolandığı bir tekniktir. Bu teknikle depolanan enerji daha sonra ısıtma ve soğutma uygulamaları ve enerji üretimi için kullanılabilir (Sarbu ve Sebarchievici, 2016). Isıl enerji depolama duyulur ısı, gizli ısı ve termokimyasal ısı depolama olmak üzere üç şekilde gerçekleştirilebilir.

Depolanan enerjinin kısa ya da uzun vadede kullanımı ısı enerji depolama yöntemini de belirler. İhtiyaç duyulan enerjinin kullanımının kısa vadeli uygulamaları için gizli ısı enerji depolama (GIED) yöntemi kullanılırken uzun süreli uygulamalarda ise duyulur ısı enerji depolama (DIED) yöntemi kullanılır (Abhat, 1983). Gizli ısı enerji depolama sistemlerinde ısı enerji depolama özelliğine sahip faz değişim malzemeleri (FDM) kullanılmaktadır. Faz değişim malzemeleri ısıtıldıklarında aldıkları ısı enerjisini faz değişimi için kullanarak enerjiyi depolarlar. Soğumaya bırakıldıklarında ise eski hale dönüş esnasında depolanan ısı enerjisi ortama salınır. Böylece ortam sıcaklığındaki değişim azaltılarak ısı konfor sağlanmış olur (Zalba ve ark., 2003). Gizli ısı enerji depolama uygulamalarında faz değişim malzemeleri olarak sabit sıcaklıkta ısı enerjisini depolayan ve depolanan enerjiyi ortama geri salabilen organik ve inorganik maddeler kullanılır (Lane, 1983, Sharma ve ark., 2009). Gizli ısı enerji depolama sistemlerinde

FDM'ler sayesinde ısıtma ve soğutma uygulamalarında enerji tasarrufu yapılabilmektedir (Oró ve ark., 2012).

FDM'ler ısı pompaları, güneş enerjisi mühendisliğinde, uzay aracının ısı kontrolünde, organ nakil sistemlerinde, sıcak-soğuk tedavilerde, güneş enerjisi santrallerinde, bataryaların ve elektronik aygıtların/cihazların soğutulmasında, tekstil uygulamalarında, gıdaların ısı muhafazasında, binaların/ve seraların ısı regülasyonunda vb. birçok IED uygulamasında kullanılmaktadır (Du ve ark., 2018).

Birçok kullanım alanına sahip FDM'lerin daha gelişmiş özelliklerle üretilerek ısı performanslarının test edilmesiyle uygulama alanlarında kullanılması FDM'ler üzerine yapılan çalışmaları değerli kılmaktadır.

Bu çalışmada, farklı sıcaklıklarda enerjiyi muhafaza edebilme, sıcaklık dalgalanmasını azaltarak ortam sıcaklığını koruyabilme özelliğine sahip bir seri yeni tip enerji depolayıcı FDM'ler üretilmiştir. Çalışmada FDM olarak faz geçiş sıcaklıkları sırasıyla 24, 38, 49 ve 58 °C olan 1-dodekanol, 1-tetradekanol, 1-hekzadekanol ve 1-oktadekanol kullanılmıştır (Carareto ve ark., 2014). Yağ alkollerini normal koşullar altında oksitlenmeye karşı dirençlidirler ve doğrudan FDM olarak kullanılabilirler. Ancak hava veya oksijenle katalitik oksitlenme ile ya da güçlü oksitleyicilerle aldehitlere veya karboksilik asitlere dönüştürülebilirler. Bu yüzden fonksiyonel hidroksil gruplarının kapatılıp reaksiyona girme ihtimalinin ortadan kaldırılması yağ alkollerinin kullanımını kolaylaştıracak bir adımdır. Yağ alkollerinin uçlarının kapatılması için diizosiyanatlar, hem tepkime süresi kısalığı hem de tepkimenin gerçekleşme ihtimalinin yüksek olması nedeniyle iyi bir tercihtir. Çalışmada FDM olarak; yağ alkollerinin izosiyanatlarla etkileştirilmesiyle elde edilen karbamatlar sentezlenmiştir. Bunun için 1-dodekanol (DD), 1-tetradekanol (TD), 1-hekzadekanol (HD) ve 1-oktadekanol (OD) gibi yağ alkollerini metilen difenil diizosiyanat (MDI), toluene diizosiyanat (TDI), hekzametilen diizosiyanat (HMDI), izoforon diizosiyanat (IPDI) ve metilenbis sikloheksildiizosiyanat (MCI) ile etkileştirilerek enerji depolama özelliği olan parafinik uçlara sahip karbamatlar hazırlanmıştır. Üretilen yeni FDM'ler, yaklaşık 50-130 °C sıcaklık aralığında güneş enerjisinin ısı formda muhafaza edilmesi, evsel su ısıtma sistemleri, ısı

pompaları, atık ısının depolanması gibi birçok IED uygulamalarında önemli kullanım potansiyeline sahiptirler.

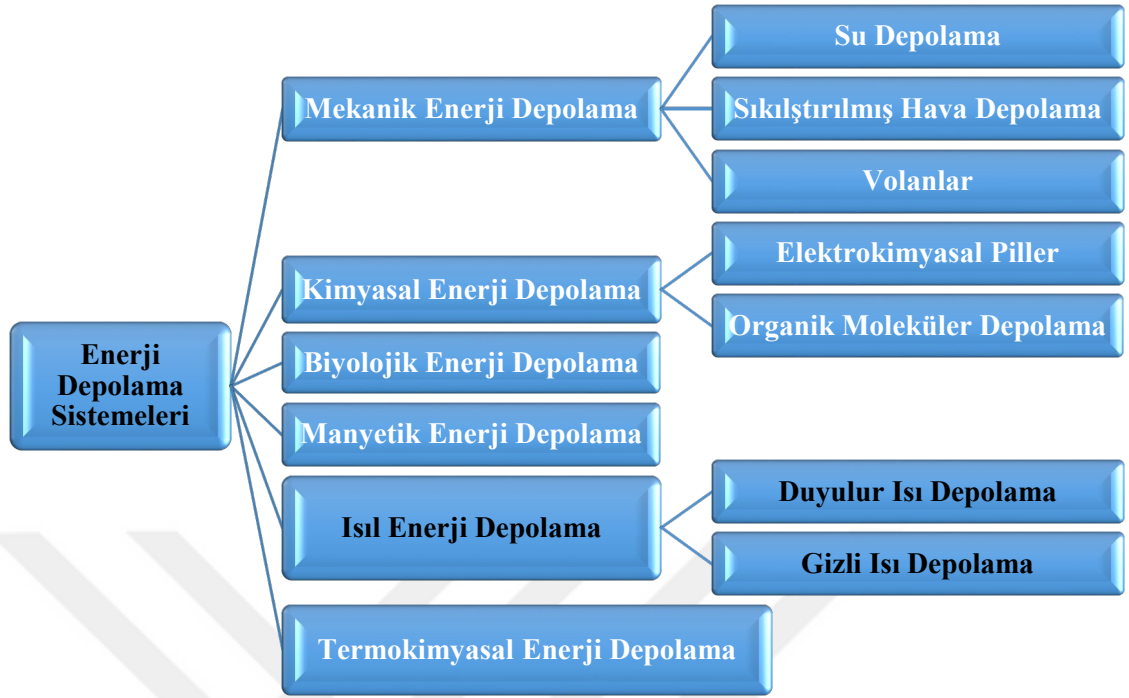
Diğer taraftan, GIED sistemlerinde ısı enerjisi hızlı bir şekilde yüklenebilmesi ve geri alınabilmesi için kullanılan FDM'nin kabul edilebilir düzeyde bir ısı iletkenliğine sahip olması istenir. Bu bağlamda ısı iletkenlik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla üretilen yeni tip FDM'lere ağırlıkça %5 oranında genişletilmiş grafit eklenmiştir. İlave edilen grafitin FDM'lerin GIED özellikleri üzerindeki etkisi DSC analizi ile belirlenmiştir. Her bir FDM'nin kristal yapıları ise polarize optik mikroskop (POM) ile incelenmiştir. Ayrıca FDM'lere % 5 grafit eklenmesiyle ısı iletkenlik ve DSC analizleri tekrar edilerek elde edilen sonuçlar değerlendirilmiştir. Sentezlenen malzemelerin yapısal karakterizasyonu Fourier Transform-Infrared (FT-IR) ve Nükleer Manyetik Rezonans (NMR) spektroskopisi analiz teknikleriyle gerçekleştirilerek ısı enerji depolama özellikleri ve ısı bozunma sıcaklıkları ve bozunma basamakları sırasıyla; Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ve Termogravimetrik (TG) analiz metotlarıyla ölçülmüştür. Elde edilen FDM'lerin uzun vadeli ısı depolama güvenilirlikleri ve kimyasal kararlılıkları sırasıyla ısı döngü cihazı, FT-IR ve DSC analizleriyle tespit edilmiştir.

2. GENEL BİLGİLER VE KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Enerji Depolama Yöntemleri

Günümüz dünyasında, çevre sorunları ve enerji krizi acilen ele alınması gereken iki ana küresel konudur. Enerji tüketimi ile yakıt fiyatlarındaki artışlar, sera gazı emisyonları yenilenebilir enerji kaynaklarının daha etkin kullanılmasını zorunlu kılmaktadır. Dünya çapında, birincil enerji tüketimi, 2018'de 2017'deki tüketim seviyelerine kıyasla% 1,5 oranında artmıştır (IEA, 2018). Küresel enerji tüketimi ve emisyonları ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır ve bu konular uzunca ele alınmıştır (Mazandarani ve ark, 2011; Mohammadnejad ve ark, 2011; Ong ve ark, 2011).

Küresel kriz haline gelen sera gazı emisyonu sorununun en önemli çözümlerinden biri, yenilenebilir enerji kullanımıdır. Ancak güneş ve rüzgar gibi bazı yenilenebilir enerjilerle ilgili sorun, yalnızca belirli bir süre için mevcut olmalarıdır. Yenilenebilir enerji arzının kontrolü zordur, çünkü yağmur, rüzgâr ve güneş enerjisi gibi hava durumu ile ilgili doğal olaylara dayanır. Fosil yakıtlara olan talebi azalttığı bununla beraber enerji sistemlerinin bakım maliyetini düşürdüğü ve dolayısıyla enerji israfını azalttığı için yenilenebilir enerjinin depolanabilme seçeneğiyle birlikte kullanımı enerji verimini daha da arttırır. Enerji üretimini tüketim ile dengelemek için, fazla enerjiyi kısa/uzun vadede depolamak gerekir. Ancak, şu anda, fazla elektrik enerjisi depolamak oldukça pahalıdır. Isı enerjisinin depolanma maliyeti ise elektrik enerjisinin depolanmasına göre oldukça düşüktür. Isı enerjisinin fazlası enerji şebekesine transfer edilemez, ancak fazla elektrik enerjisi bir şebeke bağlantısı yoluyla başka bölgelere transfer edilebilir. Elektrik bataryaları ya da FDM gibi sistemler enerjiyi depolamak için kullanılabilir. Bununla birlikte, bataryaların enerji depolama kapasitesi çok sınırlı olduğundan, araştırmacılar ve kullanıcılar alternatif olarak FDM'leri tercih etmektedir. Enerji depolama, başka bir enerji kaynağının alternatifi olduğunda ve enerji tüketimi ve maliyetini düşürdüğünde ekonomik olarak cazip olmaktadır. Enerji depolama yöntemleri Şekil 2.1'de sunulmaktadır (Mofijur ve ark., 2019).

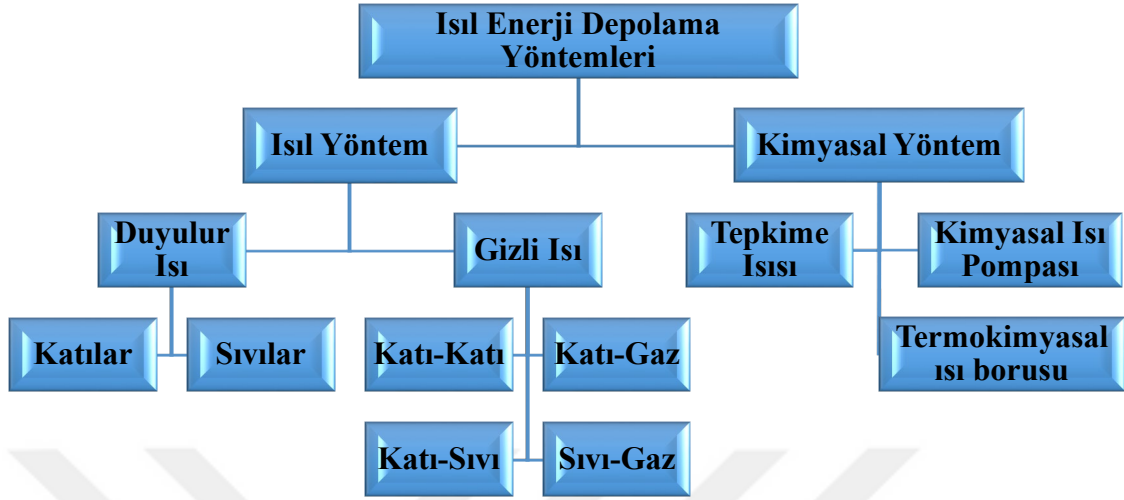


Şekil 2. 1. Enerji depolama sistemlerinin sınıflandırılması (Mofijur ve ark., 2019)

2.2. IED Yöntemleri

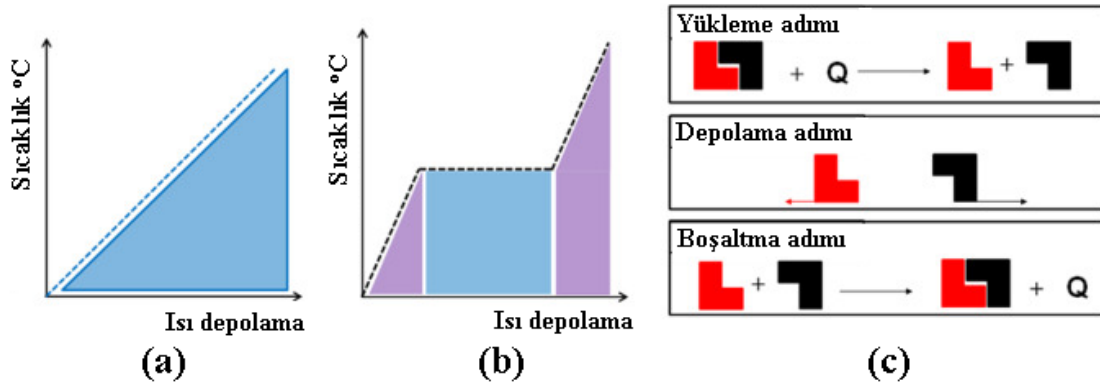
Isıl enerji depolama; duyulur ısı, gizli ısı ve termokimyasal yolla depolanır. Bu yöntemlerde enerji depolama maddenin iç enerjisinde değişim meydana gelmesiyle gerçekleşir. Duyulur ısı, bir maddenin sıcaklığının artırılmasıyla depolanır. Gizli ısı ise bir maddenin katıdan-katıya (kristal-amorf), katıdan-sıvıya (erime) veya sıvıdan-gaza (buharlaşma) geçişi gibi faz değişimleriyle ısı enerjisinin soğurulması ya da salınması prensibine dayanarak depolanır. Reaksiyon ısısı enerji depolama ise tersinir bir kimyasal tepkimede kopan ve yeniden oluşan kimyasal bağlarda enerjinin soğurulması ve salınmasıyla depolanır. IED yöntemleri Şekil 2.2’de verilmiştir.

Isı enerjisi depolamada duyulur ve gizli ısı enerji depolama yöntemleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Gizli ısı enerji depolama sistemlerinde faz değişim maddesinin erimesiyle enerji depolanır, maddenin soğuması esnasında ise enerji ortama geri salınır.



Şekil 2. 2. IED yöntemleri (Zeinelabdein ve ark., 2018)

IED yöntemleri arasında en ekonomik ve verimli yöntem ise gizli ısı yoluyla enerjinin depolanmasıdır. -40 °C ila 400 °C arasında IED için kullanılan duyulur ısı, faz değişim malzemeleri kullanılarak ısı enerjisi depolanan gizli ısı ve kimyasal reaksiyon sonucu ısı enerjisi depolanan termo-kimyasal yöntemler Şekil 2.3'te gösterilmektedir.



Şekil 2. 3. Isıl enerji depolama yöntemleri (a) duyulur ısı, (b) gizli ısı, (c) termokimyasal reaksiyonlar (De Garcia ve Cabeza, 2015)

$$q_d = \int_{T_e}^{T_c} C_k dT + H_E \int_{T_e}^{T_c} C_s dT \quad (1)$$

Faz değişimli bir enerji depolama sisteminde bir gram madde için katı halden kaynama noktasına kadar olan süreçte, kimyasal bir değişim olmadan, depolanan ısı enerjisinin

toplamı Eşitlik 1’de verilen denklem ile hesaplanabilir. Bu eşitlikte T_o ve T_e faz değişim malzemesinin sırasıyla ilk ve erime sıcaklığını ($^{\circ}\text{C}$), T_s ise son sıcaklığını; H_E (kJ/kg) erime gizli ısısını, C_k ve C_s (kJ/kg $^{\circ}\text{C}$) ise sırasıyla katı ve sıvının sabit basınç altındaki özgül ısılarını göstermektedir.

2.2.1. Duyulur Isı Depolama

Bir maddenin özgül ısısından yararlanılarak sıcaklığının artırılmasıyla ısı enerjisi depolanmasına duyulur ısı depolama denir (Sharma ve Sagara, 2005). Çoğu duyulur ısı depolama ortamı için özgül ısı kapasitesi 0,5 kJ/kg ila 4,2 kJ/kg arasında değişir (Sharma ve ark., 2009; Tian ve Zhao, 2013). Herhangi bir T_i sıcaklığındaki ve kütlesi m olan bir madde T_s sıcaklığına kadar ısıtıldığında, maddenin özgül ısı özelliğinden dolayı duyulur ısı yoluyla depolanan ısı enerjisi miktarı aşağıdaki Eşitlik 2 ile hesaplanabilir.

$$Q_d = \int_{T_i}^{T_s} m C_p dT = m C_p (T_s - T_i) \quad (2)$$

Burada Q_d duyulur ısı yoluyla depolanan enerji olmak üzere m (kg) maddenin kütlesini, C_p (kJ/kg) ise sabit basınçtaki özgül ısıyı göstermektedir. Duyulur ısı depolanmasında kullanılan maddenin birim hacimdeki özgül ısısının büyük olması depolama amacıyla kullanılması için yeterli değildir. Duyulur ısı depolamada kullanılacak malzemenin yanma ve alevlenme özelliğinin olmaması, uzun süre kimyasal ve fiziksel özelliklerini muhafaza etmesi yani termal olarak kararlı olması, toksik ve korozyon etkisinin bulunmaması beklenir. Aynı zamanda bu maddelerin ucuz ve kolay ulaşılabilir olması da gerekir.

Çizelge 2.1’de yaygın olarak kullanılan duyulur ısı depolama malzemeleri ve özellikleri görülmektedir (Ayappan ve ark 2016). Duyulur ısı depolamada enerji depolama ortamları olarak su, demir, beton, toprak, kum, tuğla, yağ, hava ve su-etilen glikol karışımı gibi maddeler kullanılarak ısı depolanır. Su, mevcut en iyi duyulur ısı depolama sıvısı gibi görünmektedir, çünkü ucuzdur ve yüksek bir özgül ısıya sahiptir. Bununla birlikte, 100 $^{\circ}\text{C}$ ’nin üstünde yağlar, erimiş tuzlar ve sıvı metaller kullanılır. Hava ısıtma uygulamaları için kaya yatağı tipi depolama malzemeleri kullanılmaktadır.

Çizelge 2. 1. Duyulur ısı depolaması için seçilen bazı malzemeler ve özellikleri

Duyulur ısı depolama maddesi	Sıcaklık Aralığı (°C)	Yoğunluk (kg/m ³)	Özgül Isı (J/(kg_K))
Su	0-100	996	4190
Beton	200-400	1600	840
Tuğla	200-400	1920	790
Alüminyum	200-400	2702	903
Demir	200-400	7870	447

Duyulur ısı depolama sistemlerinin en önemli avantajlarından biri, ısı depolama ve salma işlemlerinin tersinir olarak çalışmasıdır. Dolayısıyla bu maddelerin duyulur ısı depolama ve salma özellikleri sistemin ekonomik ömrü devam ettikçe korunur.

Duyulur ısı depolamanın sahip olduğu bazı dezavantajlar ise şu şekilde sıralanabilir:

- Isı kayıpları: Isının depolanması sırasında depolama sıcaklığının sabit kalmamasından dolayı sistem içerisinde ısı kayıpları gerçekleşir. Ayrıca ısının ortama salınması esnasında depolama sıcaklığı sürekli düştüğü için ısı akış dağılımı düzensizdir.
- Isı depolama sisteminin sıcaklığı çevre sıcaklığından çok daha yüksek olduğu için ısı kaybının en aza indirilmesi için iyi bir yalıtım gereklidir (Sarbu ve Sebarchievici 2018).

2.2.2. Gizli Isı Depolama

Gizli ısı depolama malzemeleri, fiziksel durumlarındaki bir değişiklik ile enerjiyi depolama ve salma özellikleri nedeniyle faz değişim malzemesi olarak bilinirler. Gizli ısı depolama durumunda birim hacme düşen enerji depolama yoğunluğu artar (Şekil 2.3.b). Isı, neredeyse sabit bir sıcaklıkta, faz değişim sürecinde doğrudan maddenin gizli ısı olarak depolanır. FDM'li bir gizli ısı depolama sisteminin kullanılması, ısı enerjisi depolamanın etkili bir yoludur ve yüksek enerjili depolama yoğunluğunun yanında depolama işleminin izotermal yapısı gibi avantajlara sahiptir (Sharma ve Sagara, 2005).

Gizli ısı depolamanın duyulur ısı depolamaya göre en temel avantajı neredeyse benzer bir sıcaklık aralığında ısı saklama kapasiteleridir. Başlangıçta, bu malzemeler sıcaklığın sistem entalpisi ile doğrusal olarak yükseldiği için duyulur ısı depolama malzemeleri gibi davranır. Ancak daha sonra ısı, maddenin fiziksel durumundaki bir değişiklik ile çok küçük bir sıcaklık aralığında emilir veya serbest bırakılır.

Gizli ısı depolama, bir depolama malzemesinin katıdan-katıya, katıdan sıvıya veya sıvıdan gazıya veya tam tersi bir faz değişikliğine maruz kaldığında, ısının emilimine veya serbest bırakılmasına dayanır. Gizli ısı depolama sisteminin bir FDM ortamı (Tian ve Zhao, 2013) ile depolama kapasitesi (Q_d) aşağıda verilen Eşitlik 3 ile hesaplanabilir.

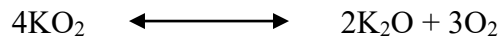
$$Q_d = \int_{T_i}^{T_g} m C_{pk} dT + m H_E + \int_{T_g}^{T_s} m C_{ps} dT = m [C_{pk}(T_g - T_i) + H_E + C_{ps}(T_s - T_g)] \quad (3)$$

Bu eşitlikte C_k ve C_s (kJ/kgK) sırasıyla faz değişim malzemesinin katı ve sıvı haldeki sabit basınçtaki özgül ısıları; T_i (K) ilk sıcaklık, T_g (K) erime sıcaklığı ve T_s (K) son sıcaklık ve H_E (kJ/kg) erime gizli ısıdır.

Gizli ısı enerji depolama; birim hacimdeki yüksek ısı depolama kapasitesi ve küçük sıcaklık aralığında ısı depolama ve salma özellikleriyle ısı enerji depolama yöntemleri arasında uygulanabilir en cazip olan metottur (Agyenim ve ark., 2010; Lin ve ark., 2018; Omara ve Abuelnour, 2019).

2.2.3. Reaksiyon Isısı

Termokimyasal depolama, tersinir bir endotermik/ekzotermik reaksiyon işlemi ile ısı depolayan ve salan termokimyasal malzemeler kullanılarak yapılır (Şekil 2.3.c). Bu süreçte A maddesine ısı uygulanır ve bu işlem B ve C ürünlerinin oluşmasına yol açar. Elde edilen reaksiyon ürünleri, tersinir işlem gerekli olana kadar kolayca ayrılabilir ve saklanabilir. Daha sonra, B ve C uygun basınç ve sıcaklık koşullarında karıştırılır ve enerji serbest bırakılır (Gök., 2005). B ve C ürünleri ayrı ayrı depolanabilir ve depolama birimlerindeki ısı kayıpları genellikle reaksiyon ısısınıninkine kıyasla daha küçük olan duyulur ısı etkileri ile sınırlıdır. Enerji depolanması için metal oksitlerin termal ayrışması düşünülmüştür (Kerskes ve ark., 2012). Bu reaksiyonlar, çıkan oksijenin başka amaçlar için kullanılabileceği, atılabileceği veya atmosferdeki oksijenin ters reaksiyonlarda kullanılabilme avantajlarına sahip olabilir. Aşağıda potasyum süperoksit (KO_2) metal oksitinin ayrışması verilmiştir.



Bu reaksiyon, 2,1 MJ/kg'lık ayrışma ısısı ile 300-800 °C sıcaklık aralığında gerçekleşir.

Adsorpsiyon yani bir maddenin başka bir katı veya sıvının yüzeyine yapışması gibi termokimyasal reaksiyonlar, nemi kontrol etmenin yanı sıra ısıyı ve soğuğu depolamak için kullanılabilir. Soğurma işlemlerinin yüksek depolama kapasitesi de ısı enerjisinin taşınmasına izin verir. Soğurma depolama 350 ° C'ye kadar sıcaklıklarda çalışabilirken, kimyasal reaksiyonların sıcaklıkları çok daha yüksek olabilir. Çizelge 2.2 de ısı enerjisi depolama amacıyla kullanılan bazı reaksiyonların listesi verilmiştir (Agrafiotis ve ark., 2013; Kousksou ve ark., 2013).

Çizelge 2. 2. Isıl enerji depolamada kullanılan bazı reaksiyonlar (Agrafiotis ve ark., 2013; Kousksou ve ark., 2013)

Tepkime		Sıcaklık (°C)	Enerji Yoğunluğu (kJ/kg)
Metan buharı reformlanması	$\text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O} = \text{CO} + 3\text{H}_2$	480-1195	6053
Amonyak Ayırıştırma	$2\text{NH}_3 = \text{N}_2 + 3\text{H}_2$	400-500	3940
Metal hidridlerin termal dehidrojenasyonu	$\text{MgH}_2 = \text{Mg} + \text{H}_2$	200-500	3079 (ısı) 9000 (H_2)
Metal hidroksitlerin dehidrasyonu	$\text{Ca}(\text{OH})_2 = \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$	402-572	1415
Katalitik ayrışma	$\text{SO}_3 = \text{SO}_2 + 2\text{O}_2$	520-960	1235

2.3. Gizli Isı Enerji Depolama Sistemleri

Belirli bir sıcaklık aralığında faz değişimine maruz kalan FDM'nin faz değişim ısısının enerji depolama amacıyla kullanılması, gizli ısı depolama yöntemlerinin temel prensibidir. Bu prensibi kullanan teknik gizli ısı tekniği olarak tanımlanır (Tian ve Zhao, 2013). IED sistemlerinin en önemli avantajları (Paksoy., 2007; Mehling ve Cabeza., 2008; Dincer ve Rosen, 2011):

- düşük enerji talebinin olduğu dönemlerde enerjiyi depolayarak yüksek enerji talebinin olduğu dönemlerde enerji üretim kapasitesini arttırmak,
- tam depolama, yük dengeleme ve talep sınırlama gibi enerji sistemlerini en uygun depolama stratejileri altında çalıştırarak daha iyi çalışma koşullarına ulaşmak,
- yüksek maliyetli dönemlerden düşük maliyetli dönemlere doğru yük kayması ile enerji maliyetini düşürmek,

- yedek enerji sistemi olarak IED ile sistem güvenilirliğini artırmak olarak sıralanabilir.

Enerji depolamada FDM'lerin kullanılması ile ilgili çalışmalar ve uygulamalar enerji depolama sistemlerinde sağlandıkları avantajlar nedeniyle her geçen gün artmaktadır (Buddhi ve ark., 1988; Dimaano ve Watanabe, 2002; Zalba ve ark., 2003; Farid ve ark., 2004; Sarı, 2005).

Yapılan çalışmalarda organik maddeler arasında parafin ve yağ asitleri, inorganik maddeler arasında ise tuz hidratlar ve tuzlar yoğun şekilde kullanılmıştır (Kenisarin ve Mahkamov., 2007; Sharma ve ark., 2009; Agyenim ve ark., 2010; Hailot ve ark., 2011; Oró ve ark., 2012; Liu ve ark., 2012; Li ve ark., 2013; Brancato ve ark., 2016; Chandel ve Agarwal, 2017; Du ve ark., 2018; Cabeza, 2019).

Yukarıda belirtilen avantajlarının yanında özellikle inorganik FDM'lerin kullanımında aşağıdaki problemler ortaya çıkabilmektedir.

- Uzun süreli uygulamalarda ısı kararlılıklarının düşük olmaları,
- Arzu edilen sıcaklık aralığında kullanıma uygun inorganik FDM sayısının kısıtlı olması,
- İstenilen yerlerde kullanım için kapsüllendiklerinde zamanla kapsülden sızmaları ısı özelliklerinin değişmesine sebep olmaktadır (Silva ve ark., 2016; Kasaeian ve ark., 2017).

2.4. FDM Sistemleri Seçiminde Dikkat Edilecek Hususlar

IED sistemleri hem sıcak hem de soğuk uygulamalarda sistemlerin iyi performans göstermesi için gereklidir. GIED yöntemi, faz değişim noktasına yakın yüksek sıcaklık kontrolü ile depolama sistemlerinde enerji yoğunluğunu artırır. Bununla birlikte faz değişim sıcaklığı ve entalpisi, sistem bileşenleriyle uyumluluk, kimyasal ve ısı kararlılık, ısı iletkenlik ve ısı transferi gibi bazı özelliklerin ele alınması gerekmektedir. Ayrıca uygulamaya bağlı olarak bazı gereklilikler yerine getirilmelidir.

Dikkat edilmesi gereken ilk husus FDM'nin faz değişim sıcaklığıdır. Uygulamaya ve istenen sıcaklık seviyelerine ve eğimlerine bağlı olarak bir faz değişim malzemesi

seçilmelidir. Seçilen FDM'nin sıcaklık aralığının, ısı transferini ve dolayısıyla güç kullanılabilirliğini büyük ölçüde etkileyeceği dikkate alınmalıdır. Ayrıca, FDM'nin faz değişim sıcaklığı bir döngüyü tamamlayabilmek için depolama/salma sıcaklıkları arasında veya kaynak sıcaklığı ile uygulamada istenilen sıcaklık arasında olmalıdır (Castell ve Solé, 2015).

FDM sistemlerinin tasarım aşamasında göz önünde bulundurulması gereken diğer bir husus ise malzemede depolanan enerjiyi ve dolayısıyla gereken malzeme miktarını belirleyen faz değişim entalpisidir. Birim hacimde depolanan enerjiyi en üst düzeye çıkarmak için yüksek bir entalpi değerine ihtiyaç duyulur.

FDM ile sistem bileşenleri arasındaki uyumluluk göz önünde bulundurulması gereken diğer hususlardan biridir. Mekanik arıza, sızıntı, bozulma ve sistemin kısa ömürlü olmasını önlemek için uygun bir birleşim kullanılmalıdır. Bununla ilgili bazı çalışmalar yapılmıştır (Castellón ve ark., 2011; Guillot ve ark., 2012; Oró ve ark. 2013) Uyumluluk kriteri göz önünde bulundurulmadığında inorganik FDM ile temas eden metallerde korozyon, organik FDM ile temas halindeki plastiklerde kararlılık kaybı ve organik ya da inorganik FDM ile temas eden plastiklerde FDM'nin kaybı gibi sorunlar ortaya çıkabilir (Cabeza ve ark., 2001).

FDM seçimi yapılırken malzemenin kendisinin ısı döngü işleminden bağımsız olarak zamana karşı da kararlı olması gerekir. Birçok FDM adayının davranışı birkaç ısı döngüden sonra bozulduğu için bu sorun önemlidir. FDM'nin ısı kararlılığını sağlamak için birkaç test yapılmalıdır. Konuyla ilgili pek çok çalışma bulunmaktadır (Rathod ve Banerjee, 2013).

Mekanik stres açısından, faz değişim süreci sırasındaki hacim değişimi de önemlidir. Çünkü depolama tankı veya kapsülleme kabı hacim farkını kaldırabilmelidir.

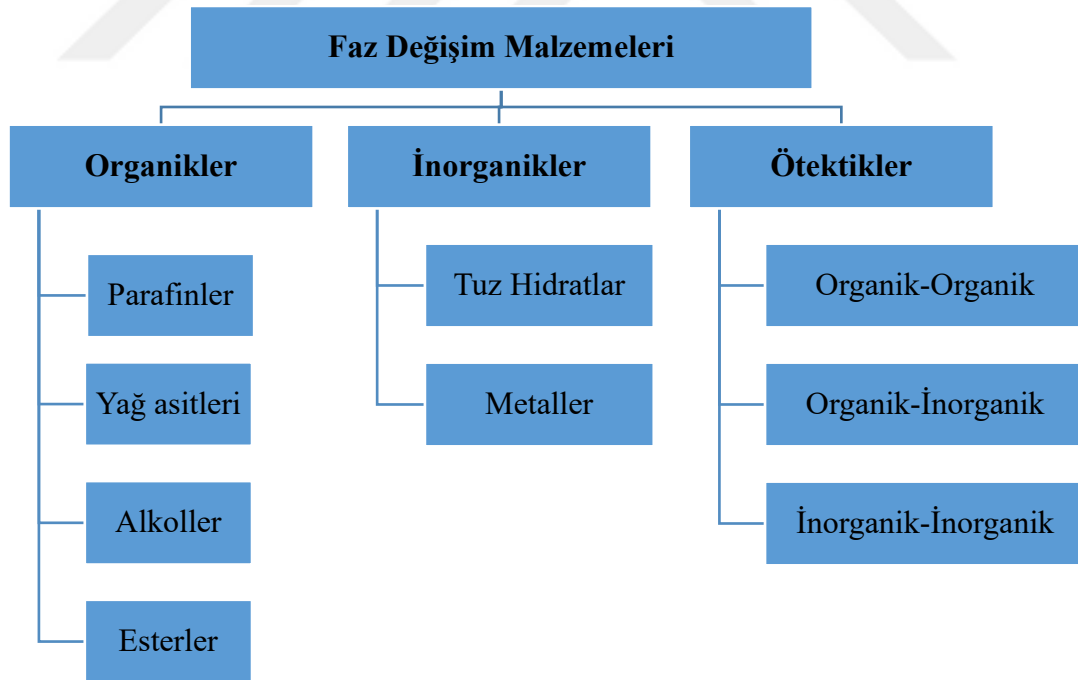
Isıl iletkenlik özellikle yüksek güç gerektiren uygulamalarda önemli bir parametre olabilir. Ancak genel olarak FDM'ler düşük ısı iletkenlik sunar. Enerjinin depolanması ve salınması için yüksek enerji yoğunluğu ve yüksek güç kapasitesi depolamada istenen özelliklerdir. FDM'nin ısı iletkenliğinin iyileştirilmesi, enerjinin depolanması ve boşaltılmasının uygun şekilde başarılması için gereklidir. Bu sorun, ısı değiştiricinin

tasarımının geliştirilmesiyle malzemenin ısı iletkenliğini veya ısı transfer hızını artırarak çözülebilir (Py ve ark., 2001; Regin ve ark., 2008; Seeniraj ve ark., 2008; Pincemin ve ark., 2008; Tay ve ark., 2013). Bu nedenle, istenen davranışı elde etmek için ısı depolama ve aktarma düzeneğinin doğru tasarımı çok önemlidir.

Bütün bunların yanı sıra seçilecek FDM kolay tedarik edilebilir ve düşük maliyetli olması gerektiğinin yanı sıra, toksik etkiye, korozif ve yanıcı özelliğe sahip olmaması ve çevre dostu olması da istenmektedir (Cabeza, 2019; Miró ve ark., 2016; Cabeza ve Tay, 2018; Barreneche ve ark., 2014).

2.5. FDM'lerin Sınıflandırılması

FDM'ler genel olarak Şekil 2.4'de görüldüğü gibi organik bileşikler, inorganik bileşikler ve ötektik karışımlar (çeşitli inorganik ve/veya organik materyaller arasındaki karışımlar) halinde sınıflandırılır (Zhou ve ark., 2012).



Şekil 2. 4. Faz değişim malzemelerinin sınıflandırılması

IED uygulamalarında yaygın olarak kullanılan FDM'ler parafinler (organik), tuz hidratlar (inorganik) ve yağ asitleridir (organik) (Sharma ve ark., 2009). Uygulamada FDM seçimi yapılırken her seçeneğin avantaj ve dezavantajları yanında FDM'nin faz

değişim sıcaklığı ve entalpisi, ısı iletkenlik ve katı ve sıvı haldeki ısı kapasitesi gibi bazı özellikleri göz önünde bulundurulmalıdır. Bazı FDM'ler genel özellikleri ile aşağıda alt başlıklar halinde verilmiştir.

2.5.1. İnorganik FDM'ler

İnorganik FDM'ler çoğunlukla yüksek sıcaklıkta güneş enerjisi uygulamalarında kullanılır. Kullanımda karşılaşılan en büyük zorluklardan biri bakımlarıdır. Düşük sıcaklıklarda donarlar; yüksek sıcaklıklarda ise işlenmeleri zordur. Bu FDM'ler kayda değer şekilde aşırı soğuma davranışı göstermezler. İnorganik FDM'ler tuz hidratlar ve metaller olmak üzere ikiye ayrılır. Tuz hidratlar uyumlu, uyumsuz ve yarı uyumlu erime davranışlarıyla üç grupta sınıflandırılırlar (Sharma ve ark., 2009). Tuz hidratlar, katı-sıvı geçişi arasında bir dehidrasyon ve hidratlaşma gösteren, inorganik bir AB tuzu ile n mol suyun birleşiminden oluşan ve genel formül $AB \cdot nH_2O$ olan kristal yapıdaki malzemelerdir. Erime noktasında, tuz hidratlar susuz tuz ve suya ya da daha düşük bir hidratlı tuz ve suya ayrılır.

Tuz hidratlarla ilgili karşılaşılan en önemli sorunlardan biri erime esnasında açığa çıkan suyun tüm kristalleri çözmemesinden kaynaklanan uyumsuz erime davranışıdır. Yoğunluk farkı nedeniyle susuz tuzun dibine çökmesiyle, tuz hidrat ve susuz tuz olmak üzere iki farklı katman oluşur. Uyumsuz erime ve aşırı soğuma gibi bazı dezavantajlar depolama sistemlerine kalınlaştırıcı maddeler ekleyerek, mekanik olarak karıştırarak veya tuz hidratların kapsüllenmesiyle giderilebilir.

Birim hacim başına yüksek gizli ısı depolama kapasitesi, yüksek ısı iletkenlik (parafinin neredeyse iki katı), düşük korozyon etkisi ve plastiklerle uyumluluk gibi pozitif özelliklerinden dolayı tuz hidratlar ısı depolama uygulamalarında yoğun şekilde çalışılmıştır (Noro ve ark., F. 2014).

Tuz hidratların ısı enerji depolamada kullanıma uygun olduğunu göstermek için çeşitli araştırma çalışmaları yapılmıştır (Al-Abbasi ve ark., 2017). Bu malzemeler ısı kaynağına maruz kaldıklarında su salınır ve susuz tuzlara ayrışır ve böylece dehidrasyon için sağlanan enerji depolanır. Çizelge 2.3'te bazı tuz hidratların ısı ve fiziksel özellikleri yer almaktadır.

Çizelge 2. 3. Bazı tuz hidratların ısı ve fiziksel özellikleri (Sharma, 1999).

FDM	Erime sıcaklığı (°C)	Yoğunluk (kg/m ³)	Isıl iletkenlik (W/mK)	Gizli ısı (kJ/kg)	Erime davranışı
LiClO ₃ .3H ₂ O	8			253	Düzenli
NH ₄ Cl.Na ₂ SO ₄ .10H ₂ O	11			163	-
K ₂ HO ₄ .6H ₂ O	14			108	Düzenli
NaCl.Na ₂ SO ₄ .10H ₂ O	18			286	-
KF.4H ₂ O	18		-	330	Düzenli
K ₂ HO ₄ .4H ₂ O	18,5	1447 ^{20°C} 1455 ^{18°C} 1480 ^{6°C}		231	
Mn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	25	173 8 ^{20°C}	-	148	-
LiBO ₂ .8H ₂ O	25,7	-	-	289	-
FeBr ₃ .6H ₂ O	27	-	-	105	-
CaCl ₂ .6H ₂ O	29-30	1562 ^{32°C} 1802 ^{24°C}	0,561 ^{61,2°C} 1,008 ^{23°C}	170-192	Düzensiz
LiNO ₃ .3H ₂ O	30	-	-	189-296	Düzenli
N ₂ SO ₄ .10H ₂ O	32	1485 ^{24°C}	0,544	251-254	Düzensiz
N ₂ CO ₃ .10H ₂ O	33-36	1442		247	Düzensiz
KFe(SO ₄) ₂ .12H ₂ O	33	-		173	Düzensiz
CaBr ₂ .6H ₂ O	34	1956 ^{35°C}		115-138	Düzensiz
LiBr.2H ₂ O	34	-		124	Düzensiz
Na ₂ HPO ₄ .12H ₂ O	35	1522		256-281	Düzensiz
Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	36	182 8 ^{36°C} 1937 ^{24°C} 2065 ^{14°C}	0,464 ^{39,9°C} 0,469 ^{61,2°C}	134-147	Düzenli
Mn(NO ₃) ₂ .4H ₂ O	37			115	-
FeCl ₃ .6H ₂ O	37			223	Düzenli
CaCl ₂ .4H ₂ O	39			158	Düzensiz
CoSO ₄ .7H ₂ O	40,7			170	-
CuSO ₄ .7H ₂ O	40,7			171	-
KF.2H ₂ O	42			162-266	Düzenli
MgI ₂ .8H ₂ O	42			133	-
CaI ₂ .6H ₂ O	42			162	-
Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O	43-47			106-140	Düzenli
Zn(NO ₃) ₂ .4H ₂ O	45			110	-
K ₃ PO ₄ .7H ₂ O	45			145	-
Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O	48	1600		209	-
CH ₃ COONa.3H ₂ O	58	-		270-290	Düzensiz
Ba(OH) ₂ .8H ₂ O	78	2070 ^{24°C} 2180	0,678 ^{98,2°C} 1,255 ^{23°C}	265-280	Düzenli
Sr(OH) ₂ .8H ₂ O	89	-	-	370	Düzensiz
Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	89-90	1550 ^{94°C} 1636 ^{25°C}	0,490 ^{95°C} 0,502 ^{110°C} 0,611 ^{37°C} 0,699 ^{55,6°C}	162-167	Düzenli
(NH ₄)Al(SO ₄).6H ₂ O	95	-	-	269	-

Düşük erime noktalı metaller ve bunların alaşımları FDM olarak kullanılmaktadır. Birim hacim başına yüksek erime entalpi ve yüksek ısı iletkenliği sahip olsalar da bu metaller, birim ağırlık başına düşük erime entalpileri nedeniyle ısı depolama uygulamalarında çok az kullanılırlar (Ge ve ark., 2013). Bu malzemelerin özelliklerinden bazıları şunlardır:

- (i) Birim ağırlık başına düşük erime ısısı,
- (ii) Birim hacim başına yüksek erime ısısı,
- (iii) Yüksek ısı iletkenlik,
- (iv) Düşük özgül ısı,
- (v) Düşük buhar basıncı.

Endüstriyel bir yan ürüne dayanarak inorganik bir karışım (bişofit) geliştirilmiş ve düşük sıcaklıkta ısı enerji depolaması için karakterize edilmiştir (Galazutdinova ve ark., 2017). En uygun bileşim oranı ağırlıkça %40 bişofit ve %60 $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ olarak belirlenmiştir. Isıl-fiziksel özellikler, özgül ısı kapasitesi, ısı döngü ve ısı kararlılık gibi özellikler incelenmiştir. Ek olarak, malzemenin miktarını artırarak süper soğutmanın azaltılabileceği gösterilmiştir.

Seçilen bazı metallerin erime noktaları ve erime entalpileri Çizelge 2.4'te verilmiştir. Bu tür malzemeler, büyük kapasiteli enerji santrallerinin yüksek taleplerini karşılamaya yardımcı olmaları için kullanılmaktadır.

Çizelge 2. 4. Bazı metallerin erime noktaları ve erime entalpileri (Ge ve ark., 2013).

Metaller	Erime Noktası (°C)	Erime Entalpisi (kJ/kg)
Galyum-galyum antimon Ötektik Karışımı	29,8	-
Galyum	30	80.3
Bi-Cd-In Ötektik Karışımı	61	25.0
Cerro-bend eutectic	70	32.6
Bi-Pb-In Ötektik Karışımı	70	29.0
Bi-In Ötektik Karışımı	72	25.0
Bi-Pb Ötektik Karışımı	125	-

2.5.2. Ötektikler İnorganik FDM'ler

Ötektik inorganik FDM'ler, daha düşük erime noktalı bir maddenin elde edilmesi için, benzer (uyumlu) erime ve donma noktalarına sahip iki veya daha fazla malzemenin belli orandaki bir birleşimidir. Ötektikler neredeyse her zaman ayrıışmadan eriyip donar ve yüksek ısı iletkenlik ve yoğunluklara sahiptir. Her bir malzemenin ağırlık yüzdesi, ortaya çıkan ötektik karışımın erime noktasındaki değışikliklerin elde edilmesi için değıştirilebilir (Sharma ve ark., 2009). Bununla birlikte, düşük gizli ve özgül ısı kapasitelerine sahiptirler (Su ve ark.,2015).

Sıcaklık aralığı, bir FDM'nin herhangi bir uygulamada uygunluğu için ana ölçütlerden biridir. İdeal ısı ı performans gösteren belirli bir sıcaklık aralığı uyan FDM'ler kullanılarak yapılan çok sayıda ısı ı enerji depolama uygulaması vardır (Sharma ve ark., 2015).

Yapıların ısıtılması, soğutulması ve sıcak su temini gibi amaçlarla kullanılan uygun erime gizli ısı ısı ve erime sıcaklığına sahip tuz hidratların ötektik karışımlarına dair çok sayıda çalışma mevcuttur (Zalba ve ark., 2003). Çizelge 2.5'te daha önce incelenmiş bazı tuz hidrat ötektik karışımları ve ısı ı özellikleri verilmiştir.

Çizelge 2. 5. Tuz hidrat ötektik karışımları ve ısı ı özellikleri (Zalba ve ark., 2003)

Karışım	Erime sıcaklığı (°C)	Erime gizli ısı ısı (kJ/kg)	Isıl iletkenlik (W/mK)	Yoğunluk (kg/m ³)
%66,6 CaCl ₂ .6H ₂ O + %33,4 MgCl ₂ .6H ₂ O	25	127	-	1590
%48 CaCl ₂ + %4,3 NaCl + %0,4 KCl + %47,3H ₂ O	26,8	188	-	1640
%47 Ca(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + %53 Mg(NO ₃) ₂ . 6H ₂ O	30	136	-	-
%60 Na(CH ₃ COO).3H ₂ O + %40 CO(NH ₂) ₂	31,5	226	-	-
%61,5 Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + %38,5 NH ₄ NO ₃	52	125,5	0,494 (65 °C) 0,552 (36 °C)	1515 (65 °C) 1596(20 °C)
%58,7 Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + %41,3 MgCl ₂ . 6H ₂ O	59	132,2	0,510 (65 °C) 0,565 (85 °C) 0,678 (38 °C)	1550 (50 °C) 1630 (24 °C)
%66 üre + %33,4 NH ₄ Br	76	161	0,331 (79 °C) 0,324 (92 °C) 0,649 (39 °C)	1440 (85 °C) 1548 (24 °C)
%32,5 LiF + %50,5 NaF + %17 MgF ₂	632	-	-	2105 (sıvı) 2810 (25 °C)

2.5.3. Organikler FDM'ler

Parafinler

Yaygın olarak kullanılan katı-sıvı FDM'leri oluşturan parafinler (C_nH_{2n+2} formülüne sahip doymuş hidrokarbonlar), dar bir sıcaklık aralığında yüksek gizli ısı depolama kapasitesine sahip, toksik olmayan ve çevreye zararsız olarak kabul edilen malzemelerdir. Parafin mumları iyi bir IED yoğunluğuna sahip olsa da düşük ısıl iletkenliğe sahip oldukları için depolama sistemlerinde geniş bir yüzey alanı gerekir. Bu durum erime ve katılaşma döngüleri sırasında ısı depolama ve salma hızlarını azaltır (Kaygusuz ve Sarı, 2007). Parafinlerin gizli ısı mol ağırlıklarına bağlıdır. Çeşitli faz değişim sıcaklıklarına sahip olmaları belirli bir gizli ısı enerji depolama uygulaması için uygun bir FDM seçme esnekliği verir. Katı-sıvı geçiş döngüsünde faz ayrımı göstermezler (Alkan, 2006).

C1 ve C4 arasındaki parafinler gaz, C5 ve C15 arasındaki parafinler sıvı diğer parafinler ise erime sıcaklıkları 23 ila 67 ° C arasında değişen mumlu katılardır (Sharma ve ark., 2015). Farklı hidrokarbonların bir karışımı olan ticari sınıf parafin mumu, ham petrolün damıtılmasıyla üretilir. Genel olarak, Çizelge 2.6'da görüldüğü gibi hidrokarbon zincirinin ortalama uzunluğu ne kadar uzun olursa, erime sıcaklığı ve ısı da o kadar yüksek olur (Akgun ve ark., 2007). Bu ilişki, fiziksel olarak farklı parafinleri karıştırarak FDM özelliklerini tasarlamak için kullanılabilir.

Aslında, çoğu parafin FDM, moleküllerdeki farklı sayıda karbon atomuyla doymuş hidrokarbonların karışımlarıdır. Literatür verileri, 1000-2000 ısıl döngüden sonra ticari parafin mumlarının ve diğer saf parafinlerin ısıl özelliklerinin kararlı olduğunu göstermektedir. Parafin mumlar reaktif olmadıkları için güvenlidir ve korozyona neden olmadıkları için metal kaplarla uyumludur. Bununla birlikte, parafinin kimyasal benzerliği nedeniyle özellikle de poliolefinler ve bazı polimerlerde yumuşamaya neden olabileceği için oluşabilecek sızıntılara karşı plastik kaplar kullanırken dikkatli olunmalıdır (Akgun ve ark., 2007). Son zamanlarda, parafinlerin erime ve katılaşma süreçleri arasındaki ısıl özelliklerini inceleyen birçok araştırma yapılmıştır (Sari ve

Karaiepli, 2007; Akgun ve ark., 2007; Akgun ve ark., 2008; Cai ve ark., 2008; Sarıer ve ark., 2011). Çizelge 2.6’da bazı parafınlere ait ısı özellikler yer almaktadır.

Çizelge 2. 6. Parafınlerin erime sıcaklıkları ve faz değişim entalpileri (Sharma, 1999).

Bileşik	“C” atomu sayısı	Erime Noktası (°C)	Yoğunluk (kg/m ³)	Isıl iletkenlik (W/mK)	Gizli ısı (kJ/kg)
n-Dodekan	12	-12	750	0,21 ^K	-
n-Tridekan	13	-6	756		-
n-Tetradekan	14	4,5-5,6	771		231
n-Pentadekan	15	10	768	0,17	207
n-Hekzadekan	16	18,2	774	0,21 ^K	238
n-Heptadekan	17	22	778		215
n-Oktadekan	18	28,2	814 ^K , 775 ^S	0,149 ^K 0,35 ^S ,	245
n-Nonadekan	19	31,9	912 ^K , 769 ^S	0,21 ^K	222
n-Eikosan	20	37			247
n-Heneikosan	21	41			215
n-Dokosan	22	44			249
n-Trikosan	23	47			234
n-Tetrakosan	24	51			255
n-Pentakosan	25	54			238
Parafin Mumu	-	32	785 ^K , 749 ^S	0,224 ^K , 0,514 ^S	251
n-Hekzakosan	26	56	770	0,21	257
n-Heptakosan	27	59	773		236
n-Oktakosan	28	61	910 ^K , 765 ^S		255
n-Nonakosan	29	64			240
n-Triakontan	30	65			252
n-Hentri akontan	31		930 ^K , 830 ^S		-
n-Dotrikontan	32	70			-
n-tritrikontan	33	71			189

K: katı; S: sıvı

Parafınlerin en büyük dezavantajları ısı iletkenliklerinin çok düşük olmasıdır. Genel olarak, iletken parçacıklar ilave ederek bir FDM'nin ısı iletkenliğinin iyileştirilmesi enerji depolama kapasitesinde bir azalmaya neden olur. Parafin bazlı ısı enerji depolama sistemlerinin yeni tasarımlarının, enerji depolama yeteneğinde bir azalma olmadan, ısı iletkenliği artırması oldukça önemlidir (Fukai ve ark., 2002).

Alkoller

Alkoller, son kırk yılda potansiyel faz değişim malzemeleri olarak test edilmiştir (Kaizawa ve ark., 2008). Bazı polialkollerin diğer organik FDM'lerden neredeyse iki kat

daha yüksek gizli ısıya sahip oldukları gözlemlenmiştir. Şeker alkolleri arasında 20 °C’de eriyen ve 339,8 kJ/kg erime gizli ısısına sahip eritritol, IED malzemesi olarak mükemmel özellikler göstermiştir. Shukla ve ark., (2003) eritritolü 75 kez ısıtıp soğutarak ısı döngü testi gerçekleştirip, 15 °C’lik aşırı soğuma davranışı gösterse de eritritolün bozulmadığını rapor etmişlerdir. Belirli bir sıcaklıkta sıvı halde faz ayrımı olduğunu gözlemlemişlerdir.

Literatürde şeker alkolünün, düşük sıcaklıktaki organik FDM'lere kıyasla, IED verimliliğini düşüren aşırı soğuma eğilimi gösterdiği vurgulanmıştır (Elefsiniotis ve ark., 2014; Jiang ve ark., 2015).

Yağ Asitleri

Yağ asitleri yapı olarak bir ucu metil grubundan, öteki ucu ise karboksil grubundan meydana gelen uzun hidrokarbon zincirlerdir. Yağ asitleri molekülündeki karbon atomu sayısının artmasıyla, erime ve donma noktaları, erime ısısı ve kristalleşme derecesi artmaktadır. Yapı içerisinde çift sayıda karbon atomu bulunan yağ asitleri, tek sayıda karbon atomuna sahip olanlardan daha yüksek ısı parametre değerlerine sahiptir. Çift sayıda karbon içeren yağ asitleri molekülleri arasındaki hidrojen bağından kaynaklanan daha yoğun bir kristal örgü bulunmaktadır (Pielichowski ve Flejtuch, 2003). Yağ asitleri temel olarak bitkisel ve hayvansal kaynaklardan elde edilirler (Demirbas, 2006), $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{2n}\text{COOH}$ formül yapısındadırlar ve yaygın olarak altı yağ asidi kullanılır. Bunlar; kaprilik, kaprik, laurik, miristik, palmitik ve stearik asittir (Yuan ve ark., 2014).

Yağ asitleri, benzer özellikler gösteren parafinlere kıyasla, her biri farklı özellik gösterir (Sharma ve ark., 2009). Parafinlerle karşılaştırıldığında, yağ asitleri mükemmel faz değişimi özellikleri gösterirler ancak parafinlerden yaklaşık üç kat daha pahalıdır (Yuan ve ark., 2014). Yağ asitleri diğer FDM’ler ile kıyaslandıklarında sahip oldukları bazı avantaj ve dezavantajlar aşağıdaki gibidir:

Avantajları;

- ✓ Erime ve katılaşma davranışı düzenlidir.
- ✓ Erime gizli ısısı yüksektir.
- ✓ Kendiliğinden çekirdekleşebilirler.

- ✓ Düşük buhar basıncına sahiptirler.
- ✓ Faz değişimi sırasında faz ayrımı göstermezler.
- ✓ Enerji depolama için uygun faz değişim sıcaklıklarına sahiptirler.
- ✓ Erime ve katılaşma esnasında küçük hacim değişimi gösterirler.
- ✓ Isıl döngü sonrasında kimyasal ve ısıl yönden kararlıdır.
- ✓ Biyobozunurdur ve kolay bulunabilir (Sarier ve Önder, 2012; Karaipekli, 2010).

Dezavantajları;

- ✗ Isıl iletkenlikleri düşüktür.
- ✗ Yanıcıdır.
- ✗ Diğer FDM'lerle kıyaslandıklarında daha maliyetlidirler.
- ✗ Kötü kokulu ve korozyiftirler.

IED uygulamalarında yaygın olarak kullanılan bazı yağ asitlerinin ısıl-fiziksel özellikleri Çizelge 2.7'de verilmiştir.

Çizelge 2. 7. Yağ asitlerinin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları (Sharma, 2005; İnce ve ark., 2015)

FDM	Erime sıcaklığı (°C)	Gizli ısı (kJ/kg)	Isıl iletkenlik (W/mK)	Yoğunluk (kg/m ³)
Oleik asit	13,5-16,3	-	0,1886 ^{72,5°C} , 1783 ^{90°C}	863 ^{60°C}
Kaprilik asit	16 16,3	148 149	0,149 ^{39°C} 0,145 ^{67,7°C} , 0,148 ^{20°C}	901 ^{30°C} , 862 ^{80°C} 981 ^{13°C} , 1033 ^{10°C}
Kaprik asit	32 31,5	152,7 153	0,153 ^{38,5°C} , 0,152 ^{55,5°C} 0,149 ^{40°C}	878 ^{45°C} 886 ^{40°C} , 1004 ^{24°C}
Laurik asit	42-44	178	0,1921 ^{72,5°C} , 0,1852 ^{90°C}	862 ^{60°C} , 1007 ^{24°C}
Miristik asit	49-51 54	205 187	0,150 ^{55°C}	861 ^{55°C} 844 ^{80°C}
Palmitik asit	64 61	185,4 203,4	0,162 ^{68,4°C} , 0,159 ^{80,1°C}	850 ^{65°C} 847 ^{80°C}
Stearik asit	69 60-61	202,5 186	0,172 ^{70°C}	848 ^{70°C} 965 ^{24°C}

Ötektik Yağ Asitleri Karışımları

Genel olarak, ötektik yağ asitleri karışımları, farklı oranlarda eritilerek karıştırılmış iki tür yağ asidinin yavaşça soğutulmasıyla hazırlanır. Ötektik karışımın kütle oranı, faz

değişim sıcaklığı ve gizli ısı, diferansiyel taramalı kalorimetre ile elde edilir. Kahwaji ve White (2018) kütle oranının deneylerle elde etmenin karmaşıklığını dikkate alarak, “termodinamiğin ikinci yasası” ve “faz dengesi teorisi” ni temel alan bir (yarı) ötektiği analiz ederek, teorik olarak, (yarı) ötektiğin erime sıcaklığı, gizli ısı ve bileşen fiziksel özellikleri arasındaki ilişkiyi elde etmişlerdir. Bu, erime sıcaklığını ve gizli ısıyı tahmin etmek ve yağ asitlerinin ötektik karışımları gibi ötektik karışımların ideal kütle oranını belirlemek için teorik rehberlik sağlamıştır. Yukarıda belirtilen yöntemle, literatürde ikili ötektik karışımın kütle oranı, erime sıcaklığı ve erime entalpisi doğrulanmıştır ve teorik olarak 15 ötektik yağ asidi karışımının faz değişim sıcaklığı ve faz değişim entalpisi hesaplanmıştır (Sarı ve ark., 2004). Hesaplama sonuçları, hesaplanan değerlerin önceki deneysel değerlerle uyduğunu göstermiştir. 15 ötektik yağ asidi karışımı için minimum ve maksimum erime sıcaklıkları sırasıyla 10,2 ve 51,5 °C, minimum ve maksimum gizli ısı değerleri ise sırasıyla 138,6 ve 187,5 J/g olarak belirlenmiştir (Yuan ve ark., 2014). Yağ asitleri ısı, fiziksel ve kimyasal özellikler bakımından diğer FDM'lere kıyasla daha üstün özelliklere sahiptirler. Dolayısıyla yağ asitleri karışımlarından elde edilen FDM'lerin de benzer şekilde özellik göstermesi beklenebilir. Bundan dolayı, yağ asidi ötektik karışımları, literatürde en çok yer alan ve çalışılan ötektiklerdir. Bazı yağ asidi karışımları ve ısı-fiziksel özellikleri Çizelge 2.8’de verilmiştir.

Çizelge 2. 8. Bazı yağ asidi ötektik karışımları ve ısı-fiziksel özellikleri (Sarı, 2005)

Yağ asidi karışımı Birleşim oranı (kütlece %)	Erime sıcaklığı (°C)	Erime ısısı (J/g)	Yoğunluk (kg/m ³)	Isıl iletkenlik (W/mK)
Kaprik-Laurik 61,5 - 38,5	18	148	888 (25°C) 1018 (1°C)	0,164 (39,1°C) 0,154 (61,2 °C)
Kaprik-Miristik 73,5 - 26,5%	24	147,7	-	-
Kaprik-Palmitik 75,2 - 24,8%	22,1	152	-	-
Kaprik-Stearik 86,6 - 13,4%	26,8	160	-	-
Laurik-Miristik 62,6 - 37,4%	32,6	156	-	-
Laurik-Palmitik 64,0 - 36,0%	32,8	165	-	-
Laurik-Stearik 75,5 - 24,5%	37,3	171	-	-
Miristik-Palmitik 51,0 - 49,0%	42,6	169,7	-	-
Miristik-Stearik 65,7 - 34,3%	44,2	181	-	-
Palmitik-Stearik 64,9 - 35,1%	52,3	181,7	-	-

Polimerik FDM'ler

Faz deęişim malzemeleri kullanıldıkları sistemlerde sıcaklığı neredeyse sabit tutma kapasiteleri nedeniyle IED ve ısı yönetim sistemlerinde kullanılır. Ancak düşük ısı iletkenlikleri ve sıvı fazda iken olası sızıntılar gibi sorunlar FDM'lerin kullanımlarını sınırlandırmaktadır. FDM'nin polimer bir aę içine hapsedilerek polimerik faz deęişim malzemesi hazırlamak, sorunun çözümlerinden biridir. IED çalışmalarında FDM olarak polietilen glikol (PEG) yaygın şekilde kullanılmaktadır. Tekrarlayan birimlerinde $-CH_2-CH_2-O-$ ve OH ile sonlandırılmış bir poli(etilen oksit) olan PEG, yarı kristal yapıdaki bir polimerdir. PEG sulu boyalarda, elyaflarında, kâğıt kaplamalarda, ambalaj malzemelerinde ve ilaçlarda kullanılır. Son zamanlarda PEG ısı enerji depolamada yoğun şekilde kullanılmaktadır. PEG, kristallik derecesine atfedilen yüksek bir erime ısısına sahip olduęu için FDM olarak kullanılabilir (Pielichowski ve ark., 2004). Molekül ağırlığı, PEG'in ısı enerji depolamada bir malzeme olarak kullanılması için en önemli faktördür. FDM olarak kullanılan bazı PEG'lerin ısı özellikleri Çizelge 2.9'da yer almaktadır.

Çizelge 2. 9. PEG'lerin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları (Pielichowski ve Flejtuch, 2003a; Flejtuch, 2004)

Polimerler	Erime Sıcaklığı (°C)	Erime Isısı (J/g)
PEG 400	4,2	117,6
PEG 600	12,5	129,1
PEG 1000	40,0	168,6
PEG 3400	63,4	166,8
PEG 10000	65,9	171,6
PEG 20000	67,7	160,2
PEG 35000	68,7	166,9
PEG 100000	67,0	175,8
PEG 1000000	70,0	174,0

PEG'in erime noktası moleküler ağırlığa baęlıdır. Erime sıcaklıkları 4 ila 70 °C arasında erime ısısı ise 117-174 J/g aralığında deęişmektedir. Çizelge 2.9'da görüldüğü gibi,

PEG'in moleküler ağırlığındaki artışa bağlı olarak erime sıcaklığı ve faz geçiş ısısı da artar.

Pielichowski ve Flejtuch, (2003b) PEG, poli(propilen oksit) (PPO) ve politetrahidrofuran (PTHF) ile bazı yağ asidi ikili karışımlarını incelemişlerdir. Faz geçiş entalpi değerleri incelendiğinde PEG/yağ asidi karışımlarının birbirleriyle etkileşim içinde olduğu tespit edilmiştir (Pielichowska ve ark., 2008).

PEG dışında tarak yapılı polimerik FDM'ler olarak işlev görmesi için çeşitli akrilat bazlı kopolimerler araştırılmıştır. Hartmann ve Eyal (2010), kristalleşebilen yan zincirlere sahip bir dizi akrilat ve metakrilat bazlı fonksiyonel polimerik FDM'yi araştırmışlardır. Polimerik FDM olarak poli(2-alkiloksietilakrilat) ve poli(2-alkiloksietilakrilat-ko-metilakrilat) polimerlerinin iyi ısı enerji depolama yoğunluğunun yanında 1000 ısı döngü işleminden sonra dahi kararlı olduğu görülmüştür (Alkan ve ark., 2012a).

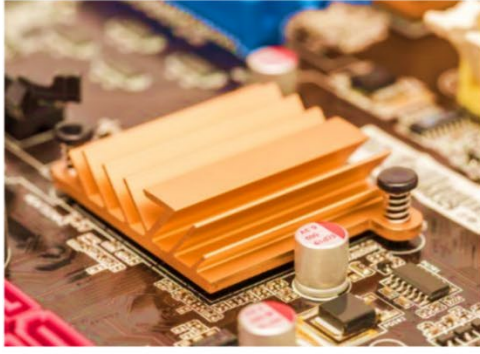
Tekstil uygulamalarında konfor için yan zincir olarak C16 alkil zinciri bulunan ve faz geçişine sahip poli(dietilenglikol hekzadesileterakrilat), poli(akrilonitril-ko-viniliden klorür) ile elyaf hazırlanmasında çekirdek malzeme olarak kullanılmıştır (Zhang ve ark., 2016).

Maksimum bozunma sıcaklığı 420 °C ve 163,5 J/g faz geçiş ısısına sahip poli(dekagliserol-ko-etilen glikol) kopolimeri polidekagliserol akrilat ve PEG-akrilat (PEGA) reaksiyonuyla elde edilerek ısı performansları test edilmiştir (Guo ve ark., 2012). 141 J/g gizli ısıya sahip çapraz bağlı polimer poli(etilen glikol akrilat) (PEGA) tekstil uygulamalarda ısı konfor sağlama amacıyla sentezlenerek ısı özellikleri test edilmiştir (Zhang ve ark., 2014). Alkan ve ark., (2018) poli(etilen-ko-1-tetradesil akrilat) ve poli(etilen-ko-1-oktadesil akrilat) polimerlerini üreterek, yapısal, termal, morfolojik ve mekanik olarak karakterize etmişlerdir.

Poli(etilen glikol) oktadesil eterin faz değişim özellikleri araştırılmış ve erime entalpisinin 143-183 J/g aralığında değiştiği ve iyi kristalleşme davranışına sahip olduğu görülmüştür (Meng ve ark., 2013).

2.6. FDM'lerin Kullanım Alanları

Isıl enerji depolamanın farklı uygulamaları için FDM'lerin kullanıldığı pek çok çalışma bulunmaktadır (Adinberg ve ark., 2010; Kenisarin, 2010). FDM kullanımının temel amacı ısıнын korunması ve enerji tasarrufudur. FDM'lerin güneş enerjisinin ısı enerjisi olarak depolanması, sera ve gıdaların korunması (Kowata, ve ark., 2002), tıpta organ, doku ve kan nakli (Cabeza ve ark., 2002), elektronik cihazların korunması (Pal ve Joshi, 1996), makinelerin soğutulması (Vasiliev ve ark., 2000), uzay araçları (Mulligan, 1996) bina (Waqas ve Ud Din, 2013) ve tekstil (Tong ve Tong, 2015; Aksoy ve ark., 2017; Döğüşcü ve ark., 2018) gibi pek çok uygulama alanı bulunmaktadır. Şekil 2.10'da FDM'lerin bazı kullanım alanları verilmiştir.



Elektronik cihazların soğutulmasında



Tekstil ürünlerinde ısı konfor sağlanmasında



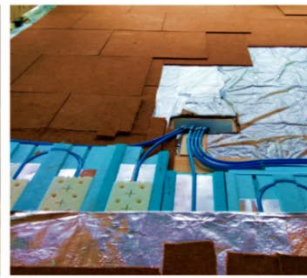
Tıpta doku, kan ve organ taşımada



Seralarda



Güneş enerjisi santralleri ve güneş panellerinde



Binalarda iklimlendirme amacıyla

Şekil 2. 5. FDM'lerin bazı kullanım alanları

2.6.1. FDM'lerin Teknik Alanlarda Kullanımı

FDM'ler öncelikle teknik alanlarda kullanılmıştır. Bu alanlar şu şekilde sıralanabilir:

- ✓ Elektronik devre ve yüksek hızlarda çalışan makinelerin soğutulması (Sengupta, 1991; Whitney ve ark., 1992)
- ✓ Isı kayıplarını önlemek için yalıtkan kaplamalar (Bryant ve ark., 1999)
- ✓ Araçların tavanları (Pushaw, 1999)
- ✓ Sıcaklık dengeleyici olarak jel paketler (Sabin, 2000)
- ✓ Gıda ürünlerinin taşınması (Searle, 2003).
- ✓ Sanayide atık ısının geri dönüşümü (Demirbaş, 2006)

2.6.2. FDM'lerin Yüksek Teknoloji Ürünlerinde Kullanımı

FDM'lerin ileri teknoloji uygulama alanları şu şekilde sıralanabilir:

- ✓ Lityum-iyon ve diğer pillerin ısı yönetiminde (Samimi ve ark., 2016; Zhao ve ark., 2017)
- ✓ Mikro-elektronik malzemelerin sıcaklık yönetiminde (Garimella, 2006)
- ✓ Uzay uygulamalarında (Yimer ve Adami, 1997; Lafdi ve ark., 2008; Wu ve ark., 2013)
- ✓ Elektrikli araç motorlarında (Kim ve ark., 2010; Javani ve ark., 2014)

2.6.3. FDM'lerin Biyomedikal Alanlarında Kullanımı

FDM'ler, özel bandajlar veya yanık yaraları için pansumanlar gibi ısı koruma gerektiren farklı biyomedikal uygulamalar için önemli malzemeler olarak kabul edilir. PEG ile muamele edilmiş hem sıvı taşınan hem de anti bakteriyel özelliklere sahip kumaşlar, cerrahi gazlı bezler ve bebek bezleri gibi malzemeler biyomedikal uygulamalar için yararlı olabilir. FDM'ler aşağıda belirtilen alanlarda kullanılmaktadır:

- ✓ Akıllı tekstil ürünleri ile sıcak soğuk terapileri (Zhang, 2001).
- ✓ Sıcaklığa duyarlı biyomedikal ürünlerin korunması (Mondieig ve ark., 2003).
- ✓ Biyomedikal ürünlerin hazırlanması esnasında sıcaklık düzenleyici olarak (De Santis ve ark., 2006; Pielichowska. ve Blazewicz, 2010).
- ✓ Cerrahi operasyon sırasında dokuların korunması (Lv ve ark., 2011)
- ✓ Termal biyo-algılamada ısı sensörü olarak (Wang ve ark., 2010).

2.6.4. FDM'lerin Tekstil Ürünlerinde Kullanımı

1980'lerin başında NASA, özellikle uzay giysilerinin kumaşlarının sıcaklık bariyer özelliklerini geliştirmek için FDM mikrokapsüllerini liflere dahil ederek yeni bir akıllı tekstil ürünleri teknolojisi geliştirdi. FDM'ler tekstil ürünlerinde, astronotların uzay görevleri sırasında karşılaştığı aşırı sıcaklık değişimlerinin etkisini azaltma amacıyla kapsüllendi (Nelson, 2002; Mondal, 2008).

1980'lerde, farklı sıcaklık aralıklarına sahip çeşitli ısı düzenleme özelliğine sahip elyaf türleri hazırlandı (Vigo ve Frost1982; Vigo ve Frost1983; Vigo ve Bruno, 1989; Vigo ve Bruno, 1993; Vigo, 1997). Bu, boşluklu elyafların, sulu bir tuz hidrat ve düşük molekül ağırlıklı PEG gibi bir FDM çözeltisine daldırılmasıyla elde edildi. Kumaşlar istenilen ısı depolama ve salma özellikleri sunmasına rağmen ısıl döngüye maruz kaldıklarında ısı özelliklerin zayıfladığı görülmüştür. Bu nedenle, elyafın ısı düzenleme performansını arttırmak için mikrokapsülleme gibi diğer yaklaşımlar geliştirilmiştir (Bryant ve Colvin, 1988). FDM kapsülleri ticari olarak tekstil elyafları ve kumaş kaplamaları için kullanılmaktadır (Zubkova, 1995; Colvin ve Bryant, 1998). Bu FDM'ler dış giyim, battaniye, yorgan, minder ve yastık kılıfı için kullanılırlar. FDM içeren tekstil ürünleri sıcaklık düzenleyici olmasının yanında aşırı ısınmayı da engelleyebilirler (Nelson, 2002).

Shin ve ark., (2005a) in situ polimerizasyonu ile eikosan içeren melamin-formaldehit mikrokapsülleri hazırlayarak ısı düzenleyici tekstil malzemeleri geliştirmek için polyester örme kumaşlara eklemişlerdir. Beş yıkamadan sonra, kumaşların ısı depolama kapasitesinin %40'ını koruduğu görülmüştür (Shin ve ark., 2005b).

Wang ve ark. (2005) FDM'lerin akıllı ısı koruyucu giysiler üzerindeki etkisi hakkında araştırma yapmışlardır. Aynı koşullar altında, FDM ile giysi tertibatı tarafından tüketilen elektrik enerjisinin, FDM olmadan giysi tertibatı tarafından tüketilen enerjiden yaklaşık %31 daha az olduğunu ortaya koymuşlardır.

Chen ve ark., (2007) elektrospining yoluyla PEG'in FDM olarak hareket ettiği PEG/selüloz asetat kompozitinin ultra ince liflerini elde ederek, PEG'in yüzeye ve

liflerin çekirdeğine dağıldığı belirlenmiştir. DSC, ısı özelliklerinin 100 ısıtma-soğutma döngüsünden sonra dahi değişmediğini ortaya koymuştur.

Parafin vaks içeren polistiren mikrokapsüller, süspansiyon benzeri bir polimerizasyon işlemiyle sentezlenerek, tekstil uygulamaları için uygunluğu araştırıldı (Sánchez ve ark., 2010). Yıkama, sürtünme ve ütüleme işlemlerine karşı direnç sağlamak için FDM mikrokapsüllerinin tekstil malzemesine etkili bir şekilde tutunması ile ilgili teknik sorunlar ele alınmıştır. Shin ve ark., (2010) doğal indigo boyalı pamuklu kumaşlara n-oktadekan ve n-eikosan içeren mikrokapsüller uygulayarak ısı düzenleme özelliklerine sahip tekstil ürünleri elde etmişlerdir. 20 yıkama döngüsünden sonra, gizli ısı kapasitesinin yaklaşık %94'ü, sürtünme testlerinden sonra gizli ısı kapasitesinin %70-89'u ve nemli bir kaplama kumaşı kullanılarak yapılan ütü testlerinden sonra ise gizli ısı kapasitesinin %92-96'sının korunduğu belirlenmiştir.

Salaun ve ark., (2010) tarafından n-alkan karışımı içeren melamin-formaldehit mikrokapsülleri ile poliüretan bazlı tekstil kumaşlarının ısı düzenleme özellikleri geliştirildi. Isı düzenleme tepkisinin, yüzeyde biriken ağırlığa ve bağlayıcının mikrokapsüllerin kütle oranına bağlı olduğu bulunmuştur.

Alay ve ark., (2011) emülsiyon polimerizasyonu ile poli(metil metakrilat) (PMMA)/n-hekzadekan mikrokapsülleri hazırlayarak, PMMA/n-hekzadekan mikrokapsüllerini çeşitli kumaşlara uygulamışlardır. Kumaş yapısının, kumaşların ve mikrokapsül kabuk malzemelerinin kimyasal uyumluluğu mikrokapsüllerin ısı depolama kapasitesini etkilediği tespit edilmiştir.

Zhang ve ark., (2013) yeni yapıca kararlı kompozit FDM'ler olarak poli (N-hidroksimetil akrilamid)/PEG (PNHMA/PEG) birbirine geçen polimer ağ jelleri ve PP/PNHMA/PEG faz değişim lifleri hazırlamışlardır. Kompozit FDM'ler ve PP/PNHMA/PEG faz değişim liflerindeki PEG'in erime sıcaklıklarının çok az dalgalanma gösterdiğini ve kompozit FDM'lerin ve liflerin gizli ısı entalpilerinin teorik değerin biraz altında olduğunu belirtmişlerdir.

2.6.5. FDM'lerin Binalarda Kullanımı

Son yıllarda binalarda ortam sıcaklığını dengeleyerek iç mekan ısı ortamını iyileştirmek için FDM'lerin kullanımı her geçen gün artmaktadır. Sıcaklık arttıkça FDM ısıyı emerek faz değişimi meydana gelir. Benzer şekilde, sıcaklık düştüğünde, FDM faz değişimine uğrayarak ortama ısı salar. FDM'nin bina yüzeylerine ve bina servis ekipmanlarına uygulanması, enerji depolama kapasitesini arttırmanın ve daha sonra yenilenebilir ve yenilenemez enerjilerin kullanımını düzenlenmesi için bir seçenek sunar. Sonuç olarak, hem bina enerji performansı optimize edilir hem de düzenlenmiş ısı ortamı nedeniyle iç mekanda, 'ısı konfor bölgesinde' iyileşme görülür (Zeng ve ark., 2011).

Yüksek enerji verimli bir bina, minimum sistem enerjisi gereksinimi olan oturanların ısı konforunu sağlayabilecek enerji tasarruflu bir yapıya sahip olmalıdır (Mao ve ark., 2017). Bu açıdan bakıldığında, binalarda ısı enerji depolama FDM'lerin uygulamalarını destekleyen anahtar bir faktördür.

FDM'ler nispeten büyük gizli erime ısılarına sahiptir. FDM'lerin bina duvarlarına, çatılara ve zeminlere dahil edilmesi, bu bina bileşenlerinin ısı kütlesini potansiyel olarak artırabilir, bu da sadece yoğun saatlerde ısı transfer oranlarını azaltmakla kalmaz, aynı zamanda iç sıcaklık dalgalanmalarını da azaltır. Bina bileşenleri üzerindeki ortam sıcaklığı dalgalanma etkileri FDM-IED sistemleri tarafından zayıflatılır ve böylece oda sıcaklığının dalgalanması ısı konfor aralığında kalması beklenir.

Schossig ve ark., (2005) birinin duvarları alçı ile diğerinin ise FDM ile kaplı iki odada ısı performans testleri gerçekleştirmişlerdir. Elde edilen veriler FDM'li odalarda ısı konforun arttığını ancak yapılarda daha iyi bir havalandırma sistemine ihtiyaç duyulduğunu belirlemişlerdir. Daha sonra, Voelker ve ark.,(2008) FDM'lerin oda sıcaklığının düşürülmesi üzerindeki etkisini ele alan benzer bir deneysel çalışma gerçekleştirilmiştir. Benzer ısı koşullar sunmak için iki oda ısı olarak ayrılarak yapılan test sonucunda sıcaklık düşüşü FDM olmayan odada 4 °C'ye kadar çıktığı görülmüştür.

Aynı yöntemle Behzadi ve Farid (2010) ısı olarak birbirinden bağımsız tüm yüzeyleri ticari alçı ile kaplı bir referans oda ve tüm yüzeyleri FDM-alçı kaplı özdeş bir ikinci oda

deneysel ve sayısal yaklaşımlar kullanarak incelemişlerdir. Günlük iç ortam sıcaklığı dalgalanması 4 °C'ye kadar azaltılarak, klima için %34.5'e kadar enerji tasarrufu sağlamışlardır.

FDM alçı panel çalışmasına benzer şekilde, bir FDM kopolimer kompozit duvar kaplamasının ısı performansları Kuznik ve Virgone (2009) tarafından tam ölçekli bir test odasında deneysel olarak araştırılmıştır. FDM'nin etkileri, kompozit duvar kaplamalı ve kaplamasız elde edilen sonuçlar üç farklı durum için karşılaştırılarak incelenmiştir: bir yaz günü, bir kış günü ve sezon ortasında bir gün. Deneysel sonuçlar, FDM'li odadaki hava sıcaklığının 4,2 °C kadar düştüğünü göstermiştir.

Yenilenmiş hafif bir binada FDM duvar kaplamasının ısı performansı da Kuznik ve ark. (2011) tarafından test edilmiştir. FDM'li odanın maksimum sıcaklığı referans odadan çok daha düşük olduğu ve iç mekan ısı konforun arttığı görülmüştür. Mandilaras ve ark., (2013) tarafından PCM duvarları ile donatılan iki katlı tipik bir aile evi inşa edildi, kayıp faktörünün %30-40 oranında azaldığı ve gecikme süresinin yaklaşık 100 dakika arttığı sonucuna varılmıştır.

Yukarıdaki çalışmalar FDM yapı malzemelerinin geliştirilmesini desteklemektedir. Daha sonra bina duvarlarındaki FDM konumunun, sistemin en iyi performansı için kritik olduğu kabul edilmiştir (Jin ve ark., 2014).

FDM'li yapı malzemeleri, ısı depolama kapasitesini arttırmak ve binaların iç yüzey sıcaklığının dengelenmesini sağlayarak, ısı konfor hissi ve iç ortam sıcaklıklarında istikrar elde etmek için kullanılır. Cabeza ve ark., (2007) yeni bir FDM'li beton hazırlayarak ısı yönden incelemişlerdir. Daha sonra, Castell ve ark., (2010) geleneksel ve alveolar tuğla olmak üzere iki tipik yapı malzemesi kullanarak birkaç hücre oluşturup zaman içindeki ısı performansları deneysel olarak test etmişlerdir. Deneyler, FDM'nin pik sıcaklıkları 1 °C'ye kadar düşürdüğünü ve günlük sıcaklık dalgalanmalarını yumuşattığını göstermiştir. Ayrıca, yaz aylarında FDM kabinlerinde elektrik enerjisi tüketimi yaklaşık %15 azalmıştır. Bu enerji tasarrufu, CO₂ emisyonlarında yaklaşık 1–1,5 kg/yıl/m²'lik bir azalmaya neden olmuştur. Daha sonra, FDM'leri kontrol etmek ve şekillendirmek için, sıva harcı içine mikro kapsüllenmiş FDM gömülü yeni bir kompozit yapı malzemesi geliştirilerek, test edilmiştir. Burada iç

mekanın pik sıcaklığının FDM harcı kullanıldıktan sonra 2,6 °C azaltıldığı görülmüştür (Sá ve ark., 2012).

2.7. Kaynak Özetleri

Yağ asitleri, kötü koku, korozif etki ve yüksek süblimleşme oranı gibi istenmeyen özelliklere sahiptir (Sarier ve Önder, 2012). Bu dezavantajların üstesinden gelmek ve iyi ısı özelliklere sahip bazı yağ asidi türevleri FDM'ler elde etmek için, yağ asitleri alkollerle esterleştirilmiştir. Bu konuda yapılan ilk çalışmada Feldman ve Shapiro, (1989) yağ asitlerinin (kaprik, laurik, palmitik ve stearik asit) ve bunların ikili karışımlarının ısı özelliklerini analiz etmişlerdir. Sonuçlar, elde edilen malzemelerin alan ısıtma uygulamalarında gizli ısı enerji depolama için cazip adaylar olduklarını göstermiştir. Yağ asitlerinin erime aralığının 30 ila 65 °C arasında değiştiği, erime gizli ısısının ise 153 ila 182 kJ / kg arasında değiştiği görülmüştür.

Feldman ve ark., (1995) stearik ve palmitik asitin metil, bütül ve propil alkollerle esterleşmesiyle elde edilen FDM'lerin ısı özellikleri DSC ile belirlemişlerdir. Elde edilen esterlerin erime noktalarının 17 ile 34 °C aralığında donma noktalarının ise 20 ile 32 °C aralığında oldukları belirlenmiştir. DSC analiz sonuçlarından bu FDM'lerin faz geçiş ısılarının ise 140-190 J/g arasında değiştiğini görülmüştür.

Jiang ve ark, (2002) esnek yapıya sahip olan polietilen glikolü öncelikle toluendiisosiyanatla etkileştirilerek, iki ucu diisosiyanat fonksiyonel gruplara dönüştürülmüş polimeri daha sonra iskelet olarak kullanılan selüloz diasetata (CDA) aşılamlıdır. Böylece çapraz bağlı FDM'ler elde etmişlerdir. Elde edilen kompozitlerin faz geçiş sıcaklıkları ve faz geçiş entalpileri, PEG molekül ağırlığının ve CDA iskeletine bağlanan PEG miktarının artmasıyla arttığı görülmüştür.

Son zamanlarda yağ asitlerinin alkoller ve aminlerle reaksiyonu sonucu yeni yağ asitleri türevleri elde edilip yapısal ve ısı yönden karakterize edilmiştir. Stearil klorürün ilgili diol (1,2-etandiol, 1,4-bütandiol, 1,6-heksandiol, 1,8-oktandiol) ile esterleştirilmesi yoluyla bir dizi katı-sıvı faz değiştirme malzemesi, diol di-stearatlar hazırlanarak FT-IR, WAXD, POM, DSC ve TGA ölçümleriyle karakterize edilmiştir. DSC sonuçları,

hazırlanan diol di-stearatlarının erime noktasının 38,5 °C ila 56,4 °C arasında değiştiğini ve faz değişikliği entalpisinin 134 kJ / kg-189 kJ / kg aralığında olduğunu göstermiştir (Li ve Ding, 2007). Alkan ve ark., (2008) yüksek enerji depolama kapasitesine ve GIED için uygun faz değişim sıcaklığına sahip yeni bir FDM olarak stearik asidin etilen glikol ile esterleştirilmesiyle etilen glikol distearat sentezlenmişlerdir. Esterleştirme reaksiyonu FT-IR spektroskopisi ile kanıtlanmıştır. Yeni FDM'nin ısı kararlılığı ısı döngü (1000 erime/katılaşma döngüsü) ile araştırılmıştır. Etilen glikol distearatın gizli erime ve donma ısıları, erime ve donma sıcaklıkları olarak ısı döngüden sonra DSC yöntemi ile sırasıyla 215,43 J/g – 216,45 J/g bulunmuştur.

Nikolić ve ark., (2003) metil stearat, metil palmitat, setil stearat, setil palmitat esterlerinin ve bunların ikili karışımlarının katı-sıvı geçişlerini DSC ölçümleri ile incelemişlerdir. Pasif olarak güneş enerjisinden ısı enerji depolaması ile ilgili daha ileri çalışmalar için, faz geçiş sıcaklığı oda sıcaklığına yakın yüksek faz geçiş entalpisine sahip dört sistem seçilerek 10-60 °C sıcaklık aralığında programlanmış ısıtma/soğutma ile 50 ısı döngü yapılarak numunelerin ısı kararlılıkları test edilmiştir. Oda sıcaklığında saklanan örneklerin ısı performansları 18 aylık bir aralıktan sonra tekrar test edilmiştir. Sonuçlar, malzemelerin ısı-fiziksel özelliklerin değişmediğini göstermiştir.

Sarı ve ark., (2009) ısı enerji depolaması için yeni bir katı-sıvı faz değişim malzemesi olarak bir dizi stearik asit esteri sentezleyerek, malzemelerin yapısal karakterizasyonu ve ısı özelliklerini incelemişlerdir. Ester bileşikler, stearik asidin n-bütül alkol, izopropil alkol ve gliserol ile reaksiyonu yoluyla sentezlenmiştir. Elde edilen malzemeler FT-IR spektroskopisi ve ¹H-NMR teknikleriyle karakterize edilmiştir. Esterlerin termal özellikleri DSC metodu ile ölçülmüştür. DSC sonuçları, sentezlenen FDM'lerin erime sıcaklıklarının ve faz geçiş entalpilerinin sırasıyla 23-63 °C ve 121-149 J/g aralığında olduğunu göstermiştir.

Sarı ve ark., (2010) yeni katı-sıvı faz değişimi enerji depolama malzemeleri olarak gliserol ile bazı yağ asidi esterlerinin sentezi, IED özellikleri ve ısı güvenilirliği incelemişlerdir. Esterler, gliserol ile miristik, palmitik ve stearik asidin Fischer

esterleşme reaksiyonu ile sentezlenmiştir. Esterleşme reaksiyonlarının gerçekleştiği fourier dönüşümlü kızılötesi ve ¹H Nükleer Manyetik Rezonans teknikleri (¹H-NMR) ile kanıtlanmıştır. Sentezlenen esterlerin erime sıcaklıkları ve faz geçiş sıcaklıkları DSC yöntemiyle sırasıyla 31-63 °C ve 149-185 J/g arasında bulunmuştur.

Aydın ve Okutan, (2011a) 1-tetradekanol ile 1-tridekanoik, 1-pentadekanoik, 1-heptadekanoik ve 1-nonadekanoik asitlerin esterleşmesiyle bir dizi yüksek zincirli yağ asidi esterlerini sentezlemişlerdir. Sentezlenen esterlerin düşük sıcaklıkta ısı depolanması için uygun, ısıl olarak kararlı, erime noktalarının 38 °C ile 53 °C arasında ve yaklaşık 200 kJ/kg faz değişim entalpisine sahip olduklarını belirlemişlerdir.

Aydın ve Okutan, (2011b) 1-tetradekanolün laurik, miristik, palmitik, stearik ve arakidik asit ile vakum altında ve katalizör olmaksızın esterleşme reaksiyonuyla bir dizi yüksek zincirli yağ asidi esterleri hazırlamışlardır. Esterleşme reaksiyonları FT-IR spektroskopisi ile incelenmiştir. Hazırlanan faz değişim malzemelerinin termal özelliklerini belirlemek için bir DSC ve TGA yöntemleri kullanılmıştır. Yeni organik FDM'lerin ısıl güvenilirliği, sentezlenen malzemelerin ısıl döngü öncesi ve 1000 kez ısıl döngüye maruz kalmış FDM'lerin ölçülen ısıl özellikleri kıyaslanarak araştırılmıştır. DSC analiz sonuçları, miristil alkolün yüksek zincirli yağ asidi esterlerinin erime sıcaklıklarının 38 ve 53 °C arasında faz değişim entalpisi ise 200 J/g'ın üzerinde olduğunu göstermiştir.

Shi ve ark., (2011) stearil alkolü toluendiizosiyanatla etkileştirdikten sonra polivinil alkol (PVA) polimer zincirine aşlamışlardır. Poli(vinil alkol)-g-oktadekanol kopolimerleri, FT-IR, DSC, TGA, geniş açılı X-ışını difraksiyonu ve POM ile incelenmiştir. Kopolimerin oktadekanole kıyasla daha iyi bir ısıl kararlılığa sahip olduğu ve faz geçiş entalpisinin yoğunluğunun aşılama oranına bağlı olduğu görülmüştür.

Sarı ve ark., (2011a; 2011b) miristik, palmitik ve stearik asidin bazı esterlerini sentezleyerek kimyasal ve ısıl özelliklerini karakterize etmişlerdir. Çizelge 2.10'da elde edilen FDM'lerin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları yer almaktadır.

Çizelge 2. 10. Bazı yağ asidi esterlerinin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları (Sarı ve ark., 2011a; Sarı ve ark., 2011b).

Yağ asidi esteri	Erime Sıcaklığı (°C)	Gizli Isı(kJ/kg)
Gliserol trimiristat	32,0	154,3
Gliserol tripalmitat	58,5	185,9
Gliserol tristearat	63,5	149,4
Etilenglikol distearat	64,5	212,7
Eritritol tetrapalmitat	21,9	201,1
Eritritol tetrastearat	30,4	208,8
Galaktitol hekzapalmitat	47,8	251,1
Galaktitol hekzastearat	31,8	201,7

Sarı, (2012) bu çalışmada IED amacıyla yeni organik FDM olarak mannitol-yağ asidi esteri sentezlemiştir. Sentezlenen esterlerin yapısal karakterizasyonu FT-IR ve NMR spektroskopisi kullanılarak yapılmıştır. FDM'lerin IED özellikleri ve ısıl güvenilirlikleri DSC yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. DSC sonuçları, FDM'lerin erime sıcaklıklarının 42-65 °C sıcaklık aralığında olduğunu ve erime entalpilerinin 145 ila 202 J/g arasında olduğunu göstermektedir. FDM'lere uygulanan 1000 ısıl döngü işleminden sonra elde edilen DSC sonuçları sentezlenen FDM'lerin iyi bir ısıl kararlılığa sahip olduğunu göstermiştir.

Alkan ve ark., (2012b) üç farklı diizosiyanat ve üç farklı molekül ağırlığında polietilen glikol (PEG) kullanarak IED için katı-katı faz değişim malzemeleri olarak poliüretan polimerleri sentezlenmiştir. Çalışmada PEG'in moleküler ağırlığının ve diizosiyanat tipinin IED özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Sentezlenen FDM'lerin molekül yapıları FT-IR spektroskopisi, kristal özellikleri POM, ısıl performansları ise DSC ile araştırılmıştır. Sonuçlar üretilen poliüretan FDM'lerin, 179 J/g'a ulaşan yüksek entalpi ve 19 ila 60 °C faz geçiş sıcaklık aralığıyla tipik katı-katı faz geçiş özelliklerine sahip olduğunu göstermektedir.

Aydın ve Aydın, (2012) 1-hekzadekanolün karbon sayısı C10-C20 arasındaki yağ asitleri ile vakum altında ve katalizör olmaksızın esterleşme reaksiyonu ile bir dizi yüksek zincirli yağ asidi esterleri hazırlanmışlardır. Yapısal ve ısı analizleri için FT-IR spektrometresi, DSC ve TGA kullanılmıştır. DSC analizleri, setil alkolün yüksek zincirli yağ asidi esterlerinin erime sıcaklıklarının 29 ve 60 °C arasında faz değişim entalpisi ise 185 J/g'ın üzerinde olduğunu göstermiştir.

Aydın, (2013) bu çalışmada 1-oktadekanolün (stearil alkol) karbon sayısı C10-C20 arasındaki yağ asitleri ile vakum altında ve katalizör olmaksızın esterleşme reaksiyonu ile bir dizi yüksek zincirli yağ asidi esterleri hazırlamıştır. Esterleşme reaksiyonlarının gerçekleştiği FT-IR spektrometresi ile ortaya konmuştur. Elde edilen ürünlerin 1000 ısı döngü işleminden sonra saflıkları, faz değişim sıcaklıkları ve entapileri, ısı bozunma ve güvenilirlikleri gerekli istatistiksel verilerle sunulmuştur. DSC analiz sonuçları, stearil alkolün yüksek zincirli yağ asidi esterlerinin erime sıcaklıklarının 42 ve 65 °C arasında faz değişim entalpisinin ise 200 J/g'ın üzerinde olduğunu göstermiştir. Ayrıca bu çalışmada uzun zincirli alkollerin yüksek zincirli yağ asidi esterlerinin faz değişim sıcaklığı ve entalpi değerlerinin hiçbir enstrümantal analiz olmadan doğru bir şekilde tahmin edilmesini sağlayacak ampirik bir korelasyon geliştirilmiştir.

Xi ve ark., (2012) yeni bir poliüretan bazlı tetrahidroksi bileşiği tasarlamış ve hazırlanmışlardır. PEG ile 4,4'-difenilmetan diizosiyanatın fazlası etkileştirilerek izosiyanat uçlu polimer edildikten sonra tetrahidroksi bileşiğiyle etkileştirilerek yeni bir poliüretan polimeri elde etmişlerdir. Üretilen polimerler bileşimi ve yapısı FT-IR ve ¹H-NMR spektrometresiyle ağırlıkça ortalama moleküler ağırlığı ve sayıca ortalama molekül ağırlığı çok açılı lazer ışık saçılma dedektörü ile çözünme ve erime özellikleri, faz değişim davranışları ve ısı performansları DSC, dinamik mekanik termal analiz ve TGA yöntemleriyle incelenmiştir. Kristal morfolojisi ise geniş açılı XRD ve POM ile araştırılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde katı-katı faz değişim malzemesinin iyi faz değişim özelliklerine ve geniş bir işlem sıcaklığı aralığına sahip olduğunu göstermektedir. Isıtma faz değişim entalpisi 137,4 J/g soğutma faz değişim entalpisi ise 127,6 J/g olarak ölçülmüştür. İlk bozunma sıcaklığı 323,5 °C iken maksimum ayrışma

sıcaklığı 396,2 °C'dir. Ayrıca, katı-katı faz değişim malzemesi çözünebilir, eritilebilir ve doğrudan işlenebilir olduğu için IED uygulamalarında büyük bir potansiyele sahiptir.

Aydın, (2013a) yağ asidi esteri bazlı bir faz değişim malzemesini uygun bir poli-fonksiyonel amino alkol ve toluen diizosiyanat ile kapsüllemiştir. Çalışmada N-(2-hidroksietil) etilendiamin, ilk defa poli(üretan-üre) kabuk malzemesi oluşturmak üzere FDM'lerin kapsüllemesi için kullanılmıştır. Farklı sürfektant/FDM stokiyometrik oranlarında kullanılan anyonik ve iyonik olmayan sürfektantların kapsüllemiş son ürünlerin özellikleri üzerindeki etkisini incelenmiştir. Faz değişim sıcaklığı, faz geçiş entalpisi gibi ısı özellikleri ve FDM kapsülleme verimliliği ile ilgili istatistiksel hesaplamalar DSC analizleri ile belirlenmiştir. Yüzey aktif madde tipleri, stokiyometrik oranlar ve yapısal özellikler arasındaki ilişkiler hakkında daha fazla tartışma için parçacık boyutu dağılımı analizi ve yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskobu (HRTEM) kullanılmıştır. Mikro ve nano yapılara sahip hazırlanan FDM kapsüller, yapı malzemelerinde ve enerji verimli binaların inşasında IED malzemeleri olarak kullanım için uygun adaylar olduğu rapor edilmiştir.

Aydın., (2013b) kozmetik ve kişisel bakım endüstrisinde kullanılan yağ asidi esteri bazlı üç ticari ürünün termal özellikleri, faz değişim sıcaklıkları, faz geçiş entalpileri, sıvı ve katı durumların özgül ısı kapasitesi (C_p) değerleri, 1000 ısı döngü sonrası termal bozunma ve ısı güvenilirlik testleriyle istatistiksel hesaplamaları rapor edilmiştir. DSC analizleri, erime sıcaklıklarının 44 ile 60 °C arasında olduğunu ve faz değişimi entalpilerinin 180 kJ/kg'ın üzerinde olduğunu göstermektedir.

Huang ve ark., (2013) destek materyalleri olarak yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE)-etilen-vinil asetat, FDM olarak ise TD-kaprik asit (CA), TD-laurik asit (LA) ve TD-miristik asitin (MA) ötektik karışımlarını kullanarak yapıcı kararlı FDM'ler hazırlamışlardır. Ötektik karışımların ve yapıcı kararlı FDM'lerin ısı özellikleri DSC ile ölçülmüştür. Hazırlanan FDM'lerin erimeye ve katılaşmaya başladıkları sıcaklıklar sırasıyla 19,13-13,32 °C (yapıcı kararlı TD-CA FDM), 24,53-24,92 °C (yapıcı kararlı TD-LA FDM), ve 33,15-30,72 °C (yapıcı kararlı TD-MA FDM) iken faz geçiş ısılarının 88,7 ve 125,7 J/g aralığında olduğu görülmüştür.

Memon ve ark., (2013) lauril alkölü (LA) vakumla emdirme yöntemiyle kaoilin (KO) içerisinde hapsederek yeni yapıca kararlı kompozit faz değişim malzemesi geliştirmeyi amaçlamışlardır. Elde edilen kompozit FDM, taramalı elektrom mikroskobu (SEM) ve FT-IR kullanılarak karakterize edilmiştir. Kompozitin ısı özellikleri, ısı kararlılığı ve güvenilirliği DSC, TGA ve ısı döngü testi ile belirlenmiştir. FT-IR sonuçları, kompozit FDM'nin iyi bir kimyasal kararlılığa sahip olduğunu ve LA ile KO arasındaki etkileşimin fiziksel olduğunu göstermiştir. Kompozit FDM'nin erime sıcaklığı ve gizli ısı, DSC analizi ile 19,14 °C ve 48,08 J/g olarak ölçülmüştür. TGA ve ısı döngü testi, kompozit malzemenin ısı olarak kararlı ve güvenilir olduğunu ortaya koymuştur.

Carareto ve ark., (2014) 1-oktanol, 1-dekanol, 1-dodekanol, 1-tetradekanol, 1-hekzadekanol ve 1-oktadekanol yağ alkollerinin karışımlarını hazırlayarak DSC ile incelenen faz diyagramlarını rapor etmişlerdir. Ayrıca X-ışını kırınımı ve POM kullanarak ötektik karışımların kristal yapıları ve davranışlarını incelemişlerdir.

Chen ve ark., (2015) yaptıkları çalışmada IED için farklı çapraz bağlanma yapılarına sahip üç yeni polimerik katı-katı faz değişim malzemesi (KKFDM) sentezleyerek karakterize etmişlerdir. İskelet yapı olarak üç farklı hekzahidroksi bileşik sorbitol, dipentaeritritol ve inositol kullanılırken IED özelliği katan fonksiyonel grup olarak PEG kullanılmıştır. Sentezlenen KKFDM'lerin moleküler yapısı, kristal özellikleri, faz değişim davranışları, ısı güvenilirlik ve kararlılıkları sırasıyla FT-IR spektroskopisi, X-ışını kırınımı (XRD), DSC ve TGA ile incelenmiştir. Sonuçlar hazırlanan KKFDM'nin yüksek IED yoğunluğuna ve uygulanabilir bir sıcaklık aralığına sahip olduğunu ve KKFDM'ler için ısıtma ve soğutma işleminde maksimum faz değişim entalpisinin sırasıyla 107,5 J/g ve 102,9 J/g olduğunu göstermektedir.

Liu ve ark., (2016a) hint yağını izosiyanat uçlu PEG'lerle doğrudan etkileştirerek IED amacıyla kullanılacak katı-katı faz geçiş malzemeleri hazırlamışlardır. Sentezlenen FDM'lerin molekül yapıları, kristal özellikleri, ısı performansları, ısı güvenilirliği ve kararlılığı sırasıyla FT-IR spektroskopisi, XRD, POM, DSC ve TGA ile araştırılmıştır. XRD desenleri ve POM görüntüleri, sentezlenen FDM'lerin, saf PEG ile karşılaştırıldığında aynı kristal yapıya ve kristallenmenin polimer içerisinde dağıldığını

göstermektedir. DSC sonuçları, sentezlenen FDM'lerin yüksek gizli ısı ve uygun bir faz değişim sıcaklığı aralığına sahip olduğunu göstermiştir.

Yukarıda verilen literatür bilgilerine bakıldığında, hem yağ alkollerini hem de diizosiyanatları kullanarak pek çok çalışma yapıldığı ancak ikisinin birlikte kullanıldığı pek az çalışma bulunduğu görülmektedir. Enerji depolayıcı madde olarak seçilen yağ alkollerinin FDM olarak kullanılması yeni bir düşünce olmamakla birlikte, yağ alkollerini ve diizosiyanatlarla üretilen yeni malzemelerin enerji depolama/salıverme yeteneğine sahip IED özelliklerinin ve ısı performanslarının belirlenmesi ilk kez bu çalışmada gerçekleştirilmiştir. Diizosiyanatların ucuz ve tepkimeye girmek için düşük enerjiye ihtiyaç duyması, yağ alkollerine bağlayıcı madde olarak seçilmesinde en önemli faktörlerdendir. Bir seri yeni tip FDM'lerin hazırlanması, karakterizasyonu ve IED performanslarının belirlenmesi bu çalışmayı önemli kılmaktadır. Diğer taraftan, FDM'lerin ilk kez tarafımızdan sentezlenmesi çalışmamızın diğer önemli bir özelliğidir. Bu tez sonucu ile ortaya konacak sonuç ve veriler literatüre önemli katkılar sağlayacaktır.

Bu çalışmada, farklı sıcaklıklarda enerjiyi muhafaza edebilme, sıcaklık dalgalanmasını azaltarak ortam sıcaklığını koruyabilme özelliğine sahip bir seri yeni tip enerji depolayıcı FDM'ler üretilmiştir. Bu kapsamda FDM olarak faz geçiş sıcaklıkları sırasıyla 24, 38, 49 ve 58 °C olan 1-dodekanol, 1-tetradekanol, 1-hekzadekanol ve 1-oktadekanol kullanılmıştır. Yağ alkollerini normal koşullar altında oksitlenmeye karşı dirençlidir ve doğrudan FDM olarak kullanılabilirler. Ancak hava veya oksijenle katalitik oksitlenme sonucu ya da güçlü oksitleyicilerle aldehitlere veya karboksilik asitlere dönüştürülebilirler. Bu yüzden fonksiyonel hidroksil gruplarının kapatılıp reaksiyona girme ihtimalinin ortadan kaldırılması yağ alkollerinin kullanımını kolaylaştıracak bir adımdır. Yağ alkollerinin uçlarının kapatılması için diizosiyanatlar, hem tepkime süresi kısalığı hem de tepkimenin gerçekleşmesi ihtimalinin yüksek olması nedeniyle iyi bir tercihtir. Çalışmada FDM olarak; yağ alkollerinin izosiyanatlarla etkileştirilmesiyle karbamatlar elde edilmiştir. Bunun için DD, TDI, HD ve OD gibi yağ alkollerini MDI, TDI, HMDI, IPDI ve MCI ile etkileştirilerek enerji depolama özelliği olan parafinik uçlara sahip karbamatlar sentezlenmiştir. Elde edilen malzemelerin yapısal karakterizasyonu FT-IR ve ¹H-¹³C-NMR spektroskopisi analiz

teknikleriyle gerekleřtirilmiřtir. IED zellikleri ve ısıl bozunma sıcaklıkları sırasıyla; DSC ve TG analiz metotlarıyla llerek, FDM'lerin uzun vadeli ısı depolama gvenirlikleri ve kimyasal kararlılıkları sırasıyla ısıl dng cihazı, FT-IR ve DSC analizleriyle tespit edilmiřtir. Malzemelerin kristal yapıları ise POM ile incelenmiřtir. alıřmada son olarak; her bir FDM'nin ısıl iletkenliėi belirli oranda geniřletilmiř grafit ilavesi ile iyileřtirilmeye alıřılmıřtır. Katılan grafitin FDM'lerin GIED zellikleri zerindeki etkisi ayrıca karřılařtırmalı olarak incelenmiřtir.



3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Kimyasallar

Bu çalışmada deneysel aşamada susuz N,N-dimetilformamid (DMF) (Aldrich), hekzametilendiizosiyanat (Merck), izoforondiizosiyanat (Merck), 4,4'-metilenbisfenildiizosiyanat (Aldrich), 4,4'-metilenbis(sikloheksildiizosiyanat) (Aldrich), 2,4-toluendiizosiyanat (Aldrich), 1-dodekanol (Merck), 1-tetradekanol (Aldrich), 1-hekzadekanol (Aldrich), 1-oktadekanol (Acros Organics), dibütildilaurat (DBTDL) (Aldrich) saflaştırma aşamasında ise etanol (Isolab) kullanılmıştır. Sentezlenen FDM'ler dötero dimetilsülfoksit (d-DMSO) (Merck) çözücüsünde çözünerek NMR analizleri yapılmıştır. Ayrıca 50 µm parçacık boyutlu grafit (Merck) kullanılarak ısı iletkenlikler iyileştirilmiştir.

3.2. Gerçekleştirilen Reaksiyonlar

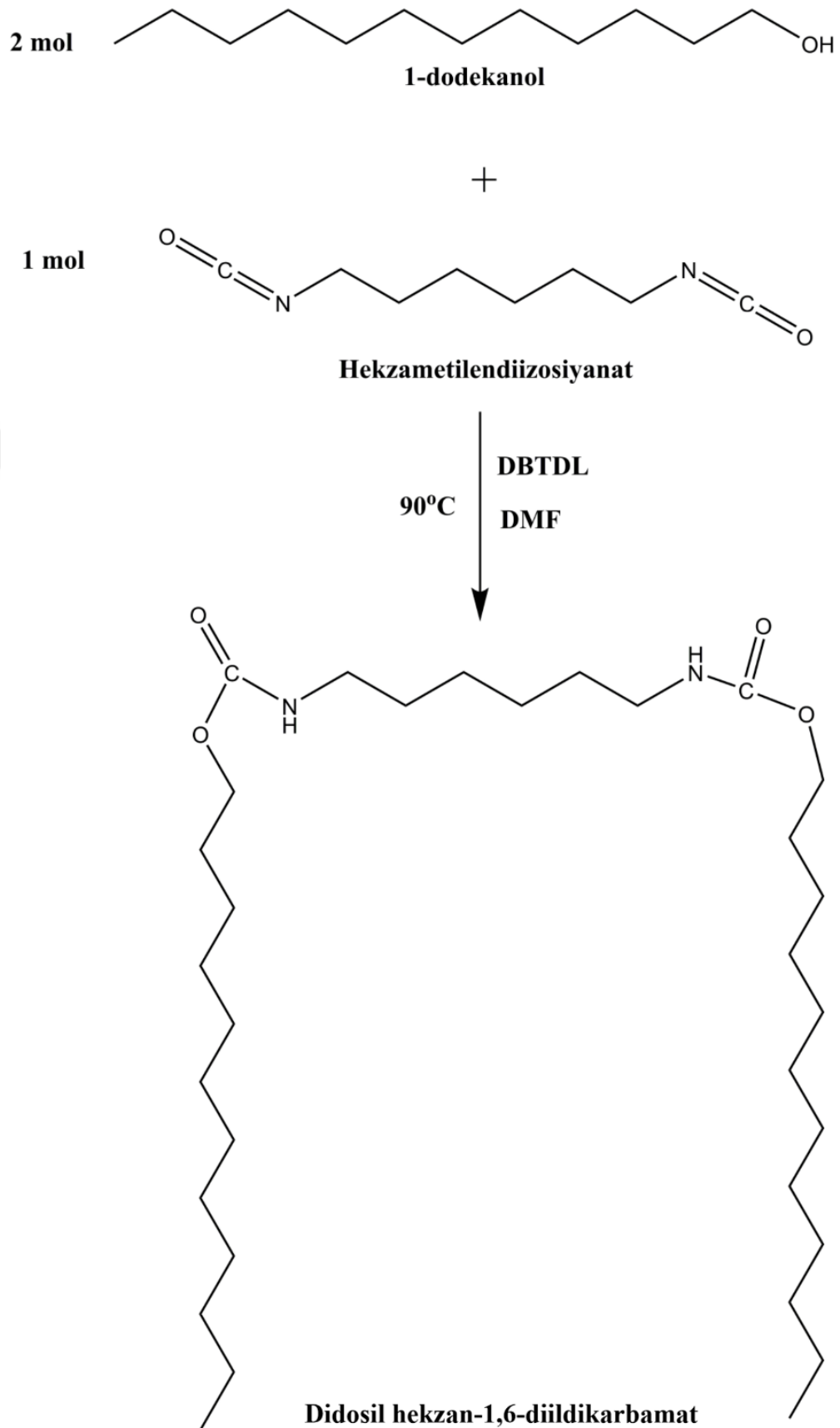
Yağ alkollerini ile diizosiyanatların reaksiyonu öncesi yağ alkollerini ve katalizör olarak kullanılan BDTDL etüvde 80 °C'de 48 saat boyunca bekletildi. Reaksiyon sonunda elde edilecek FDM'lerin saflaştırılması için kullanılacak olan etil alkol ise -20°C'de bekletildi. Diizosiyanatlar herhangi bir işlem yapılmadan doğrudan kullanıldı.

Toplam 20 gram FDM elde edilecek şekilde belirlenen oranlarda yağ alkollerini Şekil 3.1'de görülen düzenekteki 100 mL'lik balon içerisinde önce 30 mL susuz dimetilformamid (DMF) çözücüsünde içerisinde çözüldükten sonra çözeltiye 100 µL DBTDL eklenerek, çözelti 30 dakika boyunca 90 °C'de manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Çözeltiye 20 mL susuz DMF çözücüsünde çözünmüş diizosiyanat bir damlatma hunisi yardımıyla damla damla ilave edilerek çözelti 3 saat boyunca 90 °C'de karıştırılmaya devam edildi. Her bir FDM çözeltisi etüvde 90 °C'de 24 saat boyunca bekletildikten sonra -20 °C'de bekletilmiş olan 200 mL etil alkol çözeltisine damla damla ilave edilerek çöktürüldü. Çöktürülen FDM'ler süzülerek tekrar etil alkol ile yıkandıktan sonra vakum altında 24 saat boyunca kurumaya bırakıldı. Yağ alkolü diizosiyanat reaksiyonu için çalışmada kullanılan her bir diizosiyanatın 1-dodekanol ile reaksiyonu aşağıda şekillerde verilmiştir. Şekil 3.1-5'te 1-dodekanolün sırasıyla HMDI,

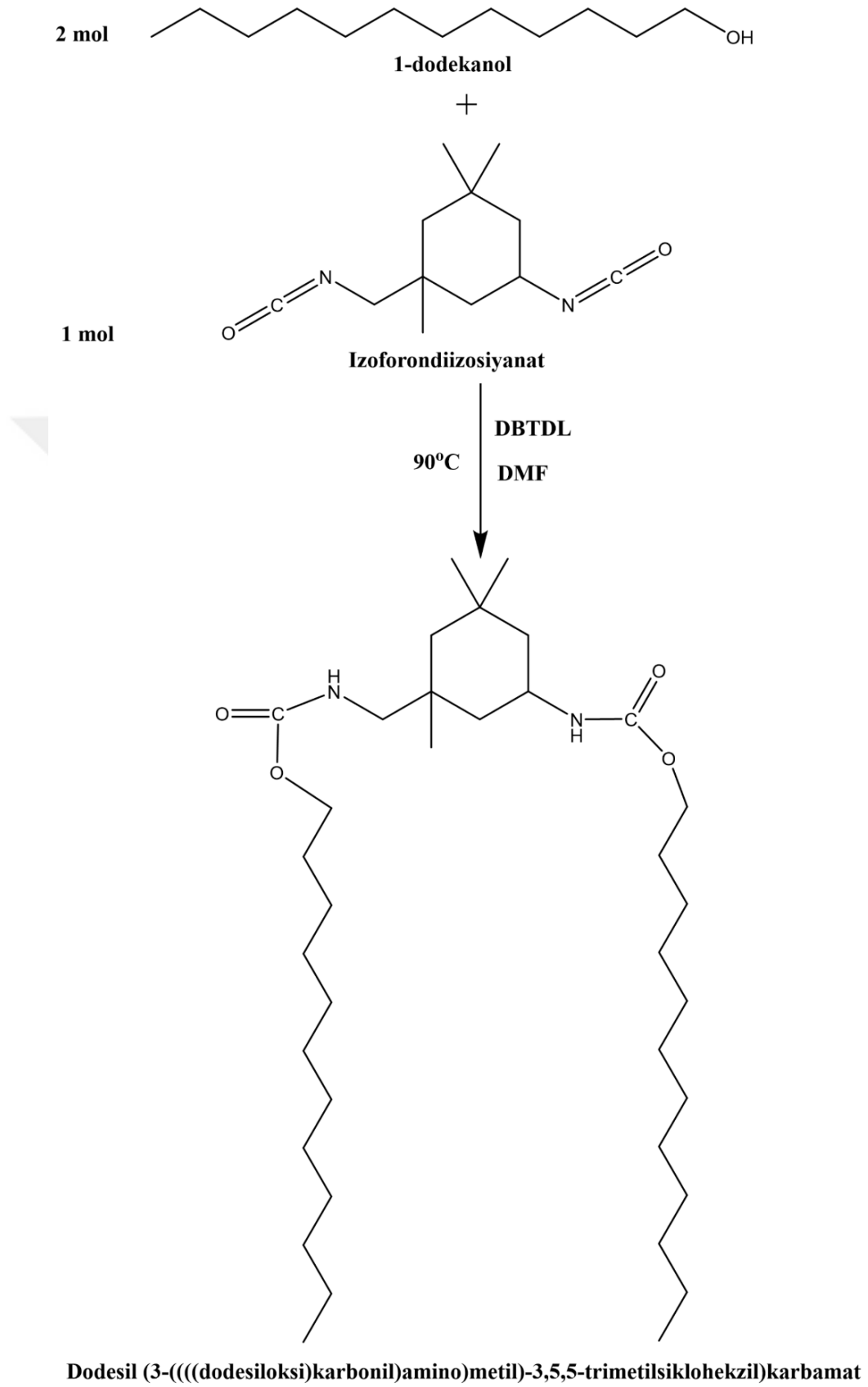
IPDI, MDI, MCI ve TDI ile reaksiyonlarının şematik gösterimi yer almaktadır. Çizelge 3.1’de elde edilen FDM’lerin IUPAC ve özel adlandırılması yer almaktadır.



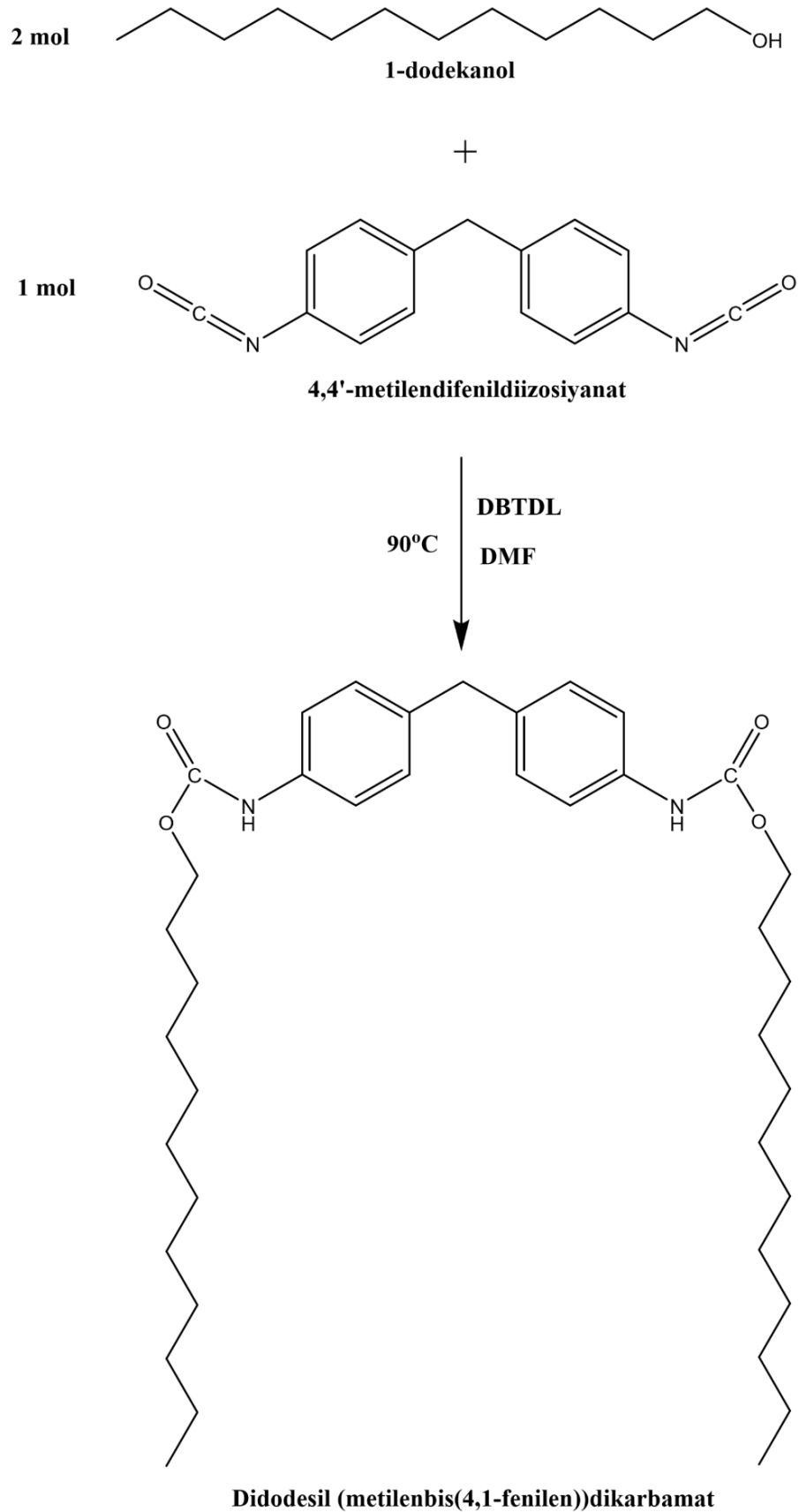
Şekil 3. 1. FDM’lerin sentezi için kullanılan reaksiyon düzeneği



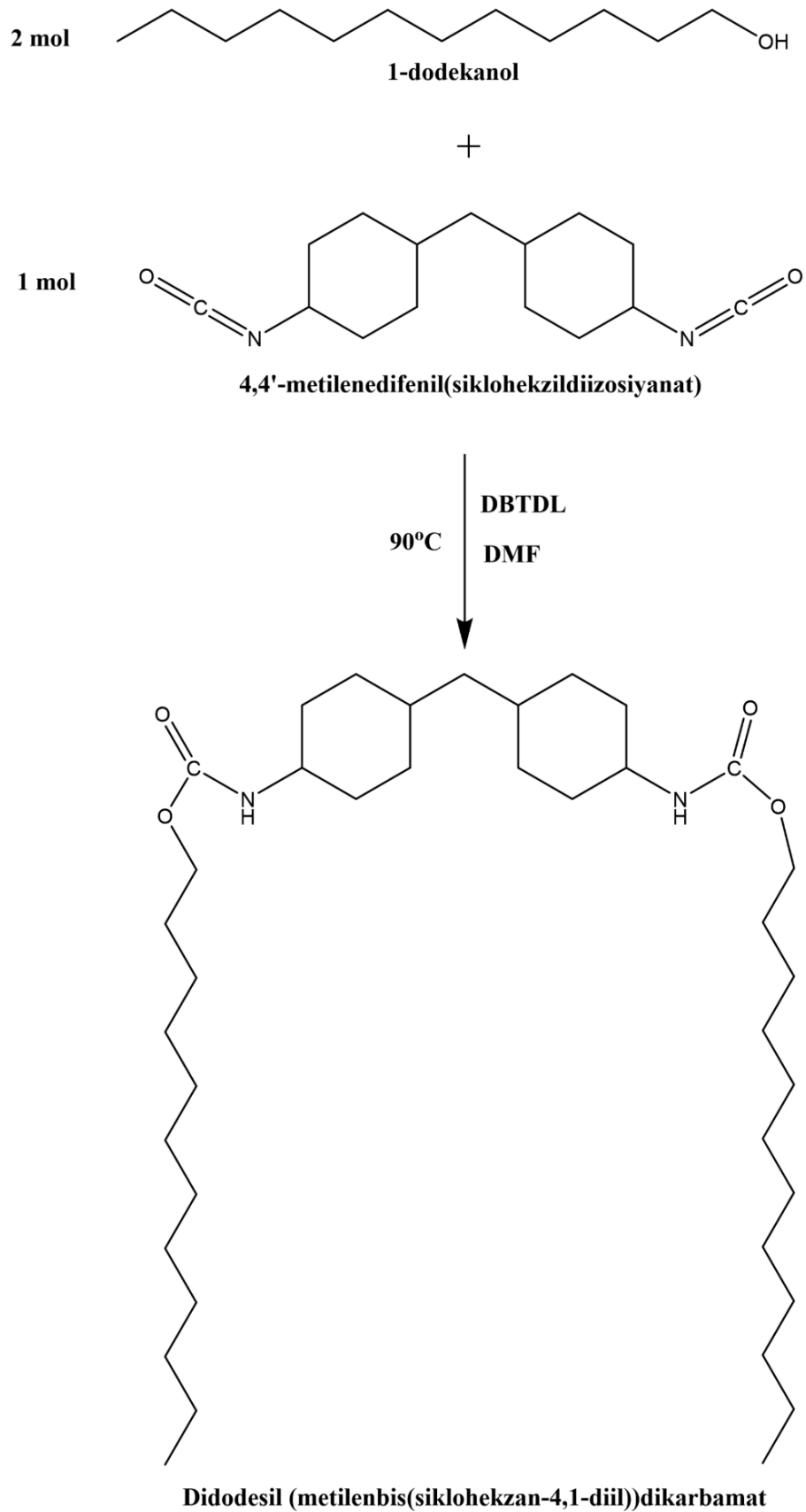
Şekil 3. 2. HMDI ile dodekanol reaksiyonu



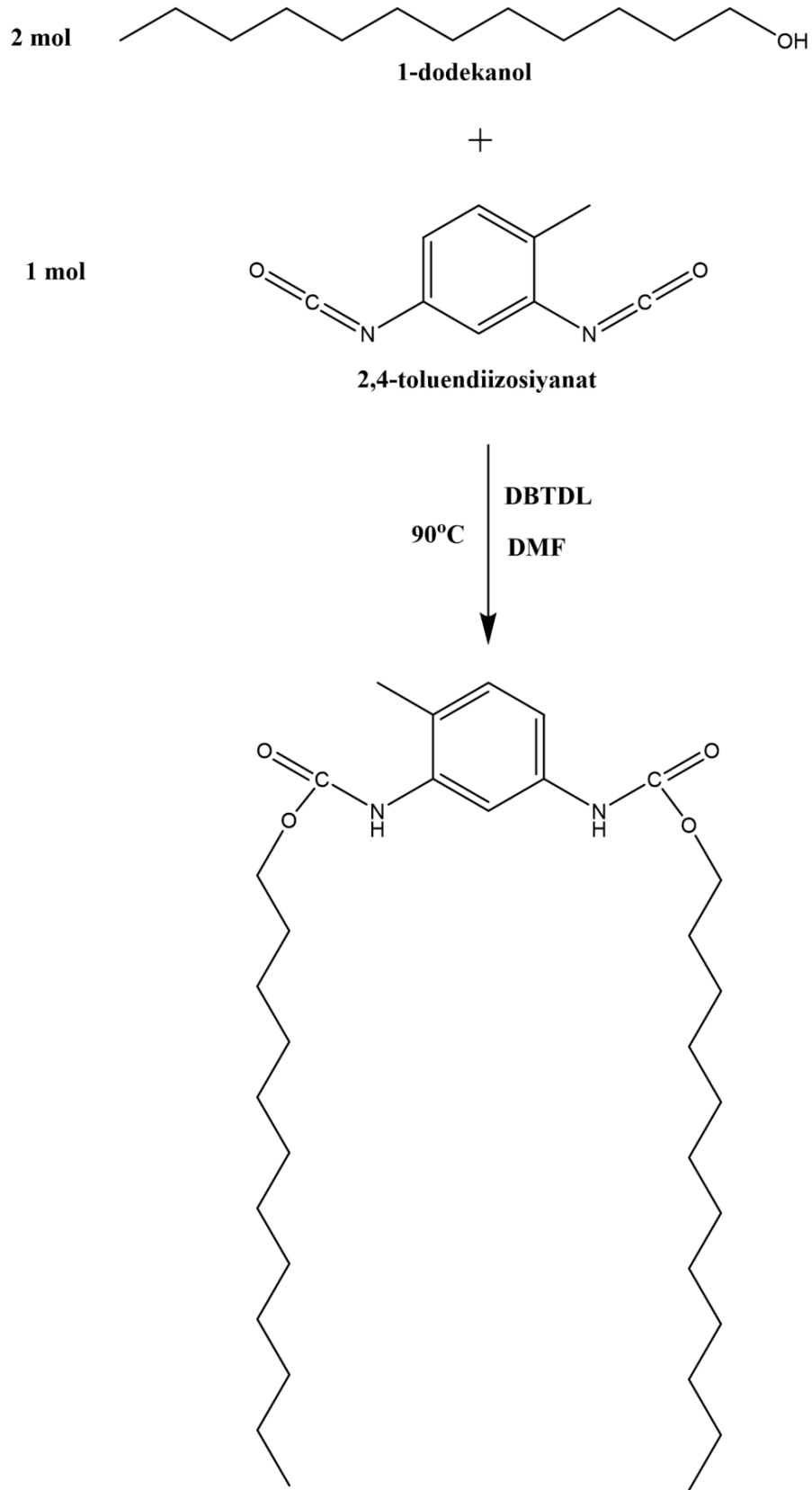
Şekil 3. 3. IPDI ile dodekanol reaksiyonu



Şekil 3. 4. MDI ile dodekanol reaksiyonu



Şekil 3. 5. MCI ile dodekanol reaksiyonu



Şekil 3. 6. TDI ile dodekanol reaksiyonu

Çizelge 3. 1. Elde edilen FDM'lerin IUPAC ve özel adlandırılması

No	FDM'lerin IUPAC'a göre adlandırılması	FDM'lerin özel ve kısa adlandırılması
1	Didodesil hekzan-1,6-diildikarbamat	Dodekanol-hekzametilendiizosiyanat-dodekanol (DD-HMDI-DD)
2	Dodesil (3-((((dodesiloksi)karbonil)amino)metil)-3,5,5-trimetilsikloheksil)karbamat	Dodekanol-izoforondiizosiyanat-dodekanol (DD-IPDI-DD)
3	Didodesil (metilenbis(4,1-fenilen))dikarbamat	Dodekanol-metilenbisfenildiizosiyanat-dodekanol(DD-MDI-DD)
4	Didodesil (metilenbis(sikloheksan-4,1-diil))dikarbamat	Dodekanol-metilenbis(sikloheksildiizosiyanat)-dodekanol (DD-MCI-DD)
5	Didodesil (4-metil-1,3-fenilen)dikarbamat	Dodekanol-2,4-toluendiizosiyanat-dodekanol (DD-TDI-DD)
6	Ditetradesil hekzan-1,6-diildikarbamat	Tetradekanol-hekzametilendiizosiyanat-tetradekanol (TD-HMDI-TD)
7	Ditetradesil (3-((((dodesiloksi)karbonil)amino)metil)-3,5,5-trimetilsikloheksil)karbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
8	Ditetradesil (metilenbis(4,1-fenilen))dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
9	Ditetradesil (metilenbis(sikloheksan-4,1-diil))dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
10	Ditetradesil (4-metil-1,3-fenilen)dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
11	Dihektadesil hekzan-1,6-diildikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
12	Dihektadesil (3-((((dodesiloksi)karbonil)amino)metil)-3,5,5-trimetilsikloheksil)karbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
13	Dihektadesil (metilenbis(4,1-fenilen))dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
14	Dihektadesil (metilenbis(sikloheksan-4,1-diil))dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
15	Dihektadesil (4-metil-1,3-fenilen)dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
16	Dioktadesil hekzan-1,6-diildikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
17	Dioktadesil (3-((((dodesiloksi)karbonil)amino)metil)-3,5,5-trimetilsikloheksil)karbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
18	Dioktadesil (metilenbis(4,1-fenilen))dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
19	Dioktadesil (metilenbis(sikloheksan-4,1-diil))dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)
20	Dioktadesil (4-metil-1,3-fenilen)dikarbamat	Tetradekanol-izoforondiizosiyanat-tetradekanol (TD-IPDI-TD)

3.3. Analiz Yöntemleri

¹H-NMR (Proton Nükleer Magnetik Rezonans): Elde edilen malzemelerin reaksiyonlarının istenilen şekilde gerçekleşip gerçekleşmediğini öğrenmenin yollarından biri Proton Nükleer Manyetik Rezonans (¹H-NMR) spektroskopisi kullanmaktır. Sentezlenen FDM numuneleri d-DMSO çözücüsü içerisinde çözüldü ve ¹H NMR ölçümleri Bruker AVANCE III 400 MHz NMR Spektrometresi (Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi, Tokat) cihazı kullanılarak gerçekleştirildi.

¹³C-NMR (Karbon Nükleer Magnetik Rezonans): Sentezlenen FDM numuneleri d-DMSO çözücüsü içerisinde çözüldü ve ¹³C-NMR ölçümleri için Bruker AVANCE III 400 MHz NMR Spektrometresi (Giresun Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Giresun) cihazı kullanıldı. ¹³C-NMR analizleri, özellikle FDM'deki yağ alkolünün zincir uzunluğunun artmasıyla düşen çözünürlük nedeniyle 95 °C'de gerçekleştirildi. Şekil 3.6'da Bruker AVANCE III 400 MHz NMR Spektrometresi gösterilmektedir.



Şekil 3. 7. Bruker AVANCE III 400 MHz NMR Spektrometresi

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) analizleri: Yapısal karakterizasyon için kullanılan bir diğer yöntem ise FT-IR spektroskopisidir. FT-IR spektrumları numunelerin $400-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığında cihazda doğrudan ölçüm ile alındı. Saf yağ alkoller ve sentez sonrası FDM'lerin kaydedilen FT-IR spektrumları birbirleriyle kıyaslanarak yapısal yönden karakterize edildi. Şekil 3.7'de FT-IR spektrofotometre cihazı görülmektedir.



Şekil 3. 8. Jasco FT-IR-4700 fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri: Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), numunenin ısı akışına karşı sıcaklık ilişkisi ile bir standardın ısı akışına karşı sıcaklık ilişkisi arasındaki farkın ölçülmesine dayanır. DSC ile diferansiyel termal analiz (DTA) arasındaki temel fark, birincisinin enerji farklarının ölçüldüğü kalorimetrik bir yöntem olması, diğerinin ise sıcaklık farkı ölçümüne dayanmasıdır. DSC, bir numune ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit bir sıcaklıkta tutulurken emilen ya da salınan enerji miktarını ölçer. Bu teknikte, ısıtma ya da soğutmayla beraber referans ile numune arasında oluşan ısı farkı, sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. DSC, DTA ile aynı ölçüm prensiplerini kullanır. Her ikisinde de numune ve referans maddesi bulunur. DTA'dan farklı olarak DSC'de, numune sıcaklığı ile referans madde sıcaklığı aynı tutulur. Isıtma ya da soğutma esnasında eğer numune ile referans arasında bir sıcaklık farkı oluşursa, sıcaklığı aynı tutulması için numuneye verilen enerji miktarı değiştirilir. Böylece değişen enerji miktarı arasındaki fark hesaplanarak numunede faz değişimi sırasındaki ısı transferi miktarı belirlenmiş olur. Bu yöntemle fiziksel/kimyasal değişim tipleri, camsı geçiş sıcaklığı, erime, süblimleşme, faz değişimi, korozyon, ısı kapasitesi, oksitlenme/indirgenme ve ısıl kararlılık gibi özellikler tespit edilebilir.

DSC ölçümleri (Amasya Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Amasya) 10 mg FDM örneği kullanılarak, 40 mL/dak'lık azot akış hızı olan azot atmosferinde, 5 °C/dak ısıtma-soğutma hızında gerçekleştirildi. Her numune -10 °C'den ısıtılmaya başlanırken ısıtmanın bittiği son sıcaklık ise numunelerin faz değişim sıcaklıklarına göre değişkenlik göstermiştir. Şekil 3.8'de analizde kullanılan DSC cihazının görüntüsü bulunurken Çizelge 3.2'de ise DSC cihazının teknik özellikleri ve analiz şartları verilmiştir.



Şekil 3. 9. TA INSTRUMENTS Q20 DSC Cihazı (Amasya Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Amasya)

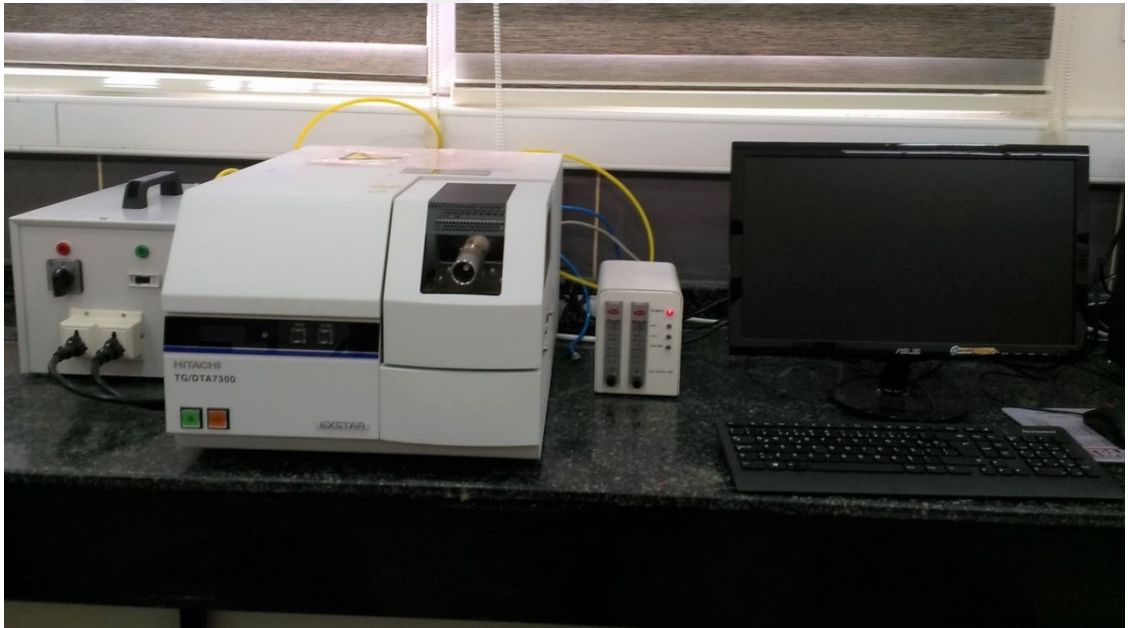
Çizelge 3. 2. DSC cihazının teknik özellikleri ve analiz şartları.

<i>DSC analiz cihazının teknik özellikleri</i>	
Marka	TA INSTRUMENTS
Sıcaklık aralığı	-180°C ile 725 °C
Numune kapları	Alüminyum
Diferansiyel termoçift	Cr-konstantan
Hassasiyet	1,0 µW
Kalorimetrik hassasiyet	± % 0,1
<i>Analiz Şartları</i>	
Numune miktarı	10 mg
Ölçüm ortamı	Azot atmosferi
Isıtma hızı	5 °C/dak.

Termogrametrik (TG) analiz: Termogravimetrik analiz (TGA), bir maddenin kütesinin, kontrollü bir atmosferde bir sıcaklık programına tabi tutulduğunda, sıcaklık veya zamanın bir fonksiyonu olarak izlendiği bir tekniktir. Başka bir deyişle TGA, bir

malzemenin ısıtılması üzerine ağırlığının arttığı veya azaldığı bir tekniktir. TGA, bir fırında ısıtıldığında veya soğutulduğunda numunenin ağırlığını ölçer. TGA, bir fırında bulunan hassas bir terazi ile desteklenen bir örnek terazi kefesinden oluşur. Fırın içerisindeki bu kefe analiz esnasında ısıtılır veya soğutulur. Numunenin kütlesi analiz esnasında izlenir. Analiz esnasında numune ortamını kontrol eden inert ya da reaktif bir gaz geçirilir.

Elde edilen FDM'lerin termik analizleri "HITACHI SII TG/DTA 7300" (Amasya Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Amasya) cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. Termogravimetrik analizler, 200 mL/dak akış hızına sahip azot atmosferi ortamında 20 °C/dak ısıtma hızında 25-1000 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirildi. Şekil 3.9'da analizde kullanılan TGA cihazının görüntüsü Çizelge 3.3'te ise cihazın teknik özellikleri ve analiz şartları verilmiştir.



Şekil 3. 10. HITACHI SII TG/DTA 7300 TGA cihazı (Amasya Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Amasya)

Çizelge 3. 3. HITACHI SII TG/DTA 7300 TGA cihazının teknik özellikleri ve analiz şartları

Isıtma Hızı	20 °C/dak.
Kroze	Seramik kroze
Atmosfer	İnert azot atmosferi
Gaz akış hızı	200 ml/dak.
Numune miktarı	~10 mg
Sıcaklık aralığı	Oda Sıcaklığı-1100 °C

Isıl döngü işlemleri: Isıl döngü işlemleri 4-99 °C arasında ısıtma ve soğutma yapabilen Şekil 3.10.'daki ısııl döngü cihazı (thermal cycler) ile elde edilen malzemelerin ısııl kararlılığının test edilmesi amacıyla gerçekleştirildi. FDM'lerin 1000 ısııl döngü sonrası yapısal ve ısııl yönden kararlılıklarını belirlemek için FT-IR ve DSC ölçümleri tekrar edildi. Ayrıca faz değışim sıcaklığı 99 °C üzerinde olan numuneler göz önüne alınarak tüm numuneler etüvde 30'den 150 °C'ye kadar 20 kez ısıtılıp soğutuldu.



Şekil 3. 11. TECHNE TC-4000 ısııl döngü cihazı

Isıl iletkenlik değerlerinin ölçülmesi: Üretilen malzemelerin ısııl iletkenlikleri Şekil 3.11'deki KD2 Pro model ısııl iletkenlik ölçüm cihazı ile ölçüldü. 15 mL'lik falkon tüpü FDM ile sıkı şekilde doldurularak ısııl iletkenlik cihazının ölçüm probuyla malzemenin sıkıca teması sağlandı. Her numune için 3 ölçüm alınarak ortalama değer kaydedildi. Elde edilen ısııl iletkenlik verileri değeriendirildikten sonra her bir numuneye kütlece %5 grafit eklenerek ölçümler tekrar edilerek ortalama değerler kaydedildi.



Şekil 3. 12. KD2 Pro ısı iletkenlik ölçüm cihazı

Polarize optik mikroskop (POM) incelemeleri: Polarize optik mikroskop ölçümleri Şekil 3.12'deki Leica DMP EP model polarize optik mikroskop cihazı ile yapılmıştır. Kristal yapıların incelenmesi için elde edilen FDM'lerin kristal yapılar ile yağ alkollerin kristal görüntüleri karşılaştırılmıştır.



Şekil 3. 13. LEICA DM EP POM Cihazı

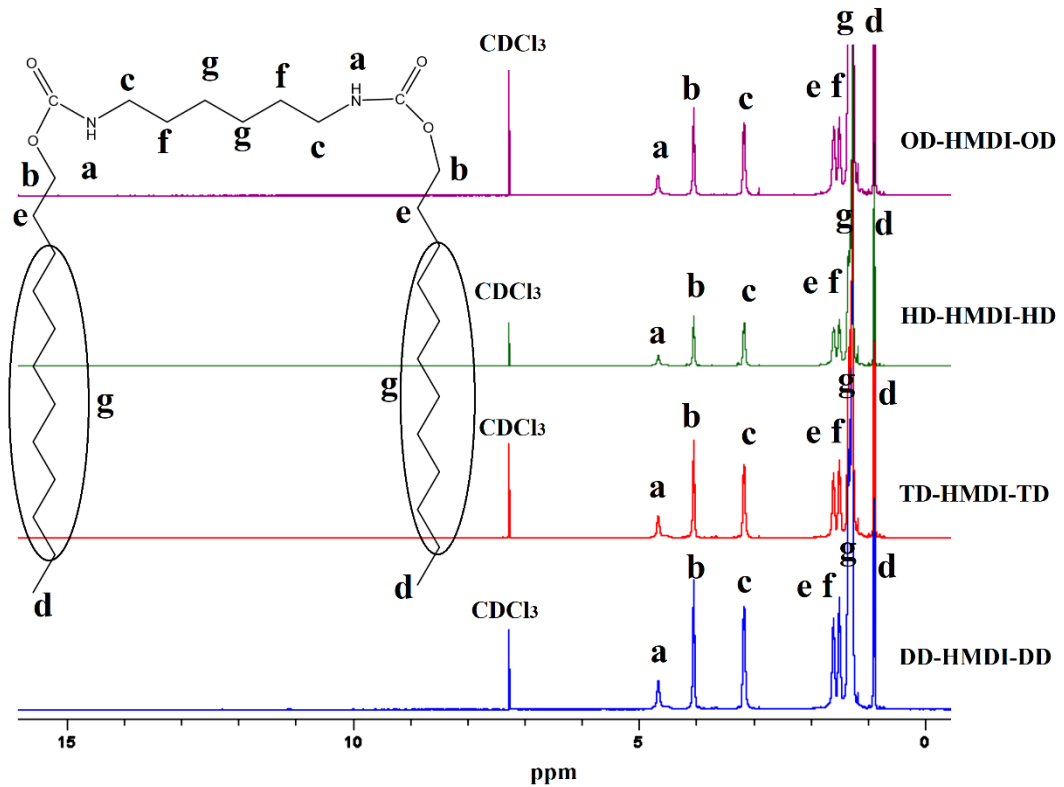
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Sentezlenen Yağ Alkolü Bazlı FDM'ler İçin Elde Edilen Bulgular

4.1.1 ¹H-NMR Analiz Bulguları

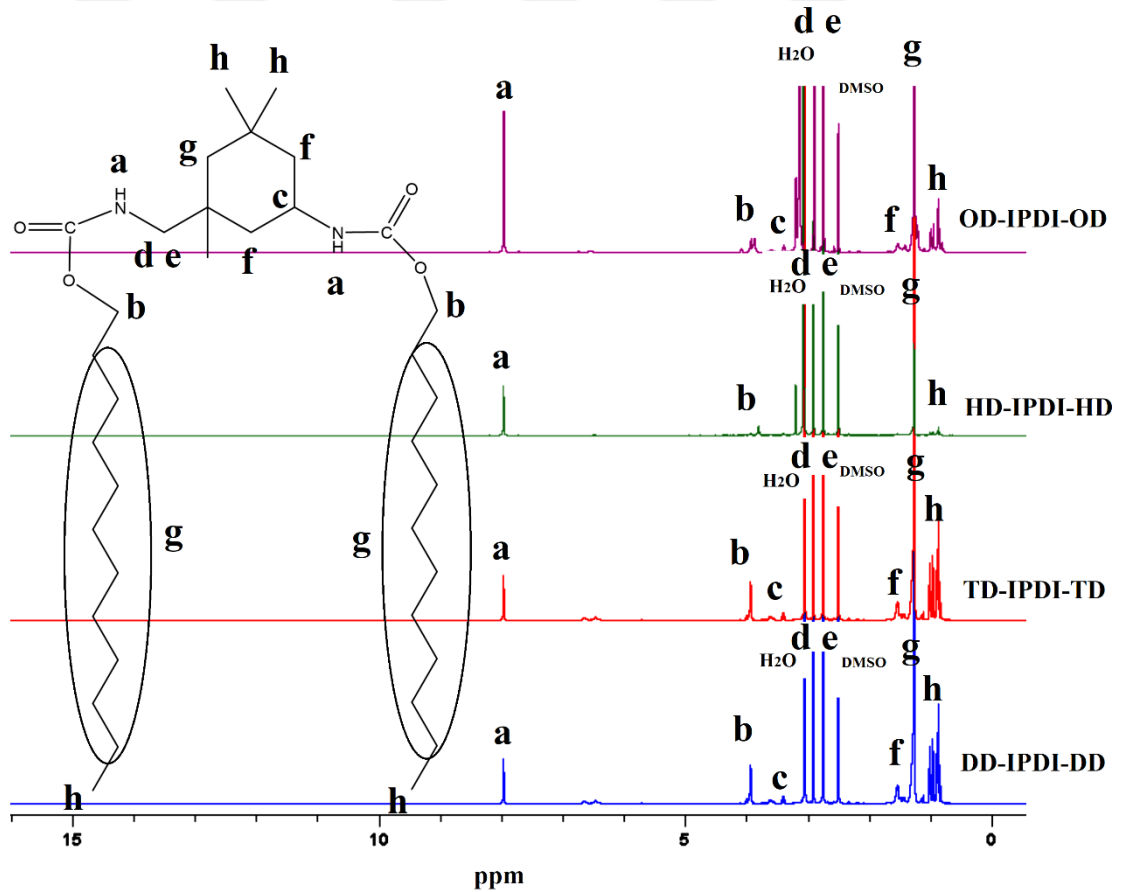
NMR spektroskopisi, bir numunenin içeriğinin ve saflığının belirlenmesinin yanı sıra organik bileşiklerin yapılarının aydınlatılmasında vazgeçilmez bir araçtır. Çalışmada elde edilen FDM'ler uygun çözücüde NMR spektrometresinde analiz edilmiştir.

Şekil 4.1'de DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD FDM'lerinin dötoro kloroform (CDCl₃) ile alınmış ¹H-NMR spektrumları yer almaktadır. Şekil 4.1'deki DD-HMDI-DD'nin ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde 4,67 ppm'de gözlenen "a" olarak işaretlenen pik DD ile HMDI reaksiyonu sonucu oluşan N-H grubundaki protona aittir. 3,65 ppm'de gözlenmesi gereken O-H grubundaki proton pikinin görülmemesi ve N-H pikinin ortaya çıkması HMDI DD reaksiyonunun gerçekleştiğini göstermektedir. HMDI ile hazırlanan diğer FDM'lere ait ¹H-NMR spektrumları DD-HMDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 1. DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD ¹H-NMR spektrumları

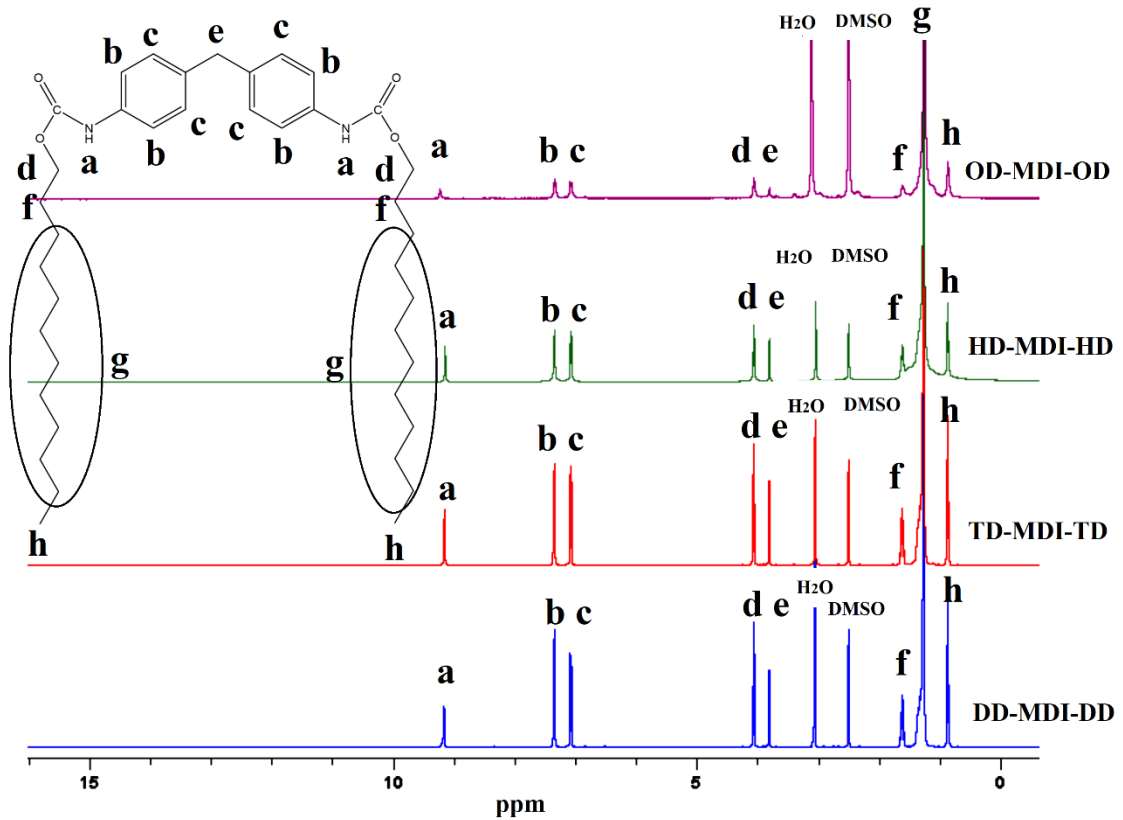
Şekil 4.2’de DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD FDM’lerinin dötoro DMSO ile alınmış ^1H -NMR spektrumları yer almaktadır. IPDI-yağ alkolü reaksiyonu sonucu oluşan FDM yapısındaki protonların, NMR spektrumundaki piklerin karşılığı harflendirilerek belirtilmiştir. Şekil 4.2 incelendiğinde DD-IPDI-DD spektrumunda 7,97 ppm’de gözlenen “a” olarak işaretlenen pik DD ile IPDI reaksiyonu sonucu oluşan N-H grubundaki protona aittir. 3,94 ppm’deki “b” piki, 1,55 ppm’deki “f” piki ve 0,95 ppm’deki “h” pikleri hem DD hem de IPDI yapısında bulunan aynı alanda beliren protonlara ait ortak piklerdir. IPDI ile hazırlanan diğer FDM’lere ait ^1H -NMR spektrumları DD-IPDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir. Bu durumda IPDI yağ alkolü FDM’lerinin reaksiyonunun istenildiği gibi gerçekleştiği sonucuna varılmıştır.



Şekil 4. 2. DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD ^1H -NMR spektrumları

Şekil 4.3’teki DD-MDI-DD, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD FDM’lerinin dötoro DMSO ile alınmış spektrumları yer almaktadır. Bu spektrumlarda FDM

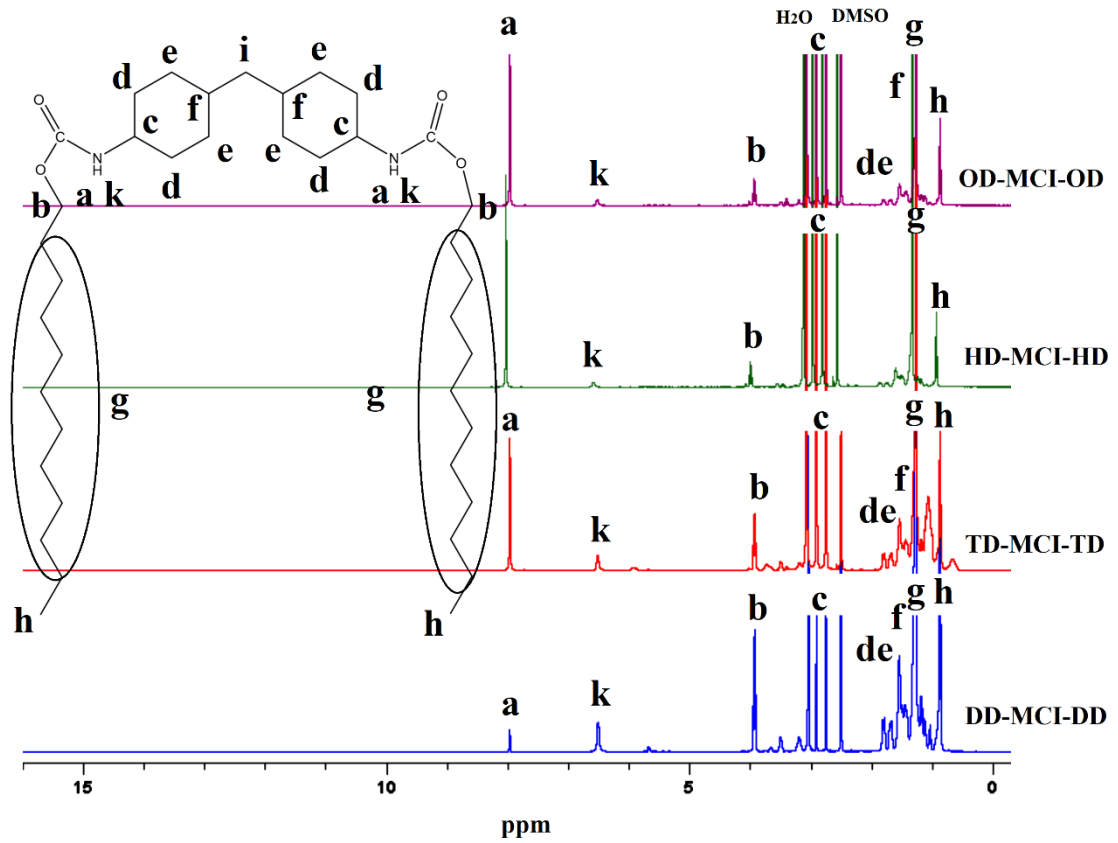
yapısındaki harflendirilerek işaretlenmiş protonlar incelendiğinde DD-MDI-DD'ye ait spektrumda 9,17 ppm'de gözlenen "a" olarak işaretlenen pik DD ile MDI reaksiyonu sonucu oluşan N-H grubundaki protona aittir. Şekil 4.3'teki spektrumlarda "b" ve "c" olarak harflendirilen ve sırasıyla 7,34 ve 7,09 ppm'de gözlenen pikler ise MDI'nin halka yapısında bulunan protonlara aittir. 3,81 ppm'de gözlenen proton piki ise MDI'deki köprü konumundaki karbona bağlı protonlara ait piklerdir. 4,07 ppm'deki "d" piki, 1,63 ppm'deki "f" piki, 1,27 ppm'deki "g" piki ve 0,87 ppm'deki "h" piki alkil zincir üzerindeki protonlara ait piklerdir. N-H piki ve diğer pikler MDI DD reaksiyonunun gerçekleştiğini ortaya koymaktadır. MDI ile hazırlanan diğer FDM'lere ait ^1H -NMR spektrumları DD-MDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 3. DD-MDI-DD, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD ^1H -NMR spektrumları

Şekil 4.4'teki DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD FDM'lerinin dötoro DMSO ile alınmış spektrumları yer almaktadır. Bu spektrumlarda FDM

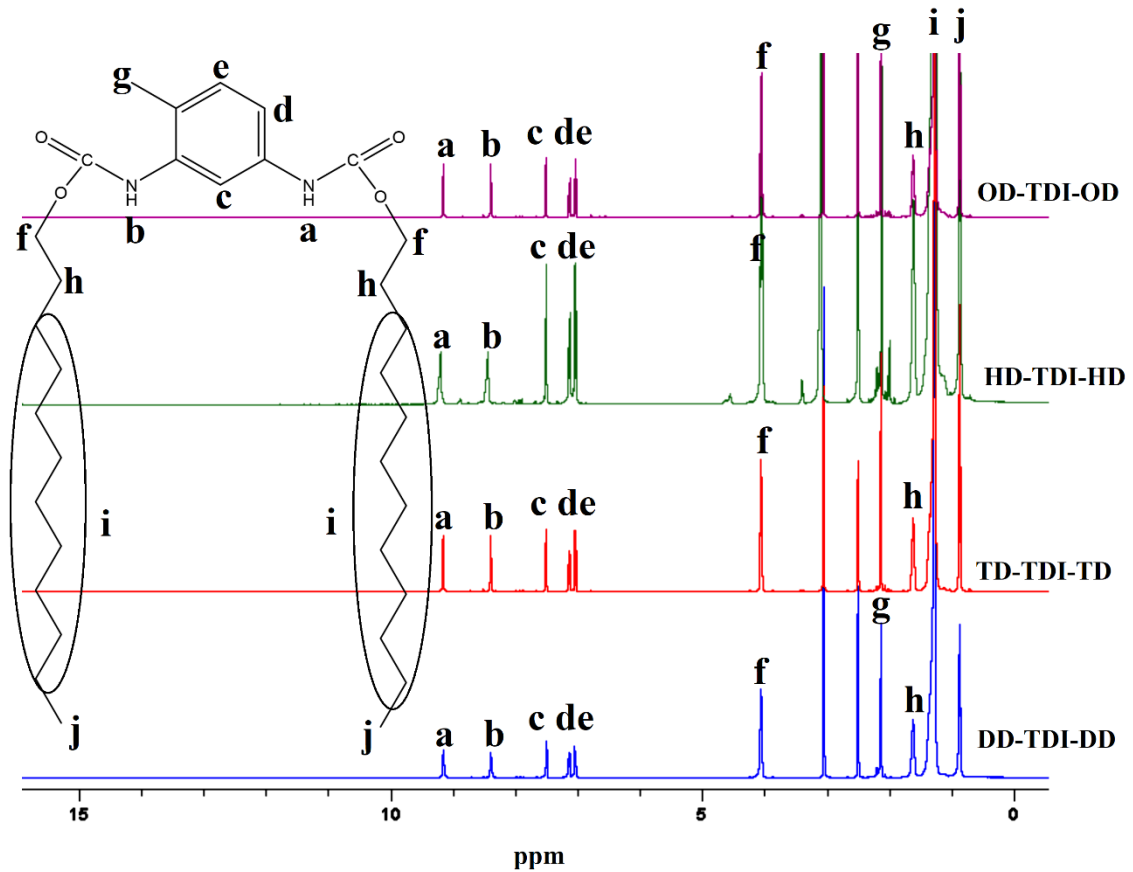
yapısındaki harflendirilerek işaretlenmiş protonlar incelendiğinde DD-MCI-DD'ye ait spektrumda 7,97 ve 6,5 ppm'de gözlenen "a" ve "k" olarak işaretlenen pikler DD ile MCI reaksiyonu sonucu oluşan N-H grubundaki protonlarına aittir. Şekil 4.4'teki spektrumlarda "c", "d", "e" ve "f" olarak harflendirilen ve sırasıyla 2,91-2,76, 1,79, 1,70 ve 1,50 ppm'de gözlenen pikler ise MCI'nin halka yapısında bulunan protonlara aittir. 1,13 ppm'de gözlenen ve "i" olarak işaretlendirilen proton piki ise MCI'deki köprü konumundaki karbona bağlı protonlara ait piklerdir. 3,93 ppm'deki "b" piki, 1,28 ppm'deki "h" piki ve 0,88 ppm'deki "j" piki alkil zincir üzerindeki protonlara ait piklerdir. N-H piki ve diğer pikler MCI DD reaksiyonunun gerçekleştiğini ortaya koymaktadır. MCI ile hazırlanan diğer FDM'lere ait ^1H -NMR spektrumları DD-MCI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 4. DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD ^1H -NMR spektrumları

Şekil 4.5'teki DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD FDM'lerinin dötoro DMSO ile alınmış spektrumları yer almaktadır. Bu spektrumlarda FDM

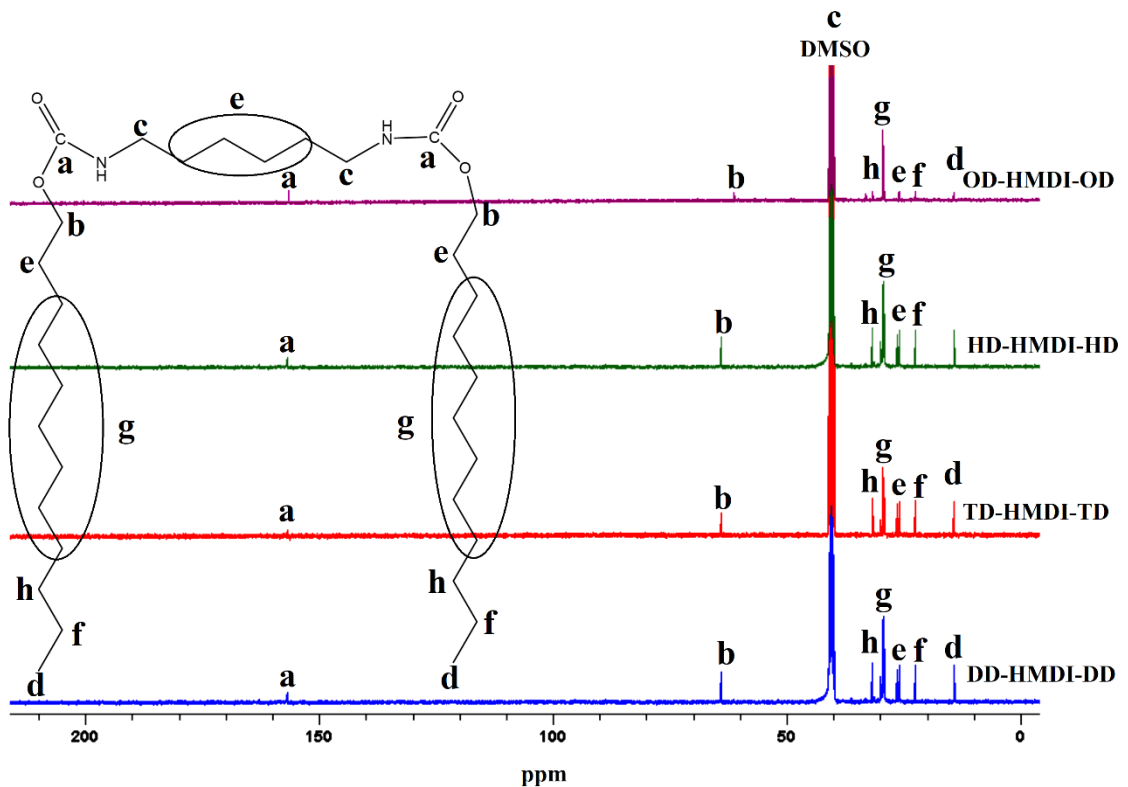
yapısındaki harflendirilerek işaretlenmiş protonlar incelendiğinde DD-TDI-DD'ye ait spektrumda "a" ve "b" olarak işaretlenen ve farklı kimyasal çevreye sahip oldukları için sırasıyla 9,16 ve 8,40 ppm'de gözlenen pikler DD ile TDI reaksiyonu sonucu oluşan N-H gruplarındaki protonlara aittir. Şekil 4.5'teki spektrumlarda "c, d" ve "e" olarak harflendirilen ve sırasıyla 7,50, 7,13 ve 7,06 ppm'de gözlenen pikler ise TDI'nin aromatik halkasında bulunan protonlara aittir. 2,14 ppm'de gözlenen proton piki ise TDI'deki -CH₃ grubundaki protonlara aittir. 4,07 ppm'deki "f" piki, 1,63 ppm'deki "h" piki, 1,43 ppm'deki "j" piki ve 0,88 ppm'deki "i" piki alkil zincir üzerindeki protonlara ait piklerdir. N-H piki ve diğer pikler dikkate alındığında TDI yağ alkolü reaksiyonunun gerçekleştiği anlaşılmaktadır. TDI ile hazırlanan diğer FDM'lere ait ¹H-NMR spektrumları DD-TDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 5. DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD ¹H-NMR spektrumları

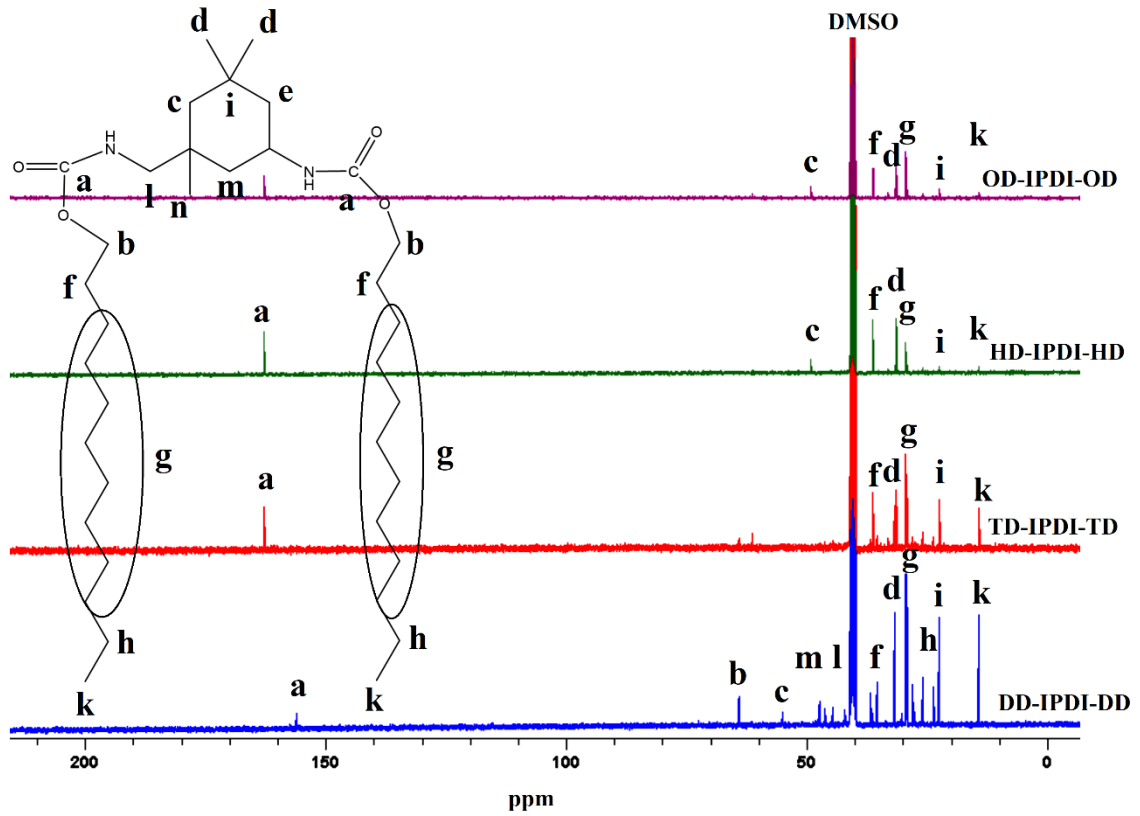
4.1.2. ^{13}C -NMR Analiz Bulguları

Şekil 4.6’da DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD FDM’lerinin dötoro DMSO ile alınmış ^{13}C -NMR spektrumları yer almaktadır. DD-HMDI-DD’ye ait spektrumda 156,3 ppm’de görülen pik C=O grubundaki karbona ait piktir. Bu pik Şekil Ek 4’te görüldüğü gibi HMDI yapısında (N=C=O) 122 ppm civarında görülmektedir. Bu kimyasal kayma, izosiyanat yapısının bozularak üretilen bağının oluştuğunu göstermektedir. 65,5 ppm’de görülen “b” piki ise yağ alkolü zincirindeki oksijene bağlı karbona aittir. Bu karbon piki yağ alkolünde 63,5 ppm’de görülmektedir. Ancak üretilen bağındaki kimyasal çevreden dolayı bu pikte de kayma meydana gelmiştir. Bütün bu kaymalar dikkate alındığında DD ile HMDI reaksiyonunun gerçekleştiği sonucu ortaya çıkmaktadır. HMDI ile hazırlanan diğer FDM’lere ait ^{13}C -NMR spektrumları DD-HMDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 6. DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD ^{13}C -NMR spektrumları

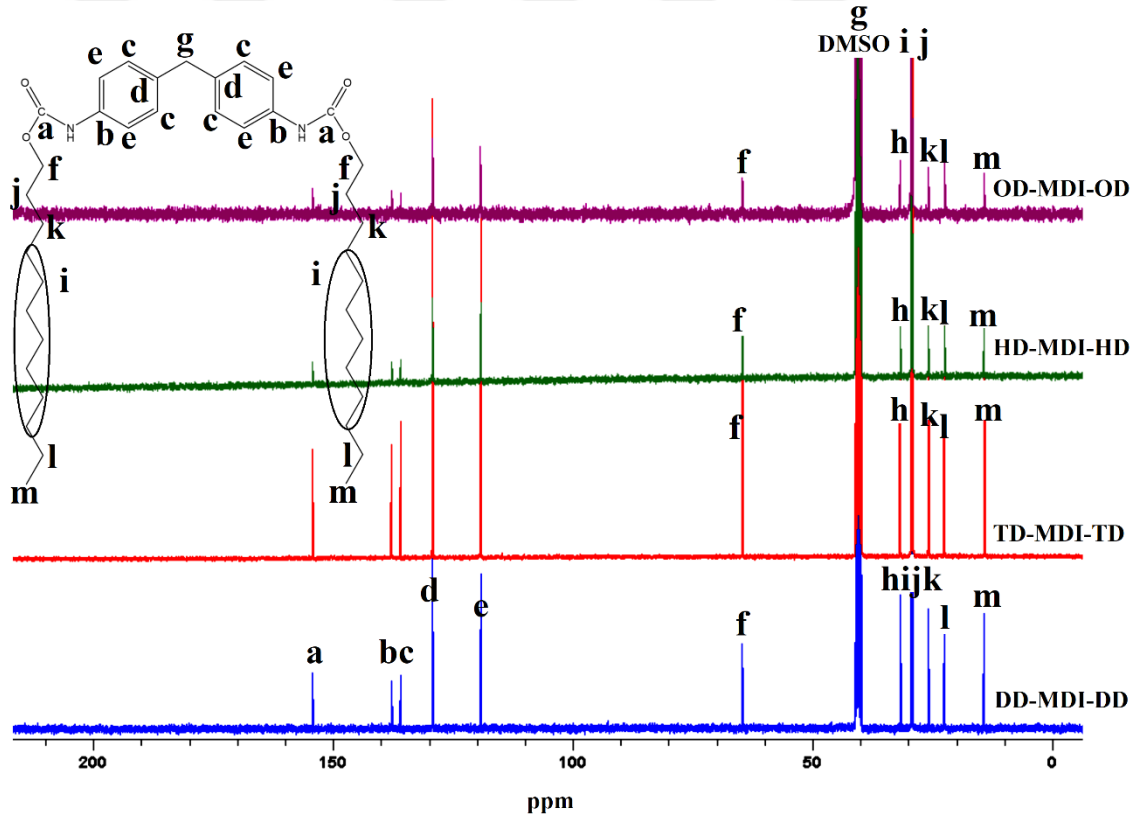
Şekil 4.7’de DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD FDM’lerinin dötoro DMSO ile alınmış ^{13}C -NMR spektrumları yer almaktadır. DD-IPDI-DD’ye ait spektrumda 162,16 ppm’de görülen pik C=O grubundaki karbona ait piktir. Bu pik Şekil Ek 6’da görüldüğü gibi IPDI yapısında (N=C=O) 123 ppm civarında görülmektedir. Bu kimyasal kayma, izosiyanat yapısının bozularak ürean bağının oluştuğunu göstermektedir. 61,35 ppm’de görülen “b” piki ise yağ alkolü zincirindeki oksijene bağlı karbona aittir. Bu karbon piki yağ alkolünde 63,5 ppm’de görülmektedir. Ancak ürean bağındaki kimyasal çevreden dolayı bu pikte de kayma meydana gelmiştir. Bütün bu kaymalar dikkate alındığında DD ile IPDI reaksiyonunun gerçekleştiği sonucu ortaya çıkmaktadır. IPDI ile hazırlanan diğer FDM’lere ait ^{13}C -NMR spektrumları DD-IPDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 7. DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD ^{13}C -NMR spektrumları

Şekil 4.8’de DD-MDI-DD, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD FDM’lerinin dötoro DMSO ile alınmış ^{13}C -NMR spektrumları yer almaktadır. DD-MDI-DD’ye ait

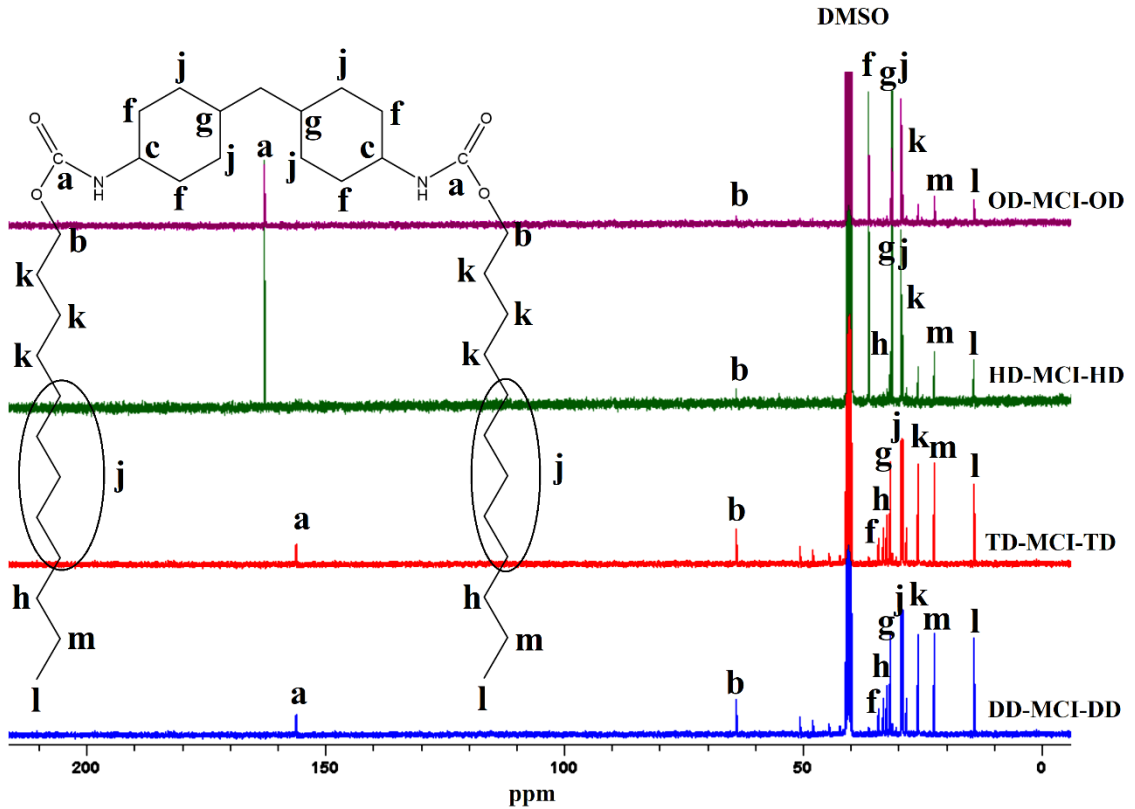
spektrumda 154,20 ppm’de görülen pik C=O grubundaki karbona ait piktir. Bu pik Şekil Ek 8’de görüldüğü gibi MDI yapısında (N=C=O) 125 ppm civarında görülmektedir. Bu kimyasal kayma, izosiyanat yapısının bozularak ürethan bağının oluştuğunu göstermektedir. 64,56 ppm’de görülen “f” piki ise yağ alkolü zincirindeki oksijene bağlı karbona aittir. Bu karbon piki yağ alkolünde 63,5 ppm’de görülmektedir. Ancak ürethan bağındaki kimyasal çevreden dolayı bu pikte de kayma meydana gelmiştir. Bütün bu kaymalar dikkate alındığında DD ile MDI reaksiyonunun gerçekleştiği sonucu ortaya çıkmaktadır. MDI ile hazırlanan diğer FDM’lere ait ^{13}C -NMR spektrumları DD-MDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 8. DD-MDI, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD ^{13}C -NMR spektrumları

Şekil 4.9’da DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD FDM’lerinin dötoro DMSO ile alınmış ^{13}C -NMR spektrumları yer almaktadır. DD-MCI-DD’ye ait spektrumda 156,02 ppm’de görülen pik C=O grubundaki karbona ait piktir. Bu pik Şekil Ek 10’da görüldüğü gibi MCI yapısında (N=C=O) 122,5 ppm civarında

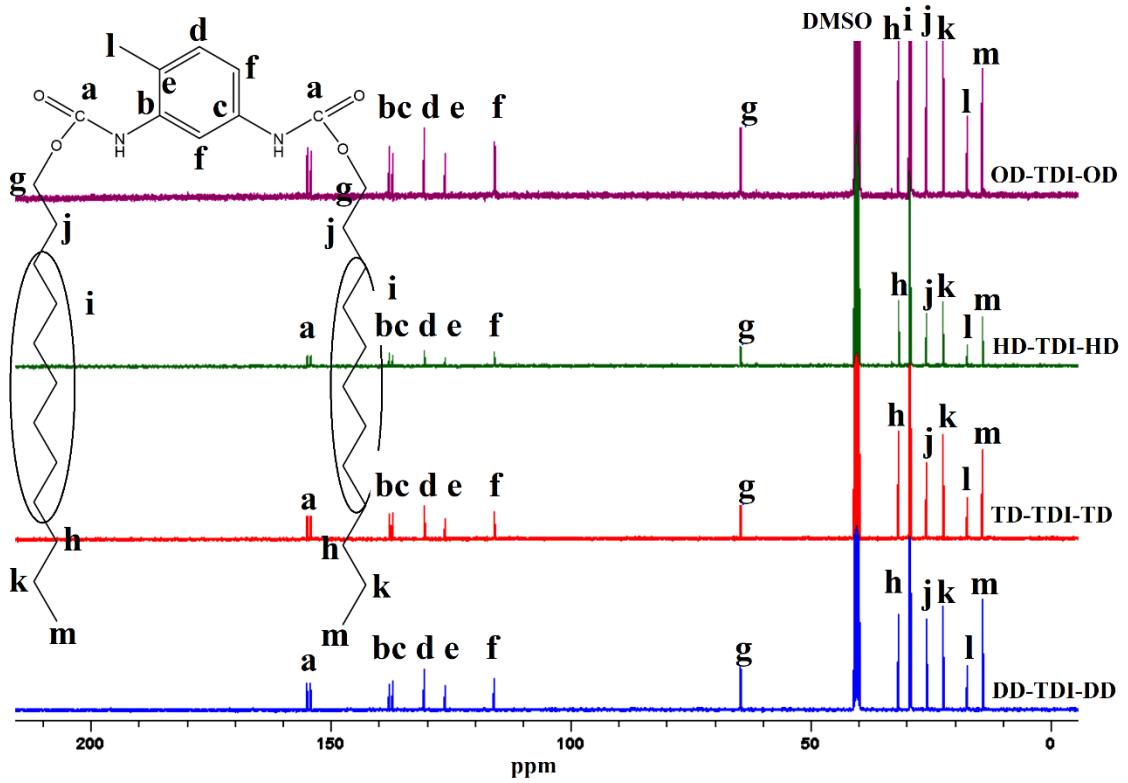
görülmektedir. Bu kimyasal kayma, izosiyanat yapısının bozularak ürean bağının oluştuğunu göstermektedir. 63,91 ppm’de görülen “b” piki ise yağ alkolü zincirindeki oksijene bağlı karbona aittir. Bu karbon piki yağ alkolünde 63,5 ppm’de görülmektedir. Ancak ürean bağındaki kimyasal çevreden dolayı bu pikte de kayma meydana gelmiştir. Bütün bu kaymalar dikkate alındığında DD ile MCI reaksiyonunun gerçekleştiği sonucu ortaya çıkmaktadır. MCI ile hazırlanan diğer FDM’lere ait ^{13}C -NMR spektrumları DD-MCI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 9. DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD ^{13}C -NMR spektrumları

Şekil 4.10’da DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD FDM’lerinin dötero DMSO ile alınmış ^{13}C -NMR spektrumları yer almaktadır. DD-TDI-DD’ye ait spektrumda 154,14 ppm’de görülen pik C=O grubundaki karbona ait piktir. Bu pik Şekil Ek 12’de görüldüğü gibi TDI yapısında (N=C=O) 125 ppm civarında görülmektedir. Bu kimyasal kayma, izosiyanat yapısının bozularak ürean bağının oluştuğunu göstermektedir. 64,54 ppm’de görülen “g” piki ise yağ alkolü zincirindeki

oksijene bağı karbona aittir. Bu karbon piki yağ alkolünde 63,5 ppm’de görülmektedir. Ancak ürean bağındaki kimyasal çevreden dolayı bu pikte de kayma meydana gelmiştir. Bütün bu kaymalar dikkate alındığında DD ile TDI reaksiyonunun gerçekleştiği sonucu ortaya çıkmaktadır. TDI ile hazırlanan diğer FDM’lere ait ^{13}C -NMR spektrumları DD-TDI-DD spektrumundaki piklerle uyumlu sonuç göstermektedir.



Şekil 4. 10. DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD ^{13}C -NMR spektrumları

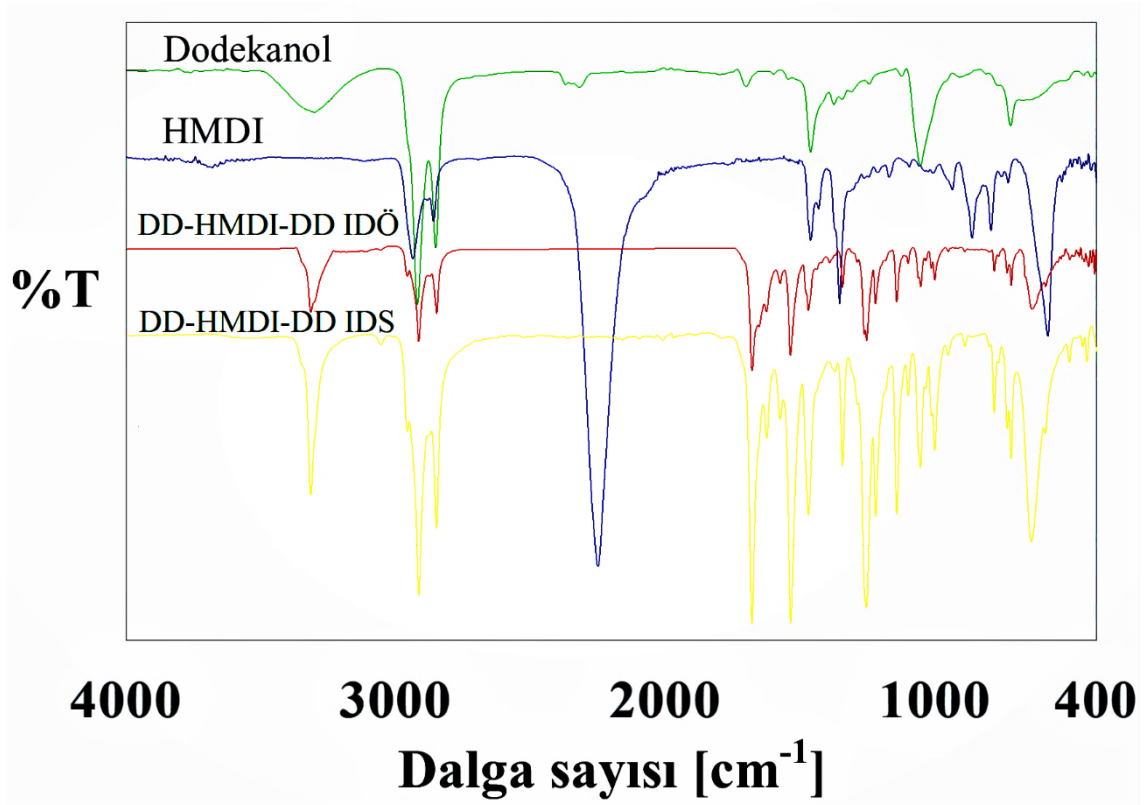
4.1.3. Isıl Döngü Öncesi ve Sonrası FT-IR Analiz Bulguları

Elde edilen FDM’lerin yapısal karakterizasyonu için kullanılan bir diğer yöntem ise FT-IR analizidir. Yağ alkollerini ile diizosiyanatların reaksiyonlarının gerçekleşip gerçekleşmediği, yağ alkolü ve elde edilen FDM’lerin FT-IR spektrumları karşılaştırılarak belirlenmiştir. FDM’lerin ısı döngüsü öncesi (IDÖ) ve ısı döngüsü sonrası (IDS) FT-IR spektrumları karşılaştırılarak FDM’lerin ısı kararlılıkları ortaya konmuştur. Yağ alkolü ve FDM’lerin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumları Şekil 4.11-

4.30'da verilmiştir. Ayrıca yağ alkoller ve sentezlenen tüm FDM'lerin FT-IR spektrumlarından elde edilen karakteristik piklere ait dalga sayı değerleri Çizelge 4.1'de yer almaktadır.

Şekil 4.11'deki DD ve DD-HMDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde DD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının DD-HMDI-DD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. DD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3360-3230\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca DD ile HMDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, HMDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2400-2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine DD-HMDI-DD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler DD ile HMDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğ taraftan, Çizelge 4.1'de DD'ye ait absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1230-1150\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir.

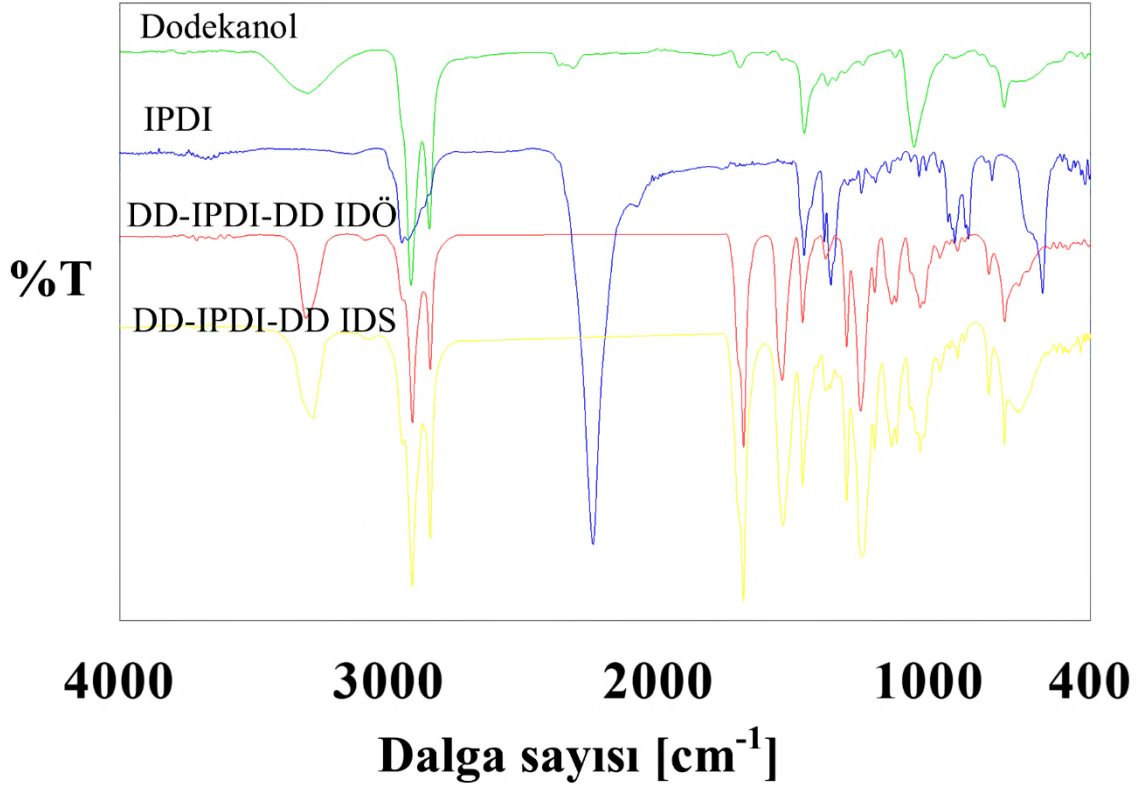
Diğ taraftan, DD-HMDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısı döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değışim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 11. DD, HMDI ve DD-HMDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.12'deki DD ve DD-IPDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde DD'de 3500-3000 cm^{-1} aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının DD-IPDI-DD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. DD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3400-3200 cm^{-1} aralığında gözlenen amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca DD ile IPDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, IPDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2400-2000 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine DD-IPDI-DD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki 1750-1620 cm^{-1} aralığında görülen karbonil ($-\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler DD ile IPDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde DD'de 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1210-1170 cm^{-1} aralığına kaydığı

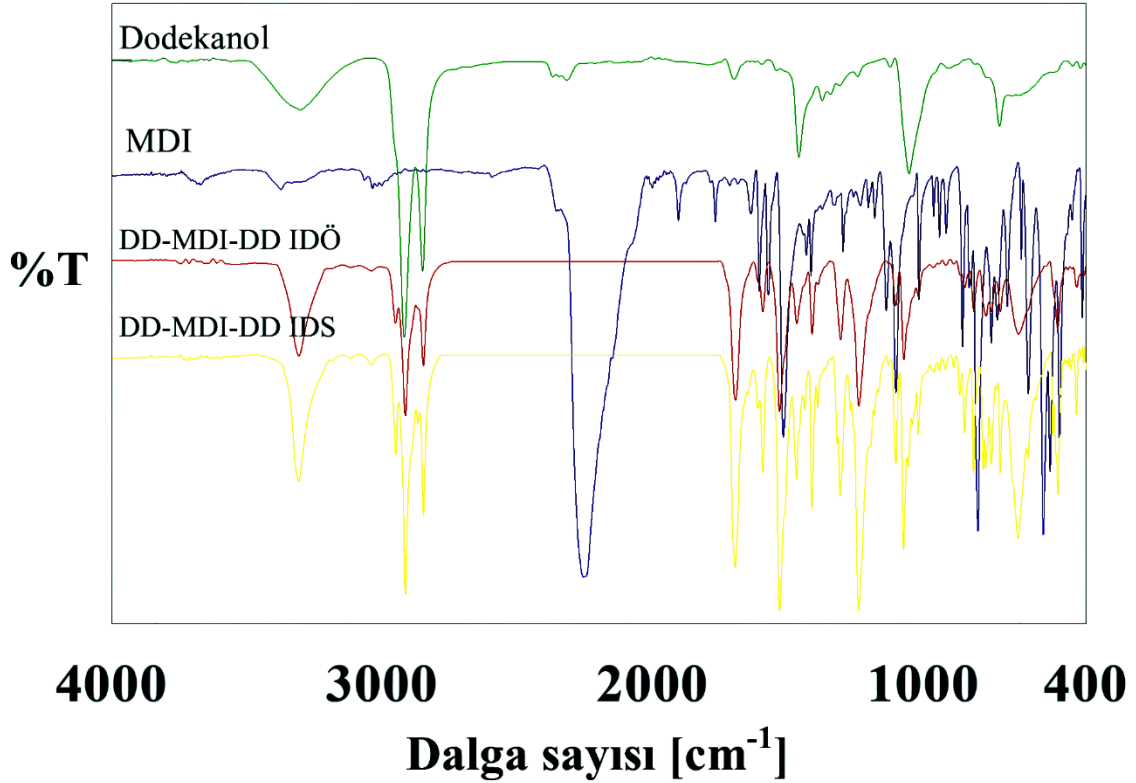
tespit edilmiştir. Bununla birlikte, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıl döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 12. DD, IPDI ve DD-IPDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.13'teki DD ve DD-MDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde DD'de 3500-3000 cm^{-1} aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının DD-MDI-DD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. DD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürethan bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3390-3200 cm^{-1} aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca DD ile MDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2400-2000 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine DD-MDI-DD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürethan bağı içerisindeki 1750-1630 cm^{-1} aralığında görülen karbonil ($-\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler DD ile MDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon

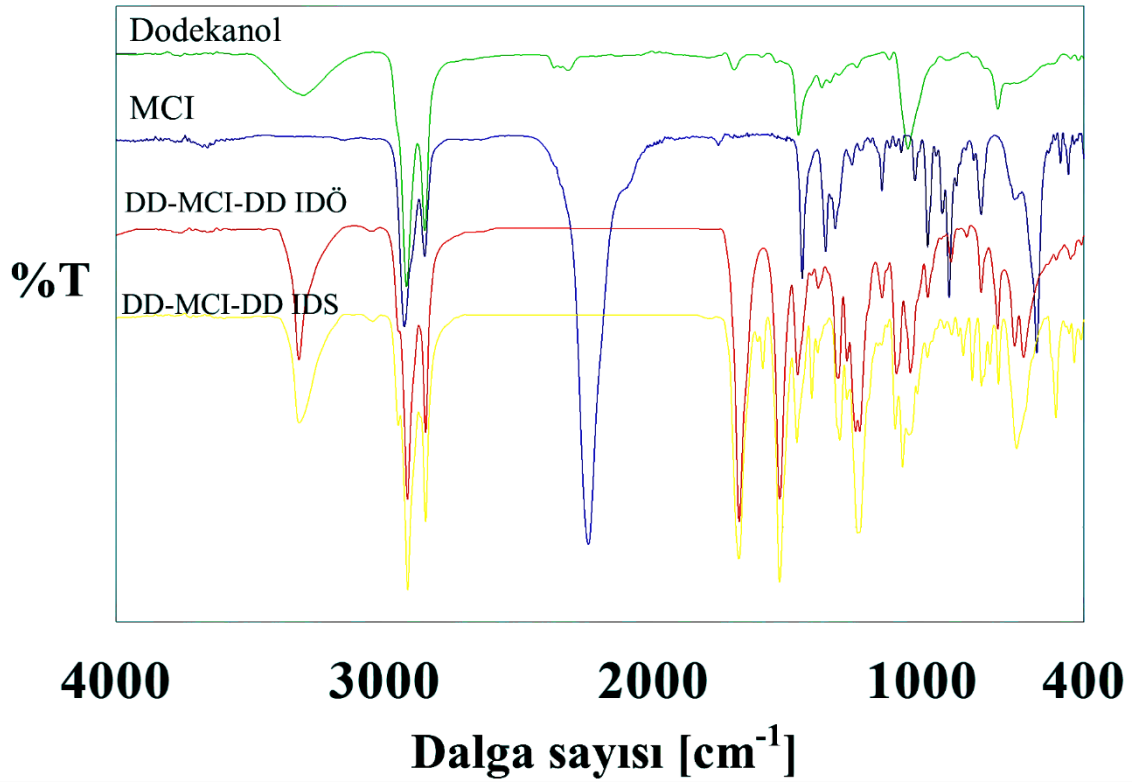
frekansı değerleri incelendiğinde DD 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1270-1150 cm^{-1} aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Ayrıca, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıl döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 13. DD, MDI ve DD-MDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.14'teki DD ve DD-MCI-DD IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde DD'de 3500-3000 cm^{-1} aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının DD-MCI-DD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. DD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3400-3150 cm^{-1} aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca DD ile MCI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MCI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2450-1950 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine DD-MCI-DD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki 1740-1600 cm^{-1} aralığında görülen karbonil ($-\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında

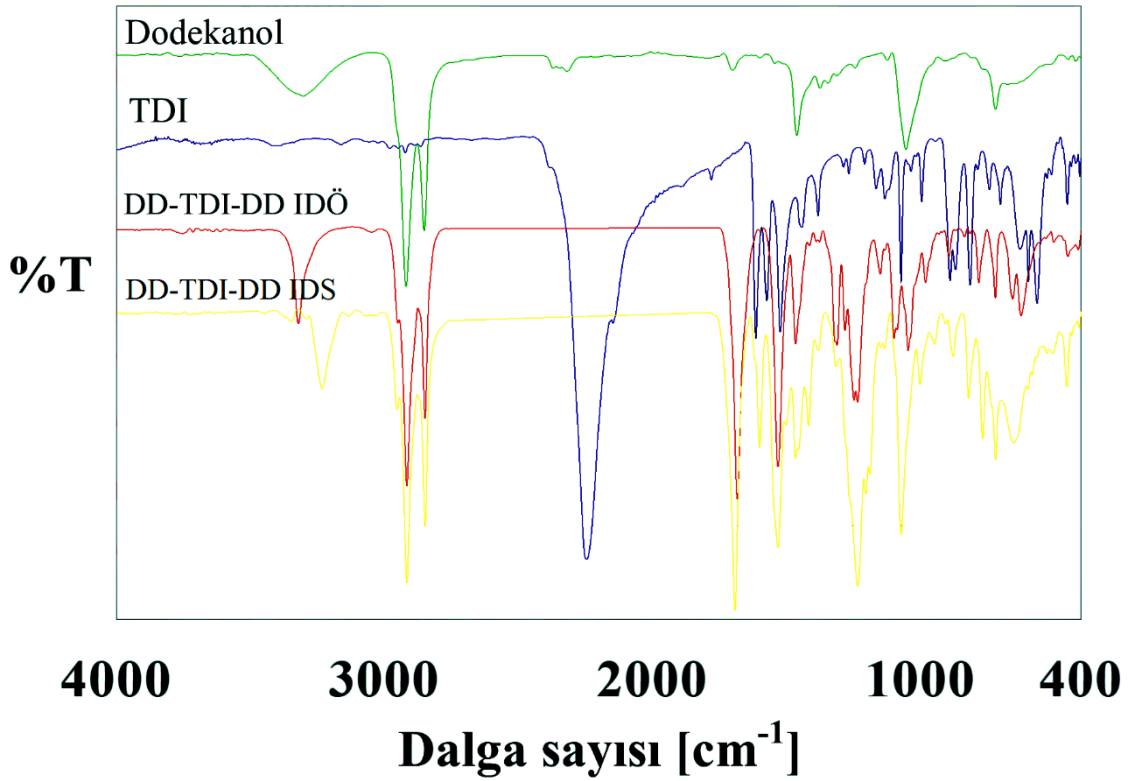
görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler DD ile MCI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1’de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde DD’de $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM’deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1270-1170\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Diğer taraftan, FDM’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtma işlemine maruz kalan FDM’nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 14. DD, MCI ve DD-MCI-DD’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.15’teki DD ve DD-TDI-DD’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde dodekanolde $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının DD-TDI-DD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. Dodekanolde bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3380-3200\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca DD ile TDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, TDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2420-2150\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine DD-TDI-DD’nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü

gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler dodekanol ile TDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde dodekanolde $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1260-1180\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Bununla birlikte, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtılma işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.

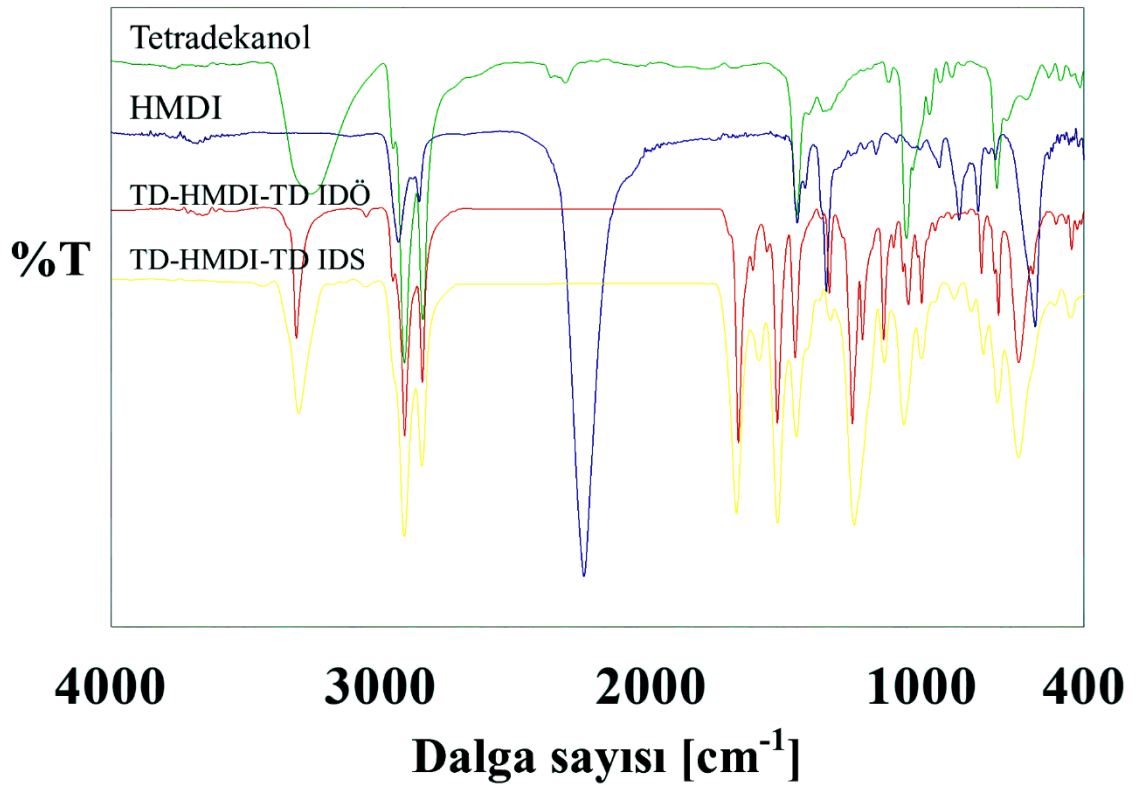


Şekil 4. 15. DD, TDI ve DD-TDI-DD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.16'daki TD ve TD-HMDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde TD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının TD-HMDI-TD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. TD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3360-3230\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca TD ile HMDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, HMDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2400-2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin

kaybolarak yerine TD-HMDI-TD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürethan bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil (-C=O) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler TD ile HMDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de TD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1230-1150\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir.

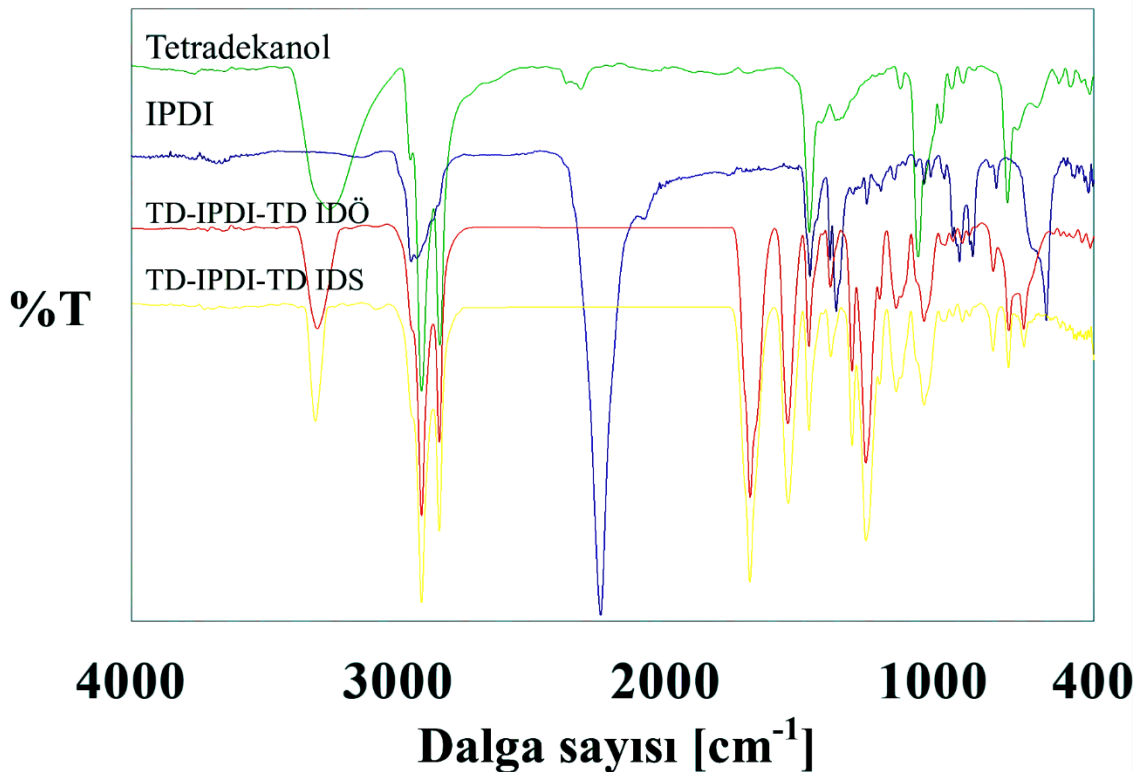
Diğer taraftan, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtılma işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 16. TD, HMDI ve TD-HMDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.17'deki TD ve TD-IPDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde TD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının TD-IPDI-TD spektrumlarında kaybolduğı gözlenmektedir. TD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürethan bağından dolayı

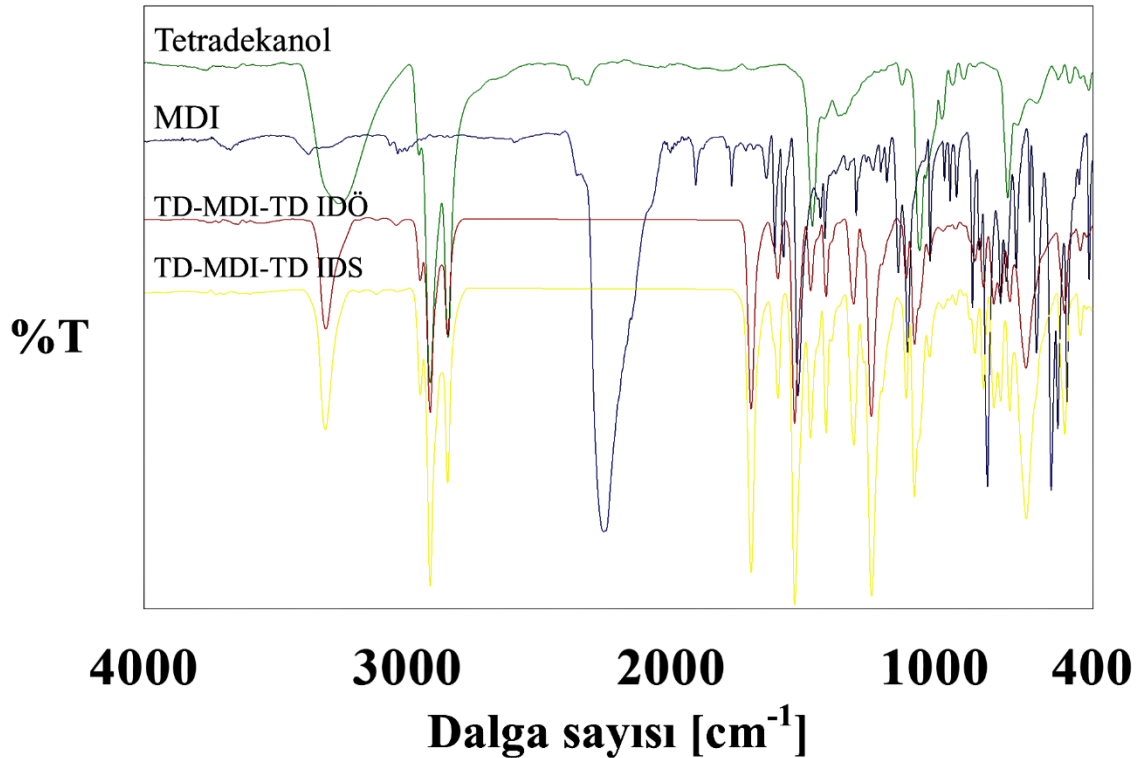
kaybolduğu, bunun yerine 3400-3200 cm^{-1} aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca TD ile IPDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, IPDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2400-2000 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine TD-IPDI-TD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki 1750-1620 cm^{-1} aralığında görülen karbonil ($-\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler TD ile IPDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de TD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1210-1170 cm^{-1} aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Diğer yandan, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıl döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 17. TD, IPDI ve TD-IPDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

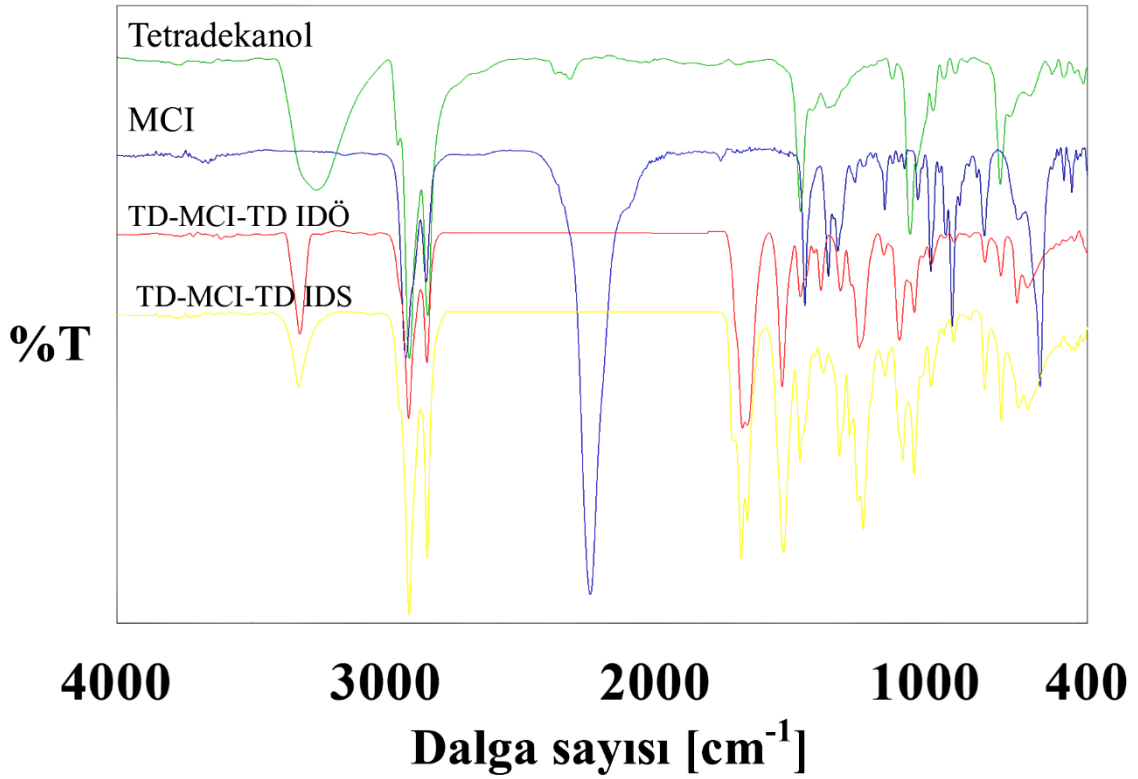
Şekil 4.18'deki TD ve TD-MDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde TD'de 3500-3000 cm^{-1} aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu

absorpsiyon bandının TD-MDI-TD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. TD’de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3390-3200 cm^{-1} aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca TD ile MDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2400-2000 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine TD-MDI-TD’nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki 1750-1630 cm^{-1} aralığında görülen karbonil ($-\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM’nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler TD ile MDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1’de DD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM’deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1270-1150 cm^{-1} aralığına kaydığı tespit edilmiştir. FDM’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısı döngü işlemine maruz kalan FDM’nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 18. TD, MDI ve TD-MDI-TD’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları

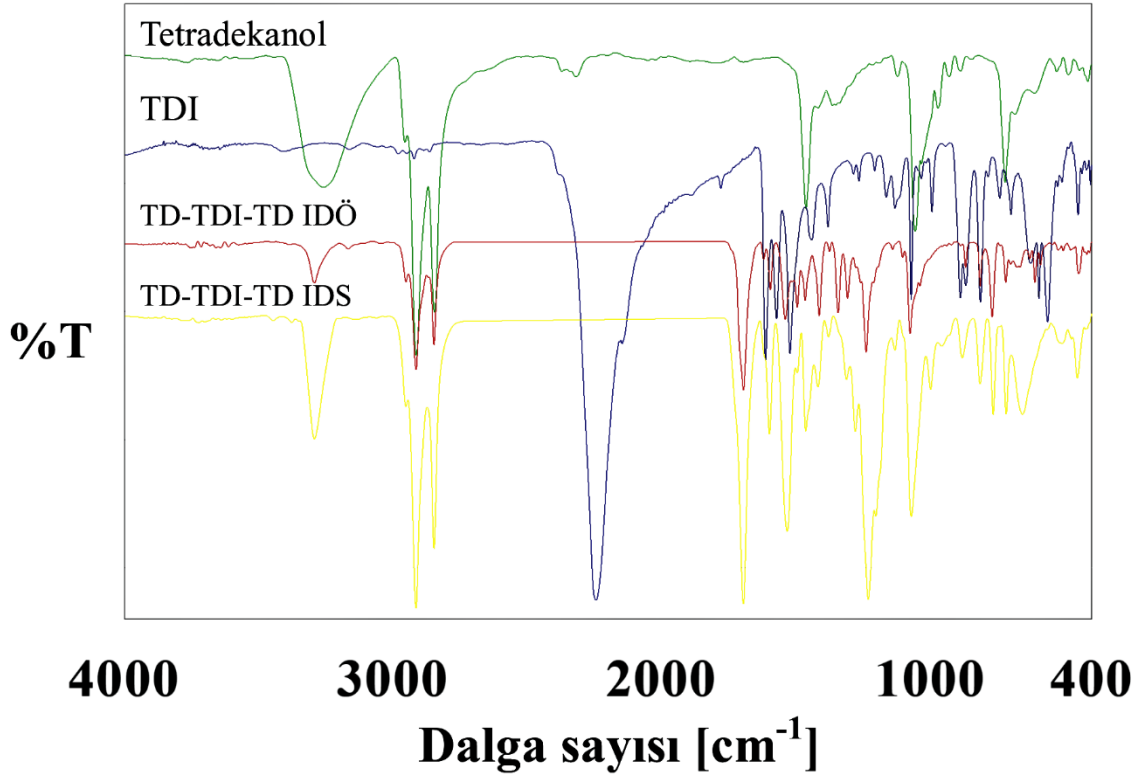
Şekil 4.19'daki TD ve TD-MCI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde TD'de 3500-3000 cm^{-1} aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının TD-MCI-TD spektrumlarında bulunmadığı gözlenmektedir. TD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3400-3150 cm^{-1} aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca TD ile MCI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MCI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2450-1950 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine TD-MCI-TD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki 1740-1600 cm^{-1} aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler TD ile MCI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de TD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1270-1170 cm^{-1} aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Diğer taraftan, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtma döngüsü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 19. TD, MCI ve TD-MCI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.20'deki TD ve TD-TDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde TD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının TD-TDI-TD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. TD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3380-3200\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca TD ile TDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, TDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2420-2150\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine TD-TDI-TD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($-\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler TD ile TDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de TD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1260-1180\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Bununla birlikte, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR

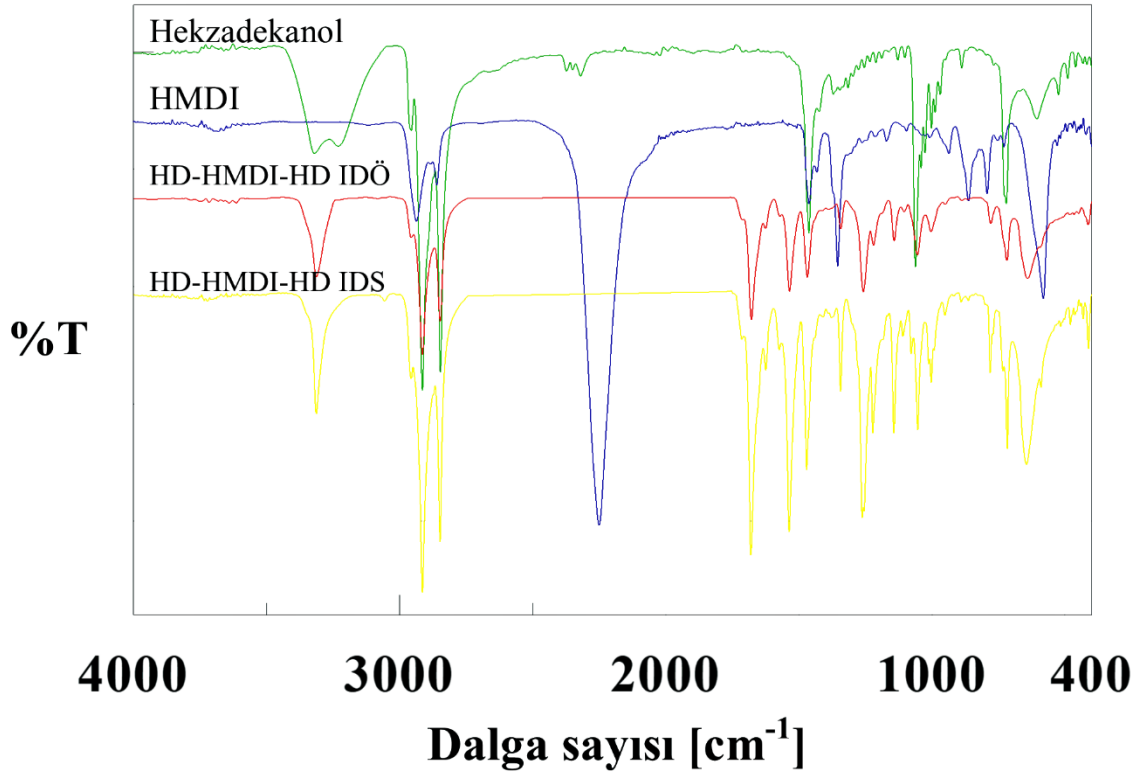
spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtılma işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 20. TD, TDI ve TD-TDI-TD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.21'deki HD ve HD-HMDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde HD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının HD-HMDI-HD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. HD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3360-3230\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca HD ile HMDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, HMDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2400-2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine HD-HMDI-HD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler HD ile HMDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de HD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O

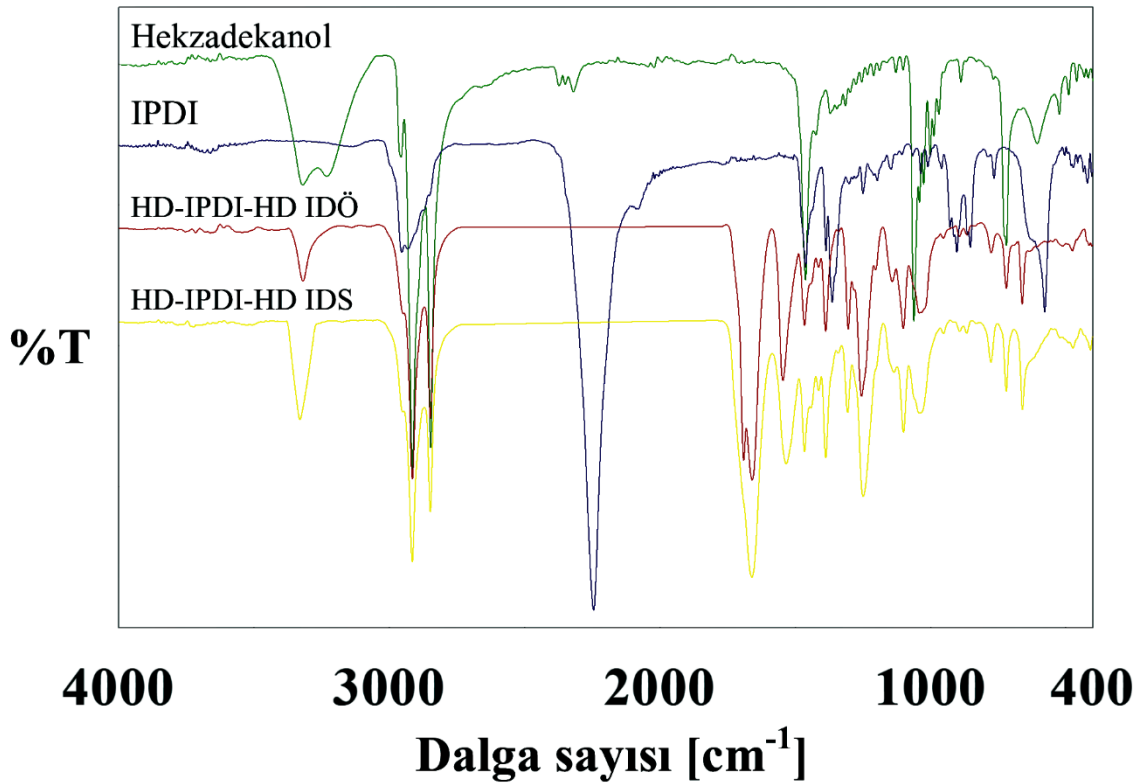
gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1230-1150\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Ayrıca, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısı döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 21. HD, HMDI ve HD-HMDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.22'deki HD ve HD-IPDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde HD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının HD-IPDI-HD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. HD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3400-3200\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca HD ile IPDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, IPDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2400-2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine HD-IPDI-HD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1750-1620\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler HD ile IPDI arasındaki reaksiyonun

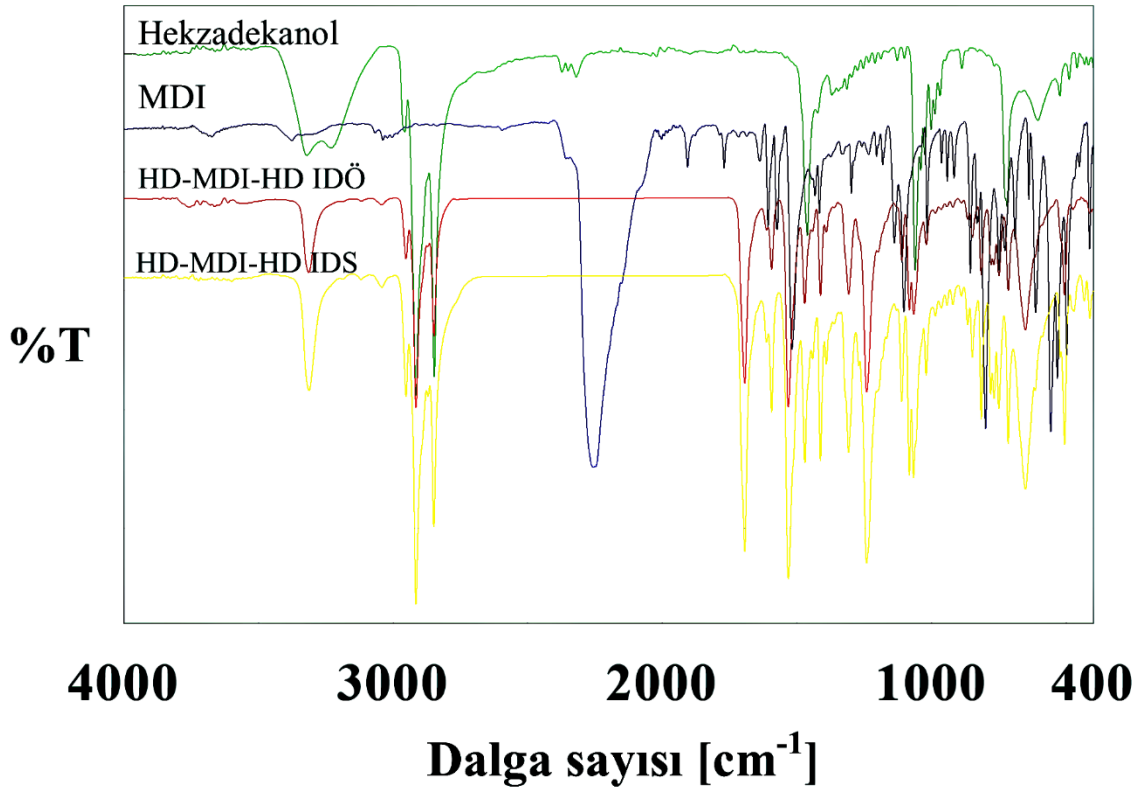
gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1’de HD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM’deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1210-1170 cm^{-1} aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Diğer taraftan, FDM’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtılma işlemine maruz kalan FDM’nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 22. HD, IPDI ve HD-IPDI-HD’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.23’teki HD ve HD-MDI-HD’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde HD’de 3500-3000 cm^{-1} aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının HD-MDI-HD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. HD’de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3390-3200 cm^{-1} aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca HD ile MDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2400-2000 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine HD-MDI-HD’nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki 1750-1630 cm^{-1} aralığında görülen karbonil ($-\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü

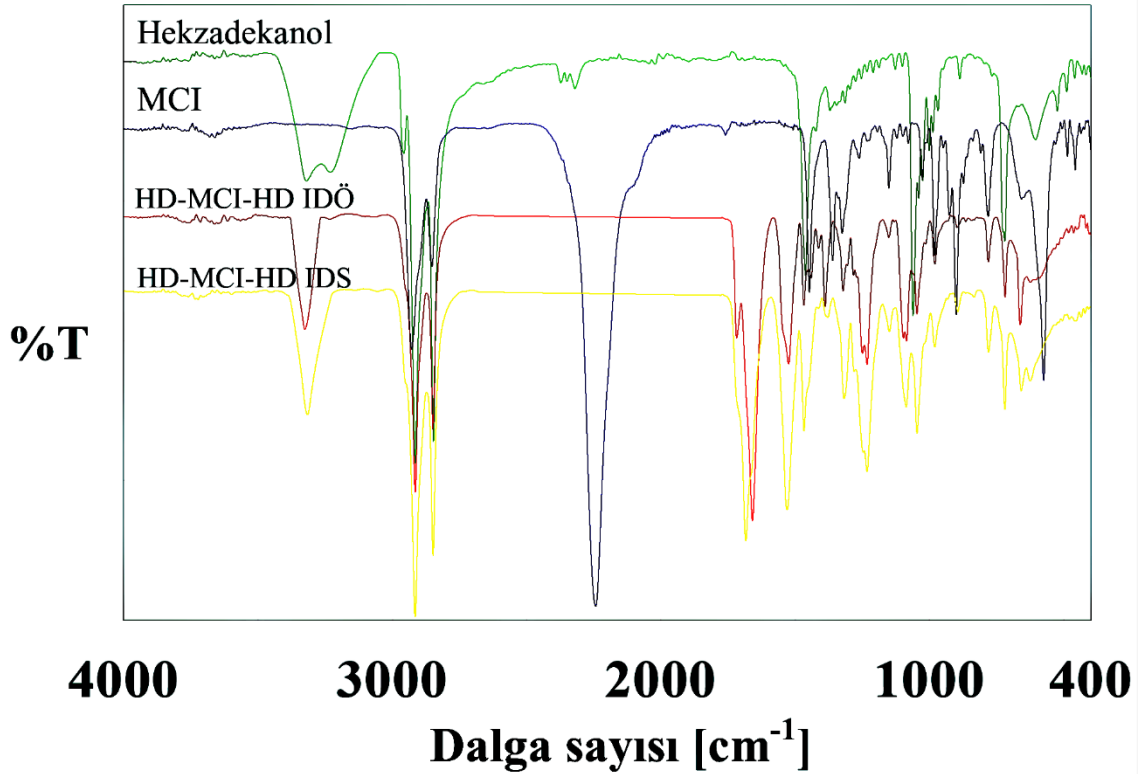
gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler HD ile MDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde DD 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1270-1150 cm^{-1} aralığına kaydığı tespit edilmiştir. Ayrıca, FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıl döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 23. HD, MDI ve HD-MDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.24'teki HD ve HD-MCI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde HD'de 3500-3000 cm^{-1} aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının HD-MCI-HD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. HD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3400-3150 cm^{-1} aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca HD ile MCI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MCI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait 2450-1950 cm^{-1} aralığında görülen güçlü gerilme pikinin

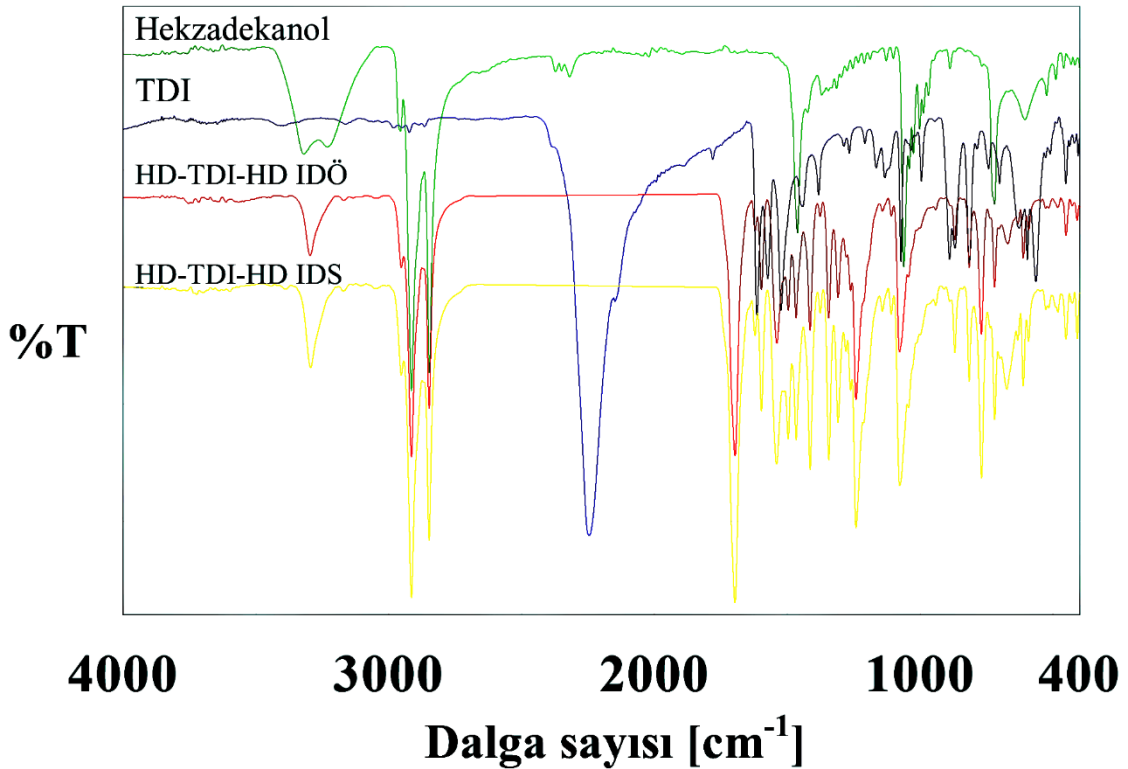
kaybolarak yerine HD-MCI-HD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil (-C=O) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler HD ile MCI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de HD için verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1270-1170\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtma döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 24. HD, MCI ve HD-MCI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.25'teki HD ve HD-TDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde HD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının HD-TDI-HD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. HD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3380-3200\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca HD ile TDI reaksiyonunun

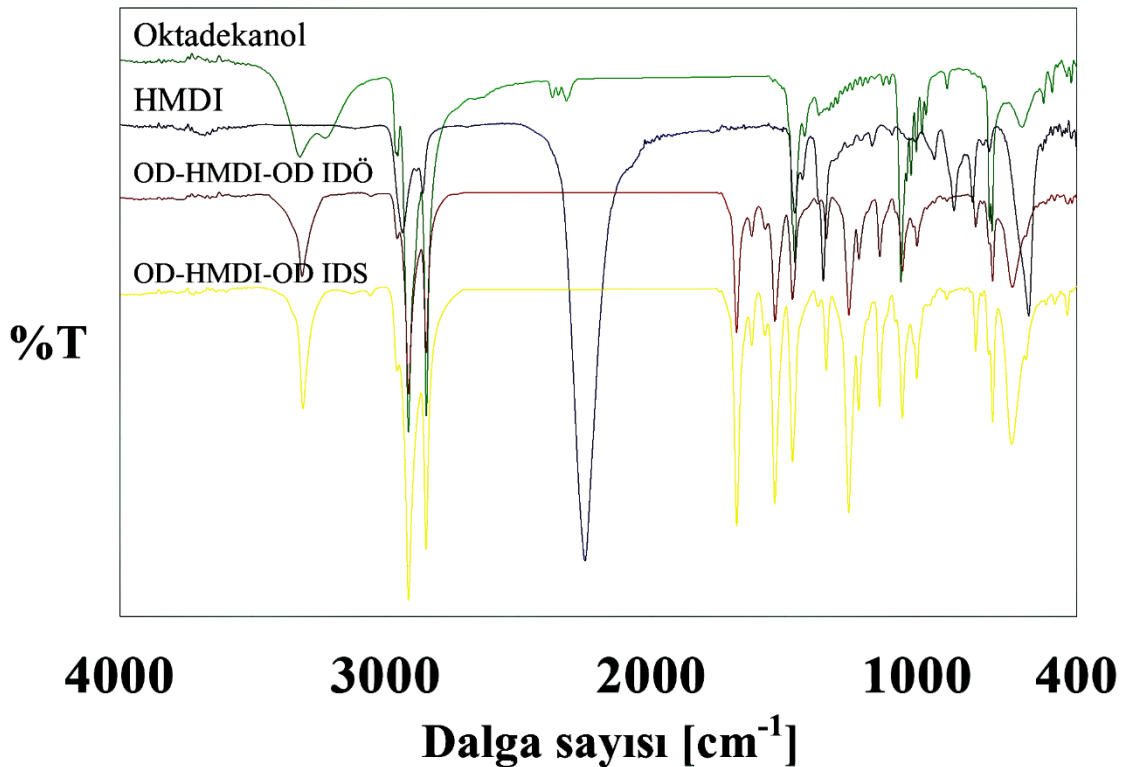
gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, TDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2420\text{--}2150\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine HD-TDI-HD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler HD ile TDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde HD'de $1100\text{--}940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1260\text{--}1180\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıl döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 25. HD, TDI ve HD-TDI-HD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

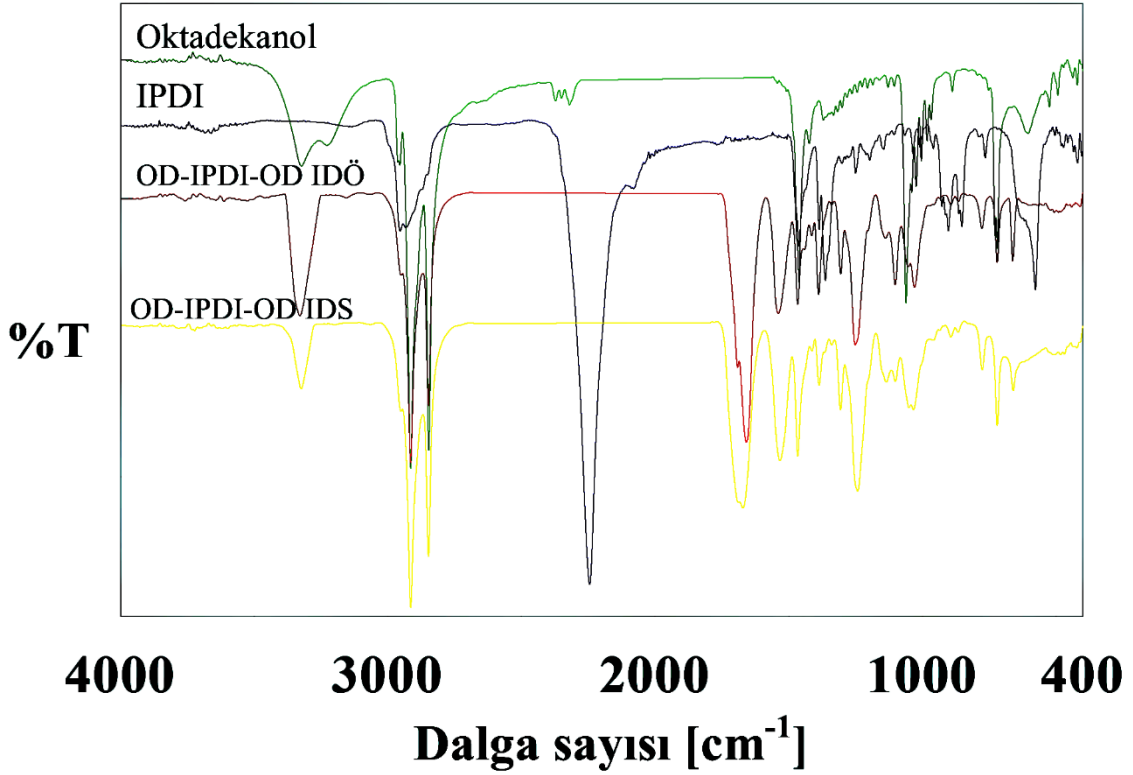
Şekil 4.26'daki OD ve OD-HMDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde OD'de $3500\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının OD-HMDI-OD spektrumlarında kaybolduğı gözlenmektedir. OD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından

dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3360-3230\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca OD ile HMDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, HMDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2400-2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine OD-HMDI-OD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler OD ile HMDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de OD'ye ait absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1230-1150\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtma işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 26. OD, HMDI ve OD-HMDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

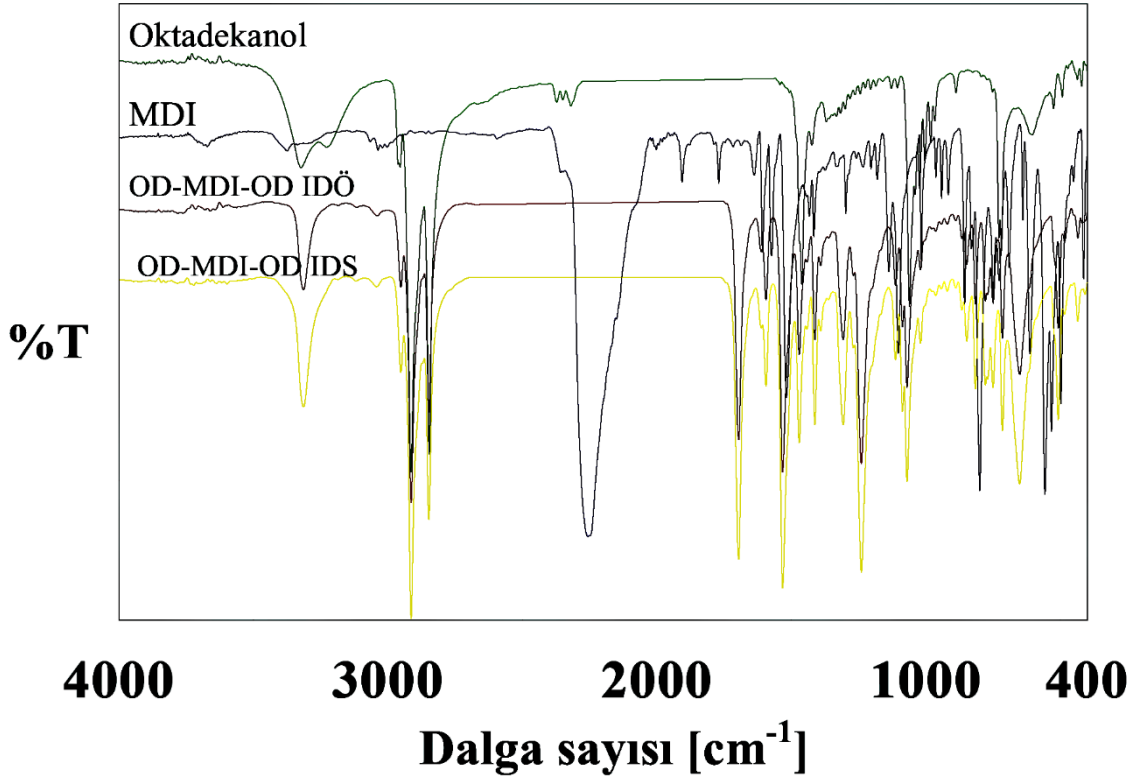
Şekil 4.27'deki OD ve OD-IPDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde OD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının OD-IPDI-OD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. OD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3400-3200\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca OD ile IPDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, IPDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2400-2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine OD-IPDI-OD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1750-1620\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler OD ile IPDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde OD'de $1100-940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1210-1170\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısı döngü işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 27. OD, IPDI ve OD-IPDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.28'deki OD ve OD-MDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde OD'de 3500-3000 cm⁻¹ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının OD-MDI-OD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. OD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine 3390-3200 cm⁻¹ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca OD ile MDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MDI yapısında görülen siyanat grubuna (N=C=O) ait 2400-2000 cm⁻¹ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine OD-MDI-OD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki 1750-1630 cm⁻¹ aralığında görülen karbonil (-C=O) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler OD ile MDI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde DD 1100-940 cm⁻¹ aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1270-1150 cm⁻¹ aralığına kaydı tespit edilmiştir. FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki

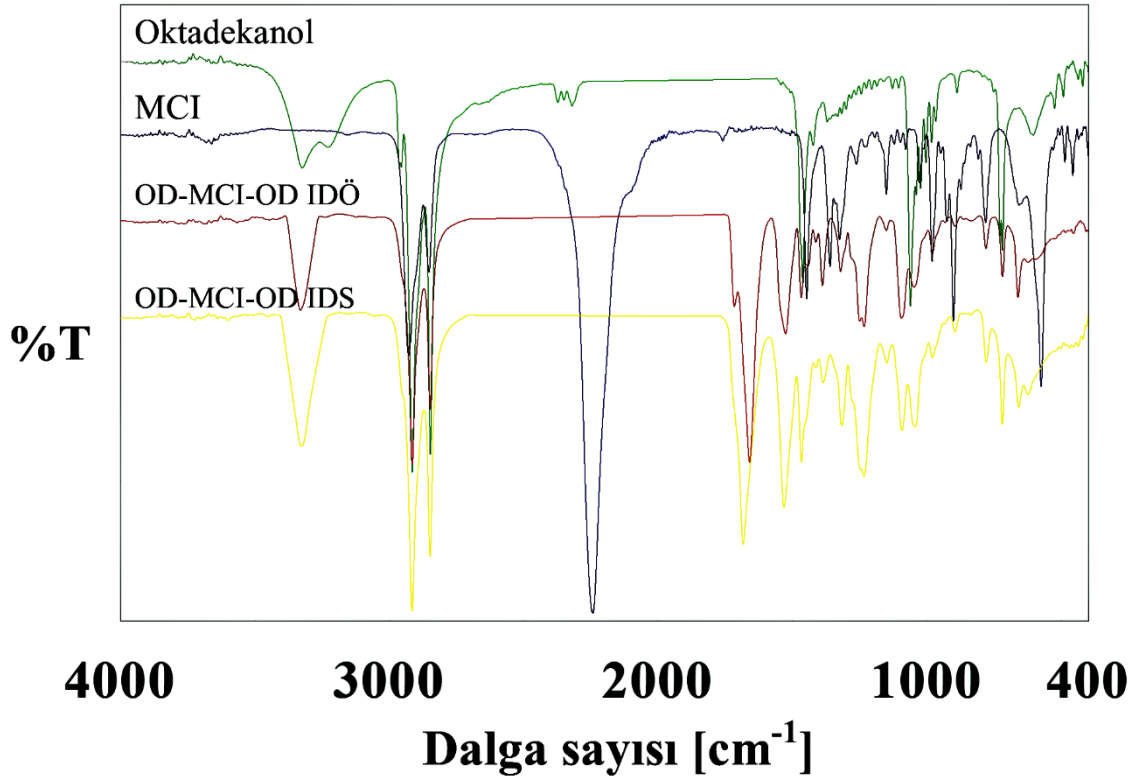
spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtılma işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 28. OD, MDI ve OD-MDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.29'daki OD ve OD-MCI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde OD'de $3500\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının OD-MCI-OD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. OD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3400\text{-}3150\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca OD ile MCI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, MCI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2450\text{-}1950\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine OD-MCI-OD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{-C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler OD ile MCI arasındaki reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1'de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde OD'de $1100\text{-}940\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen -C-O gerilme

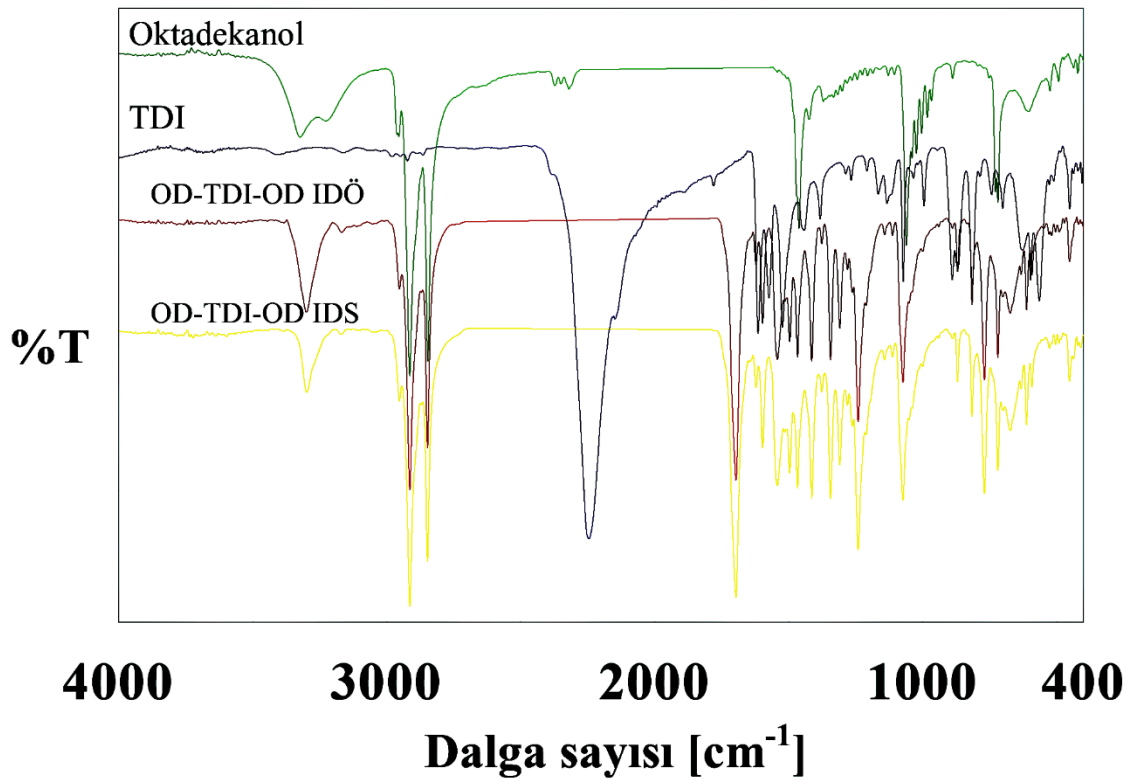
piklerinin FDM'deki farklı kimyasal çevreden dolayı $1270-1170\text{ cm}^{-1}$ aralığına kaydığı tespit edilmiştir. FDM'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısıtılma işlemine maruz kalan FDM'nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 29. OD, MCI ve OD-MCI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları

Şekil 4.30'daki OD ve OD-TDI-OD'nin IDÖ ve IDS'ye ait FT-IR spektrumları incelendiğinde OD'de $3500-3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen hidroksil (-O-H) grubu absorpsiyon bandının OD-TDI-OD spektrumlarında kaybolduğu gözlenmektedir. OD'de bulunan hidroksil grubuna ait pikin reaksiyon sonucunda oluşan ürean bağından dolayı kaybolduğu, bunun yerine $3380-3200\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan amin (-N-H) grubuna ait pikin ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca OD ile TDI reaksiyonunun gerçekleştiğini gösteren en önemli bulgulardan bir diğeri ise, TDI yapısında görülen siyanat grubuna ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) ait $2420-2150\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen güçlü gerilme pikinin kaybolarak yerine OD-TDI-OD'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen ürean bağı içerisindeki $1740-1600\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen karbonil ($\text{C}=\text{O}$) grubuna ait güçlü gerilme pikinin ortaya çıkmasıdır. FDM'nin IDÖ ve IDS FT-IR spektrumlarında görülen amin ve karbonil gruplarına ait pikler OD ile TDI arasındaki reaksiyonun

gerçekleştğini göstermektedir. Diğer taraftan, Çizelge 4.1’de verilen absorpsiyon frekansı değerleri incelendiğinde OD’de 1100-940 cm^{-1} aralığında görülen -C-O gerilme piklerinin FDM’deki farklı kimyasal çevreden dolayı 1260-1180 cm^{-1} aralığına kaydığı tespit edilmiştir. FDM’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında iki spektrumdaki piklerin örtüştüğü dolayısıyla ısı döngü işlemine maruz kalan FDM’nin kimyasal yapısında bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4. 30. OD, TDI ve OD-TDI-OD’nin IDÖ ve IDS’ye ait FT-IR spektrumları

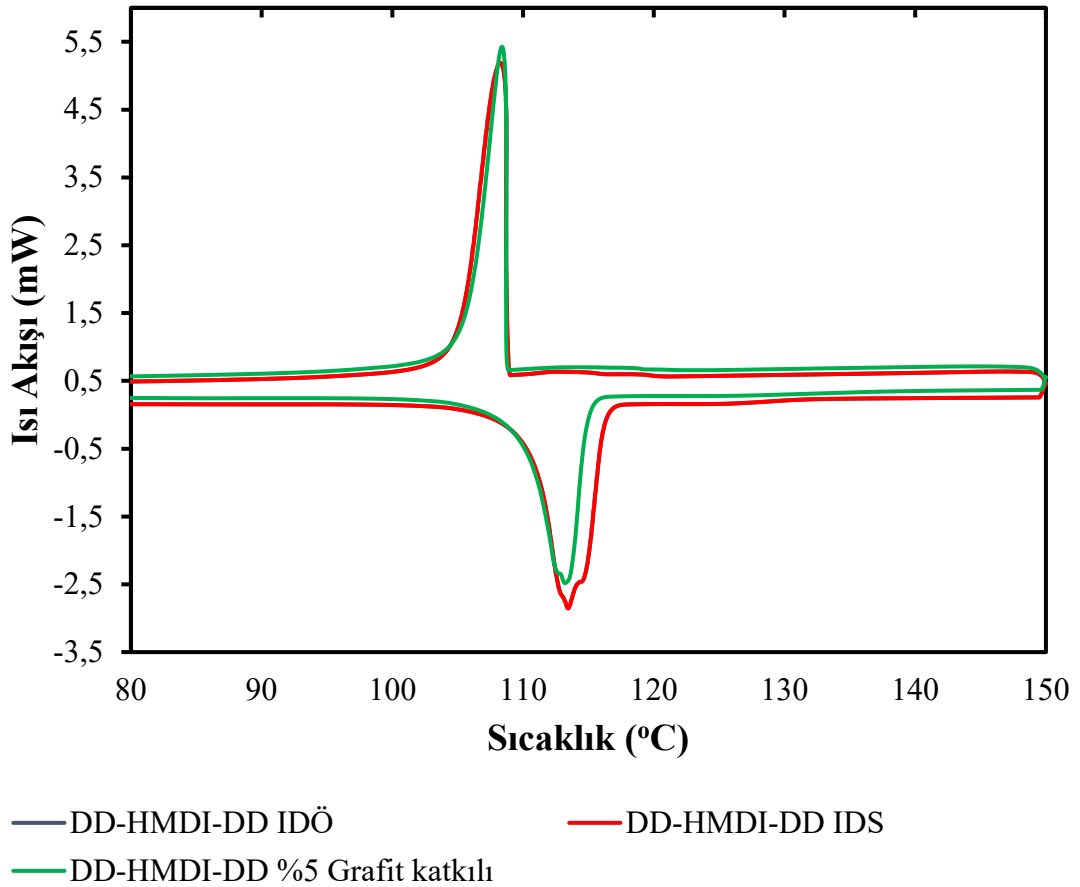
Çizelge 4. 1. Yağ alkolleri, diizosiyanatlar ve sentezlenen FDM'lere ait karakteristik FT-IR dataları

	$\nu(\text{O-H})$	$\nu(\text{N=C=O})$	$\nu(\text{C-H})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{N-H})$	$\nu(\text{C-O})$
Dodekanol	3500-3000	-	2920-2850	-	-	1100-940
Tetradekanol	3500-3000	-	2920-2850	-	-	1100-940
Hekzadekanol	3500-3000	-	2920-2850	-	-	1100-940
Oktadekanol	3500-3000	-	2920-2850	-	-	1100-940
HMDI	-	2400-2000	2915-2840	-	-	-
IPDI	-	2400-2000	3000-2750	-	-	-
MDI	-	2400-2000	3000-2770	-	-	-
MCI	-	2450-1950	3000-2780	-	-	-
TDI	-	2420-2150	3000-2275	-	-	-
DD-HMDI-DD	-	-	2915-2840	1740-1600	3360-3230	1230-1150
DD-IPDI-DD	-	-	3000-2750	1750-1620	3400-3200	1210-1170
DD-MDI-DD	-	-	3000-2770	1750-1630	3390-3200	1270-1150
DD-MCI-DD	-	-	3000-2780	1740-1600	3400-3150	1270-1170
DD-TDI-DD	-	-	3000-2275	1750-1610	3380-3200	1260-1180
TD-HMDI-TD	-	-	2915-2840	1740-1600	3360-3230	1230-1150
TD-IPDI-TD	-	-	3000-2750	1750-1620	3400-3200	1210-1170
TD-MDI-TD	-	-	3000-2770	1750-1630	3390-3200	1270-1150
TD-MCI-TD	-	-	3000-2780	1740-1600	3400-3150	1270-1170
TD-TDI-TD	-	-	3000-2275	1750-1610	3380-3200	1260-1180
HD-HMDI-HD	-	-	2915-2840	1740-1600	3360-3230	1230-1150
HD-IPDI-HD	-	-	3000-2750	1750-1620	3400-3200	1210-1170
HD-MDI-HD	-	-	3000-2770	1750-1630	3390-3200	1270-1150
HD-MCI-HD	-	-	3000-2780	1740-1600	3400-3150	1270-1170
HD-TDI-HD	-	-	3000-2275	1750-1610	3380-3200	1260-1180
OD-HMDI-OD	-	-	2915-2840	1740-1600	3360-3230	1230-1150
OD-IPDI-OD	-	-	3000-2750	1750-1620	3400-3200	1210-1170
OD-MDI-OD	-	-	3000-2770	1750-1630	3390-3200	1270-1150
OD-MCI-OD	-	-	3000-2780	1740-1600	3400-3150	1270-1170
OD-TDI-OD	-	-	3000-2275	1750-1610	3380-3200	1260-1180

4.1.4. DSC Analizlerinden Elde Edilen Bulgular

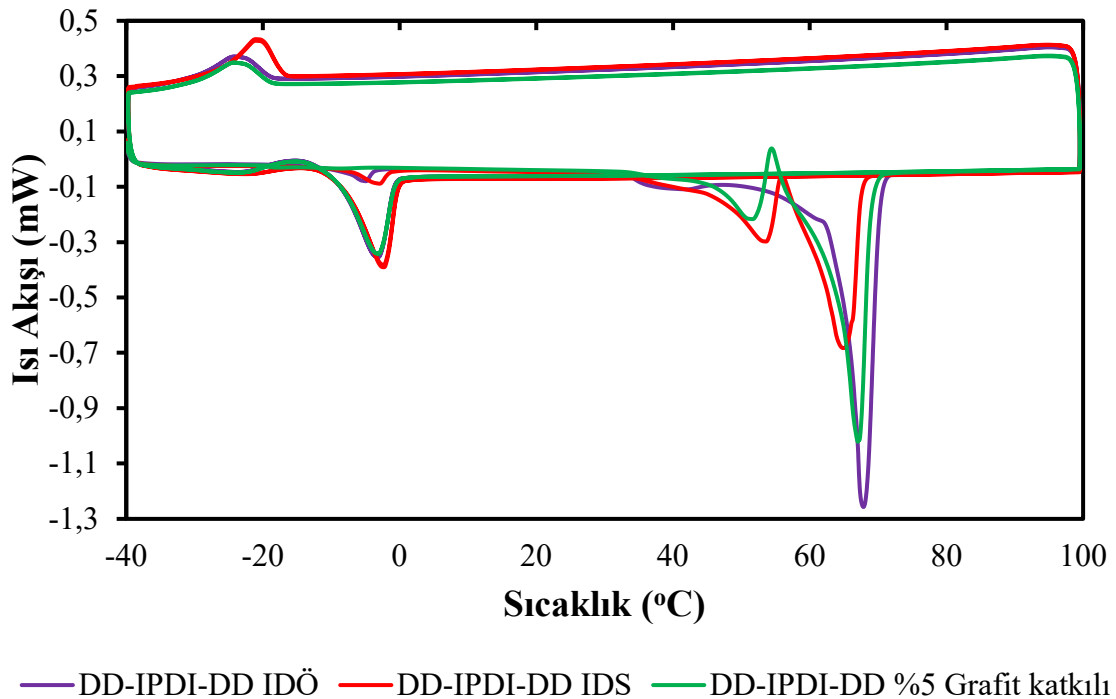
Elde edilen FDM'lerin DSC ısı analizleri, ısı döngü öncesi, ısı döngü sonrası ve %5 genişletilmiş grafit katkılı FDM'ler için -10 ile 150 °C aralığında ve 5 °C/dakika ısıtma ve soğutma hızında gerçekleştirildi. DSC analizleri yapılan FDM'lerin faz geçiş sıcaklıkları, DSC pikinin görüldüğü sıcaklık aralıklarından cihazın yazılımıyla otomatik olarak belirlendi. Ayrıca FDM'lerin faz geçiş entalpileri de faz geçiş sıcaklıklarının belirlendiği piklerin altında kalan alanın yazılım yardımıyla integrasyonu ile elde edilmiştir. Elde edilen FDM'lerin DSC eğrileri Şekil 4.31-50'de bu eğrilere ait veriler ise Çizelge 4.3-6'da verilmiştir. Ayrıca FDM'lerde faz değişim özelliği katan

malzemeler olarak kullanılan dodekanol, tetradekanol, hekzadekanol ve oktadekanolün DSC eğrileri Şekil 4.51’de bu eğrilere ait ısıl veriler ise Çizelge 4.2’de yer almaktadır. Şekil 4.31 ve Çizelge 4.3-5’te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-HMDI-DD FDM’lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-HMDI-DD sırasıyla 113.19, 113.32 ve 113.21 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 125.10, 148.70 ve 106.00 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-HMDI-DD FDM’leri için sırasıyla 106.94, 108.34 ve 108.39 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -128.60, -147.20 ve -99.23 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri DD-HMDI-DD’nin 1000 kez ısıtma ve soğutma işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında herhangi bir değişimin olmadığını göstermektedir. FDM içerisindeki enerji depolama özelliği gösteren zincirin kütlece oranı dikkate alındığında elde edilen gizli ısı miktarının ısıl enerji depolama uygulamaları için uygun olduğu görülmektedir.



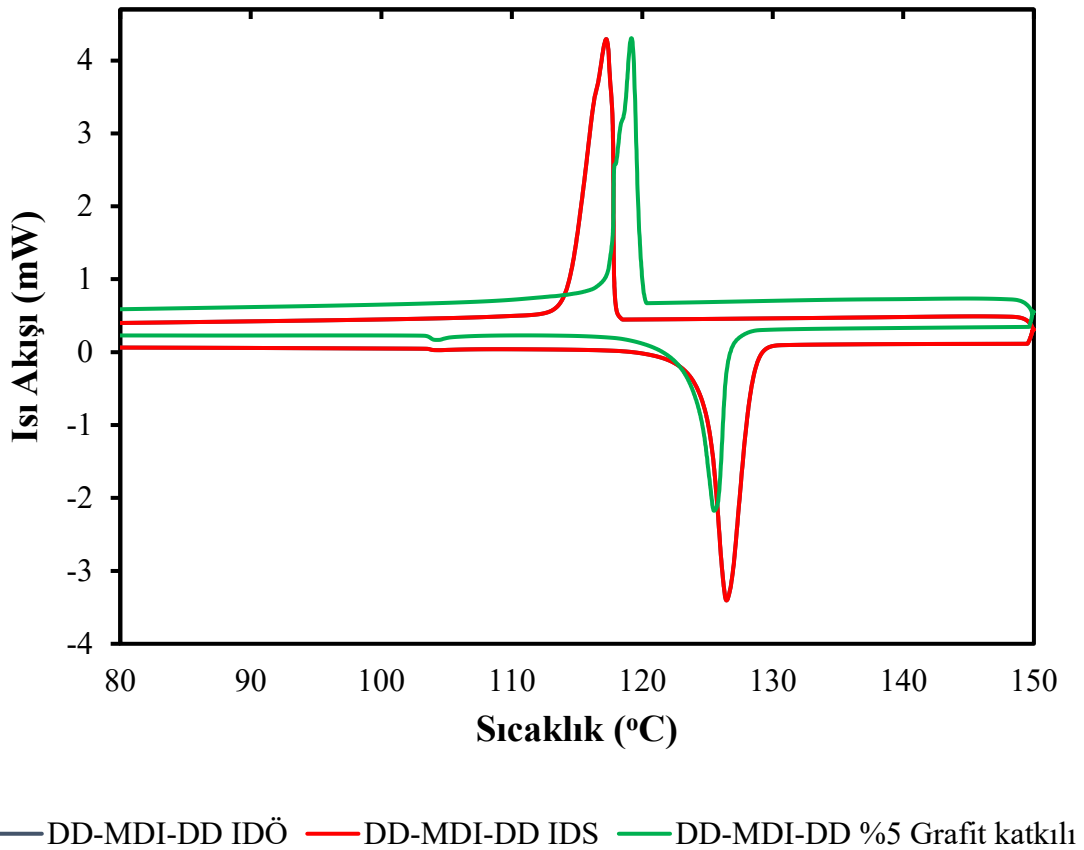
Şekil 4. 31. DD-HMDI-DD’nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.32 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-IPDI-DD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-IPDI-DD sırasıyla 67.85, 64.81 ve 67.02 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 62.50, 42.74 ve 56.85 J/g olduğu görülmektedir. Ancak IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-IPDI-DD FDM'leri için soğutma periyodu esnasında katı-sıvı faz geçişi görülmemiştir. IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-IPDI-DD FDM'leri için bir diğer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesidir. Isıtma periyodu esnasında IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-IPDI-DD sırasıyla -3.05, -2.40 ve -3.07 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve 14.00, 15.88 ve 14.26 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özellikleri gösterdiği anlaşılmıştır. Soğutma periyodu esnasında ise IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-IPDI-DD sırasıyla -24.40, -24.31 ve -24.34 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve -5.82, -7.53 ve -7.80 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özelliği gösterdiği belirlenmiştir.



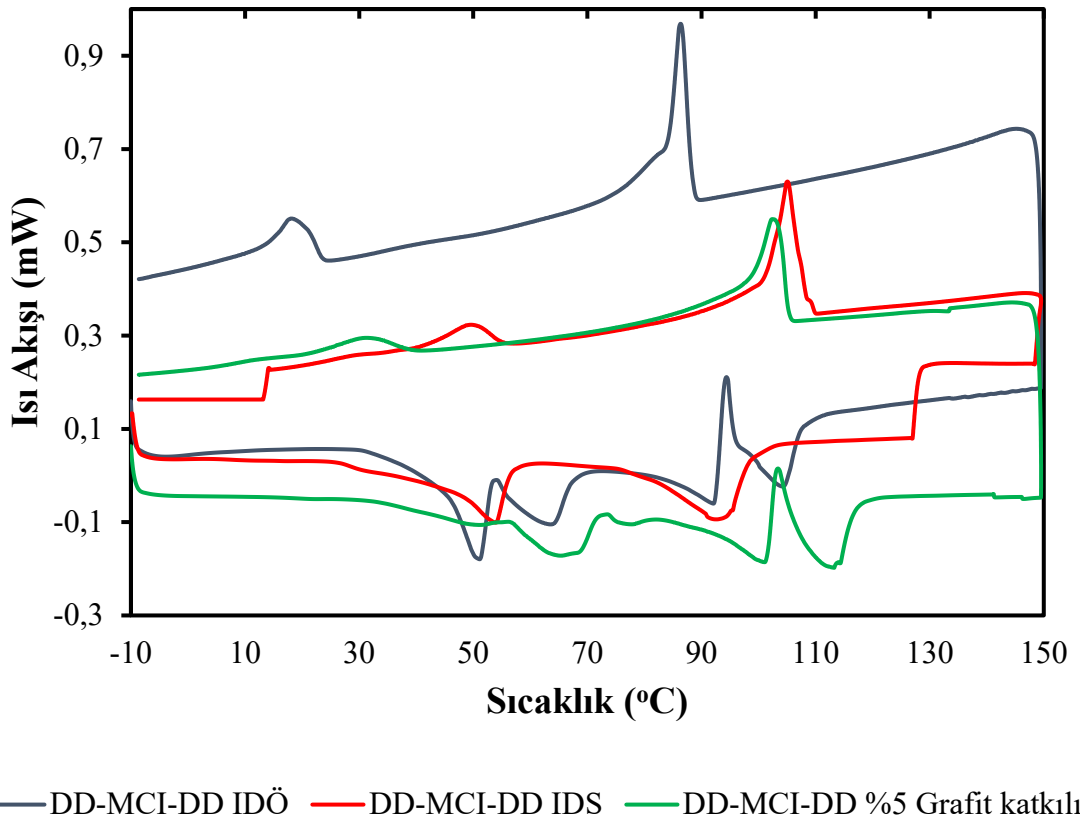
Şekil 4. 32. DD-IPDI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.33 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MDI-DD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MDI-DD sırasıyla 125.12, 126.45 ve 125.55 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarılarının ise sırasıyla 106.45, 107.10 ve 83.72 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MDI-DD FDM'leri için sırasıyla 115.26, 117.24 ve 119.98 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -103.86, 104.90 ve -81.00 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri DD-MDI-DD'nin 1000 kez ısıtma ve soğutma işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında herhangi bir değişimin olmadığını göstermektedir. FDM içerisindeki enerji depolama özelliği gösteren zincirin kütlece oranı dikkate alındığında elde edilen gizli ısı miktarının ısı depolama uygulamaları için uygun olduğu görülmektedir.



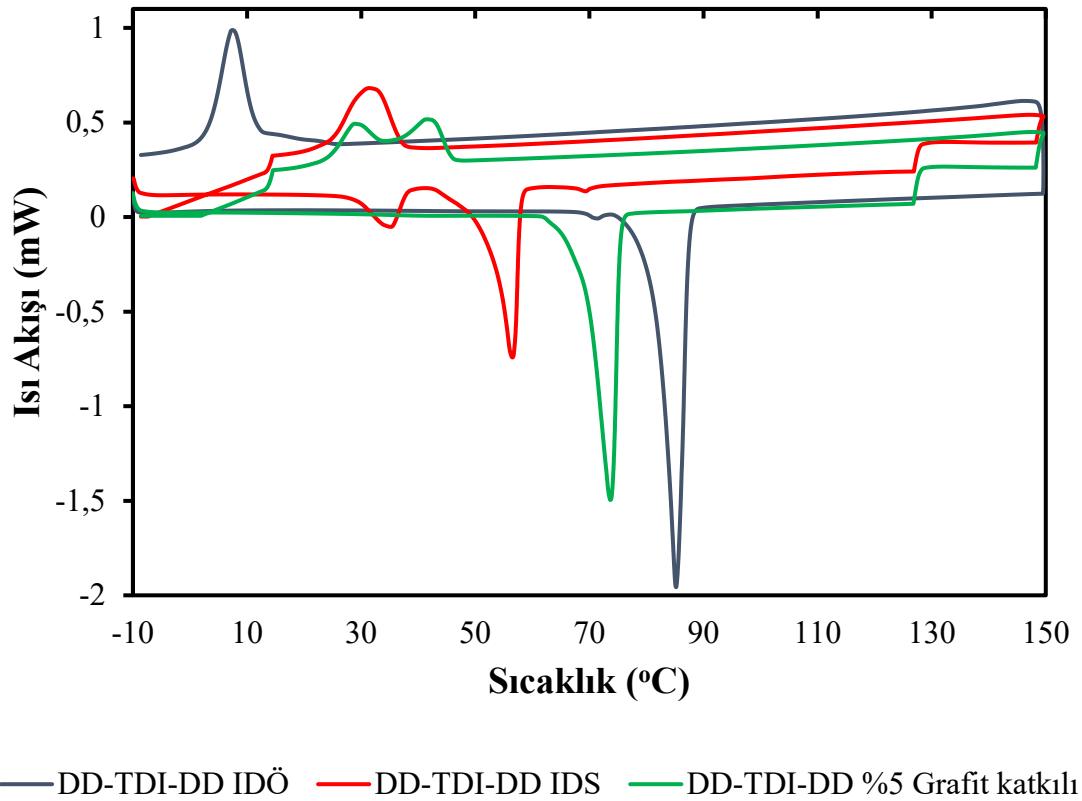
Şekil 4. 33. DD-MDI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.34 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MCI-DD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MCI-DD sırasıyla 104.13, 110.92 ve 118.86 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 34.84, 25.06 ve 21.05 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MCI-DD FDM'leri için sırasıyla 86.31, 86.15 ve 102.67 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -28.75, -27.19 ve -26.33 J/g olarak hesaplanmıştır. IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MCI-DD FDM'leri için bir diğer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesidir. Isıtma periyodu esnasında IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MCI-DD sırasıyla 63.68, 64.57 ve 64.38 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve 13.56, 21.62 ve 18.98 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özellikleri gösterdiği anlaşılmıştır. Soğutma periyodu esnasında ise IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-MCI-DD sırasıyla 18.10, 31.06 ve 30.16 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve -10.34, -5.65 ve -6.48 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özelliği gösterdiği belirlenmiştir.



Şekil 4. 34. DD-MCI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

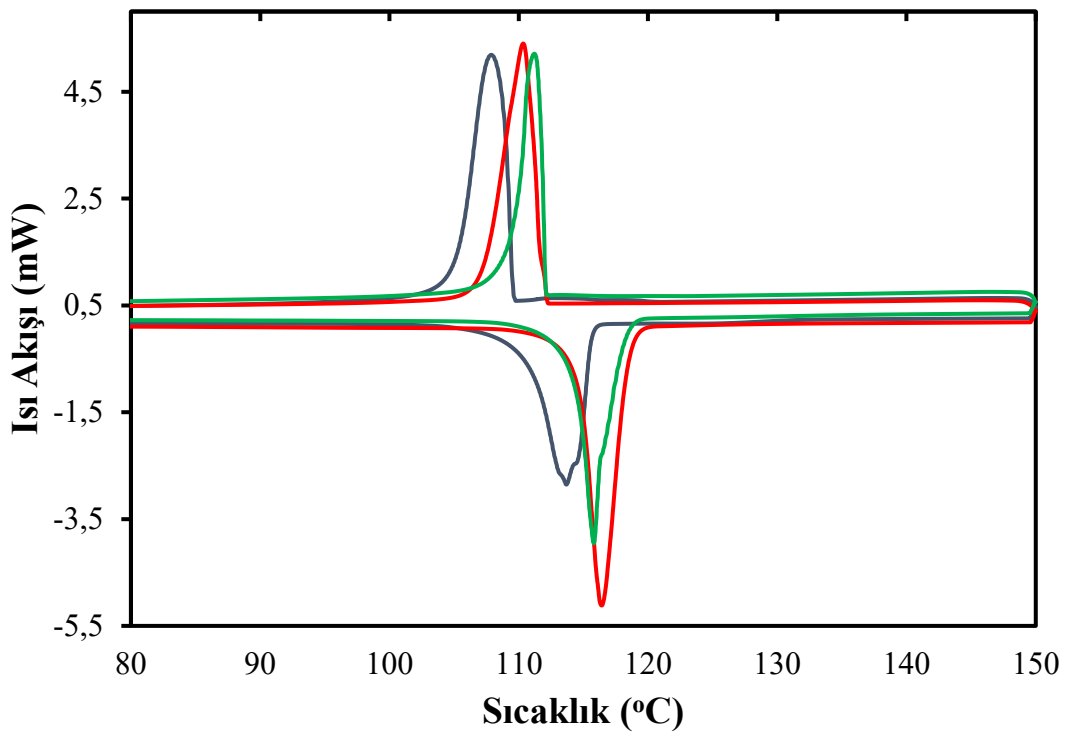
Şekil 4.35 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-TDI-DD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-TDI-DD sırasıyla 85.18, 67.52 ve 87.26 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 99.33, 57.83 ve 91.71 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DD-TDI-DD FDM'leri için sırasıyla 7.44, 15.03 ve 15.60 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -53.85, -41.83 ve -64.26 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri DD-TDI-DD'nin 1000 kez ısıl döngü işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında önemli bir değişimin olmadığını göstermektedir.



Şekil 4. 35. DD-TDI-DD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.36 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-HMDI-TD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-HMDI-TD sırasıyla 116.86, 116.42 ve 116.03 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 166.10,

170.8 ve 153.70 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-HMDI-TD FDM'leri için sırasıyla 110.40, 110.35 ve 111.22 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -141.60, -168.4 ve -152.00 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri TD-HMDI-TD'nin 1000 kez ısıtma ve soğutma işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısısında herhangi bir değişimin olmadığını göstermektedir. FDM içerisindeki enerji depolama özelliği gösteren zincirin kütlece oranı dikkate alındığında elde edilen gizli ısı miktarının ısı depolama uygulamaları için uygun olduğu görülmektedir.

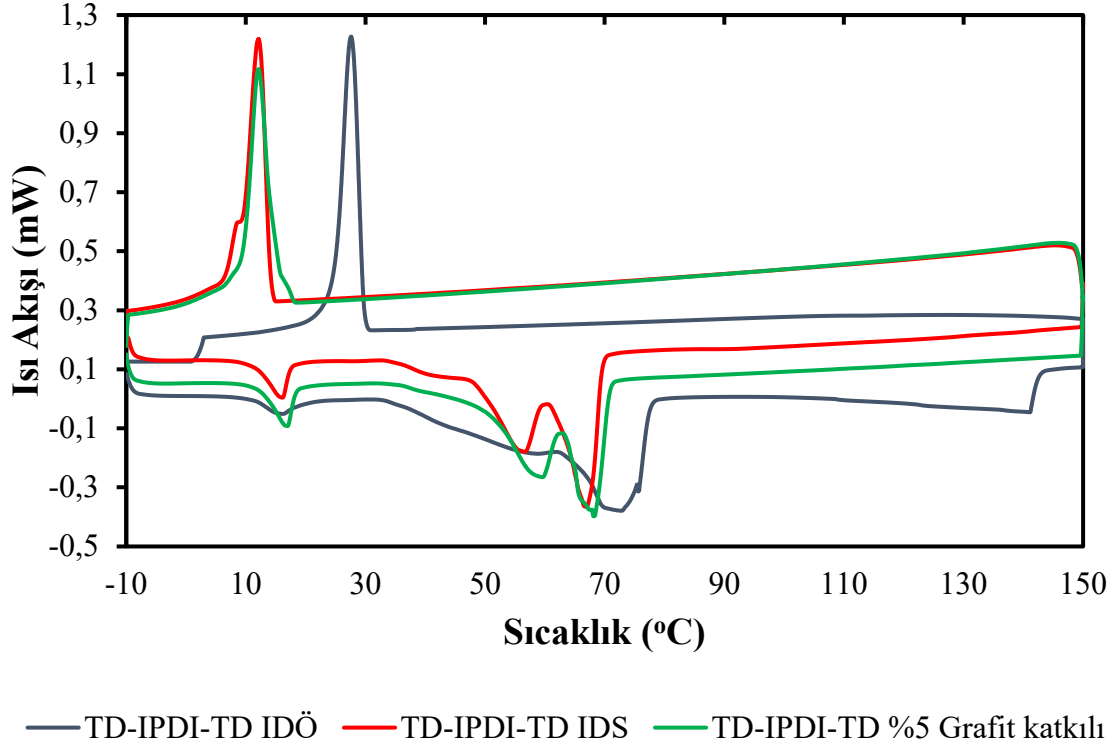


— TD-HMDI-TD IDÖ — TD-HMDI-TD IDS — TD-HMDI-TD %5 Grafit katkılı

Şekil 4. 36. TD-HMDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.37 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-IPDI-TD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-IPDI-TD sırasıyla 60.83, 66.83 ve 68.15 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 78.30, 77.24 ve 74.51 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-IPDI-TD FDM'leri için sırasıyla 11.84, 12.12 ve 12.12 °C katılaşma esaslı faz değişim

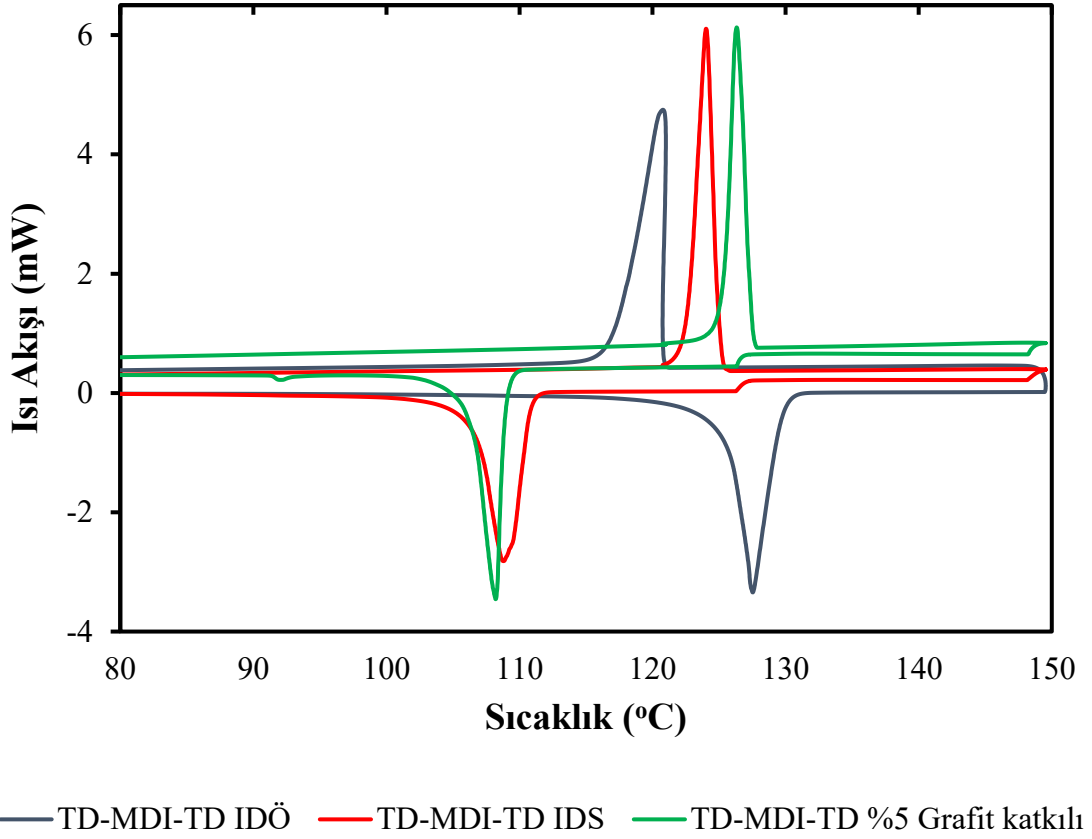
sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -37.49, -45.49 ve -44.43 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri DD-IPDI-DD'nin 1000 kez ısı döngü işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında önemli bir değişimin olmadığını göstermektedir.



Şekil 4. 37. TD-IPDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.38 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MDI-TD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MDI-TD sırasıyla 126.45, 127.75 ve 127.57 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 126.83, 127.80 ve 106.60 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MDI-TD FDM'leri için sırasıyla 119.15, 119.94 ve 121.40 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -124.28, -123.60 ve -101.80 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri TD-MDI-TD'nin 1000 kez ısıtma ve soğutma işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında herhangi bir değişimin olmadığını göstermektedir. FDM içerisindeki enerji depolama özelliği gösteren zincirin

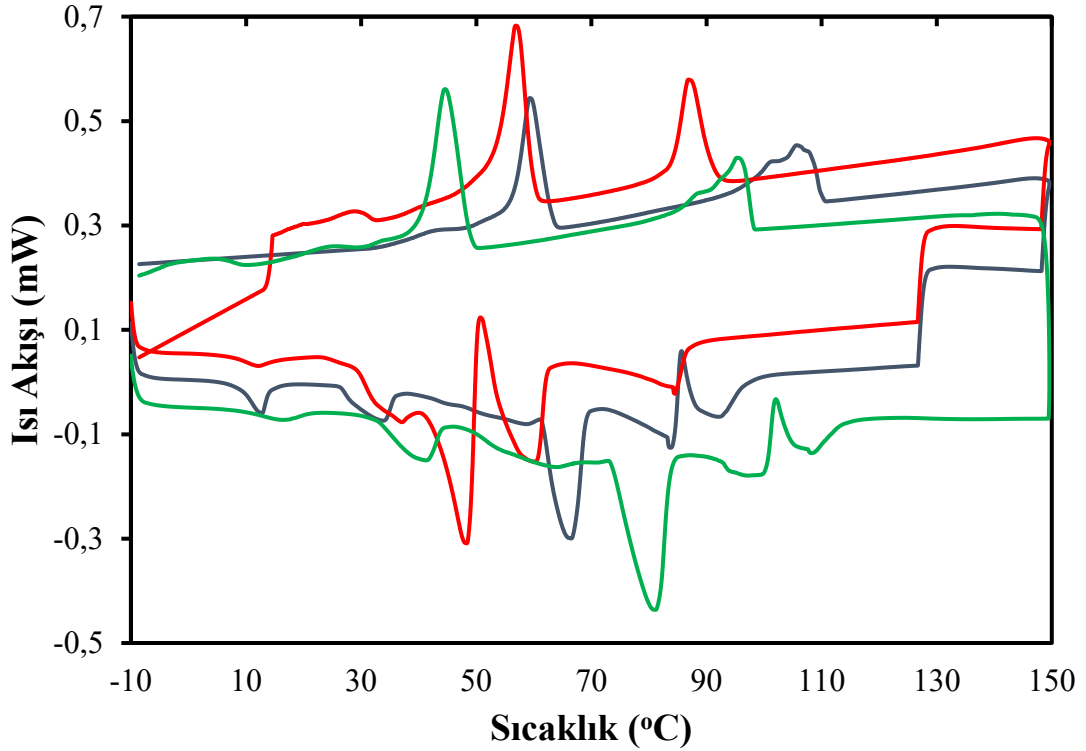
kütlece oranı dikkate alındığında elde edilen gizli ısı miktarının ısı enerji depolama uygulamaları için uygun olduğu görülmektedir.



Şekil 4. 38. TD-MDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.39 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MCI-TD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MCI-TD sırasıyla 125.00, 76.58 ve 99.69 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 24.46, 55.57 ve 19.62 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MCI-TD FDM'leri için sırasıyla 69.37, 74.72 ve 95.27 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -15.46, -16.26 ve -19.21 J/g olarak hesaplanmıştır. IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MCI-TD FDM'leri için bir diğer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesidir. Isıtma periyodu esnasında IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MCI-TD sırasıyla 65.44, 58.10 ve 81.02 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve 28.89, 68.10 ve 27.98 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özellikleri gösterdiği anlaşılmıştır. Soğutma

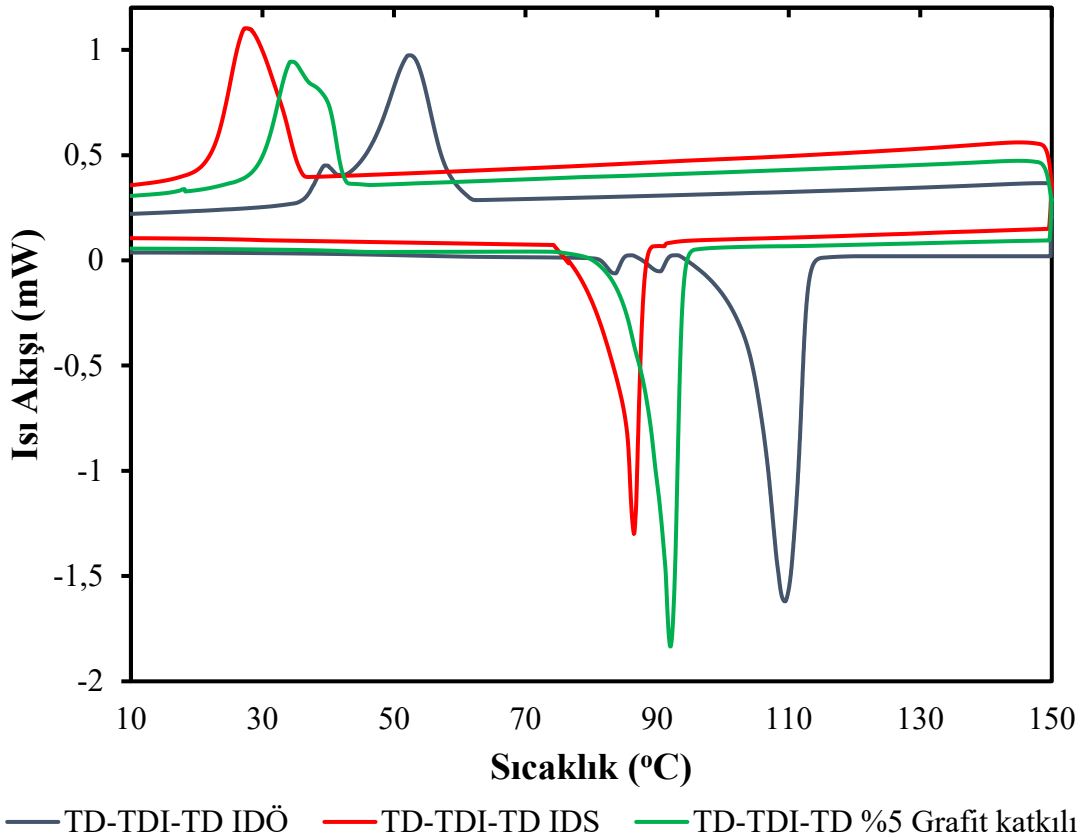
periyodu esnasında ise IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-MCI-TD sırasıyla 31.02, 39.78 ve 44.60 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve -33.72, -33.52 ve -20.55 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özelliği gösterdiği belirlenmiştir.



— TD-MCI-TD IDÖ — TD-MCI-TD IDS — TD-MCI-TD %5 Grafit katkılı

Şekil 4. 39. TD-MCI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

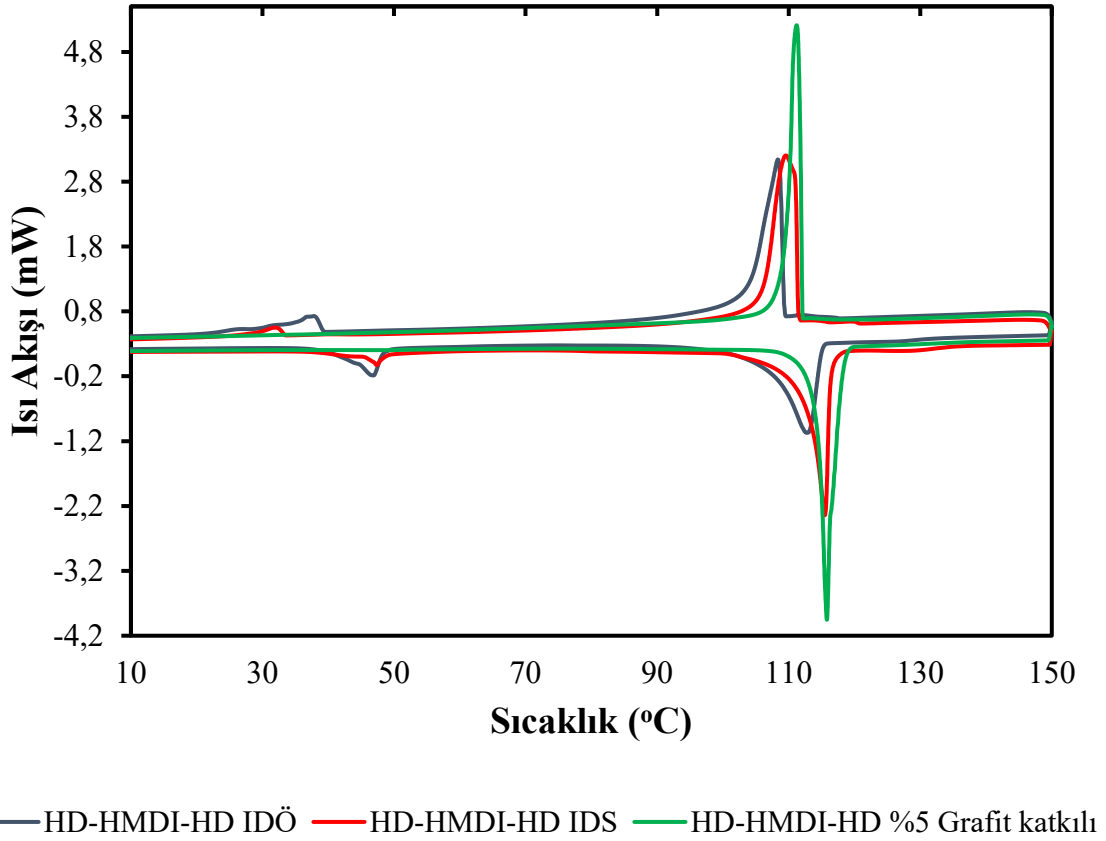
Şekil 4.40 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-TDI-TD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-TDI-TD sırasıyla 91.12, 91.84 ve 91.60 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 115.16, 114.10 ve 106.00 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı TD-TDI-TD FDM'leri için sırasıyla 33.29, 32.87 ve 34.37 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -75.18, -76.64 ve -66.79 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri TD-TDI-TD'nin 1000 kez ısı döngü işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında önemli bir değişimin olmadığını göstermektedir.



Şekil 4. 40. TD-TDI-TD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.41 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-HMDI-HD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-HMDI-HD sırasıyla 109.40, 115.59 ve 116.73 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 129.50, 140.00 ve 112.30 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-HMDI-HD FDM'leri için sırasıyla 104.32, 109.30 ve 108.21 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -101.80, -131.70 ve -106.60 J/g olarak hesaplanmıştır. IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-HMDI-HD FDM'leri için bir diğer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesidir. Isıtma periyodu esnasında IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-HMDI-HD sırasıyla 41.81, 45.75 ve 46.81 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve 29.47, 23.44 ve 25.62 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özellikleri gösterdiği anlaşılmıştır. Soğutma periyodu esnasında ise IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-HMDI-HD sırasıyla 33.52, 36.48 ve 37.71 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve -20.96, -22,67 ve -23.14 J/g gizli ısılarına

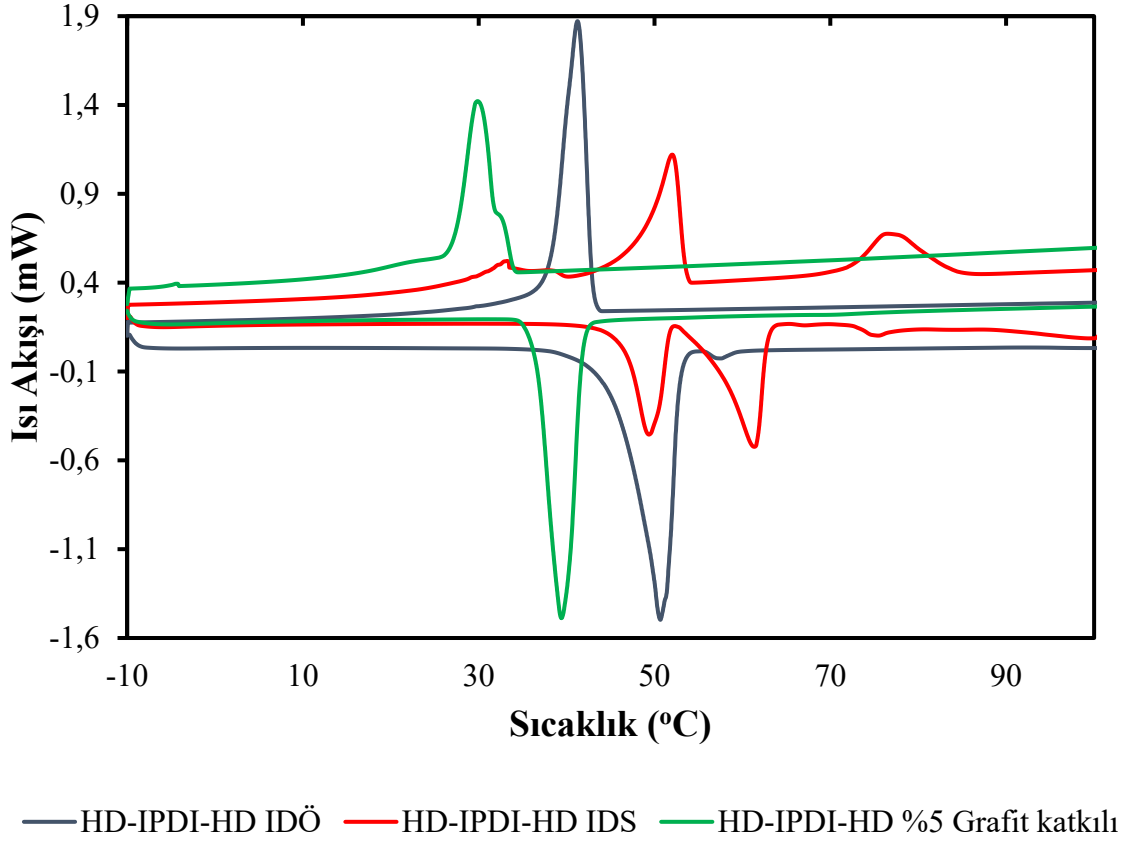
sahip katı-katı faz deęişim özellięi gösterdięi belirlenmiştir. DSC verileri HD-HMDI-HD'nin 1000 kez ısıtılma döngü işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında önemli bir deęişimin olmadığını göstermektedir.



Şekil 4. 41. HD-HMDI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

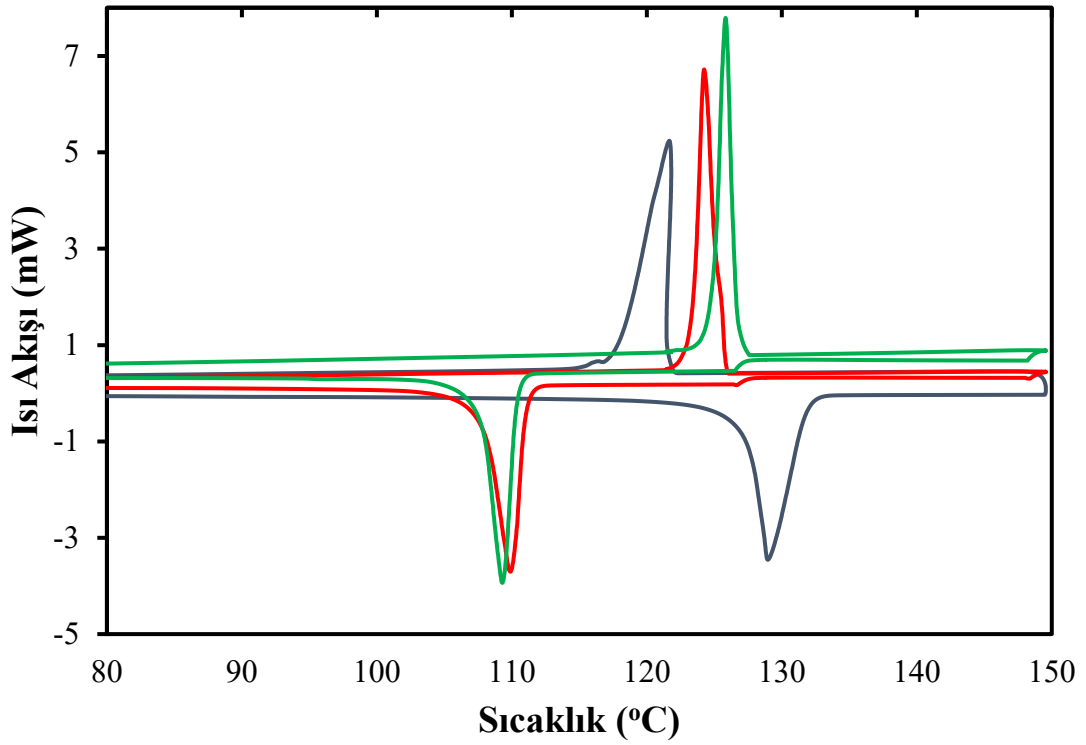
Şekil 4.42 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-IPDI-HD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-IPDI-HD sırasıyla 98.17, 61.13 ve 39.41 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 25.16, 63.32 ve 68.82 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-IPDI-HD FDM'leri için sırasıyla 76.63, 53.68 ve 29.87 °C katılaşma esaslı faz deęişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları deęerleri -23.26, -61.76 ve -54.44 J/g olarak hesaplanmıştır. IDS HD-IPDI-HD için bir dięer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesi. Isıtma periyodu esnasında IDS HD-IPDI-HD 61.13 °C faz geçiş sıcaklığına ve 63.33 J/g gizli ısıya sahip katı-katı faz deęişim özellięi gösterdięi anlaşılmıştır. Soğutma periyodu esnasında ise IDS HD-IPDI-

HD 52.29 °C faz geiş sıcaklığına ve -61.76 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz deėişim özelliėi gösterdiėi belirlenmiştir. DSC verileri HD-IPDI-HD'nin 1000 kez ısıl dėü iřleminden sonra faz geiş sıcaklıklarında ve faz geiş gizli ısısında nemli bir deėişimin olmadıėını gstermektedir.



řekil 4. 42. HD-IPDI-HD'nin ID, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eėrileri

řekil 4.43 ve izelge 4.3-5'te sırasıyla ID, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MDI-HD FDM'lerinin DSC eėrileri ve verileri yer almaktadır. řekil ve izelgeler incelendiėinde ID, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MDI-HD sırasıyla 128.97, 129.20 ve 128.84 °C erime esaslı faz geiş sıcaklıklarına sahip iken faz geiş ısılarının ise sırasıyla 132.90, 131.40 ve 118.80 J/g olduėu grlmektedir. Ayrıca ID, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MDI-HD FDM'leri iin sırasıyla 121.67, 119.55 ve 120.86 °C katılաma esaslı faz deėişim sıcaklıklarına karřılık gizli ısı değeri -136.90, -138.60 ve -112.50 J/g olarak hesaplanmıřtır. DSC verileri HD-MDI-HD'nin 1000 kez ısıl dėü iřleminden sonra faz geiş sıcaklıklarında ve faz geiş gizli ısısında nemli bir deėişimin olmadıėını gstermektedir.

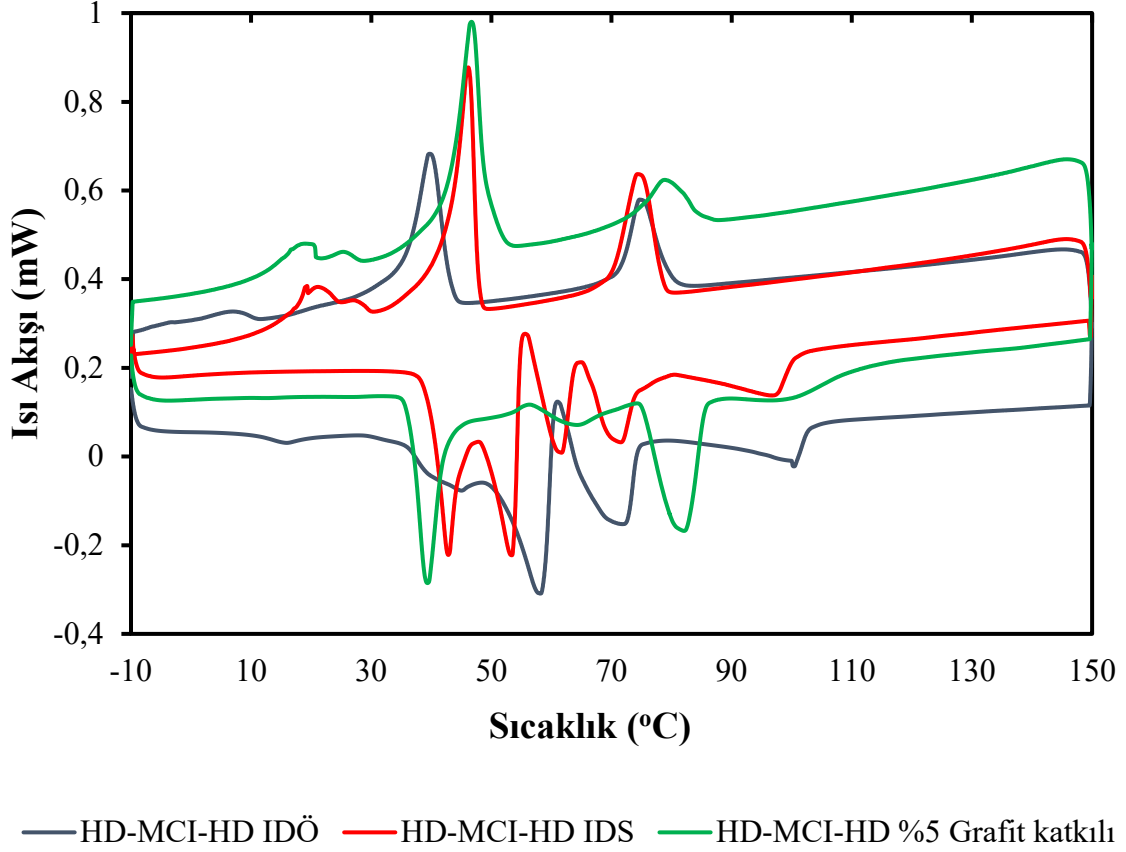


— HD-MDI-HD IDÖ — HD-MDI-HD IDS — HD-MDI-HD %5 Grafit katkılı

Şekil 4. 43. HD-MDI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

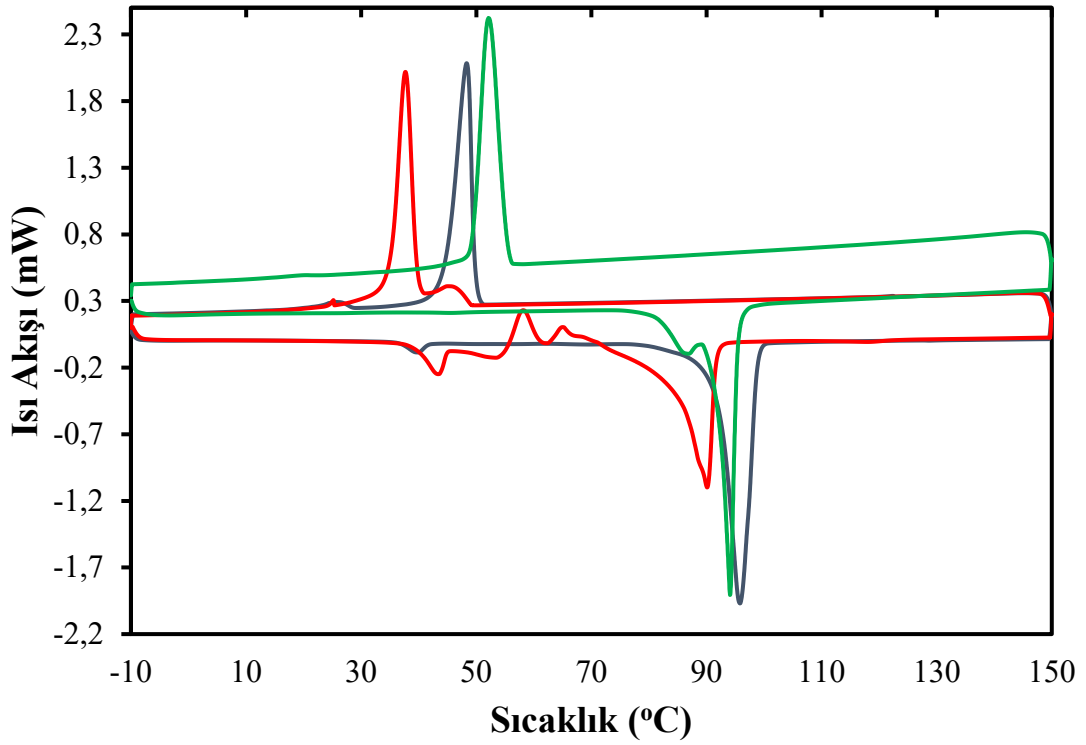
Şekil 4.44 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MCI-HD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MCI-HD sırasıyla 84.62, 97.32 ve 82.10 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 24.61, 18.63 ve 23.09 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MCI-HD FDM'leri için sırasıyla 79.15, 74.23 ve 78.75 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -13.26, -15.94 ve -11.92 J/g olarak hesaplanmıştır. IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MCI-HD FDM'leri için bir diğer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesidir. Isıtma periyodu esnasında IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MCI-HD sırasıyla 50.28, 53.45 ve 49.38 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve 46.78, 83.27 ve 44.86 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özellikleri gösterdiği anlaşılmıştır. Soğutma periyodu esnasında ise IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-MCI-HD sırasıyla 47.26,

46.03 ve 46.68 °C faz geiş sıcaklıklarına ve -44.25, -56.45 ve -48.49 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz deęişim özellięi gösterdięi belirlenmiştir.



Şekil 4. 44. HD-MCI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.45 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-TDI-HD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-TDI-HD sırasıyla 95.83, 89.75 ve 94.31 °C erime esaslı faz geiş sıcaklıklarına sahip iken faz geiş ısılarının ise sırasıyla 113.70, 86.94 ve 107.71 J/g olduęu görölmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı HD-TDI-HD FDM'leri için sırasıyla 48.33, 38.55 ve 52.43 °C katılaşma esaslı faz deęişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısı değeri -75.90, -63.48 ve -86.74 J/g olarak hesaplanmıştır.

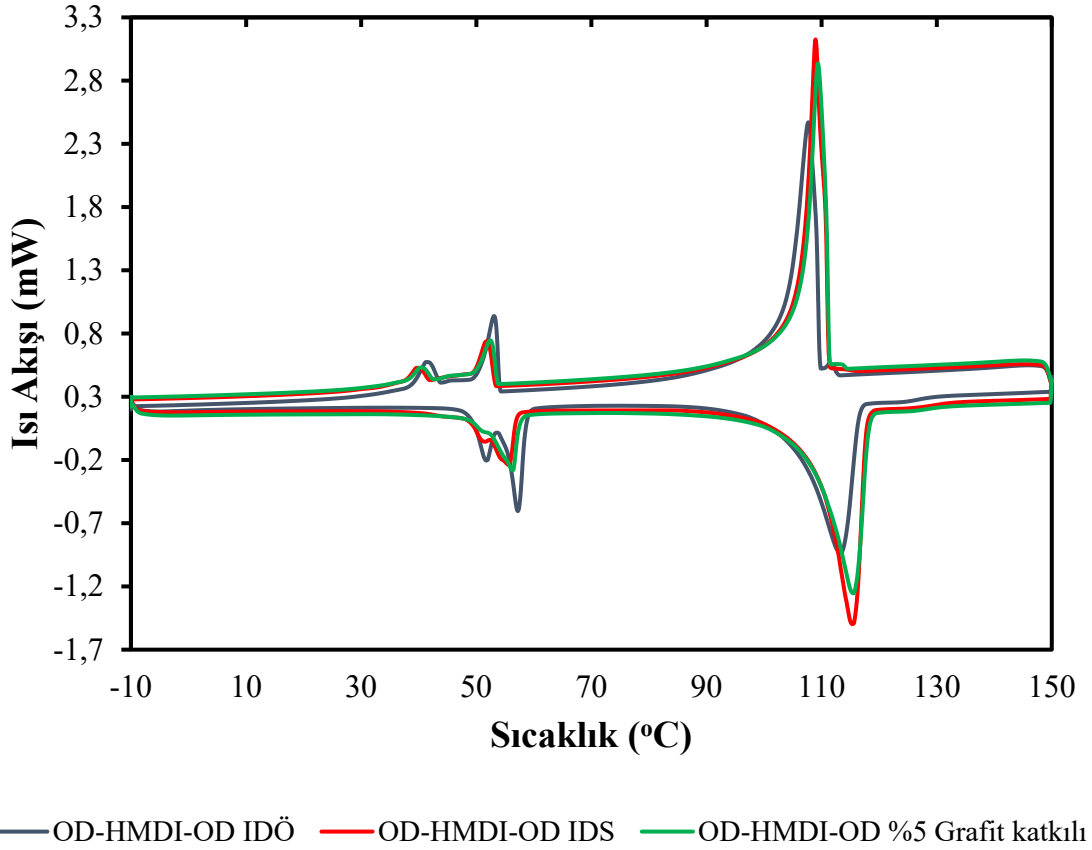


— HD-TDI-HD IDÖ — HD-TDI-HD IDS — HD-TDI-HD %5 Grafit katkılı

Şekil 4. 45. HD-TDI-HD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

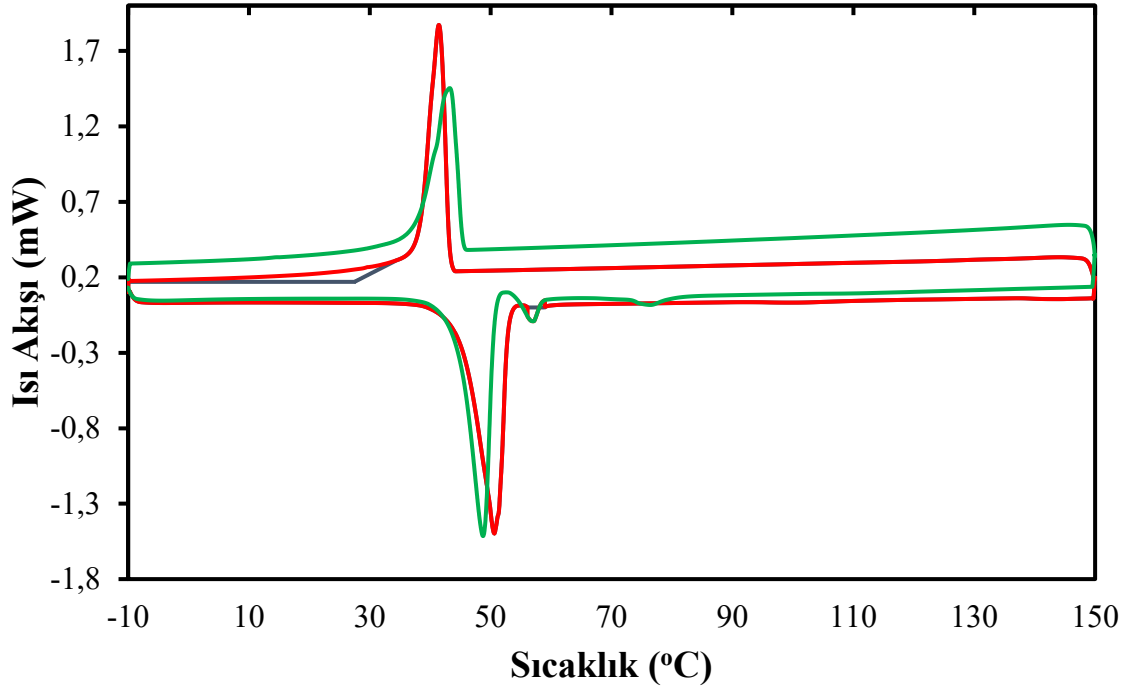
Şekil 4.46 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-HMDI-OD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-HMDI-OD sırasıyla 113.34, 115.50 ve 115.38 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 120.40, 135.5 ve 128.10 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-HMDI-OD FDM'leri için sırasıyla 107.68, 109.19 ve 109.65 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısı değerleri -118.20, -130.60 ve -124.80 J/g olarak hesaplanmıştır. IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-HMDI-OD FDM'leri için bir diğer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesidir. Isıtma periyodu esnasında IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-HMDI-OD sırasıyla 57.22, 55.21 ve 56.36 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve 42.86, 26.28 ve 26.20 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özellikleri gösterdiği anlaşılmıştır. Soğutma periyodu esnasında ise IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-HMDI-OD sırasıyla 53.11,

51.89 ve 52.38 °C faz geiş sıcaklıklarına ve -33.13, -25.18 ve -23.55 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz deęişim özellięi gösterdięi belirlenmiřtir.



řekil 4. 46. OD-HMDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eęrileri

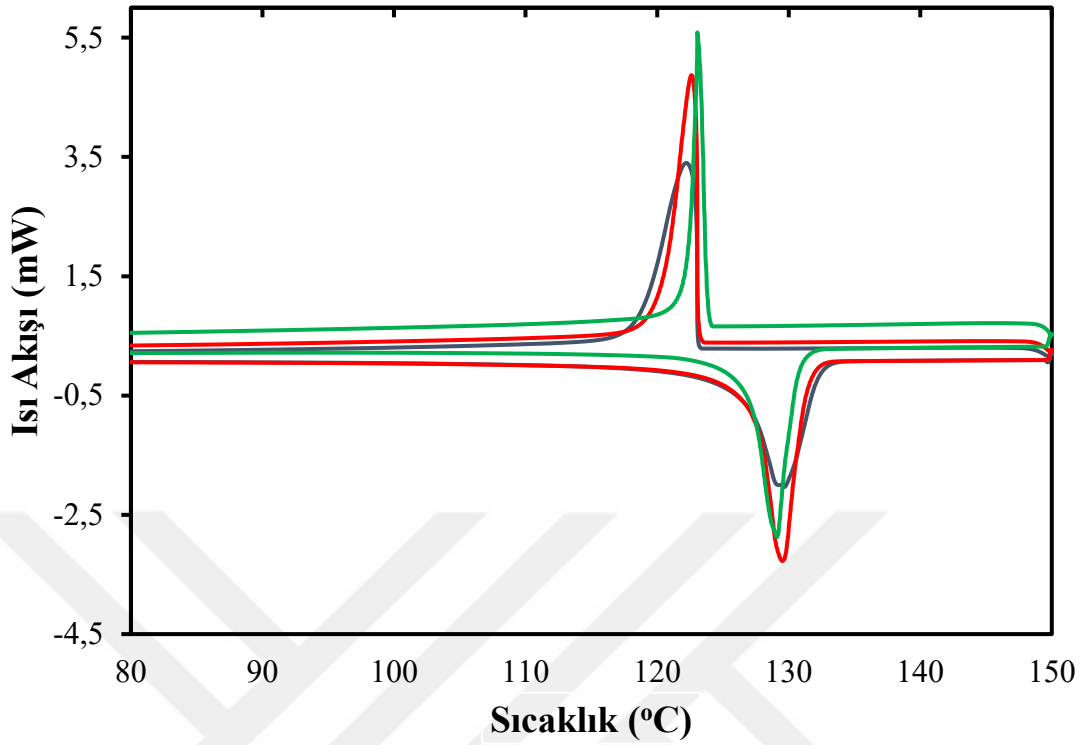
řekil 4.47 ve izelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-IPDI-OD FDM'lerinin DSC eęrileri ve verileri yer almaktadır. řekil ve izelgeler incelendięinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-IPDI-OD sırasıyla 48.80, 49.99 ve 48.74 °C erime esaslı faz geiş sıcaklıklarına sahip iken faz geiş ısılarının ise sırasıyla 84.20, 85.45 ve 82.12 J/g olduęu görölmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-IPDI-OD FDM'leri için sırasıyla 43.15, 41.99 ve 43.19 °C katılaşma esaslı faz deęişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısı değeri -65.20, -62.71 ve -67.26 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri OD-IPDI-OD'nin 1000 kez ısı döngü işleminden sonra faz geiş sıcaklıklarında ve faz geiş gizli ısısında önemli bir deęişimin olmadığını göstermektedir.



— OD-IPDI-OD IDÖ — OD-IPDI-OD IDS — OD-IPDI-OD %5 Grafit katkılı

Şekil 4. 47. OD-IPDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

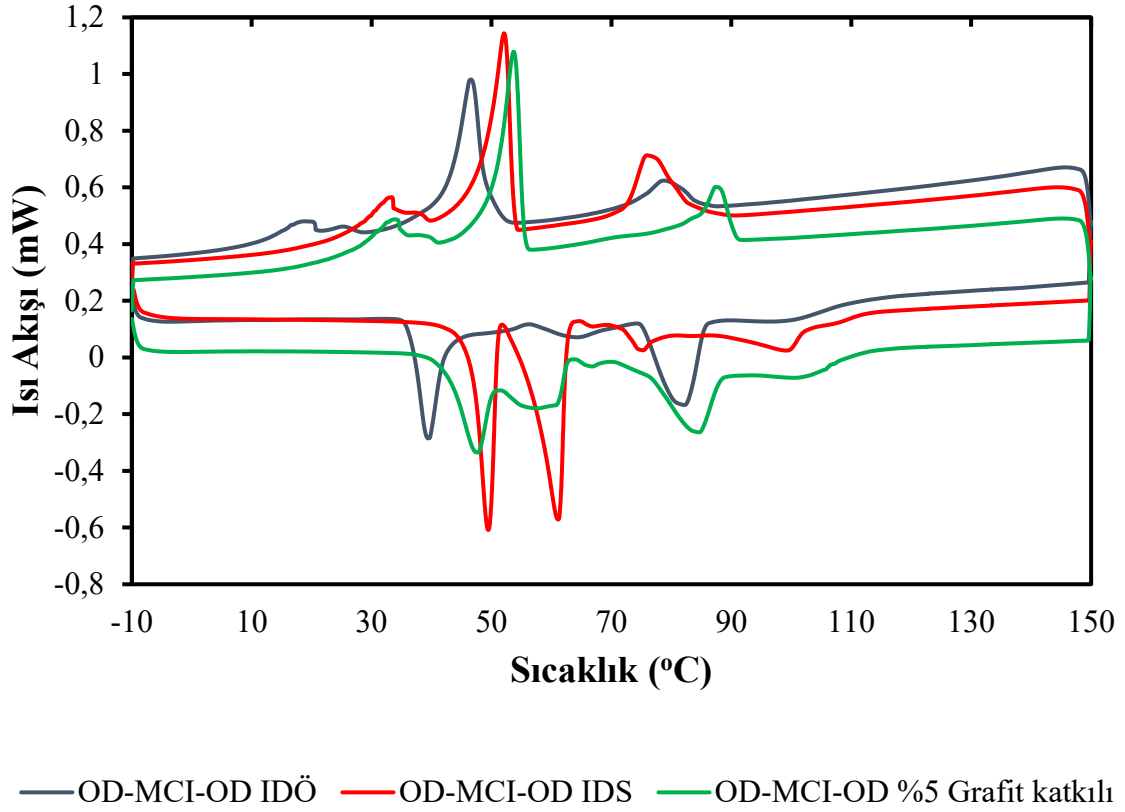
Şekil 4.48 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MDI-OD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MDI-OD sırasıyla 129.67, 129.31 ve 129.36 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 123.10, 124.26 ve 116.00 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MDI-OD FDM'leri için sırasıyla 122.21, 122.94 ve 123.65 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -119.50, -122.60 ve -112.24 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri OD-MDI-OD'nin 1000 kez ısıl döngü işleminden sonra faz geçiş sıcaklıklarında ve faz geçiş gizli ısılarında önemli bir değişimin olmadığını göstermektedir.



Şekil 4. 48. OD-MDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

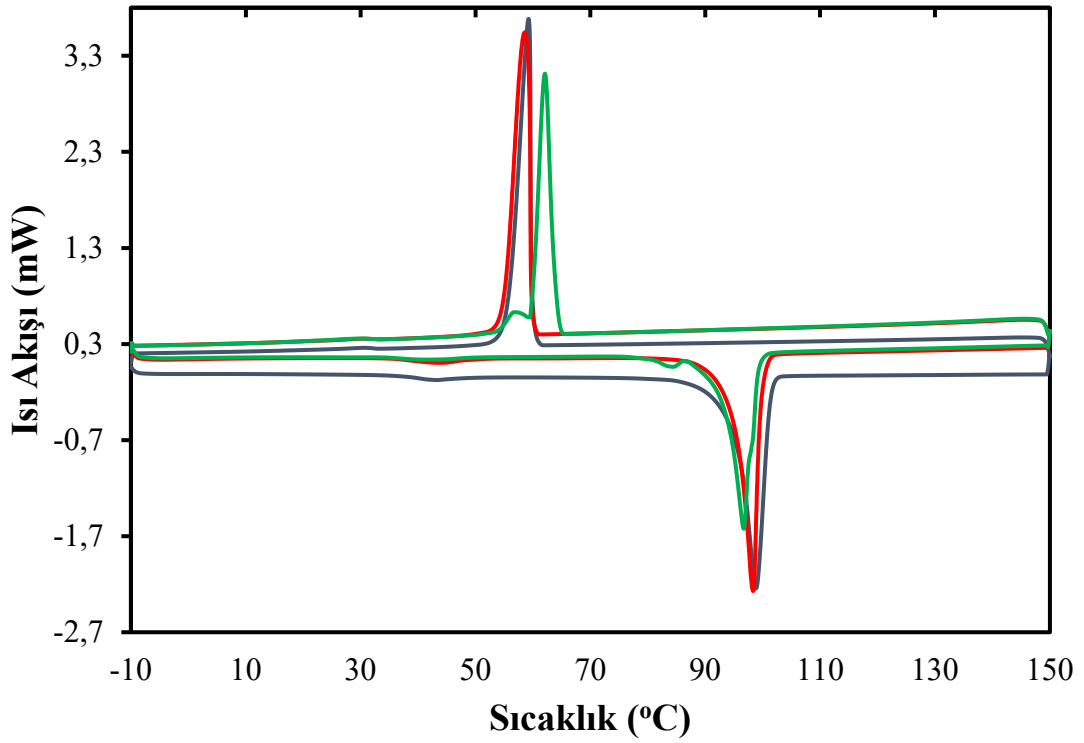
Şekil 4.49 ve Çizelge 4.3-6'da sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MCI-OD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MCI-OD sırasıyla 89.85, 99.17 ve 89.57 °C erime esaslı faz geçiş sıcaklıklarına sahip iken faz geçiş ısılarının ise sırasıyla 42.59, 40.26 ve 42.88 J/g olduğu görülmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MCI-OD FDM'leri için sırasıyla 87.54, 78.86 ve 87.54 °C katılaşma esaslı faz değişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısıları değerleri -18.63, -48.14 ve -24.85 J/g olarak hesaplanmıştır. IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MCI-OD FDM'leri için bir diğer durum ise hem ısıtma hem de soğutma periyodu sırasında katı-katı faz geçişinin görülmesidir. Isıtma periyodu esnasında IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MCI-OD sırasıyla 59.26, 61.00 ve 55.60 °C faz geçiş sıcaklıklarına ve 43.84, 35.89 ve 42.20 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz değişim özellikleri gösterdiği anlaşılmıştır. Soğutma periyodu esnasında ise IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-MCI-OD sırasıyla 53.92,

52.31 ve 52.73 °C faz geiş sıcaklıklarına ve -56.09, -35.16 ve -54.18 J/g gizli ısılarına sahip katı-katı faz deęişim özellięi gösterdięi belirlenmiştir.



Şekil 4. 49. OD-MCI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Şekil 4.50 ve Çizelge 4.3-5'te sırasıyla IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-TDI-OD FDM'lerinin DSC eğrileri ve verileri yer almaktadır. Şekil ve çizelgeler incelendiğinde IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-TDI-OD sırasıyla 98.83, 98.76 ve 96.82 °C erime esaslı faz geiş sıcaklıklarına sahip iken faz geiş ısılarının ise sırasıyla 120.40, 117.70, 101.70 J/g olduęu görölmektedir. Ayrıca IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı OD-TDI-OD FDM'leri için sırasıyla 59.24, 57.83 ve 62.64 °C katılaşma esaslı faz deęişim sıcaklıklarına karşılık gizli ısı değeri -107.00, 100.30 ve 97.11 J/g olarak hesaplanmıştır. DSC verileri OD-TDI-OD'nin 1000 kez ısı döngü işleminden sonra faz geiş sıcaklıklarında ve faz geiş gizli ısılarında önemli bir deęişimin olmadığını göstermektedir.

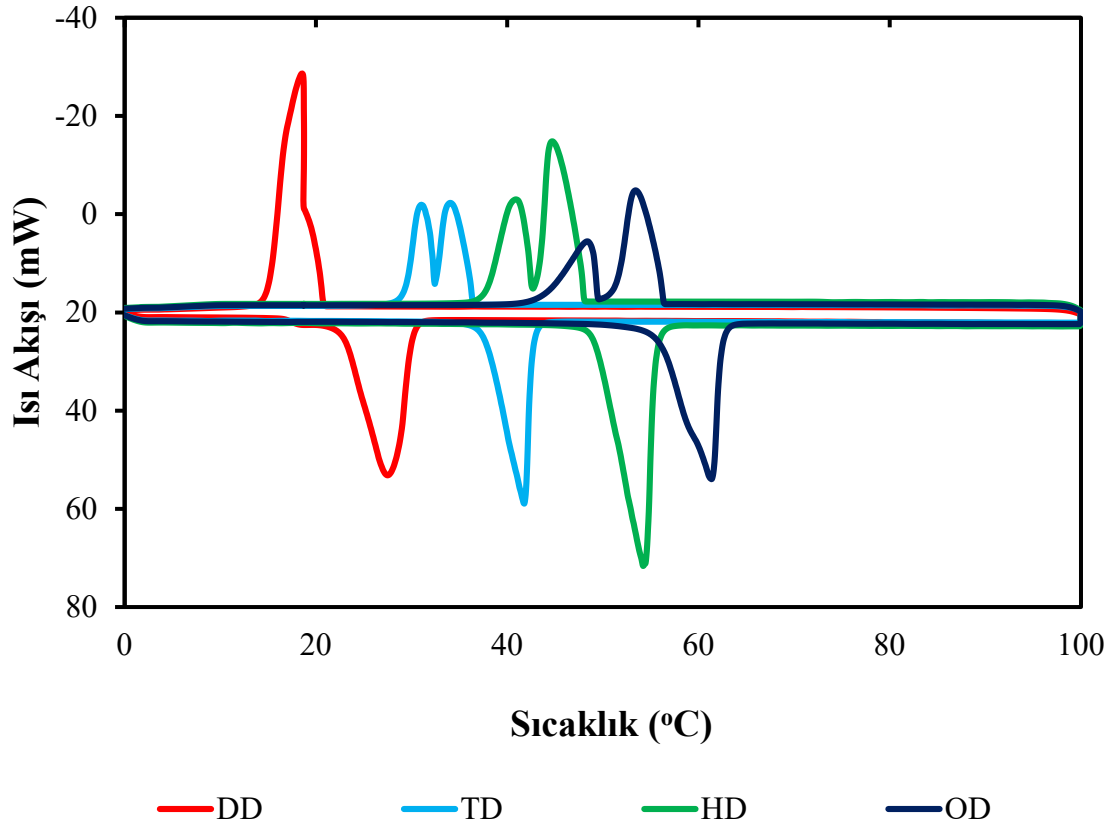


— OD-TDI-OD IDÖ — OD-TDI-OD IDS — OD-TDI-OD %5 Grafit katkılı

Şekil 4. 50. OD-TDI-OD'nin IDÖ, IDS ve %5 grafit katkılı DSC eğrileri

Elde edilen FDM'lerin faz değişim özelliklerinin incelenmesi için referans olması bakımından FDM'lere faz değişim özelliği katan saf dodekanol, tetradekanol, hekzadekanol ve oktadekanolün DSC eğrileri Şekil 4.51'de bu eğrilere ait ısıl veriler ise Çizelge 4.2'de yer almaktadır. Bu veriler dikkate alınarak elde edilen FDM'lerin ısıl enerji depolama özellikleri ve verimliliği hakkında bir fikre varılabilir.

Ayrıca Çizelge 4. 7'de FDM'lerin IDÖ ve IDS DSC eğrilerinden elde edilen verilerdeki değişimler listelenmiştir. Çizelge 4.7 incelendiğinde özellikle HMDI ve MDI ile hazırlanmış FDM'lerin IDÖ ve IDS faz geçiş sıcaklıkları ve entalpilerinde kayda değer bir değişim olmadığı dolayısıyla bu FDM'lerin kararlı olduğu görülmektedir.



Şekil 4. 51. DD, TD, HD ve OD'nin DSC eğrileri

Çizelge 4. 2. Yağ alkollerine ait DSC verileri

	T_{erime} (°C)	ΔH_{erime} (J/g)	$T_{\text{katılaşma}}$ (°C)	$\Delta H_{\text{katılaşma}}$ (J/g)
Dodekanol	22,77	199,23	19,12	-208,56
Tetradekanol	37,71	240,94	36,46	-224,11
Hekzadekanol	49,35	257,80	48,11	-246,86
Oktadekanol	55,73	259,39	53,90	-246,21

Çizelge 4. 3. FDM'lerin ısı döngü öncesi DSC verileri

	T_{erime} (°C)	ΔH_{erime} (J/g)	$T_{katılaşma}$ (°C)	$\Delta H_{katılaşma}$ (J/g)
DD-HMDI-DD IDÖ	113,19	125,10	106,94	-128,60
DD-IPDI-DD IDÖ	67,85	62,50	-	-
DD-MDI-DD IDÖ	125,12	106,45	115,26	-103,86
DD-MCI-DD IDÖ	104,13	34,84	86,31	-28,75
DD-TDI-DD IDÖ	85,18	99,33	7,44	-53,85
TD-HMDI-TD IDÖ	116,86	166,10	110,40	-141,60
TD-IPDI-TD IDÖ	60,83	78,30	11,84	-37,49
TD-MDI-TD IDÖ	126,45	126,83	119,15	-124,28
TD-MCI-TD IDÖ	125,00	24,46	69,37	-15,46
TD-TDI-TD IDÖ	91,12	115,16	33,29	-75,18
HD-HMDI-HD IDÖ	109,40	129,50	104,32	-101,80
HD-IPDI-HD IDÖ	98,17	25,16	76,63	-61,76
HD-MDI-HD IDÖ	128,97	132,90	121,67	-136,90
HD-MCI-HD IDÖ	84,62	24,61	79,15	-13,26
HD-TDI-HD IDÖ	95,83	113,70	48,33	-75,90
OD-HMDI-OD IDÖ	113,34	120,40	107,68	-118,20
OD-IPDI-OD IDÖ	48,80	84,20	43,15	-65,20
OD-MDI-OD IDÖ	129,67	123,10	122,21	-119,50
OD-MCI-OD IDÖ	89,85	42,59	87,54	-18,63
OD-TDI-OD IDÖ	98,83	120,40	59,24	-107,00

Çizelge 4. 4. FDM'lerin ısı döngü sonrası DSC verileri

	T _{erime} (°C)	ΔH _{erime} (J/g)	T _{katılaşma} (°C)	ΔH _{katılaşma} (J/g)
DD-HMDI-DD IDS	113,32	148,70	108,34	-147,20
DD-IPDI-DD IDS	64,81	42,74	-	-
DD-MDI-DD IDS	126,45	107,10	117,24	-104,90
DD-MCI-DD IDS	110,92	25,06	96,15	-27,19
DD-TDI-DD IDS	67,52	57,83	15,03	-41,83
TD-HMDI-TD IDS	116,42	170,8	110,35	-168,4
TD-IPDI-TD IDS	66,83	77,24	12,12	-45,49
TD-MDI-TD IDS	127,75	127,80	119,94	-123,60
TD-MCI-TD IDS	76,58	55,57	74,72	-16,26
TD-TDI-TD IDS	91,84	114,10	32,87	-76,64
HD-HMDI-HD IDS	115,59	140,00	109,30	-131,70
HD-IPDI-HD IDS	61,13	63,32	53,68	-61,76
HD-MDI-HD IDS	129,20	131,40	119,55	-138,60
HD-MCI-HD IDS	97,32	18,63	74,23	-15,94
HD-TDI-HD IDS	89,75	86,94	38,55	-63,48
OD-HMDI-OD IDS	115,50	135,5	109,19	-130,60
OD-IPDI-OD IDS	49,99	85,45	41,99	-62,71
OD-MDI-OD IDS	129,31	124,26	122,94	-122,60
OD-MCI-OD IDS	99,17	40,26	78,86	-48,14
OD-TDI-OD IDS	98,76	117,70	57,83	-100,30

Çizelge 4. 5. %5 grafit katkılı FDM'lerin DSC verileri

	T _{erime} (°C)	ΔH _{erime} (J/g)	T _{katılma} (°C)	ΔH _{katılma} (J/g)
DD-HMDI-DD % 5 Grafit katkılı	113,21	106,00	108,39	-99,23
DD-IPDI-DD % 5 Grafit katkılı	67,02	56,85	-	-
DD-MDI-DD % 5 Grafit katkılı	125,55	83,72	119,98	-81,00
DD-MCI-DD % 5 Grafit katkılı	118,86	21,05	102,67	-26,33
DD-TDI-DD % 5 Grafit katkılı	87,26	91,71	15,60	-64,26
TD-HMDI-TD % 5 Grafit katkılı	116,03	153,70	111,22	-152,00
TD-IPDI-TD % 5 Grafit katkılı	68,15	74,51	12,12	-44,43
TD-MDI-TD % 5 Grafit katkılı	127,57	106,60	121,40	-101,80
TD-MCI-TD % 5 Grafit katkılı	99,69	19,62	95,27	-19,21
TD-TDI-TD % 5 Grafit katkılı	91,60	106,00	34,37	-66,79
HD-HMDI-HD % 5 Grafit katkılı	116,73	112,30	108,21	-106,60
HD-IPDI-HD % 5 Grafit katkılı	39,41	68,82	29,87	-54,44
HD-MDI-HD % 5 Grafit katkılı	128,84	118,80	120,86	-112,50
HD-MCI-HD % 5 Grafit katkılı	82,10	23,09	78,75	-11,92
HD-TDI-HD % 5 Grafit katkılı	94,31	107,71	52,43	-86,74
OD-HMDI-OD % 5 Grafit katkılı	115,38	128,10	109,65	-124,80
OD-IPDI-OD % 5 Grafit katkılı	48,74	82,12	43,19	-67,26
OD-MDI-OD % 5 Grafit katkılı	129,36	116,00	123,65	-112,24
OD-MCI-OD % 5 Grafit katkılı	89,57	42,88	87,54	-24,85
OD-TDI-OD % 5 Grafit katkılı	96,82	101,70	62,64	-97,11

Çizelge 4. 6. Katı-katı faz geçiş özelliği gösteren FDM'lerin faz geçiş sıcaklığı ve entalpileri

	Faz değişim sıcaklığı (ısıtma periyodu) (°C)	Faz değişim entalpisi (ısıtma periyodu) (J/g)	Faz değişim sıcaklığı (soğutma periyodu) (°C)	Faz değişim entalpisi (soğutma periyodu) (J/g)
DD-IPDI-DD IDÖ	-3,05	14,00	-24,40	-5,82
DD-IPDI-DD IDS	-2,40	15,88	-24,31	-7,53
DD-IPDI-DD % 5 Grafit katkılı	-3,07	14,26	-24,34	-7,80
DD-MCI-DD IDÖ	63,685	10,76	18,10	-10,34
DD-MCI-DD IDS	64,57	21,62	31,06	-5,65
DD-MCI-DD % 5 Grafit katkılı	64,38	18,98	30,16	-6,48
TD-MCI-TD IDÖ	65,44	28,89	31,02	-33,72
TD-MCI-TD IDS	58,10	68,10	39,78	-33,52
TD-MCI-TD % 5 Grafit katkılı	81,02	27,98	44,60	-20,55
HD-HMDI-HD IDÖ	41,81	29,47	33,52	-20,96
HD-HMDI-HD IDS	45,75	23,44	36,48	-22,67
HD-HMDI-HD % 5 Grafit katkılı	46,81	25,62	37,71	-23,14
HD-IPDI-HD IDS	61,13	63,33	52,29	-61,76
HD-MCI-HD IDÖ	50,28	46,78	47,26	-44,25
HD-MCI-HD IDS	53,45	83,27	46,03	-56,45
HD-MCI-HD % 5 Grafit katkılı	49,38	44,86	46,68	-48,49
OD-HMDI-OD IDÖ	57,22	42,86	53,11	-33,13
OD-HMDI-OD IDS	55,21	26,28	51,89	-25,18
OD-HMDI-OD % 5 Grafit katkılı	56,36	26,20	52,38	-23,55
OD-MCI-OD IDÖ	59,26	43,84	53,92	-56,09
OD-MCI-OD IDS	61,00	35,89	52,31	-35,16
OD-MCI-OD % 5 Grafit katkılı	55,60	42,20	52,73	-54,18

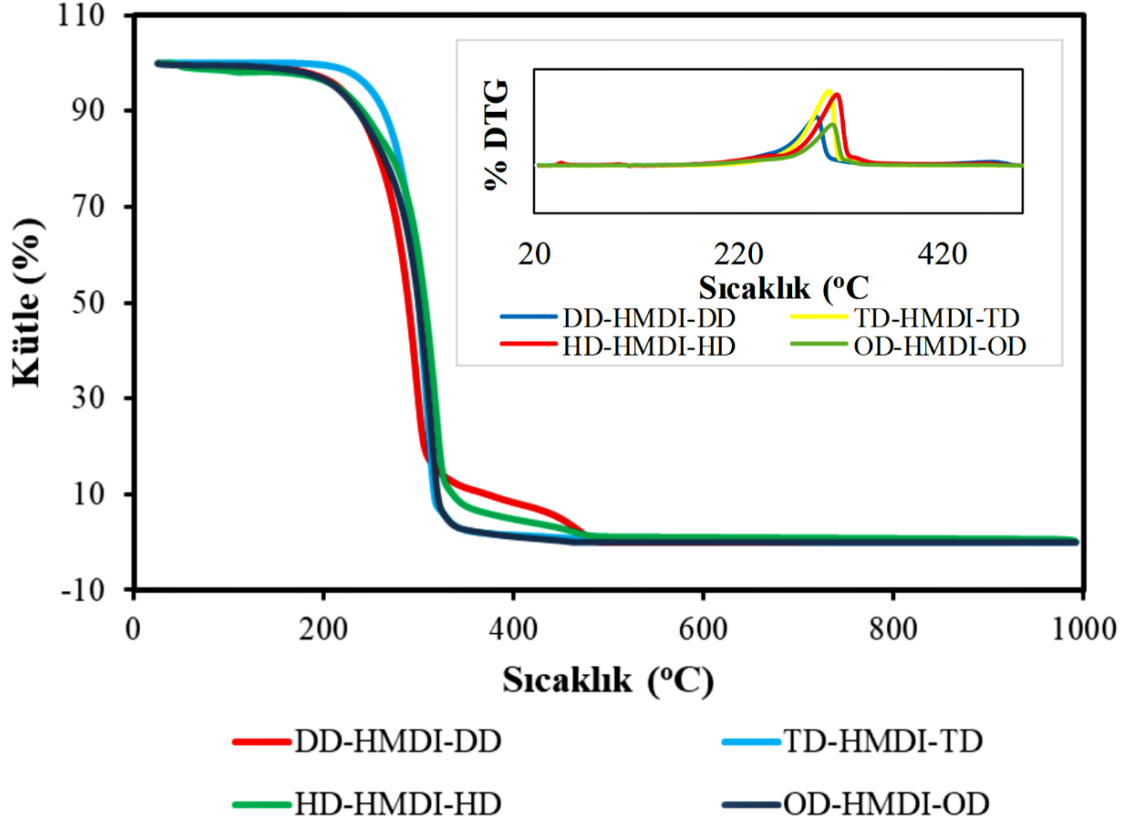
Çizelge 4. 7. FDM’lerin IDÖ ve IDS DSC verilerindeki değişimler

	ΔT_{erime} (°C)	% ΔH_{erime}	$\Delta T_{\text{katılaşma}}$ (°C)	% $\Delta H_{\text{katılaşma}}$
DD-HMDI-DD	-0,13	-18,86	-1,4	-14,46
DD-IPDI-DD	3,04	31,62	0	0
DD-MDI-DD	-1,33	-0,61	-1,98	-1,00
DD-MCI-DD	-6,79	28,07	-9,84	5,43
DD-TDI-DD	17,66	41,78	-7,59	22,32
TD-HMDI-TD	0,44	-2,83	0,05	-18,92
TD-IPDI-TD	-6	1,35	-0,28	-21,34
TD-MDI-TD	-1,3	-0,76	-0,79	0,55
TD-MCI-TD	48,42	-127,19	-5,35	-5,17
TD-TDI-TD	-0,72	0,92	0,42	-1,94
HD-HMDI-HD	-6,19	-8,11	-4,98	-29,37
HD-IPDI-HD	37,04	-151,66	22,95	0
HD-MDI-HD	-0,23	1,13	2,12	-1,24
HD-MCI-HD	-12,7	24,30	4,92	-20,21
HD-TDI-HD	6,08	23,54	9,78	16,36
OD-HMDI-OD	-2,16	-12,54	-1,51	-10,49
OD-IPDI-OD	-1,19	-1,48	1,16	3,82
OD-MDI-OD	0,36	-0,94	-0,73	-2,59
OD-MCI-OD	-9,32	5,47	8,68	-158,40
OD-TDI-OD	0,07	2,24	1,41	6,26

4.1.5. Termogravimetrik Analiz Bulguları

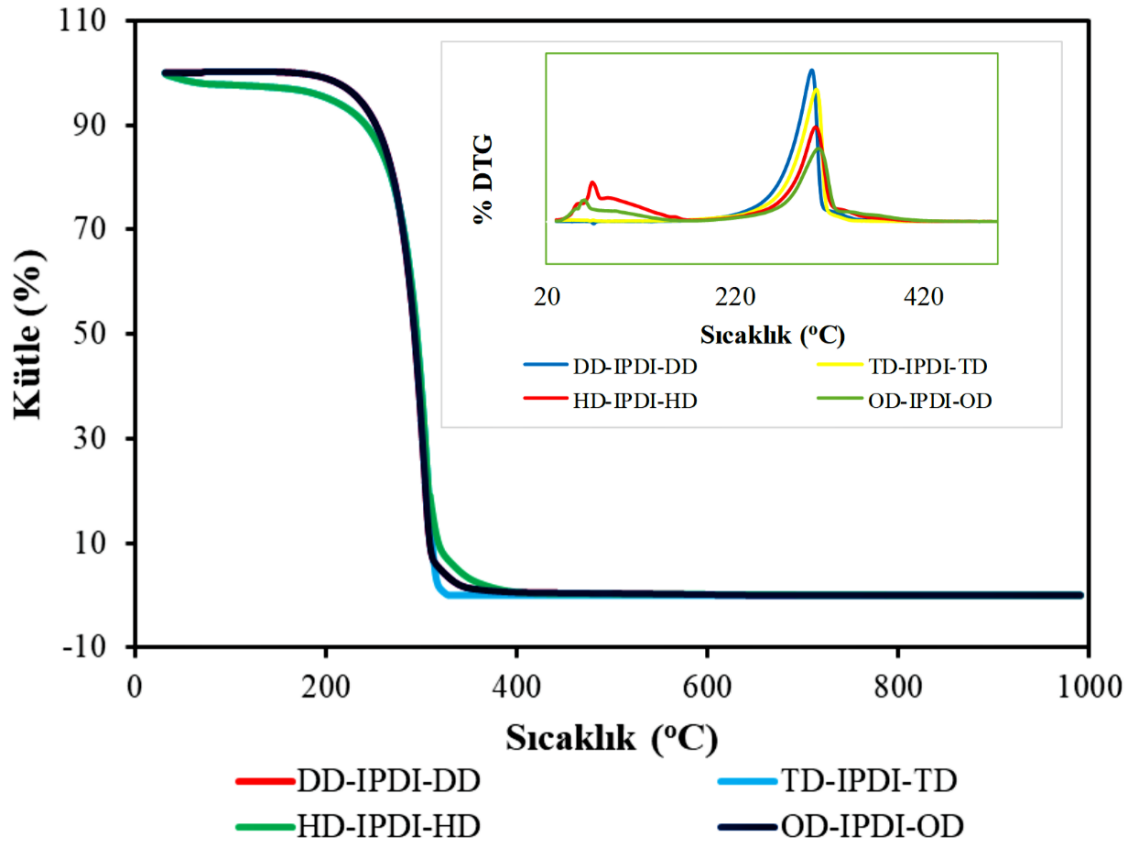
Elde edilen FDM’lerin TG ve DTG eğrileri sırasıyla şekil 4.52-56’da verilmiştir. TG ve DTG eğrilerden elde edilen bozunma sıcaklık aralıkları ve % kütle kayıpları ise Çizelge 4.8’de verilmiştir.

Şekil 4.52'deki TG eğrileri ve Çizelge 4.8 incelendiğinde yağ alkoller ve HMDI ile hazırlanmış FDM'lerin 200 °C üzerinde bozunmaya başladığı görülmektedir. Yağ alkolü ve HMDI esaslı FDM'lerde alkil zincir ile diizosiyanatlı yapının birlikte tek basamak halinde bozunduğu anlaşılmaktadır.



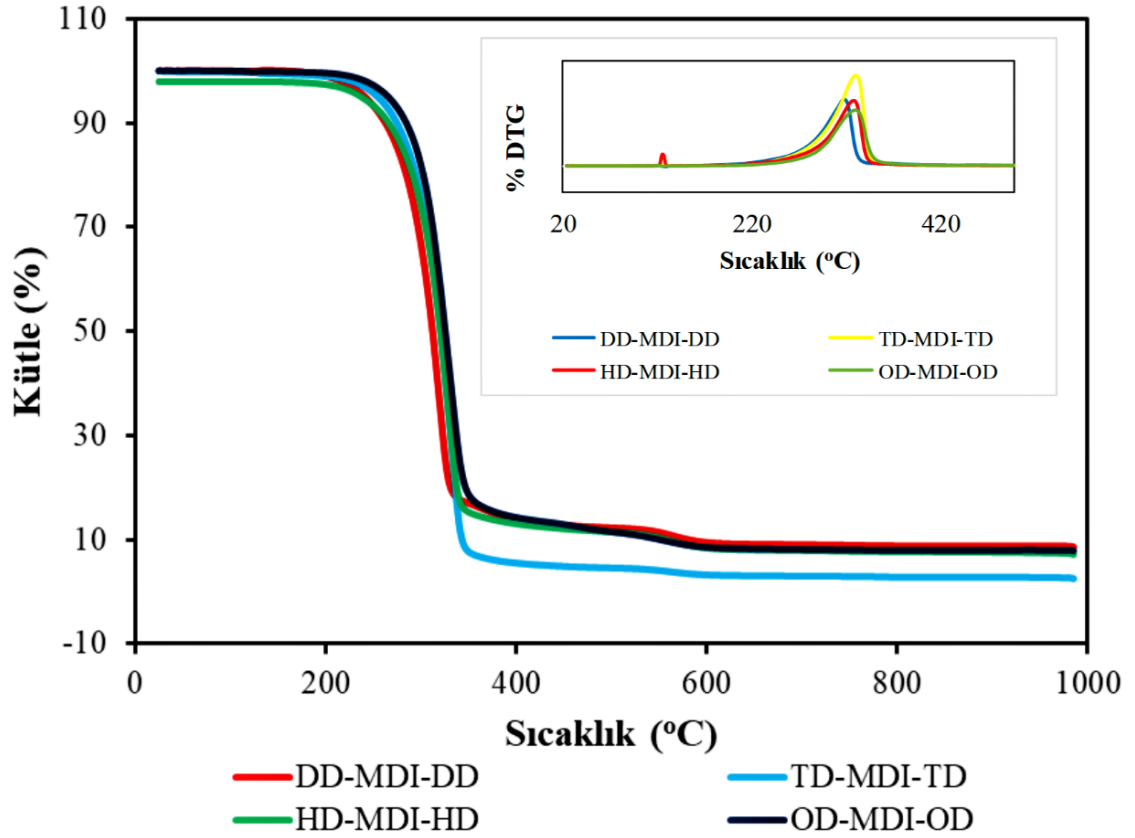
Şekil 4. 52. DD-HMDI-DD, TD-HMDI-TD, HD-HMDI-HD ve OD-HMDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri

Şekil 4.53'teki TG eğrileri ve Çizelge 4.8 incelendiğinde yağ alkoller ve IPDI ile hazırlanmış FDM'lerin 200 °C üzerinde bozunmaya başladığı görülmektedir. Yağ alkolü ve IPDI esaslı FDM'lerde alkil zincir ile diizosiyanatlı yapının birlikte tek basamak halinde bozunduğu anlaşılmaktadır.



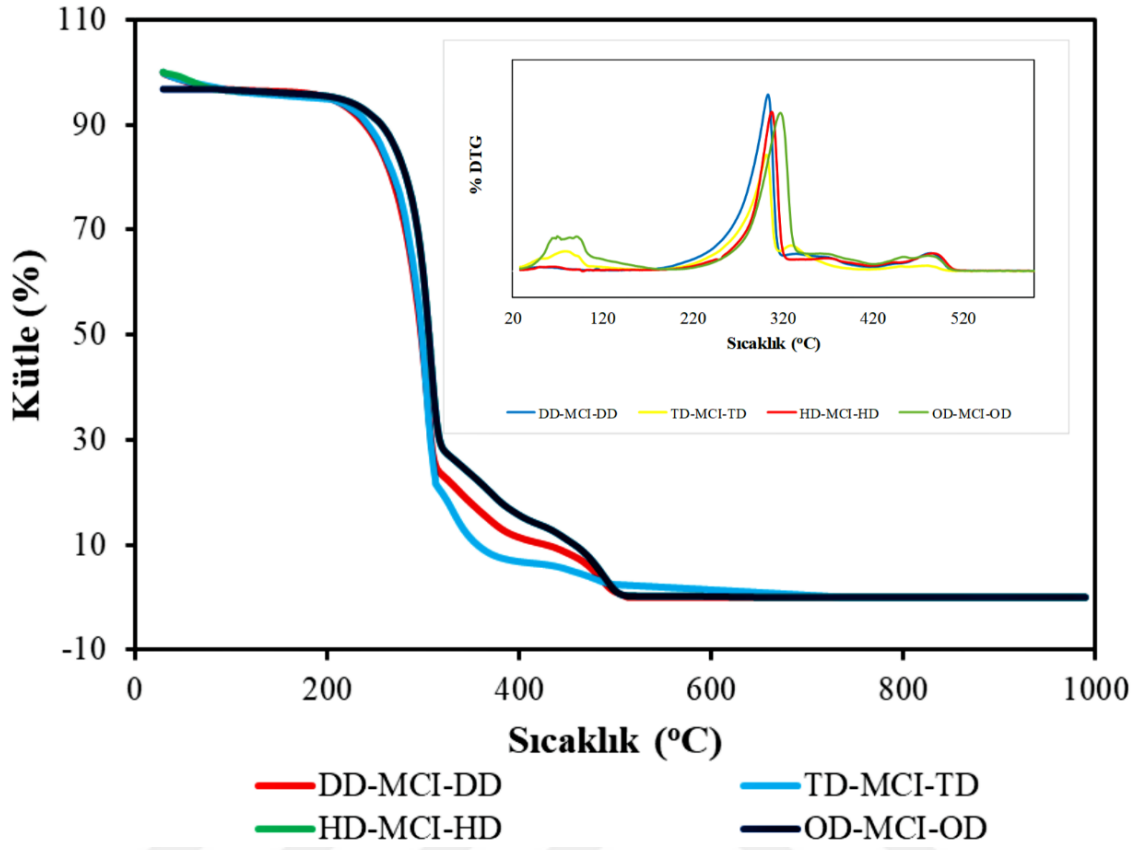
Şekil 4. 53. DD-IPDI-DD, TD-IPDI-TD, HD-IPDI-HD ve OD-IPDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri

Şekil 4.54'teki TG eğrileri ve Çizelge 4.8 incelendiğinde yağ alkoller ve MDI ile hazırlanmış FDM'lerin 200 °C üzerinde bozunmaya başladığı görülmektedir. Yağ alkolü ve MDI esaslı FDM'lerde alkil zincir ile diizosiyanatlı yapının birlikte tek basamak halinde bozunduğu anlaşılmaktadır.



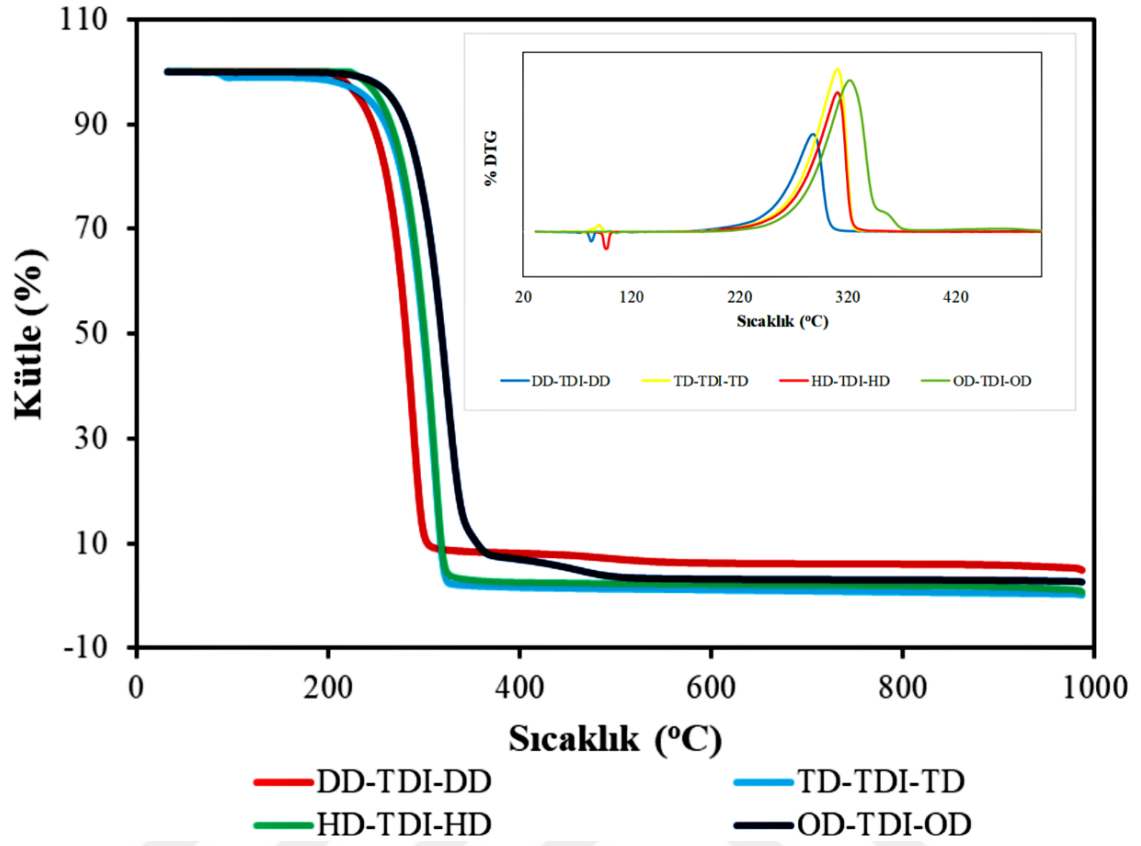
Şekil 4. 54. DD-MDI-DD, TD-MDI-TD, HD-MDI-HD ve OD-MDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri

Şekil 4.55'teki TG eğrileri DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD FDM'lerine aittir. Şekil 4.54'teki TG eğrileri ve Çizelge 4.8 incelendiğinde DD-MCI-DD dışındaki diğer FDM'lerin 200 °C üzerinde bozunmaya başladığı görülmektedir. Yağ alkolü ve MCI ile elde edilen numunelerde bozunma iki basamaklı olup kütle kayıplarından birinci basamakta alkil zincirin, ikinci basamakta ise yapıda kalan MCI'nin bozunduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4. 55. DD-MCI-DD, TD-MCI-TD, HD-MCI-HD ve OD-MCI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri

Şekil 4.56'daki TG eğrileri ve Çizelge 4.8 incelendiğinde yağ alkoller ve TDI ile hazırlanmış FDM'lerin 200 °C üzerinde bozunmaya başladığı görülmektedir. Yağ alkolü ve TDI esaslı FDM'lerde alkil zincir ile diizosiyanatlı yapının birlikte tek basamak halinde bozunduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4. 56. DD-TDI-DD, TD-TDI-TD, HD-TDI-HD ve OD-TDI-OD FDM'lerinin TG ve DTG eğrileri

TG ve DTG eğrileri incelendiğinde MCI kullanılarak elde edilen FDM'lerin iki basamakta, diğer FDM'lerin ise tek basamakta bozunduğu görülmektedir. Bilindiği üzere poliüretanlar genellikle 200 °C üzerinde bozunmaya başlarlar. Elde edilen FDM'ler poliüretan olmamalarına karşın yapılarında bulunan üretan bağından dolayı bozunma basamakları bakımından poliüretanlarla benzerlik göstermektedir.

Çizelge 4.8 incelendiğinde FDM'lerin bozunma sıcaklıklarında küçük farklılıklar olsa da bozunma karakteristiklerinin birbirine benzediğini söylemek mümkündür.

Çizelge 4. 8. Yağ alkoller ve FDM’lerin bozunma sıcaklıkları ve % kütle kayıpları

FDM	Bozunma sıcaklık aralığı, °C	Kütle kaybı, %
Dodekanol*	140-245	100
Tetradekanol**	120-170	100
Hekzadekanol**	140-200	100
Oktadekanol**	160-215	100
DD-HMDI-DD	265-285	90
DD-IPDI-DD	275-320	96
DD-MDI-DD	255-320	87
DD-MCI-DD	1. Basamak 176-294 2. Basamak 300-370	45 40
DD-TDI-DD	245-300	90
TD-HMDI-TD	250-350	98
TD-IPDI-TD	220-330	100
TD-MDI-TD	230-360	95
TD-MCI-TD	1. Basamak 225-337 2. Basamak 340-510	75 25
TD-TDI-TD	220-350	98
HD-HMDI-HD	210-370	94
HD-IPDI-HD	200-400	100
HD-MDI-HD	210-360	85
HD-MCI-HD	1. Basamak 230-330 2. Basamak 340-510	75 25
HD-TDI-HD	230-330	96
OD-HMDI-OD	200-350	93
OD-IPDI-OD	210-440	100
OD-MDI-OD	250-385	85
OD-MCI-OD	1. Basamak 220-330 2. Basamak 370-540	75 25
OD-TDI-OD	240-370	93

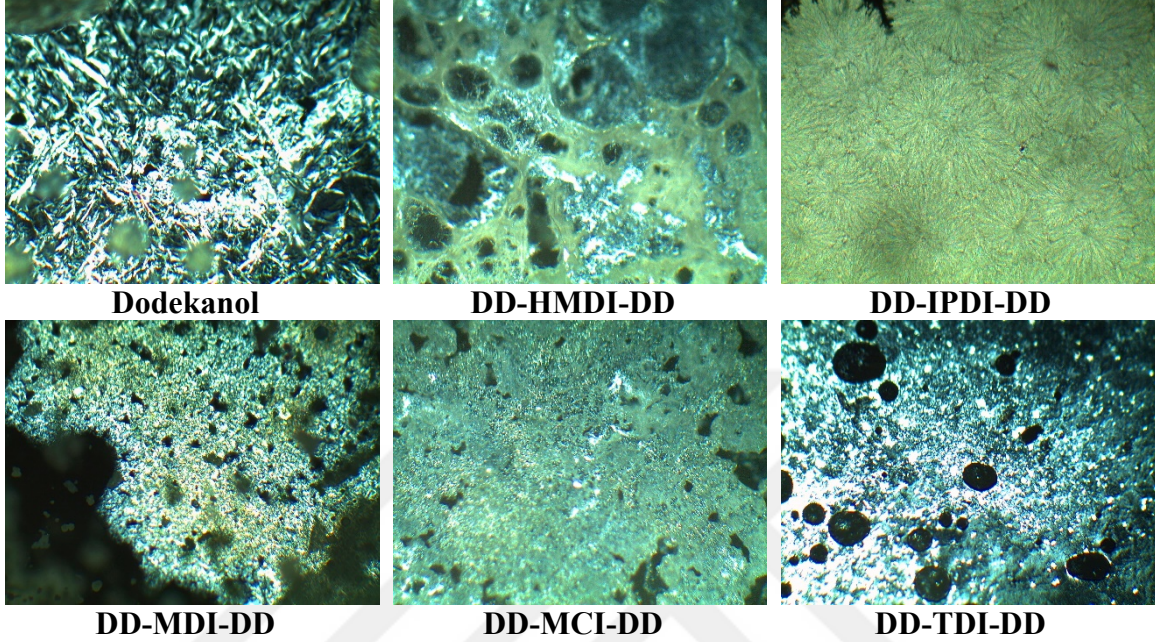
* Geng ve ark.,2016

** Jiang ve ark., 2018

4.1.6. POM Analizlerinden Elde Edilen Bulgular

Şekil 4.57’de saf dodekanol ve 5 farklı izosiyanatla hazırlanmış FDM’lerin faz değişim sıcaklıklarının altında POM görüntüleri bulunmaktadır. Dodekanol ve dodekanol ile hazırlanmış FDM’lerin polarize optik mikroskop görüntüleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen FDM’lerin faz değişim sıcaklığı altında kristal yapıda oldukları, dodekanoldeki kristallerin FDM’lere göre daha büyük olduğu görülmektedir. Dodekanol görüntüsündeki kristal boyutunun büyük, hazırlanan FDM’lerdeki kristal boyutunun küçük olması dodekanolün diizosiyanat yapısı tarafından kuşatıldığını ve bundan dolayı dodekanolün kristal boyutunda küçülme meydana geldiğini göstermektedir.

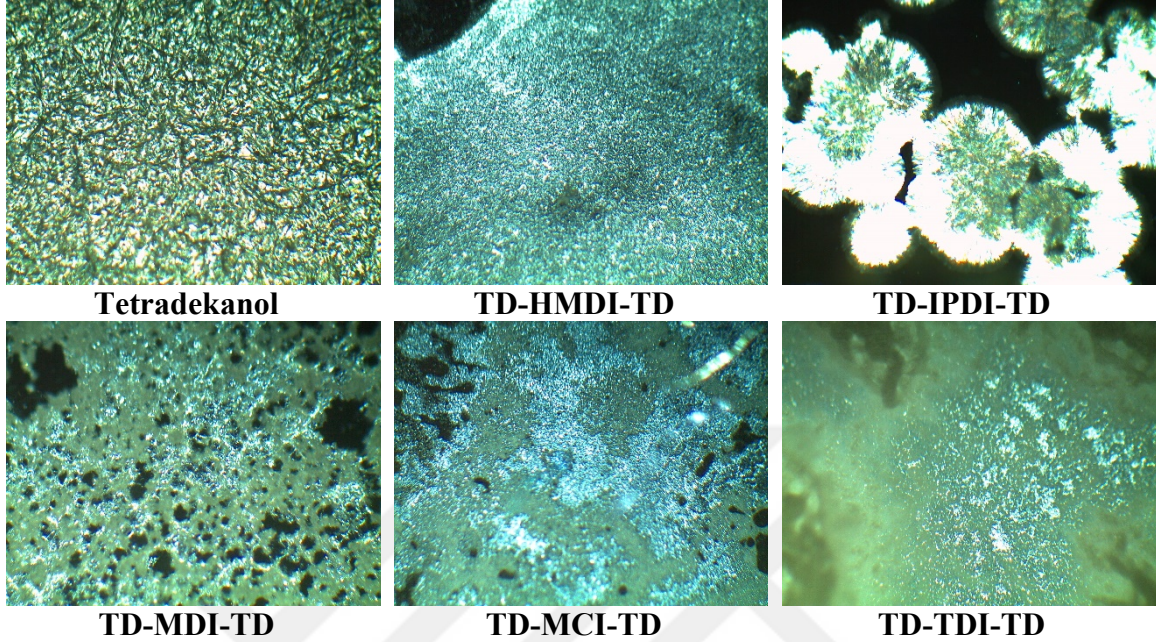
Faz deęişim sıcaklığının üzerinde FDM'lerin kristal yapısı amorf yapıya dönuştüğü için herhangi bir kristal görüntüsü alınmamıştır.



Şekil 4. 57. Dodekanol ve dodekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri

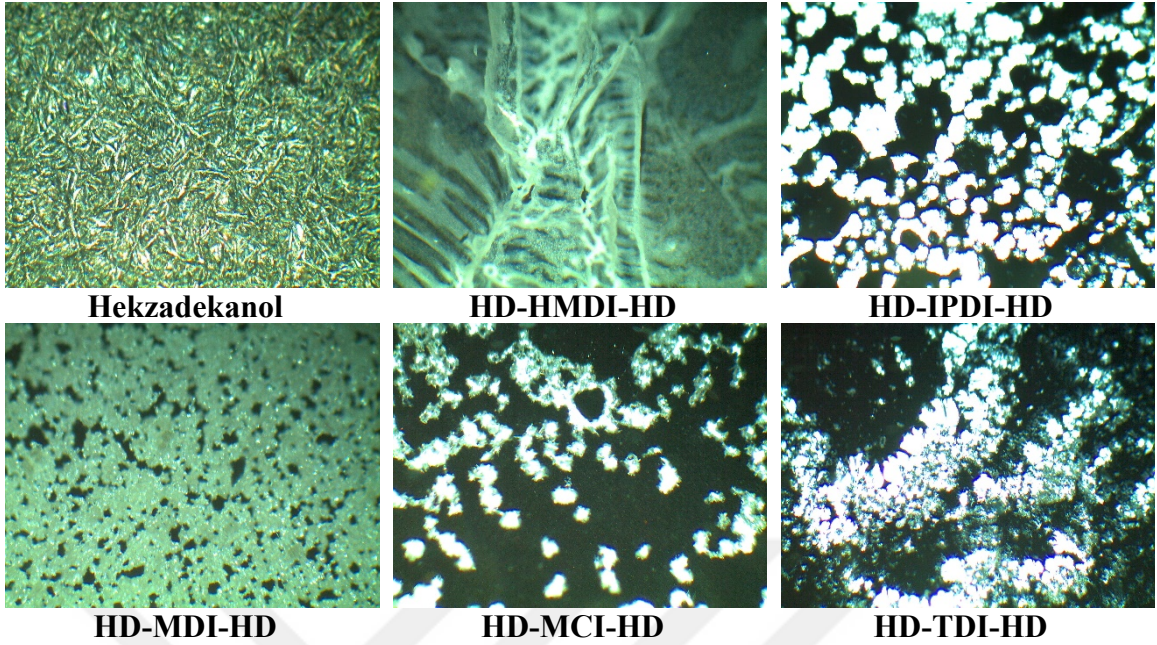
Şekil 4.58'de saf tetradekanol ve 5 farklı izosiyanatla hazırlanmış FDM'lerin faz deęişim sıcaklıklarının altında POM görüntüleri bulunmaktadır. Tetradekanol ve tetradekanol ile hazırlanmış FDM'lerin polarize optik mikroskop görüntüleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen FDM'lerin faz deęişim sıcaklığı altında kristal yapıda oldukları, tetradekanoldeki kristallerin FDM'lere göre daha büyük olduğu görölmektedir. Tetradekanol görüntüsündeki kristal boyutunun büyük, hazırlanan FDM'lerdeki kristal boyutunun küçük olması tetradekanolün diizosiyanat yapısı tarafından kuşatıldığını ve bundan dolayı tetradekanolün kristal boyutunda küçölme meydana geldiğini göstermektedir.

Faz deęişim sıcaklığının üzerinde FDM'lerin kristal yapısı amorf yapıya dönuştüğü için herhangi bir kristal görüntüsü alınmamıştır.



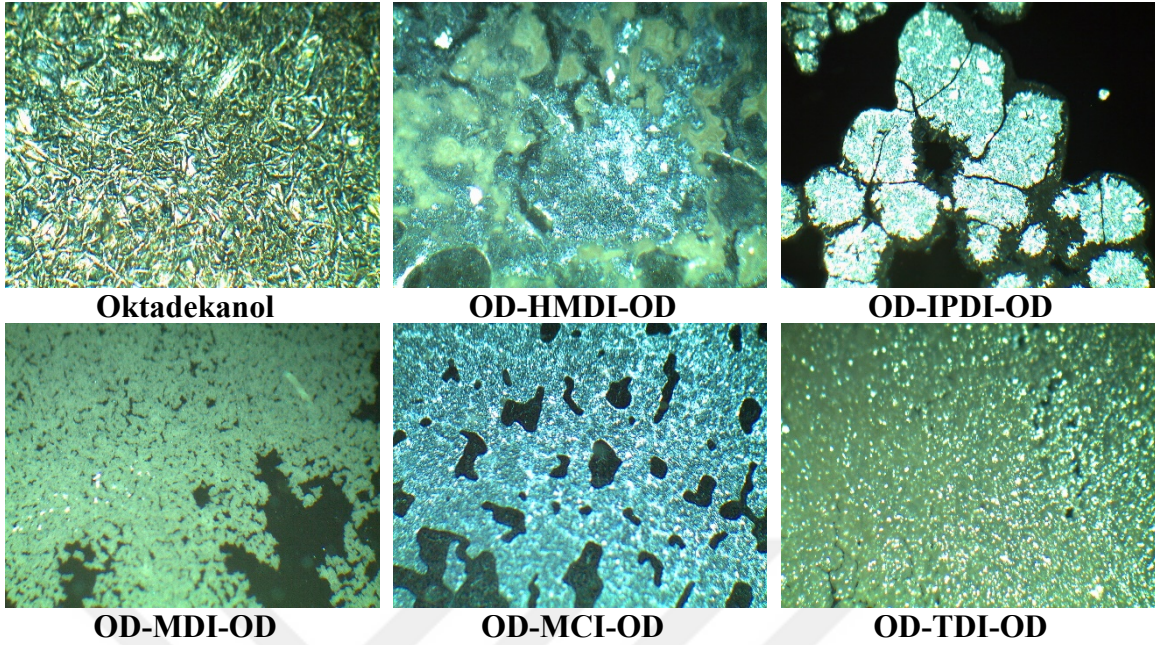
Şekil 4. 58. Tetradekanol ve tetradekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri

Şekil 4.59'da saf hekzadekanol ve 5 farklı izosiyanatla hazırlanmış FDM'lerin faz değişim sıcaklıklarının altında POM görüntüleri bulunmaktadır. Hekzadekanol ve hekzadekanol ile hazırlanmış FDM'lerin polarize optik mikroskop görüntüleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen FDM'lerin faz değişim sıcaklığı altında kristal yapıda oldukları, hekzadekanoldeki kristallerin FDM'lere göre daha büyük olduğu görülmektedir. Hekzadekanol görüntüsündeki kristal boyutunun büyük, hazırlanan FDM'lerdeki kristal boyutunun küçük olması hekzadekanolün diizosiyanat yapısı tarafından kuşatıldığını ve bundan dolayı hekzadekanolün kristal boyutunda küçülme meydana geldiğini göstermektedir. Faz değişim sıcaklığının üzerinde FDM'lerin kristal yapısı amorf yapıya dönüştüğü için herhangi bir kristal görüntüsü alınmamıştır.



Şekil 4. 59. Hekzadekanol ve hekzadekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri

Şekil 4.60'ta saf oktadekanol ve 5 farklı izosiyanatla hazırlanmış FDM'lerin faz değişim sıcaklıklarının altında POM görüntüleri bulunmaktadır. Oktadekanol ve oktadekanol ile hazırlanmış FDM'lerin polarize optik mikroskop görüntüleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen FDM'lerin faz değişim sıcaklığı altında kristal yapıda oldukları, oktadekanoldeki kristallerin FDM'lere göre daha büyük olduğu görülmektedir. Oktadekanol görüntüsündeki kristal boyutunun büyük, hazırlanan FDM'lerdeki kristal boyutunun küçük olması oktadekanolün diizosiyanat yapısı tarafından kuşatıldığını ve bundan dolayı oktadekanolün kristal boyutunda küçülme meydana geldiğini göstermektedir. Faz değişim sıcaklığının üzerinde FDM'lerin kristal yapısı amorf yapıya dönüştüğü için herhangi bir kristal görüntüsü alınmamıştır.



Şekil 4. 60. Oktadekanol ve oktadekanol ile hazırlanmış FDM'lerin POM görüntüleri

4.1.7. Isıl İletkenlik Ölçümlerinden Elde Edilen Bulgular

FDM'nin ısı iletkenliđi, ısı 1 enerji depolama uygulamalarında, faz ge1iş sıcaklıđı ve gizli ısı kapasitesinin yanında önemli parametrelerden biri olarak düşünölebilir. Bu parametre, FDM ile entegre bir ısı 1 enerji depolama sisteminin ısıyı depolama ve ısıyı geri salma performansını önemli ölçüde etkiler.

Bu 1alışmada elde edilen FDM'lerin ısı iletkenlik değeri 3 defa ölçölerek ortama değeri kaydedildi. Ölçölün ısı iletkenlik ortalama değeri Çizelge 4.9'da listelenmiştir. Yađ alkollerinin ısı iletkenlik değeri incelendiđinde yađ alkolü zincirinin uzamasıyla ısı iletkenlik değeri orantılı şekilde arttıđı görölmektedir. Sentezlenen FDM'lerin ısı iletkenlik verilerinin ısı 1 enerji depolama uygulamaları için makul seviyede olduđu görölmektedir.

Çizelge 4. 9. Grafit katkılı olmayan, % 5 grafit katkılı FDM'ler ve yağ alkollerinin 25 °C'de ölçülen ısı iletkenlik değeri

No	FDM	FDM'lerin Isıl İletkenlikleri (W m ⁻¹ °C ⁻¹)	% 5 Grafit Katkılı FDM'lerin Isıl İletkenlikleri (W m ⁻¹ °C ⁻¹)	Isıl iletkenlikteki artış oranı(%)
1	DD-HMDI-DD	0,04	0,05	25
2	DD-IPDI-DD	0,05	0,06	20
3	DD-MDI-DD	0,04	0,05	25
4	DD-MCI-DD	0,05	0,06	20
5	DD-TDI-DD	0,04	0,05	25
6	TD-HMDI-TD	0,04	0,05	25
7	TD-IPDI-TD	0,05	0,06	20
8	TD-MDI-TD	0,06	0,06	-
9	TD-MCI-TD	0,06	0,06	-
10	TD-TDI-TD	0,05	0,06	20
11	HD-HMDI-HD	0,04	0,06	50
12	HD-IPDI-HD	0,07	0,07	-
13	HD-MDI-HD	0,06	0,06	-
14	HD-MCI-HD	0,06	0,06	-
15	HD-TDI-HD	0,05	0,06	20
16	OD-HMDI-OD	0,04	0,06	50
17	OD-IPDI-OD	0,06	0,06	-
18	OD-MDI-OD	0,06	0,06	-
19	OD-MCI-OD	0,07	0,08	14
20	OD-TDI-OD	0,06	0,07	17
21	DD	0,15		
22	TD	0,17		
23	HD	0,20		
24	OD	0,21		

4.2. Çalışmada Elde Edilen FDM'lerin Enerji Depolama Kapasitesi Bakımından Literatürle Karşılaştırılması

Memon ve ark., (2013) dodekanolü vakumla emdirme yöntemiyle kaoilin içerisinde hapsederek yeni yapıca kararlı kompozit faz değişim malzemesi geliştirmeyi amaçlamışlardır. Elde ettikleri kompozit FDM'nin erime sıcaklığı ve gizli ısı, DSC analizi ile 19,14 °C ve 48,08 J/g olarak ölçülmüştür.

Aydın ve Okutan, (2011a) 1-tetradekanol ile tridekanoik asit, pentadekanoikasit, heptadekanoik asit ve nonadekanoik asit gibi tek sayılı yağ asitlerini esterleştirerek bir dizi yüksek zincirli yağ asidi esterlerini sentezlemişlerdir. Sentezlenen esterlerin düşük sıcaklıkta ısı depolanması için uygun, ısıl olarak kararlı, erime noktalarının 40 ile 50 °C arasında ve yaklaşık 200 kJ/kg faz değişim entalpisine sahip olduklarını belirlemişlerdir.

Shi ve ark., (2011) oktadekanolü toluendiizosiyanatla etkileştirdikten sonra polivinil alkol (PVA) polimer zincirine aşılamışlardır. Farklı oranlarda dekanol içeren poli(vinil alkol)-g-oktadekanol kopolimerleri için faz değişim entalpilerini 52, 56 ve 63 J/g olarak ölçmüşlerdir.

Baştürk ve Kahraman (2018) poliakrilik asit zinciri üzerine oktadekanol ve dokosanol graft ederek tarak yapılı polimerik faz değişim malzemeleri elde etmişlerdir. Hazırlanan FDM'lerin faz değişim entalpilerinin 112 ve 122 J/g olduğunu göstermişlerdir.

Aydın ve Okutan, (2011b) 1-tetradekanolün laurik, miristik, palmitik, stearik ve arakidik asit ile vakum altında ve katalizör olmaksızın esterleşme reaksiyonuyla bir dizi yüksek zincirli yağ asidi esterleri hazırlamışlardır. DSC analiz sonuçları, miristil alkolün yüksek zincirli yağ asidi esterlerinin erime sıcaklıklarının 38 ve 53 °C arasında faz değişim entalpisi ise 200 J/g'ın üzerinde olduğunu göstermiştir.

Aydın, (2013) bu çalışmada 1-oktadekanolün (stearil alkol) karbon sayısı C10-C20 arasındaki yağ asitleri ile vakum altında ve katalizör olmaksızın esterleşme reaksiyonuyla bir dizi yüksek zincirli yağ asidi esterleri hazırlamıştır. DSC analiz sonuçları, stearil alkolün yüksek zincirli yağ asidi esterlerinin erime sıcaklıklarının 42 ve 65 °C arasında faz değişim entalpisinin ise 200 j/g'ın üzerinde olduğunu göstermiştir.

Tang ve ark., (2017) dodekanol/genişletilmiş grafit/yüksek yoğunlulu polietilen karıştırarak yapıcı kararlı faz değişim malzemesi elde etmişlerdir. Elde edilen FDM'lerin faz değişim sıcaklıkları 57 °C faz değişim entalpileri ise 200 j/g olarak ölçülmüştür.

Zou ve ark., (2011) FDM olarak dodekanol ve kaprilik asit ötektik karışımları hazırlayarak ısı özellikleri incelemişlerdir. Hazırlanan ötektik karışımın faz geçiş sıcaklığı 6,52 °C, faz geçiş gizli ısı ise 171,06 J/g olduğu görülmüştür.

Liu ve ark., (2016b) tarak yapılı poli(stiren-ko-maleik anhidrit)-g-oktadekanol hazırladıktan sonra grafen oksit ile karıştırarak yapıcı kararlı kompozit FDM'ler elde etmişlerdir. Elde edilen kompozit FDM'lerin faz geçiş sıcaklıklarının 38-40 °C arasında faz geçiş entalpilerinin ise 53-58 J/g olduğunu bildirmişlerdir.

Liu ve ark., (2015) poli(etilen-g-maleik anhidrit) polimerine tetradekanol, hegzadekanol, oktadekanol ve hegzakosanol aşılansarak yapıcı kararlı tarak yapılı FDM'ler hazırlamışlardır. Tetradekanol, hegzadekanol, oktadekanol ve hegzakosanol kullanılarak elde edilen FDM'lerin faz geçiş sıcaklıkları sırasıyla 36.40, 54.30, 61.40 ve 80.60 °C iken faz geçiş entalpileri ise 125.70, 137.50, 146.20 ve 112.40 J/g olduğu görülmüştür.

Sarı ve ark., (2011a) galaktitolün palmitik asit ve stearik asit ile esterleştirme reaksiyonu yoluyla yeni katı-sıvı galaktitolhegzastearat (GHS) ve galaktitolheksapalmitat (GHP) FDM'leri hazırlanmıştır. GHP ve GHS esterleri, FT-IR ve ¹H-NMR teknikleri kullanılarak kimyasal olarak karakterize edilmiştir. DSC analiz yöntemi kullanılarak, FDM'lerin erime sıcaklığı ve gizli ısı değeri GHP için 31,78 °C ve 201,66 J/g ve GHS için 47,79 °C ve 251,05 J/g olarak belirlemişlerdir. Isıl döngü testi, hazırlanan FDM'lerin 1000 erime-katılaşma döngülerinden sonra dahi iyi bir ısıl güvenilirliğe sahip olduğunu göstermiştir. Ayrıca hazırlanan FDM'lerin ısıl iletkenliği, ağırlıkça % 5 genişletilmiş grafit ilavesiyle GHP için yaklaşık olarak % 26,3 ve GHS için ise % 53,3 artmıştır.

Sarı ve ark., (2011b) eritritol tetrapalmitat (ETP) ve eritritol tetrastearat (ETS), eritritolün palmitik ve stearik asitlerle doğrudan esterleştirme reaksiyonu yoluyla yeni katı-sıvı FDM sentezlemişlerdir. ETP ve ETS esterleri, FT-IR ve ¹H-NMR teknikleri kullanılarak yapısal olarak karakterize edilmiştir. DSC analiz yöntemiyle FDM'lerin erime sıcaklığı ve gizli ısı değeri ETS için 21,93 °C ve 201,10 J/g ve ETS için 30,35 °C ve 208,84 J/g olarak belirlenmiştir. Sonuçlar, yeni katı-sıvı FDM olarak sentezlenen ETP ve ETS esterlerinin, güneş enerjisi depolama, bina ısıtma veya soğutma, iç sıcaklık

kontrolü ve akıllı tekstil giysilerinin üretimi gibi büyük ölçekte ısı enerjisi depolama uygulamaları için umut vadeden malzemeler olduğunu göstermiştir.

Sarı ve ark., (2010) yeni katı-sıvı faz değişim malzemeleri olarak gliserol bazlı yağ asidi esterlerinin sentezi, ısı enerjisi depolama özellikleri ve ısı güvenilirliğini araştırmışlardır. Esterler, gliserolün miristik, palmitik ve stearik asitlerle Fischer esterleştirme reaksiyonu yoluyla sentezlenerek kimyasal yapıları FT-IR ve ¹H-NMR teknikleri ile kanıtlanmıştır. Sentezlenen esterlerin erime sıcaklıkları ve gizli ısıları, DSC yöntemi ile 31-63 ° C ve 149-185 J/g aralığında bulunmuştur. Sonuçlar, FDM olarak esterlerin 1000 ısı döngü işleminden sonra dahi iyi bir ısı güvenilirliğine sahip olduğunu göstermiştir. Esterlerin ısı kararlılığını belirlemek için TGA analizi yapılmıştır. FDM'lerin ısı iletkenliği de ağırlıkça % 5 genişletilmiş grafit eklenerek önemli ölçüde iyileştirilmiştir.

Sarı ve ark., (2009) ısı enerjisi depolaması için yeni bir katı-sıvı FDM olarak bir dizi stearik asit esterinin sentezleyerek bu malzemelerin karakterizasyonu, ısı özellikleri ve ısı güvenilirliklerini testlerini gerçekleştirmişlerdir. Esterler, stearik asidin n-butil alkol, izopropil alkol ve gliserol ile reaksiyonu yoluyla sentezlendi ve FT-IR ve ¹H-NMR teknikleri ile karakterize edildi. Esterlerin ısı özellikleri DSC yöntemi ile ölçülmüştür. DSC sonuçları, sentezlenen FDM'lerin erime sıcaklıklarının ve gizli ısılarının, sırasıyla 23-63 ° C ve 121-149 J/g aralığında olduğunu göstermiştir. Sentezlenen FDM'lerin ısı güvenilirliğini belirlemek için 1000 döngü içeren ısı döngü testi yapılmıştır. FDM'lerin ısı iletkenlikleri, esterlere ağırlıkça % 5 genişletilmiş grafit ilave edilerek artırılmıştır.

Sarı ve ark., (2013) neopentilgliserolün (NPG) üç tip yağ asidi klorürüyle esterleştirilmesiyle yeni bir katı-katı FDM'ler hazırlamışlardır. NPG ve yağ asidi klorürlerinin toluen içerisinde çözündürülmesi NPG-dilaurat (NPG-DL), NPG-dimiristat (NPG-DM) ve NPG-dipalmitat (NPG-DP) sentezlemiştir. DSC sonuçlarına göre saf NPG, 41.92 ° C'de katı-katı faz geçişi ve 129.46 ° C'de katı-sıvı faz değişimi göstermiştir. NPG-DL, NPG-DM ve NPG-DP esterlerinin erime entalpileri sırasıyla 97,62, 106,44 ve 123,71 J/g ve katılma entalpileri 94,30, 99,32 ve 110,93 J/g olarak ölçülmüştür. TG analizleri, NPG esterlerinin NPG ve yağ asitlerinden daha

yüksek ayrışma sıcaklıklarına sahip olduğunu ve dolayısıyla gizli ısı enerji depolama uygulaması için uygun olduğunu göstermiştir.

Ravotti ve ark., (2019) Fischer esterleştirmesi ile arakidik asidin metil, pentil ve desil esterlerinin yanında miristik, palmitik, stearik ve behenik asidin pentil esterlerini sentezleyerek yapısal ve ısıl yönden karakterize etmişlerdir. Üretilen esterler, 9 ila 41 °C aralığında faz geçiş sıcaklıkları ile 151-232 J/g aralığında faz geçiş entalpilerine sahip olduğunu belirlemişlerdir.

Çizelge 4.2-6 DSC verileri dikkate alınarak bu çalışmada üretilen yağ alkolü bazlı FDM'ler literatürle kıyaslandığında özellikle HMDI ve MDI ile hazırlanmış FDM'lerin sahip oldukları yüksek faz değişim sıcaklıkları ve entalpileriyle daha önce yapılmış çalışmalardan çok farklı olduğu açıkça görülmektedir. Üstelik elde edilen bu FDM'lerin ısı işleme maruz kaldıktan sonra yapısal ve ısıl yönden kararlı olması bu malzemelerin uygulanabilirliği hususunda ciddi avantajlar sağlamaktadır.

5. SONUÇ

Bu çalışmada farklı sıcaklıklarda ısı enerjisi depolama özelliğine sahip yağ alkolü bazlı bir dizi yeni tip faz değişim malzemesi sentezlenmiştir. Dört yağ alkolü ve beş diizosiyanat kullanılarak sentezlenen malzemelerin yapısal karakterize edilerek ısı özellikleri belirlenmiştir. Hedef moleküller çözücü olarak susuz dimetilformamid katalizör olarak ise dibütildilaurat kullanılarak sentezlenmiştir. FDM'lerin yapısal karakterizasyonu FT-IR, ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR spektroskopileri yardımı ile yapılmıştır.

Üretilen FDM'lerin hem yapısal karakterizasyonu hem de ısı kararlılıkları yağ alkollerinin ve FDM'lerin ısı döngü öncesi ve ısı döngü sonrası FT-IR spektrumları karşılaştırılarak belirlenmiştir. FDM'lerin oluştuğu, yağ alkolüne ait -OH sinyalinin kaybolması ve oluşan moleküldeki üreanın -NH sinyalinin görülmesi ile ortaya konmuştur. Ayrıca FDM'lerin ısı döngü öncesi ve ısı döngü sonrası FT-IR spektrumları karşılaştırılarak herhangi bir değişimin olup olmadığı incelenmiştir. Spektrumlar incelendiğinde ısı işleme maruz kalan FDM'lerde yapısal yönden herhangi bir değişimin olmadığı gözlemlenmesi FDM'lerin ısı yönden yapıca kararlı olduğunu ortaya koymuştur.

FDM'lerin yapısal karakterizasyonu için ayrıca ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR spektroskopileri de kullanılmıştır. ^1H -NMR spektrumlarında görülen amin grubuna ait sinyaller, ^{13}C -NMR spektrumlarında ise diizosiyanatların yapısında bulunan C=O sinyallerinin kimyasal çevreden dolayı FDM'lere ait spektrumlarda farklı alanlarda gözlemlenmesi yağ alkolü ile diizosiyanat reaksiyonlarının gerçekleştiğini göstermiştir.

Elde edilen FDM'lerin ısı kararlılıkları TGA ile belirlenmiştir. TG analizleri elde edilen FDM'lerin bozunma sıcaklığının 200 °C üzerinde ve MCI ile hazırlanmış FDM'ler dışında diğer malzemelerin tek basamakta bozunduğunu göstermiştir. Bu sonuçlar, hazırlanan FDM'lerin ısı yönden kararlı olduğunu göstermiştir.

Bu çalışmada elde edilen FDM'lerin ısı özellikleri DSC analizleriyle incelenmiştir. DSC analizleri bazı FDM'lerin hem katı-sıvı hem de katı-katı faz geçiş özelliğine sahip olduğunu göstermiştir. Bu FDM'ler içerisinde MCI ile hazırlanan tüm FDM'lerde katı-sıvı ve katı-katı faz geçişleri birlikte görülmüştür. HMDI ve MDI kullanılarak elde

edilen FDM’lerde faz geiş sıcaklıkları ve entalpilerinin yüksek olduėu grlmştr. stelik FDM’lerin ısı dng iřlemine tabi tutulduktan sonra elde edilen DSC verileri de FDM’lerin ısı ynden kararlı olduklarını ortaya koymuřtur. Ayrıca tm FDM’lere %5 geniřletilmiř grafit eklenerek faz deėiřim zelliklerinin yanında ısı iletkenliklerindeki deėiřim de incelenmiřtir. Grafit eklenmiř FDM’lerde faz deėiřim sıcaklık ve entalpi verileri incelendiėinde grafit katkısının FDM’lerin faz geiş sıcaklık ve entalpilerinde FDM’lere ktlice eklenme oranı dıřında herhangi bir etkisinin olmadığı grlmřtir. Bununla birlikte FDM’lere grafit eklenmesinin FDM’lerde ısı iletkenliėin arttırılması bakımından nemli katkı verdiėi yapılan ısı iletkenlik lmlerinden alınan verilerle ortaya konmuřtur.

ID DSC verileri retilen FDM’lerin 50-130 C aralıėında erime faz deėiřim sıcaklıklarına 25-166 J/g entalpi aralıėında ısı depolama ve 10-122 C aralıėında katılařma faz deėiřim sıcaklıklarına 15-137 J/g faz ısı salıverme kapasitesine sahip oldukları belirlenmiřtir. IDS DSC verileri retilen FDM’lerin 60-130 C aralıėında erime faz deėiřim sıcaklıklarına 20-170 J/g entalpi aralıėında ısı depolama ve 10-125 C aralıėında katılařma faz deėiřim sıcaklıklarına 15-168 J/g faz ısı salıverme kapasitesine sahip oldukları belirlenmiřtir. Ayrıca, erime ısı depolama kapasiteleri % -41 ila 151 ve katılařma entalpileri % -22 ila 158 aralıėında deėiřmiřtir.

Elde edilen FDM’lerin POM grntleri FDM’lere katı-katı faz deėiřim zelliėi katan yaė alkolleriyile kıyaslanmıřtır. Yaė alkollerinin POM grntleri yaė alkollerinde etkileřim blgelerinin olduka uzun olduėunu gstermiřtir. FDM’lerin kristal grntleri incelendiėinde ise yaė alkollerini kristallerinin FDM’ler olduka kldėi grlmřtir. Bu durum diizosiyanatla baė yapan yaė alkolnn kristal yapısının kısıtlandıėını ortaya koymaktadır.

6. KAYNAKLAR

- Abhat, A., 1983. Low temperature latent heat thermal energy storage: Heat Storage Materials. *Solar Energy*, 30(4), 313–332.
- Adinberg, R., Zvegilsky, D. ve Epstein, M., 2010. Heat transfer efficient thermal energy storage for steam generation. *Energy Convers Manage*, 51, 9-15.
- Agrafiotis, C., Roeb, M., Schmucker, M. ve Sattler, C., 2013. Exploitation of thermochemical cycles based on solid oxide redox systems for thermochemical storage of solar heat. Part 1: testing of cobalt oxide-based powders. *Sol Energy*, 102, pp. 189-211.
- Agyenim, F., Hewitt, N., Eames, P. ve Smyth, M., 2010. A review of materials, heat transfer and phase change problem formulation for latent heat thermal energy storage systems (LHTESS). *Renew Sustain Energy Rev*, 14(2),:615–628.
- Akgun, M., Aydın, O. ve Kaygusuz, K., 2007. Experimental study on melting/solidification characteristics of a paraffin as PCM *Energy Convers Manage*, 48, 669-678.
- Akgun, M., Aydın, O. ve Kaygusuz, K., 2008. Thermal energy storage performance of paraffin in a novel tube-in-shell system *Appl Therm Eng*, 28, 405-413.
- Aksoy, S.A., Alkan, C., Tözüm, M.S., Demirbağ, S., Anayurt, R.A. ve Ulcay, Y., 2017. Preparation and textile application of poly(methyl methacrylate-co-methacrylic acid)/n-octadecane and n-eicosane microcapsules. *J. Text. Inst.*, 108 (1), 30-41.
- Al-Abbasi, O.; Abdelkefi, A. ve Ghommam, M., 2017. Modeling and assessment of a thermochemical energy storage using salt hydrates. *Int. J. Energy Res.*, 41, 2149–2161.
- Alay, S., Alkan, C. ve Göde, F., 2011. Synthesis and characterization of poly(methyl methacrylate)/n-hexadecane microcapsules using different cross-linkers and their application to some fabrics. *Thermochim Acta*, 518, 1-8.
- Alkan, C., 2006. Enthalpy of melting and solidification of sulfonated paraffins as phase change materials for thermal energy storage. *Thermochim Acta*. 451, 126-130.
- Alkan, C., Ensari, Ö.F. ve Kahraman, D., 2012a. Poly(2-alkyloxyethylacrylate) and poly(2-alkyloxyethylacrylate-co-methylacrylate) comblike polymers as novel phase-change materials for thermal energy storage. *J. Appl. Polym. Sci.*, 126, 631-640.
- Alkan, C., Günther, E., Hiebler, S., Ensari, Ö. F. ve Kahraman, D., 2012b. Polyurethanes as solid–solid phase change materials for thermal energy storage. *Solar Energy*, 86, 1761–1769.
- Alkan, C., Kaya, K. ve Sari, A., 2008. Preparation and thermal properties of ethylene glycol distearate as a novel phase change material for energy storage. *Mater. Lett.*, 62, 1122-1125.
- Alkan, C., Rathgeber, C., Hennemann, P. ve Hiebler, S., 2018. Poly(ethylene-co-1-tetradecylacrylate) and poly(ethylene-co-1-octadecylacrylate) copolymers as novel solid–solid phase change materials for thermal energy storage. *Polym. Bull.*, 1-19.
- Ayappan, S., Mayilsamy, K. ve Sreenarayanan, V.V., 2016. Performance improvement studies in a solar greenhouse drier using sensible heat storage materials. *Heat Mass Transf.*, 52, 459–467.

- Aydın, A. A. ve Aydın, A., 2012. High-chain fatty acid esters of 1-hexadecanol for low temperature thermal energy storage with phase change materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 96, 93–100.
- Aydın, A. A., 2013a. In situ preparation and characterization of encapsulated high-chain fatty acid ester-based phase change material (PCM) in poly(urethane-urea) by using amino alcohol. *Chemical Engineering Journal*, 231, 477–483.
- Aydın, A. A., 2013b. Fatty acid ester-based commercial products as potential new phase change materials (PCMs) for thermal energy storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 108, 98–104.
- Aydın, A.A., 2013. High-chain fatty acid esters of 1-octadecanol as novel organic phase change materials and mathematical correlations for estimating the thermal properties of higher fatty acid esters' homologous series. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 113, 44–51.
- Aydın, A.A. ve Okutan, H., 2011a. High-chain fatty acid esters of myristyl alcohol with odd carbon number: novel organic phase change materials for thermal energy storage - 2. *Sol. Energ. Mater. Sol. C*, 95 (8), 2417-2423.
- Aydın, A.A. ve Okutan, H., 2011b. High-chain fatty acid esters of myristyl alcohol with even carbon number: novel organic phase change materials for thermal energy storage – 1. *Sol. Energ. Mater. Sol. C*, 95 (10), 2752-2762.
- Barreneche, C., Solé, A., Martorell, I., Martínez, M., Cabeza, L.F. ve Fernández, A.I., 2014. Thermal Energy Storage (TES): Requirements and constraints for a material-based design. In: *Materials Science and Technology Conference and Exhibition*, 3, 1651–1658.
- Baştürk, E. ve Kahraman, M. V., 2018. Thermal and phase change material properties of comb-like polyacrylic acid-grafted-fatty alcohols. *Polym. Plast. Technol. Eng.*, 57, 276–282.
- Behzadi, S. ve Farid, M.M., 2010. Energy storage for efficient energy utilization in buildings. *International High Performance Buildings Conference (P6)*.
- Brancato, V., Frazzica, A., Sapienza, A. ve Freni, A., 2016. Identification and characterization of promising phase change materials for solar cooling applications. *Sol Energy Mater Sol Cells*, 160, 225–232.
- Bryant, Y., Colvin, D., Driscoll, J. ve Mulligan, J., 1999. Thermal insulating coating employing microencapsulated phase change material and method. PCT patent WO9941067A1, Triangle Research and Development Corporation.
- Bryant, Y.G. ve Colvin, D.P., 1988. Fiber with reversible enhanced thermal storage properties and fabrics made therefrom. US Patent 4,756,958.
- Buddhi, D., Bansal, N.K., Sawhney, R.L. ve Sodha, S., 1988. Solar thermal storage systems using phase change materials. *International Journal of Energy Research*, 12, 547-555.
- Cabeza, L. F., 2019. Latent Thermal Energy Storage. *Green Energy and Tech.*, 9-13.
- Cabeza, L.F. ve Tay, N.H.S., 2018. High-Temperature Thermal Storage Systems Using Phase Change Materials, *Elsvier*.
- Cabeza, L.F., Castell, A., Barreneche, C., De Gracia, A. ve Fernández, A.I., 2001. Materials used as PCM in thermal energy storage in buildings: a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15, 1675–1695.
- Cabeza, L.F., Castellón, C., Nogués, M., Medrano, M., Leppers, R. ve Zubillaga, O., 2007. Use of microencapsulated PCM in concrete walls for energy savings. *Energy Build.*, 39,113-119

- Cabeza, L.F., Roca, J., Nogues, M., Zalba, B., Marin, J.M., 2002. Transportation and conservation of temperature sensitive materials with phase change materials: state of the art. Iea Eces Ia Annex 17. 2nd Workshop. Ljubljana, Slovenia. April 4-5.
- Cai, Y., Wei, Q., Huang, F. ve Gao W., 2008. Preparation and properties studies of halogen-free flame retardant form-stable phase change materials based on paraffin/high density polyethylene composites *Appl Energy*, 85, 765-775.
- Carareto, N.D.D., dos Santos, A.O., Rolemberg, M.P., Cardoso, L.P., Costa, M.C. ve Meirelles, A.J.A., 2014. On the solid-liquid phase diagrams of binary mixtures of even saturated fatty alcohols: Systems exhibiting peritectic reaction. *Thermochimica Acta*, 589, 137-147.
- Castell, A. ve Solé, C., 2015. Design of latent heat storage systems using phase change materials (PCMs). *Adv. Therm. Energy Storage Systems-Methods Appl.*, 11, 285-305.
- Castell, A., Martorell, I., Medrano, M., Pérez, G. ve Cabeza L.F., 2010. Experimental study of using PCM in brick constructive solutions for passive cooling. *Energy Build.*, 42, pp. 534-540.
- Castellón, C., Martorell, I., Cabeza, L.F., Fernández, A.I. ve Manich, A.M., 2011. Compatibility of plastic with phase change materials (PCM). *International Journal of Energy Research*, 35 (9), 765-771.
- Chandel, S.S. ve Agarwal, T., 2017. Review of current state of research on energy storage, toxicity, health hazards and commercialization of phase changing materials. *Review Sustain Energy Rev*, 67, 581-596.
- Chen, C., Liu, W., Wang, H. ve Peng, K., 2015. Synthesis and performances of novel solid-solid phase change materials with hexahydroxy compounds for thermal energy storage. *Applied Energy*, 152, 198-206.
- Chen, C.H., Wang, L. ve Huang, Y., 2007. Electrospinning of thermo-regulating ultrafine fibers based on polyethylene glycol/cellulose acetate composite. *Polymer*, 48, 5202-5207.
- Colvin, D.P. ve Bryant, G.Y., 1998. Protective clothing containing encapsulated phase change materials. *Advances in heat and mass transfer in biotechnology*. ASME, 362, 123-132.
- De Garcia, A. ve Cabeza, C.F., 2015. Phase change materials and thermal energy storage for buildings. *Energy Build.*, 103, 414-419.
- De Santis, R., Ambrogio, V., Carfagna, C., Ambrosio, L. ve Nicolais, L., 2006. Effect of microencapsulated phase change materials on the thermo-mechanical properties of poly(methyl-methacrylate) based biomaterials. *J Mater Sci – Mater Med*, 17, 1219-1226.
- Demirbaş, M.F., 2006. Thermal energy storage and phase change materials: an overview. *Energy Sources, Part B: Economics, Planning, and Policy*, 1, 85-95.
- Demirbaş, M.F., 2006. Thermal energy storage and phase change materials: an overview. *Energy Sources, Part B: Economics, Planning, and Policy*, 1, 85-95.
- Dimaano, R.M.N. ve 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.
- Dincer, I. ve Rosen, M.A., 2011. "Thermal Energy Storage, Systems and Applications", 2nd ed., Wiley, London.

- Döğüşcü, D.K., Kizil, Ç., Biçer, A., Sari, A. ve Alkan, C., 2018. Microencapsulated n-alkane eutectics in polystyrene for solar thermal applications. *Sol. Energy*, 160, 32-42.
- Du, K., Calautit, J., Wang, Z., Wu, Y., ve Liu, H., 2018. A review of the applications of phase change materials in cooling, heating and power generation in different temperature ranges. *Applied Energy*, 220, 242–273.
- Elefsiniotis, A., Becker, T ve Schmid, U., 2014. Thermoelectric energy harvesting using phase change materials (PCMs) in high temperature environments in aircraft. *J Electron Mater*, 43, 1809-1814.
- Farid, M.M., Khudhair, A.M., Razack S.A.K. ve Al-Hallaj, S., 2004. A review on phase change energy storage: materials and applications. *Energy Conversion and Management*, 45, 1597-1615.
- Feldman, D. ve Shapiro, M.M., 1989. Fatty acids and their mixtures as phase-change materials for thermal energy storage. *Solar Energy Mater*, 18, 201-216.
- Feldman, D., Banu, D. ve Hawes, D., 1995. Low chain esters of stearic acid as phase change materials for thermal energy storage in buildings. *Sol Energy Mater Sol Cells*, 36, 311-322.
- Flejtuch, K., 2004. Badanie przemian fazowych wybranych układów polimerów pod kątem akumulacji energii cieplnej. PhD thesis. Cracow University of Technology, Cracow.
- Fukai, J., Hamada, Y., Morozumi, Y ve Miyatake, O., 2002. Effect of carbon-fiber brushes on conductive heat transfer in phase change materials. *Int J Heat Mass Transfer*, 45, 4781-4792.
- Galazutdinova, Y.; Grágeda, M.; Cabeza, L.F. ve Ushak, S., 2017. Novel inorganic binary mixture for low-temperature heat storage applications. *Int. J. Energy Res.* 41, 2356–2364.
- Garimella, S.V., 2006. Advances in mesoscale thermal management technologies for microelectronics. *Microelectronics J*, 37, 1165-1185.
- Ge, H.; Li, H.; Mei, S. ve Liu, J., 2013. Low melting point liquid metal as a new class of phase change material: An emerging frontier in energy area. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 21, 331–346.
- Geng, L.X., Wang, S.F., Wang T.Y. ve Luo, R.L., 2016. Facile Synthesis and Thermal Properties of Nanoencapsulated n-Dodecanol with SiO₂ Shell as Shape-Formed Thermal Energy Storage Material. *Energy Fuels*, 30, 6153–6160.
- Gök, Ö., 2005. Faz Değişiren Maddelerin Destekleyici Maddelerde Tutuklanması ve Termal Performansı. (Yüksek Lisans Tezi), Çukurova Üniversitesi, Adana.
- Guillot, S., Faik, A., Rakhmatullin, A., Lambert, J., Veron, E., Echegut, P., Bessada, C., Calvet, N. ve Py, X., 2012. Corrosion effects between molten salts and thermal storage material for concentrated solar power plants. *Applied Energy* 94, 174–181.
- Guo, J., Xiang, H., Wang, Q., Hu, C., Zhu, M. ve Li, L., 2012. Preparation of poly(decaglycerol-co-ethylene glycol) copolymer as phase change material. *Energy Build.*, 48, 206-210.
- Haillot, D., Bauer, T., Kröner, U. ve Tamme, R., 2011. Thermal analysis of phase change materials in the temperature range 120–150 °C. *Thermochim Acta*, 513(1–2), 49–59.
- Hartmann, M. ve Eyal, A., 2010. Functional Polymeric Phase Change Materials And Methods Of Manufacturing The Same. US0016513 A1.

- Huang, J., Lu, S., Kong, X., Liu, S. ve Li, Y., 2013. Form-Stable Phase Change Materials Based on Eutectic Mixture of Tetradecanol and Fatty Acids for Building Energy Storage: Preparation and Performance Analysis. *Materials*, 6, 4758–4775.
- IEA. World energy balances: Overview 2018. Int. Ener. Agency. France. Available online: <https://webstore.iea.org/world-energy-balances>.
- İnce, Ş., Seki, Y., Ezan, M. A., Turgut, A., ve Erek, A., 2015. Thermal properties of myristic acid/graphite nanoplates composite phase change materials. *Renew Energy*, 75, 243–248.
- Javani, N., Dincer, I. ve Naterer, G.F., 2014. New latent heat storage system with nanoparticles for thermal management of electric vehicles. *J. Power Sources*, 268, 718–727.
- Jiang, Y., Ding, E. ve Li, G., 2002. Study on transition characteristics of PEG/CDA solid–solid phase change materials. *Polymer*, 43, 117–122.
- Jiang, Y., Hussain, H ve Kressler, J., 2015. Poly(vinyl alcohol) cryogel formation using biocompatible ice nucleating agents *Macromol. Mater. Eng.*, 300, 181–190.
- Jiang, Y., Yan, P., Wang, Y., Zhou, C. ve Lei J., 2018. Form-stable phase change materials with enhanced thermal stability and fire resistance via the incorporation of phosphorus and silicon. *Mater Des*, 160, 763–771.
- Jin, X., Medina, M.A. ve Zhang, X.S., 2014. On the placement of a phase change material thermal shield within the cavity of buildings walls for heat transfer rate reduction. *Energy*, 73, 780–786.
- Kahwaji, S. ve White, M.A. 2018. Prediction of the properties of eutectic fatty acid phase change materials. *Thermochim. Acta*, 660, 94.
- Kaizawa, A., Maruoka, N., Kawai, A., Kamano, H., Jozuka, T., Senda, T ve Akiyama, T., 2008. Thermophysical and heat transfer properties of phase change material candidate for waste heat transportation system. *Heat Mass Transfer*, 44, 763–769.
- Karaipekli, A., 2010. Yağ Asidi Ötektik Karışımları/Yapı Malzemeleri Kompozitlerinin Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Isıl Enerji Depolama Performanslarının Belirlenmesi. (Doktora Tezi) Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat.
- Kasaeian, A.; Bahrami, L.; Pourfayaz, F.; Khodabandeh, E. ve Yan, W.M., 2017. Experimental studies on the applications of PCMs and nano-PCMs in buildings: A critical review. *Energy Build*, 154, 96–112.
- Kaygusuz, K. ve Sarı, A., 2007. High density polyethylene/paraffin composites as form–stable phase change material for thermal energy storage. *Energy Sources Part A*. 29, 261–270.
- Kenisarin, M. ve Mahkamov, K., 2007. Solar energy storage using phase change materials. *Review Sustain Energy Rev.* 11,1913–1965.
- Kenisarin, M.M., 2010. High temperature phase change materials for thermal energy storage. *Renew Sustain Energy Rev*, 14, 955–970.
- Kerskes, H.; Mette, B.; Bertsch, F.; Asenbeck, S.; Drück, H., 2012. Chemical energy storage using reversible solid/gas-reactions(CWS)—Results of the research project. *Energy Procedia*, 30, 294–304.
- Kim, K., Choi, K., Kim, Y., Lee, K. ve Lee, K., 2010. Feasibility study on a novel cooling technique using a phase change material in an automotive engine. *Energy*, 35, 478–484.

- Kousksou, T., Bruel, P., Jamil, A., El Rhafiki, T. ve Zeraouli, Y., 2013. Energy storage: application and challenges. *Sol Energy Mater Sol Cells*, 120, 59-80.
- Kowata, H., Sase, S., Ishii, M. ve Moriyama, H., 2002. Cold water thermal storage with phase change materials using nocturnal radiative cooling for vegetable cooling, *Proceedings of the World Renewable Energy Congress WII*, Cologne (Germany).
- Kuznik, F. ve Virgone, J., 2009. Experimental assessment of a phase change material for wall building use. *Appl. Energ.*, 86, 2038-2046.
- Kuznik, F., Virgone, J. ve Johannes, K., 2011. In-situ study of thermal comfort enhancement in a renovated building equipped with phase change material wallboard. *Renew. Energ.*, 36, 1458-1462.
- Lafdi, K., Mesalhy, O. ve Elgafy, A., 2008. Graphite foams infiltrated with phase change materials as alternative materials for space and terrestrial thermal energy storage applications. *Carbon N Y*, 46, 159-168.
- Lane, G.A., 1983. *Solar Heat Storage: Latent Heat Materials*, Vol. I. Boca Raton, Florida: Crc Press.
- Li, G., Hwang, Y. Radermacher, R. ve Chun, H.H., 2013. Review of cold storage materials for subzero applications. *Energy* 51, 1–17.
- Li, W.D. ve Ding, E.Y., 2007. Preparation and characterization of a series of diol distearates as phase change heat storage materials. *Mater. Lett.*, 61 (21), 4325-4328.
- Lin, Y., Jia, Y., Alva, G. ve Fang, G., 2018. Review on thermal conductivity enhancement, thermal properties and applications of phase change materials in thermal energy storage. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 82, 2730-2742.
- Liu, L., Kong, L., Wang, H., Niu, R. ve Shi, H., 2016b. Effect of graphene oxide nanoplatelets on the thermal characteristics and shape-stabilized performance of poly (styrene-co-maleic anhydride)-g-octadecanol comb-like polymeric phase change materials. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 149, 40-48.
- Liu, L., Wang, H., Qi, X., Kong, L., Cui, J. ve Zhang, X., 2015. Shape-stabilized phase change materials based on poly(ethylene-graft-maleic anhydride)-g-alkyl alcohol comb-like polymers. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 143, 21-28.
- Liu, M., Saman, W. ve Bruno, F., 2012. Review on storage materials and thermal performance enhancement techniques for high temperature phase change thermal storage systems. *Review Sustain Energy Rev* 16(4), 2118–2132.
- Liu, Z., Fu, X., Jiang, L., Wu, B., Wang, J. ve Lei, J., 2016a. Solvent-free synthesis and properties of novel solid–solid phase change materials with biodegradable castor oil for thermal energy storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 147, 177–184.
- Lv, Y., Zou, Y. ve Yang, L., 2011. Feasibility study for thermal protection by microencapsulated phase change micro/nanoparticles during cryosurgery. *Chem Eng Sci*, 66, 3941-3953.
- Mandilaras, I., Stamatiadou, M., Katsourinis, D., Zannis, G. ve Founti, M., 2013. Experimental thermal characterization of a Mediterranean residential building with PCM gypsum board walls. *Build. Environ.*, 61, 93-103.
- Mao, N., Pani, D.M., Song, M.J., Li, Z. ve Deng, S.M., 2017. Operating optimization for improved energy consumption of a TAC system affected by nighttime thermal loads of building envelopes. *Energy*, 133, 491-501.

- Mazandarani, A.; Mahlia, T.M.I.; Chong, W.T. ve Moghavvemi, M., 2011. Fuel consumption and emission prediction by Iranian power plants until 2025. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 15, 1575–1592.
- Mehling, H. ve Cabeza, L. F., 2008. Heat and cold storage with PCM. An up to date introduction into basics and applications. Springer.
- Mehling, H. ve Cabeza, L.F., 2008. Heat and Cold Storage with PCM. An up to Date Introduction into Basics and Applications. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg.
- Memon, A.S., Lo, Y.T., Shi, X., Barbhuiya, S. ve Cui, H., 2013. Preparation, characterization and thermal properties of Lauryl alcohol/Kaolin as novel form-stable composite phase change material for thermal energy storage in buildings. *Applied Thermal Engineering*, 59, 336–347.
- Meng, J., Tang, X., Li, W., Shi, H. ve Zhang, X., 2013. Crystal structure and thermal property of polyethylene glycol octadecyl ether. *Thermochim. Acta*, 558, 83-86.
- Miró, L., Barreneche, C., Ferrer, G., Solé, A., Martorell, I. ve Cabeza, L.F., 2016. Health hazard, cycling and thermal stability as key parameters when selecting a suitable phase change material (PCM). *Thermochim Acta* 627–629, 39–47.
- Mofijur, M., Mahlia, T.M.I. Silitonga, A.S., Ong, H.C. Silakhori, M., Hasan, M.H., Putra, N. ve Rahman, S.M.A., 2019. Phase change materials (PCM) for solar energy usages and storage: an overview. *Energies*, 12, 3167.
- Mohammadnejad, M.; Ghazvini, M.; Mahlia, T.M.I. ve Andriyana, A., 2011. A review on energy scenario and sustainable energy in Iran. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 15, 4652–4658.
- Mondal, S., 2008. Phase change materials for smart textiles – an overview. *Appl Therm Eng*, 28, 1536-1550.
- Mondieig, D., Rajabalee, F., Laprie, A., Oonk, H.A.J., Calvet, T. ve Cuevas-Diarte, M.A., 2003. Protection of temperature sensitive biomedical products using molecular alloys as phase change material. *Transfus Apher Sci*, 28, 143-148.
- Mulligan, J.C., 1996. Microencapsulated phase-change material suspensions for heat transfer in spacecraft thermal systems. *Journal of Spacecraft and Rockets*, 33, 278-284.
- Nelson, G., 2002. Application of microencapsulation in textiles. *Int J Pharm*, 242, 55-62.
- Nikolić, R., Marinović-Cincović, M., Gadžurić, S. ve Zsigrai, I.J., 2003. New materials for solar thermal storage—solid/liquid transitions in fatty acid esters. *Sol. Energ. Mater. Sol. C*, 79 (3), 285-292.
- Noro, M.; Lazzarin, R.M. ve Busato, F., 2014. Solar cooling and heating plants: An energy and economic analysis of liquid sensible vs. phase change material (PCM) heat storage. *Int. J. Refrig.* 39, 104–116.
- Omara, A.A. ve Abuelnour, A.A., 2019. Improving the performance of air conditioning systems by using phase change materials: a review. *Int J Energy Res.*, 43(10), 5175–98.
- Ong, H.C.; Mahlia, T.M.I. ve Masjuki, H.H., 2011. A review on emissions and mitigation strategies for road transport in Malaysia. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 15, 3516–3522.
- Oró, E., de Gracia, A., Castell, A., Farid, M.M. ve Cabeza, L.F., 2012. Review on phase change materials (PCMs) for cold thermal energy storage applications. *Appl Energy* 99, 513–533.

- Oró, E., Miró, L., Barreneche, C., Martorell, I., Farid, M.M. ve Cabeza, L.F., 2013. Corrosion of metal and polymer containers for use in PCM cold storage. *Applied Energy*. 109, 449–453.
- Paksoy, H.Ö., 2007. Thermal energy storage for sustainable energy consumption: Fundamentals, case studies and design, Springer, Dordrecht, NLD.
- Pal, D. ve Joshi, Y., 1996. Application of phase change materials for passive thermal control of plastic quad flat packages: a computational study. *Numer. Heat Transfer, Part A*, 30, 19-34.
- Pielichowska, K. ve Blazewicz, S., 2010. Bioactive polymer/hydroxyapatite (nano)composites for bone tissue regeneration. *Adv Polym Sci*, 232, 97-207.
- Pielichowska, K., Głowinkowski, S., Lekki, J., Binias, D., Pielichowski, K., ve Jenczyk, J., 2008. PEO/fatty acid blends for thermal energy storage materials. Structural/morphological features and hydrogen interactions. *Eur Polym J*, 44, 3344-3360.
- Pielichowski, K. ve Flejtuch, K., 2003a. Differential scanning calorimetry study of blends of poly(ethylene glycol) with selected fatty acids. *Macromol Mater Eng*, 288, 259-264.
- Pielichowski, K. ve Flejtuch, K., 2003b. Binary blends of polyethers with fatty acids: a thermal characterization of the phase transitions. *J Appl Polym Sci*, 90, 861-870.
- Pielichowski, K., Flejtuch, K. ve Pielichowski, J., 2004. Step-scan alternating DSC study of melting and crystallisation in poly(ethylene oxide). *Polymer*, 45, 1235-1242.
- Pincemin, S., Olives, R., Py, X. ve Christ, M., 2008. Highly conductive composites made of phase change materials and graphite for thermal storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 92, 603–613.
- Pushaw, R., 1999. Skived foam article containing energy absorbing phase change material. US patent 5955188, Outlast Technologies.
- Py, X., Olives, R. ve Mauran, S., 2001. Parafin/porous-graphite-matrix composite as a high and constant power thermal storage material. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 44, 2727–2737.
- Rathod, M.K. ve Banerjee, J., 2013. Thermal stability of phase change materials used in latent heat energy storage systems: a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 18, 246–258.
- Ravotti, R., Fellmann, O., Lardon, N., Fischer, L.J., Stamatiou, A. ve Worlitschek, J., 2019. Analysis of Bio-Based Fatty Esters PCM's Thermal Properties and Investigation of Trends in Relation to Chemical Structures. *Appl. Sci*. 9, 225.
- Regin, A.F., Solanki, S.C. ve Saini, J.S., 2008. Heat transfer characteristics of thermal energy storage systems using PCM capsules: a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 12, 2438–2458.
- Sá, A.V., Azenha, M., de Sousa, H. ve Samagaio, A., 2012. Thermal enhancement of plastering mortars with phase change materials: experimental and numerical approach. *Energy Build.*, 49, 16-27.
- Sabin, M., 2000. Gelling cold pack. US patent 6099555, Tempra Technology.
- Salaün, F., Bourbigot, S. ve Rumeau, P., 2010. Thermoregulating response of cotton fabric containing microencapsulated phase change materials. *Thermochim Acta*, 506, 82-93.

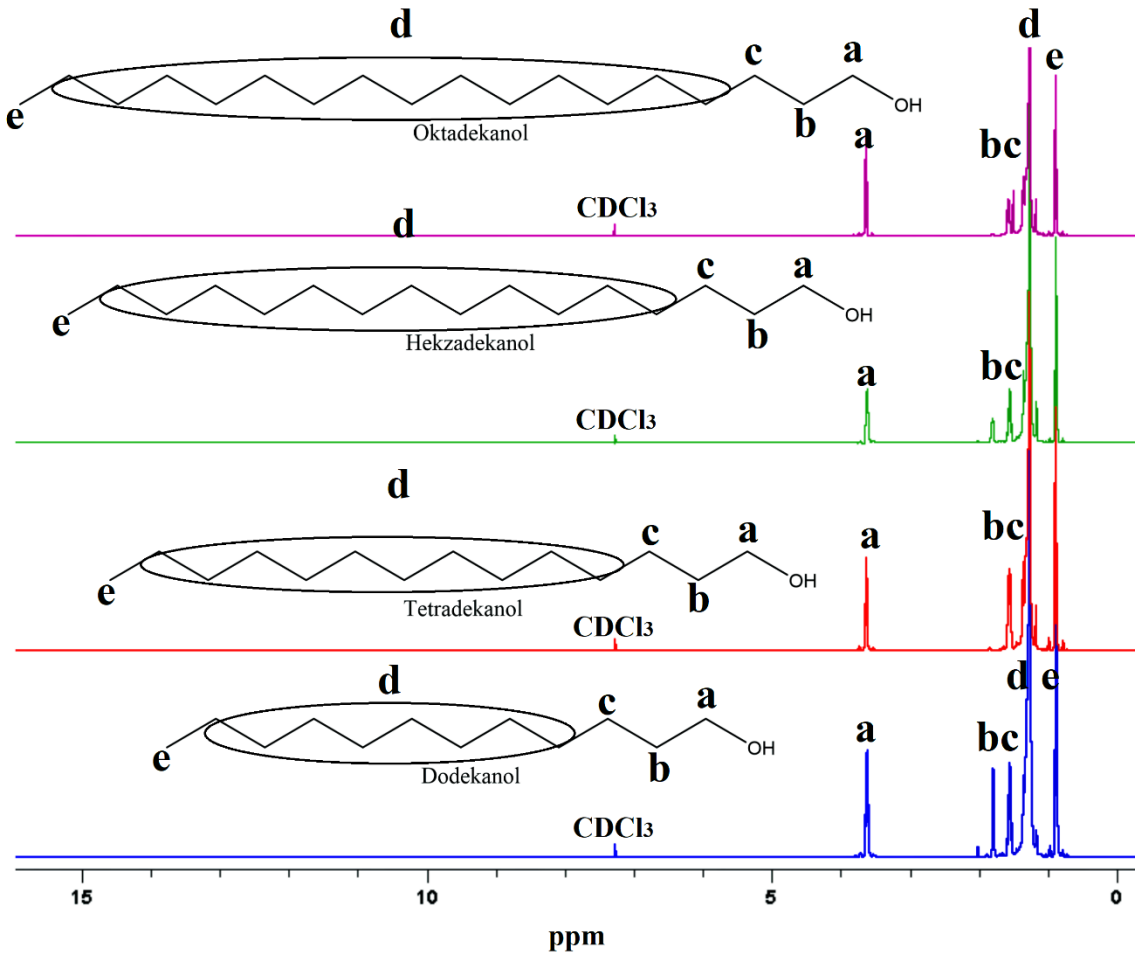
- Samimi, F., Babapoor, A., Azizi, M. ve Karimi, G., 2016. Thermal management analysis of a Li-ion battery cell using phase change material loaded with carbon fibers. *Energy*, 96, 355-371.
- Sánchez, P., Sánchez-Fernandez, M.V., Romero, Rodríguez, A., J.F. ve Sánchez-Silva, L., 2010. Development of thermo-regulating textiles using paraffin wax microcapsules. *Thermochim Acta*, 498, 16-21.
- Sarbu, I. ve Sebarchievici C., 2018. A Comprehensive Review of Thermal Energy Storage. *Sustainability*, 10(2), 191.
- Sarbu, I. ve Sebarchievici, C., 2016. *Solar Heating and Cooling: Fundamentals, Experiments and Applications*; Elsevier: Oxford, UK.
- 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.
- Sarı, A., Alkan, C. ve Bicer, A., 2013. Development, characterization, and latent heat thermal energy storage properties of neopentyl glycol-fatty acid esters as new solid-liquid PCMs. *Ind Eng Chem Res*, 52, 18269-18275.
- Sarı, A., Biçer, A. ve Karaipekli, A., 2009. Synthesis, characterization, thermal properties of a series of stearic acid esters as novel solid-liquid phase change materials. *Materials Letters*, 63, 1213-1216.
- Sarı, A., Biçer, A., Karaipekli, A., Alkan, C. ve Karadağ, A., 2010. Synthesis, thermal energy storage properties and thermal reliability of some fatty acid esters with glycerol as novel solid-liquid phase change materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 94, 1711-1715.
- Sarı, A., Sari, H. ve Onal, A., 2004. Thermal properties and thermal reliability of eutectic mixtures of some fatty acids as latent heat storage materials, *Energ. Convers. Manage.* 45 (3), 365-376.
- Sarı A., 2012. Thermal energy storage properties of mannitol-fatty acid esters as novel organic solid-liquid phase change materials. *Energy Conversion and Management*, 64, 68-78.
- Sarı, A ve Karaipekli, A., 2007. Thermal conductivity and latent heat thermal energy storage characteristics of paraffin/expanded graphite composite as phase change material. *Appl Therm Eng*, 27, 1271-1277.
- Sarı, A., Bicer, A., Lafcı, O. ve Ceylan, M., 2011a. Galactitol hexa stearate and galactitol hexa palmitate as novel solid-liquid phase change materials for thermal energy storage. *Sol. Energy*, 85, 2061-2071.
- Sarı, A., Biçer, A. ve Karaipekli, A., 2009. Synthesis, characterization, thermal properties of a series of stearic acid esters as novel solid-liquid phase change materials *Mater. Lett.*, 63 (13-14), 1213-1216.
- Sarı, A., Biçer, A., Karaipekli, A ve Karadağ, A., 2010. Synthesis, thermal energy storage properties and thermal reliability of some fatty acid esters with glycerol as novel solid-liquid phase change materials *Sol. Energ. Mater. Sol. C*, 94 (10), 1711-1715.
- Sarı, A., Eroglu, R., Bicer, A. ve Karaipekli, A., 2011b. Synthesis and thermal energy storage properties of erythritol tetrastearate and erythritol tetrapalmitate. *Chem. Eng. Technol.*, 34, 87-92.
- Sarıer, N ve Onder, E., 2012. Organic phase change materials and their textile applications: an overview. *Thermochim. Acta*, 540, 7-60.

- Sarier, N., Onder, E., Ozay, S. ve Ozkilic, Y., 2011. Preparation of phase change material–montmorillonite composites suitable for thermal energy storage. *Thermochim Acta*, 524, 39-46.
- Schossig, P., Henning, H., Gschwander, S. ve Haussmann, T., 2005. Micro-encapsulated phase-change materials integrated into construction materials. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 89, 297-306.
- Searle, M., 2003. Device for the heating of products. PCT patent application WO03007767A1, Thermotic Developments Limited.
- Seeniraj, R.V. ve Narasimhan, N.L., 2008. Performance enhancement of solar dynamic LHTS module having both fins and multiple PCM. *Solar Energy*, 82, 535–542.
- Sengupta, S., 1991. Microencapsulated phase change material slurry heat sinks. US patent 5007478, University of Miami.
- Sharma, A., Tyagi, V.V., Chen, C.R. ve Buddhi, D., 2009. Review on thermal energy storage with phase change materials and applications. *Renew. Sust. Energ. Rev.*, 13, 318–345.
- Sharma, R.K.; Ganesan, P.; Tyagi, V.V.; Metselaar, H.S.C. ve Sandaran, S.C., 2015. Developments in organic solid–liquid phase change materials and their applications in thermal energy storage. *Energy Convers. Manag.*, 95, 193–228.
- Sharma, S.D. ve Sagara, K., 2005. Latent heat storage materials and systems: a review. *International Journal of Green Energy*, 2, 1-56.
- Sharma, S.D., 1999. Study of thermal energy storage in phase change materials for low temperature solar applications. (Ph. D. Diss.), Devi Ahilya University, Indore, India.
- Shi, H., Li, J., Jin, Y., Yin, Y. ve Zhang, X., 2011. Preparation and properties of poly(vinyl alcohol)-g-octadecanol copolymers based solid–solid phase change materials. *Materials Chemistry and Physics*, 131, 108–112.
- Shin, Y., Son, K. ve Yoo, D.I., 2010. Development of natural dyed textiles with thermo-regulating properties. *Thermochim Acta*, 511, 1-7.
- Shin, Y., Yoo, D.I. ve Son K., 2005a. Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). IV. Performance properties and hand of fabrics treated with PCM microcapsules. *J Appl Polym Sci*, 97, 910-915.
- Shin, Y., Yoo, D.I. ve Son, D., 2005b. Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). II. Preparation and application of PCM microcapsules. *J Appl Polym Sci*, 96, 2005-2010.
- Shukla, A., Buddhi, D., Sharma, S ve Sagara, K., 2003. Accelerated thermal cycle test of erythritol for the latent heat storage application. In: *Proceedings of the EM4 Indore workshop IEA ECES IA annex*; 21–24.
- Silva, T., Vicente, R. ve Rodrigues, F., 2016. Literature review on the use of phase change materials in glazing and shading solutions. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 53, 515-535.
- Su, W.; Darkwa, J. ve Kokogiannakis, G. 2015. Review of solid–liquid phase change materials and their encapsulation technologies. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 48, 373–391.
- Tang, Y., Lin, Y., Jia, Y. ve Fang, G., 2017. Improved thermal properties of stearyl alcohol/high density polyethylene/expanded graphite composite phase change materials for building thermal energy storage. *Energy Build.*, 153, pp. 41-49.

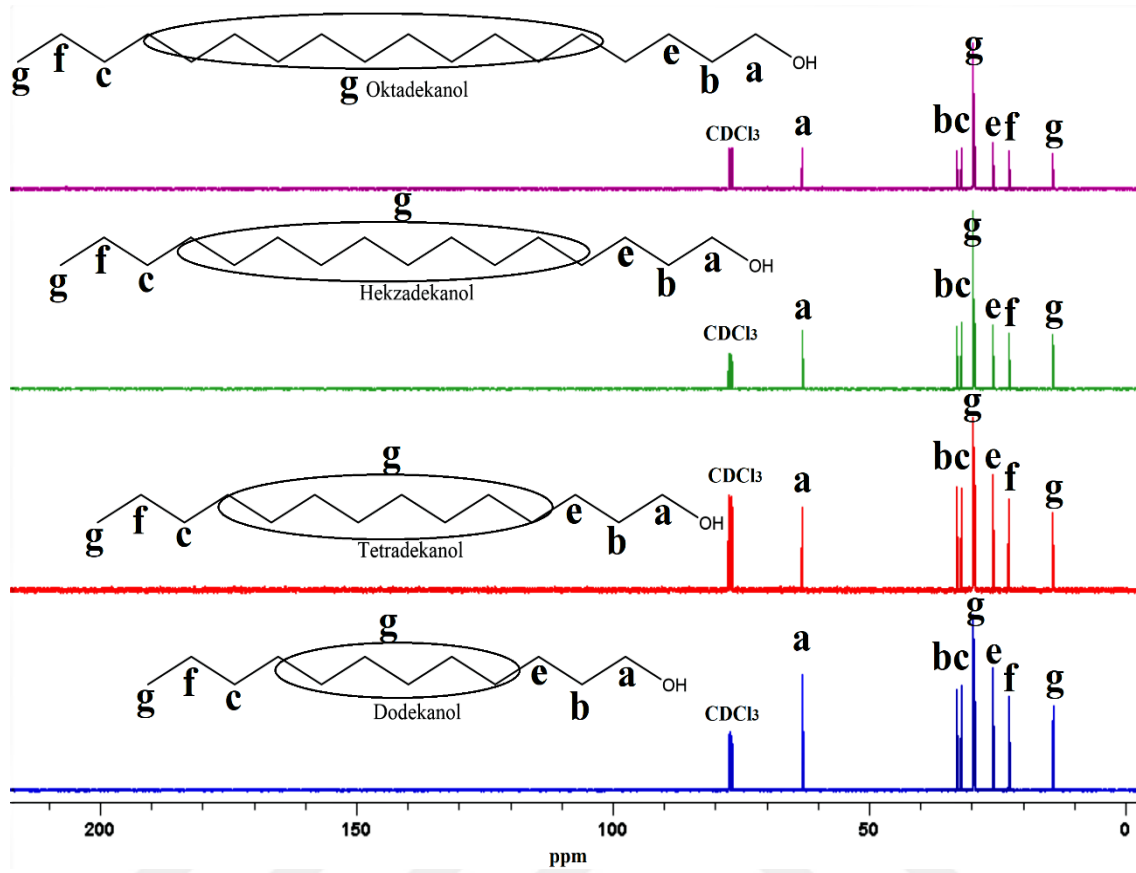
- Tay, N.H.S., Bruno F. ve Belusko, M., 2013. Comparison of pinned and finned tubes in a phase change thermal energy storage system using CFD. *Applied Energy*, 104, 79–86.
- Tian, Y. ve Zhao, C.Y., 2013. A review of solar collectors and thermal energy storage in solar thermal applications. *Appl. Energy*, 104, 538–553.
- Tong, W. ve Tong, A., 2015. Solar-absorbing metamaterial microencapsulation of phase change materials for thermo-regulating textiles. *Int. J. Smart Nano Mater.*, 6 (2), 105-112.
- Vasiliev, L.L., Burak, V.S., Kulakov, A.G., Mishkinis, D.A. ve Bohan, P.V., 2000. Latent heat storage modules for preheating internal combustion engines: application to a bus petrol engine. *Appl. Thermal Eng.*, 20, 913-923.
- Vigo, T.L. ve Bruno, J., 1989. Improvement of various properties of fiber surfaces containing crosslinked polyethylene glycols. *J Appl Polym Sci*, 37, 371-379.
- Vigo, T.L. ve Bruno, J., 1993. *Fibers with multifunctional properties: a historic approach*. Marcel Dekker, Inc.
- Vigo, T.L. ve Frost, C.M., 1982. Temperature-sensitive hollow fibers containing phase change salts. *Text Res J*, 52, 633-637.
- Vigo, T.L. ve Frost, C.M., 1983. Temperature-adaptable hollow fibers containing polyethylene glycols. *J Coated Fabrics*, 12, 243-254.
- Vigo, T.L., 1997. Intelligent fibers substrates with thermal and dimensional memories. *Polym Adv Technol*, 8, 281-288.
- Voelker, C., Kornadt, O. ve Ostry, M., 2008. Temperature reduction due to the application of phase change materials. *Energy Build.*, 40, 937-944.
- Wang, C., Hossain, M., Ma, L., Ma, Z., Hickman, J.J. ve Su, M., 2010. Highly sensitive thermal detection of thrombin using aptamer-functionalized phase change nanoparticles. *Biosens Bioelectron*, 26, 437-443.
- Wang, S.X., Li, Y., Hu, J.Y., Tokura, H. ve Song, Q.W., 2005. Effect of phase-change material on energy consumption of intelligent thermal-protective clothing. *Polym Test*, 25, 580-587.
- Waqas, A. ve Ud Din, Z., 2013. Phase change material (PCM) storage for free cooling of buildings-a review. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 18, 607-625.
- Whitney, R., Colvin, V., Colvid, D. ve Mulligan, J., 1992. Two component cutting/cooling fluids for high speed machining. US patent 5141079, Triangle Research and Development Corporation.
- Wu, W., Liu, N., Cheng, W. ve Liu, Y., 2013. Study on the effect of shape-stabilized phase change materials on spacecraft thermal control in extreme thermal environment. *Energy Convers. Manag.*, 69, 174-180.
- Xi, P., Duan, Y., Fei, P., Xia, L., Liu, R., ve Cheng, B., 2012. Synthesis and thermal energy storage properties of the polyurethane solid–solid phase change materials with a novel tetrahydroxy compound. *European Polymer Journal*, 48, 1295–1303.
- Yimer, B. ve Adami, M., 1997. Parametric study of phase change thermal energy storage systems for space application. *Energy Convers. Manag.*, 38, 253-262.
- Yuan, Y., Zhang, N., Tao, W., Cao, X. ve He, Y., 2014. Fatty acids as phase change materials: A review. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 29, 482–498.
- Zalba, B., Marin, J.M., Cabeza, L.F. ve Mehling, H., 2003. Review on thermal energy storage with phase change: materials, heat transfer analysis and applications. *Applied Thermal Engineering*, 23, 251-283.

- Zeinelabdein, R., Omer, S. ve Gan, G., 2018. Critical review of latent heat storage systems for free cooling in buildings. *Renew Sustain Energy Rev*, 82, 2843-2868.
- Zeng, R.L., Wang, X., Di, H.F., Jiang, F. ve Zhang, Y.P., 2011. New concepts and approach for developing energy efficient buildings: ideal specific heat for building internal thermal mass. *Energy Build.*, 43, 1081-1090.
- Zhang, H., Sun, D., Wang, Q, Guo, J. ve Gong, Y., 2014. Synthesis and characterization of polyethylene glycol acrylate crosslinking copolymer as solid-solid phase change materials. *J Appl Polym Sci*, 131(6), 1-6.
- Zhang, H., Yang, S., Liu, H., Fang, Y., Jiang, S., Guo, J. ve Gong, Y., 2013. Preparation of PNHMPA/PEG interpenetrating polymer networks gel and its application for phase change fibers. *J Appl Polym Sci*, 129, 1563-1568.
- Zhang, X., 2001. Heat-storage and thermo-regulated textiles and clothing, Smart fibres, fabrics and clothing, Woodhead Publishing Ltd and CRC Press LLC, Cambridge.
- Zhang, Z., Zhang, X., Shi, H., Li, W. ve Meng, J., 2016. Thermo-regulated sheath/core submicron fiber with poly(diethylene glycol hexadecyl ether acrylate) as a core. *Text. Res. J.*, 86, 493-501.
- 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. *Exp. Therm. Fluid Sci.*, 82, 182-188.
- Zhou, D., Zhao, C.Y. ve Tian, Y., 2012. Review on thermal energy storage with phase change materials (PCMs) in building applications. *Applied Energy*. 92, 593-605.
- Zubkova, N.S., 1995. Phase change technology outlasts lofted fabrics. *Tech Text Int*, 4, 28-29.
- Zuo, J., Li, W. ve Weng, L., 2011. Thermal performance of caprylic acid/1-dodecanol eutectic mixture as phase change material (PCM). *Energy and Buildings*, 43, 207-210.

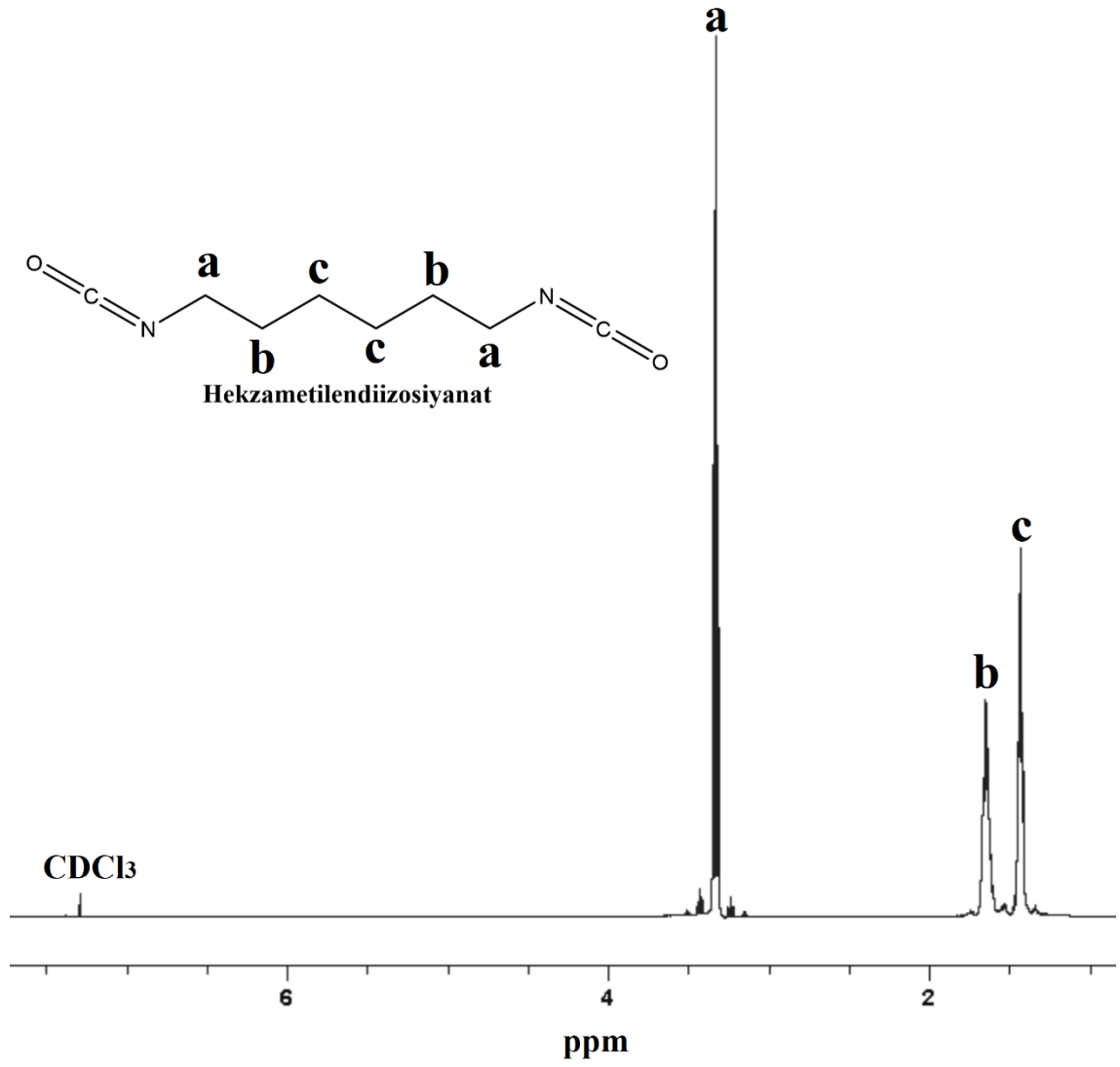
7. EKLER



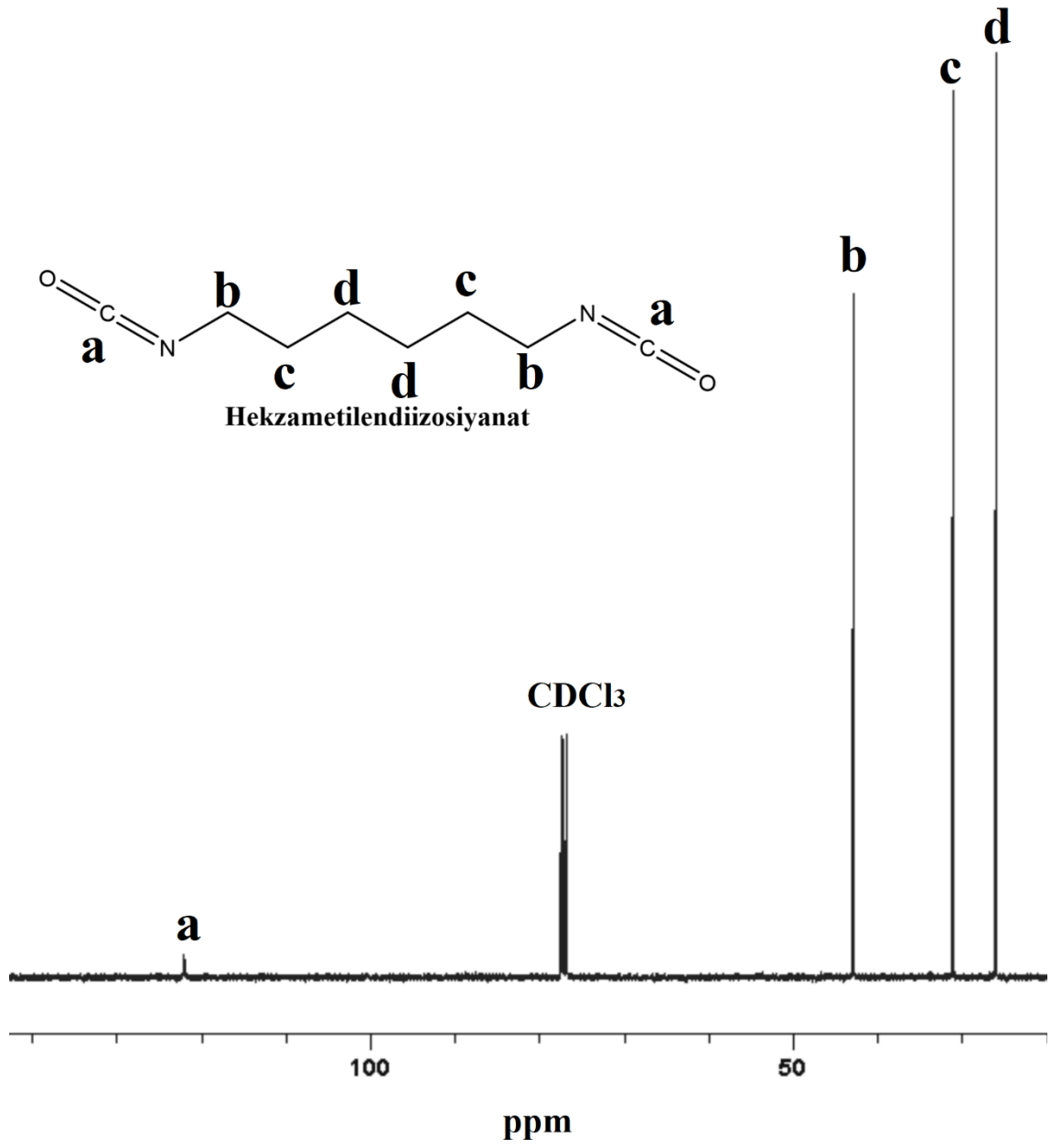
Şekil Ek 1. Yağ alkollerinin ^1H -NMR spektrumları



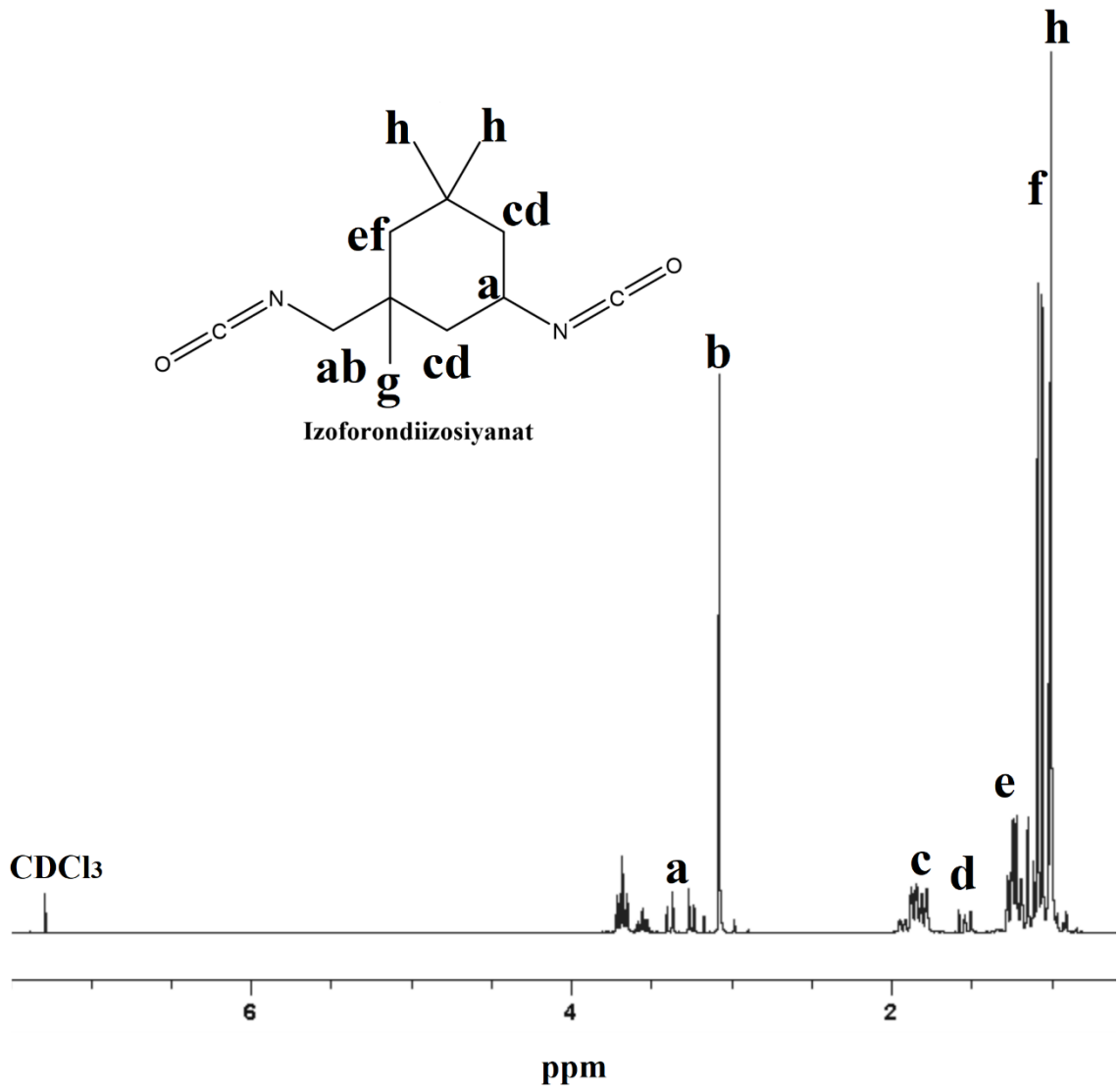
Şekil Ek 2. Yağ alkollerinin ^{13}C -NMR spektrumları



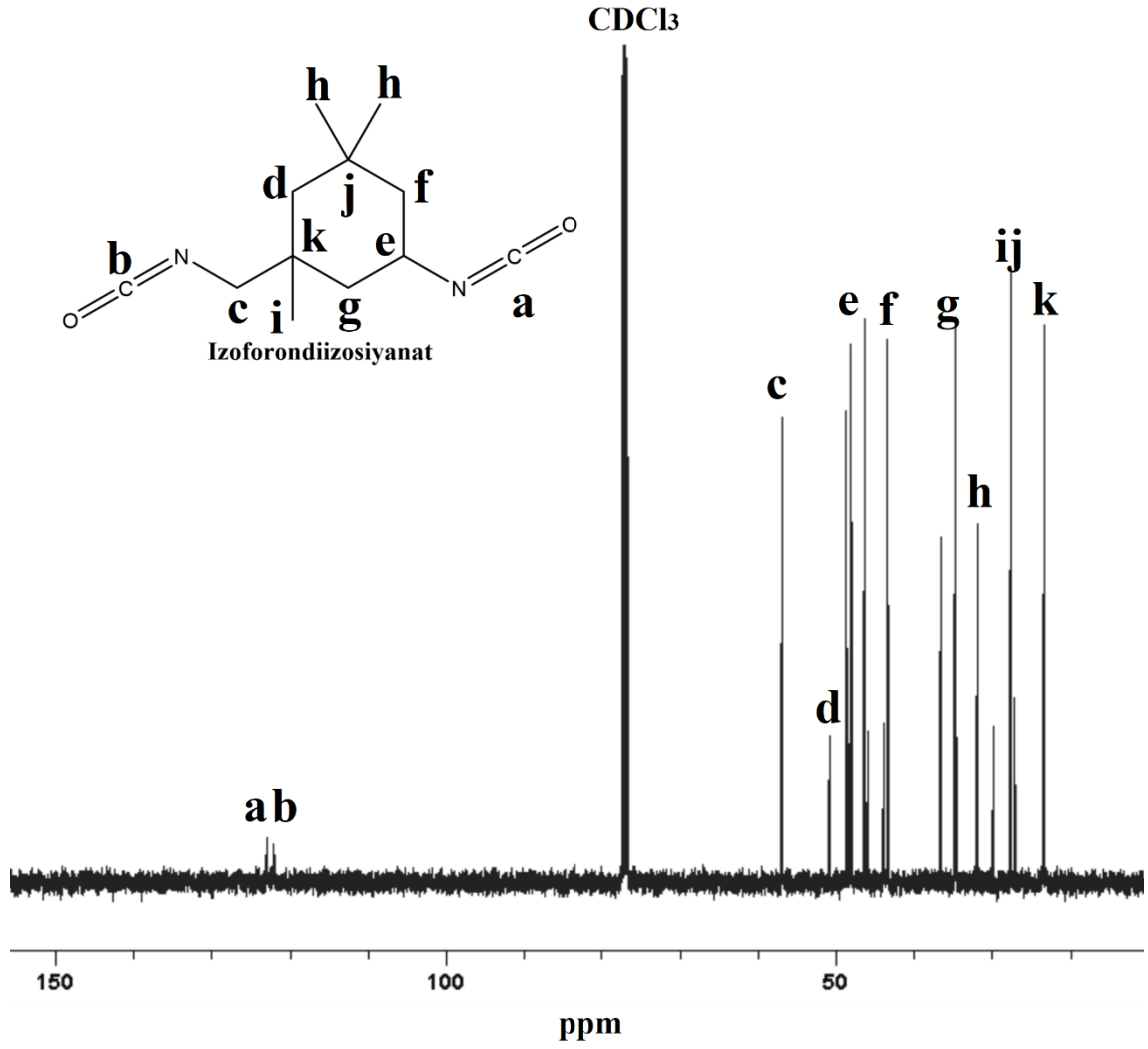
Şekil Ek 3. HMDI'nin ¹H-NMR spektrumu



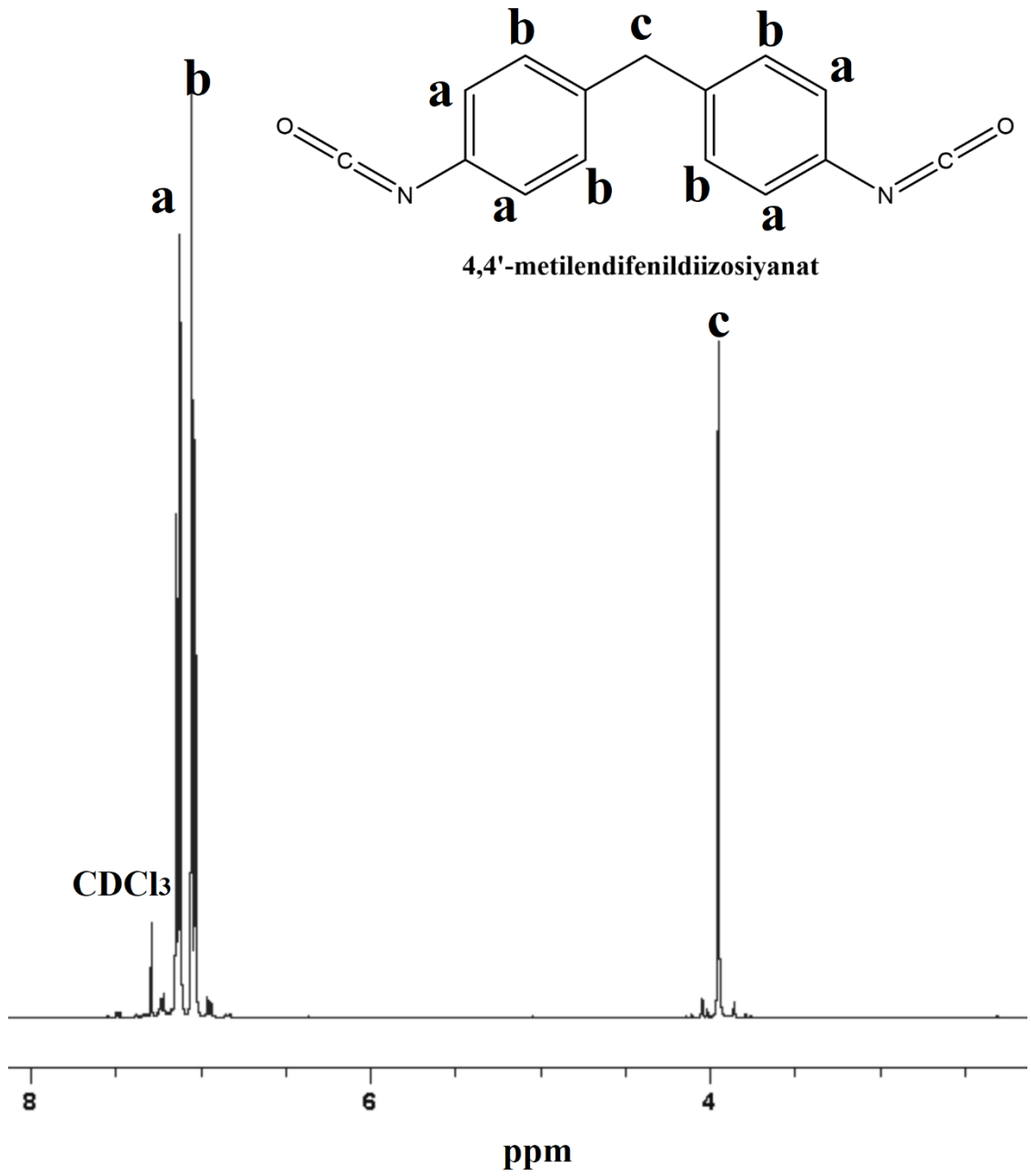
Şekil Ek 4. HMDI'nin ^{13}C -NMR spektrumu



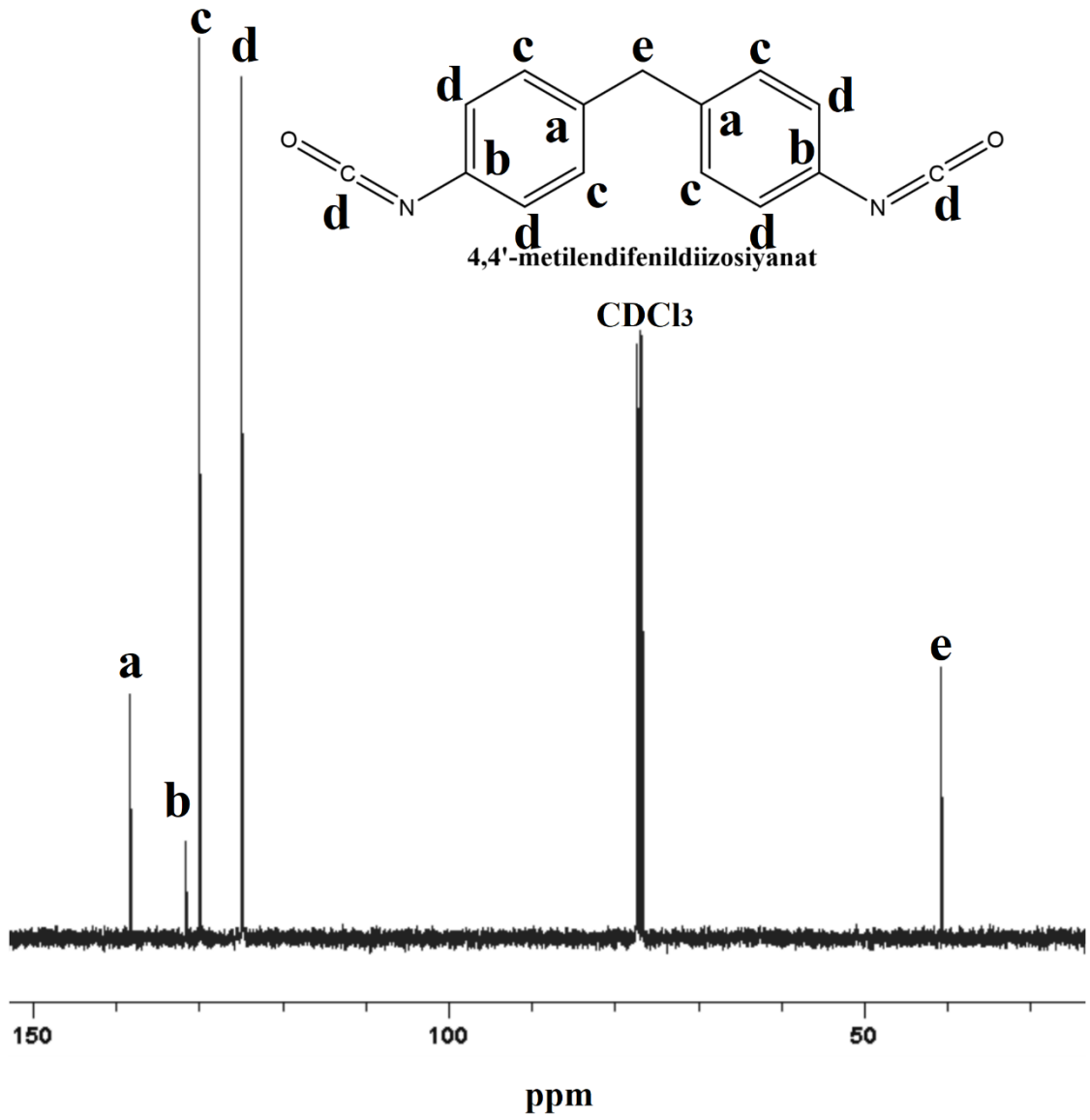
Şekil Ek 5. IPDI'nin ¹H-NMR spektrumu



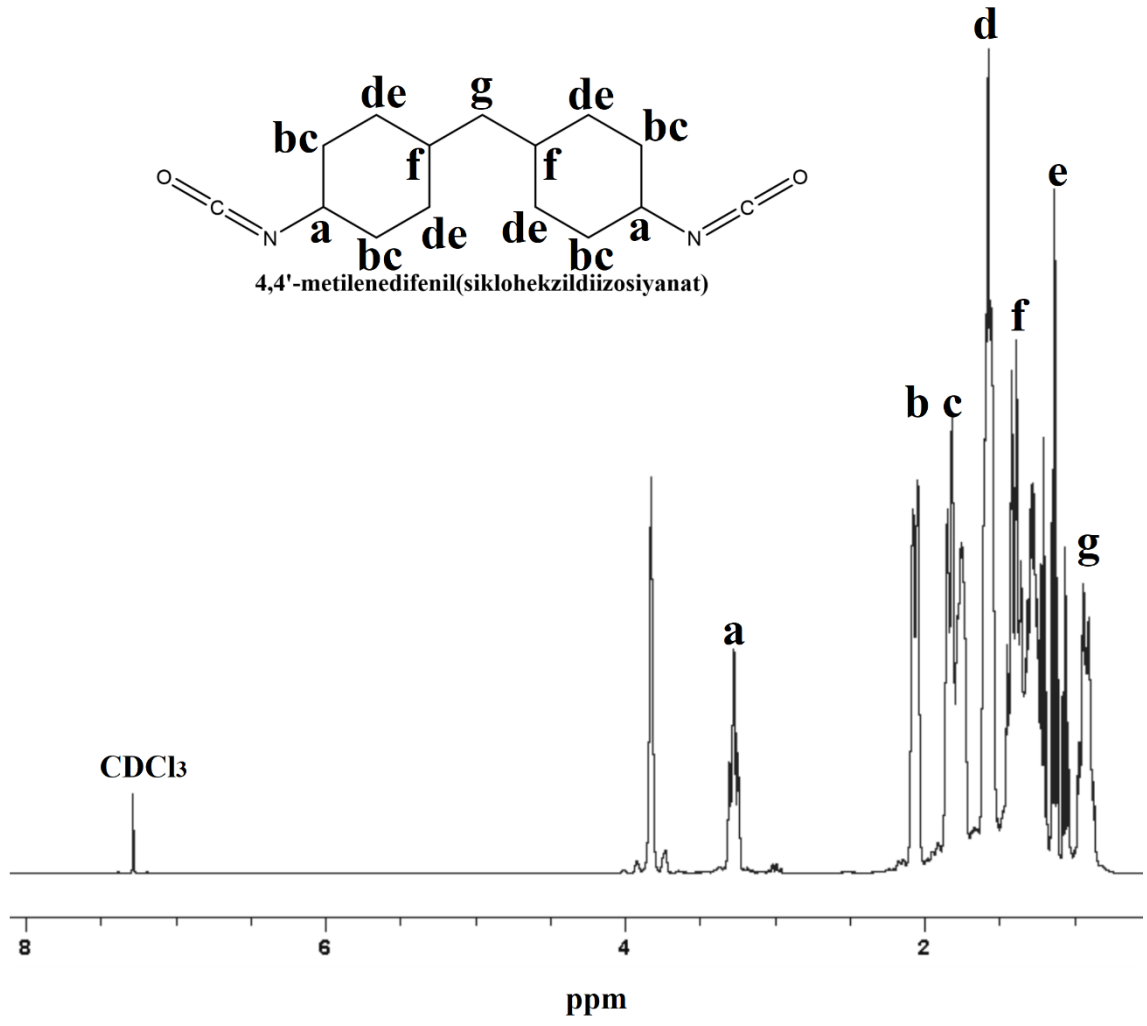
Şekil Ek 6. IPDI'nin ¹³C-NMR spektrumu



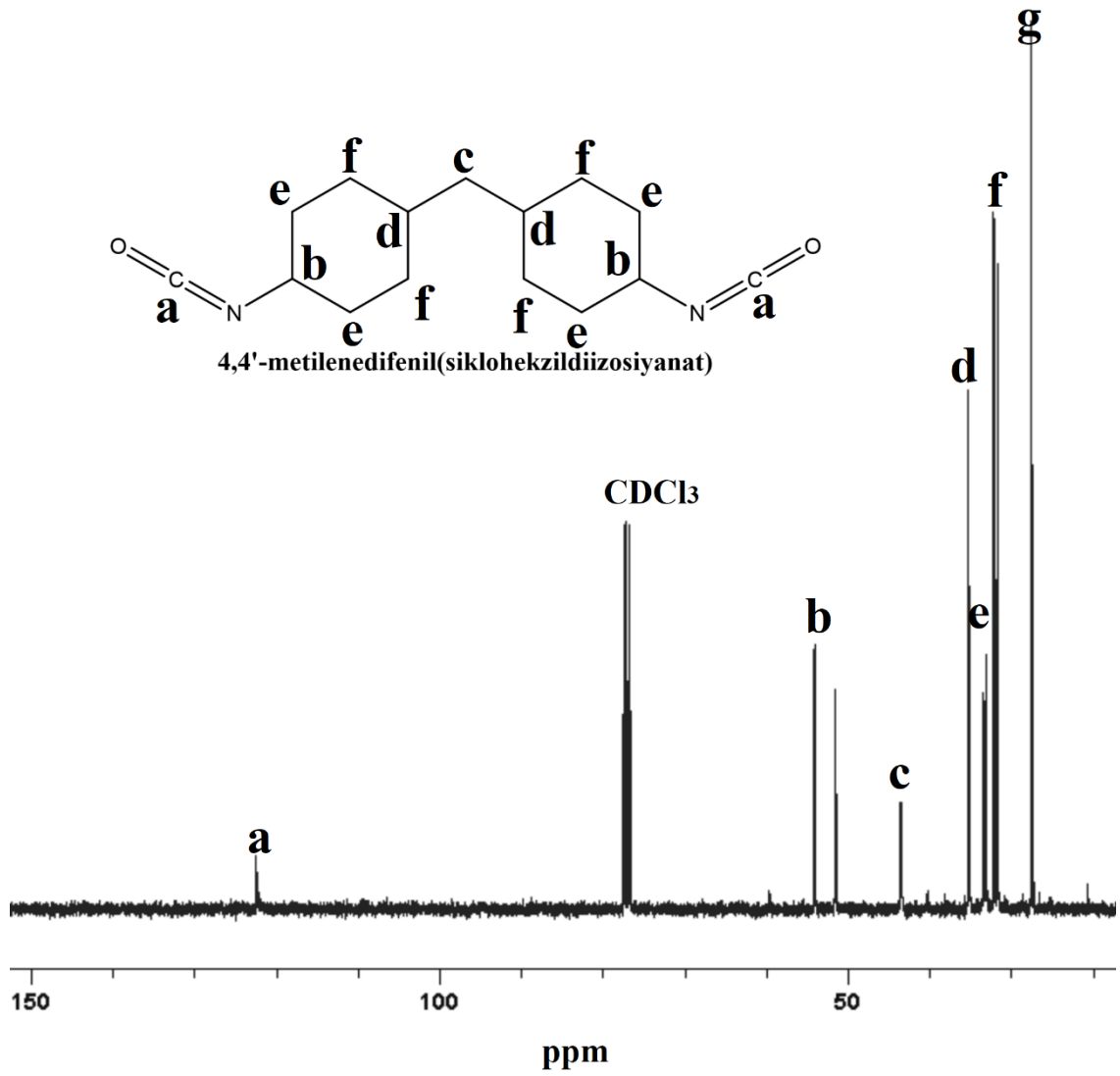
Şekil Ek 7. MDI'nin ¹H-NMR spektrumu



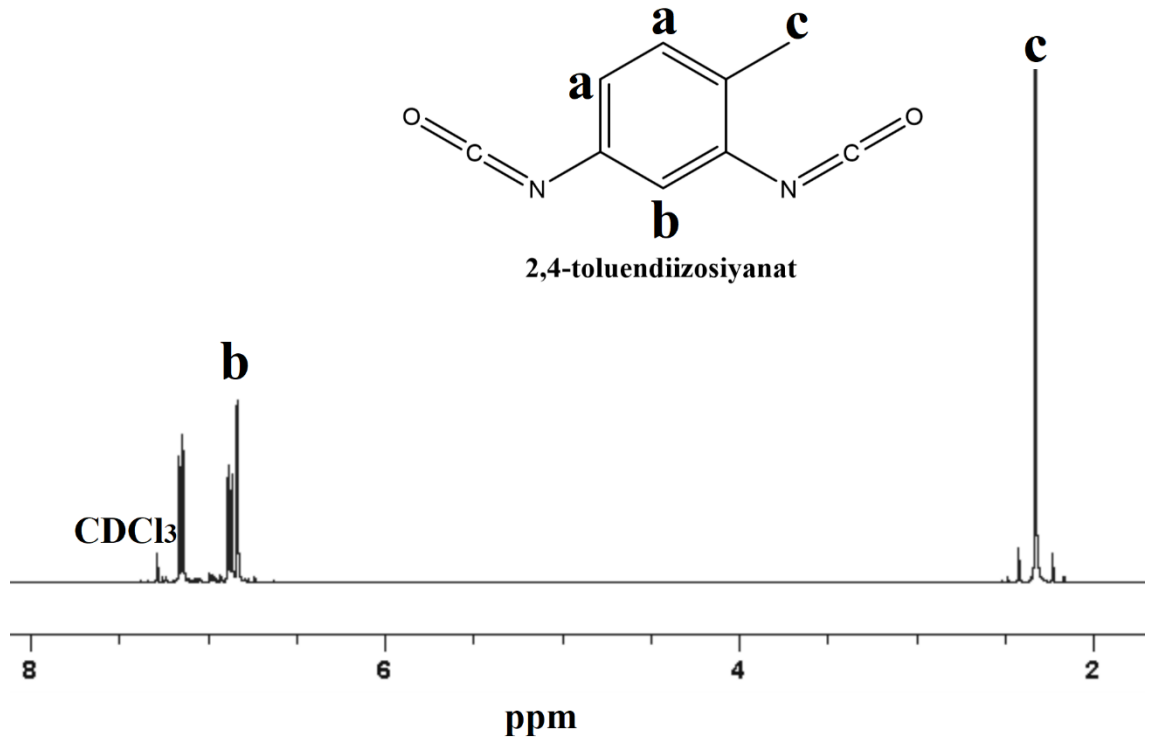
Şekil Ek 8. MDI'nin ¹³C-NMR spektrumu



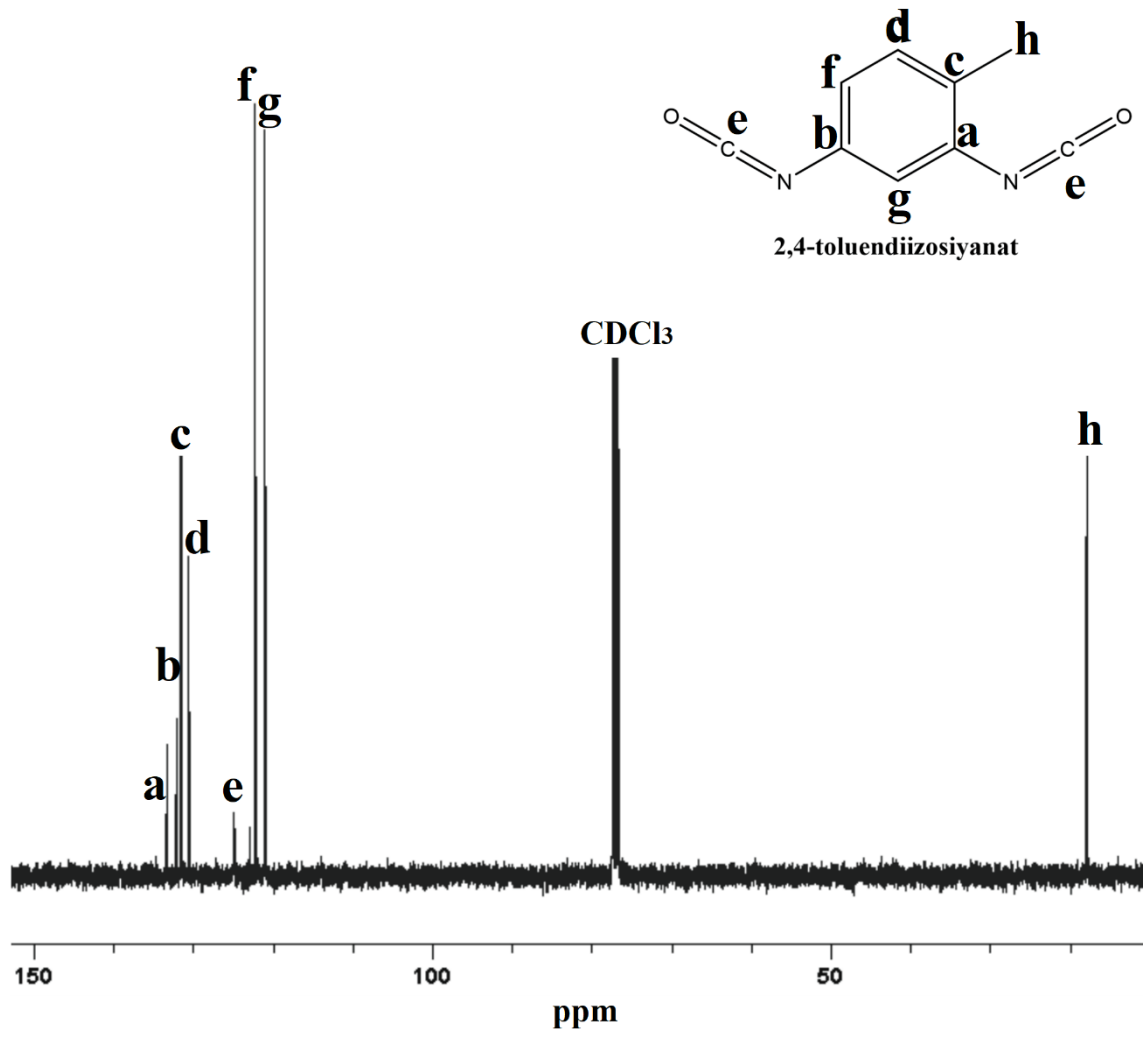
Şekil Ek 9. MCI'nin ^1H -NMR spektrumu



Şekil Ek 10. MCI'nin ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil Ek 11. TDI'nin ^1H -NMR spektrumu



Şekil Ek 12. TDI'nin ^{13}C -NMR spektrumu

8. ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı: Ömer Faruk ENSARİ

Doğum Tarihi ve Yer: BATMAN, 01.04.1984

Medeni Hali: Evli

Yabancı Dili: İngilizce

Telefon: 0 506 411 1494

e-mail: faruk.ensari@gop.edu.tr, farukensari@hotmail.com

Eğitim Bilgileri

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi	2010
Lisans	Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi	2008
Lise	Esenyurt Anadolu Lisesi	2003

İş Deneyimi

İş Yeri	Görevi	Yılı
Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi	Laborant	2016-
Amasya Üniversitesi	Öğretim Görevlisi	2012-2016

Sertifikalar

PERKİN ELMER, PERKİN ELMER ICP-OES OPTIMA-8000 cihazı yazılım donanım ve kullanıcı eğitim sertifikası, (09-10.12.2013)

PRİZMA, Thermo Pico Real cihazı kullanıcı eğitim sertifikası, (07.11.2013)

PRİZMA, TECHNE PCR cihazı kullanıcı eğitim sertifikası, (07.11.2013)

PRİZMA, THERMO MULTISCAN GO kullanıcı sertifikası, (07.11.2013)

SEM, Agilent 7890B GC-5977 MSD cihazı yazılım donanım ve kullanıcı eğitim sertifikası, (20-22.08.2013)

DOLUNAY, LECO TRUSPEC MICRO CHNS cihazı kullanım VE KALİBRASYON EĞİTİM sertifikası, (06.09.2013)

TETRA, BERGHOF SPEEDWAVE TWO mikrodalga cihazı kullanım sertifikası, (14.11.2013)

ANT TEKNİK, Shimadzu HPLC Kullanıcı eğitim sertifikası, (02.10.2013)

SPEKROTEK, AB SCIEX 3200 LC-MS/MS sistemi, bileşenleri ve temel kullanımı, (03-05.06.2013)

QIAGEN, SABioscience Real Time PCR Tabanlı Gen Ekspresyonu, Mutasyon ve Metilasyon Profillemeye Sertifikası

Yayınlar

Alkan, C., Günther E., Hiebler S., Ensari, Ö.F. ve Kahraman, D., (2012). Polyethylene Glycol-Sugar Composites as Shape Stabilized Phase Change Materials for Thermal Energy Storage. *Polymer Composites*, 33, 10, 1728-1736,

Alkan, C., Ensari, Ö.F. ve Kahraman, D., (2012). Poly(2-alkyloxyethylacrylate) and Poly(2-alkyloxyethylacrylate-co-methylacrylate) Comblike Polymers as Novel Phase-Change Materials for Thermal Energy Storage. *Journal Of Applied Polymer Science*, 126, 2, 631-640.

Alkan, C., Gunther, E., Hiebler, S., Ensari Ö.F. ve Kahraman, D., (2012). Polyurethanes as solid-solid phase change materials for thermal energy storage. *Solar Energy*, 86, 6, 1761-1769,

Bildiriler

Ensari, Ö.F. ve Alkan, C., (2010). Katı- Katı Faz Değişim Malzemesi Olarak Poli(metilakrilat-ko-alkilolakrilat) Kopolimerlerinin Sentezlenmesi, Karakterizasyonu ve Isıl Performanslarının Belirlenmesi. 3. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Kocaeli, Türkiye, 12-14 Mayıs.

Ensari, Ö.F. ve Alkan, C., (2010). Cemil Alkan. Katı- Katı Faz Değişim Malzemesi Olarak Bazı Akrilik Esaslı Polimerlerin Sentezlenmesi, Karakterizasyonu ve Isıl Performanslarının Belirlenmesi. 3. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Kocaeli, Türkiye, 12-14 Mayıs.

Kahraman, D., Ensari, Ö.F., Taş, A. ve Alkan, C., (2012). Isıl Enerji Depolama Maddesi Olarak Poli(miristiloksietilmetakrilat-ko-metilakrilat) Kopolimerlerinin Sentezi ve

GPC Yöntemi ile Molekül Ağırlıklarının Belirlenmesi. Kromatografi 2012, Tokat, Türkiye, 06-09 Haziran.

Ensari, Ö.F., Kahraman, D., Arslan, A. ve Alkan, C., (2012). Poli(palmitoiloksietilmetakrilat-ko-metilakrilat) Kopolimerlerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Faz Değişim Yoluyla Enerji Depolama Özelliklerinin Belirlenmesi. Kromatografi 2012, Tokat, Türkiye, 06-09 Haziran.

Anayurt, R.A., Ensari, Ö.F., Kahraman, D., Çoban, H. ve Alkan, C., (2012). Isıl Enerji Depolama Özellikli Katı-Katı Faz Değişim Maddesi Olarak Poli(stearoiloksietilmetakrilat-ko-metilakrilat) Kopolimerlerinin Sentezlenmesi ve Yapı Tayininin Yapılması. Kromatografi 2012, Tokat, Türkiye, 06-09 Haziran.

Ensari, Ö.F., Kahraman, D. ve Alkan, C., (2012). Poli(polietilen glikol monometileter akrilat-ko-metilakrilat) ve Poli(polietilen glikol monometileter akrilat-ko-metilmetakrilat) Kopolimerlerinin Isıl Enerji Depolama Amaçlı Katı-Katı Faz Değişim Malzemeleri Olarak Hazırlanması. 4. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Çanakkale, Türkiye, 5-8 Eylül.

Çoban, H., Kahraman, D., Alkan, C. ve Ensari, Ö.F., (2012). Poli(miristoiloksietilmetakrilat-ko-metilmetakrilat) Kopolimerlerinin Katı- Katı Faz Değişim Maddeleri Olarak Sentezi, Karakterizasyonu ve Isıl Performanslarının Belirlenmesi. 4. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Çanakkale, Türkiye, 5-8 Eylül.

Ensari, Ö.F., Kahraman, D. ve Alkan, C., (2012). Katı-Katı Faz Değişim Maddesi Olarak Poli(stearoiloksietilmetakrilat-kometilmetakrilat) Kopolimerlerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Isıl Enerji Depolama Özelliklerinin Belirlenmesi. 4. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Çanakkale, Türkiye, 5-8 Eylül.

Anayurt, R.A., Kahraman, D., Alkan, C. ve Ensari, Ö.F., (2012). Katı-Katı Faz Değişimi Yoluyla Isıl Enerji Depolayan Akrilik Esaslı Polimerlerin Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu. 4. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Çanakkale, Türkiye, 5-8 Eylül.

Ensari, Ö.F., Döğüşçü, D.K. ve Alkan, C., (2014). Bazı Akrilik Esaslı Polimerlerde Yapı Özellik İlişkisinin Katı-Katı Faz Değişim Yoluyla Enerji Depolama Üzerine Etkisinin İncelenmesi. 5. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi, Tokat, Türkiye, 1-4 Eylül.

Alkan, C. Ve Ensari Ö.F., (2011). Synthesis and Characterization of Poly(2-alkyloxyethylacrylate-co-methylmethacrylate)s as Solid-Solid Phase Change Materials for Thermal Energy Storage. European Polymer Congress. Granada/Spain, 26 June-1 July.

Ertuğral, T.G., Ensari, Ö.F. ve Alkan, C., (2011). Synthesis and Characterization of Poly(fatty alkyloxyethylacrylate-co-methylmethacrylate) as Solid-Solid Phase Change Materials for Thermal Energy Storage. European Polymer Congress, Granada/Spain, 26 June-1 July.

Ensari Ö.F. ve Alkan, C., (2014). Synthesis and Characterization of Poly(alkyloxyethylacrylate-co-methacrylate) as solid phase change materials for thermal energy storage. 27th International Symposium on Polymer Analysis and Characterization, Les Diablerets/Switzerland, 16-18 June.

Ensari, Ö.F. ve Alkan, C., (2015). Glauber Salt Charged Superabsorbents As Thermal Energy Storage Materials. Fourth International Symposium Frontiers in Polymer Science, Riva del Garda/Italy, 20-22 May.

Ensari, Ö.F. ve Alkan, C., (2017). Solid-Solid Phase Change Materials for Thermal Energy Storage. Innovative Thermal Energy Storage Systems (INOTES) Symposium and Workshop, Tokat/Turkey, 27-28 March.

Ensari Ö.F., Döğüşçü, D.K. ve Alkan, C., (2017). Synthesis and Characterisation of Poly(styrene-co-divinyl benzene-co-methacrylic acid)/n-octadecane Microencapsules for Thermal Comfort Property Development in Textiles. Innovative Thermal Energy Storage Materials (INOTES) Symposium and Workshop, Tokat/Turkey, 27-28 March.