



# ISIL ENERJİ DEPOLAMA UYGULAMALARI İÇİN BİYOBOZUNUR ESASLI FAZ DEĞİŞTİREN MADDE/ÇAM KOZALAĞI KOMPOZİTLERİNİN ÜRETİLMESİ

Yeliz KONUKLU<sup>1,2\*</sup> 

<sup>1</sup>Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Kimya Bölümü, 51240, Niğde Türkiye

<sup>2</sup>Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Nanoteknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, 51240, Niğde Türkiye

## ÖZET

Bu çalışmada ısı enerjisi depolama özellikli ve biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitleri doğrudan emdirme yöntemi kullanılarak hazırlanmış ve analiz edilmiştir. Miristik asit ve palmitik asit FDM, doğal çam kozalağı kompozit matrisi olarak kullanılmıştır. Üretilen kompozit malzemelerin morfolojik, termal ve kimyasal yapısını incelemek için sırasıyla; taramalı elektron mikroskobu (SEM), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektroskopisi (FTIR) kullanılmıştır. Üretilen kompozitlerin termal dayanımı 100°C’de test edilmiştir. DSC analizleri sonucunda üretilen miristik asit ve palmitik asit kompozitlerin erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitelerinin sırasıyla 51,82°C: 74,60J/g ve 59,36°C: 71,22J/g olduğu belirlenmiştir. Tüm analiz sonuçlarına göre üretilen FDM/çam kozalağı kompozitlerinin ısı enerjisi depolama uygulamaları için uygun bir enerji depolama materyali olduğu belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Faz değıştiren maddeler, Termal enerji depolama, Çam kozalağı, Biyobozunur kompozit

## PREPERATION OF BIODEGRADABLE BASED PHASE CHANGE MATERIAL/PINE CONE COMPOSITES FOR THERMAL ENERGY STORAGE APPLICATIONS

### ABSTRACT

In this research biodegradable phase change materials (PCMs)/pine cone composites were prepared and characterized. Myristic acid and palmitic acid were used as PCMs. Natural pine cone was used as a matrix. In order to analyse the morphology, thermal performance and chemical properties of composites, scanning electron microscopy (SEM), differential scanning calorimetry (DSC) and Fourier transformed infrared spectroscopy (FTIR) were used. Thermal resistance of the prepared composites was analysed at 100 °C. The experimental results show that PCM/pine cone composites were fabricated successfully. By the DSC analyses; the melting temperatures and latent heat storage capacities of myristic acid and palmitic acid composites were found to be 51.82 °C, 74.60 J/g and 59.36 °C, 71.22 J/g. Based on all analyses results, it can be recommended that PCM/pine cone composites are promising energy storage materials for thermal energy storage applications.

**Keywords:** Phase change material, Thermal energy storage, Pine cone, Biodegradable composites

## 1. GİRİŞ

Faz Değiştiren Maddeler (FDM), termal enerjiyi gizli ısı olarak depolayan maddelerdir. Birçok uygulamada ısıtma ve soğutma yükünün azaltılması amacı ile FDM’lerden yararlanılmaktadır. FDM’lerin kullanımı ile sıcaklık artışı ile fazla ısının depolanması, sıcaklık düşüşü ile depolanan ısının ortama geri verilmesi sonucu uygulama ortamının sabit bir sıcaklık aralığında kalması sağlanabilir. Çevreci özellikleri dikkate alındığında stearik asit, laurik asit, palmitik asit ve miristik asit gibi yağ asitlerinin FDM olarak kullanımı birçok kompozit hazırlama çalışmasında tercih edilmiştir [1]. FDM tercihi faz değışim sıcaklığı ve gizli ısı depolama kapasitesine göre seçilmektedir. Yağ asitleri termal enerji depolama (TED) uygulamalarında saf olarak kullanılmasının yanı sıra yağ asitlerinin ötektik karışımları, yağ asit esterleri ayrıca yağ asitlerinin ötektik karışımları olarak kullanılabilir [2].

\* Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mai: ykonuklu@ohu.edu.tr

Geliş / Recieved: 14.08.2019 Kabul / Accepted: 10.12.2019 doi: 10.28948/ngumuh.605314

FDM'ler ile TED sistemleri ile ilgili çalışmalar her geçen gün bir artış göstermektedir. TED uygulamalarında kullanılan FDM'lerin gizli ısı, ısı iletkenlik ve özgül ısı kapasitelerinin yüksek olması ve faz değişimi sırasındaki hacim değişiminin minimum olması gerekir. Ayrıca korozif, toksik ve aşırı soğuma özelliği göstermemelidir [3-4]. Uygulama sırasında kullanılan FDM'lerin faz değişimi sırasında uygulama ortamından akmalarını önlemek amacıyla FDM'lerin uygun dış duvar materyalleri ile mikrokapsülleme veya bir matris içerisinde tutularak kompozit hazırlanması yapılabilir. Mikrokapsüller ve kompozitler aktif materyalleri katı şekilde saklanmasına olanak tanır ayrıca erime-donma sırasında oluşacak hacim değişimine olanak verirler böylece FDM'lerin yapıca daha kararlı bir şekilde kullanımına olanak sağlarlar. Faz değiştiren maddelerin mikrokapsülleme FDM'lerin birçok uygulamada kullanımına olanak verir. Kimyasal yöntemle üretilen mikrokapsüllerin aynı özellikte tekrarlanabilirliğinin çok yüksek olmaması bir dezavantaj olarak belirlenmiştir. Matris ve takviye elemanının bir araya gelmesi ile oluşan yeni malzemelere kompozit adı verilir. Kompozitler takviye elemanının matris içerisinde absorpsiyonu veya adsorpsiyonu ile gerçekleşebilir. Matrisin gözenekli yapıda olması daha fazla takviye elemanının tutunmasına olanak sağlamaktadır. FDM'lerin uygulamalarda faz değişimi sırasında sızıntı yapmasını engellemek amacıyla birçok araştırmacı FDM kompozitleri üzerine yoğunlaşmıştır. Yağ asitleri, esterleri ve ötektik karışımları çalışmaları incelendiğinde organik ve inorganik destek materyalleri kullanılarak kompozitler hazırlanabilir.

Literatür çalışmaları incelendiğinde; yağ asitleri kompozitlerinin 1) termal iletkenliği arttırmak 2) daha kararlı bir yapı elde etmek amacı ile kullanıldığı görülmektedir [2]. 2010 yılında yapılan bir çalışmada kaprik asit, laurik asit, stearik asit ve miristik asit kullanılarak yağ asidi ötektik karışımları hazırlanmış ve polimetilmetakrilat kullanılarak yapıca kararlı kompozit FDM'ler üretilmiştir [5]. Gizli ısı termal enerji depolama uygulamalarında kullanılmak amacı ile stearik asit, palmitik asit, miristik asit ve laurik asit kullanılarak yağ asidi/polimetil metakrilat kompozitleri hazırlanmıştır [6]. Li vd, 2011 yılında yapmış olduğu bir çalışmada dekanolik asit, dodekanolik asit, heksadekanolik asit ve oktadekanolik asit kullanarak ikili yağ asidi karışımları ile diyatomit kompozitleri hazırlanmıştır [7]. Ayrıca kaprik-miristik/vermikülit [8], yağ asidi/polietilen tereftalat [9], kaprik-palmitik/attapulgit [10], ötektik yağ asidi karışımı/damar zıncığı [11], palmitik-stearik asit/karbon nanotüp, grafen nanotabaka veya genleştirilmiş grafit [12], Laurik asit/mikrodalga ön işlem görmüş diyatomit [13], miristik asit/selüloz [14] kompozitleri hazırlanmıştır.

Günümüzde biyobozunur özellikteki ürünlere gösterilen ilgi gün geçtikçe artış göstermektedir. Uygulamalarda kullanılan ürünlerin biyobozunur özellikte olması çevremiz açısından önem taşımaktadır. 2018 yılında ahşap unu kullanarak yağ asidi kompozitleri doğrudan emdirme yöntemi ile hazırlanmıştır. Kullanılan ahşap unu faz değişimi sırasında yağ asidinin sızıntı yapmasını engelleyebilmiştir. Hazırlanan kompozitlerin bina uygulamalarında termal enerji depolama materyali olarak kullanılabilmesi rapor edilmiştir [15]. Ahşap ve türevlerinin FDM kompozitlerini hazırlama sırasında kullanımı artış göstermektedir [16-22].

Çam kozalakları önemli ölçüde selüloz, hemiselüloz, lignin ve az miktarda ksiloz, arabinoz ve bazı ekstrakte edilebilir bileşikler içeren doğal materyallerdir. Çam kozalağının odunsu bir yapıya sahip olması nedeniyle yakıt olarak değerlendirilmesine rağmen önemli bir endüstriyel kullanımı yoktur [23]. Çam kozalağının gözenekli bir yapıya sahip olmasından dolayı organik maddelerin adsorpsiyonu için uygun bir adsorbenttir [24].

Literatür çalışmaları incelendiğinde FDM kompozitleri hazırlanması sırasında; ahşap ve türevleri kompozit matrisi olarak kullanıldığı anlaşılmaktadır. Bu çalışma kapsamında ısı enerji depolama uygulamaları için miristik asit ve palmitik asidin FDM olarak kullanıldığı, biyobozunur özellikli FDM/çam kozalağı kompozitleri üretilmiş, termal, kimyasal ve yapısal yönden incelenerek analiz edilmiştir. Bu çalışma FDM kompozitlerinin hazırlanması sırasında gözenekli bir yapıya sahip olan doğal çam kozalağının matris olarak kullanıldığı bilinen ilk çalışmalardan biridir. Hazırlanan yeni nesil ısı enerji depolama özellikli kompozitler enerjinin ihtiyaç duyulduğu zamanlarda kullanılmasına olanak verecektir. Kompozitlerin içerisinde yer alan FDM'lerin TED özelliğinden yararlanılarak sıcaklık artışıyla oluşan ısı fazlalığı depolanıp, sıcaklık konfor sıcaklığının altına düştüğünde ise depolanan ısı ortama geri verilerek uygulama ortamının sabit bir sıcaklık aralığında kalması sağlanabilir.

## 2. MATERYAL VE METOT

### 2.1. FDM/çam kozalağı Kompozit Üretimi ve Karakterizasyonu

Isıl enerji depolama özellikli ve biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitleri doğrudan emdirme yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. FDM olarak miristik asit ve palmitik asit kullanılmıştır. Çam kozalağı Niğde bölgesinden temin edilmiştir. Kompozit matris materyali olarak görev yapan çam kozalağı el tipi bir öğütücüde öğütülmüş ve herhangi bir saflaştırma işlemine veya ön işleme tabi tutulmamıştır.

Isıl enerji depolama özellikli ve biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitlerin üretimi sırasında kozalak ve FDM 80°C'ye ısıtılmış ve FDM'lerin tamamen erimesi sağlanmış ve yaklaşık 30 dakika süresince 1000 rpm hızda yüksek devirli karıştırıcı yardımı karıştırılmıştır. Üretilen kompozitler oda koşullarında 72 saat boyunca kurutulmuştur.

Biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitleri üretimi sırasında kompozitler içerisine %30, %40 ve %50 FDM eklenerek her bir yağ asidi için 3 farklı oranda kompozit hazırlanmıştır. Her iki yağ asidinde de kompozit içerisindeki FDM

## ISIL ENERJİ DEPOLAMA UYGULAMALARI İÇİN BİYOBOZUNUR ESASLI FAZ DEĞİŞTİREN MADDE/ÇAM KOZALAĞI KOMPOZİTLERİNİN ÜRETİLMESİ

oranı %50'ye ulaştığında tüm FDM çam kozalağına absorpsiyon/adsorpsiyon yapmadığından kompozit içerisinde bulunan artık FDM'den kaynaklı yapışıklıklar oluşmuş ve stabil yapı oluşmamıştır. Sırasıyla içerisinde %30 ve %40 FDM bulunduran miristik asit/çam kozalağı kompozitleri kFDMm1-kFDM2 ve palmitik asit/çam kozalağı kompozitleri kFDMp1-kFDMp2 olarak adlandırılmıştır.

Hazırlanan kompozitlerin termal özellikleri Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC; Perkin Elmer) ile -10–80°C aralığında 5°C/dk ısıtma/soğutma hızı ile gerçekleştirilmiş, ve 5mg örnek kullanılmıştır.

Kompozitlerin kimyasal özellikleri FTIR ile belirlenmiştir. Kompozit üretimi sırasında FDMlerin kimyasal yapısının değişime uğramaması gerekir. Bu değişimi belirleyebilmek amacıyla kompozit üretimi öncesi ve sonrası FTIR analizleri yapılmıştır. Elde edilen iki spektrum karşılaştırılarak FDM'lerin kompozit üretimi sonucunda kimyasal yapılarında bir değişim olup olmadığı belirlenebilmektedir. Kompozitlerin morfolojik özellikleri SEM (JEOL JSM-600) ile analiz edilmiştir. Analiz sırasında kompozitlerin iletkenliğinin artırılması ve daha düzgün görüntülerin alınabilmesi amacıyla altın ile kaplanmıştır.

Bu çalışmada üretilen kompozitlerin birçok uygulamada kullanılabilmesi için yüksek sıcaklıklarda sızdırma yapmaması gerekmektedir. Elde edilen kapsüllerin amaca uygun olup olmadıklarını anlamak için ürünler cam tüp içerisine yerleştirilmiş kompozitler su banyosunda 100°C'de 45 dakika boyunca bekletilmiştir. 45 dakikanın sonunda numunelerin FDM sızdırıp sızdırmadıkları kontrol edilmiştir.

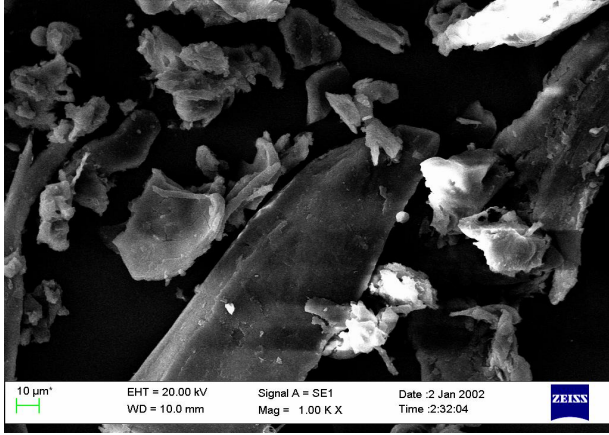
### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışma kapsamında miristik asit ve palmitik asidin FDM olarak ve çam kozalağının kompozit matrisi olarak kullanıldığı ısıl enerji depolama özellikli FDM/çam kozalağı kompozitleri doğrudan emdirme yöntemi ile hazırlanmıştır. Üretilen kompozitler oda koşullarındaki görüntüsü Şekil 1'de sunulmuştur. Şekilde görüldüğü gibi üretilen kompozitler öğütülmüş çam kozalağına benzer yapıda kahve renklidir.

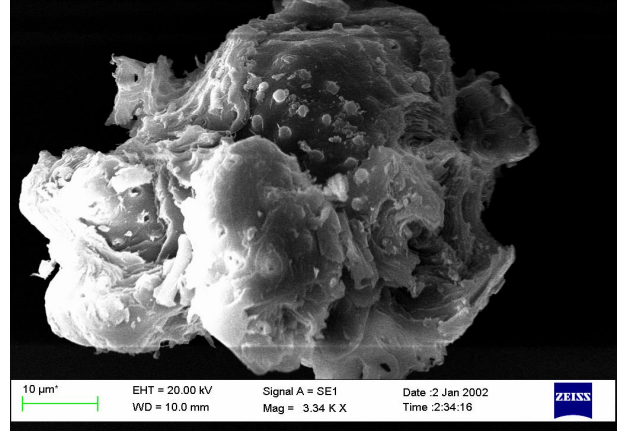


Şekil 1. Biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitlerin görüntüsü (kFDMm2 ve kFDMp1)

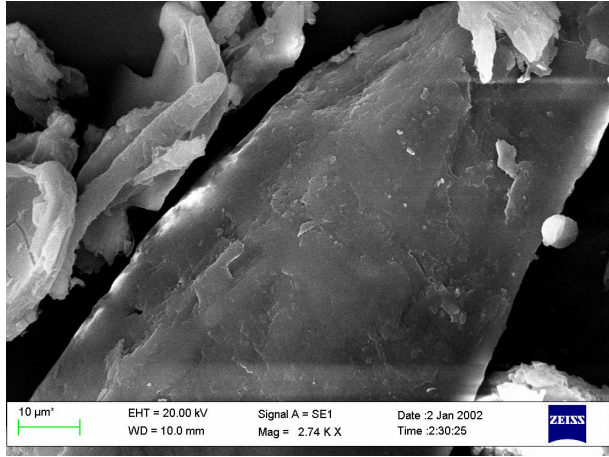
Çam kozalağının ve biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitlerin yapısal özelliklerini belirlemek amacı ile SEM analizi yapılmıştır. Şekil 2'den sunulan SEM analizlerinden açıkça görüldüğü gibi kompozit üretimi sonrasında bile miristik asit/çam kozalağı görüntülerinin işlem görmemiş çam kozalağı yapısı ile benzerlik gösterdiği ve kompozit üretiminin çam kozalağının yapısal özelliklerini fark edilir derecede değiştirmedeği anlaşılmaktadır. Bu çalışmada kompozit matrisi olarak kullanılan çam kozalağının gözenekli yapıda olması FDM'lerin tutunmasına olanak sağlamaktadır.



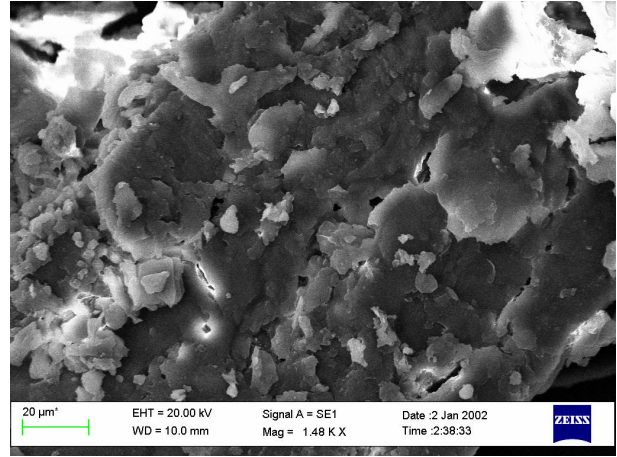
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 2. a-b) çam kozalağının c-d) biyobozunur esaslı miristik asit/çam kozalağı kompoziti SEM görüntüleri

Üretilen FDM/çam kozalağı kompozitlerinin termal özellikleri DSC ile analiz edilmiştir. Şekil 3'de kFDMm1 kompozitinin DSC analizi verilmiş ve tüm analizler Tablo 1'de özetlenmiştir. Tablo 1'de sunulan DSC analizleri incelendiğinde; miristik asidin erime ve donma başlangıç sıcaklıklarının 53,87;50,77 °C ve kFDMm1 ve kFDMm2 kompozitlerin sırasıyla; 51,61;46,93 °C ve 51,82;47,80 °C oldukları belirlenmiştir. Ayrıca miristik asidin, kFDMm1 ve kFDMm2 kompozitlerinin erime ve donma sırasındaki gizli ısıları 200,25; -210,46 J/g, 52,24; -60,71 J/g ve 74,60; -82,77 J/g olduğu belirlenmiştir. Palmitik asit ve kompozitleri incelendiğinde; palmitik asidin erime ve donma başlangıç sıcaklıklarının 60,81;59,22 °C ve kFDMp1 kompozitinin; 59,36;56,83 °C oldukları belirlenmiştir. Ayrıca palmitik asidin, ve kFDMp1 kompozitinin erime ve donma sırasındaki gizli ısılarının 211,51; -218,36 J/g, 71,22; -73,87 J/g olduğu belirlenmiştir.

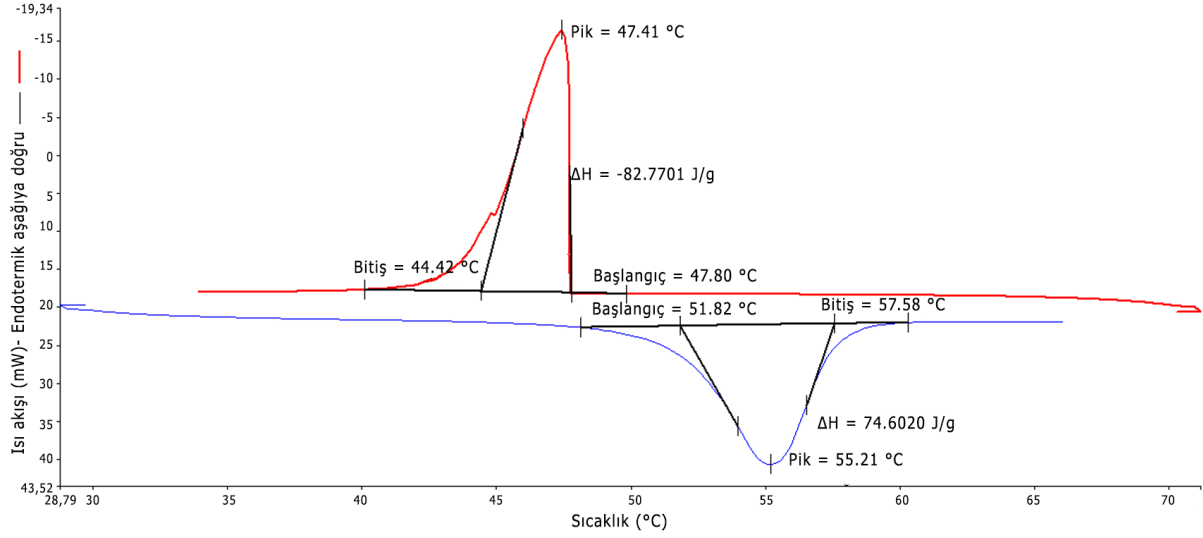
DSC sonuçları kullanılarak üretilen FDM/çam kozalağı kompozitlerinin yüzde FDM içeriği (% FDM) eşitlik 1 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\%FDM = \frac{\Delta H_{\text{kompozit}}}{\Delta H_{FDM}} \times \%100 \quad (1)$$

$\Delta H_{\text{kompozit}}$  = FDM/çam kozalağı kompozitlerinin erime entalpisi (j/g)

$\Delta H_{FDM}$  = FDM erime entalpisi-gizli ısı (j/g)

ISIL ENERJİ DEPOLAMA UYGULAMALARI İÇİN BİYOBOZUNUR ESASLI FAZ DEĞİŞTİREN MADDE/ÇAM KOZALAĞI KOMPOZİTLERİNİN ÜRETİLMESİ



Şekil 3. biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozit DSC analizi (kFDMm2)

Tablo 1. FDM/çam kozalağı kompozitlerinin termal özellikleri

Örnek	Erime				Donma				%FDM
	Tei(°C)	Tep(°C)	Tes(°C)	ΔHe(j/g)	Tki(°C)	Tkp(°C)	Tks(°C)	ΔHk(j/g)	
Miristik	53.87	58.60	63.09	200.25	50.77	47.90	44.23	-210.46	100
kFDMm1	51,61	54,42	55,90	52,24	46,93	46,17	44,31	-60,71	26,08
kFDMm2	51,82	55,21	57,58	74,60	47,80	47,41	44,42	-82,77	37,25
Palmitik	60.81	64.57	67.15	211.51	59.22	57.00	59.22	-218.36	100
kFDMp1	59,36	62,41	64,30	71,22	56,83	55,34	52,92	-73,87	33,67
kFDMp2*	-	-	-	-	-	-	-	-	-

\*FDM sızıntısı gözlemlendiğinden analizi yapılmamıştır.

**Tei:** DSC ısıtma eğrisinde ilk erime sıcaklığı

**Tep:** DSC ısıtma eğrisinde pik erime sıcaklığı

**Tes:** DSC ısıtma eğrisinde son erime sıcaklığı

**ΔHe:** DSC ısıtma eğrisinde erime entalpisi

**Tki:** DSC soğutma eğrisinde ilk kristallenme sıcaklığı

**Tkp:** DSC soğutma eğrisinde pik kristallenme sıcaklığı

**Tks:** DSCsoğutma eğrisinde son kristallenme sıcaklığı

**ΔHk:** DSC soğutma eğrisinde kristallenme entalpisi

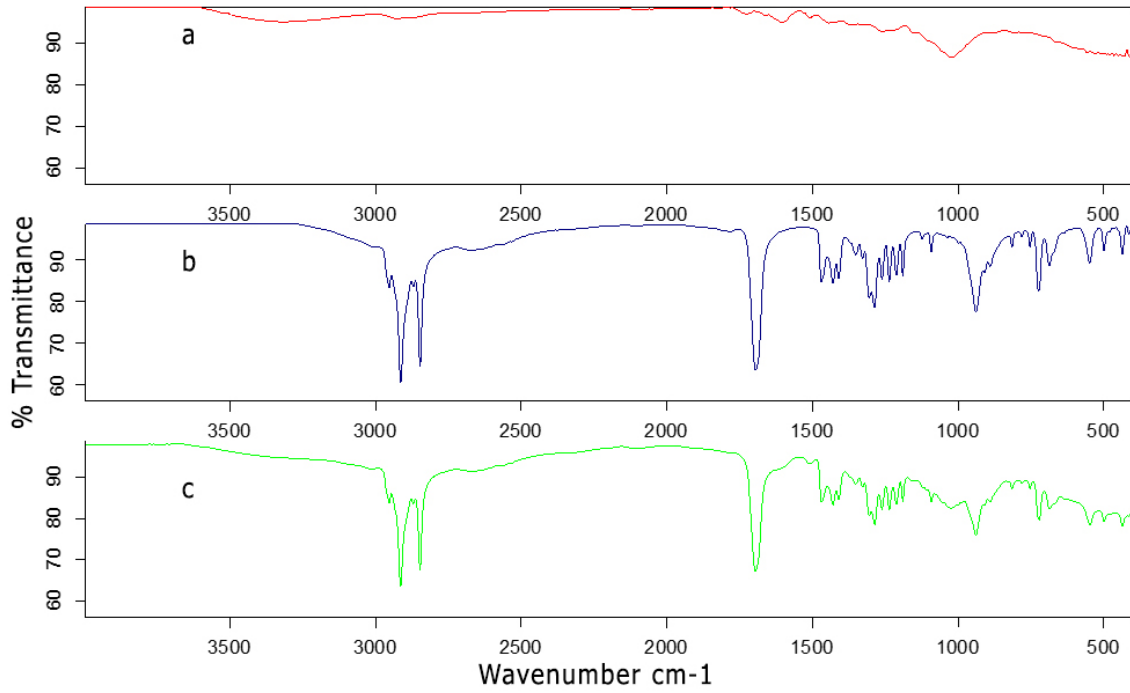
Kompozitler içerisinde bulunan FDM oranı DSC analizleri ve Eşitlik(1) kullanılarak kFDMm1, kFDMm2 için %26,08, %37,25(teorik olarak %30 ve %40) ve kFDMp1 için %33,67(teorik olarak %30) olarak hesaplanmıştır. 2018 yılında yapılan bir çalışmada laurik asit, miristik asit, hegzadekanoik(palmitik) asit ve stearik asidin ahşap unu ile hazırlanan kompozitlerde tüm kompozitler 5:5(%50) oranında hazırlanmasına rağmen kompozit içerisindeki FDM oranı sırasıyla %48, %50,7, %51,6 ve %48,6

Y. Konuklu

olarak hesaplanmıştır[15]. Elde edilen veriler sonucunda doğal matris kullanılan FDM kompozitleri üretiminde kullanılan FDM'ler kompozitlerin termal enerji depolama kapasitelerine pozitif veya negatif etki yapabildiği sonucuna varılmıştır.

Üretilen kompozitlerin termal özellikleri dikkate alındığında; binalarda zeminde ve çatıda kullanılarak ısı kayıplarını ve özellikle aşırı sıcak bölgelerde (çöl iklimi) aşırı ısınmayı önleyerek binaların ısıtma ve soğutma yükünü azaltabileceği düşünülmektedir.

FDM/çam kozalağı kompozit üretiminin kimyasal olarak doğrulanması, ayrıca kompozit üretiminde takviye elemanı olarak FDM'lerin kimyasal yapısının kompozit üretimi sırasında değişmediğini belirlemek amacıyla FTIR analizleri yapılmış ve sonuçlar Şekil 4-5'de sunulmuştur.

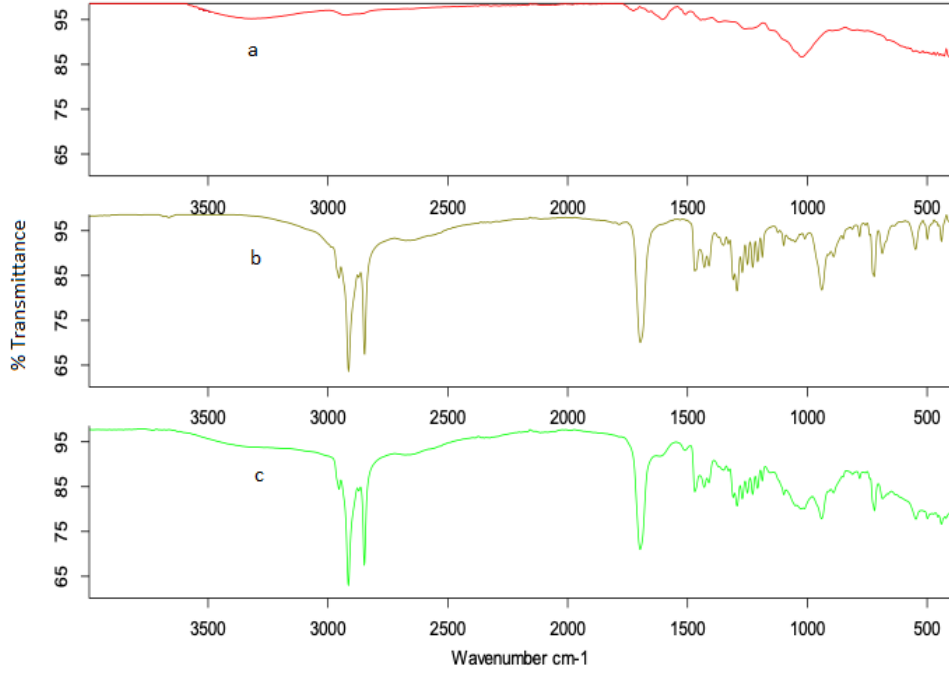


Şekil 4. a)kozalak b)miristik asit c) kFDMm2 FTIR analizi

Çam kozalakları selüloz, hemiselüloz, lignin ve az miktarda ksiloz, arabinoz ve bazı ekstrakte edilebilir bileşikler içeren doğal materyallerdir [23]. Şekil 4-a ve 5-a işlem görmemiş çam kozalağının spektrumunu göstermektedir. Spektrum incelendiğinde  $2914\text{cm}^{-1}$  ve  $2800\text{cm}^{-1}$  OH ve C-H gerilme titreşimlerine karşılık gelen pikler gözlemlenmiştir.  $1700\text{cm}^{-1}$  civarındaki pikler çam kozalağının içerisinde önemli ölçüde bulunduğu tahmin edilen hemiselüloz yapısında bulunan ester yapısından kaynaklı olduğu tahmin edilmektedir[25]. Ayrıca  $1022\text{cm}^{-1}$  civarında görülen pikler C-O gruplarına ait gerilme pikleridir[26].

Miristik asit (tetradekanoik asit;  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$ ) ve palmitik asit(hekzadekanoik asit,  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$ ) birer yağ asidi olup benzer yapıya sahiptir. Şekil 4b ve 5b miristik asit ve palmitik asit spektrumlarını göstermektedir.  $2914\text{cm}^{-1}$  ve  $2848\text{cm}^{-1}$  civarındaki pikler miristik asit ve palmitik asit yapısında bulunan  $\text{CH}_3$  ve  $\text{CH}_2$  gerilme titreşimlerini gösterir.  $1696\text{cm}^{-1}$  civarında gözlenen pik miristik asit ve palmitik asidin yapısında bulunan C=O grubuna ait gerilme pikidir.  $1469\text{cm}^{-1}$ 'deki pikler miristik asit ve palmitik asit yapısında bulunan  $\text{CH}_2$  grubundan kaynaklı titreşimlerdir.  $1350\text{cm}^{-1}$ ,  $938\text{cm}^{-1}$  ve  $723\text{cm}^{-1}$  civarında gözlenen pikler miristik asit ve palmitik asit yapısında bulunan -OH fonksiyonel grubuna karşılık gelen sırasıyla; düzlem içi gerilme, düzlem içi eğilme ve düzlem dışı bükülme titreşimleridir [27-28].

## ISIL ENERJİ DEPOLAMA UYGULAMALARI İÇİN BİYOBOZUNUR ESASLI FAZ DEĞİŞTİREN MADDE/ÇAM KOZALAĞI KOMPOZİTLERİNİN ÜRETİLMESİ



Şekil 5. a) kozalak b) palmitik asit c) kFDMp1 FTIR analizi

Şekil 4c ve 5c’de çam kozalağı/FDM kompozitleri spektrumları verilmiştir. Kompozit spektrumları incelendiğinde; miristik asit ve palmitik asitten kaynaklı belirgin 2914 ve 2848  $\text{cm}^{-1}$  1696  $\text{cm}^{-1}$  civarında gözlenen pikler kompozit yapısında da bulunmaktadır. Ayrıca kozalak yapısından kaynaklı 1022  $\text{cm}^{-1}$  civarındaki pik kompozitlerin spektrumlarında da gözlemlenmiştir. FTIR analizinden açıkça görüldüğü gibi, kompozit üretimi sırasında kozalak ve FDM’ler arasında kimyasal bir reaksiyon gerçekleşmemiş ve kompozitler hem kozalak hem de FDM’lerin spesifik piklerini taşımaktadır. FTIR analizleri kompozit oluşumunu doğrulamıştır.

Yüksek sıcaklıklardaki dayanımlarını ve sızıntı yapıp yapmadıklarını belirlemek amacı ile kompozitler su banyosunda 100°C’de 45 dakika boyunca bekletilmişlerdir. Bekleme sonucunda Şekil 6’da sunulduğu gibi numunelerde herhangi bir sızıntı gözlemlenmemiştir. Yapılan analiz sonucunda üretilen FDM/çam kozalağı kompozitlerinin 100°C ve üzeri uygulamalarda kullanılabileceği önerilmektedir.



Şekil 6: (Soldan sağa) kFDMm ve kFDMp yüksek sıcaklık testi sonrası

## 4. SONUÇLAR

Bu çalışmada ısı enerji depolama özellikli ve biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitleri doğrudan emdirme yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Palmitik asit, miristik asit FDM olarak ve doğal çam kozalağı kompozit matrisi olarak kullanılmıştır. Üretilen kompozitler; yapısal, termal ve kimyasal yönden analiz edilmiş, proste kullanılan FDM türünün ve miktarının kompozitlerin verimine ve özelliklerine etki ettiği anlaşılmıştır. Bu çalışmada kompozit matrisi olarak seçilen çam

kozalağının doğal bir malzeme olması ve FDMlerin organik yağ asidi olması; hazırlanan ısı enerji depolama özellikli kompozitler uygulama açısından önem taşımaktadır. DSC analizleri sonucunda üretilen miristik asit ve palmitik asit kompozitlerin erime noktası ve gizli ısı depolama kapasitelerinin sırasıyla 51,82°C: 74,60J/g ve 59,36°C: 71,22J/g olduğu belirlenmiştir. Yapılan tüm analizler sonucunda ısı enerji depolama özellikli ve biyobozunur esaslı FDM/çam kozalağı kompozitlerinin başarı ile üretildiği belirlenmiştir. Üretilen kompozitlerin enerji tasarruflu bina tasarımlarında kullanımı önerilmektedir.

## KAYNAKLAR

- [1] A. Sarı, C. Alkan, A. Karaipekli, A. Önal, "Preparation, characterization and thermal properties of styrene maleic anhydride copolymer (SMA)/fatty acid composites as form stable phase change materials", *Energy Conversion and Management*, vol. 49, no. 2, pp. 373-380, 2008
- [2] Y. Yuan, N. Zhang, W. Tao, X. Cao, Y. He, "Fatty acids as phase change materials: a review". *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 29, pp. 482-498, 2014
- [3] D. Feldman, M. M. Shapiro, D. Banu, C. J. Fuks, "Fatty acids and their mixtures as phase-change materials for thermal energy storage", *Solar energy materials*, vol. 18 no. 3-4, pp. 201-216, 1989
- [4] A. Hasan, A. A. Sayigh, "Some fatty acids as phase-change thermal energy storage materials", *Renewable energy*, vol. 4 no. 1, pp. 69-76, 1994
- [5] L. Wang, D. Meng, "Fatty acid eutectic/polymethyl methacrylate composite as form-stable phase change material for thermal energy storage", *Applied Energy*, vol. 87 no. 8, pp. 2660-2665, 2010
- [6] C. Alkan, A. Sarı, "Fatty acid/poly (methyl methacrylate)(PMMA) blends as form-stable phase change materials for latent heat thermal energy storage", *Solar energy*, vol. 82, no. 2, pp.118-124, 2008
- [7] M. Li, H. Kao, Z. Wu, J. Tan, "Study on preparation and thermal property of binary fatty acid and the binary fatty acids/diatomite composite phase change materials", *Applied Energy*, vol. 88 no. 5, pp. 1606-1612, 2011
- [8] A. Karaipekli, A. Sarı, "Capric-myristic acid/vermiculite composite as form-stable phase change material for thermal energy storage", *Solar Energy*, vol. 83, no.3, pp. 323-332, 2009
- [9] C. Chen, L. Wang, Y. Huang, "Morphology and thermal properties of electrospun fatty acids/polyethylene terephthalate composite fibers as novel form-stable phase change materials", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 92, no. 11, pp. 1382-1387, 2008
- [10] M. Li, Z. Wu, H. Kao, "Study on preparation, structure and thermal energy storage property of capric-palmitic acid/attapulgit composite phase change materials", *Applied Energy*, vol. 88, no. 9, pp. 3125-3132, 2011.
- [11] H. Fauzi, H. S. C. Metselaar, T.M. I. Mahlia, M. Silakhori, H.C. Ong, "Investigation of thermal characteristic of eutectic fatty acid/damar gum as a composite phase change material (CPCM)", *In Exergy for A Better Environment and Improved Sustainability 2*, pp. 607-616, 2018
- [12] Y. Song, N. Zhang, Y. Yuan, L. Yang, X. Cao, "Prediction of the solid effective thermal conductivity of fatty acid/carbon material composite phase change materials based on fractal theory", *Energy*, vol. 170, pp. 752-762, 2019
- [13] Y. Konuklu, O. Ersoy, F. Erzin, Y.Ö. Toraman, "Experimental study on preparation of lauric acid/microwave-modified diatomite phase change material composites", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 194, pp. 89-94, 2019
- [14] Y. Konuklu, F. Erzin, H.B. Akar, A.M. Turan, "Cellulose-based myristic acid composites for thermal energy storage applications", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 193, pp. 85-91, 2019
- [15] J. Liang, L. Zhimeng, Y. Ye, W. Yanjun, L. Jingxin, Z. Changlin, "Fabrication and characterization of fatty acid/wood-flour composites as novel form-stable phase change materials for thermal energy storage", *Energy and Buildings*, vol. 171, pp. 88-99, 2018
- [16] H. Yang, Y. Wang, Q. Yu, G. Cao, R. Yang, J. Ke,.... C. Wang "Composite phase change materials with good reversible thermochromic ability in delignified wood substrate for thermal energy storage", *Applied energy*, vol. 212, pp. 455-464, 2018.
- [17] L. Ma, Q. Wang, L. Li, "Delignified wood/capric acid-palmitic acid mixture stable-form phase change material for thermal storage", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 194, pp. 215-221, 2019.
- [18] X. Lu, J. Huang, W.Y. Wong, J.P. Qu, "A novel bio-based polyurethane/wood powder composite as shape-stable phase change material with high relative enthalpy efficiency for solar thermal energy storage", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 200, pp. 109987, 2019.
- [19] D. Mathis, P. Blanchet, V. Landry, P. Lagière, "Thermal characterization of bio-based phase changing materials in decorative wood-based panels for thermal energy storage", *Green Energy & Environment*, vol. 4, no. 1, pp. 56-65, 2019
- [20] X. Guo, J. Cao, Y. Peng, R. Liu, "Incorporation of microencapsulated dodecanol into wood flour/high-density polyethylene composite as a phase change material for thermal energy storage", *Materials & Design*, vol. 89, pp. 1325-1334, 2016



*ISIL ENERJİ DEPOLAMA UYGULAMALARI İÇİN BİYOBOZUNUR ESASLI FAZ DEĞİŞTİREN MADDE/ÇAM KOZALAĞI KOMPOZİTLERİNİN ÜRETİLMESİ*

- [21] J. Li, P. Xue, W. Ding, J. Han, G. Sun, “Micro-encapsulated paraffin/high-density polyethylene/wood flour composite as form-stable phase change material for thermal energy storage”, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 93, no. 10, pp. 1761-1767, 2009
- [22] A. Jamekhorshid, S. M. Sadrameli, R. Barzin, M.M. Farid, “Composite of wood-plastic and micro-encapsulated phase change material (MEPCM) used for thermal energy storage”, *Applied Thermal Engineering*, vol. 112, pp. 82-88, 2017
- [23] H.S. Altundoğan, A. Topdemir, M. Çakmak, N. Bahar, “Hardness removal from waters by using citric acid modified pine cone”, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 58, pp. 219-225, 2016
- [24] A.S. Mohammadi, M. Sardara, A. Mohammadib, F. Azimia, N. Nurieh, “Equilibrium and Kinetic Studies on the Adsorption of Acid Yellow 36 Dye by Pinecone” *Archives of Hygiene Sciences*, vol. 2, no. 4, pp. 158-164, 2013
- [25] S. Panthapulakkal, A. Zereshkian, M. Sain, “Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites”, *Bioresource technology*, vol. 97, no. 2, pp. 265-272, 2006
- [26] N. Rambabu, S. Panthapulakkal, M. Sain, A. K. Dalai, “Production of nanocellulose fibers from pinecone biomass: evaluation and optimization of chemical and mechanical treatment conditions on mechanical properties of nanocellulose films”, *Industrial Crops and Products*, vol. 83, pp. 746-754, 2016
- [27] S.T. Latibari, M. Mehrli, M. Mehrli, T.M.I. Mahlia, H. S. C. Metselaar, “Synthesis, characterization and thermal properties of nanoencapsulated phase change materials via sol-gel method”. *Energy*, vol. 61, pp. 664-672, 2013
- [28] G. Fang, H. Li, L. Cao, F. Shan, “Preparation and thermal properties of form-stable palmitic acid/active aluminum oxide composites as phase change materials for latent heat storage”, *Materials Chemistry and Physics*, vol. 137, no. 2, pp. 558-564, 2012

