

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİSMEN ISITILMIŞ YÜZEYLERE KAPLANMIŞ
POLİMERLERİN BUZ TUTMAMA ÖZELLİKLERİ

EMEL KIRMAN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2018

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KISMEN ISITILMIŞ YÜZEYLERE
KAPLANMIŞ POLİMERLERİN BUZ
TUTMAMA ÖZELLİKLERİ

EMEL KIRMAN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
PROF. DR. HÜSNÜ YILDIRIM ERBİL

GEBZE
2018

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**ANTI-ICING PROPERTIES OF PARTIALLY
HEATED POLYMER COATED SURFACES**

EMEL KIRMAN
**A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE**
DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
PROF. DR. HÜSNÜ YILDIRIM ERBİL

GEBZE
2018

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 27/06/2018 tarih ve 2018/33 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 29/06/2018 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Emel Kırman'ın tez çalışması Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. H. Yıldırım ERBİL

ÜYE

: Prof. Dr. Hayal Bülbül SÖNMEZ

ÜYE

: Dr. Öğr. Üyesi İkrime Orkan UÇAR

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun

...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

ÖZET

Yüzeylerde meydana gelen buzlanma havacılık, ulaşım, rüzgar türbinleri, radarlar, elektrik hatları, iletişim gibi pek çok alanda ciddi problemlere yol açmaktadır. Buzlanmayı önleyici yüzeylerle bu problemlerin azaltılması amaçlanmıştır. Buzlanma “aşırı soğutulmuş suyun” katı yüzeyine çarpmasıyla oluşur. Süperhidrofobik yüzeylerin buz birikiminin ve buz yapışma kuvvetininin azaltması üzerine çok sayıda çalışmalar yapılmasına rağmen aşırı soğutulmuş su ile buz oluşumu üzerine yapılan deneysel/teorik çalışma sayısı azdır.

Bu tez çalışmasında, elektrotermal ve kimyasal metotlar kullanılarak buz birikiminin azaltılması amaçlandı. Elektrotermal metotta, iklimlendirme kabini içerisine yerleştirilen metal ısıtıcı levha üzerine yapıştırılan alüminyum ve teflon plakalara verilen ısı artırılarak, -2 °C ortam sıcaklığında, 0-18 °C yüzey sıcaklığına sahip yüzeylere -0.5 °C sıcaklıktaki, aşırı soğutulmuş su püskürtüldü ve buz tutmama kapasiteleri incelendi. Ancak bu çalışmalarda plakaların 13-18 °C sıcaklıklara kadar ısıtılmasının yüksek enerji sarfi gerektirmesi bu denemelerin başarısının düşük olarak değerlendirilmesiyle sonuçlanmıştır.

Kaygan sıvı içeren yüzeyler (SLIPS) kapsamında yapılan diğer çalışmalarda ise farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilmiş filtre kağıtlarına benzer koşullarda buz birikim testleri yapıldı. Hidrojele emdirilen (su + gliserin) karışımdaki gliserin konsantrasyonu arttırıldıkça yüzeyin buz tutmama özelliğinin iyileştiği tespit edilmiştir. Ancak filtre kağıdı endüstriyel kullanıma uygun olmadığı için polyHEMA hidrojel membranlar hazırlanarak (%85 gliserin + %15 su) karışımı emdirildi ve hazırlanan yüzeylere -2 °C’de buz birikim testleri yapıldı. Bu kaygan sıvı içeren (SLIPS) membranlar üzerinde, referans malzeme olarak kullanılan alüminyum ve PTFE yüzeylerden %75-99 daha az buz birikimi gerçekleşmiş olup sonuçlar başarılıdır.

Anahtar Kelimeler: Buzlanmayı Önleyici Yüzeyler, Buz Birikimi, Isıtmalı Metal Levha, Hidrojel, PolyHEMA, Gliserin.

SUMMARY

The icing on surfaces causes serious problems in many fields, such as aviation, transportation, wind turbines, radars, power lines, telecommunications. In this work, the objective is to reduce these problems by using anti-icing surfaces. Icing occurs when a “supercooled” water droplet hit a solid surface. The number of experimental/theoretical studies on the ice formation of supercooled water was not enough, although numerous studies have been carried out on superhydrophobic surfaces to reduce ice accumulation and ice adhesion.

In this thesis study, electrothermal and chemical methods have been used to reduce ice accumulation. In the electrothermal method, the heating plate was placed in the test cabinet and aluminum and teflon plates were placed on the plate and tested by spraying supercooled water (-0.5 °C) at -2 °C to investigate the anti-icing properties of the surfaces by increasing the temperature of plate between 0-18 °C. However, these experiments were unsuccessful due to the required high energy to increase the plate temperature to 13-18 °C.

In the second part of study where paper and hydrogel SLIPS surfaces were examined, ice accumulation tests were carried out on filter paper impregnated with glycerin and water mixtures at different glycerin concentrations. It was determined that when the glycerin concentration was increased, the anti-icing properties of the surfaces were improved. As the filter paper was not suitable for industrial applications, polyHEMA hydrogel membranes were prepared and the hydrogel membrane test surfaces formed by impregnating with (glycerin 85% + 15% water) mixture. These hydrogel membranes were tested by spraying supercooled water (-0.5 °C) in the cabinet at -2 °C and it was determined that the ice accumulation performances of these membranes were 75-99% lower than the reference aluminum and PTFE surfaces.

Key Words: Anti-icing Surfaces, Ice Accumulation, Heated Metal Plate, Hydrogel, PolyHEMA, Glycerol.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca engin bilgi ve tecrübesini hiçbir zaman esirgemeyen, bu çalışmaya başlamamda ve devam etmemde yardımcı olan çok değerli hocam sayın Prof. Dr. H. Yıldırım ERBİL'e,

Bugünlere gelmemde büyük pay sahibi olan, zorluklara karşı yılmadan mücadeleyi öğreten, hayatım boyunca her konuda destek olan, varlıklarını bütünüyle ruhumda hissettiren aileme; değerli babam Ahmet KIRMAN'a, değerli annem Mavuş KIRMAN'a, ablam Şahizer KIRMAN ÇEVİK'e, abim Serkan KIRMAN'a, eniştem Cihan ÇEVİK'e, yeğenlerim Emir ÇEVİK ve İrem ÇEVİK'e,

Her zaman yanımda olan arkadaşlarım Nilay KOCUK, İlknur DEMİRTAŞ, Pelin TOFTA, Özden ÖZÇELİK KELEŞ, Selin ALPAY'a,

Tez çalışmalarım boyunca desteklerini esirgemeyen arkadaşlarım Ezgi ŞENOL, Arş. Gör. Tuğba ÖZTÜRK, Çiğdem YÜCEEL, Merve KUTER ÇAKIR'a

Tez savunma jürimdeki değerli hocalarım Prof. Dr. Hayal BÜLBÜL SÖNMEZ ve Dr. Öğr. Üyesi İkrime ORKAN UÇAR'a,

Bizlere bu topraklarda özgürce yaşama, eğitim, meslek ve çalışma imkanı sağlayan Mustafa Kemal Atatürk ve silah arkadaşlarına teşekkürlerimi borç bilir, saygılarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

| | <u>Sayfa</u> |
|--|---------------------|
| ÖZET | v |
| SUMMARY | vi |
| TEŞEKKÜR | vii |
| İÇİNDEKİLER | viii |
| SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ | xi |
| ŞEKİLLER DİZİNİ | xiv |
| TABLolar DİZİNİ | xvii |
| | |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 1.1. Tezin Amacı ve İçeriği | 2 |
| 2. LOTUS YAPRAĞI ETKİSİ VE SÜPERHİDROFOBİK YÜZEY OLUŞTURMA YÖNTEMLERİ | 4 |
| 3. TEMAS AÇISI VE SERBEST YÜZEY ENERJİSİ | 8 |
| 3.1. Temas Açısı Teorisi, Young Denklemi | 8 |
| 3.2. Temas Açısı Karmaşası | 11 |
| 3.3. Serbest Yüzey Enerjisi | 12 |
| 4. YÜZEYLERDE BUZLANMA | 14 |
| 4.1. Buz Çeşitleri | 16 |
| 4.1.1. Kar Tipi Buzlanma (Rime Ice) | 16 |
| 4.1.2. Şeffaf Buzlanma (Clear-Glaze Ice) | 17 |
| 4.2. Aşırı Soğutulmuş Su | 18 |
| 4.3. Buz Oluşumunu Önleyen Yüzeyler | 18 |
| 4.4. Kaygan sıvı Emdirilmiş Yüzeyler | 21 |
| 5. HİDROJELLER | 31 |
| 5.1. Hidrojellerin Sınıflandırılması | 31 |
| 5.1.1. Kaynağa Göre Sınıflandırma | 31 |
| 5.1.2. Polimerik Kompozisyona Göre Sınıflandırma | 32 |
| 5.1.3. Konfigürasyona Göre Sınıflandırma | 33 |
| 5.1.4. Çapraz Bağlanma Türüne Göre Sınıflandırma | 33 |
| 5.1.5. Fiziksel Görünüme Göre Sınıflandırma | 33 |

| | |
|---|----|
| 5.1.6. Ağ Elektrik Yüküne Göre Sınıflandırma | 33 |
| 5.2. Hidrojel Teknik Özellikleri | 34 |
| 5.3. Çapraz Bağlanma | 34 |
| 5.4. Şişme Karakterizasyonu | 36 |
| 5.5. Hidrojellerin Kullanım Alanları | 37 |
| 5.6. PolyHEMA ile Yapılan Çalışmalar | 37 |
| 6. MATERYAL ve METOT | 42 |
| 6.1. Materyal | 42 |
| 6.1.1. PTFE | 42 |
| 6.1.2. Alüminyum | 42 |
| 6.1.3. Gliserin | 43 |
| 6.1.4. Filtre Kağıdı | 44 |
| 6.1.5. PP-Elyaf | 44 |
| 6.1.6. 2-Hidroksietil metakrilat (HEMA) | 44 |
| 6.1.7. Etilen glikol dimetakrilat (EGDM) | 45 |
| 6.1.8. 2,2'-Azobis(2-methylproponitrile) (AIBN) | 46 |
| 6.1.9. Benzoil Peroksit (Bz ₂ O ₂) | 47 |
| 6.1.10. Kullanılan Diğer Materyaller | 47 |
| 6.2. Metot | 48 |
| 6.2.1. Tüp Polimerizasyonu (Hidrojel) | 48 |
| 6.2.2. Küçük Hidrojel Membran Polimerizasyon Denemeleri | 49 |
| 6.2.3. Büyük Hidrojel Membran Polimerizasyon Denemeleri | 50 |
| 6.2.4. Hidrojellerde Katı Madde Tayini ve Hesaplama Yöntemi | 51 |
| 6.2.5. Hidrojellerde Şişme Testleri | 52 |
| 6.2.6. Filtre Kağıdı ve PP-Elyafa Gliserin Emdirme | 52 |
| 6.2.7. Filtre Kağıdına Farklı Konsantrasyonlarda Gliserin Emdirme | 53 |
| 6.2.8. Buz Birikim Testi | 54 |
| 6.2.9. Sıcak Plaka Isıtmalı Buz Birikim Testi | 56 |
| 7. BULGULAR ve TARTIŞMA | 59 |
| 7.1. Şişme Testleri | 59 |
| 7.1.1. Tüp Polimerizasyonu | 59 |
| 7.1.2. Küçük Membran Hidrojel Sentezi | 64 |

| | |
|---|----|
| 7.1.3. Büyük Membran Hidrojel Sentezi | 66 |
| 7.1.4. Filtre Kağıdı ve PP-Elyaf'ın Gliserinde Şişme Testleri | 67 |
| 7.1.4.1. PP-Elyaf Şişme Testleri | 67 |
| 7.1.4.2. Filtre Kağıdı Şişme Testleri | 68 |
| 7.2. Buz Birikim Testleri | 69 |
| 7.2.1. Referans Malzeme Olarak Kullanılan Al ve PTFE Plakaların Buz Birikim Testleri | 70 |
| 7.2.1.1. Alüminyum Plaka Yüzeyinde Buz Birikim Testi | 70 |
| 7.2.2.2. PTFE Plaka Yüzeyinde Buz Birikim Testi | 70 |
| 7.2.2. Gliserin Emdirilen PolyHEMA Membranlarda Buz Birikim Testi | 71 |
| 7.2.3. PP-Elyaf ve Filtre Kağıdı Buz Birikim Testi | 71 |
| 7.2.3.1. PP-Elyaf Buz Birikim Testleri | 71 |
| 7.2.3.2. Filtre Kağıdı Buz Birikim Testleri | 72 |
| 7.2.4. Isıtmalı Al ve PTFE Yüzeylerinde Buz Birikim Testi | 74 |
| 7.2.4.1. Isıtıcı Plaka Sıcaklık Kalibrasyon Grafiğinin Çizilmesi | 74 |
| 7.2.4.2. Isıtıcı Plaka Al Yüzeyde Sıcaklık Kalibrasyon Grafiğinin Çizilmesi | 75 |
| 7.2.4.3. Isıtıcı Plaka PTFE Yüzeyde Sıcaklık Kalibrasyon Grafiğinin Çizilmesi | 77 |
| 7.2.4.4. Isıtılan Al Plaka Yüzeyinde Püskürtme Testleri | 78 |
| 7.2.4.5. Isıtılan PTFE Plaka Yüzeyinde Püskürtme Testleri | 80 |
| 8. SONUÇLAR | 84 |
| | |
| KAYNAKLAR | 86 |
| ÖZGEÇMİŞ | 93 |

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

| <u>Simgeler ve</u> <u>Kısaltmalar</u> | <u>Açıklamalar</u> |
|--|--|
| Al_2O_3 | : Alüminyum Oksit |
| atm | : Atmosfer |
| Bz_2O_2 | : Benzoil Peroksit |
| C | : Bileşen sayısı |
| cm | : Santimetre |
| F | : Bir bileşimdeki bir sistemin varyansı |
| g | : Gram |
| $H_2C_2O_4$ | : Oksalik asit |
| H_2O | : Su molekülü |
| H_3PO_4 | : Fosforik asit |
| hPa | : Hectopascal |
| K | : Kelvin |
| kPa | : Kilopascal |
| N_2 | : Azot |
| P | : Dengedeki faz sayısı |
| Pa | : Pascal (Basınç birimi) |
| θ | : Temas açısı |
| θ_a | : İlerleyen (advancing) temas açısı |
| θ_r | : Gerileyen (receding) temas açısını göstermektedir. |
| m | : Metre |
| ml | : Mililitre |
| mm | : Milimetre |
| mmHg | : Milimetre civa |
| mN | : Milinewton |
| N | : Newton |
| S | : Yayılma katsayısı |

| | |
|---------------|---|
| T | : Sıcaklık |
| μL | : Microlitre |
| μm | : Mikrometre |
| γ | : Yüzey gerilimi |
| wt % | : Ağırlıkça yüzde |
| W | : Watt |
| Al | : Alüminyum |
| AIBN | : Azobisizobutironitril |
| APS | : Amonyum persülfat |
| CA | : Temas açısı |
| CAH | : Temas açısı karmaşası |
| DEG | : Dietilen glikol |
| DSC | : Diferansiyel taramalı kalorimetre |
| EGDM | : Etilenglikol dimetilakrilat |
| FT-NIR | : Fourier Transform Near-Infrared (FT-NIR) |
| HEMA | : 2-hidroksietil metakrilat |
| IPN | : Multi polymer interpenetrating polymeric hydrogel |
| KM | : Yüzde katı madde miktarı |
| KŞO | : Katı üzerinden yüzde şişme oranı |
| PDMS | : Poli(dimetil siloksan) |
| PE | : Polietilen |
| PEG | : Polietilen glikol |
| PEO | : Polietilen oksit |
| PFPE | : Perfloropolieter |
| pHEMA | : Poli(2-hidroksietil metakrilat) |
| pHPMAm | : Poli 2-hidroksipropil metakrilamid |
| PLA | : Poli laktik asit |
| PLGA | : Poly(lactide-co-glycolide) |
| PMA | : Polimetakrilik asit |
| PMMA | : Polimetil metakrilat |

| | |
|----------|--|
| PNIPAAm | : poli (N-izopropil akrilamid) |
| polyHEMA | : Poli(2-hidroksietil metakrilat) |
| PP-Elyaf | : Polipropilen-Elyaf |
| PTFE | : Poli (tetrafloroetilen) |
| PVA | : Polivinil alkol |
| RH | : Bağıl nem |
| SEM | : Scanning Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu) |
| S/K% | : Numune içindeki yüzde sıvı/katı oranı |
| SLIPS | : Slippery Liquid-Infused Porous Surface (Kaygan sıvı emdirilmiş yüzey) |
| SLWL | : Self-lubricating liquid water layer (Kendiliğinen yağlanan sıvı su tabakası) |
| ŞO% | : %Şişme oranı |
| TEMED | : Tetrametil etilendiamin |

ŞEKİLLER DİZİNİ

| <u>Sekil No:</u> | <u>Sayfa</u> |
|--|--------------|
| 1.1: Süperhidrobik yüzey ve uygulamaları a) lotus yaprağı; b) güneş enerji paneli; c) süperhidrofobik yüzeyli gemi; d) süperhidrofobik yüzeyli uçak. | 2 |
| 2.1: Lotus yaprağı üzerindeki yağmur damlası. | 4 |
| 2.2: Antonini ve arkadaşlarının kullandığı rüzgar tünelinin şematik gösterimi. | 5 |
| 2.3: Anotlanmış PTFE Al 6061 numunesinin (10% w/w H ₃ PO ₄ , T=+18 °C ve U=60 V) taramalı elektron mikroskobu görüntüleri. a) aşındırma olmayan yüzey b) 30 s aşındırma yapılan yüzey. | 6 |
| 3.1: Su damlacıkları hidrofilik bir yüzeye (solda) yayılır ve hidrofobik bir yüzeyde (sağda) boncuk şeklinde yüzeyde kalır. | 8 |
| 3.2: Yüzeylerde farklı temas açıları durumu. | 9 |
| 3.3: Hidrofilik yüzeyde su damlası a) süperhidrofobik yüzeyde su damlası b). Her iki damlanın hacmi aynıdır, 11.5µL (küresel damlaya göre çap 2.8 mm). | 9 |
| 3.4: Katı bir yüzey üzerinde su damlasının oluşturduğu temas açısı ve damlayı etkileyen yüzey gerilimi bileşenleri. | 10 |
| 4.1: Faz diyagramı. | 14 |
| 4.2: Buz çeşitleri a) yumuşak kırağı (soft rime), b) sert kırağı (hard rime) ve c) şeffaf buz (glaze ice). | 17 |
| 4.3: Hava sıcaklığı ve rüzgar hızına göre buz çeşitleri. | 17 |
| 4.4: Süperhidrofobik yüzey kullanım alanları. | 19 |
| 4.5: Böcekçil bitki örneği-Nepenthes pitcher. | 21 |
| 4.6: Sıvı emdirilmiş kaygan gözenekli yüzeyin şematik gösterimi (SLIPS). | 22 |
| 4.7: Yüksek nem koşullarında dondurma aşamasında yüzeylerdeki buz oluşumunun görüntüleri ve ısıtılarak buzun çözülmesi aşamasında yüzeylerin davranışları. | 25 |
| 4.8: Farklı alüminyum yüzeylerin buz tutma görüntüleri. | 26 |

| | | |
|-------|--|----|
| 4.9: | Kendiliğinden yağlı sıvı su tabaka yüzeyinin hazırlanışı. | 27 |
| 4.10 | a) PDMS kaplı yüzey, b) alüminyum yüzeyler üzerindeki buz oluşumu. | 29 |
| 5.1: | Çapraz bağlı hidrojinin yapısı. | 35 |
| 6.1: | Politetrafloroetilen (PTFE) molekül yapısı. | 42 |
| 6.2: | Gliserinin molekül yapısı. | 43 |
| 6.3: | 2-hidroksietil metakrilat molekül yapısı. | 44 |
| 6.4: | Etilen gliserin dimetakrilat (EGDM) molekül yapısı. | 45 |
| 6.5: | 2,2'-Azobis(2-methylpropionitril) (AIBN) molekül yapısı. | 46 |
| 6.6: | Benzoil Peroksit (Bz_2O_2) molekül yapısı. | 47 |
| 6.7: | Tüp polimerizasyonu numunelerin etüv sonrası görünümü. | 48 |
| 6.8: | Küçük membran düzeneği. | 49 |
| 6.9: | Büyük membran düzeneği. | 50 |
| 6.10: | Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabini içinde filtre kağıdı buz birikim testi. | 53 |
| 6.11: | Memmert CTC 256 model sıcaklık ve nem kontrollü iklimlendirme kabini. | 54 |
| 6.12: | Lauda su sirkülatörü. | 55 |
| 6.13: | Debimetre. | 55 |
| 6.14: | Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabini içinde alüminyum yüzeyde buz birikim testi. | 56 |
| 6.15: | Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabini içine yerleştirilen ısıtıcı levha üzerine yapıştırılan Al yüzeye buz birikim testi. | 57 |
| 6.16: | Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabini içinde alüminyum yüzeye aşırı soğutulmuş su püskürtme anı. | 57 |
| 7.1: | Tüp polimerizasyonundan elde edilen polimer görselleri. | 59 |
| 7.2: | Gliserin konsantrasyonuna karşı filtre kağıdının şişme oranı. | 69 |
| 7.3: | %85'lik gliserin emdirilen filtre kağıtlarında birim alandaki buz ağırlık artışının gliserin konsantrasyonuna bağlı olarak değişimi. | 74 |
| 7.4: | Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerinde okunan sıcaklık değeri. | 75 |
| 7.5: | Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan Al plakada okunan sıcaklık değeri. | 76 |

| | | |
|-------|--|----|
| 7.6: | Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan PTFE plakada okunan sıcaklık değeri. | 78 |
| 7.7: | Değiştirilen ısıtıcı levha sıcaklık değerine karşılık, levha üzerine bant ile asılan Al plakada biriken buz miktarı. | 79 |
| 7.8: | Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine termal macun ile asılan Al plakada buz birikim miktarı. | 79 |
| 7.9: | Değiştirilen ısıtıcı levha sıcaklık değerine karşılık, levha üzerine bant ile asılan PTFE plakada biriken buz miktarı. | 81 |
| 7.10: | Değiştirilen ısıtıcı levha sıcaklık değerine karşılık, levha üzerine macun ile asılan PTFE plakada biriken buz miktarı. | 82 |
| 7.11: | %86'lık gliserin emdirilen filtre kağıtları, %85'lik gliserin içeren PHEMA hidrojeller üzerine yapılan buz birikim testlerinin referans alüminyum ve PTFE yüzey ile karşılaştırılması. | 83 |

TABLolar DİZİNİ

| <u>Tablo No:</u> | <u>Sayfa</u> |
|---|---------------------|
| 4.1: Buz çeşitlerinin özellikleri. | 18 |
| 4.2: Farklı yüzeylere ait su temas açısı ve yüzeye temas eden buzun kopması için gerekli kuvvet değeri. | 24 |
| 5.1: PolyHEMA membranların şişme özellikleri. | 39 |
| 6.1: PTFE kimyasal özellikleri. | 42 |
| 6.2: Alüminyum kimyasal özellikleri. | 43 |
| 6.3: Gliserinin kimyasal özellikleri. | 44 |
| 6.4: HEMA'nın kimyasal özellikleri. | 45 |
| 6.5: EGDM'in kimyasal özellikleri. | 46 |
| 6.6: AIBN'in kimyasal özellikleri. | 46 |
| 6.7: Benzoil Peroksit'in kimyasal özellikleri. | 47 |
| 7.1: Gliserin tüp denemeleri. | 60 |
| 7.2: Gliserin tüp denemeleri. | 61 |
| 7.3: Gliserin tüp denemeleri. | 62 |
| 7.4: Gliserin tüp denemeleri. | 63 |
| 7.5: Gliserin tüp denemeleri. | 64 |
| 7.6: Gliserin küçük membran denemeleri. | 65 |
| 7.7: Gliserin büyük membran denemeleri. | 66 |
| 7.8: Gliserin emdirilen PP şişme oranı. | 67 |
| 7.9: Gliserin emdirilen filtre kağıdının şişme oranı. | 68 |
| 7.10: Farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilen filtre kağıdının şişme oranı. | 68 |
| 7.11: -2 °C'de Al yüzeye aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yapılan buz birikim testleri. | 70 |
| 7.12: -2 °C'de PTFE yüzeye aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yapılan buz birikim testleri. | 70 |
| 7.13: %85'lik gliserin emdirilen polyHEMA membranların buz birikim testleri. | 71 |
| 7.14: -2 °C'de gliserin emdirilmiş PP-Elyafın buz birikim testleri. | 72 |

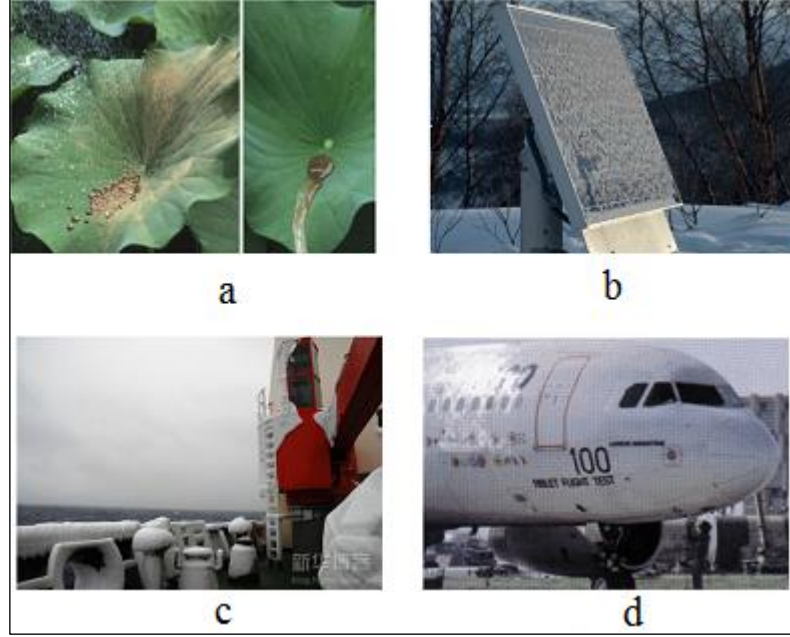
| | | |
|-------|--|----|
| 7.15: | -2 °C’de gliserin emdirilmiş filtre kağıdının buz birikim testleri. | 73 |
| 7.16: | -2 °C’de farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilmiş filtre kağıdının buz birikim testleri. | 73 |
| 7.17: | Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerinde okunan sıcaklık değeri. | 75 |
| 7.18: | Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan Al plaka üzerinde okunan sıcaklık değeri. | 76 |
| 7.19: | Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan PTFE plakada okunan sıcaklık değeri. | 77 |
| 7.20: | -2 °C’de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde Al plaka buz birikim testleri (Al plaka bant ile asıldı). | 78 |
| 7.21: | -2 °C’de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde Al plaka buz birikim testleri (termal macun kullanıldı). | 80 |
| 7.22: | -2 °C’de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde PTFE plaka buz birikim testleri (PTFE plaka bant ile asıldı). | 81 |
| 7.23: | -2 °C’de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde PTFE plaka buz birikim testleri (termal macun kullanıldı). | 82 |

1. GİRİŞ

Buzlanma, hava sıcaklığının sıfır derecenin altına düşmesiyle, havadaki buhar veya sıvı haldeki nemin soğuyarak yüzeyler üzerinde buz halinde katılaşmasıdır. Buzlanma Şekil 1.1’de gösterildiği gibi havacılık, ulaşım, rüzgar türbinleri ve iletişim gibi pek çok alanda ciddi problemlere yol açmaktadır [Zhang et al., 2015]. Buz birikimi, önleyici faaliyetlerde bulunulmadığı zaman kazalara neden olabilmektedir. Uçak yüzeyinin buzlanması yükselme gücünü azaltır, ağırlığını artırır, iniş takımlarındaki donma ise sistemin çalışmamasına neden olabilir. Özellikle uçaklarda ve gaz türbin motorunda birikmesi uçak endüstrisinde felaketle sonuçlanır. Kanatlarda ve ön uçta kar birikimi olursa sürüklenmeyi artırır ve yükselmeyi güçleştirir. Böylece buzun varlığı uçağın aerodinamik performansını, özellikle kanatların ve pervane bıçaklarının çalışmasını etkileyebilir [Bharathidasan et al., 2014]. Bu nedenle, yapılar üzerindeki buzlanmayı önleme ve buz birikiminin kontrolü üzerine önemli uygulamalar vardır. Geçmişte, buz birçok anti-icing sistemleri buz oluşumunu azaltmak için geliştirilmiştir. Yaygın olarak kullanılan buz giderici yöntemlerde, buz çözücü kimyasalların çevreye zarar vermesi ve ısıtma için enerji tüketimi gibi bazı dezavantajları vardır. Buz oluşumunu ve yapışmasını en aza indirmek için buz sevmeyen geçici ya da kalıcı kaplama uygulamaları ortak strateji olmuştur [Croutch et al., 1992]. Buz birikimini önlemek için kimyasal, termal ve mekanik teknikler geliştirilmiştir.

Kaplama stratejilerinde 2 farklı yaklaşım bulunmaktadır. Çalışmaların çoğu buz yapışma kuvveti az olan, buz sevmeyen kaplamalar üzerine odaklanmıştır [Anderson and Reich, 1997], [Laforte et al., 2002], [Menini and Farzaneh, 2009]. Bazı kaplamaların kullanılması buzun yüzeyden kopma kuvvetini düşürerek buzun yüzeyden uzaklaştırılmasına yardımcı olur. Kaplama ile ilgili çoğu çalışma buz yapışma kuvvetini azaltmaya odaklanılmıştır [Antonini et al., 2011]. Buzu sevmeyen kaplamalar buz birikiminin önlenmesi ya da azaltılması için, pasif bir teknik olarak önerilmiştir. Bu kaplamalar buzun yapışmasını azaltmaya yardımcı olur ya da suyun yüzeyde donmasını geciktirir [Saito, 1997], [Kulinich, 2009]. Süperhidrofobik yüzeylerin yüksek su itici özelliği ile düşük buz yapışma kuvvetine sahip olduğuna inanılır [Bharathidasan et al., 2014]. Alüminyum ve alaşımları, mükemmel mekanik özellikleri ve hafif olması nedeniyle havacılık alanlarında yaygın olarak

uygulamalarda kullanılmaktadır.



Şekil 1.1:Süperhidrobik yüzey ve uygulamaları a) lotus yaprağı; b) güneş enerji paneli; c) süperhidrofobik yüzeyli gemi; d) süperhidrofobik yüzeyli uçak.

1.1. Tezin Amacı ve İçeriği

Bu tezin amacı, ısıtıcı levha ya da hidrojel polimer kaplama kullanarak geliştirilen yüzeylerin buzlanmayı önlemesi veya mümkün olduğunca azaltmasıdır. Bu çalışmanın ilk aşamasında, elektrotermal olarak kısmen ısıtılan metal levha üzerine alüminyum ve teflon plakalar yerleştirilerek $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ da sabit tutulan ortam sıcaklığında, levha sıcaklığı az miktarda değiştirilerek farklı sıcaklıklarda buzlanma testleri yapılmıştır. Isıtmalı alüminyum ve teflon yüzeylerin $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ortam sıcaklığında $-0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yüzeylerin bu koşullardaki buz tutmama kapasiteleri ölçülmüştür.

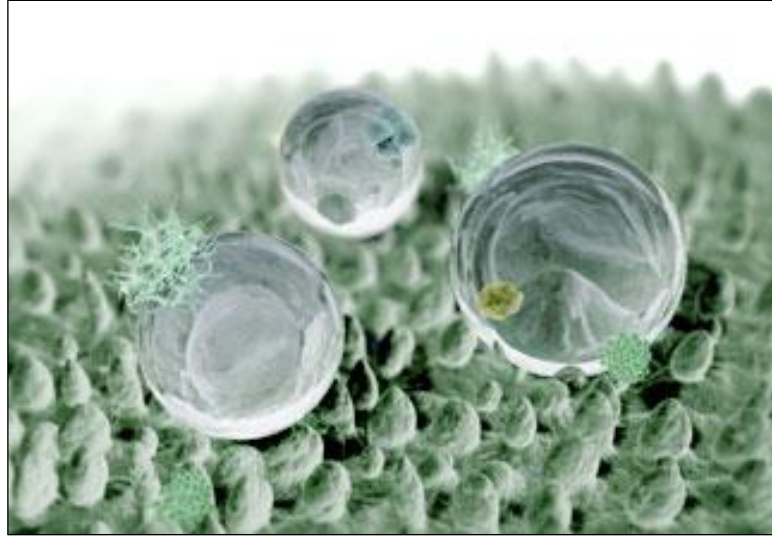
Kaygan sıvı içeren yüzeyler (SLIPS) kapsamında yapılan polimer kaplama metodunda ise farklı konsantrasyonlarda gliserin ile hazırlanan hidrojel tabakalarının aynı test sistemi içindeki buz tutmama kapasiteleri ölçülmüştür. İlk aşamada tüpler içinde sentez çalışmaları yapılmış, farklı reçetelerde hazırlanan polyHEMA (poli-2-hidroksietil metakrilat) hidrojellerin gliserin emme miktarları saptanarak uygun reçetelere karar verildiğinde membran testlerine başlanmıştır. Sentez çalışmalarında, monomer olarak HEMA (2-Hidroksietil metakrilat), çapraz bağlayıcı olarak EGDM

(etilenglikol dimetilakrilat), başlatıcı olarak AIBN (azobis-izobutiro-nitril) kullanılmıştır. Bu karışıma farklı oranlarda gliserin ve su eklenerek polimerizasyon denemeleri yapılmıştır.

Tüp denemelerinin sonucuna göre seçilen reçetelerle küçük membran çalışmasına geçilmiştir. Küçük membran denemelerinde yapılan test sonuçlarına göre seçilen reçetelerle büyük membran polimerizasyonu yapılmıştır. Hazırlanan büyük membranlara farklı konsantrasyonlarla gliserin-su karışımı emdirilerek -2 °C sıcaklıktaki iklimlendirme kabini içerisinde, -0.5 °C sıcaklıktaki aşırı soğutulmuş su püskürtülerek, oluşan ağırlık artışı incelenmiştir. Bu yüzeylerin buz tutmama kapasiteleri referans yüzeylerle karşılaştırılmıştır.

2. LOTUS YAPRAĞI ETKİSİ ve SÜPERHİDROFOBİK YÜZEY OLUŞTURMA YÖNTEMLERİ

Lotus bitkisi, “gerçek nazik çiçekler” olarak bilinmektedir. Lotus bitkisi çamurlu ve kirli ortamlarda yaşamaktadır. Lotus bitkisinin muhteşem özelliği ise bu kadar kirli ve çamurlu bir ortamda yetişmesine rağmen yapraklarının tertemiz olmasıdır. Lotus bitkisi üzerine en ufak toz parçası geldiğinde hemen yapraklarını sallar ve tozu belli bölgeye doğru iter. Ve yağmur yağmaya başladığında ise yağmur damlalarını aktif bir biçimde kullanarak temizlenir. Yapracağının üzerine düşen yağmur damlalarının üzerindeki kirli bölgelere aktararak kendini temizler. Lotus bitkisi bu özelliği ile bilim adamlarının ilgisini çekmiştir. Lotus yaprağı üzerindeki yağmur damlası Şekil 2.1’e gösterilmektedir.



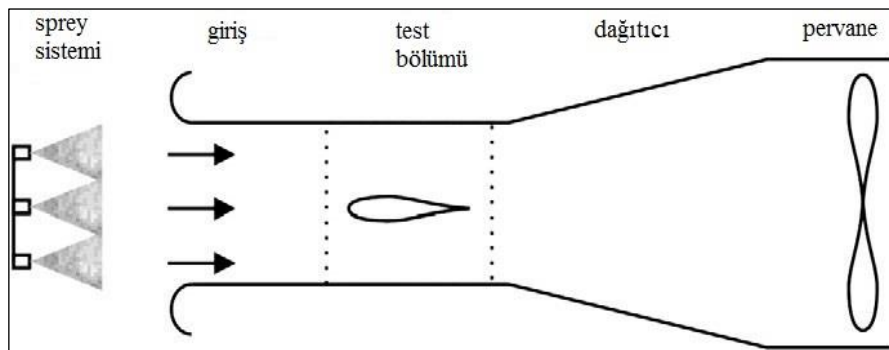
Şekil 2.1: Lotus yaprağı üzerindeki yağmur damlası.

Barthlott ve Neinhuis 1997 yılında nilüfer yaprağında nano ve mikro pürüzsüzlüklerle yüzey gerilimini azaltıp, kendi yüzeyini temizleyebilen doğal bir yüzey koruma davranışını keşfetmiştir. Bu davranış “nilüfer etkisi” olarak bilinir. Bu etki su damlalarının yaprak yüzeyinden kaymasını sağlayan süperhidrofobiklik özelliği olarak açıklanır. Nano yüzey pürüzsüzlüklerinin yüksek yoğunluğu, hiçbir su molekülünün yüzeyden emilimine izin vermez ve yuvarlanan su zerrelere yaprakta bulunan tozları da temizleyerek akar. Bu davranış kendini temizlemek olarak adlandırılır. Süperhidrofobik, kendini temizleyen yüzeylerin, düşük yüzey gerilimi ve

mikrometre ya da nanometre seviyesindeki aşamalı olarak azalan yüzey pürüzlülüğü ile oluştuğu açıklanmıştır. Böyle yüzeylerde, suyun statik temas açısı 150° 'den büyük ve kayma açısı 10° 'den küçüktür.

Araştırmacılar lotus yaprağının yüksek su itici özelliğinden etkilenmişlerdir. Lotus yaprağını inceleyerek buzlanmayı önleyici süperhidrofobik yüzey üzerine çalışmalar yapmışlardır [Kim et al., 2012]. Yapılan bu süper hidrofobik kaplamalarda amaç yüzey ile su damlası arasında 150° 'den büyük temas açısı ve 10° 'den küçük kayma açısı elde ederek buzlanmayı önlemektir.

Süperhidrofobik kaplamaların kullanılmasının nedeni, sıvı formdaki damlaların su itici ve düşük yapışkanlık özelliklerini kullanarak yüzeyde su donmadan önce su birikimi önlemek ya da azaltmaktır. Bir katı yüzeyine buz ve su yapışması, buz-katı ve su-katı ara yüzeyindeki etkileşimde moleküller arası kuvvete bağlıdır. Bir yüzeydeki buz yapışma kuvveti ile su yapışma kuvveti arasında evrensel bir korelasyon yoktur. Bununla birlikte, süperhidrofobik özelliklere sahip bazı malzemeler de zayıf buz tutma özelliğini gösterebilir ve bu da buz tutmama stratejilerinde ek bir fayda sağlar [Laforte et al., 2002]. Günümüze kadar yapılan çalışmalarda, iki strateji (1-buzu sevmeyen kaplamaların uygulamaları ve 2-süperhidrofobik kaplamaların) arasında hiçbir ayırım yapılmamıştır. Son zamanlarda yapılan bazı çalışmalarda [Kimura et al., 2007], [Cao et al., 2009] farklı yüzeylerin buzlanma koşullarında [Kimura et al., 2007] ve aşırı soğutulmuş sıvı su akışı ile birlikte [Cao et al., 2009] etkinliğini ispat etmek için sonuçlar sunmuştur.



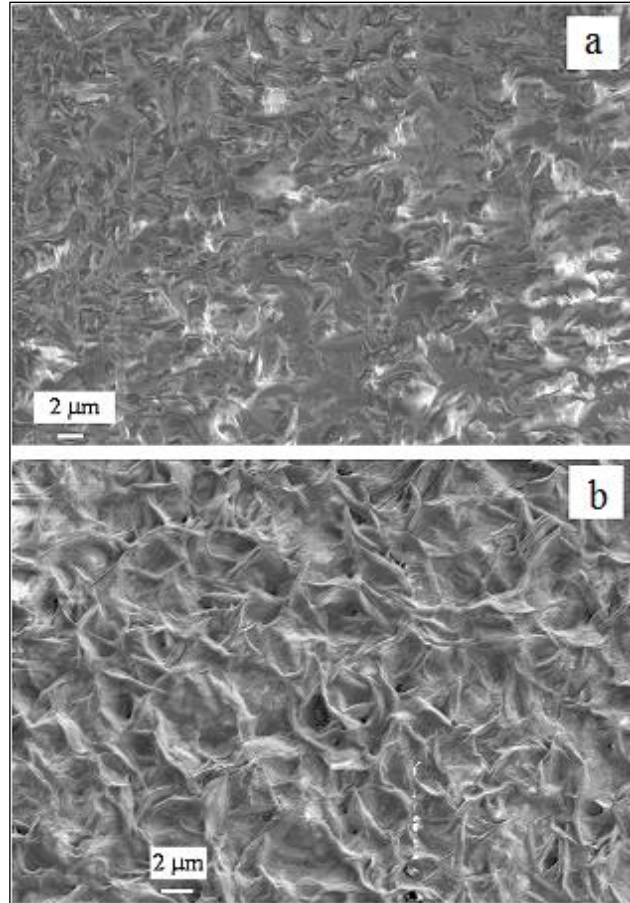
Şekil 2.2: Antonini ve arkadaşlarının kullandığı rüzgar tünelinin şematik gösterimi.

Antonini ve arkadaşları, buzlanma koşullarına maruz kalan süperhidrofobik kaplamaların etkisini incelemiştir [Antonini et al., 2011]. Rüzgar tüneline (IWT) kırağı, şeffaf buz ve kar tipi buzlanma oluşturarak farklı yüzeylerde; polimetil

metakrilat (PMMA) kaplı, süperhidrofobik teflon kaplı aşınmış alüminyum yüzeyler ve işlenmemiş alüminyum buzlanmayı test ettiler. Farklı yollarla alüminyum yüzeyleri kaplayarak farklı yüzey ıslatma kabiliyetleri elde etmeyi amaçladılar. Farklı yöntemler kullanarak buz yapışma kuvveti ve buz birikiminin belirlenmesini amaç edinmişlerdir.

Sonuç olarak, bir kaplama yönteminin uygulanmasının, buzlanma koşullarına maruz kalan yüzeylerde ısıtma gücünün azaltılmasını sağladığını göstermişlerdir. Bir kaplama yöntemi kullanılırsa, daha az enerji gerektiğini belirtmişlerdir. Şekil 2.2’de şematik gösterimi bulunan rüzgar tüneline kullanmışlardır [Antonini et al., 2011].

Menini ve arkadaşları, Al_2O_3 yüzeyinde aşırı yapışan bir poli (tetrafloroetilen) (PTFE) kaplaması elde etmek için çalışmışlardır. Bu çalışmada, bir fosforik asit elektrolitinde anotlama ve daha sonra bir oksit aşındırma ile kaplama yapılmıştır [Menini et al., 2011]. PTFE emdirme Al_2O_3 tabakasının yüzey pürüzlülüğünden etkilendiğinden, bu çalışmanın amacı yüzey pürüzlülüğünü arttırmaktır.



Şekil 2.3: Anotlanmış PTFE Al 6061 numunesinin (10% w/w H_3PO_4 , $T=+18\text{ }^{\circ}C$ ve $U=60\text{ V}$) taramalı elektron mikroskobu görüntüleri. a) aşındırma olmayan yüzey b) 30 s aşındırma yapılan yüzey.

Daha önce yapılan çalışmalarda, anotlama elektroliti olarak sülfürik asit, oksalik asit ve fosforik asit kullanılmıştır. Sonuç olarak, oksalik asit ve fosforik asit en yapışkan PTFE emdirme ve en iyi hidrofobik özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. SEM çalışmaları, H_3PO_4 ile oluşturulan Al_2O_3 tabakasının $H_2C_2O_4$ 'ten daha sert yüzeylere sahip olduğunu göstermiştir. Çalışmada çok sert bir yüzey elde etmek için fosforik asit kullanılmıştır [Menini et al., 2011].

Çalışma, alüminyum alaşımının (6061) buzı sevmeyen ve hidrofobik özelliklerinin, bir Al_2O_3 alt tabakası üzerine aşırı yapışık bir PTFE kaplamanın emdirilmesiyle arttırıldığını göstermektedir [Menini et al., 2011]. Bu kaplamaların işlenmemiş alüminyumdan dört kat daha düşük süperhidrofobik özelliklere ve buz yapışma özelliklerine sahip olduğu rapor edilmiştir [Menini et al., 2011]. Aşındırma yapılan ve yapılmayan yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 2.3'de gösterilmektedir [Menini et al., 2011].

3. TEMAS AÇISI ve SERBEST YÜZEY ENERJİSİ

3.1. Temas Açısı Teorisi, Young Denklemi

Yatay bir katı yüzeyi üzerinde sıvı damlası tarafından, katı-sıvı-buhar fazlarının kesiştiği noktada oluşan teğetin açısına temas açısı adı verilir. Temas açısı, θ , katı yüzeyinin sıvı ile ıslatılmasının kantitatif ölçümüdür.



Şekil 3.1: Su damlacıkları hidrofilik bir yüzeye (solda) yayılır ve hidrofobik bir yüzeyde (sağda) boncuk şeklinde yüzeyde kalır.

Süperhidrofobik yüzeyler düşük sıcaklıklarda bile buz birikimini önler. Son yıllarda, çoğu araştırmada su itme potansiyeli nedeniyle süperhidrofobik kaplamalara odaklanılmıştır. Şekil 3.1’de su damlalarının hidrofilik ve hidrofobik yüzeylerde görünümü verilmiştir. Temas açısı θ_c , yüzeyin ıslanabilirliğini karakterize etmektedir.

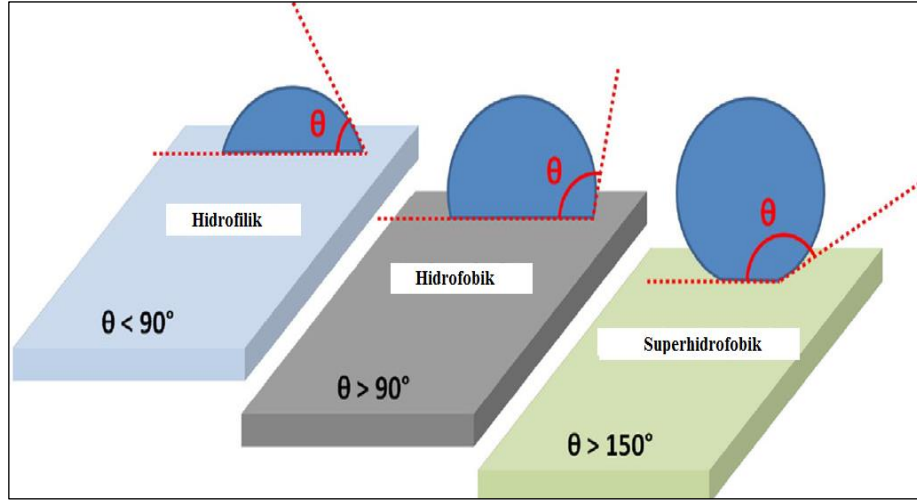
Şekil 3.2’de hidrofobik, hidrofilik ve süperhidrofobik yüzeylerde damlaların oluşturduğu durumlar gösterilmektedir. Buna göre,

- $\theta > 150^\circ$ ise süperhidrofobik.
- $\theta > 90^\circ$ ise ıslanmaz, hidrofobik.
- $\theta < 90^\circ$ ise kısmen ıslanır, hidrofilik.

Buz birikimini önlemek için temas açısının yüksek olması ($>150^\circ$) ve düşük kayma açısı ($<10^\circ$) gerekmektedir. Bütün pürüzlü, hidrofobik yüzeylerin temas açıları 150° ’nin üzerindedir [Rykaczewski et al., 2013]. Hidrofilik ve süperhidrofobik

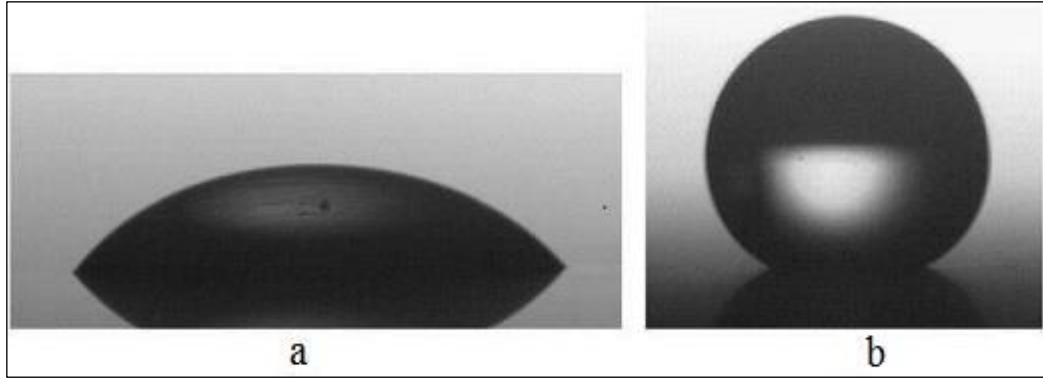
yüzeylerde su damlaları Şekil 3.3’de verilmektedir [Antonini et al., 2011].

Temas açısı için 3 durum vardır;



Şekil 3.2: Yüzeylerde farklı temas açıları durumu.

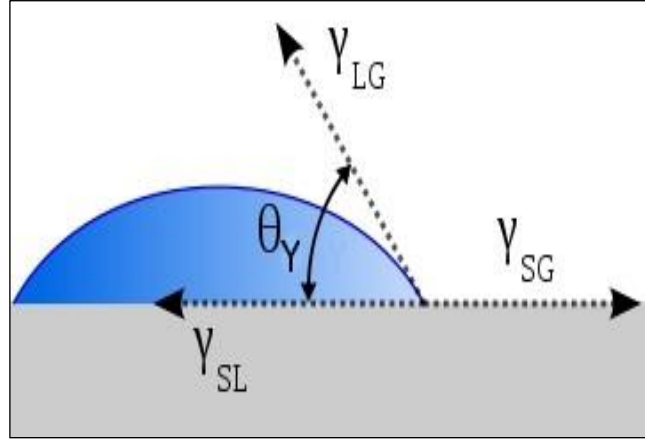
Temas açısı dengesi, 1805 yılında Thomas Young tarafından bulunmuştur. Thomoas Young’a göre katı yüzeyi pürüzsüz ve kimyasal olarak homojen ise denge temas açısını katı, sıvı ve buhar tarafından oluşturulan üç fazın yüzeyler arası gerilim kuvvet dengesi oluşturur.



Şekil 3.3: a) Hidrofilik yüzeyde su damlası b) süperhidrofobik yüzeyde su damlası. Her iki damlanın hacmi aynıdır, 11.5µL (küresel damlaya göre çap 2.8 mm).

Sıvı damlası, katı yüzeyinde üç kuvvet ile dengeyi sağlamaktadır, buna arayüzey gerilimleri denir. Şekil 3.4’de gösterildiği gibi, katı ve sıvı arasındaki yüzey gerilimi, γ_{SL} , katı ve gaz arasındaki yüzey gerilimi, γ_{SG} , sıvı ve buhar arasındaki yüzey gerilimi ise γ_{LG} olarak gösterilir. Kuvvet dengesi eşitlik 3.1’de verilen Young eşitliği ile ifade

edilir [Young, 1805], [Erbil, 2014].



Şekil 3.4: Katı bir yüzey üzerinde su damlasının oluşturduğu temas açısı ve damlayı etkileyen yüzey gerilimi bileşenleri.

Young denklemi:

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos \theta \quad (3.1)$$

Eşitlik 3.1’de θ , temas açısını; γ ise yüzey gerilimini (ya da yüzey serbest enerjisi) ifade etmektedir.

Eğer,

- $S = \gamma_{SG} - \gamma_{LG} \cdot \gamma_{SL}$ ise Young denklemine göre S (yayıma katsayısı) > 0 ise $\cos \theta = 1$ dir, $\theta = 0$. Bu da sıvının katı yüzeyinde tamamen yayıldığını gösterir.
- $\gamma_{SG} = \gamma_{SL}$ ise $\cos \theta = 0$ ve $\theta = 90^\circ$ dir.
- $\gamma_{sv} < \gamma_{SL}$ ise $\cos \theta < 0$ ve θ ise 90° ’den büyüktür.

Temas açısı (CA), su itme eğilimi nedeniyle yüzey hidrofobikliğin ölçüsü olarak kullanılır. CA’nın 0° olması yüzeyin tamamen ıslanması, CA’nın 180° olması yüzeyin ıslanmaması anlamına gelir. Genellikle düşük yüzey gerilimi γ_{sv} yüksek temas açısı anlamına gelmektedir. Temas açısı 90° ’den büyük ise hidrofobik, 90° ’den küçükse hidrofildir. Suyun CA değeri 150° ’nin üzerinde olduğu durumlarda yüzey süperhidrofobiktir.

3.2. Temas Açısı Karmaşası

İlerleyen (advancing) ve gerileyen (receding) temas açıları arasındaki fark, temas açısı karmaşası olarak tanımlanır. İdeal durumdan sapmanın ne kadar olduğunu göstermektedir (Eşitlik 3.2).

$$CAH = \Delta\theta = \theta_a - \theta_r \quad (3.2)$$

Eşitlikte, CAH, temas açısı karmaşasını; θ_a ilerleyen (advancing) temas açısını; θ_r ise gerileyen (receding) temas açısını göstermektedir.

Pratikte gerileyen temas açısı, ilerleyen temas açısından küçüktür, bununla birlikte denge temas açısı ise ilerleyen ve gerileyen temas açılarının arasında bir değere sahiptir. İlerleyen temas açısı her zaman denge temas açısından büyüktür. Gerileme ve ilerleme açıları arasındaki farkın az olması, yüzeyin temiz olmasına ve ideale yakın olmasına bağlıdır. Yüzeyinde pürüz olmayan, homojen yüzeylerde (ideal yüzey) $\theta_a = \theta_e = \theta_r$ olarak kabul edilmektedir.

Yüzey pürüzlülüğü, polimer yüzeyindeki heterojenlik, yüzeydeki kirlilik, moleküler yönelim ve deformasyon, sıvı moleküllerin geçişi ve damla boyutu temas açısı karmaşasını etkileyen faktörlerdir.

Yüzey pürüzlülüğü; bir materyal yüzeyinin su ile yaptığı kontak açısı 90° 'den büyük ise bu yüzeyin pürüzlülüğü açığı artmasına neden olurken, 90° 'den küçük ise yüzeyin pürüzlülüğü açının azalmasına yol açar [Wenzel, 1936], [Erbil, 2006]. Yüzey pürüzlülüğü arttıkça, hidrofobik ve hidrofilik özellikler de artar. Yüzeyinde pürüz olmayan hidrofobik yüzeylerde ulaşılabilecek maksimum temas açısı 120° 'yi geçmemektedir. Pürüzlü yüzeylerde, pürüzlülük yüzey ve su damlası arasında hava sıkışmasını sağladığı için damla ve yüzey arasındaki etkileşimi düşürür. Bu nedenle temas açısı hidrofobik yüzeylerde artış göstermektedir.

Polimer yüzeyindeki heterojenlik; polimer yüzeyindeki temas açısı karmaşası, yüzeydeki kimyasal heterojenliğe dayanmaktadır. Katı yüzeyinin düzgün bir yapıya sahip olmaması, akışkan yüzeyi için yarı kararlı biçimlere yol açmaktadır. Yarı kararlı durumlarda enerji bariyerleri arasındaki fark, temas açısının daha yakın ve dengeli bir yüzeye gelmesi için artış göstermektedir. Heterojen yüzeylerde bazı bölgeler üçlü faz temas çizgisinin hareketine bariyer olmaktadır. Bu nedenle bariyer olan bu bölgelerde farklı temas açıları ölçülmektedir. Yüzeyin heterojenliği hakkında bilgi ilerleyen ve

gerileyen temas açıları ile elde edilmektedir. Örnek olarak, heterojen bir yüzey üzerinde su damlası oluşturulduğunda, hidrofobik bölgede sıvı ilerlerken temas çizgisinin hareketine takılırken temas açısı da artış gösterir. Su gerilerken ise, hidrofilik bölgede temas çizgisinin akan hareketini geri çekerken temas açısında da azalma meydana gelir. Böylece yüzeyde bir temas açısı karmaşası oluşur ve yüzeyde heterojenlik arttıkça temas açısı karmaşası da artar [Erbil, 2006].

Kirlilik; polimer yüzeyinin üretimi sırasında yabancı maddelere maruz kalması ile kirlilik oluşur. Temas açı ölçümü yapılmadan önce polimer yüzeyinin temiz olduğundan emin olunmalıdır. Polimerin içinde çözünmeyeceği ve kirliliğin temizlenebileceği uygun bir çözelti ile yıkanmalıdır [Erbil, 2006].

Moleküler yönelim ve deformasyon; hidrojen bağına sahip polar yapılarda histerisisin nedeni yüzeydeki sıvı fazındaki etkinin moleküler olarak tekrar yapılandırılmasından kaynaklanır. Bu yapıda, polimerin yüzey konfigürasyonu, çevreleyen ortamın değişmesine neden olur. Polimer yüzeyindeki elektron alma ve verme de yüzey yapısının değişimine neden olan faktörlerdendir.

Sıvı moleküllerin geçişi; moleküller iki farklı şekilde geçiş yapabilir. Bunlar, polimer yüzeyine tutunan sıvı moleküllerinin geçişi ve sıvı moleküllerini buharlaştırarak gaz fazına geçiştir. Aşırı buharlaşma ise hem damla boyutunu hem de kontak açısını azaltır.

Damla boyutu; ilerleyen ve gerileyen temas açı değerleri yapışan sıvı damla boyutuna bağlı olarak farklılık gösterir. Temas açısı, azalan damla boyutuyla azalma gösterir.

3.3. Serbest Yüzey Enerjisi

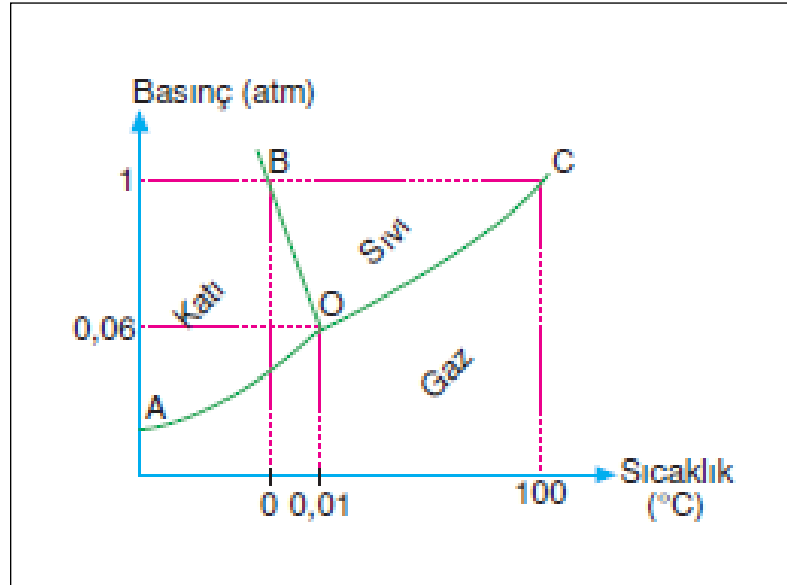
Serbest yüzey enerjisi, birim yüzey alanını sabit sıcaklıkta 1 m^2 arttırmak için gerekli olan enerjidir. Sıvılar söz konusu olduğunda yüzey gerilimi ile serbest yüzey enerjisi arasında nümerik fark yoktur ancak birimleri farklıdır. Serbest yüzey enerjisinin birimi N/m^2 'dir, yüzey geriliminin birimi ise N/m 'dir. Sıvı yüzeyi ve sıvı arasında dinamik denge vardır, böylece sıvının her yerinde serbest yüzey enerji birbirine eşittir.

Katı yüzeylerde de, moleküllerdeki denkleşmemiş kuvvetlerin etkilerinden dolayı serbest enerji meydana gelir. Moleküllerinin hareketleri, katı yüzeylerde sıvılara oranla daha küçüktür. Katı yüzeyindeki serbest yüzey enerji her noktada aynı

değildir. Sıvı molekülleri, sıvı yüzeyinde sürekli hareket halindedirler fakat katı yüzeylerde böyle bir hareketlilik yoktur. Katı yüzeylerdeki serbest yüzey enerjisi sıvılarda olduğu gibi kopma direnci testlerine dayanan doğrudan metotlar kullanılarak tespit edilemez, bunun için temas açısı ölçümlerine dayalı dolaylı metotlar kullanılır [Erbil, 2006].

4. YÜZEYLERDE BUZLANMA

Buzlanma, suyun üçlü noktası olarak bilinen ($0.01\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklık ve $612\text{ Pa}=4.6\text{ mmHg}$ kısmi basınç) daha düşük sıcaklığa sahip bir yüzey ile teması durumunda meydana gelir. Yani nemli havanın suyun donma noktasının altında bir soğuk yüzey ile karşılaşması halinde su damlacıkları soğuk yüzey üzerinde yoğunlaşır. Bu damlacıklar bir süre sonra buz formunu geçer [He et al., 2011], [Parent and Ilinca, 2011]. Dış ortam sıcaklığı, suyun sıcaklığının üzerinde olması durumunda, kendi sıcaklığı donma noktasından düşükse, havada nem olma koşulu ile buzlanma oluşabilir.



Şekil 4.1: Faz diyagramı.

Şekil 4.1’de verilen faz diyagramı, bir maddenin her hangi bir basınç altında ve sıcaklıkta hangi fazda olduğu, farklı faz arası geçişlerin hangi koşullarda gerçekleştiğinin, denge koşullarının bilgisini veren grafiktir. Ayrıca fazların termodinamik açıdan kararlı olduğu basınç ve sıcaklığı göstermektedir. Suyun hangi fiziksel halde olduğuna karar verilmesi için tek bir parametrenin (basınç ya da sıcaklık) bilinmesi yeterlidir. Her iki parametrenin de bilinmesi sistemin özelliklerinin tam olarak saptanmasını sağlamaktadır.

Şekil 4.1’de gösterilen faz diyagramı, bir maddenin hangi basınç-sıcaklık değerlerinde hangi fazda kararlı olduğunu göstermektedir. Bu basınç-sıcaklık değerlerini içeren bölgeler faz sınırı olarak adlandırılan çizgiler ile ayrılmaktadır.

Şekilde 0,01 °C üçlü noktanın sıcaklığını, 100 °C kaynama sıcaklığını ve 0 °C ise donma sıcaklığını ifade etmektedir.

J. W. Gibbs tarafından ortaya konulan fazlar kuralında, F (bir bileşimdeki bir sistemin varyansı) ve C (bileşen sayısı) ile P (dengedeki faz sayısı) arasındaki bağıntı $F = C - P + 2$ eşitliği ile gösterilmektedir. Tek bileşenli (C=1) ve tek fazlı (P=1) bir sistemde, basınç ve sıcaklık bağımsız olarak değiştirilebilirken faz sayısı sabit kalır ve $F = 2$ olur. Tek bileşenli (C=1) ve iki fazlı (P=2) sistemlerde, iki faz arasında denge varsa sıcaklık değiştirildiğinde dengedeki faz sayısını sabit kalabilmesi için basıncın, basınç değiştirildiği takdirde bununla birlikte sıcaklığın değiştirilmesi gerekir. Bu durumda $F=1$ olur. Sadece saf su olan sistemlerde $F = 3 - P$ eşitliği kabul edilir ve tek fazlı sistemde $F=2$, iki fazın dengede olduğu durumda ise $F=1$ olarak hesaplanır. Sıcaklığın sabit tutulması durumunda basınç istenildiği gibi değiştirilemez.

Üç fazın dengede halinde olması durumunda $F=0$ olur ve sistem değiştirilemez. Sadece belirli bir sıcaklık ve basınç koşullarında geçerli bir durumdur. Bu nedenle faz diyagramı üzerinde bir nokta ile gösterilir ve bu nokta 'üçlü nokta' olarak adlandırılır [Atkins and Paula, 2006].

Buz oluşumu olgusu genellikle çığ noktasının altında bir sıcaklığa sahip soğuk yüzey nemli havaya maruz kaldığında gerçekleşir. Ayrıca, yüzey sıcaklığı donma noktasının altında ise buzlanma oluşur. Bu durum, ısı transferinin ve hava akış alanının azalmasıyla basınç kaybında azalma olacağı için buz katmanı oluşumu istenmemektedir. Bu nedenle, araştırmacılar buz oluşumunu önlemek için etkili yöntemler araştırmaktadırlar. Bu yöntemler arasında, buz parçacıklarının yüzeye yapışmasını önleyerek buz birikimini engelleyen yenilikçi yüzey teknolojileri üzerine çalışılmıştır [Liu, 2008]. Forest, yüzey enerjisini azaltmak için polimer kaplamaları kullanmış ve sonuç olarak buzun yüzeye yapışma kuvvetini azaltmıştır [Forest, 1980]. Sıfır yüzey enerjisi elde edilmesi gerektiği sonucuna varmıştır. Yüzey enerjisi sıfır olduğunda, temas açısı (CA) 180° olmalıdır. Teflon genellikle düşük yüzey enerjili olarak değerlendirilir, ama temas açısı buz yapışmasını önleyecek kadar büyük değildir [Liu, 2008].

Zeminde ve havada buz oluşumu insan faaliyetleri için felakete sonuçlanabilir. Havada buzlanma genellikle iniş öncesi 9000-20000 ft'te, troposfer ve cirrus bulutlarının üzerinde aşırı soğutulmuş su etkisi altında kaldığında uçağın dış kısmında meydana gelir. 0-500 µm büyüklüğünde olan bu damlalar, soğuk uçak yüzeyi ile çarpıştığında buzlanma meydana gelebilir ve bu da güvenliği tehdit eder. Başka bir

örnek ise, rüzgar türbini kanatlarında buz birikimi bıçakların aerodinamiğini etkiler, böylece sürtünme artar ve türbinden çıkan enerji azalmış olur. Güç kablolarındaki buz oluşumu nedeniyle ABD’de her yıl binlerce elektrik şebekesinde kesintiler meydana gelir. Bu nedenle, biriken buzun yüzeyden ayrılmasını ya da buz oluşumunu geciktirici yüzeyler geliştirmek için önemli çalışmalar yapılmıştır [Jung, 2011].

İlk defa, anti-icing sistem olarak gömülü termal sistemli polimer kompozit kanatlar rüzgar türbini ve uçaklar için önerilmiş, deneysel ve sayısal olarak geliştirilmiştir. Bir üretim tekniği kompozit kanat profili içinde belirli bir desen ile ayrı konstantan termal elemanların şeklinde elektrotermal anti-icing sistemi uygulamak için geliştirilmiştir.

Buzlanmayı etkileyen faktörler, sıcaklık ($T < 0$ olmalı) ve su içeriğidir.

Su içeriği ;

- Buluttaki su konsantrasyonu içeriği (gr/m^3) buz birikim oranının tespitinde önemlidir.
- Bulut tabanı ne kadar alçak ve sıcak olursa içindeki su miktarı o kadar fazladır.
- Kümüli form tipi bulutlardaki su muhtevası stratiform tipi bulutlardan daha fazladır.
- Aşırı derecede soğumuş su damlacıklarının artışı buzlanmanın etkinliğini artırır.

Bulut içerisinde,

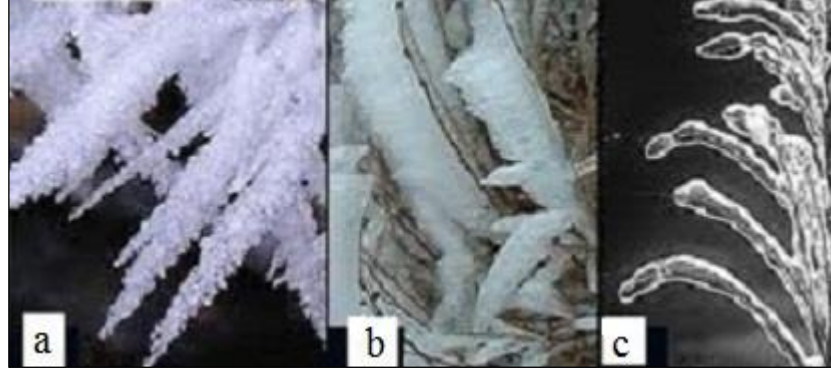
- $T < -25$ °C koşullarında buz kristalleri,
- $25 < T < -12$ °C koşullarında aşırı derecede soğumuş su damlacıkları & buz kristalleri,
- $-12 < T < 0$ °C olduğunda ise aşırı derecede soğumuş su damlacıkları & az miktarda buz kristallerinden oluşur.

4.1. Buz Çeşitleri

4.1.1. Kar Tipi Buzlanma (Rime Ice)

Kar şeklinde buzlanma, genellikle stratiform tipi bulutlarda 0 ile -20 °C arasında, kümüli form tipi bulutlarda -10/-20 °C arasında görülür. Bulutlarda meydana gelen

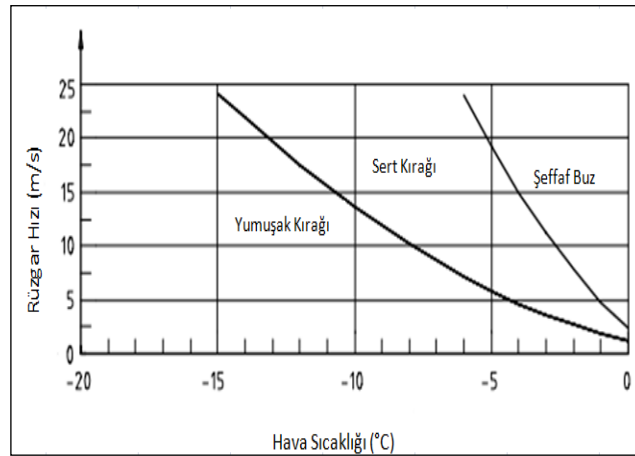
buzlanma, havanın sıcaklığı, nem, damlacık büyüklüğü gibi parametrelere bağlı olarak yumuşak kırağı (soft rime) ya da sert kırağı (hard rime) olarak adlandırılır. Kar tipi buzlanma, büyük ve aşırı derecede soğumuş su damlacıklarının sebep olduğu buzlanmadır. Bu oluşum yavaş gerçekleşir. Kırağı opak ve pürüzlü yapıya sahiptir (Şekil 4.2). Bu buzlanma türü yüksek rakımlarda ve düşük sıcaklıklarda görülmektedir.



Şekil 4.2: Buz çeşitleri a) yumuşak kırağı (soft rime), b) sert kırağı (hard rime) ve c) şeffaf buz (glaze ice).

4.1.2. Şeffaf Buzlanma (Clear- Glaze Ice)

0 °C altındaki sıcaklıklarda dağılan damlacık şeffaf olarak donarak yüzeye yapışır. Bu buzlanma türü donan yağmur alanlarında görülmektedir. 0/-12 °C sıcaklık aralığında kümüliiform tipi bulutlarda meydana gelmektedir.



Şekil 4.3: Hava sıcaklığı ve rüzgar hızına göre buz çeşitleri.

Büyük aşırı derecede soğumuş su damlacıklarının neden olduğu buzlanma türüdür. Uçaklarda iniş takımlarındaki donma, sistemin çalışmamasına neden olabilmektedir. Şekil 4.3’de gösterildiği gibi hava sıcaklığı ve rüzgar hızına göre buz çeşitleri farklılık göstermektedir. Tablo 4.1’de buz çeşitlerinin özellikleri verilmiştir.

Tablo 4.1: Buz çeşitlerinin özellikleri.

| Buz Çeşitleri | Yoğunluk [kg/m ³] | Adhezyon ve Kohezyon | Renk |
|----------------|----------------------------------|-------------------------|--------|
| Şeffaf Buz | 900 | Güçlü | Şeffaf |
| Sert Kırığı | 600-900 | Güçlü | Opak |
| Yumuşak Kırığı | 200-600 | Güçlü-Orta | Beyaz |

4.2. Aşırı Soğutulmuş Su

Su, iklimden seyahate, tarımdan insan sağlığına kadar hayatımızın hemen hemen her yönünü etkilemektedir. Suyun özellikleri yaşam için gerekli olan fiziksel ve kimyasal süreçlerin üzerinde önemli etkisi vardır. Solvent, ürün, reaktan madde ya da safsızlık gibi su içermeyen endüstriyel proses düşünülemez [Debenedetti and Stanley, 2003].

Su çeşitli kristal formlarda bulunabilir, bugüne kadar 13 farklı çeşit tanımlanmıştır. Bunlardan, 9 tanesi belirli sıcaklık ve basınç aralığında kararlıdır. Örneğin, atmosfer basıncında ve 72-273 K sıcaklık aralığında altıgen buz kararlıdır. Diğer buz çeşitleri ise yarı kararlıdır. Buna rağmen yeterince düşük sıcaklıkta suyun kararlı formu değişmez kristaldir. Sıvı su ise kristalin kararlı alanı içinde bulunabilir. Bu koşullar gerçekleştiğinde suyun aşırı soğutulmuş su olduğu söylenir. Aşırı soğutulmuş su istikrarsız bir denge durumunda bulunur. Çözünmüş ya da asılı kalmış safsızlıklar gibi küçük dalgalanmalar kararlı kristal fazın aniden ortaya çıkmasını tetikleyebilir. Aşırı soğutulmuş suyun en büyük doğal deposu bulutlarda küçük damlacıklar halinde oluşur [Debenedetti, 2003].

Soğuk ve aşırı soğutulmuş suyun sıradışı özellikleri, yeterince düşük sıcaklıklara soğutulduğunda daha fazla sıkıştırılabilir ve daha az yoğun olmasıdır. Çoğu sıvı sıkıştırıldığında bilim adamlarının dikkatini çekmiştir [Debenedetti and Stanley, 2003].

4.3. Buz Oluşumunu Önleyen Yüzeyler

Süperhidrofobik yüzeylerin bazı kullanım alanları Şekil 4.4’de gösterilmektedir. Buzlanmayı önleyici sistemler iki ana kategori altında toplanabilir: pasif ve aktif. Aktif metot; ısı işlem, mekanik kazıma ve kimyasal çözücüler kullanmayı içeren sistemdir. Buzlanma gerçekleşikten sonra uygulanan ve buzu yüzeyden ayırmak için çok fazla çabaya ihtiyaç duyulan bir metottur.



Şekil 4.4: Süperhidrofobik yüzey kullanım alanları.

Pasif metot ise buzlanma gerçekleşirken buz oluşumunu ve yüzeyde buz biçimlenmesini engelleyen yöntemdir. Buzun yüzeye düşük bağlanma kuvveti sebebiyle, yüzeylerden buzun daha etkili bir şekilde uzaklaştırılmasını sağlayan daha az enerji tüketimine ve sonuçta enerji tasarrufuna sebep olan bir metottur.

Pasif metodun uçaklar, rüzgar türbinleri, fotovoltaik cihazlar, elektrik güç hatları, gemiler gibi Şekil 4.4’de özetlenen birçok potansiyel uygulamaları bulunmaktadır [Zhang et al., 2015]. Siyah boyama ve buzlanmayı önleyici kaplamalar pasif buzlanmayı önleyici sistemler olarak kompozit malzemelerde dezavantajları vardır. Polimer kompozit malzemeler yüksek sıcaklıklara karşı hassas olduğundan,

rüzgar türbini kanadının siyah boyanması yaz aylarında malzemenin yüzey sıcaklığını arttırarak termal bozulmaya neden olabilir [Parent and Ilinca, 2011], [Seifert, 2004]. Çoğu zaman pasif buzlanmayı önleyici sistemler buzlanmayı önlemede yeterli olmamıştır, bu sistemler aktif buzlanmayı önleyici sistemlerle kombinlenmelidir [Antonini et al., 2011], [Parent and Ilinca, 2011], [Mohseni, 2013].

Özbay ve Erbil yaptıkları çalışmada işlenmemiş Al, bakır, paslanmaz çelik, polipropilen, PTFE yüzeyler ve %3'lük SBR-toluen çözeltisi içine daldırma yöntemi kullanarak kapladıkları cam lamelleri test etmişlerdir. -2 °C'de bu yüzeylerin buz tutmama özelliklerini incelemişlerdir [Özbay et al., 2015]. Elde edilen buz birikim miktarları karşılaştırıldığında, bakır (1006 ± 49) > SBR (968 ± 18) > polipropilen (933 ± 42) > paslanmaz çelik (916 ± 24) > alüminyum (880 ± 30) > politetrafloroetilen (742 ± 33) olarak sıralamışlardır. Polipropilen yüzey ve SBR kapladıkları yüzeyde buz birikim miktarları açısından büyük fark olmadığını ve en az buz birikiminin politetrafloroetilen (PTFE) yüzey üzerinde olduğunu rapor etmişlerdir. Bu durumun yüzeylere ait serbest yüzey enerjisi ve su teması açısına bağlı olarak değişkenlik gösterdiğini belirtmişlerdir [Özbay and Erbil, 2016]. Son 10 yılda yoğun çaba harcanmış olmasına rağmen pasif buzlanma karşıtı yöntemler pratikte fazla başarılı olamadıkları için endüstriyel alanda uygulamaları çok azdır [Erbil, 2016].

Aktif buz önleyici sistemler genelde enerji kaynağı gerektirir; bu kaynaklar termal, kimyasal ya da pnömatik olabilir. Polimer kompozit airfoils için sıcak hava sistemleri gibi geleneksel termal anti-icing sistemler, polimer kompozitlerinin maksimum çalışma sıcaklığı ve yüksek termal direnci nedeniyle zor olabilir [Hung et al., 1987], [Lubin and Peters, 1998], [Parent and Ilinca, 2011], [Seifert, 2004]. Polimer kompozitler için az sayıda sıcak hava ve elektrotermal buzlanmayı önleyici sistemler geliştirilmiştir [Ciardullo et al., 1987], [Hung et al., 1987], [Talhaug et al., 2005]. Örneğin; yüzeyin ısıtılarak buzlanmayı önleyici sistemler gibi. Ayrıca rüzgar tüneli buzlanma deneyleri yapılmamıştır. Bunun yanı sıra, termal pedler, elektrikle ısıtılan folyo, metal ya da karbon fiber elektrikli ısıtma elemanları halinde kompozit kanat yüzeyinde kullanılan elektro-termal buzlanmayı önleyici sistemler ciddi sakıncalar arz etmektedir [Dalili et al., 2009], [Fortin et al., 2008], [Seifert, 2004]. Örneğin, çoğunlukla kanadın yüzeyine monte edilen termal pedler ve elektrikle ısıtılan folyolar, kanadın aerodinamik performansını değiştirir ve kanat çevresindeki hava akışını etkiler. Ayrıca, metal ve karbon ısıtma elemanları bıçak yüzeyine yıldırım çekebilir. Ön kısmına yerleştirilen termal element olan karbon fiberler polimer kompozit

kanatlar için ek sorunlara yol açar, örneğin; yükün büyük bir kısmını taşıdığında ısıtma elemanlarında çatlaklara neden olur [Dalili et al., 2009], [Parent and Ilinca, 2011], [Seifert, 2004].

4.4. Kaygan Sıvı Emdirilmiş Yüzeyler

2011 yılında Joanna Aizenberg ve gurubu tarafından kaygan sıvı emdirilmiş yüzeylerin su, yağ ve buz itici yüzey olarak kullanılabileceğini gösteren çalışma yapılmıştır [Wong et al., 2011].

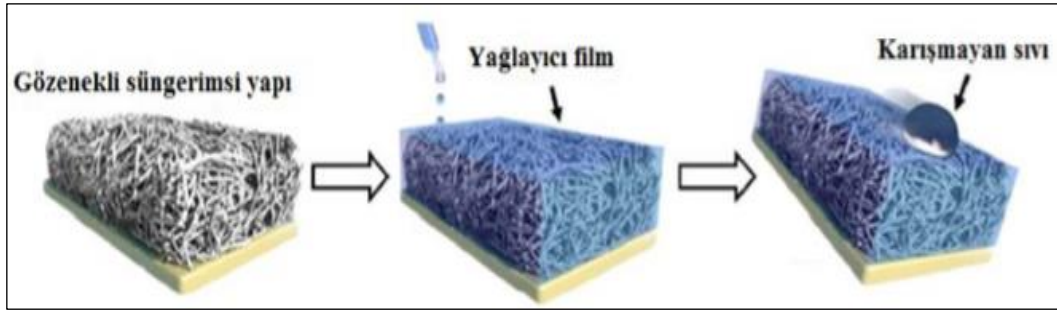
Bu çalışma, böcekçil bir bitkinin yüzeyinden esinlenilmiştir. Epoksi reçine bazlı 26 gözenekli yapı ve teflon nanofiber membran (random network of teflon nanofibrous membranes) üzerine yüzey gerilimi 17.1 mN/m olan Fluorinert FC-70 kodlu florlu 4-solvent (perfluorotri-n-pentylamine) emdirmişlerdir. Bu solvent su, buz ve hekzan ile karışmazken süngerimsi yüzeyin tamamını ıslatabilmektedir. Bu yapının -4°C ve %45 bağıl nemde buzu ittiğini tespit etmişlerdir. Şekil 4.5’de Aizenberg ve arkadaşlarının oluşturduğu sıvı emdirilmiş kaygan gözenekli yüzeylerin temsili resmi gösterilmektedir.



Şekil 4.5: Böcekçil bitki örneği-Nepenthes pitcher.

Bu bitkinin peristom tabakası üzerinde bulunan su ve nano/mikro yapılı pürüzlülüğü sayesinde, bitki yüzeyine konan böcekleri yüzeyinde kaydırarak içine alabilir ve yiyebilir [Bohn and Federle, 2004], [Bauer and Federle, 2009].

Aizenberg ve arkadaşları bitkinin bu özelliğinden yola çıkarak Şekil 4.6'da şematik gösterimi bulunan SLIPS (Slippery Liquid-Infused Porous surfaces) adı verilen kaygan sıvı emen gözenekli yüzeyleri tasarlamışlardır. Emdirme işlemi yapılan katı yüzeyinin pürüzlü nano yapıda olması yüzey alanında artış sağlanmasına ve emdirilen sıvının hapsedilmesini sağlar. Yüze emdirilen ve bu yüze çarpacak olan sıvılar birbirleri ile karışmamalıdır. Katı yüzeyi, yağlayıcı (emdirilen sıvı) tarafından tamamen ıslatılmalıdır. Katı yüzeyi ile emdirilecek sıvı arasındaki ilgi, katı yüzeyi ile itilecek sıvı arasındaki ilgiden büyük olmalıdır.



Şekil 4.6: Sıvı emdirilmiş kaygan gözenekli yüzeyin şematik gösterimi (SLIPS).

Katı ve sıvı yüzey arasındaki enerji ilgisi yüksek yapılarda, katı dokusu sıvı ile doldurulurken yüzeyi örten, kararlı ve sürekli bir film oluşturulur. Kaygan yüzey oluşumu, katının mikro veya nano yapıda gözenekli yüzeye sahip olması ve sıvıyı emerek katı içerisinde kalması ile sağlanır. Düz moleküler yapıya sahip homojen emdirilen (yağlayıcı) sıvı tabakasına çarpan sıvı damlaları en küçük teğetsel açı ile yüzeyden kolayca ayrılarak buz birikimini en aza indirilmiştir olur.

Özbay ve arkadaşları, hidrofob taşıyıcı olarak polipropilen elyaf ve hidrofil taşıyıcı olarak selüloz esaslı filtre kağıdı kullandıkları çalışmada, filtre kağıdına farklı hidrofob sıvılar (dekametilsiklopentasiloksan, silikon yağı, polialfa olefin) ve hidrofilik sıvılar (su, etilen glikol, formamid ve su-gliserin karışımı) emdirmişlerdir. Hazırlanan bu yüzeylerde buz birikim miktarları, buz yapışma kuvvetlerini ve damla donma sürelerini incelemişlerdir. Elde edilen sonuçları alüminyum, bakır, polipropilen ve politetrafloraetilen yüzeyler ile karşılaştırmışlardır. Elde edilen yüzeyler -2 °C sıcaklıktaki buz birikim testleri yapıldığında, PP-elyaf yüzeylere silikon yağı

emdirilerek elde edilen yüzeyde 841 g/m², dekametilsiklopentasiloksan emdirilen yüzeyde 839 g/m² ve PAO-6 emdirerek oluşturulan yüzeyde ise yüzeylerin 895 g/m² olarak ölçmüştür. Referans olarak alınan PTFE de tespit edilen 742 g/m²'den daha fazla buz biriktiği bulunmuştur [Özbay et al., 2015].

PP Elyafa gliserin, glikol, formamid gibi hidrojen bağı yapabilen hidrofilik solvent emdirildiğinde buz birikim miktarları 515 g/m², 723 g/m², 677 g/m² olarak ölçülmüş ve PTFE yüzeye göre buz birikiminin azaldığı tespit edilmiştir. Bu yüzeyler arasında ise gliserin emdirilen PP-elyafın en düşük buz birikimine sahip olduğu, aynı şartlar altında buz birikim testi uygulanan alüminyum yüzeye göre metrekarede %41, PTFE yüzeye göre metrekarede %31 daha az buz kaplandığı görülmüştür. Filtre kağıtlarına gliserin, glikol ve formamid emdirilerek teste alındığında sonuçların (sırasıyla 266 g/m², 509 g/m², 464 g/m²) PTFE ve alüminyuma göre daha düşük buz birikimi olduğu tespit edilmiştir. Gliserin emdirilen selülozik filtre kağıdı en düşük buz birikimine sahipken, alüminyum yüzeye göre metrekarede %70, PTFE yüzeye göre metrekarede %64 daha az buz tuttuğunu rapor etmişlerdir [Özbay et al., 2015].

Yüzeyler üzerinde buz birikmesi, endüstride ve günlük hayatta önemli bir problemdir ve tek bir yüzey, su damlacıklarını hızlı bir şekilde yok etme, buz çekirdeklenmesini en aza indirme ve şu anda yüksek dayanıklılık ve uzun ömürlülükle buz yapışmasını azaltma yeteneğini göstermemiştir. Erbil anti-icing uygulamalar için florlanmış veya silikon yağlama tabakaları içeren SLIPS (veya LIS) kullanımının kayganlaştırıcı kaybı nedeniyle sınırlı olduğunu belirtmiştir. Ayrıca çevre kirliliği ve maliyet sorunlarının da olduğunu rapor etmiştir. . Higroskopik polimerler üzerindeki su ve diğer sulu kayganlaştırıcı tabakaları içeren LIS yüzeyleri, uzun süreli kullanımlarına izin verebilen, atmosferik nem ile sulu kayganlaştırıcı maddenin yeniden doldurulması nedeniyle daha ümit verici görülmüştür. Hidrofilik su / gliserin karışımı emdirilmiş filtre kağıdı yüzeyi, bu gibi antifriz sıvılarını tutmak için uygun katı desteklerin gerekliliğini gösteren iyi buz biriktirme özellikleri sergilemiştir. Bununla birlikte, yağlayıcı seçimi sırasında çevresel konular da dikkate alınmalıdır. Diğer bir seçenek olarak, arzu edilen enerji ve maliyeti azaltmak için Joule ısıtmanın uygulanması gibi geleneksel anti-icing ve buz çözme teknikleri ile kombinasyon halinde SLIPS (veya LIS) kullanılmasını önermişlerdir [Erbil, 2016].

Aizenberg ve arkadaşları diğer çalışmasında buz tutmayan yüzeyler elde edebilmek için temas açısı karmaşasının minimize edilmesi prensibinden faydalanmışlardır. Yüksek temas açısı karmaşası, sıvının yüzeye takılmasının esas

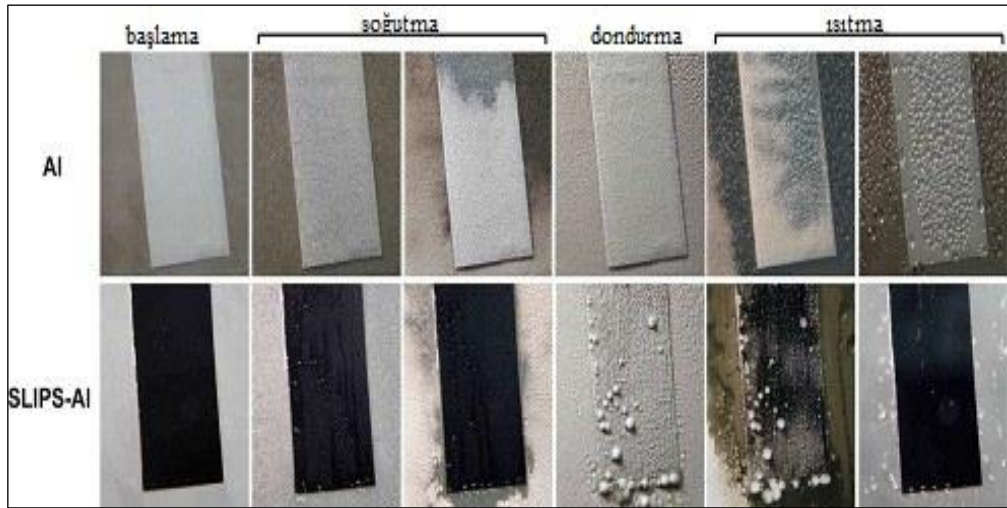
sebebidir. Bu nedenle düşük temas açısı karmaşasına sahip kaygan sıvı emdirilmiş gözenekli yüzeyler oluşturularak kusursuz ve moleküler olarak düz sıvı ara yüzeyi oluşturmak amaç edinilmiştir. Aizenberg ve arkadaşları elektro kaplama yöntemini kullanarak alüminyum plakayı yüksek dokulu polipirol kaplamışlardır. Bu yüzeye hidrofobik özellik kazandırabilmek için yüzey tridekaflo-1,1,2,2-tetrahidrooktil trikloro silan ile 48 saat boyunca vakum altında florlanmıştır. Bu yüzeylere damla damla florlu sıvı emdirilmiş ve kaygan sıvı emdirilmiş pürüzlü yüzeyler elde edilmiştir. Sıvı emdirilmiş nano yapıları yüzeylerin buzlanma ve donmayı önleyici özelliklerini incelemiştir [Kim et al., 2012]. Kaygan sıvı emdirilen gözenekli yüzeylerin, endüstriyel olarak uygun bir metal üzerinde üretimini gerçekleştirebilmek için çalışma yapmışlardır. Metal olarak, kullanımı en yaygın olan hafif yapıya sahip olan alüminyum kullanmışlardır. Elektrokaplama yöntemini kullanarak alüminyum üzerine nano yapıları polipirol kaplanmıştır. Düşük yüzey enerjili, pürüzlü süperhidrofobik yüzeyler elde etmek için kullanılan yöntemlerden biri elektrokaplama yöntemidir. Polipirolün iyi bir pas önleyici olması, şekilli metalik yüzeylere uygulanabilmesi, kaplamanın geniş alanlarda uygulanabilmesi, kaplamanın düşük sıcaklıklarda yapılabilmesi ve kuruma işlemi için yüksek sıcaklığa ihtiyaç olmaması nedeni ile elektrokaplama yöntemi kullanılmıştır. Düşük donma noktasına (<-70 °C) sahip olması ve florlu silanlanmış katı substratla güçlü bir kimyasal yakınlığının olması nedeniyle emdirme solventi olarak düşük viskoziteli florlu yağlayıcı tercih edilmiştir (Krytox 100).

Tablo 4.2: Farklı yüzeylere ait su temas açısı ve yüzeye temas eden buzun kopması için gerekli kuvvet değeri.

| Numune adı | İlerleyen Temas Açısı (°) | Temas Açısı Karmaşası (°) | Buz Yapışma Kuvveti (-10 °C, kPa) |
|----------------------------|---------------------------|---------------------------|-----------------------------------|
| Al | 46 ± 5 | 41 ± 4 | 1360 ± 210 |
| F13-Al | 107 ± 3 | 77 ± 2 | 1145 ± 310 |
| K100-Al | 75 ± 8 | 68 ± 7 | 1070 ± 150 |
| F13-PPy-Al | 143 ± 4 | 81 ± 4 | 845 ± 52 |
| K100-F13-Al | 118 ± 5 | 78 ± 12 | 515 ± 130 |
| K100-F13-PPy-Al (SLIPS-Al) | 117 ± 3 | 2 ± 1 | 15.6 ± 3.6 |

SLIPS/Al yüzeyleri değerlendirmek için alüminyum (Al), Krytox 100 kaplanmış alüminyum (K100-Al), hidrofobik olarak değiştirilmiş alüminyum (F13-Al), Krytox 100 kaplanmış hidrofobik alüminyum (K100-F13-Al), süperhidrofobik polipirol kaplanmış alüminyum (F13-PPy-Al) ve SLIPS-Al (K100-F13PPy-Al) gibi çeşitli yüzeylerde buz yapışma kuvvetleri test edilmiştir. Bu yüzeylere ait ilerleyen temas açısı, temas açıcı karmaşası ve buz yapışma kuvvetleri Tablo 4.2’de verilmiştir. SLIPS-Al ($\Delta\theta = 2 \pm 1^\circ$), işlenmemiş Al ($\Delta\theta = 41 \pm 4^\circ$) ve diğer işlem görmüş alüminyum yüzeylerine kıyasla oldukça düşük temas açısı karmaşasına sahiptir.

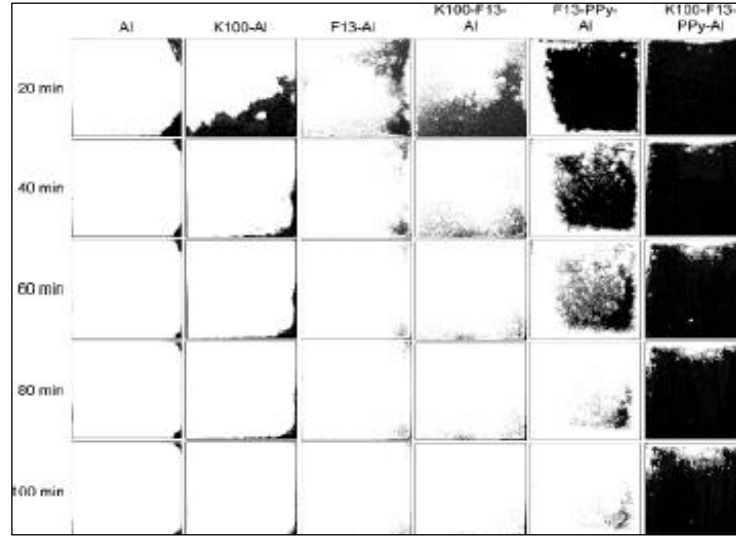
SLIPS kaplı alüminyum ve işlenmemiş Al yüzeyler karşılaştırıldığında, işlenmemiş Al yüzeyden buzun kopması için uygulanması gereken kuvvet 1359 kPa iken SLIPS kaplı alüminyum yüzeyden buzun kopması için uygulanması gereken kuvvet 15.6 kPa’dır. Bu yüzeylerde buz yapışma özelliğinin en düşük olduğu gözlenmiştir. SLIPS yüzeylerin düşük yapışma kuvvetine sahip olması süperhidrofobik yüzeylerden daha az kusurlara, daha az heterojenliğe ve yüzeye daha az tutunduğunu göstermektedir. SLIPS alüminyum yüzey ile işlenmemiş alüminyum yüzeylerin test öncesi, soğutma çevrimi sırasında, derin dondurmadan sonra ve ısıtma aşamalarında yüzeylerde meydana gelen durumlar Şekil 4.7’de gösterilmiştir.



Şekil 4.7: Yüksek nem koşullarında dondurma aşamasında yüzeylerdeki buz oluşumunun görüntüleri ve ısıtılarak buzun çözülmesi aşamasında yüzeylerin davranışları.

75°'lik eğimde SLIPS-Al yüzeyinde damlacıklar donmadan yüzeyden ayrılırken diğer yüzeylerdeki damlacıklar ayrılmadan donarlar. <-10 °C, 60% RH şartlarında SLIPS-Al yüzeyi uzun süre maruz kaldığında Al yüzeyine kıyasla sadece kenarlarında

buz birikimi olduğu, ısıtma aşamasında buz parçalarının SLIPS-Al yüzeyinden ayrıldığı, Al yüzeyinde ise buzun eriyerek damlaların yüzeyde kaldığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.7). Sonuç olarak, SLIPS-Al yüzeyler işlenmemiş Al ile kıyaslandığında SLIPS-Al yüzeylerin hem buz oluşumunu geciktirdiği hem de yüzeye tutunma kuvvetlerinin küçük olması nedeniyle düşük enerji kullanılsa dahi buzun yüzeyden ayrılmasını kolaylaştırdığı rapor edilmiştir [Kim et al., 2012]. Kim ve arkadaşları 10.5 cmx10.5 cm boyutundaki çeşitli işlemler uygulanmış yüzeyleri uzun süreli buz testlerine almışlardır (Şekil 4.8).



Şekil 4.8: Farklı alüminyum yüzeylerin buz tutma görüntüleri.

-2 °C ve %60 nem koşullarında yapılan testlerde SLIPS-Al dışındaki tüm alüminyum yüzeylerde 20 dakika içinde hızlıca buzla kaplandığı tespit edilmiştir. 100 dakika bu koşullarda bırakılan SLIPS-Al yüzeylerinde buzlanma olmadığı rapor edilmiştir.

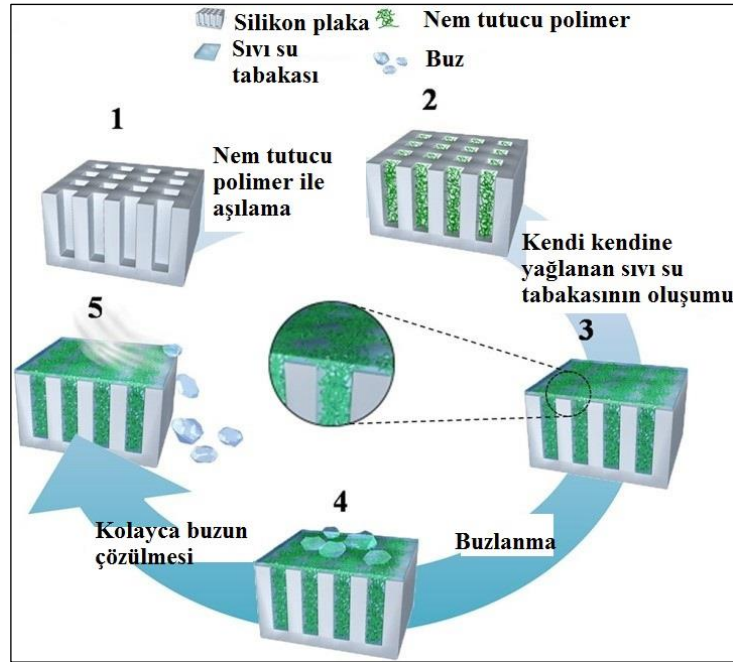
Lotus yaprağından ilham alınarak yapılan buz itici yüzeylerin yüksek nem koşullarında başarısız olmasına karşın, kaygan sıvı emdirilmiş gözenekli yüzeylerden yola çıkılarak elde edilen yüzeylerin 0 °C'nin altındaki sıcaklıklarda buz oluşumunu önlediği, buz yapışmasını azalttığı rapor edilmiştir [Kim et al., 2012].

Aizenberg ve arkadaşları aşırı soğutulmuş suyun buzlanmasını nasıl etki ettiğini incelemek için, Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) kuvvetleri çeşitli işlemler uygulanarak hidrofilik, hidrofobik, süperhidrofobik ve sıvı emdirilmiş gözenekli yüzey özelliği kazandırılmıştır. Aşırı soğutulmuş suyun donma prensibinin düzensiz (karmaşık) olması nedeniyle aynı numune için deney birkaç kez tekrarlanmıştır. Bu

yüzeylerin aşırı soğutulmuş suyun donma sıcaklığı üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Aşırı soğutulmuş su yaklaşık 150 kez dondurulup eritilmiş ve bu çalışmaların sonucunda sıvı emdirilmiş gözenekli yüzey özelliği kazanmış küvetlerin aşırı soğutulmuş suyun donma noktasını diğer hidrofilik, hidrofobik ve süperhidrofobik küvetlere oranla düşürdüğünü ve bu düşüşün istatistiksel olarak anlamlı olduğunu tespit etmişlerdir. Tekrarlanan dondurma-eritme işlemlerine maruz kalan yüzeylerde hiçbir bozulma olmadığını gözlemişlerdir [Wilson et al., 2013].

Stone, Aizenberg sıvı emdirilmiş kaygan yüzeylerin süperhidrofobik yüzeylere kıyasla buzlanmayı daha iyi önlerken donmaya karşı da daha dayanıklı olduğunu yazdıkları makalede tekrar belirtmişlerdir. Süperhidrofobik yüzeylerin $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve altında buz oluşumunu engelleyemezken, sıvı emdirilmiş yüzeylerin buzlanmayı önleyici yüzey olarak kullanımının başarılı sonuçlar verebileceğini belirtmişlerdir [Stone, 2012].

Chen ve arkadaşları kendiliğinden yağlanan sıvı su tabakası (SLWL) ile güçlü bir anti-icing kaplama üretti. Silikon su yüzeylerinin mikro gözenekleri içinde çapraz bağlı higroskopik polimerler aşıladılar [Chen et al., 2013]. Kendiliğinden yağlanan sıvı su katmanına sahip yüzey, kendini iyileştirme özelliğine sahip mükemmel bir kapasiteye sahip olduğunu tespit etmişlerdir [Chen et al., 2013].



Şekil 4.9: Kendiliğinden yağlı sıvı su tabaka yüzeyinin hazırlanışı.

Öncelikle fotolitografik işleme mikro gözenekli silikon yüzey hazırladılar. Daha sonra çapraz bağlı higroskopik polimerler serbest radikal polimerizasyonu ile sentezlenerek mikro gözeneklerin içine uygulandı. Yüzeyin hazırlanışının şematik gösterimi Şekil 4.9'da gösterilmektedir. Yüzeydeki buzun kuvvetli bir rüzgarla atılabildiğini tespit ettiler [Chen et al., 2013].

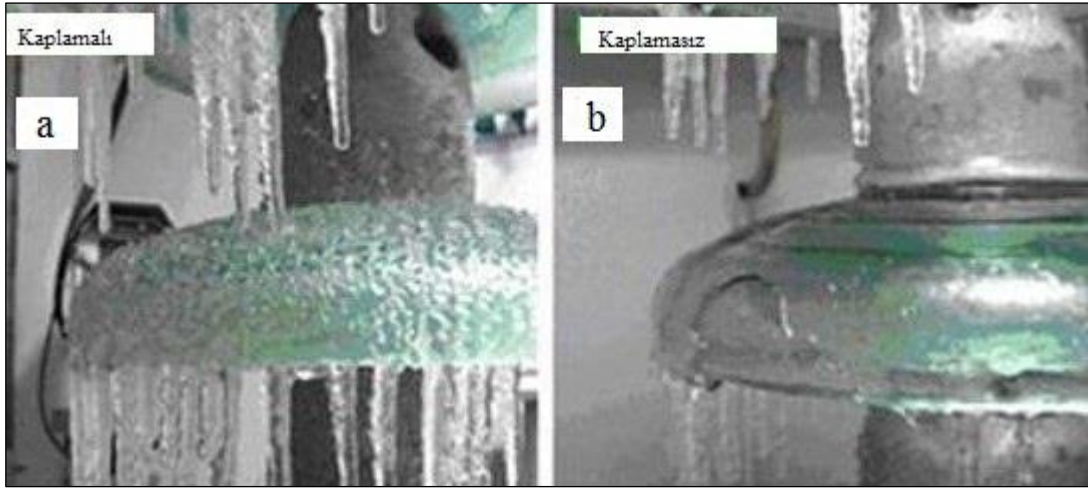
Nosonovsky üzerine sıvı emdirilen yüzeylerin pek çok alanda kullanılabileceğini belirtmiştir. Kullanım alanları arasında biyomedikal cihazlar, buzlanmayı ve kirlenmeyi önleyici yüzeyler gibi birçok alan bulunurken, diğer yandan da emdirilen florlu solventin hızlı şekilde buharlaşarak gözenekli yapılardan sızmasının şimdilik kullanım alanının sınırladığını rapor etmiştir [Nosonovsky, 2011].

Lafuma ve Quere tarafından yapılan çalışmada üzerindeki sıvıyı kaydırabilen yüzeyler geliştirebilmek için sıvı emdirilen yüzeylerin dokusal yapıya sahip olması gerektiğini belirtmişlerdir. Hidrofobik yüzeyler kullanılması durumunda dahi emdirilen kaygan sıvının yüzeyde tutulabilmesi gerektiğini belirtmişlerdir. Lotus çiçeği ve kahve lekesi etkisine dayanarak kaygan sıvı emdirilmiş yüzeyler elde etmenin etkisini rapor etmişlerdir [Lafuma and Quere, 2011].

Smith ve arkadaşları, sıvı emdirilmiş kaygan yüzeylerdeki damlaların hareketi incelenmiştir. Emdirilen kaygan sıvı ile karışmayan damlaları yüzey üzerine bırakarak bu damlaların yüzeyde tutunamayarak kaymaları sırasındaki fizikokimyasal özelliklerini incelemişlerdir. Sıvı emdirilmiş kaygan yüzeylerin geliştirilmesinde ıslanmayan yüzeyler elde edebilmek için gerekli olan optimum koşulların belirlenmesi gerektiğini belirtmişlerdir [Smith et al., 2013].

Rykaczewski ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada 5-25 µm arasında gözeneklere sahip nano dokulu silikon micropostlar üzerine Krytox-1506, Dupont (florlu sıvı) emdirildiğinde elde edilen yüzeylerde buzlanmanın önlendiği rapor edilmiştir. Ancak bu yüzeyler teste alındığında birkaç kez test edildikten sonra yüzeydeki sıvının özelliğini yitirdiğini fakat fazla miktarda sıvı emdirilmesi durumunda buz önlemenin devamlı hale gelebileceği rapor edilmiştir [Rykaczewski et al., 2013]. Ma ve arkadaşları ise perfloropolieter (PFPE) yağlayıcı sıvısını nano-dokulu alüminyum jel filmlerin içine almasını sağlayarak bu yüzeyleri perfloroalkil fosforik asit ile modifiye ederek düşük enerjili yüzey elde etmeyi amaçlamışlardır. Elde edilen kararlı ve kaygan yüzeyin hem polar hem de apolar sıvılar için uygun yüzey olduğunu rapor etmişlerdir [Ma et al., 2013].

Zhu ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada PDMS ile kaplanan yüzeye silikon yağı emdirilmiştir. Silikon yağı emdirilen PDMS, silikon yağı emdirilmemiş PDMS ve işlenmemiş Al yüzeylerine buz birikim miktarları ve yüzeyden kopması için uygulanması gereken kuvvetler incelenmiştir [Zhu et al., 2013]. Sıcaklık ve nem kontrollü kabin içinde farklı sıcaklıklarda (0, -5, -10 °C) ve 80 ± 2 bağıl nem koşullarında, yağmurlu hava koşullarını simüle edebilmek için 15 µl hacminde su damlalarıyla çalışılmıştır. Su temas açısının, PDMS kaplı yüzeyler ve Al yüzeylerde su damlasının yüzeye olan çarpma uzaklığının artmasıyla azaldığı, sıcaklık yükseldikçe arttığı belirtilmiştir. Su temas açılarının, PDMS kaplı yüzeylerde Al yüzeylere kıyasla daha yüksek olduğu rapor edilmiştir. Şekil 4.10'da Al ve PDMS kaplı insulator yüzeylere -5 °C ve doymuş nem koşulları altında su püskürtüldüğünde her iki yüzey üzerinde de buz oluşumu gösterilmektedir.



Şekil 4.10: a) PDMS kaplı yüzey, b) alüminyum yüzeyler üzerindeki buz oluşumu.

PDMS kaplı yüzeyler üzerindeki su damlaları incelendiğinde küresel yapıya sahip olduğu ve su damlalarının -10 °C'de donmaya başladığında yüzeye teması azalarak kartopu şekline dönüştüğü belirtilmiştir. Alüminyum yüzeylerde ise su damlasının şeklini koruyamayarak yayıldığı ve aynı sıcaklıkta buz tabakası oluşturacak şekilde donduğu rapor edilmiştir [Yin et al., 2010]. Şekil 4.10'de Al yüzeyi daha az buzlanmamış gibi görünmesine rağmen aslında PDMS kaplı yüzeyin üzerindeki buzun daha gevşek olduğu ve kaplanmamış Al üzerinde oluşan buzun kuvvetli olduğunu rapor etmişlerdir. PDMS kaplı yüzeylerde, yüzey ve buz arasındaki etkileşimin zayıf olması oluşan buzun gevşek olmasına yol açmıştır. Bu nedenle

PDMS yüzeyinde oluşan buzların titreşim ya da rüzgarla kolayca yüzey üzerinden ayrılabilceğini rapor etmişlerdir.

PDMS kaplı yüzey ve alüminyum yüzeylerin germe ve kesme kuvvetleri karşılaştırıldığında; germe kuvvetinde azalma olarak 1500'den 290 kPa ve kesme kuvvetlerinin ise 1210'dan 55 kPa değerlerine indiği rapor edilmiştir. Silikon yağı içeriği % 20'den fazla PDMS kaplı yüzeylerde ise germe kuvvetinin 75 kPa altına, kesme kuvvetinin ise 40 kPa değerine kadar düştüğü belirtilmiştir. Silikon yağı emdirilmiş yüzeylerin alüminyum yüzey ve silikon yağı emdirilmemiş PDMS yüzeylere göre daha düşük buz yapışmasına sahip olduğu belirtilmiştir. Daha önceki çalışmalarına dayanarak yüzey ve buz arasındaki yapışma germe kuvvetinin 100 kPa altına düştüğünde rüzgar, yerçekimi ve titreşim gibi dış müdahalelerle buzun kolayca yüzeyden ayrılabilceği rapor edilmiştir. Bu tür yüzeylerin soğuk kış koşullarında buzlanmayı önlemek için kullanılabilceğini belirtmişlerdir. Silikon emdirilmiş yüzeylerden buzu koparabilmek için 100 kPa altında bir kuvvet uygulanmasının yeterli olacağını rapor etmişlerdir [Zhu et al., 2013].

5. HİDROJELLER

Katı ve sıvının birleşerek meydana getirdiği jeller, katı ve sıvı arası özelliklere sahiptirler. Yapısında bulunan sıvı jelle yumuşaklık verirken, katı ise yapıdaki sıvının akmasını engeller ve jelle şekil kazandırır [Tanaka, 1981]. Polimer jelin özellikleri, polimerin ağ yapısına ve ağ yapısının solvent ile arasındaki etkileşimine bağlıdır. Hem doğal hem de sentetik yapıda hidrofilik polimerler olabilmektedir. Bu hidrofilik polimerlerde çapraz bağ oluşturulduğunda ise suda çözünmeyen, yapısına su alarak şişen yapılar elde edilmektedir [Ahmed, 2015]. Sulu ortamda çözünmeyen, suyun büyük miktarını bünyesine alarak şişme özelliği gösteren, çok sayıda hidrofilik gruplar içeren, üç boyutlu-ağ yapılı polimerlere hidrojel adı verilir [Hoffman, 2002], [Lin and Metters, 2006], [Üzüm, 2008], [Ganji, 2010], [Kudaibergenow, 2012]. Hidrojellerin 3 boyutlu ağ yapısı, yapısında büyük miktarlarda su tutabilme yeteneği kazandırır. Üç boyutta çapraz bağlanmalarla oluşan ağ yapıda bağlar kovalent ya da iyoniktir [Hoffman, 2002], [Lin and Metters, 2006], [Üzüm, 2008], [Ganji, 2010], [Kudaibergenow, 2012].

5.1. Hidrojellerin Sınıflandırılması

Hidrojeller, özelliklerine göre farklı sınıflandırılırlar. Kaynağı, polimerik kompozisyonu, konfigürasyonu, çapraz bağlanma yöntemi gibi özellikler bu sınıflandırmalara örnek olarak verilebilir.

5.1.1. Kaynağına Göre Sınıflandırılması

Hidrojeller, doğadan veya sentezden türetilen polimerlerden hazırlanabilir. Doğadan elde edilen hidrojeller doğal hidrojel, sentez ile elde edilen polimerler sentetik polimer olarak adlandırılır. Doğal hidrojeller genellikle doğal biyolojik uyumluluğa ve biyo bozunabilirliğe sahiptir. Bununla birlikte, doğada bulunan bu polimerler genellikle pahalıdır. Ayrıca, bu doğal polimerlerin ince yapısal modifikasyonları, karmaşık yapıları ve kırılabilir yapıları nedeniyle genellikle sınırlıdır. Polietilen glikol (PEG), Polilaktik asit (PLA), poli 2-hidroksipropil metakrilamid (pHPMAm), polivinil alkol (PVA) ve polihidroksietil metakrilat (pHEMA), gibi sentetik polimerlere dayalı hidrojellerin son derece verimli ağ yapısı ve mekanik güce

sahip olması için gerekli olan polimer kimyasal yapısını ve mimarisini kontrol etmede çok yönlülük sunar.

Doğal hidrojeller, daha yüksek su emme kapasiteleri, uzun ömürlü olması ve geniş çeşitlilikte kaynaklarından dolayı sentetik hidrojellerin yerini almıştır. Bu konuda literatürün özellikle bilimsel araştırma alanlarında genişlediği görülmüştür [Ahmed, 2015].

5.1.2. Polimerik Kompozisyona Göre Sınıflandırma

Hazırlama yöntemine göre sınıflandırma, bazı hidrojel sınıflarının oluşumuna yol açar. Bunlar aşağıdaki gibidir,

Homopolimerik hidrojeller, tek bir monomer çeşidinden türetilen bir polimer ağıdır [Takashi et al., 2007]. Homopolimerler, monomer ve polimerizasyon tekniğinin doğasına bağlı olarak çapraz bağlı iskelet yapısına sahip olabilirler [Ahmed, 2015]. Poli (2-hidroksi etil metakrilat) ve poli (gliseril metakrilat) bu tür jellere verilebilecek örneklerdendir.

Kopolimerik hidrojeller, polimer şebekesinin zinciri boyunca rastgele, blok veya dönüşümlü bir şekilde düzenlenmiş en az bir hidrofilik bileşene sahip iki veya daha fazla farklı monomer türünden oluşurlar [Yang et al., 2002]. Kopolimerik hidrojellerde çapraz bağlanma kovalent ya da iyonik olarak gerçekleşebilir [Asıl 2006]. Poli (2-hidroksi etil metakrilat-akrilik asit) ve poli (2-hidroksi etil metakrilat-metil metakrilat) en çok bilinen kopolimerlere örnek olarak verilebilir [Swami 2004].

İç içe geçmiş ağ yapılı polimerik hidrojel (IPN), iki bağımsız çapraz bağlı sentetik ve / veya doğal polimerden yapılır. Yarı IPN hidrojelinde, bileşenlerden biri çapraz bağlı bir polimerdir, diğer bileşen çapraz bağlanmamış bir polimerdir [Maolin et al., 2000], [Hacker et al., 2011]. Örneğin; polioksietilen ve poliakrilik asitten hazırlanan IPN yapılar vardır. IPN'yi oluşturan iki polimerik örgü birbiriyle uyumlu ise IPN oluşumu da artar ve faz oluşumu da engellenir. IPN' yi oluşturan polimerler arasında kimyasal bağ oluşmadığı için polimerler kendi özelliklerini korur ve istenilen özelliklere sahip bir yapı oluşumu sağlanabilir [Swami 2004].

Yarı-IPN türü hidrojelleri oluşturan polimerlerden biri çapraz bağ içerirken diğeri içermez [Lorenzo et al., 2005]. Kitosan ve türevleri gibi polisakkaritler, polivinilalkol (PVA), polietilen oksit (PEO), polimetakrilik asit (PMA), poli (N-izopropil akrilamid) (PNIPAAm) gibi polimerlerden IPN ve yarı-IPN hidrojelleri elde

edilebilir [Asıl 2006].

5.1.3. Konfigürasyona Göre Sınıflandırma

Hidrojeller, fiziksel yapılarına ve kimyasal bileşimine göre aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir;

- Amorf (kristal olmayan).
- Yarıkristal: Amorf ve kristalin fazların karmaşık bir karışımı.
- Kristalin.

5.1.4. Çapraz Bağlanma Türüne Göre Sınıflandırma

Hidrojeller, çapraz bağlantıların kimyasal veya fiziksel doğasına göre iki kategoriye ayrılabilir. Kimyasal olarak çapraz bağlanmış ağlar kalıcı bağlantılara sahiptir, fiziksel ağlar ise ya polimer zincirinin karışması ya da iyonik etkileşimler, hidrojen bağları ya da hidrofobik etkileşimler gibi fiziksel etkileşimlerden kaynaklanan geçici bağlantılara sahiptir [Hacker et al., 2011].

5.1.5. Fiziksel Görünüme Göre Sınıflandırma

Kimyasal olarak çapraz bağlanmış ağlar kalıcı bağlantılara Matris, film veya mikrosfer olarak hidrojellerin görünümü, hazırlama işlemine katılan polimerizasyon tekniğine bağlıdır.

5.1.6. Ağ Elektrik Yüküne Göre Sınıflandırma

Hidrojeller, çapraz bağlanmış zincirlerde bulunan elektrik yükünün varlığı veya yokluğu temelinde dört gruba ayrılabilir.

- Noniyonik (nötr).
- İyonik (anyonik veya katyonik dahil).
- Asidik ve bazik grupları içeren amfoterik elektrolit (amfolitik).
- Her yapısal tekrarlama ünitesinde hem anyonik hem de katyonik grupları içeren

zwitteriyonik (poliesterler).

5.2. Hidrojel Teknik Özellikleri

İdeal bir hidrojel malzemenin fonksiyonel özellikleri aşağıdaki gibi listelenebilir [Zohuriaan et al., 2006].

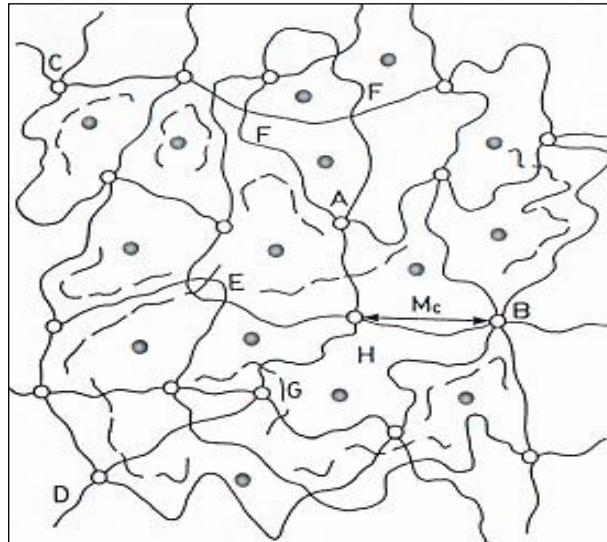
- Tuzlu su içindeki en yüksek emme kapasitesi (maksimum denge şişmesi).
- Uygulama gereksinimine bağlı olarak istenen emilim oranı (tercih edilen parçacık büyüklüğü ve gözeneklilik).
- Basınç altındaki en yüksek emicilik
- En düşük çözünür içerik ve artık monomer.
- En düşük fiyat.
- Şişme ortamında ve depolama sırasında en yüksek dayanıklılık ve stabilite.
- Bozulmayı takiben toksik türler oluşmadan en yüksek biyobozunurluk.
- Suda şişme sonrası pH nötrlüğü.
- Renksiz, kokusuz ve mutlak toksik olmayan.
- Fotoğraf kararlılığı.
- Hidrojelin yeniden ıslatma kabiliyeti (gerekirse), uygulama gereksinimine bağlı olarak (örneğin tarımsal veya hijyenik uygulamalarda) emdirilmiş çözeltiyi geri verebilmeli veya bunu muhafaza edebilmelidir.

Bir hidrojel numunesinin yukarıda belirtilen gerekli tüm özellikleri eş zamanlı olarak yerine getirmesi imkansızdır. Aslında, bu özelliklerin bazılarının maksimum seviyesini elde etmek için kullanılan sentetik bileşenler, kalanın verimsiz olmasına yol açacaktır. Bu nedenle, pratikte, üretim reaksiyonu değişkenleri, özellikler arasında uygun bir denge sağlanacak şekilde optimize edilmelidir. Örneğin, hidrojeller, hijyenik ürünleri en yüksek emme oranına, en düşük yeniden ıslanmaya ve en düşük artık monomere sahip olmalıdır ve ilaç uygulamasında kullanılan hidrojellerin gözenekli olması ve pH veya sıcaklığa tepki vermesi gerekir [Zohuriaan et al., 2006].

5.3. Çapraz Bağlanma

Yüksek su absorblama yeteneğine rağmen, hidrojel sulu ortamda yapısındaki çapraz bağlar nedeniyle suda çözünmezken, şişme davranışı gösterir [Hamidi, 2008]. Su gibi hidrojen bağı yapabilen küçük moleküller, polimer molekülleri arasındaki boşluklara difüzlenirken polimer molekülleri arasındaki hidrojen bağları zayıflar ve bu molekül içi hidrojen bağlarının yerine çözücü-polimer hidrojen bağları oluşur. Böylece çözücünün polimer içine difüzyonu ile şişer ve hidrojin hacmi artar. Hidrojeller, şiştiklerinde polimerin camsı geçiş sıcaklığı düşer, yapısı yumuşayarak kauçuğumsu bir yapıya dönüşür.

Hidrojin yapısında bulunan $-OH$, $-CONH-$, $-CONH_2$ ve $-SO_3H$ gibi hidrofilik gruplar suyu absorbe etmektedir [Peppas et al., 1993], [Hamidi, 2008]. Su molekülleri bu yapılar ile bağ oluşturarak hidrojin şişmesine neden olur. Bu nedenle çapraz bağlı polimerdeki hidrofilik gruplar ne kadar fazlaysa şişme o kadar artar. Ortama ve polimer kompozisyonuna bağlı olarak, hidrofilik grupların katkısıyla ve ağırlıkça farklı derecelerde (bazen ağırlıkça %90'dan fazla) hidratlanabilmektedir [Flory et al., 1943.], [Peppas et al., 1991], [Hamidi, 2008]. Bunun tam aksine polimerik ağırlıkça hidrofofik karakteristiklerin (e.g., poly(lactic acid) (PLA) or poly(lactide-co-glycolide) (PLGA)) su tutma kapasiteleri sınırlıdır (<5-10%) [Hamidi, 2008].



Şekil 5.1: Çapraz bağlı hidrojin yapısı. A; dört fonksiyonlu, B; çok fonksiyonlu çapraz bağlar. C ve D; zincir uçları. E; dolaşmış ve birbirine karışmış zincirler. G; çapraz bağlanmamış küçük zincirler Mc; iki çapraz bağ merkezi arasındaki zincirin molekül kütlesi. H; difüzlenme için uygun olan çapraz bağlar arasındaki boşluk. •; Çapraz bağlar arasındaki boşluklara difüzlenen çözücü.

Hidrojellerin mekanik özellikleri yapısında bulunan çapraz bağ miktarıyla doğrudan ilgilidir. Polimer konsantrasyonu, çapraz bağlayıcı miktarı, sıcaklık gibi faktörler polimerizasyon hızını etkilerken jel örgüsünün yapısında da etkili olmaktadır. Çapraz bağlı hidrojel yapısı Şekil 5.1’de gösterilmektedir.

Su içeriği, polimerik ağın genel özelliği belirlenmesinde önemli bir rol oynar [Hamidi, 2008]. Bu duruma göre, yapılarında yüksek miktarda su bulunduran hidrofilik hidrojeller, hidrofobik polimerik ağlara kıyasla ayırt edici özelliklere sahiptir.

Düşük molekül ağırlıklı solventlerde bekletildiğinde, polimerin bütün çapraz bağları solventi absorbe ederek şişer. Hidrojeller, sahip oldukları üstün özellikler nedeniyle son 30 yıldır ilgi odağı olmuştur [Dagani et al., 1997]. Hidrojeller, farklı yöntemler kullanılarak; film, levha, köpük, partikül şekillerinde hazırlanabilir.

Hidrojeller, üç boyutlu ağ yapısına sahip, su veya sulu çözeltiler ile temas halinde iken kuru haline oranla birkaç yüz kat şişme yeteneğine sahip polimerlerdir [Karadağ, 2007].

5.4. Şişme Karakterizasyonu

Hidrojeller ana zinciri üzerinde ya da yan dallarında hidroksil, amid, amin, karbonil, karboksil gibi hidrojen bağı yapabilen hidrofilik gruplar bulundurlar. Su molekülleri bu yapılar ile bağ oluşturarak hidrojin şişmesine neden olur. Bu nedenle çapraz bağlı polimerdeki hidrofilik gruplar ne kadar fazlaysa şişme o kadar artar. Hidrojeller, sulu ortama bırakıldıklarında su molekülleri matriks yapısının içine girerek polaritesi en yüksek (suyu seven) grubu bulur ve bağlanır. Bu birincil bağı su olarak adlandırılır. Bu polar gruplara su molekülleri bağlandığında ağ yapısı şişer ve su sevmeyen gruplar açığa çıkar. Açığa çıkan hidrofilik gruplar birbirleri ve su molekülleri ile etkileşirler ve su moleküllerinin hidrofobik olarak bağlanmasına neden olur. Buna ise ikincil bağı su denmektedir. Birincil ve ikincil bağı su genelde bir arada bulunurlar ve toplam bağı su olarak adlandırılmaktadır. Polar ve hidrofobik gruplar kendi aralarında ve bağı olan su molekülü ile etkileşime girdikten sonra ağ yapıdaki zincirlerde suyun osmotik kuvvetinden dolayı ağ yapının içine ilave edilen su alınmaya başlanır. Bu şişme özelliği kovalent ve fiziksel çapraz bağlarla karşı karşıya gelir ve bu durum ile birlikte ağ yapı içerisinde elastik itme kuvveti oluşur. Sonuç olarak da hidrojel bir şişme dengesine ulaşmaktadır [Kenkare, 2000].

Hidrojellerin, büyük bir kısmı çevresel uyarıcılara (pH, iyonik şiddet, çözücü bileşimi, ışık ve elektromanyetik ışınım vb.) cevap vermektedir. Bu özelliği hidrojel in uygulama alanının geniş olmasını sağlamaktadır.

Hidrojellerin şişme kabiliyeti; içerdiği çapraz bağlayıcı miktarı, camsı geçiş sıcaklığı, polimer zincirinin esnekliği ve polimer çözücü etkileşimi gibi faktörlere bağlıdır. Ağ yapıdaki çapraz bağ yoğunluğunun artması hidrojel in deformasyonlara karşı direncinin artmasını sağlarken, diğer yandan da şişme miktarını azaltır [Şolpan, 2007].

Ağ yapı polimerler uygun çözücü ortamına konulduğunda çözücünü yapıya girmeye başlar ve şişme gerçekleşir. Belirli bir süre sonra dengeye gelir ve çözücünün jele girme hızı ile jelden salım hızı birbirine eşit olur. Denge durumuna ulaşıldığında şişmiş hidrojel en büyük şişme değerine sahiptir [Peppas and Mikos, 1986], [Kulicke and Nottelmann, 1989], [Kim et al., 1992], [Saraydın et al., 2004].

5.5. Hidrojellerin Kullanım Alanları

Hidrojeller, sulu ortamlarda şişebilme ve çok iyi su tutabilme kabiliyetleri nedeniyle biyoteknoloji, biyomühendislik, eczacılık, tarım, veterinerlik, yiyecek endüstrisi, telekomünikasyon gibi alanlarda yoğun olarak kullanılmaktadır.

Son yıllarda hidrojellerin, güç üretiminde kullanılması üzerine de çalışmalar yapılmaktadır. Hidrojellerin bulunduğu asidik ortamın pH sı değiştirilerek genişleme veya büzülmesi sağlanarak çalışmalar yapılmıştır.

Hidrojeller, yüksek oranda su tutabilme kabiliyeti sayesinde, adsorpsiyon için çok uygundur. Bu nedenle hidrojeller suyun saflaştırılmasında, ağır metal/boyarmadde uzaklaştırılmasında, tarımda gübre ve tarım ilaçlarının çevreye denetimli salınımları, iyon değişim uygulamalarında, kromatografik uygulamalarda, çözücü ekstraksiyon işlemlerinde, petrol ve yağ içerikli endüstriyel atık karışımlardan suyun uzaklaştırılmasında, telekomünikasyonda korozyonun önlenmesi amacıyla da adsorban olarak kullanılmaktadır.

5.6. polyHEMA ile Yapılan Çalışmalar

Pedley ve Tighe, yaptıkları çalışmada stiren-2-hidroksietilmetakrilat membranları hazırlayarak denge halinde su miktarlarını ve donabilen su oranını

incelemişlerdir. Başlatıcı olarak AIBN kullandıkları kopolimer karışımlarını PTFE kaplanmış iki cam arasına enjekte ederek 60 °C’de polimerleşmeye bırakmışlardır. Hazırladıkları bu hidrojelere su içinde en az 4 hafta bekletmiş ve suya geçen safsızlıkları uzaklaştırabilmek için suyu sık sık değiştirmişlerdir. Sonuç olarak, selüloz asetatın önemli bir hidrojen bağlama yeteneği sayesinde ters osmoz özelliğine sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, suyu bünyesinde tutabilmek için stiren-2-hidroksietilmetakrilatın farklı bir davranış gösterdiği de belirtilmiştir. Stirenin kopolimer içerisindeki suyun donma oranını azalttığı da rapor edilmiştir. PolyHEMA’nın içinde bulunduğu suyun daha yüksek oranda çözünmüş türleri içermesi nedeniyle tek başına iyi bir ters osmoz özelliğine sahip olmadığını belirtmişlerdir [Pedley and Tighe, 1979].

Wood ve arkadaşları, tarafından yapılan çalışmada çözünen miktarı, çapraz bağ yapıcı miktarı ve jel hidrasyonunun, salisilik asidin polyHEMA içindeki yayılma oranına etkisini incelemişlerdir. Monomer olarak HEMA, çapraz bağlayıcı olarak EGDM, salisilik asit yayılma ajanı ile tüp içerisinde hazırladıkları karışımı vakum pompası altında havasını almış ve tüpten 15 dakika boyunca nitrojen gazı geçirmişlerdir. %59-67 monomer ve %0.05-0.5 salisilik asit kullanmışlardır. Monomer çözeltisi içine ekledikleri salisilik asit solüsyonunu 2 cam plaka arasına enjekte etmiş ve γ -ışığı altında polimerizasyon gerçekleştirilmiştir. Elde ettikleri hidrojelere 1.36 cm yarıçaplı numune keserek sabit tartıma gelene kadar vakum etüvünde bekletmiş ve içindeki suyu uzaklaştırmışlardır. Difüzyon katsayısının artan su tutma kabiliyeti arttığını, %35 su içeriğine sahip hidrojelde EGDM oranı arttıkça difüzyon katsayısının lineer bir şekilde azaldığını ifade etmişlerdir. Zincir hareketliliğinin çapraz bağlayıcı nedeniyle azalırken gözenek büyüklüklerinin azalmasına neden olmuştur. Polimer yapısındaki gözeneklerde salisilik asit difüzyonu ile birlikte difüzyon katsayısının azaltılabileceğini rapor etmişlerdir. Hidrojel içerisindeki çapraz bağ sayısı arttıkça, solvent hareketliliği ile birlikte difüzyon katsayısının da azalacağını ifade etmişlerdir [Wood et al., 1982].

Bahar ve arkadaşları, çapraz bağlayıcı olarak EGDM ve dietilen glikol hidrofilik solventi kullanıkları çalışmalarında polyHEMA hidrojelere sentezlemişlerdir. Bu çalışmada kullanılan hidrofilik solvent ve çapraz bağlayıcı miktarlarına bağlı olarak hidrojelere şişme oranları incelemişlerdir. Farklı oranlarda HEMA, EGDM ve DEG kullandıkları reçetelerde belirlenen karışımlar cam tüp içerisinde hazırlanmış ve tüp içinde hapsolan oksijeni uzaklaştırmak için 3 dakika N₂ gazı geçirmişlerdir. Elde

edilen karışımı conta olarak polietilen kullandıkları iki cam yüzey arasına enjekte ederek, 2 gün 60 °C’de ve 1 gün de 90 °C’deki etüvde bekleterek polimerizasyonun gerçekleşmesini sağlamışlardır. Elde edilen polimerlerden kesilen numuneler 25 °C sıcaklıktaki dietilen glikol içerisinde, şişme dengesine ulaşmaya kadar (yaklaşık birkaç hafta) bekletmişlerdir. Çapraz bağlayıcı oranı düşük olan numunelerde 30 gün beklenmiştir. Sonuç olarak, şişme dengesine ulaşıldığında numune boyutlarının, çapraz bağlanma sırasında polimer hacim fraksiyonuna bağlı olduğunu rapor etmişlerdir. Çapraz bağlayıcı etkisinin azalmasının, başlangıç solvent miktarının artmasına bağlı olduğunu belirtmişlerdir [Bahar et al., 1987].

Sun ve arkadaşları, hidrojel sentezi için monomer olarak HEMA, çapraz bağlayıcı olarak EGDM ve başlatıcı olarak AIBN kullanmışlardır. Farklı oranlarda EGDM+HEMA karışımları hazırlayarak, farklı yoğunlukta çapraz bağlayıcı içeren hidrojeller elde etmiş ve bu hidrojellerin şişme oranlarını incelemişlerdir. Hazırlanan reçeteye göre hazırlanan hidrojel %70 HEMA+EGDM karışımı, %30 su ve %0.2 AIBN içeriğine sahiptir. İki cam arasına karışımı enjekte etmiş ve 3 saat 40 °C’de, ardından 12 saat 60 °C’de vakum altında etüvde bekleterek polimerleşmesini sağlamışlardır. Reaksiyona girmeyen monomer ve diğer kalıntıların uzaklaşması için 2 gün iyonsuz su içerisinde bekletmişler ve kurutma işlemi için 2 gün 60 °C’de bekletmişlerdir. Membranlar saf su ve farklı solüsyonlarda, 2 gün 37 °C’de bekletilerek şişmeleri sağlanmıştır. Şişme sonuçları Tablo 5.1’de gösterilmiştir [Sun and Chang, 1995].

Tablo 5.1: PolyHEMA membranların şişme özellikleri.

| EGDM/HEMA | Saf Su | Benzoik Asit | Kafein | Propanol HCI | Diklofenol Sodyum |
|-----------|--------|--------------|--------|--------------|-------------------|
| 0/100 | 0.705 | 0.543 | 0.652 | 1.584 | 6.509 |
| 1/99 | 0.604 | 0.522 | 0.574 | 1.242 | 3.584 |
| 3/97 | 0.547 | 0.489 | 0.506 | 0.839 | 1.413 |

Hill ve arkadaşları, monomer olarak HEMA kullandıkları hidrojellerin bazılarında çapraz bağlayıcı eklemiş bazılarında ise çapraz bağlayıcı kullanmayarak γ -ışınlanması ile polimerize etmeyi incelemişlerdir. %0.2-0.5 EGDM ve farklı miktarlarda monomer içeren kompozisyonları tüp içerisinde karıştırmışlardır. Tüp

içine hapsolan oksijeni uzaklaştırmak için içerisinde N_2 geçirmişlerdir. Polimerizasyon işlemi için 300 K'de ^{60}Co AECL Gammacell 200 kaynağına veya 373 K'de ^{60}Co Nordian 200 kaynağı kullanılmıştır. 320 K vakum etüvünde 7 gün bekletilmiş ve reaksiyona katılmayan monomer ve diğer kalıntılar uzaklaştırılırken FT-NIR spektroskopisi ile hidrojelde kalıntı olup olmadığı kontrol edilmiştir. Elde edilen hidrojeller saf su içerisinde 310 K'de bekletilerek su absorblama kabiliyetleri incelenmiştir. Yaklaşık 3 hafta şişme dengesine ulaşması için beklenmiştir. Sonuç olarak, 300 K ve 373 K'de elde edilen polimerlerin arasında su absorblama kabiliyetleri arasında çok küçük farklılık olduğu rapor edilmiştir. Çapraz bağ içeren hidrojel ile çapraz bağ içermeyen hidrojellerin difüzyon katsayıları arasında büyük farklılık olmadığı görülmüştür. Çapraz bağ içermeyen poliHEMA'nın suda çözündüğü için gerçek hidrojel olarak adlandırılmadıklarını rapor etmişlerdir [Hill et al., 1999].

Kwok ve çalışma grubu tarafından yapılan hidrojel sentezinde, monomer olarak HEMA, çapraz bağlayıcı olarak EGDM, başlatıcı olarak TEMED/APS ve etilen glikol, propilen glikol, , etilen glikol monometil eter ve etilen glikol dimetil eter sulu çözeltileri kullanılmıştır. Farklı reçetelerle hazırlanan hidrojellerin şişme özellikleri ve parçacık yoğunlukları incelemiştir. Toplam monomer ağırlığı (HEMA+EGDM) 10 gram olacak şekilde hazırlanan karışımlara uygun oranlarda su ve propilen glikol eklenmiş ve argon gazı geçirilerek içinde kalan hava giderilmiştir. Karışıma TEMED/APS eklenerek, bir gece oda şartlarında polimerleşmesi için bekletilmiştir. Su ve etanol içinde 1 hafta bekletilen hidrojel numuneleri sonrasında 40 °C etüvde 1 hafta bekletilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, başlangıç karışımında propilen glikol oranı azaldıkça hidrojel daha fazla şişmektedir. Glikol oranı %20'de tutulduğunda propilen glikol miktarı arttıkça denge şişme oranının azaldığı, %20'nin üzerine çıktığında ise sabit kaldığı tespit edilmiştir. Su ve etanol içine konulan numunelerin şişme oranları incelendiğinde etanolde bekletilen numunenin daha fazla şiştiği görülmüştür. Yapılan diğer çalışmada ise yine monomer karışımı (HEMA+EGDM) 10 gramlık hazırlanmış ve uygun oranlarda su eklenmesinin ardından argon gazı ile içinde hapsolan hava uzaklaştırılmıştır. Belirlenen miktarlarda etilen glikol, propilen glikol, etilen glikol monometil eter veya etilen glikol dimetil eter eklenerek TEMED/APS ilave edilmiş ve hazırlanan karışım hazır küvetlere aktarılarak 1 gece oda şartlarında polimerleşmeye bırakılmıştır. %20 monomer ve %2 çapraz bağlayıcı ve %20 oranına kadar propilen glikol içeren hidrojinin şeffaf, fakat oran %20'nin üzerine çıktıkça opak olduğu rapor edilmiştir. Etilen glikol dimetil eter içeren karışımlarda bu geçiş oranı

%22.5 , etilen glikol monometil içeren karışımlarda %25, ve etilen glikol için %45 olduğunu tespit etmişlerdir [Kwok et al., 2004].

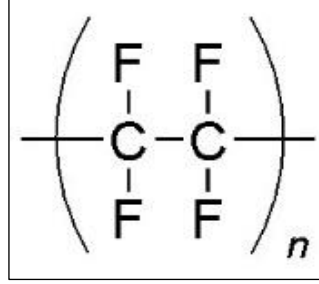
Gülşen ve Chauhan, sentezledikleri hidrojelde monomer olarak HEMA, çapraz bağlayıcı olarak EGDM ve başlatıcı olarak AIBN başlatıcısı kullanmışlardır. 10 ml HEMA, 40 ml EGDM ve belirlenen oranlarda su ile karıştırarak polimerizasyon gerçekleştirilmiştir. Hapsolan oksijeni ortamdaki uzaklaştırmak için, karışımdan 30 dakika nitrojen gazı geçirmiş ve başlatıcı olarak kullanılan AIBN'i eklemiştir. Hazırlanan karışımı iki cam arasına enjekte ederek 24 saat 60 °C etüvde bekletmişlerdir. Elde edilen hidrojel 48 saat boyunca 60 °C etüvde tutularak kuruması sağlanmış ve su içinde bekletilmeye başlanmıştır. Karışımda kullanılan farklı oranlardaki suyun şişme derecesine etkisi incelenmiştir. Karışımda %20, %30 ve %40 su eklenen hidrojellerde şişme oranları arasında büyük farklılıklar gözlenmezken %50 ve %60 su eklenen hidrojellerin oldukça yüksek su absorbladığı tespit edilmiştir. Hidrojellerdeki su miktarı arttırıldıkça şeffaf görüntüsünü kaybettiği raporlanmıştır [Gülşen and Chauhan, 2005].

Bat ve arkadaşları, HEMA, EGDM, kil veya grafen oksit ekleyerek polimerizasyon çalışması yapmışlardır. Elde edilen polimerlerin boyutlarını, özelliklerini ve su emme kabiliyetini incelemiştir. Elde edilen hidrojel numuneleri 3 gün su içinde bekletildiklerinde %204.3-344.6 oranında şişerken kendi ağırlıklarının 3,5 katı kadar suyu emebildiklerini rapor etmişlerdir. İçerisinde kil eklenen hidrojel %223-314 oranında şişerken grafen oksit kullanılan hidrojellerde ise %177-281 oranında şişme olduğu tespit edilmiştir [Bat, 2016].

6. MATERYAL ve METOT

6.1. Materyal

6.1.1. PTFE



Şekil 6.1: Politetrafloroetilen (PTFE) molekül yapısı.

Teflon, politetrafloroetilen (PTFE) polimerin ticari adıdır, molekül yapısı Şekil 6.1’de gösterilmektedir. Teflon, florlanmış etilen polimeri olan bir politetrafloroetilendir. Bir termoplastik floropolimerdir. Flor atomlarıyla doymuş uzun ve düz bir karbon zincirinden meydana gelmiş moleküler yapı, atomlar arasındaki kuvvetli bağlar sebebiyle oldukça inert özelliklere sahip olması nedeniyle başka hiçbir plastikte bulunmayan üstün özelliklere sahiptir. Isıya, kimyevi maddelere, neme, elektrik atlamasına (dielektrik), sürtünmeye dayanıklı olan Teflon hiçbir maddeye yapışmaz, sürtünme katsayısı bütün katı cisimlerinkinden küçüktür. Kimyasal özellikleri Tablo 6.1’de verilmiştir.

Tablo 6.1: PTFE kimyasal özellikleri.

| | |
|-----------------|-------------------------------------|
| Kimyasal Adı | Politetrafloroetilen |
| Özgül ağırlığı | 2.1-2.2 gr/cm ³ |
| Isı iletkenliği | 5.5-6.6 x10 ⁻⁴ cal/cm °C |

6.1.2. Alüminyum

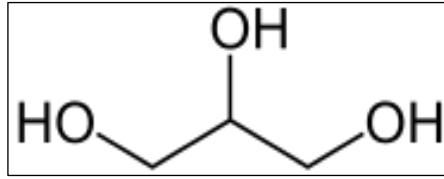
Alüminyum hafiftir, aynı hacimdeki bir çelik malzemenin ağırlığının ancak üçte biri kadar ağırlıktadır. Hava şartlarına, yiyecek maddelerine ve günlük yaşamda

kullanılan pek çok sıvı ve gazlara karşı dayanıklıdır. Çeşitli alüminyum alaşımlarının mukavemeti, normal yapı çeliğinin mukavemetine denk veya daha yüksektir. Alüminyum elastik bir malzemedir, bu nedenle ani darbelere karşı dayanıklıdır. Ayrıca, dayanıklılığı düşük sıcaklıklarda azalmaz. İşlenmesi kolay bir metaldir, ısı ve elektriği iyi iletir. Kimyasal özellikleri Tablo 6.2’de verilmiştir.

Tablo 6.2: Alüminyum kimyasal özellikleri.

| | |
|-----------------|-------------------------------------|
| Kimyasal Adı | Alüminyum |
| Özgül ağırlığı | 2.55-2.80 gr/cm ³ |
| Isı iletkenliği | 5.5-6.6 x10 ⁻⁴ cal/cm °C |

6.1.3. Gliserin



Şekil 6.2: Gliserinin molekül yapısı.

Gliserin tatlımsı ağdalı, renksiz bir sıvıdır, zehirli değildir. Molekül yapısı Şekil 6.2’de verilmiştir. Su ve alkollerde her oranda karışır, asetonda çözünür, fakat eterde hemen hemen hiç çözünmez. Kimyasal özellikleri Tablo 6.3’te verilmiştir. Susuz gliserin şiddetli bir şekilde soğutulduğunda kristallenir (EN:18 °C). Polar organik bir trihidroksi alkoldür. Üçlü bir alkolün göstermesi beklenen kimyasal davranışı gösterir. Gliserinin hafif oksitlenmesi sonucu hem birincil hem de ikincil OH grupları gliseraldehit ve dihidroksi aseton teşkil edecek şekilde değişirler. Hacminin 4 katı kadar su absorbe edebilir. Doğal ve petrokimyasal yollardan elde edilebilen gliserin, hayvansal ve bitkisel yağlarda bulunur. Gliserinin günümüzde bilinen yaklaşık 1500 farklı kullanımı bulunmaktadır.

Gliserin, hacminin 4 katı kadar su absorbe edebilme özelliğine sahiptir. Nemlendirme özelliği sayesinde özellikle kişisel bakım ürünlerinde ve aynı zamanda birçok farklı sektörde kullanımı oldukça yaygındır. Gliserinin donmayı geciktirici özelliği vardır.

Tablo 6.3: Gliserinin kimyasal özellikleri.

| | |
|-----------------|--|
| Kimyasal adı | 1,2,3-Propantriol, Gliserol |
| Molekül formülü | C ₃ H ₈ O ₃ |
| Molar kütle | 92,09 g mol ⁻¹ |
| Görünüm | Renksiz, akıcı |
| Yoğunluk | 1.26 g/cm ³ |
| Erime noktası | 18 °C |
| Kaynama noktası | 290 °C |
| Çözünürlük | Su ve etanolde çözünür |

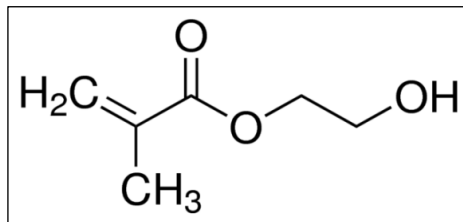
6.1.4. Filtre Kağıdı

Gliserin emdirme denemelerinde solvent taşıyıcı olarak Macherey-Nagel (640 w Ø 125 mm) selüloz esaslı black ribbon filtre kağıdı kullanılmıştır.

6.1.5. PP-Elyaf

Denizlerde meydana gelen gemi kazalarında denize dökülen petrol ve türevlerini denizden absorplayarak temizlemek amacıyla Mavi Deniz Çevre Hizmetleri tarafından üretilen PP-elyaf kullanıldı.

6.1.6. 2-hidroksietil metakrilat (HEMA)



Şekil 6.3: 2-hidroksietil metakrilat molekül yapısı.

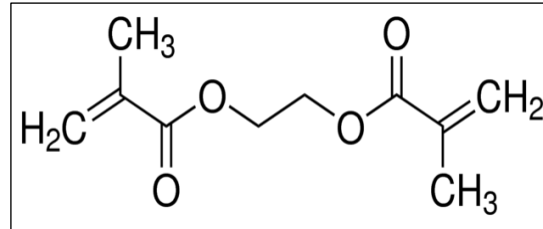
Şekil 6.3'te molekül yapısı verilen 2-hidroksietil metakrilat (HEMA) monomeri uygun başlatıcılar kullanılarak polimerleştirilmektedirler. Yapısındaki hidroksil grubu olduğu için hidrofilik polimerdir. PHEMA emülsiyon, süspansiyon ve yığın

polimerizasyonları ile elde edilebilmektedir. Tablo 6.4'te kimyasal özellikleri verilmiştir.

Tablo 6.4: HEMA'nın kimyasal özellikleri.

| | |
|-------------------|---|
| Kimyasal adı | 2-hidroksietil metakrilat |
| Kimyasal formülü | C ₆ H ₁₀ O ₃ |
| Moleküler ağırlık | 130.14 g·mol ⁻¹ |
| Görünüş | Renksiz sıvı |
| Yoğunluk | 1.07 g/cm ³ |
| Erime noktası | -99 °C (-146 °F; 174 K) |
| Kaynama noktası | 213 °C (415 °F; 486 K) |
| Buhar basıncı | 0.08 hPa |
| Suda Çözünürlük | Çözünür |

6.1.7. Etilen glikol dimetakrilat (EGDM)



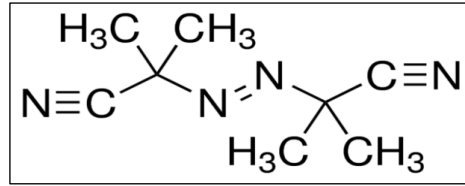
Şekil 6.4: Etilen glikol dimetakrilat (EGDM) molekül yapısı.

EGDM, bir metakrilik asit esteridir. Şekil 6.4'te molekül yapısı verilmiştir. Kısmen hidrofilik yapıya sahiptir, düşük viskozite, yapışma, esneklik ve yüksek çapraz bağ yoğunluğu, mekanik özelliklerde güçlenme, direnç sağlar. Fonksiyonel monomer ve çapraz bağlayıcı olarak polimer üretiminde kullanılan reaktif bir reçinedir. Kimyasal sentezler için kullanılan bir hammaddedir. Çünkü geniş organik ve inorganik bileşik çeşidi ile kolaylıkla katılma tepkimesi gerçekleştirebilir. Akrilik boyalar, çubuklar, cam elyafı, sentetik mermer, kuvvetlendirilmiş poliester ve PVC reçinede de kullanılabilir. Kimyasal özellikleri Tablo 6.5'te verilmiştir.

Tablo 6.5: EGDM'in kimyasal özellikleri.

| | |
|-------------------|---|
| Kimyasal adı | Etilen glikol dimetakrilat |
| Kimyasal formülü | $C_{10}H_{14}O_4$ |
| Moleküler ağırlık | $198.22 \text{ g.mol}^{-1}$ |
| Görünüş | Renksiz sıvı |
| Yoğunluk | $1.053 \text{ g/mL at } 20 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| Erime noktası | $-40 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| Kaynama noktası | $98-100 \text{ }^\circ\text{C} / 5 \text{ mm Hg(lit.)}$ |
| Buhar basıncı | $<0.1 \text{ mmHg}$ |
| Suda Çözünürlük | Çözünür |

6.1.8. 2,2'-Azobis(2-methylpropionitrile) (AIBN)



Şekil 6.5: 2,2'-Azobis(2-methylpropionitrile) (AIBN) molekül yapısı.

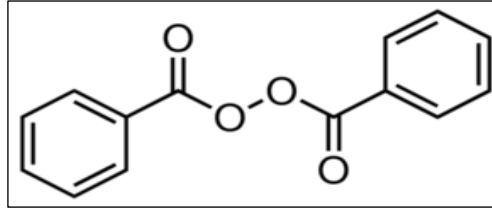
Tablo 6.6: AIBN'in kimyasal özellikleri.

| | |
|-------------------|---|
| Kimyasal adı | 2,2'-Azobis(2-methylpropionitrile) |
| Kimyasal formülü | $C_8H_{12}N_4$ |
| Moleküler ağırlık | $164.21 \text{ g.mol}^{-1}$ |
| Görünüş | Beyaz kristal |
| Yoğunluk | $1.11 \text{ g/mL at } 20 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| Erime noktası | $102-104 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| Suda Çözünürlük | Çözünmez |

Katılma polimerizasyonun büyük bir kısmı, 'başlatıcı' adı verilen kimyasal bileşikler yardımı ile başlatılır. Başlatıcılar tanımında yer aldığı gibi reaksiyonu

başlatırlar ve reaksiyon sonunda kimyasal yapısı deęiřir. Őekil 6.5’de moleköl yapısı verilen AIBN, beyaz kristal veya kristal toz řeklinde bulunan, suda çözünmeyen fakat eter, metanol, etanol, propanol, kloroform, benzen, etil asetat ve benzeri solventlerde çözünebilir, genelde yağda çözünebilir olarak bilinen bir bileřiktir. Kimyasal özellikleri Tablo 6.6’da verilmiřtir.

6.1.9. Benzoil Peroksit (Bz₂O₂)



Őekil 6.6: Benzoil Peroksit (Bz₂O₂) moleköl yapısı.

Tablo 6.7: Benzoil Peroksit’in kimyasal özellikleri.

| | |
|-------------------|--|
| Kimyasal adı | BenzilPeroxide |
| Kimyasal formölü | C ₁₄ H ₁₀ O ₄ |
| Moleküler aęırlık | 242.23 g·mol ⁻¹ |
| Görünüş | Beyaz kristal |
| Yoęunluk | 1.334 g/cm ³ |
| Erime noktası | 103-105 °C |
| Suda Çözünürlük | Zayıf |

Başlatıcılar, ısı etkisiyle kolaylıkla parçalanarak radikal oluřturan kararsız maddelerdir. Őekil 6.6’da moleköl yapısı verilen benzoil peroksit, polimerizasyonda başlatıcı olarak kullanılan kimyasallardan biridir. Bu organik peroksit 60-90°C sıcaklık aralıęında kolaylıkla parçalanarak radikal oluřturular. Kimyasal özellikleri Tablo 6.7’de verilmiřtir.

6.1.10. Kullanılan Dięer Materyaller

Küçük membran denemelerinde ISOLAB MICROSCOPE SLIDES marka cam

lameller kullanılmıştır.

Büyük membran denemelerinde ise 15×15×0.2 cm ölçülerinde kestirilen camlar kullanılmıştır.

Küçük ve büyük membran denemelerinde polimerin cam yüzeyine yapışması önlemek için 1120x23 mikron polietilen tereftalat film kullanılmıştır.

Polimerin cam arasında enjekte edilmesi için şırınga, azot gazı geçirme işlemi için uzun iğneli (amniyosentez tipi) şırınga kullanılmıştır.

Tüpün ağzının kapatılması için kauçuk septum kullanılmıştır.

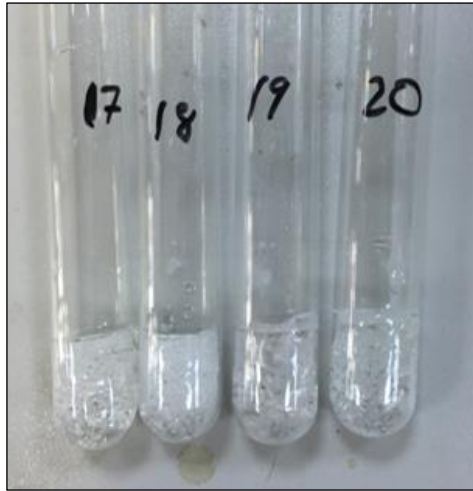
Gliserin emdirme ve buz tutmama denemelerinde Macherey-Nagel (640 w Ø 125 mm) marka filtre kağıtları ve PP-Elyaf kullanılmıştır.

Alüminyum ve PTFE plakaları ısıtıcı levhaya yapıştırmak için termal macun kullanılmıştır.

6.2. Metot

6.2.1. Tüp Polimerizasyonu (Hidrojel)

Anti-icing kaplama materyali olarak kullanımı hedeflenen membranlarda, hidrofilik bir monomer olan 2-hidroksietil metakrilat (HEMA) ve çapraz bağlayıcı olarak etilenglikoldimetakrilat (EGDM) kullanılmıştır. Polimerizasyonda başlatıcı olarak 2,2'-Azobis(2-methylpropionitrile) (AIBN) kullanılmıştır.



Şekil 6.7: Tüp polimerizasyonu numunelerinin etüv sonrası görünümü.

PoliHEMA hidrojel membranları oluşturmadan önce istenen özelliklere sahip en

uygun membran içeriğinin tespit edilmesi için deney tüplerinde de farklı reçetelerle sentezler gerçekleştirildi. Farklı konsantrasyonlarda HEMA, EGDM, AIBN/Bz₂O₂, H₂O ve gliserin kullanılarak deney tüplerinde hazırlanan polimerler %85'lik gliserin ve saf suda şişme testleri, vakum etüvünde katı madde testleri yapılmıştır.

İlk olarak deney tüpüne HEMA ve EGDM konuldu, üzerine başlatıcı olarak AIBN ya da Bz₂O₂ eklendi ve tamamen çözünene kadar çalkalandı. H₂O/Gliserin ya da belirtilen oranda karışımı hazırlanarak deney tüpüne ilave edildi. Deney tüpü çalkalandıktan sonra tüpün ağız kısmı kauçuk septum ile kapatıldı. Septumun ortasından uzun iğne kenarından ise kısa iğne takıldı, uzun iğneden N₂ tüpü bağlandı. 15 dk boyunca tüpten dakikada 30 kabarcık çıkacak şekilde N₂ gazı geçirildi, kısa iğne ile tüp içerisine hapsolan havanın dışarı çıkması sağlandı. 15 dakika tamamlandığında iki iğne aynı anda çekilerek septumdan çıkarıldı. Ardından tüpler dik şekilde 60 °C sıcaklıktaki etüvde 24 saat bekletildi. 24 saat sonra etüvden çıkarılan cam tüpler temiz bez içine konularak kırıldı ve tüpten çıkan polimer alındı. Tüp polimerlerinin etüv sonrası görüntüsü Şekil 6.7'de verilmiştir.

6.2.2. Küçük Hidrojel Membran Polimerizasyon Denemeleri

Tüp denemelerinden çıkan polimerlerin yapıları ve şişme testi sonuçları değerlendirildiğinde seçilen reçeteler için ve revize edilen reçeteler için küçük boyutlarda membran denemeleri yapıldı. Bu işlemde kullanılacak olan cam lamellerle aynı ölçülerde poletilen tereftalat kesildi. Testlerde kullanılacak olan her iki lamelin iç yüzeyine kesilen bu polietilen tereftalatlar konularak membranın cama yapışması önlendi. Küçük membran düzeneği Şekil 6.8'de gösterilmektedir.



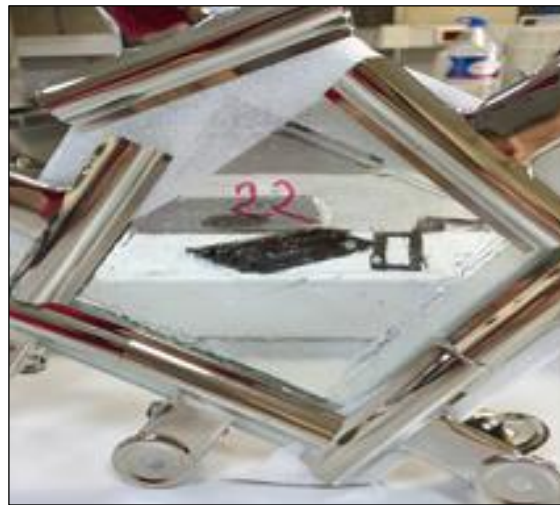
Şekil 6.8: Küçük membran düzeneği.

Polietilen tereftalatlar iç yüzeyde kalacak şekilde ortalarına kauçuk conta konuldu ve cam lameller birleştirildi. PE tereftalatların arasına iğne yerleştirildi ve cam lameller kenarlarından kısıkaç ile tutturularak membran düzeneği oluşturuldu.

Tüp denemelerinden seçilen reçetelerde belirtilen miktarda HEMA ve EGDM tüplere alındı. Reçetelerde belirtilen miktarda AIBN eklendi ve çalkalanarak tamamen çözünmesi sağlandı. Reçetelerde verilen su+gliserin karışımları ayrı bir beherde karıştırıldı ve tüpteki karışımın içine eklendi. Tüpün ağzı kauçuk septum ile kapatılarak ortasından uzun iğne, kenarından ise kısa iğne takıldı ve uzun iğneden 15 dakika boyunca tüpten dakikada 30 kabarcık çıkacak şekilde N₂ gazı geçirildi. Azot gazı geçirme işleminin ardından kısa iğne çıkarıldı, uzun iğneye şırınga takılarak elde edilen karışım şırıngaya alındı. Şırıngadaki karışım oluşturulan küçük membran düzeneğindeki iğneye takıldı ve karışım düzeneğin içine enjekte edildi. İşlemin ardından iğne düzenekten çıkarıldı ve düzeneğin üst kısmı da kısıkaç ile kapatılarak dik şekilde 60 °C'lik etüvde 24 saat beklemeye bırakıldı. 24 saat sonunda cam slaytlar açılarak oluşan polimer alındı.

6.2.3. Büyük Hidrojel Membran Polimerizasyon Denemeleri

Küçük membran denemelerinden çıkan polimerlerin yapıları ve şişme testi sonuçları değerlendirildiğinde seçilen reçeteler için ve revize edilen reçeteler için büyük boyutlarda membran denemeleri yapıldı.



Şekil 6.9: Büyük membran düzeneği.

Bu denemede cam lameller yerine 15×15×0.2 cm boyutlarında camlar, enjekte

edilen polimerin sızmasını önlemek için kauçuk conta yerine 15x15 cm ölçülerinde, iç kısmı 12x12 cm kesilerek çıkartılan polietilen köpük kullanıldı. Polimerin camlara yapışmasını önlemek için camların iç yüzeylerine aynı ölçülerde kesilen polietilen tereftalat kullanılırken, polimerin düzeneğe enjekte edilebilmesi için uzun şırınga conta ile PE tereftalat arasına yerleştirildi. Metal kısıkaçlar ile camlar kenarlarından tutturularak büyük membran düzeneği hazırlanmış oldu. Şekil 6.9’da büyük membran düzeneği gösterilmektedir.

Seçilen reçetelerde belirtilen HEMA ve EGDM cam tüplere alınarak karıştırıldı. AIBN eklenerek çözeltide tamamen çözünmesi sağlandı, reçetelerde belirtilen su+gliserin karışımları farklı bir yerde karıştırılarak tüp içerisine eklendi. Tüpün ağzı kauçuk septum ile kapatılarak uzun ve kısa iğneler septum üzerine yerleştirildi ve 15 dk boyunca azot gazı geçirildi. İşlem sonunda kısa iğne tüpten çıkarılırken uzun iğneye şırıngaya takılarak karışım şırıngaya alındı ve büyük membran düzeneğindeki iğneye takılarak karışım düzeneğe enjekte edildi. Enjeksiyon işleminden sonra iğne çekilerek düzenekten çıkarıldı ve 60 °C’lik etüvde 24 saat dik şekilde bekletilerek polimerizasyonun tamamlanması sağlandı. 24 saat sonunda camlar ayrılarak oluşan membran alındı.

6.2.4. Hidrojellerde Katı Madde Tayini ve Hesaplama Yöntemi

Katı madde tayini için elde edilen PoliHEMA hidrojellerin kenar kısımlarından 0.10-0.15 g ağırlığında numuneler kesildi. Daha önce yapılan denemelerde direkt etüve atılan numunelerde gliserini hidrojellerden uzaklaştırmanın kolay olmadığı tespit edilmiştir. Bu nedenle içerisindeki gliserinin dışarı salınımını ve yerine su almasını sağlamak için numuneler 1 hafta boyunca oda sıcaklığında su içerisinde bekletildi. Su içerisinden çıkarılan numuneler vakum etüvüne atıldı. Vakum etüvü hidrojel içinde kullanılan hidrofilik solvent olan gliserinin uçurulabilmesi için gliserinin kaynama noktasına yakın bir sıcaklığa (>185 °C) ayarlandı. Katı madde tayini yapılacak numuneler etüvde 4-5 gün bekletildikten sonra tartım alındı.

Katı madde tayini,

$$KM \% = \frac{M_2}{M_1} \times 100 \quad (6.1)$$

formülü ile hesaplanır.

Eşitlik 6.1’de M_1 ; numunenin ilk ağırlığını, M_2 : vakum etüvü sonrası ağırlığını ifade eder.

Numune içindeki sıvı/katı % oranı aşağıdaki formül ile hesaplanır.

$$S/K \% = \frac{M_1 - M_2}{M_2} \times 100 \quad (6.2)$$

6.2.5. Hidrojellerde Şişme Testleri

İçerisinde gliserin bulunduran numuneler %85’lik gliserin+su karışımlarında bekletilerek şişme oranları hesaplandı.

% şişme oranları aşağıdaki formül ile hesaplandı. Bu eşitlik aynı zamanda numunelerin emdiği gliserin ya da saf su oranını vermektedir.

$$\text{ŞO \%} = \frac{(K_2 - K_1) \times 100}{K_1} \quad (6.3)$$

Eşitlik 6.3’de K_1 ; numunenin ilk ağırlığını, K_2 ; numunenin gliserin veya saf su içerisinde bekletildikten sonraki ağırlığını ifade eder.

% şişme oranı aşağıdaki eşitlik ile ifade edilebilir. Başka bir deyişle emilen gliserin ya da saf suyun hidrojel içindeki katı polimere oranını verir.

$$K\text{ŞO \%} = \frac{(K_2 - K_1) \times 100}{K_3} \quad (6.4)$$

Eşitlik 6.4’de K_1 ; numunenin ilk ağırlığını, K_2 ; numunenin gliserin ya da saf suda bekletildikten sonraki ağırlığını, K_3 ; numune içerisindeki katı miktarı ifade eder.

Numune içindeki son sıvı/katı % oranı ise,

$$S/K \% = \frac{K_2 - K_3}{K_3} \times 100 \quad (6.5)$$

eşitliği ile hesaplanır.

6.2.6. Filtre Kağıdı ve PP-Elyafa Gliserin Emdirme

Gliserin saf su ile seyreltilerek farklı konsantrasyonlarda gliserin çözeltileri hazırlandı. Ağırlıkça %45, %85'lik gliserin çözeltileri petri kaplarına döküldü. Yaklaşık 8.5 cm çapında kesilen filtre kağıtları (0.42-0.48 g) ve yine 8.5 cm çapında kesilen PP-elyaflar (1-1.5 g) bu çözeltiler içine bırakıldı, petri kaplara streç film ile sarılarak çözeltilerin nem kapması önendi. Petri kapları bu şekilde laboratuvar ortamında 20-25 °C sıcaklıkta 1 hafta bekletildi.

Buz birikim test öncesi çözeltiden çıkarılan filtre kağıtları ve PP-elyaflar asılarak üzerindeki fazla çözeltilerin süzülmesi sağlandı. Filtre kağıdı ve PP-elyaflar kısıkaç yardımı ile asılarak her 5 dk da bir ters çevrildi ve toplam 15 dk süzüldü, tartıldı. Kağıtların şişme oranları, Eşitlik 6.3 ile hesaplandı.

Farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilen PP elyaf ve filtre kağıtlarına buz birikim testi yapıldı. Buz birikim testi sonunda ağırlık artışı referans olarak kabul edilen Al ve teflon yüzeylerdeki artış ile karşılaştırıldı.

6.2.7. Filtre Kağıdına Farklı Konsantrasyonlarda Gliserin Emdirme

Farklı konsantrasyonlarda %48, %58, %60, %62, %70, %75, %83, %85, %86, %88, %92, %94, %96 ve %98 gliserin-su karışımları petri kaplarına döküldü, 8,5 cm çaplarında kesilen filtre kağıtları petri kabındaki çözeltilere daldırıldı ve petri kapları streç film ile sarıldı.



Şekil 6.10: Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabinde filtre kağıdı buz birikim testi.

Laboratuvar ortamında 1 hafta bekletilen filtre kağıtları 1 haftanın sonunda çözültiden çıkarıldı. Her 5 dakikada bir ters çevrilerek toplam 15 dakika süzülmesi sağlandı. 15 dk sonunda tartılan filtre kağıtları buz birikim testine alındı. Buz birikim testi anında çekilen fotoğraf Şekil 6.10'da verilmiştir.

6.2.8. Buz Birikim Testi

Buz birikim testleri Memmert CTC 256 model nem ve sıcaklık kontrollü iklimlendirme cihazında aşırı soğutulmuş suyun yüzeyler üzerine püskürtülmesi ile gerçekleştirildi (Şekil 6.11).



Şekil 6.11: Memmert CTC 256 model sıcaklık ve nem kontrollü iklimlendirme kabini.

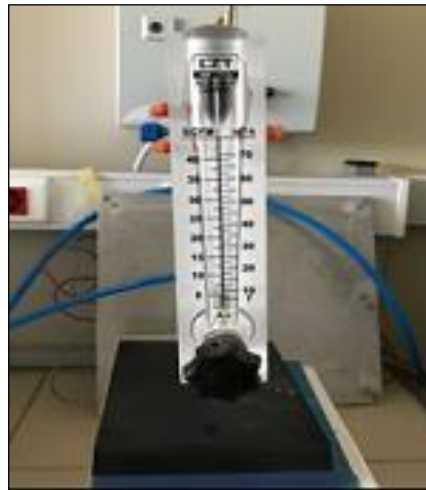
İklimlendirme kabini içine yerleştirilen sıkıştırılmış hava ile çalışan sprey püskürtücü tabanca püskürtme işlemi için kullanıldı. Tabancanın altına yerleştirilen mezüre 100 ml saf su dolduruldu ve tabancanın ucuna yerleştirilen cam pastör pipet bu suyun içine daldırıldı. Bu mezür ile püskürtme öncesi ve sonrası su seviyesi takip edilerek ne kadar su püskürtüldüğü hesaplandı. Mezür içine termometre yerleştirilerek suyun sıcaklığı takip edildi. Mezürdeki suyun $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de donmaması için Şekil 6.12'de gösterilen Lauda marka su sirkülatörü kullanılmıştır. Cihazın sisteminde ağırlıkça %50'lik propilen glikol-su çözeltisi bulunmaktadır. Cihaz $1.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanır,

sirkülatör yaklaşık 1 saat içerisinde dengeye gelmektedir.



Şekil 6.12: Lauda su sirkülatörü.

Sprey tabancasına verilen hava, iklimlendirme kabine giriş yapan hava hortumuna takılan musluk ile sağlandı. Püskürtme işlemi bu musluk açıldığı an başlatılıp, yüzeye püskürtülen su miktarı 30 ml'e ulaştığında musluk kapatılarak püskürtme işlemi sonlandırıldı. Sisteme gelen hava hızı Şekil 6.13'de gösterilen debimetre ile 17 m³/saat olacak şekilde ayarlandı.



Şekil 6.13: Debimetre.

Sprey püskürtücü ve yüzey arasındaki mesafe 18 cm olarak ayarlanmıştır. Şekil 14'de iklimlendirme kabini içerisindeki buz birikim test sistemi gösterilmektedir.

İklimlendirme kabinini öncelikle 10 °C ve %40 RH koşullarına ayarlanıp

sistemin bu değerlere gelmesi için yaklaşık 1 saat beklenildi. Sistem dengeye geldiğinde cihazın nem ayarı kapatılıp sıcaklık $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlandı. Cihaz içerisindeki 2 farklı higrometre $\%56 \pm 2$ bağıl nem değerini gösterdiğinde sistem püskürtme işlemi için hazır hale gelmiştir. Buz birikim testi yapılacak yüzey (PTFE, alüminyum, filtre kağıdı, PP-Elyaf, büyük membran) cihazda püskürtme tabancasının atış noktasını ortalanacak şekilde asılarak 30 ml $-0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ aşırı soğutulmuş su 0.05 ml/s hızında püskürtüldü. Püskürme işlemi hava musluğu kapatılarak sonlandırıldığında, test edilen yüzey hızlı bir şekilde cihazdan alınarak tartıldı. Şekil 6.14'te test düzeneği verilmiştir.



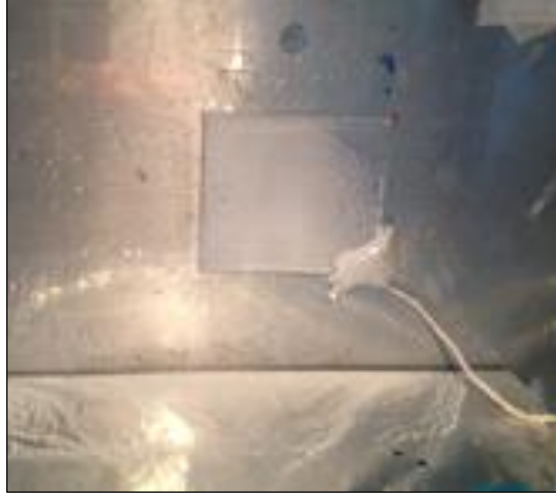
Şekil 6.14: Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabini içinde alüminyum yüzeyde buz birikim testi.

Yüzeyde biriken buz miktarı, püskürtme yapılan yüzeyin ilk ve son ağırlıkları arasındaki farktan hesaplandı. Bu fark, yüzey alanına bölünerek birim alandaki ağırlık artışı tespit edildi. Birim alanda biriken buz miktarı g/m^2 birimi ile ifade edilir. Yüzeyler üzerindeki buz birikim miktarları karşılaştırıldı.

6.2.9. Sıcak Plaka Isıtımalı Buz Birikim Testi

Memmert CTC 256 model sıcaklık ve nem kontrollü iklimlendirme kabini içerisine ısıtıcı levha yerleştirildi. Test edilecek yüzey arkasına termal macun sürüldü ve ısıtıcı levha üzerine tabancanın atış noktası ortalanacak şekilde yerleştirildi. Yüzeyin kenarına termokupl kabloları Şekil 6.15'de gösterildiği gibi bant ile sabitlendi ve nemden etkilenmemesi için üzeri polietilen köpük ile kapatıldı. Cihazın yanındaki elektrik panosundan levha sıcaklığı çalışma yapılacak sıcaklığa set edildi.

Termokuplda okunan yüzey sıcaklıkları kaydedildi.



Şekil 6.15: Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabini içine yerleştirilen ısıtıcı levha üzerine yapıştırılan Al yüzeye buz birikim testi.

İklimlendirme kabinini 10 °C ve %40 RH koşullarına ayarlandı, sistem dengeye geldiğinde cihazın nem ayarı OFF konumuna getirildi ve sıcaklık -2 °C'ye ayarlandı. Kabin içi sıcaklık -2 °C'ye ve kabin içindeki 2 farklı higrometre %56 ± 2 bağıl nem değerini gösterdiğinde yüzeylere 18 cm uzaklıktan püskürtme işlemi gerçekleştirildi. Yaklaşık 10 dakika da 30 ml -0.5 °C'deki aşırı soğutulmuş su 0.05 ml/s hızında püskürtüldü. Püskürtme anı Şekil 6.16'da gösterilmektedir.



Şekil 6.16: Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabini içinde alüminyum yüzeye aşırı soğutulmuş su püskürtme anı.

Püskürme işlemi hava musluğu kapatılarak sonlandırıldı ve yüzey hızlı bir şekilde cihazdan alınarak tartıldı. Yüzeyde biriken buz miktarı, püskürtme yapılan yüzeyin ilk ve son ağırlıkları arasındaki farktan hesaplanır. Bu fark yüzey alanına bölünerek birim alandaki ağırlık artışı tespit edilir. Birim alanda biriken buz miktarı g/m^2 birimi ile ifade edilir. Yüzeyler üzerindeki buz birikim miktarları karşılaştırıldı.

7. BULGULAR VE TARTIŞMA

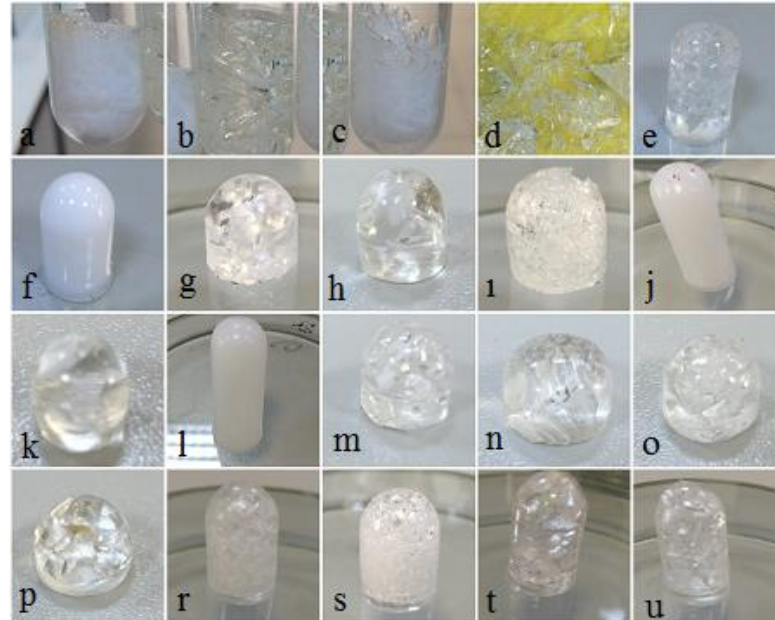
7.1. Şişme Testleri

Uygun özelliklerde hidrojel tespiti için yapılan tüp polimerizasyonundan elde edilen polimerlere, onların özelliklerinden yola çıkarak hazırlanan küçük membranlara, büyük membranlara, PP-elyaf ve filtre kağıdına şişme testleri uygulanmıştır.

Şişme testlerinde hidrofilik solvent olan gliserin kullanılmıştır. Saf gliserinin donma noktasını +17.8 °C'den -10.9 °C'ye düşürmek ve viskoziteyi düşürerek yüzey tarafından kolayca emilimini sağlamak için saf su ile %85'lik gliserin konsantrasyonuna seyreltilmiştir.

7.1.1. Tüp Polimerizasyonu

PoliHEMA membran sentezi için uygun yapıya sahip polimer reçetesinin belirlenebilmesi için deney tüpünde farklı reçetelerle polimerizasyon gerçekleştirilmiştir. Elde edilen polimerlerin görselleri Şekil 7.1'de verilmiştir.



Şekil 7.1: Tüp polimerizasyonundan elde edilen polimer görselleri. a) Tüp-1, b) Tüp-2, c) Tüp-3, d) Tüp-4, e) Tüp-5, f) Tüp-6, g) Tüp-7, h) Tüp-8, i) Tüp-9, j) Tüp-10, k) Tüp-11, l) Tüp-12, m) Tüp-13, n) Tüp-14, o) Tüp-15, p) Tüp-16, r) Tüp-17, s) Tüp-18, t) Tüp-19, u) Tüp-20 polimerizasyonlarından elde edilen polimerlerin gösterimi.

Tüp denemelerinde, yapılan ilk denemelerde su ve gliserin eklenmemiştir (T-1, T-2, T-3, T-4). Bu denemelerde elde edilen polimerlerin çok sert olduğu ve parçalandığı tespit edilmiştir. Bu polimerlerin kütlece içeriği Tablo 7.1’de verilmiştir.

Tablo 7.1: Gliserin tüp denemeleri.

| Numune No | T-1 | T-2 | T-3 | T-4 |
|------------------------------------|----------|-------------------------|------------------------|-----------------------|
| HEMA (g) | 1.960 | 1.960 | 1.900 | 1.980 |
| EGDM (g) | 0.040 | 0.040 | 0.100 | 0.020 |
| AIBN (g) | 0.024 | - | 0.024 | 0.024 |
| Bz ₂ O ₂ (g) | - | 0.024 | - | - |
| H ₂ O (g) | - | - | - | - |
| Gliserin (g) | - | - | - | - |
| TOPLAM (g) | 2.024 | 2.024 | 2.024 | 2.024 |
| Monomer içindeki | | | | |
| EGDM oranı (%) | 2 | 2 | 5 | 0.988 |
| Teorik KM (%) | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Deneysel KM (%) | - | - | - | - |
| Deneysel S/K (%) | - | - | - | - |
| Gliserin ŞO (%) | - | - | - | - |
| Gliserin KŞO (%) | - | - | - | - |
| Gliserin S/K (%) | - | - | - | - |
| H ₂ O ŞO (%) | - | - | - | - |
| H ₂ O KŞO (%) | - | - | - | - |
| Özellik | Çok sert | Polimer cama yapıştı | Çok sert kesilemedi | Polimer parçalandı |

Başlatıcı olarak Bz₂O₂ kullanıldığı T-2 numaralı denemede ise polimerin tüpe yapıştığı ve çıkartılamadığı tespit edilmiştir. Bu nedenle sonraki denemelerde başlatıcı olarak AIBN ile devam edilmiştir.

Monomerdeki EGDM oranı %4.94 olan T-5 numaralı reçeteden elde edilen polimerin sert olduğu tespit edilmiştir. Yine %4.94 oranında EGDM kullanılan T-6’da ise %50 oranında eklenen su nedeniyle elde edilen polimerin yumuşak ve beyaz olduğu fakat zamanla suyunu salarak polimerin sertleştiği gözlenmiştir. Bu denemelerden monomer besleme EGDM oranı %4.94 olan numunelerin sert olduğu, içerisinde

yüksek su oranına sahipken yumuşak olduğu fakat zamanla suyu bünyesinden salıp sertleştiği tespit edilmiştir. Bu nedenle sonraki reçetelerde EGDM miktarı düşürülerek testlere devam edilmiştir.

Tablo 7.2: Gliserin tüp denemeleri.

| Numune No | T-5 | T-6 | T-7 | T-8 |
|--------------------------|--------------|-----------------------|-----------------|--------------------------------|
| HEMA (g) | 1.900 | 1.900 | 1.980 | 1.960 |
| EGDM (g) | 0.100 | 0.100 | 0.020 | 0.020 |
| AIBN (g) | 0.024 | 0.024 | 0.024 | 0.024 |
| H ₂ O (g) | 1.000 | 2.000 | 2.000 | 1.000 |
| Gliserin (g) | 1.000 | - | - | 1.000 |
| TOPLAM (g) | 4.024 | 4.024 | 4.024 | 4.004 |
| Monomer içindeki | | | | |
| EGDM oranı (%) | 4.94 | 4.94 | 0.99 | 1.00 |
| Teorik KM (%) | 50.30 | 50.30 | 50.30 | 50.05 |
| DeneySEL KM (%) | 79.30 | 60.90 | 79.69 | 66.84 |
| DeneySEL S/K (%) | 26.11 | 64.19 | 26.79 | 49.62 |
| Gliserin ŞO (%) | -13.39 | -34.91 | -15.21 | -22.79 |
| Gliserin KŞO (%) | -16.89 | -57.32 | -19.09 | -34.10 |
| Gliserin S/K (%) | 9.23 | 6.87 | 7.50 | 15.51 |
| H ₂ O ŞO (%) | -8.04 | 5.33 | -8.97 | 4.97 |
| H ₂ O KŞO (%) | -10.14 | 8.75 | -11.26 | 7.44 |
| Özellik | Polimer sert | Polimer beyaz yumuşak | Polimer yumuşak | Polimer yumuşak, biraz bulanık |

Tablo 7.2 ve 7.3'de reçeteleri verilen T-6, T-7, T-10 denemelerinde %50 oranında kullanılan suyun, T-12 denemesinde ise %66.4 oranındaki suyun polimer yapısına fazla geldiği, polimerizasyona dahil olmayıp polimerizasyon sonunda tüpün üst kısmında su birikmesine neden olduğu tespit edilmiştir.

Monomer EGDM miktarı azaltılarak %1.98 oranında kullanıldığı T-13 denemesinde oluşan polimerin zamanla sertleştiği tespit edilmiştir. EGDM oranının yüksek olması şişme aşamasında gliserini absorbe etmesini engellemiş, bundan dolayı bu membranın gliserin içerisinde şişme oranı düşmüştür. Bu çıkarımın üzerine sonraki denemelerde EGDM %1 ve altına düşürülerek denemelere devam edilmiştir.

Tablo 7.3: Gliserin tüp denemeleri.

| Numune No | T-9 | T-10 | T-11 | T-12 |
|--------------------------|--------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| HEMA (g) | 1.980 | 1.960 | 1.980 | 1.960 |
| EGDM (g) | 0.020 | 0.040 | 0.020 | 0.040 |
| AIBN (g) | 0.024 | 0.024 | 0.024 | 0.024 |
| H ₂ O (g) | - | 2.000 | 1.000 | 4.000 |
| Gliserin (g) | 2.000 | - | 1.000 | - |
| TOPLAM (g) | 4.024 | 4.024 | 4.024 | 6.024 |
| Monomer içindeki | | | | |
| EGDM oranı (%) | 0.99 | 1.98 | 0.99 | 1.98 |
| Teorik KM (%) | 50.30 | 50.30 | 50.30 | 33.60 |
| DeneySEL KM (%) | 53.75 | 73.79 | 77.60 | 42.88 |
| DeneySEL S/K (%) | 86.04 | 35.54 | 28.86 | 133.20 |
| Gliserin ŞO (%) | 0.72 | -15.91 | -14.00 | 5.37 |
| Gliserin KŞO (%) | 1.34 | -21.56 | -18.04 | 12.53 |
| Gliserin S/K (%) | 87.38 | 13.98 | 10.82 | 145.73 |
| H ₂ O ŞO (%) | -16.24 | 6.51 | -7.55 | 8.29 |
| H ₂ O KŞO (%) | -30.21 | 8.82 | -9.73 | 19.33 |
| Özellik | Polimer çok gözenekli, yumuşak | Polimerizasyon sonunda su çıktı | Polimer yumuşak, biraz bulanık | Polimerizasyon sonunda su çıktı |

1.96 g HEMA, 0.02 g EGDM 1g gliserin ve 1 g suyun kullanıldığı T-8 numaralı polimerin yumuşak ve hafif bulanıklık olduğu görülmüştür. %0.99 EGDM kullanılan T-9 ve T-11 numaralı polimerlerin yumuşak olduğu görülmüştür. Fakat T-9 polimerinde kullanılan 2 g gliserinin polimere fazla geldiği, polimerin gözenekli olduğu ve gliserini yapısında muhafaza edemeyip saldığı görülmüştür, T-11 numaralı polimerin ise biraz bulanık olduğu tespit edilmiştir.

Gliserin miktarının 0.5 g üzerine çıkarıldığı Tablo 7.4 ve Tablo 7.5’de gösterilen denemelerde (T-13, T-17, T-18, T-19, T-20) polimerin gözenekli yapıda olduğu görülmüştür. T-13 numaralı polimerin polimerizasyon sonunda yumuşak olduğu fakat zamanla sertleştiği tespit edilmiştir.

HEMA miktarının 1.98 g da tutulup 0.02 g EGDM eklenen ve farklı oranlarda su, su+gliserin eklenen T-14, T-15, T-16 numaralı denemelerde elde edilen

polimerlerin yumuşak olduğu görülmüştür.

Tablo 7.4: Gliserin tüp denemeleri.

| Numune No | T-13 | T-14 | T-15 | T-16 |
|------------------------------------|---------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| HEMA (g) | 1.960 | 1.980 | 1.980 | 1.980 |
| EGDM (g) | 0.040 | 0.020 | 0.020 | 0.020 |
| AIBN (g) | 0.024 | 0.024 | 0.024 | 0.024 |
| H ₂ O (g) | 1.000 | 1.000 | 0.500 | 0.750 |
| Gliserin (g) | 1.000 | - | 0.500 | 0.250 |
| TOPLAM (g) | 4.024 | 3.024 | 3.024 | 3.024 |
| Monomer içindeki EGDM oranı (%) | 1.98 | 0.99 | 0.99 | 0.99 |
| Teorik KM (%) | 50.30 | 66.93 | 66.93 | 66.93 |
| Deneysel KM (%) | 72.44 | 69.86 | 79.3 | 80.09 |
| Deneysel S/K (%) | 38.04 | 43.15 | 26.12 | 24.85 |
| Gliserin ŞO (%) | 1.25 | -14.11 | 4.41 | 5.80 |
| Gliserin KŞO (%) | 1.72 | -20.20 | 5.56 | 7.24 |
| Gliserin S/K (%) | 39.77 | 22.95 | 31.68 | 32.10 |
| H ₂ O ŞO (%) | -1.79 | 17.23 | 15.98 | 15.76 |
| H ₂ O KŞO (%) | -2.47 | 24.66 | 20.15 | 19.68 |
| Özellik | Polimer zamanla sertleşti | Polimer yumuşak | Polimer yumuşak | Polimer yumuşak |

Başlangıç karışımındaki gliserin miktarı artırılarak 0.850 g gliserin ve 0.150 g su eklenen T-17 numaralı denemede polimerin gözenekli olduğu tespit edilmiştir. Gliserin miktarı 0.750 g a düşürülerek suyun 0.250 g a çıkarıldığı ve EGDM'in yarı yarıya indirilerek 0.010 g kullanıldığı T-18 numaralı denemede ise yine polimerin gözenekli olduğu tespit edilmiştir.

T-19 ve T-20 numaralı denemelerde T-18 denemesine paralel olarak 1.99 g HEMA, 0.010 g EGDM kullanılmış farklı oranlarda gliserin ve su kullanılarak denemeler yapılmıştır. 1.20 g gliserin ve 0.400 g kullanılan T-19 numaralı polimerde çatlaklar olduğu, 0.800 g gliserin ve 0.800 g suyun kullanıldığı T-20 numaralı denemede ise polimerin yumuşak ama gözenekli olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 7.5: Gliserin tüp denemeleri.

| Numune No | T-17 | T-18 | T-19 | T-20 |
|--------------------------|-------------------|-------------------|--------------------------------|----------------------------|
| HEMA (g) | 1.980 | 1.990 | 1.990 | 1.990 |
| EGDM (g) | 0.020 | 0.010 | 0.010 | 0.010 |
| AIBN (g) | 0.024 | 0.024 | 0.024 | 0.024 |
| H ₂ O (g) | 0.150 | 0.250 | 0.400 | 0.800 |
| Gliserin (g) | 0.850 | 0.750 | 1.200 | 0.800 |
| TOPLAM (g) | 3.024 | 3.024 | 3.624 | 3.624 |
| Monomer içindeki | | | | |
| EGDM oranı (%) | 0.988 | 0.494 | 0.494 | 0.494 |
| Teorik KM (%) | 66.931 | 66.931 | 55.850 | 55.850 |
| Deneysel KM (%) | 67.870 | 79.520 | 72.070 | 74.970 |
| Deneysel S/K (%) | 47.339 | 25.751 | 38.759 | 33.389 |
| Gliserin ŞO (%) | 3.730 | 0.571 | -12.193 | -8.490 |
| Gliserin KŞO (%) | 5.496 | 0.718 | -16.919 | -11,325 |
| Gliserin S/K (%) | 52.835 | 26.469 | 21.840 | 22.064 |
| H ₂ O ŞO (%) | -2.721 | 16.543 | 0.683 | -1.174 |
| H ₂ O KŞO (%) | -4.009 | 20.804 | 0.948 | -1.566 |
| Özellik | Polimer gözenekli | Polimer gözenekli | Polimer yumuşak, çatlaklar var | Polimer yumuşak, gözenekli |

Oluşan polimerler oda koşullarında hem su hem de %85'lik gliserinde bekletilmiştir. 1 haftanın sonunda gliserin içerisinde bekletilen polimer etüvde 85 °C'de 1 hafta daha bekletilmiştir.

7.1.2. Küçük Membran Hidrojel Sentezi

Tüp denemelerinden elde edilen polimerlerin yapıları, mekanik direnci ve şişme oranları değerlendirilerek küçük membran hidrojel sentezleri yapılmıştır. %0.99 EGDM içeren T-14, T-15, T-16, T-18 numaralı polimerlerden küçük membran yapılmış olup sırasıyla KM-1, KM-2, KM-3 ve KM-4 olarak adlandırılmıştır. Bunlara ek olarak monomeri % 0.494 EGDM içeren 20 numaralı reçete revize edilerek KM-5 olarak adlandırılmıştır. T-20 numunesinde görülen gözenekleri gidermek için gliserin

eklenmeyerek 1 g su eklenmiştir. Reçeteler Tablo 7.6’da gösterilmiştir.

Yapılan çalışmalarda başlangıç karışımına solvent ya da su eklenmemesi durumunda polimerlerin çok sert olduğu tespit edilmiş olup başlangıç karışımında mutlaka solvent ya da su bulunması gerektiği tespit edilmiştir.

Tablo 7.6: Gliserin Küçük Membran Denemeleri

| Numune No | KM-1 | KM-2 | KM-3 | KM-4 | KM-5 |
|---------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| HEMA (g) | 1.980 | 1.980 | 1.980 | 1.990 | 1.990 |
| EGDM (g) | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.010 | 0.010 |
| AIBN (g) | 0.024 | 0.024 | 0.024 | 0.024 | 0.024 |
| H ₂ O (g) | 1.000 | 0.500 | 0.750 | 0.400 | 1.000 |
| Gliserin (g) | - | 0.500 | 0.250 | 1.200 | - |
| TOPLAM (g) | 3.024 | 3.024 | 3.024 | 3.624 | 3.024 |
| Monomer içindeki EGDM oranı (%) | 0.99 | 0.99 | 0.99 | 0.494 | 0.49 |
| Teorik KM (%) | 66.93 | 66.93 | 66.93 | 55.85 | 66.93 |
| Deneysel KM (%) | 69.64 | 75.13 | 79.92 | 77.90 | 69.28 |
| Deneysel S/K (%) | 28.15 | 36.89 | 29.10 | 32.74 | 26.38 |
| Gliserin ŞO (%) | 19.88 | 43.49 | 55.61 | 75.02 | 27.19 |
| Gliserin KŞO (%) | 28.55 | 57.88 | 69.58 | 96.31 | 39.25 |
| Gliserin S/K (%) | 72.15 | 90.99 | 94.71 | 124.68 | 83.59 |
| H ₂ O ŞO (%) | 30.54 | 20.70 | 30.63 | 27.98 | 31.11 |
| H ₂ O KŞO (%) | 43.85 | 27.56 | 38.33 | 35.92 | 44.91 |
| Özellik | Polimer yumuşak | Polimer yumuşak | Polimer yumuşak | Polimer yumuşak | Polimer yumuşak |

Monomer EGDM oranının %1’in üzerine çıkarıldığında polimerin sertleştiği görülmüş olup %1’in üzerinde EGDM ve %49.70 oranında sıvı içeren polimerlerin polimerizasyon sonrası yumuşak olmasına rağmen zamanla suyunu salarak sertleştiği tespit edilmiştir. %1 ve altında EGDM içeren polimerler yumuşaktır. %20 üzerinde gliserin eklenen polimerlerin gözenekli yapıda olduğu görülmüştür.

Elde edilen bulgulardan yola çıkılarak yapılan küçük membranlarda başlangıç karışımına su ya da su+gliserin eklenmiş, gliserin oranı %16.53 ve altında tutulurken su oranı %33 ve altında tutulmuştur. Monomer EGDM oranı %0.99 ve altında

kullanılmıştır.

1 hafta etüvde %85'lik gliserinde bekletilen hidrojelcer incelendiğinde, başlangıç karışımına gliserin eklenmeyerek sadece 1g su eklenen KM-1'in gliserin şişme oranının %19.88, KM-4'ün ise %27.19 şişme oranlarına sahip olduğu görülmüştür. Buradan kazanılan bilgi ile büyük membran denemelerinde başlangıç karışımında sadece su kullanılmamış, gliserin+su karışımları ilave edilmiştir.

7.1.3. Büyük Membran Hidrojel Sentezi

Küçük membran denemelerinden elde edilen polimerlerin yapıları ve şişme testi sonuçları değerlendirildiğinde seçilen KM-4 adlı reçete için ve yine KM-4'ten yola çıkılarak oluşturulan reçeteler için büyük boyutlarda membranlar hazırlandı. Membran içerikleri Tablo 7.7'de verilmiştir. Bu membranlar %85'lik gliserin içinde 85 °C'de 1 hafta bekletilerek gliserinin polimere daha iyi nüfuz etmesi sağlandı.

Tablo 7.7: Gliserin büyük membran denemeleri.

| Numune No | BM-1 | BM-2 | BM-3 | BM-4 |
|------------------------------------|--------|--------|--------|--------|
| HEMA (g) | 1.990 | 1.990 | 1.990 | 1.990 |
| EGDM (g) | 0.010 | 0.008 | 0.006 | 0.008 |
| AIBN (g) | 0.024 | 0.024 | 0.024 | 0.024 |
| H ₂ O (g) | 0.250 | 0.400 | 0.400 | 0.600 |
| Gliserin (g) | 0.750 | 0.600 | 0.600 | 0.600 |
| TOPLAM (g) | 3.024 | 3.022 | 3.020 | 3.222 |
| Monomer içindeki EGDM oranı (%) | 0.49 | 0.40 | 0.30 | 0.40 |
| Teorik KM (%) | 66.93 | 66.91 | 66.89 | 62.69 |
| DeneySEL KM (%) | 70.14 | 68.90 | 71.57 | 73.24 |
| DeneySEL S/K (%) | 42.58 | 45.13 | 39.73 | 36.54 |
| Gliserin ŞO (%) | 85.97 | 105.37 | 124.88 | 90.23 |
| Gliserin KŞO (%) | 122.58 | 152.92 | 174.49 | 123.20 |
| Gliserin S/K (%) | 165.15 | 198.06 | 214.22 | 159.74 |

Sadece EGDM oranlarında farklılık olan BM-2 ve BM-3 numuneleri karşılaştırıldığında; monomer EGDM oranı %0.3 olan BM-3 numaralı membranın %0.4 içeren BM-2 numaralı membrana kıyasla daha fazla gliserin absorbe ederek daha fazla şişme gösterdiği kaydedilmiştir. 1.990 g HEMA, 0.008 g EGDM, 0.600 g gliserin içeren BM-2 ve BM-4 membranları karşılaştırıldığında 0.400 g su içeren BM-2 adlı membranın 0.600 g su içeren BM-4 adlı membrana oranla daha fazla şişme gösterdiği kaydedilmiştir.

Yeni oluşturulan reçetelerde EGDM oranı azaltılarak membranın elastikiyetinin artması amaçlandı. Başlangıç karışımındaki gliserin miktarı düşürülerek suda büzüşmesine engel olunurken daha yüksek şişme oranı elde edilmeye çalışıldı. EGDM oranı azaltıldığında membranın gliserini absorbe etmesi kolaylaştırılmış ve bu nedenle membranın gliserin içerisinde şişme oranı arttırılmıştır. Elde edilen büyük membranlar buz birikim testine alınmıştır.

7.1.4. Filtre Kağıdı ve PP-Elyaf'ın Gliserinde Şişme Testleri

Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan gliserin-su karışımları bulunan petri kapları içerisine PP-Elyaf ve filtre kağıdı atılarak 1 hafta oda şartlarında bekletildi. Hava ile temasını önlemek ve nem kapmasına engel olmak için petri kapları parafilm ile sarıldı. Farklı konsantrasyonlarda gliserin-su karışımlarında PP-Elyaf ve filtre kağıdının şişme oranları incelendi.

7.1.4.1. PP-Elyaf Şişme Testleri

Tablo 7.8: Gliserin emdirilen PP şişme oranı.

| Gliserin+Su Karışımındaki Gliserin Oranı (%) | m_1 (g) | m_2 (g) | m_2-m_1 (g) | Emdirme sonrası kütle/yüzeyin ilk kütlesi | PP-Elyaf Gliserinde ŞO (%) |
|--|-----------|-----------|---------------|---|----------------------------|
| 48 | 1.2212 | 1.7168 | 0.4956 | 1.41 | 40.58 |
| 86 | 1.3322 | 2.7327 | 1.4005 | 2.05 | 105.12 |

Ağırlıkça %48 ve %86'lık gliserin çözeltileri hazırlanarak petri kaplarına alındı, bu çözeltilere yaklaşık 8 cm çapında kesilen PP-Elyaf atıldı ve laboratuvar koşullarında 1 hafta bekletildi. Tablo 7.8'de PP-Elyaf'ın şişme oranları verilmiştir.

7.1.4.2. Filtre Kağıdı Şişme Testleri

Ağırlıkça %48 ve %86'lık gliserin çözeltileri hazırlanarak petri kaplarına alındı, bu çözeltilere yaklaşık 8 cm çapında kesilen filtre kağıtları atıldı ve laboratuvar koşullarında 1 hafta bekletildi. Tablo 7.9'da filtre kağıtların şişme oranları verilmiştir.

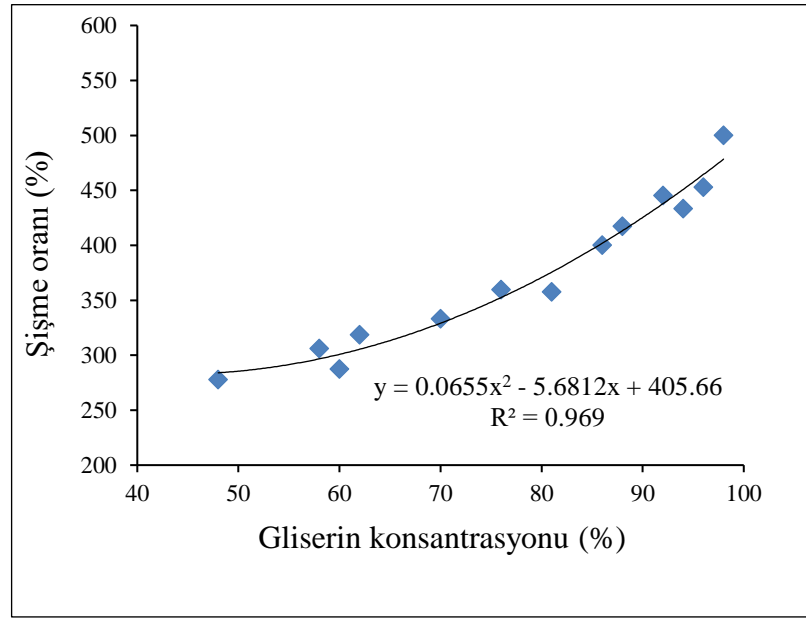
Tablo 7.9: Gliserin emdirilen filtre kağıdının şişme oranı.

| Gliserin+Su Karışımındaki Gliserin Oranı (%) | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₂ -m ₁ (g) | Emdirme sonrası kütle/yüzeyin ilk kütlesi | Filtre Kağıdının Gliserinde ŞO (%) |
|--|--------------------|--------------------|------------------------------------|---|------------------------------------|
| 48 | 0.4767 | 1.8020 | 1.3253 | 3.78 | 278.02 |
| 86 | 0.4294 | 2.1480 | 1.7186 | 5.00 | 400.23 |

Tablo 7.10: Farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilen filtre kağıdının şişme oranı.

| Gliserin+Su Karışımındaki Gliserin Oranı (%) | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₂ -m ₁ (g) | Emdirme sonrası kütle/yüzeyin ilk kütlesi | Filtre Kağıdının Gliserinde ŞO (%) |
|--|--------------------|--------------------|------------------------------------|---|------------------------------------|
| 48 | 0.4767 | 1.8020 | 1.3253 | 3.78 | 278.02 |
| 58 | 0.4682 | 1.9014 | 1.4332 | 4.06 | 306.11 |
| 60 | 0.4432 | 1.7170 | 1.2738 | 3.87 | 287.41 |
| 62 | 0.4733 | 1.9822 | 1.5089 | 4.18 | 318.80 |
| 70 | 0.432 | 1.8720 | 1.4400 | 4.33 | 333.33 |
| 76 | 0.4666 | 2.1448 | 1.6782 | 4.59 | 359.66 |
| 81 | 0.4887 | 2.2364 | 1.7477 | 4.57 | 357.62 |
| 86 | 0.4294 | 2.1480 | 1.7186 | 5.00 | 400.23 |
| 88 | 0.4345 | 2.2482 | 1.8137 | 5.17 | 417.42 |
| 92 | 0.4412 | 2.4059 | 1.9647 | 5.45 | 445.31 |
| 94 | 0.4426 | 2.3612 | 1.9186 | 5.33 | 433.48 |
| 96 | 0.4515 | 2.4965 | 2.0450 | 5.52 | 452.93 |
| 98 | 0.4347 | 2.6089 | 2.1742 | 6.00 | 500.16 |

2 farklı konsantrasyonda yapılan deneme sonrasında %48'lik gliserinde filtre kağıdı %278.02 oranında şişme gösterirken PP-Elyaf %40.58 oranında şişme kaydetmiştir. %86'lık gliserinde ise filtre kağıdı %400.23 şişme gösterirken PP-Elyaf %105.12 şişme göstermiştir. Bu sonuçlarla her iki konsantrasyonda da filtre kağıdının şişme oranının daha fazla olduğu görülmüş ve farklı konsantrasyonlarda gliserin-su karışımları hazırlanarak daha geniş kapsamlı test edilmiştir. Farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilen filtre kağıtlarının şişme oranları Tablo 7.10'da verilmiştir.



Şekil 7.2: Gliserin konsantrasyonuna karşı filtre kağıdının şişme oranı.

Tablo 7.10'daki veriler incelendiğinde içine konulduğu çözeltideki gliserin konsantrasyonu arttıkça filtre kağıdının şişme oranının da arttığı tespit edilmiştir. Gliserin konsantrasyonuyla şişme arasındaki ilişki Şekil 7.2'de verilmiştir.

7.2. Buz Birikim Testleri

Bölüm 6.2'de hazırlanış yöntemleri anlatılan büyük membran, gliserin emdirilmiş PP ve filtre kağıtları, ısıtmalı yüzeylerde Al ve PTFE yüzeylerine -2 °C' de aşırı soğutulmuş su püskürtülerek buz birikim testleri yapılmıştır. Yüzeylere yapılan püskürtme işlemi sonrası elde edilen sonuçlar referans malzeme buz birikim miktarları ile karşılaştırılarak kullanılan yüzeyin buz birikimine etkileri incelenmiştir.

7.2.1. Referans Malzeme Olarak Kullanılan Al ve PTFE Plakalarında Buz Birikim Testleri

7.2.1.1 Alüminyum Plaka Yüzeyinde Buz Birim Testi

Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabininin içerisindeki sıcaklık -2 °C'ye ve nem değeri 56 ± 3 değerine geldiğinde Al plaka yüzeyine yaklaşık 30 ml aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yüzey üzerinde biriken buz miktarları tespit edilmiştir. Test sonuçları Tablo 7.11'de verilmiştir.

Tablo 7.11: -2 °C'de Al yüzeye aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yapılan buz birikim testleri.

| Numune No | RH % | m_1 (g) | m_2 (g) | m_1-m_2 (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml l (gr) | X (g/m ²) |
|-----------|----------------|-----------|-----------|---------------|--------|--------|---------------|-----------------------|
| 1 | 53.0 | 17.2128 | 22.1168 | 4.904 | 565 | 30.4 | 4.8394 | 816 |
| 2 | 54.0 | 17.2542 | 22.4253 | 5.1711 | 582 | 29.5 | 5.2587 | 887 |
| 3 | 55.0 | 17.2853 | 22.3112 | 5.0259 | 620 | 27.7 | 5.4432 | 918 |
| Ort. | 54.0 ± 1.0 | | | | | | | 873 ± 57 |

Yapılan deneme sonuçlarına göre -2 °C'de Al yüzeyde buz birikim miktarı 873 ± 57 g/ m² olarak ölçülmüştür.

7.2.2.2. PTFE Plaka Yüzeyinde Buz Birikim Testi

Tablo 7.12: -2 °C'de PTFE yüzeye aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yapılan buz birikim testleri.

| Numune No | RH % | m_1 (g) | m_2 (g) | m_1-m_2 (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml (gr) | X (g/m ²) |
|-----------|----------------|-----------|-----------|---------------|--------|--------|-------------|-----------------------|
| 1 | 53.5 | 15.8342 | 20.2812 | 4.4470 | 565 | 30.4 | 4.3884 | 740 |
| 2 | 54.1 | 15.8372 | 19.7382 | 3.9010 | 582 | 27.7 | 4.2249 | 712 |
| 3 | 51.2 | 15.8556 | 20.2543 | 4.3987 | 620 | 29.5 | 4.4732 | 754 |
| Ort. | 52.9 ± 1.7 | | | | | | | 735 ± 23 |

Memmert CTC 256 model iklimlendirme kabininin içerisindeki sıcaklık -2

°C'ye ve nem değeri 56 ± 3 değerine geldiğinde PTFE plaka yüzeyine yaklaşık 30 ml aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yüzey üzerinde biriken buz miktarları tespit edilmiştir. Test sonuçları Tablo 7.12'de verilmiştir.

Yapılan deneme sonuçlarına göre -2 °C'de PTFE yüzeyde buz birikim miktarı 735 ± 23 g/ m² olarak hesaplanmıştır.

7.2.2. Gliserin Emdirilen PolyHEMA Membranlarda Buz Birikim Testi

İklimlendirme kabininin kalibrasyonunu kontrol etmek için Al yüzeyine püskürtme yapılır. Ardından bölüm 6.2.8'de detaylı olarak anlatıldığı gibi iklimlendirme kabini sıcaklık ve nem dengesine geldiğinde (RH%: 56 ± 3 T= -2 °C) gliserin içeren membran yüzeylerine yaklaşık 30 ml aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yüzey üzerindeki buz birikim miktarları tespit edilmiştir.

Tablo 7.13: %85'lik gliserin emdirilen PolyHEMA membranların buz birikim testleri.

| Numune No | RH % | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₁ -m ₂ (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml (gr) | X (g/m ²) |
|-----------|----------------|--------------------|--------------------|------------------------------------|--------|--------|-------------|-----------------------|
| BM-1 | 55 | 14.9851 | 15.2282 | 0.2431 | 447 | 27.3 | 0.2671 | 30 |
| BM-2 | 60.2 | 16.0267 | 16.1035 | 0.0768 | 540 | 27.3 | 0.0843 | 10 |
| BM-3 | 58.3 | 10.8048 | 11.3615 | 0.5567 | 560 | 31.6 | 0.5285 | 57 |
| BM-4 | 56.4 | 14.4922 | 15.0486 | 0.5564 | 590 | 25.5 | 0.6545 | 67 |
| Ort. | 57.5 ± 2.5 | | | | | | | 41 ± 31 |
| Al | 52.8 | 11.9397 | 17.6312 | 5.6915 | 570 | 33.7 | 5.0666 | 855 |

Tablo 7.13 incelendiğinde BM-2 adlı membranda buz birikiminin en az olduğu ve diğerlerinde de buz birikim miktarının çok düşük seviyede olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlardan yola çıkarak hidrojenlerin buzlanmayı kayda değer derecede azalttığı tespit edilmiştir.

7.2.3. PP-Elyaf ve Filtre Kağıdı Buz Birikim Testi

7.2.3.1. PP-Elyaf Buz Birikim Testleri

Tablo 7.14’de iklimlendirme kabininin içerisinde -2 °C ve % 56 ± 3 bağıl nem koşullarında PP-elyaf üzerine hidrojen bağı yapabilen hidrofilik sıvı olan gliserinin farklı konsantrasyonlarda çözeltileri emdirilerek elde edilen yüzeylere yaklaşık 30 ml aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yüzey üzerinde biriken buz miktarları saptanmıştır.

Tablo 7.14: -2 °C’de gliserin emdirilmiş PP-Elyafın buz birikim testleri.

| Numune No | RH % | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₁ -m ₂ (g) | T (sn) | V (ml) | V=30ml (gr) | X (g/m ²) |
|-----------|-------|-----------------------|-----------------------|---------------------------------------|-----------|-----------|----------------|--------------------------|
| 48 | 56.00 | 1.7168 | 4.6138 | 2.8970 | 600 | 30.20 | 2.8586 | 523 |
| 86 | 58.00 | 2.7327 | 5.2698 | 2.5371 | 600 | 30.40 | 2.5036 | 489 |
| Alüminyum | 57.50 | 10.7855 | 15.7677 | 4.9822 | 600 | 29.5 | 50.666 | 855 |

%48 ve %86’lık gliserin emdirilen PP-elyafın buz birikim miktarları sırası ile 523 g/m² ve 489 g/m² olarak hesaplanmıştır. Konsantrasyonun arttırılmasıyla şişme oranlarında artış olurken buz birikim miktarında azalma olduğu ama çok büyük fark olmadığı görülmüştür.

7.2.3.2. Filtre Kağıdı Buz Birikim Testleri

Tablo 7.15’de iklimlendirme kabininin içerisinde -2 °C ve % 56 ± 3 bağıl nem koşullarında filtre kağıdı üzerine hidrojen bağı yapabilen hidrofilik sıvı olan gliserinin farklı konsantrasyonlarda çözeltileri emdirilerek elde edilen yüzeylere yaklaşık 30 ml aşırı soğutulmuş su püskürtülerek yüzey üzerinde biriken buz miktarları saptanmıştır.

%48 ve %86’lık gliserin emdirilen filtre kağıtlarının buz birikim miktarları sırası ile 364 g/m² ve 186 g/m² olarak hesaplanmıştır. Konsantrasyonun arttırılmasıyla buz birikim miktarında azalma olduğu tespit edilmiştir.

Yapılan testlerde aynı şartlarda şişme testine ve sonrasında buz birikim testine alınan PP-Elyaf ve filtre kağıdı karşılaştırıldığında; PP-Elyaf’ın hem şişme oranının daha az olduğu hem de buz birikim testlerinde buz birikimin yüksek olduğu görülmüştür. Bu tespitin üzerine farklı konsantrasyonlarda gliserin çözeltileri

hazırlanarak FP şişme testleri gerçekleştirilmiş ve bu yüzeylere buz birikim testleri uygulanmıştır. Farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilen filtra kağıtlarının buz birikim sonuçları Tablo 7.16'da verilmiştir.

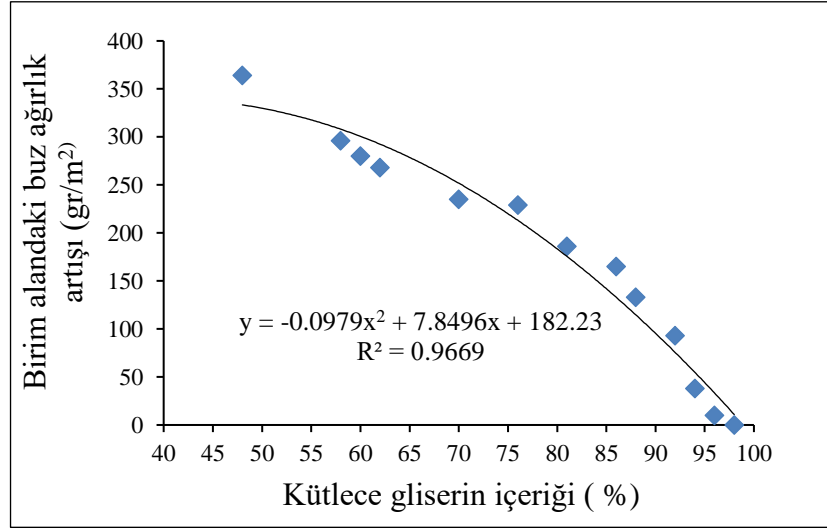
Tablo 7.15: -2 °C'de gliserin emdirilmiş filtre kağıdının buz birikim testleri.

| Karışımındaki Gliserin Konsantrasyonu (%) | RH % | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₁ -m ₂ (g) | t (sn) | V (ml) | V=30 ml (gr) | X (g/m ²) |
|--|---------|-----------------------|-----------------------|---------------------------------------|-----------|-----------|-----------------|--------------------------|
| 48 | 57.20 | 1.8020 | 3.9766 | 2.1746 | 600 | 29.5 | 2.2114 | 364 |
| 86 | 55.80 | 2.2364 | 3.3208 | 1.0844 | 580 | 29.5 | 1.1027 | 186 |
| Alüminyum | 56.50 | 10.7854 | 15.7793 | 4.9939 | 600 | 29.5 | 5.0785 | 855 |

Tablo 7.16: -2 °C'de farklı konsantrasyonlarda gliserin emdirilmiş filtre kağıdının buz birikim testleri.

| Gliserin Konsantrasyonu (%) | RH % | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₁ -m ₂ (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml (gr) | X (g/m ²) |
|-----------------------------------|---------|-----------------------|-----------------------|---------------------------------------|-----------|-----------|----------------|--------------------------|
| 48 | 59.5 | 1.8020 | 3.9766 | 2.1746 | 580 | 29.5 | 2.2114 | 364 |
| 58 | 57.9 | 1.9014 | 3.4200 | 1.5186 | 600 | 25.9 | 1.7589 | 296 |
| 60 | 59,5 | 1.7170 | 3.3512 | 1.6342 | 600 | 29.5 | 1.6618 | 280 |
| 62 | 58.7 | 1.9822 | 3.4978 | 1.5156 | 565 | 28.6 | 1.5897 | 268 |
| 70 | 58.2 | 1.8720 | 3.4395 | 1.5675 | 600 | 33.7 | 1.3954 | 235 |
| 76 | 58.8 | 2.1448 | 3.4830 | 1.3382 | 495 | 29.5 | 1.3608 | 229 |
| 81 | 59.5 | 2.2364 | 3.3208 | 1.0844 | 571 | 29.5 | 1.1027 | 186 |
| 86 | 58.8 | 2.1480 | 3.1130 | 0.9650 | 540 | 29.5 | 0.9813 | 165 |
| 88 | 58.1 | 2.2482 | 3.0254 | 0.7772 | 615 | 29.5 | 0.7903 | 133 |
| 92 | 58.3 | 2.4059 | 3.0550 | 0.6491 | 610 | 35.4 | 0.5500 | 93 |
| 94 | 58.2 | 2.3612 | 2.6128 | 0.2516 | 600 | 33.7 | 0.2239 | 38 |
| 96 | 59.1 | 2.4965 | 2.5518 | 0.0552 | 600 | 27.7 | 0.0598 | 10 |
| 98 | 58.6 | 2.6089 | 2.6055 | -0.0034 | 600 | 27.7 | -0.0036 | 0 |
| Alüminyum | 57 | 10.7856 | 15.4808 | 4.6952 | 600 | 26.8 | 5.2558 | 855 |
| Alüminyum | 56.50 | 10.7854 | 15.4025 | 4.6171 | 600 | 27.7 | 5.0004 | 870 |

Elde edilen test sonuçlarına göre %98'lik gliserin emdirilen filtre kağıdında hiç buz birikimi olmamıştır. Şekil 7.3 incelendiğinde çözeltideki gliserin miktarı arttırıldıkça birim alandaki buz birikim miktarının azaldığı görülmüştür.



Şekil 7.3: %85'lik gliserin emdirilen filtre kağıtlarında birim alandaki buz ağırlık artışının gliserin konsantrasyonuna bağlı olarak değişimi.

Yapılan deneme sonuçları değerlendirildiğinde yüzeyden yüzeye buz birikimi arasında farklar gözlenmiş ve kullanılan gliserin emdirilen filtre kağıtlarının referans olarak alınan Alüminyum ve PTFE yüzeye göre ciddi bir avantaj sağladığı tespit edilmiştir. Filtre kağıdının endüstriyel uygulama için uygun olmaması nedeniyle yeni çalışmalara yönelerek hidrojel sentezlenmiş ve gliserin emdirilen yüzeylerde buz birikim testleri uygulanmıştır.

7.2.4. Isıtmalı Al ve PTFE Yüzeylerinde Buz Birikim Testi

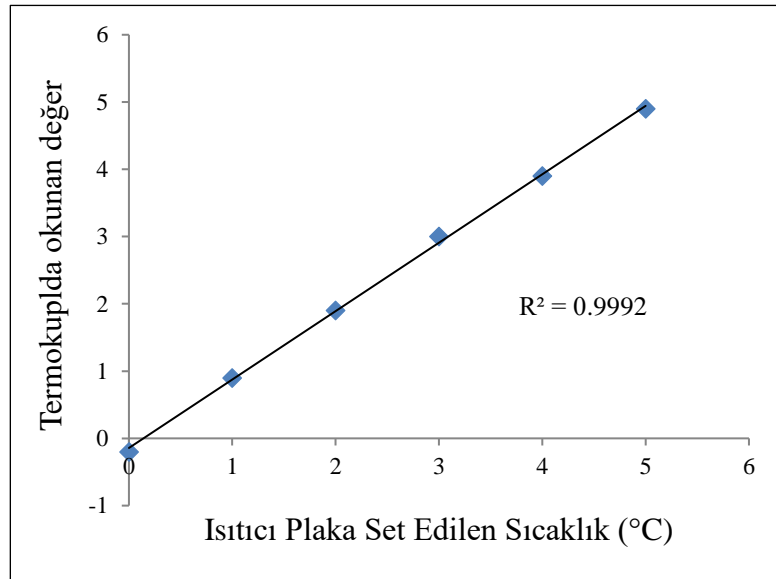
7.2.4.1. Isıtıcı Plaka Sıcaklık Kalibrasyon Grafiğinin Çizilmesi

İklimlendirme kabinin içine yerleştirilen ısıtma levhası üzerine termokupl yapıştırıldı. Sistem 10 °C ve %40 nemde dengeye getirildi, nem değeri off olarak ayarlandıktan sonra iklimlendirme kabini sıcaklık ayarı -2 °C'ye getirilerek dengeye gelmesi için beklendi. Sistem dengeye geldikten sonra ısıtıcı plaka sırasıyla, 0 °C, 1 °C, 2 °C, 3 °C, 4 °C ve 5 °C'ye ayarlanarak değişen sıcaklığa karşılık termokupldan okunan sıcaklık değerleri kaydedildi. Tablo 7.17'de bu değerler verilmiştir. Bu değerlerle ısıtıcı levha için kalibrasyon grafiği çizildi (Şekil 7.4).

Tablo 7.17: Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerinde okunan sıcaklık değeri.

| İklimlendirme Kabini Sıcaklığı (°C) | Isıtıcı Plaka Set Edilen Sıcaklık (°C) | Isıtıcı Plaka Üzerindeki Termokupldan okunan değer | Fark (°C) |
|-------------------------------------|--|--|------------|
| -2 | 0 | -0.2 | -0.2 |
| -2 | 1 | 0.9 | -0.1 |
| -2 | 2 | 1.9 | -0.1 |
| -2 | 3 | 3 | 0 |
| -2 | 4 | 3.9 | -0.1 |
| -2 | 5 | 4.9 | -0.1 |
| Ort. | | | -0.1 ± 0.1 |

Elde edilen sıcaklık değerlerine göre set edilen ısıtıcı plaka sıcaklığı ve -2 °C sıcaklığa sahip iklimlendirme kabineye yerleştirilen ısıtıcı plakada okunan değer arasında -0.1 °C ± 0.1 fark bulunmaktadır.



Şekil 7.4: Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerinde okunan sıcaklık değeri.

Şekil 7.4'de görüldüğü gibi set edilen ısıtıcı plaka değerine karşılık ısıtıcı plakanın da sıcaklığı doğrusal şekilde artmıştır.

7.2.4.2. Isıtıcı Plaka Al Yüzeyde Sıcaklık Kalibrasyon Grafiğinin Çizilmesi

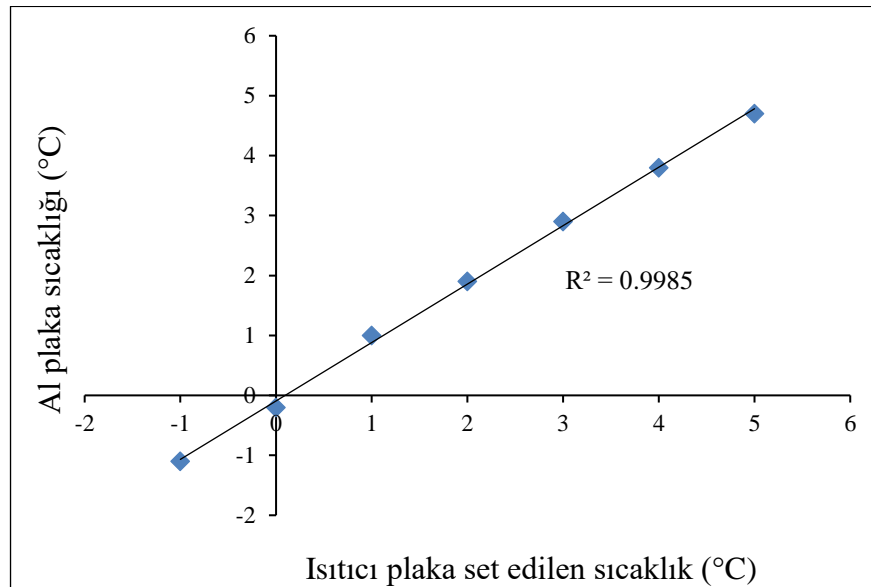
Isıtıcı plaka üzerine Al plaka yerleştirildi. Cihaz 10 °C ve %40 neme ayarlandı,

dengeye gelmesi beklenildi. Sistem dengeye geldikten sonra nem değeri off seçeneğine getirerek sıcaklık $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye set edildi. Sistem dengeye geldikten sonra ısıtıcı plaka sıcaklıkları $-1\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0 , $1\text{ }^{\circ}\text{C}$, $2\text{ }^{\circ}\text{C}$, $3\text{ }^{\circ}\text{C}$, $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye set edilerek bu değerlere karşılık termokupluda okunan değerlerin grafiği çizildi.

Tablo 7.18: Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan Al plaka üzerinde okunan sıcaklık değeri.

| İklimlendirme Kabini Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$) | Istıcı Plaka Set Edilen Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$) | Al Plaka Üzerindeki Termokupldan okunan değer | Fark |
|---|---|---|------------------|
| -2 | -1 | -1.1 | -0.1 |
| -2 | 0 | -0.2 | -0.2 |
| -2 | 1 | 1 | 0 |
| -2 | 2 | 1.9 | -0.1 |
| -2 | 3 | 2.9 | -0.1 |
| -2 | 4 | 3.8 | -0.2 |
| -2 | 5 | 4.7 | -0.3 |
| Ort. | | | -0.15 ± 0.15 |

Tablo 7.18'den elde edilen sıcaklık değerlerine göre set edilen ısıtıcı plaka sıcaklığı ve ısıtıcı plaka üzerine yerleştirilen alüminyum plaka üzerinde okunan değer arasında $-0.15\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.15$ fark bulunmaktadır.



Şekil 7.5: Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan Al plakada okunan sıcaklık değeri.

Şekil 7.5’de görüldüğü gibi set edilen ısıtıcı plaka değerine karşılık alüminyum plakanın da sıcaklığı doğrusal şekilde artmıştır.

7.2.4.3. Isıtıcı Plaka PTFE Yüzeyde Sıcaklık Kalibrasyon Grafiğinin Çizilmesi

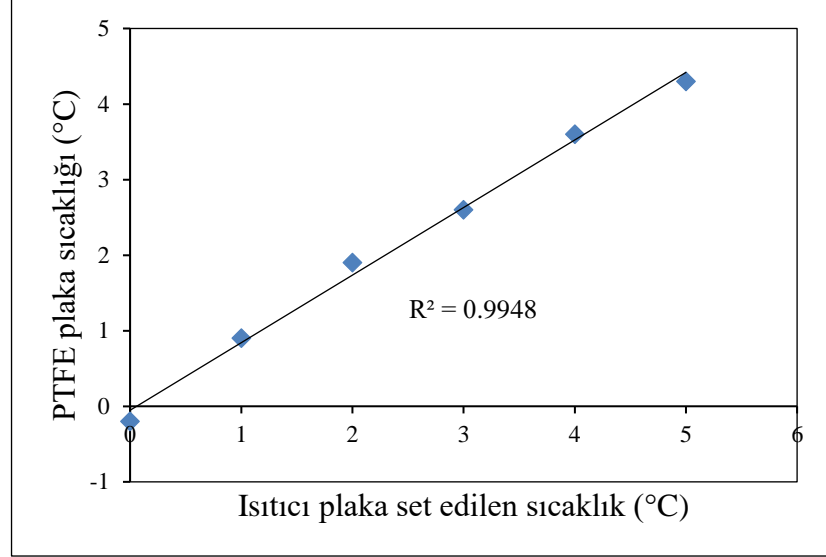
Isıtıcı plaka üzerine PTFE plaka yerleştirildi. Cihaz 10 °C ve %40 neme ayarlandı, dengeye gelmesi beklenildi. Sistem dengeye geldikten sonra nem değeri off seçeneğine getirerek sıcaklık -2 °C’ye set edildi. Sistem dengeye geldikten sonra ısıtıcı plaka sıcaklıkları 0, 1 °C, 2 °C, 3 °C, 4 °C ve 5 °C’ye set edilerek bu değerlere karşılık termokuplarda okunan değerlerin grafiği çizildi.

Tablo 7.19: Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan PTFE plakada okunan sıcaklık değeri.

| İklimlendirme Kabini Sıcaklığı (°C) | Isıtıcı Plaka Set Edilen Sıcaklık (°C) | PTFE Plaka Üzerindeki Termokuplardan Okunan Değer | Fark |
|-------------------------------------|--|---|------------|
| -2 | 0 | -0.2 | -0.2 |
| -2 | 1 | 0.9 | -0.1 |
| -2 | 2 | 1.9 | -0.1 |
| -2 | 3 | 2.6 | -0.4 |
| -2 | 4 | 3.6 | -0.4 |
| -2 | 5 | 4.3 | -0.7 |
| Ort. | | | -0.4 ± 0.3 |

Elde edilen sıcaklık değerlerine göre set edilen ısıtıcı plaka sıcaklığı ve ısıtıcı plaka üzerine yerleştirilen PTFE plaka üzerinde okunan değer arasında $-0.4 \text{ °C} \pm 0.3$ fark bulunmaktadır. Tablo 7.19’da görüldüğü gibi set edilen ısıtıcı plaka değeri arttıkça PTFE plakanın sıcaklığı ile aralarındaki fark artmaktadır. Bu ilişki Şekil 7.6’da gösterilmektedir.

Şekil 7.6 incelendiğinde, set edilen sıcaklık değeri ile Al plaka arasındaki fark -0.15 ± 0.15 olmasına rağmen PTFE ile fark -0.4 ± 0.3 olarak ölçülmüş ve sıcaklık arttırıldıkça farkın büyüdüğü tespit edilmiştir. Bu durum Al (238 W/mK) ve PTFE (0.25 W/mK) arasındaki ısı iletim katsayıları ile açıklanabilir.



Şekil 7.6: Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine asılan PTFE plakada okunan sıcaklık değeri.

7.2.4.4. Isıtılan Al Plaka Yüzeyinde Püskürtme Testleri

Al plaka bant ile alt ve üst kısımlarından ince şerit halinde bant ile ısıtıcı plaka yüzeyine yapıştırıldı. -2 °C ve 56 ± 3 nem değerlerine ulaşıldığında Al plaka yüzeyine aşırı soğutulmuş su püskürtme testleri gerçekleştirildi. Test sonunda Al plaka yüzeyinde biriken buz miktarları Tablo 7.20’de verilmiştir.

Tablo 7.20: -2 °C ’de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde Al plaka buz birikim testleri (Al plaka bant ile asıldı).

| T_1 (°C) | T_2 (°C) | T_3 (°C) | m_1 (g) | m_2 (g) | m_1-m_2 (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml (gr) | X (g/m ²) |
|---------------|---------------|---------------|--------------|--------------|------------------|-----------|-----------|----------------|--------------------------|
| - | | | 10.9151 | 16.1168 | 5.2017 | 590 | 30.4 | 5.1332 | 865 |
| 0 | 0.3 | 0.1 | 10.8857 | 15.445 | 4.5593 | 600 | 28.6 | 4.7824 | 806 |
| 5 | 4.3 | 4.2 | 10.8981 | 15.3425 | 4.4444 | 600 | 29.5 | 4.5197 | 762 |
| 10 | 8.8 | 8.6 | 10.879 | 13.9302 | 3.0512 | 570 | 31.2 | 2.9338 | 494 |
| 12 | 11.3 | 11.1 | 10.8726 | 12.5449 | 1.6723 | 580 | 27.7 | 1.8111 | 305 |
| 13 | 12.1 | 12.0 | 10.8836 | 12.2589 | 1.3753 | 600 | 29.5 | 1.3986 | 235 |
| 14 | 12.6 | 12.2 | 10.8773 | 11.376 | 0.4986 | 600 | 27.7 | 0.5401 | 91 |
| 15 | 12.1 | 11.8 | 10.8617 | 11.1518 | 0.2900 | 580 | 27.7 | 0.3141 | 53 |

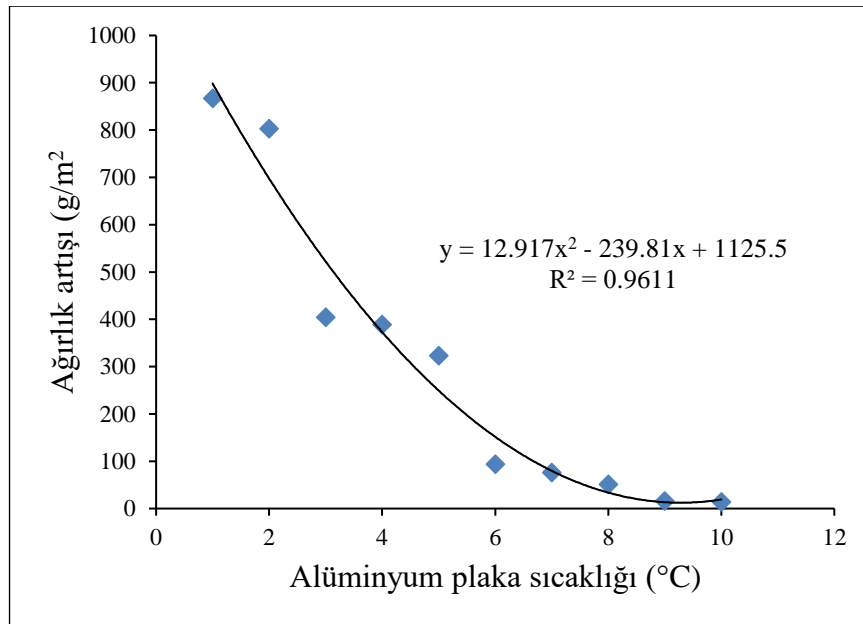
Tablo 7.20’de T_1 , ısıtıcı plaka set edilen sıcaklığı; T_2 , ısıtıcı plaka üzerindeki

termokupldan okunan değeri; T_3 ise alüminyum üzerindeki termokupldan okunan değeri göstermektedir.



Şekil 7.7: Değiştirilen ısıtıcı levha sıcaklık değerine karşılık, levha üzerine bant ile asılan Al plakada biriken buz miktarı.

Şekil 7.7 incelendiğinde Al plaka yüzeye bant ile yapıştırıldığında ısıtıcı plaka sıcaklığı 15 °C'ye set edildiğinde Al plaka sıcaklığı 11.8 °C ölçülmüş ve 53 g/m² buz birikimi elde edilmiştir.



Şekil 7.8: Set edilen değere karşı ısıtıcı plaka üzerine termal macun ile asılan Al plakada buz birikim miktarı.

Isıtıcı plaka sıcaklığının Al yüzeyine iletimini daha iyi sağlayabilmek için Al plaka ısıtıcı yüzeyine termal macun kullanılarak yapıştırılmış ve tüm testler tekrar edilmiştir. Tablo 7.21’de Al plaka yüzeyinde biriken buz miktarları verilmiştir.

Şekil 7.8 incelendiğinde termal macun kullanıldığında ısıtıcı plaka sıcaklığı 15 °C ve üzerindeki sıcaklıklara çıkarıldığında Al plaka sıcaklığı 13 °C ve üzerindeki sıcaklıklara ulaşmış ve yüzeyde hiç buz olmadığı sadece su kaldığı tespit edilmiştir. Termal macun kullanımının Al yüzeyde biriken buz miktarını ortalama %69 azaldığı tespit edilmiştir.

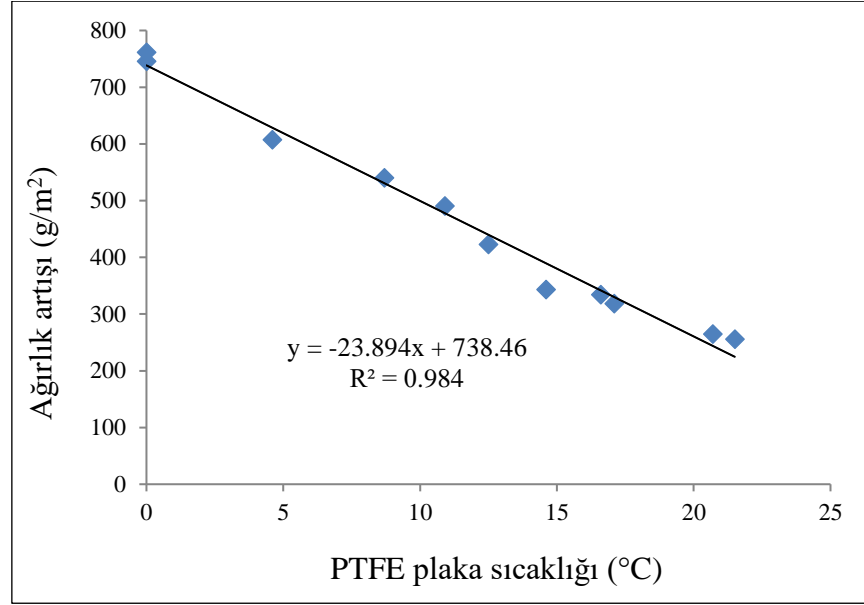
Tablo 7.21: -2 °C’de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde Al plaka buz birikim testleri (termal macun kullanıldı).

| T1 (°C) | T2 (°C) | T3 (°C) | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₁ -m ₂ (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml (g) | X (g/m ²) |
|------------|------------|------------|-----------------------|-----------------------|---------------------------------------|-----------|-----------|---------------|--------------------------|
| - | | | 10.9151 | 15.8172 | 4.9021 | 590 | 28.6 | 5.1420 | 867 |
| 0 | 0.2 | 0.2 | 10.8857 | 15.2820 | 4.3963 | 600 | 27.7 | 4.7613 | 803 |
| 5 | 4.2 | 4.2 | 10.8161 | 13.0985 | 2.2860 | 580 | 28.6 | 2.3979 | 404 |
| 7 | 6.2 | 5.8 | 10.8125 | 12.7321 | 1.9198 | 600 | 25.0 | 2.3037 | 388 |
| 8 | 7.2 | 6.9 | 10.7974 | 12.5095 | 1.7127 | 570 | 26.8 | 1.9172 | 323 |
| 9 | 8.6 | 8.4 | 10.7953 | 11.3067 | 0.5128 | 600 | 27.7 | 0.5553 | 93 |
| 10 | 8.9 | 8.9 | 10.7968 | 11.2105 | 0.4152 | 600 | 27.7 | 0.4496 | 75 |
| 11 | 9.5 | 10.0 | 10.8101 | 11.0800 | 0.2715 | 580 | 26.8 | 0.3040 | 51 |
| 15 | 13.4 | 13.0 | 10.8154 | 10.8998 | 0.0837 | 570 | 26.8 | 0.0936 | 15 |
| 20 | 17.4 | 16.4 | 10.8235 | 10.9055 | 0.0802 | 600 | 28.6 | 0.0842 | 14 |

Tablo 7.21’de T₁, ısıtıcı plaka set edilen sıcaklığı; T₂, ısıtıcı plaka üzerindeki termokupludan okunan değeri; T₃ ise alüminyum plaka sıcaklığını göstermektedir.

7.2.4.5. Isıtılan PTFE Plaka Yüzeyinde Püskürtme Testleri

PTFE plaka bant ile alt ve üst kısımlarından ince şerit halinde bant ile ısıtıcı plaka yüzeyine yapıştırıldı. -2 °C ve 56 ± 3 nem değerlerine ulaşıldığında PTFE plaka yüzeyine aşırı soğutulmuş su püskürtme testleri gerçekleştirildi. PTFE plakada biriken buz miktarı ve PTFE plaka sıcaklığı arasındaki ilişki Şekil 7.9’da verilmiştir.



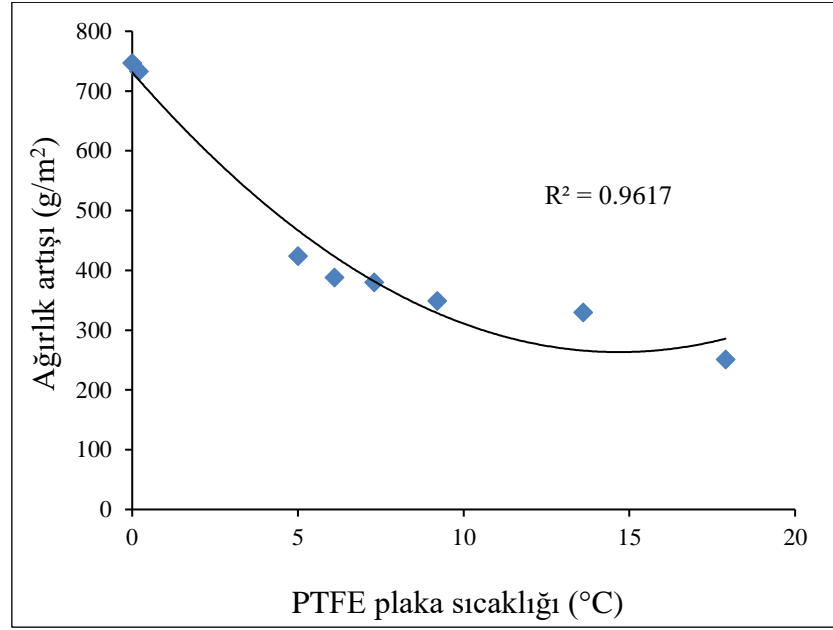
Şekil 7.9: Değiştirilen ısıtıcı levha sıcaklık değerine karşılık, levha üzerine bant ile asılan PTFE plakada biriken buz miktarı.

Tablo 7.22’de T_1 , ısıtıcı plaka set edilen sıcaklığı; T_2 , ısıtıcı plaka üzerindeki termokupldan okunan değeri; T_3 ise PTFE üzerindeki termokupldan okunan değeri göstermektedir.

Tablo 7.22: -2 °C’de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde PTFE plaka buz birikim testleri (PTFE plaka bant ile asıldı).

| T_1 (°C) | T_2 (°C) | T_3 (°C) | m_1 (g) | m_2 (g) | m_1-m_2 (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml (gr) | X (g/m ²) |
|---------------|---------------|---------------|--------------|--------------|------------------|-----------|-----------|----------------|--------------------------|
| - | | | 15.0583 | 19.0909 | 4.3346 | 580 | 26.8 | 4.8521 | 761 |
| 0 | 0 | 0 | 14.9980 | 18.9466 | 4.2486 | 600 | 26.8 | 4.7558 | 746 |
| 5 | 4.8 | 4.6 | 14.9927 | 18.2097 | 3.2170 | 600 | 26.8 | 3.6011 | 607 |
| 10 | 9.3 | 8.7 | 15.0443 | 18.0974 | 3.0531 | 570 | 28.6 | 3.2025 | 540 |
| 12 | 11.1 | 10.9 | 14.9898 | 17.5862 | 2.5964 | 580 | 26.8 | 2.9064 | 490 |
| 13 | 12.6 | 12.5 | 15.0846 | 17.1731 | 2.0885 | 580 | 25.0 | 2.5062 | 422 |
| 16 | 15.8 | 14.6 | 14.9914 | 17.1056 | 2.1142 | 600 | 31.2 | 2.0328 | 342 |
| 18 | 17.8 | 16.6 | 14.9900 | 16.7585 | 1.7685 | 600 | 26.8 | 1.9796 | 333 |
| 20 | 17.9 | 17.1 | 14.9885 | 16.7883 | 1.7998 | 600 | 28.6 | 1.8879 | 318 |
| 23 | 21.0 | 20.7 | 15.1596 | 16.7926 | 1.6330 | 600 | 31.2 | 1.5701 | 264 |
| 25 | 21.7 | 21.5 | 15.1151 | 16.7362 | 1.6211 | 600 | 32.1 | 1.5150 | 255 |

Tablo 7.22 incelendiğinde ısıtıcı plaka sıcaklığı 25 °C'ye çıkarıldığında PTFE yüzeyinde 225 g/m² buz birikimi olduğu görülmektedir. Isı iletimini daha iyi sağlayabilmek için PTFE plaka ısıtıcı yüzeyine termal macun kullanılarak yapıştırılmış ve tüm testler tekrar edilmiştir. . PTFE plakada biriken buz miktarı ve PTFE plaka sıcaklığı arasındaki ilişki Şekil 7.10'da verilmiştir

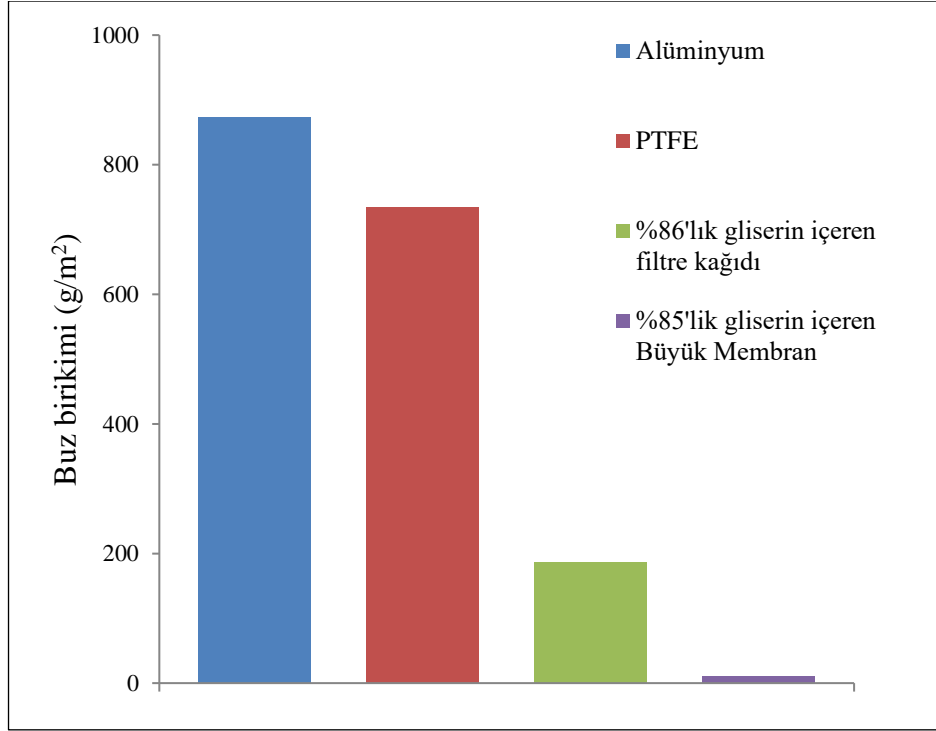


Şekil 7.10: Değiştirilen ısıtıcı levha sıcaklık değerine karşılık, levha üzerine macun ile asılan PTFE plakada biriken buz miktarı.

Tablo 7.23: -2 °C'de set edilen farklı sıcaklık değerlerinde PTFE plaka buz birikim testleri (termal macun kullanıldı).

| T ₁ (°C) | T ₂ (°C) | T ₃ (°C) | m ₁ (g) | m ₂ (g) | m ₁ -m ₂ (g) | t (sn) | V (ml) | V=30ml (gr) | X (g/m ²) |
|------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|---------------------------------------|-----------|-----------|----------------|--------------------------|
| set off | 0 | 0 | 15.0122 | 19.1002 | 4.7380 | 590 | 27.7 | 5.1314 | 747 |
| 0 | 0.3 | 0.2 | 15.0203 | 18.9013 | 4.2380 | 600 | 26.8 | 4.7440 | 733 |
| 5 | 5.2 | 5.0 | 15.012 | 17.2557 | 2.2437 | 580 | 26.8 | 2.5116 | 423 |
| 7 | 7.0 | 6.1 | 14.9961 | 17.3275 | 2.3314 | 600 | 30.4 | 2.3007 | 388 |
| 8 | 7.5 | 7.3 | 15.0299 | 17.0441 | 2.0142 | 570 | 26.8 | 2.2547 | 380 |
| 10 | 9.5 | 9.2 | 15.0288 | 16.8769 | 1.8481 | 600 | 26.8 | 2.0687 | 348 |
| 15 | 14.6 | 13.6 | 15.0371 | 16.9592 | 1.9221 | 600 | 29.5 | 1.9546 | 329 |
| 20 | 18.2 | 17.9 | 15.0094 | 16.3364 | 1.3270 | 580 | 26.8 | 1.4854 | 250 |

Tablo 7.23 incelendiğinde termal macun kullanıldığında ısıtıcı plaka 20 °C'ye set edildiğinde PTFE plaka sıcaklığı 17.9 °C'ye ulaşmış ve üzerinde 250 g/m² buz birikimi olmuştur. Termal macun kullanımının PTFE yüzeyde buz birikim miktarını ortalama %30 azalttığı tespit edilmiştir.



Şekil 7.11: %86'lık gliserin emdirilen filtre kağıtları, %85'lik gliserin içeren PHEMA hidrojeller üzerine yapılan buz birikim testlerinin referans alüminyum ve PTFE yüzey ile karşılaştırılması.

Şekil 7.11 incelendiğinde -2 °C'de farklı yüzeyler üzerine yapılan buz birikim testlerinde, BM-2 membranında (10 g/m²) en az buz birikimi elde edildiği tespit edilmiştir. Referans malzeme olarak kullanılan alüminyum (873 g/m²) ve PTFE (735 g/m²) yüzeylerden yaklaşık %99 daha az buz birikimi gerçekleşmiştir. %86'lık gliserin emdirilen filtre kağıtları (186 g/m²) referans malzeme olarak kullanılan alüminyumdan % 79 ve PTFE yüzeye göre %75 daha az buz birikimi sağlamıştır.

8. SONUÇLAR

PolyHEMA membran çalışmasında mekanik direnci fazla, şişme oranı yüksek, şeffaf, gözeneksiz polimer elde edebilmek için tüp polimerizasyonu ile uygun reçete optimizasyonu yapıldı. Sonuç olarak, 1.99 g HEMA, 0.010 - 0.006 g EGDM (%0.49-0.30) arası EGDM kullanımının hidrojelin mekanik mukavemetini arttırırken aynı zamanda hidrofil sıvıları absorblama yeteneğini de arttırarak daha fazla şişme gösterdiği tespit edilmiştir. Başlangıç karışımına su ve gliserin eklenmediğinde elde edilen polimerlerin çok sert olduğu ve parçalandığı, bu nedenle başlangıç karışımında mutlaka hidrofil sıvı ya da su bulunması gerektiği tespit edilmiştir. Baştan %20 üzerinde gliserin eklenen polimerlerin gözenekli yapıda olduğu görülmüştür. Monomer karışımında EGDM oranı %1'in üzerine çıkarıldığında polimerin sertleştiği görülmüş olup %1'in üzerinde EGDM ve %49.70 oranında sıvı içeren polimerlerin polimerizasyon sonrası yumuşak olmasına rağmen zamanla suyunu salarak sertleştiği tespit edilmiştir. %1 ve altında EGDM içeren polimerler daha yumuşaktır.

Tüp denemelerinden elde edilen çıkarımlarla yapılan küçük membran denemelerinde başlangıç monomer çözeltisine su ya da su+gliserin karışımı eklenmiş, gliserin oranı %16.5 ve altında tutulurken su oranı %33 ve altında tutulmuştur. Monomer EGDM oranı %0.99 ve altında kullanılmıştır. KM-4 adlı denemede mekanik direnç ve şişme oranı açısından en iyi sonuçlar elde edilmiştir. 1 hafta etüvde %85'lik gliserinde bekletilen hidrojeller incelendiğinde, başlangıç karışımına gliserin eklenmeyerek sadece 1g su eklenen KM-1'in gliserin şişme oranının %20, KM-4'ün ise %27 şişme oranlarına sahip olduğu görülmüştür. Buradan kazanılan bilgi ile büyük membran denemelerinde başlangıç karışımında sadece su kullanılmamış, gliserin+su karışımları ilave edilmiştir

Tüp ve küçük membran denemelerinden elde edilen bilgilerle büyük membran denemelerine geçilmiştir. Büyük membranlarda şişme oranları % 125 - 86 arasında olduğu görülmüştür. EGDM oranı azaltılarak membranın elastikiyeti arttırılırken daha yüksek şişme oranı elde edilmiştir. EGDM oranı azaltıldığında membranın gliserini absorbe etmesi kolaylaştırılmış ve bu nedenle membranın gliserin içerisinde şişme oranı artmıştır. Bu membranların hepsi buz birikim testine alındığında 10-67 g/m² arasında buz birikimi olduğu görülmüştür. En az buz birikimine sahip BM-2 membranda referans malzeme olarak kullanılan alüminyum ve PTFE yüzeylerden yaklaşık %99 daha az buz birikimi gerçekleşmiştir. Genelde elde edilen sonuçlar

referans yüzeylerden %75-99 arasında daha az buz birikimi olduğunu göstermektedir.

Hidrofilik solvent olan gliserin kullanılarak farklı konsantrasyonlarda çözeltileri hazırlanmış ve filtre kağıdı, PP-elyaf bu çözeltilerle şişirilerek yüzeyler hazırlanarak buz birikim testine alınmıştır. %86'lık gliserin emdirilen PP-elyaf ve filtre kağıdının buz birikim miktarları sırası ile 489 g/m^2 ve 186 g/m^2 dir. Aynı şartlarda buz birikim testine tabi tutulan filtre kağıdı PP-elyafa kıyasla %62 daha az buz birikimi elde edilerek daha fazla avantaj sağlamıştır. %86'lık gliserin emdirilen PP-elyaf, referans malzeme olarak kullanılan alüminyumdan %44, PTFE'den %33 daha az buz birikimi elde edilirken, %86'lık gliserin emdirilen filtre kağıtları referans malzeme olarak kullanılan alüminyumdan %79 ve PTFE yüzeye göre %75 daha az buz birikimi sağlamıştır. Hidrojen bağı yapabilen bu solvent buz birikim miktarını referans olarak kabul ettiğimiz PTFE ve alüminyuma göre ciddi oranda azaltmıştır.

Kaygan sıvı içeren yüzeyler (SLIPS) kapsamında yapılan çalışmalarda, hidrofilik kaygan sıvı olan (%85 gliserin + %15 su) karışımının emdirildiği filtre kağıdı ve PP-elyaf yüzeyler sistemimizde test edildiğinde, buz birikim miktarının referans malzemelere göre ciddi olarak azaldığı, en iyi sonucun ise (%85 gliserin + %15 su) karışımının emdirildiği filtre kağıdında elde edildiği tespit edilmiştir. Bu karışım muhtemelen temas ettiği aşırı soğutulmuş su damlası ile hidrojen bağı yaparak donma noktasını hızla düşürmekte ve buzlanmanın önüne geçmektedir. Ancak filtre kağıdı endüstriyel uygulamalar için uygun olmadığı için bu amaçla (%85 gliserin + %15 su) karışımını bünyesine alarak şişen hidrojel tabakalar sentezlenmiştir. Elde edilen hidrojel membranların da buz birikim miktarının referans malzemelere göre yaklaşık %99 azalmasına neden olduğu ve ciddi anlamda avantaj sağladığı saptanmıştır.

Yüzeylerin alttan metal ısıtıcı plaka ile ısıtıldığı denemelerde, termal macun ile test plakaları, ısıtıcı metal plaka üzerine yapıştırıldığında PTFE plaka sıcaklığı $17,9 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye çıkarıldığında buz birikim miktarının 250 g/m^2 'ye düştüğü, Al plakada ise yüzey sıcaklığı $13 \text{ }^\circ\text{C}$ ve üzerine çıkarıldığında yüzeyde hiç buz kalmadığı sadece su olduğu tespit edilmiştir. Ancak ısıtıcı plaka $-2 \text{ }^\circ\text{C}$ olan iklimlendirme kabininde uzun süre kaldığında ve defalarca püskürtme yapıldığında tekrarlanabilir sonuçlar elde edilememiştir. Ayrıca bu $13-18 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıklara kadar ısıtılmanın yüksek enerji gerektirmesi de bu denemelerin başarısının sorgulanmasına neden olmuştur.

KAYNAKLAR

Ahmed Enas M., (2015), "Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review", *Journal of Advanced Research*, 6, 105-121.

Alvarez-Lorenzo C., Concheiro A., Dubovik A. S., Grinberg N. V., Burova T. V., Grinberg V. Y., (2005), "Temperature-sensitive chitosan-poly(N-isopropylacrylamide) interpenetrated networks with enhanced loading capacity and controlled release properties", *Journal of Controlled Release*, 102 (3), 629-41.

Anderson D. N., Reich A. D., (1997), "Tests of the performance of coatings for low ice adhesion", 35th Aerospace Sciences Meeting and Exhibit, Aerospace Sciences Meetings, 97-303, Reno, Nevada, 6-9 January.

Antonini C., Innocenti M., Horn T., Marengo M., Amirfazli A., (2011), "Understanding the effect of superhydrophobic coatings on energy reduction in anti-icing systems", *Cold Regions Science and Technology*, 67, 58–67.

Asıl D., (2006), "Kitosan-Polikrilik Asit-Polisitronik Asit Yarı IPN Tipi hidrojellerin Şişme Özellikleri ve Flukanazol Salım Davranışlarının İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi.

Atkins P., De Paula J., (2006), "Physical Chemistry", 8th Edition, W. H. Freeman and Company.

Barthlott W., Neinhuis C., (1997), "Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces", *Planta* 202 (1), 1-8.

Bauer U., Federle W., (2009), "The insect-trapping rim of nepenthes pitchers surface structure and function", *Plant Signaling Behaviour*, 4, 1019–1023.

Bat E., (2006), "Hydroxyethyl methacrylate-based nanocomposite hydrogels with tunable pore architecture", *Journal of The Turkish Chemical Society*, 3 (3), 607-622.

Bohn H. F., Federle W., (2004), "Insect aquaplaning: Nepenthes pitcher plants capture prey with the peristome, a fully wettable water-lubricated anisotropic surface", *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 101 (39), 14138–14143.

Bahar I., Erbil H. Y., Baysal B. M., Erman B., (1987), "Determination of polymer-solvent interaction parameter from swelling of networks: The system poly(2-hydroxyethylmethacrylate)-diethylene glycol", *ACS Macromolecules*, 20, 1353-1356.

Bharathidasan T., Kumar S. V., Bobji M. S., Chakradhar R. P. S., Basu B. J., (2014), "Effect of wettability and surface roughness on ice-adhesion strength of hydrophilic, hydrophobic and superhydrophobic surfaces", *Applied Surface Science*, 314, 241–250.

Cao L., Jones A. K., Sikka V. K., Wu J., Gao D., (2009), “Anti-Icing superhydrophobic coatings”, *Langmuir*, 25 (21), 12444–12448.

Chen J., Dou R., Cui D., Zhang Q., Zhang Y., Xu F., Zhou X., Wang J., Song Y., Jiang L., (2013), “Robust prototypical anti-icing coatings with a self-lubricating liquid water layer between ice and substrate”, *ACS Applied Materials and Interfaces*, 5, 4026–4030.

Ciardullo S. W., Mitchell S. C., Zerkle R. D., (1987), “Evaluation of capillary reinforced composites for anti-icing”, *AIAA 25th Aerospace Sciences Meeting*, Reno, Nevada, 24-26 March.

Croutch V. K., Hartley R. A., (1992), “Adhesion of ice to coatings and the performance of ice release coatings”, *The Journal of Coatings Technology*, 64, 41-53.

Dagani R., (1997), “Intelligent gels”, *Chemistry and Engineering News*.

Dalili N., Edrisy A., Carriveau R., (2009), “A review of surface engineering issues critical to wind turbine performance”, *Renewable & Sustainable Energy Reviews*, 13, 428-438.

Debenedetti P. G., Stanley H. E., (2003), “Supercooled and glassy water”, *Physics Today*, 56 (6), 40–46.

Debenedetti P. G., (2003), “Supercooled and glassy water”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 15, R1669–R1726.

Erbil H. Y., (2006), “Surface Chemistry of Solid and Liquid Interfaces”, 1st Edition, Blackwell.

Erbil H. Y., (2016), “Improvement of lubricant infused surfaces for anti-icing applications”, *Surface Innovations*, 4 (4), 214-217.

Erbil H. Y., (2014), “The debate on the dependence of apparent contact angles on drop contact area or three-phase contact line: A review”, *Surface Science Reports*, 69, 325–365.

Flory P. J., Rehner J., (1943), “Statistical mechanics of cross-linked polymer networks II. Swelling”, *The Journal of Chemical Physics*, 11, 521–526.

Forest T. W., (1980), “The adhesion of ice to low energy solids”, *ASME Winter Annual Meeting on Heat Transfer*, Chicago, 80, 16-21 November.

Fortin G., Mayer C., Perron J., (2008), “Icing wind tunnel study of a wind turbine blade deicing system”, *Sealing Technology*, 49, 41-44.

Ganji F., Vasheghani-Farahani S., Vasheghani-Farahani E., (2010), “Theoretical description of hydrogel swelling: A review”, *Iranian Polymer Journal*, 19 (5), 375-398.

Hacker M. C., Mikos A. G., (2011), "Synthetic Polymers, Principles of Regenerative Medicine", 2nd edition, Academic Press.

He M., Wang J., Li H., Song Y., (2011a), "Super-hydrophobic surfaces to condensed micro-droplets at temperatures below the freezing point retard frost/ice formation", *Soft Matter*, 7, 3993-4000.

Hill D. JT, Lim M. CH, Whittaker A. K., (1999), "Water diffusion in hydroxyethyl metacrylate (HEMA)-based hydrogels formed by γ -radiolysis", *Polymer International*, 48, 1046-1052.

Hoffman A. S., (2002), "Hydrogels for biomedical applications", *Advanced Drug Delivery Reviews*, 54, 3-12.

Hung C., Dillehay M. E., Stahl M., (1987), "A heater made from graphite composite material for potential deicing application", *Journal of Aircraft*, 24, 725-730.

Jung S., Dorrestijn M., Raps D., Das A., Megaridis C. M., Poulikakos D., (2011), "Are superhydrophobic surfaces best for icephobicity?", *Langmuir*, 27, 3059–3066.

Gülşen D., Chauhan A., (2005), "Dispersion of microemulsion drops in HEMA hydrogel: a potential ophthalmic drug delivery vehicle", *International Journal of Pharmaceutics*, 292 (1-2), 95-117.

Hamidi M., Azadi A., Rafiei P., (2008), "Hydrogel nanoparticles in drug delivery", *Advanced Drug Delivery Reviews*, 60, 1638-1649.

Karadağ E., Üzümlü Ö. B., Kundakcı S., Saraydın D., (2007), "Polyelectrolyte CASA hydrogels for uptake of uranyl ions from aqueous solution", *Journal of Polymer Science*, 104, 200-204.

Kenkare N. R., Hall C. K., Khan S. A., (2000), "Theory and simulation of the swelling of polymer gels", *Journal of Chemical Physics*, 113 (1), 404-418.

Kim S. W., Bae Y. H., Okano T., (1992), "Hydrogels: swelling, drug loading and release", *Pharmaceutical Research*, 9 (3), 283-290.

Kim P., Wong T. S., Alvarenga J., Kreder M. J, Adorno-Martinez W. E., Aizenberg J., (2012), "Liquid-infused nano-structured surfaces with extreme anti-ice and antifrost performance", *ACS Nano*, 6 (8), 6569-6577.

Kimura S., Yamagishi Y., Sakabe A., Adachi T., Shimanuki M., (2007), "A new surface coating for prevention of icing on airfoils", *Proceeding of SAE Aircraft and Engine Icing International Conference*, Seville, Spain, 3315-3322, September.

Kudaibergenov S., Adilov Z., Berillo D., Tatykhanova G., Sadakbaeva Z., Abdullin K., Galaev I., (2012), "Nobel macroporous amphoteric gels: preparation and characterization", *Express Polymer Letters*, 6 (5), 346-353.

Kulicke W. M., Nottelmann H., (1989), "Structure and swelling of some synthetic, semisynthetic and biopolymer hydrogels", *Polymers in Aqueous Media*, 223, 15-44.

Kulinich S. A., Farzaneh M., (2009), "Ice adhesion on super-hydrophobic surfaces", *Applied Surface Science*, 255, 8153–8157.

Kulinich S. A., Farzaneh M., (2009), "How wetting hysteresis influences ice adhesion strength on superhydrophobic surfaces", *Langmuir*, 25 (16), 8854–8856.

Kwok A. Y., Qiao G. G., Solomon D. H., (2004), "Synthetic hydrogels 3. Solvent effects on poly(2-hydroxyethyl methacrylate) networks", *Polymer*, 45, 4017-4027.

Laforte C., Laforte J. L., Carrier J. C., (2002), "How a solid coating can reduce the adhesion of ice on a structure", *Proceedings of the international workshop on atmospheric icing of structures (IWAIS)*, Czech Republic, 1-5, 17-20 June.

Lafuma A., Quere D., (2011), "Slippery pre-suffused surfaces", *EPL: A Letters Journal Exploring the Frontiers of Physics*, 96 (56), 1-4.

Lin C. C., Metters A. T., (2006), "Hydrogels in controlled release formulations: Network design and mathematical modeling", *Advanced Drug Delivery Reviews*, 58, 1379-1408.

Liu Z., Gou Y., Wang J., Cheng S., (2008), "Frost formation on a super-hydrophobic surface under natural convection conditions", *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 51 (25-26), 5975–5982.

Lubin G., Peters S. T., (1998), "Handbook Composites", 2nd edition, Chapman & Hall.

Ma W., Higaki Y., Otsuka H., Takahara A., (2013), "Perfluoropolyether-infused nano-texture: a versatile approach to omniphobic coatings with low hysteresis and high transparency", *Chemical Communications*, 49, 597-599.

Maolin Z., Jun L., Min Y., Hongfei H., (2000), "The swelling behaviour of radiation prepared semi-interpenetrating polymer networks composed of polyNIPAAm and hydrophilic polymers", *Radiation Physics and Chemistry*, 58 (4), 397–400.

Menini R., Farzaneh M., (2009), "Elaboration of Al₂O₃/PTFE coatings for protecting aluminium surfaces", *Surface & Coatings Technology*, 203, 1941-1946.

Menini R., Ghalmi Z., Farzaneh M., (2011), "Highly resistant icephobic coatings on aluminum alloys", *Cold Regions Science and Technology*, 65, 65–69.

Mohseni M., Amirfazli A., (2013), "A novel electro-thermal anti-icing system for fiber-reinforced polymer composite airfoils", *Cold Regions Science and Technology*, 87, 47-58

Nosonovsky M., (2011), "Slippery when wetted", *Nature*, 477, 412-413.

Özbay S., Yüceel C., Erbil H. Y., (2015), "Improved icephobic properties on surfaces with a hydrophilic self-lubricating liquid", *ACS Applied Materials & Interfaces*, 7, 22067–22077.

Özbay S., Erbil H. Y., (2016), “Ice accretion by spraying supercooled droplets is not dependent on wettability and surface free energy of substrates”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 504, 210-218.

Parent O., Ilinca A., (2011), “Anti-icing and de-icing techniques for wind turbines: Critical review”, *Cold Regions Science and Technology*, 65 (1), 88–96.

Pedley D. G., Tighe B. J., (1979), “Water binding properties of hydrogel polymers for reverse osmosis and related applications”, *The British Polymer Journal*, 11 (3), 130-136.

Peppas N. A., Mikos A. G., (1986), “Preparation methods and structure of hydrogels”, *Hydrogels Medicine and Pharmaceutical*, 1, 1-25.

Peppas, N. A., Khare, A. R., (1993), “Preparation, structure and diffusional behavior of hydrogels in controlled release”, *Advanced Drug Delivery Reviews*, 11 (1-2), 1-35.

Rykaczewski K., Anand S., Subramanyam S. B., Varanasi K. K., (2013), “Mechanism of frost formation on lubricant-impregnated surfaces”, *Langmuir*, 29 (17), 5230-5238.

Saito H., Takai K., Yamauchi G., (1997), “Water and ice-repellent coatings”, *Surface Coatings International*, 80 (4), 168-171.

Saito H., Takai K., Yamauchi G., (1997), “A study on ice adhesiveness to water-repellent coating”, *Material Science Research International*, 3 (3), 185–189.

Saraydın D., Karadağ E., Işıkver Y., Şahiner N., Güven O., (2004), “The influence of preparation methods on the swelling and network properties of acrylamide hydrogels with crosslinkers”, *Journal of Macromolecular Science, Part, A-Pure and Applied Chemistry*, A41 (4), 421-433.

Seifert H., (2004), “Technical requirements for rotor blades operation in cold climate”, *Boreas IV. Pyhae*, (9-11).

Smith J. D., Dhiman R., Anand S., Reza-Garduna E., Cohen R. E., McKinley G. H., Varanasi K. K., (2013), “Droplet mobility on lubricant-impregnated surfaces”, *Soft Matter*, 9 (6), 1772-1780.

Sun Y. M., Chang J. N., (1995), “Solute transport in poly(2-hydroxyethyl methacrylate) hydrogel membranes”, *Journal of Polymer Research*, 2, 71-82.

Stone H. A., (2012), “Ice-phobic surfaces that are wet”, *ACS Nano*, 6 (8), 6536–6540.
Swami S. N., (2004), “Radiation Synthesis of Polymeric Hydrogels for Swelling-controlled Drug Release Studies”, Doctor of Philosophy, University of Western Sydney New South Wales.

Şolpan D., Kölge Z., Torun M., (2007), “Preparation and characterization of poly(N-vinylpyrrolidone-co-methacrylic acid) hydrogels”, *Journal of Macromolecular Science*, 42 (6), 705-721.

Tanaka T., (1981), “Gels”, *Scientific American*, 224 (1), 110-123.

Takashi L., Hatsumi T., Makoto M., Takashi I., Takehiko G., Shuji S., (2007), “Synthesis of porous poly(N-isopropylacrylamide) gel beads by sedimentation polymerization and their morphology”, *Journal of Applied Polymer Science*, 104 (2), 842.

Talhaug L., Vindteknik K., Ronsten G., Horbaty R., Baring-Gould L., Lacroix A., Peltola E., (2005), “Wind Energy Projects in Cold Climates”, 1st edition, Technical Research Centre.

Üzüm Ö. B., Durukan H. B., Kundakçı S., Karadağ E., (2008), “Water uptake and dye sorption studies of chemically crosslinked highly swollen novel ternary acrylamide based hydrogels including citraconic acid and sodium acrylate”, *Polymers for Advanced Technologies*, 19, 775-784.

Wenzel, R. N., (1936), “Resistance of solid surfaces to wetting by water”, *Industrial and Engineering Chemistry*, 28, 98.

Wilson P. W., Lu W., Xu H., Kim P., Kreder M. J., Alvarenga J., Aizenberg J., (2013), “Inhibition of ice nucleation by slippery liquid-infused porous surfaces (SLIPS)”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 15, 581–585.

Wong T. S., Kang S. H., Tang S. K. Y., Smythe E. J., Hatton B. D., Grinthal A., Aizenberg J., (2011), “Bioinspired self-repairing slippery surfaces with pressure-stable omniphobicity”, *Nature*, 477 (7365), 443–447.

Wood J. M., Attwood D., Collett J. H., (1982), “The influence of gel formation on the diffusion of salicylic acid in polyHEMA hydrogels”, *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 34, 1-4.

Yang L., Chu J. S., Fix J. A., (2002), “Colon-specific drug delivery: new approaches and in vitro/in vivo evaluation”, *International Journal of Pharmaceutics*, 235 (1-2), 1–15.

Yin L., Xia Q., Xue J., Yang S., Wang Q., Chen Q., (2010), “In situ investigation of ice formation on surfaces with representative wettability”, *Applied Surface Science*, 256 (22), 6764–6769.

Young T., (1805), “An essay on the cohesion of fluids”, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 95, 65-87.

Zhang P., Lv F. Y., (2015), “A review of the recent advances in superhydrophobic surfaces and the emerging energy-related applications”, *Elsevier-Energy*, 82, 1068-1087.

Zhu L., Xue J., Wang Y., Chen Q., Ding J., Wang Q., (2013), “Ice-phobic coatings based on silicon-oil-infused polydimethylsiloxane”, *ACS Applied Materials & Interface*, 5 (10), 4053-4062.

Zohuriaan-Mehr M, J., (2006), "Super-absorbents", Tehran: Iran Polymer Society, 2–4.

ÖZGEÇMİŞ

Emel Kırman 16 Temmuz 1984’de Kdz. Ereğli’de doğdu. İlköğrenimini Armutçuk Madenci İlkokulu’nda başladı ve Armutçuk Ortokulu’nda tamamladı. 1998 yılında Kdz. Ereğli Anadolu Lisesi’nde öğrenimine devam etti ve 2002 yılında tamamladı. 2002 yılında İzmir’de Ege Üniversitesi Kimya Bölümünde üniversite eğitimine başladı ve 2007 yılında lisans eğitimini tamamladı. İş hayatına 2008 yılında Er-gün Metal’de başladı, 2009 yılında DSM Besin Maddeleri’ne geçiş yaptı. 2013 yılında yılında Gebze Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim dalında yüksek lisans eğitimine başladı. 2014 yılından itibaren Flormar Kozmetik şirketinde Tedarikçi Kalite Şefi olarak çalışmaktadır.